

Guide de maintenance et de résolution d'anomalies pour l'absorption atomique

Astuces et conseils pour l'optimisation des performances de vos instruments d'absorption atomique, ainsi que la robustesse et la fiabilité de vos procédures opérationnelles normalisées.



Auteur

Eric Vanclay,
Directeur marketing
produits consommables
de spectroscopie,
Agilent Technologies, Australie

Introduction

L'objectif de cet article est de donner des astuces pratiques, qui peuvent vous aider à entretenir vos instruments d'absorption atomique (AA) et vous permettre d'améliorer vos analyses. Les recommandations fournies vous aideront pour la maintenance et la résolution d'anomalies. Vous connaissez sans doute quelques-unes de ces astuces, mais vous allez en découvrir de nouvelles pour la maintenance ou la résolution d'anomalies et optimiser les performances de vos instruments et de vos applications, et améliorer leur simplicité d'utilisation.

Agilent Technologies a fait effectuer une étude indépendante auprès de directeurs de laboratoire de différents segments du marché. L'objectif premier de cette étude était de comprendre leurs sources de difficultés 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 était de 700, avec des expériences, des tailles d'entreprise, des fonctions principales et des rôles différents.

Les directeurs de laboratoire sont confrontés à des difficultés en grande partie liées à la maintenance des instruments et à la complexité croissante des exigences relatives aux tests. 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 programmée pour des opérations de maintenance ou l'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 les problèmes de préparation d'échantillons (78 %), les pannes instrumentales (64 %) et les erreurs d'opérateur/de technicien (45 %). Fait intéressant, l'étude a mis en lumière que la taille du laboratoire est considérée comme un obstacle par 20 % des répondants, les trois quarts d'entre eux pensant que cet obstacle peut être surmonté avec des modèles d'instruments peu encombrants.

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 d'AA Agilent et la plupart de ceux des 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, qui sont appelées lampes UltraAA. Ces lampes UltraAA 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). Les lampes UltraAA d'Agilent représentent une gamme complète de lampes à cathode creuse à décharge renforcée et à haute intensité qui peuvent remplacer les lampes classiques pour les déterminations AA. Les limites de détection plus basses des lampes UltraAA permettent de répondre aux applications AA flamme, four et vapeur les plus exigeantes. Ces lampes offrent :

- jusqu'à 30 % de sensibilité en plus que les lampes HC classiques ;
- une gamme d'étalonnage étendue avec conservation de la précision analytique ;
- des durées de vie plus longues, dépassant les 8 000 mAh d'utilisation ;
- un fonctionnement de type « plug and play » pour une plus grande facilité d'utilisation.

Les systèmes AA d'Agilent avec effet Zeeman peuvent posséder un module de commande intégré (installé en usine). Pour les autres systèmes AA d'Agilent, des mises 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 supérieures et rentables. 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 de l'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 bonne intensité et une sensibilité correcte ainsi qu'un niveau de bruit faible. Deuxièmement, les lampes sont aussi conçues pour une très longue utilisation, grâce à la composition exclusive de la cathode et à l'optimisation du remplissage en gaz. La durée de vie moyenne des lampes Agilent est supérieure à 5 000 mAh, ce qui réduit les coûts d'exploitation et les temps d'indisponibilité dus aux pannes de lampes. Troisièmement, leur stabilité est meilleure, car les lampes Agilent sont préconditionnées pour être utilisées dès leur sortie de l'emballage. Cela peut améliorer la productivité et optimiser les performances instrumentales sans qu'il soit nécessaire de conditionner la lampe au préalable. Ensuite, les lampes Agilent sont conçues pour offrir une meilleure pureté spectrale. Comme illustré dans la figure 1, les lampes Agilent possèdent une tache « getter » noire spécifique provenant d'une procédure de fabrication unique de la lampe. Cette tache est composée d'une fine couche de zirconium activé, qui permet d'absorber les quelques impuretés pouvant être présentes dans la lampe durant son utilisation, ce qui améliore la pureté spectrale au cours du cycle de vie de la lampe. Le dernier avantage est la qualité : les lampes Agilent sont fabriquées à la main dans un établissement ISO 9001 avec des procédés éprouvés. Avant d'être expédiée, chaque lampe est soumise à des tests 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.

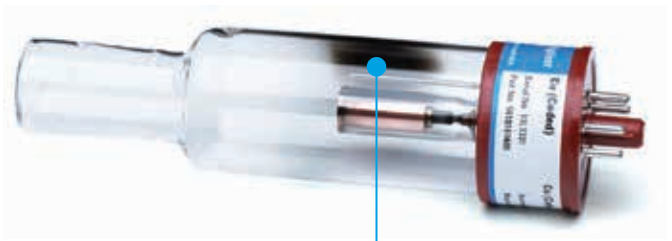


Figure 1. Tache « getter » noire typique provenant du processus de fabrication unique de la lampe. Vous pouvez aussi voir un peu de matériau de la cathode qui s'est déposé durant le traitement de la lampe.

Performances

Les performances des lampes HC d'Agilent sont présentées dans une analyse comparative que vous pouvez trouver sur www.agilent.com/cs/library/competitiveanalysis/public/5991-5023FR_Hollow_Cathode_Lamps_WhitePaper.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 de l'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 peut 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. Ce profil de stabilité est représenté après un temps de préchauffage de 10 minutes. Alors que la plupart des lampes apparaissent suffisamment stables, la lampe représentée par le 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 la meilleure stabilité globale, avec une RSD moyenne $< 1\%$ pour toutes les mesures sur une période de 1 heure, à comparer avec le plus mauvais résultat qui a une RSD $> 3\%$.

Le graphique du bas illustre la durée de vie des lampes au sélénium (Se) et au plomb (Pb). Les lampes Agilent (couleurs bleues) présentaient la meilleure durée de vie pour ces deux éléments. Elle était plus de 4 fois plus longue que celle de la meilleure lampe concurrente pour le sélénium et environ 20 % plus longue que celle de la meilleure lampe concurrente pour le plomb.

Une comparaison des courbes d'étalonnage pour le plomb (Pb) à 217,0 nm est illustrée dans la figure 3. La lampe Agilent donne une bonne sensibilité, équivalente à la performance de la lampe SGM. Une comparaison des courbes d'étalonnage pour le 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 (c'est-à-dire la plus basse) limite de détection, qui est sensiblement meilleure que celle des lampes de la concurrence à plus bas prix.

L'étude a également examiné le rapport performance/durée de vie des lampes Agilent et de celles des principaux concurrents, pour les lampes à l'arsenic (As), au cadmium (Cd), à l'or (Au), au cuivre (Cu) et au 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.

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

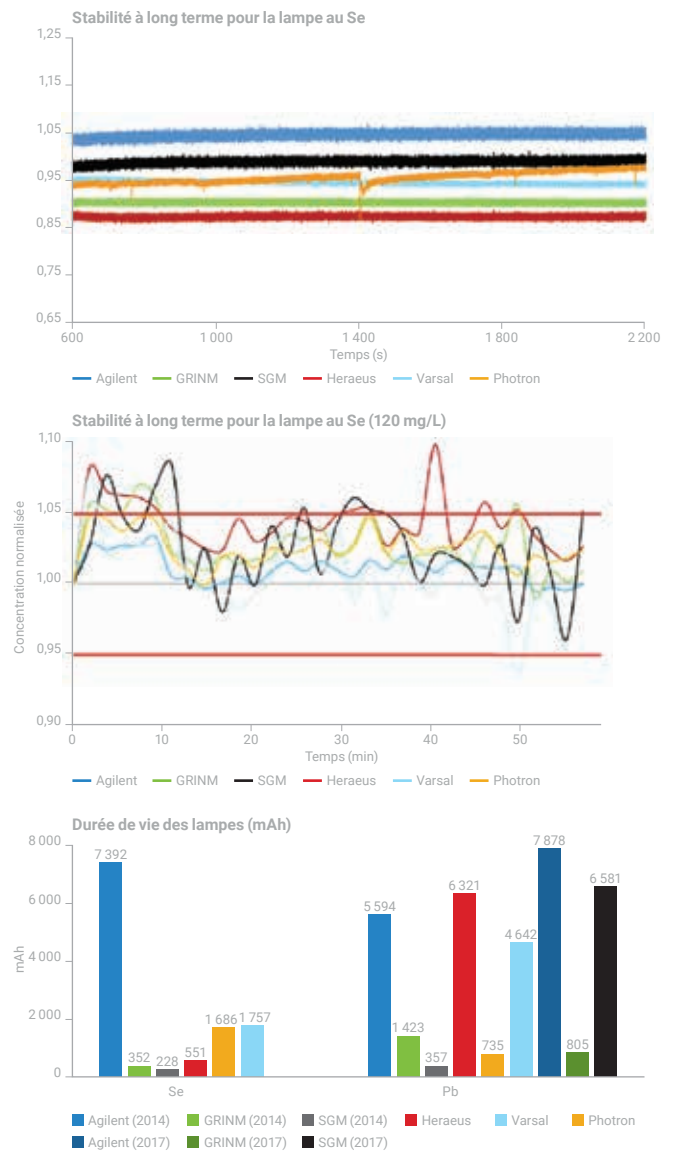


Figure 2.

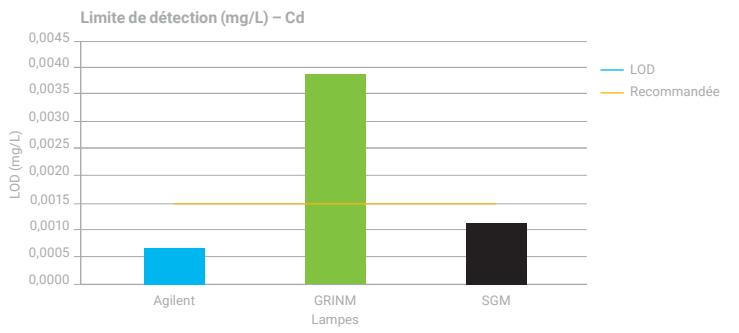
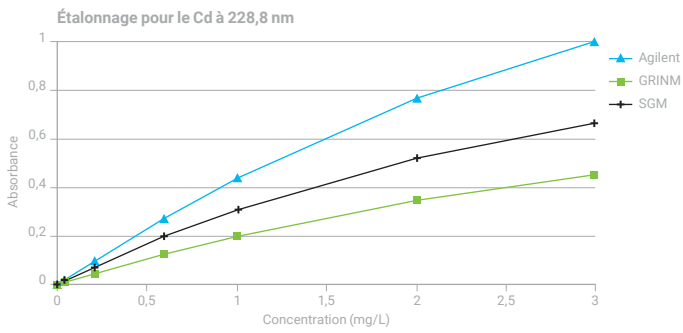
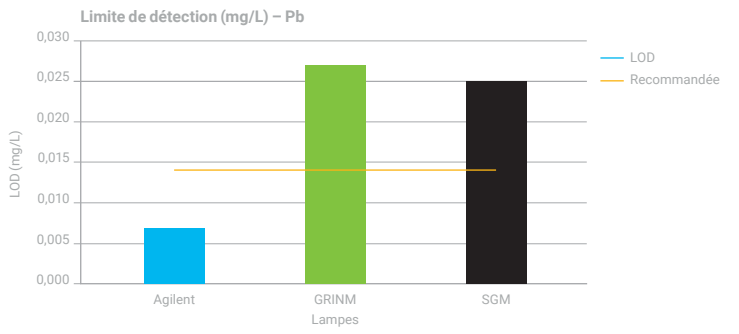
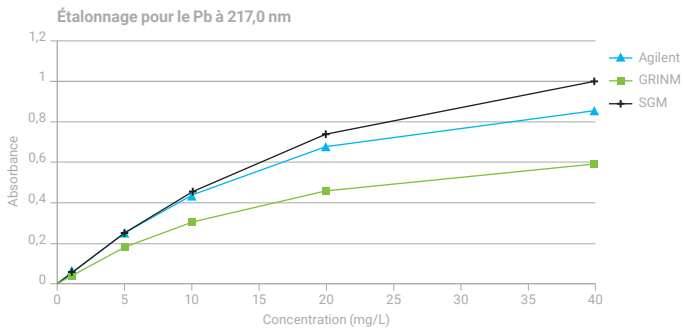


Figure 3.

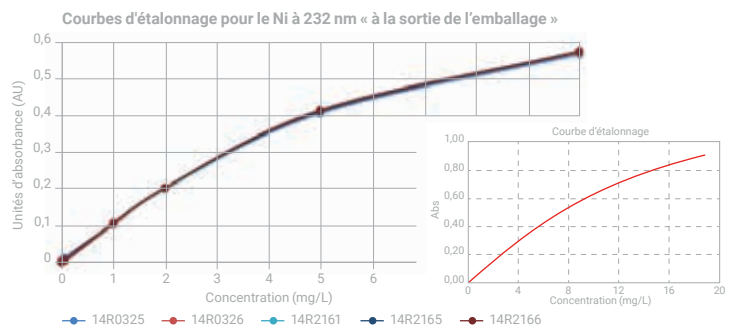
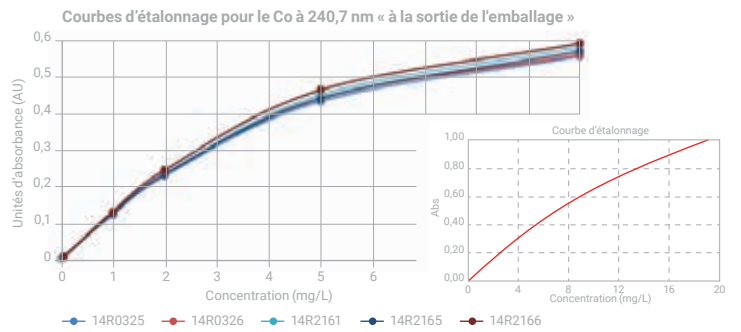
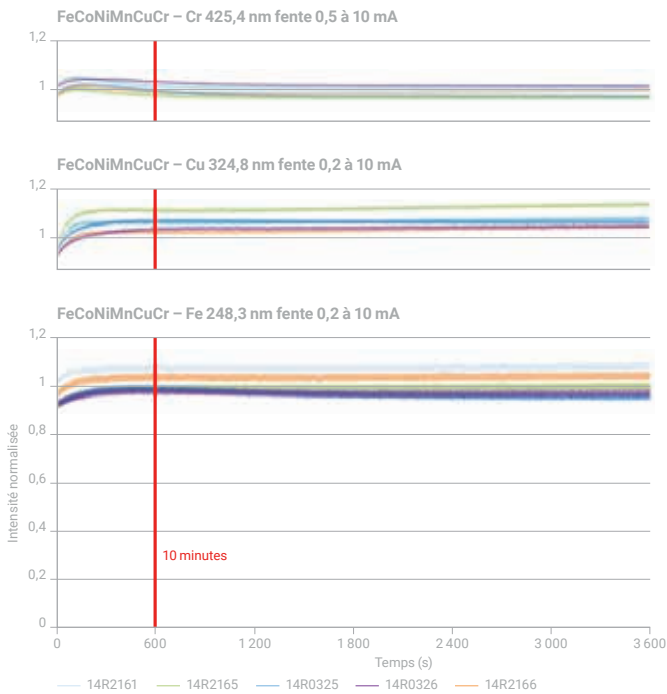


Figure 4.

La figure 4 compare les performances pour un certain nombre d'éléments avec une lampe multiéléments pour Co/Cu/Cr/Fe/Mn/Ni. Comme montré par les tracés à gauche, la stabilité à court terme pour chaque élément est très bonne après la période de préchauffage initiale. À droite, nous montrons la courbe d'étalonnage attendue pour les éléments indiqués qui figure dans le manuel de l'AAS flamme. Les courbes d'étalonnage sur les grands graphiques illustrent la sensibilité atteinte pour ces éléments, en utilisant une lampe multiéléments. La sensibilité mesurée correspond aux performances attendues du manuel, ce qui confirme de nouveau que les performances ne sont pas altérées lors de l'utilisation d'une lampe multiéléments fonctionnant dans les conditions recommandées.

Astuces et recommandations d'utilisation

Comme noté plus haut, les lampes multiéléments requièrent souvent des conditions d'utilisation différentes de celles des lampes monoélément. Le courant de la lampe, la largeur de fente recommandée et même les longueurs d'onde recommandées peuvent être différents pour l'utilisation d'une lampe multiéléments. Cependant, quand la lampe multiéléments est utilisée dans les conditions recommandées, ses performances sont équivalentes.

Voyons les autres points à garder à l'esprit lors de l'utilisation d'une lampe HC. D'abord, considérons l'entretien et la manipulation générale de la lampe. La lampe est fragile, donc il faut éviter tout choc ou toute contrainte excessive. Il faut également s'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 la graisse de la peau peuvent s'accumuler sur cette surface et réduire la transmission de la lumière dans l'optique, ce qui nuit aux performances. C'est un facteur 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 à As, Se et Ni.

Une bonne pratique consiste à toujours préchauffer la lampe pendant 10 minutes au début de l'analyse, ce qui permet de stabiliser l'émission et, comme mentionné précédemment, de travailler dans les conditions d'utilisation recommandées ; pour les lampes Agilent, ces dernières sont indiquées 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 d'en surveiller les performances, en particulier la valeur du « gain » en pour cent indiquée ou affichée durant l'optimisation. Vous devriez comparer cette valeur avec les valeurs de « gain » habituelles que vous pouvez trouver sur le site Agilent (www.agilent.com/en/support/icp-ms/kb005762). Une variation significative de la valeur de « gain » de la lampe peut indiquer que la lampe est proche de sa fin de vie opérationnelle. En cas d'utilisation d'un système à four graphite, nous recommandons d'aligner la lampe dans le trajet optique sans la tête de mesure du four ; alignez d'abord la lampe, puis placez la tête de mesure et alignez-la de façon à obtenir un flux lumineux optimal à travers la tête de mesure du système à four graphite.

La lampe au deutérium est un autre type de lampe source à prendre en considération. Elle est utilisée pour la correction du bruit de fond de votre système AA. Pour la plupart des instruments AA, la lampe au deutérium est souvent 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 majorité du bruit de fond est observée entre 200 et 400 nm. Le système de correction du bruit de fond d'Agilent est intéressant car il peut corriger jusqu'à 2,5 unités d'absorbance du bruit de fond et permettre une correction rapide avec un délai de réponse inférieur à 2 ms entre chaque mesure, ce qui peut réduire l'erreur de correction survenant lors de l'utilisation du correcteur de bruit de fond.

Voici quelques questions courantes sur la lampe à deutérium :

- La lampe est-elle toujours allumée ? La réponse est non, car la lampe est allumée seulement quand l'instrument est en cours d'initialisation. Elle est ensuite éteinte, sauf si vous utilisez la correction du bruit de fond dans la méthode en cours.
- Quelle est la durée de vie de la lampe ? Il est difficile de donner une valeur précise, car elle dépend de nombreux facteurs, mais en général, les durées de vie sont 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.

Prévention du bouchage du nébuliseur

L'une des principales précautions pour éviter le bouchage du nébuliseur est de le rincer entre les échantillons et surtout pendant quelques minutes à la fin de l'analyse, avant d'éteindre la flamme. Cela permet d'éliminer tout résidu d'échantillon dans le nébuliseur et peut permettre d'éviter un bouchage. La préparation d'échantillons est également une étape essentielle pour éviter le bouchage : les grosses particules doivent être éliminées de l'échantillon. Cela implique la filtration ou la 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 sédiments 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 immédiatement le bouchage avec un fil de nettoyage, mais ce n'est qu'une solution 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 placée 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, le débit d'aspiration est plus élevé et donc la sensibilité est meilleure. Votre niveau de bruit augmente un petit peu, mais le signal augmente considérablement. Donc, globalement, le rapport signal sur bruit est meilleur. Pour les échantillons plus délicats avec des teneurs plus élevées en solides dissous, vous devez en premier lieu vous assurer que la double hélice est en place. Ajustez ensuite la bille pour une sensibilité maximale. Puis faites tourner le dispositif de réglage à bille d'au moins un demi-tour dans le sens horaire en le rapprochant du nébuliseur à partir de la position de 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 de meilleures performances et une meilleure stabilité à long terme.

Il est important de passer en revue les procédures à respecter en fin de journée, quand les analyses sont terminées, car cela affecte également les performances de l'instrument. La procédure d'arrêt 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).
- Éteignez la flamme et laissez le brûleur refroidir.
- Enlevez le brûleur et versez au moins 500 mL d'eau à travers la chambre de nébulisation (afin d'éliminer tout résidu d'acide du piège à liquides).
- Videz le récipient à déchets.
- Coupez les gaz au niveau de l'alimentation de l'instrument.
- Arrêtez le logiciel.
- Éteignez l'instrument.

Cette procédure permet de rincer tout le système d'introduction d'échantillon et tous les résidus d'acide. Cela diminue les risques de bouchage et de dégradation de l'instrument.

Maintenance du système d'introduction d'échantillon

Voici quelques recommandations qui peuvent vous aider dans le nettoyage du système d'atomisation. Le brûleur est probablement la partie qui pose le plus de difficultés aux utilisateurs. Pour nettoyer le brûleur, nous recommandons de le récurer, en particulier l'intérieur de la fente du brûleur. Utilisez un nettoyant pour les métaux, comme celui que vous utilisez pour nettoyer le laiton. Nous utilisons un produit appelé « Brasso », mais s'il n'est pas disponible, tout autre nettoyant liquide pour les métaux recommandé pour le laiton convient parfaitement. Utilisez une bande de nettoyage pour brûleur afin d'introduire du nettoyant pour les métaux dans la fente du brûleur (figure 5, en haut). Utilisez ensuite la carte pour récurer l'intérieur de la fente du brûleur sur les deux faces. Plus vous le récurer, plus il sera performant. À terme, vous obtiendrez de meilleures performances et une meilleure résistance aux bouchages si vous nettoyez bien votre brûleur.



Figure 5.

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, en particulier la bille d'impact en verre. La figure 5 (en bas) illustre l'état d'une bille très utilisée. Celle-ci est fortement criblée d'impacts. Si vous constatez beaucoup de marques ou d'impacts sur la surface de la bille, elle ne pourra pas fractionner le débit de l'échantillon de manière optimale. 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 de contrôler le positionnement de la bille. En ajustant le positionnement de la bille, vous pouvez régler l'instrument afin d'atteindre la sensibilité recherchée. Si vous éloignez un peu la bille du nébuliseur, le signal augmente. Le signal doit passer par un maximum et, au fur et à mesure que vous éloignez la bille, l'absorbance diminue à nouveau. Le positionnement de la bille est crucial pour 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 étalon. Les mélanges étalon utilisés ne doivent pas contenir de contaminants et doivent surtout être certifiés à l'aide des techniques les plus rigoureuses et les plus robustes, prouvées à l'appui. Par définition, un « matériau de référence certifié » (CRM) est un matériau de référence fourni avec un certificat, possédant une ou plusieurs de ses concentrations certifiées par une procédure qui établit une traçabilité à une unité ou à un étalon exact, et pour lequel chaque valeur certifiée est accompagnée d'une incertitude avec un degré de confiance déclaré.

Le recours aux CRM pour la préparation des mélanges étalon 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 réglementaires nationaux 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 que les laboratoires certifiés ISO Guide 34 utilisent des CRM (si cela est approprié et s'ils sont disponibles) pour la vérification/validation de leurs méthodes.

Les CRM Agilent sont fabriqués dans un établissement ISO 9001 et ISO Guide 34 et certifiés dans un laboratoire d'analyse ISO/CEI 17025. Les étalons Agilent sont composés des éléments et des composés de la plus grande pureté (généralement > 99,999 %), ainsi que des acides et des solvants de grande pureté. Les traces d'impuretés dans les matières premières sont analysées à l'aide d'un ICP-MS Agilent. Les métaux sont prénéttoyés à l'acide et rincés avec 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 ultrapropre. Les minéralisations acides sont réalisées dans des contenants en polyéthylène haute densité (PEHD) ou en PTFE prénéttoyés 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 PEHD prénéttoyés.

Les CRM de spectroscopie d'Agilent sont certifiés à l'aide d'un protocole de spectroscopie à 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 traçables aux étalons spectrométriques de référence de la série 3100 du NIST, afin de garantir une exactitude et une traçabilité excellentes. Les étalons sont placés dans des flacons prénéttoyés en PEHD avant d'être expédiés dans des sacs scellés en polyéthylène 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 à 24 mois, comme démontré par les études de stabilité à long terme nécessaires pour la certification ISO 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 d'ICP-OES/ICP-MS.

Agilent propose maintenant une gamme complète de CRM pour la spectroscopie, fabriqués selon les normes ISO 17025 et ISO Guide 34, pour les applications d'AA, de MP-AES, d'ICP-OES et d'ICP-MS. Agilent propose aussi une gamme complète d'étalons mono- et multiéléments métallo-organiques et 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 d'Agilent sont préparés avec des méthodes exclusives permettant la synthèse de matériaux métallo-organiques, avec la pureté et la stabilité nécessaires à la production de cette gamme de CRM mono- et multiéléments dans des matrices organiques, qui sont aussi certifiées ISO Guide 34. Avec les CRM Agilent, vous êtes assuré de la qualité et de la pureté, ainsi que de la cohérence de vos résultats.

Voici quelques questions à se poser lors de la préparation des mélanges étalon. Concentrons-nous sur les plus fréquentes, qui portent sur des points que l'on connaît habituellement, mais dont on ne se souvient pas toujours ou pour lesquels on ne respecte pas toujours les procédures :

- L'étalon a-t-il dépassé sa date limite d'utilisation ?
- Travaillez-vous avec les meilleures pipettes étalonnées et de la verrerie de classe A ?
- Vérifiez-vous régulièrement l'exactitude des pipettes ?
- Utilisez-vous de l'eau déionisée pour réduire la contamination ?
- Effectuez-vous des dilutions en série afin d'éviter de grosses erreurs de dilution ?
- Comment stockez-vous les échantillons ? Les étalons doivent être acidifiés pour avoir une meilleure stabilité. Les récipients en plastique (PFA et FEP) garantissent une meilleure stabilité.

Renouvelez-vous les étalons régulièrement ? En particulier, quand vous analysez des composés à l'état de traces, il est crucial que vous prépariez de nouveaux étalons chaque fois que vous utilisez votre instrument. Cela peut être effectué tous les jours ou une fois par semaine, en fonction du nombre d'échantillons.

Réduction de 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 minéralisation ou même durant l'analyse. Pensez à la pureté des réactifs : prenez toujours les meilleurs réactifs possible et vérifiez bien leur certificat d'analyse (CoA). Il peut varier d'un lot à l'autre. Quelle est la teneur en contaminants potentiels de cet échantillon ? La vérification du CoA permet de détecter la présence d'un taux d'éléments plus élevé pouvant 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 incolores.

Amélioration de l'exactitude

Pour améliorer l'exactitude, vous devez aussi faire attention aux procédures de minéralisation des échantillons. 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. Ce point est tout aussi important si vous travaillez avec un système de minéralisation par bloc, ou même par 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, intégrez un CRM au processus de préparation et d'analyse. C'est une vérification fiable du bon fonctionnement de votre système.

Un autre moyen de contrôler la contamination est de travailler avec un blanc de réactif 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 indiquer une contamination. Il est recommandé de travailler avec un blanc de réactif pour toutes les analyses. Il n'est pas forcément nécessaire de vérifier votre procédé de minéralisation à chaque analyse, mais il convient de le vérifier périodiquement, plus particulièrement si vous créez une nouvelle méthode.

Sensibilité analytique

Si l'on souhaite améliorer les performances des instruments, l'une des dernières vérifications à faire est de contrôler la sensibilité analytique obtenue. L'une des difficultés rencontrées par de nombreux utilisateurs est l'alignement du brûleur. Le positionnement du brûleur doit être optimisé 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, un simple contrôle visuel vous permet de vérifier rapidement que le faisceau lumineux est parallèle à la fente du brûleur. Une bonne pratique consiste également à 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 d'aspiration de votre échantillon est trop faible. Après avoir effectué ces ajustements préliminaires, vous pouvez aspirer un étalon et optimiser le système pour une sensibilité maximale. Nous allons maintenant nous concentrer sur des éléments comme le positionnement de la bille d'impact de façon à utiliser l'ajusteur pour assurer la meilleure sensibilité et la meilleure précision.

Ensuite, nous nous concentrerons sur la chimie de la flamme, sa stœchiométrie étant particulièrement importante pour les éléments utilisant une flamme d'acétylène/protoxyde d'azote mais aussi pour les éléments utilisant une flamme d'acétylène avec de l'air. En ajustant les débits gazeux, 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 acétylène/protoxyde d'azote. La figure 6 illustre un exemple de conditions d'optimisation pour le brûleur acétylène/protoxyde d'azote. Ce type de brûleur est souvent utilisé pour mesurer les éléments les plus réfractaires. Et ces éléments ont besoin de plus d'acétylène 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. Dans les conditions analytiques décrites dans le manuel, vous verrez souvent des références concernant le halo ou la hauteur du cône dans la flamme. Il s'agit de la hauteur de la région colorée que vous pouvez voir sur la figure 6. Afin d'obtenir une flamme riche, il faut augmenter le débit d'acétylène jusqu'à huit litres par minute.

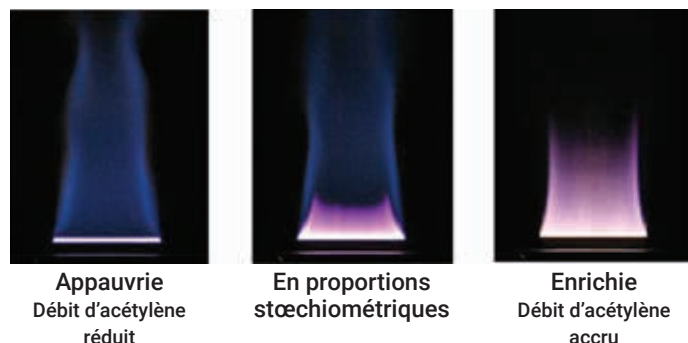


Figure 6.

Calendrier de maintenance recommandé

Voici quelques recommandations pour votre maintenance. Voici le calendrier de maintenance recommandé pour l'AA flamme. Notez qu'il ne s'agit que de recommandations : ce calendrier peut varier en fonction de votre application et de votre charge de travail. Ajustez-le si nécessaire en vous basant sur votre propre utilisation.

Les vérifications que vous devez faire chaque fois que vous faites une analyse sur votre instrument sont les plus importantes. Vérifiez que vous avez assez de gaz dans les bouteilles au début de l'analyse. C'est particulièrement important pour l'acétylène, afin de garantir qu'il n'y a pas de transfert d'acétone vers le coffre à 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 alors être prêt à commencer votre analyse.

À la fin de l'analyse, suivez la procédure d'arrêt recommandée afin de nettoyer le système d'introduction d'échantillon, puis videz le récipient à déchets. Une bonne pratique consiste à essuyer les surfaces externes de votre système d'absorption atomique, en particulier dans le compartiment de l'échantillon afin d'enlever tout résidu acide qui peut s'être accumulé sur ces surfaces.

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 distendus, remplacez-les immédiatement. Autrement, ils ne seront pas efficaces et vous n'obtiendrez pas une bonne étanchéité. Vérifiez périodiquement les fenêtres optiques de l'instrument et nettoyez-les si nécessaire.

Si vous suivez ces procédures, vous devriez être capable d'obtenir des performances satisfaisantes et constantes avec votre instrument.

Consommables essentiels en AA

Voici quelques recommandations sur les types de consommables courants dont vous pouvez avoir besoin lors de l'utilisation de vos instruments. Tous les instruments ont 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 du système d'introduction d'échantillon à avoir en réserve, telles que les billes d'impact, les bandes de nettoyage du brûleur, les pièces du nébuliseur, les capillaires, etc. En cas de bouchage ou de rupture, vous pouvez démonter le nébuliseur, remplacer le composant et continuer l'analyse.

Bien que cette présentation ne soit pas axée sur les autres techniques AA, il y a aussi des consommables essentiels à avoir en réserve. Pour les systèmes AA 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, ainsi que des modificateurs de matrice. Pour les systèmes AA avec génération de vapeur, vous devez avoir des cellules d'atomisation en quartz, des tubes de pompe péristaltique et des tubes de connexion.

Agilent propose une gamme de kits de consommables de fonctionnement qui rassemblent tous les consommables dont vous avez besoin sous une seule référence. Nous en avons pour l'absorption AA (figure 7) et pour l'AA 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.

Contenu du kit de consommables de fonctionnement

1 nébuliseur venturi, PEEK

1 kit de capillaires pour nébuliseur

1 bloc nébuliseur, fluoré

1 paquet de 5 billes d'impact en verre

1 paquet de capillaires pour teneurs élevées en solides dissous, 3 m

1 joint torique pour chambre de nébulisation Mark 7, pour échantillons aqueux

1 paquet de 5 doubles hélices, fluorées

1 paquet de 100 cartes de nettoyage et d'alignement pour brûleur



Figure 7.

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 consommables de fonctionnement peuvent être commandés chaque année afin de garantir une performance instrumentale optimale tout au long de l'année.

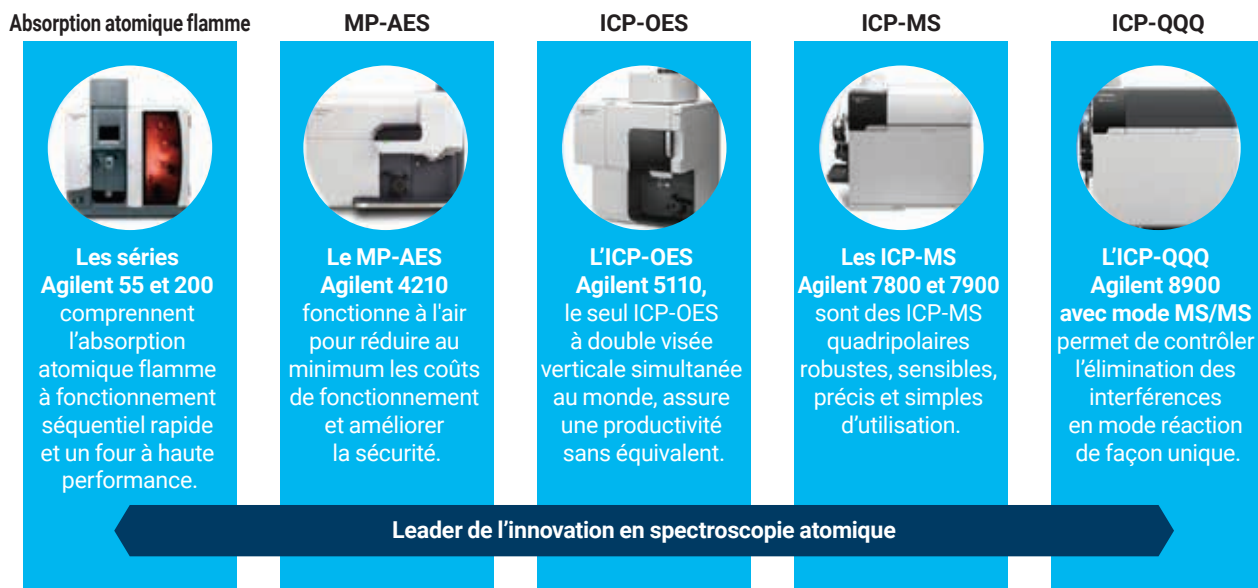


Figure 8.

La figure 8 donne une vue d'ensemble de la gamme de spectroscopie atomique d'Agilent. Agilent propose une gamme complète d'instruments allant des systèmes d'absorption atomique flamme aux ICP-QQQ ICP-MS haut de gamme qui offrent des capacités MS/MS afin d'éliminer des interférences d'une manière unique et contrôlée en mode réaction. Quelle que soit la technique que vous utilisez, quel que soit le type d'analyse que vous effectuez, vous pouvez être certain qu'Agilent dispose 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. Vous obtiendrez les meilleures performances en faisant attention au réglage, à l'état et à la maintenance de votre système d'introduction d'échantillon, qui comprend le brûleur, la chambre de nébulisation et le nébuliseur, et en réalisant une maintenance appropriée de ces zones.

La présence de dépôts dans n'importe quelle partie du système d'introduction d'échantillon peut affecter la vitesse à laquelle l'échantillon est introduit dans la flamme, ce qui peut contribuer à la dérive du signal et entraîner une contamination. Une maintenance appropriée de cette zone peut vous aider à améliorer vos résultats ainsi que la qualité des données et à éviter les problèmes potentiels. La mise en œuvre de procédures de maintenance de routine peut permettre aux analystes d'identifier et de corriger facilement les problèmes.

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

Ressources

Enfin, voici un aperçu des ressources supplémentaires disponibles pour vous aider. Agilent a récemment mis en place un centre de ressources pour AA, constitué d'une page d'information pour les utilisateurs de tout type d'instruments d'absorption atomique (www.agilent.com/en/promotions/aa_resources). Ce centre de ressources pour AA contient notamment des vidéos sur la maintenance et la résolution d'anomalies pour l'absorption atomique flamme, l'absorption atomique four graphite et les lampes HC.

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

[Questions fréquentes sur les lampes](#)

[Pièces et consommables pour l'absorption atomique](#)

[Notes d'application](#)

[Catalogue de consommables pour la spectroscopie](#)

[Étalons/CRM](#)

[Consommables pour les instruments PerkinElmer](#)

[Webinaires sur la spectroscopie atomique](#)

[Guide de référence rapide pour l'AA](#)

À propos de l'auteur

Eric Vanclay est le directeur marketing produits des consommables de spectroscopie pour Agilent Technologies à Melbourne en Australie. Il a obtenu une licence de chimie à l'université Monash de Melbourne en Australie en 1985. Eric est entré chez Varian en 1988 et y a occupé divers postes notamment celui de spécialiste produit pour l'absorption atomique, de directeur de production pour l'absorption atomique, de directeur marketing export, de spécialiste ventes/applications en Europe (spectroscopie atomique), de directeur de production ICP-OES et de directeur de production MP-AES. Après l'acquisition de Varian par Agilent Technologies, Eric est devenu directeur marketing produits consommables de spectroscopie et il est responsable du soutien des ventes sur le terrain, de l'assistance à la clientèle, du développement et du marketing produit consommables de spectroscopie. Il possède plus de 30 ans d'expérience dans toutes les techniques de spectroscopie atomique.



www.agilent.com/chem

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Imprimé aux États-Unis, le 11 avril 2019
5994-0858FR

