

Zeitschrift: Jahrbuch der Schweizerischen Naturforschenden Gesellschaft.
Wissenschaftlicher und administrativer Teil = Annuaire de la Société
Helvétique des Sciences Naturelles. Partie scientifique et administrative

Band: 160 (1980)

Artikel: Détermination simultanée de l'étain et d'autres éléments traces dans les
milieux biologiques et dans les sédiments par polarographie inverse
alternative

Autor: Dogan, Selim / Haerdi, Werner / Nembrini, Giorgio

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-90790>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 19.10.2024

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

Détermination simultanée de l'étain et d'autres éléments traces dans les milieux biologiques et dans les sédiments par polarographie inverse alternative

Selim Dogan, Werner Haerdi et Giorgio Nembrini

Introduction

Une technique pour la détermination simultanée de l'étain, du plomb et du cuivre dans les milieux biologiques (tissus végétaux et animaux) et dans les sédiments a été étudiée par polarographie inverse alternative en utilisant un électrolyte servant de support non aqueux (HCl 1 M dans le méthanol) (1, 2). La technique de minéralisation consiste en une digestion des échantillons au moyen d'un hydroxyde d'amine quarternaire (Lumatom®). La méthode permet de minimiser considérablement les difficultés rencontrées par rapport à une minéralisation par voie humide et convient bien à des analyses de routine avec un temps de digestion relativement rapide (3, 4).

Appareillage et conditions polarographiques

- Metrohm E 506 Polarecord utilisé pour effectuer les polarogrammes avec les accessoires Metrohm.
- Les conditions polarographiques sont les suivantes: Mode: ACT₁ (tast alternating current); amplitude: 10 mV; fréquence: 75 Hz; vitesse de balayage: 5 mV/sec; angle de phase: 0°; potentiel de pré-électrolyse: -0,8 V.
- Température: 20 °C
- Surface de la goutte de mercure: 2,2 mm²
- Electrode de référence: Ag/AgCl/KCl saturé//KNO₃ 0,1 M
- Contre électrode: fil de platine
- Temps de pré-électrolyse: 1 min. avec agitation plus 15 sec. sans agitation.

Réactifs

- Lumatom®: agent de digestion contenant un hydroxyde d'amine quaternaire dans

de l'alcool iso-propylique (fournisseur: H. Kürner, D-6451 Neuberg).

- Electrolyte support: HCl 1 M dans du méthanol (suprapur Merck) plus 2,5% (w/v) de Lumatom®.

Toutes les déterminations sont effectuées dans ce milieu.

Préparation des échantillons

Dans un petit tube en verre, 20-200 mg d'échantillons avec 1 ml de Lumatom® sont chauffés à 50 °C pendant 3 h ou plus. Ensuite, 0,1 ml de la solution ainsi obtenue (si nécessaire après dilution avec HCl 1 M dans le méthanol) est introduite, pour analyse, dans la cellule polarographique contenant 4 ml d'électrolyte support (désoxygénation avec N₂ pendant 3-4 min.). Les solutions standards sont préparées avec HCl 1 M dans le méthanol.

Résultats et discussion

Sur la figure 1, les polarogrammes typiques obtenus par polarographie inverse alternative sont représentés pour différentes concentrations de chaque ion.

Nous avons observé que:

- a) les pics de redissolution anodique sont aux mêmes potentiels en présence et en absence de Lumatom®, soit: -0,56 V pour Sn, -0,47 V pour Pb et -0,34 V pour Cu.
- b) La présence de Lumatom® augmente la sensibilité du courant anodique pour l'étain et pour le cuivre (3). Pour 2,5% de Lumatom® le courant est environ 3 fois plus élevé. Par contre, dans le cas du plomb, on n'obtient qu'une très faible augmentation du courant en fonction du pourcentage de Lumatom®.

c) En fonction du temps de pré-électrolyse, le courant anodique pour les 3 ions, passe par un maximum aux environs de 3 min. Par la suite, une diminution du courant due aux phénomènes d'adsorption d'un composant actif du Lumatom® sur la goutte de mercure est observée.

d) On obtient une bonne linéarité pour les concentrations que nous avons étudiées, soit, entre 1 et 100 ppb. La limite de sensibilité est de 1 ppb avec 1 min. de pré-électrolyse.

Applications

Nous avons appliqué la méthode à la détermination de Pb et Cu dans les sédiments et dans les tissus biologiques (végétaux, animaux) et de Sn dans les jus de fruits en boîte (4). Toutes les déterminations sont réalisées avec la méthode d'ajouts standards.

Des analyses effectuées sur différents échantillons du Bureau National des Standards de Washington (NBS; feuilles d'arbres fruitiers SRM 1571, foie de bœuf SRM 1577 et sédiments de rivières SRM 1645) nous ont donné des résultats qui sont en très bon accord avec ceux certifiés.

Remarque: Bien que la cellulose et les composants inorganiques des sédiments (dans le cas des plantes et des sédiments) ne soient pas solubilisés avec les Lumatom®, les résultats obtenus pour les échantillons NBS montrent que les ions en question passent dans la solution finale après la digestion.

Conclusion

L'utilisation du Lumatom® dans les techniques polarographiques constitue une approche très originale pour les analyses de routine. Avec le Lumatom® l'avantage consiste en ce que la digestion ne nécessite aucun autre réactif, ce qui élimine toute erreur de contamination, et ceci pour un temps de digestion relativement court.

D'autre part on peut, sans compliquer la méthode et en présence de molécules organiques, analyser par polarographie l'étain, le plomb et le cuivre dans les échantillons «environnementaux» qui sont des milieux assez complexes.

Références

- (1) L. Metzger, G.G. Willems and R. Neeb: Untersuchungen zur electrochemischen Simultanbestimmung von Blei und Zinn. III - Inversvoltammetrische Simultanbestimmung von Blei und Zinn in salzsaurer methanolischer Grundlösung ohne Lösungswechsel. *Fresenius Z. Anal. Chem.*, 293, 16-17 (1978).
- (2) L. Metzger, G.G. Willems and R. Neeb: Untersuchungen zur electrochemischen Simultanbestimmung von Blei und Zinn. II - Polarographische Bestimmung des Bleis neben Zinn bei tieferen Temperaturen. *Fresenius Z. Anal. Chem.*, 292, 20-22 (1978).

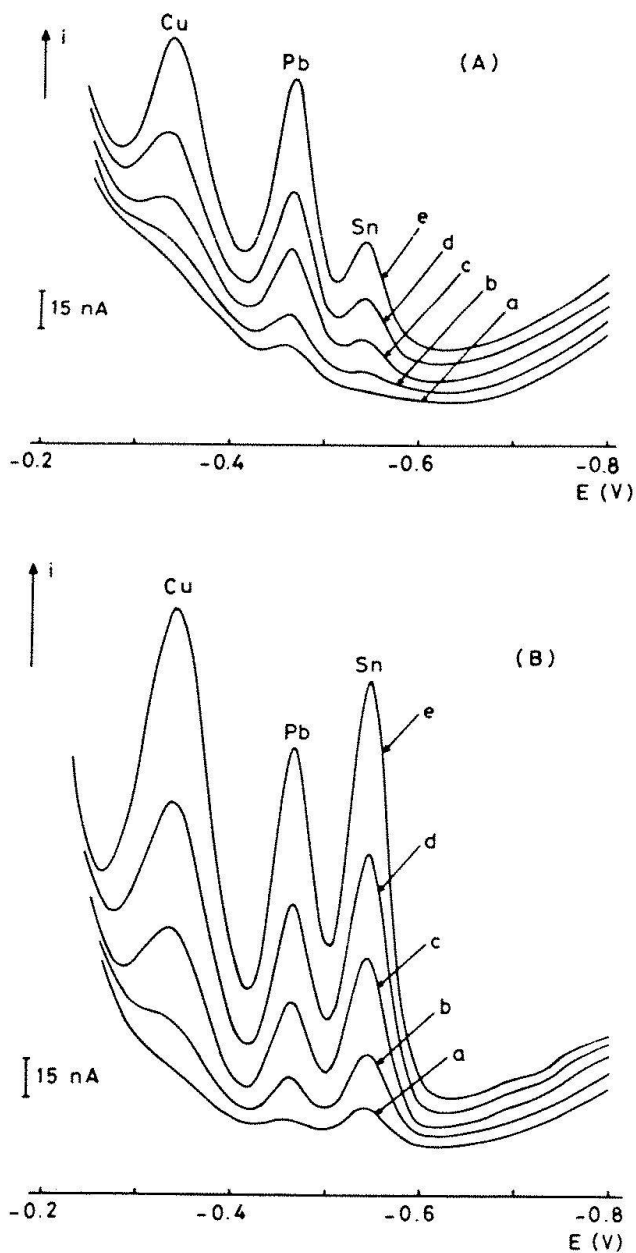


Fig. 1. Polarogrammes typiques obtenus par polarographie inverse alternative. Temps de pré-électrolyse: 1 min. Concentration de Sn, Pb et Cu: a) blanc, b) 2 ppb, c) 4 ppb, d) 10 ppb, e) 20 ppb. (A) en absence de Lumatom®; (B) en présence de 2,5% (poids/volume) de Lumatom®.

- (3) G. Nembrini, S. Dogan and W. Haerdi: Simultaneous determination of tin, lead and copper in biological samples by AC polarography. *Anal. Lett.*, *13 (A11)*, 947-957 (1980).
- (4) S. Dogan, G. Nembrini and W. Haerdi: A novel approach for determination of tin, lead and copper in biological samples and sediments by alternating current anodic stripping voltammetry. *Anal. Chim. Acta*, *130*, 385-390 (1981).

Adresse des auteurs:

Selim Dogan
Werner Haerdi
Giorgio Nembrini
Département de Chimie minérale, analytique
et appliquée
30, quai Ernest-Ansermet
CH-1211 Genève 4