

Comment choisir la bonne technique de spectroscopie atomique ?

Pour répondre à vos besoins actuels et à venir





Sommaire

Comment fonctionne la spectroscopie atomique ?	3
Spectroscopie atomique	3
Spectroscopie d'absorption atomique (AA)	3
Spectroscopie d'émission atomique	4
Spectroscopie d'émission atomique par plasma micro-ondes (MP-AES)	4
Spectroscopie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES)	4
Spectrométrie de masse atomique	5
Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)	5
Spectrométrie de masse triple quadripôle avec plasma à couplage inductif (ICP-QQQ)	7
Comment choisir la bonne technique ?	8
Comparaison point par point	8
Quels éléments avez-vous besoin de mesurer ?	10
Combien d'éléments et d'échantillons avez-vous besoin de mesurer ?	12
Plage linéaire	13
Limites de détection	13
Interférences	14
Coûts	17
Entretien courant	17
Facilité d'utilisation et compétences de l'analyste	18
Méthodes – méthodes réglementées et disponibilité des méthodes pré-développées	18
Préparation des échantillons	19
Échantillons liquides	19
Échantillons solides	19
Digestion, dilution et filtration	20
Préparation des échantillons organiques	20
Composants instrumentaux dédiés à certains solvants	21
Étalonnage	22
Applications	24
Techniques couramment employées pour différentes applications	24
Recommandations pour les scénarios de mesure courants	26
Autres composants éventuellement nécessaires	37
Instruments de spectroscopie atomique Agilent	39
L'assurance d'obtenir ce dont vous aurez besoin	39

Comment fonctionne la spectroscopie atomique ?

Spectroscopie atomique

La spectroscopie atomique englobe plusieurs techniques analytiques permettant de déterminer la composition élémentaire d'un échantillon en examinant son spectre électromagnétique ou son spectre de masse.

Les techniques de spectrométrie atomique peuvent être classées en deux grandes catégories : celles qui identifient un élément d'après son spectre électromagnétique, et celles qui l'identifient d'après son spectre de masse. Dans un laboratoire d'analyse environnementale, les techniques de spectrométrie électromagnétique les plus couramment rencontrées sont l'absorption atomique et l'émission atomique. Les techniques basées sur les rayons X, comme la fluorescence X (XRF) et la diffraction X (XRD), reposent techniquement aussi sur de la spectrométrie électromagnétique.

Spectroscopie d'absorption atomique (AA)

Les techniques d'absorption atomique s'appuient sur le fait que tout élément absorbe de la lumière à une longueur d'onde caractéristique lorsqu'un électron passe d'un état fondamental à un état excité.

La quantité d'énergie lumineuse absorbée est proportionnelle au nombre d'atomes analytes dans le trajet optique.

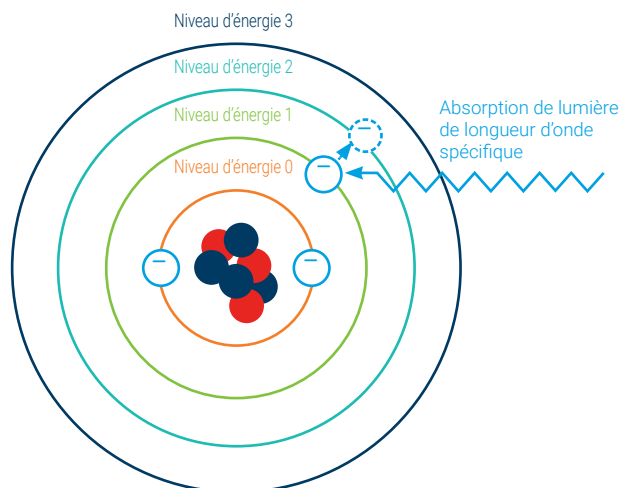


Figure 1. Un électron est excité de l'état fondamental à un niveau d'énergie supérieur par l'absorption d'énergie (lumière) à une longueur d'onde spécifique. En spectroscopie d'absorption atomique, la longueur d'onde de la lumière absorbée est déterminée par le type d'atome (l'élément dont il s'agit) et les niveaux d'énergie vers lesquels se déplacent les électrons. La quantité de lumière absorbée dépend de la concentration de l'élément dans l'échantillon.

La technique est étalonnée en introduisant des concentrations connues d'atomes analytes dans le trajet optique et en traçant graphiquement l'absorption en fonction de la courbe de concentration. La source de lumière caractéristique de chaque élément analyte utilisé est une lampe à cathode creuse (HCL) ou une lampe à décharge sans électrode (EDL). Généralement, chaque lampe est dédiée à l'analyse d'un seul élément, bien que, dans certains cas, quelques éléments puissent être regroupés en une seule lampe. Toutefois, du fait de cette limitation, l'absorption atomique est employée pour un faible nombre d'éléments par échantillon, même si elle peut mesurer 67 éléments différents (mais pas en même temps).

Pour que l'absorption atomique fonctionne, les éléments doivent être atomisés (convertis à l'état atomique) à haute température. Cette atomisation se fait par introduction d'un échantillon liquide au moyen d'un nébuliseur dans une flamme d'acétylène à haute température d'un instrument de spectroscopie d'absorption atomique à flamme (FAAS). Il est également possible d'atomiser les éléments en chauffant, à l'aide d'une résistance, un échantillon séché dans un cylindre en graphite de petit diamètre : on parle alors de spectroscopie d'absorption atomique à four graphite (GFAAS) (figure 2).

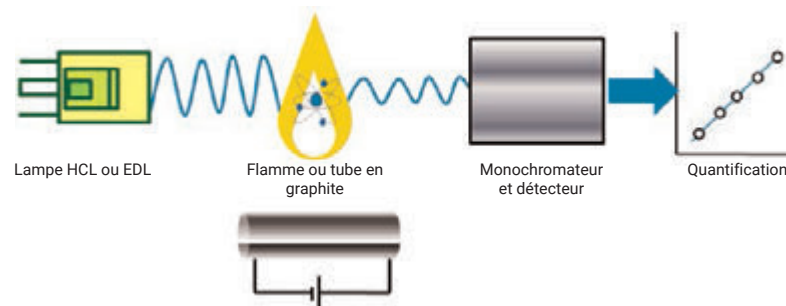


Figure 2. Schéma d'un système de spectrométrie d'absorption atomique à flamme ou four graphite

La FAAS est simple et peu coûteuse, mais est limitée du fait de la densité d'atomes transitoire et relativement diffuse dans la flamme, ce qui donne une faible sensibilité par rapport à d'autres techniques. Les limites de détection sont typiquement de l'ordre du ppm ou du haut de la gamme des ppb. La GFAAS présente l'avantage d'avoir une température programmable. Ce contrôle de la température permet de séparer le solvant et la matrice (les composants de l'échantillon autres que les éléments que l'on souhaite mesurer) de l'analyte en fonction du point d'ébullition. D'autre part, une fois atomisé en GFAAS, l'analyte est retenu dans le petit volume du tube en graphite et peut être mesuré durant une longue période. De ce fait, les limites de détection de la GFAAS sont bien inférieures à celles de la FAAS, généralement inférieures au ppb. Cependant la GFAAS est capable de mesurer moins d'analytes que la FAAS, et est beaucoup plus lente.

Spectroscopie d'émission atomique

Comme chaque élément nécessite une source lumineuse du type HCL dédiée, la spectrométrie d'absorption atomique (AAS) est limitée quant au nombre d'éléments qu'elle peut mesurer dans un même échantillon. La FAAS possède également une sensibilité relativement faible, et la GFAAS est lente. Les techniques d'émission atomique s'affranchissent de ces limitations et se sont donc largement répandues. Les techniques d'émission atomique se basent sur le fait qu'une fois qu'un atome d'un élément spécifique est excité (comme en absorption atomique), il émet de la lumière selon un schéma caractéristique de longueurs d'onde (un spectre d'émission) lorsqu'il retourne à l'état fondamental (voir figure 3).

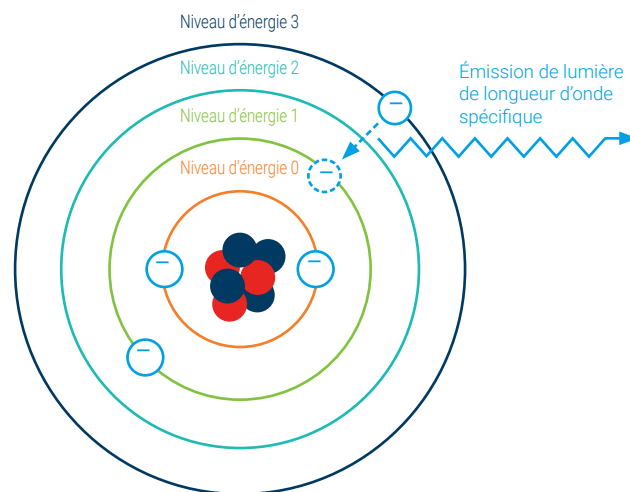


Figure 3. Lorsqu'un électron retourne d'un niveau d'énergie supérieur à son état fondamental, il émet de la lumière de longueurs d'onde particulières. Le type d'atome ou d'ion (c'est-à-dire l'élément dont il s'agit) ainsi que les niveaux d'énergie entre lesquels l'électron se déplace déterminent la longueur d'onde de la lumière émise.

Même s'il est possible de faire de la spectroscopie d'émission atomique avec un instrument du type à flamme similaire à un instrument de FAAS, la flamme n'est pas une source d'excitation idéale pour l'émission atomique. La température des flammes d'acétylène généralement utilisées en AA se situe autour de 2 000 K pour un mélange air/acétylène et de 3 000 K pour un mélange acétylène/protoxyde d'azote. Il est possible d'utiliser d'autres sources pour l'émission atomique, par exemple un plasma micro-ondes (MP) ou un plasma d'argon induit (ICP). Ces deux sources sont bien plus chaudes qu'une flamme. Cette forte température procure une plus large couverture élémentaire et une sensibilité plus élevée que la FAAS.

Spectroscopie d'émission atomique par plasma micro-ondes (MP-AES)

Le plasma micro-ondes (MP) d'azote est considérablement plus chaud que la flamme d'acétylène, atteignant des températures proches de 5 000 K. À cette température, l'émission atomique est forte pour la plupart des éléments, ce qui donne une meilleure capacité de détection et une plus grande gamme dynamique linéaire comparé à l'absorption atomique à flamme pour la plupart des éléments. Comme le MP fonctionne à l'azote, les coûts d'utilisation peuvent être grandement réduits par rapport à l'absorption atomique à flamme. Il est possible de réduire encore davantage les coûts en utilisant un générateur d'azote comme source d'azote pour le plasma. La sécurité est améliorée par rapport à l'absorption atomique à flamme, car on utilise de l'azote inerte plutôt que de l'acétylène (un gaz inflammable). Recourir à de l'azote inerte permet aussi de réaliser des analyses d'échantillons sans surveillance ou pendant la nuit, ce qui n'est pas recommandé avec la FAAS.

De par l'utilisation d'un monochromateur avec balayage et d'un détecteur à l'état solide, la MP-AES permet de s'affranchir des lampes individuelles. Cette technique donne également des temps d'analyse d'un échantillon à l'autre plus courts comparé à la FAAS, en particulier lorsqu'on parle de plus de quelques éléments (analytes). Avec une configuration d'introduction de l'échantillon appropriée, la MP-AES peut analyser des échantillons contenant jusqu'à environ 3 % de solides dissous (TDS).

Comme la MP-AES est une technologie relativement récente, elle peut ne pas être acceptée pour certaines méthodes réglementées, auquel cas le laboratoire doit utiliser la technique spécifiée pour l'analyse. S'il peut être démontré qu'une nouvelle technique telle que la MP-AES est équivalente à la technique établie, d'autres industries et organismes réglementaires accepteront cette validation basée sur les performances.

Spectroscopie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES)

L'ICP d'argon est plus chaud que le MP d'azote et bien plus chaud que la flamme d'acétylène. L'ICP peut atteindre des températures proches de 10 000 K, ce qui assure une atomisation complète et une ionisation significative de l'échantillon. Les interférences moléculaires sont réduites, et les émissions des atomes et ions disponibles pour la détection sont maximales. Similaire à la MP-AES, l'ICP-OES utilise un gaz inerte (argon) plutôt qu'un gaz inflammable (tel que l'acétylène pour la FAAS), ce qui permet d'effectuer des analyses d'échantillons sans surveillance ou pendant la nuit, et d'améliorer la sécurité. Outre le fait qu'elle ne nécessite pas de lampe pour chaque élément, l'ICP-OES présente de nombreux avantages par rapport à la FAAS. L'ICP-OES est une technique réellement multi-élémentaire, capable de mesurer presque simultanément, voire simultanément, jusqu'à 74 éléments à de faibles limites de détection, de l'ordre du ppb. Ainsi l'ICP-OES, également appelée ICP-AES (spectroscopie d'émission atomique avec ICP), est devenue la technique à toute épreuve pour les déterminations élémentaires dans de nombreuses industries, notamment la surveillance de l'environnement.

La température élevée du plasma d'argon implique aussi que l'ICP-OES peut tolérer les matrices complexes contenant jusqu'à ~ 25 % de solides dissous (TDS), en fonction de la configuration choisie. De plus, la sensibilité de l'ICP-OES est située entre celle de la FAAS/MP-AES et celle de la GFAAS (qui va de quelques ppb aux pourcents). L'ICP-OES peut par conséquent mesurer tous les éléments qui étaient auparavant déterminés par FAAS. L'ICP-OES peut également mesurer certains éléments qui, du fait des limites de notification inférieures requises, nécessitaient d'avoir recours à la GFAAS.

Néanmoins, l'ICP-OES ne peut pas égaler la GFAAS quand il s'agit de limites de détection de l'ordre du ppt ou inférieures au ppb. C'est pour cette raison que les laboratoires qui utilisent l'ICP-OES comme technique d'analyse élémentaire principale ont quand même besoin d'une technique plus sensible telle que la GFAAS ou l'ICP-MS (voir paragraphe suivant) pour l'analyse des éléments à l'état de traces tels que As, Se, Cd, Pb, etc. Lorsque le nombre d'échantillons augmente, la GFAAS devient le facteur qui limite la productivité du laboratoire. Les laboratoires devant analyser un grand nombre d'échantillons choisissent ainsi généralement l'ICP-MS, qui fournit une analyse multi-élémentaire avec de faibles limites de détection.

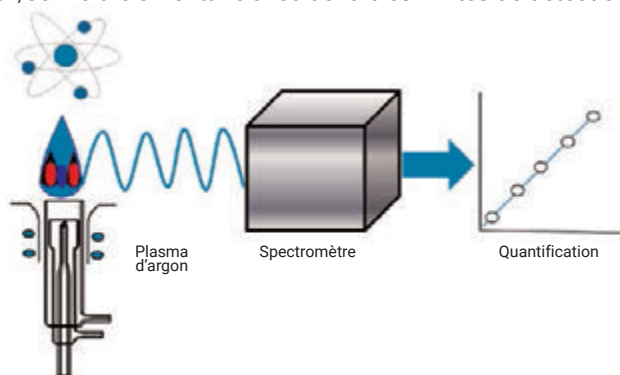


Figure 4. Schéma simplifié d'un spectromètre ICP-OES

Spectrométrie de masse atomique

La spectrométrie de masse atomique (MS), aussi appelée spectrométrie de masse inorganique, fait référence à une technique utilisant un spectromètre de masse pour séparer et mesurer des atomes ou des éléments.

La spectrométrie de masse atomique est différente des techniques de spectrométrie de masse « organique », telles que la LC/MS et la GC/MS, qui mesurent des molécules ou des composés organiques.

Pour pouvoir analyser la composition élémentaire d'un échantillon par MS, les atomes des éléments sont convertis en ions chargés, pour qu'ils puissent être focalisés et séparés. La source d'ionisation peut être une décharge lumineuse (GD), une étincelle, un filament, un canon ionique, un laser ou un plasma (comme pour l'ICP-MS). Certaines sources d'ionisation (GD, étincelle, laser) permettent de mesurer des échantillons solides, tandis qu'un plasma peut s'accommoder d'échantillons liquides tels que les solutions aqueuses et les digestions à base d'acides.

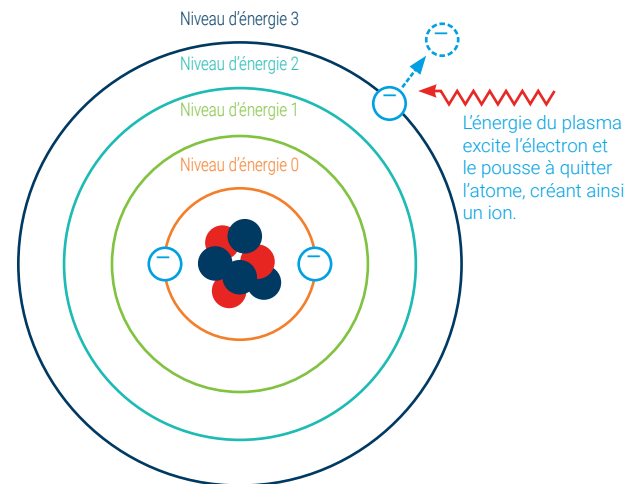


Figure 5. L'énergie fournie par le plasma d'argon retire un électron d'un atome élémentaire, créant ainsi un ion positif à charge simple.

Le spectromètre de masse servant à séparer les ions peut être un appareil à secteur magnétique, à temps de vol, à piège à ions ou à quadripôle. Le quadripôle offre un bon compromis entre une transmission élevée, une résolution de moins de 1 unité de masse (u) et un coût relativement faible. La plupart des systèmes d'ICP-MS possèdent un filtre de masse quadripolaire, en configuration simple quadripôle ou MS en tandem (MS/MS) comme le triple quadripôle (ICP-QQQ).

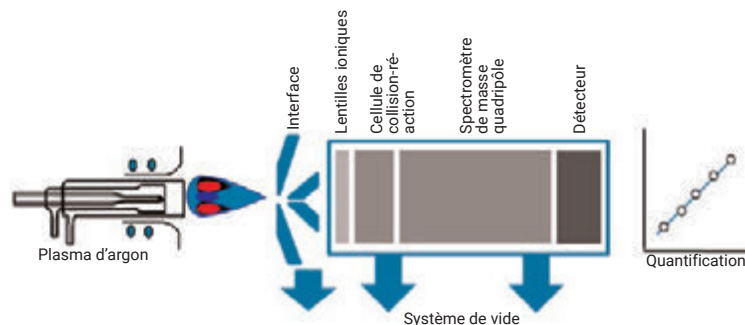
Pour obtenir une transmission et une résolution élevées, le spectromètre de masse et le détecteur sont placés dans une chambre sous vide. Les ions mesurés sont formés à l'intérieur de la chambre sous vide (dans le cas d'une décharge lumineuse par exemple) ou transférés dans la région sous vide poussé d'une source d'ionisation externe telle qu'un plasma. Une fois séparés dans le spectromètre de masse, les différents ions élémentaires sont comptés, généralement à l'aide d'un multiplicateur d'électrons. Le nombre d'ions mesuré pour chaque masse est comparé au signal d'un étalon connu et converti en une concentration pour chaque élément de la matière analysée.

Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)

Au milieu des années 1980, l'ICP d'argon a été couplé à un spectromètre de masse quadripôle, ce qui a donné les premiers instruments d'ICP-MS commerciaux. Le développement a tiré parti de l'ICP d'argon pour s'en servir comme source d'ionisation hautement efficace, et l'a couplé au spectromètre de masse quadripôle pour sa grande sensibilité, ses spectres simples et sa capacité de balayage rapide. Le résultat est un instrument qui combine les capacités d'analyse multi-élémentaire rapide et simultanée de l'ICP-OES et la sensibilité de la GFAAS. Dans un instrument d'ICP-MS, le plasma d'argon sert de source d'ionisation. Les ions passent dans la région sous vide poussé contenant l'analyseur

de masse quadripôle via un jeu de cônes d'interface et de lentilles ioniques. Les ions sont séparés par le quadripôle puis transmis à un multiplicateur d'électrons en vue de leur détection (figure 6).

Figure 6. Schéma simplifié des principaux composants d'un système ICP-MS quadripolaire



Même si le plasma d'argon d'un système ICP-MS est similaire au plasma utilisé en ICP-OES, son rôle est différent. En ICP-MS, seuls les ions sont mesurés ; le plasma est donc optimisé pour ioniser les atomes élémentaires. Le plasma d'argon est idéal dans ce cas, car l'argon a un potentiel d'ionisation (PI, énergie requise pour retirer le premier électron de l'atome neutre) de 15,76 électrons-volts (eV). Ce PI est supérieur au premier PI de quasiment tous les autres éléments, mais inférieur à leur second PI, ce qui signifie que les atomes de la plupart des éléments sont convertis efficacement en ions positifs à charge simple.

L'efficacité d'ionisation, et donc la sensibilité, est meilleure si la température dans le canal central du plasma est élevée. On peut obtenir un plasma à haute température en utilisant un générateur à l'état solide de grande efficacité, un injecteur de torche à large diamètre intérieur, et des conditions de fonctionnement optimisées. Le plasma ainsi obtenu est « robuste » et peut produire une ionisation supérieure à 95 % pour la plupart des éléments. Même les éléments mal ionisés tels que Be, As, Se, Cd et Hg sont relativement ionisés, et peuvent donc être mesurés aux niveaux de traces (ppt). La robustesse du plasma est une caractéristique de performances qui est généralement surveillée par la mesure du rapport entre CeO^+ et Ce^+ . CeO^+ est un ion moléculaire fortement lié. Un plasma d'ICP-MS est considéré comme robuste s'il contient suffisamment d'énergie pour dissocier CeO^+ et donner un rapport CeO^+/Ce^+ inférieur ou égal à environ 1,5 %. Utiliser un appareil d'ICP-MS avec un plasma à haute température permet de mieux décomposer la matrice, ce qui donne moins de dépôt de matrice, une meilleure stabilité et un besoin d'entretien réduit. Un plasma de haute température fournit davantage d'énergie pour dissocier d'autres ions moléculaires, ce qui réduit la quantité des autres ions susceptibles de provoquer d'éventuelles interférences spectrales.

Les ions sont extraits du plasma et passent dans la région sous vide poussé où ils sont séparés et détectés. Les photons et les espèces neutres sont rejetés à l'aide d'un jeu de lentilles ioniques hors axe, et les ions moléculaires (polyatomiques) restants sont retirés à l'aide d'un gaz de cellule à base d'hélium (He) par discrimination d'énergie cinétique (KED) dans la cellule de collision-réaction (CRC). Le mode He-KED permet de filtrer les ions polyatomiques, qui sont plus gros et qui rentrent donc plus souvent en collision avec le gaz de la cellule que les ions atomiques qu'ils chevauchent. Les ions polyatomiques perdent ainsi davantage d'énergie que les ions analytes (plus petits), ce qui permet aux ions polyatomiques d'être rejetés via une tension de polarisation à la sortie de la cellule. Le mode He-KED a transformé l'exactitude et la fiabilité de l'analyse par ICP-MS, en particulier pour l'analyse multi-éléments des échantillons rencontrés dans les laboratoires agroalimentaires et environnementaux.

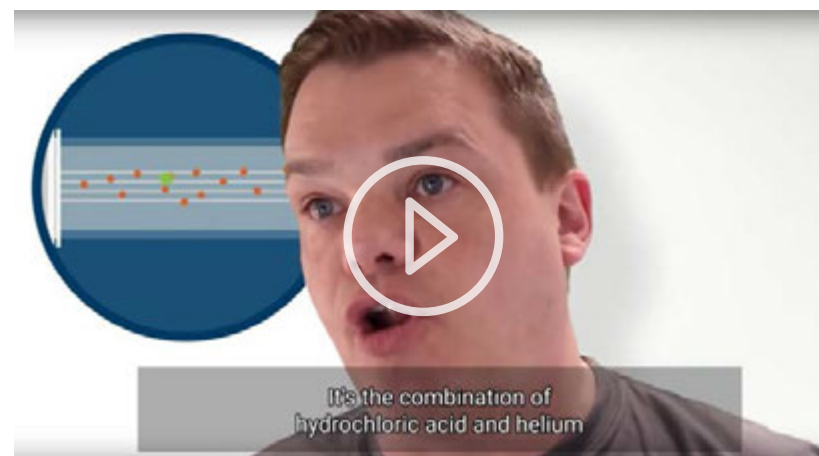


Figure 7. Cette brève vidéo explique comment le mode hélium permet de retirer les interférences polyatomiques en ICP-MS.

Le spectromètre de masse quadripôle sépare les ions en fonction de leur rapport masse/charge (m/z). Pour les ions à charge simple, le rapport m/z est égal à la masse, donc l'ICP-MS mesure les éléments sous forme de simple spectre de masse atomique (isotopique) caractéristique de 6Li à ${}^{238}U$. De nombreux éléments comportent plusieurs isotopes de masses différentes et, pour ces éléments, l'ICP-MS peut également fournir des informations sur le rapport isotopique et l'abondance des isotopes.

Le quadripôle est un spectromètre de masse à balayage, mais il utilise une vitesse de balayage extrêmement élevée (plus de 10 balayages de masse complets par seconde). Cette grande vitesse permet de mesurer efficacement tous les éléments en même temps. Une fois séparés dans le filtre de masse, les ions sont transférés dans un détecteur à multiplicateur d'électrons, qui génère une impulsion pour chaque ion qui y parvient. Les impulsions, ou « comptages », sont converties en concentrations par comparaison des signaux à un étalonnage créé par mesure d'étalons de concentration connue.

Avec sa vaste couverture élémentaire (jusqu'à 70 éléments pouvant être mesurés en routine) et sa gamme dynamique linéaire allant de moins d'un ppt à des milliers de ppm, l'ICP-MS empiète sur les capacités des instruments d'ICP-OES et de GFAAS.

Les avancées technologiques continues ont permis de régler le problème des premiers instruments d'ICP-MS qui présentaient une piètre tolérance aux forts taux de solides dissous (TDS). Mais la grande majorité des instruments d'ICP-MS modernes sont encore limités à un taux maximum de TDS d'environ 0,2 % (2 000 ppm), ce qui est inférieur d'un facteur 100 à leurs cousins du type OES. Pour améliorer la tolérance aux matrices de l'ICP-MS et permettre l'analyse directe des échantillons à fort TDS, on recourt souvent à une dilution de l'aérosol. Les instruments d'ICP-MS Agilent comportent des systèmes d'introduction pour matrice ultra-chargée (UHMI). Cette technologie utilise un ajout automatique de gaz d'argon étalonné entre la chambre de nébulisation et la torche ICP pour diluer l'aérosol de l'échantillon. La quantité d'aérosol parvenant jusqu'au plasma est réduite, ce qui permet d'analyser des niveaux de matrice supérieurs sans provoquer de suppression du signal, de dépôt de matrice ou de dérive. L'UHMI supprime la perte de temps et les éventuelles erreurs associées à la dilution conventionnelle des échantillons liquides, et permet de s'affranchir du coût et de la complexité d'un dilueur automatique. Comme la dilution se fait en phase gazeuse, aucune contamination potentielle par les diluants aqueux n'est à craindre, et la réduction de la charge de solvant (eau) sur le plasma permet d'améliorer la robustesse du plasma. L'UHMI est une fonctionnalité standard des systèmes ICP-MS Agilent, qui permet aux instruments de mesurer directement les échantillons avec un niveau de matrice comportant jusqu'à 25 % de solides dissous, ce qui est proche de la capacité de l'ICP-OES.

Spectrométrie de masse triple quadripôle avec plasma à couplage inductif (ICP-QQQ)

La dernière avancée en matière de spectrométrie atomique est le développement d'un système ICP-MS basé sur un spectromètre de masse en tandem (ICP-MS/MS), généralement dans une configuration à triple quadripôle (QQQ). Le terme « spectromètre de masse triple quadripôle » fait référence à un instrument qui utilise deux spectromètres de masse quadripôles à transmission en série. Les deux spectromètres de masse sont séparés par une cellule de collision-réaction contenant un système de guidage des ions multipolaire (voir la définition IUPAC du terme 538).

L'ICP-QQQ Agilent 8900 utilise deux analyseurs de masse quadripôles à profil hyperbolique séparés par la cellule de collision-réaction d'un système de réaction octopolaire (ORS). L'ORS est similaire à la cellule présente dans les systèmes ICP-MS simple quadripôle Agilent, mais la configuration MS/MS permet d'utiliser la cellule avec des gaz de cellule hautement réactifs. Les modes gaz de réaction avec l'ICP-MS/MS peuvent constituer une approche utile et efficace pour résoudre les interférences problématiques qui ne peuvent être éliminées en mode He-KED.

Le premier quadripôle (Q1) de l'ICP-QQQ sert à contrôler les ions qui pénètrent dans la cellule de collision-réaction. Les collisions ou les réactions qui se produisent dans la cellule suppriment les interférences, puis le quadripôle de l'analyseur (Q2) permet de transmettre les ions analytes séparés au détecteur. Un schéma simplifié de la configuration ICP-QQQ est présenté à la figure 8.

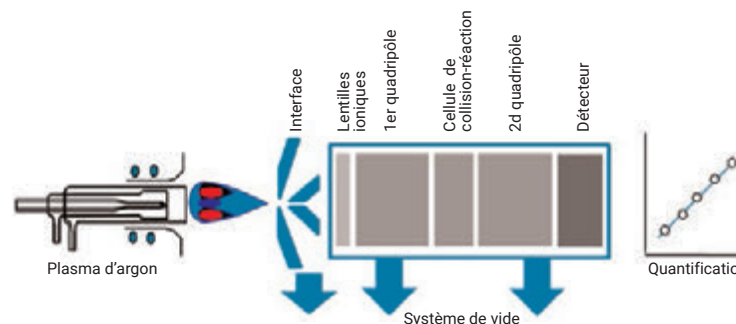


Figure 8. Schéma simplifié de l'ICP-MS triple quadripôle

Pourquoi l'ICP-QQQ ?

La principale différence entre l'ICP-QQQ et l'ICP-MS simple quadripôle est que l'ICP-QQQ peut fonctionner en mode MS/MS, Q1 et Q2 servant de filtres de masse unitaires. Q1 sélectionne la masse d'ion analyte qui pénètre dans la cellule, rejetant toutes les autres masses. Ce processus de sélection permet de s'assurer que les ions dans la cellule sont cohérents et indépendants de la composition de l'échantillon, de manière à pouvoir utiliser de manière fiable les méthodes utilisant un gaz de réaction dans la cellule. Ce contrôle de la chimie de réaction permet à l'ICP-QQQ de résoudre les problèmes d'interférences qui ne peuvent pas être traités avec un système ICP-MS quadripolaire conventionnel. La résolution de ces problèmes consiste par exemple à séparer les recouvrements isobariques directs (tels que celui de ^{204}Pb par ^{204}Hg), à résoudre les recouvrements d'ions à double charge (par exemple les recouvrements de As et Se par REE^{2+}), et à supprimer les interférences d'arrière-plan particulièrement intenses (entre N_2 et ^{28}Si , entre O_2 et ^{32}S , etc.).

Le système ICP-QQQ 8900 offre en outre une sensibilité significativement plus élevée et un bruit de fond bien inférieur à ce qui est observé habituellement avec les systèmes ICP-MS simple quadripôle. De plus, comme il effectue deux étapes de filtrage de masse, le système ICP-QQQ 8900 délivre une bien meilleure sensibilité en abondance (SA), caractéristique qui permet d'évaluer le degré de recouvrement entre les pics adjacents. Le fonctionnement en mode MS/MS permet au 8900 de séparer les pics de traces des principaux pics au niveau de la masse adjacente (séparation de Mn-55 et Fe-56 par exemple).

Comment choisir la bonne technique ?

La bonne technique de spectroscopie atomique pour votre laboratoire, qui saura répondre à vos besoins actuels et à venir, dépend de nombreux facteurs. Quels éléments devez-vous mesurer, et dans quel type d'échantillons ? Quel budget avez-vous, et quel est le niveau de compétence de vos techniciens de laboratoire ? Voici ci-dessous les principaux sujets qu'il vous faut prendre en compte pour choisir une technique.

Comparaison point par point

Commençons par une comparaison générale des différentes techniques de spectroscopie atomique (tableau 1).

Tableau 1. Comparaison point par point des techniques de spectroscopie atomique.

	FAAS Voir les produits	GFAAS Voir les produits	MP-AES Voir les produits	ICP-OES Voir les produits	ICP-MS Voir les produits	ICP-QQQ Voir les produits
Prix relatif	Ⓢ	Ⓢ Ⓢ	Ⓢ Ⓢ	Ⓢ Ⓢ Ⓢ	Ⓢ Ⓢ Ⓢ Ⓢ	Ⓢ Ⓢ Ⓢ Ⓢ Ⓢ
Coût relatif par échantillon	Ⓢ Ⓢ	Ⓢ Ⓢ	Ⓢ	Ⓢ Ⓢ	Ⓢ Ⓢ Ⓢ	Ⓢ Ⓢ Ⓢ
Sensibilité relative	🔍🔍	🔍🔍🔍🔍	🔍🔍	🔍🔍🔍	🔍🔍🔍🔍🔍	🔍🔍🔍🔍🔍🔍
Avis	SelectScience	SelectScience	SelectScience	SelectScience	SelectScience	SelectScience
Nombre d'échantillons max. par jour ¹	100 à 200 (6 éléments)	60 (4 éléments)	300 à 400 (10 éléments)	2 000 à 2 500 (>50 éléments)	1 200 (>50 éléments)	1 200 (>50 éléments)
Gamme dynamique de mesure ²	100 ppb à 1 000 ppm	10 ppt à 1 000 ppb	100 ppb à 1 000 ppm	10 ppb à 10 000 ppm	< 1 ppt à 1 000 ppm	< 1 ppt à 1 000 ppm
Volume relatif d'échantillon requis	👉👉👉	👉	👉👉👉	👉👉	👉👉	👉👉
Tolérance relative vis-à-vis des solides dans l'échantillon	🧴🧴	🧴🧴🧴	🧴	🧴🧴🧴🧴	🧴🧴🧴	🧴🧴🧴
Mesure des éléments	Séquentielle	Séquentielle	Séquentielle	Simultanée	Simultanée	Simultanée
Nombre d'éléments mesurables	67	48	70	74	86	87
Besoin relatif d'entretien courant	🔧	🔧🔧	🔧	🔧🔧🔧	🔧🔧🔧🔧	🔧🔧🔧🔧
Niveau de compétence relatif requis pour l'opérateur	🎓	🎓🎓🎓	🎓	🎓🎓	🎓🎓🎓	🎓🎓🎓🎓
Mesure sans surveillance	✗	✓	✓	✓	✓	✓
Conformité aux BPF, partie 11/annexe 11	✓ (avec logiciel en option)	✓ (avec logiciel en option)	✗	✓ (avec logiciel en option)	✓ (avec logiciel en option)	✓ (avec logiciel en option)

	FAAS Voir les produits	GFAAS Voir les produits	MP-AES Voir les produits	ICP-OES Voir les produits	ICP-MS Voir les produits	ICP-QQQ Voir les produits
Spécifications						
Consommation électrique relative en fonctionnement	⚡	⚡ ⚡	⚡ ⚡	⚡ ⚡	⚡ ⚡ ⚡	⚡ ⚡ ⚡
Dimensions (mm – largeur x profondeur x hauteur)	790 x 580 x 5 904 ³	1 030 x 600 x 5 904 ³	960 x 660 x 660	625 x 740 x 887	730 x 600 x 595	1 060 x 600 x 595
Masse	75 kg	119 kg	73 kg	90 kg	100 kg	139 kg
Besoin d'alimentation en gaz	Air comprimé et acétylène pur à 99,0 % et/ou N ₂ O pur à 99,5 % (en fonction des éléments mesurés), évacuation avec débit de 2,5 m ³ /min	Argon à 99,99 % ou azote à 99,99 %, évacuation avec débit de 3 m ³ /min	Azote pur à 99,5 % ⁴ , évacuation avec débit de 2,5 m ³ /min	Argon pur à 99,95 %. En option : azote, oxygène, évacuation avec débit de 2,5 m ³ /min	Argon à 99,99 % ⁵ , évacuation avec débit de 5 à 7 m ³ /min	Argon à 99,99 % ⁵ , évacuation avec débit de 5 à 7 m ³ /min
Garantie ⁶	12 mois	12 mois	12 mois	12 mois	12 mois	12 mois
Accessoires						
Passeur automatique d'échantillons	En option	Inclus	En option	En option	En option	En option
Système de refroidissement par eau	Non requis	Alimentation en eau de refroidissement requise	Non requis	Requis, non inclus	Requis, non inclus	Requis, non inclus

1. Les instruments d'ICP-OES et d'ICP-MS doivent être équipés d'une vanne de commutation pour atteindre ces valeurs.

2. Gamme dynamique de l'instrument uniquement, sans dispositif d'introduction d'échantillon améliorant la sensibilité.

3. La hauteur dépend du modèle choisi.

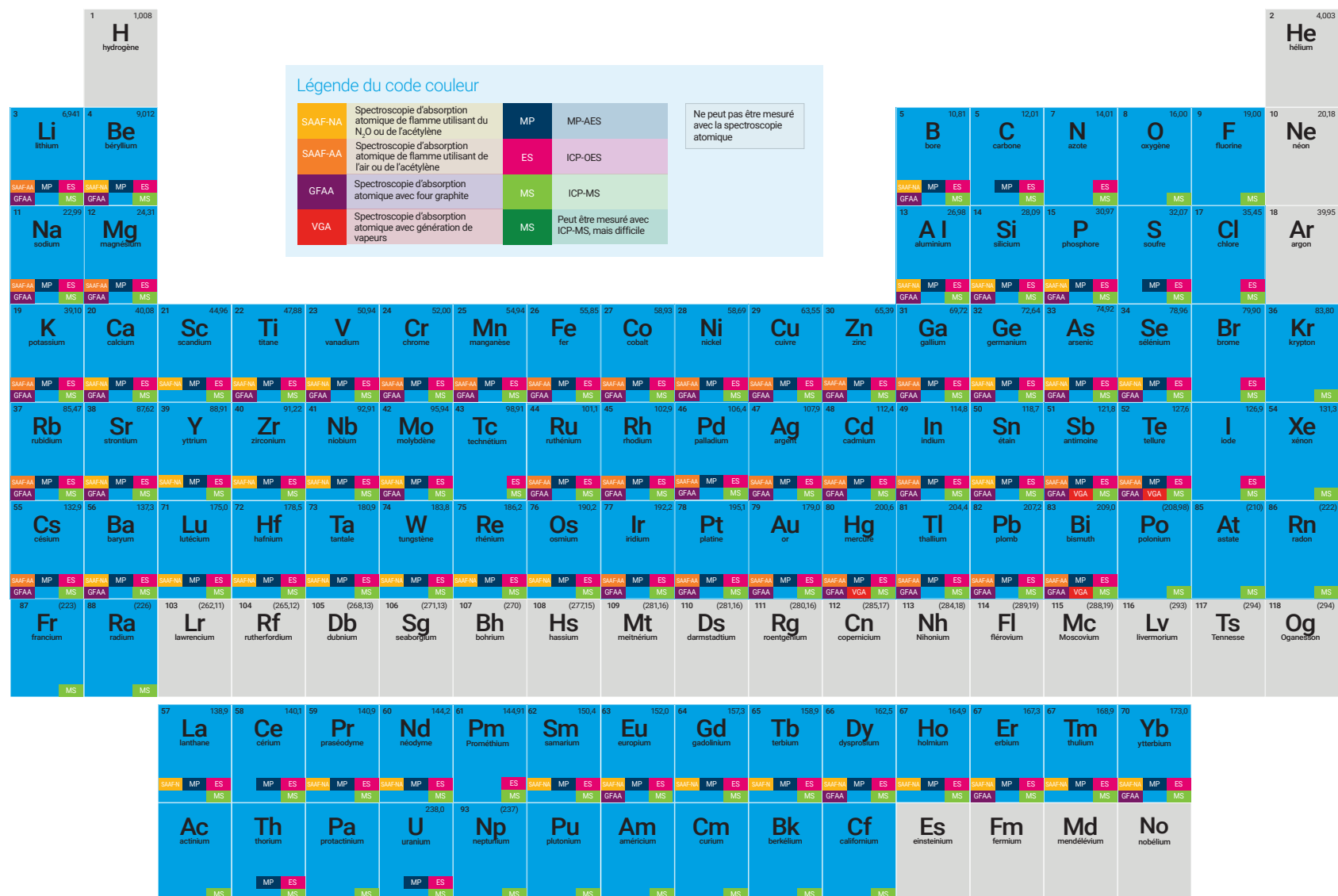
4. La MP-AES ne requiert que de l'azote, qui peut être extrait de l'air ambiant par un générateur d'azote. Il est aussi possible d'utiliser un récipient Dewar à azote.

5. Pour les applications nécessitant un contrôle des contaminations, c'est-à-dire dans le cas de la mesure d'impuretés dans les composés chimiques destinés aux semi-conducteurs, une pureté d'au moins 99,999 % peut être requise pour l'argon.

6. Agilent propose diverses options d'extension de garantie et d'assistance.

Quels éléments avez-vous besoin de mesurer ?

La première question à se poser est : quels éléments ai-je besoin de mesurer ? Car chaque technique permet de mesurer un ensemble différent d'éléments. Le tableau périodique suivant, basé sur un code-couleur, est un guide qui vous donne les éléments que peut mesurer chaque technique. Cependant la concentration mesurable par chaque technique varie en fonction de l'élément considéré.



Éléments difficiles à mesurer par spectroscopie atomique

Certains éléments ne peuvent pas être mesurés par spectroscopie atomique, ou nécessitent une approche particulière. Il s'agit de :

[N, O, Kr, Xe](#)

L'azote et l'oxygène sont abondants dans l'air ambiant de l'environnement des laboratoires, et sont présents dans la plupart des solutions aqueuses mesurées, qui sont habituellement stabilisées par de l'acide nitrique (HNO_3). Le fort niveau de bruit de fond qui en résulte complique fortement la mesure de ces éléments aux faibles concentrations sans approche particulière. L'ICP-MS offre les meilleures limites de détection pour N et O, mais requiert une autre approche de l'introduction des échantillons « secs », par exemple une interface d'échantillonnage gazeux ou un système GC-ICP-MS. Pour l'analyse de routine de ces éléments, il est recommandé d'utiliser une technique autre que la spectroscopie atomique.

Kr et Xe étant des gaz, leur étalonnage n'est pas simple. Ils sont également mal ionisés et peuvent être présents à l'état de traces dans l'argon de grande pureté utilisé en support du plasma ICP. Ces éléments peuvent être mesurés par ICP-MS, à condition d'utiliser un système d'introduction des échantillons adapté. Par exemple, le Xe (sous forme d'étalon gazeux de Xe à 100 ppm dans l'hélium) est couramment employé pour l'ajustement des systèmes et comme étalon interne pour les applications de GC-ICP-MS.

[F, Cl](#)

Ces éléments peuvent être mesurés à des taux relativement bas par ICP-MS triple quadripôle, technique qui peut utiliser la chimie de la réaction pour convertir l'ion F ou Cl en un ion fils mesurable. Le Cl peut être mesuré par ICP-MS simple quadripôle, mais le signal du bruit de fond est fort et donc les limites de détection mauvaises.

[H, He, Ne](#)

Ces éléments ne peuvent être mesurés par aucune technique de spectroscopie atomique. En effet, ils n'émettent ni n'absorbent aucune lumière dans les gammes mesurables par les techniques optiques. L'ICP-MS n'est pas non plus une solution, car H et He se situent en dehors de la gamme de masse mesurée par l'ICP-MS, et Ne n'est pas ionisé dans un plasma d'argon.

[Ar](#)

L'argon sert de gaz source pour le plasma de l'ICP-OES et de l'ICP-MS. Ceci signifie que les niveaux de bruit de fond de Ar sont très élevés, ce qui rend sa mesure difficile avec ces techniques.

Éléments à courte durée de vie

Les éléments tels que At, Fr, Rn et ceux de numéro atomique supérieur à 99 sont extrêmement radioactifs, ce qui signifie qu'ils se dégradent rapidement en un autre élément ou isotope. Certains de ces éléments sont naturellement présents dans la nature (le radon [Rn] par exemple), mais ces éléments radioactifs ont généralement une durée de vie trop courte pour être mesurés par des techniques de spectroscopie atomique. Une technique radiométrique (mesure de la décroissance de la radioactivité) est l'approche normalement utilisée pour la détermination de ces éléments.

Mesure des rapports isotopiques

L'une des applications de pointe rendue possible par la spectrométrie de masse (ICP-MS) est la capacité à séparer et mesurer les isotopes individuels d'un élément. Ceci permet de déterminer le rapport entre deux isotopes ou plus, ce qui est utile pour les applications où l'abondance des isotopes varie naturellement. On peut citer par exemple la géochronologie, où l'abondance naturelle des isotopes de certains éléments (tels que Pb, Hf et Sr) varie en fonction de l'âge de la pierre. La climatologie peut également utiliser les rapports isotopiques et élémentaires des minéraux incorporés dans les sédiments océaniques ou dans les coraux pour reconstruire l'histoire de température des mers et des océans.

L'analyse isotopique est aussi utile dans les applications telles que la production de combustible nucléaire, les études sur le fractionnement des éléments, et les études avec un traceur biologique. La mesure du rapport isotopique est également fondamentale pour la technique d'étalonnage connue sous le nom de spectrométrie de masse à dilution isotopique (IDMS). L'IDMS est souvent utilisée dans les laboratoires du type institut de métrologie et pour la certification des matériaux de référence, cas qui requièrent une traçabilité et dans lesquels une exactitude et une fidélité élevées sont essentielles.

Combien d'éléments et d'échantillons avez-vous besoin de mesurer ?

Le nombre d'éléments et le nombre d'échantillons à mesurer sont également des aspects importants à prendre en compte lors du choix d'une technique d'analyse élémentaire. L'ICP-OES et l'ICP-MS permettent de mesurer tous les éléments requis en une seule acquisition (analyse simultanée). L'AAS à flamme ou four graphite et la MP-AES mesurent les éléments les uns après les autres (analyse séquentielle). Une mesure simultanée est bien plus rapide qu'une mesure séquentielle, car tous les composés sont mesurés en un seul passage dans le flacon à échantillon. Si vous avez beaucoup d'éléments à mesurer (plus de 10) dans de nombreux échantillons (plus de 50), les techniques séquentielles seront trop lentes.

Par exemple, chaque mesure mono-élément par GFAAS prend environ 2 à 3 minutes en fonction de l'élément considéré. Ainsi, mesurer cinq éléments avec trois répliques de chaque échantillon prendra approximativement 30 à 45 minutes par échantillon (5 éléments x 3

mesures de réplique x 2 à 3 minutes par réplique). Un instrument GFAAS peut ainsi effectuer environ 240 mesures de triplicats en 24 heures. Il peut s'agir de 1 élément dans 240 échantillons, de 4 éléments dans 60 échantillons ou de 10 éléments dans 24 échantillons.

À l'inverse, lorsqu'elles sont configurées avec une vanne de commutation, les techniques ICP peuvent mesurer plus de 50 éléments en triplicats en un temps d'analyse d'un échantillon à l'autre d'environ 30 secondes (pour l'ICP-OES) ou 1 minute (pour l'ICP-MS). Ceci se traduit par environ 60 000 déterminations de triplicats par jour pour l'ICP-MS et jusqu'à 125 000 pour l'ICP-OES.

Toutes les techniques peuvent être laissées sans surveillance, hormis l'AAS à flamme ; vous pouvez donc charger un passeur automatique d'échantillons et laisser l'instrument tourner 24 heures sur 24. Pour des questions de sécurité, l'AAS à flamme doit être supervisée en permanence. Ceci limite son fonctionnement aux heures de travail.



Figure 9. L'utilisation d'un passeur automatique d'échantillons permet d'augmenter la productivité et de faire fonctionner l'instrument sans surveillance.

Plage linéaire

Chaque technique de spectroscopie atomique peut mesurer différentes concentrations d'éléments. Les techniques peuvent être classées en deux catégories : la GFAAS et l'ICP-MS d'une part, qui peuvent mesurer les niveaux de traces (moins de 10 ppb), et l'AAS à flamme, la MP-AES et l'ICP-OES d'autre part, qui mesurent des niveaux supérieurs (plus de 10 ppb).

Mais ce n'est pas tout. Les échantillons peuvent contenir des éléments à différentes concentrations, de la trace au pourcent. Vous pouvez par exemple avoir des échantillons contenant 100 ppm de Na et 10 ppb de Mo.

Vous pouvez toujours diluer ou concentrer les échantillons, mais ceci prend du temps et peut introduire des erreurs. Pour une productivité et une exactitude optimales, les techniques multi-élémentaires comme l'ICP-OES et l'ICP-MS doivent être capables de mesurer ces divers niveaux de concentration au cours de la même analyse. Et certains éléments peuvent varier énormément d'un échantillon à l'autre, donc la gamme de concentration de chaque élément que la technique peut mesurer est également un paramètre important. La gamme de concentration d'une technique analytique est généralement décrite en termes de gamme dynamique linéaire, autrement dit la gamme sur laquelle le détecteur donne une réponse linéaire à une variation de concentration.



Figure 10. Les échantillons environnementaux tels que le sol, les boues et l'eau contiennent souvent de fortes concentrations de certains éléments et de très faibles concentrations d'autres éléments. Il est important que la technique multi-élémentaire, telle que l'ICP-OES ou l'ICP-MS, puisse traiter ces différences de concentration en une seule mesure ; sinon, plusieurs mesures devront être réalisées sur un même échantillon, avec le travail de préparation d'échantillon qui va avec.

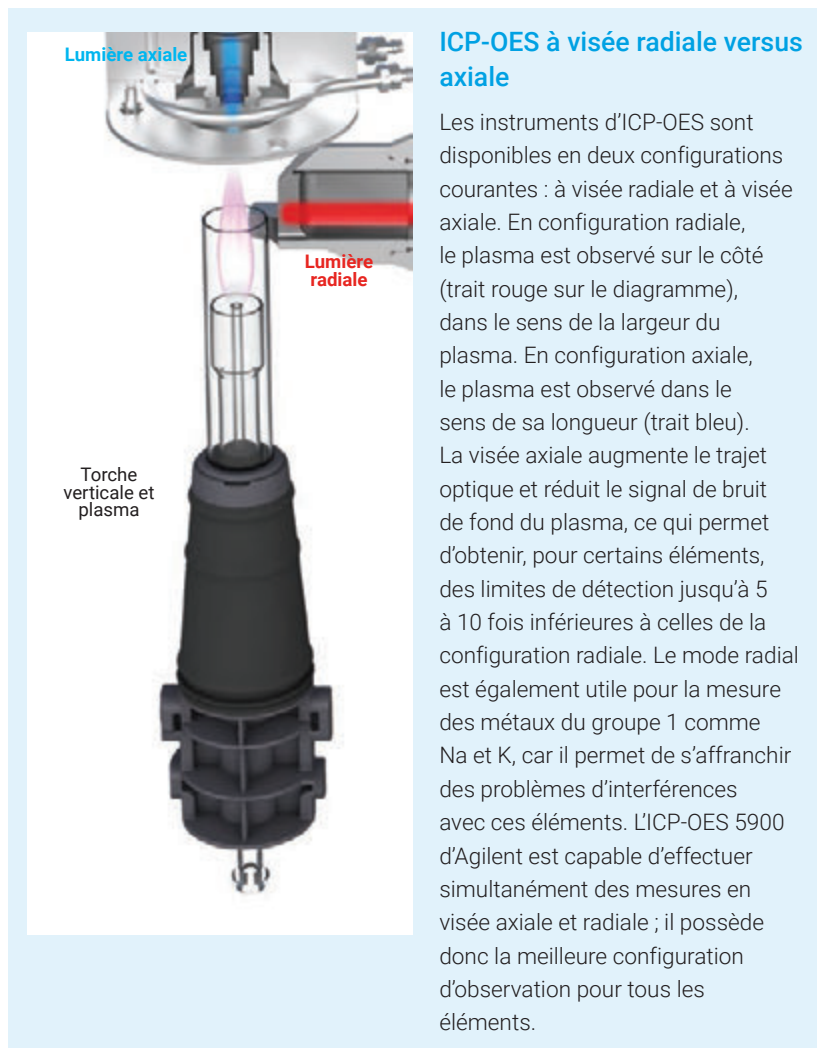
Vous devriez choisir une technique capable de gérer la gamme de concentration de chaque élément susceptible d'être présent dans vos échantillons. Si votre laboratoire doit recevoir des échantillons de concentrations essentiellement inconnues, il vous faudra choisir une technique avec une large gamme, comme l'ICP-MS, pour être sûr de pouvoir faire les mesures. Inversement, si vous suivez la concentration d'un ou deux éléments censés être présents autour de 100 ppm, un système AAS à flamme, plus simple et moins cher, pourra convenir. Voir le tableau 2 pour comparer la gamme de mesure de chaque technique.

Tableau 2. Gammes de concentration que peut mesurer chacune des techniques de spectroscopie atomique. Pour chaque technique, la barre indique la plage entre la limite de détection type et la limite de mesure supérieure de l'instrument de base (sans amélioration du système d'introduction d'échantillons).

	<ppq		ppt		ppb				ppm				%	
	1	10	100	1 000	1	10	100	1 000	1	10	100	1 000		
AAS à flamme														
MP-AES														
ICP-OES														
GFAAS														
ICP-MS														
ICP-QQQ														

Limites de détection

Les limites de détection (DL) que chaque technique analytique peut atteindre peuvent constituer un facteur crucial pour savoir si la technique choisie convient à l'analyse envisagée. De nombreuses méthodes réglementées spécifient des concentrations maximales admissibles pour les types d'échantillon d'intérêt, et la technique retenue doit être capable de mesurer ces concentrations de manière fiable avec la méthode appliquée. La méthode peut définir l'approche à utiliser pour établir la concentration la plus faible qui permet de réaliser une analyse fiable, concentration parfois appelée limite de quantification, ou LOQ. La LOQ est typiquement supérieure à la limite de détection instrumentale (IDL) d'un facteur 3 à 10. Un autre paramètre qui est souvent mentionné est la limite de détection de la « méthode » (MDL), qui inclut le facteur de dilution de l'échantillon et toutes les contributions (comme la contamination) de la procédure de préparation des échantillons.



ICP-OES à visée radiale versus axiale

Les instruments d'ICP-OES sont disponibles en deux configurations courantes : à visée radiale et à visée axiale. En configuration radiale, le plasma est observé sur le côté (trait rouge sur le diagramme), dans le sens de la largeur du plasma. En configuration axiale, le plasma est observé dans le sens de sa longueur (trait bleu). La visée axiale augmente le trajet optique et réduit le signal de bruit de fond du plasma, ce qui permet d'obtenir, pour certains éléments, des limites de détection jusqu'à 5 à 10 fois inférieures à celles de la configuration radiale. Le mode radial est également utile pour la mesure des métaux du groupe 1 comme Na et K, car il permet de s'affranchir des problèmes d'interférences avec ces éléments. L'ICP-OES 5900 d'Agilent est capable d'effectuer simultanément des mesures en visée axiale et radiale ; il possède donc la meilleure configuration d'observation pour tous les éléments.

En général, les techniques d'analyse des « éléments à l'état de trace », la GFAAS et l'ICP-MS, ont des limites de détection bien inférieures à celles des autres techniques de spectroscopie atomique. Mais le sujet des limites de détection est plus complexe que cela. Chaque technique donnera de meilleures performances pour certains éléments comparé à d'autres, et ceci dépend souvent de la sensibilité et du signal de bruit de fond pour cet élément. Par exemple, en ICP-OES, une raie d'émission très intense donnera une meilleure sensibilité et donc des DL plus basses qu'une raie d'émission moins intense. De même, pour l'ICP-MS, un isotope plus abondant donnera une meilleure sensibilité et des DL plus faibles qu'un isotope de faible abondance.

L'une des raisons pour lesquelles l'ICP-MS a rapidement été adoptée par les laboratoires d'analyse de métaux est que cette technique a généralement des DL basses pour les éléments qui sont typiquement mesurés aux concentrations très faibles. Ce groupe inclut de nombreux métaux lourds tels que Cr, As, Cd, Hg et Pb. Les éléments avec des DL plus élevées en ICP-MS ont tendance à être des composés qui sont couramment mesurés à plus forte concentration, comme les minéraux Na, K, Ca, S, Fe, etc.

La matrice des échantillons et la composition en éléments principaux peuvent aussi influencer sur la DL. Par exemple, la DL d'un élément peut être sérieusement altérée par un chevauchement spectral dans une matrice d'échantillon particulière. L'environnement du laboratoire et la qualité des réactifs ont aussi un gros effet sur les DL qu'il est possible d'atteindre en routine avec chaque technique. On dit souvent que les techniques les plus sensibles avec les DL les plus basses nécessitent les produits chimiques les plus propres et la meilleure qualité d'air, comme dans une salle blanche. Mais ce sont les limites de notification que l'on peut atteindre qui dépendent de ces facteurs, plutôt que la technique elle-même. Par exemple, un réactif de piètre qualité ou une contamination de l'échantillon due à un environnement de laboratoire poussiéreux peuvent empêcher l'ICP-MS d'atteindre les DL de l'ordre du ppt ou inférieures au ppt que cette technique est normalement capable d'atteindre. Mais ceci n'a pas d'importance si les niveaux de notification minimaux sont de l'ordre du ppb.

Interférences

Les interférences sont des interactions qui se produisent durant la mesure de l'échantillon et qui peuvent affecter négativement le résultat mesuré.

Les interférences en spectroscopie atomique peuvent être classées en trois catégories :

- Les interférences physiques, dues à la matrice de l'échantillon ou à la solution dans laquelle il est préparé.
- Les interférences chimiques, dues à l'interaction entre les composants de l'échantillon et les composés analysés.
- Les interférences spectrales, lorsque le signal mesuré pour un élément n'est pas complètement distinct du signal d'un autre élément sur l'échelle de longueur d'onde ou de masse.

Chaque technique est affectée par les trois types d'interférence à un degré différent, comme le montre le tableau 3. Même si les techniques de spectroscopie atomique présentent différents niveaux d'interférences, toutes disposent de moyens bien établis pour contrebalancer l'effet de ces interférences. On peut jouer par exemple sur la configuration matérielle, les conditions de fonctionnement, les outils logiciels, ou les procédures de préparation d'échantillon ou de contrôle qualité. Les différences d'interférences ne devraient pas constituer un critère majeur dans le choix d'une technique pour votre laboratoire. Néanmoins, si vous ne connaissez pas la composition de la plupart des échantillons que vous devrez analyser (on parle alors d'échantillons « inconnus »), vous devrez tenir compte des interférences lors du développement de méthode.

Tableau 3. Occurrence relative de différents types d'interférences pour chaque technique (un plus grand nombre de points indique un niveau d'interférences supérieur).

Type d'interférence	Technique de spectroscopie atomique					
	AAS à flamme	GFAAS	MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	ICP-QQQ
Physique	••	•	••	••	••	••
Chimique	•••	••••	••	•	••	••
Spectrale	•	•	••	•••	••	•

Interférences physiques

Des interférences physiques se produisent lorsque les changements de matrice et de concentrations de solvant provoquent des variations de la viscosité, de la tension de surface et de la vitesse d'évaporation de la solution, entraînant des différences dans les niveaux de signal mesurés. Les interférences physiques surviennent avec toutes les techniques qui impliquent un liquide de pompage. Ces effets ont typiquement lieu dans le système d'introduction des échantillons, même si certains peuvent aussi affecter l'étape de préparation des échantillons, par exemple lors du pipetage des solutions. Les effets physiques peuvent être provoqués par :

- Un solvant différent pour la préparation des étalons et des échantillons (par exemple HCl versus HNO₃, ou un solvant aqueux versus de l'alcool à 10 %).
- Une proportion différente d'acide ou de solvant organique entre les étalons et les échantillons (par exemple, étalons préparés dans de l'acide à 0,1 % et échantillons préparés dans de l'acide à 10 %).
- Un taux différent des principaux éléments dans les échantillons par rapport aux étalons (par exemple, des étalons synthétiques pour des digestats d'échantillon contenant un taux élevé de carbone dissous, ou 1 % de solides dissous).

Plusieurs approches peuvent être employées pour gérer les interférences physiques, les plus couramment utilisées étant l'utilisation de matrices similaires, l'ajout d'étalon, et la correction du signal.

Lors de l'utilisation de matrices similaires, l'utilisateur identifie les principaux composants des échantillons et prépare les étalons (ainsi que les blancs, solutions de QC, etc.) dans une matrice similaire. Ce peut être aussi simple que d'ajouter la même quantité d'acide, ou on peut opter pour une approche plus sophistiquée telle que la préparation des étalons dans la même solution que celle ayant servi à la préparation et à la dilution des échantillons. Si les étalons ont la même matrice que les échantillons, les effets physiques devraient être identiques pour les deux, et les différences de signal devraient être réduites au minimum.

L'ajout d'étalon est une forme avancée d'utilisation de matrices similaires, dans laquelle les solutions étalons sont ajoutées à l'échantillon lui-même, éliminant ainsi toute variabilité dans la composition de la matrice. Même s'il est attractif sur le principe et largement utilisé dans certaines industries, l'ajout d'étalon a un inconvénient : chaque type d'échantillon différent doit être étalonné avec son propre ensemble de dopages par ajout d'étalon.

La correction du signal repose généralement sur l'ajout d'un élément non ciblé comme étalon interne. L'étalon interne idéal est un élément qui n'est pas un composé requis, qui ne subit ni ne provoque aucune interférence avec un autre composé, et qui ne sera pas présent naturellement dans les échantillons. L'élément servant d'étalon interne est ajouté (souvent de manière automatique à l'aide d'un raccord de mélange en ligne) à la même concentration dans toutes les solutions (étalons, blancs, échantillons de QC, et échantillons inconnus). Les interférences physiques affectent généralement la quantité totale de solution transportée vers la source, donc toute modification du signal devrait affecter la totalité des éléments de manière identique. Après analyse, la variation du signal de l'étalon interne sert à corriger le signal correspondant aux composés. Par exemple, si le signal de l'étalon interne est inférieur de 10 % dans un échantillon par rapport aux étalons (90 % de recouvrement), le signal du composé est corrigé de la même quantité. Cette correction de l'étalon interne compense la perte de signal due à la matrice de l'échantillon. Cette approche est largement employée dans les techniques de spectroscopie atomique ; son intérêt est qu'elle peut corriger la dérive à long terme en plus des interférences physiques. Les techniques multi-élémentaires (ICP-OES et ICP-MS) utilisent souvent plusieurs éléments en guise d'étalons internes, pour obtenir la meilleure correction possible pour tous les composés.

Interférences chimiques

Les interférences chimiques surviennent lorsque les éléments subissent une interaction chimique lors de l'introduction ou de la mesure de l'échantillon. Les interférences chimiques sont plus courantes avec les sources d'atomisation à basse température, telles que l'AAS à flamme. Ceci est dû au fait que la plus faible température de la flamme est moins efficace pour décomposer et dissocier l'échantillon, et pour former des atomes libres des composés à mesurer. Si un composant de la matrice se combine aux atomes analytes pour former un autre composé, il y aura moins d'atomes analytes libres et donc moins d'absorbance à la longueur d'onde atomique caractéristique du composé. La matrice de l'échantillon et les éléments spécifiquement présents dedans peuvent donc affecter la quantité du signal associé au composé générée, par rapport au signal dans les étalons. Les interférences chimiques en AAS à flamme peuvent être réduites en utilisant une flamme de plus haute température, ou en ajoutant un modificateur chimique.

Certains effets chimiques se produisent durant l'aspiration des échantillons, par exemple quand un élément est présent sous une forme plus volatile dans les échantillons que dans les étalons. Ceci peut entraîner une augmentation du signal, car le composé plus volatil est vaporisé depuis la surface des gouttelettes d'aérosol. La stabilisation chimique de l'élément avec un solvant ou un agent complexant approprié peut résoudre ce type de problème.

Les effets d'ionisation sont un autre type d'interférence chimique qui peut affecter les analyses par AAS à flamme à haute température. Ces effets surviennent lorsqu'un élément facilement ionisable est converti de sa forme atomique à sa forme ionique (comme en ICP-MS). Si des ions sont formés, il n'est pas possible de les quantifier par spectroscopie d'absorption atomique.

Même si les interférences chimiques affectent plus souvent l'AAS, la source d'ionisation et le plasma induit à haute température utilisés en ICP-OES et ICP-MS ne sont pas à l'abri. Un exemple touchant l'ICP-MS est l'amélioration de l'ionisation observée pour l'arsenic et le sélénium lorsqu'ils sont mesurés en présence d'un fort taux de carbone. La présence de la matrice chargée en carbone à un faible pourcentage augmente l'ionisation d'As et Se, ce qui augmente le signal par rapport au niveau dans les étalons à faible niveau de carbone. Cet effet peut être facilement corrigé par ajout d'un excès de carbone (par exemple sous forme de 2 % de butan-1-ol) à toutes les solutions pour que l'augmentation du signal soit uniforme.

Interférences spectrales

Les interférences spectrales peuvent affecter toutes les techniques de spectroscopie atomique à différents degrés. La source d'AAS à flamme à basse température a peu tendance à souffrir de chevauchements

spectraux, tandis que la source d'ICP à haute température produit un spectre d'émission extrêmement riche et intense. Avec des milliers de raies d'émission sur la gamme de longueurs d'onde d'un système ICP-OES (voir l'exemple de la figure 11), il y a de fortes chances qu'au moins deux raies soient proches, et qu'elles interfèrent potentiellement l'une avec l'autre. Si votre ICP-OES est capable de surveiller plusieurs raies d'émission par élément, il vous suffit de choisir une raie exempte d'interférence pour l'analyse, ce qui évite l'interférence spectrale.

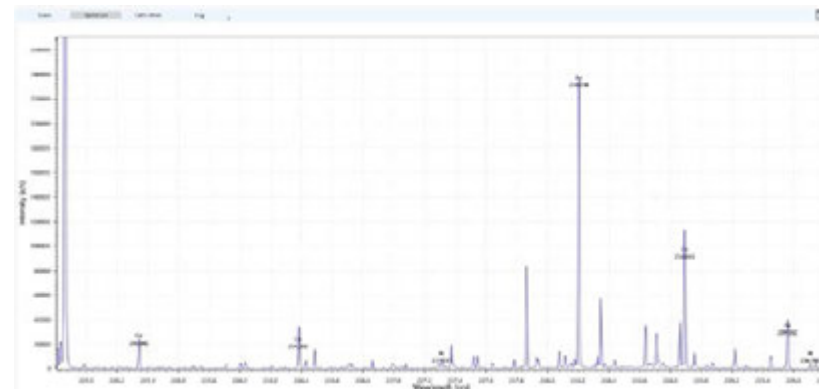


Figure 11. Spectre de raies d'émission typique en ICP-OES, sur une gamme de longueurs d'onde d'environ 4 nm.

Le spectre de masse en ICP-MS contient moins de 240 masses atomiques/isotopiques naturelles ; il est donc beaucoup plus simple que le spectre d'émission optique de l'ICP. De plus, chaque élément mesuré par ICP-MS (à l'exception de l'indium) présente au moins une masse (isotope) dépourvue de recouvrement direct par un autre élément. Même si les recouvrements inter-élément peuvent ainsi facilement être évités en ICP-MS, des recouvrements spectraux peuvent également se produire du fait de combinaisons d'éléments formant des ions moléculaires appelés ions « polyatomiques ». Ces ions polyatomiques peuvent être formés à partir de l'argon gazeux, d'éléments tels que N et O présents dans l'air, et des composants de la solution et de la matrice des échantillons. Voici des exemples courants de recouvrements d'ions polyatomiques : O_2^+ qui recouvre le principal isotope du soufre à $m/z = 32$, ArO^+ qui recouvre le principal isotope du fer à $m/z = 56$, et $ArCl^+$ qui recouvre le principal isotope de l'arsenic à $m/z = 75$. Le nombre limité d'isotopes disponibles pour l'analyse par ICP-MS peut compliquer l'évitement des recouvrements polyatomiques. Les interférences polyatomiques étaient auparavant une limitation majeure à l'obtention de résultats exacts dans les échantillons à matrice variable ou à fort niveau de matrice. Depuis, les fabricants d'instruments ont développé des moyens efficaces et automatisés pour traiter les interférences polyatomiques. Mais tous les instruments d'ICP-MS n'ont pas les mêmes capacités : il vous faut donc étudier les différences avec attention.

Coûts

Coûts d'installation

Outre le prix d'achat de l'instrument, il vous faudra peut-être investir dans l'aménagement de votre laboratoire pour intégrer votre instrument de spectroscopie atomique. Vous trouverez ci-dessous une liste générale des besoins de l'instrument.

- Extraction de l'évacuation
- Alimentation en gaz
- Hotte pour la préparation des échantillons (en fonction de vos types d'échantillons)
- Matériel de préparation d'échantillons, par exemple système de digestion micro-ondes (en fonction de vos types d'échantillons)
- Paillasses de laboratoire compatibles avec les dimensions et le poids d'un instrument analytique volumineux
- Climatisation
- Eau de refroidissement (pour GFAAS, ICP-OES ou ICP-MS)
- Dispositifs d'accès et de levage pour amener l'instrument jusque dans le laboratoire
- Alimentation électrique monophasée (généralement avec l'instrument sur un circuit séparé)
- Analystes dûment formés ou expérimentés

Pour la mesure d'éléments à des taux de l'ordre du ppt :

- Salle blanche ou hotte à flux laminaire offrant des conditions sans poussière
- Réactifs de grande pureté
- Étalons de haute qualité

Utilités et matériel nécessaires à un instrument de spectrométrie atomique

Dépenses courantes

Chaque technique de spectroscopie atomique a des besoins différents en matière de maintenance et de consommables. Il vous faudra intégrer à votre budget le coût des consommables instrumentaux et de l'entretien. Voici un aperçu des besoins pour chaque technique :

Coût des utilités

Les gaz et l'alimentation électrique sont les plus gros postes de dépense des analyses de spectroscopie atomique en termes d'utilités. La qualité et la quantité de l'argon, par exemple, varient en fonction de la technique choisie. La GFAAS utilise seulement 3 L/min d'argon (ou de N₂, en fonction des éléments à mesurer) tandis que les techniques à base de plasma du type ICP-OES et ICP-MS utilisent environ 20 L/min (car le plasma est alimenté par de l'argon). L'ICP-MS peut aussi nécessiter moins de He, de H₂, de NH₃ et d'O₂ (en fonction des besoins de la méthode). L'ICP-OES peut fonctionner avec de l'argon à 99,95 %, de plus faible pureté et donc moins cher, comparé à la GFAAS et à l'ICP-MS qui requièrent de l'argon de grande pureté à 99,99 % (au minimum).

L'AAS à flamme nécessite de l'air comprimé, de l'acétylène et du protoxyde d'azote gazeux, en fonction des éléments à mesurer.

La MP-AES présente les plus faibles coûts en matière d'utilités, et donc le plus faible coût par échantillon. Elle n'a besoin que d'une alimentation en azote, qui peut être prélevé dans l'air ambiant à l'aide d'un générateur d'azote. Une petite alimentation en argon pur à 99,0 % (dans un flacon à bord de l'instrument) est nécessaire pour allumer le plasma. La MP-AES consomme en outre peu de puissance, et ne nécessite qu'une alimentation électrique de 10 A.

L'ICP-OES et l'ICP-MS consomment toutes deux plus de puissance que les autres techniques. L'ICP-MS et l'ICP-QQQ ont la plus grosse consommation, car toutes deux comportent des pompes à vide qui fonctionnent généralement en permanence. L'ICP-MS et l'ICP-QQQ requièrent toutes deux une alimentation électrique distincte de 30 A. L'ICP-OES nécessite une alimentation électrique de 15 A.

Une climatisation peut être nécessaire pour n'importe quelle technique, en fonction du climat local. Il est recommandé de maintenir le laboratoire entre 15 et 30 °C, avec une humidité de 20 à 80 %.

Il est important de comparer les coûts sur la base de l'analyse du coût par échantillon. L'ICP-OES et l'ICP-MS sont toutes deux des techniques multi-éléments qui peuvent mesurer rapidement tout un lot d'échantillons. Même si elles requièrent plus de gaz et plus de puissance pour fonctionner, elles prennent moins de temps que les autres techniques pour mesurer un même nombre d'échantillons.

Entretien courant

Toutes les techniques de spectroscopie atomique nécessitent un nettoyage et un entretien réguliers. Plus vous mesurez d'échantillons, et plus les échantillons sont complexes, plus elles auront besoin d'entretien. En particulier, les techniques extrêmement sensibles de la GFAAS et de l'ICP-MS (y compris l'ICP-QQQ) doivent être nettoyées plus fréquemment en cas d'analyse d'ultra-traces.

Si vous utilisez un instrument quotidiennement, vous devez vous attendre à effectuer les activités d'entretien suivantes :

Tous les jours

Inspecter et nettoyer la zone d'introduction des échantillons. Ceci inclut le nébuliseur, la chambre de nébulisation, la torche, le brûleur ou le tube en graphite, le tube de pompe et les récipients à déchets. Ces points d'entretien sont similaires pour toutes les techniques, hormis la GFAAS, dont les composants sont différents. Prévoir 30 minutes pour ces activités. Il est à noter que certains instruments peuvent fournir automatiquement à l'opérateur chaque matin un rapport sur l'état du système, détaillant les éventuels besoins d'entretien.

Toutes les semaines

Inspecter et nettoyer la zone où l'échantillon est chauffé (par exemple le compartiment de la torche). Prévoir 30 à 60 minutes pour ces activités.

En règle générale, toutes les techniques ont des besoins quotidiens/hebdomadaires en entretien similaires. Cependant la GFAAS, l'ICP-OES et l'ICP-MS requièrent plus de tâches d'entretien occasionnelles.

Il s'agit notamment du contrôle des niveaux d'eau dans le système de refroidissement et des niveaux d'huile dans la pompe à vide.

Facilité d'utilisation et compétences de l'analyste

La tendance actuelle des instruments analytiques va de plus en plus vers une forte automatisation des systèmes et vers des logiciels à haut niveau de fonctionnalité, ce qui réduit le niveau de compétences requis pour l'analyste. Pour les types d'échantillons courants, les méthodes et outils fournis avec les instruments vous aideront à obtenir des résultats exacts.

Les instruments d'AAS à flamme et de MP-AES peuvent être utilisés par des analystes moins qualifiés. La GFAAS requiert un plus haut niveau de compétences ; ceci est dû en grande partie à la chimie sophistiquée mise en œuvre et aux plus faibles niveaux de détection. La GFAAS est aussi généralement moins automatisée, et repose sur les compétences de l'analyste pour le développement des méthodes et le déroulement des analyses.

Une fois la méthode de routine installée, l'utilisation quotidienne de n'importe quelle technique de spectroscopie atomique est relativement simple. Développer une nouvelle méthode demande davantage de compétences, le niveau de compétence requis augmentant avec les méthodes multi-éléments et plus complexes et avec la variété des types d'échantillons. Les instruments modernes de spectroscopie atomique incluent généralement des ressources comme des banques de méthodes et des guides de flux de tâches des logiciels, pour assister ceux qui ont peu d'expérience dans cette tâche potentiellement intimidante.

Tableau 4. Comparaison de la complexité relative du développement de méthodes pour les différentes techniques de spectroscopie atomique.

	AAS à flamme	GFAAS	MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	ICP-QQQ
Complexité du développement de méthodes	🎓	🎓	🎓🎓🎓	🎓🎓	🎓🎓	🎓🎓🎓

Méthodes – méthodes réglementées et disponibilité des méthodes prédéveloppées

Méthodes réglementées

De nombreuses analyses élémentaires typiques sont réglementées par les instances gouvernementales dans divers pays. Par exemple, la mesure des métaux dans l'eau potable est réglementée par l'Agence de protection de l'environnement des États-Unis (US EPA). L'EPA a publié les méthodes suivantes pour l'eau potable :

- 200.5 Determination of Trace Elements In Drinking Water By Axially Viewed Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry (2003).
- 200.7 Determination of Metals and Trace Elements in Water and Wastes by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry (1994).
- 200.8 EPA Method 200.8 Determination of Trace Elements in Waters and Wastes by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (1994).
- 200.9 Determination of Trace Elements by Stabilized Temperature Graphite Furnace Atomic Absorption (1994).

Pour chacune de ces méthodes, la technique analytique requise est déterminée par la méthode sélectionnée. La méthode, quant à elle, a de grandes chances d'être déterminée par les réglementations auxquelles vous devez vous conformer.

Il existe plus de 1 500 méthodes normalisées à l'échelle mondiale pour l'analyse élémentaire. Cela va des méthodes extrêmement ciblées, comme la mesure du molybdène dans l'air sur le lieu de travail ([GB/T 17087](#)), jusqu'aux méthodes à large portée, comme la mesure de 26 éléments dans l'eau ([US EPA 200.8](#)).

Méthodes prédéveloppées et développement de méthodes

De nombreux instruments sont fournis avec une série de modèles de méthodes convenant aux types d'analyse courants, par exemple la mesure d'éléments dans l'eau potable. Les méthodes fournies tendent à s'appliquer aux analyses réglementées. Si vos analyses sortent de l'ordinaire ou si vos besoins sont très particuliers, il vous faudra trouver une méthode publiée pour votre instrument ou bien en développer une vous-même.

Les techniques mono-élément telles que l'AAS à flamme ou four graphite existent depuis longtemps et ont tendance à offrir des méthodes bien établies pour bon nombre de composés et de types d'échantillons.

Les méthodes multi-élémentaires utilisées en ICP-OES et ICP-MS comportent davantage de variables et sont donc plus complexes à mettre au point. Ces méthodes peuvent aussi nécessiter davantage de modifications lors du transfert d'une méthode existante vers un nouvel instrument.

Préparation des échantillons

Échantillons liquides

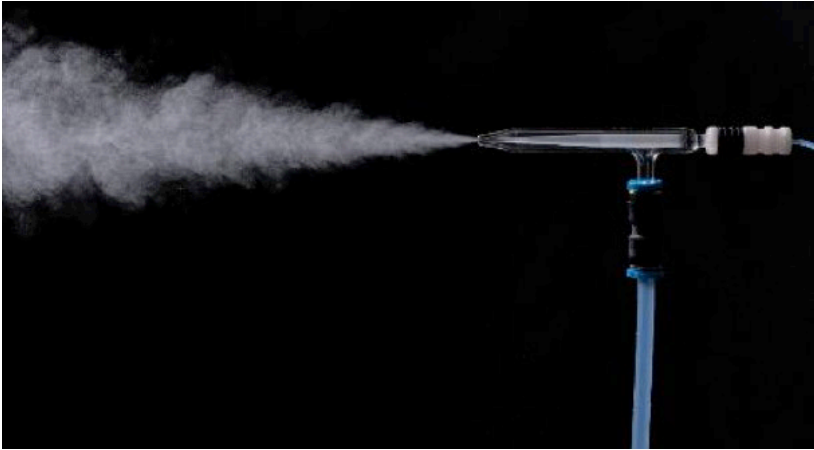


Figure 12. Les échantillons sont généralement introduits sous forme liquide, quelle que soit la technique de spectroscopie atomique. Toutes les techniques, hormis la GFAAS, utilisent un nébuliseur pour transformer l'échantillon liquide en brouillard d'aérosol. En GFAAS, l'échantillon liquide est injecté à l'aide d'une seringue.

Pour les analyses conventionnelles, les échantillons devant être mesurés par des techniques de spectroscopie atomique impliquant une flamme, un four ou un plasma sont introduits sous forme liquide. Même les échantillons déjà liquides nécessitent souvent une préparation avant de procéder à la mesure. Cette préparation peut inclure une filtration, une acidification, une digestion, ou une autre forme de stabilisation, pour garantir la stabilité des analytes dans la solution.

La plupart des méthodes réglementées ou normalisées spécifient le processus de préparation d'échantillons à employer. Il existe aussi en ligne tout un tas de « recettes » de préparation pour différents types d'échantillons. Par exemple, Agilent publie des [notes d'application décrivant un large éventail d'analyses](#).

Échantillons solides



Figure 13. Une application courante de la spectroscopie atomique est la détermination de la teneur élémentaire d'échantillons de sol, de roche ou de minéral.

Les échantillons de sol et de sédiment sont souvent séchés au préalable. Les échantillons tels que la roche ou le minéral sont broyés sous forme de poudre fine, mélangés puis sous-échantillonnés pour s'assurer de la représentativité de l'échantillon analysé.

L'échantillon de sol, sédiment ou roche est ensuite soumis à un traitement acide pour extraire les éléments que vous souhaitez analyser (les analytes) en solution. Ce procédé de traitement acide est appelé digestion (il est similaire au processus de digestion dans notre estomac).

Pour l'analyse au niveau de traces, l'étape de digestion, et toute étape de transfert ou de stockage de l'échantillon, doivent être effectuées dans des récipients constitués d'un matériau inerte tel que du quartz ou un polymère. Les contenants en verre borosilicaté ou sodocalcique ne doivent pas être utilisés pour l'analyse de métaux à l'état de traces, car le verre contient des éléments qui peuvent être relargués dans la solution acide. De plus, le verre adsorbe les éléments à l'état de traces présents dans la solution, ce qui provoque une instabilité et de piètres recouvrements.

Digestion, dilution et filtration

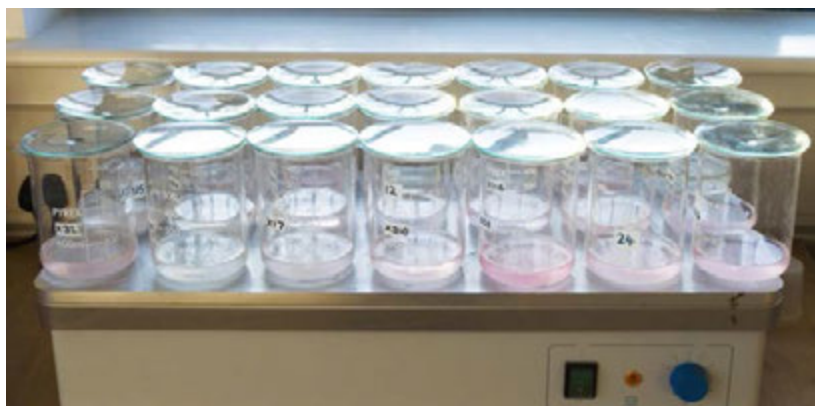


Figure 14. Il peut être nécessaire de digérer les échantillons avec de l'acide pour libérer les éléments en solution.

En fonction des éléments que vous souhaitez mesurer et du type d'échantillon, il vous faudra peut-être digérer les échantillons avec un acide. Les critères de la digestion et de toute autre préparation d'échantillon dépendent de l'application et de la méthode. Les méthodes réglementées ou normalisées spécifient généralement la préparation qu'il convient d'appliquer aux échantillons.

La digestion d'un échantillon peut se faire par introduction de celui-ci dans un bécher en présence d'acide et par chauffage sur une plaque chauffante (sous une hotte aspirante de laboratoire). Vous pouvez aussi utiliser des systèmes de digestion à micro-ondes ou des systèmes « à bloc chauffant ». Les systèmes à bloc chauffant peuvent traiter un grand nombre d'échantillons à la fois et offrent une meilleure régulation de la température qu'une plaque chauffante. Les systèmes de digestion à micro-ondes utilisent des « récipients fermés » pour travailler à des températures et des pressions supérieures, ce qui améliore la digestion.

L'acide à utiliser pour la digestion des échantillons dépend du type d'échantillon et des éléments que vous souhaitez mesurer (une ressource utile est le [Handbook of Decomposition Methods in Analytical Chemistry](#) [Manuel des méthodes de décomposition en chimie analytique]). Les éléments difficiles à extraire, tels que le molybdène, nécessitent un acide plus agressif comme l'acide fluorhydrique (HF) pour passer en solution et y rester. Vous aurez en fait peut-être besoin d'une combinaison de plusieurs acides pour décomposer l'échantillon. Si vous devez utiliser de l'acide fluorhydrique durant la préparation des échantillons, il vous faudra utiliser des composants inertes car cet acide attaque le verre. Agilent fournit des composants inertes pour nos instruments de spectroscopie atomique, par exemple un [système d'introduction d'échantillon inerte pour l'ICP-OES](#).

Les étapes finales de la préparation d'échantillons sont la dilution et une éventuelle filtration. La méthode spécifie normalement le volume final dans lequel les échantillons doivent être dilués. Il se peut que vous ayez besoin d'une dilution complémentaire pour amener les échantillons dans la gamme d'étalonnage de l'instrument, ou pour réduire le taux des solides dissous (TDS) dans l'échantillon jusqu'à un niveau acceptable pour l'instrument (celui-ci varie en fonction de la technique et du modèle de l'instrument). Les échantillons qui contiennent des particules non dissoutes doivent être filtrés, sinon les particules vont boucher le système d'introduction d'échantillons de l'instrument.

Préparation des échantillons organiques

Les composés organiques tels que les échantillons d'huile peuvent généralement être analysés selon une approche de « simple dilution des échantillons » (ou « dilute and shoot »), à l'aide d'un solvant organique adéquat (hexane, xylène, toluène, etc.). Toutefois, si les échantillons contiennent de grosses particules (par exemple les échantillons d'huile pour l'analyse des métaux d'usure), ils doivent être digérés.

La mesure de composés organiques peut nécessiter l'installation de pièces spécifiques sur l'instrument et un paramétrage spécial de l'instrument. Avec l'AA, la MP et l'ICP-OES, il est important de prévenir le dépôt, sur la torche à plasma ou le brûleur de la flamme, du carbone issu des échantillons organiques. Lors de la mesure de solvants organiques par ICP-OES ou ICP-MS, de l'oxygène gazeux (en mélange à 20 % dans l'argon) est ajouté à la torche pour décomposer la matrice et éviter les dépôts de carbone sur l'injecteur de la torche ou le cône d'interface de l'ICP-MS. En ICP-MS, l'ajout d'oxygène entraînerait une dégradation rapide des cônes standard en nickel ; il convient donc de remplacer les cônes d'interface par des cônes en platine lors de l'analyse de solvants organiques.

Le [système de filtration FilterMate d'Agilent](#) vous permet de digérer, de filtrer et d'analyser les échantillons à l'aide du même tube. Les tubes de filtration sont compatibles avec les systèmes de digestion à bloc chauffant, mais ne sont pas adaptés aux systèmes de digestion à micro-ondes.



Composants instrumentaux dédiés à certains solvants



Figure 15. Le tube de pompe doit être compatible avec le solvant que vous utilisez.

Le tube utilisé sur la pompe péristaltique de l'instrument doit être compatible avec le solvant que vous utilisez. Par exemple, Agilent propose différents types de tube destinés à différents solvants pour les instruments du type [AA](#), [MP-AES](#), [ICP-OES](#) et [ICP-MS](#).

Il peut être nécessaire de remplacer la totalité du système d'introduction d'échantillons par un système qui est compatible avec les solvants que vous utilisez. Par exemple, de nombreux analystes conservent un jeu de composants dédiés aux échantillons organiques.

Étalonnage

Les techniques de spectroscopie atomique mesurent la concentration des éléments d'intérêt par rapport à une solution de concentration connue, appelée étalon. Le processus consistant à définir la relation entre la valeur mesurée et la concentration dans l'étalon connu est dénommé « étalonnage ». L'étalon connu est typiquement une solution d'étalonnage certifiée ou un matériau de référence. Les solutions d'étalonnage sont souvent disponibles auprès des fournisseurs d'instrument. Par exemple, Agilent [propose toute une gamme de mélanges étalons certifiés mono-élément ou multi-éléments](#). Les fournisseurs de produits chimiques fabriquent et fournissent aussi des mélanges étalons ; les producteurs de matériaux de référence tels que le NIST (National Institute of Standards and Technology), quant à eux, proposent des matériaux de référence certifiés et étalons (CRM/SRM) destinés à divers secteurs et applications. Les CRM et les SRM peuvent servir à l'étalonnage des instruments ou être utilisés comme échantillons de contrôle-qualité (QC), pour fournir un contrôle indépendant de l'exactitude des mélanges étalons.

L'approche habituellement employée pour l'étalonnage en spectroscopie atomique consiste à préparer une série de mélanges étalons à partir d'une solution mère certifiée contenant le ou les éléments d'intérêt. Les techniques mono-élément telles que l'AAS utilisent généralement un étalonnage séparé pour chaque élément mesuré. Les étalons mono-élément sont certifiés uniquement pour la concentration de l'élément cible. Les techniques multi-éléments comme l'ICP-OES et l'ICP-MS ont souvent recours à des mélanges étalons mixtes contenant tous les éléments d'intérêt. Les étalons d'ICP sont bien plus chers que les étalons d'AAS, car les premiers sont non seulement certifiés pour l'exactitude des concentrations des éléments recherchés, mais sont aussi contrôlés et certifiés pour l'absence d'autres éléments.

Les solutions mères étalons sont diluées pour obtenir des niveaux d'étalon couvrant la gamme de concentration attendue dans les échantillons inconnus. Les étalons dilués sont ensuite mesurés avec la même méthode que celle utilisée pour les échantillons inconnus. Le signal (absorption, émission, ou coups) mesuré pour chaque élément à chaque niveau de concentration est traité par le logiciel de l'instrument pour donner un graphique de la relation entre le signal et la concentration.



Pour les techniques avec une source atomique à basse température, comme l'AAS à flamme, la réponse linéaire ne couvre qu'une petite gamme de concentration (comme indiqué à la figure 16). Cela signifie qu'il sera difficile d'obtenir des résultats exacts aux fortes concentrations, où la relation entre l'absorbance et la concentration n'est pas linéaire. Ce problème peut être surmonté en diluant les échantillons, pour les ramener dans la partie linéaire de l'étalonnage, ou en utilisant des mathématiques plus sophistiquées pour établir la relation entre l'absorbance et la concentration.

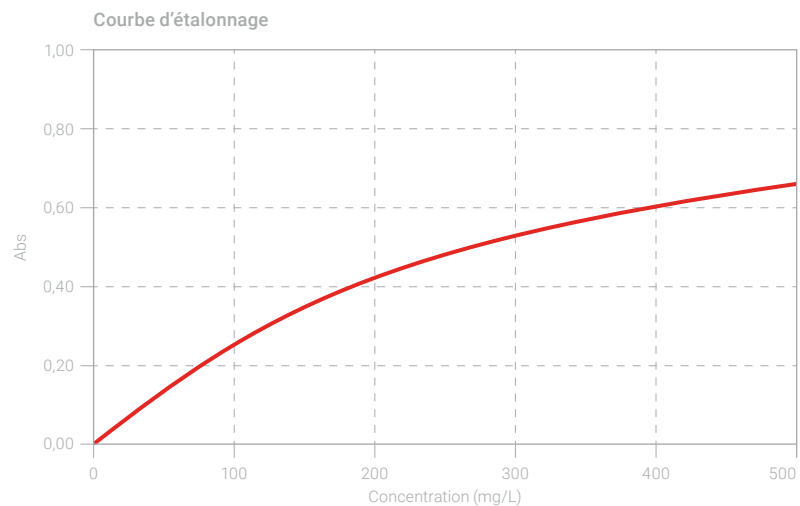


Figure 16. Pour les techniques comme l'AAS à flamme, la relation linéaire entre l'absorbance et la concentration ne peut couvrir qu'une petite gamme de concentration. Cela signifie que les échantillons doivent être dilués pour amener leur concentration à l'intérieur de la plage linéaire de l'étalonnage, ou que l'on doit utiliser des mathématiques plus sophistiquées. Sur le graphique d'étalonnage présenté ici, la relation n'est linéaire que jusqu'à 100 mg/L.

Sur les instruments dotés d'une source à plus haute température (plasma), tels que les systèmes d'ICP-OES et d'ICP-MS, l'étalonnage est généralement linéaire sur plusieurs ordres de grandeur. L'ajustement de courbe pour ces étalonnages linéaires peut être exprimé sous la forme $y = ax + b$, où a est la pente b l'ordonnée à l'origine. L'étalonnage est plus facile lorsque la technique donne une réponse linéaire sur une large gamme de concentration, car alors on a besoin de moins d'étalons. Par ailleurs, les méthodes sont plus flexibles, car il n'est pas nécessaire que les étalons soient proches des concentrations des échantillons. Un étalonnage linéaire d'ICP-MS pour Na, couvrant cinq ordres de grandeur, est illustré à la figure 17. Cet étalonnage d'ICP-MS est linéaire de 0,1 à 10 000 ppm.

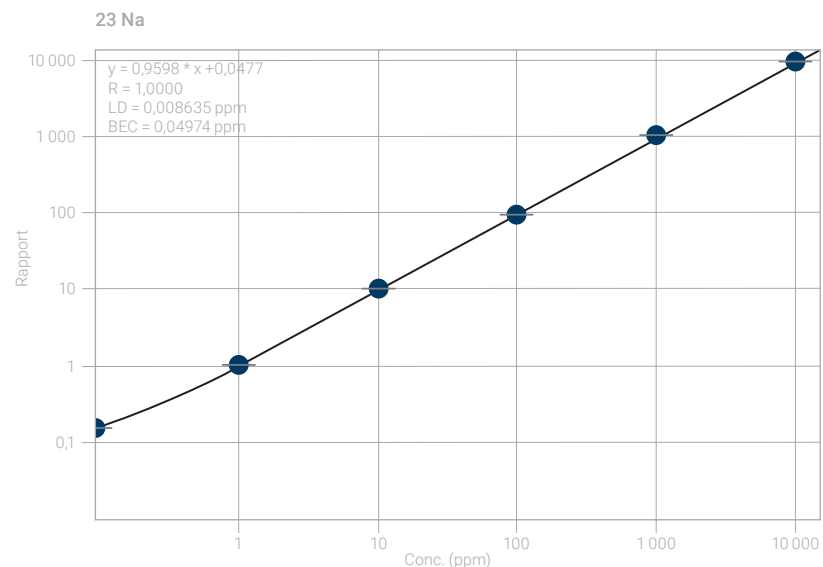


Figure 17. Cet étalonnage d'ICP-MS pour Na est linéaire de 0,1 à 10 000 ppm.

Applications

La spectroscopie atomique est utilisée pour un large éventail de mesures dans un grand nombre d'industries différentes. Le tableau 5 donne les principales techniques couramment utilisées pour différents types de mesure.

Techniques couramment employées pour différentes applications

Tableau 5. Industries utilisant la spectroscopie atomique, et techniques couramment employées dans chaque cas. Plus il y a de points, plus la technique est répandue.

Industrie	Applications typiques	AAS à flamme	GFAAS	MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	ICP-QQQ
Agriculture	Sol	••	•	•	•••	•••	•
	Plantes	••	••	•	•••	••	•
	Engrais	••		••	•••		
Cannabis	Fabrication/QC		•		••	•••	•
Recherche clinique	Fluides biologiques		••			•••	••
Énergie et chimie	Pureté des produits de chimie fine	•	••		•••	•••	•• (pour les hautes puretés)
	Énergies renouvelables : biocarburants, panneaux solaires, piles à combustible	•	•	••	•••	•••	••
Environnement	Sol	•••	••	•	•••	•••	••
	Eau	•••	••	•	•••	•••	••
	Air		••		••	•••	••
	Surveillance des déchets industriels et de la production d'énergie	•			•••	•••	•
	Déchets	•••	•	•	•••	••	•

Industrie	Applications typiques	AAS à flamme	GFAAS	MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	ICP-QQQ
Aliments et boissons	Contrôle sanitaire des aliments		•		•	•••	••
	Étiquetage nutritionnel	••	•	••	••	•	
	Authenticité des aliments	•	•	•	••	•••	••
Médecine légale	Analyse des verres, peintures et encres		•		••	•••	••
	Résidus de poudre d'arme à feu		••		•	•••	•
Géochimie et industrie minière	Exploration	•••	•	•	•••	••	•
	Production (contrôle des produits finis)	•	•	•	•••	••	••
	Recherche et géochronologie					••	•••
Sciences de la vie	Analyse de cellules individuelles					••	•••
	Bio-imagerie					•••	•••
	Protéomique					•	•••
	Métallomique					••	•••
Matériaux	Céramiques	•	•		•••	••	•••
	Batteries	•	•		•••	••	•
	Aimants	•	•		•••	•••	•••
	Catalyseurs				•••	•••	••
	Verres et fibres optiques		•		•	••	•••
Métaux et alliages	Superalliages		•		••	•••	••
	Métaux précieux		•		•••	••	•••
	Métaux ferreux				•••	••	•

Industrie	Applications typiques	AAS à flamme	GFAAS	MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	ICP-QQQ
Nanomatériaux	R&D et fabrication					•••	•••
	Surveillance de l'environnement					•••	•••
	Additifs alimentaires					•••	•••
	Produits de consommation					•••	•••
Nucléaire	Production de combustible					•	••
	Mise hors service					••	•••
	Surveillance de l'eau de refroidissement des réacteurs					•••	••
Pétrochimie	Métaux d'usure dans les lubrifiants	••		••	•••	•	
	Pétrole brut	••		••	•••	••	••
	Contrôle des procédés				•••	••	••
	QC des carburants	••		••	•••	••	•
Pharmaceutique/Biopharmaceutique	Découverte de médicaments		•			••	•••
	Composés extractibles et lixiviables		•		••	•••	•
	Fabrication/QC		•		••	•••	•
Semi-conducteurs	Pureté des produits chimiques industriels		•		••	••	•••
	Pureté des plaquettes de silicium		•			••	•••
	Métaux de grande pureté		•		•	••	•••

Recommandations pour les scénarios de mesure courants

Mesure de traces (<10 ppb) ou d'ultra-traces (ppt) dans un petit nombre d'échantillons

Il existe deux options pour les laboratoires qui mesurent chaque jour seulement quelques éléments à l'état de traces ou d'ultra-traces (ppt) dans un petit nombre d'échantillons : la spectroscopie d'absorption atomique à four graphite (GFAAS ou AAS à four graphite), ou la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS).

La GFAAS peut mesurer 48 éléments, tandis que l'ICP-MS peut en mesurer 86. Voici les éléments courants que la GFAAS est incapable de mesurer, alors que l'ICP-MS le peut : Br, C, Ce, Cl, F, Gd, Hf, Ho, I, La, Lu, Nb, Nd, Os, Pr, Re, S, Sc, Sm, Ta, Tb, Th, Tm, U, W, Y et Zr. Même en ICP-MS, les limites de détection pour C sont mauvaises, et F nécessite une approche d'ICP-QQQ spéciale.

La GFAAS est moins chère à l'achat et a des coûts de fonctionnement plus faibles que l'ICP-MS. Cependant, l'ICP-MS offre des analyses beaucoup plus rapides, une gamme dynamique linéaire bien plus large et moins d'interférences. Pour davantage d'éléments ou un plus grand nombre d'échantillons, l'ICP-MS est plus rapide et plus rentable car elle mesure tous les éléments en seulement 2 à 3 min d'acquisition pour chaque échantillon. À l'inverse, la GFAAS mesure chaque élément de l'échantillon séparément, chaque mesure mono-élément durant 2 à 3 minutes environ. Cela signifie qu'il faut environ 30 à 40 minutes par échantillon pour mesurer cinq éléments avec trois répliques de chaque échantillon (5 éléments x 3 mesures de réplique x 2 minutes par réplique) par GFAAS. Un instrument GFAAS peut ainsi effectuer environ 240 mesures de triplicats en 24 heures. Il peut s'agir de 1 élément dans 240 échantillons, de 4 éléments dans 60 échantillons ou de 10 éléments dans 24 échantillons.

Les deux techniques requièrent un niveau raisonnable de connaissances et de compétences pour les faire fonctionner. Les deux peuvent tourner sans surveillance : vous pouvez donc charger un passeur automatique d'échantillons et laisser l'instrument terminer l'analyse. Un laboratoire d'AQ/CQ typique choisira la GFAAS, mais si le laboratoire est en pleine expansion et a besoin de s'assurer qu'il saura gérer un plus grand nombre d'échantillons à l'avenir, l'ICP-MS peut apporter la couverture supplémentaire en termes d'éléments et la cadence d'analyse d'échantillons supérieure dont il aura besoin pour se développer.



Avantages de l'ICP-MS

L'ICP-MS est idéale quand :

- Vous avez besoin de mesurer plus de 10 éléments par échantillon, ou le nombre d'éléments peut augmenter à l'avenir.
- Vous avez besoin de mesurer des éléments que la GFAAS est incapable de mesurer.
- Vous analysez plus de 100 échantillons par jour ou vos séquences contiennent plus de 200 échantillons.
- Vous avez besoin de mesurer des éléments qui peuvent être présents à des concentrations inconnues, ou la concentration des éléments varie énormément d'un échantillon à l'autre.



Avantages de la GFAAS

La GFAAS est idéale pour les laboratoires qui :

- Ont besoin de réaliser des quantifications au niveau des traces avec une charge en échantillons et éléments ne dépassant pas 240 mesures par jour (4 éléments x 60 échantillons en 24 h) environ, avec pour hypothèse trois répliques pour chaque mesure.
- Connaissent la gamme de concentration approximative des composés et savent que la concentration ne variera pas de manière significative d'un échantillon à l'autre.
- N'ont besoin de mesurer que quelques éléments.
- Veulent maintenir leurs dépenses d'investissement à un niveau bas, veulent réduire au minimum leurs coûts d'installation et veulent abaisser leurs coûts de fonctionnement.



Agilent propose un système d'absorption atomique Duo, qui combine un instrument d'absorption atomique à flamme et un système de GFAAS. Les éléments de faible concentration sont mesurés par GFAAS, et ceux de plus forte concentration sont mesurés par AAS à flamme. Les deux techniques peuvent mesurer les échantillons en même temps, ce qui augmente la cadence d'analyse des échantillons. Il n'est pas possible de laisser un instrument d'absorption atomique à flamme sans surveillance, donc l'analyse est limitée aux moments où un analyste peut surveiller l'instrument.

Mesure de plus de dix éléments à faible concentration (<10 ppb) dans plus de 50 échantillons

Si votre laboratoire doit mesurer au moins dix éléments qui sont présents à des concentrations inférieures à 10 ppb et si vous avez plus de 50 échantillons par jour à mesurer, la technique la plus adaptée est la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS). L'ICP-MS peut aussi mesurer des concentrations en éléments supérieures, mais si le nombre d'éléments et le nombre d'échantillons sont faibles, des techniques comme l'AAS à flamme ou la MP-AES constituent une option plus économique pour la mesure de composés à forte concentration.

L'ICP-MS offre :

- Une mesure rapide de quasiment tous les éléments, avec une lecture de 3 minutes par échantillon (1 minute par échantillon avec une vanne de commutation).
- Une grande sensibilité et de faibles limites de détection (de l'ordre du ng/L [ppt] ou inférieures au ppt). Il est également possible de mesurer les rapports isotopiques des éléments.
- La possibilité de mesurer des éléments à des concentrations allant de moins de 0,1 ppt à plus de 1 000 ppm en une seule et même mesure.
- Des fonctionnalités qui peuvent résoudre quasiment toutes les interférences liées à la mesure.
- La possibilité de mesurer un large éventail de types d'échantillons, y compris des solvants organiques et des solutions avec un maximum de 25 % de solides dissous.
- Un couplage à d'autres techniques comme la chromatographie en phase liquide ou gazeuse pour les séparations chromatographiques, ou l'ablation laser (LA) pour l'échantillonnage direct des solides.
- Un fonctionnement sans surveillance, en utilisant un passeur automatique d'échantillons.



De quel type d'ICP-MS avez-vous besoin ?

L'ICP-MS est disponible en deux configurations : l'ICP-MS simple quadripôle et l'ICP-MS triple quadripôle (appelée ICP-QQQ). L'ICP-QQQ est aussi connue sous le nom d'ICP-MS en tandem ou ICP-MS/MS. Les deux configurations sont capables de mesurer 86 éléments, mais l'ICP-QQQ peut également mesurer le F, ce qui n'est pas le cas de l'ICP-MS simple quadripôle.

L'ICP-MS simple quadripôle est moins chère à l'achat et présente des coûts de fonctionnement légèrement plus faibles que l'ICP-QQQ. L'ICP-QQQ nécessite un plus haut niveau de compétences en termes d'installation et d'utilisation, bien que cela dépende des méthodes utilisées. De nombreuses méthodes développées pour l'ICP-MS simple quadripôle peuvent être utilisées telles quelles en ICP-QQQ.

Le principal avantage de l'ICP-QQQ est sa capacité à résoudre des interférences spectrales difficiles à gérer avec l'ICP-MS simple quadripôle. L'ICP-QQQ présente des limites de détection bien plus basses et produit des résultats plus uniformes pour des types d'échantillons variés. Par exemple, les éléments Si, P et S subissent des interférences spectrales intenses lorsqu'ils sont mesurés par ICP-MS simple quadripôle, d'où des limites de détection relativement mauvaises. L'ICP-QQQ peut gérer ces interférences, ce qui permet de mesurer ces éléments difficiles à analyser au niveau des traces.



ICP-MS simple quadripôle

L'ICP-MS est idéale pour les laboratoires qui :

- Utilisent des méthodes d'ICP-MS de routine (souvent réglementées).
- Mesurent une gamme typique d'éléments à l'état de traces, hormis les éléments « difficiles » à analyser tels que F, Cl, Si, P, ou S.
- Analysent des types d'échantillons courants, comme les échantillons environnementaux.
- N'ont pas besoin de mesurer les éléments au niveau des ultra-traces le plus bas (inférieur au ppt).



ICP-MS triple quadripôle

L'ICP-QQQ est idéale pour les laboratoires qui :

- Travaillent sur des applications exigeantes qui incluent des types d'échantillons complexes, qui nécessitent l'analyse de F, Cl, Si, P, ou S, ou qui impliquent des interférences difficiles à traiter.
- Doivent mesurer des ultra-traces (moins de 1 ppt) d'éléments dans des matériaux de grande pureté ou des composés chimiques destinés au traitement des semiconducteurs.
- Doivent mesurer des composés présentant des interférences isobariques (élémentaires) directes (comme pour $^{204}\text{Pb}/^{204}\text{Hg}$, $^{87}\text{Sr}/^{87}\text{Rb}$, $^{176}\text{Hf}/^{176}\text{Lu}$), ou des isotopes radiogéniques ; les laboratoires mesurant des échantillons géochimiques ou nucléaires ont souvent besoin de cette capacité.
- Doivent mesurer de faibles concentrations d'éléments à une masse proche d'un élément majeur, par exemple B dans une matrice carbonée, Mn dans l'acier, ou Np dans l'uranium.
- Veulent être capables de traiter le plus large éventail de types d'échantillons et d'éléments, aujourd'hui et à l'avenir.

Mesure d'un lot d'éléments à moyenne ou forte concentration (>10 ppb) dans un grand nombre d'échantillons

Les laboratoires avec une charge de travail importante (devant mesurer de nombreux éléments dans de nombreux échantillons) ont besoin d'une technique d'analyse des métaux avec plasma à couplage inductif comme l'ICP-OES ou l'ICP-MS.

Lorsque l'on compare les deux techniques, il est important de savoir qu'il existe un recouvrement entre les gammes de concentration que l'ICP-OES et l'ICP-MS peuvent mesurer. Si tous les éléments sont systématiquement présents à des concentrations supérieures à 10 ppb, alors la meilleure option est l'ICP-OES. Si vous devez mesurer des concentrations plus faibles de certains éléments, ou si vous avez besoin de mesurer C, F, Cl, Br, ou I, alors il est recommandé d'opter pour l'ICP-MS. Même en ICP-MS, les limites de détection pour C sont mauvaises, et F nécessite une approche d'ICP-QQQ spéciale. Voir la section précédente intitulée [Quels éléments avez-vous besoin de mesurer ?](#).

Même si l'ICP-OES est incapable de mesurer des concentrations en métaux de l'ordre des parties par billion, contrairement à l'ICP-MS, l'ICP-OES est souvent utilisée pour les mesures qui auraient pu être effectuées précédemment par absorption atomique à flamme.

Les applications hautement spécialisées qui nécessitent la mesure des éléments radioactifs Np, Pu, Am, ou Ra ou d'autres éléments du type actinide particulièrement rares (Ac, Bk, Cf, Cm, Pa, Po) requièrent également l'ICP-MS.





ICP-OES

L'ICP-OES est idéale quand :

- Vous devez traiter un grand nombre d'échantillons (plus de 1 200 échantillons par jour). Dans ce cas, vous aurez besoin de la vitesse de l'ICP-OES, qui prend moins d'une minute pour mesurer la concentration d'un maximum de 74 éléments dans un échantillon.
- Vous devez mesurer des échantillons qui contiennent des niveaux très élevés, de l'ordre du pourcent, de solides dissous (TDS) ou de solides en suspension. L'ICP-MS est capable de mesurer ces échantillons, mais il est plus simple de les analyser en routine par ICP-OES.
- Vous mesurez des échantillons qui contiendront toujours plus de 10 ppb de chaque élément.



ICP-MS

L'ICP-MS est une meilleure option si :

- Vous devez analyser des taux inférieurs à 10 ppb pour certains éléments, ou ce besoin a de fortes chances de se présenter à l'avenir (par exemple à cause d'un changement de réglementation).
- Vous devez être capable de mesurer les rapports isotopiques des éléments.
- Vous devez associer l'analyse élémentaire à d'autres techniques comme la chromatographie en phase liquide ou gazeuse pour les séparations chromatographiques, ou l'ablation laser (LA) pour l'échantillonnage direct des solides.

Mesure de moins de 10 éléments à forte concentration (>100 ppb) dans moins de 100 échantillons par jour

Pour la mesure de quelques éléments seulement à des concentrations supérieures à 100 ppb dans un faible nombre d'échantillons, la solution idéale est la spectroscopie d'absorption atomique à flamme (appelée FAAS, AAS à flamme ou juste AA) ou la spectroscopie d'émission atomique par plasma micro-ondes (MP-AES). La MP-AES est capable de mesurer 70 éléments, versus 67 pour l'AAS à flamme. Si vous avez besoin de mesurer S, Ce ou Th, alors le meilleur choix parmi ces deux options est la MP-AES. Il existe toutefois des éléments que ni l'AAS ni la MP-AES ne sont capables de mesurer.

Avez-vous besoin de mesurer ces éléments ?

Si la liste des éléments que vous souhaitez mesurer inclut : Cl, I ou les éléments radioactifs Tc ou Pm, alors le meilleur choix est l'ICP-OES, car ni l'AAS ni la MP-AES ne sont capables de mesurer ces éléments. Veuillez noter que si vous devez mesurer de faibles proportions de ces éléments (<20 ppm de Cl ou <200 ppm de I) ou si la liste des éléments que vous souhaitez mesurer inclut Br, les éléments radioactifs Np, Pu, Am, ou Ra, ou n'importe quel actinide obscur (Ac, Bk, Cf, Cm, Pa, Po), alors l'ICP-MS est votre seule option. Toutefois, du fait du coût plus élevé d'un instrument d'ICP-MS, il n'est souvent pas justifié de l'utiliser pour mesurer de faibles nombres d'échantillons à des concentrations moyennes ou fortes d'éléments que l'AAS à flamme, la MP-AES ou l'ICP-OES sont capables de mesurer.

Différence entre la MP-AES, l'ICP-OES et l'AAS à flamme

L'AAS à flamme est l'instrument le moins cher que vous puissiez acheter. La MP-AES et l'AAS à flamme ont des temps de mesure d'échantillon similaires, à condition d'utiliser l'AAS avec le [mode Fast Sequential d'Agilent](#). Un instrument d'ICP-OES est plus cher à l'achat, mais mesure bien plus vite les échantillons que l'AAS à flamme ou la MP-AES. L'ICP-OES serait le meilleur choix si le nombre d'échantillons ou le nombre d'éléments à mesurer a de grandes chances d'augmenter.

La MP-AES présente les coûts de fonctionnement les plus faibles et ne requiert aucun gaz inflammable. Elle peut fonctionner sans surveillance et est idéale pour les lieux éloignés où elle peut être utilisée avec un générateur d'azote, car elle ne nécessite qu'une alimentation électrique (pas d'alimentation en gaz).



Avantages de l'AAS à flamme

La FAAS est idéale pour les laboratoires qui :

- Utilisent des méthodes de FAAS réglementées. Cela concerne typiquement les applications agroalimentaires et environnementales.
- Veulent utiliser des méthodes normalisées. Comme la FAAS est utilisée depuis longtemps, il existe de nombreuses méthodes bien documentées.
- Ne veulent mesurer que quelques éléments seulement, et ce quelques fois par semaine.



Avantages de la MP-AES

La MP-AES est idéale quand :

- Vous avez un plus grand nombre d'échantillons. Elle peut être laissée sans surveillance toute la nuit, avec un passeur automatique d'échantillons, pour analyser un lot de grande taille.
- Vous voulez réduire vos coûts d'alimentation en gaz et de consommables, par rapport à la FAAS.
- Vous avez besoin de mesurer S, Ce ou Th.
- Le laboratoire se situe dans une usine pétrochimique ou un autre site interdisant les flammes nues.
- La manipulation de bouteilles de gaz ou l'utilisation de gaz inflammables représente un risque inacceptable pour la sécurité.



Avantages de l'ICP-OES

L'ICP-OES est idéale quand :

- Vous voulez utiliser des méthodes d'ICP-OES réglementées. Elles concernent le plus souvent les applications agroalimentaires et environnementales.
- Vous avez besoin de mesurer Cl ou I.
- Le nombre d'échantillons ou le nombre d'éléments que vous devez mesurer a de grandes chances d'augmenter.
- La concentration des éléments dans votre échantillon a de grandes chances de baisser, nécessitant alors de plus faibles limites de détection.
- Vous aimeriez laisser tourner l'instrument sans surveillance la nuit, avec un passeur automatique d'échantillons.

Mesure de quelques éléments à des concentrations modérément faibles (de quelques dizaines de ppb à quelques ppm) dans un petit nombre d'échantillons

Il existe trois options pour les laboratoires qui mesurent chaque jour seulement quelques éléments à des taux modérément faibles (supérieurs à 10 ppb) dans un petit nombre d'échantillons : l'analyse à four graphite (appelée GFAAS ou AAS à four graphite) et les deux techniques avec plasma à couplage inductif que sont la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) et la spectroscopie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES).

Le choix peut dépendre des éléments que vous avez besoin de mesurer. L'ICP-MS est capable de mesurer 86 éléments, l'ICP-OES 74, et le four graphite 48. Les éléments courants que la GFAAS est incapable de mesurer incluent Br, C, Ce, Cl, F, Gd, Hf, Ho, I, La, Lu, Nb, Nd, Os, Pr, Re, S, Sc, Sm, Ta, Tb, Th, Tm, U, W, Y et Zr. De même, l'ICP-OES est incapable de mesurer C, F, Cl, Br, ou I, donc si vous devez mesurer au moins l'un de ces éléments, vous devez opter pour l'ICP-MS. Même en ICP-MS, les limites de détection pour C sont mauvaises, et F nécessite une approche d'ICP-QQQ spéciale. La section précédente, [Quels éléments avez-vous besoin de mesurer ?](#), détaille les éléments que chaque technique est capable de mesurer.

La GFAAS a le prix d'achat et les coûts de fonctionnement les plus bas des trois techniques, mais elle mesure chaque élément séparément, chaque mesure mono-élément prenant environ 2 à 3 minutes en fonction de l'élément mesuré. Cela signifie qu'il faut environ 30 à 40 minutes par échantillon pour mesurer cinq éléments avec trois répliques de chaque échantillon (5 éléments x 3 mesures de réplique x 2 minutes par réplique) par GFAAS. Un instrument GFAAS peut ainsi effectuer environ 240 mesures de triplicats en 24 heures. Il peut s'agir de 1 élément dans 240 échantillons, de 4 éléments dans 60 échantillons ou de 10 éléments dans 24 échantillons.

Un instrument d'ICP-MS est plus cher à l'achat et durant l'utilisation, mais donne une analyse multi-éléments rapide, une gamme dynamique linéaire bien plus large et moins d'interférences. L'ICP-MS mesure tous les éléments en une acquisition de 2 à 3 minutes pour chaque échantillon, elle est donc bien plus rapide que le four graphite. Si le nombre d'échantillons et/ou le nombre d'éléments a de grandes chances d'augmenter, ou si les concentrations que vous avez besoin de mesurer sont susceptibles de diminuer (du fait de changements réglementaires par exemple), alors la meilleure option est l'ICP-MS.



Parmi les deux techniques avec plasma à couplage inductif, l'instrument d'ICP-OES coûte moins cher que celui d'ICP-MS. L'ICP-OES présente aussi le temps de mesure d'échantillon le plus rapide, puisqu'elle est capable de mesurer de multiples éléments dans jusqu'à 2 500 échantillons par jour. L'ICP-OES est un bon choix si votre charge d'échantillons a de grandes chances d'augmenter ou si le nombre d'éléments va augmenter mais que les concentrations que vous devez mesurer ne vont pas baisser. L'ICP-OES ne peut pas mesurer des niveaux de concentration inférieurs au ppb, contrairement à la GFAAS ou à l'ICP-MS.

La GFAAS et l'ICP-MS nécessitent un niveau raisonnable de connaissances et de compétences pour fonctionner, même si les méthodes réglementées normalisées peuvent être automatisées. L'ICP-OES est plus facile à utiliser. Toutes les techniques peuvent tourner sans surveillance : vous pouvez donc charger un passeur automatique d'échantillons et laisser l'instrument terminer l'analyse. Un laboratoire d'AQ/CQ qui a besoin de mesurer les mêmes éléments dans quelques échantillons par jour choisira souvent la GFAAS. Cependant, si le laboratoire est en pleine expansion et a besoin de s'assurer qu'il saura gérer un plus grand nombre d'échantillons à l'avenir, les techniques avec plasma à couplage inductif peuvent apporter la couverture supplémentaire en termes d'éléments et la cadence d'analyse d'échantillons supérieure dont il aura besoin pour se développer.



Avantages du four graphite

La GFAAS est idéale quand :

- Vous avez besoin de réaliser des quantifications au niveau des traces avec une charge en échantillons et éléments d'environ 240 mesures par jour (par exemple 4 éléments dans 60 échantillons), avec une hypothèse de trois répliques pour chaque mesure.
- Vous n'avez besoin de mesurer que quelques éléments.
- Vous avez de très faibles volumes d'échantillons.
- Vous connaissez la gamme de concentration approximative des composés et savez que la concentration ne variera pas de manière significative d'un échantillon à l'autre.
- Votre budget est restreint et vous souhaitez réduire au minimum le prix de l'instrument et les coûts de fonctionnement.



Avantages de l'ICP-MS

L'ICP-MS est idéale quand :

- Vous devez analyser de multiples éléments à des taux inférieurs à 10 ppb, ou quand ce besoin a de fortes chances de se présenter à l'avenir (par exemple à cause d'un changement de réglementation).
- Vous devez combiner de faibles limites de détection, une analyse multi-éléments et une grande cadence d'analyse d'échantillons.
- Vous devez analyser des éléments qui ne peuvent être mesurés que par ICP-MS (tels que Br ou I).
- Vous devez associer l'analyse élémentaire à d'autres techniques comme la chromatographie en phase liquide ou gazeuse pour les séparations chromatographiques, ou l'ablation laser (LA) pour l'échantillonnage direct des solides.



Avantages de l'ICP-OES

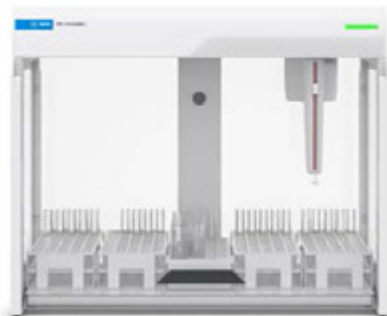
L'ICP-OES est idéale quand :

- Tous les composés que vous allez mesurer auront toujours une concentration située au moins dans le haut des ppb.
- Vous risquez de voir votre nombre d'échantillons augmenter considérablement (plus de 1 200 échantillons par jour). Dans ce cas, vous aurez besoin de la vitesse de l'ICP-OES, qui prend moins d'une minute pour mesurer la concentration d'un maximum de 74 éléments dans un échantillon.
- Vous devez mesurer des échantillons qui contiennent des niveaux très élevés, de l'ordre du pourcent, de solides dissous (TDS) ou de solides en suspension. L'ICP-MS est capable de mesurer ces échantillons, mais il est plus simple de les analyser en routine par ICP-OES.

Autres composants éventuellement nécessaires

Autres composants éventuellement nécessaires

En plus de l'instrument, vous aurez peut-être besoin d'accessoires pour améliorer la productivité ou la sensibilité. Il existe également des accessoires qui facilitent la mesure de certains types d'échantillons ou de certains éléments.



Passeurs automatiques d'échantillons

Un passeur automatique d'échantillons permet à l'instrument de mesurer tout un lot d'échantillons sans surveillance. La sonde du passeur automatique d'échantillons prélève l'échantillon dans chaque tube l'un après l'autre, avec un rinçage entre. Il est recommandé d'utiliser un passeur automatique d'échantillons si vos lots d'échantillons comportent plus de 100 échantillons ou si les analystes doivent s'occuper de plusieurs instruments.



Pompes d'introduction d'échantillons

Le système de pompe d'introduction d'échantillons (Sample Introduction Pump System ou SIPS) d'Agilent est un accessoire pour AA à flamme qui permet d'automatiser la préparation des étalons, la dilution des échantillons et l'ajout d'autres solutions à chaque échantillon, comme des modificateurs et des étalons internes. L'accessoire SIPS est idéal si vous souhaitez réduire les tâches manuelles de préparation d'échantillons, chronophages et susceptibles d'introduire des erreurs.



Vannes de commutation

Les vannes de commutation permettent d'accroître la productivité et de réduire la consommation en gaz des instruments d'ICP-OES et d'ICP-MS. Les vannes fonctionnent en préchargeant l'échantillon suivant dans la vanne tandis que l'instrument mesure l'échantillon précédent. Il est recommandé d'opter pour une vanne de commutation si vous mesurez régulièrement de grands nombres d'échantillons. La vanne sera amortie du fait de la réduction de la consommation d'argon.



Génération d'hydrures

Un accessoire de génération d'hydrures peut être utilisé avec la plupart des techniques de spectroscopie atomique pour mesurer le mercure et les éléments formant des hydrures (tels que As, Bi, Ge, Pb, Sb, Se, Sn et Te) aux concentrations de l'ordre du ppb. L'accessoire régule la réaction chimique requise pour former les hydrures.

Sur les instruments d'ICP-OES et de MP-AES Agilent, vous pouvez employer un système d'introduction d'échantillons multimode (MSIS) pour basculer rapidement entre le mode génération de vapeur et le mode nébuliseur standard, sans changer de matériel.



Chambre de nébulisation avec régulateur de température

Il est recommandé d'utiliser une chambre de nébulisation avec régulateur de température, comme l'IsoMist d'Agilent, lors de la mesure d'échantillons huileux visqueux ou contenant des solvants organiques volatils. Il est à noter que tous les instruments d'ICP-MS et d'ICP-QQQ sont dotés de série d'une telle chambre de nébulisation.



Nébuliseur à ultra-sons

Le nébuliseur à ultra-sons (comme celui présenté ici et proposé par [CETAC Technologies](#)) est utilisé avec les instruments d'ICP-OES pour améliorer la sensibilité et la stabilité des mesures dans les applications environnementales.

Instruments de spectroscopie atomique Agilent

L'assurance d'obtenir ce dont vous aurez besoin

Agilent a créé une gamme de spectroscopie atomique innovante, comprenant des instruments, des consommables, des étalons, des services, des logiciels, et plus encore, pour offrir à votre laboratoire l'assurance d'obtenir les réponses dont vous aurez besoin, au moment où vous en aurez besoin.

Notre gamme d'instruments couvre les technologies suivantes :



[AA à flamme et four](#)



[MP-AES](#)



[ICP-OES](#)



[ICP-MS](#)



[ICP-QQQ](#)

Pour en savoir plus :

www.agilent.com/chem/atomic

Pour acheter en ligne :

www.agilent.com/chem/store

Pour obtenir les réponses à vos questions techniques
et accéder à des ressources dans la communauté Agilent :

community.agilent.com

France

0810 446 446

customercare_france@agilent.com

États-Unis et Canada

1- 800- 227- 9770

agilent_inquiries@agilent.com

Europe

info_agilent@agilent.com

Asie et Pacifique

inquiry_lsca@agilent.com

DE44444.6577546296

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Publié aux États-Unis, le 1^{er} novembre 2021
5994-4048FR

