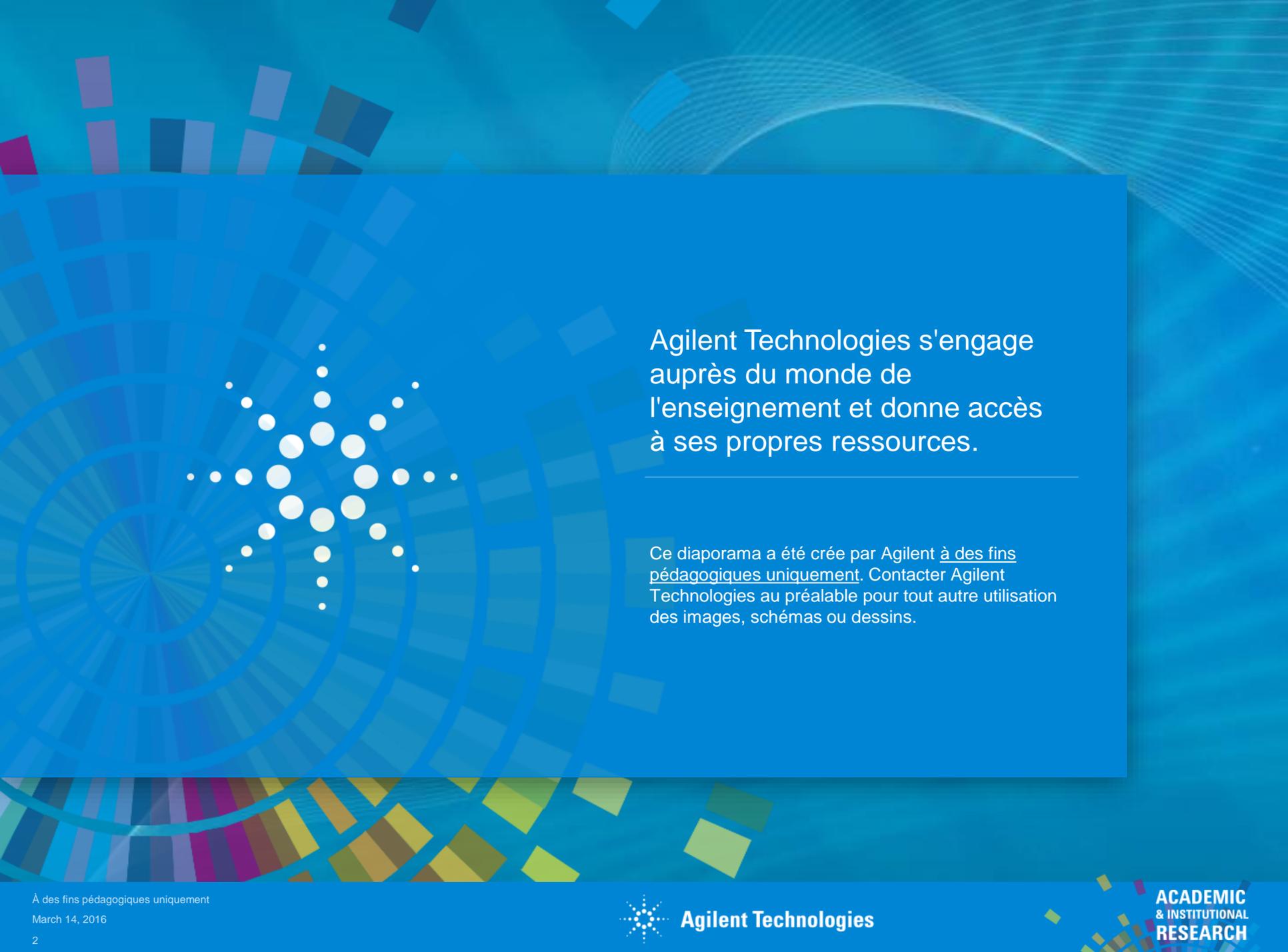


Fundamentals de la Spectroscopie atomique: Hardware

DÉVELOPPER UNE
SCIENCE TOUJOURS MEILLEURE

AGILENT ET VOUS



Agilent Technologies s'engage
auprès du monde de
l'enseignement et donne accès
à ses propres ressources.

Ce diaporama a été créé par Agilent à des fins
pédagogiques uniquement. Contacter Agilent
Technologies au préalable pour toute utilisation
des images, schémas ou dessins.



Table des matières

Introduction

- [Classification](#)
- [Généralités](#)
- [Historique des premiers développements](#)
- [Qu'est-ce qui est mesuré ?](#)

Techniques de spectroscopie atomique

- Spectroscopie d'absorption atomique
 - [Principes de fonctionnement](#)
 - [Installation générale](#)
 - [Lampe](#)
 - [Atomiseur](#)
 - [Système](#)
 - [Exemples](#)

Techniques de spectroscopie atomique

- Spectroscopie d'émission atomique
 - [Généralités](#)
 - [MP-AES](#)
 - [ICP-OES](#)
 - [ICP-MS](#)
 - [Installation générale](#)
 - [Système](#)
 - [Exemples](#)
- [Résumé](#)
- [Informations complémentaires](#)



Introduction

Classification

La spectroscopie est un vaste domaine regroupant plusieurs sous-disciplines qui peuvent être classées selon le type de matrice analysée. Cette présentation se concentrera sur la première catégorie, **la spectroscopie atomique**.

ATOMES

Spectroscopie atomique

- SAA
- MP-AES
- ICP-OES
- ICP-MS

MOLÉCULES

Spectroscopie moléculaire

- UV-VIS
- UV-VIS-PIR
- FTIR
- Fluorescence

CRISTAUX

- Cristallographie à rayons X

NOYAUX

- Résonance magnétique nucléaire



Introduction

Généralités

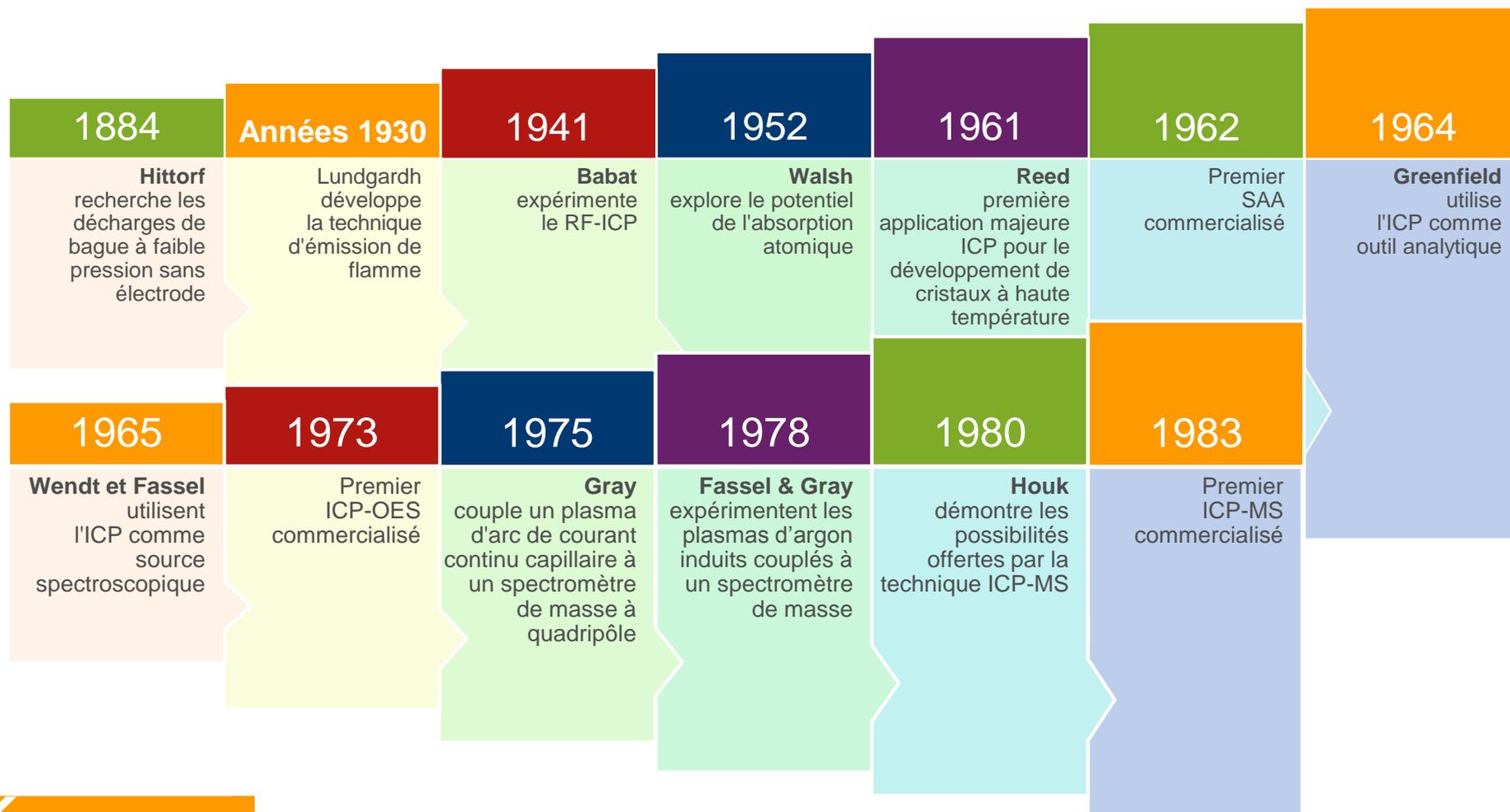
La spectroscopie atomique comprend plusieurs techniques analytiques utilisées pour déterminer la **composition élémentaire** d'un échantillon en examinant son spectre électromagnétique ou son spectre de masse.

Spectroscopie atomique	
Identification basée sur	
Spectre électromagnétique	Spectre de masse
Absorption atomique <ul style="list-style-type: none">• Spectroscopie d'absorption atomique flamme• Spectroscopie d'absorption atomique four graphite• Génération de vapeur (hydrure) AAS	
Émission atomique <ul style="list-style-type: none">• MP-AES• ICP-OES• Fluorescence aux rayons X (XRF)	<ul style="list-style-type: none">• ICP-MS
Interférence atomique <ul style="list-style-type: none">• Diffraction X (XRD)	



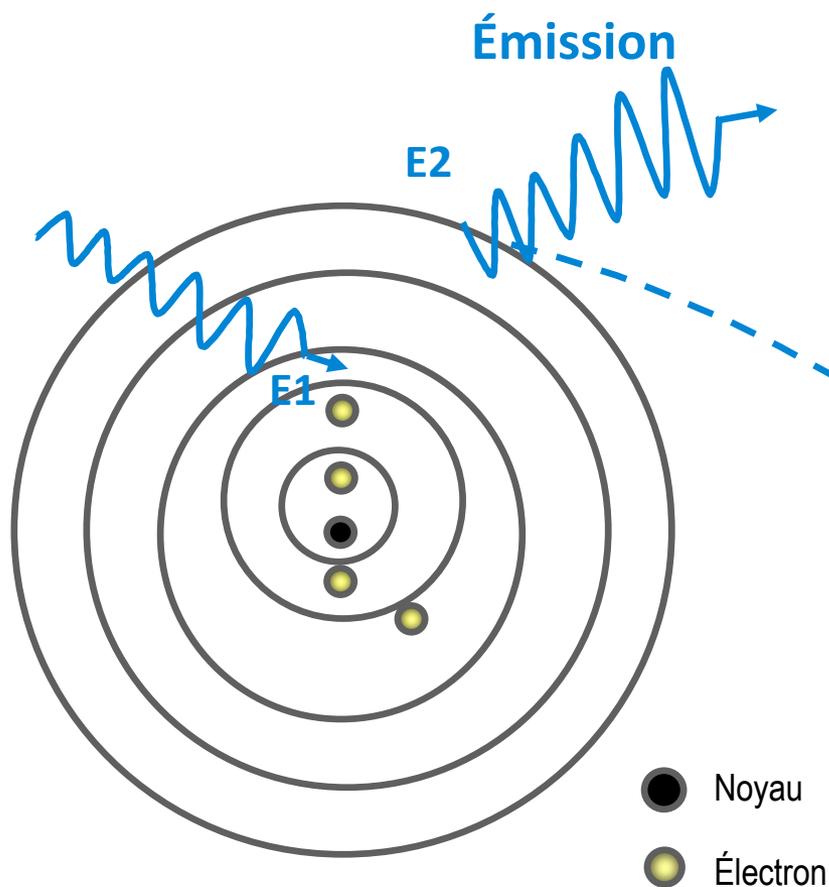
Introduction

Historique des premiers développements



Introduction

Qu'est-ce qui est mesuré ?



1. L'absorption de l'énergie cause le déplacement d'un électron à un niveau d'énergie supérieure (E2)
→ **AA**
2. L'électron excité reviendra à l'état fondamental et émettra de la lumière à une longueur d'onde particulière (émission)
→ **MP-AES, ICP-OES**
3. S'il y a assez d'énergie, l'électron quittera l'atome et laissera un ion chargé positivement (ionisation)
→ **ICP-MS**

Voir les notes pour plus d'informations

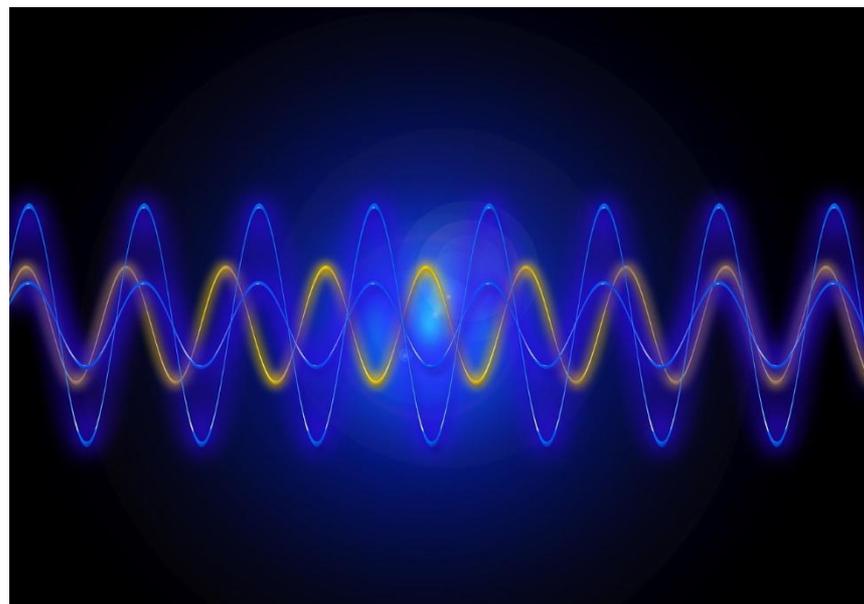
Spectroscopie d'absorption atomique

Principes de fonctionnement

Les techniques de spectroscopie d'absorption atomique (AAS) reposent sur le fait qu'un élément atomisé absorbera la lumière d'une longueur d'onde caractéristique, le faisant quitter l'état fondamental vers un état excité.

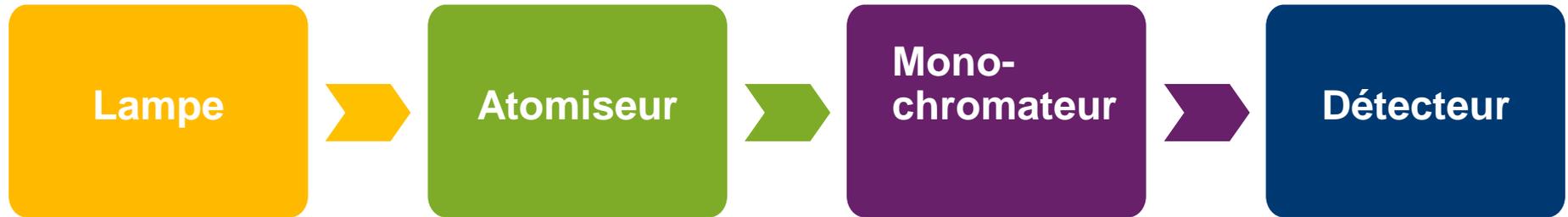
La quantité d'énergie lumineuse absorbée est proportionnelle au nombre d'atomes analytes dans le trajet optique.

La technique est étalonnée en introduisant des concentrations connues d'atomes analytes dans le trajet optique et en faisant un graphique d'absorption par rapport à la concentration.



Spectroscopie d'absorption atomique

Installation générale



- La lampe émet de la lumière pour l'élément d'intérêt
- L'atomiseur convertit l'échantillon liquide en atomes libres qui absorbent l'énergie de la lampe
- Le monochromateur sélectionne la longueur d'onde utilisée pour la mesure
- Le détecteur mesure la lumière absorbée par les atomes libres

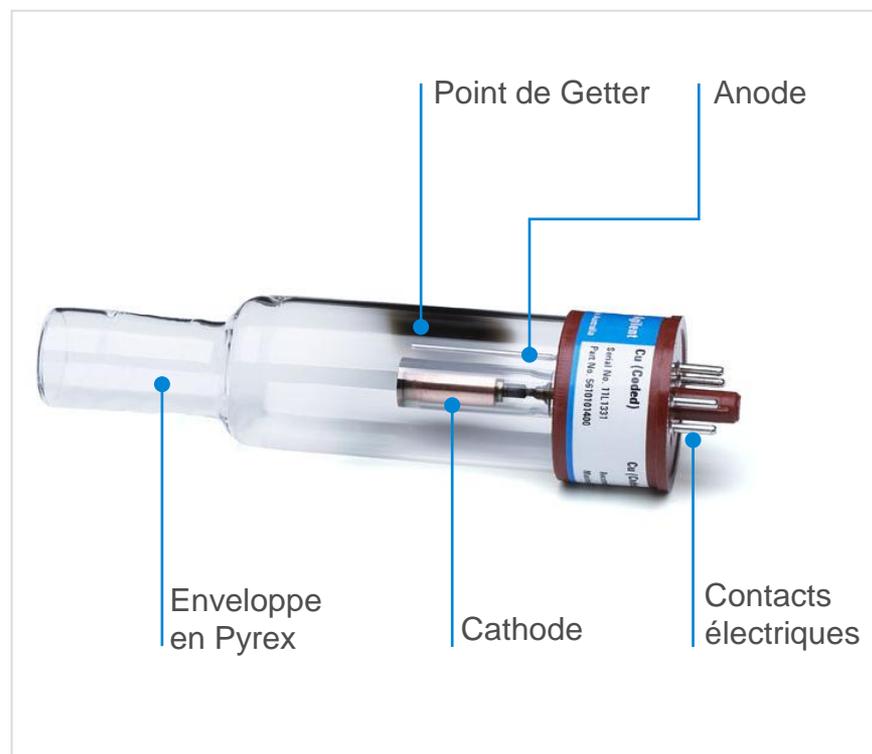
Spectroscopie d'absorption atomique

Lampe

La source de lumière premièrement utilisée avec la technique d'absorption atomique est la lampe à cathode creuse (HCL).

Généralement, chaque lampe est dédiée à l'analyse d'un seul élément, bien que dans certains cas, certains éléments peuvent être combinés dans une seule lampe.

À cause de cette limitation, l'absorption atomique est généralement utilisée pour l'analyse soit d'un seul élément soit d'un faible nombre d'éléments.



Composition générale d'une lampe à cathode creuse

Voir les notes pour plus d'informations

Spectroscopie d'absorption atomique

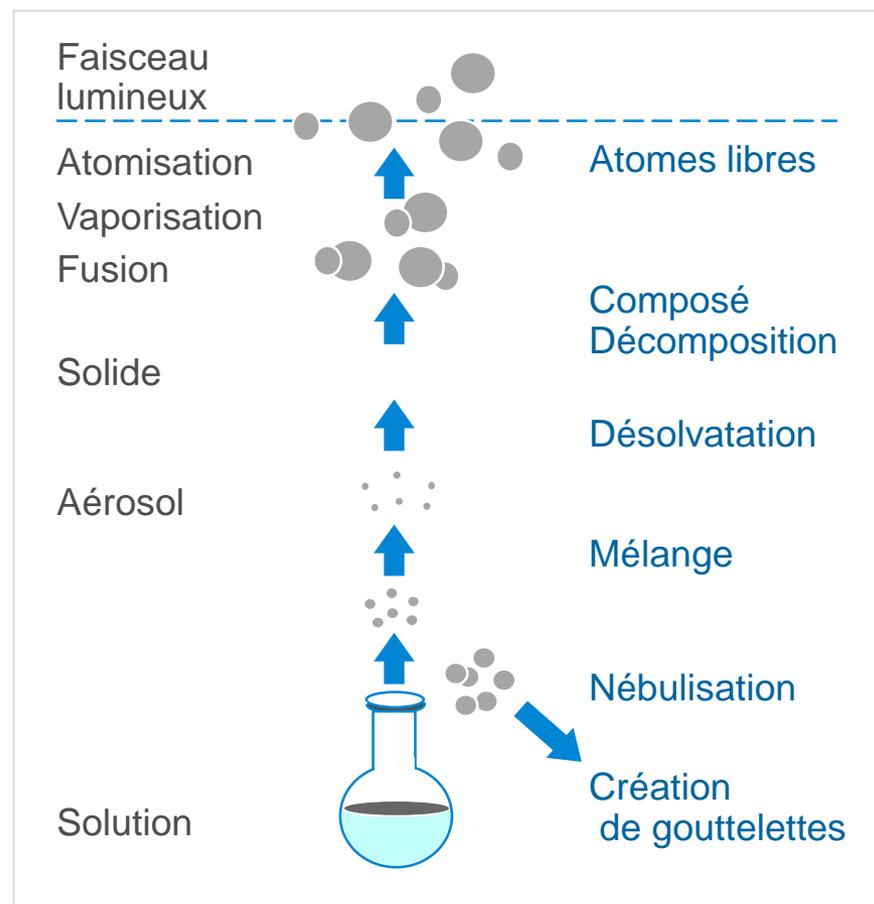
Atomiseur

L'atomisation est le processus qui convertit un échantillon liquide en atomes libres.

Le schéma montre les différentes étapes qui ont lieu durant l'atomisation, en commençant par la préparation en solution de l'élément.

L'élément M subit différentes étapes :

- Solution : $MA_{liquide}$ (composé)
- Nébulisation : $MA_{liquide}$ (composé)
- Désolvatation : MA_{solide} (A = solution anionique)
- Vaporisation : MA_{gaz}
- Atomisation : M^0
- Excitation : M^*
- Ionisation : M^+



Spectroscopie d'absorption atomique

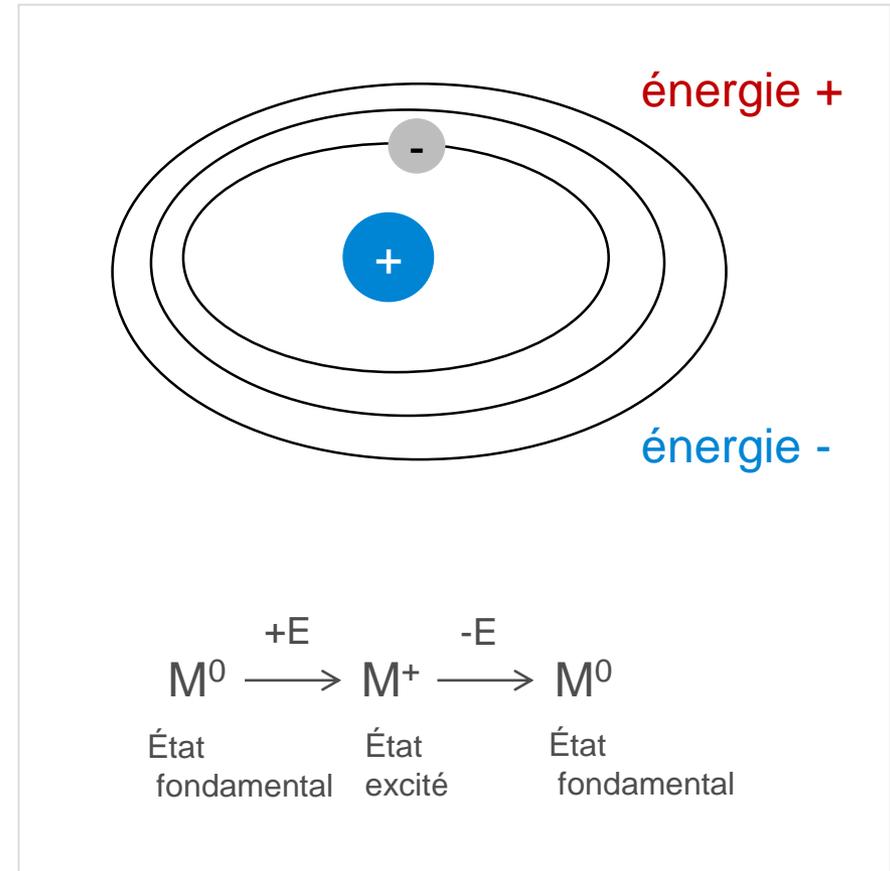
Atomiseur

Les atomes peuvent absorber de faibles quantités d'énergie :

- Chaleur
- Lumière à certaines longueurs d'onde

Un électron peut changer de niveau d'énergie

- Un atome peut absorber (absorption) ou émettre (émission) de l'énergie.
- L'atome devient « excité »
- L'excitation est expliquée par la transition d'un électron d'une orbite interne (faible énergie) vers une orbite externe (haute énergie).



Spectroscopie d'absorption atomique

Atomiseur flamme AAS

Dans l'**AAS flamme (SAAF)**, l'échantillon est préparé sous forme de liquide et nébulisé dans la flamme.

La caractéristique fondamentale de cette technique est l'atomisation qui survient dans la flamme.

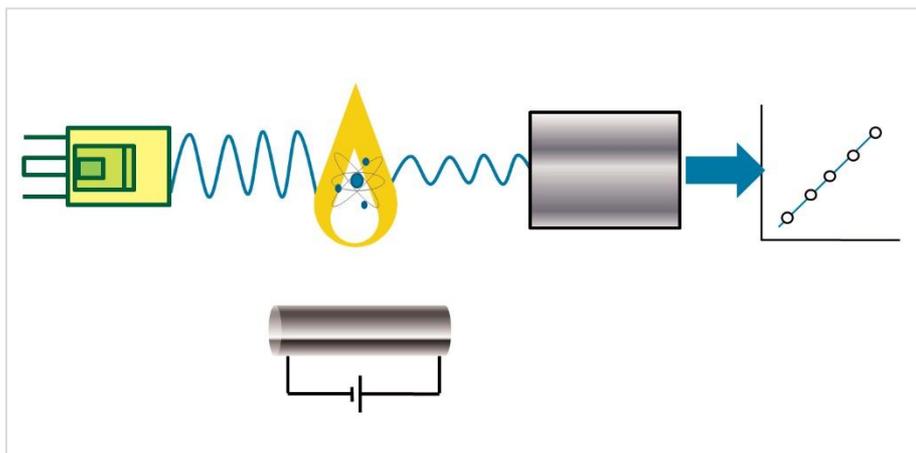


Schéma d'un système de spectromètre d'absorption atomique flamme ou four graphite

Spectroscopie d'absorption atomique flamme

Avantages

- Temps d'analyse plus court possible
- Bonne précision
- Facile d'utilisation
- Bon marché

Limitations

- Sensibilité
- Gamme dynamique
- Nécessite des gaz inflammables
- L'opération sans surveillance n'est pas possible à cause des gaz inflammables
- Ne doit pas contenir de quantités excessives de sels dissous

Source : [Atomic spectroscopy applications in the contract environmental laboratory](#)

Spectroscopie d'absorption atomique

Atomiseur four graphite AAS

La mise en solution de l'échantillon est nécessaire dans la plupart des cas.

L'échantillon est injecté dans un tube en graphite et chauffé électrothermiquement à différentes étapes pour atomiser l'analyte.

En absorption atomique four graphite (GFAA), l'atomisation a lieu en trois étapes :

- Séchage
- Décomposition
- Atomisation

Le fonctionnement du four graphite est une technique complémentaire à l'absorption atomique flamme conventionnelle et ajoute des avantages à l'analyse.

Four graphite

Avantages

- Haute sensibilité grâce
 - au fait que tout l'échantillon est atomisé en une fois
 - au fait que les atomes libres restent plus longtemps dans le trajet optique
- Volume d'échantillon réduit
- Analyse d'ultra traces possible
- Possibilité de fonctionnement sans surveillance, même la nuit

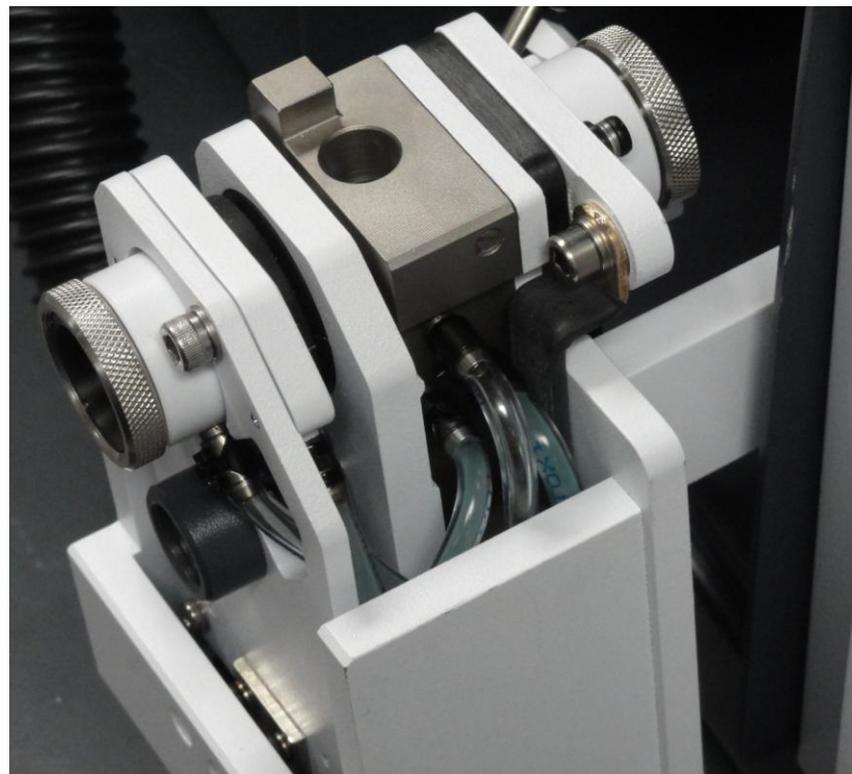
Limitations

- Très lent
- Moins d'éléments peuvent être analysés
- Moins bonne précision
- Plus d'interférences chimiques (par rapport à l'absorption atomique flamme)
- Le développement de méthodes nécessite des compétences
- Nécessité d'étalonnage par ajouts dosés plus fréquent (par rapport à l'absorption atomique flamme)
- Consommables coûteux (tubes en graphite)

Spectroscopie d'absorption atomique

Atomiseur four graphite AAS

Le tube en graphite est positionné dans la tête de four qui fournit un gaz inerte et une puissante tension pour chauffer le tube, qui désolvate puis atomise l'échantillon.



Spectroscopie d'absorption atomique

Couverture élémentaire en SAA

H	Flamme seule																He	
Li	Be	Flamme et four										B	C	N	O	F	Ne	
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar	
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr	
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	De	Sn	SB	Te	I	Xe	
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	À	Rn	
Fr	Ra	Ac																
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
			Th	Pa	U	Np	Pu	AM	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Mo	No n	Lr		

Spectroscopie d'absorption atomique

Autres atomiseurs

Technique de génération d'hydrures

Appropriée pour les éléments formant des hydrures volatiles (As, Sn, Bi, Sb, Te, Ge et Se) lors de la réaction avec un agent réducteur, comme le borohydrure de sodium.

Avantages

- Séparation d'éléments spécifiques comme les hydrures qui peut éliminer l'interférence due à la matrice
- Bonne sensibilité grâce à l'efficacité d'échantillonnage de 100 %
- Bonne précision
- Plus rapide que l'AA four graphite

Limitations

- Limité à des éléments spécifiques
- Quelques interférences chimiques
- Requier une préparation d'échantillons spécifique (l'analyte doit être converti à un état d'oxydation spécifique)

Technique de vapeur froide

Utilisée spécifiquement pour le mercure (à une pression de vapeur assez importante à température ambiante) qui peut être réduit à l'état atomique par un agent de réduction fort, comme le borohydrure de sodium, ou le chlorure stanneux).

Avantages

- Élimine beaucoup d'interférences dues à la matrice
- Bonne sensibilité grâce à l'efficacité d'échantillonnage de 100 %
- Bonne précision
- Plus rapide que l'AA four graphite

Limitations

- Limité seulement au mercure
- Le mercure doit être stabilisé en solution

Spectroscopie d'absorption atomique

Système



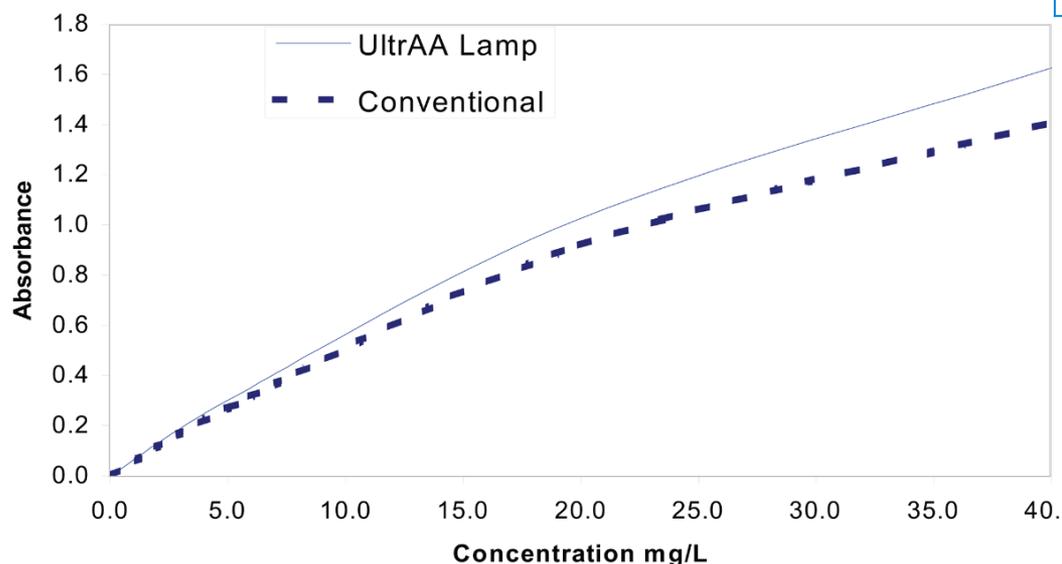
Principales applications

- détermination de traces métalliques/impuretés dans l'huile, les plantes, l'eau
- analyse d'éléments dans les fluides, l'eau, le sol, les aliments, le sérum, les matériaux semi-conducteurs
- et bien d'autres encore

Exemple

SAA flamme : Détermination de faibles teneurs en or dans un minerais

Longueur d'onde utilisée (nm)	Concentration caractéristique (mg/L)	Limite de détection (mg/L)
242,8	0,079	0,0054
267,6	0,14	0,0098



Résultats de spectrométrie d'absorption atomique flamme pour Au dans un minerais

Source : [Extending the Analytical Range for Gold Using Agilent UltrAA Lamps](#)

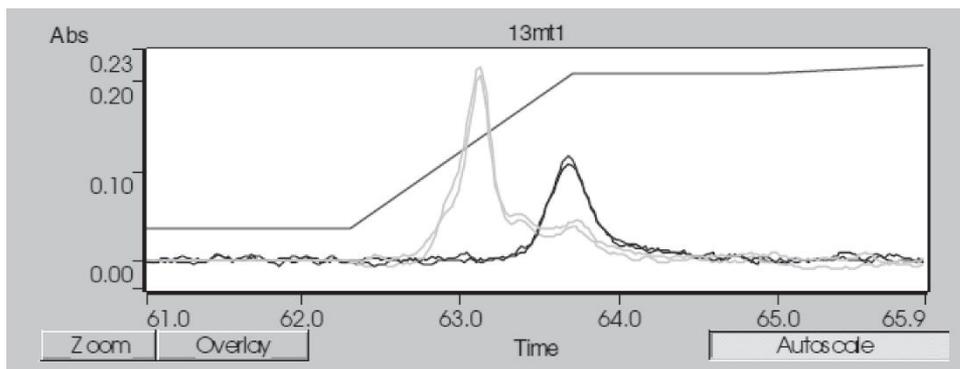
Table des matières



Exemple

AAS GF : Mesure de Cd, Cu, Pb, Co et Ni dans les invertébrés marins

Element	Measured limits of detection (mg/kg) (dry weight)	Tort-2; lobster hepatopancreas National Research Council Canada				CRM No 278R Mussel tissue: Mytilus edulis; Community Bureau of Reference			
		Measured	n	Certified value	% Recovery	Measured	n	Certified value	% Recovery
Cd	0.10	25.7 ± 0.92	45	26.7 ± 0.6	96	0.31 ± 0.01	54	0.348 ± 0.007	90
Cu	3.5	109 ± 4	50	106 ± 10	103	9.1 ± 0.4	53	9.45 ± 0.13	96
Pb	0.32	0.36 ± 0.04	47	0.35 ± 0.13	103	1.8 ± 0.1	51	2.00 ± 0.04	91
Co	0.13	0.55 ± 0.02	49	0.51 ± 0.09	107	0.34 ± 0.01	56	n/a	n/a
Ni	0.39	2.30 ± 0.05	49	2.5 ± 0.19	92	0.94 ± 0.04	52	n/a	n/a



Signaux graphiques de Ni dans un tissu de moule CRM 786 R

Source : [Sequential Determination of Cd, Cu, Pb, Co and Ni in Marine Invertebrates by Zeeman GFAAS](#)

Exemple

Génération d'hydrures SAA : Détermination de As, Sb et Se

Préparation d'échantillons pour As et Sb

Une préparation d'échantillons pour les deux éléments :
5mL d'échantillon versés dans un volume de 50 mL
25 mL d'HCl ajouté.

- Mélangé et refroidi. 5 mL d'urée à 20% ajoutés
- Mélangé et refroidi. 2,5 mL de KI à 20% ajoutés
- Dilué jusqu'au trait de jauge avec de l'eau DI.
- Analysé pour As et Sb après 30 minutes

Échantillon	Conc. (ppb)	% de RSD	Abs. moyenne
Blanc	0,0		0,008
Étalon 1	2,0	2,0	0,062
Étalon 2	5,0	0,9	0,148
Étalon 3	10,0	0,6	0,262
Étalon 4	20,0	1,0	0,455
Étalon 5	40,0	0,4	0,70

Préparation d'échantillons et données typiques d'étalonnage pour As en utilisant la génération d'hydrures

Spectroscopie d'émission atomique

Généralités

À cause des limitations de la SAA, les techniques ne nécessitant pas de lampes dédiées pour chaque élément ont été utilisées. Ces techniques, appelées **spectroscopie d'émission atomique (AES)**, se basent sur le fait qu'une fois qu'un atome d'un élément spécifié est excité (comme dans l'absorption atomique), il émet de la lumière dans un schéma caractéristique de longueurs d'onde (un spectre d'émission) lorsqu'il retourne à l'état fondamental.

La flamme n'est pas une source d'excitation idéale pour l'émission atomique. Des sources plus chaudes sont donc utilisées.

Nous allons parler des techniques suivantes :

- Spectroscopie d'émission atomique à plasma micro-ondes (MP-AES)
- Spectroscopie d'émission optique à plasma induit (ICP-OES)

Spectroscopie d'émission atomique

Spectroscopie d'émission atomique à plasma micro-ondes

Un plasma d'azote est utilisé pour désolvater, atomiser et exciter les atomes dans l'échantillon liquide qui a été nébulisé dedans. Le plasma d'azote est considérablement plus chaud (jusqu'à 5 000 °K) que la flamme air-acétylène utilisée dans l'AA.

L'émission atomique est assez forte pour la plupart des éléments, il en résulte une capacité de détection améliorée et une plus large gamme dynamique linéaire comparé à l'absorption atomique pour la plupart des éléments.

L'intensité de la lumière émise est mesurée en utilisant la détection optique aux longueurs d'onde caractéristiques des éléments d'intérêt.

MP-AES

Avantages

- Sûr (aucun gaz inflammable)
- Faibles coûts de fonctionnement car l'azote peut être extrait de l'air comprimé en utilisant un générateur d'azote
- Aucune lampe requise pour l'analyse
- Identification et quantification de quasiment tous les métaux et de nombreux métalloïdes.
- Meilleure performance que la spectroscopie d'absorption atomique flamme

Limitations

- Coût initial supérieur à la spectroscopie d'absorption atomique
- Plus d'interférences en comparaison avec l'absorption atomique flamme (y compris des interférences spectrales)
- Pas aussi sensible que la spectrométrie d'absorption atomique à four graphite ou l'ICP-MS
- Productivité inférieure à celle de l'ICP-OES
- Pas de détermination d'isotope



Spectroscopie d'émission atomique à plasma micro-ondes

Système

Principales applications

- Éléments traces dans les échantillons géologiques
- Métaux dans les extraits de sols
- Éléments majeurs dans les aliments et boissons
- Analyse de pétrole
- Analyse d'eaux usées

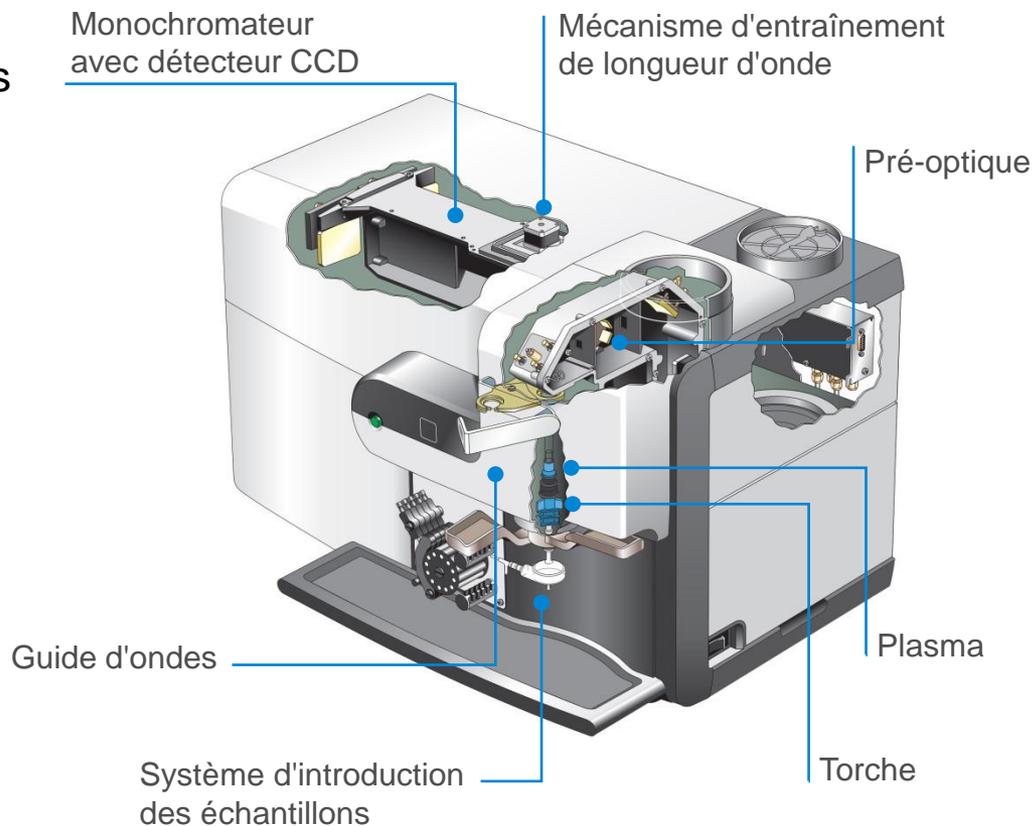


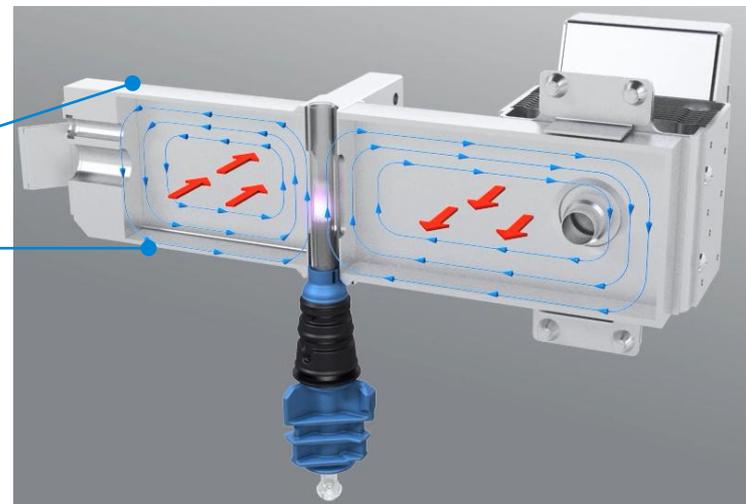
Table des matières

Spectroscopie d'émission atomique à plasma micro-ondes

Mode de fonctionnement

Le MP-AES Agilent fonctionne à l'azote extrait de l'air en utilisant un générateur d'azote.

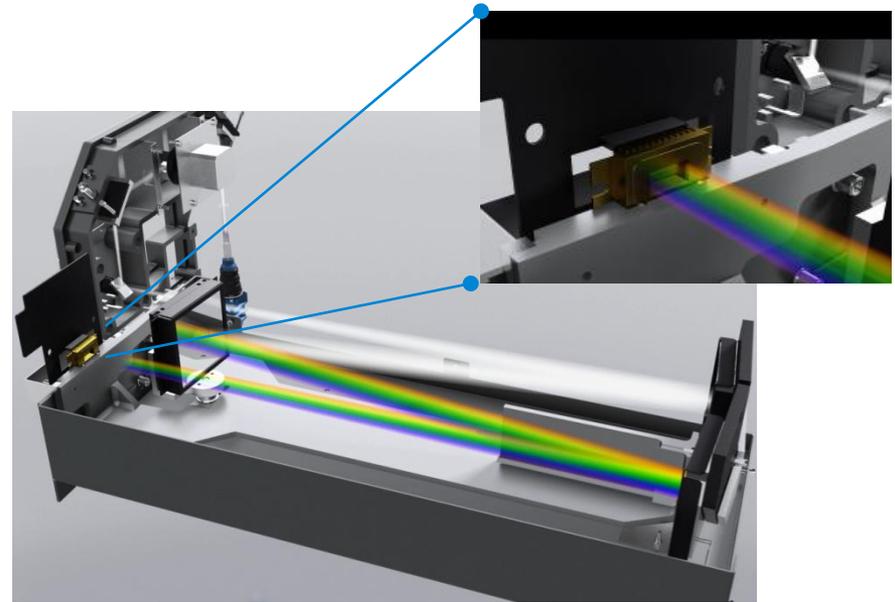
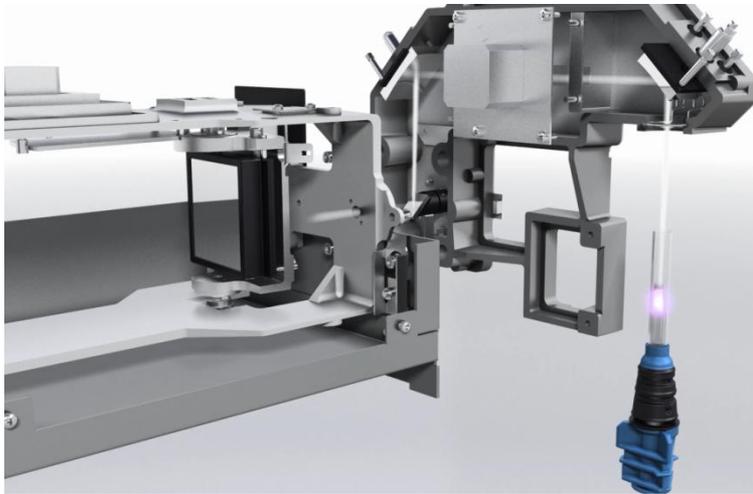
- Le champs axial magnétique et le champs radial électrique maintiennent le plasma d'azote
- L'aérosol de l'échantillon est introduit dans le plasma d'azote



Spectroscopie d'émission atomique à plasma micro-ondes

Mode de fonctionnement

- L'émission axiale du plasma d'azote est dirigée dans l'optique du monochromateur à balayage rapide
- Les émissions spécifiques aux longueurs d'onde sont détectées en utilisant un CCD haute efficacité



Spectroscopie d'émission atomique à plasma micro-ondes

Détermination des nutriments dans le sol (Test multi-élémentaire)

	Cu		Fe		Mn		Zn	
Longueur d'onde (nm)	324,754	324,7	259,94	372	257,61	280,1	213,857	213,9
Technique	MP-AES	SAAF	MP-AES	SAAF	MP-AES	SAAF	MP-AES	SAAF
Conc. mesurée µg/g								
SSTD-Trail 1	1,44	1,42	7,76	8,44	24,26	26,22	0,64	0,62
SSTD-Trail 1	1,46	1,45	7,96	8,24	24,40	25,96	0,64	0,64
SSTD-Trail 1	1,44	1,42	8,08	8,64	23,70	26,50	0,62	0,58
µg/g Moy.	1,45	1,43	7,93	8,44	24,12	26,23	0,63	0,61
Ecart-type	0,01	0,02	0,16	0,20	0,37	0,27	0,01	0,03

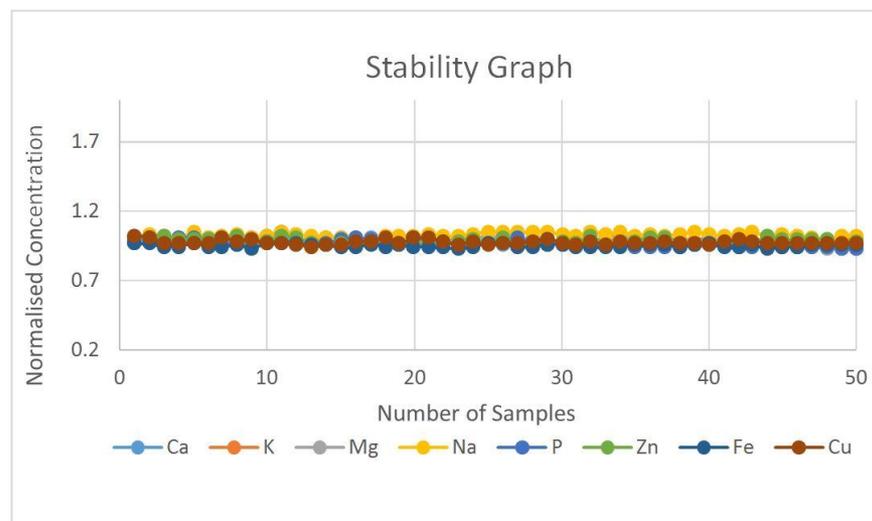
Résultats MP-AES pour Cu, Fe, Mn, et Zn dans un sol extrait au DTPA, par rapport à la SAAF

Source : [Determination of available nutrients in soil using the Agilent 4200 MP-AES](#)

Spectroscopie d'émission atomique à plasma micro-ondes

Mesure des éléments majeurs et mineurs dans le lait

Élément	Valeurs certifiées (g/kg)	Incertitude (g/kg)	Résultat (g/kg)	Recouvrement (%)
Ca	13,9	0,7	14,21	102
K	17	0,8	16,66	98
Mg	1,26	0,07	1,31	104
Na	4,19	0,23	4,25	101
P	11	0,6	11,27	102
Élément	Valeurs certifiées (g/kg)	Incertitude (mg/kg)	Résultat (mg/kg)	Recouvrement (%)
Zn	44,9	2,3	45,89	102
Fe	53	4	50,51	95
Cu	5	0,23	5,13	103



Détermination du Ca, K, Mg, Na, P, Fe, Zn et Cu dans une solution contenant du TMAH, Triton X-100, EDTA et un tampon d'ionisation avec le MP-AES 4200

Source : [Measuring major and minor elements in milk using the Agilent MP-AES 4200](#)

Spectroscopie d'émission optique à plasma induit

Principes de fonctionnement

Un plasma d'argon induit (plus chaud que le plasma d'azote du MP, jusqu'à 10 000 °K) est utilisé pour désolvater, atomiser et exciter les atomes dans l'échantillon liquide qui a été nébulisé dedans.

L'intensité de la lumière émise est mesurée en utilisant la détection optique aux longueurs d'onde caractéristiques des éléments d'intérêt.

ICP-OES est capable de mesurer l'émission atomique et ionique afin que plus de longueurs d'onde soient contrôlées

Ces mesures peuvent être comparées à un étalon pour quantifier la concentration des éléments dans l'échantillon.

ICP- OES

Avantages

- Cadence d'analyse la plus rapide
- Analyse multi-élémentaire simultanée (jusqu'à 73 éléments)
- Large gamme dynamique (de niveau sous-ppb à %)
- Tolère des matrices complexes
- Faible consommation de gaz argon
- Sûr (aucun gaz inflammable)

Limitations

- Coûts initiaux supérieurs à la spectroscopie d'absorption atomique ou au MP-AES
- Plus d'interférences spectrales par rapport au MP-AES
- Pas aussi sensible que la spectrométrie d'absorption atomique four graphite ou l'ICP-MS
- Pas de détermination d'isotope

Spectroscopie d'émission optique à plasma induit

Installation générale

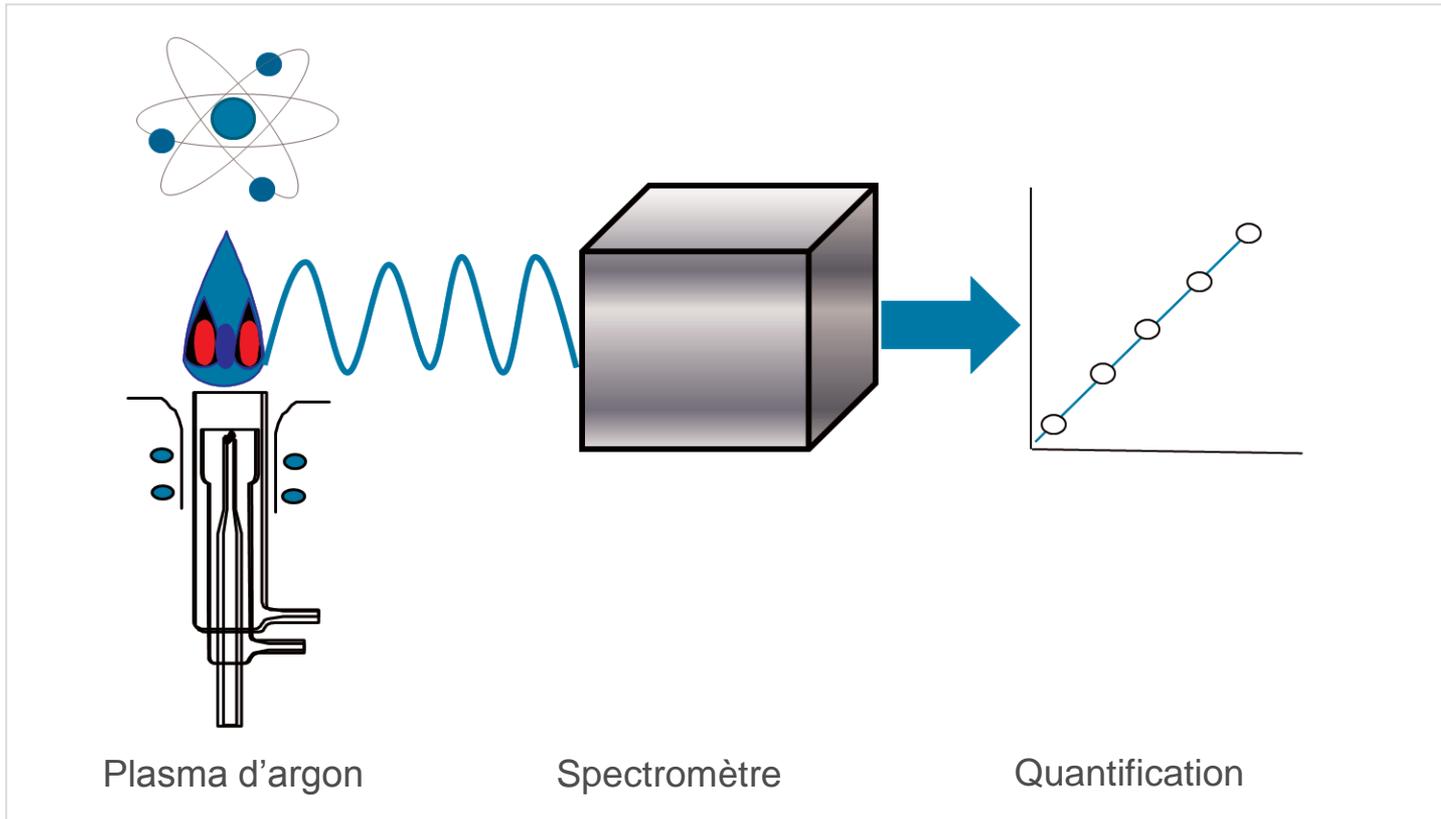


Schéma simplifié du spectromètre ICP-OES

La torche à plasma peut être visualisée axialement ou radialement. Certains instruments « double visée » permettent de visualiser les deux orientations, selon l'analyse réalisée. (La visée axiale donne un trajet optique plus long et donc une meilleure sensibilité.)

Spectroscopie d'émission optique à plasma induit

Système

Principales applications

- Surveillance des eaux/eaux usées/déchets solides
- Détermination d'éléments à l'état de trace dans l'eau
- Surveillance du mercure dans les échantillons environnementaux
- Analyse quantitative de plusieurs éléments dans des échantillons environnementaux d'eau/sol/sédiment
- Analyse de sol – analyse de contenu en micronutriments (Agriculture)
- Détermination des métaux précieux et de l'or

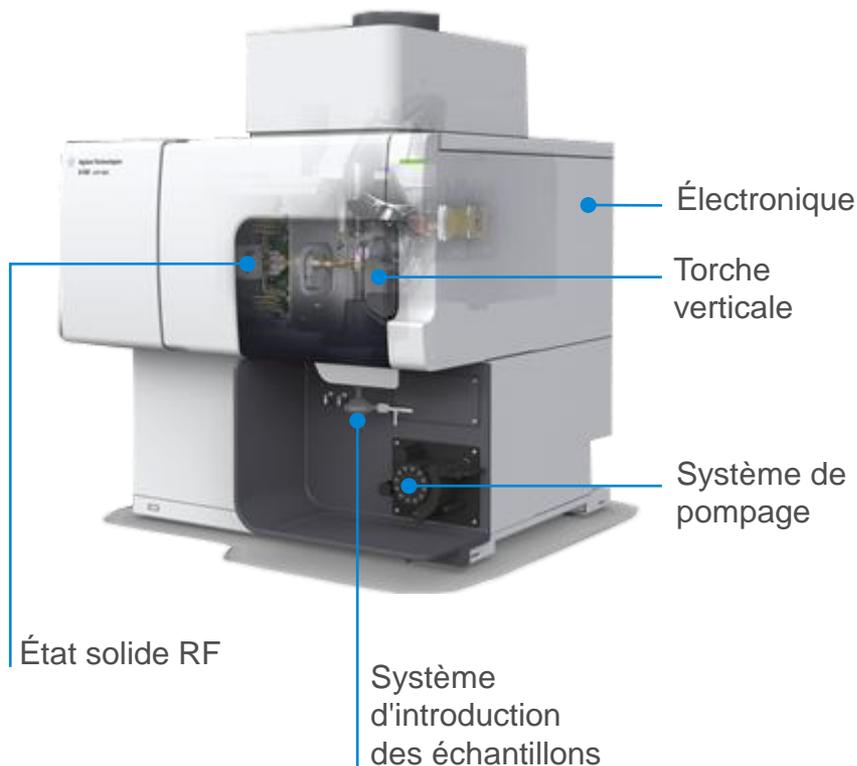


Table des matières

Spectroscopie d'émission optique à plasma induit

Analyse de poudre de lait

Élément	Valeur certifiée (mg/kg)	Valeur mesurée (mg/kg)	Recouvrement (%)
Nutriments majeurs			
K 766,491	13630	13070	96
Ca 315,887	9220	9750	106
P 213,618	7800	7160	92
Na 589,592	3560	3530	99
S 181,792	2650	2650	100
Nutriments mineurs et à l'état de trace			
Mg 279,078	814	749	92
Zn 202,548	28,0	28,9	103
Sr 421,552	4,35	4,37	101
Fe 259,940	1,8	1,9	107
Cu 327,395	0,46	0,46	100
Mo 204,598	0,29	0,27	92
Mn 257,610	0,17	0,18	103

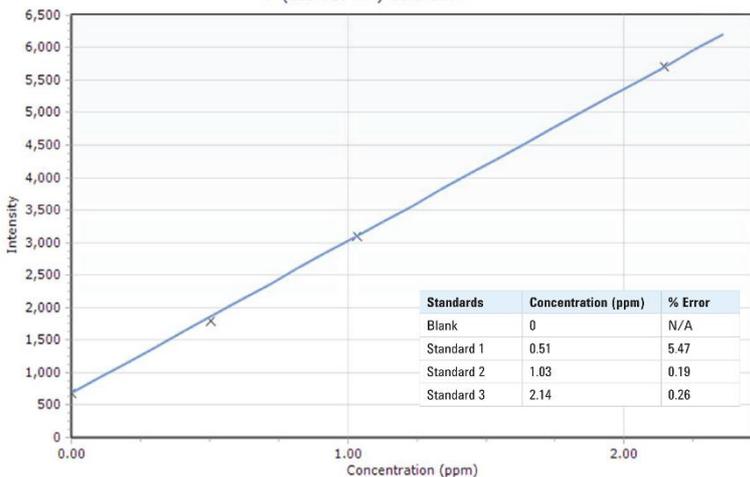
Analyse du matériau de référence de poudre de lait NIST 8435 en utilisant l'ICP-OES 5100 SVDV

Source : [Analysis of milk powders based on Chinese standard method using the Agilent 5100 SVDV ICP-OES](#)

Spectroscopie d'émission optique à plasma induit

Analyse d'huile de biodiesel

P (213.618 nm) Calibration



La courbe d'étalonnage pour la raie de P 213,618 nm, obtenue à l'aide d'une correction de fond polynomiale, présente une excellente linéarité sur toute la gamme d'étalonnage, avec un coefficient de corrélation de 0,99986.

Élément	λ (nm)	Correction de fond utilisée	Gamme d'étalonnage (mg/kg)	Coefficient de corrélation	MDL (ppm)
Ca	422,673	Polynomiale	0-2	0,99995	0,004
K	766,491	FACT	0-2	0,99996	0,008
K	766,491	Polynomiale	0-2	0,99935	0,048
Mg	279,553	Polynomiale	0-2	0,99994	0,0004
Na	588,995	FACT	0-2	0,99991	0,002
Na	588,995	Polynomiale	0-2	0,99996	0,048
P	213,618	Polynomiale	0-2	0,99996	0,013
S	181,972	Polynomiale	0-2	0,99967	0,31

Longueurs d'onde et paramètres d'étalonnage de l'ICP-OES Agilent 5100. Tous les résultats sont donnés en solution.

Source : [Analysis of biodiesel oil \(as per ASTM D6751 & EN 14214\) using the Agilent 5100 SVDV ICP-OES](#)

ICP-couplé à la spectrométrie de masse

Généralités

ICP-MS combine deux avantages :

1. Un plasma d'argon induit comme source d'ionisation hautement efficace
2. Un spectromètre de masse pour un balayage rapide, une forte transmission ionique et une résolution à une unité de masse

La différence principale avec l'ICP-OES est d'analyser les ions atomiques. La plupart des éléments ont un premier potentiel d'ionisation de 4 à 10 eV, et sont efficacement ionisés dans le plasma d'argon.

Les ions passent dans la région sous vide poussé où ils seront séparés et détectés. Les photons et les espèces neutres sont rejetés.

Le spectromètre de masse sépare les ions selon le rapport masse/charge (m/z)

ICP-couplé à la spectrométrie de masse

Généralités

Un détecteur à multiplicateur d'électrons génère une pulsation pour chaque ion l'atteignant.

Étant donné que la charge sur un élément simplement ionisé est de 1, le m/z est égal à la masse, donc l'ICP-MS mesure les éléments comme un spectre simple de masse atomique caractéristique (isotopique) de ${}^6\text{Li}$ à ${}^{238}\text{U}$.

ICP-MS

Avantages

- Technique la plus sensible
- Analyse multi-élémentaire
- Informations isotopiques (IR, analyse ID)
- Gamme dynamique étendue
- Tolère des matrices complexes

Limitations

- Moins de tolérance aux matrices que l'ICP-OES
- Technique la plus chère (coûts de fonctionnement et d'achat)
- Sujet aux interférences isobariques



ICP-couplé à la spectrométrie de masse

Installation générale

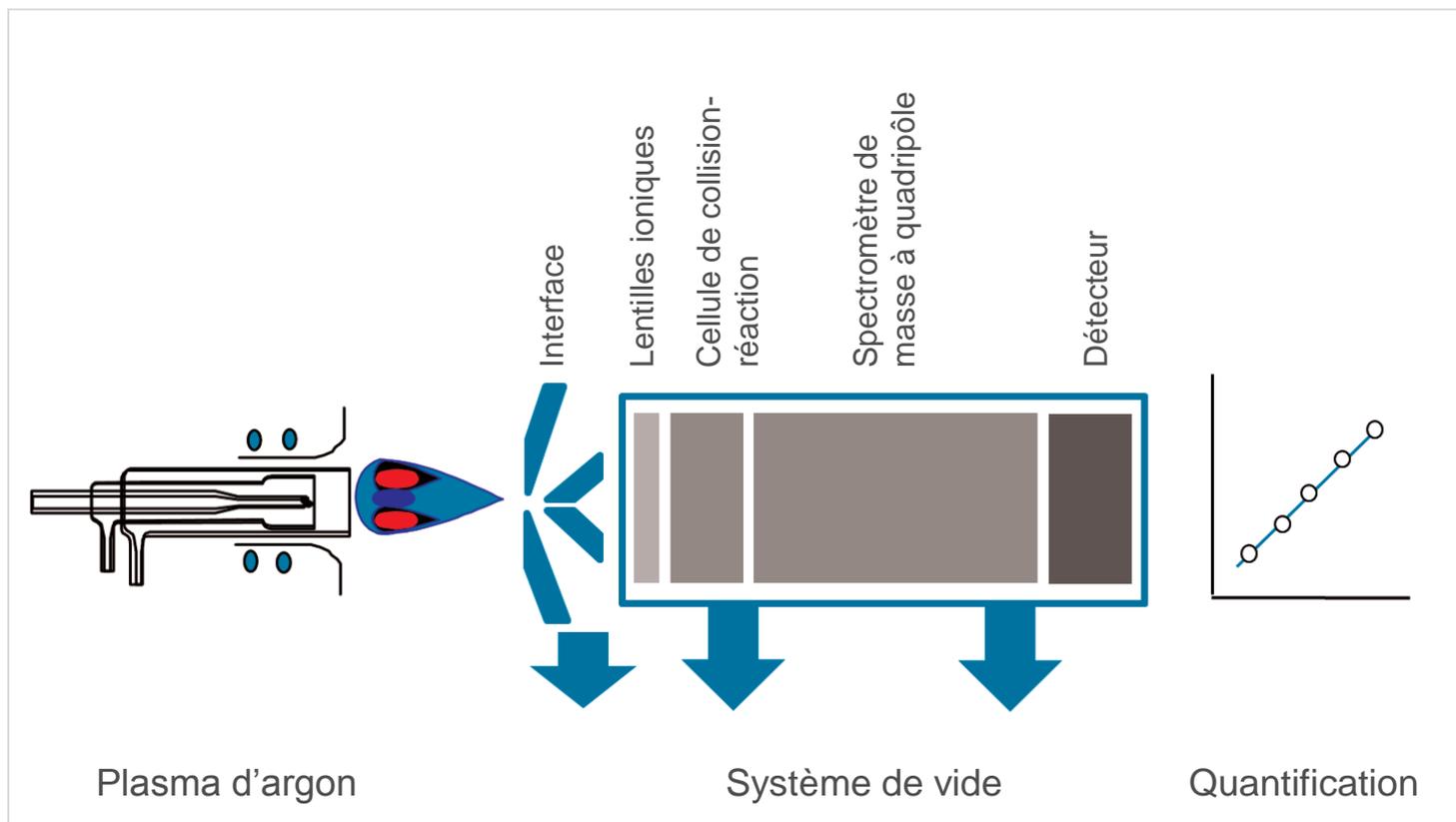
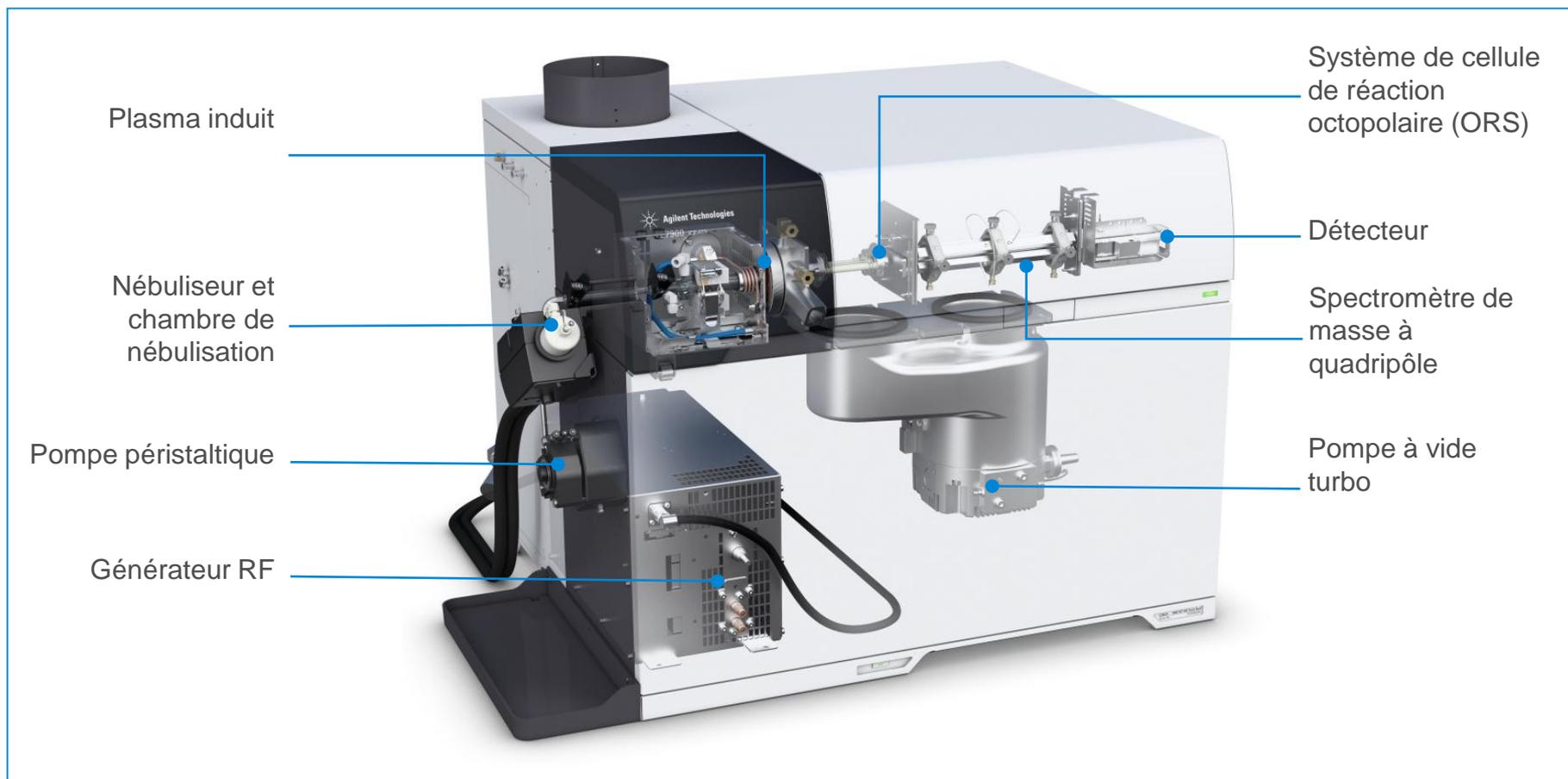


Schéma simplifié des composants principaux d'un schéma ICP-MS quadripolaire.

ICP-couplé à la spectrométrie de masse

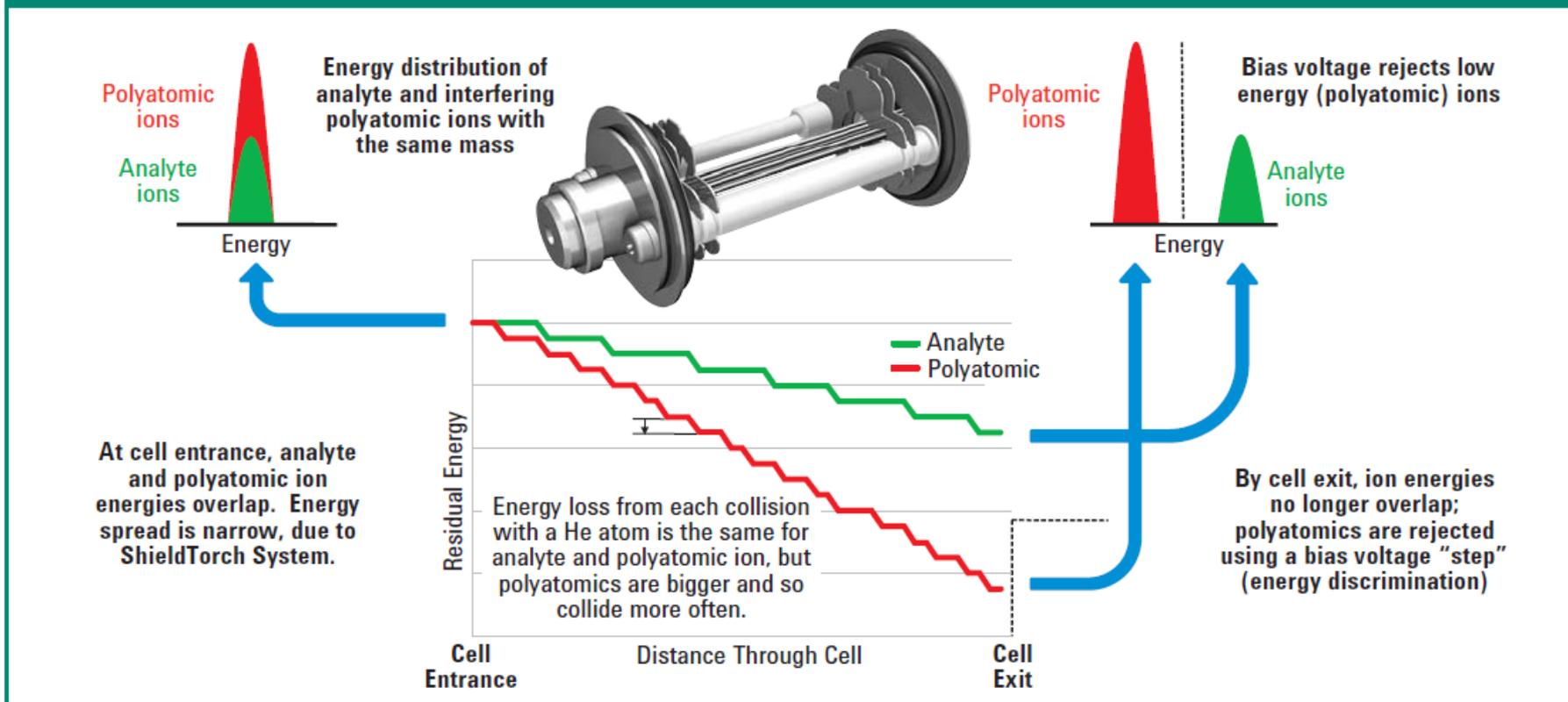
Système



ICP-couplé à la spectrométrie de masse

Comment le mode Cellule de collision à l'hélium élimine l'interférence spectrale

Interference removal using He mode and Kinetic Energy Discrimination (KED)



ICP-couplé à la spectrométrie de masse

ICP-MS comme détecteur de chromatographie

En plus de son utilisation commune en tant qu'analyseur autonome de métaux, l'ICP-MS est de plus en plus utilisé comme détecteur pour plusieurs méthodes de séparation chromatographiques

- Électrophorèse capillaire (CE)
- Fractionnement par flux de force (FFF)
- Chromatographie ionique (IC)
- Chromatographie en phase liquide (HPLC)
- Chromatographie en phase gazeuse (GC)

Dans cette configuration, la technique initiale sépare les différentes espèces (avec le temps), et l'ICP-MS fonctionne comme un détecteur de masse pour mesurer l'/les élément(s) associé(s) avec le(s) composé(s) d'intérêt durant l'élution du chromatographe.



ICP-couplé à la spectrométrie de masse

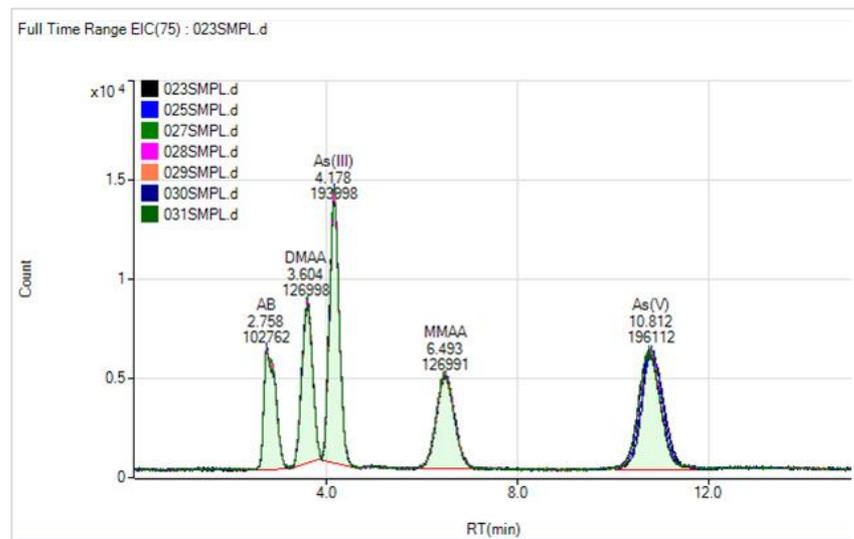
Spéciation avec LC-ICP-MS et GC -ICP-MS

Exemples d'application HPLC-ICP-MS :

- Arsenic inorganique vs. organique
- Organo-étain
- Méthyle-mercure

Exemples de GC -ICP-MS :

- Pesticides
- Résidus de l'agent nerveux OP
- PBDE
- Nanoparticules



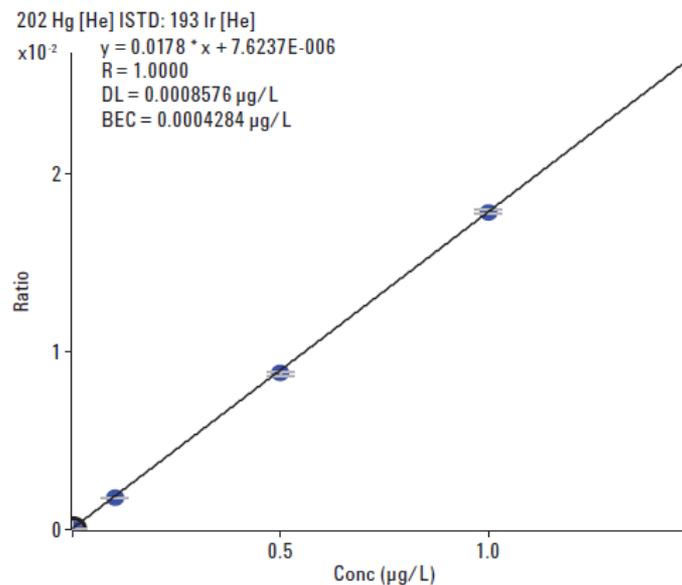
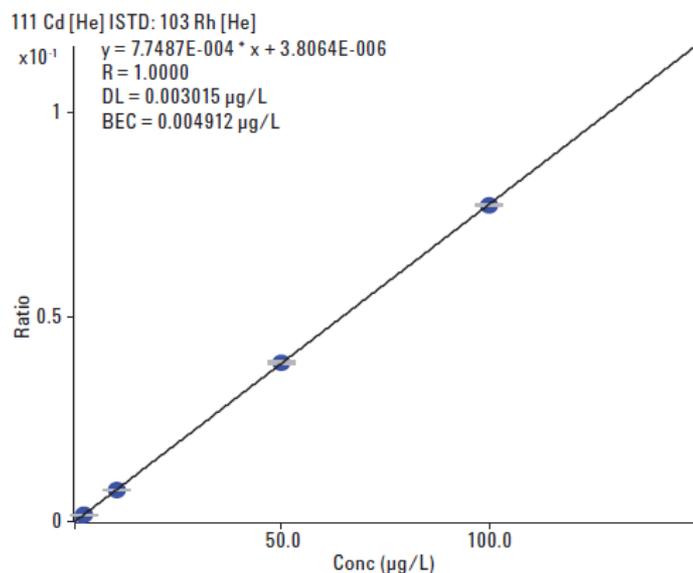
Sept chromatogrammes superposés du jus de pomme dopé avec 500 ng/L d'As étalon.



ICP-couplé à la spectrométrie de masse

Analyse de l'eau potable

La plupart des pays développés ont mis en place des réglementations et des programmes de surveillance afin d'assurer que l'approvisionnement en eau potable ne contient pas de produits chimiques potentiellement nocifs. La technique rapide, multi-élémentaire de l'ICP-MS est largement utilisée dans ce cadre.

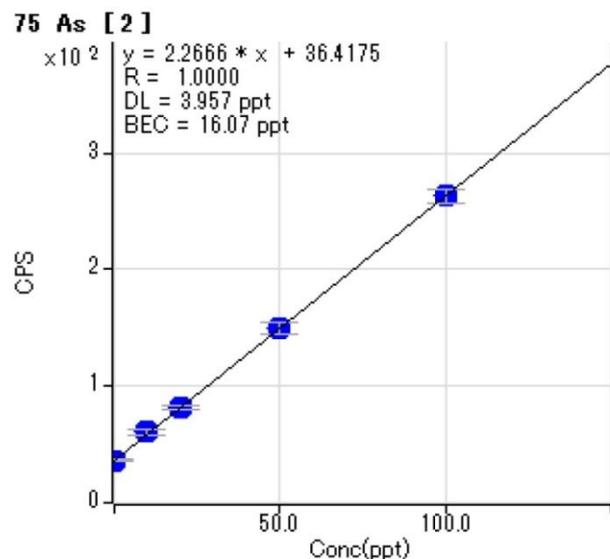


Tracé d'étalonnage
de Cd et Hg

ICP-couplé à la spectrométrie de masse

Analyse d'impuretés de métaux à l'état de trace dans HCl à haute pureté

HCl est fréquemment utilisé pour retirer les impuretés métalliques sur la surface des plaquettes en silicium. Le procédé de fabrication d'appareils semi-conducteurs nécessite une surveillance de routine des contaminants ultra-trace dans HCl.



As, qui subit l'interférence $ArCl^+$, peut être mesuré au niveau des traces.

Élément	m/z	Mode	DL ppt	BEC ppt
Li	7	Froid	0,016	0,004
Be	9	sans gaz	0,13	0,11
B	11	sans gaz	4,5	9,7
Na	23	Froid	0,44	1,3
Mg	24	Froid	0,11	0,22
Al	27	Froid	0,79	1,1
K	39	froid/ NH_3	0,40	0,50
Ca	40	froid/ NH_3	1,1	2
As	75	He	4,0	16

Source : [Direct analysis of trace metallic impurities in high purity hydrochloric acid by Agilent 7700s ICP-MS](#)

Résumé

Techniques de spectroscopie atomique

	SAA		MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	
	SAAF	GFAAS			SQ	QQQ
Limites de détection	100's ppb	10's-100's ppt	ppb – 10's ppb	100's ppt-ppb	<ppt	<ppt
Mode de mesure	Séquentiel	Séquentiel	Séquentiel	Simultané	Séquentiel (MS)	Séquentiel (*MS/MS pour problèmes d'interférence difficile)
Échantillons/jour maximum	100-200 (~6 éléments)	50-100 (~2 éléments)	300-500 (~10 éléments)	2000-2500 (50+ éléments)	750-1000 (~50 éléments)	500-750 (~50 éléments)
Gamme dynamique de travail	3-4	2-3	4-5	7-8	10-11	9
Niveau de compétence requis pour l'opérateur	Faible	Moyen	Faible	Moyen	Haute	Le plus haut

Abréviations

Abréviation	Définition
A	absorbance
AAS	spectroscopie d'absorption atomique
AES	spectroscopie d'émission atomique
b	trajet optique(cm)
c	vitesse de la lumière ($3 \times 10^8 \text{ ms}^{-1}$)
ϵ	coefficient d'extinction ou d'absorption molaire ($\text{lmol}^{-1}\text{cm}^{-1}$)
E	champ électrique oscillant
E	énergie
h	constante de Planck ($6,62 \times 10^{-34} \text{ Js}$)
I	radiation transmise
I_0	radiation incidente

Abréviation	Définition
ICP-OES	Plasma couplé par induction – optique spectroscopie d'émission
ICP-MS	ICP –couplé à la spectrométrie de masse atomique
SQ	spectrométrie de masse à quadripôle simple
QQQ	spectrométrie de masse à quadripôle triple
M	champs magnétiques oscillants
MP-AES	spectroscopie d'émission atomique à plasma micro-ondes
T	transmission
ν	fréquence (s^{-1})
XRF	Fluorescence aux rayons X
XRD	Diffraction X



Informations complémentaires

Pour des informations complémentaires sur les produits Agilent, consulter www.agilent.com ou www.agilent.com/chem/academia

Pour nous soumettre des questions ou remarques concernant cette présentation: academia.team@agilent.com

Publication	Title	Pub. No.
Primer	Atomic spectroscopy applications in the contract environmental laboratory	5991-5326EN
Application	Extending the analytical range for gold using UltrAA lamps	SI-A-1138
Application	Sequential Determination of Cd, Cu, Pb, Co and Ni in Marine Invertebrates by Zeeman GFAAS	SI-A-1361
Application	Determination of As, Sb and Se in Difficult Environmental Samples by Hydride Generation	SI-A-1299
Application	Determination of available nutrients in soil using the Agilent 4200 MP-AES	5991-5675EN
Application	Measuring major and minor elements in milk using the Agilent MP-AES 4200	5991-5959EN
Application	Analysis of milk powders based on Chinese standard method using the Agilent 5100 SVDV ICP-OES	5991-4900EN
Application	Analysis of biodiesel oil (as per ASTM D6751 & EN 14214) using the Agilent 5100 SVDV ICP-OES	5991-5333EN
Application	Arsenic speciation analysis in apple juice using HPLC-ICP-MS with the Agilent 8800 ICP-QQQ	5991-0622EN
Application	Agilent 7900 ICP-MS simplifies drinking water analysis	5991-4938EN
Application	Direct analysis of trace metallic impurities in high purity hydrochloric acid by Agilent 7700s ICP-MS	5990-7354EN
Application Compendium	Agilent Speciation Handbook (2nd Edition)	5990-9473EN
Brochure	Atomic Spectroscopy Portfolio Brochure	5990-6443EN
Web	CHROMacademy – free access for students and university staff to online courses	
Videos & Images	www.agilent.com/chem/teachingresources	

Table des matières



MERCI

◀ Table des matières

Numéro de publication 5991-6593FR

À des fins pédagogiques uniquement
March 14, 2016

46

 **Agilent Technologies**

**ACADEMIC
& INSTITUTIONAL
RESEARCH**