



Nouveaux domaines d'application grâce au spectromètre HR-CS innovant

Auteurs : Tobias Limburg*, Stefan Hesse*, Gisa Baumbach*, Heike Gleisner**, Jürgen W. Einax*

* Lehrbereich Umweltanalytik, Institut für Anorganische und Analytische Chemie, Friedrich-Schiller-Universität Jena, Lessingstr. 8, 07743 Jena

** Analytik Jena AG, Konrad-Zuse-Str. 1, 07745 Jena, Allemagne

Pour en savoir plus : www.analytik-jena.com - Analytik Jena France SARL

Tél. : +33 (0) 972 390 233 - **Fax :** +33 (0) 972 390 232

www.analytik-jena.fr - info@analytik-jena.fr

Retrouvez l'équipe Analytik Jena sur le salon analytica – hall A1 Stand 310

Développement de spectromètres HR-CS à haute résolution

Les spectromètres à haute résolution classiques (spectromètres AA) font aujourd'hui partie intégrante de nombreux laboratoires d'analyse. Les principaux avantages des spectromètres AA classiques résident avant tout dans leur haut niveau de sélectivité et de spécificité, allié à la simplicité de manœuvre. Seules les quelques restrictions suivantes limitent les performances des spectromètres AA classiques :

- La détermination simultanée de plusieurs éléments n'est pas possible.
- Il faut un certain temps pour remplacer les lampes à cathode creuse nécessaires à l'analyse de différents éléments.
- Il n'est pas possible de déterminer les substances non-métalliques.
- L'analyse d'éléments contenus dans les échantillons à matrice hétérogène, causant des superpositions de la ligne d'analyse dues à un fond structuré, n'est pas possible sans opérations préparatoires complexes.

Les nouveaux spectromètres à haute résolution (spectromètre High-Resolution-Continuum-Source; spectromètre HR-CS), basés sur les résultats de la recherche fondamentale de l'équipe constituée autour de Becker-Roß et mis au point en coopération avec l'équipe de ISAS Berlin, fabriqués et commercialisés actuellement uniquement par Analytik Jena AG, constituent l'optimisation technique des spectromètres AA classiques tout en conservant les avantages de la version antérieure. La source de rayonnement d'un spectromètre HR-CS est une lampe au Xénon à arc court, à émission continue dans une plage de valeurs comprise entre 185 et 900 nm. La haute résolution du rayonnement a lieu dans un monochromateur double, constitué d'un prisme et d'une grille-échelle, suivi de l'enregistrement effectué à l'aide d'un détecteur CCD. Le résultat se présente sous forme de spectres à résolution temporelle et basées sur la longueur d'onde, ce qui permet d'obtenir des informations essentielles sur la composition de l'échantillon et les défauts éventuels des composants de la matrice....

Détermination simultanée de plusieurs éléments

Suite à la résolution basée sur la longueur d'onde, le spectromètre HR-CS effectue des enregistrements dans une plage de valeurs comprise entre 0,2 nm (avec $\lambda = 190$ nm) et 0,6 nm (avec $\lambda = 700$ nm). Si les longueurs

d'onde d'analyse de deux ou plusieurs éléments font partie de cette fenêtre spectrale et si les températures d'atomisation des éléments analysés ne sont pas trop distinctes, ils pourront être déterminés simultanément. Comme analyse simultanée de deux éléments, on peut citer par exemple la détermination du fer et du chrome dans une solution aqueuse, étant donné qu'une des nombreuses lignes d'absorption du fer est proche de la ligne de résonance du chrome [...]

Détermination des substances non-métalliques

La détermination directe des non-métaux par spectrométrie AA classique et spectrométrie HR-CS n'était, et n'est encore possible que dans certains cas, les longueurs d'onde de résonance des non-métaux étant inférieures à 190 nm. Ceci est dû à la quasi-absence de sources de rayonnement adéquates et au fait que l'oxygène absorbe dans cette plage spectrale. Il faut donc recourir à un monochromateur à vide, ce qui compromet la rentabilité des déterminations de routine.

La spectrométrie d'absorption moléculaire (SAM) est ici une alternative intéressante étant donné que les molécules bi-atomiques absorbent également dans une plage de longueurs d'onde comprise entre 185 et 900 nm. La molécule, constituée du non-métal à analyser et d'un partenaire (métal ou autre non-métal), est formée dans la flamme ou dans le tube graphite. Des mesures d'absorption moléculaires ont déjà été effectuées avec des spectromètres AA classiques dans le cadre de l'analyse de non-métaux. Néanmoins, la performance de ces déterminations était limitée par l'utilisation de lampes au deutérium de faible intensité. Les lampes à cathode creuse de divers éléments étaient également utilisées comme source de rayonnement. Ici, le pic d'absorption moléculaire correspondait rarement au pic d'émission de la lampe à cathode creuse, ce qui se traduisait par une moindre sensibilité et une réduction de la limite de détection.

Dans le cas des spectromètres HR-CS, l'émission de la lampe à arc court au Xénon se trouve dans une plage de 185 à 900 nm avec une intensité de rayonnement élevée, de manière à pouvoir utiliser chaque longueur d'onde de cette plage dans l'analyse des bandes de rotation des molécules. Par ailleurs, le monochromateur double et le détecteur CCD permettent de détecter la fine structure de rotation des bandes de molécules, avec une résolution élevée.



HR-CS AAS contraAA®

Cette méthode d'analyse des non-métaux basée sur les bandes de molécules peut servir à déterminer d'autres non-métaux ou molécule, comme le Fluor, le Brome, le Soufre [...]

Les spectromètres HR-CS permettent donc d'effectuer une détermination quantitative des métaux et métalloïdes, tout comme des non-métaux. Cet avantage s'ajoute à la détermination simultanée de plusieurs éléments.

Application en analyse des espèces

La détermination quantitative de la concentration totale ou de la teneur totale des métaux continue à jouer un grand rôle bien que l'analyse se concentre de plus en plus sur certaines espèces d'éléments. La présence d'une certaine espèce, sa structure, le niveau d'oxydation et la stabilité de la liaison sont actuellement les critères essentiels de l'analyse. [...]

L'association de la chromatographie échangeuse d'anions à un spectre HR-CS est une possibilité rapide et simple pour effectuer une détermination quantitative de l'espèce d'arsenic dans les échantillons à matrice hétérogène. Comparés aux appareils ICP-MS, les avantages des spectromètres HR-CS apparaissent avant tout au niveau des frais d'achat et d'entretien limités et de la correction des interférences spectrales.

En résumé

Les nouveaux spectromètres HR-CS innovants vont au-delà de l'analyse classique des métaux/demi-métaux en ouvrant à la voie à de nouveaux domaines. Il s'agit d'une part de la

détermination simultanée de deux ou trois éléments et d'autre part, de la détermination des non-métaux à l'aide de bandes de rotation moléculaires à haute résolution.

L'association des spectromètres HR-CS à la chromatographie échangeuse d'anions constitue une nouvelle application pratique, permettant de séparer et de quantifier les cinq espèces d'arsenic, l'arsénite, l'arsénate, l'acide mométhyl arsonique, l'acide diméthyle arsénique et l'arsénobétaïne. C'est avant tout l'efficacité de la correction des spectres qui permet d'analyser les différentes espèces en présence de substances indésirables comme par ex. le phosphate, causant une interférence spectrale. L'optimisation de la séparation chromatographique et de la méthode HR-CS-AAS permet de séparer et de détecter les cinq espèces d'arsenic en l'espace de 7 minutes, tout en obtenant des limites de détection dans la plage inférieure $\mu\text{g/L}$.

Ainsi, les spectromètres High-Resolution-Continuum-Source sont nettement plus polyvalents que les spectromètres d'absorption atomique classiques. Par rapport aux autres techniques d'analyse, ils sont peu onéreux et simples à manipuler.

Vous pouvez télécharger gratuitement l'article complet dans la rubrique White Paper de www.gazettelabo.fr

