



PlasmaQuant® PQ 9000 – Nouvelles perspectives en ICP-OES grâce aux progrès réalisés dans les domaines de la résolution spectrale et de la stabilité du plasma

Auteur : Jan Scholz, spécialiste des produits, Analytik Jena AG, Konrad-Zuse-Strasse 1, 07745 Jena

En savoir plus : Analytik Jena France SARL - Tél. : +33 (0) 972 390 233 - Fax : +33 (0) 972 390 232

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

Depuis l'introduction de l'ICP-OES, la résolution spectrale et la stabilité analytique du plasma représentent un des plus grands défis en matière d'applications dans le domaine de la précision et de la sensibilité.

Le grand nombre de lignes d'émission du plasma conduit fréquemment à des superpositions entre les lignes des analytes et celles des impuretés. Dans le cas de nombreuses matrices d'échantillon, ces interférences spectrales ont des effets négatifs sur la quantification des signaux analytiques et réduisent considérablement le choix des raies de l'analyte. C'est la raison pour laquelle des lignes alternatives moins sensibles ayant des limites de détection moins bonnes sont fréquemment utilisées.

En outre, la capacité de détection efficace de l'ICP-OES est également influencée par la capacité du plasma à tolérer des apports élevés d'échantillons. Pour les échantillons riches en matrices tels que les saumures, le pétrole ou les aciers hautement alliés, les limites de détection sont meilleures lorsqu'une excellente stabilité du plasma et du signal est atteinte pour une dilution minimale de l'échantillon. Dans le cas contraire, de petits signaux des traces et des ultra-traces ne sont plus décelables dans l'analyte suite à une forte dilution des échantillons.

Une nouvelle dimension dans la résolution spectrale

La résolution élevée du PlasmaQuant® PQ 9000 d'Analytik Jena garantit de meilleurs résultats pour un grand nombre de matrices d'échantillon lors de la saisie des données spectrales au cours de l'analyse élémentaire. Dans le cas d'une résolution spectrale d'env. 2 pm à 200 nm, le système optique haute résolution est capable de produire une résolution bien plus importante que les appareils ICP-OES traditionnels. Cela est particulièrement visible pour la paire de lignes Cadmium/Arsenic- pour 228,8 nm (Figure 1).

Ce spectre d'un échantillon de sol, qui contient des traces de cadmium ($\leq 5 \mu\text{g/L}$) et d'arsenic ($\leq 50 \mu\text{g/L}$), présente deux lignes bien distinctes l'une de l'autre pour 228,802 nm (Cd) et 228,812 nm (As),

dont la demi-largeur s'élève à 3,4 ou 3,0. Des représentations spectrales à haute résolution telles que celles-ci permettent une précision analytique très élevée puisqu'un résultat pour le cadmium est à exclure en raison de la teneur élevée en arsenic. À cela s'ajoute le fait que la ligne de l'arsenic, extrêmement sensible et non perturbée spectralement pour une valeur de 228,812 nm au niveau du PlasmaQuant® PQ 9000, est désormais disponible pour les applications analytiques. Une limite de détection de 2 $\mu\text{g/L}$ fait ainsi de cet appareil votre partenaire privilégié dans le domaine de l'analyse des traces pour les produits pharmaceutiques.

Excellente performance du plasma pour les matrices d'échantillon à haute teneur en sel

Le maintien d'une extrême stabilité du plasma dans le cas d'un apport d'échantillon augmenté ainsi que la bonne stabilité du signal pour un rapport signal/bruit réduit sont des conditions préalables importantes à une grande variété d'applications de l'ICP-OES. Lors de l'analyse d'échantillons de saumure ou de produits de fusion, on considère par exemple que des variations d'intensité qui ne dépassent pas ± 5 à 10 % au cours d'une journée de travail moyenne sont acceptables.

Le PlasmaQuant® PQ 9000 est idéal pour de tels échantillons ainsi que le montre l'exemple d'un échantillon provenant d'un bain d'électrolyse ayant une teneur nominale en NaCl de 30 g/L (Figure 2). Grâce à son générateur haute fréquence à régime libre, les intensités normalisées d'un échantillon d'un bain d'électrolyte augmenté de 1 mg/L de plomb, de fer, d'aluminium et de baryum ne présentent que de très faibles variations sur une période de deux heures. C'est particulièrement remarquable dans la mesure où aucune norme interne n'a été utilisée ici et que les limites de détection atteintes s'élèvent à 1,0 $\mu\text{g/L}$ pour Pb, 0,34 $\mu\text{g/L}$ pour Fe, 0,42 $\mu\text{g/L}$ pour Al ainsi que 0,01 $\mu\text{g/L}$ pour Ba.

Très grande sensibilité dans le cas des aciers hautement alliés

L'analyse des traces et des ultra-traces dans les échantillons d'acier hautement alliés représente une des

Élément	N° MRC 284-2 [mg/kg]	Valeur moyenne [mg/kg]	Récupération [%]	Limite de détection [mg/kg]
Cr 267,716	168110	173 460	103	0,14
Ni 341,476	107200	102 400	95,5	0,22
Mo 202,030	21110	20 980	99,4	0,52
Cu 327,396	1831	1865	102	0,24
Co 228,615	530	498	94,0	0,76
V 290,881	425	400	94,1	0,20
P 178,224	258	248	96,1	9,78
Al 394,401	27	28,5	105	0,64
B 182,581	26	24,8	95,4	0,64

Tableau : résultats de mesure pour matériau de référence standard

tâches les plus complexes pour la ICP-OES conventionnelle puisque la haute teneur en fer produit d'innombrables interférences spectrales pour plus de 3 300 lignes d'émissions enregistrées pour le fer. Le spectre d'émission de tels échantillons d'acier est, par ailleurs, encore compliqué par les teneurs élevées en additifs réfractaires tels que par exemple le molybdène, le vanadium ou le tungstène puisqu'ils contribuent de leur côté à de nombreuses lignes d'émission. Lorsque des traces ou ultra-traces de bore doivent être déterminées dans de tels échantillons complexes, on essaye alors fréquemment de réduire les interférences spectrales liées à la matrice en procédant à une dilution de l'échantillon d'origine. Dans le cas des appareils ICP-OES traditionnels disposant d'une sensibilité et d'une résolution normales, ces dilutions significatives d'échantillon tendent pourtant à faire disparaître complètement le signal du bore. La résolution spectrale et la sensibilité élevées du PlasmaQuant® PQ 9000 vous ouvrent de nouvelles possibilités !

À titre d'exemple, c'est ainsi que la ligne du bore pour 182,581 nm est clairement reconnaissable en tant que ligne unique dans le spectre d'un échantillon d'acier hautement allié au sein d'un modèle spectral complexe composé de lignes d'émission (Figure 3). La ligne B 182,581 nm n'est certes pas la ligne la plus sensible parmi les lignes du bore, mais elle est dépourvue d'interférences et offre une sensibilité de premier plan dans le cas d'une limite de détection de 0,64 mg/kg.

La stabilité élevée du PlasmaQuant® PQ 9000 lors de l'analyse de routine des traces d'échantillons d'acier hautement



PlasmaQuant® PQ 9000

alliés est particulièrement visible lors de la comparaison de la teneur en bore mesurée dans un matériau de référence certifié (>MRC). Une valeur moyenne de 24,8 mg/kg correspond bien à la valeur certifiée de 26 ± 2 mg/kg pour le matériau de référence correspondant (Tableau 1). En outre, des sensibilités satisfaisantes et, par conséquent, une bonne stabilité de méthode, ont également été atteintes pour d'autres éléments-traces tels que le phosphore ou l'aluminium ainsi que pour des éléments principaux tels que le chrome ou le cuivre.

Si l'on tient compte des améliorations observées dans le domaine de la résolution spectrale et de la sensibilité ainsi que de la tolérance de matrice atteinte pour le plasma, il devient évident que le PlasmaQuant® PQ 9000 n'est pas seulement synonyme de clarté, fiabilité et ergonomie en ICP-OES mais contribue aussi à élargir de manière considérable le spectre des applications rendues possibles par cette technique.

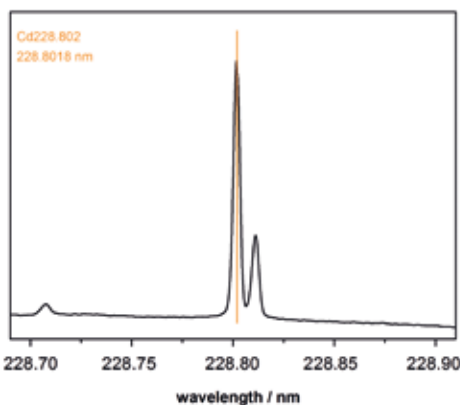


Figure 1: Spectre d'émission optique HR ICP d'un échantillon de sol pour une ligne Cd 228,802 nm (ligne orange) à proximité immédiate de la ligne As 228,812 nm

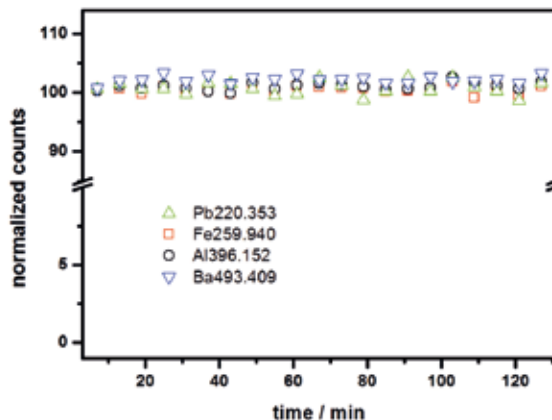


Figure 2: Représentation des intensités normalisées pour quatre lignes d'émission d'une solution de NaCl à 30 g/L

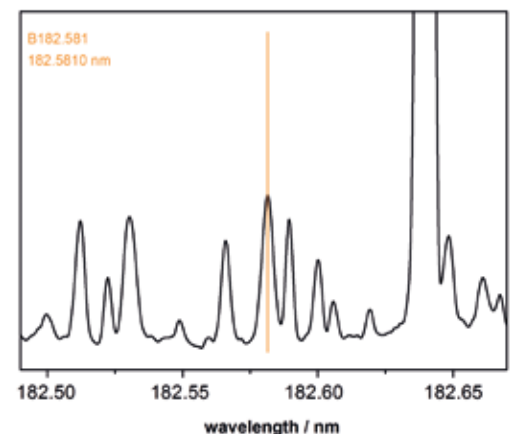


Figure 3: Spectre d'émission optique HR ICP de la ligne B182,581 nm dans l'acier hautement allié