

# Correction des spectres des échantillons complexes en temps réel en utilisant le logiciel de déconvolution spectrale FACT

ICP-OES Agilent 5800 et 5900



## Introduction

Dans un monde parfait, les instruments ICP-OES auraient une résolution spectrale sans limite, avec les raies d'émission les plus sensibles pour chaque élément toujours exemptes d'interférences spectrales, quel que soit l'échantillon. Pour les matrices d'échantillons complexes, cela n'est pas toujours possible, mais la technique de déconvolution spectrale automatisée (FACT) d'Agilent fait de cette situation idéale une réalité. Elle y parvient en appliquant une technique de modélisation spectrale à la fois très sophistiquée et facile à utiliser pour modéliser avec précision des spectres analytiques complexes souvent observés lors de l'analyse par ICP-OES de matrices d'échantillons les plus problématiques.

Les avantages du FACT résident dans sa capacité à corriger avec précision des pics qui se recouvrent près de la longueur d'onde de l'analyte. Les modèles FACT sont facilement créés avant ou après avoir collecté les données analytiques, ce qui vous permet d'être confiant pour résoudre toutes les problématiques que vos échantillons peuvent poser. Le FACT fait également gagner un temps précieux en éliminant la préparation d'échantillons, la ré-analyse des échantillons ou la nécessité de produire des nombreux résultats pour détecter des données erronées.

Le FACT est une alternative plus simple et plus puissante que la correction inter éléments (CIE). Elle offre également la possibilité de corriger le fond spectral avec justesse, ce qui est particulièrement utile lorsqu'une structure du fond très complexe est observée et que des techniques de correction de fond plus traditionnelles ne sont pas adaptées.

## Principe de fonctionnement du FACT

Le FACT fournit une correction des spectres en temps réel en utilisant une technique de modélisation spectrale avancée pour déconvoluer (c'est-à-dire séparer) le signal de l'analyte du spectre brut. Les modèles sont construits en mesurant les composants attendus séparément et la réponse de chacun. Cela comprend généralement la mesure des solutions suivantes :

1. une solution de blanc ;
2. une solution de l'analyte pur ;
3. des solutions d'interférents pures.

Le modèle spectral de chaque composé est analysé et ajusté à une courbe gaussienne afin d'obtenir une description mathématique du pic. Les résidus sont inspectés dans les structures restantes, et s'ils sont assez larges, peuvent être intégrés à des gaussiennes supplémentaires. La composante du modèle est alors représentée comme une somme de pics gaussiens et de résidus relativement petits. Tout décalage/dérive mineur de la longueur d'onde pouvant survenir entre la création du modèle et son application dans une analyse est pris en compte pour la surveillance de six raies d'émission du plasma sur toute la gamme de longueurs d'onde. Cela permet de maintenir la justesse de la longueur d'onde des modèles pour une utilisation à long terme.

Contrairement à la CIE, il n'est pas nécessaire de connaître la concentration de l'analyte et de l'interférent dans les solutions respectives. La concentration de la solution doit seulement être suffisamment élevée pour distinguer facilement le pic du signal du fond (généralement 50 fois la limite de détection).

L'exemple de la Figure 1 illustre la construction du modèle pour la raie d'émission majeure du Cd à 214,439 nm qui subit une interférence partielle par la raie d'émission nettement moins sensible du fer à 214,445 nm. La détermination exacte de traces de cadmium peut être compromise par la présence de concentrations élevées de fer, ceci est un phénomène courant dans l'analyse d'échantillons de sols.

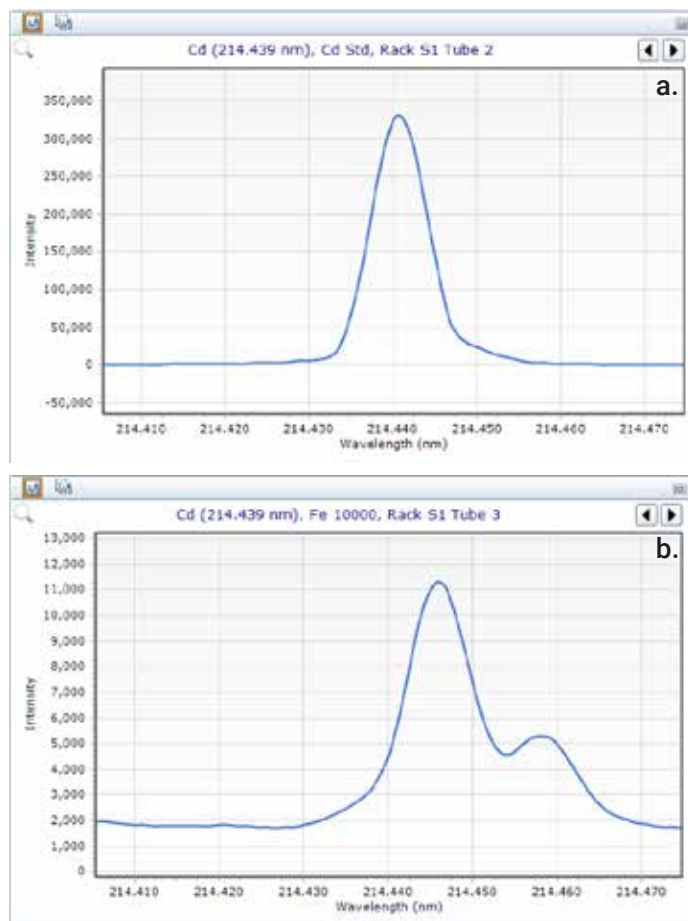
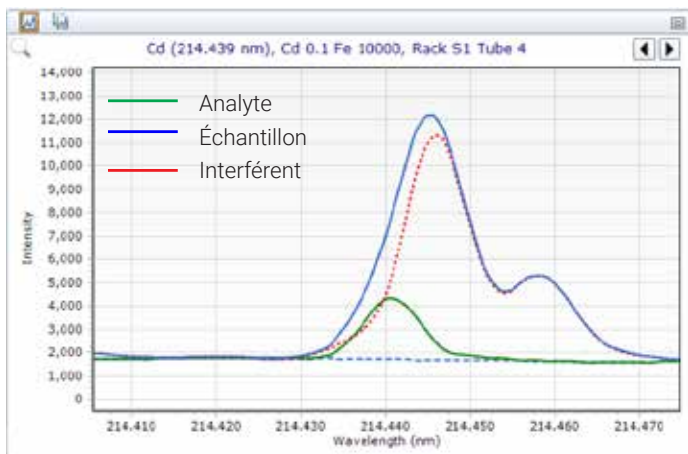


Figure 1. a) Modèle FACT de 10 mg/L d'une solution analyte de cadmium. b) Modèle FACT de 10 000 mg/L d'un solution interférente de fer.

Une fois les modèles créés, tous les résultats de l'échantillon sont immédiatement mis à jour. Jusqu'à 10 modèles d'interférence peuvent être appliqués à un analyte. Tous les modèles sont transférables d'une méthode à une autre pour des analyses ultérieures.

## Séparation de pics < 1 pm

La résolution optique d'un ICP-OES dépend des caractéristiques physiques du système optique. Elle est définie comme étant la largeur totale à mi-hauteur. Cela représente la largeur du pic de l'analyte à la moitié de l'intensité du signal du pic. La distance séparant les pics du Cd et du Fer sur la Figure 2 est d'environ 6 pm, distance qu'un système optique ICP-OES est généralement incapable de résoudre complètement. Sur l'exemple de la Figure 2, le FACT est capable de séparer mathématiquement les deux pics avec une précision et une exactitude inférieures à 2 % (écart-type relatif). Même à 0,6 pm, le FACT peut déterminer la concentration de l'analyte avec une précision et une exactitude inférieures à 5 % (écart-type relatif), offrant une résolution optique de l'instrument 10 fois meilleure (Figure 3a).

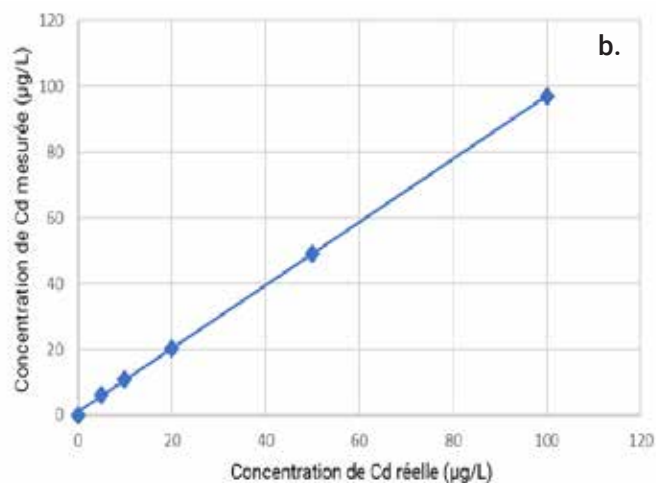
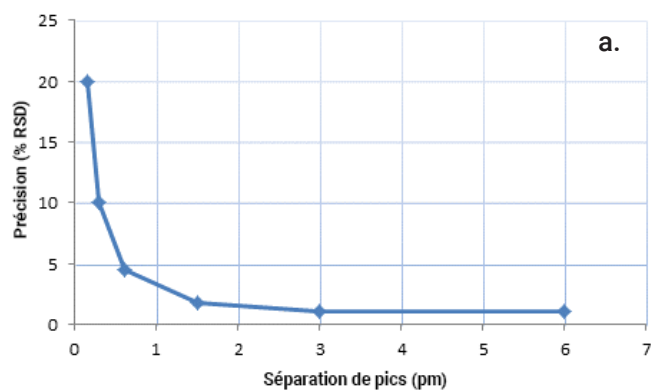


**Figure 2.** Exemple d'un modèle FACT appliqué au Cd à 214,439 nm interféré par Fe. Une solution contenant environ 100 µg/L de Cd dans 10 000 mg/L de Fe a été analysée sur un ICP-OES Agilent.

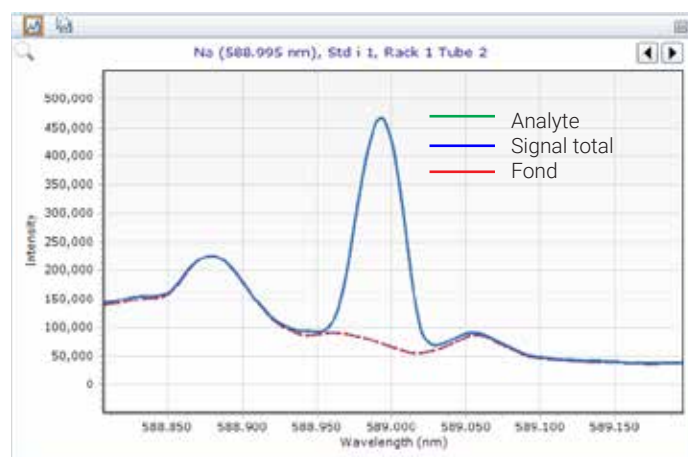
Lorsque les pics de l'analyte et de l'interféré se recouvrent directement exactement au à la même longueur d'onde, il est généralement préférable de sélectionner une autre raie. Toutefois, le FACT peut corriger avec précision des pics interférés avec recouvrement direct lorsque des informations spectrales supplémentaires relatives à l'interféré sont disponibles à proximité. Sur la Figure 1b, bien que le pic de Fe à 214,445 nm ne recouvre que partiellement le pic de Cd à 214,439 nm, le second pic de Fe à 214,457 nm permettrait de corriger avec précision les pics de l'analyte et d'interférence qui se recouvrent.

## Utilisation du FACT pour la correction du fond

L'interférence spectrale sur le pic d'un analyte peut également provenir du solvant lui-même, en particulier de solvants non aqueux. Les émissions du carbone lors de l'analyse d'échantillons dilués dans des solvants organiques sont largement connues pour interférer avec des éléments importants. Par exemple, dans l'analyse de métaux d'usure dans de l'huile, les structures de fond complexes compromettent les limites de détection du sodium et du potassium. Les techniques traditionnelles de correction de fond ne peuvent pas déterminer efficacement le signal du fond sous le pic de l'analyte avec une justesse ou une précision satisfaisante. En utilisant le FACT pour modéliser cette structure complexe du signal du fond, il est possible de mesurer plus précisément le signal de l'analyte. Lors de la détermination du sodium dans l'huile dissoute dans un solvant à base de kérosène tel que le Jet-A, le FACT peut améliorer la limite de quantification d'un ordre de grandeur.



**Figure 3.** a) Précision de la concentration du Cd mesuré (50 répliqués) après la correction FACT en fonction de la séparation du pic. b) Précision de la concentration du Cd mesuré à différents niveaux par rapport à l'interférence du Fe.



**Figure 4.** Correction exacte du fond du Na en faible quantité (dilué dans du Jet-A) à l'aide du FACT.

## Analyse des métaux précieux

Dans l'extraction et le raffinage de métaux précieux; les échantillons contenant une concentration très élevée en métaux du groupe de l'or et du platine (MGP) dans du platine, du palladium, du rhodium, de l'iridium, du ruthénium et de l'osmium, ainsi que dans des métaux de base, comme le cuivre, le chrome, le nickel, le cobalt, le fer et le zinc, sont souvent analysés par ICP-OES. La CIE est généralement utilisée pour corriger les éventuelles interférences spectrales et implique d'analyser des solutions mono-élémentaires de tous les éléments à des concentrations connues pour déterminer les facteurs d'interférence pour chaque combinaison analyte /interférent. Grâce à une bonne sélection de longueurs d'onde, la plupart des éléments sont exempts d'interférences spectrales, bien qu'il puisse être difficile d'éviter toutes les interférences dans des échantillons aussi concentrés.

L'iridium, avec ses raies d'émission principales à 224,268 nm et 212,681 nm, est un métal précieux important pour lequel le FACT s'est avéré avantageux. Bien que ces deux longueurs d'onde offrent les limites de détection les plus basses pour l'iridium, elles sont sensibles aux interférences spectrales. Sans correction, la présence d'autres métaux précieux et de métaux de base dans des échantillons à des concentrations élevées, notamment le cuivre, l'or et le rhodium, peut potentiellement conduire à rendre des résultats erronés.

### Ir 224,268 nm

La raie d'Ir à 224,268 nm est interférée par une raie d'émission du cuivre assez forte à 224,262 nm (Figure 5a). Avec une séparation de pics de 6 pm, sans correction, même une concentration modérée de cuivre par rapport celle de l'iridium conduit à des résultats incorrects. Bien qu'elles soient beaucoup plus faibles que l'interférence du cuivre, les raies d'émission de l'or et du nickel se recouvrant plus près sont également identifiables à des concentrations supérieures à 1 000 mg/L. En modélisant l'analyte d'Ir et l'interférent de Cu, le FACT peut corriger avec justesse l'interférence du cuivre. Avec une séparation des pics de seulement 2 pm, le FACT corrige efficacement l'interférence de l'or (Figure 5b). La Figure 6c montre la correction FACT des deux interférences Au et Rh sur Ir et montre les avantages du FACT permettant une correction exacte d'interférences multiples. Alors que le pic interférent d'Au est essentiellement résolu de l'analyte d'Ir, la traînée des pics d'un fort signal d'interférence peut conduire à une correction de fond inexacte sur l'analyte. Le FACT tient facilement compte de ces phénomènes. C'est un outil logiciel puissant qui offre une tranquillité d'esprit pour analyser des matrices d'échantillons complexes et difficiles.

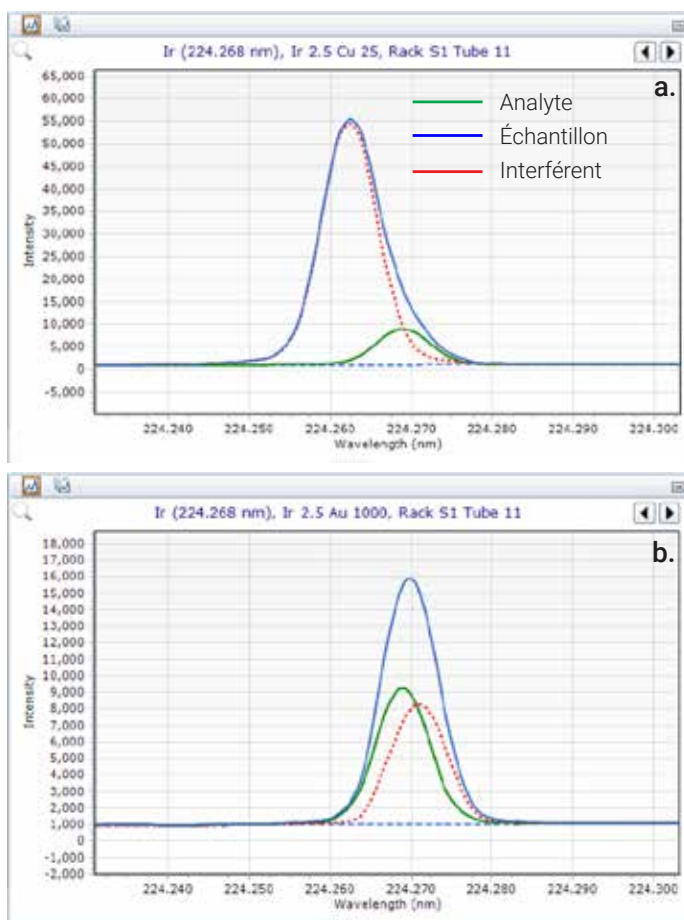


Figure 5. a) Modèle FACT de l'Ir à 2,5 ppm dans du Cu à 25 ppm.  
b) Modèle FACT de l'Ir à 2,5 ppm dans de l'Au à 1000 ppm.

### Ir 212,681 nm

Bien qu'elle soit exempte d'interférences spectrales provenant du cuivre, une raie d'émission d'or modérément forte se trouve proche de la raie d'iridium à 212,681 nm (Figure 6a). Alors que les pics de l'analyte d'Ir et de l'interférent d'Au sont entièrement résolus, l'intensité du signal de l'or peut encore affecter la justesse de la mesure de faibles concentrations d'iridium. Une raie d'émission nettement plus faible de Rh à 212,675 nm recouvre également partiellement la raie d'Ir à 212,681 nm comme le montre la Figure 6b.

La Figure 6c montre la correction FACT des deux interférences Au et Rh sur Ir et montre les avantages du FACT permettant une correction exacte d'interférences multiples. Alors que le pic interférent d'Au est essentiellement résolu de l'analyte d'Ir, la traînée des pics d'un fort signal d'interférence peut conduire à une correction de fond inexacte sur l'analyte. Le FACT tient facilement compte de ces phénomènes. C'est un outil logiciel puissant qui offre une tranquillité d'esprit pour analyser des matrices d'échantillons complexes et difficiles.

## Résumé

Le FACT fournit une correction des spectres en temps réel en utilisant une technique de modélisation spectrale avancée pour séparer mathématiquement le signal de l'analyte du spectre brut. Le FACT est une alternative plus simple et plus puissante que la correction inter-éléments, qui offre une correction de fond exacte, et vous permettant d'analyser des échantillons spectralement complexes en toute confiance.

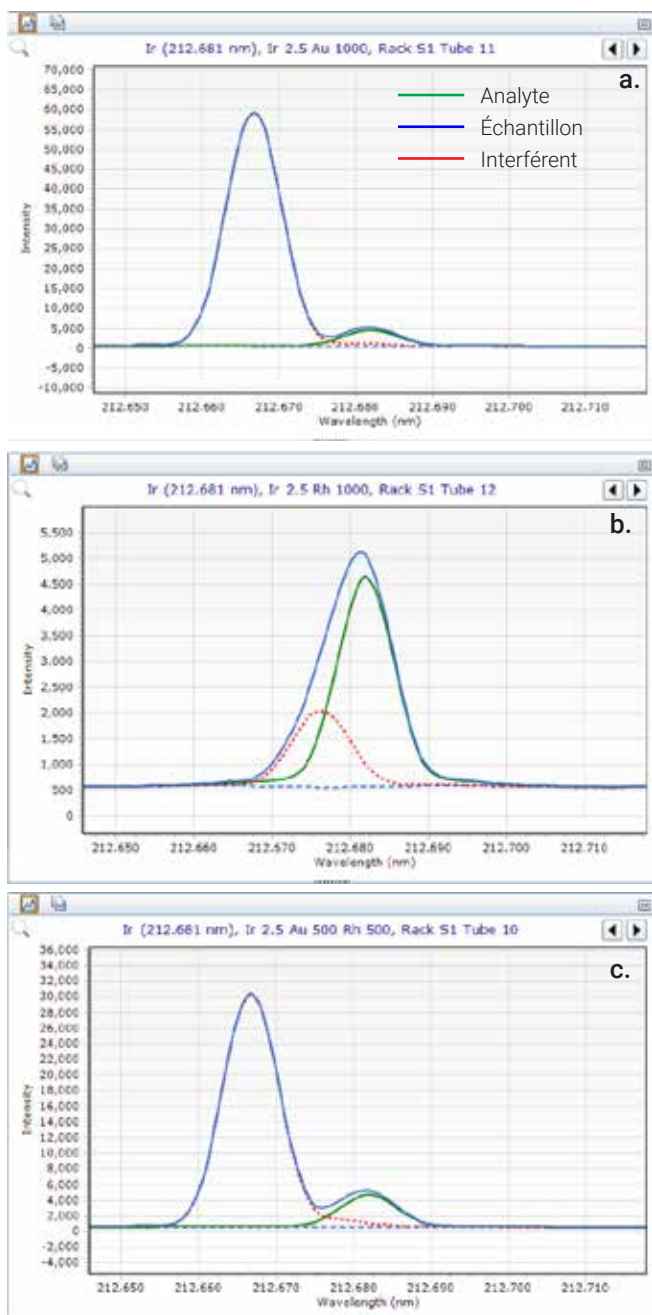


Figure 6. a) Modèle FACT d'Ir à 2,5 ppm dans Au à 1 000 ppm. b) Modèle FACT d'Ir à 2,5 ppm dans Rh à 1 000 ppm. c) Modèle FACT d'Ir à 2,5 ppm dans Rh et Au à 500 ppm.

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

Ces renseignements peuvent être modifiés sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
Imprimé aux États-Unis, le 19 décembre 2019  
5991-4837FR