

Première édition
2004-09-01

Version corrigée
2005-03-01

**Qualité de l'eau — Application de la
spectrométrie de masse avec plasma à
couplage inductif (ICP-MS) —**

**Partie 1:
Lignes directrices générales**

*Water quality — Application of inductively coupled plasma mass
spectrometry (ICP-MS) —
Part 1. General guidelines*

[ISO 17294-1:2004](https://standards.iso.org/iso-17294-1-2004)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d981861-12f7-418c-8bb3-
b937863e4680/iso-17294-1-2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d981861-12f7-418c-8bb3-b937863e4680/iso-17294-1-2004)



Numéro de référence
ISO 17294-1:2004(F)

© ISO 2004

PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17294-1:2004](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df981861-12f7-418c-8bb3-b937863e4680/iso-17294-1-2004>

© ISO 2004

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2005

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	5
5 Appareillage	5
6 Interférences par des éléments concomitants	13
7 Réglage de l'appareillage	20
8 Mise au point de la méthode	22
9 Analyse	28
Annexe A (informative) Interférences isobariques, choix des isotopes et limites de détection de la méthode pour les instruments d'ICP-MS quadripolaires	31
Bibliographie	36

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17294-1:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df981861-12f7-418c-8bb3-b937863e4680/iso-17294-1-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/df981861-12f7-418c-8bb3-b937863e4680/iso-17294-1-2004>

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 17294-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

L'ISO 17294 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)*:

— *Partie 1: Lignes directrices générales*

— *Partie 2: Dosage de 62 éléments*

La présente version corrigée de l'ISO 17294-1:2004 incorpore des corrections de symboles aux paragraphes 8.3 et 8.4 (l'écart-type relatif s_{rel} , au lieu de r_{ed}), ainsi qu'au paragraphe 9.2, ligne 6 (L_{DM} au lieu de x_{DM}). D'autres corrections mineures d'ordre éditorial ont également été faites dans les paragraphes 5.7.2 et 5.7.4.

Qualité de l'eau — Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) —

Partie 1: Lignes directrices générales

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 17294 spécifie les principes de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) et présente les directives générales en vue de l'utilisation de cette technique pour la détermination d'éléments dans l'eau. En règle générale, le mesurage est effectué dans l'eau, mais des gaz, des vapeurs ou de fines matières particulaires peuvent également être introduits. La présente Norme internationale est axée sur l'application de l'ICP-MS pour l'analyse de l'eau.

La détermination finale des éléments est décrite dans une Norme internationale distincte pour chaque série d'éléments et de matrices. Les parties individuelles de la présente Norme internationale renvoient le lecteur à ces lignes directrices en ce qui concerne les principes fondamentaux de la méthode et la configuration de l'instrument.

2 Références normatives

[ISO 17294-1:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d981861-12f7-418c-8bb3-b937863e4680/iso-17294-1-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d981861-12f7-418c-8bb3-b937863e4680/iso-17294-1-2004>

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

Guide ISO 30, *Termes et définitions utilisés en rapport avec les matériaux de référence*

Guide ISO 32, *Étalonnage en chimie analytique et utilisation de matériaux de référence certifiés*

Guide ISO 33, *Utilisation des matériaux de référence certifiés*

ISO 3534-1, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 1: Probabilité et termes statistiques généraux.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 5725-1, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions*

ISO 5725-2, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*

ISO 6206, *Produits chimiques à usage industriel — Échantillonnage — Vocabulaire*

ISO 6955, *Méthodes d'analyse par spectroscopie — Émission de flamme, absorption atomique et fluorescence atomique — Vocabulaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 5725-1, l'ISO 6206, l'ISO 6955 et le Guide ISO 32, ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

exactitude

étroitesse de l'accord entre le résultat d'essai et la valeur de référence acceptée

NOTE Le terme «exactitude», appliqué à un ensemble de résultats d'essai, implique une combinaison de composantes d'erreurs aléatoires et d'une erreur systématique commune. L'exactitude englobe la fidélité et la justesse.

3.2

analyte

élément(s) à déterminer

3.3

solution d'étalonnage à blanc

solution préparée de la même manière que la solution d'étalonnage, mais en excluant l'analyte

3.4

solution d'étalonnage

solution utilisée pour étalonner l'instrument, préparée à partir d'une ou plusieurs solution(s) mère(s) ou à partir d'un étalon certifié

3.5

solution de contrôle

solution de composition connue comprise dans la gamme des solutions d'étalonnage, mais préparée indépendamment

3.6

détermination

processus complet allant de la préparation de la solution d'échantillon pour essai jusqu'au mesurage et au calcul du résultat final

3.7

échantillon pour laboratoire

échantillon envoyé au laboratoire pour analyse

3.8

linéarité

relation linéaire entre le résultat (moyen) du mesurage (signal) et la quantité (concentration) du composant à déterminer

3.9

solution de vérification de linéarité

solution dont la concentration des éléments de la matrice est connue par rapport aux solutions d'étalonnage, mais dont la concentration en analyte est moitié moindre de celle de la solution d'étalonnage (la plus concentrée)

3.10

limite de détection de l'instrument

L_{DI}
plus faible concentration pouvant être *détectée* avec une probabilité statistique définie en utilisant un instrument exempt de tout contaminant et une solution d'étalonnage à blanc

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 17294-1:2004

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d981861-12f7-418c-8bb3-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d981861-12f7-418c-8bb3-b937863e4680/iso-17294-1-2004)

[b937863e4680/iso-17294-1-2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d981861-12f7-418c-8bb3-b937863e4680/iso-17294-1-2004)

3.11**résultat moyen**

valeur moyenne de n résultats exprimée en intensité (rapport) ou en concentration en masse (ρ)

NOTE La concentration en masse est exprimée en milligrammes par litre.

3.12**limite de détection de la méthode**

L_{DM}

plus faible concentration d'analyte pouvant être *détectée* par une méthode analytique spécifique avec une probabilité statistique définie

3.13**intensité nette**

I

signal obtenu après correction des interférences des ions (poly)atomiques à l'aide d'une équation élémentaire

3.14**rapport d'intensité nette**

I_R

intensité nette divisée par le signal d'un élément de référence

3.15**solution d'optimisation**

solution servant à l'étalonnage massique et à optimiser les conditions de l'appareillage, par exemple le réglage de la sensibilité maximale pour un taux minimal de formation d'oxyde et pour une formation minimale d'ions doublement chargés

3.16**fidélité**

étroitesse de l'accord entre des résultats d'essai indépendants obtenus dans des conditions prescrites

NOTE La fidélité dépend uniquement de la distribution des erreurs aléatoires et n'a aucune relation avec la valeur vraie ou la valeur spécifiée.

3.17**«produit chimique pur»**

produit chimique de la plus grande pureté disponible et de stœchiométrie connue, et pour lequel il convient de connaître les teneurs en analyte et en contaminants avec un degré de certitude établi

3.18**intensité brute**

I_{brute}

signal obtenu, non corrigé

3.19**solution de réactif à blanc**

solution préparée en ajoutant au solvant la même quantité de réactif qu'à la solution d'échantillon pour essai (même volume final)

3.20**reproductibilité**

R

fidélité sous des conditions de reproductibilité

[ISO 3534-1]

3.21

conditions de reproductibilité

conditions où les résultats d'essai sont obtenus par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans des laboratoires différents, avec des opérateurs différents utilisant des équipements différents

[ISO 3534-1]

3.22

écart-type de reproductibilité

écart-type des résultats d'essai obtenus sous des conditions de reproductibilité

[ISO 3534-1]

3.23

limite de reproductibilité

valeur au-dessous de laquelle est située, généralement avec une probabilité de 95 %, la valeur absolue de la différence entre deux résultats d'essai individuels obtenus sous des conditions de reproductibilité

3.24

répétabilité

r
fidélité sous des conditions de répétabilité

[ISO 3534-1]

3.25

conditions de répétabilité

conditions où les résultats d'essai indépendants sont obtenus par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même équipement et pendant un court intervalle de temps

[ISO 3534-1]

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 17294-1:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d981861-12f7-418c-8bb3-b937863e4680/iso-17294-1-2004>

3.26

écart-type de répétabilité

écart-type des résultats d'essai obtenus sous des conditions de répétabilité

[ISO 3534-1]

3.27

limite de répétabilité

valeur au-dessous de laquelle est située, généralement avec une probabilité de 95 %, la valeur absolue de la différence entre deux résultats d'essai individuels obtenus sous des conditions de répétabilité

3.28

résultat

résultat d'une mesure

NOTE Le résultat est généralement calculé en concentration massique (ρ) et exprimé en milligrammes par litre

3.29

sensibilité

S
quotient de la variation de l'amplitude du signal (dI) sur la variation correspondante dans la concentration de l'analyte (dC), exprimé par l'équation:

$$S = \frac{dI}{dC}$$

3.30**solution mère**

solution dont la(les) concentration(s) en analyte est(sont) connue(s) avec précision, préparée à partir de «produits chimiques purs»

NOTE Les solutions mères sont des matériaux de référence au sens du Guide ISO 30.

3.31**échantillon pour essai**

échantillon préparé à partir de l'échantillon pour laboratoire, par exemple par broyage ou homogénéisation

3.32**solution d'échantillon pour essai**

solution préparée avec la fraction (prise d'essai) de l'échantillon pour essai suivant les spécifications appropriées, de manière à pouvoir être utilisée pour le mesurage envisagé

3.33**justesse****biais**

étroitesse de l'accord entre la valeur moyenne obtenue à partir d'une grande série de résultats d'essai et une valeur de référence acceptée

NOTE La mesure de la justesse est généralement exprimée en terme de biais, qui est égal à la somme des composantes de l'erreur systématique.

3.34**incertitude du mesurage**

paramètre qui, associé aux résultats d'un mesurage, caractérise la dispersion des valeurs pouvant être raisonnablement attribuée à la concentration de l'analyte

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

[ISO 17294-1:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d981861-12f7-418c-8bb3-b937863e4680/iso-17294-1-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d981861-12f7-418c-8bb3-b937863e4680/iso-17294-1-2004>

4 Principe

Les initiales ICP-MS signifient «spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif». Dans ce contexte, un plasma est un petit volume d'argon chaud (6 000 K à 10 000 K) et partiellement ionisé (environ 1 %). Les plasmas froids ont des températures de seulement 2 500 K environ. Le plasma est confiné par un champ électromagnétique de fréquence radio. L'échantillon est amené dans le plasma sous la forme d'un aérosol. Les échantillons liquides sont transformés en aérosol au moyen d'un nébuliseur. Dans le plasma, l'échantillon est désolvaté et les composés présents se décomposent en atomes constituants (dissociation, atomisation). La plupart des atomes de l'analyte sont presque complètement ionisés.

Dans le spectromètre de masse, les ions positifs sont filtrés en fonction de leur rapport masse sur charge (m/z) (identification de l'élément), la concentration de l'élément étant proportionnelle au nombre d'ions.

L'ICP-MS est une technique relative. Le facteur de proportionnalité entre la réponse et la concentration de l'analyte est lié au fait que seule une fraction des atomes d'analyte qui sont aspirés atteint le détecteur, sous la forme d'un ion. Le facteur de proportionnalité est déterminé en mesurant des solutions d'étalonnage (étalonnage).

5 Appareillage**5.1 Généralités**

Le présent article décrit les principaux composants d'un spectromètre de masse ICP. Ces derniers sont illustrés à la Figure 1 sous la forme d'un schéma de principe.

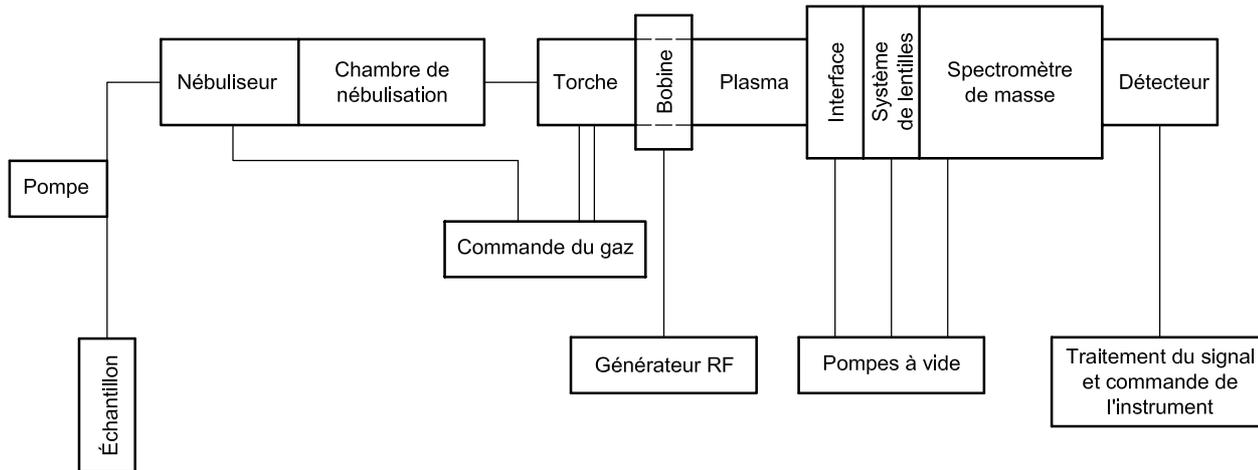


Figure 1 — Schéma de principe d'un spectromètre de masse ICP

5.2 Introduction des échantillons

5.2.1 Généralités

Les solutions à mesurer sont généralement introduites dans le plasma au moyen d'une pompe péristaltique, d'un nébuliseur et d'une chambre de nébulisation. La pompe péristaltique régularise le débit de la solution injectée dans le nébuliseur. Dans celui-ci, la solution est transformée en aérosol par un flux de gaz (argon), sauf si l'on utilise un nébuliseur ultrasonique; voir en 5.2.3. Les plus grosses gouttelettes sont éliminées de l'aérosol dans la chambre de nébulisation par les collisions avec les parois ou d'autres parties de la chambre et elles s'écoulent hors de celle-ci sous forme liquide. L'aérosol résultant passe alors dans le plasma via le tube injecteur de la torche (voir en 5.3) sous l'action du gaz de nébulisation (gaz d'introduction de l'échantillon).

Le système d'introduction de l'échantillon est conçu de telle manière que

- la masse moyenne par gouttelette d'aérosol soit la plus basse possible;
- la masse de l'aérosol transporté vers le plasma à chaque instant soit la plus constante possible;
- la dispersion de taille des gouttelettes et la masse ajoutée de l'aérosol à chaque instant soient, autant que possible, indépendantes de la solution à mesurer (effet de matrice, voir en 6.3);
- le temps que met l'aérosol à se stabiliser après l'introduction d'une solution soit le plus court possible;
- les parties du système en contact avec l'échantillon ou l'aérosol se soient pas corrodées, dégradées ni contaminées par la solution;
- l'effet résiduel d'un échantillon sur les échantillons suivants soit minimisé.

Les composants du système d'introduction de l'échantillon doivent pouvoir résister aux substances corrosives susceptibles d'être contenues dans les solutions, par exemple les acides forts. Pour le tube de la pompe, il convient d'utiliser des matériaux résistants à la dissolution et à l'attaque chimique dues à la solution à nébuliser. Les composants qui entrent en contact avec la solution sont souvent fabriqués en matières plastiques spéciales. Si l'on nébulise de l'acide fluorhydrique, l'utilisation du verre et du quartz doit être évitée. Dans ce cas, le nébuliseur, la chambre de nébulisation et le tube injecteur de la torche doivent être réalisés dans une matière inerte appropriée.

Les différents composants du système d'introduction de l'échantillon sont examinés ci-après suivant les exigences mentionnées plus haut et des exemples sont comparés.

5.2.2 Pompe d'échantillon

Pour introduire la solution dans le nébuliseur, l'utilisation d'une pompe péristaltique n'est pas nécessaire avec certains nébuliseurs (voir en 5.2.3) mais elle est souhaitable dans la plupart des cas afin de rendre l'alimentation en solution moins dépendante de la composition de cette dernière. Tous les instruments modernes utilisent une pompe péristaltique.

Il est conseillé d'utiliser une pompe péristaltique ayant le plus grand nombre de galets possible et une vitesse la plus élevée possible afin d'éviter les à-coups trop importants dans l'alimentation en solution. La quantité de solution pompée oscille généralement entre 0,1 ml et 1,5 ml par minute.

5.2.3 Nébuliseur

Les nébuliseurs les plus courants sont de type concentrique [par exemple Meinhard¹⁾], à flux croisés, «à gouttière en V» et ultrasonique (USN). Les premiers sont à auto-aspiration et les deuxièmes peuvent l'être; ils peuvent donc être utilisés sans pompe (ce qui, toutefois, est rare). Les nébuliseurs peuvent être réalisés en verre ou en plastique dur et inerte (sauf pour les nébuliseurs ultrasoniques).

Les nébuliseurs concentriques se composent de deux tubes concentriques, l'une des extrémités du tube extérieur étant plus étroite. La solution s'écoule à travers le tube central et le gaz de nébulisation (voir en 5.4) passe entre les deux tubes en créant une zone de basse pression autour de l'extrémité du tube central et décompose la solution en petites gouttelettes (l'aérosol). Ce nébuliseur fonctionne mieux avec des solutions ayant une faible teneur en sel dissous, bien que certains modèles soient moins sensibles à des quantités importantes de sel dissous dans la solution à nébuliser.

Les nébuliseurs à flux croisés se composent de deux tubes capillaires montés à angle droit, l'un étant destiné au passage de la solution et l'autre au gaz de nébulisation. Suivant la distance entre les ouvertures des tubes capillaires et leur diamètre, ces nébuliseurs peuvent être auto-aspirants. Les possibilités de bouchage sont évidemment réduites si le diamètre est plus important, mais l'utilisation d'une pompe est alors nécessaire pour l'alimentation en solution.

Dans les nébuliseurs «à gouttière en V», la solution coule dans une gouttière verticale en V jusqu'à l'ouverture de sortie du gaz de nébulisation. La solution est nébulisée par la grande vitesse linéaire de ce gaz au niveau de l'ouverture de sortie d'un très petit diamètre. Ces nébuliseurs ont été développés pour des solutions ayant une teneur élevée en sel dissous et/ou contenant des particules en suspension, bien qu'ils fonctionnent très bien avec des solutions diluées et/ou homogènes. Les nébuliseurs Burgener²⁾ et à jet conique sont similaires et leur forme extérieure est semblable aux nébuliseurs concentriques. La solution s'y écoule dans une zone de forme conique située à l'extrémité du nébuliseur au lieu d'une gouttière en V, et passe sur l'ouverture de sortie du gaz de nébulisation.

Dans les nébuliseurs ultrasoniques, la solution est pompée à travers un tube qui se termine près de la plaque du transducteur vibrant à une fréquence ultrasonique. La quantité d'aérosol produite (efficacité) représente généralement 10 % à 20 % de la quantité de solution pompée. Elle est si importante que l'aérosol doit être séché (désolvaté) avant d'être introduit dans le plasma car, dans le cas contraire, il l'éteindrait. L'aérosol est transporté dans le plasma par le gaz de nébulisation. Parmi les inconvénients des nébuliseurs ultrasoniques, on souligne leur plus grande sensibilité aux effets de matrice, leur plus faible tolérance aux solutions à forte teneur en solides dissous et un temps de rinçage prolongé.

Pour les autres nébuliseurs décrits ci-dessus, l'efficacité ne représente généralement qu'un faible pourcentage. Elle augmente inversement au débit d'introduction de la solution. Des micro-nébuliseurs concentriques, spécialement conçus, réalisés en un plastique dur spécial, permettent des débits de solution

1) Le nébuliseur Meinhard est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

2) Le nébuliseur Burgener est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

de 10 µl/min à 100 µl/min et une efficacité proche de 100 %. Ces micro-nébuliseurs concentriques présentent généralement une très bonne fidélité (faible écart-type relatif du signal) et peuvent également être combinés avec un système de désolvatation à membrane [voir en 6.2.1 a)].

Plusieurs autres types de nébuliseurs peuvent être utilisés pour des applications spécifiques.

5.2.4 Chambre de nébulisation

Dans la chambre de nébulisation [par exemple de type Scott (deux tubes concentriques), à chambre cyclonique ou à bille d'impact], les plus grandes gouttelettes de l'aérosol sont drainées sous forme liquide. Pour pouvoir créer et maintenir une surpression dans la chambre, le liquide doit être retiré au moyen d'un tube de drainage étanche qui met en œuvre la pression hydrostatique ou par pompage. Le liquide doit être drainé de façon constante afin d'éviter des variations de pression dans la chambre susceptibles de provoquer des variations du signal.

En refroidissant la chambre de nébulisation jusqu'à une température de 2 °C à 5 °C, la vapeur d'eau formée lors du processus de nébulisation se condense; on réduit ainsi la teneur en eau du plasma. De cette façon, la formation d'ions polyatomiques (oxydes) interférents est réduite (voir en 6.2.2).

5.2.5 Autres systèmes

Il existe d'autres types de systèmes d'introduction pour des applications spécifiques. Ceux-ci incluent l'ablation par laser ou par étincelle d'un échantillon solide, l'évaporation de la solution au moyen d'un four en graphite ou d'un filament de métal, l'introduction d'un gaz ou d'une forme gazeuse de l'analyte (à l'instar de la technique de génération d'hydrures), des systèmes d'introduction directe de matières solides dans le plasma (par exemple sous la forme d'une bouillie de poudre finement dispersée dans un solvant) et l'introduction directe dans le plasma à l'aide d'une tige de graphite.

Dans le nébuliseur à injection directe (DIN), un micro-nébuliseur pneumatique concentrique est placé dans la torche à la place du tube intérieur (injecteur; voir en 5.3). Ce procédé a une efficacité d'introduction de l'échantillon de presque 100 % avec un débit de prélèvement de l'échantillon généralement égal à 10 µl/min. Un nébuliseur à injection directe peut être utilisé pour des techniques générant des signaux transitoires (par exemple associé à des dispositifs de chromatographie ou à injection de flux) et pour minimiser l'effet mémoire du bore, du molybdène et du mercure.

Ces systèmes ne sont pas examinés dans ce document.

5.3 Torche et plasma

La torche est constituée de trois tubes concentriques et peut être réalisée d'un seul tenant ou en plusieurs parties. Le matériau le plus souvent utilisé est le quartz. Parfois, le tube intérieur (tube d'introduction de l'échantillon ou tube injecteur) est constitué d'un matériau inerte, par exemple l'alumine. Il s'arrête généralement 4 mm à 5 mm avant la première spire de la bobine. L'aérosol produit par le système d'introduction de l'échantillon passe dans le tube d'introduction de l'échantillon, transporté par un flux de gaz, (argon) (gaz de nébulisation) avec un débit de 0,5 l/min à 1,5 l/min environ.

Le gaz auxiliaire passe entre le tube d'introduction de l'échantillon et le tube intermédiaire avec un débit de 0 l/min à 3 l/min. L'utilisation du gaz auxiliaire dépend du type d'instrument concerné, du solvant utilisé, de la concentration en sel, etc. La fonction du gaz auxiliaire est d'augmenter la séparation entre le plasma et la torche et d'abaisser ainsi la température de l'extrémité du tube injecteur (et du tube intermédiaire). Cela évite les dépôts de sel dissous ou l'accumulation de carbone (lors de la nébulisation de solvants organiques) sur le tube injecteur.

Le gaz plasma circule entre le tube intermédiaire et le tube extérieur avec un débit de 12 l/min à 20 l/min. Sa fonction est d'entretenir le plasma et de refroidir le tube extérieur de la torche.

Autour de l'extrémité de la torche, on trouve une bobine refroidie, par eau ou argon, de deux à cinq spires. Un courant haute fréquence traverse la bobine et excite le plasma (voir en 5.5).

La torche est généralement placée dans un compartiment métallique séparé. Ce compartiment doit être connecté à un système d'échappement (extraction) en raison de la production de chaleur et de gaz nocifs (notamment l'ozone). Le métal du compartiment protège les utilisateurs et l'instrument (l'électronique) du rayonnement haute fréquence dégagé par la bobine, ainsi que du rayonnement ultra-violet émis par le plasma. Une fenêtre spéciale, équipée d'un verre fumé afin de protéger les yeux de l'observateur de l'intense rayonnement de l'émission plasma, permet une observation visuelle du plasma.

Un écran métallique relié à la masse (torche à écran) peut être placé entre la bobine et la torche afin de réduire principalement les niveaux des ions (poly)atomiques liés à l'argon (voir en 6.2) qui interfèrent lors de la détermination du potassium (K), du calcium (Ca) et du fer (Fe). Les conditions de plasma froid (puissance plasma relativement faible et un débit élevé de gaz de nébulisation) peuvent également servir à optimiser cette réduction.

5.4 Gaz et commande du gaz

Pratiquement tous les instruments utilisent de l'argon comme gaz de nébulisation (gaz d'introduction de l'échantillon), comme gaz auxiliaire et comme gaz plasma. On préfère l'argon pur à plus de 99,995 %. Des quantités précises d'oxygène peuvent être ajoutées au gaz de nébulisation pour éviter l'accumulation de carbone sur le cône échantillonneur lors de l'analyse de solutions à base de solvants organiques. Des adjonctions d'oxygène trop importantes entraînent une détérioration du cône échantillonneur qui se consume (voir également en 5.6). Des mélanges d'argon et d'hydrogène ou d'azote peuvent améliorer la sensibilité à certains éléments et/ou réduire la formation d'ions polyatomiques interférents (voir en 6.2).

Le débit des différents gaz doit être stable. Cela s'applique particulièrement au gaz de nébulisation. Les meilleurs résultats sont obtenus au moyen de régulateurs de débit massique qui garantissent la stabilité du débit d'un gaz et la quasi-indépendance vis-à-vis de la température et de la pression initiale.

5.5 Générateur

Le générateur fournit un courant alternatif qui maintient le plasma, à une fréquence variant entre 27 MHz et 56 MHz et une puissance comprise entre 0,6 kW et 2 kW. On utilise généralement des générateurs à semi-conducteurs. Il existe deux types de générateurs : commandés par quartz et à oscillations libres.

Les générateurs commandés par quartz sont conçus pour commander le champ magnétique en puissance et en fréquence. La puissance fournie et la puissance non absorbée par le plasma (puissance réfléchie) doivent être toutes deux très stables et leurs variations dues à la composition de la solution doivent être les plus faibles possible. Il convient que la puissance réfléchie soit faible (< 10 W de préférence).

Les générateurs à oscillations libres (non commandés) sont d'une conception plus simple et ne commandent pratiquement que la puissance fournie à la torche (puissance « directe »). De petites variations de fréquence peuvent se produire avec ce type de générateurs.

5.6 Transfert des ions au spectromètre de masse

Les ions sont transférés du plasma au spectromètre de masse (voir en 5.7) au moyen de l'interface. Cette dernière est constituée de deux cônes refroidis par eau, un cône appelé échantillonneur et un cône appelé écorceur, séparés par un système maintenu sous vide par pompage, la chambre de détente. Au cours du mesurage, la pression de la chambre de détente est maintenue entre 10^2 Pa et 10^3 Pa. Chaque cône possède en son sommet un orifice d'un diamètre de 0,3 mm à 1 mm, celui du cône écorceur étant généralement plus petit que celui du cône échantillonneur. Les cônes sont généralement fabriqués en nickel. Le sommet des cônes peut être de forme variée.

Le gaz contenant les ions est échantillonné depuis la partie centrale ou canal du plasma à travers l'orifice du cône échantillonneur jusqu'à la chambre de détente où se forme un jet supersonique. La partie centrale de ce jet passe à travers l'orifice du cône écorceur aspiré par le vide (10^{-2} Pa environ) du système de lentilles.