

Table des matières

Introduction	1
Partie 1. Analyse élémentaire	3
Introduction de la partie 1.	5
Chapitre 1. Préparation d'échantillons	7
1.1. Minéralisation par voie sèche	8
1.2. Minéralisation par voie humide	9
1.2.1. Systèmes ouverts	10
1.2.2. Systèmes fermés.	11
Chapitre 2. Spectrométries d'absorption, d'émission et de fluorescence atomique	19
2.1. Introduction.	19
2.2. Spectrométrie d'absorption atomique	23
2.2.1. Instrumentation SAA.	24
2.2.1.1. Source de rayonnement	24
2.2.1.2. Les différentes méthodes d'atomisation	26
2.2.1.3. Système optique, spectromètres et détection.	36
2.2.1.4. La spectrométrie d'absorption atomique haute résolution	36
2.2.2. Méthodes de quantification en SAA	38
2.2.2.1. Méthode d'étalonnage externe	38
2.2.2.2. Méthode d'étalonnage par ajouts dosés.	39

2.3. Spectrométrie de fluorescence atomique, SFA	41
2.4. Spectrométrie d'émission atomique flamme, SEAF	45
2.5. Interférences en spectrométrie atomique.	46
2.5.1. Interférences physiques	47
2.5.2. Interférences spectrales	48
2.5.3. Interférences chimiques	50
2.6. Applications	52
2.6.1. Applications en SAA	53
2.6.1.1. Analyse des métaux en SAA	53
2.6.1.2. Analyse des non-métaux et halogènes en SAA	58
2.6.2. Applications en SFA	60
2.6.3. Applications en SEA flamme	65

Chapitre 3. Spectrométries plasma : ICP-OES et ICP-MS 67

3.1. Les différentes sources plasma	67
3.1.1. Production du plasma	69
3.1.2. Système d'introduction de l'échantillon.	74
3.2. ICP-OES : les spectromètres optiques	80
3.3. Quantification en ICP-OES et MP-OES	82
3.4. ICP-MS : les spectromètres de masse	86
3.4.1. Cellules de collision/réaction	88
3.4.1.1. Hélium en cellule de collision/réaction	89
3.4.1.2. Hydrogène en cellule de collision/réaction.	90
3.4.1.3. Oxygène en cellule de collision/réaction	90
3.4.1.4. Protoxyde d'azote en cellule de collision/réaction	90
3.4.1.5. Ammoniac en cellule de collision/réaction.	91
3.4.1.6. Fluorure de méthyle et gaz fluorés en cellule de collision/réaction	92
3.4.2. Les analyseurs	92
3.4.2.1. Quadripôles	93
3.4.2.2. Secteurs électrostatiques et magnétiques	93
3.4.2.3. Temps de vol (ICP-TOFMS)	94
3.5. Quantification en ICP-MS	95
3.6. Applications des spectrométries ICP-OES et ICP-MS	97
3.6.1. Métaux stratégiques	98
3.6.2. Agroalimentaire	100
3.6.3. Environnement	101
3.6.4. Géochimie	103
3.6.5. Santé	104

3.6.6. Analyse de polymères et produits pétroliers	106
3.6.7. Analyse des non-métaux en ICP-OES et ICP-MS	107
3.7. Analyse de nanoparticules et de cellules par ICP-MS	109
3.7.1. Principe de la SP-ICP-MS	110
3.7.2. Efficacité de transport	113
3.7.2.1. Méthode gravimétrique	114
3.7.2.2. Méthode basée sur la concentration	114
3.7.2.3. Méthode basée sur la masse des particules	115
3.7.3. <i>Dwell time</i>	116
3.7.4. Valeur seuil ou <i>threshold</i>	118
3.7.5. Gestion des interférences spectrales en SP-ICP-MS	120
3.7.5.1. Utilisation d'une cellule de collision/réaction	121
3.7.5.2. L'ICP-MS-HR et l'ICP-TOFMS	122
3.7.6. Applications de la SP-ICP-MS	122
3.7.6.1. Applications environnementales	122
3.7.6.2. Applications en santé de la SP-ICP-MS	123
3.7.7. La <i>Single Cell</i> ICP-MS ou SC-ICP-MS	124
3.7.7.1. Utilisation des nébuliseurs HEN (<i>High Efficiency Nebulisation</i>)	125
3.7.7.2. Dispositifs microfluidiques	126
3.7.7.3. Applications de la SC-ICP-MS	128

Chapitre 4. Analyses directes de solides par spectrométrie plasma : LA-ICP-MS, LIBS et GD-MS

4.1. Principe de l'ablation laser	132
4.2. Couplage de l'ablation laser avec les spectrométries plasma LA-ICP-MS et LA-ICP-OES	136
4.2.1. Principe	136
4.2.2. Instrumentation	137
4.2.3. Quantification en LA-ICP-MS	138
4.2.4. Applications	139
4.2.4.1. Archéométrie	140
4.2.4.2. Échantillons biologiques	142
4.2.4.3. Criminalistique	143
4.2.5. Applications à l'imagerie par LA-ICP-MS	143
4.2.5.1. Applications en santé	144
4.2.5.2. Applications en géologie	146
4.2.5.3. Applications à l'analyse de nanoparticules (NP) et microparticules	147

4.3. Spectrométrie induite par laser, LIBS	148
4.3.1. Principe	148
4.3.2. Instrumentation	150
4.3.3. Quantification et analyse de données en LIBS	151
4.3.4. Applications	153
4.3.4.1. Agroalimentaire.	153
4.3.4.2. Applications LIBS et imagerie LIBS en géologie.	155
4.3.4.3. Applications LIBS et imagerie LIBS pour la santé	157
4.3.4.4. Applications LIBS et imagerie LIBS pour l'industrie	158
4.3.4.5. Analyse en ligne	158
4.4. Spectrométrie par décharge lumineuse, ou <i>Glow Discharge</i> (GD-OES et GD-MS)	161
4.4.1. Principe	161
4.4.2. Instrumentation	163
4.4.2.1. Production de la décharge.	163
4.4.2.2. Analyse de l'émission optique ou des ions produits	163
4.4.3. Applications	164
4.4.4. Quantification en GD-OES et GD-MS	167
4.5. Conclusion	168

Chapitre 5. Analyse directe par fluorescence X 169

5.1. Principe	170
5.1.1. Les rayons X	170
5.1.2. Source : le tube à rayons X	170
5.1.2.1. Rayonnement de freinage	171
5.1.2.2. Spectre caractéristique.	173
5.1.3. Interactions des rayons X avec la matière.	176
5.1.3.1. Absorption photoélectrique	176
5.1.3.2. Rayons X diffusés	178
5.1.3.3. Absorption globale.	180
5.2. Appareillage	182
5.2.1. Système d'excitation	182
5.2.2. Système d'analyse des rayons X	183
5.2.2.1. Détecteurs WDS (<i>Wavelength Dispersive Spectrometry</i>)	183
5.2.2.2. Détecteurs EDS (<i>Energy Dispersive Spectrometry</i>)	187
5.2.2.3. Comparaison EDS/WDS	189
5.3. Analyse par spectrométrie de rayons X	189
5.3.1. Effets de matrice ou effets interéléments	190
5.3.2. Effets de la préparation des échantillons	192

5.3.2.1. Effets de surface	192
5.3.2.2. Effets granulométriques	193
5.3.3. Quantification	193
5.4. Avancées récentes	194
5.4.1. Spectrométrie de fluorescence X en réflexion totale (TXRF) . . .	194
5.4.2. Fluorescence X portable (p-XRF)	195
5.4.3. Microfluorescence X (μ -XRF)	196
5.4.4. Microscopie de fluorescence X confocale ($C\mu$ XRF)	197
5.5. Applications	198
Partie 2. Analyse de spéciation	201
Introduction de la partie 2.	203
Chapitre 6. Préparation d'échantillons	207
6.1. Échantillonnage	207
6.2. Stockage.	207
6.3. Extractions en phase liquide	208
6.4. Extractions en phase solide	211
6.5. Extractions pour échantillons solides.	212
Chapitre 7. Couplage chromatographie liquide/ICP-MS	215
7.1. Chromatographie en phase normale et inverse	216
7.2. Chromatographies par appariement et échange d'ions	219
7.3. Chromatographie d'exclusion stérique.	219
7.4. Chromatographie à interaction hydrophile	220
Chapitre 8. Couplage chromatographie en phase gazeuse/ICP-MS	221
8.1. Espèces analysables en GC, réactions de dérivation.	222
8.1.1. Génération d'hydrures	222
8.1.2. Réactions d'alkylation avec des tétraalkylborates : éthylation, propylation.	223
8.1.3. Réaction d'alkylation avec un réactif de Grignard.	225
8.2. Quantification	225
8.3. Préconcentration et purification avant GC.	227

8.4. Couplage : interfaces	228
8.4.1. Interface plasma sec	229
8.4.2. Interface plasma humide.	229
8.5. Applications	230
Chapitre 9. Couplage électrophorèse/ICP-MS	233
9.1. Couplage électrophorèse sur gel/ICP-MS	233
9.2. Couplage électrophorèse capillaire/ICP-MS	234
9.2.1. Interface	234
9.2.2. Applications	236
Bibliographie	239
Index	281