

Cônes d'interface d'ICP-MS Agilent



Comparaison concurrentielle

Les spectromètres de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) utilisent une technologie innovante pour offrir sensibilité, précision, simplicité d'utilisation et productivité. Les systèmes ICP-MS quadripolaires Agilent 7800 et 7900 présentent une excellente tolérance aux matrices, ainsi qu'une gamme dynamique très large, et permettent l'élimination efficace des interférences des éléments à l'état de traces dans la plupart des applications. Le système ICP-MS triple quadripôle Agilent 8900 (ICP-QQQ) dispose en plus du fonctionnement MS/MS, offrant un contrôle précis des procédés de la cellule de réaction pour garantir les résultats les plus cohérents et les plus justes. Cela permet de résoudre les interférences qui dépassent la capacité des systèmes ICP-MS simple quadripôle traditionnels et des ICP-MS haute résolution à secteur magnétique.

La conception de l'interface entre la source de plasma et le vide est essentielle pour les performances globales de tout ICP-MS. Pour obtenir d'excellents résultats, des cônes d'interface d'excellente qualité sont les principaux éléments contribuant à la sensibilité et à la stabilité d'un système ICP-MS. La gamme Agilent de cônes d'interface à pointe en nickel (Ni) et en platine (Pt) fournit le degré de performance requis par nos systèmes ICP-MS simple quadripôle et triple quadripôle (figures 1 et 2).



Figure 1. Cône échantillonneur Agilent en Ni avec base en cuivre.



Figure 2. Cône écrêteur Agilent en Ni.

Facteurs de performance des cônes d'interface

La pointe et l'orifice des cônes d'interface doivent avoir des dimensions exactes et précises pour garantir la sensibilité de l'instrument. Le matériau du cône doit être suffisamment pur afin d'éviter un bruit de fond et une contamination élevés. La masse de chaque cône doit être contrôlée et constante pour garantir la bonne température de fonctionnement au niveau de la pointe, ainsi que la stabilité à long terme du signal.

À cause de ces facteurs, les performances des cônes d'interface provenant de différents fabricants peuvent varier de manière importante, ce qui peut nuire à la précision et à la fiabilité des résultats d'ICP-MS. Les problèmes de performances typiques peuvent inclure :

- Une faible sensibilité, qui entraîne des limites de détection plus élevées.
- Une augmentation du bruit de fond, qui dégrade la concentration équivalente au bruit de fond (BEC).
- Une dérive de l'instrument au cours de l'analyse d'un lot d'échantillons, qui peut entraîner des erreurs du contrôle qualité et requérir un réétalonnage et des répétitions d'analyses des échantillons.
- Une augmentation des besoins en nettoyage en raison d'un dépôt excessif de matrice sur le cône, pouvant augmenter le temps d'indisponibilité de l'instrument et réduire la productivité du laboratoire.
- Une réduction de la durée de vie des cônes, qui augmente le coût des analyses et nuit à la rentabilité du laboratoire.

Cette présentation compare les cônes d'interface (échantillonneurs et écrêteurs) de différents fournisseurs, en soulignant les aspects essentiels pour les performances analytiques de l'ICP-MS.

Développement des cônes d'interface Agilent

L'interface ICP-MS comprend un stade de vide décroissant par palier situé entre une paire de plaques métalliques coniques appelées cônes d'interface (figure 3). Les cônes d'interface échantillonnent les ions produits dans le plasma d'argon à pression atmosphérique et les transmettent à travers les lentilles d'extraction, qui transmettent les ions chargés positivement dans le spectromètre de masse à vide faible. Les premier et deuxième cônes sont appelés respectivement cône échantillonneur et cône écrêteur.

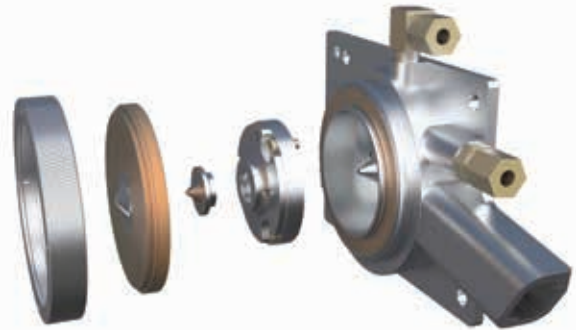


Figure 3. Zone de l'interface d'un système ICP-MS Agilent avec les cônes d'interface (échantillonneur et écrêteur) et la base du cône écrêteur.

Puisque ce sont des pièces essentielles pour les performances de l'ICP-MS, les cônes d'interface Agilent sont conçus et fabriqués selon des spécifications strictes. Les cônes sont rigoureusement testés pour garantir la plus grande qualité, optimiser les performances de l'instrument et assurer la reproductibilité d'un lot à l'autre.

S'appuyant sur plus de 30 ans d'expérience en fabrication de systèmes ICP-MS, les ingénieurs d'Agilent conçoivent les cônes d'interface en même temps que les lentilles d'extraction pour augmenter la transmission ionique et améliorer la tolérance aux matrices. Les dimensions de l'orifice des cônes et la géométrie de leur pointe sont optimisées et étroitement contrôlées. Nos cônes en nickel standard ou à pointe en platine optionnelle sont fabriqués à partir de matériaux très purs pour réduire le bruit de fond et garantir la compatibilité et la stabilité pendant leur utilisation dans des conditions de plasma fortement acides et à haute température.

Production des cônes d'interface Agilent

La production de cônes d'ICP-MS est un procédé complexe qui implique de fabriquer le cône avec les tolérances les plus strictes et, lorsque plusieurs alliages sont utilisés, de fixer de manière permanente la pointe au matériau de la base du cône.

Les cônes Agilent sont produits par des techniciens expérimentés utilisant des équipements de pointe. Des tours, des fraises et un usinage par électroérosion sont utilisés pour garantir que tous les cônes respectent nos spécifications strictes.

Une fixation sûre et précise de la pointe fait partie intégrante de la conception. Elle est obtenue par soudage par faisceau d'électrons afin de garantir un contact permanent entre la pointe et le matériau de la base.

Une analyse externe de toutes les matières premières à base de platine est effectuée pour garantir que la pureté du matériau respecte les spécifications Agilent. Des échantillons analytiques des matériaux de Pt et Ni de chaque lot sont conservés pour des inspections ultérieures. La traçabilité complète de chaque cône usiné est assurée avec le numéro de série jusqu'à la matière première et tout au long des procédés de fabrication, comprenant la chaîne de contrôle complète.

Enfin, la qualité de 100 % des cônes est inspectée avant expédition.

Méthodologie des tests des cônes d'interface

Les résultats dans cette présentation sont basés sur des tests effectués en 2018 au Centre de technologie et d'innovation en spectroscopie d'Agilent à Melbourne en Australie. L'équipe de recherche et développement des instruments d'ICP-MS Agilent située à Hachioji au Japon (figure 4) a également participé à cette évaluation.

Les tests ont été réalisés sur un système ICP-MS 7900 de série équipé de lentilles x (figure 5). Les tests de qualification de ce système ont été effectués à l'aide de tests standard d'usine et d'installation d'instrument.



Figure 5. Un système ICP-MS simple quadripôle Agilent 7900 a été utilisé pour tester les performances des cônes échantillonneurs et des cônes écrêteurs.



Figure 4. Centres Agilent à Melbourne en Australie (à gauche) et à Hachioji, Tokyo, au Japon (à droite).

La comparaison a porté sur des cônes échantillonneurs et écrêteurs en Ni standard pour système ICP-MS 7900, car ces types de cônes sont les plus fréquemment utilisés dans les applications d'ICP-MS de routine. Chaque cône échantillonneur et écrêteur a été testé par paire provenant d'un même fournisseur. Les pièces ont été achetées auprès de fabricants du monde entier qui fournissent des cônes pour les instruments d'ICP-MS Agilent. Afin de garantir que les résultats étaient représentatifs du degré de performance fourni et pour vérifier la reproductibilité, plusieurs cônes provenant de chaque fabricant ont été obtenus et testés analytiquement. De plus, l'effet des tolérances de fabrication sur les performances instrumentales a été évalué. Les cônes d'interface testés dans cette étude comparative sont indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1. Cônes d'interface testés dans cette étude comparative.

Fournisseur	Type de cône	Quantité	Numéros de série
Agilent	Échantillonneur en Ni	5	FE760, FF092, FF068, FF070, FE785
	Écrêteur en Ni	5	EL568, EV784, FA648, FB975, GE895
Concurrent E	Échantillonneur en Ni	3	85864, 85867, 85868
	Écrêteur en Ni	3	87640, 87641, 90112
Concurrent G	Échantillonneur en Ni	5	S281859, S281855, S281849, S281854, S281848
	Écrêteur en Ni	5	S281928, S281931, S281952, S281929, S281934
Concurrent I	Échantillonneur en Ni	3	74537, 74538, 74539
	Écrêteur en Ni	3	74534, 74535, 74536
Concurrent S	Échantillonneur en Ni	1	Ni72280
	Écrêteur en Ni	1	Ni71833

Tous les cônes ont été soumis à une inspection qualité à la livraison et leurs emballages ont été comparés. Dans le cadre de l'inspection qualité, le poids et les dimensions critiques de chaque cône ont été mesurés et comparés avec ceux des cônes Agilent d'origine.

Des paires de cônes d'interface ont été testées sur le système ICP-MS 7900 et comparées par rapport aux critères de performances publiés indiqués dans le tableau 2. Les paramètres d'instrument utilisés pour les tests de performance sont indiqués dans le tableau 3.

Tableau 2. Spécifications et critères des tests de performance du système ICP-MS 7900 par rapport auxquels les paires de cônes d'interface sont comparées.

Spécification (unités)	Élément (m/z)	Spécifications d'usine du 7900	Performances typiques du 7900
Sensibilité (Mcps/ppm)	Li (7)	> 55	> 140
	Co (59)	-	> 400
	Y (89)	> 320	> 600
	In (115)	-	> 700
	Tl (205)	> 250	> 520
	U (238)	-	> 720
Bruit de fond (cps)	(9)	< 1	< 0,3
Limites de détection (ppt)	Be (9)	< 0,2	< 0,05
	In (115)	< 0,05	< 0,02
	Bi (209)	< 0,08	< 0,02
Taux d'oxyde (%)	(156/140)	< 1,5	< 1,8
Taux d'éléments doublement chargés (%)	(70/140)	< 3	< 2,5
Stabilité à court terme [20 minutes] (RSD en %)	Li (7), Y (89), Tl (205)	< 2,0	< 1,0
Stabilité à long terme [2 heures] (RSD en %)	Li (7), Y (89), Tl (205)	< 3,0	< 1,2

Tableau 3. Paramètres d'instrument utilisés pour tester les cônes d'interface en Ni sur le système ICP-MS Agilent 7900 avec une lentille x.

	Sensibilité	Sensibilité Profil du taux d'oxyde	Bruit de fond	Stabilité du signal à court terme	Stabilité du signal à long terme
Préréglage du plasma	Matrice faible	S.o.	Matrice faible	Matrice faible	Matrice faible
Mode ORS	Sans gaz	S.o.	Sans gaz	Sans gaz	Sans gaz
Réglage de la lentille ionique	Autotune	S.o.	Autotune	Autotune	Autotune
Solution	Solution de réglage 1 ppb Réf. 5185-5959	Solution de réglage 1 ppb Réf. 5185-5959	Eau ultrapure	Solution de réglage 1 ppb Réf. 5185-5959	Solution de réglage 1 ppb Réf. 5185-5959
Masse mesurée	⁷ Li, ⁵⁹ Co, ⁸⁹ Y, ¹¹⁵ In, ¹⁴⁰ Ce, ²⁰⁵ Tl, ²³⁸ U, ⁷⁰ Ce ⁺⁺ , ¹⁵⁶ CeO	¹⁴⁰ Ce, ¹⁵⁶ CeO	Spectre complet	⁷ Li, ⁹ Bkgd, ⁵⁹ Co, ⁸⁹ Y, ¹⁴⁰ Ce, ²⁰⁵ Tl	⁷ Li, ⁹ Bkgd, ⁵⁹ Co, ⁸⁹ Y, ¹⁴⁰ Ce, ²⁰⁵ Tl
Méthode	Rapport de réglage de suivi du signal	Correction du plasma	Analyse semi-quantitative	Lot – 20 minutes	Lot – 2 heures

Les cônes ont été testés à la livraison, puis de nouveau après conditionnement selon la procédure recommandée pour les laboratoires environnementaux avec matrice d'échantillons élevée. Le tableau 4 indique la procédure de conditionnement utilisée.

Tableau 4. Procédure de conditionnement des cônes.

Étape	Solution	Conditions	Durée
1	Solution de contrôle des interférences 6020 A à 10 % (v/v) (réf. 5188-6526) diluée avec de l'eau ultrapure	Mode de plasma pré-réglé « Usage général »	30 minutes
2	Rinçage avec HNO ₃ à 5 % (v/v)		10 minutes

Résultats et discussion

Emballage

L'emballage des cônes Agilent est conçu pour protéger intégralement les cônes pendant le transport (figure 6). Cet emballage comporte des inserts en mousse sur mesure qui empêchent les cônes de bouger et éliminent tout contact avec la pointe fragile du cône. Un emballage en carton biodégradable à rabat est utilisé, avec un fermoir magnétique et une protection par un sceau Agilent inviolable pour le transport. Cette conception :

- Permet un étiquetage clair et visible, simplifiant l'identification du type de cône avec indication de la référence, de la description et du numéro de série sur l'étiquette.
- Permet d'enlever facilement les cônes de l'emballage, réduisant le risque que les cônes se coincent dans le matériau d'emballage, se détériorent ou tombent pendant le déballage.
- Permet un stockage sûr et durable des cônes usagés.
- Réduit le risque d'endommager les cônes en les protégeant mieux pendant le transport et en empêchant le paquet de rouler.

Un sachet de gel de silice déshydratant est inclus dans la boîte. Il est séparé physiquement de la surface du cône et prévient les dommages dus à l'humidité pendant le transport ou le stockage (ce risque est plus important dans les environnements humides).

Les instructions relatives aux procédures recommandées pour la manipulation et le conditionnement sont également incluses dans la boîte pour référence ultérieure.

L'emballage utilisé pour les cônes du concurrent G est un emballage similaire, incluant un sachet de déshydratant, et offre plusieurs des mêmes avantages (figure 7). L'emballage du concurrent G inclut un tiroir coulissant réutilisable, mais il est exempt de tout sceau inviolable. De plus, aucune instruction concernant la manipulation ou le conditionnement n'est fournie.



Figure 6. L'emballage utilisé pour les cônes échantillonneurs (en haut) et les cônes écrêteurs (en bas) d'Agilent garantit une excellente protection pendant le transport.

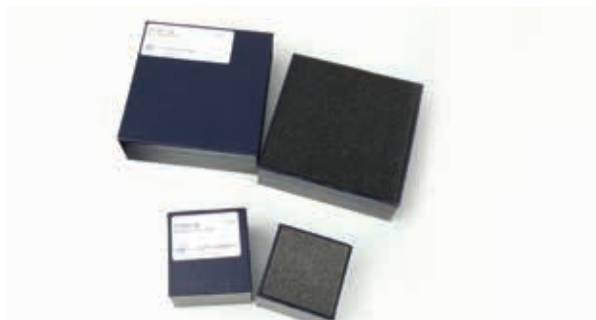


Figure 7. L'emballage utilisé pour les cônes échantillonneurs (en bas à droite) et les cônes écrêteurs (en bas à gauche) du concurrent G fournit une protection similaire pendant le transport.

L'emballage utilisé pour les cônes du concurrent E est une boîte cylindrique en plastique contenant des inserts en mousse (figure 8). Cette forme rend le stockage plus difficile, car les boîtes ne peuvent pas être empilées sur une étagère, contrairement aux boîtes rectangulaires ordinaires. Ces boîtes peuvent également tomber et rouler plus facilement pendant le transport. La boîte cylindrique en plastique est emballée dans une boîte en carton, probablement pour résoudre ce problème, mais cela se traduit par un emballage supplémentaire et donc des déchets supplémentaires. De plus, il n'y avait pas de sachet de déshydratant dans l'emballage et aucune instruction sur la manipulation ou le conditionnement n'était fournie dans le paquet.



Figure 8. Emballage constitué d'une boîte cylindrique en plastique utilisé pour les cônes échantillonneurs (en bas à gauche) et les cônes écrêteurs (en bas à droite) du concurrent E.

L'emballage utilisé pour les cônes des concurrents I et S était équivalent, avec une boîte en carton rectangulaire pour le cône échantillonneur et une boîte cylindrique en plastique pour le cône écrêteur. La boîte du cône échantillonneur ne dispose pas d'inserts en mousse sur mesure. Le cône peut donc se déplacer à l'intérieur de l'emballage qui est plus grand (figure 9). La mousse est en contact direct avec la pointe. Cela augmente les risques d'endommager le cône échantillonneur pendant le transport, la protection contre les manipulations brutales étant réduite.



Figure 9. Le cône échantillonneur des concurrents I et S est emballé sans fixation dans un insert en mousse à l'intérieur d'une boîte en carton, ce qui implique que le cône peut être endommagé lors des manipulations brusques.

Aucun sceau inviolable n'est utilisé et aucun sachet de déshydratant n'est inclus. La figure 10 montre que les cônes échantillonneurs sont susceptibles d'être endommagés par l'humidité avant la livraison.

Une fois encore, comme avec tous les autres cônes non Agilent, aucune instruction sur la manipulation ou le conditionnement n'était fournie dans la boîte.



Figure 10. Dommages causés par l'humidité sur des cônes échantillonneurs du concurrent I.

Inspection qualité des cônes d'interface à la livraison

Marquage

Les cônes Agilent sont estampillés avec la marque Agilent, un indicateur du type de matériau (N = pointe en Ni, P = pointe en Pt). La référence est également indiquée, ce qui facilite l'identification et le renouvellement des commandes. Un numéro de série unique est aussi indiqué, garantissant une traçabilité complète jusqu'à la date de fabrication et aux lots de matériaux utilisés (figures 1 et 2). La qualité de 100 % des cônes est inspectée avant expédition.

En général, les cônes d'autres fournisseurs suivent des conventions de marquage équivalentes, notamment pour le nom du fabricant, la référence et le numéro de série, à l'exception des cônes des concurrents I et S, qui ne portent aucune identification du fabricant.

Poids et dimensions

Chaque cône a été pesé à la livraison avec une balance analytique étalonnée à quatre décimales. Les poids des cônes échantillonneurs et des cônes écrêteurs sont différenciés par le fabricant, ce qui indique que les méthodes de fabrication sont différentes (figures 11 et 12). Il est à noter que tous les cônes non Agilent se situent en dehors de la gamme de poids des cônes Agilent. Par conséquent, il est fort possible que les cônes non Agilent fonctionnent à des températures différentes dans un environnement de plasma, entraînant des performances et une durée de vie différentes.

Les dimensions des orifices de tous les cônes ont été mesurées sous un microscope avec un réticule gradué et comparées avec celles des cônes Agilent. Parmi les cônes

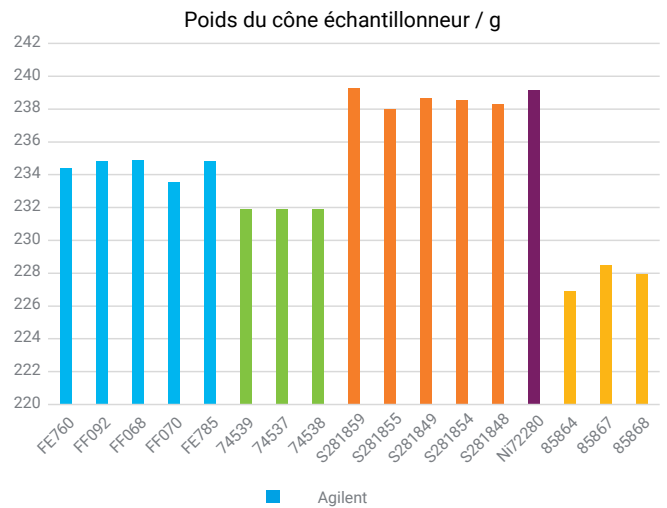


Figure 11. Comparaison du poids des cônes échantillonneurs à la livraison.

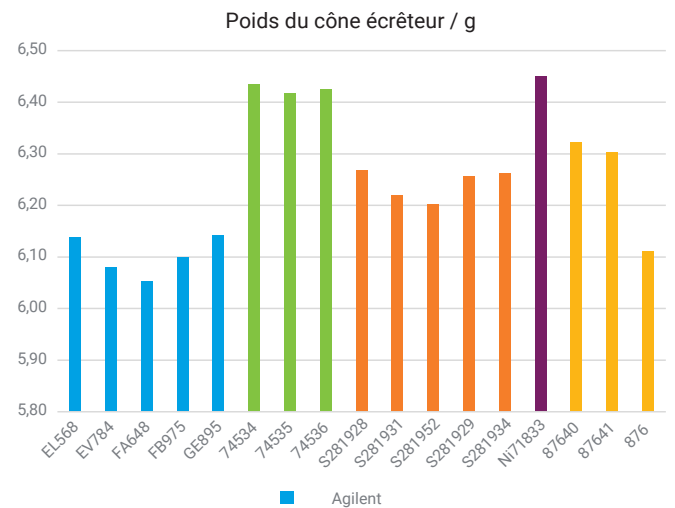


Figure 12. Comparaison du poids des cônes écrêteurs à la livraison.

échantillonneurs, deux sur trois provenant du concurrent I et un sur cinq provenant du concurrent G avaient un orifice sous-dimensionné. On peut s'attendre à ce que les cônes échantillonneurs ayant un orifice sous-dimensionné présentent une sensibilité plus faible. Les dimensions et les tolérances de l'orifice des cônes écrêteurs sont encore plus importantes pour les performances du système ICP-MS. Parmi les cônes écrêteurs, deux des cônes provenant du concurrent G et tous ceux provenant des concurrents I, E et S avaient un orifice trop petit. Là encore, on peut s'attendre à ce que cela réduise la sensibilité et rende également les cônes plus susceptibles de se boucher et d'entraîner de l'instabilité.

Le diamètre de la pointe sur la face arrière du cône échantillonneur est nettement plus grand pour tous les cônes non Agilent. Cela indique qu'une géométrie de pointe et une méthode de production différentes ont été utilisées pendant la fabrication. Sur les cônes échantillonneurs non Agilent, le diamètre de la pointe est le même sur les faces avant et arrière, indiquant que la pointe est fabriquée à partir d'un cylindre inséré directement dans un trou circulaire de la base en cuivre (Cu). La base des cônes Agilent comporte un rebord contre lequel la pointe repose, pour assurer un positionnement et une fixation corrects.

Un des cônes écrêteurs du concurrent S (Ni71833) présentait un diamètre de filetage hors tolérances, rendant son insertion impossible dans la base du cône écrêteur du système ICP-MS 7900. Par conséquent, les cônes échantillonneurs et les cônes écrêteurs du concurrent S n'ont pas pu être installés et testés par paire pendant cette étude.

La finition de la surface de la pointe des cônes était généralement comparable pour tous les cônes de chacun des fabricants. Les cônes du concurrent I faisaient exception avec une finition plus grossière et des rayures bien visibles sur la surface (figure 13).



Figure 13. Photomicrographie du cône échantillonneur fabriqué par le concurrent I (numéro de série 74537). Il présente une finition grossière avec des rayures visibles.

Ces différences dans la fabrication et la finition entre les cônes des concurrents et les cônes Agilent peuvent nuire aux performances analytiques. Ces différences peuvent également requérir une maintenance ou un nettoyage plus fréquents des cônes.

Sensibilité

La sensibilité, qui est généralement donnée en nombre de coups par seconde (cps) pour la détection des impulsions au niveau du multiplicateur d'électrons, est un indicateur de performance essentiel pour l'ICP-MS. Les cônes d'interface ont une influence importante sur la sensibilité en raison de leur capacité à extraire les ions des composés de la source de plasma et à les transmettre à travers la zone de l'interface. Cela doit être vérifié régulièrement à l'aide de la fonction de rapport de performance dans le cadre de la séquence de démarrage de routine.

Des paires de cônes d'interface ont été testées immédiatement à la livraison, puis après la procédure de conditionnement décrite dans le tableau 4. Des conditions de plasma pré-réglées pour les matrices faibles et un réglage automatique en mode sans gaz ont été utilisés.

La figure 14 illustre les performances moyennes de la paire de cônes échantillonneur et écrêteur de chaque fabricant.

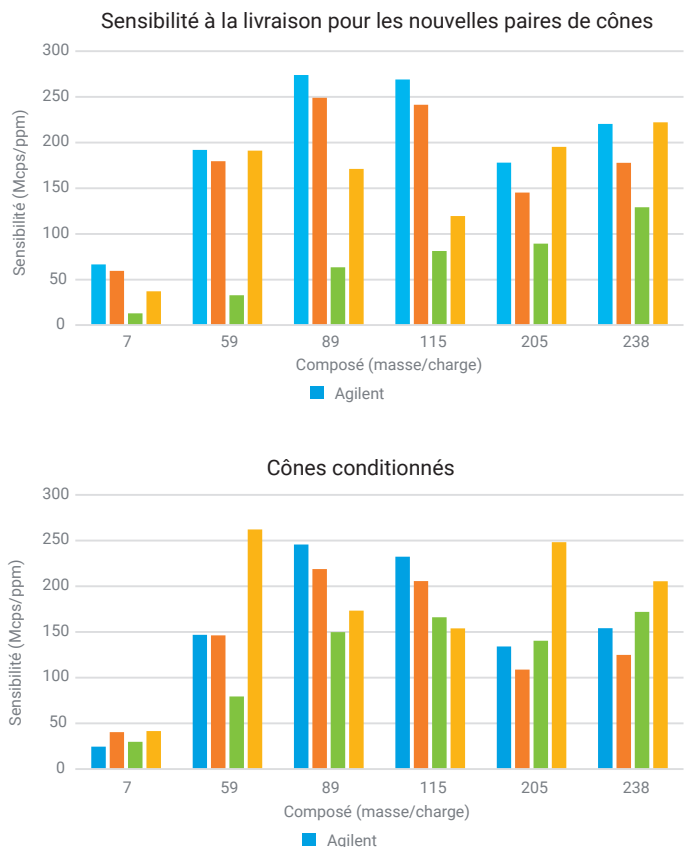


Figure 14. Comparaison de la sensibilité du système ICP-MS 7900 lorsqu'il est testé avec des paires de cônes échantillonneur et écrêteur de chacun des fabricants.

Il apparaît clairement qu'à la livraison, les cônes d'interface Agilent présentent une sensibilité supérieure sur toute la gamme de masse. Les cônes du concurrent G offrent une sensibilité plus faible sur toute la gamme de masse, à la fois avant et après conditionnement. Les cônes du concurrent I ont une sensibilité très faible, ce qui rend leurs performances inacceptables pour de nombreuses analyses. Même si leur sensibilité s'améliore après conditionnement, les cônes du concurrent I présentent toujours une faible sensibilité pour des masses moyennes faibles. La sensibilité des cônes du concurrent E est médiocre pour les masses moyennes à la livraison et elle ne s'améliore pas avec le conditionnement.

Les tests de sensibilité ont ensuite été répétés en utilisant un gaz de collision ORS (mode hélium) et de nouveau avec une dilution de l'aérosol par UHMI avec un réglage plasma HMI-4 (aucun gaz de cellule ORS). Les mêmes problèmes de performance ont été découverts pour tous les autres fabricants.

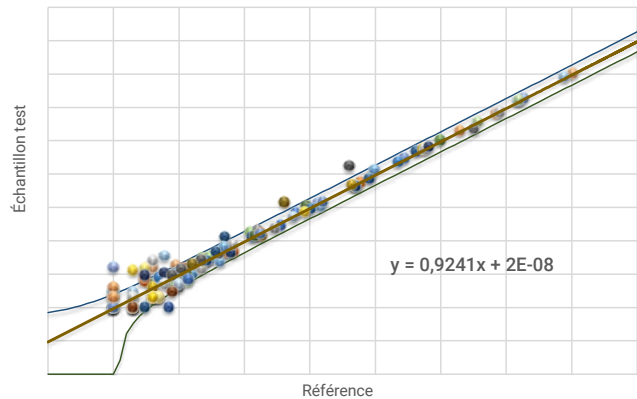
Bruit de fond et concentration équivalente au bruit de fond (BEC)

Pour obtenir les limites de détection les plus faibles en ICP-MS, il est nécessaire d'avoir à la fois une bonne sensibilité et un faible niveau de bruit de fond.

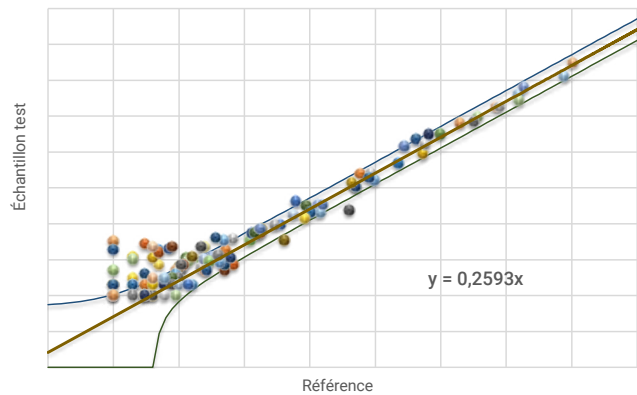
Pour évaluer la contribution des cônes d'interface au bruit de fond, un balayage de toute la gamme de masse a été effectué en utilisant le même système d'introduction d'échantillon (en changeant seulement les cônes) et de l'eau ultrapure dans une installation en salle blanche. Les cônes ont été préconditionnés et nettoyés par sonication dans de l'eau ultrapure pendant 20 minutes avant les tests. Le nombre de cps du bruit de fond a été mesuré entre un jeu de cônes de chaque fabricant dans un délai aussi bref que possible.

Les diagrammes de dispersion suivants montrent la corrélation du signal de fond (en cps) pour les cônes des autres fabricants (échantillon test, axe des Y) avec un groupe de cônes Agilent (référence, axe des X) sur l'ensemble de la gamme de masse (figure 15). Les comparaisons ont été effectuées avec le mode sans gaz, avec du gaz de collision ORS (mode hélium) et avec une dilution de l'aérosol par UHMI avec un réglage plasma HMI-4. Seuls les résultats du mode sans gaz sont illustrés dans la figure 15. Une corrélation parfaite se traduirait par une droite d'équation $y = x$ et aucun écart sur toute la gamme de masse. Avec un écart typique, tous les points se trouveraient entre les lignes des limites supérieure et inférieure. Pour tous les cônes des autres fabricants, de nombreux points tombent en dehors de ces limites dans toutes les conditions testées. En particulier, les cônes du concurrent I présentent une très faible corrélation ($y = 0,2593x$), qui est due à leur très faible sensibilité.

Analyse du diagramme de dispersion en mode full scan
Concurrent G en mode sans gaz



Analyse du diagramme de dispersion en mode full scan
Concurrent I en mode sans gaz



Analyse du diagramme de dispersion en mode full scan
Concurrent E en mode sans gaz

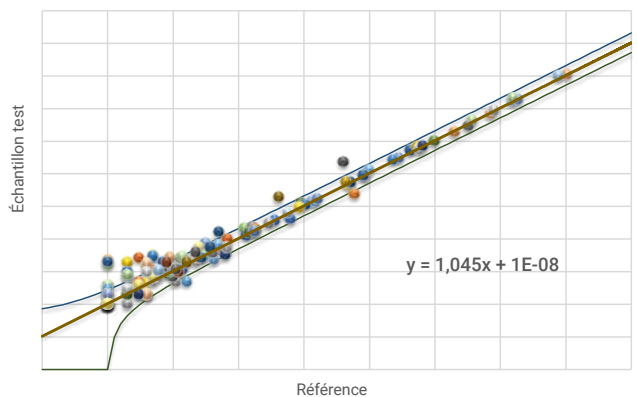


Figure 15. Diagrammes de dispersion montrant la corrélation du bruit de fond (en cps) pour les cônes des autres fabricants (échantillon test, axe des Y) par rapport à un groupe de cônes Agilent (référence, axe des X) sur toute la gamme de masse.

Le bruit de fond à m/z 9 a été suivi tout au long des tests de performance et a été comparé avec les spécifications d'usine plus rigoureuses d'Agilent, mais aucun écart notable n'a été trouvé pour les cônes des autres fabricants.

Enfin, une brève étude de l'effet des cônes sur la concentration équivalente au bruit de fond (BEC) a été réalisée. Le tableau 5 en récapitule les résultats, qui sont normalisés par rapport au résultat de la BEC obtenu pour les cônes Agilent testés pendant la même période. Le fond gris indique des résultats au moins 20 % supérieurs au résultat des cônes Agilent (cette différence est importante et dégrade les performances analytiques du système ICP-MS). Le fond vert indique les masses pour lesquelles les résultats sont au moins 20 % inférieurs au résultat obtenu avec les cônes Agilent. En dépit de cette amélioration, on peut conclure que le bénéfice est insuffisant pour compenser l'augmentation de la BEC mise en évidence pour d'autres masses avec le même jeu de cônes.

Limites de détection

L'effet de la sensibilité et du bruit de fond des cônes d'interface a été évalué plus en détail en déterminant les limites de détection pour la gamme de masse (avec ^9Be , ^{115}In et ^{209}Bi). De plus, des limites de détection ont été déterminées pour définir la contribution du Ni et du Cu des cônes (avec ^{60}Ni et ^{63}Cu).

Le système ICP-MS 7900 a tout d'abord été étalonné à l'aide d'un blanc de HNO_3 à 1 % v/v (Suprapur, Merck Pty Ltd., Australie) et d'un étalon de 1 $\mu\text{g/l}$ (ppb). Les limites de détection ont été déterminées en prenant trois fois l'écart type de 10 mesures répétées du blanc. Dans chaque cas, pour chaque fabricant, le jeu de cônes offrant les meilleures performances a été sélectionné pour l'étude. Les cônes ont été nettoyés au préalable par sonication dans de l'eau ultrapure pendant 20 minutes. L'analyse a été lancée après un temps de préchauffage de l'instrument de 45 minutes.

La figure 16 récapitule les résultats des limites de détection, qui sont normalisés par rapport aux résultats obtenus pour les cônes Agilent testés pendant la même période. Une amélioration de la limite de détection (c'est-à-dire une limite de détection plus faible) se traduit par un résultat inférieur à 1.

Comme le montre la figure 16, les cônes du concurrent G ont une limite de détection nettement plus élevée (plus médiocre) pour les masses moyennes (^{115}In). Ils présentent également une légère augmentation pour les masses élevées (^{209}Bi) et pour le Ni, qui est le matériau constitutif des cônes écreteurs et de la pointe des cônes échantillonneurs. Les cônes du

Tableau 5. Concentration équivalente au bruit de fond (BEC) déterminée pour les cônes de chacun des fabricants sur toute la gamme de masse (concentration normalisée par rapport à la valeur de référence pour le cône Agilent).

Masse	Nom	Concurrent G	Concurrent E	Concurrent I
7	Li	1,1740	1,7471	—
9	Be	2,1383	1,7971	—
23	Na	1,8763	1,7004	1,7128
24	Mg	1,0350	0,9837	0,8802
27	Al	1,0322	1,0230	0,9364
39	K	1,1564	1,1084	1,0536
44	Ca	3,5708	3,9186	0,7141
51	V	1,4586	0,6661	—
52	Cr	1,0116	0,9234	0,9344
55	Mn	1,0250	1,3180	1,0204
56	Fe	0,9816	1,1833	0,4831
59	Co	1,4884	1,4174	0,7862
60	Ni	1,7184	1,2422	3,0303
63	Cu	1,0855	0,9755	1,1463
66	Zn	1,0037	1,0443	0,9426
71	Ga	1,1223	1,8291	2,2412
75	As	0,8906	0,6532	0,6132
82	Se	1,0162	1,0415	1,2694
83	[Se]	3,1509	—	—
85	Rb	1,3184	0,9593	1,0268
88	Sr	0,9943	0,6664	0,9866
95	Mo	1,2506	0,5000	—
107	Ag	0,9262	0,6766	0,9412
111	Cd	1,1390	1,9517	—
115	In	1,3678	1,0808	0,7170
123	Sb	—	0,8846	—
133	Cs	1,2488	0,7112	1,8327
137	Ba	0,4437	1,5211	—
201	Hg	9,4524	2,7130	2,2551
205	Tl	1,4042	1,3483	1,4804
206	[Pb]	1,0154	1,1641	1,1523
207	[Pb]	0,8583	0,9008	0,6206
208	Pb	1,0489	1,0464	1,0682
209	Bi	3,4131	1,5751	31,1312
232	Th	1,1391	1,0671	5,2316
238	U	0,5719	0,5399	—

concurrent I ont des limites de détection bien plus élevées sur toute la gamme de masse, ainsi que pour ^{60}Ni et ^{63}Cu , ce qui est dû à leur sensibilité plus faible. Les cônes du concurrent E présentent des limites de détection équivalentes pour ^{60}Ni et ^{63}Cu , mais ont des limites de détection nettement plus élevées pour les éléments de masse moyenne et de masse élevée (^{115}In , ^{209}Bi).

Taux d'oxyde et taux d'éléments doublement chargés

Les ions polyatomiques sont la principale source d'interférences spectrales en ICP-MS. Le niveau d'interférences polyatomiques peut être suivi à l'aide de la production d'ions d'oxyde réfractaire des éléments spécifiques. Le cérium (Ce) est un élément fréquemment utilisé dans ce but, car il forme une forte liaison oxyde et présente donc un des taux de formation d'oxyde les plus élevés. L'efficacité de la décomposition M-O est typiquement exprimée comme étant le pourcentage de MO^+ par rapport à l'ion parent M^+ (p.ex. le taux d'oxyde CeO^+/Ce^+). Un instrument pouvant être optimisé à un faible niveau de CeO/Ce comporte moins d'interférences dues à la matrice, ce qui signifie que les conditions des cellules de collision/réaction peuvent ne pas requérir une optimisation aussi spécifique pour permettre l'élimination efficace des interférences, améliorant ainsi l'intégrité des données de manière importante.

Les taux d'éléments doublement chargés représentent une autre façon de mesurer les interférences dans les systèmes ICP-MS. Les espèces à double charge proviennent d'ions créés par la perte de deux électrons au lieu d'un seul. Comme le quadripôle sépare les ions en fonction de m/z , un ion à double charge (M^{2+}) apparaît à la masse $m/2$. Le chevauchement de $^{136}\text{Ba}^{2+}$ avec $^{68}\text{Zn}^+$ est un exemple d'interférence d'ion à double charge.

Les paires de cônes d'interface ont produit des taux d'oxyde équivalents (CeO/Ce) après les procédures de démarrage et le réglage automatique de l'instrument dans des conditions de plasma à matrice faible. Deux paires de cônes d'interface du concurrent I ont dépassé la spécification relative au taux d'oxyde ($\text{CeO}/\text{Ce} < 1,5\%$) avec des conditions de plasma à matrice faible et un réglage automatique (tableau 6).

Aucun cône n'a dépassé la spécification pour le taux d'éléments doublement chargés ($\text{Ce}^{2+}/\text{Ce}^+ < 3,0\%$) avec des conditions de plasma à matrice faible et un réglage automatique.

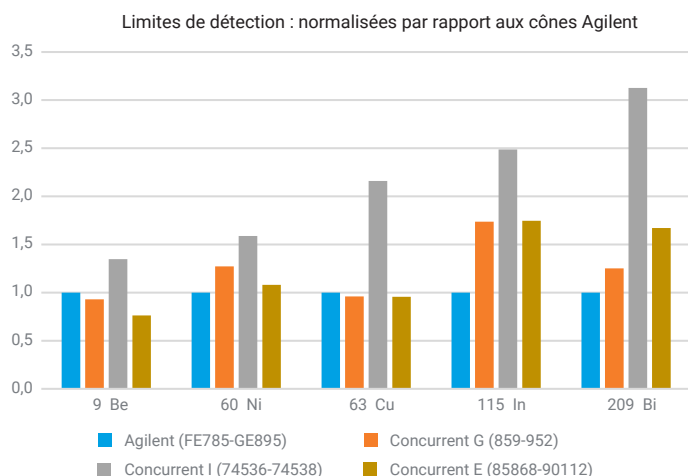


Figure 16. Limites de détection pour les cônes des autres fabricants par rapport à un jeu de cônes Agilent sur toute la gamme de masse.

Tableau 6. Paires de cônes d'interface ne respectant pas les spécifications du taux d'oxyde après conditionnement.

Fabricant	Concurrent I	
	Numéro de série	Taux CeO/Ce
	74536-74538	74534-74539
	1,628 %	1,580 %

Stabilité

Pour obtenir des résultats d'une qualité constante et réduire le besoin de réétalonnage ou de répétition des analyses d'échantillons, le système ICP-MS doit offrir une bonne stabilité à court et à long terme. Les cônes d'interface peuvent avoir un impact positif ou négatif sur la stabilité de l'instrument en raison du dépôt de matrice sur la pointe et les faces des cônes. Dans le pire des cas, ce dépôt peut changer la taille ou la forme des orifices par lesquels les ions sont extraits, nuisant ainsi à la sensibilité. De plus, l'instabilité thermique ou une température de fonctionnement incorrecte au niveau de la pointe du cône entraîne une dérive du signal dans le temps.

La stabilité du signal à court terme a été évaluée sur une période de 20 minutes par le suivi des masses des composés spécifiés dans le tableau 2. Afin de respecter les spécifications d'Agilent relatives aux performances, le résultat doit avoir une RSD inférieure à 2 % pendant les 20 minutes du test. Tous les cônes ont été testés immédiatement à la livraison.

Les résultats de la stabilité à court terme sont répertoriés dans le tableau 7 et ont été normalisés par rapport à la spécification d'Agilent. Tous les cônes ne respectant pas cette spécification (c.-à-d. > 1,00) sont indiqués en rouge. Les cônes Agilent ont réussi tous les tests, alors qu'un jeu de trois cônes fabriqués par le concurrent E a échoué pour presque toutes les masses. Les cônes du concurrent G présentaient une mauvaise stabilité pour le lithium pour deux cônes sur cinq. Les trois jeux de cônes testés du concurrent I ont donné de mauvais résultats.

Une stabilité du signal à long terme pendant deux heures a également été évaluée pour tous les cônes après leur conditionnement à l'aide de la procédure décrite précédemment (tableau 4). Le conditionnement de nouveaux cônes est basé sur l'hypothèse que la dérive initiale de l'instrument est réduite en déposant une couche mince de matrice des échantillons sur la surface du cône propre. Cela a pour but de créer une couche de matrice sur la face des cônes qui reste stable tout au long de l'analyse et qui s'épaissit lentement dans le temps. Une fois que les performances analytiques se détériorent, il est nécessaire de nettoyer le cône pour éliminer l'excès de dépôt de matrice.

Les résultats de la stabilité à long terme pour les cônes préconditionnés sont répertoriés dans le tableau 8 et ont été normalisés par rapport à la spécification d'Agilent. Tous les cônes ne respectant pas cette spécification (c.-à-d. > 1,00) sont indiqués en rouge. Les faibles masses posent le plus de problèmes pour la stabilité à long terme ; dans cette étude, le lithium a été le premier élément à ne pas respecter les spécifications. Un jeu de cônes du concurrent E et un jeu de cônes Agilent n'ont pas été conformes aux spécifications pour le ^7Li uniquement. Un jeu de cônes du concurrent I présentait une mauvaise stabilité sur toute la gamme de masse et deux autres jeux présentaient une légère instabilité pour le ^7Li uniquement. Pour la plupart des cônes testés, le préconditionnement a permis l'amélioration de la stabilité à long terme. Toutefois, la stabilité des cônes du concurrent G était nettement plus mauvaise avec le préconditionnement. Une dérive significative de l'instrument a été observée pour trois des cinq jeux de cônes testés.

Les figures 17 et 18 illustrent un exemple des stabilités à long terme des cônes Agilent et du concurrent G. Il apparaît clairement que les cônes du concurrent G présentent une mauvaise stabilité à long terme avec une baisse de sensibilité au cours de la période de deux heures (figure 18). Il a été constaté que les cônes du concurrent G avaient été conditionnés de façon excessive et devaient être nettoyés pour retrouver des performances acceptables. Après nettoyage, il était possible d'obtenir une stabilité à long terme acceptable avec les cônes du concurrent G. Cette variation par rapport au comportement observé avec des cônes Agilent peut indiquer que les cônes du concurrent G requièrent une température de fonctionnement inférieure. Par conséquent, on peut s'attendre à ce que les cônes du concurrent G subissent une accumulation de matrice plus importante, entraînant une baisse des performances plus rapide et requérant une maintenance et un nettoyage plus fréquents. Cela peut également réduire la durée de vie des cônes.

Tableau 7. Stabilité à court terme (RSD en % sur une période de 20 minutes) pour les cônes de chaque fabricant mesurée à la livraison. Les résultats sont normalisés par rapport aux spécifications d'Agilent.

Fabricant	Numéros de série des cônes	⁷ Li	⁵⁹ Co	⁸⁹ Y	¹¹⁵ In	¹⁴⁰ Ce	²⁰⁵ Tl	²³⁸ U
Agilent	FF070, EV784	0,75	0,18	0,17	0,15	0,20	0,17	0,28
Agilent	FF068, EL568	0,46	0,48	0,53	0,51	0,38	0,50	0,57
Agilent	FE785, GE895	0,78	0,41	0,37	0,31	0,25	0,31	0,25
Concurrent E	85868, 90112	0,65	0,30	0,45	0,45	0,50	0,50	0,55
Concurrent E	85864, 87640	1,05	1,35	1,45	1,30	1,35	1,15	1,00
Concurrent E	85867, 87641	0,45	0,30	0,35	0,25	0,45	0,60	0,55
Concurrent G	S281854, S281934	0,85	0,25	0,24	0,24	0,26	0,29	0,26
Concurrent G	S281849, S281931	1,26	0,34	0,25	0,30	0,37	0,26	0,26
Concurrent G	S281848, S281929	1,23	0,54	0,51	0,50	0,52	0,48	0,51
Concurrent G	S281859, S281952	0,59	0,15	0,16	0,15	0,17	0,18	0,21
Concurrent G	S281855, S281928	0,82	0,26	0,43	0,45	0,50	0,65	0,53
Concurrent I	74537, 74535	1,58	1,75	1,71	1,63	1,24	1,29	1,13
Concurrent I	74536, 74538	1,80	2,08	1,97	1,93	1,77	1,62	1,53
Concurrent I	74534, 74539	1,04	0,85	0,85	0,90	0,84	0,83	0,97

Tableau 8. Stabilité à long terme (RSD en % sur une période de 2 heures) pour les cônes de chaque fabricant mesurée après préconditionnement. Les résultats sont normalisés par rapport aux spécifications d'Agilent.

Fabricant	Numéros de série des cônes	⁷ Li	⁵⁹ Co	⁸⁹ Y	¹⁴⁰ Ce	²⁰⁵ Tl
Agilent	FE760, FB975	0,29	0,47	0,53	0,49	0,80
Agilent	FF092, FA648	3,14	0,54	0,21	0,34	0,42
Agilent	FF068, EL568	0,96	0,24	0,33	0,32	0,24
Concurrent E	85868, 90112	1,30	0,70	0,23	0,20	0,50
Concurrent E	85864, 87640	0,63	0,83	0,83	0,67	0,60
Concurrent E	85867, 87641	0,57	0,83	0,77	0,57	0,47
Concurrent G	S281854, S281934	6,60	3,19	2,40	2,16	2,45
Concurrent G	S281849, S281931	15,19	7,74	6,16	4,14	3,82
Concurrent G	S281848, S281929	29,04	9,69	7,26	5,99	6,43
Concurrent G	S281859, S281952	0,65	0,48	0,48	0,35	0,24
Concurrent G	S281855, S281928	0,59	0,54	0,57	0,49	0,31
Concurrent I	74537, 74535	1,76	1,39	1,35	1,02	0,77
Concurrent I	74536, 74538	1,01	0,91	0,94	0,79	0,64
Concurrent I	74534, 74539	1,13	0,81	0,79	0,58	0,52

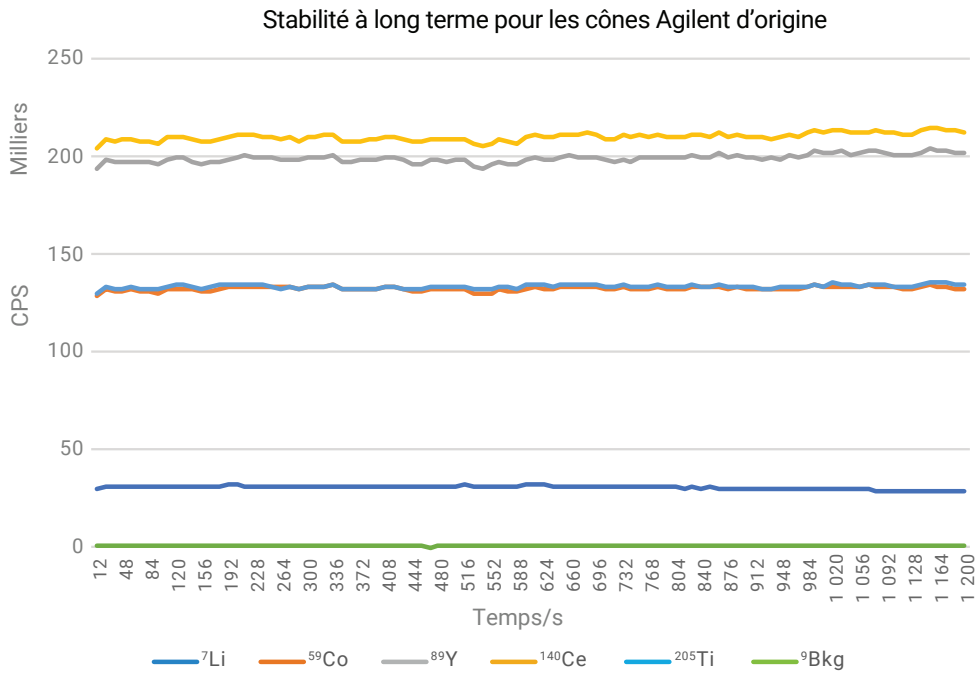


Figure 17. Stabilité à long terme (sur plus de deux heures) pour les cônes Agilent (numéros de série FF068, EL568) après préconditionnement.

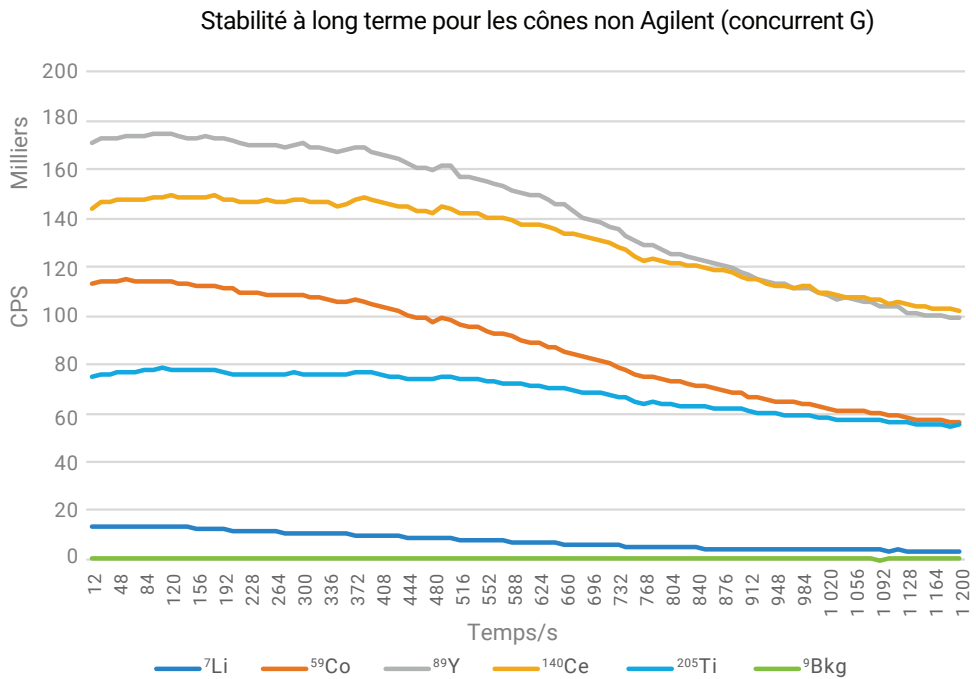


Figure 18. Stabilité à long terme (sur plus de deux heures) pour les cônes du concurrent G (numéros de série S281849, S281931) après préconditionnement.

Simplicité d'utilisation

Les cônes d'interface Agilent sont conçus pour offrir une simplicité d'utilisation immédiate. Agilent est l'unique fabricant à inclure les instructions de manipulation et de conditionnement, qui réduisent le risque de détériorations accidentelles des cônes et vous permettent d'obtenir d'emblée d'excellents résultats.

L'emballage en carton biodégradable utilisé pour les cônes Agilent est inviolable, réutilisable et respectueux de l'environnement. Il est conçu pour protéger les cônes des dommages dus aux manipulations brusques, en particulier lors du transport. Le sachet de déshydratant fournit une protection supplémentaire contre les dommages dus à l'humidité, en particulier dans les environnements humides. En vérifiant simplement que le sceau inviolable est intact, vous pouvez être certain que les cônes sont aussi propres qu'au moment de leur fabrication.

Agilent utilise également un étiquetage clair pour vous permettre d'identifier les types de cônes, de gérer les inventaires et de commander facilement des cônes de remplacement en cas de besoin.

Une bonne pratique consiste à conserver l'emballage et à l'utiliser pour le stockage des cônes lorsqu'ils ne sont pas utilisés sur votre instrument d'ICP-MS Agilent. Cela garantit la protection des cônes pendant le stockage. De plus, à la fin du cycle de vie d'un cône, l'emballage peut être utilisé pour le réexpédier chez Agilent afin de bénéficier d'une remise sur votre prochaine commande dans le cadre du programme de reprise des cônes en platine d'Agilent*.

En quoi les cônes Agilent sont-ils différents ?

Dans cette présentation, les cônes d'interface Agilent (échantillonneurs et écrêteurs) ont été comparés avec ceux de différents fournisseurs, en soulignant les aspects essentiels pour les performances analytiques de l'ICP-MS.

Les cônes des autres fabricants ont montré des différences de poids significatives par rapport aux cônes Agilent, ce qui indique un écart par rapport à la conception d'Agilent. Les cônes examinés présentaient également une finition de surface inférieure et des différences dans les dimensions critiques, ce qui nuit aux performances. Dans le pire des cas, un cône non Agilent ne peut même pas être inséré dans la base du cône écrêteur.

Les cônes Agilent offrent une sensibilité supérieure sur toute la gamme de masse. Tous les cônes non Agilent testés ont présenté une sensibilité plus faible à la livraison et après le préconditionnement.

Les cônes Agilent présentaient également le bruit de fond le plus faible. Les différences dans l'analyse des diagrammes de dispersion en mode full scan du niveau de bruit de fond de l'instrument et les pertes de sensibilité ont montré que les cônes non Agilent ont également des concentrations équivalentes au bruit de fond (BEC) et des limites de détection plus mauvaises.

Les instruments d'ICP-MS Agilent utilisent des conditions de plasma pré-réglées et un réglage automatique afin d'offrir à vos applications d'excellentes conditions et une très bonne stabilité du signal pour la tolérance aux matrices. Plusieurs facteurs ont une influence sur la stabilité du signal résultant des cônes d'interface. La stabilité à court et à long terme est compromise en cas d'utilisation de cônes non Agilent, en raison de la dérive de l'instrument et de l'augmentation du risque d'erreurs du contrôle qualité. Cela entraîne des pertes de temps et d'argent à cause de la répétition des analyses et de la baisse de la productivité. Seuls les cônes Agilent sont conçus et testés de manière approfondie sur les systèmes ICP-MS Agilent afin de garantir sensibilité et stabilité dans les applications concrètes.

Les cônes représentent généralement les coûts de consommables les plus importants dans l'utilisation de routine d'un système ICP-MS. Protégez votre investissement et assurez la simplicité d'utilisation en choisissant les cônes Agilent. Les cônes Agilent incluent des recommandations sur la manipulation et le conditionnement. Notre inspection de la qualité à 100 % et nos emballages garantissent que vos cônes offrent le degré de performance exigé par la gamme d'instruments d'ICP-MS triple quadripôle et simple quadripôle Agilent.

Ressources supplémentaires

[Boutique en ligne d'Agilent pour les cônes d'interface](#)

Kit d'entretien des cônes

- [Commande en ligne](#)
- [Formulaire de contact](#)

[Page de ressources pour ICP-MS](#)

[Vidéo sur la résolution des problèmes pour la zone de l'interface](#)

[Programme de reprise et de recyclage des cônes en Pt Consommables de spectroscopie](#)

[Page des produits d'ICP-MS](#)

* Pour en savoir plus, rendez-vous sur agilent.com/chem/PtCone ou contactez un représentant local Agilent. Ce programme est actuellement disponible en Amérique du Nord, dans la zone EMOA et au Japon. Le programme de reprise est également disponible par l'intermédiaire des distributeurs Agilent agréés dans les zones indiquées ci-dessus.

www.agilent.com/chem

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Imprimé aux États-Unis le 21 mars 2019
5994-0798FR

