

L3P « METROLOGIE CHIMIQUE ET NUCLEAIRE » 2023-2024

Cours de L. KASPRZAK

EXAMEN ICP-MS (durée 0h30)

Seul document autorisé : tableau périodique fourni

Nom :

Prénom :

Questions de cours (10 pts)

- 1) Quels sont les éléments nécessaires pour générer un plasma avec l'ICP-MS ? (2 points)

- 2) A quoi servent le nébuliseur et la chambre de nébulisation ? (2 points)

- 3) Quels sont les deux cônes utilisés en ICP-MS ? (1 point)

- 4) Quels sont les deux grands types de spectromètres de masse ? (1 point)

- 5) Dans quel cas utilise-t-on un détecteur type multiplicateurs d'électrons et dans quel cas des cages de Faraday ? (1 point)

6) Donner les définitions d'une interférence isobarique et d'une interférence polyatomique en illustrant avec des exemples (2 points)

7) Donner la définition de la cellule de collision réaction (1 point)

Exercice (10 points)

Un client vous contacte pour des analyses élémentaires sur des échantillons environnementaux. Vous recevez un échantillon pour lequel le client désire la détermination de la concentration totale en Cr.

L'analyse semi-quantitative de l'échantillon dilué 100 fois est la suivante :

m/z	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34
Blanc	12	13	14		15		18		25	
échantillon dil 100	12	13	14		15		19		26	
m/z	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44
Blanc	501235							15	25	27
échantillon dil 100					516272			15	26	28
m/z	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54
Blanc	12	13	12	13	23	12	13	14	12	13
échantillon dil 100	12	13	12	13	24	23747	302428	420826	47512	17658
m/z	55	56	57	58	59	60	61	62	63	64
Blanc	18		23	12	18	14	15	14	13	12
échantillon dil 100	19		2143	294	19	14	15	14	13	12
m/z	100	101	102	103	104	105	106	107	108	109
Blanc	12	15	18	12	14	25	12	58	12	16
échantillon dil 100	63012	85315	158269	12	93114	26	12	60	12	16

N. B : Le spectre de masse est volontairement limité aux seules masses d'intérêt pour l'exercice. (rien à signaler entre les masses 65 et 95)

1/ Décrire les contrôles d'usage de bon fonctionnement de votre appareil avant l'analyse et pendant l'analyse de l'échantillon

2/ Décrire l'analyse semi-quantitative fournie ci-dessus en vérifiant les abondances isotopiques du chrome et la présence ou non d'interférences à la mesure des différents isotopes du chrome.

3/ Quel est selon vous l'isotope à utiliser pour mesurer le Cr dans cet échantillon et dans quel mode (sans gaz, en mode He, en mode H₂) ? Justifier le choix d'un étalon interne.

Relative Abundance of the Natural Isotopes

Isotope	%	%	%	Isotope	%	%	%	Isotope	%	%	%	Isotope	%	%	%			
1	H	99.985		61	Ni	1.140		121	Sn	4.63	Te	2.603	Sb	57.36	Ta	99.988	W	26.3
2	H	0.015		62				122								W	14.3	
3				63				123	Cu	69.17	Zn	48.6			Os	0.02	W	30.67
4				64				124										
5				65				125	Cu	30.83					Os	1.58	W	28.6
6				66				126							Os	1.6		
7				67				127							Os	13.3		
8				68				128							Os	16.1		
9	Be	100		69				129							Os	26.4		
10				70				130	Ge	21.23	Zn	0.6	Ba	0.106	Te	33.80		
11				71				131							Xe	21.2	Ir	37.3
12				72				132	Ge	27.66			Ba	0.101	Ce		Ir	62.7
13				73				133	Ge	7.73								
14	N	99.643		74				134	Ge	35.94	Se	0.89	Ba	2.417	Xe	10.4		
15	N	0.366		75				135					Ba	6.592				
16				76				136	Ge	7.44	Se	9.36	Ba	7.854	Ce	0.19	Hg	0.15
17				77				137					Ba	11.23				
18				78				138	Kr	0.35	Se	23.78	Ba	71.70	Ce	0.25	La	0.0902
19				79				139							La	99.9088		
20	Ne	90.48		80				140	Kr	2.25	Se	49.61						
21	Ne	0.27		81				141										
22	Ne	9.25		82				142										
23				83				143										
24				84				144										
25				85				145										
26				86				146										
27	Al	100		87				147										
28				88				148										
29				89				149										
30				90				150										
31				91				151										
32	S	95.02		92				152										
33	S	0.75		93				153										
34	S	4.21		94				154										
35				95				155										
36				96				156										
37				97				157										
38				98				158										
39	K	93.2581		99				159										
40	K	0.0117		100				160										
41				101				161										
42				102				162										
43				103				163										
44				104				164										
45				105				165										
46				106				166										
47				107				167										
48				108				168										
49				109				169										
50				110				170										
51				111				171										
52				112				172										
53				113				173										
54				114				174										
55				115				175										
56				116				176										
57				117				177										
58				118				178										
59				119				179										
60				120				180										