

Optimisez les performances et la disponibilité de vos instruments d'ICP-OES

Astuces et conseils pour l'optimisation des performances de vos instruments d'ICP-OES, ainsi que la robustesse et la fiabilité de vos méthodes et applications.



Auteur

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

Introduction

Agilent Technologies a fait effectuer une étude indépendante mondiale auprès de directeurs de laboratoire. Son objectif principal était d'identifier les sources de difficultés relatives aux laboratoires et aux instruments et d'élaborer des stratégies pour répondre à leurs préoccupations.

Un objectif secondaire était de déterminer les niveaux de difficultés rencontrés par ces directeurs de laboratoire dans l'utilisation des instruments. L'étude, qui a été menée par Frost & Sullivan, a impliqué 700 personnes dans quatre pays : l'Allemagne, le Royaume-Uni, les États-Unis et la Chine. Les personnes interrogées présentaient des profils différents du point de vue de l'expérience, de la taille de l'entreprise, du rôle et de la fonction principale. Les principaux résultats de cette étude peuvent être consultés sur : www.agilent.com/about/newsroom/presrel/2017/07jun-ca17019.html

L'étude a mis en évidence, que la plupart des utilisateurs veulent réduire tant la maintenance que l'indisponibilité des instruments et améliorer globalement les procédures de travail du laboratoire. Cet article fournit quelques conseils pour optimiser les performances des ICP-OES et répondre aux défis rencontrés au laboratoire.

Prévention du bouchage du nébuliseur

Comment peut-on réduire ou prévenir le bouchage du nébuliseur ? Rappelez-vous que pour la nébulisation de l'échantillon, les débits sont généralement relativement faibles. Le capillaire fin conduisant l'échantillon dans la chambre de nébulisation est très sensible à la présence de grosses particules et de solides non dissous. Lors de l'analyse d'échantillons complexes, il existe un risque élevé de bouchage du nébuliseur au niveau de l'anneau ou du capillaire provoquant des problèmes de sensibilité. Que faire à ce sujet ?

Tout d'abord, et c'est le plus important, assurez-vous de rincer le système d'introduction des échantillons avec un blanc de réactif approprié avant d'éteindre le plasma. Cela empêche la formation des dépôts dans le nébuliseur. Ensuite, examinez vos procédures de préparation d'échantillons : la filtration ou la centrifugation des échantillons pour éliminer les particules peut permettre d'éviter le bouchage du nébuliseur. Pour les échantillons complexes, l'utilisation d'un compartiment fermé pour passeur automatique d'échantillons peut prévenir le transfert de poussière ou de saleté dans les échantillons pendant qu'ils sont stockés dans l'attente de leur analyse. Vous pouvez également ajuster la hauteur de la sonde du passeur automatique d'échantillons pour prélever les échantillons au-dessus du niveau des solides dissous ou du précipité dans la solution, afin de réduire le risque de bouchage du nébuliseur. Le mot-clé à avoir en tête est « prévention ».

Une autre approche pour diminuer le risque de bouchage du nébuliseur, surtout dans le cas d'échantillons complexes, consiste à utiliser un accessoire humidificateur à argon (figure 1 à droite). Les tubes fins à l'intérieur du flacon sont constitués d'une membrane perméable. En remplissant le flacon avec de l'eau déionisée, la membrane perméable permet d'humidifier le gaz de nébulisation. La légère humidité du gaz de nébulisation permet de réduire le risque de bouchage dû à l'accumulation de sels et de diminuer l'ampleur de la dérive. La figure 1 illustre également un

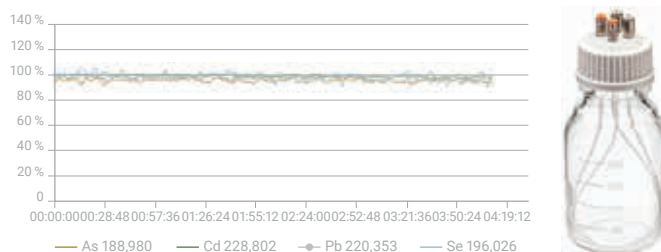


Figure 1.

exemple d'échantillon complexe (à gauche) : l'aspiration continue de chlorure de sodium à 25 % pendant plus de quatre heures, à l'aide d'un système d'introduction des échantillons adapté aux fortes teneurs en sel dissous et comprenant un accessoire humidificateur à argon. La stabilité à long terme est obtenue avec une précision < 2,5 % sur la durée du test.

Une troisième approche pour réduire ou éviter le bouchage du nébuliseur est de filtrer les échantillons avant l'analyse. Bien sûr, la plupart des utilisateurs adoptent cette approche, mais certains préfèrent ne pas l'utiliser à cause de ses effets sur la productivité. Cependant, cette approche est vivement conseillée. À titre d'exemple, la figure 2 montre que les filtres seringues Agilent Captiva permettent de bénéficier de tous les avantages de la filtration en seulement quatre étapes.

En plus de filtrer les échantillons, d'autres étapes de préparation des échantillons peuvent également permettre d'améliorer l'exactitude des résultats, et réduire le risque de bouchage du nébuliseur. Il faut vérifier que l'on travaille en suivant la procédure de minéralisation la plus appropriée. Les composés sont-ils extraits et dissous de façon quantitative ? Il arrive souvent que l'on travaille avec des minéralisats pour lesquels l'extraction n'est que partielle et il se peut également que certains composés volatils soient perdus durant la minéralisation. C'est pour cela que



Avant de prélever l'échantillon, aspirez environ 1 mL d'air avec la seringue. Cela permet de réduire la rétention du liquide.

Aspirez l'échantillon avec la seringue, puis aspirez environ 1 mL d'air. Tenez la seringue à l'envers et essuyez les résidus de son extrémité.

Connectez la seringue au filtre seringue à l'aide du raccord Luer. Vissez légèrement pour assurer l'étanchéité du raccord.

Filtrez le contenu de la seringue dans un flacon. Ensuite, retirez le filtre seringue, aspirez de l'air dans la seringue, revissez le filtre seringue et appuyez sur le piston pour filtrer l'échantillon résiduel. Cela permet de récupérer un maximum d'échantillon.

Figure 2.

l'on doit utiliser un matériau de référence certifié, de préférence un matériau de référence certifié solide, pour l'ensemble des procédures de préparation et d'analyse des échantillons. Cela permet de vérifier si une perte de composé s'est produite durant les étapes de minéralisation. Il faut aussi vérifier la stabilité du minéralisé et l'absence de précipités, de particules en suspension ou de contamination. Pour cela, il faut travailler avec un blanc de réactif. Dans l'idéal, le blanc doit être inclus dans chaque lot d'échantillons. À ce titre, prenez un échantillon d'eau pure et faites-lui subir toutes les étapes de préparation d'échantillons. Avec de l'eau pure, les résultats attendus doivent être très proches de zéro. Si des valeurs plus élevées sont observées pour l'un des composés de l'échantillon concerné, cela indique une contamination potentielle et la cause de cette contamination doit être recherchée.

Jusqu'ici, nous avons présenté des stratégies pour éviter le bouchage du nébuliseur, mais les bouchages peuvent tout de même se produire. Donc, nous allons maintenant voir comment éliminer les bouchages. Il est important de se rappeler que les nébuliseurs sont fragiles. Ils ne doivent donc jamais être nettoyés par sonication dans un bain à ultra-sons ou avec un fil de nettoyage (dans le cas des nébuliseurs concentriques en verre classiques ou des nébuliseurs OneNeb Agilent). Pour éliminer le bouchage du nébuliseur, effectuez un rétro-rinçage avec l'outil pour le nettoyage du nébuliseur. C'est une approche très efficace qui permet d'injecter de force un peu de solution de nettoyage, généralement du méthanol, à travers l'extrémité du nébuliseur. Le même effet peut être obtenu sans l'outil de nettoyage en appliquant une aspiration à l'arrière du nébuliseur, par exemple à l'aide d'un tube de pompe péristaltique ou d'une connexion à un circuit de vide. Dans le cas de dépôts très tenaces, faites tremper le nébuliseur toute la nuit dans de l'acide nitrique concentré.

Nettoyage du système d'introduction d'échantillon

Comment doit-on nettoyer et entretenir d'autres pièces essentielles du système d'introduction d'échantillon de l'ICP-OES ? La chambre de nébulisation est le premier élément à considérer. La chambre de nébulisation cyclonique en verre est probablement le type de chambre de nébulisation le plus fréquemment utilisé sur les systèmes ICP-OES à l'heure actuelle. Dans la plupart des cas, elle est efficace, mais des gouttelettes peuvent s'accumuler sur ses parois de la chambre de nébulisation au cours du temps (figure 3). Lorsque cela se produit, la chambre de nébulisation doit être nettoyée immédiatement, car la formation des gouttelettes peut affecter la précision. Pour nettoyer la chambre de nébulisation la meilleure approche consiste à la faire tremper toute la nuit (de préférence pendant 24 heures) dans une solution de détergent à 25 % (Triton X-100, Decon et Fluka RBS 25 sont tous efficaces). Après le nettoyage, la chambre de nébulisation doit être rincée et remontée sur l'instrument pour la prochaine analyse.

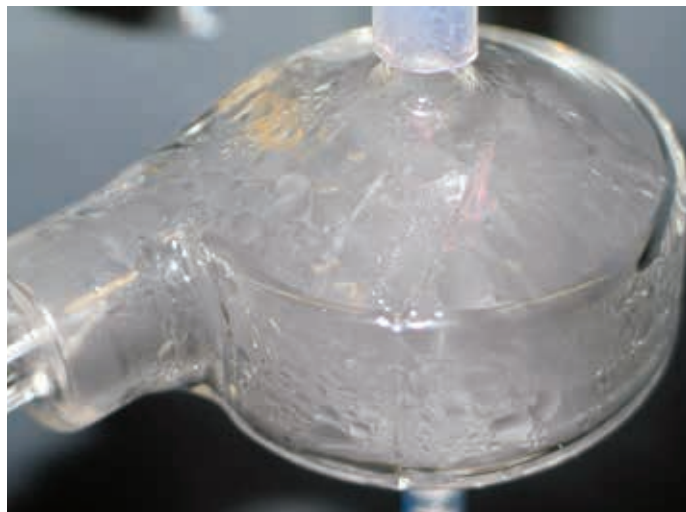


Figure 3.

La torche est le prochain élément à examiner sur l'instrument d'ICP-OES. Pour nettoyer la torche de l'instrument d'ICP-OES Agilent série 5100, le tube externe doit être trempé dans de l'eau régale (un mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique) pendant une heure. Agilent fournit un support de nettoyage très pratique à cet effet. Après le nettoyage, l'intérieur et l'extérieur de la torche doivent être rincés avec de l'eau déionisée et un gaz comprimé (air, azote ou argon) doit être injecté à travers les trois ports d'alimentation en gaz pour éliminer tout reste de liquide.

Pour les systèmes plus anciens, comme l'instrument d'ICP-OES Agilent série 700, le processus est pratiquement identique, sauf que la torche doit être trempée toute la nuit afin d'éliminer tout dépôt éventuel. Une fois encore, elle doit être rincée complètement pour éliminer tout reste de liquide et séchée soigneusement avant d'être remontée sur l'instrument.

Sur les instruments d'ICP-OES série 700, la torche doit être positionnée manuellement. Après avoir placé la torche dans son support, il faut s'assurer que la distance entre la bobine RF et le tube intermédiaire est comprise entre 2 et 3 mm. Cela permet de garantir son bon positionnement pour une formation de plasma et une excitation d'échantillon efficaces. La procédure de routine d'alignement de la torche représente également un moyen de vérifier que la torche est positionnée correctement. Cette procédure permet de positionner la torche verticalement et horizontalement, afin de garantir que la région de la torche avec la plus grande intensité est en face de l'instrument (figure 4). Cela peut également s'avérer très utile pour contrôler rapidement les performances de l'instrument, parce que l'intensité maximale doit être constante d'un jour à l'autre. Toute variation dans les mesures de l'intensité pour l'échantillon indique un bouchage potentiel à un autre endroit de l'instrument. De même, le réglage optimal de la position horizontale et verticale de la torche doit rester à peu près constant et des changements soudains peuvent indiquer l'existence d'un autre problème avec la torche.

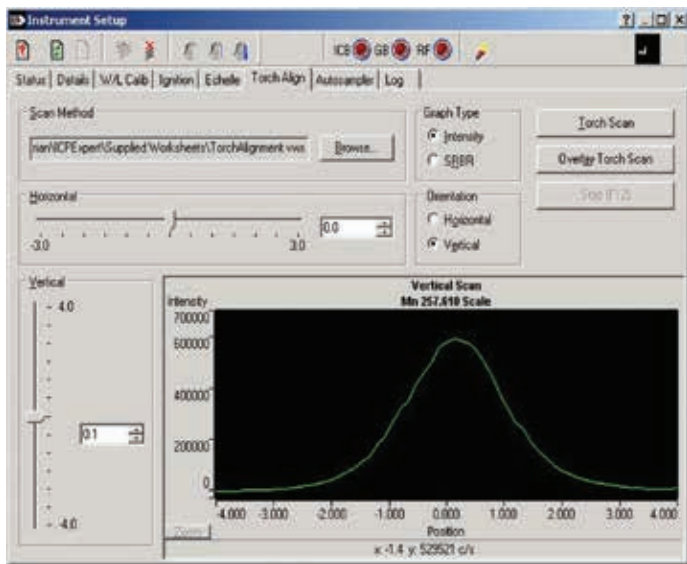


Figure 4.

Préparation précise des étalons

Examinons maintenant une autre approche pour optimiser les performances de l'instrument : la façon de préparer les mélanges étalon. Pour une quantification précise, il faut un étalon de composition connue pour l'étalonnage de l'instrument, de façon à mesurer les concentrations inconnues de vos échantillons. L'exactitude de votre analyse dépend totalement de la qualité de la préparation de vos étalons. Toute erreur ou contamination pendant leur préparation entraîne des résultats incorrects et d'autres anomalies. Cela entraîne l'indisponibilité de l'instrument le temps de résoudre ces anomalies. Il vous faudra peut-être aussi préparer de nouveaux étalons et réanalyser vos échantillons, entraînant une durée de fonctionnement plus longue de l'instrument et le remplacement prématuré des consommables. Si votre laboratoire est accrédité, cela peut conduire dans le pire des cas à l'échec d'un audit et à la perte de votre accréditation ISO. Les enjeux sont très élevés.

C'est pour cette raison que nous vous recommandons de travailler avec des matériaux de référence certifiés lors de la préparation des mélanges étalon. Agilent fournit de tels matériaux de référence certifiés, qui sont fabriqués dans un établissement ISO 9001 et ISO Guide 34 et certifiés par un laboratoire ISO 17025 (figure 5). De plus, la présence d'impuretés est contrôlée dans toutes les matières premières et tous les solvants avant la préparation. Les étalons sont traçables : ils sont certifiés à l'aide des protocoles de tests du NIST (National Institute of Standards and Technology) aux États-Unis et tous les étalons et les matériaux de référence certifiés d'Agilent sont directement traçables jusqu'aux matériaux de référence certifiés de la série 3100 du NIST. Les étalons sont libres de toute contamination, car ils sont emballés dans des flacons prénettoyés en polyéthylène haute densité et de haute pureté



Figure 5.

[Cliquer pour consulter la brochure](#)

pour éviter tout risque de contamination pendant le transport. La plupart ont une durée de conservation de 18 à 24 mois, comme démontré par les études de stabilité à court et à long terme, et sont fournis avec les données de confirmation complètes. Les tests d'impuretés sont effectués avec un ICP-MS Agilent et les teneurs réelles en impuretés sont indiquées pour un nombre maximal de 68 impuretés à l'état de traces.

Des étalons mono- et multiéléments sont disponibles pour une gamme de concentrations adaptée à une utilisation en absorption atomique, en ICP-OES et en ICP-MS. Une gamme complète d'étalons métallo-organiques est également disponible pour les laboratoires qui, par exemple, analysent des échantillons d'huile ou de biodiesel. Nous proposons aussi une gamme d'étalons de réglage et d'étalonnage pour les instruments Agilent et Perkin Elmer.

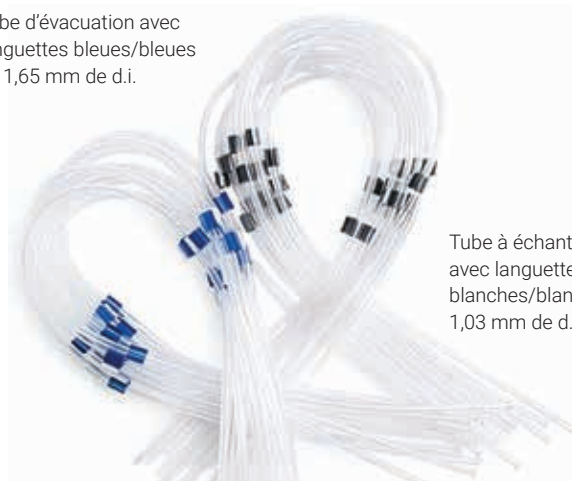
Vous pouvez prendre quelques mesures simples pour améliorer la préparation des étalons et augmenter l'exactitude de vos analyses. Tout d'abord, assurez-vous que la date limite d'utilisation des étalons n'est pas dépassée et que vous utilisez des pipettes calibrées et des fioles jaugées de classe A. Afin d'obtenir la meilleure exactitude globale, une bonne pratique consiste à vérifier régulièrement l'exactitude et la reproductibilité de ces pipettes et à effectuer une série de petites dilutions plutôt qu'une seule grande dilution. Ensuite, pensez à la concentration de vos étalons. Les étalons faiblement concentrés ont une durée de conservation limitée, donc si vous travaillez avec des concentrations de l'ordre de la ppb ou de la sub-ppb, nous vous recommandons de préparer de nouveaux étalons à partir d'une solution mère de concentration plus élevée chaque fois que vous effectuez une analyse. Comment vos étalons sont-ils stockés ? Les récipients en plastique, en particulier en PFA ou en FEP, permettent une stabilité bien meilleure à condition de stabiliser vos étalons en ajoutant de l'acide pendant la préparation.

En plus de préparer des étalons avec précision, vous devez adopter des pratiques permettant de réduire le risque de contamination. La contamination peut provenir de tout ce qui vient en contact de l'échantillon pendant le stockage, la minéralisation, la dilution ou l'analyse. Quelles sont les principales pratiques à respecter ? Tout d'abord, vérifiez la pureté de vos réactifs. Le certificat d'analyse peut vous y aider. Le certificat d'analyse pour un matériau de référence certifié d'Agilent indique toutes les impuretés potentielles et leurs concentrations mesurées. Cela vous permet de voir immédiatement si un réactif ou un étalon donné risque de perturber votre analyse. Qu'en est-il des autres causes possibles de contamination ? On peut citer l'eau de qualité réactif utilisée dans votre laboratoire. Rappelez-vous que les récipients en plastique, en FEP ou en PFA, sont recommandés, parce qu'ils permettent de réduire le risque de contamination, en particulier le risque dû au verre borosilicaté. De nombreux analystes travaillent avec des embouts de pipettes colorés, mais ils peuvent entraîner une contamination substantielle, notamment pour le zinc, le cadmium, le fer et le cuivre. Par conséquent, il est préférable de travailler avec des embouts incolores pour diminuer le risque de contamination.

Maintenance des tubes de pompe

Les tubes de la pompe péristaltique constituent une autre source de soucis potentiels et ils sont essentiels pour les performances optimales de vos instruments. Dans l'idéal, le tube d'évacuation doit avoir un d. i. plus élevé que le tube d'aspiration afin de garantir l'efficacité de l'élimination des liquides usagés du système d'introduction d'échantillon (figure 6). Les tubes doivent aussi être résistants au solvant utilisé. Les tubes en PVC sont adaptés à la plupart des échantillons produits par minéralisation à l'acide, mais en cas d'utilisation d'un solvant organique, il faut faire plus attention à la compatibilité chimique. Il est possible que vous deviez utiliser des tubes de pompe en Viton ou en Marprène pour garantir la résistance au solvant. Une bonne pratique consiste à toujours nettoyer les nouveaux tubes pour éliminer toute contamination éventuelle et à remplacer régulièrement les tubes. Des tubes de pompe usagés peuvent entraîner de nombreuses anomalies, en particulier de précision, de stabilité et de dérive. Si vous utilisez votre instrument cinq jours par semaine, il est généralement recommandé de remplacer les tubes au moins une fois par semaine. Le plus important est de retirer les tubes de pompe de leur support après la fin de votre analyse, de relâcher les barres de pression et de retirer les tubes de leur emplacement autour de la pompe. Cela permet de relâcher la tension dans les tubes et de leur faire reprendre forme. Avant de les remonter sur l'instrument, faites rouler les tubes entre vos doigts pour vérifier qu'ils ne sont pas aplatis par endroits. S'ils semblent manifestement usés ou distendus (figure 7), remplacez-les immédiatement.

Tube d'évacuation avec languettes bleues/bleues de 1,65 mm de d.i.



Tube à échantillons avec languettes blanches/blanches de 1,03 mm de d.i.

Figure 6.



Figure 7.

D'une façon générale, si vous avez le moindre doute sur l'intégrité des tubes, remplacez-les immédiatement. Le débit de liquide dans le système d'introduction d'échantillon peut être irrégulier si vous n'appliquez pas la bonne pression sur les tubes de la pompe. Faites attention à ne pas trop serrer les tubes : tout ce dont vous avez besoin est qu'ils permettent un pompage régulier et efficace du liquide. Si vous voyez des bulles au sein du liquide, vérifiez que les connecteurs sont bien serrés et recherchez d'éventuelles fuites dans l'ensemble du système. Si le débit de liquide arrivant dans le nébuliseur n'est pas constant, cela indique un colmatage quelque part dans le système d'introduction d'échantillon. Il faut ensuite vérifier si ces composants ont besoin d'être nettoyés.

Il est important de respecter quelques étapes simples à la fin de votre analyse pour optimiser la durée de vie de vos tubes de pompe et aussi réduire le risque de bouchage du nébuliseur ou de l'injecteur. Aspirez une solution de rinçage appropriée pendant quelques instants avant d'éteindre le plasma. Cela permet d'empêcher tout dépôt d'échantillon à l'extrémité du nébuliseur. Vous pouvez ensuite éteindre le plasma après avoir éliminé par pompage tout reste de liquide dans les tubes de pompe et dans le système d'introduction d'échantillon. Puis vous pouvez retirer les tubes de pompe des barres de pression et sortir les cavaliers des encoches de fixation, pour que les tubes ne soient plus tendus au-dessus des rouleaux de la pompe et puissent reprendre forme. Ensuite, videz le récipient à déchets et laissez l'instrument en mode veille pour permettre le démarrage le plus rapide possible.

Vérification de la sensibilité analytique

Voyons maintenant l'étalonnage des longueurs d'onde. Cela doit être fait régulièrement, généralement une fois par mois environ.

C'est un processus permettant à l'instrument de relier le positionnement des signaux d'émission aux pixels sur la puce du détecteur. Nous recommandons de le faire en utilisant la solution d'étalonnage des longueurs d'onde prête à l'emploi d'Agilent, car cela élimine tout risque d'absence d'un des composants et associe l'amélioration de la reproductibilité avec la facilité d'utilisation d'une solution prémélangée.

Si vous observez une valeur d'étalonnage des longueurs d'onde < 100 %, la première chose à faire est de vérifier que l'échantillon a bien atteint le plasma. Il faut ensuite vérifier que la purge boost de l'optique est activée et stable. Très souvent, c'est la première chose que l'on oublie de faire : la purge boost n'a pas été activée assez longtemps et il manque certaines longueurs d'onde dans la région UV.

En plus de la procédure d'étalonnage des longueurs d'onde, vous pouvez adopter d'autres approches pour vérifier l'état de votre instrument. Avec le logiciel disponible sur les instruments d'ICP-OES Agilent, un volet de contrôle indique visuellement l'état des fonctions de l'instrument en cours d'utilisation et signale immédiatement l'apparition d'anomalies (figure 8).

De plus, le logiciel vous permet de réaliser des tests de performance à tout moment, ce qui peut être un moyen pratique de vous assurer que votre instrument fonctionne correctement. Vous n'êtes pas obligé de réaliser toute la série de tests et vous pouvez sélectionner seulement les tests que vous souhaitez effectuer. Par exemple, en sélectionnant les tests de performance de l'instrument, vous pouvez voir immédiatement s'il y a des anomalies éventuelles de sensibilité ou de précision, ce qui peut indiquer un défaut du système d'introduction d'échantillon. C'est donc un moyen très rapide et très pratique de vérifier l'état de votre instrument avant de démarrer une longue analyse.

Un volet de contrôle visuel indique l'état des principales fonctions de l'instrument et signale les anomalies et les pannes.



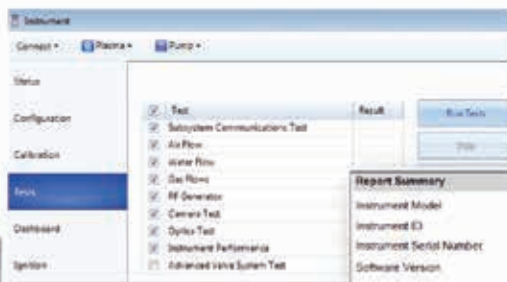
Figure 8.

Il existe également plusieurs autres capteurs dans l'ensemble de l'instrument qui peuvent s'avérer très précieux lorsque vous cherchez à diagnostiquer ou à résoudre des anomalies. Les jauges vous indiquent immédiatement s'il existe ou non des anomalies spécifiques ; par exemple, en regardant la contrepression du nébuleuse, vous pouvez tout de suite savoir si des dépôts commencent à s'accumuler. À mesure que le dépôt ou le bouchage se produit, vous verrez la contrepression augmenter dans le nébuleuse. Si elle augmente de façon trop importante, l'instrument vous le signale et arrête l'analyse, mais même avant que cela ne se produise, vous pouvez vérifier régulièrement l'état de votre instrument par l'intermédiaire du tableau de bord. Comme vous le verrez, il existe un test du nébuleuse qui vous permet d'effectuer un test de ses performances avant le lancement de votre analyse.

Une autre difficulté, en particulier pour les utilisateurs novices, est de savoir quelles longueurs d'onde utiliser pour le développement de méthodes.

Là encore, il existe des outils logiciels dans votre instrument qui vous aident à simplifier ce processus. L'un des outils logiciels les plus importants est la fonction Intelliquant disponible sur l'ICP-OES Agilent 5110. Elle vous permet d'analyser un échantillon et de créer une carte thermique faisant apparaître les concentrations relatives de tous les éléments détectés (figure 9). Cela représente une aide inestimable pour le développement de méthodes. L'outil Intelliquant vous donne également des indications sur les concentrations des composés que vous pouvez voir sur le spectre affiché pour l'utilisateur.

Afin de faciliter la quantification avec cet outil, Agilent propose des mélanges étalon qui sont utilisés avec la procédure Intelliquant pour offrir une plus grande exactitude. Ces étalons sont disponibles sous forme de kit ou peuvent



Vous pouvez également vérifier l'état et les performances de l'instrument en lançant des tests automatisés.

Report Summary	
Instrument Model	Agilent 5110/5110 S/N DV ICP-OES
Instrument ID	08015A/08014A
Instrument Serial Number	AU18200108
Software Version	7.3.0.B795
Firmware Version	3354
Tested By	Wass.2
Test Completed On	9/27/2016 4:41:32 PM

Result Summary	
Subsystem Communications Test	Pass
Air Flow Test	Pass
Water Flow Test	Pass
Gas Flow Test	Pass
RF Generator Test	Pass
Camera Test	Pass
Optics Test	Pass
Advanced Valve System Test	Skipped
Refriction Test	Pass
Sensitivity Test	Pass
Precision Test	Pass

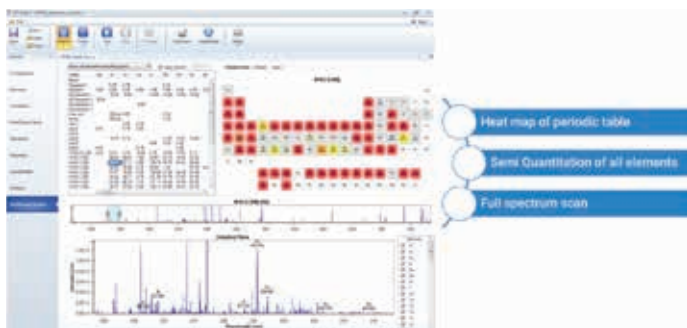


Figure 9.

être achetés individuellement. L'utilisation de ces étalons améliore la quantification de l'étalonnage par défaut pour offrir plus d'exactitude lors de l'utilisation du logiciel. Bien que cette capacité logicielle ne soit pas disponible sur les anciens instruments d'ICP-OES Agilent série 700, les étalons Intelligents peuvent être utilisés avec des feuilles de calcul semi-quantitatives pour offrir des fonctionnalités équivalentes.

De nombreux utilisateurs rencontrent également des difficultés dans les mesures des échantillons de faible concentration. Comment peut-on obtenir une meilleure sensibilité pour ces composés faiblement concentrés ?

Un moyen très simple consiste à utiliser un temps de mesure plus long lors de la mesure de répliques. Le fait de passer d'un temps de mesure de 1 à 5 secondes permet une meilleure détermination du signal. Bien entendu, si vous augmentez encore le temps de mesure, cela accroît encore davantage la précision pour votre échantillon. Cela entraîne une amélioration notable de vos limites de détection.

Une autre approche consiste à changer le type de chambre de nébulisation qui est montée sur votre instrument. Choisir un modèle simple passage sans déflecteur interne améliore l'efficacité du transfert d'échantillon, ce qui permet d'introduire plus d'échantillon dans le plasma et d'améliorer sensiblement le signal et les limites de détection. Comme illustré pour l'arsenic, le sélénium et le plomb, l'utilisation d'une chambre de nébulisation simple passage peut augmenter jusqu'à deux fois la limite de détection (figure 10).

Pour les éléments qui forment des hydrides, en particulier les éléments comme l'arsenic, le sélénium et le mercure, vous pouvez utiliser un [système d'introduction d'échantillons multimode \(MSIS\)](#). C'est une chambre de nébulisation utilisée pour les analyses par ICP-OES et plasma micro-ondes, qui permet de déterminer les éléments de routine tout en mesurant les éléments formant des hydrides, c'est-à-dire de mesurer tous les éléments à partir d'un seul minéralisat (figure 11). L'utilisation de ce dispositif requiert une pompe à quatre canaux. Mais il est possible également d'utiliser une pompe péristaltique

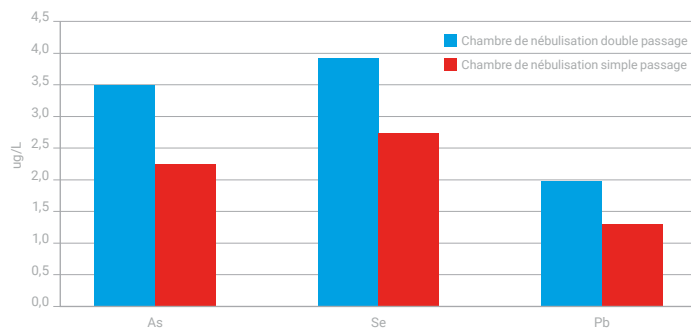


Figure 10. Limites de détection en visée axiale de 30 secondes.

autonome si l'on ne dispose pas d'une pompe à quatre canaux sur l'instrument. Pour les déterminations des éléments de routine, l'échantillon est aspiré de façon classique à travers le nébuliseur. Pour les éléments formant des hydrides, un peu de cet échantillon est aspiré à travers le bas de la chambre de nébulisation et un agent réducteur approprié est injecté par le haut de la chambre de nébulisation. L'échantillon et l'agent réducteur se mélangent, permettant la formation d'hydrides ou la séparation chimique du composé de la matrice. La vapeur d'hydrides est ensuite envoyée dans le plasma avec l'aérosol de l'échantillon pour une détermination simultanée.

Alors, pourquoi fait-on cela ? Eh bien, l'avantage est l'amélioration des limites de détection pour les éléments difficiles tels que l'arsenic, le sélénium, l'antimoine et le mercure qui présentent généralement une faible sensibilité. L'utilisation d'un système MSIS peut entraîner une amélioration d'un ordre de grandeur des limites de détection, qui permet des déterminations plus précises de ces composés pour les concentrations dans la plage des sub-ppb. Les limites de détection des autres éléments sont relativement peu affectées, offrant de bonnes performances pour les éléments de routine et des améliorations substantielles pour tous les éléments difficiles.

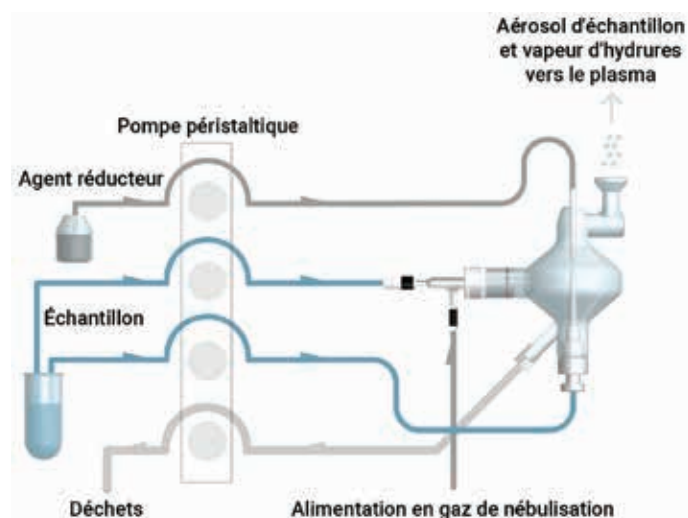


Figure 11. Fonctionnement du MSIS.

Maintenance de routine

Voici le calendrier de maintenance recommandé pour garantir les meilleures performances avec votre instrument d'ICP-OES :

Tâches quotidiennes : vérifiez votre système d'évacuation et vos pressions d'argon, recherchez la présence de tout bouchage éventuel dans le système d'introduction d'échantillon (dans l'injecteur, la torche ou le nébuliseur). Vérifiez que les tubes de la pompe péristaltique ne sont pas distendus ou aplatis et inspectez visuellement la chambre de nébulisation pour détecter l'accumulation éventuelle de gouttelettes de liquide à l'intérieur et vous assurer que son évacuation est efficace et régulière.

Tâches hebdomadaires : nettoyez les pièces du système d'introduction d'échantillon, tels que la bonnette de la torche ou le cône de pré-optique sur l'ICP axial, et vérifiez le niveau d'eau dans le refroidisseur utilisé avec votre instrument d'ICP-OES.

Tâches mensuelles : nettoyez la chambre de nébulisation et le nébuliseur, tout en vérifiant tous les autres tubes de transfert afin de contrôler leur état et en remplaçant les pièces usées. Examinez les filtres à air de l'instrument et du refroidisseur pour vous assurer de leur propreté, en retirant l'excès de poussière ou de saleté qui s'est accumulé, afin de garantir le refroidissement efficace de l'instrument et de l'eau de refroidissement. Le filtre à eau de l'instrument doit être nettoyé régulièrement et il est possible que vous deviez également remplacer les filtres à argon. Dans la plupart des cas, ces tâches sont effectuées par un ingénieur de service Agilent dans le cadre d'un programme de maintenance préventive. Par conséquent, si vous avez souscrit à un contrat de service, vous n'avez sans doute pas besoin de le faire vous-même.

Autres difficultés fréquentes

On nous pose souvent des questions sur les défauts d'allumage du plasma. La cause la plus fréquente des défauts d'allumage du plasma est généralement une fuite d'air dans le système d'introduction d'échantillon. Vous devez vérifier l'état des connexions, les pièces endommagées (en particulier dans le cas des instruments plus anciens). Ces difficultés ne sont plus constatées sur les instruments actuels tels que l'ICP-OES série 5100, parce que les connexions sont effectuées automatiquement. Pour la même raison, vérifiez le positionnement de la torche sur les instruments plus anciens, simplement pour vous assurer qu'elle est montée correctement. Un autre souci fréquent est dû au bouton d'arrêt d'urgence de l'instrument. Si vous l'avez utilisé, vous devez le désactiver manuellement, sinon il empêche l'allumage du plasma.

Un autre souci concerne les effets mémoire qui se produisent généralement lors des mesures de concentrations élevées (figure 12). On l'observe avec une série d'éléments courants, y compris le bore, le mercure, le molybdène, le strontium et le zinc, pour lesquels la mesure de la première réplique d'un échantillon à faible concentration est élevée et toutes les autres mesures sont bien plus basses, entraînant des problèmes de précision. Pour résoudre cette difficulté, utilisez une solution de rinçage acidifiée adaptée à la matrice et un temps de rinçage approprié. Il doit

être d'au moins 30 secondes pour la plupart des applications. Si vous rencontrez d'autres difficultés avec cette procédure, vous pouvez utiliser d'autres approches. Par exemple, l'utilisation de la fonction de rinçage intelligent du logiciel vous permet d'optimiser et de suivre l'élimination par rinçage d'un composé spécifique. Vous pouvez soit utiliser une vanne de commutation pour améliorer les performances du rinçage, soit utiliser un type de chambre de nébulisation plus adapté à ces performances.

Si vous utilisez un passeur automatique d'échantillons sur votre instrument d'ICP-OES, alors vous devez penser aux inconvénients qu'il peut entraîner. Par exemple, la nécessité d'utiliser un tube de transfert plus long pour raccorder les deux systèmes peut entraîner un allongement du délai de transfert ou des effets mémoire. Dans l'idéal, vous devez activer la pompe rapide afin de réduire au minimum le délai de transfert. Utilisez une sonde adaptée : si vous analysez des échantillons à teneurs élevées en solides dissous ou des échantillons visqueux, vous devez monter une sonde de plus grand diamètre sur l'instrument pour vous assurer de l'absence de bouchage.

Pensez également à ce qui peut arriver à vos échantillons pendant qu'ils sont placés dans le passeur automatique d'échantillons en attente de leur analyse. Ils peuvent être contaminés par de la poussière ou autres contaminants provenant du laboratoire, ou ils peuvent subir une préconcentration due à l'évaporation de l'échantillon. Les échantillons peuvent aussi précipiter dans les flacons en attente de leur analyse. Pensez à toutes ces difficultés potentielles et adoptez les approches permettant de les prévenir.

Enfin, nous recommandons vivement que les utilisateurs aient des pièces de rechange pour le système d'introduction d'échantillon afin d'assurer le fonctionnement continu de l'instrument d'ICP-OES. Les pièces de rechange tels que tubes, torches, nébuliseurs et chambres de nébulisation vous permettent de continuer à utiliser votre instrument en cas de bouchage ou de détérioration de l'une de ces pièces. Le fait d'avoir la pièce de rechange en réserve vous permet de la remplacer et de continuer votre analyse pendant que vous réglez la difficulté initiale. Agilent propose une gamme de kits de consommables pour les instruments d'ICP-OES qui constituent un moyen commode de disposer de tous les consommables essentiels pour garantir l'opération de routine de votre instrument. Ces kits sont disponibles pour l'ICP-OES série 5100 (figure 13) et pour les instruments plus anciens comme ceux de la série 700.

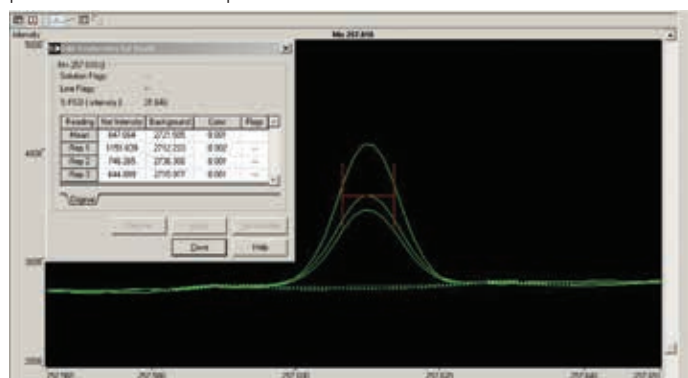


Figure 12.

Contenu du kit de consommables de fonctionnement
1 torche amovible Easy Fit avec 2 tubes externes de recharge
4 paquets de tubes de pompe (pour échantillon + évacuation)
1 paquet de tubes de pompe et de raccords internes standard
Nébuliseur SeaSpray (série U)
1 paquet de connecteurs d'échantillon Unifit de 0,75 mm de d.i. pour nébuliseur
1 raccord pour gaz Ezylok pour nébuliseur
Chambre de nébulisation Twister avec joint Helix
1 paquet de connecteurs Unifit pour évacuation de la chambre de nébulisation
Pince à torche de recharge pour embout hémisphérique de la chambre de nébulisation
Fenêtre pré-optique de recharge (le kit axial inclut une fenêtre supplémentaire pour la visée radiale)
Joint torique ou rondelle de recharge pour la fenêtre pré-optique
Capillaire d'arrivée de l'échantillon
Tube d'alimentation en gaz de nébulisation
Tube d'évacuation pour chambre de nébulisation avec 2 raccords cannelés
Tube d'évacuation pour le bac de rétention de l'instrument
1 paquet de joints Helix pour l'injecteur du nébuliseur de la chambre de nébulisation

Figure 13.

Ressources

[Page de ressources pour l'ICP-OES](#)

[Vidéos de résolution des anomalies](#)

[Forum Agilent PlasmaNet d'assistance par e-mail pour l'ICP-OES](#)

[Guide de référence rapide pour ICP-OES 5100/5110](#)

[Pièces et consommables pour ICP-OES \(boutique en ligne\)](#)

[Notes d'application d'Agilent en spectroscopie atomique](#)

[Catalogue de consommables de spectroscopie Agilent](#)

[Catalogue d'étalons inorganiques et métallo-organiques haute qualité Agilent pour spectroscopie atomique](#)

[Catalogue de consommables Agilent pour les systèmes d'ICP-OES et d'ICP-MS de PerkinElmer](#)

[Présentation technique sur le MSIS d'Agilent](#)

[Webinaires d'Agilent enregistrés pour la spectroscopie atomique](#)

Résumé

Les instruments d'ICP-OES Agilent sont une partie des systèmes de spectroscopie atomique proposés par Agilent. Agilent peut vous fournir un instrument pour tout type d'application, qu'il s'agisse d'absorption atomique classique, d'ICP-OES, d'ICP-MS (dont le nouvel ICP-MS triple quadripôle) ou de systèmes à plasma micro-ondes.

Dans cette présentation, nous avons essayé de décrire les difficultés spécifiques que vous êtes susceptible de rencontrer dans votre laboratoire. Nous avons montré que la plupart des causes potentielles de panne ou d'indisponibilité imprévue dans votre laboratoire peuvent être reliées à des défauts du système d'introduction d'échantillon. En concentrant vos efforts de maintenance sur la zone d'introduction des échantillons, vous pouvez réduire le risque d'indisponibilité imprévue. Nous avons également inclus des recommandations et des procédures de maintenance que vous pouvez utiliser pour mettre en œuvre des procédures opérationnelles normalisées qui permettront d'éviter que ces types d'anomalies se reproduisent.

À propos de l'auteur

Eric Vanclay (directeur marketing produits des consommables de spectroscopie, Agilent Technologies, Melbourne, Australie)



Eric 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 directeur de production pour l'absorption atomique, de spécialiste ventes/applications pour l'Europe, 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 support des ventes, de l'assistance à la clientèle, du développement et du marketing produits consommables de spectroscopie. Il possède plus de 30 ans d'expérience dans toutes les techniques de spectroscopie atomique et travaille au Centre d'innovation technologique en spectroscopie à Melbourne.

www.agilent.com/chem

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Imprimé aux États-Unis, le 11 avril 2019
5994-0859FR

