

DOSAGE DE L'ARSENIC PAR GENERATION D'HYDRURE ET SPECTROMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE (Oeno 18/2003)

1. DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode s'applique à l'analyse de l'arsenic dans la gamme de concentration de 0 à 200 µg/l avec minéralisation préalable pour les produits œnologiques.

2. DESCRIPTION DE LA TECHNIQUE

2.1. Principe de la méthode

Après réduction de l'arsenic(V) en arsenic(III), l'arsenic est dosé par génération d'hydrure et spectrométrie d'absorption atomique.

2.2. Principe de l'analyse (figure n°1)

La pompe péristaltique aspire la solution de borohydrure, la solution d'acide chlorhydrique et l'étalon ou l'échantillon.

L'hydrure formé dans le séparateur gaz-liquide, est entraîné par un gaz neutre (argon).

Le courant gazeux passe dans un desséchant constitué de chlorure de calcium.

L'arsenic de l'hydrure est analysé dans une cellule d'absorption en quartz posée sur la flamme d'un brûleur air-acétylène.

Le trajet optique de la lampe à cathode creuse du spectromètre d'absorption atomique passe dans la cellule en quartz.

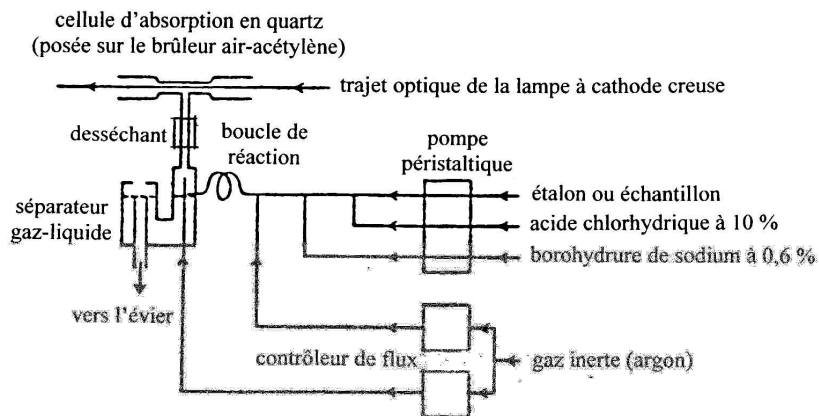


Figure n°1. Générateur d'hydrure

3. REACTIFS ET PREPARATION DES SOLUTIONS REACTIVES

- 3.1. Eau déminéralisée ultra-pure**
- 3.2. Acide nitrique ultra-pur à 65 %**
- 3.3. Iodure de potassium KI**
- 3.4. Iodure de potassium à 10 % (m/v)**
- 3.5. Acide chlorhydrique concentré**
- 3.6. Acide chlorhydrique à 10 % (m/v)**
- 3.7. Borohydrure de sodium NaBH_4**
- 3.8. Hydroxyde de sodium NaOH en pastilles**
- 3.9. Solution de borohydrure de sodium à 0,6 %** (contenant 0,5 % de NaOH)
- 3.10. Chlorure de calcium CaCl_2** (utilisé comme desséchant)
- 3.11. Antimousse silicone**
- 3.12. Solution-étalon d'arsenic à 1 g/l** contenant 2 % d'acide nitrique et préparée à partir de l'acide suivant : $\text{H}_3\text{AsO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$
- 3.13. Solution d'arsenic à 10 mg/l** : placer 1 ml de la solution-étalon (3.12) dans une fiole de 100 ml ; ajouter 1 % d'acide nitrique (3.2) ; compléter au volume avec de l'eau déminéralisée (3.1).
- 3.14. Solution d'arsenic à 100 µg/l** : placer 1 ml de la solution d'arsenic à 10 mg/l (3.13) dans une fiole de 100 ml ; ajouter 1 % d'acide nitrique (3.2) ; compléter au volume avec de l'eau déminéralisée (3.1).

4. APPAREILLAGE**4.1. Verrerie :**

- 4.1.1. fioles jaugées de 50 et 100 ml (classe A)
- 4.1.2. pipettes jaugées de 1, 5, 10 et 25 ml (classe A)
- 4.1.3. vases cylindriques de 100 ml

4.2. Plaque chauffante thermostatée**4.3. Filtres sans cendres****4.4. Spectrophotomètre d'absorption atomique :**

- 4.4.1. brûleur air-acétylène
- 4.4.2. lampe à cathode creuse (arsenic)
- 4.4.3. lampe au deutérium.

4.5. Accessoires :

- 4.5.1. générateur de vapeur (ou séparateur gaz-liquide)
- 4.5.2. cellule d'absorption en quartz, placée sur le brûleur air-acétylène
- 4.5.3. bouteille de gaz neutre (argon)

5. PREPARATION DE LA GAMME D'ETALONNAGE ET DES ECHANTILLONS**5.1. Gamme d'étalonnage 0, 5, 10, 25 µg/l**

Placer successivement 0, 5, 10, 25 ml de la solution d'arsenic à 100 µg/l (3.14) dans 4 fioles de 100 ml ; ajouter dans chaque fiole 10 ml d'iodure de potassium à 10 % (3.4) et 10 ml d'acide chlorhydrique concentré (3.5.) ; compléter au volume avec de l'eau déminéralisée (3.1) ; laisser au repos, à température ambiante, pendant une heure.

5.2. Echantillons de produits œnologiques

L'échantillon est minéralisé par voie humide (cf. méthodes de minéralisation des échantillons avant dosage par spectrométrie d'absorption atomique) puis filtré. Transvaser 10 ml de minéralisat filtré dans une fiole de 50 ml ; ajouter 5 ml de iodure de potassium à 10% (3.4) et 5 ml d'acide chlorhydrique concentré (3.5) ; ajouter une goutte d'antimousse (3.11) ; ajuster au volume avec de l'eau déminéralisée (3.1). Laisser au repos, à température ambiante, pendant une heure. Filtrer sur un filtre sans cendres.

6. MODE OPERATOIRE**6.1. Paramètres instrumentaux du spectrophotomètre d'absorption atomique** (donnés à titre d'exemple)

6.1.1. flamme air-acétylène oxydante

6.1.2. longueur d'onde : 193,7 nm

6.1.3. largeur de la fente du monochromateur : 1,0 nm

6.1.4. intensité de la lampe à cathode creuse : 7 mA

6.1.5. correction de l'absorption non spécifique avec une lampe au deutérium

6.2. Détermination analytique

La pompe péristaltique aspire les solutions réactives (3.6) et (3.9) et les étalons ou les échantillons (5.1) ou (5.2).

Présenter successivement les solutions d'étalonnage (5.1) ; attendre suffisamment de temps afin que l'hydrure formé dans le séparateur gaz-liquide, passe dans la cellule d'absorption ; faire une lecture de l'absorbance pendant 10 secondes ; réaliser deux mesures ; le logiciel de l'ordinateur du spectromètre établit la courbe d'étalonnage (absorbance en fonction de la concentration en arsenic en µg/l).

Présenter ensuite les échantillons (5.2). Réaliser deux mesures.

6.3. Autocontrôles

Toutes les cinq déterminations, un blanc analytique et un étalon sont analysés afin de corriger une éventuelle dérive du spectromètre.

7. EXPRESSION DES RESULTATS

Les résultats sont directement imprimés par l'imprimante reliée à l'ordinateur.

La concentration en arsenic dans les produits œnologiques est exprimée en µg/kg en tenant compte de la prise d'essai.

8. CONTROLE DES RESULTATS

Le contrôle qualité est effectué en plaçant, après la gamme d'étalonnage et tous les cinq échantillons, un matériau de référence dont on connaît avec certitude la teneur en arsenic.

Une carte de contrôle est établie pour chaque matériau de référence utilisé. Les limites de contrôle ont été fixées à : $\pm 2S_R$ intra (S_R intra : écart-type de reproductibilité).

9. BIBLIOGRAPHIE

9.1. PESQUE M., 1982. Dosage de l'arsenic dans le vin. Rapport de stage. Diplôme d'œnologie. Institut d'œnologie de Bordeaux.

9.2. GAYE J., MEDINA B., 1998. Dosage de l'arsenic dans le vin par spectrométrie d'absorption atomique. Feuille Vert de l'O.I.V. n°1069.

9.3. GAYE J., MEDINA B., 1999. Arsenic dans les vins. Feuille Vert de l'O.I.V. n°1087.