

**DOSAGE DU CHROME  
PAR SPECTROMÉTRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE  
(Oeno 18/2003)**

**1. PRINCIPE**

le chrome est dosé par spectrophotométrie d'absorption atomique sans flamme

**APPAREILLAGE**

**2.1 Paramètres expérimentaux** (donnés à titre d'exemple)

Spectrophotomètre d'absorption atomique  
 longueur d'onde: 357,9 nm  
 Lampe à cathode creuse (Chrome)  
 largeur de fente: 0,2 nm  
 intensité de la lampe: 7 mA  
 correction du fond continu par effet Zeeman  
 introduction à chaud des échantillons dans le four graphite  
 mesure du signal : en hauteur de pic  
 durée de la mesure: 1 seconde  
 nombre de mesures par échantillon: 2  
 tube de graphite pyrolytique:  
 four en graphite pyrolytique contenant une plate-forme de L'Vov

tantalisée

tantalisation de la plate-forme (voir ci-dessus)  
 gaz inertes : mélange argon - hydrogène ( 95% ; 5 % )  
 paramètres du four:

étape	température (° C)	durée (s)	débit de gaz (l / mn)	type de gaz	lecture du signal
1	85	5	3,0	argon + hydrogène	non
2	95	40	3,0	argon + hydrogène	non
3	120	10	3,0	argon + hydrogène	non
4	1000	5	3,0	argon + hydrogène	non
5	1000	1	3,0	argon + hydrogène	non
6	1000	2	0,0	argon + hydrogène	non
7	2600	1,2	0,0	argon + hydrogène	oui
8	2600	2	0,0	argon + hydrogène	oui
9	2600	2	3,0	argon + hydrogène	non
10	75	11	3,0	argon + hydrogène	non

**2.2 Réglages de l'échantillonneur automatique**  
(donnés à titre d'exemple)

	volumes injectés en µl		
	solution de chrome à 50 µg/l	blanc	modificateur de matrice
blanc	0	17	3
étalon N° 1 à 50 µg/l	5	12	3
étalon N° 2 à 100 µg/l	10	7	3
étalon N° 3 à 150 µg/l	15	2	3
échantillon à doser	5	12	3

**3. RÉACTIFS**

**3.1 eau déminéralisée pure pour analyse**

**3.2 acide nitrique pur pour analyse à 65 %**

**3.3 chlorure de palladium anhydre** (59 % en Pd)

**3.4 nitrate de magnésium hexahydraté pur pour analyse**

**3.5 Dihydrogénophosphate d'ammonium**

**3.6 Modificateur de matrice** : mélange de chlorure de palladium et de nitrate de magnésium (dissoudre 0,25 g de PdCl<sub>2</sub> et 0,1 g de Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O dans 50 ml d'eau déminéralisée) dihydrogénophosphate d'ammonium à 6% (dissoudre 3 g de NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> dans 50 ml d'eau déminéralisée).

**3.7 agent réducteur** : acide L-ascorbique en solution à 1 % m/v.

**3.8 solution mère de chrome à 1 g/l**, commerciale ou préparée de la manière suivante : dissoudre 7,6952 g de Cr(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O dans une solution de HNO<sub>3</sub> 0,5 M, ajuster à 1 l avec HNO<sub>3</sub> 0,5 M

**3.9 solution de chrome à 10 mg/l** : placer 1 ml de solution mère dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 5 ml d'acide nitrique à 65 % et compléter au volume avec de l'eau déminéralisée.

**3.10 gamme d'étalonnage** : 0, 50, 100 et 150 µg/l de chrome (voir tableau: réglages de l'échantillonneur automatique).

**4. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS**

**4.1 Cas des produits œnologiques liquides ou en solution**

Les préparations sont effectuées manuellement ou automatiquement par le diluteur en suivant les données du tableau «réglages de l'échantillonneur automatique ».

**4.2 Cas des produits œnologiques sous forme solide**

Procéder à une minéralisation par voie humide. Faire un blanc.

**5. MODE OPERATOIRE**

Passer chaque solution de la gamme par ordre croissant de la concentration en chrome;

passer 2 fois chaque échantillon, et calculer les teneurs en chrome en tenant compte de la prise d'essai.