

VUE D'ENSEMBLE

Résolution des problèmes en AA et guide de maintenance



Une collaboration entre



Agilent Technologies

SeparationScience
PROPER LEARNING FOR ANALYTICAL SCIENTISTS

VUE D'ENSEMBLE

Résolution des problèmes en AA et guide de maintenance

Par Eric Vanclay

Directeur marketing produit des consommables de spectroscopie, Agilent Technologies, Australie

Trucs, astuces et conseils pour vous assurer que vos instruments d'absorption atomique sont optimisés pour obtenir des performances maximales et que les procédures opérationnelles normalisées de maintenance sont robustes et fiables.

[VOIR LA PRESENTATION >](#)

Présentation

L'objectif de cet article est de présenter quelques trucs et astuces pratiques qui peuvent vous aider à protéger et entretenir vos instruments d'absorption atomique (AA), et ainsi vous permettre d'améliorer vos analyses.

Les recommandations fournies vous aideront pour la résolution de problèmes et pour la maintenance. Certaines de ces astuces peuvent vous être familières, mais vous devriez y trouver quelques nouvelles astuces sur la maintenance ou la résolution de problèmes pour optimiser les performances de vos instruments et de vos applications, ainsi que pour améliorer la simplicité d'utilisation.

Agilent Technologies a commandé une étude indépendante auprès de directeurs de laboratoire de différents segments du marché. L'objectif premier de cette étude était de comprendre les points sensibles rencontrés par ces directeurs et d'identifier leurs principales préoccupations. L'étude a été réalisée par Frost & Sullivan, à l'aide d'un questionnaire en ligne de 30 minutes, dans 4 pays : l'Allemagne, le Royaume-Uni, les USA et la Chine. Le nombre total de personnes interrogées est de 700, avec des expériences, des tailles d'entreprise, des postes et des fonctions principales différentes.

Les directeurs de laboratoire se heurtent à des difficultés en grande partie liées à la maintenance des instruments et à l'augmentation croissante de la complexité des exigences relatives aux essais. Un petit peu plus de la moitié des laboratoires traite 500 à 1 000 échantillons par semaine et 45 % des participants à l'étude ont répondu subir des pressions pour accroître le nombre d'échantillons au-delà de leur capacité actuelle. La productivité est largement limitée par le temps pris par la préparation des échantillons, l'indisponibilité de l'instrument pour une maintenance programmée ou une indisponibilité non programmée, ainsi que le transfert ou la validation de méthodes sur de nouveaux instruments. Quand on leur a demandé de sélectionner les causes principales d'indisponibilité non programmée, les répondants ont cité des problèmes avec la préparation d'échantillons (78 %), une panne instrumentale (64 %) et une erreur de l'opérateur/du technicien (45 %). Fait intéressant, l'étude a mis en lumière que 1 répondant sur 5 considère la taille du laboratoire comme un défi, et que 75 % pensent que la conception d'instruments peu encombrants peut les aider à relever ce défi.

Lampes à cathode creuse

Les lampes à cathode creuse (HC) sont disponibles sous forme codée et non codée. Les lampes codées possèdent des broches supplémentaires à leur base, permettant

à l'instrument d'identifier l'élément pour lequel la lampe est conçue. Cela veut dire que l'instrument peut localiser et démarrer automatiquement la lampe, même si elle a été placée en mauvaise position sur l'instrument. Les lampes non codées ont un meilleur rapport qualité/prix et sont compatibles avec tous les systèmes Agilent et la plupart des systèmes d'AA d'autres fabricants (sauf PerkinElmer et Shimadzu). Afin d'améliorer la sensibilité et d'abaisser les limites de détection, Agilent propose également une gamme de lampes à décharge renforcée à haute intensité, appelées lampes UltrAA. Ces lampes UltrAA fonctionnent avec un courant de lampe standard, mais bénéficient en plus d'une décharge renforcée qui augmente l'intensité d'émission. Le courant pour la décharge renforcée est fourni par un module de commande secondaire (intégré à l'instrument ou fourni par un module externe). La gamme complète de lampes UltrAA d'Agilent est composée de lampes à cathode creuse à décharge renforcée et à haute intensité qui peuvent remplacer les lampes classiques pour les déterminations en AA. Les limites de détection plus basses des lampes UltrAA permettent de répondre aux applications AA flamme, four et vapeur les plus exigeantes. Ces lampes offrent :

- une gamme d'étalonnage étendue tout en gardant la précision analytique ;
- une durée de vie plus longue, avec un fonctionnement supérieur à 8 000 mA heures ;
- un système « plug and play » pour un fonctionnement plus simple.

Les systèmes AA Agilent Zeeman peuvent posséder un module de contrôle intégré (installé en usine). Pour les autres systèmes AA Agilent, des mises

Figure 1



Patch « piège » noir typique provenant du processus de fabrication particulier de la lampe. Vous pouvez aussi voir un peu de matériau de la cathode qui s'est déposé durant la fabrication de la lampe

à niveau sur site sont disponibles, ce qui assure une grande compatibilité. La gamme de lampes à haute intensité UltraAA peut être utilisée avec tous les instruments AA d'Agilent. Pour les applications exigeantes, sélectionnez les lampes UltraAA à haute intensité pour obtenir des performances optimales. Les lampes UltraAA Agilent abaissent les limites de détection pour les applications AA les plus exigeantes.

Agilent propose également une gamme complète de lampes codées de 50 mm compatibles avec tous les systèmes AA de PerkinElmer. Elles permettent un fonctionnement économique et offrent des performances équivalentes à celles des lampes Lumina de PerkinElmer.

Les lampes Agilent offrent de nombreux avantages pour les utilisateurs d'absorption atomique. Premièrement, elles offrent des performances optimales : la composition de cathode exclusive associée aux procédures uniques de traitement des lampes garantit une stabilité à long terme, une intensité et une sensibilité correctes ainsi qu'un niveau de bruit faible. Deuxièmement, les lampes sont aussi conçues pour une très longue utilisation, en raison de la composition exclusive de la cathode et du remplissage optimal au gaz de la lampe. La durée de vie moyenne des lampes Agilent est supérieure à 5 000 mA heures d'utilisation, ce qui réduit les coûts d'exploitation et les temps d'indisponibilité dus à une panne

de la lampe. Troisièmement, la stabilité est meilleure — les lampes Agilent sont préconditionnées pour être utilisées dès leur sortie d'emballage. Cela peut améliorer la productivité et optimiser les performances instrumentales sans qu'il soit nécessaire de préalablement préparer la lampe. Ensuite, les lampes Agilent sont conçues pour offrir une meilleure pureté spectrale. Comme illustré dans la Figure 1, les lampes Agilent possèdent un patch « piège » noir particulier venant d'une procédure de fabrication unique de la lampe. Ce patch est composé d'une fine couche de zirconium activé, qui permet d'absorber les quelques impuretés pouvant être présentes dans la lampe durant le fonctionnement, ce qui améliore la pureté spectrale au cours de cycle de vie de la lampe. Le dernier avantage est la qualité — les lampes Agilent sont fabriquées à la main dans un établissement certifié ISO 9001 avec des procédés de fabrication éprouvés. Avant d'être expédiée, chaque lampe est soumise à des tests analytiques pour garantir qu'elle répond aux normes exigeantes d'Agilent en matière d'intensité, de bruit et de stabilité. L'équipement utilisé pour les tests est régulièrement étalonné.

Performance

Les performances des lampes HC sont présentées dans une analyse comparative qui peut être trouvée sur <https://www.agilent.com/cs/library/competitiveanalysis/Public/5991-5023EN.pdf>. Des lampes qui requièrent des temps de stabilisation excessifs ou qui n'atteignent jamais l'équilibre peuvent créer des difficultés pour l'analyste. Après le début de l'analyse, la dérive d'intensité de la lampe peut entraîner des modifications du signal analytique et introduire des erreurs importantes. C'est un facteur crucial pour les analyses de traces où la dérive pourrait même être supérieure à l'absorbance de l'échantillon.

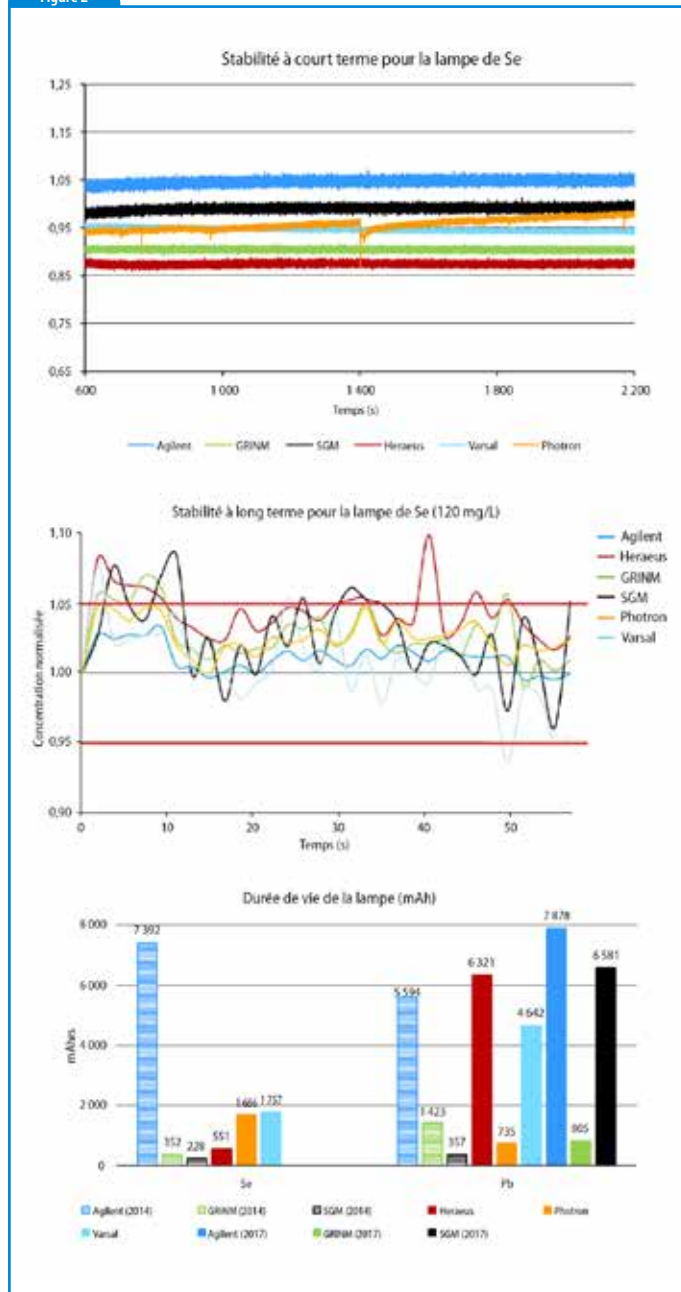
La Figure 2 montre la stabilité à court terme des lampes au sélénium (Se), où la lampe Agilent en bleu clair est comparée aux lampes de la concurrence. Cette trace de stabilité est illustrée après un temps de préchauffage de 10 minutes. Alors que la plupart des lampes apparaissent suffisamment stables, la lampe représentée par un tracé orange ne semble pas se stabiliser. La stabilité à long terme est également illustrée, sur la base de l'absorbance mesurée pour un mélange étalon à une concentration de 120 ppm. Les lignes rouges horizontales représentent les limites de contrôle de $\pm 5\%$ de déviation par rapport au résultat attendu. La lampe Agilent (en bleu clair) présente en moyenne une meilleure stabilité, avec un RSD moyen $< 1\%$ pour toutes les mesures sur 1 période d'une heure, à comparer avec le plus mauvais résultat qui a un RSD $> 3\%$.

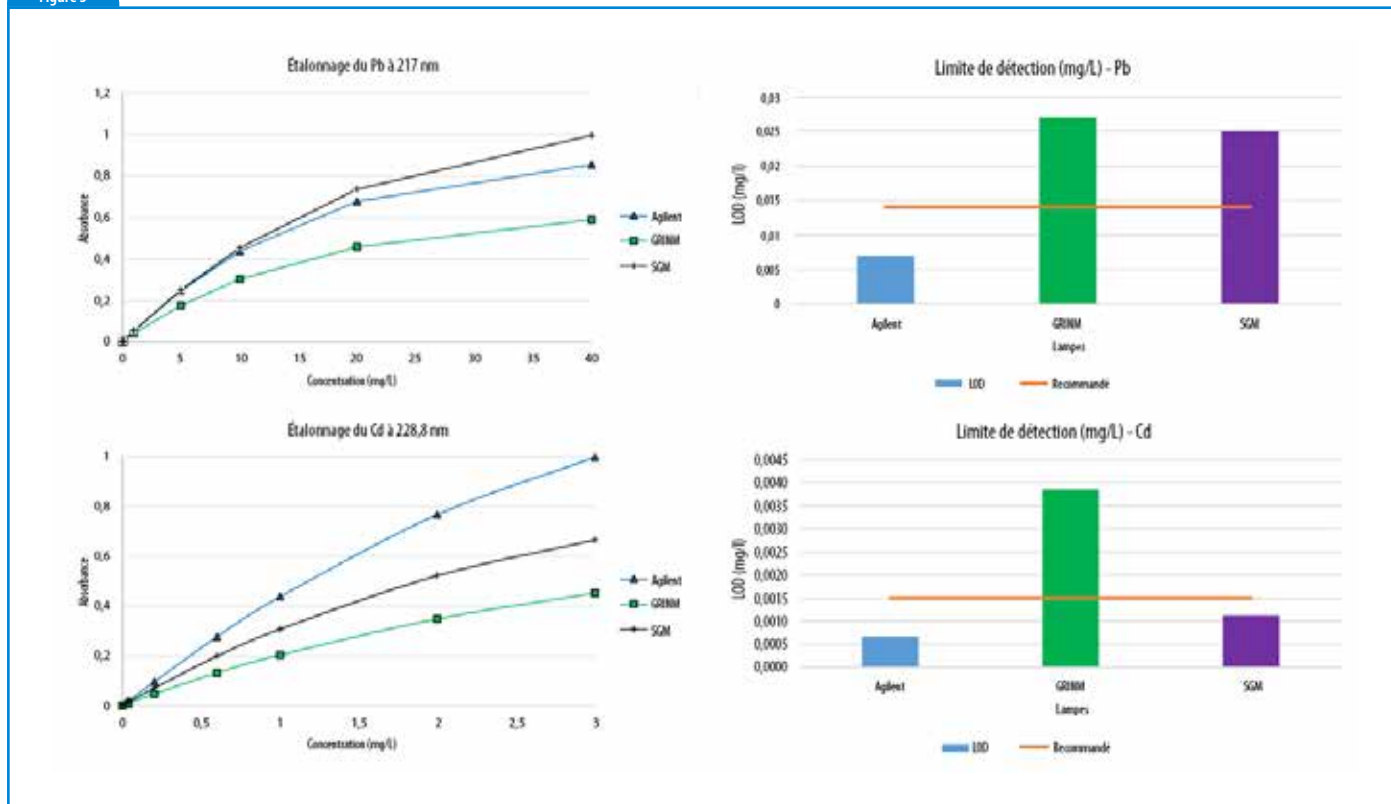
Le graphique du bas illustre la durée de vie de la lampe de sélénium (Se) et de plomb (Pb). La lampe Agilent (couleur bleue) présente la meilleure durée de vie pour deux de ces éléments. Elle est plus de 4 fois supérieure à celle de la meilleure lampe concurrente de sélénium et environ 20 % plus élevée que celle de la meilleure lampe concurrente de plomb.

Une comparaison des courbes d'étalonnage du plomb (Pb) à 217,0 nm est illustrée en Figure 3. La lampe Agilent donne une bonne sensibilité, équivalente à la performance de la lampe SGM. Une comparaison des courbes d'étalonnage du cadmium (Cd) à 228,8 nm est également illustrée. La lampe Agilent offre la meilleure sensibilité et la meilleure linéarité. Les limites de détection de l'instrument pour ces deux éléments sont également comparées. Dans chaque cas, la lampe Agilent fournit la meilleure (ou la plus basse) limite de détection, celle-ci est significativement meilleure que celle des lampes à plus bas prix de la concurrence.

L'étude a également examiné le rapport performance/durée de vie de la lampe Agilent avec celui des principaux concurrents, pour les lampes d'arsenic (As), de cadmium (Cd), d'or (Au), de cuivre (Cu) et de sodium (Na). La lampe Agilent présente la meilleure durée de vie pour chacun de ces éléments. La durée de vie est plus de 2,5 fois plus élevée que celle de la meilleure lampe concurrente pour la plupart des éléments et environ 25 % plus élevée que celle de la meilleure lampe concurrente pour le sodium.

Figure 2





Il existe plusieurs idées fausses concernant l'utilisation des lampes multi-éléments avec la technique AA. Par exemple, de nombreux utilisateurs pensent que des lampes multi-éléments ont des durées de vie plus courtes et réduisent les performances analytiques. Agilent propose un ensemble très complet de lampes multi-éléments qui offrent des performances similaires à l'ensemble des lampes mono-éléments. Comme nous l'avons montré pour l'ensemble des lampes multi-éléments, chacune aura une durée de vie satisfaisante — ce qui discrédite le mythe des durées de vie plus courtes. En termes de performance, nous voyons que quand une lampe fonctionne avec le courant recommandé pour les lampes multi-éléments, la sensibilité obtenue avec la lampe multi-éléments est comparable à celle obtenue avec une lampe mono-élément. Il peut y avoir une légère dégradation de la limite de détection obtenue, mais cette modification est relativement petite. Les inquiétudes quant aux mauvaises performances des lampes multi-éléments sont également un mythe.

La Figure 4 compare les performances d'un certain nombre d'éléments d'une lampe multi-éléments pour le Co/Cu/Cr/Fe/Mn/Ni. Comme montré par les tracés sur la gauche, la stabilité à court terme pour chaque élément est très bonne après la période de préchauffage initiale. Du côté droit, nous montrons le graphique d'étalonnage attendu pour les éléments listés extraits du manuel de l'AAS flamme. Les graphiques d'étalonnage les plus grands illustrent la sensibilité atteinte pour ces éléments, en utilisant une lampe multi-éléments. Les sensibilités mesurées correspondent aux performances attendues du manuel qui confirment à nouveau que les performances ne sont pas altérées lors de l'utilisation d'une lampe multi-éléments fonctionnant selon les conditions recommandées pour ce type de lampe.

Astuces et recommandations concernant le fonctionnement

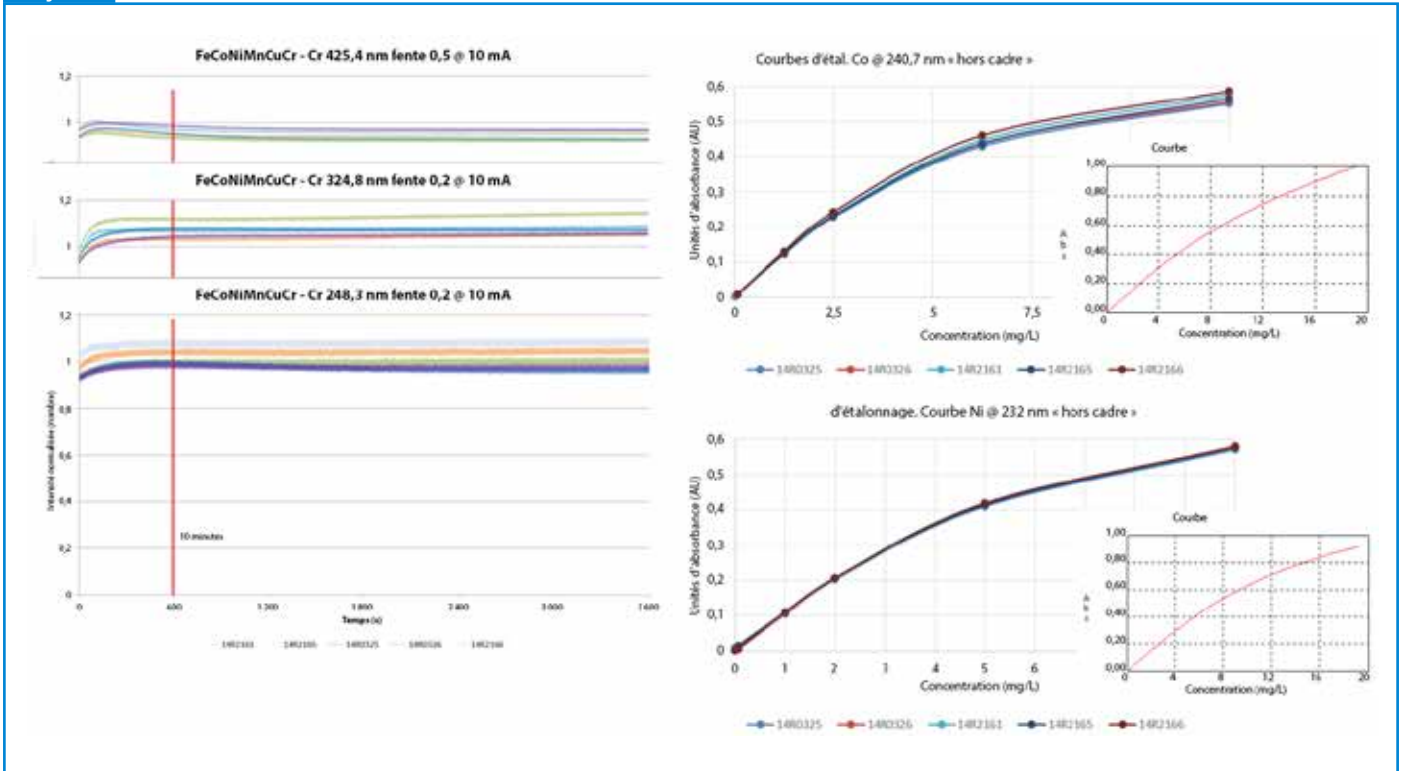
Comme noté plus haut, les lampes multi-éléments nécessitent des conditions de fonctionnement différentes de celles des lampes mono-éléments. Le courant de la lampe, la largeur de fente recommandée et même les longueurs d'onde recommandées peuvent être différents lors de l'utilisation d'une lampe multi-élément. Cependant, quand elle la lampe multi-éléments est utilisée dans les conditions de fonctionnement recommandées, ses performances sont équivalentes.

Ce qu'il faut également garder à l'esprit lors de l'utilisation d'une lampe HC. D'abord, considérons l'entretien et le fonctionnement général de la lampe. La lampe est fragile, donc nous devons éviter toute contrainte ou tout choc excessif. Nous devons également nous assurer qu'il n'y a pas de traces de doigts sur la fenêtre à l'extrémité de la lampe, à l'endroit où la lumière passe à travers le système optique des instruments. L'huile et le gras de la peau peuvent s'accumuler sur cette surface et réduire la transmission de la lumière dans l'optique, ce qui réduit les performances. Ceci est particulièrement important pour les éléments qui ont des longueurs d'onde d'émission dans la région UV ou pour les éléments présentant une intensité relativement faible, telles que les lampes d'As, de Se et de Ni.

Il est préférable de toujours préchauffer la lampe 10 minutes au début de l'analyse, ce qui permet de stabiliser l'émission et comme déjà signalé, de travailler dans les conditions de fonctionnement recommandées ; pour les lampes Agilent, ces dernières sont listées sur l'étiquette à la base (notamment le courant, la longueur d'onde et la bande passante spectrale recommandés). Durant l'utilisation de la lampe, il est conseillé de surveiller les performances, en particulier la valeur du « gain » en pour cent affichée durant l'optimisation. Vous devriez comparer cette valeur avec les valeurs de « gain » habituelles disponibles sur le site d'Agilent (<https://www.agilent.com/en/support/icp-ms/kb005762>). Une variation significative de la valeur de « gain » de la lampe peut indiquer que la lampe a atteint sa fin de vie opérationnelle. En cas d'utilisation d'un système de four graphite, nous recommandons d'aligner la lampe sans la tête de travail du four dans le trajet optique ; aligner la lampe en premier, puis placer la tête de travail et l'aligner de manière à obtenir un flux lumineux optimal à travers la tête de travail du système de four graphite.

Un autre type de lampe source à prendre en considération est la lampe à deutérium, utilisée pour une correction du bruit de fond de votre système AA. Pour la plupart des instruments AA, la lampe à deutérium est particulièrement utilisée dans la gamme de longueurs d'onde entre 200 et 400 nm. Nous ne l'utilisons pas au-delà de 400 nm, car la lampe ne présente pas d'émission utilisable. La plupart du bruit de fond est observé entre 200 et 400 nm. Le système de correction du bruit de fond Agilent offre une bonne capacité, il peut donc corriger jusqu'à 2,5 unités d'absorbance du bruit de fond et permettre une

Figure 4



correction rapide avec un délai de réponse inférieur à 2 ms entre chaque lecture, ce qui peut minimiser l'erreur de correction produite lors de l'utilisation d'un correcteur de bruit de fond.

Voici d'autres questions courantes concernant la lampe à deutérium :

- La lampe est-elle toujours allumée ? La réponse est « non », car la lampe sera allumée seulement quand l'instrument est en cours d'initialisation, puis elle est ensuite éteinte, à moins que vous n'utilisiez la correction du bruit de fond dans votre méthode.
- Quelle est la durée de vie de la lampe ? Il est difficile de donner une valeur précise, car elle dépend de nombreuses variables, mais, en général, nous avons des durées de vie supérieures à 1 000 heures d'utilisation. Pour la plupart des utilisateurs qui travaillent fréquemment avec un correcteur de bruit de fond, la lampe doit être généralement remplacée tous les ans.

Considérons maintenant d'autres conseils pour vous aider à maximiser les performances de votre système AA.

Prévenir le bouchage du nébuliseur

L'un des aspects les plus importants à prendre en compte pour empêcher le bouchage du nébuliseur est de travailler avec une solution de rinçage. Une solution de rinçage est un blanc de réactif qui permet de rincer le nébuliseur entre chaque échantillon et plus particulièrement à la fin de l'analyse, avant d'éteindre la flamme. Cela permet d'éliminer tout résidu d'échantillon restant sur le nébuliseur et peut permettre d'éviter un bouchage. La préparation d'échantillons joue ici également un rôle crucial — les grosses particules doivent être enlevées de l'échantillon. Cela implique une filtration ou une centrifugation des échantillons. Dans ce dernier cas, lors de l'utilisation d'un passeur automatique d'échantillons, ou même lors d'un échantillonnage manuel, il est essentiel de prélever l'échantillon au-dessus de la couche de sédiment dans le flacon de l'échantillon. Lors du nettoyage des capillaires d'échantillon entre chaque échantillon, il est nécessaire d'utiliser des lingettes qui ne peluchent pas, sinon des fibres peuvent s'accumuler et risquer de boucher le nébuliseur. Quand le nébuliseur est bouché, la meilleure solution est de le démonter complètement et de passer ses composants au bain à ultrasons dans une solution détergente. Le nébuliseur peut ensuite être rincé et remonté. Il est aussi possible d'éliminer le bouchage aussitôt avec un fil de nettoyage, mais c'est une

solution uniquement à court terme. Toutefois, il est toujours plus judicieux de penser « prévention », c'est-à-dire de préparer soigneusement l'échantillon et de rincer le système d'introduction d'échantillon.

Le réglage du système d'atomisation peut aussi aider à réduire le bouchage du nébuliseur. Donc, pour la plupart des applications, une double hélice doit être installée dans la chambre de nébulisation. Optimisez le positionnement de la bille d'impact de manière à avoir la meilleure combinaison de sensibilité et de précision. Utilisez un capillaire de petit diamètre. Si vous désirez une meilleure sensibilité, vous pouvez retirer la double hélice. Vous pouvez ajuster la bille d'impact en l'éloignant du nébuliseur. Si vous installez un tube à large diamètre, vous obtiendrez un débit de délai de transfert plus élevé, ce qui signifie que vous obtiendrez une amélioration de la sensibilité. Votre niveau de bruit augmentera un petit peu, mais le signal augmentera considérablement. Donc, globalement, la performance signal-sur-bruit sera meilleure. Pour les échantillons plus délicats ayant des niveaux plus élevés de solides dissous, vous devez en premier lieu vous assurer que la double-hélice est en place. Ajustez ensuite la bille pour une sensibilité maximale, et faites tourner le dispositif de réglage de la bille d'au moins un demi-tour dans le sens horaire en le rapprochant du nébuliseur, pour un positionnement avec une sensibilité maximale. Cela veut dire que vous allez sacrifier un peu de sensibilité, peut-être la réduire d'environ 10 %, mais en étant plus proche du nébuliseur, il y a moins de risque de bouchage du système d'introduction d'échantillon. Et bien sûr, cela veut dire que vous aurez une meilleure performance et une meilleure stabilité à long terme.

Il est important de prendre en compte les procédures que nous passons en revue à la fin de la journée, quand l'analyse est terminée, car cela a aussi un gros impact sur les performances de l'instrument. La procédure d'extinction recommandée est la suivante :

- aspirez la solution de rinçage pendant quelques minutes avant d'éteindre la flamme (afin de nettoyer le nébuliseur et d'éliminer tout résidu d'échantillon restant) ;
- éteignez la flamme et laissez le brûleur refroidir ;
- enlevez le brûleur et versez au moins 500 mL d'eau dans la chambre de nébulisation (afin de rincer tout résidu d'acide du piège à liquides) ;
- videz la cuve à déchets ;

- coupez les gaz au niveau de l'alimentation de l'instrument ;
- fermez le logiciel ;
- éteignez l'instrument.

En suivant cette procédure, nous allons rincer tout le système d'introduction d'échantillon et tous les résidus d'acide. Cela signifie que nous aurons moins de risque de bouchage et moins de risque de dégradation des instruments.

Maintenance du système d'introduction d'échantillon

Voici quelques recommandations qui peuvent vous aider au nettoyage du système d'atomisation. Le brûleur est probablement la partie avec laquelle de nombreux utilisateurs rencontrent des difficultés. Pour nettoyer le brûleur, nous recommandons de l'astiquer, et plus particulièrement l'intérieur de la fente du brûleur. Utilisez un nettoyant pour métaux, comme ce que vous utilisez pour nettoyer le lait. Nous utilisons un matériau appelé « Brasso », mais s'il n'est pas disponible, tout autre nettoyant liquide pour métaux recommandé pour le nettoyage du lait fonctionnera très bien. Utilisez une bande de nettoyage pour brûleur afin d'introduire du nettoyant pour métaux dans le slot du brûleur (Figure 5, en haut). Utilisez ensuite la carte pour astiquer l'intérieur de la fente du brûleur sur les deux faces. Plus vous l'astiquez, plus il sera performant. À terme, vous obtiendrez de meilleures performances et une meilleure résistance aux bouchages si vous astiquez et nettoyez bien votre brûleur.

Le nettoyage de la chambre de nébulisation est aisé — démontez-la et nettoyez-la dans une solution de détergent. Il est aussi crucial de surveiller l'état des composants à l'intérieur, plus particulièrement la bille d'impact en verre. La Figure 5 (en bas) illustre l'état d'une bille très utilisée. Celle-ci est assez endommagée. Si vous constatez beaucoup d'indentations ou de piquages sur la surface de la bille, elle ne fonctionnera pas très bien en termes de rupture du débit de l'échantillon. Vous devez remplacer la bille immédiatement si elle présente cet aspect. La bille d'impact est cruciale, car elle vous permet de contrôler les performances de l'instrument. Le dispositif externe de réglage à bille vous permet d'en contrôler le positionnement de la bille. En ajustant le positionnement de la bille, vous pouvez régler l'instrument afin d'atteindre la sensibilité dont avez besoin. Si vous éloignez trop la bille du nébuliseur, vous verrez une augmentation du signal. Le signal devrait passer par une sorte de maximum et au fur et à mesure que vous éloignez la bille, l'absorbance diminuera à nouveau. Le positionnement de la bille est crucial pour vous pouvoir atteindre de bonnes performances.

Exactitude des étalons

Parce que toutes les mesures d'échantillons sont effectuées par rapport à un étalonnage initial, l'exactitude de l'analyse dépend de l'exactitude des mélanges étalons. Les mélanges étalons utilisés ne doivent pas contenir de contaminants et surtout, doivent être certifiés à l'aide des techniques les plus rigoureuses et les plus robustes, avec des preuves à l'appui. Par définition, un « matériau de référence certifié » (CRM) est un matériau de référence fourni avec un certificat, qui possède au moins une concentration certifiée par une procédure qui établit une traçabilité avec un étalon ou une unité exacte, et pour lequel la valeur certifiée est accompagnée d'une incertitude avec un certain degré de confiance.

Le recours aux CRM pour la préparation des mélanges étalons améliore l'exactitude des mesures, garantit leur traçabilité et permet de quantifier l'incertitude des mesures. L'autre raison pour laquelle les clients veulent travailler avec des CRM est guidée par la réglementation. Les organismes nationaux réglementaires tels que la National Association of Testing Authorities (NATA), en Australie et l'United Kingdom Accreditation Service (UKAS), au Royaume-Uni demandent de plus en plus à ce que les laboratoires certifiés selon l'ISO Guide 34 utilisent des CRM (si cela est pertinent et s'ils sont disponibles) pour la vérification/validation de leurs méthodes.



Les CRM Agilent sont fabriqués dans un établissement certifié ISO 9001 et ISO Guide 34 et certifiés dans un laboratoire d'analyse certifié ISO/CEI 17025. Les étalons Agilent utilisent les éléments et des composés de la plus grande pureté (généralement + 99,999 %), ainsi que des acides et des solvants de grande pureté. Les impuretés à l'état de traces des matériaux bruts sont analysées à l'aide d'un ICP-MS Agilent. Les métaux sont prénettoyés à l'acide et rincés dans de l'eau de très grande pureté ; les sels sont séchés jusqu'à l'obtention d'un poids constant. Les solutions sont préparées de manière gravimétrique dans un environnement ultra-propre. Les minéralisations acides sont réalisées dans des contenants en polyéthylène haute densité (HDPE) ou en PTFE pré-nettoyés afin d'éviter toute contamination provenant des cuves de réaction. Les balances et les fioles jaugées sont étalonnées selon les procédures du National Institute of Standards and Technology (NIST). Les étalons de pétrole sont mélangés dans des réacteurs en verre ou en HDPE pré-nettoyés.

Les CRM de spectroscopie Agilent sont certifiés à l'aide d'un protocole de spectroscopie haute performance développé par le NIST et selon des méthodes de chimie humide classiques (titrimétrie et gravimétrie). La concentration certifiée et les valeurs d'incertitude sont déterminées selon les séries 3100 de surveillance de réaction sélectionnée (SRM) du NIST des étalons spectrométriques, afin de garantir une précision et une traçabilité extrêmes. Les étalons sont emballés dans des flacons pré-nettoyés en HDPE avant d'être envoyés dans des sacs scellés plusieurs fois avec des sceaux d'invulnérabilité. Les flacons sont lixiviés à l'acide et rincés trois fois avec de l'eau déionisée avant utilisation. La durée de validité des étalons est longue, jusqu'à 18 mois, durée étayée par les études de stabilité à long terme nécessaires pour la certification Guide 34.

Tous les étalons Agilent sont accompagnés d'un certificat d'analyse complet (CoA). Les impuretés à l'état de traces sont analysées à l'aide d'un ICP-MS Agilent et figurent sur le CoA pour les étalons ICP-OES/ICP-MS.

Agilent propose maintenant une ligne complète de CRM pour la spectroscopie,

fabriqués selon les normes ISO 17025 et l'ISO Guide 34, pour des applications d'AA, de MP-AES, d'ICP-OES et d'ICP-MS. Agilent propose aussi une gamme complète d'étalons mono et multi-éléments métallo-organiques et d'étalons de biodiesel, d'huiles de base et de solvants purs pour la préparation d'étalons de travail pour l'analyse d'additifs lubrifiants, de métaux d'usure et de produits pétroliers. Les étalons métallo-organiques et les étalons de biodiesel bénéficient de méthodes exclusives permettant la synthèse de matériaux métallo-organiques. Ces derniers offrent la pureté et la stabilité nécessaires à la production de cette gamme de CRM mono et multi-éléments dans les matrices organiques, qui sont aussi certifiées ISO Guide 34. Avec les CRM Agilent, vous êtes assuré de la qualité, de la pureté et de la cohérence de vos résultats.

Voici quelques questions à prendre en compte au moment de la préparation du mélange étalon. Concentrons-nous sur les plus fréquentes, des choses probablement déjà connues, mais dont nous ne nous souvenons pas toujours, ou dont les procédures ne sont pas toujours correctement suivies :

- Est-ce que l'étalon n'a toujours pas dépassé sa date limite d'utilisation ?
- Travaillez-vous avec les meilleures pipettes étalonnées et de la verrerie de classe A ?
- Vérifiez-vous régulièrement la précision des pipettes ?
- Utilisez-vous de l'eau déionisée pour minimiser la contamination ?
- Effectuez-vous des dilutions en série afin d'éviter l'introduction de grandes erreurs de dilution ?
- Comment stockez-vous les échantillons ? Les étalons devraient être acidifiés afin d'obtenir une meilleure stabilité. Les cuves en plastique (PFA et FEP) garantissent une meilleure stabilité.
- Préparez-vous des étalons régulièrement ? En particulier, quand vous travaillez à l'échelle des traces, il est crucial que vous prépariez de nouveaux étalons à chaque fois que vous utilisez votre instrument. Cela peut être tous les jours ou une fois par semaine, en fonction du nombre d'échantillons.

Réduire la contamination

Vous devez penser au risque de contamination, car elle peut survenir avec tout ce qui entre en contact avec votre échantillon, que ce soit durant le stockage, durant

la digestion ou même durant l'analyse. Pensez à la pureté du réactif — prenez toujours les meilleurs réactifs que vous pouvez trouver et vérifiez bien leur CoA. Il peut varier d'un lot à l'autre. Quelle est la teneur en contaminants potentiels de cet échantillon ? La vérification du CoA permettra de mettre en évidence la présence d'un taux d'éléments plus élevé pouvant potentiellement poser problème pour votre application. Assurez-vous de refermer les réactifs immédiatement après utilisation.

Une autre cause courante de contamination est l'eau de qualité réactif. Si vous ne travaillez pas avec de l'eau déionisée, ou si vous n'entretenez pas votre réseau d'eau correctement, cela peut potentiellement poser problème. Si vous travaillez avec des embouts de pipette colorés, ils peuvent introduire une contamination potentielle, en particulier avec des éléments comme le cuivre, le fer, le zinc et le cadmium. Il est préférable de travailler avec des embouts neutres.

Améliorer la précision

Afin d'améliorer la précision, vous aurez aussi besoin de vous concentrer sur les procédures pour les échantillons de digestion. Vérifiez que vous utilisez la méthode de minéralisation la plus adaptée. Vous devez vous assurer que la méthode que vous utilisez convient à votre application. C'est tout aussi important si vous travaillez dans un système de minéralisation avec bloc, ou même micro-ondes.

Avez-vous vérifié si vous avez perdu des composés durant la minéralisation ? Avez-vous vérifié s'il y a eu contamination durant la préparation ? Pour ce faire, utilisez un CRM durant la préparation et le processus d'analyse. Cela constitue une solide vérification du bon fonctionnement de votre système.

Un autre moyen de contrôler la contamination est de travailler avec un blanc de réactifs et de l'inclure dans chaque lot d'échantillon que vous préparez. Cela implique d'utiliser de l'eau de qualité réactif durant votre processus de préparation. Mesurez-le comme un échantillon et si vous observez des teneurs supérieures, cela peut mettre une contamination en évidence. Travailler avec un blanc de réactifs est recommandé pour toutes les analyses. Il n'est pas nécessaire de vérifier votre procédé de minéralisation à chaque analyse, mais il est bien de le vérifier périodiquement, plus particulièrement si vous créez une nouvelle méthode.

Figure 6



Appauvri
Débit d'acétylène réduit



Stœchiométrique



Riche
Débit d'acétylène élevé

Sensibilité analytique

Si nous voulons améliorer les performances de nos instruments, l'une des dernières vérifications à faire est de contrôler la sensibilité analytique obtenue. L'un des problèmes rencontré par de nombreux utilisateurs est l'alignement du brûleur. Nous devons optimiser le positionnement du brûleur verticalement, horizontalement et en rotation. Pour ce faire, la meilleure solution est d'utiliser les bandes de nettoyage et les cartes d'alignement. Vous pouvez les positionner sur le brûleur et utiliser la zone cible pour vérifier que le brûleur est correctement aligné par rapport au faisceau lumineux provenant de la lampe HC. De cette manière, vous pouvez vérifier rapidement et visuellement que le faisceau lumineux est parallèle à la fente du brûleur. Il est également de bonne pratique de vérifier le débit d'aspiration du nébuliseur. Il devrait idéalement être autour de 5 mL/min. Si nécessaire, vous pouvez ajuster le nébuliseur ou le nettoyer s'il y a un bouchage partiel et si le débit du délai de transfert de votre échantillon est trop faible. Une fois ces ajustements préliminaires réalisés, vous pouvez aspirer un étalon et ensuite optimiser un peu plus le système pour une sensibilité maximale. Nous allons maintenant nous concentrer sur des éléments comme le positionnement de la bille d'impact de manière à ce que nous puissions utiliser l'ajusteur pour nous assurer que nous obtiendrons la meilleure sensibilité et la meilleure précision.

Ensuite nous nous concentrerons sur la chimie de la flamme, sa stoechiométrie étant particulièrement importante pour les éléments utilisant une flamme à l'acétylène/au protoxyde d'azote, mais aussi pour des éléments utilisant une flamme d'acétylène avec de l'air. En ajustant vos débits, vous pouvez changer la sensibilité et optimiser vos performances.

L'ajustement du débit d'acétylène devient encore plus crucial lors de l'utilisation d'une flamme à l'acétylène/au protoxyde d'azote. La Figure 6 illustre un exemple de conditions d'optimisation pour le brûleur acétylène/protoxyde d'azote. Vous travaillez souvent avec ce type de brûleur quand vous avez besoin de mesurer les éléments les plus réfractaires. Et ces éléments ont besoin d'acétylène supplémentaire dans la flamme afin d'obtenir une bonne atomisation et un bon signal. Généralement, lors de l'utilisation d'une flamme au protoxyde d'azote, vous avez besoin de rajouter de l'acétylène à la flamme. Dans les conditions analytiques décrites dans le manuel, vous verrez souvent des références concernant le halo ou la hauteur du cône dans la flamme. Cela fait référence à la hauteur de la région colorée que vous pouvez visualiser sur la Figure 6. Afin d'obtenir une flamme riche, vous aurez besoin d'augmenter le débit d'acétylène jusqu'à huit litres par minute.

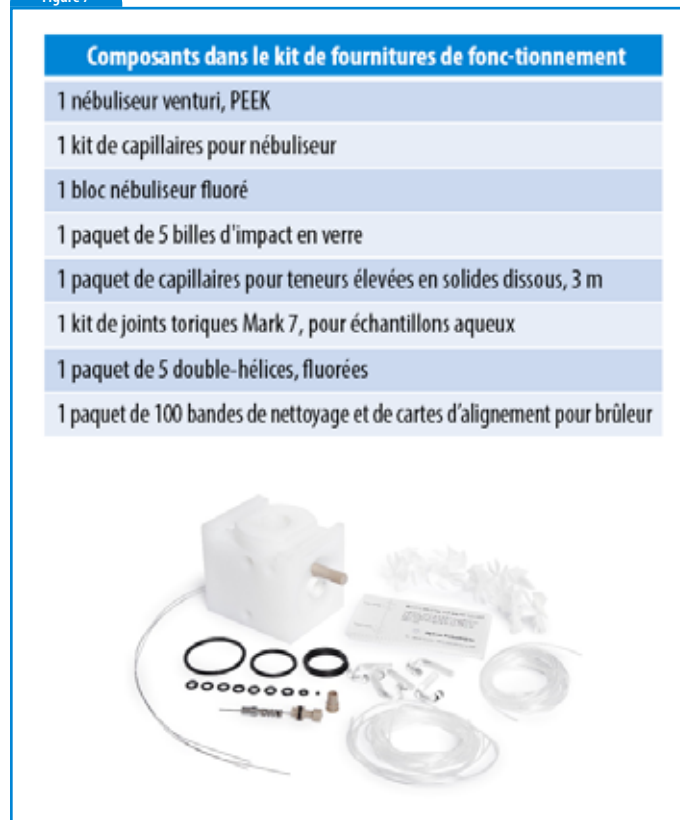
Calendrier de maintenance recommandé

Voici quelques recommandations pour votre maintenance. Voici les calendriers de maintenance recommandés pour l'AA flamme. Notez que ce ne sont que des recommandations, les temps peuvent varier en fonction de votre application et de votre charge de travail. Ajustez-les au besoin en vous basant sur votre usage propre.

Les vérifications que vous devez faire à chaque fois que vous faites une analyse sur votre instrument sont ce qu'il y a de plus important. Vérifiez que vous avez assez de gaz dans les bouteilles au début de l'analyse, ceci est particulièrement important pour l'acétylène, afin de garantir qu'il n'y a pas de transfert de l'acétone vers la boîte de gaz de l'instrument. Vérifiez que la hotte d'extraction fonctionne correctement. Vérifiez le débit d'aspiration du nébuliseur et inspectez le brûleur afin de vous assurer qu'il est propre et prêt pour l'analyse. Vous devriez être prêt à commencer votre analyse.

À la fin de l'analyse, suivez la procédure d'extinction recommandée afin de nettoyer le système d'introduction d'échantillon, puis videz le container à déchets. La bonne pratique veut également que vous essuyez les surfaces externes de votre système d'absorption atomique, en particulier le compartiment de l'échantillon afin d'enlever tout résidu acide qui peut s'être accumulé sur ces surfaces.

Figure 7









Nettoyez le brûleur et le système d'atomisation flamme chaque semaine ou aussi souvent que nécessaire. Durant cette opération, inspectez les composants, en particulier la bille d'impact et l'état de l'ensemble des joints toriques, afin de vérifier qu'ils sont en bon état. Si les joints toriques sont entaillés, endommagés ou visiblement étirés, remplacez-les immédiatement, sinon ils ne vont pas correctement fonctionner et vous n'obtiendrez pas une bonne étanchéité. Vérifiez la fenêtre optique de l'instrument périodiquement et nettoyez-la si nécessaire. Si vous suivez ces procédures, vous devriez être capable d'obtenir des résultats satisfaisants et cohérents avec vos instruments.

Consommables clés en AA

Voici quelques recommandations sur les types de consommables courants dont vous pourriez avoir besoin lors de l'utilisation de vos instruments. Tous les instruments auront besoin de lampes HC ainsi que d'étalons utilisés pour l'étalonnage (CRM). Pour l'absorption atomique flamme, il s'agit pour la plupart de pièces détachées du système d'introduction d'échantillon à avoir sous la main, telle que les billes d'impact, les bandes de nettoyage du brûleur, les pièces de nébuliseur, les capillaires, etc. Si vous avez un bouchage ou une rupture, vous pouvez démonter le nébuliseur, remplacer le composant et continuer l'analyse.

Bien que nous ne nous soyons pas axés sur les autres techniques d'AA dans cette présentation, il existe des consommables clés à avoir sous la main. Pour les systèmes AA avec four graphite, vous devez avoir des tubes en graphite, des flacons à échantillon, des capillaires et des seringues de distribution pour le passeur automatique d'échantillons, et des modificateurs de matrice. Pour les systèmes AA avec génération de vapeur, vous devriez avoir des cellules d'atomisation en quartz, des tubes de pompe péristaltique et des tubes de connexion.

Agilent dispose d'une gamme de kits de consommables, comme nous les appelons, des kits de fournitures consommables qui rassemblent tous les consommables dont vous avez besoin sous une seule référence. Nous en avons pour l'absorption atomique flamme (Figure 7) et pour l'AA avec four graphite, ainsi que pour quelques autres techniques ou autres accessoires que vous pourriez utiliser. Chacun de ces kits comprend tous les composants dont vous avez besoin pour faire fonctionner votre instrument pendant généralement une année d'opérations de routine.

Absorption atomique flamme	MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	ICP-QQQ
				
Les séries 55 et 200 d'Agilent comprennent une <u>absorption atomique flamme séquentielle rapide</u> et un <u>four à haute performance</u> .	Le MP-AES 4210 Agilent fonctionne à l'air pour <u>réduire au minimum les coûts de fonctionnement</u> et <u>améliorer la sécurité</u> .	L' ICP-OES 5110 d'Agilent est composé du <u>seul ICP-OES à double visée verticale simultanée</u> le plus productif au monde.	Les ICP-MS Agilent 7800 et 7900 sont des <u>ICP-MS à quadripole robustes, sensibles, précis et faciles d'utilisation</u> .	Les ICP-QQQ 8900 d'Agilent avec mode <u>MS/MS</u> permettent de <u>contrôler l'élimination des interférences en mode réaction de manière unique</u> .
 Leader de l'innovation en spectroscopie atomique				

Posséder l'un de ces kits est une manière très commode d'avoir toutes les pièces détachées dont on a besoin au moment où on en a besoin. Ces kits de fournitures consommables peuvent être commandés chaque année afin de garantir une performance instrumentale optimale tout au long de l'année.

La Figure 8 illustre une vue d'ensemble de la gamme de spectroscopie atomique d'Agilent. Agilent propose une large gamme d'instruments allant des systèmes d'absorption atomique flamme jusqu'aux ICP-QQQ ICP-MS qui offre la possibilité en MS/MS de contrôler l'élimination des interférences en mode réaction de manière unique. Quelle que soit la technique que vous utilisez, quel que soit le type d'analyse effectué, vous pouvez être sûr qu'Agilent disposera des produits dont vous avez besoin pour votre application particulière.

Résumé

Nous venons de passer en revue quelques astuces et recommandations pour vous permettre d'obtenir les meilleures performances et des données de qualité sur vos instruments. La plupart des difficultés que vous rencontrez dépendent de l'état et de la configuration de votre système d'introduction d'échantillon. Mettre l'accent sur la configuration, sur l'état et sur la maintenance de votre système d'introduction d'échantillon, qui comprend le brûleur, la chambre de nébulisation et le nébuliseur, en réalisant une maintenance appropriée de ces zones, vous aidera à obtenir les meilleures performances.

Des dépôts n'importe où dans le système d'introduction d'échantillon peuvent affecter la vitesse à laquelle l'échantillon est introduit dans la flamme, ce qui contribue à la dérive du signal et introduit potentiellement une contamination. Une maintenance appropriée de cette zone peut vous aider à améliorer vos résultats et la qualité des données, et à éviter des problèmes potentiels. L'établissement de procédures de maintenance de routine peut permettre aux analystes d'identifier et de corriger des problèmes en toute simplicité.

Ces astuces et recommandations vous aideront à entretenir vos instruments et à obtenir de meilleures performances et une meilleure productivité pour vos instruments.

Ressources

Voici enfin un aperçu des ressources supplémentaires disponibles pour vous aider. Agilent a récemment mis en place un « Hub de ressources en AA », une page d'information pour les utilisateurs de tout type d'instruments d'absorption atomique (<https://www.agilent.com/fr-fr/promotions/aa-resources>). Ce « hub de ressources en AA » est surtout caractérisé par des vidéos sur la maintenance et la résolution de problèmes qui concernent l'absorption atomique flamme, l'absorption atomique avec four graphite et les lampes HC.

Une liste des ressources supplémentaires disponibles pour les utilisateurs de l'absorption atomique est présentée ci-dessous :

Questions courantes sur les lampes : <https://www.agilent.com/search/?No=0&Nrpp=20&Ntt=lamp+FAQs&redirect=0>

Pièces et consommables pour l'absorption atomique https://www.chem.agilent.com/store/en_US/Cat-SubCat1ECS_30279/Atomic-Absorption

Notes d'application : <https://www.agilent.com/en-us/library/applications?N=129+900006641>

Catalogue de consommables pour la spectroscopie : http://www.agilent.com/cs/library/catalogs/public/5991-5455EN_Spectroscopy_Catalog_LR.pdf

Étalons/CRM : http://www.chem.agilent.com/Library/catalogs/Public/5991-5678EN_Chemical_Stnds_Catalog_LR.pdf

Consommables pour les instruments PerkinElmer : https://www.agilent.com/cs/library/catalogs/public/5991-6788EN_CL_Spect_AA_MiniCatalog_Offset_LR.pdf

Webinaires sur la spectroscopie atomique : <http://www.agilent.com/en-us/training-events/eseminars>

Guide de références rapide pour l'AA : https://www.agilent.com/cs/library/selectionguide/public/5990-9476EN_AA_Supplies_QRG.pdf

À propos de l'auteur



Eric Vandelay est le directeur marketing produit des consommables de spectroscopie d'Agilent Technologies, basé à Melbourne, en Australie. Il est diplômé de l'Université de Monash à Melbourne, en Australie. Il a obtenu une Licence en Sciences spécialité chimie en 1985. Eric est entré chez

Varian en 1988 et a occupé différents postes dont celui de spécialiste produit en absorption atomique, directeur produit en absorption atomique, directeur marketing à l'exportation, spécialiste d'application/ventes sur le terrain du secteur européen (spectroscopie atomique), directeur produit en ICP-OES et directeur de produit en MP-AES. Après l'acquisition de Varian par Agilent Technologies, Eric a pris le poste de directeur marketing produit des consommables de spectroscopie, il est responsable de l'assistance commerciale sur le terrain, du support client, du développement de produits et du marketing des consommables de spectroscopie. Il possède une expérience de plus de 30 ans en techniques de spectroscopie atomique.