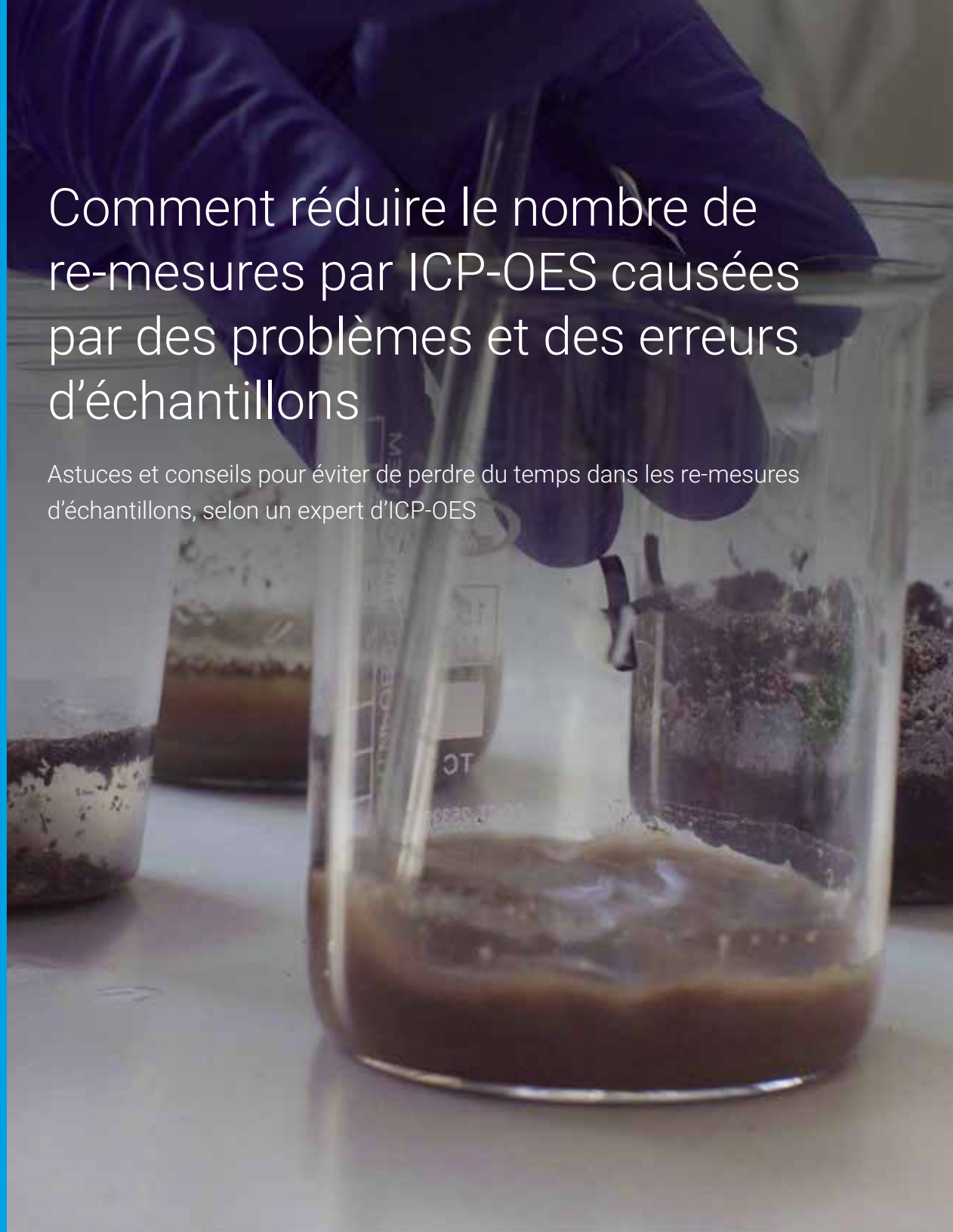


Comment réduire le nombre de re-mesures par ICP-OES causées par des problèmes et des erreurs d'échantillons

Astuces et conseils pour éviter de perdre du temps dans les re-mesures d'échantillons, selon un expert d'ICP-OES



La spectroscopie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES) est une technique bien établie pour la mesure des éléments présents en solution. L'ICP-OES est couramment utilisée dans les industries minière, agroalimentaire, de l'énergie, chimique, de la surveillance de l'environnement et pharmaceutique. La technique fournit des mesures sensibles, justes et fidèles de la concentration des éléments pour de nombreux types d'échantillons. De l'analyse des boues et des sédiments à l'eau potable et au vin, l'ICP-OES est une technique rapide et robuste.

L'ICP-OES est l'une des nombreuses techniques de spectroscopie atomique proposée par Agilent. Elle tire ses origines de la spectroscopie d'absorption atomique flamme (SAAF), inventée dans les années 1950 et encore utilisée dans de nombreux laboratoires. À l'autre extrémité de la lignée se trouve la spectrométrie de masse à plasma induit (ICP-MS). Cette technique est connue pour sa sensibilité élevée, étant capable de mesurer des éléments de l'ordre de la partie par billion.

Bien que la simple loi de Beer-Lambert soit au cœur de toutes les techniques de spectroscopie atomique, la plupart nécessitent d'avoir un certain degré de connaissances et d'expérience pour obtenir des résultats justes et reproductibles. À mesure que les instruments deviennent plus sophistiqués, ils peuvent réduire le niveau d'expertise nécessaire pour effectuer l'analyse.

Les voitures modernes ont suivi un mode de développement similaire. Les fonctionnalités telles que le freinage antiblocage, les technologies d'assistance à la conduite et une multitude de systèmes de surveillance ont réduit le niveau de connaissances et de compétences du conducteur. La plupart des gens ne se baladent plus avec la boîte à outils qui était nécessaire pour réparer les voitures au bord de la route au 20^{ème} siècle. De même, les instruments actuels d'ICP-OES proposent une gamme d'outils « intelligents » qui aident l'analyste à identifier et à corriger des problèmes. L'analyste peut ensuite prendre des mesures pour éviter d'avoir à re-mesurer des échantillons.

Les problèmes rencontrés par l'ICP-OES peuvent être classés dans trois domaines:

1. problèmes causés par les caractéristiques de l'échantillon ;
2. erreurs analytiques faites pendant la préparation et la mesure des échantillons, et
3. problèmes causés par un dysfonctionnement de l'instrument.

Dans ce livre électronique, Ross Ashdown, Marketing Manager ICP-OES chez Agilent Technologies, expose comment les laboratoires peuvent surmonter les problèmes de l'ICP-OES liés aux échantillons. En utilisant des méthodes de contrôle-qualité courantes et les avancées dans les instruments d'ICP-OES, les analystes peuvent éviter d'avoir à re-mesurer des échantillons et peuvent être sûrs d'obtenir la bonne réponse du premier coup.

Q:

Quels sont les problèmes d'ICP-OES courants liés aux échantillons que vous constatez dans les laboratoires ?

R :

Bon nombre des problèmes concernent toutes les techniques de spectroscopie atomique. Ils vont des erreurs commises lors de la préparation des étalons, des confusions d'échantillons et des échantillons dont les concentrations en analytes sont supérieures à la gamme d'étalonnage. Ensuite, il y a les interférences. Dans toutes les analyses par ICP-OES, les interférences spectrales sont une source particulièrement problématique d'interférences.



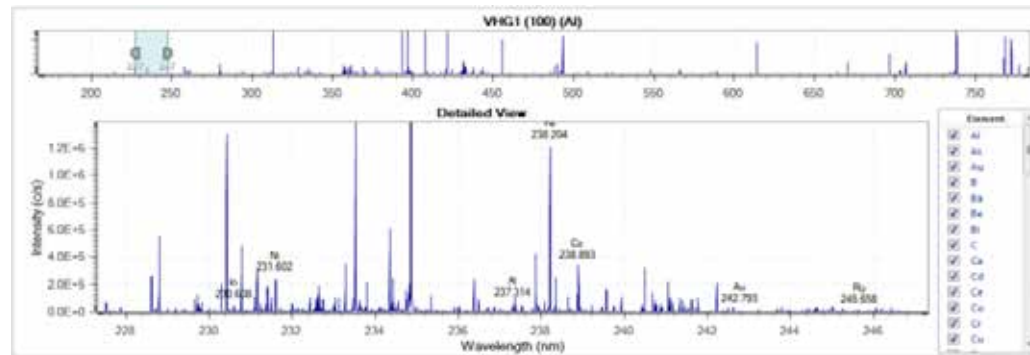
Q:

Pouvez-vous en dire plus sur les interférences spectrales ?

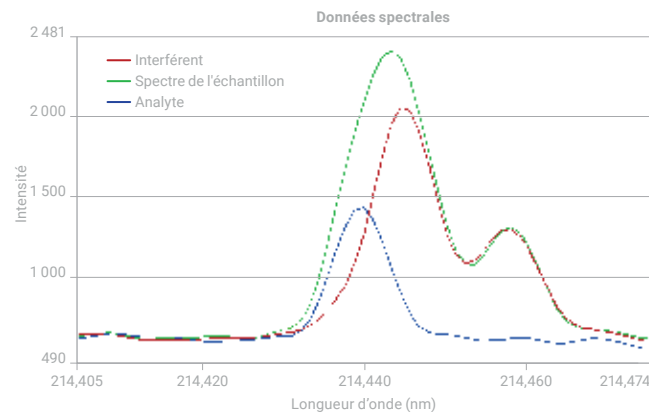
R:

Dans la gamme de longueurs d'onde UV-Vis, il y a des dizaines de milliers de raies d'émission. Ces raies sont émises lorsqu'un atome ou un ion à l'état excité retourne à l'état fondamental. Parfois, des émissions de différents éléments présents dans l'échantillon se produisent à des longueurs d'onde proches les unes des autres.

Un élément, dont vous ne connaissez pas la présence ou qui est présent avec une concentration élevée, peut entraîner un résultat erroné surestimé de l'analyte qui vous intéresse. Le schéma ci-contre montre ce qui se passe.



Dans la gamme de longueurs d'onde UV-Vis (environ 160 à 800 nm), il y a des dizaines de milliers de raies d'émission élémentaires. Voici les raies d'émission dans une région large de seulement 25 nm entre 225 nm et 250 nm.



Ce schéma illustre la manière dont les interférences spectrales se produisent. L'analyte d'intérêt (indiqué en bleu) présente une raie d'émission très proche de celle d'un autre élément (indiqué en rouge). Le signal combiné (indiqué en vert) est mesuré comme étant l'émission de l'analyte d'intérêt. Cela donne un résultat surestimé pour cet élément.

Étude de cas

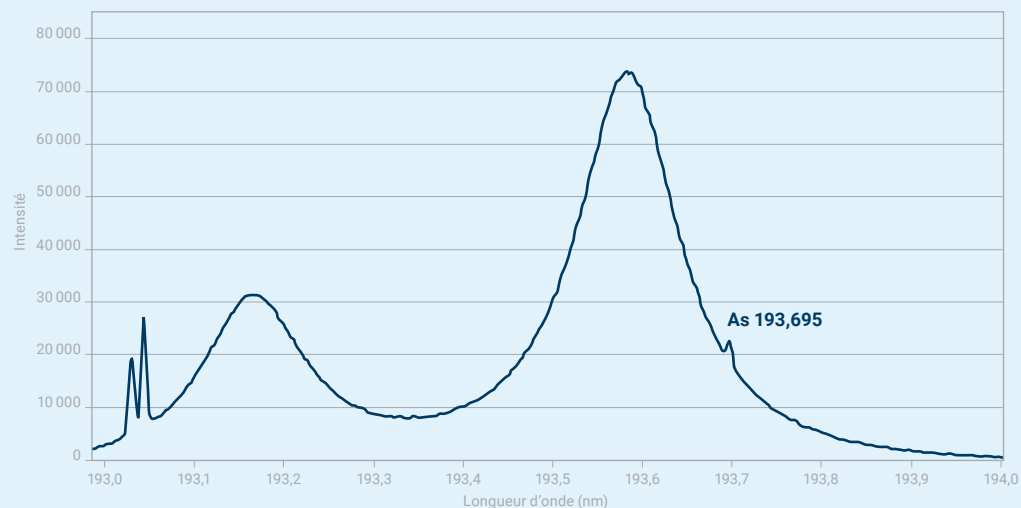
Selon le bureau des normes techniques (Office of Technical Standards) de l'US EPA, les laboratoires mesurant le thallium dans des échantillons environnementaux signalent des résultats surestimés presque 100 % du temps. Pour l'arsenic, c'est 25 à 50 % du temps.

Le bureau des normes techniques (Office of Technical Standards) de l'EPA a estimé dans un rapport¹ que les données environnementales communiquées en utilisant l'ICP-OES pouvaient avoir un taux de faux positifs compris entre 25 et 50 % pour l'arsenic. Peu d'attention est portée sur ce phénomène qui n'est pas très connu dans la communauté environnementale.

La prise de décision basée sur des données faussement positives peut entraîner des actions coûteuses et non nécessaires.

Il est possible d'avoir des résultats biaisés pour l'arsenic par ICP-OES, car des raies d'émission (longueurs d'onde) relativement faibles pour l'arsenic sont proches ou superposées avec l'une des diverses raies d'émission intenses de l'aluminium. Alors que la méthode 6010 de l'US EPA recommande la raie d'émission de 193,696 nm pour l'As, le signal de fond sous-jacent est grandement affecté

par la superposition d'un large doublet auto-ionisant (ou une recombinaison diélectronique) de l'aluminium. Cette augmentation du signal de fond réduit finalement la détectabilité de l'arsenic dans des échantillons contenant des concentrations élevées d'aluminium. L'image ci-dessous montre comment la raie d'émission à 193,696 nm d'un échantillon contenant 2 mg/L d'arsenic est pratiquement invisible dans une solution contenant 5 000 mg/L d'aluminium.



1. United States Environmental Protection Agency (US EPA). (2001a). OTS Alert #2, L'utilisation de la méthode analytique ICP (CLP SOW ILM04.1, SW-846 6010, MCAWW 200.7) pour des échantillons d'eau potable peut entraîner des détections de faux positifs d'arsenic, de plomb et/ou de thallium supérieures à leurs MCL respectifs. Office of Technical Standards. Washington, DC.

Q:

Comment arrivez-vous à résoudre les interférences spectrales pour garantir l'obtention des bonnes réponses pour un échantillon ?

R :

Si un analyste sait ou suspecte qu'il a affaire avec des interférences spectrales, une première stratégie simple consiste à mesurer plusieurs raies d'émission pour chaque élément.

Utiliser une autre raie d'émission et éviter les interférences est un moyen de résoudre les interférences spectrales dans des échantillons ayant une matrice complexe. Il est très rare que plusieurs raies d'émission du même élément soient interférées. Par conséquent, lorsque plusieurs raies d'émission donnent le même résultat, éliminez les valeurs aberrantes et choisissez le résultat parmi les raies restantes offrant les meilleures performances analytiques.

Mais comment l'analyste peut-il identifier un recouvrement spectral parmi un ensemble de données volumineux et complexe ?

« Les systèmes d'ICP-OES Agilent 5800 et 5900 utilisent le traitement des données, programmé dans ICP Expert, pour faire ce qu'un analyste expérimenté ferait pour identifier des interférences spectrales. »

Les systèmes d'ICP-OES Agilent 5800 et 5900 disposent d'une fonction appelée IntelliQuant qui saisit toutes les émissions pour un échantillon sur toute la gamme de longueurs d'onde. La fonction utilise le traitement des données pour faire ce qu'un analyste expérimenté ferait pour identifier des interférences spectrales.

Lorsqu'il utilise plusieurs longueurs d'onde pour un élément, l'analyste peut définir un seuil de %RSD. Si le seuil est dépassé pour une longueur d'onde, l'analyste est alerté. L'analyste peut ensuite utiliser le classement par étoiles d'IntelliQuant pour déterminer s'il y a des interférences au niveau de cette longueur d'onde.

IntelliQuant classe automatiquement chaque raie d'émission en fonction de la proximité et de l'amplitude du signal de l'interférence par rapport au signal de l'analyte, ce qui permet à l'analyste de fournir le résultat le plus juste.

Si un analyste sait que des méthodes réglementées ou validées présentent des interférences spectrales, il peut alors préparer des solutions et développer des facteurs de correction inter éléments (CIE) pour les compenser. Alternativement, des modèles de déconvolution spectrale peuvent être utilisés pour éliminer la contribution de l'élément interférent.



Element	Used	Flags	Wavelength	Rating	Concentration	Intensity	Background
As			188.980	★★★★★	283.68	6054.4	11094.8
			193.696	★	150.48	2685.5	60215.4
			197.198	★	147.53	2780.4	59925.1
			228.812	★	197.55	1659.7	2916.2
			234.984	★	144.97	3122.3	5985.1
			200.334	★	271.94	1674.9	24115.1
			198.971	★	236.05	1179.7	58254.8
			278.827	★	75.87	884.1	12627.4
			175.800	★	276.80	112.1	1368.3
			180.664	★	147.58	112.8	1896.6

IntelliQuant attribue un classement par étoiles au résultat de chaque longueur d'onde. Vous pouvez alors facilement sélectionner la meilleure longueur d'onde à utiliser pour le rapport ou pour ajuster une méthode. Dans ce cas, la raie de l'As à 193,696 nm est interférée par Al, c'est pourquoi IntelliQuant a classé la raie à 188,980 nm comme étant la meilleure à utiliser.

Q:

**Qu'en est-il des problèmes d'étalonnage ?
Typiquement, qu'est-ce qui ne fonctionne pas bien dans les laboratoires ?**

R :

Les problèmes d'étalonnage sont une cause courante d'erreurs analytiques. Nous constatons souvent que les analystes ont du mal à comprendre ce qui ne va pas avec leurs résultats, pour se rendre compte qu'une simple erreur lors de la préparation d'un étalon en était la cause. Il peut s'agir d'une pipette mal étalonnée ou d'une sélection accidentelle de la mauvaise solution mère.

L'élimination des erreurs d'origine humaine est la clé pour réduire les erreurs d'étalonnage. Automatisez ce que vous pouvez. Les dilueurs automatiques peuvent préparer les étalons. Les étalons multi-élémentaires peuvent être achetés, plutôt que fabriqués. Passez en revue vos opérations dans le but de les rendre infaillibles. L'approche japonaise du *Poka-yoke*³ est utile pour cela. Documentez le processus final et formez vos analystes.

Les organismes réglementaires tels que l'US EPA sont à l'origine de bonnes pratiques analytiques, leurs méthodes incluent un contrôle-qualité (QC) qui aide à trouver les erreurs d'étalonnage. Par exemple, les méthodes de l'US EPA incluent un test de

vérification de l'étalonnage initial (ICV) et un test de vérification de l'étalonnage continue (CCV). Ils sont utilisés pour garantir la validité de l'étalonnage. Les instruments modernes aident à mettre en place des méthodes qui intègrent ces tests. Utilisez ces mesures de contrôle-qualité pour des méthodes non réglementées afin d'assurer la qualité de l'étalonnage.

Le coefficient de corrélation, la valeur R, est une simple mesure de la qualité de l'étalonnage. R est une mesure de la linéarité de l'étalonnage. Elle est généralement calculée par le logiciel de l'instrument et présentée sur la courbe d'étalonnage. Le pourcentage d'erreur type relative (% RSE) est une meilleure indication de la qualité de l'étalonnage. Les grands laboratoires sous contrat établissent généralement des limites pour cette valeur afin d'indiquer à leurs analystes si un étalonnage est approprié ou pas. Les seuils d'alerte peuvent être définis dans le logiciel des nouveaux instruments d'ICP-OES Agilent 5800 et 5900.

Les publications des laboratoires traitant de la spectroscopie sont aussi des sources d'information utiles. Elles vous aident à vous tenir au courant de l'instrumentation et des techniques qui peuvent vous aider à éliminer les erreurs d'étalonnage. Les méthodes d'analyse officielles de l'Association of Analytical Communities (AOAC) et de l'American Society for Testing and

Materials (ASTM) sont aussi des sources d'informations utiles.

Un bon conseil pour l'analyse par ICP-OES est d'utiliser une longueur d'onde moins sensible pour un élément afin d'étendre la gamme linéaire de votre courbe d'étalonnage. Vous pouvez également choisir d'utiliser la visée radiale (latérale) d'un ICP-OES à double visée pour obtenir le même résultat. Les instruments Agilent recommandent automatiquement la meilleure longueur d'onde en fonction du contenu de l'échantillon (déterminé à l'aide de la fonction IntelliQuant). Cette approche permet d'éviter les pertes de temps liées aux re-mesures d'échantillons en raison de résultats hors gamme.



Les étalons multi-élémentaires réduisent le risque d'erreur pendant la préparation des solutions étalons. Agilent propose une large gamme d'étalons multi-élémentaires sur : www.agilent.com/en/product/chemical-standards

Q:

La contamination est-elle toujours un problème dans les laboratoires ?

R :

Oui, la contamination pose toujours des problèmes dans l'analyse élémentaire. Évidemment, c'est davantage un problème avec des techniques très sensibles telles que l'ICP-MS, mais la contamination a aussi un impact en ICP-OES. Cela peut venir de plusieurs sources.

De mauvaises pratiques de laboratoire peuvent causer des problèmes de contamination, en particulier si vous recherchez des analytes à l'état de traces dans votre échantillon. Par exemple, vous pouvez effectuer une minéralisation acide dans un récipient de micro-ondes. Si vous n'avez pas bien nettoyé le récipient de micro-ondes après l'échantillon précédent, vous aurez un effet mémoire qui contaminera l'échantillon suivant.

Vous pouvez détecter une contamination due à un nettoyage inadéquat en incluant un blanc de préparation dans vos échantillons. Un blanc de préparation est une solution vierge 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.

« Un échantillon inattendu avec une matrice complexe présent dans la séquence d'échantillons peut entraîner une contamination de l'échantillon suivant en raison de l'effet mémoire des éléments très absorbants ou « collants » tels que le bore, le molybdène ou le tungstène. »

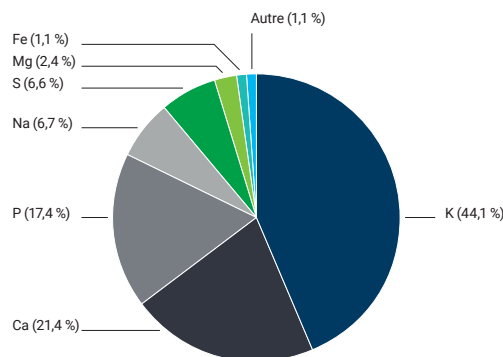
Une contamination peut aussi être introduite par l'échantillon analysé précédemment. Un échantillon inattendu avec une matrice complexe présent dans la séquence d'échantillons peut entraîner une contamination de l'échantillon suivant en particulier avec l'effet mémoire d'éléments très absorbants ou « collants » tels que le bore, le molybdène ou le tungstène. Ces éléments collent aux composants du système d'introduction des échantillons. Ces situations entraînent des résultats erronés dans les échantillons suivants.

Les instruments ICP-OES offrent des moyens d'éviter la contamination d'un échantillon à l'autre. Certains proposent des fonctions de rinçage automatisé qui surveillent le signal pendant les cycles de rinçage. Les instruments ICP-OES 5800 et 5900 incluent une fonctionnalité de rinçage intelligent qui pompe automatiquement une solution de rinçage jusqu'à ce que le signal diminue en dessous du seuil.

L'utilisation de stations de rinçage double aide également à supprimer la contamination provenant d'éléments collants. Une solution de rinçage est composée d'un acide fort ou d'un agent complexant qui enlève les éléments collants du système d'introduction des échantillons. La deuxième solution de rinçage doit avoir la même matrice que celle des échantillons que vous analysez. Des vannes de commutation peuvent également aider à minimiser l'exposition du système d'introduction des échantillons à une matrice échantillon.

Si vous disposez d'un échantillon totalement inconnu, il est utile de procéder à un balayage rapide pour déterminer les éléments présents dans l'échantillon et leurs concentrations.

Les instruments Agilent 5800 et 5900 disposent d'une fonction de screening IntelliQuant qui permet de déterminer rapidement jusqu'à 70 éléments dans une solution. Cela ne prend que 15 secondes par échantillon et vous pourriez découvrir des éléments incompatibles dans l'échantillon. Vous pouvez alors modifier votre méthode pour tenir compte de l'incompatibilité. Vous économiserez des heures de temps perdu à préparer et à re-mesurer des échantillons.



La fonction de screening IntelliQuant des instruments ICP-OES Agilent peut déterminer la concentration relative des éléments présents dans un échantillon en seulement 5 secondes.

Q:

Vous avez mentionné que des erreurs de préparation d'échantillons peuvent être une source d'erreurs. Que peut-on faire à ce sujet ?

R :

L'achat de matériaux de référence certifié (CRM) est parfait pour mettre en évidence les problèmes de préparation d'échantillons (et même les confusions). Il existe de nombreux fournisseurs et ces matériaux sont disponibles dans une large gamme de types de matrices. Vous pouvez généralement en trouver un qui est proche de la matrice de vos échantillons. Par exemple, un matériau de référence de feuille de tomate peut être utilisé pour une gamme de plantes, car il s'agit d'une matrice similaire.

Un matériau de référence doit passer par exactement le même processus de préparation d'échantillons que vos échantillons. Si vous obtenez des résultats correspondant aux résultats certifiés pour chaque élément, alors vous savez que votre processus de préparation d'échantillons est bon et que vos résultats seront exacts.



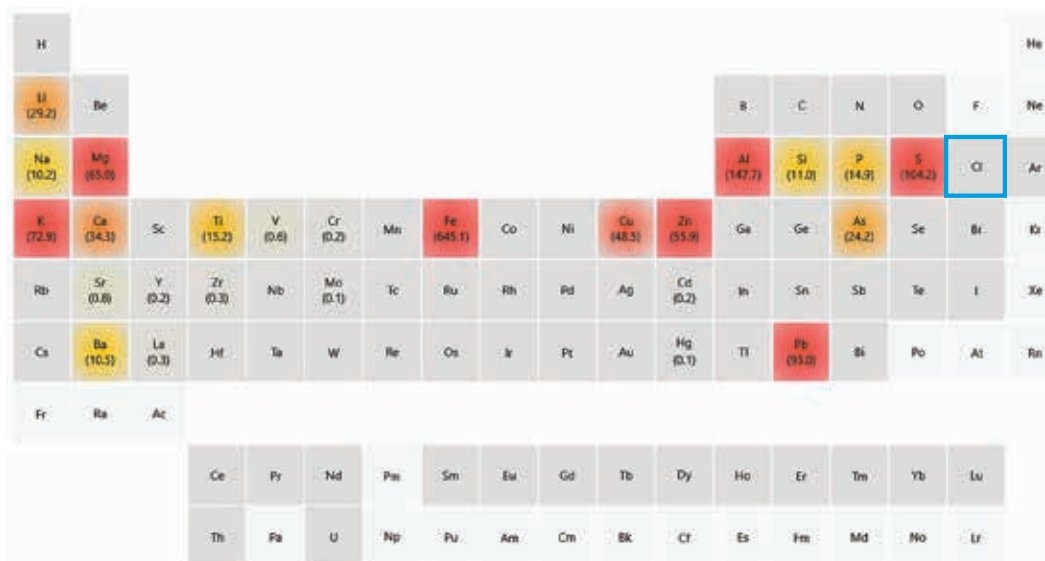
Un deuxième avantage d'utiliser un matériau de référence certifié est de vérifier la qualité de votre étalonnage. Si vous obtenez le bon résultat pour le CRM, alors vous pouvez faire confiance à votre étalonnage.

Les erreurs faites pendant la minéralisation acide sont l'une des principales raisons de re-mesure d'échantillons. Dans ce cas, quelqu'un a oublié d'ajouter un des acides ou a ajouté le mauvais acide. C'est une erreur courante commise par des techniciens débordés.

« Une erreur commise lors de la minéralisation des échantillons constitue une raison fréquente de re-mesure d'échantillons. Un analyste débordé peut facilement oublier d'ajouter un acide ou ajouter le mauvais acide. Il existe un moyen simple pour détecter une telle erreur avant d'avoir de nombreux échantillons à re-mesurer. »

Un bon conseil pour trouver de telles erreurs est de contrôler les éléments qui devraient se trouver dans l'échantillon si la procédure de préparation d'échantillons a été faite correctement. Par exemple, si de l'acide chlorhydrique devait être ajouté, contrôlez alors la teneur en chlore de vos échantillons. Pour l'acide phosphorique, c'est le phosphore et pour l'acide nitrique c'est l'azote qu'il faut contrôler. Si ces éléments n'apparaissent pas dans les résultats ou si leurs teneurs ne sont pas assez élevées, alors vous savez que quelqu'un a oublié d'ajouter l'acide pendant le processus de minéralisation.

Là encore, la fonction IntelliQuant est très utile pour détecter des erreurs de préparation d'échantillons. Elle peut mesurer la concentration d'environ 70 éléments dans un échantillon. Vous pouvez parcourir rapidement le tableau périodique codé par couleur qu'elle produit pour chaque échantillon et voir si les éléments qui auraient dû être apportés par les acides pendant la minéralisation sont présents. En effectuant régulièrement cette opération pour une solution de blanc de préparation au début de votre analyse, vous disposez d'un système d'alerte précoce. S'il n'y a pas de chlore ou de soufre ou tout autre élément qui devrait provenir de l'acide de minéralisation, alors vous pouvez arrêter l'analyse avant de perdre tout votre temps à analyser des échantillons qui ont été mal préparés.



Mince ! Quelqu'un a oublié d'ajouter de l'acide HCl dans l'échantillon pour la minéralisation. La fonction IntelliQuant détermine jusqu'à 70 éléments présents dans un échantillon et affiche les concentrations relatives des éléments sous forme de carte thermique. Les éléments ombrés en rouge ont une forte concentration, ceux en orange ont une concentration moyenne et ceux en jaune ont une concentration faible. Les éléments non ombrés n'ont pas des teneurs détectables dans l'échantillon. Dans ce cas, Cl est manquant, ce qui indique l'absence d'ajout de HCl pendant la préparation de l'échantillon.

La fonction IntelliQuant peut également être utilisée pour résoudre des problèmes de chimie des échantillons. Par exemple, le plomb et le baryum peuvent tous les deux précipiter à partir de la solution lorsqu'il y a une teneur élevée en soufre dans un échantillon. Le soufre est couramment ajouté sous forme d'acide sulfurique pour minéraliser l'échantillon. Le précipité apparaît au fond du récipient et n'est pas aspiré dans le plasma. Cette solution entraîne des résultats médiocres pour ces deux éléments. Si vous obtenez de faibles recouvrements pour le plomb et le baryum pour vos échantillons de matériaux de référence certifiés, alors vous pouvez utiliser la fonction IntelliQuant pour résoudre les problèmes. Si elle montre des teneurs élevées en soufre et des teneurs basses en plomb et en baryum – voici votre problème.

Les fournisseurs de matériaux de référence standard disposent de beaucoup d'informations à propos des incompatibilités chimiques. Vous pouvez utiliser ces informations pendant le développement de méthodes ou si vous devez résoudre des problèmes liés aux résultats.



Periodic Table Details Graph(Pie) Graph(Bar)

Ba and Pb 1 ppm H2SO4 1%

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S (+1000)	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	Mu	Tu	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba (0.8)	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb (0.7)	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	Ac															
		Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
		Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr		

Des teneurs élevées de soufre provoquent la précipitation du sulfate de baryum et du sulfate de plomb, ce qui entraîne des résultats erronés pour le baryum et le soufre.

Q:

Qu'en est-il des confusions d'échantillons ?
Comment pouvez-vous les éviter ?

R :

Les confusions d'échantillons se produisent le plus souvent lorsque vous les placez dans un portoir du passeur automatique d'échantillons. La confusion des portoirs lors de leur chargement dans le passeur automatique peut également être un problème.

L'utilisation d'un système de code-barres pour les échantillons peut aider à minimiser les confusions. En plaçant un code-barre sur un tube à essai d'échantillon au tout début de sa préparation, puis en utilisant le même tube à essai tout au long de la préparation jusqu'à l'analyse, vous pouvez minimiser les confusions d'échantillons. Le logiciel ICP Expert est compatible avec les lecteurs de code-barres. Il aide à réduire les confusions d'échantillons qui mènent ensuite à la re-mesure des échantillons. L'utilisation de solutions QC et d'échantillons dupliqués dans votre analyse peut aussi aider.

Certains laboratoires ont commencé à procéder à la minéralisation des échantillons dans le même tube à essai que celui qu'ils utilisent ensuite dans le passeur automatique. Ils utilisent un système de minéralisation micro-ondes ou à bloc chauffant, transférant le tube dans lequel l'échantillon a été minéralisé directement dans les portoirs du passeur automatique. Cela élimine une étape de transfert d'échantillon et réduit les risques de confusion. Si le tube de minéralisation comporte un code-barre, vous pouvez le transférer directement dans le portoir du passeur automatique et ajouter automatiquement l'échantillon à la séquence.



Q:

Les échantillons ayant une matrice complexe ont longtemps été difficiles à analyser avec la plupart des techniques atomiques. Quelles sont les innovations qui vous ont facilité les choses ?

R :

Les analystes doivent souvent procéder à la minéralisation d'une grande quantité d'un échantillon pour obtenir de bons recouvrements au niveau des traces des éléments présents dans cet échantillon. Les traces de mercure dans des échantillons alimentaires ou des traces d'or dans des échantillons minéraux en sont un bon exemple. Cette approche peut entraîner une teneur en solides dissous de l'échantillon supérieure à 20 %. Ces sels peuvent causer des ravages sur le système d'introduction des échantillons et sur la torche d'un ICP-OES car ils s'accumulent et causent des bouchages.

La torche verticale est le plus grand changement qui a été fait sur l'instrument ICP-OES pour faciliter l'analyse de ces échantillons ayant une matrice complexe. Une torche horizontale souffrira rapidement de l'accumulation de sels lors de l'aspiration d'échantillons ayant une matrice complexe. Les torches verticales sont bien plus résistantes à ce problème.

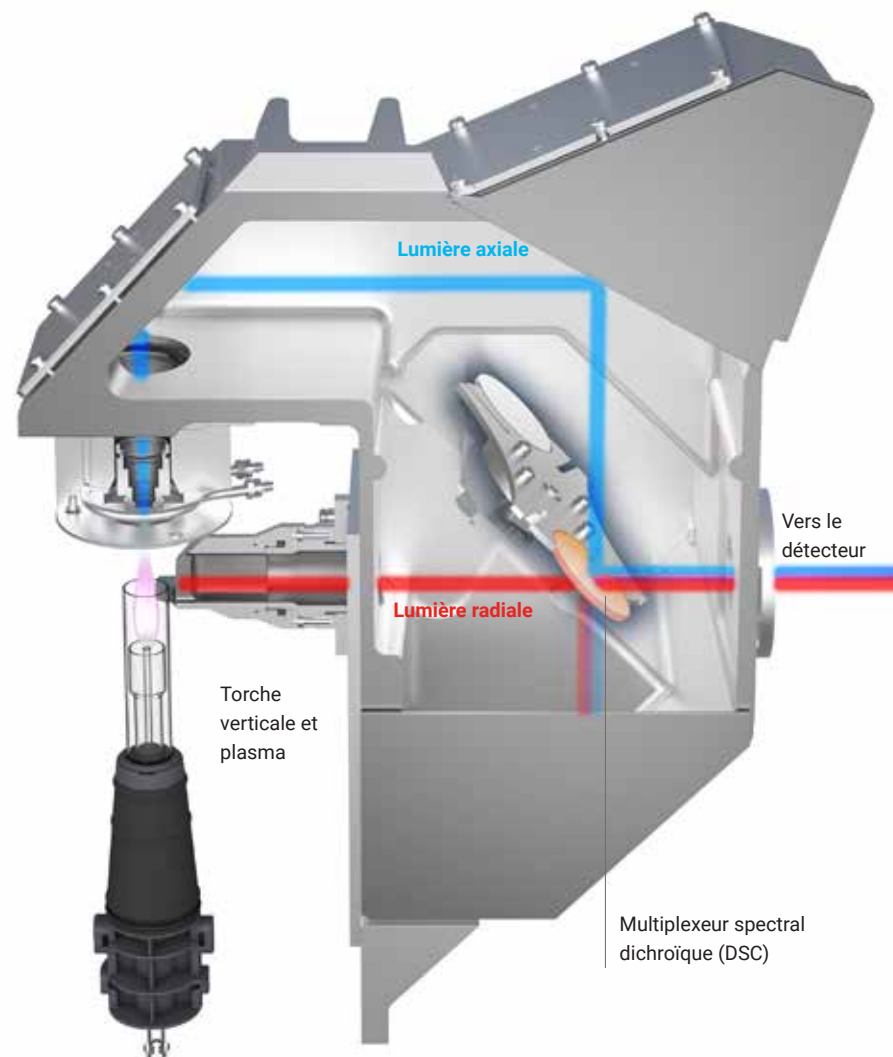
La plupart des instruments ICP-OES sont actuellement disponibles en double visée. Vous pouvez choisir d'utiliser une visée axiale de la torche ou une visée radiale, en fonction de l'élément que vous recherchez. Une visée axiale capturera la lumière en regardant vers le bas le long du plasma. Une visée radiale capturera la lumière sur le côté à partir du plasma. Une visée radiale est préférable pour les éléments qui émettent beaucoup de lumière ou qui sont susceptibles d'être très concentrés. Inversement, une visée axiale capturera le plus de lumière d'éléments peu émetteurs ou à l'état de traces. Le problème est que le changement de visées pendant une analyse peut faire perdre du temps à l'analyse. Nous avons corrigé cela grâce à une conception optique intelligente, introduite pour la première fois dans notre instrument 5100 et maintenant présente dans notre instrument 5900.



« Le plus grand changement sur l'instrument ICP-OES qui facilite l'analyse de ces échantillons avec une matrice complexe est la torche verticale, avec l'option de visée radiale ou axiale. Une torche horizontale souffrira rapidement de l'accumulation de sels lors de l'aspiration d'échantillons ayant une matrice complexe. Les torches verticales sont bien plus résistantes à ce problème. »

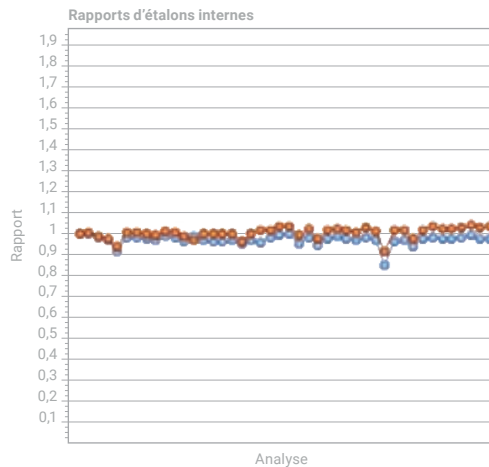
Nous avons inventé un composant optique spécial appelé le multiplexeur spectral dichroïque. Il a été inclus dans notre instrument 5110 et est présent en standard dans notre instrument 5900. Ce composant peut capturer la lumière en visées axiale et radiale simultanément (voir figure ci-contre). Lorsque vous configurez l'analyse, l'instrument sélectionne automatiquement la visée du plasma à utiliser pour chaque élément sélectionné. Supposons, par exemple, que vous analysiez des éléments abondants tels que le potassium et le sodium, ainsi que du magnésium et du bore à l'état de traces. Cette situation est courante pour les échantillons agricoles. L'instrument 5900 sélectionne automatiquement une visée radiale pour la mesure du potassium et du sodium, et une visée axiale pour les éléments à l'état de traces.

La fonction screening IntelliQuant d'Agilent est également utile dans cette situation. Vous pouvez l'utiliser pour analyser rapidement des échantillons pour savoir quels éléments sont présents dans l'échantillon, et dans quelles proportions. Vous pouvez ensuite ajuster votre méthode ou diluer l'échantillon pour résoudre des problèmes tels que des échantillons plus concentrés que votre gamme d'étalonnage.



L'instrument ICP-OES Agilent 5900 comprend un composant optique spécial, le multiplexeur spectral dichroïque (DSC), en orange sur le schéma. Il permet de mesurer simultanément les émissions des visées axiales et radiales du plasma. Cette approche représente un gain de temps considérable par rapport à la mesure de chacune des vues séparément.

« Si vous oubliez de remplir un flacon d'étalon interne, la surveillance de l'étalon interne mettra en évidence ce problème. »



Surveillez tous vos étalons internes en direct via un affichage graphique afin de comprendre rapidement ce qu'il se passe dans votre échantillon. Dans cet exemple, nous observons la surveillance de 2 étalons internes (trait rouge = Sc, trait bleu = Y) pendant une analyse - la baisse de la courbe de tendance sous le rapport de 1 indique une atténuation du signal éventuelle qui alerte l'opérateur qu'une correction par étalonnage interne sera nécessaire pour cet échantillon.

Des étalons internes sont couramment utilisés avec des échantillons ayant une matrice complexe. C'est particulièrement le cas si vos étalons ne correspondent pas à la matrice de vos échantillons. En surveillant les résultats des étalons internes, le logiciel corrige automatiquement les résultats de votre échantillon à la recherche de toute suppression du signal causée par des échantillons ayant une matrice complexe.

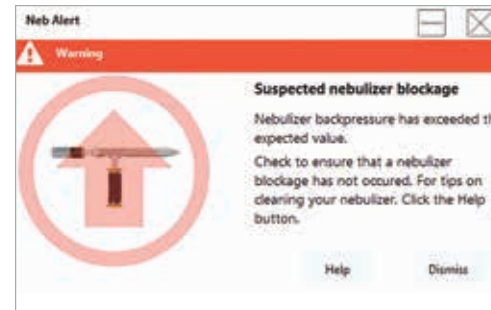
Les instruments Agilent 5800 et 5900 disposent d'une fonction qui surveille et affiche la tendance des émissions de l'étalon interne au cours d'une analyse. Si vous

constatez que l'émission de l'étalon interne diminue, vous savez alors que le signal est atténué par les échantillons ayant une matrice complexe. Vous pouvez choisir de recourir à la correction automatisée par étalonnage interne ou vous pouvez diluer l'échantillon pour réduire l'atténuation.

La surveillance de l'étalon interne est également idéale pour les analystes débordés qui jonglent avec plusieurs fonctions à la fois. Lorsqu'on se trouve dans un environnement chargé et stressant, il est facile d'oublier d'effectuer les plus petites tâches. Il est concevable que vous oubliiez de remplir le flacon de l'étalon interne. Si l'étalon interne est épuisé, le suivi de l'étalon interne montre une baisse.

Nous avons également introduit une autre fonction appelée le formatage conditionnel des observations aberrantes (OCF). En utilisant cette fonction, vous pouvez définir une valeur seuil pour les résultats de l'étalon interne, tous les résultats en dehors de ce seuil étant immédiatement signalés.

Les échantillons ayant une matrice complexe peuvent provoquer un dépôt de particules cristallines sur les composants du système d'introduction des échantillons. Ces cristaux conduisent progressivement à des bouchages et réduisent le signal analytique. Les nébuliseurs bouchés peuvent entraîner une panne du système ICP-OES et nécessiter ensuite une re-mesure des échantillons. La fonctionnalité « Neb Alert » présente dans les instruments Agilent 5800 et 5900 utilise des capteurs intelligents qui surveillent la pression de l'argon dans le nébuliseur. L'analyste est alerté s'il y a un bouchage du nébuliseur.



Une fuite du tuyau de gaz de nébulisation déclenche également une alerte.

Nous avons aussi intégré des solutions intelligentes aux instruments Agilent 5800 et 5900 qui facilitent une nouvelle fonctionnalité appelée informations relatives à la maintenance prévisionnelle (EMF). Cette fonctionnalité permet de définir des alertes pour l'instrument en fonction de son utilisation.

Elle permet de définir des alertes pour prévenir l'analyste lorsqu'il doit :

- nettoyer la torche, la chambre de nébulisation, le nébuliseur ;
- remplacer les tuyaux de la pompe ;
- nettoyer/changer la fenêtre de la pré-optique ;
- nettoyer la vanne de commutation ;
- effectuer l'étalonnage en longueurs d'onde.

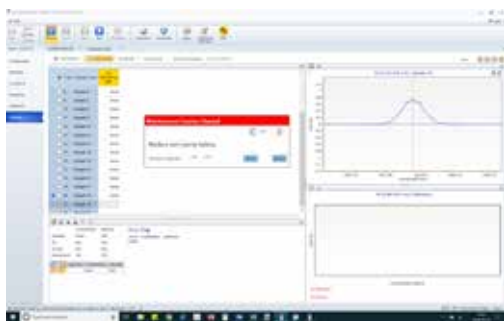
Ces alertes sont basées sur l'utilisation plutôt que sur des intervalles définis, vous permettant ainsi d'optimiser votre calendrier de maintenance.

Q:

Qu'offrent les autres instruments modernes de surveillance intégrée pour faire économiser du temps aux laboratoires ?

R :

La plupart des laboratoires effectuent un nettoyage et une maintenance des instruments en fonction d'un calendrier afin de réduire le nombre d'erreurs du contrôle-qualité. Toutefois, pour les laboratoires gérant un nombre d'échantillons variable, cela pourrait signifier de nettoyer après seulement 100 échantillons dans une semaine. Pour un laboratoire gérant des volumes importants, cela pourrait signifier de nettoyer après avoir mesuré 5 000 échantillons dans une semaine. Il est nettement préférable de programmer une maintenance en fonction de l'utilisation, comme pour l'entretien d'une voiture.



Les instruments ICP-OES Agilent 5800 et 5900 disposent d'une fonctionnalité intelligente de suivi de l'état de l'instrument. Vous êtes invité à effectuer des activités de maintenance en fonction de nombre d'échantillons que vous définissez comme seuil.



Q:

Les échantillons se trouvant hors de la gamme d'étalonnage sont un autre problème qui existe depuis longtemps. Existe-t-il quelque chose de nouveau qui peut vous aider ?

R :

En règle générale, un analyste confronté à un échantillon hors gamme doit le diluer et répéter l'analyse. Si vous analysez de nombreux échantillons inconnus ou atypiques, vous risquez de perdre beaucoup de temps à diluer et à répéter l'analyse des échantillons.

Les instruments modernes d'ICP-OES vous permettent généralement de sélectionner plusieurs raies d'émission pour les éléments que vous mesurez. Comme je l'ai mentionné plus haut, il s'agit d'une bonne pratique pour toutes les méthodes. Si la raie d'émission concernée est saturée, vous pouvez basculer sur une raie moins sensible pour cet analyte. Vous évitez alors d'avoir besoin de diluer l'échantillon. Vous devez analyser un étalon supérieur, pour vérifier la linéarité, mais vous gagnez du temps, car vous n'avez pas besoin de diluer puis de répéter l'analyse de l'échantillon.

Encore une fois, notre fonction IntelliQuant est vraiment rentable dans ce cas. L'utilisation Screening d'IntelliQuant pour prévisualiser des échantillons vous permet de déterminer rapidement s'il y a des concentrations élevées de certains éléments. Vous pouvez alors choisir de diluer un échantillon avant de l'analyser, ou vous pouvez basculer sur une raie moins sensible pour cet élément. IntelliQuant recommande la longueur d'onde à utiliser en fonction de ce qu'elle trouve dans l'échantillon.

Il existe des diluteurs automatiques tels que l'ESI prepFAST qui diluent automatiquement un échantillon s'il se trouve en dehors de la gamme. Si l'instrument signale qu'un échantillon est en dehors de la gamme, le prepFAST inclut automatiquement cet échantillon à la fin de l'analyse, dilué avec une quantité appropriée pour le ramener dans la gamme d'étalonnage. Si vous avez utilisé IntelliQuant pour déterminer la concentration estimée en éléments dans l'échantillon, vous pouvez définir un niveau de dilution prédéterminé. Si vous devez diluer et re-mesurer des échantillons de nombreuses fois, ces systèmes peuvent rapidement être rentabilisés.



« Si la raie d'émission concernée est saturée, vous pouvez basculer sur une raie moins sensible pour cet analyte et éviter d'avoir à diluer. »

Quel ICP-OES répond le mieux à vos besoins?



ICP-OES Agilent 5800

Le système 5800 dispose d'un écosystème de capteurs embarqués, de processeurs puissants avec des algorithmes intelligents et des diagnostics qui identifient les problèmes susceptibles d'avoir une incidence sur les résultats, préviennent une maintenance et automatisent la résolution des problèmes. Travaillant toujours dans l'ombre, le 5800 pense comme un expert, et peut faire des recommandations et résoudre des problèmes avant qu'ils ne surviennent. Cette fonctionnalité intelligente réduit le nombre d'échantillons que vous avez à re-mesurer et vous permet d'avoir plus confiance dans vos résultats.

En savoir plus : www.agilent.com/chem/5800icpoes

ICP-OES Agilent 5900

Le système 5900 comprend les fonctionnalités intelligentes du 5800, mais offre le temps de mesure d'un échantillon le plus rapide de tous les systèmes ICP-OES, vous permettant d'augmenter votre chiffre d'affaire. La rapidité de mesure d'un échantillon permet une utilisation minimale d'argon, générant plus de chiffre d'affaire pour votre laboratoire et des résultats que vous pouvez partager en toute confiance avec vos clients.

En savoir plus : www.agilent.com/chem/5900icpoes

En savoir plus :

www.agilent.com/chem/

Pour acheter en ligne :

www.agilent.com/chem/store

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

community.agilent.com

États-Unis et Canada

1-800-227-9770

agilent_inquiries@agilent.com

Europe

info_agilent@agilent.com

Asie et Pacifique

inquiry_lsca@agilent.com

Ces renseignements peuvent être modifiés sans préavis.