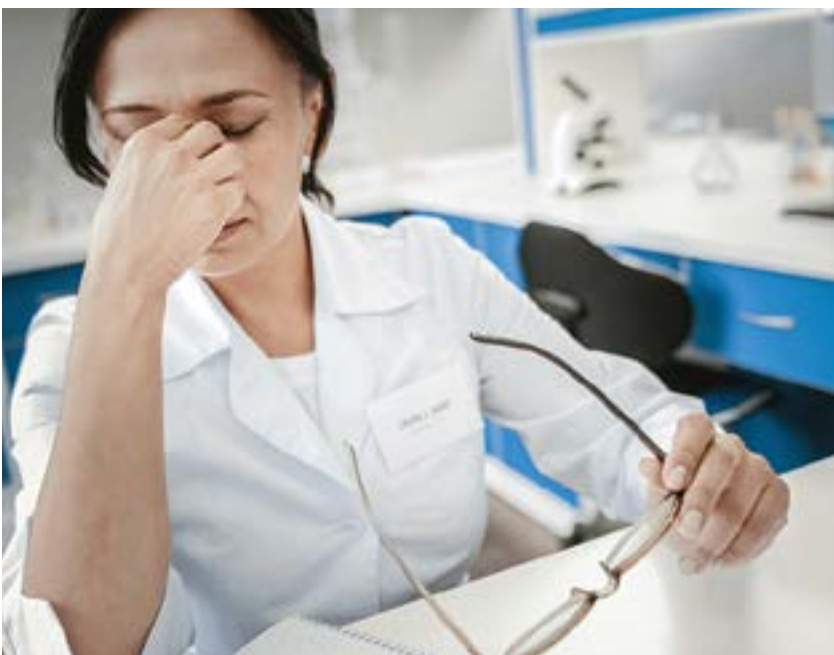


Reconnaître et éviter
les tâches chronophages
improductives dans les
analyses par ICP-MS

Tâches chronophages dans les flux de tâches d'ICP-MS

La spectrométrie de masse à plasma induit (ICP-MS) est une technique bien établie utilisée pour mesurer les éléments à l'état de traces et les éléments majeurs dans une large gamme de types de solutions. Elle trouve des applications dans diverses industries, notamment dans l'industrie alimentaire, l'agriculture, l'environnement, la géochimie et la géologie, les matériaux et les semi-conducteurs, la pétrochimie, les sciences de la vie, la recherche clinique et l'énergie nucléaire.



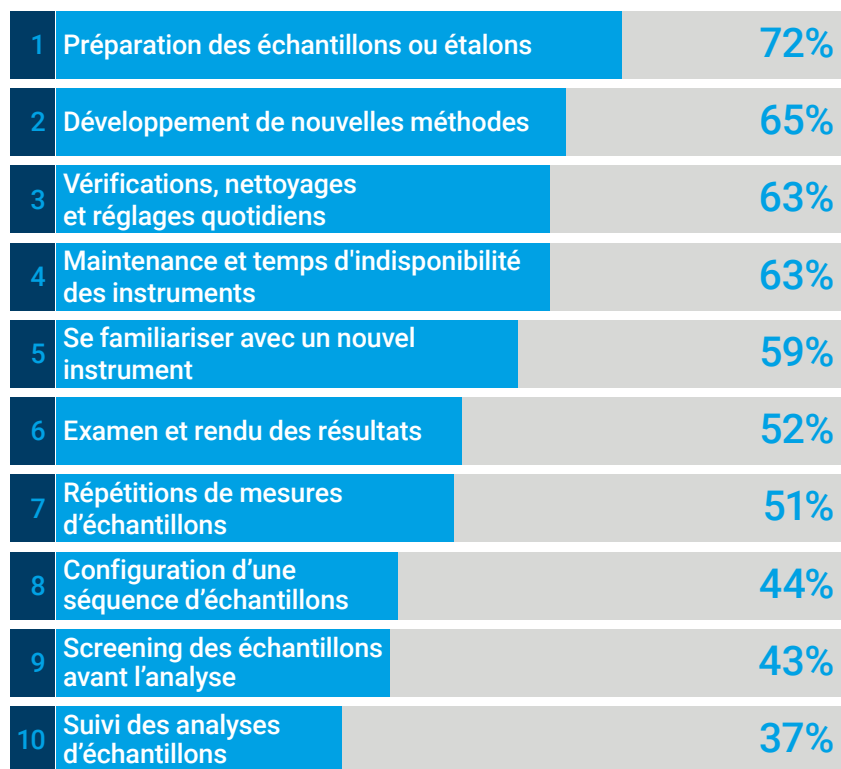
L'ICP-MS est connue pour sa sensibilité élevée, sa tolérance aux matrices et sa capacité à mesurer des concentrations d'éléments sur une large gamme de concentrations. De par la simplicité des spectres, et grâce à un contrôle fiable des interférences, l'ICP-MS est une technique de choix tant pour les applications de routine que pour les applications réglementées, telles que la surveillance de l'eau potable et de l'environnement, le contrôle sanitaire des aliments ou encore la production pharmaceutique.

De nombreux laboratoires cherchent à remplacer une autre technique de spectroscopie atomique par l'ICP-MS, ou souhaitent acquérir un modèle plus récent d'ICP-MS pour améliorer leurs limites de détection et atteindre des cadences d'analyse plus élevées. Pour ceux qui débutent avec cette technique, l'ICP-MS peut sembler difficile à maîtriser et à utiliser, mais aussi coûteuse en termes d'achat et d'entretien. Ces difficultés perçues par les laboratoires peuvent en décourager certains d'adopter la technique.

Si les laboratoires qui utilisent l'ICP-MS sont parfois confrontés à la difficulté d'optimiser les méthodes ainsi que les flux de tâches, beaucoup considèrent que c'est un élément inévitable de la configuration et de l'analyse par ICP-MS. Pour ceux qui n'ont pas encore optimisé leur méthodologie d'ICP-MS, les activités improductives et souvent inutiles – autrement dit, les tâches chronophages – peuvent avoir un impact sur la productivité et la rentabilité. Leur coût va parfois bien au-delà du temps perdu. La configuration manuelle des méthodes, la vérification des instruments ou la répétition d'analyses sont autant de tâches qui surchargent les employés et impactent leur satisfaction. Des facteurs qui les rendent également plus vulnérables aux erreurs. Celles-ci peuvent conduire à refaire des analyses, avoir un impact sur le temps d'analyse des échantillons et affecter la qualité des résultats rapportés, ce qui peut nuire à la réputation d'un laboratoire.

Tâches les plus chronophages

Un récent sondage en ligne¹ demandait à des responsables de laboratoire de classer les tâches chronophages courantes qui ont le plus d'impact sur leurs analyses par ICP-MS. Voici les résultats.



Vous pensez sans doute que ces tâches chronophages sont indissociables d'une analyse par ICP-MS, et qu'elles doivent être acceptées comme faisant partie intégrante des tâches quotidiennes. Mais il existe peut-être un moyen plus efficace d'effectuer vos analyses, de simplifier vos méthodes, d'améliorer la satisfaction de vos employés et la fiabilité de vos résultats.

Comme pour la plupart des techniques scientifiques complexes, il est nécessaire d'avoir un certain degré de connaissances et d'expérience pour obtenir des résultats précis et reproductibles à l'aide d'une ICP-MS. Mais l'automatisation accrue des instruments a l'avantage de réduire le niveau d'expertise nécessaire pour effectuer une analyse. Les instruments d'ICP-MS modernes contiennent des modèles de méthodes prédéfinis, des routines d'optimisation automatisées, des vérifications des performances et des capteurs et dispositifs de surveillance d'auto-diagnostic. Ces fonctions intégrées reproduisent le niveau d'expertise qui aurait été auparavant requis d'un opérateur expérimenté.

Mais elles ne sont pas les seules à présenter des avantages. Les processus de laboratoire peuvent également être améliorés en effectuant quelques modifications simples à votre procédure d'analyse.

Ce livre numérique explore les tâches chronophages les plus courantes dans les analyses de routine par ICP-MS et propose des solutions pour minimiser leur impact, voire les éviter.

1. Sondage réalisé en septembre 2020 par Agilent. Un classement de 100 % signifie que tous les participants ont classé cette tâche comme étant la plus chronophage.

Sommaire



Se familiariser avec un nouvel instrument

Une tâche chronophage

Pour les utilisateurs qui débutent avec l'ICP-MS, la technique peut paraître difficile à apprendre et à utiliser. Le même constat est applicable aux utilisateurs qui sont familiers avec une marque d'ICP-MS mais doutent de la simplicité d'utilisation d'une autre marque. Comme pour tout instrument analytique de pointe, un ICP-MS exige un certain temps d'apprentissage avant de pouvoir l'utiliser efficacement. Pourtant, les instruments d'ICP-MS modernes sont dotés d'interfaces logicielles et de solutions de flux de tâches qui accélèrent et simplifient le processus d'apprentissage.

Certains laboratoires continueront ainsi à utiliser un équipement obsolète ou remplaceront un instrument par une version plus récente pour éviter les formations. Les laboratoires contournent souvent les limites de leur équipement obsolète, pensant qu'il s'agit là d'une solution plus simple que d'installer du matériel plus récent. Mais les laboratoires commerciaux sont en concurrence, et le coût d'une telle décision peut être plus important qu'on ne l'imagine. Un instrument plus efficace pourrait vous permettre d'analyser des échantillons qui n'entrent actuellement pas dans vos possibilités. Il pourrait également améliorer la vitesse et la précision des analyses et vous aider à étendre votre activité à d'autres industries. Les systèmes d'ICP-MS les plus récents comprennent des fonctionnalités qui simplifient le processus de configuration de l'instrument et le transfert des méthodes depuis l'ancien équipement.



Les solutions

Se poser les bonnes questions lors de la sélection d'un nouvel instrument

Les conseils suivants vous seront utiles si vous envisagez d'acquérir un nouveau système ICP-MS :

- Testez les instruments à l'aide d'une gamme d'échantillons qui sont représentatifs de ce que vous analysez couramment. Ne supposez pas que tous les instruments ont les mêmes capacités et ne vous fiez pas uniquement aux spécifications publiées. Les différences de performances en situation réelle sont plus évidentes si vous analysez des échantillons complexes à matrice chargée. Il convient donc de tester les performances de l'instrument sur les types de solutions les plus difficiles.

Demandez au fournisseur de vous faire une démonstration du système adaptée au flux de tâches de votre laboratoire. Si vous analysez régulièrement des échantillons « tels quels », c'est-à-dire sans effectuer une configuration de méthode approfondie, demandez à ce que vos échantillons tests soient analysés de cette manière. Cela vous donnera une bonne indication de la facilité d'utilisation du système.

- Pensez au mode de fonctionnement de votre laboratoire. Vos échantillons de routine sont-ils analysés par des chimistes, non spécialistes, dédiés à certains postes, et qui utilisent une configuration de méthode définie par un analyste plus expérimenté ? Si tel est le cas, vérifiez que le système est doté d'une interface simplifiée pour garantir que l'analyse de routine suit le flux de tâches défini.
- Vos analystes doivent-ils gérer plusieurs instruments/techniques à la fois ? Appuyés par une interface exécutable sur un dispositif mobile, tel qu'une tablette, les analystes pourront surveiller une analyse d'échantillon où qu'ils soient. Disposer d'indicateurs visuels clairs à l'écran qui renseignent sur l'état de l'analyse est également primordial. L'objectif est de ne pas constater qu'un CQ a échoué une heure plus tôt et qu'une multitude d'échantillons doivent être remesurés.
- Pendant la démonstration, déterminez quels paramètres de méthodes (le cas échéant) devront être modifiés pour différents types de solutions. Si votre laboratoire analyse une large gamme de types de solutions, le réglage des paramètres de méthodes à chaque changement de type de solution peut être extrêmement chronophage.
- L'assistance et la formation assurées par le fournisseur sont des critères dont vous tiendrez également compte. Aurez-vous accès à des formations en présentiel, dans votre laboratoire, immédiatement après l'installation de l'instrument ? Une assistance pourra-t-elle vous être fournie à distance pour résoudre les problèmes qui émergeront plus tard, ou devrez-vous attendre qu'un ingénieur de maintenance vous rende visite ? Quelle est la qualité de l'assistance ? Autre point : la formation continue. Consultez le catalogue des formations sur le site Internet des fabricants, leur fréquence et si elles sont dispensées en ligne et/ou en présentiel. S'il s'agit de cours en présentiel, la salle de classe se trouve-t-elle près de vos locaux ?



Accès à des formations gratuites

Des vidéos de démonstration sont souvent disponibles sur youtube.com ou sur d'autres sites Internet. Elles constituent une excellente source d'information et de formation. Par exemple, [Agilent met à disposition sur Youtube une série de vidéos dédiées à l'ICP-MS.](#)

Utiliser toutes les ressources fournies avec l'instrument

La plupart des nouveaux instruments sont fournis avec une mine d'informations et d'outils pour simplifier l'apprentissage. Les instruments Agilent 7850 incluent, par exemple, des vidéos et des guides d'utilisation disponibles dans notre centre d'assistance et de formation complet qui fait partie du logiciel de l'instrument. Vous y trouverez également [un centre de ressources dédié à l'ICP-MS](#) qui regroupe des informations intéressantes, aussi bien pour les utilisateurs débutants que pour les plus expérimentés.

Les instruments sont également souvent fournis avec des méthodes prêtes à l'emploi (et/ou des outils de développement de méthodes) qui évitent les tâtonnements. Ces méthodes prédéfinissent la plupart des paramètres de méthodes qui peuvent poser problème aux nouveaux utilisateurs, tels que la sélection d'isotopes et de standards internes, le mode de gaz de cellule à utiliser ou la durée d'intégration à définir. L'utilisation d'une méthode prédéfinie raccourcit le temps de développement de nouvelles méthodes et réduit la probabilité de faire des erreurs de configuration.

Documenter les flux de tâches de routine à l'aide de procédures opérationnelles normalisées

Une bonne documentation s'avérera précieuse pour les analystes qui souhaitent maîtriser rapidement un nouvel instrument. Une procédure opérationnelle normalisée (SOP) devrait comprendre des instructions détaillées étape par étape, avec de nombreuses images ainsi que des conseils pour résoudre les problèmes courants. Les fournisseurs d'instruments tels qu'Agilent peuvent vous fournir des modèles de SOP pré-enregistrés pour les analyses d'ICP-MS courantes. Vous pourrez les modifier pour qu'ils s'intègrent aux modèles de SOP de votre entreprise. Parce que la création d'une bonne SOP d'analyse par ICP-MS peut prendre des semaines, l'utilisation d'un modèle représente un gain de temps considérable.



Rédiger des SOP efficaces

Rédigé pour l'industrie pharmaceutique, mais applicable à tous les laboratoires qui utilisent des SOP, ce livre numérique vous explique comment :

- rédiger une SOP qui peut être lue et comprise facilement,
- trouver un équilibre entre les besoins de conformité et la création d'une SOP utile,
- tester vos SOP et garantir une certaine cohérence.

[Téléchargez le livre numérique](#)

Développement de nouvelles méthodes

Une tâche chronophage

Pour un laboratoire, le processus visant à développer, optimiser, vérifier et documenter une nouvelle méthode d'ICP-MS peut s'avérer longue, notamment s'il ne maîtrise pas la technique. Les tests de performances et la documentation des méthodes, nécessaires à la conformité réglementaire, ajoutent à la complexité du processus dont la durée totale peut être de plusieurs semaines, voire plusieurs mois. Par où commencer pour développer une nouvelle méthode ou installer un nouveau système d'ICP-MS ? Comment réduire la durée du processus ?



Les solutions

Utiliser des méthodes éprouvées

Un nouvel instrument d'ICP-MS peut être doté de modèles de méthodes prédéfinis. L'instrument Agilent 7850 est fourni avec des méthodes prédéfinies ou préétablies pour de nombreuses applications, notamment les méthodes EPA 6020, 200.8 et ISO 17294 pour les échantillons environnementaux et les méthodes de l'USP/ICH/ChP pour l'industrie pharmaceutique. Il comprend également des méthodes plus générales avec les paramètres les mieux adaptés pour des échantillons avec des charges de matrice différentes. Vous pourrez adapter ces données en fonction de vos analytes, étalons internes et paramètres d'introduction des échantillons. Une fois les modifications apportées, la méthode et les paramètres ainsi que les informations connexes, telles que les niveaux d'étalonnage et les paramètres de CQ, peuvent être sauvegardés dans un « fichier de séquence ». Utilisé comme modèle pour les séquences d'échantillons suivantes, ce fichier de séquences permet de réduire considérablement le temps de configuration. Il garantit que les paramètres de méthodes seront appliqués de façon cohérente, indépendamment de l'utilisateur.

Les instruments d'ICP-MS peuvent même être fournis avec une méthode qui a été spécifiquement développée pour vous. Si vous envoyez (ou emportez avec vous) des échantillons à des fins de démonstration, l'ingénieur d'applications chez le fournisseur peut sauvegarder en tant que modèle la méthode utilisée pour l'analyse. Ce modèle peut vous être fourni ou être chargé sur votre système pendant l'installation pour que vous disposiez d'une méthode de travail aux performances éprouvées.

Si des modèles de méthodes pertinents n'ont pas été fournis avec votre instrument, vous pouvez accéder aux méthodes publiées sur les sites Internet de la US EPA (États-Unis), de l'AOAC et de l'ASTM. S'ils devront néanmoins être quelque peu adaptés à votre instrument, ils constituent un bon point de départ. N'hésitez pas à solliciter les communautés en ligne, telles que la communauté Agilent (community.agilent.com), pour poser des questions et apprendre de ceux qui ont créé des méthodes similaires. Les notes d'application publiées sur les sites Internet des fournisseurs d'instruments constituent en outre une autre source d'informations utiles. Enfin, la plupart des fournisseurs peuvent vous proposer une prestation de conseil en matière de développement de méthodes. Une bonne solution si vos échantillons ou vos méthodes sont particulièrement inhabituels.

Définir une nouvelle méthode

Que vous utilisiez un modèle de méthode existant ou prédéfini ou que vous démarriez de zéro, certains paramètres sont critiques pour le succès à long terme de l'analyse. Il conviendra de vérifier principalement que la méthode est configurée correctement pour traiter la charge matricielle des échantillons à mesurer et pour gérer tous recouvrements spectraux.

La tolérance aux matrices de toute ICP-MS est déterminée par la robustesse du plasma, que vous contrôlez à l'aide du rapport CeO/Ce. Vérifiez que les conditions de plasma définies dans votre méthode sont adéquates pour traiter les types de solutions et les charges matricielles que vous aurez à analyser. Les échantillons dans des matrices à charge plus élevée exigent des conditions de plasma plus robustes (c'est-à-dire un rapport CeO/Co plus faible). Réaliser des analyses avec une robustesse plus faible que celle requise conduit à des problèmes à long terme avec un dépôt de matrice, des fréquences de maintenance plus courtes, une dérive du signal, des erreurs du contrôle qualité et des répétitions d'analyses.

Vérifier les performances des méthodes à l'aide de matériaux de référence standard

Un moyen efficace pour vérifier que votre méthode produit des résultats précis consiste à vérifier les performances des méthodes en analysant des matériaux de référence certifiés ou standard (CRM/SRM). Il existe plusieurs fournisseurs pour ces matériaux, qui couvre une large gamme de types de solutions. Il vous sera donc aisé de trouver un matériau proche de la matrice de vos échantillons.

Pour vérifier la préparation d'échantillons ainsi que les performances analytiques, le matériau de référence devrait passer par le même processus de préparation que vos échantillons. Le matériau de référence est ensuite être ajouté à chaque séquence d'échantillons et analysé de la même manière que les échantillons inconnus. Si votre méthode produit des résultats correspondant aux valeurs certifiées pour chaque élément dans le matériau de référence, cela indique que votre préparation d'échantillons permet d'obtenir de bons recouvrements. L'obtention de résultats précis pour le matériau de référence permet également de confirmer que votre étalonnage est précis.

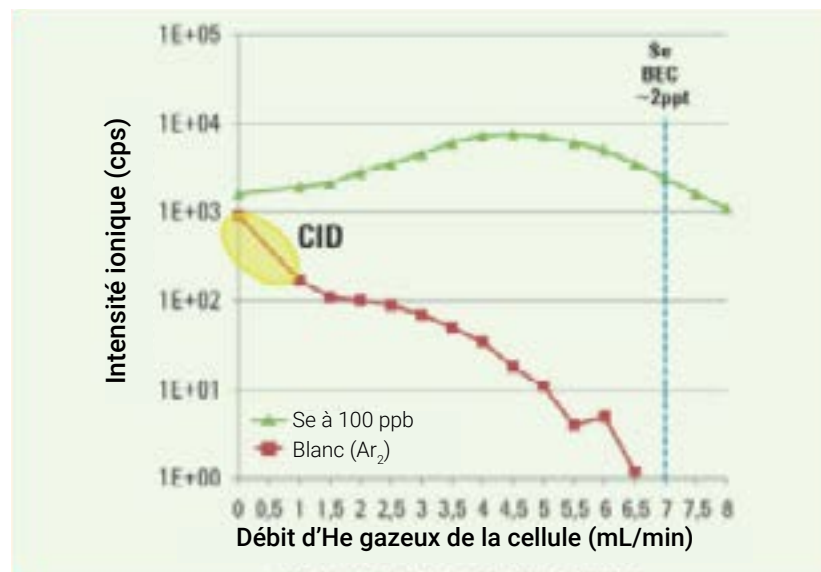
Utiliser le mode Hélium pour contrôler les interférences polyatomiques

Le contrôle des interférences polyatomiques est une exigence critique dans la plupart des méthodes d'ICP-MS. Les interférences peuvent être problématiques dans des applications alimentaires et environnementales où les matrices des échantillons sont souvent chargées, variables et complexes. Les systèmes d'ICP-MS d'Agilent fournissent une solution simple et fiable pour les interférences polyatomiques courantes via une cellule de collision-réaction (CRC) qui est optimisée pour le mode de collision par l'hélium (He).

La plupart des cellules de collision-réaction (CRC) peuvent être utilisées soit dans le mode de collision, soit dans le mode de réaction, bien que la conception de la cellule puisse fournir de meilleures performances dans l'un ou l'autre mode. Le choix du mode (collision ou réaction) dépend du gaz qui est ajouté à la cellule : gaz inerte (tel que He) ou gaz réactif (tel que H_2 , O_2 , NH_3 , etc.). Pour les analyses multi-élémentaires de routine, le mode de collision (He) est beaucoup plus utilisé que tout gaz de réaction dans la cellule, faisant du mode Hélium le mode le mieux adapté aux analyses multi-élémentaires et aux types de solutions variables et inconnus.

Le mode Hélium utilise la discrimination d'énergie cinétique (KED) pour filtrer les ions polyatomiques tout en permettant aux ions atomiques de traverser la cellule. La KED est un processus physique fondé sur la caractéristique des ions polyatomiques (moléculaires) de présenter une plus grande section efficace que les ions atomiques de même masse. Ainsi, les ions polyatomiques entrent en collision plus fréquemment avec le gaz de la cellule et perdent plus d'énergie, et peuvent donc être rejetés à l'aide d'une tension de polarisation à la sortie de la cellule. Le mode de collision par l'hélium est efficace pour tous les recouvrements d'ions polyatomiques typiques. Il convient donc pour la plupart des éléments et peut être appliqué à une large gamme de types de solutions avec des matrices complexes et inconnues. Les interférences polyatomiques courantes dues à la matrice sont éliminées, permettant ainsi d'accéder aux isotopes préférés de tous les analytes classiques. Le mode Hélium donne également la possibilité d'éliminer les recouvrements polyatomiques courants sur les isotopes de qualification secondaires. La mesure des isotopes de qualification allonge le temps d'analyse de quelques secondes mais vous permet de confirmer le résultat rapporté à l'aide de l'isotope primaire. L'utilisation d'isotopes secondaires est même recommandée dans certaines méthodes réglementées des industries pharmaceutiques et environnementales où les isotopes supplémentaires sont utilisés pour confirmer les résultats.

Utiliser un mode Hélium unique dans la CRC génère un important gain de temps en simplifiant la configuration de la méthode et réduit le temps d'analyse d'un échantillon. Si vous utilisez un gaz de cellule qui diffère selon l'analyte, l'analyse suivante est retardée à cause de la purge de la cellule et de la modification du gaz. La durée totale de l'analyse s'en trouve considérablement allongée, par comparaison à l'utilisation d'hélium pour tous les analytes.



La réduction des interférences de l'Ar₂ sur le Se constitue un bon exemple de la manière dont le mode Hélium peut réduire les interférences polyatomiques. À un débit d'hélium de 7 mL/min, l'Ar₂ est réduit à un niveau auquel il ne contribue que très peu au signal du ⁷⁶Se.

Bien qu'il soit efficace pour les recouvrements polyatomiques courants, le mode Hélium n'est pas en mesure de résoudre les recouvrements isobariques, ni les interférences d'ions à double charge. Quant aux analytes à ultra-faible concentration et aux recouvrements peu courants, un gaz de réaction peut permettre d'éliminer plus efficacement les interférences et abaisser ainsi les limites de détection. Le mode de réaction n'est toutefois généralement pas applicable à l'analyse multi-élémentaire sur un système d'ICP-MS simple quadripôle. Les gaz de réaction peuvent générer de nouvelles erreurs sur ces systèmes ICP-MS simple quadripôle, notamment en formant des ions fils de réaction qui recouvrent d'autres analytes.

L'un des grands avantages d'un système d'ICP-MS triple quadripôle (ICP-QQQ) est la capacité à contrôler les réactions chimiques dans la cellule de collision-réaction. L'ICP-QQQ fait appel à une étape de sélection de masse supplémentaire (Q1) pour contrôler les ions qui entrent dans la cellule et réagissent, éliminant ainsi les recouvrements qui peuvent affecter les modes de réaction sur les instruments simple quadripôle.

Remarque : La US EPA ne permet actuellement pas l'utilisation de gaz de cellules pour les analyses d'eau potable par la méthode 200.8. Les gaz de cellules sont autorisés pour l'analyse d'autres types de solutions, tels que les eaux usées ou souterraines, dans lesquels la matrice plus complexe est susceptible de conduire à des interférences polyatomiques qui sont éliminées par le mode Hélium.

Corriger les interférences d'ions à double charge

Certaines combinaisons relativement inhabituelles de matrices et de niveaux d'analytes peuvent donner lieu à des interférences d'ions à double charge qui ne sont pas éliminées par le mode Hélium. Quelques éléments, notamment le baryum (Ba) et les éléments de terres rares (REE) tels que les Nd, Sm et Gd, ont des seconds potentiels d'ionisation relativement faibles. Cela signifie que ces éléments forment un petit pourcentage d'ions à double charge dans le plasma. Les interférences d'ions à double charge posent beaucoup moins de problèmes que les ions polyatomiques, mais ils peuvent avoir un effet sur l'analyse de l'arsenic et du sélénium à l'état de traces lorsqu'un échantillon contient une concentration relativement élevée de REE. Si vous devez analyser de l'As et du Se à l'état de traces, la contribution des REE à double charge peut être corrigée à l'aide de la « correction de demi-masse », qui est intégrée au logiciel MassHunter de l'ICP-MS d'Agilent. Si vos échantillons contiennent du Ba ou des REE, l'utilisation de la correction de demi-masse sur votre système d'ICP-MS permettra d'améliorer la précision et de réduire les limites de détection pour l'As et le Se.

Sélectionner les étalons internes appropriés

Les méthodes prédéfinies de l'instrument Agilent 7850 pour des applications spécifiques comprennent des étalons internes (ISTD) par défaut qui se sont avérés adaptés à des échantillons types mesurés dans ces applications. Pour les nouveaux types de solutions comme pour les méthodes génériques, la sélection d'éléments appropriés comme étalons internes peut aider à garantir une analyse précise et stable. Si les éléments ISTD ne font pas spécifiquement partie d'une méthode réglementée, vous pouvez suivre certaines recommandations simples pour choisir les éléments adéquats, qui devraient être :

- absents de vos échantillons,
- dans la même gamme de masse que les analytes qu'ils doivent corriger,
- similaires en termes de potentiel d'ionisation que les analytes qu'ils doivent corriger,
- chimiquement compatibles avec vos éléments analytes, et chimiquement stables,
- peu susceptibles d'être affectés par de quelconques interférences dans vos types de solutions²,
- peu susceptibles de provoquer des interférences sur vos éléments analytes².

Il est souvent impossible de trouver des étalons internes qui correspondent parfaitement à la fois pour la masse et le potentiel d'ionisation de l'ensemble des analytes. Il est donc généralement nécessaire de faire des compromis. Des matrices d'échantillons simples, telles que de l'eau potable, peuvent souvent être analysées avec succès en utilisant uniquement un étalon interne de masse moyenne. La précision ainsi que la stabilité analytique dans des échantillons et des matrices à charge élevée et complexe peuvent souvent être améliorées avec plusieurs étalons internes sur toute la gamme de masse et une gamme de potentiels d'ionisation.

2. Sur un système d'ICP-MS moderne, ces deux derniers critères peuvent être généralement ignorés. Tout recouvrement d'ion polyatomique sur les éléments ISTD, ou causé par ceux-ci, devrait être éliminé à l'aide du mode de cellule He.



Les filtres de masse quadripolaires utilisés dans les instruments d'ICP-MS séparent les ions en fonction de leur rapport masse/charge (m/z). Puisque les $^{66}\text{Zn}^+$ et $^{132}\text{Ba}^{2+}$ ont le même rapport m/z de 66, un filtre de masse quadripolaire est incapable de faire la distinction entre les deux.

Une description plus détaillée de l'élimination des interférences d'ions à double charge par la correction de demi-masse est fournie dans la présentation technique d'Agilent : « [Simplification de la correction des interférences d'ions à double charge grâce au logiciel MassHunter du système d'ICP-MS d'Agilent](#) »

Un étalon interne correspondant étroitement en termes de masse permet d'obtenir une meilleure correction de la dérive du signal basée sur la masse, tandis qu'une correspondance étroite en termes de potentiel d'ionisation permet d'obtenir une meilleure correction de la suppression liée à l'ionisation. L'importance relative de ces facteurs dépend de vos types de solutions et du réglage de l'instrument, en particulier de la robustesse du plasma. Un plasma robuste réduit à la fois la dérive et la suppression du signal, le besoin en éléments ISTD ayant une correspondance étroite s'en trouve également réduit.

Une fois les étalons internes et les attributions analytes-étalons internes définies, ils peuvent habituellement être inclus dans une méthode et inscrits dans le modèle de la séquence d'échantillons pour les analyses suivantes.

Comme indiqué dans la section « [Utiliser le mode Hélio pour contrôler les interférences polyatomiques](#) », l'utilisation d'un système d'ICP-MS avec une cellule de collision-réaction qui est optimisée pour le mode de collision par l'hélium permet de résoudre la plupart des interférences polyatomiques, y compris celles sur l'ISTD ou causées par celui-ci. L'utilisation du plasma dans des conditions robustes (à faible CeO) réduit également la formation d'ions polyatomiques. En utilisant ces deux approches dans votre développement de méthodes, vous aurez davantage de choix dans la sélection d'étalons internes fiables.

Un moyen simple d'améliorer la stabilité chimique

Pendant de nombreuses années, le HNO₃ était considéré comme l'acide de choix pour la préparation des échantillons à analyser par un système d'ICP-MS. L'utilisation du HNO₃ seul évite les interférences polyatomiques qui peuvent se produire lorsque d'autres acides, tels que le H₂SO₄ et le HCl, sont utilisés. Toutefois, l'absence d'HCl conduit à de nombreux problèmes avec plusieurs éléments :

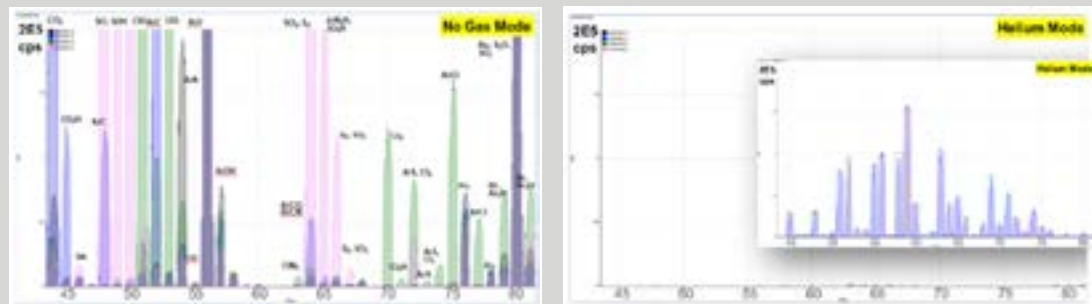
- Une faible efficacité d'extraction pendant la préparation (par exemple, Sn dans des extraits de sols).
- Une faible stabilité pour de nombreux éléments (Hg, Sn, Mo, W, Ag, As, Se, PGMs, REEs).
- Une faible linéarité et une faible stabilité de nombreux éléments dans des solutions standard à cause du manque d'ions/ligands existant conjointement.
- Des vitesses caractéristiques lentes de remplissage (stabilisation) et de rinçage.

L'utilisation d'un système d'ICP-MS avec le mode de collision par l'hélium permet d'éliminer les ions polyatomiques à base de chlore, vous permettant ainsi d'ajouter régulièrement du HCl dans les échantillons et les étalons (à 0,5 % minimum). Ceci règle les problèmes énumérés ci-dessus et simplifie le mode de préparation des échantillons ainsi que le développement de méthodes.

Utilisation du mode de collision-réaction pour gérer les recouvrements d'ions polyatomiques

L'un des avantages clés du système d'ICP-MS est la simplicité de ses spectres. Tout élément existant à l'état naturel (excepté l'In) comprend au moins un isotope (de masse) qui n'est pas directement recouvert par un autre élément. Ces isotopes « libres d'interférences » sont habituellement définis comme les isotopes de choix pour l'analyse par ICP-MS, même s'ils ne sont pas toujours les plus abondants. En pratique, cela signifie que la plupart des interférences spectrales qui peuvent affecter l'analyse par ICP-MS sont dues à des recouvrements d'ions polyatomiques (moléculaires).

Les analystes doivent être conscients que de nombreux recouvrements polyatomiques courants se forment à partir de la matrice des échantillons. Les interférences varient donc avec le type de solutions et peuvent être difficiles à prédire. Mais les instruments d'ICP-MS actuels sont normalement capables de gérer ces recouvrements d'ions polyatomiques avec une cellule de collision-réaction dans le mode de collision par l'hélium. L'effet du mode Hélio sur un ensemble d'ions polyatomiques types est illustré ci-dessous.



Ces spectres montrent les ions polyatomiques en arrière plan formés à partir de plusieurs composants courants de la matrice, indiqués par le codage des couleurs suivant : HNO₃ (gris), HCl (vert), H₂SO₄ (rose) et alcool isopropylique (bleu). Le spectre de gauche montre les ions polyatomiques de la matrice les plus intenses présents dans le mode sans gaz, tandis que le spectre de droite indique le même échantillon analysé dans le mode de collision par l'hélium (He). Toutes les interférences polyatomiques sont réduites jusqu'à des niveaux négligeables dans le mode Hélio, permettant ainsi une analyse sans interférences. Le spectre dans l'encart présente le même mélange de matrices enrichi avec des éléments de transition de la première ligne à 10 ppb, également mesuré dans le mode Hélio. Une bonne sensibilité est maintenue pour l'ensemble des analytes et tous les isotopes correspondent aux modèles d'abondance théorique.

Vérifications, nettoyages et réglages quotidiens

Une tâche chronophage

Près de 10 % des appels pour dépannage³ concernent un nettoyage de routine qui n'a pas été réalisé. Pour certains laboratoires, il est évident qu'une meilleure programmation de l'entretien courant peut éviter les pertes de temps liées à l'attente inutile d'un ingénieur de maintenance. Six zones devraient être nettoyées et entretenues régulièrement par les analystes sur un système d'ICP-MS :

1. La sonde d'échantillonnage ainsi que le tube d'aspiration d'échantillon
2. Le tube de pompe péristaltique et la pression sur le bras de pompe
3. Le nébuliseur, la chambre de nébulisation, le tube de transfert et la torche à plasma
4. Les cônes d'interface
5. Les lentilles ioniques
6. L'huile de la pompe à vide et les filtres à air

3. D'après les données Agilent relatives aux appels pour dépannage.



Les solutions

Éviter les problèmes de nébuliseur

Un nébuliseur partiellement bouché peut dégrader la sensibilité ainsi que la précision et conduire à une dérive du signal. Les nébuliseurs à micro-débit généralement utilisés sur les systèmes d'ICP-MS ne tolèrent pas de solides en suspension (particules).

Pour prévenir le bouchage du nébuliseur :

- Assurez-vous que les échantillons subissent une digestion, une filtration ou une décantation de toute particule en suspension avant analyse.
- Rincez pendant au moins 10 minutes avec un blanc de réactif avant d'éteindre le plasma (ce rinçage peut être configuré dans le logiciel de l'instrument).
- N'utilisez que des lingettes qui ne peluchent pas.
- Utilisez un outil de nettoyage pour effectuer un rinçage à contre-courant avec un produit nettoyant adapté. Cela permettra de déloger toute accumulation de particules et de nettoyer en profondeur l'extrémité du nébuliseur. Vous pouvez en acheter un auprès de Agilent (référence [G3266-80020](#)).

Prévenir d'autres problèmes de verrerie (chambre de nébulisation, tube de transfert et torche à plasma)

Une chambre de nébulisation sale dégrade la précision. La précision à court terme peut être surveillée par une vérification programmée des performances avant et/ou après l'analyse, ou en examinant le %RSD pour les répliques par échantillon. Si la précision à moyen terme peut être surveillée à l'aide d'une solution de contrôle-qualité, celle-ci ne fera qu'indiquer qu'un problème est survenu, sans l'empêcher de réapparaître.

Une chambre de nébulisation sale ou contaminée entraîne un drainage de mauvaise qualité et une aspiration inégale de l'aérosol jusqu'au plasma. Ce problème peut être identifié en observant la manière dont la solution s'écoule à l'intérieur de la chambre de nébulisation. Le liquide devrait s'écouler dans la chambre de nébulisation sous la forme d'un film uniforme. La présence de gouttelettes, et non d'un film, indique que la chambre de nébulisation est sale.

Les échantillons qui contiennent une grande quantité de matière organique, telle que des huiles, sont particulièrement problématiques car ils provoquent la contamination de la chambre de nébulisation. L'analyse de ce type d'échantillons entraîne un drainage variable de la chambre de nébulisation et un mauvais rinçage. Quelques minutes de rinçage avec une solution nettoyante à la fin de l'analyse suffiront pour rincer la chambre de nébulisation. Certains laboratoires dédient un ensemble de composants du système d'introduction pour l'analyse d'échantillons présentant une teneur élevée en matière organique ou des matrices à forte concentration en sels. Ces composants distincts peuvent être installés lorsque nécessaire, prolongeant ainsi la durée de vie du système d'introduction des échantillons utilisé pour les échantillons plus courants.

Les caractéristiques de rinçage sont propres à chaque type de chambre de nébulisation, mais elles ne doivent pas être considérées de manière isolée. Dans une chambre de nébulisation cyclonique⁴, plus le trajet est court et la taille des gouttelettes importante, plus il y a de solution qui s'écoule à travers la chambre de nébulisation. Ceci permet d'améliorer le rinçage, mais aussi d'augmenter la charge de la matrice ainsi que la quantité d'oxydes formés dans le plasma. Le résultat est un plasma moins robuste, une décomposition moins efficace de la matrice, des interférences plus importantes et une ionisation plus faible, ce qui risque de l'emporter sur les avantages du rinçage.

Intégrez un nettoyage de la verrerie dans votre calendrier d'entretien courant. Si cela est possible, il est également utile de réaliser des tests de performances de l'instrument au début et à la fin des analyses quotidiennes. Vous pourrez ainsi surveiller plus facilement les performances du système pour vous assurer que l'ICP-MS est bien conforme aux spécifications du fabricant.



Une formation excessive de gouttelettes à l'intérieur de la chambre de nébulisation indique que la chambre de nébulisation doit être nettoyée.

⁴ Les chambres de nébulisation cyclonique ne sont pas requises pour les instruments d'ICP-MS d'Agilent.

La fonction d'informations relatives à la maintenance prévisionnelle Early Maintenance Feedback (EMF) du logiciel pour ICP-MS d'Agilent aide les analystes à gérer leur calendrier de maintenance en leur permettant de configurer des alertes pour les tâches d'entretien courant, comme le nettoyage de la chambre de nébulisation. Si vous analysez des huiles, des échantillons alimentaires ou d'autres échantillons à matrice chargée, vous pouvez régler les compteurs d'EMF pour qu'ils soient adaptés à la fréquence de maintenance requise pour vos types de solutions particuliers. De la même manière, si vous analysez des échantillons plus propres, vous pouvez diminuer la fréquence de maintenance pour ne pas perdre de temps à réaliser une maintenance inutile.

Prendre soin des tubes de pompe

L'usure des tubes de pompe est un problème sous-estimé par de nombreux laboratoires. Les analystes continuent souvent à utiliser des tubes usés sous-évaluant leur impact sur la qualité des données. Le non-remplacement de tubes de pompe usés peut conduire à une instabilité, une dérive et des imprécisions du signal, ainsi qu'à des problèmes de stabilité chimique, tels que un remplissage lent et un effet mémoire des analytes. Si le remplacement des tubes usés est une tâche simple et peu coûteuse, effectuer cette opération plus souvent que nécessaire augmente le coût des consommables et la perte de temps.

Des connexions qui fuient, une pression incorrecte et des bulles d'air comptent parmi les problèmes courants associés au mauvais entretien du capillaire d'aspiration d'échantillon et du tube de pompe. Sous la pression, des analystes peuvent parfois oublier de resserrer le tube de pompe péristaltique avant de commencer une série d'analyses d'échantillons, voire l'installer à l'envers.

Un tube de pompe péristaltique usé, mal ajusté ou qui fuit peut conduire à une diminution de la sensibilité et à une dérive pendant l'analyse, car l'efficacité de pompage du tube usé varie en cours d'utilisation. La précision et la dérive peuvent être surveillées via des solutions de contrôle-qualité, mais elles sont souvent espacées de 30 à 40 minutes. Donc attendre qu'une solution de contrôle-qualité échoue pour résoudre un problème fait perdre beaucoup de temps, en particulier lorsque vous devez revenir en arrière et remesurer des échantillons qui ont été mesurés depuis le dernier contrôle-qualité valide.

On évitera les problèmes liés au tube de la pompe péristaltique en effectuant un entretien courant. Il est important de vérifier l'élasticité, la forme, la connexion et la pression du tube en début de journée, ou après un certain nombre d'échantillons. En cas de doute sur l'état du tube, n'hésitez pas à le changer. Des contrôles réguliers réduisent le risque de remesures d'échantillons à cause de tubes de pompe défectueux. Il est également



Il est recommandé de vérifier régulièrement l'usure, la décoloration, la flexibilité et la forme du tube de pompe péristaltique pour vous assurer que l'échantillon est bien transféré au nébuliseur de manière continue et homogène, sans impulsions.

judicieux de préconditionner les nouveaux tubes avant utilisation. Lorsque vous installez un nouveau tube, vérifiez qu'il est tendu de manière uniforme sur les rouleaux de la pompe, et ne le serrez pas trop fort. Ajustez la pression sur le tube pour obtenir un débit d'échantillon homogène et continu, et analysez une solution de blanc avec le nouveau tube pendant quelques minutes pour nettoyer et conditionner la surface interne.

La plupart des instruments comprennent une fonction qui fait tourner la pompe à vitesse extrêmement faible lorsque l'instrument est inactif, par exemple à l'issue d'une analyse sans surveillance pendant la nuit. Ceci empêche que le tube ne s'aplatisse aux endroits où il est en contact avec les rouleaux de pompe. Assurez-vous de recourir à cette fonctionnalité si vous utilisez constamment votre ICP-MS.

La fonction d'informations relatives à la maintenance prévisionnelle de l'instrument d'ICP-MS Agilent 7850 peut être utilisée pour avertir l'analyste qu'il faut effectuer des tâches de maintenance sur les tubes. Par exemple, une alerte EMF peut être configurée pour lui rappeler de vérifier ou de changer le tube de pompe à une fréquence basée sur le temps ou sur le nombre d'échantillons. Le compteur de l'alerte peut être réglé sur une valeur adaptée au type de matrice d'échantillon. Par exemple, si vous analysez des solutions d'acide nitrique/chlorhydrique dilué, vous pouvez régler le compteur pour qu'il vous avertisse après 2 000 à 3 000 échantillons. Si vous utilisez des concentrations en acide plus élevées, vous pouvez avoir besoin de régler le compteur d'alerte sur un nombre plus faible, par exemple tous les 1 000 échantillons.

Pour des types de solutions atypiques, pensez également au type de tube de pompe que vous utilisez. Les tubes pour l'aspiration des échantillons doivent être chimiquement résistants à la matrice des échantillons. C'est pourquoi il est recommandé d'analyser les solutions organiques et aqueuses avec d'autres types de tube de pompe. Le PVC est bien adapté à la plupart des matrices aqueuses et acides, mais il ne convient pas à la plupart des solvants organiques. Lorsqu'il est exposé à de nombreux solvants organiques, le PVC se dégrade rapidement et ne pompe plus correctement. Il arrive même qu'il se décompose complètement. De nombreux laboratoires qui analysent des solvants organiques évitent totalement les tubes de pompe, et n'utilisent que l'auto-aspiration pour amener l'échantillon vers le nébuliseur. La vérification régulière de l'élasticité des tubes est une tâche de surveillance facile à réaliser. À mesure que le tube se dégrade, il se durcit, s'étire et perd son élasticité.

Faire passer une solution de rinçage dans l'instrument, desserrer et débrancher les tubes de pompe (pour qu'ils ne soient plus tendus sur les rouleaux de la pompe) en fin de journée est une bonne pratique si l'instrument n'analyse pas d'échantillons sans surveillance. Ces actions prolongent la durée de vie des tubes de pompe. Si vous laissez votre matrice d'échantillon dans les tubes pendant la nuit, vous risquez d'avoir un relargage d'échantillon dans le tube, provoquant la contamination des premiers échantillons de l'analyse suivante et une dégradation plus rapide du tube.

En règle générale, l'usure des tubes de pompe entraîne une augmentation du %RSD ainsi qu'un mauvais rinçage et un bruit de fond chimique. Une augmentation du RSD du signal mesuré peut avoir plusieurs causes possibles. Mais l'ICP-MS peut vous alerter quant à la survenue d'un problème éventuel en signalant les résultats qui dépassent une limite de RSD définie par l'utilisateur. Ces signalements sont, par exemple, affichés à l'aide d'un formatage conditionnel des données aberrantes (OCF) dans le tableau de résultats de l'instrument Agilent 7850. Si une alerte est déclenchée, vous avez la possibilité de résoudre le problème avant que de nombreux échantillons aient été analysés et que vous soyez obligé de les remesurer après le changement des tubes de pompe.

Surveiller les cônes d'interface et les lentilles ioniques

Le dépôt de matrice sur les cônes d'interface et des lentilles ioniques sales peuvent conduire à une diminution de la sensibilité, à un manque de précision à long terme et à une augmentation du bruit de fond.

Les vérifications des performances instrumentales que réalisent la plupart des laboratoires permettent de détecter une réduction de la sensibilité ainsi qu'une augmentation des bruits de fond. Vous pouvez effectuer rapidement un contrôle visuel des cônes si les performances constatées indiquent la survenue d'un problème éventuel. Vous pouvez également utiliser une

loupe pour examiner de plus près la surface des cônes. Vérifiez l'absence d'une accumulation de matrice au niveau de la pointe et d'un quelconque dommage ou élargissement de l'orifice.

Si vous analysez des échantillons à matrice chargée, les dépôts de matrice sur les cônes d'interface se produisent beaucoup plus rapidement. C'est l'une des raisons pour lesquelles les conditions de plasma plus robustes (c'est-à-dire un rapport CeO/Co plus faible) sont utilisées pour des matrices d'échantillons à charge plus élevée, l'objectif étant de garantir que la matrice est décomposée aussi complètement que possible. Lors d'analyses de routine à matrice chargée, il est recommandé de vérifier les cônes tous les 500 à 1 000 échantillons. Si vous observez des dépôts, retirez les cônes et nettoyez-les aux ultrasons dans de l'eau. Séchez les cônes et réinstallez-les dans l'instrument. Notez qu'il est préférable de conditionner des cônes propres, afin d'assurer la stabilité de l'analyse suivante. Après le nettoyage des cônes ou le raccordement d'un nouvel ensemble, il est utile de les conditionner à nouveau en aspirant une matrice d'échantillon, telle que de l'eau minérale, ou un étalon de matrice, tel que l'EPA ICS, pendant 10 à 15 minutes.

Il peut également être judicieux de nettoyer les cônes si vous mesurez différents types de solutions dans lesquels un élément majeur dans le premier type de solution est un élément à l'état de traces dans le second. Dans certains cas, il peut même être avantageux d'utiliser des ensembles de cônes distincts dédiés à des types de solutions largement incompatibles. Cette suggestion peut également être appliquée à d'autres composants du système d'introduction des échantillons.

Pompes

La fréquence de changement de l'huile de pompe et des filtres à dispersion d'huile dépend du type d'échantillons habituellement analysés. Si vous analysez des échantillons à matrice chargée ou si vous utilisez des conditions de plasma qui ne conduisent pas à une décomposition appropriée de la matrice des échantillons, un entretien plus fréquent de la pompe s'impose.

Réduire la fréquence de réglage des instruments

Si vous analysez des échantillons à matrice chargée, l'utilisation d'un plasma robuste (énergie élevée) est un moyen simple de réduire le besoin de régler de nouveau un instrument. L'énergie élevée du plasma décompose la matrice de sorte qu'elle ne se dépose pas sur les cônes d'interface où elle provoquerait une dérive du signal, entraînant, à son tour, un nouveau réglage de l'instrument.

Utiliser les vérifications d'état des instruments

De nombreux instruments d'ICP-MS comprennent des capteurs ainsi que des compteurs qui peuvent vous avertir lorsque des tâches de maintenance sont nécessaires. Reportez-vous à la partie « [Réussir la maintenance préventive](#) ».

Préparation des échantillons ou étalons

Une tâche chronophage

Selon le classement issu d'un sondage en ligne, la préparation d'échantillons et d'étalons est considérée comme la tâche la plus chronophage pour l'analyse par ICP-MS. Les analystes doivent souvent préparer des échantillons à de multiples dilutions et utiliser différents niveaux d'étalonnage selon la gamme de concentration prévue de chaque élément. Il n'est donc pas surprenant que la préparation des échantillons exige autant de temps. Les erreurs de préparation, le screening des échantillons pour évaluer les charges matricielles, les erreurs de contrôle qualité et la réanalyse d'échantillons après des résultats hors gamme ajoutent à cette lourdeur.



Les solutions

Prévenir les problèmes d'étalonnage

Les problèmes d'étalonnage sont une cause courante d'erreurs analytiques. Nous constatons souvent la perplexité des analystes face à des résultats inattendus, pour finalement se rendre compte qu'une simple erreur de préparation d'un étalon en est la cause. Il peut s'agir d'une pipette mal étalonnée, d'une contamination due à un équipement mal nettoyé, de problèmes de stabilité chimique ou de la sélection accidentelle de la mauvaise solution mère.

L'élimination des erreurs d'origine humaine est la clé pour réduire les erreurs d'étalonnage. Une formation adaptée ainsi qu'une documentation détaillée sont essentielles pour éviter ces problèmes.

Les organismes réglementaires tels que l'US EPA sont à l'origine de bonnes pratiques analytiques. Leurs méthodes réglementées incluent un contrôle-qualité (CQ) intégré qui aide à prévenir ou à identifier les erreurs d'étalonnage. Par exemple, de nombreuses méthodes de l'US EPA pour les échantillons environnementaux incluent à la fois une solution de contrôle de vérification initiale de l'étalonnage (ICV) et une solution de contrôle de vérification continue de l'étalonnage (CCV). Ces étalons de contrôle qualité – qui sont préparés à partir d'une autre source que celle des solutions mères d'étalonnage – fournissent une vérification indépendante de la validité de l'étalonnage. Pour simplifier la configuration des méthodes, les instruments modernes fournissent généralement des modèles de méthodes qui prédefinisent ces types d'étalons de contrôle qualité, conjointement avec des vérifications de contrôle qualité ainsi que des actions associées. Ces types de mesures de CQ peuvent également être utilisés pour garantir la précision des étalonnages pour des méthodes non réglementées.

L'utilisation d'un instrument qui offre une gamme linéaire de mesure étendue aide également à réduire le temps et les efforts consacrés à la configuration des étalonnages. En ayant une réponse linéaire sur une gamme de concentration étendue, vous n'aurez à préparer qu'une seule gamme d'étalonnage, plutôt que d'avoir recours à des étalonnages spécifiques pour mesurer différents taux d'éléments majeurs dans différents types de solutions. Vous pourrez mesurer les ppb d'un élément dans un échantillon, puis les taux en % du même élément dans l'échantillon suivant à l'aide du même étalonnage. Le gain de temps sera considérable.

Prévenir les erreurs de dépassement de gamme

Une erreur de dépassement de gamme se produit lorsqu'une mesure d'échantillon se trouve hors de la gamme du détecteur, ou lorsque cette mesure est supérieure à celle du mélange étalon le plus concentré pour l'analyte mesuré. Si le plasma et le détecteur peuvent tolérer des niveaux de concentration élevés, les erreurs de dépassement de gamme peuvent être évitées en préparant un étalon de concentration élevée comme point supérieur d'étalonnage. En faisant appel à un détecteur de gamme dynamique à 10 ou 11 ordres de grandeur, votre étalon de concentration la plus élevée peut atteindre des centaines de ppm pour les éléments que vous pensez être présents à des taux élevés dans vos échantillons. Cet étalonnage étendu est un gage d'assurance que les résultats d'analyse d'échantillons ne se situent pas hors gamme. En empêchant la survenue de telles erreurs, vous éviterez la tâche chronophage qui consiste à diluer et à remesurer les échantillons.

Certains analystes préparent habituellement de multiples dilutions de chaque échantillon pour s'assurer que les concentrations des éléments à l'état de traces ainsi que celles des éléments majeurs se trouvent dans la gamme du détecteur. Une solution moins diluée est ainsi préparée pour l'analyse des analytes à l'état de traces et une solution plus diluée pour mesurer les éléments majeurs. L'instrument Agilent 7850 est capable d'éliminer presque totalement ce besoin de dilution supplémentaire de solutions typiques en ICP-MS grâce à un système d'introduction pour matrice ultra-chargée (UHMI). Le système d'UHMI dilue l'aérosol d'échantillon lorsqu'il passe de la chambre de nébulisation à la torche à plasma, ce qui permet d'éliminer les dilutions manuelles chronophages et d'éviter les dépenses liées à l'achat d'un dilueur automatique de liquide classique. Associé au système d'UHMI, l'instrument Agilent 7850 peut tolérer une gamme de matrices d'échantillons contenant jusqu'à 25 % de sels dissous (TDS), sans avoir à diluer chaque échantillon jusqu'à atteindre un taux de TDS cible. Les réglages de dilution de l'aérosol sont étalonnés et stockés, donnant une gamme de facteurs de dilution prédéfinis qui peuvent être sélectionnés pour le ou les types de solutions que vous mesurez.



Le système d'introduction pour matrice ultra-chargée (UHMI) d'Agilent gère facilement des matrices d'échantillons complexes comprenant jusqu'à 25 % de sels dissous (TDS). L'utilisation du système d'UHMI réduit ainsi le temps de préparation des échantillons ainsi que les erreurs et fournit une meilleure stabilité à long terme pour l'analyse.

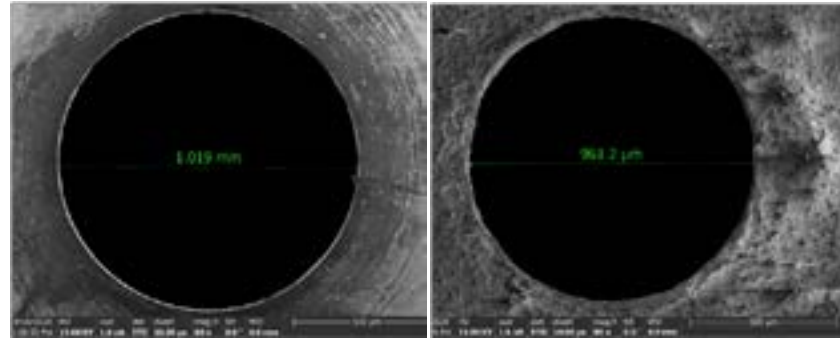
L'utilisation d'un système d'ICP-MS présentant une tolérance aux matrices chargées vous permet d'utiliser une approche standard pour la préparation d'échantillons, à savoir utiliser, également pour l'ICP-MS, un processus de préparation des échantillons semblable à celui pour l'ICP-OES. Pour économiser encore plus de temps, une méthode d'ICP-MS optimisée permettra bien souvent de mesurer tous les éléments aux niveaux requis en une seule analyse (éléments majeurs, à l'état de traces et hydrures ainsi que le Hg). Vous n'avez donc plus besoin de préparer des échantillons pour les différentes techniques analytiques, comme c'était peut-être le cas précédemment pour mesurer les éléments majeurs ou les hydrures et le mercure. Par exemple, certains laboratoires utilisent la spectrométrie d'absorption atomique (AAS) ou l'ICP-OES pour mesurer les éléments à des concentrations élevées, et la GFAAS ou l'ICP-MS pour les éléments à l'état de traces. Une autre technique distincte, telle que la fluorescence atomique, peut être utilisée pour des monoéléments tels que le Hg qui sont souvent considérés comme impossibles à analyser sur un instrument d'ICP-MS. Obtenir l'ensemble des données élémentaires en une seule analyse et avec une seule technique fait gagner un temps précieux. Cela réduit aussi les erreurs ainsi que les contaminations, et simplifie les services de laboratoire, les utilitaires, les consommables, voire la formation du personnel.

Éviter d'avoir à reconstituer la matrice dans les solutions étalons.

Lorsque des échantillons à matrice chargée sont analysés par ICP-MS, une suppression du signal peut se produire si l'énergie du plasma est trop faible. L'énergie du plasma doit être suffisamment élevée pour décomposer entièrement la matrice mais également ioniser les éléments analytes. La suppression due au plasma conduit à un signal plus faible (et donc à une concentration mesurée plus faible) pour les éléments analytes dans des échantillons à matrice chargée.

Une approche à adopter pour résoudre ce problème de suppression due à la matrice est d'essayer de faire correspondre la matrice des mélanges étalons à celle des échantillons. Cette approche n'est toutefois pas sans inconvénients. L'analyste doit notamment connaître la matrice des échantillons à l'avance, ce qui n'est pas toujours pratique dans des laboratoires analysant des séquences mixtes d'échantillons alimentaires ou environnementaux. L'utilisation de la même matrice dans les solutions étalons et équivalente à celle de vos échantillons est une tâche fastidieuse et chronophage qui peut même nécessiter un screening des échantillons avant leur analyse. Vous pouvez éviter cette procédure en utilisant un plasma plus robuste. Ce type de plasma fonctionne à un niveau d'énergie élevé, qui permet au plasma de décomposer la matrice et d'avoir encore suffisamment d'énergie pour générer un niveau constant d'ions d'analytes, même si la charge matricielle varie.

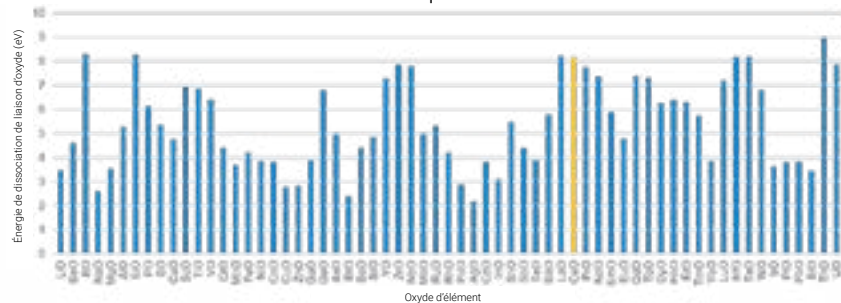
La robustesse du plasma est également essentielle pour la stabilité à long terme et la tolérance aux matrices. Si le plasma n'a pas assez d'énergie



Ces images agrandies de l'orifice d'un cône échantillonneur d'ICP-MS illustrent l'effet résultant de l'analyse d'échantillons à matrice chargée. L'image de droite montre le cône après analyse de l'échantillon, avec des dépôts de matrice conduisant à des variations microscopiques en termes de taille et de forme de l'orifice.

pour décomposer la matrice, une partie de celle-ci se dépose sur le cône d'interface de l'instrument. Les dépôts modifient la forme de l'orifice du cône, provoquant une diminution de la sensibilité et une dérive plus importante du signal. L'effet est encore plus prononcé pour les échantillons contenant un taux élevé de minéraux « réfractaires » (à point de fusion élevé) tels que des oxydes d'Al, de Mg, de Si et de Ca.

Si vous mesurez souvent des échantillons à matrice chargée ou des échantillons à matrices variables, l'utilisation d'un instrument à plasma robuste est essentielle. La robustesse du plasma de l'instrument d'ICP-MS est généralement surveillée à l'aide du rapport de CeO^+ , qui est mesuré par l'intensité de CeO^+ par rapport à Ce^+ . Un faible rapport de CeO^+ (< 1,5 %) indique que l'énergie du plasma est suffisante pour dissocier l'ion moléculaire de CeO fortement lié. Un plasma présentant un rapport faible de CeO conduit à une meilleure décomposition de la matrice et d'autres ions polyatomiques, à une diminution des interférences et à un temps d'analyse plus long des échantillons à matrice chargée avec une dérive plus faible. En outre, vous n'aurez pas à ré-étalonner ni à remesurer les échantillons à cause d'un échec du contrôle de la qualité dû à la dérive.



Si un plasma est assez robuste pour rompre la liaison forte Ce-O (en jaune ci-dessus), l'énergie du plasma est alors assez élevée pour dissocier les ions d'oxydes pouvant potentiellement interférer. C'est pourquoi le rapport CeO^+/Ce^+ est utilisé pour mesurer la robustesse du plasma.

Éviter les problèmes de stabilité chimique

L'instabilité chimique peut mener à des problèmes analytiques, tels qu'un remplissage lent, un effet mémoire, des étalons internes instables ou des étalonnages non linéaires. Les analystes d'ICP-MS ont longtemps été confrontés à des problèmes de stabilité chimique. Ces problèmes viennent de l'utilisation de l'ICP-MS pour l'analyse de multiples éléments, parfois incompatibles, et d'analystes cherchant à éviter les interférences spectrales.

Puisque l'ICP-MS permet de mesurer un plus grand nombre d'analytes par rapport aux techniques classiques telles que la GFAAS, des éléments incompatibles chimiquement sont souvent mesurés en même temps. Les premiers utilisateurs de l'ICP-MS ont rapidement choisi de n'utiliser que de l'acide nitrique pour la digestion et la stabilisation des échantillons. L'acide nitrique (HNO_3) ne contribue pas à la formation d'interférences spectrales supplémentaires en ICP-MS, car les atomes d'hydrogène, d'azote et d'oxygène sont déjà fournis par l'eau dans l'échantillon ainsi que l'air autour du plasma. D'autres acides, tels que l'acide chlorhydrique (HCl) ou l'acide sulfurique (H_2SO_4) étaient évités, car les taux élevés de Cl et de S provoquaient de nombreux recouvrements supplémentaires d'ions polyatomiques dans le spectre de l'ICP-MS.

Mais en évitant l'acide chlorhydrique, de nouveaux problèmes se sont posés aux analystes. En effet, de nombreux éléments ne sont ni solubles, ni stables dans l'acide nitrique seul. Les instruments d'ICP-MS d'Agilent permettent aujourd'hui d'ajouter systématiquement du HCl pour la stabilité des échantillons/analytes, puisque les interférences polyatomiques à base de chlore sont éliminées à l'aide de l'utilisation de la cellule de collision-réaction dans le mode Hélium standard. En fait, le mode Hélium sur l'instrument Agilent 7850 permet d'éliminer de manière efficace et fiable toutes les interférences courantes dues à la matrice qui sont observées dans des applications d'ICP-MS classiques. Notez que la méthode 200.8 de l'US EPA ne permet actuellement pas d'utiliser le mode Hélium lors des analyses de l'eau potable. Mais ce mode est autorisé pour analyser d'autres types d'eaux, telles que les eaux usées ou la nappe phréatique. L'eau potable étant une matrice relativement simple, la mesure de cette eau est moins impactée par les interférences polyatomiques que le mode Hélium élimine.

L'ajout systématique d'HCl aux échantillons pour l'analyse par ICP-MS est une manière simple et rapide d'éliminer la plupart des problèmes de stabilité chimique et d'obtenir des résultats précis. L'ajout de HCl permet même de résoudre les problèmes de rinçage et de stabilité associés à l'analyse du mercure. La préparation d'échantillons distincts et l'analyse du Hg avec une technique différente deviennent inutiles. Le flux de tâches global s'en trouve donc simplifié.

Prévenir les problèmes de contamination

De mauvaises pratiques de laboratoire peuvent conduire à des problèmes de contamination, quelle que soit la technique analytique. Mais cette contamination peut être bien plus importante si vous recherchez des analytes à l'état de traces par ICP-MS. Si vous avez déjà utilisé une autre technique de spectroscopie atomique avant d'utiliser l'ICP-MS, vous devez être conscient de la grande différence en termes de sensibilité de mesure qui existe entre l'ICP-MS et, par exemple, la spectrométrie d'absorption atomique ou l'ICP-OES. Des considérations similaires s'appliquent pour la migration de méthodes d'une technique à monoélément, telle que la spectrométrie d'absorption atomique à flamme ou à four graphite (GF), à une méthode d'ICP-MS à multiéléments. Alors que les étalons monoéléments ne doivent être certifiés que pour la concentration d'un élément cible, les étalons pour l'analyse multi-élémentaire (ICP) doivent également être certifiés comme exempts d'autres éléments. Mélanger de multiples étalons de spectrométrie d'absorption atomique pour l'analyse par ICP-MS peut mener à des erreurs dues à la présence d'autres éléments contaminants dans les divers étalons monoéléments.

Pour maintenir des limites de détection faibles et constantes, vous serez peut-être amené à ajuster votre approche du rinçage, de l'utilisation des pipettes, des circuits d'eau et de la qualité des acides/réactifs. Par exemple, une digestion à base d'acides dans un godet pour micro-ondes peut être nécessaire. Si vous ne nettoyez pas correctement le godet pour micro-ondes entre deux échantillons consécutifs, vous aurez un effet mémoire qui contaminera l'échantillon suivant, avec pour conséquence des résultats imprécis.



De nombreux passeurs automatiques d'échantillons, tels que le SPS 4 d'Agilent présenté ici, peuvent être équipés d'un couvercle pour réduire l'exposition de vos échantillons à des sources de contamination au sein du laboratoire.

Vous pouvez détecter une contamination due à un nettoyage inadéquat en incluant un blanc de préparation dans chaque séquence d'échantillons. Un blanc de préparation est une solution de blanc qui a subi le même processus de préparation d'échantillons que vos échantillons. En définissant un seuil QC pour le blanc de préparation, toute contamination sera signalée lors de l'analyse.

Notez que les niveaux de contamination devraient être considérés par rapport aux limites de détection requises, et non pas par rapport aux capacités de la technique analytique. L'ICP-MS permet de mesurer la plupart des éléments à des teneurs de l'ordre du ng/L (parties par billion). Mais une contamination de l'ordre du ppt n'est ni pertinente ni importante si vous mesurez et détectez des analytes à des concentrations de l'ordre du ppb ou plus, comme c'est souvent le cas pour de multiples applications.

Une contamination peut également affecter le système d'introduction des échantillons pour l'ICP-MS, conduisant ainsi à un effet mémoire du signal d'un échantillon analysé précédemment. Des concentrations exceptionnellement élevées d'un analyte dans un ou plusieurs échantillons dans la séquence d'échantillons peut avoir comme conséquence une contamination du ou des échantillons suivants. Cet effet mémoire est particulièrement visible pour des éléments hautement adsorbants ou « collants », tels que le mercure, le bore, le molybdène, le tungstène et le thallium. Ces éléments collent aux surfaces du système d'introduction des échantillons, menant à des résultats erronés dans les échantillons suivants. L'utilisation d'un mélange optimisé d'acides pour les échantillons et les étalons peut aider à réduire l'effet mémoire, en incluant par exemple de l'acide chlorhydrique à 0,5 % conjointement avec l'acide nitrique habituel. De la même manière, un programme de rinçage en plusieurs étapes, dans lequel la sonde du passeur automatique d'échantillons est rincée dans une solution de rinçage basique puis dans une solution de rinçage acide, peut aider à éliminer complètement les éléments collants du système d'introduction des échantillons.

Les fonctions automatisées de rinçage qui surveillent le signal pendant le cycle de rinçage peuvent contribuer à prévenir les contaminations croisées. L'instrument Agilent 7850 comprend une fonctionnalité de rinçage intelligent qui pompe automatiquement la solution de rinçage jusqu'à ce que le signal diminue en dessous d'un seuil défini pour les éléments sélectionnés. L'utilisation d'une vanne de commutation peut également contribuer à minimiser l'exposition du système d'introduction des échantillons à une matrice d'échantillon.

Si vous avez un échantillon totalement inconnu, ou que celui-ci a une couleur bizarre ou qu'il a une odeur étrange, il est utile de procéder à une acquisition semi-quantitative. Ceci vous permettra de déterminer les éléments présents dans l'échantillon et leurs concentrations approximatives. L'instrument Agilent 7850 comprend une fonction appelée IntelliQuant qui effectue une analyse semi-quantitative par balayage



Utilisez un distributeur d'acide plutôt que des pipettes pour réduire le risque de contamination.

rapide sur chaque échantillon dans une séquence inconnue, prolongeant uniquement de 2 secondes le temps normal d'analyse. Vous pouvez utiliser les données de la fonction IntelliQuant pour évaluer si les paramètres de l'instrument ou la préparation des échantillons doivent encore être optimisés pour les prochaines séquences d'échantillons similaires.

Les bonnes pratiques de laboratoire peuvent également réduire le risque de contamination provenant de l'environnement du laboratoire. Évitez la contamination des échantillons due aux particules en suspension dans l'air en manipulant et en préparant les échantillons sur une « paillasse propre ». Cette paillasse est généralement de type à hotte aspirante avec un système de filtration HEPA. Ayez pour objectif de réduire le nombre d'étapes de manipulation des échantillons – telles que des dilutions – que vous effectuez, chaque étape ajoutant une autre source possible de contamination.

La réduction de toutes les activités génératrices de poussières/particules est également essentielle, par exemple en utilisant des gants en nitrile non poudrés et en éliminant du laboratoire les équipements qui créent de la poussière (par ex. imprimantes et refroidisseurs d'eau).

Voici quelques éléments clés dont il faut tenir compte pour réduire le risque de contamination :

- Les réactifs et les équipements de laboratoire qui entrent en contact avec les solutions d'échantillons peuvent conduire à une contamination. Les flacons et les embouts de pipettes doivent être exempts de métaux (évités les pipettes ou les capuchons de flacons colorés, par exemple).
- NE JAMAIS utiliser de matériel de laboratoire en verre pour l'analyse des éléments à l'état de traces d'échantillons aqueux ou acides. Le verre contient des concentrations élevées de nombreux éléments qui seront extraits dans vos solutions et les contamineront.
- La qualité de l'eau ultrapure (UPW) et des acides utilisés pour la stabilisation ou la dilution des échantillons est très importante. Un purificateur d'eau de laboratoire qui fournit une qualité finale de $> 18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ est recommandé, conjointement à des acides et d'autres réactifs ultrapurs.
- Si vous devez ajouter le même acide dans un grand nombre d'échantillons, utilisez des distributeurs d'acide pour flacons plutôt que des pipettes.
- Assurez-vous d'utiliser des étalons pour ICP-MS, et non des étalons pour la spectrométrie d'absorption atomique. Les étalons pour ICP-MS sont certifiés comme contenant des concentrations plus faibles de contaminants. Vous ne risquez donc pas d'introduire d'autres éléments dans vos solutions étalons.
- Ne pipetez pas directement du récipient d'acide ou d'étalon d'origine. Laissez décanter dans une coupelle propre en plastique. Ne remettez pas la solution non utilisée dans la bouteille d'origine.
- Stockez vos solutions étalons correctement et éliminez toutes celles qui sont périmées.

Réduire les étapes de transfert

Une autre manière de simplifier et d'accélérer la préparation des échantillons consiste à réduire le nombre d'étapes de transfert entre digestion, dilution, filtration et analyse.

Certains laboratoires procèdent à la digestion des échantillons dans le même tube que celui qu'ils utilisent ensuite dans le passeur automatique d'échantillons. Ils utilisent un système de digestion des échantillons à micro-ondes ou à bloc chauffant, puis transfèrent directement le tube dans lequel l'échantillon a été digéré dans les portoirs du passeur automatique d'échantillons pour l'analyser. Ceci permet d'éliminer l'étape de transfert des échantillons, réduit les risques de contamination d'un godet supplémentaire ainsi que la probabilité de mélanger les échantillons.



Le système de filtration FilterMate d'Agilent vous permet de digérer, de filtrer et d'analyser les échantillons à l'aide du même tube. Ces tubes sont compatibles avec les systèmes de digestion des échantillons à bloc chauffant, mais ne sont pas adaptés à une utilisation dans des systèmes de digestion des échantillons à micro-ondes.

Screening des échantillons avant l'analyse

Une tâche chronophage

Les laboratoires contractuels ou autres qui reçoivent des échantillons de composition inconnue peuvent décider de réaliser un screening des échantillons avant l'analyse ou lors de la première configuration de la méthode pour de nouveaux types de solutions. Le screening des échantillons, que ce soit à l'aide d'une technique différente telle que l'ICP-OES, ou en analysant des échantillons fortement dilués sur l'ICP-MS, était autrefois une pratique courante dans les nouveaux laboratoires d'ICP-MS. Dans tous les cas, cela impliquait d'analyser les échantillons deux fois ; qu'il faille réaliser le screening d'échantillons représentatifs de la séquence, ou, dans le pire des cas, analyser chaque échantillon deux fois. Une tâche extrêmement chronophage.

Les améliorations apportées à la tolérance aux matrices, à la gamme dynamique du détecteur et à la capacité à éliminer les interférences les plus courantes dues à la matrice dans l'ICP-MS ont fait du screening de routine une tâche largement redondante dans les laboratoires qui utilisent des instruments d'ICP-MS modernes. Mais des utilisateurs de certains systèmes d'ICP-MS continuent de s'appuyer sur le screening des nouveaux types de solutions pour optimiser leur configuration de méthodes. La méthode 200.8 de l'US EPA, qui précède de nombreux développements récents de l'ICP-MS tels que les cellules de collision-réaction, recommande de réaliser une analyse semi-quantitative pour le screening de nouveaux échantillons ou d'échantillons inhabituels pour des éléments à une concentration élevée. Le screening peut être utilisé pour guider la dilution des échantillons mais aussi pour identifier d'éventuels problèmes de préparation des échantillons, ou de possibles sources d'interférences pouvant être éliminées en modifiant la méthode analytique. Si le screening est jugé utile, comment les laboratoires peuvent-ils garantir que celui-ci leur fournisse les informations les plus utiles et ait un impact minime sur la productivité du laboratoire ?



Les solutions

Évaluez si le screening est nécessaire ou utile pour votre instrument et les types d'échantillons que vous analysez

Les besoins en screening peuvent être pratiquement éliminés si l'ICP-MS est capable de gérer les types de solutions requis dans des conditions de fonctionnement standard. Cela signifie généralement que vous devrez utiliser un plasma assez robuste pour gérer les charges matricielles élevées, avoir une gamme dynamique suffisamment étendue pour mesurer les éléments majeurs et une méthode fiable pour éliminer les interférences courantes dues à la matrice. L'instrument Agilent 7850, par exemple, utilise un système d'introduction pour matrice chargée présentant une dilution d'aérosol variable pour étendre la tolérance aux matrices jusqu'à 25 % de sels. Le mode Hélium de la cellule de collision-réaction permet d'éliminer les interférences les plus courantes sans nécessiter de réglages spécifiques à un échantillon ou à un élément (reportez-vous à la partie « [Utiliser le mode Hélium pour contrôler les interférences polyatomiques](#) »). Enfin, sa gamme dynamique étendue permet à l'instrument de mesurer à la fois les éléments majeurs et mineurs dans la même mesure. Vous n'aurez donc plus besoin de préparer deux dilutions différentes pour chaque échantillon.

Moyens rapides pour effectuer le screening des échantillons

Même avec une configuration et une méthode d'ICP-MS optimisées, il existe des situations dans lesquelles les laboratoires reçoivent des types de solutions inconnus ou inhabituels. Dans ces cas, une capacité de screening rapide permet de gagner du temps en évitant les problèmes qui peuvent survenir lorsque des matrices inappropriées sont introduites accidentellement dans l'instrument. Certains instruments d'ICP-MS incluent une capacité d'analyse semi-quantitative qui fournit des concentrations approximatives de tous les éléments présents dans l'échantillon. Les instruments d'ICP-MS d'Agilent sont, par exemple, dotés de la fonction IntelliQuant. Celle-ci collecte des données d'acquisition par balayage rapide Quick Scan en mode Hélium couvrant l'ensemble de la plage de masse pour déterminer les concentrations de tous les éléments présents dans l'échantillon, ainsi que la teneur totale en sels dissous. Les résultats semi-quantitatifs obtenus par la fonction IntelliQuant peuvent être présentés sous la forme d'une carte thermique sur un tableau périodique (comme indiqué ci-dessous) pour que vous puissiez visualiser facilement les concentrations relatives de chaque élément et comparer différents échantillons de la séquence.

H																					He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne				
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar				
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr				
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe				
Cs	Ba	L	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn				
Fr	Ra	A																			
		L	La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu				
		A	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr				



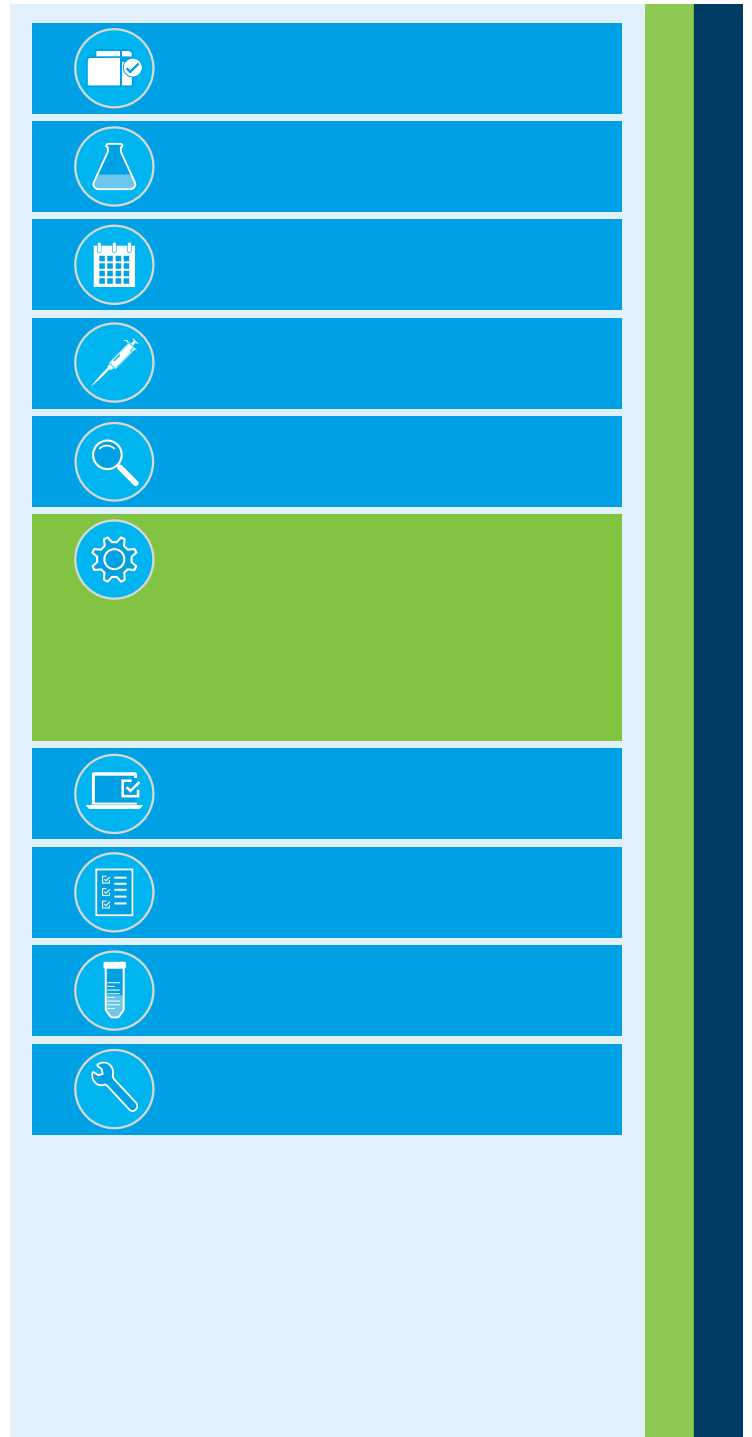
Configuration d'une séquence d'échantillons

Une tâche chronophage

La configuration d'une séquence d'échantillons se compose des étapes suivantes :

1. Configuration de l'instrument et allumage du plasma
2. Évaluation des performances de l'instrument et corrections des éventuels problèmes
3. Création ou modification d'informations de séquence
4. Réglage et étalonnage, si nécessaire
5. Chargement dans le passeur automatique d'échantillons
6. Préparation ou importation de la liste d'échantillons et définition des éventuelles solutions de contrôle-qualité requises

Chacune de ces étapes comprend d'éventuelles tâches chronophages mais aussi des solutions pour rationaliser les opérations.



Les solutions

Utiliser les vérifications régulières de performances de vos instruments

L'allumage du plasma est un élément qui peut retarder votre première analyse de séquence d'échantillons du jour lors de la configuration de votre instrument d'ICP-MS. En effet, il faut attendre que l'instrument préchauffe, réaliser les vérifications normales du système avant de constater un problème de performances qui doit être réglé avant de pouvoir analyser les échantillons. Cela nécessite souvent d'éteindre le plasma et d'attendre que le système refroidisse avant de prendre toute mesure corrective.

En programmant la mise en route automatique d'une vérification des performances à la fin d'une analyse pendant la nuit, vous pourrez identifier et régler d'éventuels problèmes avant d'allumer le plasma au début de la journée suivante pour analyser votre première séquence d'échantillons.

Pour plus d'informations sur l'identification et la résolution de problèmes courants, reportez-vous à la section « [Maintenance et temps d'indisponibilité des instruments](#) ».

Manipuler de nouveaux échantillons ou des échantillons inhabituels

Selon l'instrument que vous utilisez, vous serez peut-être amené à ajuster les paramètres de méthodes si vous recevez des échantillons qui diffèrent de ceux que vous analysez normalement.

La possibilité de gérer des échantillons inhabituels sans apporter d'importantes modifications aux paramètres de méthodes standard est un réel gain de temps. L'instrument d'ICP-MS doit toutefois être doté de fonctions spécifiques.

- Il est possible qu'il ait à analyser une gamme d'échantillons à matrice chargée ; la robustesse du plasma est donc un point dont il faut tenir compte.
- Avec des échantillons inconnus et variables, les éléments majeurs peuvent conduire à de nouveaux recouvrements spectraux inattendus. La présence d'une fonctionnalité, telle que le mode de collision par l'hélium servant à éliminer les ions polyatomiques, permet de garantir l'obtention de résultats précis.
- Des échantillons inconnus peuvent contenir des taux plus élevés que prévu d'analytes cibles. Un instrument d'ICP-MS présentant une gamme dynamique étendue peut alors aider à garantir la validité des résultats obtenus, au lieu de rapporter des résultats hors gamme qui nécessitent d'analyser à nouveau les échantillons.

Simplifier l'ajout d'informations de séquences d'échantillons

Les instruments d'ICP-MS modernes offrent plusieurs moyens de simplifier la configuration de l'analyse d'échantillons :

- Mesure des éléments majeurs et mineurs en une seule analyse. Vous êtes en train de réaliser deux séquences d'analyse d'échantillons séparées : l'une pour mesurer les éléments présents à des concentrations élevées (dits « éléments majeurs ») et l'autre pour mesurer des éléments présents à de faibles concentrations (dits « éléments mineurs » et « à l'état de traces »). Ces analyses peuvent être réalisées à l'aide de techniques distinctes. Le développement de détecteurs d'ICP-MS ayant une gamme dynamique extrêmement étendue a permis de s'affranchir de ces limitations. Vous pouvez désormais mesurer tous les éléments en une seule séquence d'analyse d'échantillons.
- Mesure de différents éléments dans différents échantillons dans la même séquence d'analyse d'échantillons : par exemple, 20 éléments dans des échantillons d'eau potable, 12 éléments dans des échantillons de sol et 8 dans des échantillons d'eaux usées. Avec certains instruments, vous êtes limité à la mesure des mêmes éléments dans chaque échantillon ; ceux-ci sont bien définis dans la méthode. Vous devrez alors configurer trois mesures différentes : une pour chaque type de solution. Certains instruments d'ICP-MS, tels que l'Agilent 7850, utilisent une fonction de « Sous-liste » qui vous permet de sélectionner des groupes spécifiques d'analytes à mesurer dans différents échantillons. En utilisant des sous-listes, vous pouvez analyser tous vos échantillons d'eau potable, de sol et d'eaux usées dans une seule analyse et ne réaliser qu'un seul étalonnage global, sans perdre de temps à collecter des données pour des éléments qui ne sont pertinents que dans les autres types de solutions.
- Calcul automatisé du facteur de dilution. C'est une manière simple mais efficace de gagner du temps lors de la configuration d'une liste d'échantillons et de l'entrée des mélanges étalons. En entrant ou en important la masse et le volume de l'échantillon (qui peuvent être créés par le laboratoire de préparation et téléchargés à partir du logiciel LIMS), le logiciel de l'instrument pourra déterminer la concentration mesurée et la concentration rapportée. Si vous créez des mélanges étalons par dilution en série à partir d'un mélange de solutions mères, le logiciel est capable de remplir pour vous tout le tableau d'étalons en appliquant un multiplicateur afin de calculer l'ensemble des niveaux d'analytes. Cela vous évite d'entrer la concentration de chaque élément dans chaque étalon.
- Importation des informations sur l'échantillon à partir d'un système de LIMS, vous permettant de gagner du temps en éliminant la saisie fastidieuse des données.
- Fonctionnalité vous permettant de spécifier différents types de solutions dans une séquence en tant que « blocs » d'échantillons différents, par exemple un bloc pour les mélanges étalons, un autre pour les échantillons inconnus, un autre pour le CQ et les solutions de blanc etc. Ces blocs peuvent être réalisés dans un ordre spécifique et/ou après un nombre précis d'échantillons ou après un déclencheur temporel. Les blocs peuvent être prédéfinis, sauvegardés dans un modèle et réutilisés dans chaque analyse. L'analyste n'a plus qu'à mettre à jour la liste d'échantillons inconnus.

Suivi des analyses d'échantillons

Une tâche chronophage

L'ICP-MS peut générer une grande quantité de données. Les séquences d'échantillons comprennent souvent de 200 à 300 échantillons inconnus, plus environ 10 étalons et jusqu'à 50 solutions de contrôle-qualité à analyser sur toute la séquence. Chaque échantillon peut donner des résultats pour 30 analytes ou plus, ainsi que pour les étalons internes, chacun étant en outre analysé trois fois. Différents types de solutions et éléments majeurs pouvant donner lieu à différentes erreurs dans chaque échantillon, la surveillance de l'analyse pour garantir la qualité des données peut devenir problématique. La lisibilité du tableau de données devient difficile, et plus particulièrement l'étude des résultats à l'écran, notamment pour un utilisateur non expérimenté. Un problème peut passer inaperçu pendant l'examen de ce grand volume de données, menant alors à la réanalyse de l'échantillon pour résoudre ce problème qui aurait pu être réglé facilement si détecté pendant l'analyse.



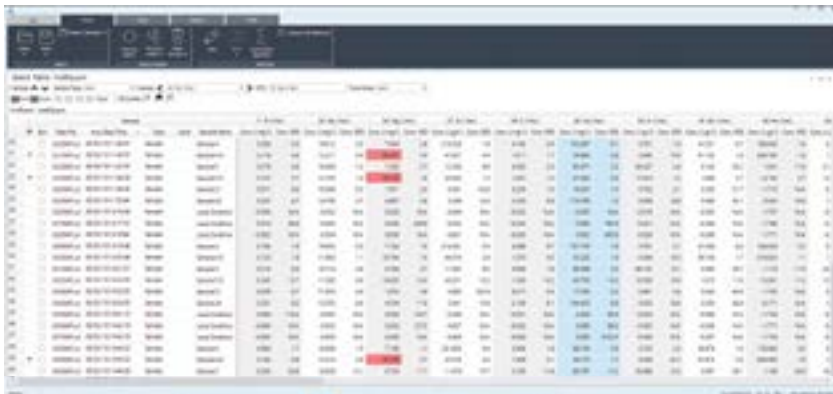
Les solutions

Prévenir les erreurs d'échantillons

L'instrument et la méthode jouent tous deux un rôle significatif dans la simplification de la surveillance des résultats. Reportez-vous à la section « [Créer des méthodes qui minimisent les erreurs d'échantillons](#) ».

Signaler les résultats aberrants

L'expérience ainsi que les connaissances de l'analyste sont particulièrement utiles pour interpréter des résultats d'ICP-MS. Mais les nombreuses fonctions intégrées aux systèmes d'ICP-MS de dernière génération permettent de simplifier et d'accélérer l'exécution des tâches pour les analystes moins expérimentés. Par exemple, des méthodes et des configurations optimisées permettent d'éliminer de nombreuses sources d'erreurs auparavant difficiles à identifier et à corriger. Les outils de traitement de données sont également utiles pour les nouveaux utilisateurs pendant le processus d'évaluation. Il est souvent possible de filtrer les résultats dès leur apparition, signalant ainsi un résultat qui ne répond pas aux critères spécifiés, tels qu'un %RSD ou des échecs de tests de contrôle-qualité. Il est alors facile d'identifier les résultats problématiques (tels qu'indiqués dans les images suivantes).

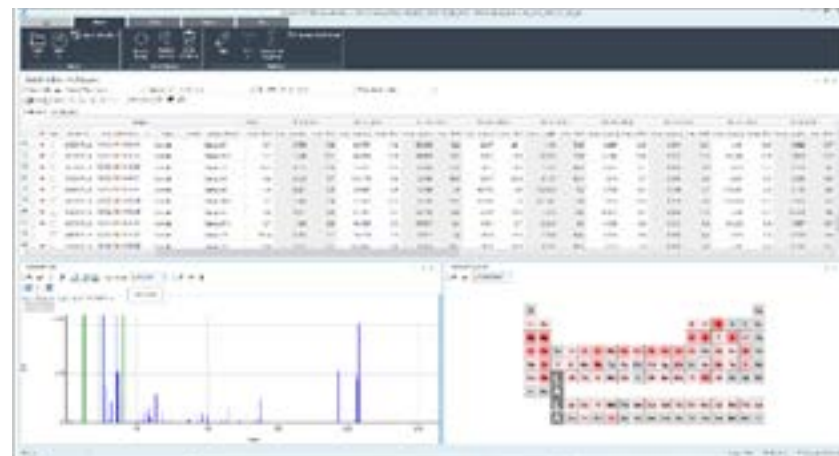


La fonction de formatage conditionnel de valeurs aberrantes du logiciel MassHunter d'Agilent signale tout résultat d'échantillon qui ne répond pas aux critères spécifiés. Le surlignage en rouge fait ressortir les résultats problématiques. Vous pouvez afficher uniquement ces résultats pour faciliter la résolution des problèmes.

Repérer des erreurs dans la préparation des échantillons, des niveaux inhabituels ou inattendus d'analytes ou de matrices ou une contamination

Conjointement avec le signalement d'erreurs potentielles dans le tableau de données, le logiciel d'ICP-MS peut inclure des utilitaires qui aident l'utilisateur à identifier la cause du résultat problématique. Si votre méthode d'ICP-MS comprend la fonctionnalité servant à collecter un spectre de masse complet de chaque échantillon pendant l'analyse, celui-ci peut être utilisé pour la résolution des problèmes. Par exemple, un analyste débordé peut rater un flacon à échantillon lors de l'ajout d'acides pendant la préparation des échantillons. Si le Cl n'est pas présent dans le spectre de masse complet, ou présent à une faible concentration, cela montre bien que l'acide chlorhydrique n'a pas été ajouté dans l'échantillon.

Plus généralement, si votre laboratoire mesure un grand nombre d'échantillons inconnus et variables, des composants inattendus de la matrice ou des analytes à une concentration élevée peuvent être présents dans un échantillon donné. Ces éléments inattendus peuvent alors être identifiés rapidement à partir des données du spectre de masse complet. Dans l'image ci-dessous, les résultats quantitatifs pour chaque échantillon sont présentés dans le tableau en haut de l'écran. Le spectre de masse complet obtenu par balayage rapide Quick Scan pour la ligne d'échantillons sélectionnée est présenté en bas à gauche. À droite, la vue du tableau périodique d'IntelliQuant présente la gamme de concentrations de tous les éléments détectés dans le spectre Quick Scan. Ces résultats semi-quantitatifs peuvent comprendre jusqu'à 78 éléments, et pas uniquement les analytes inclus dans l'analyse quantitative. Cette présentation visuelle vous permet de comparer rapidement les échantillons et d'identifier tout élément inattendu ou inhabituel qui serait présent, qu'il soit dû à une contamination ou à une matrice d'échantillons anormale ou provenant d'une erreur d'étiquetage.



Examen et rendu des résultats

Une tâche chronophage

Comme avec la vérification des données en temps réel pendant l'analyse, la vérification ligne par ligne des résultats d'échantillons à la fin de l'analyse est une activité fastidieuse qui peut être source d'erreurs. Vous pouvez rapidement vous sentir dépassé face au grand nombre de résultats présentés pour une séquence d'analyse multi-élémentaire classique en ICP-MS. Le risque est de ne pas détecter les valeurs aberrantes et les résultats faux positifs ou faux négatifs, et de rapporter des résultats erronés. Non seulement l'examen des données est une tâche chronophage, mais la répétition des mesures pour des échantillons ayant échoué ajoute encore à la perte de temps. Pire encore, il y a un risque d'atteinte à la réputation du laboratoire qui rapporte des résultats erronés que le client remet en question ou utilise pour prendre d'importantes décisions. Mais sans valeurs cibles, ni gammes attendues pour les analytes dans un échantillon inconnu, comment confirmer – à soi-même et au client – que les résultats rapportés sont précis ? Les laboratoires décident souvent, par précaution, d'analyser à nouveau les échantillons qui génèrent des résultats inattendus, ou de les analyser à l'aide d'une seconde technique pour confirmer les données. Tout ceci exige temps et efforts supplémentaires, et empiète sur la productivité.



Les solutions

Créer des méthodes qui minimisent les erreurs d'échantillons

Le développement de méthodes joue un rôle significatif dans la réduction du temps consacré à l'examen des résultats. Les erreurs sur les données peuvent être minimisées si l'ICP-MS est configuré avec la robustesse nécessaire pour gérer la matrice et la gamme dynamique des échantillons pour mesurer tous les analytes. De même, les recouvrements spectraux peuvent être limités en utilisant les conditions adaptées à la cellule.

En appliquant des paramètres qui contribuent à résoudre les causes les plus fréquentes de la non-fiabilité des données, les analystes d'ICP-MS peuvent faire de la révision et du rendu des données une tâche beaucoup plus rapide et moins source d'erreurs. Par exemple, la cellule de collision dans le mode Hélium de l'instrument Agilent 7850 minimise la contribution d'ions polyatomiques, élimine les recouvrements d'éléments de matrice inattendus et résout les interférences sur les étalons internes. Cela signifie que vous n'avez pas non plus besoin d'utiliser d'équations de correction pour éliminer les recouvrements d'ions polyatomiques courants. Les équations de correction peuvent bien souvent être une source d'erreurs supplémentaire, car elles ne prennent pas en compte toutes les interférences qui peuvent être présentes.

L'utilisation d'une fonction qui corrige les interférences des ions à double charge est également utile, en particulier si vous recevez des échantillons contenant du baryum ou des éléments de terres rares. Celle-ci peut être incluse dans votre méthode de façon à corriger automatiquement les interférences dues à des ions à double charge dans les résultats rapportés.

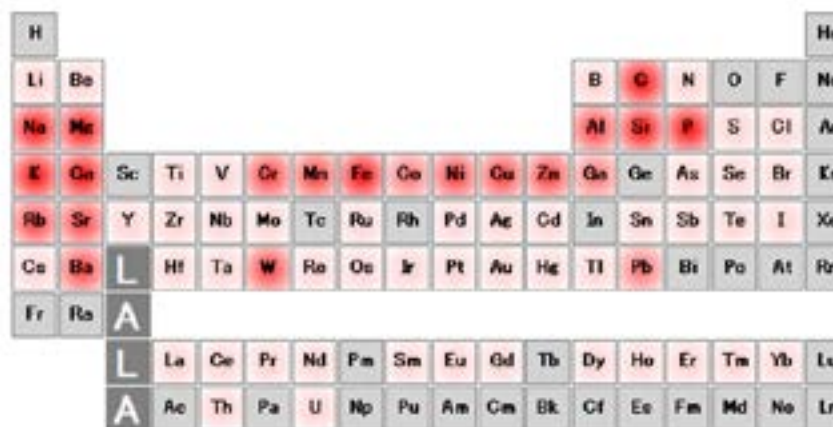
L'utilisation d'isotopes de qualification secondaires pour votre analyse permet également de confirmer les données de routine, augmentant ainsi la fiabilité de vos résultats. Les données des isotopes secondaires représentent aussi un renfort utile en cas de doute sur un résultat. Vous pouvez comparer les résultats pour deux isotopes : s'ils sont identiques, cela confirme que votre résultat est précis.

L'utilisation d'un outil d'analyse semi-quantitative rapide, comme la fonction IntelliQuant de l'instrument 7850 d'Agilent, est utile lors de la recherche de résultats aberrants ou de requêtes de clients sur certains résultats. IntelliQuant peut vérifier la composition élémentaire complète d'un échantillon, déterminant ainsi la concentration approximative de chaque élément. Les résultats inattendus pour un échantillon peuvent être comparés aux résultats de la fonction IntelliQuant. Le spectre de masse complet de la fonction IntelliQuant peut également être utilisé pour confirmer la présence d'un élément par son profil d'abondance des isotopes. Cette fonction est illustrée pour un échantillon de chocolat noir (tel que présenté sur cette page), la présence de l'élément inattendu tungstène (W) à des niveaux de l'ordre du ppm ayant été confirmée par le profil d'abondance des isotopes de l'IntelliQuant.

Utiliser les outils logiciels pour le traitement des données

De nombreux laboratoires à cadence élevée exportent leurs données vers des programmes de CQ spécialisés pour automatiser leur traitement des données. Les instruments d'ICP-MS comprennent souvent des fonctions logicielles qui vous permettent de configurer des limites, en dehors desquelles les résultats sont signalés ou les échantillons analysés à nouveau. L'instrument Agilent 7850 inclut une fonction de formatage conditionnel des valeurs aberrantes qui filtre les résultats d'échantillons pour n'afficher que ceux qui ne respectent pas les critères prédéfinis. Cela facilite l'identification de résultats qui exigent des recherches approfondies. Ladite fonction peut également être configurée pour prendre des mesures après l'échec au CQ d'un échantillon, d'un étalon interne ou d'un autre type de solutions.

De nombreux laboratoires utilisent un système de données intégré pour transférer les informations entre les systèmes du laboratoire, fournissant par exemple des masses et des volumes d'échantillons du laboratoire de préparation à l'instrument d'ICP-MS, et rapportant des résultats et des alertes de CQ de l'ICP-MS à un système de gestion d'informations du laboratoire (LIMS). S'agissant du reporting, être capable d'exporter facilement des données vers un système LIMS, ou un ensemble de rapports à une tierce partie, peut être une manière utile de réduire la charge de génération de rapports.



La carte thermique à intensités de couleurs du logiciel IntelliQuant de l'ICP-MS d'Agilent présente les concentrations relatives de chaque élément. Cet échantillon de chocolat noir présente une concentration relativement élevée de Ca, de Cr, de Ni, de W et de Pb. Ces données peuvent être rapportées pour les éléments non inclus dans les mélanges étalons.

Répétitions de mesures d'échantillons

Une tâche chronophage

La plupart des laboratoires portent une attention particulière à la cadence d'analyse des échantillons et à leur productivité, mais ne prennent pas en compte le coût des nouvelles mesures d'échantillons.

Une erreur du contrôle-qualité lors de l'utilisation d'une méthode réglementée ou créée par le laboratoire peut nécessiter un ré-étalonnage, l'analyse de plusieurs solutions de CQ, d'un blanc, puis la répétition de l'analyse des 10 derniers échantillons au moins. Pour des échantillons plus complexes, la répétition de la mesure des échantillons peut nécessiter une nouvelle digestion de l'échantillon, ainsi que la répétition de l'analyse par ICP-MS. Tout ceci a un impact considérable en termes de temps et de coûts, la nouvelle mesure des échantillons étant une charge significative, bien que souvent sous-estimée, pour les laboratoires d'ICP-MS.

Toutefois, pour la plupart des causes de nouvelles mesures d'échantillons, il existe des façons relativement simples d'éviter ces tâches potentiellement chronophages et d'optimiser les opérations d'ICP-MS de routine.



Les solutions

Plusieurs facteurs peuvent conduire à une remesure des échantillons. Les causes les plus courantes, et la façon de les éviter ou de minimiser leur impact, sont présentées dans cette section.

Résoudre les problèmes associés à des échantillons à matrice chargée

Une analyse prolongée d'échantillons à forte teneur en solides peut conduire à une dérive provoquée par l'accumulation de dépôts sur les cônes d'interface. Ces dépôts peuvent dégrader la sensibilité et la précision, et conduire à des erreurs de contrôle qualité. Reportez-vous à la section « [Conseils pour l'analyse d'échantillons à matrice chargée](#) ».

La dilution manuelle des échantillons à matrice chargée est chronophage, et les dilueurs automatiques sont coûteux et complexes ; les dilutions peuvent également introduire une contamination ainsi que des erreurs. L'instrument Agilent 7850 comprend le système d'introduction pour matrice ultra-chargée (UHMI) qui utilise de l'argon gazeux pour diluer l'aérosol d'échantillon, évitant ainsi la tâche coûteuse et chronophage de dilution classique des liquides. Avec le système d'UHMI avec dilution de l'aérosol, vous introduisez directement des mélanges d'échantillons à matrice chargée contenant jusqu'à 25 % de sels dissous. Le système d'UHMI réduit les effets-matrice ainsi que la dérive, et donc les erreurs de contrôle qualité en cours d'analyse. Il y a ainsi une probabilité moindre de dérive des étalons internes en dehors des spécifications. La nécessité de recalibrer et de réanalyser les échantillons est également moindre, et de même que les problèmes associés aux échantillons (par ex. problèmes de suppression).

Prévenir l'effet mémoire entre échantillons

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 d'éléments très absorbants ou « collants », tels que le Hg, le B, le Mo, le W. Cette contamination peut donner un résultat faussement élevé. La stabilisation des solutions d'échantillons en ajoutant du HCl pendant la préparation des échantillons permet d'améliorer la solubilité ainsi que la stabilité de nombreux éléments, avec pour effet de réduire les erreurs dues à l'effet mémoire.

Les fonctions automatisées de rinçage qui surveillent le signal pendant ce cycle peuvent également contribuer à prévenir toute contamination croisée. L'instrument Agilent 7850 comprend une fonctionnalité de rinçage intelligent qui pompe automatiquement la solution de rinçage jusqu'à ce que le signal diminue en dessous d'un seuil défini.

Diagnostiquer les problèmes de performances des instruments avant qu'ils aient un impact sur les résultats

Les vérifications automatisées de performances des instruments en début de journée avant le démarrage des analyses permettent d'identifier des pannes d'instruments ou d'utilitaires (par ex. la pression de l'argon, le débit d'eau de refroidissement ou le fonctionnement des conduits d'évacuation). Effectuées pendant le démarrage du système, ces vérifications signalent tout problème avant qu'il ait un impact sur les performances analytiques.

Ajouter une vérification des performances après analyse à la fin des séquences quotidiennes vous donne une longueur d'avance, car les résultats sont disponibles avant de démarrer l'instrument le lendemain. Parce que cette vérification vous permet d'identifier et de régler les problèmes avant de démarrer l'instrument, elle représente un gain de temps pour le jour suivant. L'instrument Agilent 7850 vous laisse programmer une vérification des performances avant toute séquence d'échantillons, ce qui est utile pour préparer un audit de qualité des données. Une vérification des performances après analyse peut être programmée à la fin de la file d'attente d'analyse.

Éviter d'entrer des paramètres de méthodes incorrects

Les paramètres de méthode de l'instrument peuvent avoir un impact considérable sur les résultats. Pour éviter de telles situations, analysez un matériau de référence certifié (CRM) inséré dans votre séquence d'échantillons 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 pouvoir obtenir de bons recouvrements pour des analytes à l'état de traces lorsque vous mesurez le CRM. Si tel n'est pas le cas, il est nécessaire de poursuivre l'optimisation de la méthode.

L'utilisation de méthodes prédéfinies et d'outils d'optimisation des méthodes aide également à leur mise au point. Reportez-vous à la section « [Développement de nouvelles méthodes](#) » pour plus d'informations.

Prévenir les problèmes dûs aux tubes échantillons

Des tubes de pompe péristaltique usés, mal ajustés ou qui fuient peuvent nuire à la précision des résultats, et conduire à une remesure des échantillons.

On évitera les problèmes liés au tube pompe péristaltique en effectuant un entretien courant. Vérifiez l'élasticité, la forme, la connexion et la tension du tube en début de journée, ou lorsque votre procédure opérationnelle normalisée l'exige. N'oubliez pas de desserrer le tube de pompe péristaltique en fin de journée afin de préserver sa durée de vie. Ces contrôles peuvent réduire le risque d'avoir à remesurer des échantillons à cause de problèmes avec les tubes de pompe. Vous éviterez également de perdre du temps à attendre que les nouveaux tubes de pompe soient usés. Reportez-vous à la section « [Entretien des tubes de pompe](#) » pour plus d'informations.

De plus, l'exécution de tests automatisés de performances de l'instrument en début de journée, et à la fin d'une analyse, détermine si la précision des résultats est conforme aux spécifications du fabricant.

Minimiser la contamination

L'ICP-MS étant une technique particulièrement sensible, la contamination peut être une source majeure d'erreurs qui conduit à la remesure des échantillons. Reportez-vous à la section « [Prévenir les problèmes de contamination](#) » pour plus d'informations.

Gestion des interférences

Plusieurs sources d'interférences peuvent conduire à des imprécisions dans la détermination des éléments à l'état de traces par ICP-MS⁵. La plupart des instruments modernes gèrent ces problèmes d'interférences de diverses manières. L'instrument Agilent 7850 comprend par exemple un mode de cellule Hélio (reportez-vous à la section « [Utiliser le mode Hélio pour contrôler les interférences polyatomiques](#) ») qui élimine quasiment toutes les erreurs de données dues aux interférences polyatomiques, ce qui veut dire qu'il y a moins d'échantillons qui restent affectés par des erreurs de matrice. Le mode de collision par l'hélium vous aide également à confirmer la validité des données en permettant l'accès à des isotopes de qualification. La fiabilité des résultats réduit la nécessité de réanalyser les échantillons pour vérifier les données douteuses.

Les interférences provoquées par les ions à double charge d'éléments de terres rares sont annulées par un algorithme de correction de demi-masse. Reportez-vous à la section « [Corriger les interférences d'ions à double charge](#) ».

5. Pour une description des différents types d'interférences, reportez-vous à la méthode 200.8 de l'US EPA.



Éviter les problèmes d'étalonnage et d'échantillons à des concentrations hors gammes

Les étalonnages non linéaires et les échantillons de concentrations hors limites d'étalonnage représentent une cause courante de nouvelles mesures.

La gamme dynamique du détecteur de l'instrument aura une grande incidence sur la fréquence de ce problème. Une large gamme dynamique permet de mesurer des éléments majeurs dans des conditions de méthodes standard (aucune atténuation personnalisée n'est nécessaire), conduisant à un faible nombre de résultats hors limites et hors gamme d'étalonnage. Pour plus d'informations, reportez-vous à la section « [Prévenir les problèmes d'étalonnage](#) » et « [Prévenir les erreurs de dépassement de gamme](#) ».

Réduire les mélanges d'échantillons et les problèmes de préparation d'échantillons

Les confusions d'échantillons ne devraient pas exister, mais le personnel de laboratoire est humain et, en cas de forte activité, les erreurs sont possibles. Même s'il ne s'agit que d'une simple erreur, placer un flacon à la mauvaise position pendant le chargement dans le portoir du passeur automatique d'échantillons peut conduire à des erreurs qui peuvent être difficiles à détecter et surtout à corriger. La confusion des portoirs lors de chargement dans le passeur automatique d'échantillons peut également se produire.

Un système de code-barres pour échantillons aider à minimiser ces confusions. Vous pouvez minimiser les confusions d'échantillons en plaçant un code-barre sur un tube à essai d'échantillon au tout début de la préparation, puis en utilisant le même tube à essai tout au long de la préparation jusqu'à l'analyse. Les solutions QC et les échantillons dupliqués dans l'analyse sont une autre solution utile.

En réduisant le nombre de transfert de l'échantillon d'un godet à l'autre, vous minimisez le risque de confusion d'échantillons ainsi que les contaminations. Reportez-vous à la section « [Réduire le nombre d'étapes de transfert](#) » pour plus d'informations.

Traiter les demandes de résultats

Un résultat douteux est une autre cause courante de perte de temps puisqu'il oblige à remesurer un échantillon. Il est parfois possible d'éviter cette remesure en confirmant le résultat initial à l'aide de données supplémentaires qui ont été collectées pendant la mesure de l'échantillon. Les méthodes d'ICP-MS d'Agilent peuvent inclure un spectre de masse complet Quick Scan, qui peut être utilisé à collecter un spectre de masse complet et à calculer une concentration semi-quantitative pour chaque élément dans chaque échantillon. Pour la plupart des analytes, les isotopes secondaires permettent de confirmer le résultat.

Les données de la fonction IntelliQuant peuvent aussi servir à identifier des erreurs dans la préparation des échantillons. Par exemple, un signal faible pour le Cl peut indiquer que l'HCl n'a pas été ajouté pendant la préparation des échantillons.

Les données de spectre de masse complet sont également utiles pour rechercher les problèmes sur site. Par exemple, votre installation de production commence à avoir des problèmes associés à la présence de titane (Ti). Vous ne recherchez pas l'élément Ti dans vos analyses d'échantillons standard, mais vous avez toujours accès aux données de spectre de masse complet de toutes vos analyses. Vous pouvez donc les utiliser pour voir à quel moment la concentration en Ti est devenue élevée. Ces informations permettent ensuite de remonter à la source du problème en production.



Vous ne connaissez pas les solutions de contrôle-qualité ?

Vous ignorez quel est l'étalon interne de votre échantillon de contrôle qualité ? Les définitions de ces termes se trouvent à la page 5 de la méthode 200.8 de l'US EPA disponible [ici](#).

Maintenance et temps d'indisponibilité des instruments

Une tâche chronophage

On pense souvent à tort que les instruments d'ICP-MS sont complexes, chronophages et coûteux à entretenir. Certains utilisateurs pensent également que leurs instruments analytiques continueront de fonctionner, jour après jour, sans aucun entretien ni attention. Quant aux laboratoires, ils sont nombreux à placer le temps d'indisponibilité des instruments parmi leurs plus grandes frustrations. Pourtant, les ingénieurs de maintenance constatent souvent qu'il suffit de nettoyer l'instrument ou d'effectuer un réglage de routine pour résoudre le problème. Ces tâches simples peuvent être effectuées par les analystes s'ils y sont formés.



Les solutions

Utiliser les vérifications intégrées de performances de vos instruments

Avec des charges de travail élevées et une pression constante pour maximiser la productivité, les laboratoires commerciaux devraient mettre en place un calendrier de maintenance régulière pour garantir des performances instrumentales optimales et éviter les petits problèmes qui provoquent le temps d'indisponibilité des instruments pendant les analyses. Une bonne stratégie consiste à exécuter chaque jour un test de performances automatisé de l'instrument avant les analyses et à l'issue des analyses sans surveillance pendant la nuit. Les vérifications des performances permettent de confirmer l'état de l'instrument avant de démarrer les analyses. Cette vérification réduit les risques de devoir arrêter l'analyse et de remesurer les échantillons si les performances se dégradent pendant la journée. La plupart des instruments d'ICP-MS intègrent des tests de performances et sont aussi capables de tester des paramètres utiles, tels que la température des conduits d'évacuation et la pression de l'alimentation en gaz.

Le système ICP-MS Agilent 7850 peut programmer une vérification des performances post-analyse dans la file d'attente et réaliser les vérifications classiques pré-analyse. Les vérifications post-analyse sont particulièrement utiles si vous analysez des échantillons pendant la nuit. Lorsque vous retournez au laboratoire le lendemain, les résultats de vérification post-analyse vous indiqueront si des problèmes doivent être réglés avant de lancer l'analyse suivante. Vous n'avez pas besoin d'attendre que votre instrument ne préchauffe ni réaliser des vérifications pré-analyse pour savoir si une maintenance ou un réglage de l'instrument sont requis.

Réussir la maintenance préventive

De nombreux laboratoires incluent la maintenance et le nettoyage des instruments dans leur routine quotidienne ou leurs procédures opérationnelles normalisées. Mais le moment et la fréquence de ces activités peuvent être basés sur des défaillances d'instruments, d'anciens instruments ou des tâches effectuées pour différents types de solutions ou sur d'autres techniques d'analyse de métaux. Le nettoyage des cônes d'interface ou le remplacement des tubes de pompe a peut-être lieu plus fréquemment que nécessaire, ce qui est coûteux et chronophage. À l'inverse, il est possible que les calendriers de nettoyage et de maintenance documentés dans les procédures de laboratoire soient omis ou négligés, notamment lorsque le laboratoire est soumis à des contraintes de temps. Ne pas exécuter ces tâches risque d'impacter les résultats, puisqu'il faudra résoudre le problème et éventuellement remesurer les échantillons, induisant une perte de temps.

Les instruments modernes intègrent souvent des vérifications d'état ainsi que d'autres fonctions pour vous alerter lorsqu'une activité de maintenance

ou de nettoyage est nécessaire. Par exemple, l'instrument d'ICP-MS Agilent 7850 est doté d'un système d'informations relatives à la maintenance prévisionnelle (EMF) qui permet de définir des alertes pour inciter l'analyste à exécuter des tâches courantes de maintenance préventive. Ces alertes peuvent être configurées en fonction des exigences du laboratoire et basées sur le nombre d'échantillons qui ont été analysés, les heures de travail ou les informations en retour des capteurs. Tout comme les intervalles d'entretien recommandés pour les voitures peuvent varier en fonction des conditions environnementales et de conduite, l'entretien courant d'un instrument d'ICP-MS variera selon le nombre et le type d'échantillons analysés. Cela vous permet de programmer plus précisément les intervalles d'entretien et de maintenir les performances de l'instrument plutôt que de vous fier uniquement au temps écoulé depuis le dernier entretien. Les alertes sont à adapter aux types de solutions généralement analysés par le laboratoire. Par exemple, une maintenance sera effectuée bien moins fréquemment sur un instrument d'ICP-MS qui analyse des échantillons d'eau potable que sur un instrument qui mesure des échantillons complexes à matrice chargée, tels que des sols qui ont été digérés à base d'acides.

L'autre grand avantage de la fonction EMF est le fait qu'elle peut être utilisée comme preuve lors d'un audit. Par exemple, si votre laboratoire a un cycle d'entretien courant de trois semaines, mais que pendant une de ces semaines, vous n'analysez que 50 échantillons, l'entretien peut avoir été retardé. Si un auditeur demande pourquoi l'entretien n'a pas été fait, les données provenant de la fonction EMF montreront que l'entretien programmé n'était pas nécessaire en raison de la réduction de la charge d'échantillons. En fait, les laboratoires peuvent décider de mettre complètement de côté les calendriers de maintenance basés sur le temps et de supprimer les enregistrements de maintenance d'ICP sur



L'instrument 7850 comprend des capteurs et des compteurs de [maintenance prévisionnelle](#) (EMF) pour déterminer le moment où une maintenance s'impose en fonction du temps de fonctionnement ou du nombre d'échantillons mesurés. Les alertes à code couleur permettent de ne jamais rater une opération de maintenance – telle que le remplacement des tubes de pompe, le nettoyage des cônes ou le changement d'huile de la pompe à vide –, tout en veillant à ne pas en faire plus que nécessaire.

papier. La fonction EMF conserve toutes les données et s'occupe d'établir le calendrier de maintenance pour vous. Autre fonction utile : l'accès aux guides d'utilisation et aux tutoriels vidéo expliquant comment exécuter la tâche de maintenance requise directement sur les moniteurs de maintenance. Un excellent moyen de gagner du temps et de s'assurer que les actions de maintenance sont effectuées correctement.

Utiliser des étalons internes pour détecter des problèmes

La plupart des analystes ajoutent des étalons internes (ISTD) à leurs échantillons d'ICP-MS. Mais un trop grand nombre omet de surveiller ou de vérifier les signaux d'ISTD à moins d'un échec des exigences de CQ de méthodes. Un début de dérive des signaux d'étalons internes indique habituellement la survenue d'un problème dû à la quantité de matrice non dissociée atteignant les cônes d'interface. D'une manière générale, ce problème peut être résolu en faisant fonctionner l'ICP-MS dans des conditions de plasma plus robustes (c'est-à-dire l'optimiser pour atteindre un rapport de CeO^+ plus faible ou réaliser les analyses avec un facteur de dilution de système d'UHMI plus élevé). Sinon, les compteurs d'EMF peuvent indiquer qu'une activité de maintenance programmée n'a pas été réalisée, conduisant ainsi à la dérive du signal. Les signaux d'étalons internes sont aussi un moyen d'identifier d'autres problèmes associés aux échantillons, comme par exemple les effets de matrice ou la suppression de l'ionisation. Là encore, l'optimisation pour une meilleure robustesse du plasma peut réduire, voire éliminer ces problèmes.

Un moyen très simple d'éviter les appels pour dépannage

Des problèmes, comme un remplissage lent, un effet mémoire, des étalons internes instables et des étalonnages non linéaires, aboutissent souvent à des appels pour dépannage. Le temps d'indisponibilité des instruments qui résulte de ces problèmes pourrait pourtant être évité en ajoutant du HCl à au moins 0,5 % dans les échantillons au moment de la préparation. Il est même possible, en ajoutant du HCl, de résoudre les problèmes de lessivage et de stabilité associés à l'analyse du mercure, un élément que la plupart des analystes pensent ne pas pouvoir mesurer sur un ICP-MS. L'utilisation du mode Hélium de la cellule de collision-réaction de l'instrument d'ICP-MS élimine toute interférence due au Cl qui résulte de l'ajout de HCl.

En changeant régulièrement les tubes de la pompe péristaltique, vous pouvez réduire les problèmes de remplissage ou de lessivage lent. En effet, les tubes de pompe usagés ont tendance à présenter un revêtement de surface qui augmente l'absorption de certains éléments « collants ».



Conseils pour analyser d'échantillons à matrice chargée

Si vous mesurez des échantillons à matrice chargée, vous devrez nettoyer votre instrument plus souvent. Si le plasma n'est pas correctement optimisé, la matrice ne se décompose pas complètement et un dépôt se forme sur les cônes d'interface.

Si les échantillons à matrice chargée sont problématiques, voici quelques stratégies simples à mettre en œuvre :

- Optimiser votre instrument pour améliorer la robustesse du plasma (CeO plus faible). Les conditions de fonctionnement par défaut des systèmes d'ICP-MS d'Agilent sont robustes, mais elles peuvent ne pas être connues des utilisateurs novices ou ayant travaillé sur des systèmes autres que ceux conçus par Agilent.
- Accroître le niveau de dilution, en utilisant par exemple un facteur de dilution d'aérosol plus élevé. La dilution des liquides – que ce soit manuellement ou à l'aide d'un accessoire d'autodilution – peut également être utilisée, même si ces approches tendent à être chronophages et coûteuses.
- Ajouter une vanne de commutation, telle que le système intégré d'introduction d'échantillons (ISIS) d'Agilent, pour réduire le temps d'aspiration et augmenter le temps de rinçage des échantillons. Cette modification permet de réduire la charge globale de la matrice sur l'interface, et donc la dérive, et d'augmenter significativement la cadence d'analyse des échantillons.

Si le problème vient de particules non dissoutes, menant par exemple à des bouchages fréquents du nébuliseur, vous pouvez :

- filtrer ou centrifuger les échantillons,
- régler la profondeur de la sonde du passeur automatique d'échantillons à une hauteur supérieure par rapport au fond du tube échantillon pour minimiser le risque d'aspiration par la sonde des particules situées au fond du tube à essai,
- remplacer le type de nébuliseur par un autre, dont le diamètre intérieur du circuit de l'échantillon est plus grand, et qui résiste mieux aux bouchages.

La fréquence de nettoyage nécessaire dépend du type d'échantillons que vous analysez, et de la façon dont le système est optimisé. Si la concentration de vos blancs est faible, la sensibilité assez élevée et la stabilité bonne, vous n'avez probablement pas à nettoyer le système. Les résultats à long terme sont souvent meilleurs si vous ne vous souciez pas de toujours avoir un système totalement propre.



Filtres-seringues Agilent Captiva

Les filtres Captiva à usage unique offrent des débits ainsi que des capacités de chargement élevés. Vous avez le choix parmi divers types de membranes et de diamètres de pore pour trouver les filtres qui conviennent le mieux à vos applications. Le filtre à disque s'ajuste sur la seringue pour filtrer la solution directement dans le tube à échantillon.

Les filtres recommandés pour les applications de spectroscopie sont les suivants :

- Captiva Premium, en PTFE à 100/pqt, d'une porosité de 0,45 μm , de 15 mm de diamètre (réf. 5190-5085) ou de 25 mm de diamètre (réf. [5190-5087](#))
- Filtres économiques captiva econofilter, en PTFE à 1000/pqt, d'une porosité de 0,45 μm , de 13 mm de diamètre (réf. 5190-5266) ou de 25 mm de diamètre (réf. [5190-5268](#))

Apprendre à résoudre les problèmes soi-même

Vous pouvez régler par vous-même de nombreux problèmes associés à l'instrument, à condition de savoir comment faire. En fait, plus de 40 % des demandes d'intervention de l'ICP-MS⁶ pourraient être évitées si l'utilisateur était capable de résoudre les problèmes les plus communs et de réaliser les nettoyages et l'entretien courants.

Généralement, les nouveaux utilisateurs de l'ICP-MS reçoivent des instructions sur ces tâches, sans toutefois savoir comment les prioriser. Certains analystes nettoient quotidiennement les cônes d'interface ou en priorité dès l'apparition de problèmes de performances. Bien qu'il soit peu probable que le nettoyage des cônes dégrade les performances, il est chronophage et souvent inutile. Ainsi, le montage d'un cône propre (ou neuf) doit être suivi d'une période de stabilisation durant laquelle la surface du cône est reconditionnée par exposition à la matrice des échantillons. Pendant cette période, les signaux peuvent être moins stables. Garder un cône même usagé peut permettre de démarrer les analyses plus rapidement et d'obtenir une meilleure stabilité. Il est préférable d'effectuer l'entretien de l'appareil lorsqu'il est nécessaire pour maintenir de bonnes performances, plutôt que de suivre un calendrier qui ne tient pas compte du type ni du nombre d'échantillons que vous analysez.

Des ressources techniques, telles que l'aide en ligne, les tutoriels de formation ainsi que la documentation du système fournie avec l'instrument, vous guideront dans la manière de maintenir les performances du système. Le centre d'assistance et de formation du système ICP-MS Agilent 7850 comprend de nombreux guides interactifs et tutoriels vidéo sur la manière de réaliser les tâches d'entretien courant. Apprenez comment diagnostiquer et régler vous-même les problèmes courants pour assurer le bon fonctionnement de votre instrument, et ne le laissez inactif inutilement en attendant l'arrivée d'un ingénieur de maintenance.



Notre centre d'assistance et de formation pour le 7850 propose des vidéos pour les opérations courantes.

6. D'après les données Agilent relatives aux appels pour dépannage.



Système ICP-MS Agilent 7850

Éliminez les tâches chronophages les plus courantes lors de vos analyses par ICP-MS avec le système ICP-MS Agilent 7850. Il représente le moyen le plus efficace de réduire les pertes de temps pour que votre personnel se consacre pleinement aux activités à forte valeur ajoutée. L'instrument Agilent 7850 est capable de traiter des échantillons contenant jusqu'à 25 % de solides, réduisant ainsi la tâche chronophage de dilution. L'instrument est doté d'une cellule de collision dans le mode Hélium (He) et d'une correction de demi-masse qui éliminent les interférences d'ions polyatomiques et à double charge, ce qui permet de simplifier le développement de méthodes et de résoudre une cause courante de nouvelle mesure d'échantillons chronophage.

Pour en savoir plus : www.agilent.com/chem/7850icpms

Pour 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

France

0810 446 446

customercare_france@agilent.com

Europe

info_agilent@agilent.com

Asie et Pacifique

inquiry_lsca@agilent.com

Ces informations sont sujettes à modification sans préavis.

DE44236.3635416667

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Publié aux États-Unis, le 10 février 2021
5994-2895FR

