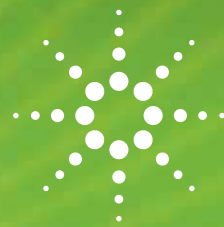


ANALYSE D'ALIMENT

ANALYSE DE COGNAC PAR LE SPECTROMÈTRE D'ÉMISSION ATOMIQUE PLASMA MICRO-ONDES MP-AES AGILENT 4200



Solutions pour votre laboratoire d'analyse
Marchés et programmes d'application

Auteur

Maud Costedoat

Agilent Technologies,
Les Ulis, France



RÉSUMÉ

Le Cognac, réputé dans le monde entier depuis des siècles, est un alcool produit dans la région de la ville de Cognac en France. Le contrôle-qualité est important pendant tout le processus de vinification et de conservation afin d'assurer l'obtention d'un produit de première qualité. A ces fins, une analyse élémentaire du Cognac a été effectuée à l'aide du spectromètre innovant d'émission atomique par plasma micro-ondes MP-AES Agilent 4200. Cette technologie fonctionne avec de l'air et ne nécessite pas l'utilisation de gaz inflammables et coûteux. Le spectromètre MP-AES 4200 permet d'effectuer des analyses multi-élémentaires rapides aux coûts de fonctionnement les plus bas et avec de meilleures performances analytiques comparées à la spectroscopie d'absorption atomique flamme (SAAF).

Cette note d'application présente les performances analytiques du spectromètre MP-AES Agilent 4200 pour l'analyse du Cognac. Les éléments Al, Ca, Cd, Cu, Fe, K, Na, Pb et Zn ont été mesurés en direct dans des échantillons de Cognac contenant 40% d'éthanol (v/v) sans préparation préalable des échantillons avant analyse. Des limites de détection de l'ordre du ppb et une excellente stabilité à long terme ont été obtenues.

INTRODUCTION

Le Cognac, réputé dans le monde entier depuis des années, est un alcool produit dans la région de la ville de Cognac en France. Le contrôle-qualité est important pendant tout le processus de vinification et de conservation afin d'assurer l'obtention d'un produit de première qualité. A ces fins, une analyse élémentaire du Cognac a été effectuée à l'aide du spectromètre innovant d'émission atomique par plasma micro-ondes Agilent 4200 (MP-AES).

Le spectromètre d'émission atomique par plasma micro-ondes Agilent 4200 (MP-AES) utilise une énergie micro-ondes à couplage magnétique pour générer un plasma d'azote robuste et stable, adapté à l'analyse de matrices complexes y compris les matrices organiques difficiles. Comparé à l'absorption atomique flamme conventionnelle, le MP-AES 4200 n'utilise pas de gaz dangereux et coûteux tels que l'acétylène, réduisant ainsi les coûts de fonctionnement et permettant une opération sans surveillance et une meilleure productivité.

Cette note d'application décrit l'analyse en direct des éléments Al, Ca, Cd, Cu, Fe, K, Na, Pb et Zn dans des échantillons de Cognac contenant 40% d'éthanol (v/v), sans préparation préalable avant analyse, à l'aide du spectromètre MP-AES Agilent 4200, fonctionnant avec un générateur d'azote Agilent 4107.



DONNÉES EXPÉRIMENTALES

Instrumentation

Toutes les mesures ont été effectuées à l'aide du MP-AES Agilent 4200, l'azote étant fourni par le générateur d'azote Agilent 4107. Le système d'introduction des échantillons comporte une chambre de nébulisation à double passage, un nébuliseur OneNeb Agilent et un humidificateur pour gaz de nébulisation avec capillaire semi-perméable pour parer à toute instabilité pouvant survenir lors de l'analyse d'échantillons organiques. Le nébuliseur OneNeb Agilent offre une performance supérieure pour cette application par rapport à des nébuliseurs concentriques car il augmente l'efficacité de nébulisation et permet d'obtenir une distribution de gouttelettes plus fines centrée autour de 10 μ ., comme le montre la figure 1. Des tubes noirs ont été utilisés pour les échantillons afin d'obtenir la meilleure sensibilité.

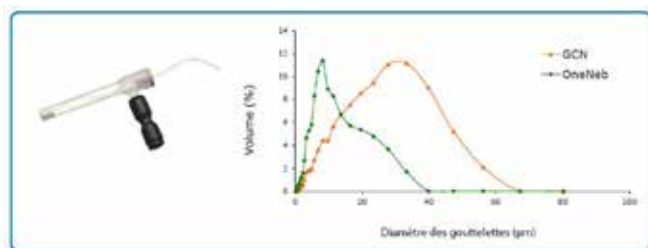


Figure 1 : Distributions des tailles de gouttelettes obtenues avec le nébuliseur OneNeb et un nébuliseur concentrique en verre (Glass Concentric Nebulizer - GCN).

Le passeur automatique d'échantillons SPS 3 a été utilisé permettant ainsi d'opérer le système sans surveillance. La pompe rapide a été désactivée pour une meilleure stabilité du plasma. L'instrument est équipé d'un module externe de contrôle du gaz (External Gas Control Module - EGCM) permettant d'injecter de l'air dans le plasma et de réduire le bruit de fond, optimisant ainsi les limites de détection.

Le MP-AES 4200 est entièrement piloté par le logiciel MP Expert d'Agilent basé sur le concept de feuille de travail, opérant sous Microsoft® Windows® 7 et comportant des outils d'optimisation automatisés permettant de simplifier le développement de méthodes par des opérateurs novices. Par exemple, le logiciel ajoute automatiquement la longueur d'onde et la configuration EGCM recommandées lors de la sélection des éléments. La position d'observation du plasma et le débit de gaz de nébulisation sont optimisés grâce aux routines d'auto-optimisation du logiciel MP Expert, en mesurant l'étalon le plus haut dans de l'éthanol à 40% afin d'obtenir la meilleure sensibilité.

Le mode de correction automatique du bruit de fond corrige de façon juste et précise l'émission du bruit de fond provenant de la matrice organique autour du pic d'intérêt. Chaque solution (étalons/échantillon) a été aspirée une fois. Tous les éléments et toutes les longueurs d'ondes sont lus séquentiellement.

Préparation des échantillons et des étalons

Les échantillons de Cognac à 40% d'éthanol (v/v) ont été obtenus dans le commerce et analysés en direct sans préparation préalable des échantillons.

Les solutions étalons utilisées pour l'étalonnage externe ont été préparées aux concentrations de 0,05 ppm, 0,1 ppm, 0,5 ppm et 1 ppm, à partir d'un mélange étalon multi-éléments de 100 ppm (S28). Des étalons supplémentaires ont été préparés à 5 ppm pour le Ca, le Cu, le Na et le K, à partir de solutions de référence mono-élément à 1g/L. De l'éthanol à 40% (v/v) a été utilisé comme diluant. La matrice des solutions étalons a été reconstituée avec de l'éthanol à 40% (v/v).

Les échantillons de Cognac ont été dopés avec une solution multi-élémentaire S28, à des concentrations de 0,05 ppm, 0,1 ppm et 0,5 ppm et des tests de recouvrements ont été effectués.

Conditions opératoires

Les conditions opératoires et les paramètres de réglages pour les différents analytes sont indiqués dans les tableaux 1a et 1b.

Paramétrage de	l'instrument
Nébuliseur	OneNeb inerte + humidificateur
Chambre de nébulisation	Concentrique en verre à double passage
Tube pour échantillon	Noir/noir
Tube de drain	Bleu/bleu
Nombre de répliqués	3
Délai de transfert (sec)	80
Temps de stabilisation (sec)	30
Temps de rinçage (sec)	80
Pompe rapide	Arrêt
Correction du bruit de fond	Auto
Vitesse de pompe	15 rpm

Tableau 1a. Paramètres opérationnels du spectromètre MP-AES Agilent 4200

Élément et longueur d'onde (nm)	Temps de mesure (sec)	Débit de gaz nébuliseur (L/min)	Configuration de l'EGCM
Al 396,152 nm	3	0,85	Haute
Ca 422,673 nm	3	0,85	Haute
Cd 228,802 nm	10	0,4	Moyenne
Cu 324,754 nm	3	0,45	Haute
Fe 373,486 nm	10	0,4	Haute
K 766,491 nm	3	0,85	Haute
Na 589,592 nm	1	0,85	Haute
Pb 405,781 nm	10	0,6	Haute
Zn 213,857 nm	10	0,35	Moyenne

Tableau 1b. Configuration pour les différents analytes

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Étalonnage

Le tableau 2 ci-dessous montre d'excellents coefficients de corrélation obtenus pour l'étalonnage des éléments mesurés et témoigne ainsi de l'excellente stabilité du plasma d'azote pour l'analyse d'échantillons de cognac.

Élément	Longueur d'onde (nm)	Coefficient de corrélation
Al	396,152 nm	0,99999
Ca	422,673 nm	0,99999
Cd	228,802 nm	1
Cu	324,754 nm	1
Fe	373,486 nm	0,99995
K	766,491 nm	0,99996
Na	589,592 nm	1
Pb	405,781 nm	0,99999
Zn	213,857 nm	0,99999

Tableau 2. Coefficients de corrélation de l'étalonnage

Le spectre de l'étalon 0,05 ppm pour le Pb 405,781 nm avec correction automatique du bruit de fond et les courbes d'étalonnage pour le Pb 405,781 nm et le Na 589,592 nm sont illustrés dans les Figures 2, 3a et 3b.

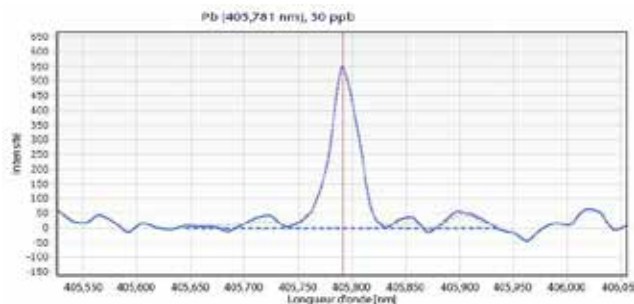


Figure 2. Spectre représentatif pour le Pb 405,781 nm dans l'étalon 0,05 ppm (éthanol à 40%)

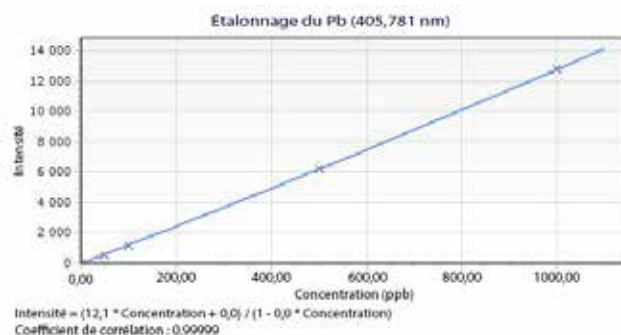


Figure 3a. Courbe d'étalonnage pour le Pb 405,781 nm

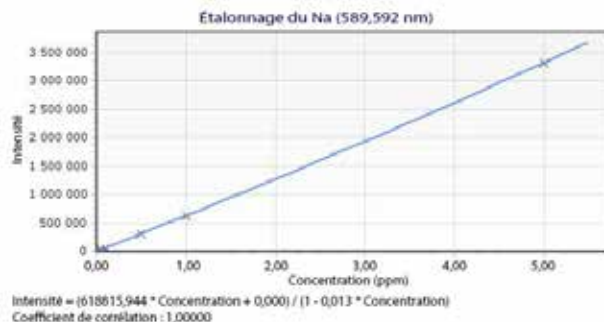


Figure 3b. Courbe d'étalonnage pour le Na 589,592 nm

Recouvrement des ajouts, précision et stabilité

Des ajouts à 0,05 ppm, 0,1 ppm et 0,5 ppm ont été effectués selon la sensibilité de l'élément et sa concentration dans l'échantillon de Cognac. Les résultats de recouvrement dans les échantillons de Cognac sont fournis dans le tableau 3. Les valeurs obtenues sont proches de 100% et démontrent la capacité du MP-AES 4200 à mesurer de manière précise la concentration des éléments Al, Ca, Cd, Cu, Fe, K, Na, Pb et Zn dans le Cognac.

Les échantillons non dopés et dopés ont été mesurés dix fois sur une période de 8 heures afin d'étudier la précision, l'exactitude et la stabilité à long terme. Une excellente précision a été obtenue pour tous les éléments analysés, avec moins de 20% d'incertitude et une déviation standard relative (RSD) de moins de 4% sur 8 heures, démontrant ainsi la validité de la méthode analytique et la stabilité du MP-AES 4200.

Les spectres du Pb dans l'échantillon non dopé et dopé à 0,05 ppm sont illustrés dans la figure 4.

Élément et longueur d'onde (nm)	Échantillon (ppm)	Ajout dosé théorique (ppm)	Échantillon marqué par ajout dosé (ppm)	Récupération (%)	RSD (8 heures) (%)
Ca 422,673 nm	0,97	0,5	1,52	110	1,3
Cd 228,802 nm	0	0,05	0,052	103	1,5
Cu 324,754 nm	0,57	0,1	0,67	104	1,1
Fe 373,486 nm	0,023	0,1	0,118	95	1,5
K 766,491 nm	3,21	0,5	3,74	106	1,3
Na 589,592 nm	1,57	0,5	2,09	104	1,3
Pb 405,781 nm	0,013	0,05	0,059	92	1,9
Zn 213,857 nm	0,019	0,05	0,070	102	3,5

Tableau 3. Recouvrement des ajouts dans le Cognac

CONCLUSIONS

Le MP-AES 4200 d'Agilent, équipé d'un générateur d'azote Agilent 4107, offre une solution idéale pour l'analyse directe de routine du Cognac. La source d'excitation de plasma à base d'azote présente une tolérance élevée à la charge en solvant organique.

En injectant un flux contrôlé d'air dans le plasma via l'EGCM et en utilisant le nébuliseur OneNeb avec l'humidificateur, les résultats obtenus pour les étalonnages, les limites de détection, la stabilité et les taux de recouvrements des ajouts dans les échantillons de cognac sont excellents.



Figure 4. Spectre pour le Pb 405,781 nm dans l'échantillon de Cognac non dopé et dopé à 0,05 ppm

Le MP-AES 4200 est idéal pour les laboratoires cherchant à s'affranchir de la technique SAAF et à étendre leurs capacités analytiques. Les avantages reconnus du MP-AES comprennent des coûts de fonctionnement réduits, une augmentation de la productivité grâce au fonctionnement sans surveillance, une sécurité améliorée et de meilleures performances analytiques grâce à l'amélioration des limites de détection et à la gamme dynamique plus étendue.



Solutions pour votre laboratoire d'analyse
 Marchés et programmes d'application
www.solutions-to-win.com

Les produits Agilent sont réservés à la recherche. Ils ne doivent pas intervenir dans les procédures de diagnostic. Les informations, descriptions et caractéristiques figurant dans cette publication peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2014
 Imprimé aux États-Unis, le 1 septembre 2014
 5991-5180FR

