

Protocole de tests

Contacts:

Benoît POLLIER – benoit.pollier@inrae.fr

Tel :03.83.39.40.41

Gregory van der Heijden – gregory.van-der-heijden@inrae.fr

Tel :03.83.39.73.40

Chaque résultat d'analyse doit être accompagné de son horodatage (date, heure, minute et seconde).

Pour ce test, une gamme de d'étalons multi-élémentaire dans une matrice eau + 1% HNO₃ est fournie (voir ci-dessous). Après étalonnage de la méthode avec l'ensemble des étalons fournis, les différents étalons de la gamme seront analysés comme des échantillons selon l'ordre indiqué ci-dessous.

1. Évaluer la capacité d'étalonner une méthode sur une large gamme de concentrations
2. Évaluer la qualité des courbes d'étalonnage sur l'ensemble de la gamme pour chaque élément
3. Évaluer la capacité de l'instrument à corriger les interférences
4. Évaluer la précision, répétabilité et justesse

Nom	Al	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	P	S	Si
	$\mu\text{g.L}^{-1}$	$\mu\text{g.L}^{-1}$	$\mu\text{g.L}^{-1}$	$\mu\text{g.L}^{-1}$	$\mu\text{g.L}^{-1}$	$\mu\text{g.L}^{-1}$	$\mu\text{g.L}^{-1}$	$\mu\text{g.L}^{-1}$	$\mu\text{g.L}^{-1}$	$\mu\text{g.L}^{-1}$
GME-0	0	0	0	0	0	0	0	0.00	0.00	0
GME-1	5	5	5	5	5	5	5	4.89	5.01	5
GME-2	10	10	10	10	10	10	10	9.78	10.0	10
GME-3	20	20	20	20	20	20	20	19.6	20.0	20
GME-4	50	50	50	50	50	50	50	48.9	50.1	50
GME-5	100	100	100	100	100	100	100	97.8	100.1	100
GME-6	200	200	200	200	200	200	200	195.7	200.2	200
GME-7	500	500	500	500	500	500	500	489.2	500.6	500
GME-8	1 000	1 000	1 000	1 000	1 000	1 000	1 000	978.3	1 001	1 000
GME-9	2 000	2 000	2 000	2 000	2 000	2 000	2 000	1 957	2 002	2 000
GME-10	5 000	5 000	5 000	5 000	5 000	5 000	5 000	4 892	5 006	5 000
GME-11	10 000	10 000	10 000	10 000	10 000	10 000	10 000	9 783	10 012	10 000

[illegible]

1.2. Paramètres de méthode imposés

La courbe de calibration ne doit pas inclure le blanc de gamme (GME-0).

Pour assurer la comparabilité des résultats, il est demandé de réaliser pour chaque analyse d'échantillon 5 répétitions d'analyse avec un temps d'intégration pour chaque répétition de 20 secondes.

Les longueurs d'onde mesurées se feront à minima sur :

Al 167,019nm – 251,611nm
Ca 393,366nm – 396,847nm – 422,673nm
Fe 238,204nm – 259,940nm
K 766,491nm
Mg 279,553nm – 280,270nm
Mn 257,610nm – 259,372nm
Na 589,592nm
P 177,434nm – 213,618nm
S 180,669nm – 181,972nm
Si 251,611nm

7 points de gamme (GG-I à GG-VII) de 1ppb à 200ppb

Ba 455,403nm – 493,408nm
Cd 214,439nm – 226,502nm
Cr 267,716nm
Cu 327,395nm
Ga 287,423nm – 294,363nm
Ge 209,426nm
Ni 230,299nm – 231,604nm
Pb 217,000nm – 220,353nm
Rb 780,026nm
Sr 407,771nm – 421,552nm
Zn 202,548nm – 213,857nm

1.3. Ordre d'analyse

Il est demandé de réaliser les analyses dans l'ordre suivant :

1. Calibration de la méthode en utilisant les échantillons GME-1 à GME-11 et GME-I à GM-VIII
2. Analyse du blanc de gamme GME-0
3. Analyse des échantillons du plus au moins concentré : de GME-11 à GME-1 et GME-VIII à GME-I
4. Analyse du blanc de gamme GME-0
5. Analyse des échantillons du moins au plus concentré : GME-1 à GME-11 et GME-I à GM-VIII

1.4. Rapport d'analyse

Il est demandé de fournir dans le rapport d'analyse :

1. L'ensemble des courbes de calibration pour chaque élément chimique et chaque longueur d'onde
2. Les mesures brutes de hauteur de pic et du fond pour chaque répétition d'analyse pour chaque élément chimique et chaque longueur d'onde
3. Les graphiques présentant l'allure des pics pour chaque élément chimique et chaque longueur d'onde pour les points de gamme GME-1 à GME-4 et GME-I à GME-IV.
4. Le cas échéant, les concentrations élémentaires de chaque point de gamme corrigées pour le fond ainsi que le détail des corrections appliquées (interférence, fond, étalon interne, etc.)

2. Analyse en matrice saline

Ce test consiste à analyser la concentration en Ca et Rb dans une solution de matrice saline (KCl 1 mol.L⁻¹) en continue pendant 1h. Une gamme de trois étalons est fournie ainsi qu'un blanc de gamme et un échantillon dont la concentration n'est pas renseignée mais se situe dans la gamme de concentration.

L'objectif de ce test est :

1. Évaluer la stabilité des concentrations mesurés au cours du temps dans une matrice saline
2. Évaluer la capacité de l'instrument à corriger les interférences dans une matrice saline

2.1 Échantillons utilisés

Nom	Ca	Rb
	<i>mg.L⁻¹</i>	<i>µg.L⁻¹</i>
KCl-0	0	0
KCl-1	0.5	20
KCl-2	1	50
KCl-3	2	100
KCl-4	Non renseigné	Non renseigné

2.2. Paramètres de méthode imposés

Pour assurer la comparabilité des résultats, il est demandé de réaliser pour chaque échantillon 3 répétition d'analyse avec un temps d'intégration pour chaque répétition de 10 secondes.

Les longueurs d'onde mesurées se feront à minima sur :

Ca 393,366nm – 396,847nm – 422,673nm

Rb 780,026nm

La méthode d'analyse **ne doit pas inclure d'introduction de standard interne.**

2.3. Ordre d'analyse

Il est demandé de réaliser les analyses dans l'ordre suivant :

1. Calibration de la méthode en utilisant les échantillons KCl-1 à KCl-3
2. Analyse répétée de l'échantillon KCl-4 sans rinçage entre chaque analyse pendant au moins une 1h à partir de la fin de la calibration.

2.4. Rapport d'analyse

Il est demandé de fournir dans le rapport d'analyse :

1. L'ensemble des courbes de calibration pour chaque élément chimique et chaque longueur d'onde
2. Les mesures brutes de hauteur de pic et du fond pour chaque répétition d'analyse pour chaque élément chimique et chaque longueur d'onde
3. Le cas échéant, les concentrations élémentaires de chaque point de gamme corrigées pour le fond ainsi que le détail des corrections appliquées (interférence, fond, etc.)

3. Corrections d'interférences

Ce test consiste à analyser la concentration en Nd et Gd dans une solution de matrice eau + 1% HNO₃. Une gamme de 5 étalons en concentration de Nd et Gd est fournie ainsi qu'un blanc de gamme et 9 échantillons contenant des concentrations variables de Nd, Gd et Ce.

L'objectif de ce test est :

1. Évaluer la capacité de l'instrument à corriger les interférences

3.1 Échantillons utilisés

Nom	Nd <i>µg.L⁻¹</i>	Gd <i>µg.L⁻¹</i>	Ce <i>mg.L⁻¹</i>
REE-0	0	0	0
REE-1	5	5	0
REE-2	10	10	0
REE-3	20	20	0
REE-4	50	50	0
REE-5	100	100	0
REE-6	10	10	5
REE-7	20	20	5
REE-8	50	50	5
REE-9	10	10	10
REE-10	20	20	10
REE-11	50	50	10
REE-12	10	10	20
REE-13	20	20	20
REE-14	50	50	20

3.2. Paramètres de méthode imposés

Pour assurer la comparabilité des résultats, il est demandé de réaliser pour chaque échantillon 5 répétition d'analyse avec un temps d'intégration pour chaque répétition de 20 secondes.

Les longueurs d'onde mesurées se feront à minima sur :

Nd 401,224nm – 406,108nm – 410,945nm

Gd 335,048nm – 342,246nm – 376,840nm

3.3. Ordre d'analyse

Il est demandé de réaliser les analyses dans l'ordre suivant :

1. Calibration de la méthode en utilisant les échantillons REE-1 à REE-5
2. Analyse du blanc de gamme REE-0
3. Analyse des échantillons REE-6 à REE-14

3.4. Rapport d'analyse

Il est demandé de fournir dans le rapport d'analyse :

1. L'ensemble des courbes de calibration pour chaque élément chimique et chaque longueur d'onde
2. Les mesures brutes de hauteur de pic et du fond pour chaque répétition d'analyse pour chaque élément chimique et chaque longueur d'onde
3. Les graphiques présentant l'allure des pics pour chaque élément chimique et chaque longueur d'onde pour l'ensemble des échantillons REE-0 à REE-14.
4. Le cas échéant, les concentrations élémentaires de chaque point de gamme corrigées pour le fond ainsi que le détail des corrections appliquées (interférence, fond, étalon interne, etc.)