

Mesurez-vous vos échantillons en ICP-OES plus d'une fois ?

Comment mettre fin aux répétitions de mesures chronophages



L'histoire de Luke

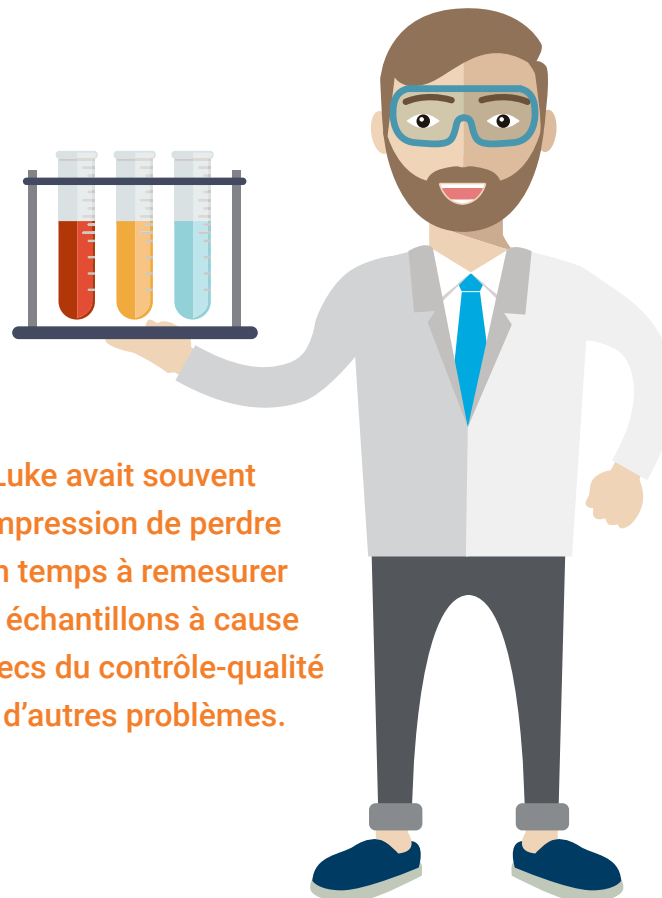
Luke (ceci est un pseudonyme) était analyste chez Always Right Labs. Son travail consistait à analyser des échantillons sur un ICP-OES, ainsi qu'à faire fonctionner une GC et à effectuer d'autres tâches dans son laboratoire. Luke avait plusieurs années d'expérience, mais il ne se considérait pas comme expert des deux techniques. Il demandait généralement de l'aide à l'un des analystes plus expérimentés s'il avait des difficultés avec un des instruments.

Le laboratoire analysait des échantillons pour différents clients, allant d'entreprises agroalimentaires ayant besoin d'un contrôle de la qualité de leurs produits à des échantillons d'eau d'agences gouvernementales locales. La société était fière de fournir des résultats justes et rapides à ses clients. Ces clients utilisaient les résultats pour s'assurer que leurs produits respectaient les spécifications et pour décider de les commercialiser ou non. Fournir des résultats erronés pouvait avoir de lourdes conséquences sur la réputation de Always Right Labs.

Luke se conformait à toutes les pratiques normalisées de contrôle-qualité. Il préparait soigneusement les échantillons et les étalons pour éviter la contamination et l'introduction d'erreurs. Cependant, malgré tous ses efforts, il devait très souvent re-mesurer ses échantillons. Ce problème était dû à l'échec du contrôle-qualité, à un problème pendant l'analyse ou aux mauvais résultats de certains échantillons. Certains jours, Luke devait re-mesurer jusqu'à 20 % des échantillons. Il faisait parfois des vérifications croisées des résultats en analysant les échantillons au moyen d'une autre technique, telle que l'ICP-MS. C'était à la fois stressant et chronophage, et cela lui demandait souvent de faire des heures supplémentaires. Les clients recevaient parfois les résultats en retard, ce qui leur déplaisait fortement.

Luke souhaiterait vraiment réduire le nombre de fois où il doit re-mesurer des échantillons. Il pourrait alors se consacrer à d'autres activités qui apporteraient plus de valeur à son travail.

Heureusement, il existe des moyens pour que Luke puisse améliorer la fiabilité de son processus analytique. Ce livre numérique énumère les causes les plus courantes de re-mesure d'échantillons et la manière de les éviter.

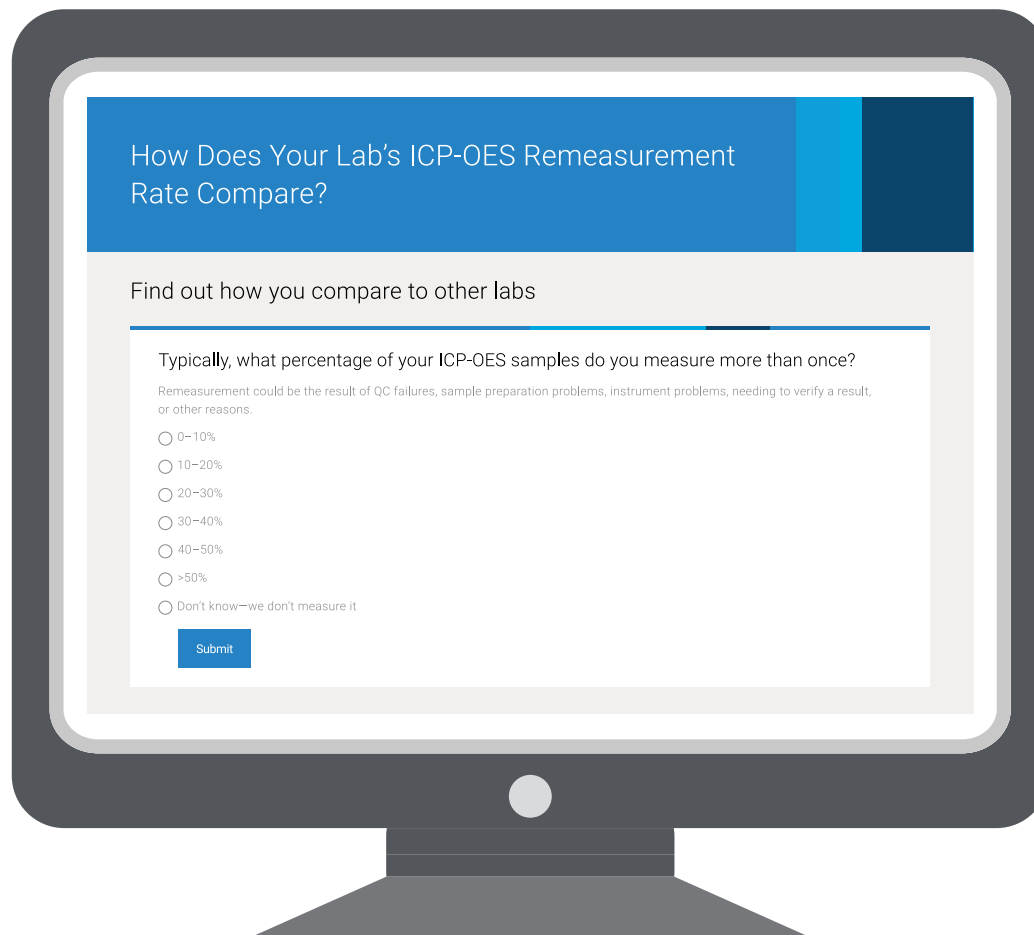
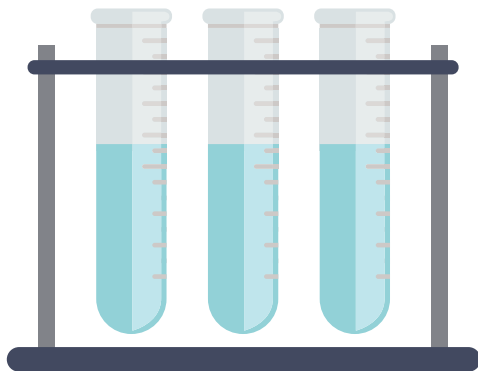


Luke avait souvent l'impression de perdre son temps à remesurer des échantillons à cause d'échecs du contrôle-qualité ou d'autres problèmes.

Combien d'échantillons sont mesurés plusieurs fois dans les laboratoires ?

Dans un sondage en ligne mené en 2019, plus de 200 participants ont mentionné le pourcentage d'échantillons d'ICP-OES qu'ils mesuraient plus d'une fois.

Ces participants ont indiqué qu'ils re-mesuraient en moyenne 15 % de leurs échantillons. Fait intéressant, plus de 15 % des participants ne mesurent pas leur taux de re-mesure d'échantillons, ils n'ont donc aucune idée du temps qu'ils perdent et de ce que cela leur coûte.



Combien coûte les répétitions de mesure sur les échantillons ICP-OES ?

La plupart des laboratoires comprennent le coût engendré par l'indisponibilité d'un instrument, lorsque des pannes ou une maintenance programmée empêchent l'analyse d'échantillons. Mais qu'en est-il du coût des re-mesures d'échantillons ?

Un mauvais résultat du contrôle-qualité lors de l'utilisation d'une méthode réglementée ou créée par un laboratoire peut nécessiter un ré-étalonnage, un contrôle des performances de l'instrument (IPC), un blanc, puis la répétition de l'analyse des 10 derniers échantillons au moins. Pour les échantillons plus complexes, la répétition de la mesure comprend certainement une nouvelle minéralisation de l'échantillon, ainsi qu'une analyse par ICP-OES.

« La plupart des laboratoires comprennent le coût des temps d'indisponibilité. Mais qu'en est-il du coût de la répétition de mesures d'échantillons ? »

Cette répétition des analyses augmente les coûts de différentes manières :

Coûts évidents :

Consommables de laboratoire, y compris l'argon, l'électricité, les réactifs
Salaires des employés

Coûts pas si évidents :

Occasions manquées d'analyser d'autres échantillons générant des revenus

Augmentation du roulement du personnel en raison de l'insatisfaction au travail et du fait de devoir faire des heures supplémentaires

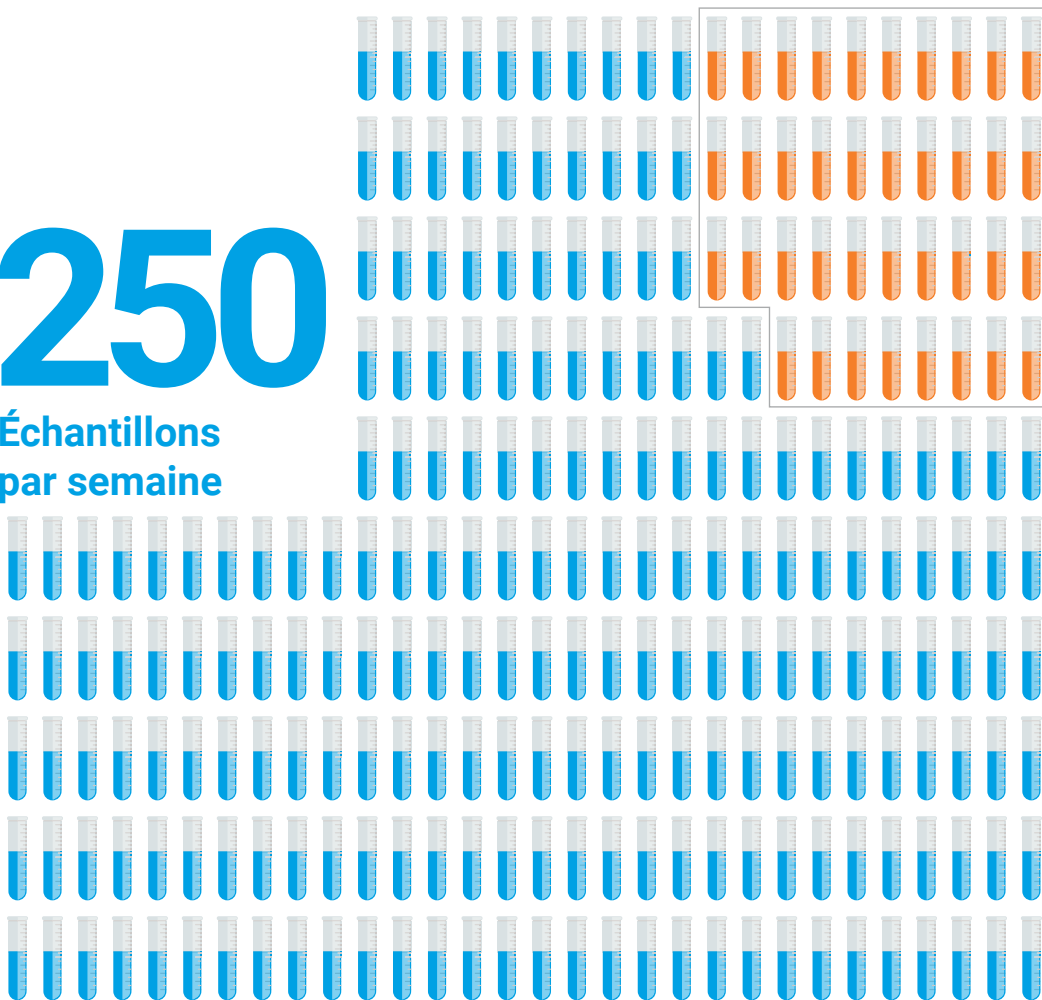
Dégradation de la réputation et même perte de clients en raison de retards ou d'erreurs dans les résultats



Calcul de l'impact de la re-mesure d'échantillons

250

Échantillons
par semaine



15 %

doit être re-mesuré pour une raison ou une autre – cela fait 38 échantillons par semaine.



La mesure d'un échantillon par ICP-OES est assez classique avec un instrument rapide.

38 échantillons x 2,5 minutes est égal à



Sur une année, cela rajoute jusqu'à 82 heures ou deux semaines de travail !

Comme vous pouvez le constater dans l'exemple, le coût de la re-mesure d'échantillons peut vraiment se révéler important.

Causes courantes de re-mesure d'échantillons et manière de l'éviter

Il existe de nombreuses raisons pour lesquelles vous pourriez avoir à analyser un échantillon une deuxième fois. Des échantillons ont pu être échangés ou un problème a pu se produire pendant l'analyse. Il se peut que vous vous rendiez compte de l'existence d'un problème, mais uniquement lorsqu'une solution de contrôle-qualité échoue ou lorsque vous vérifiez les résultats et que vous constatez que quelque chose ne va pas. Quelle que soit la raison, re-mesurer des échantillons est chronophage, stressant et coûteux.

Les causes de re-mesure d'échantillons se répartissent généralement en deux catégories : **problèmes liés à l'instrument** et **problèmes liés aux échantillons**. Les problèmes liés aux échantillons incluent de nombreux aspects, de la minéralisation et de la préparation de l'échantillon aux problèmes de matrice d'échantillon et d'échange par erreur.

Voici comment prévenir les causes les plus courantes de re-mesure d'un échantillon et comment arrêter de perdre du temps.

Solutions de contrôle-qualité

Vous ne connaissez pas bien les solutions de contrôle-qualité ?

Vous ignorez quel est l'étalon interne de votre solution de vérification des performances instrumentales ? Les définitions de ces termes se trouvent à la page 5 de la méthode US EPA 200.7 disponible [ici](#), et de la méthode US EPA 6010c disponible [ici](#).



Problèmes liés à l'instrument

1. Bouchages du nébuliseur

Problème et causes

Des particules fines peuvent être invisibles dans une solution aqueuse, mais elles peuvent boucher un nébuliseur. Les bouchages peuvent également être causés par le dépôt de particules de sel à l'extrémité du nébuliseur. Ces sources de particules peuvent provoquer un bouchage partiel ou total du tube capillaire situé à l'extrémité d'un nébuliseur concentrique en verre. Ces bouchages conduisent à de nombreux problèmes de performance qui obligent inévitablement à re-mesurer des échantillons.

Un symptôme classique de bouchage partiel du nébuliseur est une dérive des résultats pour une solution de vérification de l'étalonnage en continu (CCV). Une solution de CCV est généralement surveillée régulièrement tout au long d'une analyse.

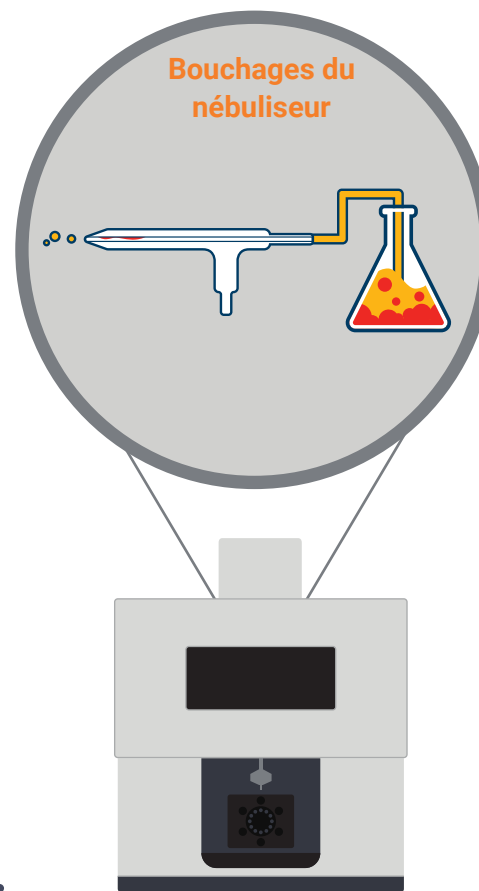
Un bouchage complet du nébuliseur se traduit par une absence de signal. Il est donc facile à diagnostiquer, car l'instrument ne produit aucun signal.

Vous pouvez éviter d'avoir à re-mesurer des échantillons en raison d'un bouchage du nébuliseur en surveillant les résultats de CCV et les résultats des échantillons tout au long de l'analyse.

Que faire ?

Si vous rencontrez fréquemment des bouchages du nébuliseur, envisagez les actions suivantes :

- Filtrez ou centrifugez les échantillons.
- Plongez à peine la sonde du passeur automatique d'échantillons dans la solution. Ces paramètres minimisent le risque d'aspiration des particules au fond du tube à essai par la sonde.
- Remplacez le type de nébuliseur que vous utilisez par un autre dont le diamètre intérieur de la ligne échantillon est plus grand.
- Utilisez un humidificateur d'argon pour maintenir l'extrémité du nébuliseur humide. Une extrémité humide implique qu'aucun solide ne se déposera à l'extrémité du nébuliseur. Le nombre de bouchages par des solutions avec un pourcentage élevé de solides dissous (TDS) diminuera.



2. Problèmes de torche

Problème et causes

La re-mesure d'un échantillon peut être causée par des problèmes liés à une mauvaise maintenance de la torche de l'instrument. L'aspiration des échantillons à matrice chargée, tels que des solutions de 100 g/L, peut entraîner un dépôt cristallin dans l'injecteur de la torche. Ces dépôts peuvent provoquer un blocage partiel de l'injecteur de la torche et une réduction du signal. Si plusieurs solutions de contrôle-qualité sont surveillées, une dérive vers le bas du signal est un signe de bouchage de la torche.

Différents contrôles-qualité peuvent déceler la dérive du signal comme suit :

- La surveillance fréquente d'un échantillon de référence certifié (CRM), ou d'une solution échantillon de contrôle de laboratoire QC, indique une baisse des recouvrements. Une dérive du signal peut aussi être observée par la baisse du rapport de l'étalon interne.

- Un faible recouvrement des solutions de contrôle-qualité, telles que les solutions de vérification de l'étalonnage continu (CCV), est aussi une indication de la dérive du signal.

Que faire ?

Si l'instrument ne donne plus les mêmes mesures des solutions d'étalonnage, c'est qu'une dérive s'est produite et qu'un bouchage est probable. Ce problème est plus fréquent avec les torches horizontales. Les torches verticales sont moins touchées. L'utilisation d'une torche avec un injecteur de plus grand diamètre peut éviter les bouchages.

Il est possible de mettre en évidence tout problème de sensibilité en exécutant au début de chaque journée des tests automatisés de performance de l'instrument qui indiquent un succès ou un échec d'après les valeurs définies par le fabricant. Un test de sensibilité réussi sur la bonne solution indique que la torche est propre et qu'elle a été correctement assemblée et installée.

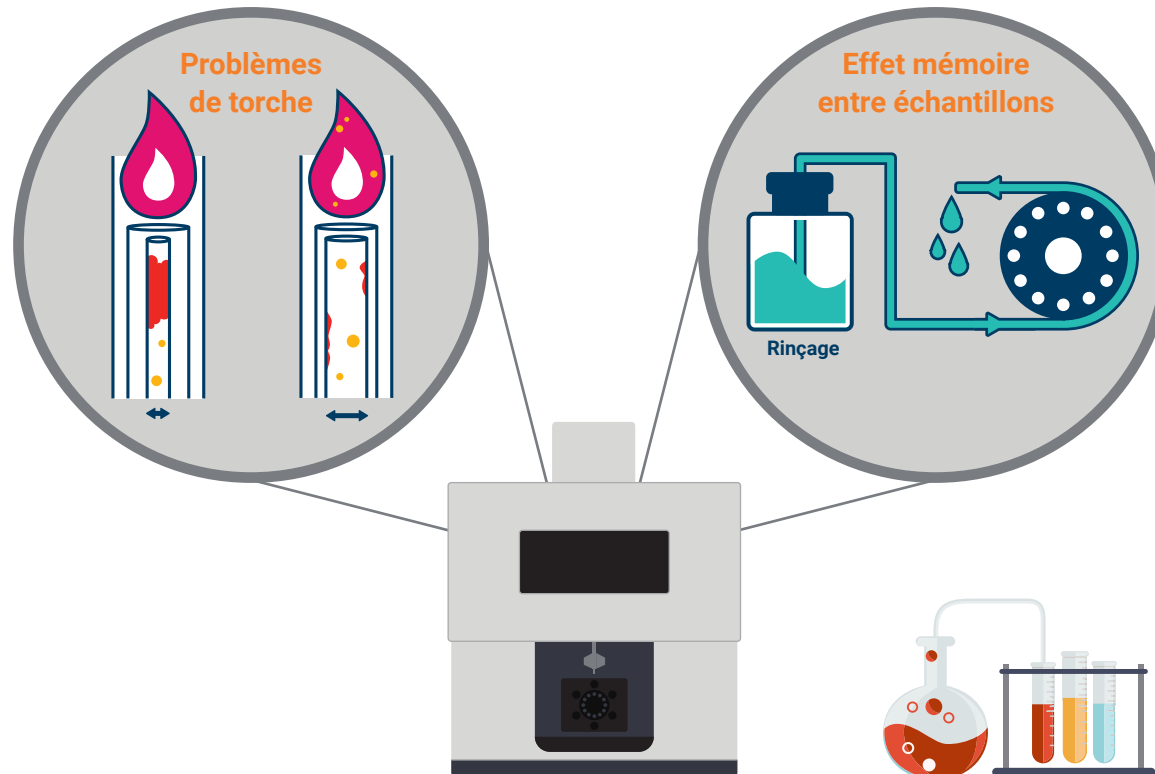
3. Effet mémoire entre échantillons

Problème et causes

Un échantillon ayant une matrice étonnamment chargée dans la séquence d'échantillons peut entraîner une contamination de l'échantillon suivant en raison de l'effet mémoire des éléments très absorbants ou « collants ». Par exemple B, Mo et W. Cette contamination peut donner un résultat faussement élevé.

Que faire ?

Une surveillance régulière d'un blanc d'étalonnage en continu tout au long de l'analyse aide à identifier une contamination inattendue par effet mémoire. Cependant, cette approche a peu de chance de résoudre tous les problèmes causés par l'effet mémoire à moins d'être incluse très fréquemment dans la séquence. L'utilisation d'une durée de rinçage définie automatiquement fournit une protection contre la contamination par effet mémoire pour chaque échantillon.



4. Instrument en dehors des spécifications

Problème et causes

En cas de dysfonctionnement d'un instrument ou d'un approvisionnement (par exemple, l'argon ou l'eau refroidie), les performances analytiques sont compromises. Cette situation peut avoir une incidence sur la sensibilité des résultats, la précision, la gamme dynamique linéaire ainsi que sur d'autres aspects de la performance.

Il est parfois difficile de résoudre ces problèmes. Vous serez peut-être forcé de re-mesurer de nombreux échantillons avant de découvrir la cause du problème.

Que faire ?

Pour éviter d'avoir à re-mesurer des échantillons à cause de problèmes instrumentaux, effectuez toujours un test automatisé de performance de l'instrument avant de lancer chaque jour les analyses.

5. Paramètres de méthode incorrects

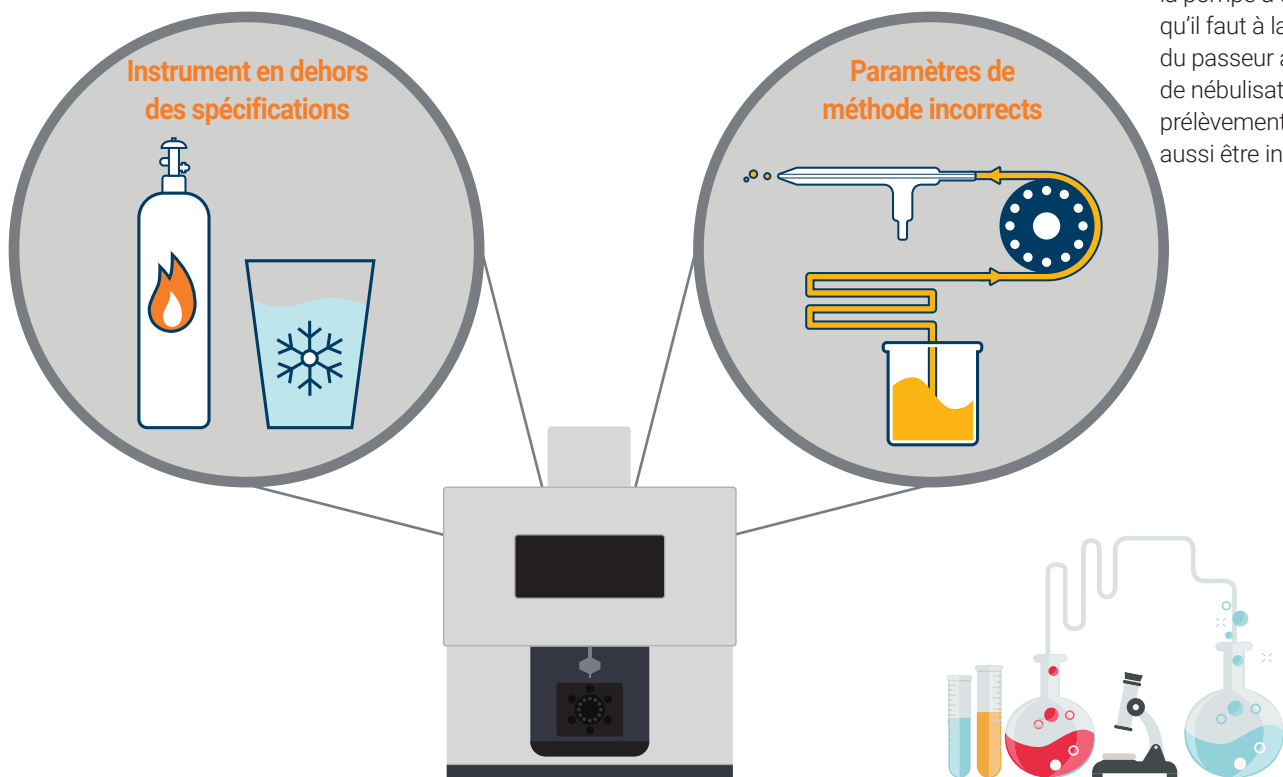
Problème et causes

Les paramètres de la méthode de l'instrument tels que les débits de gaz, la puissance RF, la vitesse de la pompe et le délai de prélèvement peuvent avoir un impact considérable sur vos résultats. Par exemple, une puissance RF ou des débits d'argon dans le plasma inadaptés entraînent une température de plasma inadéquate. Tous les atomes et les ions présents dans votre échantillon ne sont pas excités, ce qui se traduit par une baisse de l'émission et de la sensibilité. Cela a une incidence sur la précision des éléments mesurés à des niveaux de traces. La précision tombe parfois en dehors des seuils du laboratoire et lorsque cela se produit, les échantillons doivent être re-mesurés, entraînant une perte de temps.

Que faire ?

Pour éviter de telles situations, analysez un échantillon de référence certifié (CRM) inséré dans votre séquence en tant qu'échantillon de contrôle de laboratoire (LCS). Vous devriez toujours essayer d'inclure un CRM avec une matrice similaire à celle de vos échantillons dans le cadre de votre processus de développement de méthodes. Vous devriez vous efforcer d'obtenir de bons recouvrements aux niveaux de traces lorsque vous mesurez le CRM (en supposant que les niveaux de traces se situent dans les spécifications du fabricant correspondant à votre instrument). Si vous ne parvenez pas à obtenir de bons recouvrements aux niveaux de traces, il est nécessaire de continuer à optimiser la méthode.

Il est possible d'évaluer la vitesse de la pompe d'échantillonnage ou le délai de prélèvement de votre méthode en surveillant la précision d'une solution de contrôle-qualité. Testez ces deux paramètres avant de commencer une analyse. Pour vérifier si la vitesse de pompe et le délai de prélèvement sont corrects, démarrez manuellement la pompe à une vitesse élevée et mesurez le temps qu'il faut à la solution pour passer du tube à essai du passeur automatique d'échantillons à la chambre de nébulisation. Le pompage rapide de la pompe doit aussi être intégré manuellement dans la méthode.



6. Fenêtres pré-optiques sales

Problème et causes

Les fenêtres pré-optiques sont les fenêtres en verre situées entre la chambre de la torche et la chambre contenant les composants optiques de l'instrument. La contamination qui s'accumule sur les fenêtres réduit la quantité de lumière émise qui passe dans le système optique et qui arrive sur le détecteur. La saleté des fenêtres pré-optiques réduit la sensibilité.

Une réduction de la sensibilité dégrade la précision, ce qui peut obliger à re-mesurer des échantillons, en particulier ceux présentant des éléments à des niveaux de traces. Le contrôle de la précision des résultats obtenus sur les échantillons de contrôle-qualité permet d'identifier ce problème. Toutefois, il existe de nombreux problèmes de performance analytique entraînant une dégradation de la précision des résultats. Il est donc difficile d'identifier une cause en particulier.

Que faire ?

Vous devriez inclure le nettoyage des fenêtres pré-optiques dans le calendrier de maintenance régulière de l'instrument. Il est également possible de détecter une perte de sensibilité de l'instrument en exécutant quotidiennement des tests automatisés de performance de l'instrument.

7. Problèmes liés au tuyau échantillon : connexions non étanches, bulles ou tension incorrecte

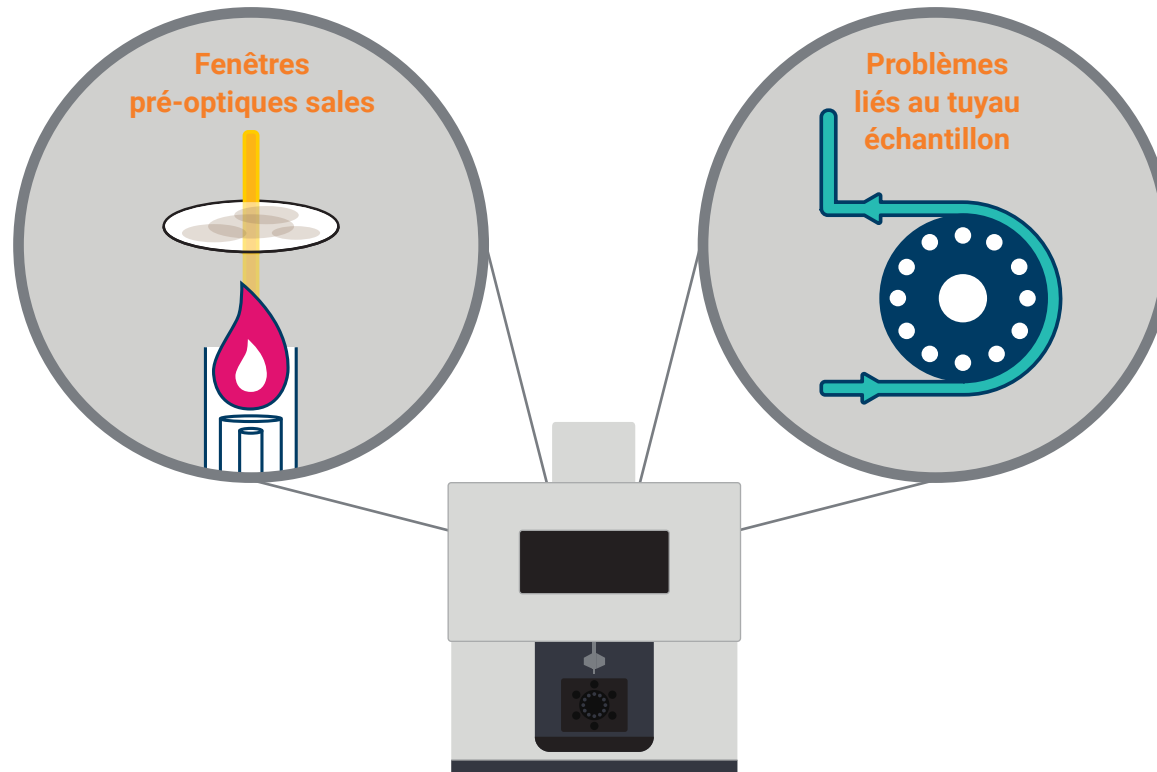
Problème et causes

Des tuyaux de pompe péristaltique usés, mal ajustés ou qui fuient peuvent nuire à la précision des résultats. La précision peut être surveillée grâce à des solutions de contrôle-qualité, mais celles-ci sont souvent espacées de 30 à 40 minutes. Attendre qu'une solution de contrôle-qualité donne un mauvais résultat pour résoudre un problème vous fait perdre du temps, car vous ne découvrez la panne qu'après 30 à 40 minutes.

Que faire ?

Un entretien courant régulier évite les problèmes liés au tuyau de la pompe péristaltique. Il est important de vérifier l'élasticité, la rotondité, la connexion et la tension du tuyau en début de journée, ou lorsque votre procédure opérationnelle normalisée l'exige. N'oubliez pas de libérer le tuyau de la pompe péristaltique en fin de journée afin de préserver sa durée de vie. Ces contrôles peuvent réduire le risque d'avoir à re-mesurer des échantillons à cause de problèmes avec les tuyaux de la pompe. Vous évitez également de perdre du temps en attendant que les nouveaux tuyaux de la pompe soient usés.

À nouveau, l'exécution de tests automatisés de performance de l'instrument en début de journée détermine si la précision des résultats est conforme aux spécifications du fabricant.



8. Chambre de nébulisation sale ou contaminée

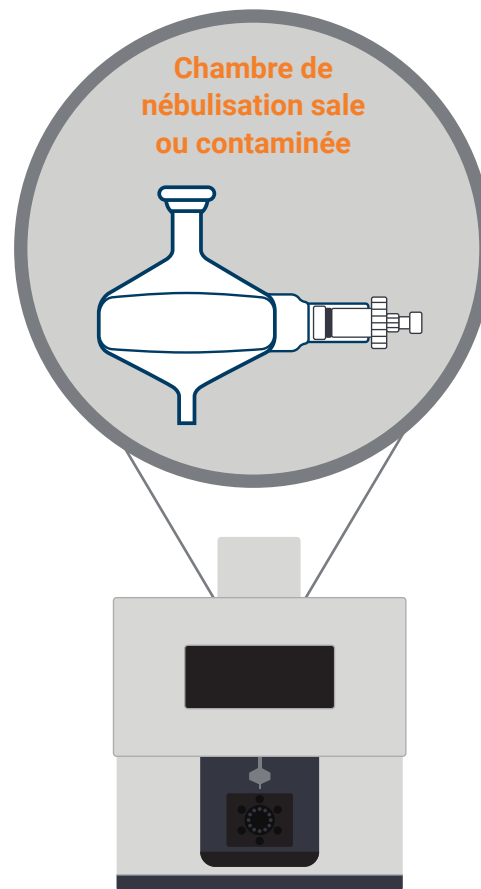
Problème et causes

Une chambre de nébulisation sale ou contaminée entraîne un drainage de mauvaise qualité et une aspiration inégale de l'aérosol jusqu'au plasma. Pour savoir si vous faites face à ce problème, observez la manière dont la solution s'écoule à l'intérieur de la chambre de nébulisation. Le liquide devrait couler dans la chambre de nébulisation sous la forme d'un film uniforme. S'il y a des gouttelettes et non un film, la chambre de nébulisation est sale.

Un mauvais drainage dans une chambre de nébulisation sale entraîne une précision médiocre. La précision peut être contrôlée en utilisant une solution de contrôle-qualité ou un étalon interne. Le problème est que les solutions de contrôle-qualité sont souvent espacées de 30 minutes. Si une solution de contrôle-qualité donne un mauvais résultat et permet d'identifier le problème, vous aurez perdu 30 minutes.

Que faire ?

Intégrez un nettoyage de la chambre de nébulisation dans votre entretien courant. Vous devriez aussi exécuter un test automatisé de la performance de l'instrument chaque jour en début de journée. Cela permet de déterminer si la précision des résultats est conforme aux spécifications du fabricant.



Comment nettoyer une chambre de nébulisation ?

Cette vidéo fournit des informations sur le choix et le nettoyage des chambres de nébulisation d'ICP-OES.

www.agilent.com/en/video/spraychamber



Problèmes liés à l'échantillon

1. Interférences spectrales

Problème et causes

Dans la gamme de longueurs d'onde d'un ICP-OES, il y a des dizaines de milliers de raies d'émission ioniques et atomiques élémentaires. Les émissions provenant d'éléments autres que ceux que vous analysez peuvent parfois fausser les résultats à la hausse. Cette situation se produit souvent lorsque vous avez un échantillon totalement inconnu. Un tel échantillon peut contenir toute une série d'éléments « cachés » qui peuvent se superposer aux raies d'émission des éléments que vous mesurez. Les éléments que vous analysez peuvent aussi avoir des concentrations élevées inattendues, ce qui peut causer des interférences. Les interférences ont un impact sur vos résultats.

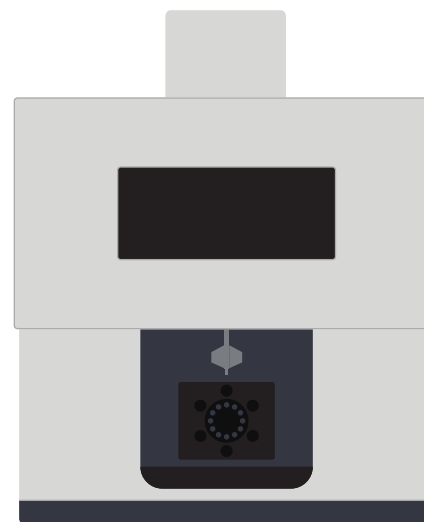
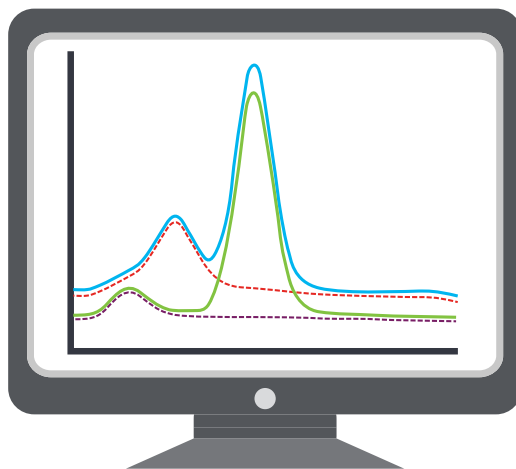
Que faire ?

Utilisez les approches suivantes pour éviter que les interférences spectrales ne faussent vos résultats.

- Si vous ne connaissez pas le contenu d'un échantillon, choisissez plusieurs raies d'émission pour chaque élément que vous voulez mesurer. Cette tactique simple est un bon moyen d'intégrer un contrôle-qualité pour identifier et éviter les interférences. Lorsque vous obtenez les résultats de concentration correspondant à plusieurs longueurs d'onde pour le même élément, vérifiez que chaque raie d'émission de l'élément donne le même résultat. Des interférences spectrales inconnues peuvent fausser le résultat à la hausse. Tout résultat hors limites doit être rejeté. Parmi les longueurs d'onde qui donnent le même résultat, conservez la valeur de la longueur

d'onde qui a eu la meilleure performance analytique. La performance analytique est indiquée par la précision (c'est-à-dire un faible % d'écart-type relatif), la sensibilité (c'est-à-dire un SRBR maximal) et l'absence d'interférences spectrales évidente provoquant des épaulements (c'est-à-dire une forme de pic de spectre gaussien harmonieux).

- Si vous suspectez des problèmes d'interférences spectrales et si vous connaissez les éléments qui causent ces interférences, préparez des solutions et développez des facteurs de correction inter éléments (CIE) pour les compenser.
- Le développement de modèles de déconvolution spectrale est une alternative simple au développement de facteurs CIE. Consultez l'aide en ligne de votre logiciel d'ICP-OES pour savoir comment procéder.



2. Problèmes d'étalonnage

Problème et causes

La préparation manuelle des solutions étalon peut introduire des erreurs. Ces erreurs conduisent au développement de régressions linéaires incorrectes et le calcul de la concentration des échantillons inconnus est alors erroné. Certaines causes des erreurs d'étalonnage proviennent des problèmes suivants :

- Des pipettes non étalonnées
- Une contamination de la verrerie due à un nettoyage/trempage inadapté
- Une contamination croisée des solutions mère lors d'un pipetage direct à partir du récipient. Décantez toujours dans un tube séparé et éliminez la solution mère inutilisée
- Une sélection accidentelle de la mauvaise solution mère lors de la préparation d'un étalon multi-élément à partir de solutions mères mono-élémentaire
- L'oubli ou une double dose d'un élément requis dans un étalon multi-élémentaire
- Des solutions mères dont la date d'expiration est dépassée
- La dégradation des solutions mères ou des étalons à cause d'un stockage dans de mauvaises conditions
- La mauvaise qualité de réactifs
- L'utilisation du mauvais acide pour la stabilisation

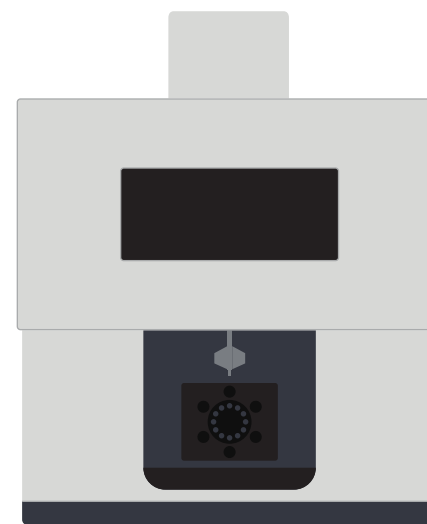
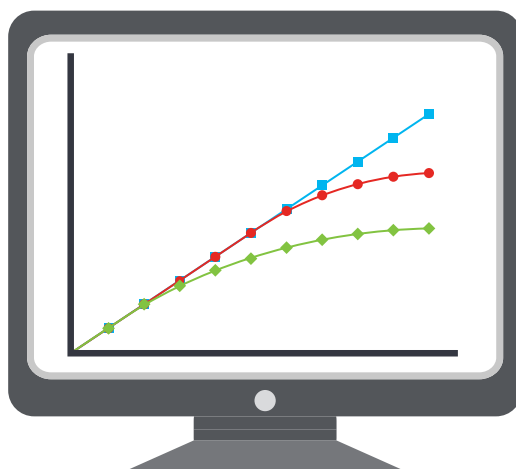
Que faire ?

Pour garantir l'exactitude de vos étalonnages, essayez ce qui suit :

- Vérifiez toujours l'exactitude des solutions étalons en procédant à une vérification de l'étalonnage initial réalisée à partir d'une solution mère provenant d'un fournisseur différent.
- Lors de la création d'étalons multi-élémentaires à partir de solutions mères mono-élémentaires, vérifiez toujours les niveaux de contamination sur le certificat d'analyse (CoA) pour vous assurer qu'ils sont négligeables.
- L'utilisation d'étalons de qualité ICP est recommandée. Évitez les étalons de qualité pour la spectroscopie d'absorption atomique, car ils contiennent souvent des niveaux élevés de contamination et ils peuvent être préparés à partir de sels incompatibles avec d'autres éléments.
- Les solutions étalons contenant les éléments Mo, Ti, Sb et Sn doivent être préparés plus souvent lorsqu'ils le sont dans une matrice diluée avec de l'acide nitrique. Cette pratique est recommandée en raison de leur plus faible stabilité.
- Utilisez un étalonnage pondéré adapté pour améliorer l'exactitude aux faibles concentrations en composés, en particulier lors de la mesure dans une large gamme de concentration.

La mise à disposition d'une documentation sur les bonnes procédures de votre laboratoire grâce à une procédure opérationnelle normalisée (SOP) peut aider à éviter de nombreux problèmes liés à une mauvaise préparation des solutions d'étalonnage. La solution aux problèmes d'étalonnage peut inclure :

- L'ajout d'une référence sur toutes les pipettes, avec un enregistrement électronique des dates de réétalonnage. Un autocollant avec la date de réétalonnage devrait être collé sur chaque pipette.
- Le laboratoire suit un protocole strict et éprouvé pour le nettoyage du matériel de laboratoire après utilisation.
- Des solutions mères étalons multi-élémentaires sont utilisés pour la préparation des solutions d'étalonnage.
- Les dates d'expiration des solutions mères sont enregistrées électroniquement afin que le système de contrôle-qualité du laboratoire puisse déclencher leur élimination lorsque la date d'expiration est dépassée.



3. Contamination de blanc, des étalons et des échantillons

Problème et causes

Un mauvais signal du QC blanc de réactif de laboratoire préparé de la même manière que les autres solutions est un indicateur de contamination chimique du blanc, des étalons et des échantillons. D'autres indicateurs sont : des résultats erronés pour un échantillon de contrôle de laboratoire (LCS) ou une comparaison médiocre avec le duplicata d'un échantillon de matrice dopé (MSD).

Une contamination peut être due à diverses raisons :

- Mauvaises procédures d'échantillonnage
- Réactifs contaminés
- Récipients de minéralisation et de stockage mal nettoyés
- Purificateur d'eau de qualité « laboratoire » défectueux

Il est aussi courant d'avoir un effet mémoire d'un échantillon à l'autre dans le système d'introduction des échantillons de l'instrument. L'effet mémoire se produit souvent lorsqu'un échantillon présente une concentration élevée d'un élément absorbant. Si tel est le cas, vous constatez des résultats faussement élevés, des inexactitudes et une précision médiocre. Vous observez un nombre de coups élevés d'émission pour la première réplique, et une baisse du nombre de coups pour la deuxième réplique, avant que le signal se stabilise.

Que faire ?

Pour vous aider à identifier un problème de contamination, analysez régulièrement des répliques de minéralisation d'échantillons entièrement préparées pour identifier la contamination. Vous pouvez également vérifier l'intensité de la solution de blanc et comparer cette valeur avec celle d'une solution de blanc utilisée lors d'une précédente analyse. Si les mesures sont excessivement élevées, remplacez la solution de blanc, car elle est probablement contaminée.

Si un échantillon est contaminé par l'effet mémoire d'un échantillon précédent, augmentez la durée du rinçage entre les échantillons.

Pour éviter toute contamination, assurez-vous que vos procédures opérationnelles normalisées contiennent des instructions sur la manière de prélever et de préparer des échantillons, ainsi que la méthode pour nettoyer le matériel de laboratoire. Ensuite, vous devez simplement veiller à ce que ces procédures soient suivies !



4. Problèmes liés à la préparation des échantillons et échanges par erreur

Problème et causes

Une mauvaise préparation d'un échantillon entraîne des résultats erronés. Vous avez peut-être oublié d'inclure un des acides avant la minéralisation. Par exemple, l'acide HCl est nécessaire, ainsi que l'acide HNO₃, pour tenter de minéraliser des métaux du groupe du platine. Vous avez peut-être utilisé un acide chimiquement incompatible pour les éléments que vous souhaitez analyser. Par exemple, l'ajout de H₂SO₄ à un échantillon lors de la recherche de Ba ou Pb provoque la précipitation de ces éléments dans la solution.

Que faire ?

Pour identifier les problèmes de préparation d'échantillons, incluez toujours un échantillon de contrôle de laboratoire (LCS) ayant une matrice similaire à celles des échantillons d'intérêt dans chaque analyse. Assurez-vous que le matériau de référence certifié est préparé de la même manière que les autres échantillons. Vous disposez alors d'un échantillon ayant une concentration connue que vous pouvez utiliser pour détecter des problèmes dans votre préparation d'échantillons.

Conseil :

Si votre procédure de minéralisation d'échantillons utilise de l'acide HCl, mettre du chlore dans la méthode ICP. Cet ajout vous aidera à résoudre les problèmes – pas de Cl ? Quelqu'un a oublié d'ajouter de l'acide HCl pendant la préparation des échantillons.



5. Échantillons à matrice chargée

Problème et causes

La présence de nombreux éléments de concentrations différentes dans l'échantillon peut produire des interactions complexes. Cette situation peut conduire à l'augmentation ou l'atténuation de résultats. Par exemple, des concentrations élevées d'éléments facilement ionisables (EIE) tels que les métaux alcalins Na et K, et même les éléments alcalino-terreux Ca et Mg, peuvent augmenter ou atténuer les résultats d'autres composés.

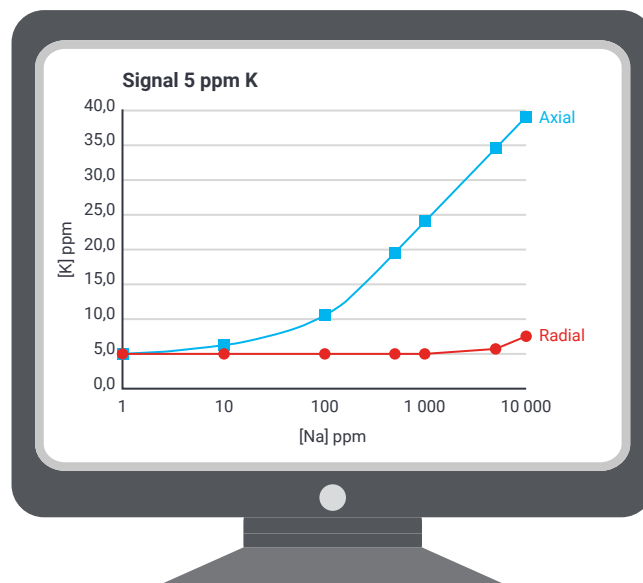
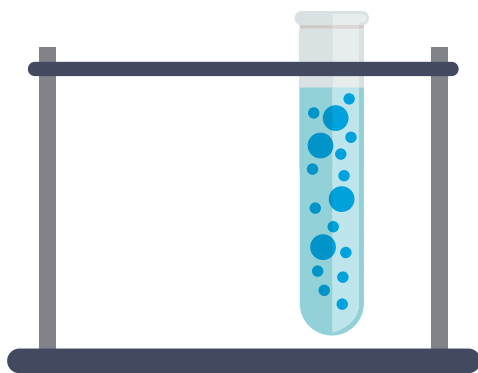
Avant l'analyse, il est important d'identifier rapidement la présence et la concentration approximative des métaux alcalins ou des éléments alcalino-terreux dans les échantillons de composés inconnus. Cette étape vous permet de mettre en place des stratégies adaptées aux différentes concentrations.

Les faibles recouvrements de duplicata d'échantillon de matrice dopé (MSD) permettent d'identifier une interférence EIE. Pour la plupart des composés, l'interférence EIE provoque l'atténuation d'un résultat. Dans le cas des métaux alcalins et des éléments alcalino-terreux, les résultats sont supérieurs à ce qu'ils devraient être.

Que faire ?

Les stratégies pour éviter les effets des EIE incluent :

- l'inclusion d'un étalon élémentaire interne et l'activation d'une correction par rapport à l'étalon interne ;
- la dilution de l'échantillon peut éventuellement aider à retrouver de bons recouvrements. Ce conseil suppose que les éléments d'intérêt ne sont pas dilués au-delà de la limite de détection de la méthode de l'instrument (MDL) ;
- l'utilisation de la même matrice dans les solutions étalons et les échantillons. Cette méthode n'est pas toujours facile à appliquer si les échantillons sont totalement inconnus ;
- la mesure de l'échantillon à l'aide d'une visée radiale du plasma.



Lorsque la concentration de Na augmente dans un échantillon, le recouvrement de K peut se détériorer. L'impact est prononcé lorsqu'on observe le plasma en mode de visée axiale.

6. Échantillons hors gamme

Problème et causes

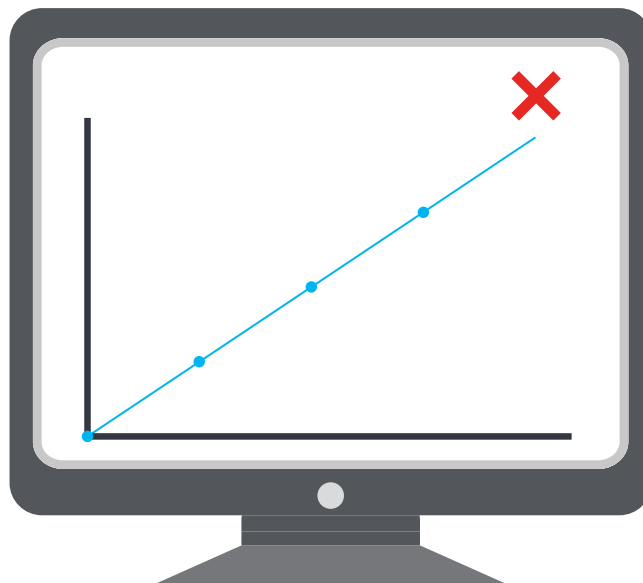
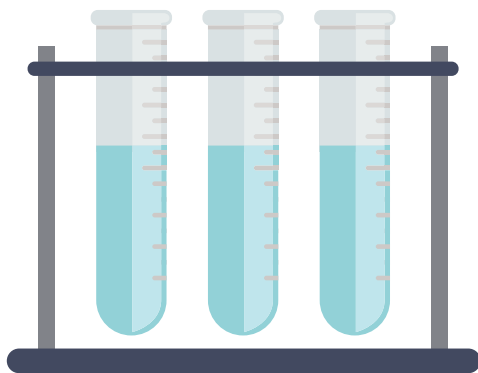
Une concentration élevée et inattendue des composés peut signifier que la concentration mesurée sur les échantillons est en dehors de la gamme d'étalonnage. Ce cas est une cause courante de re-mesure d'un échantillon. Il est facilement identifié dans les résultats, car un indicateur d'erreur apparaît, révélant que le résultat est en dehors de la gamme d'étalonnage. Vous ne devriez pas rendre un résultat en dehors de la gamme d'étalonnage sans avoir vérifié la linéarité de l'étalonnage à la concentration hors gamme.

Pour remédier à cette erreur, il est possible d'utiliser une simple dilution ou d'ajouter un étalon supplémentaire comme échantillon et de vérifier la linéarité. Il faut veiller à ne pas introduire de contamination lors de la dilution.

Que faire ?

Il existe des moyens faciles pour éviter immédiatement d'avoir des problèmes d'échantillons hors gamme.

- Les instruments d'ICP-OES de dernière génération vous donnent accès à une large gamme de longueurs d'onde que vous pouvez surveiller. Vous pouvez sélectionner plusieurs raies d'émission pour les éléments que vous analysez. Certaines seront très sensibles et d'autres moins. Si vous obtenez une alerte concernant des échantillons hors gamme sur certaines longueurs d'onde, passez simplement à une raie moins sensible pour ce composé et vous éviterez d'avoir à effectuer une dilution.
- Si vous ne souhaitez pas utiliser une longueur d'onde alternative moins sensible, utilisez un dilueur automatique intégré à votre logiciel d'ICP-OES. Tout échantillon hors gamme sera alors automatiquement dilué.
- Mesurez les échantillons fortement concentrés à l'aide d'une visée radiale du plasma.



En savoir plus :

www.agilent.com/chem/

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

États-Unis et Canada

1-800-227-9770

agilent_inquiries@agilent.com

Europe

info_agilent@agilent.com

Asie et Pacifique

inquiry_lsca@agilent.com

Ces renseignements peuvent être modifiés sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Publié aux États-Unis, le 24 septembre 2019
5994-1263FR

