

	Mode opératoire	Réf : MO_SAME_MER_V3_2020 Version 3 date : 22/12/20 page 1/3
	Minéralisation des Echantillons Récalcitrants par digestion acide au SPEEDWAVE	

1. Objet et domaine d'application

Minéralisation des échantillons « récalcitrants » (MER) au Speedwave pour analyse atomique

2. Liste de diffusion BPMP, extérieurs

3. Hygiène et sécurité

Port de la blouse, gants et lunettes de protection (manipulation d'acide nitrique concentré).
Manipulations sous sorbonne.

4. Principe de la méthode

Il s'agit d'une hydrolyse acide des échantillons (mélange acide nitrique/ H_2O_2) à haute température ($180^{\circ}C$) dans un micro-onde « Speedwave » (24 échantillons max.).

5. Matériels nécessaires

Balance de précision (laboratoire MeMo pièce 236), spatules (de préférence en plastique), tubes en Quartz pour le Speedwave (fournis par SAME, pièce 237).

6. Réactifs (chimiques et biologiques)

Acide nitrique 65% (armoire ventilée pièce 237 MeMo) et peroxyde d'hydrogène (H_2O_2 stock $4^{\circ}C$ frigo MeMo pièce 238), fournis par SAME.

7. Contraintes de la méthode

Manipulation de produits dangereux (acide nitrique, H_2O_2), micro-onde.

8. Contenu du mode opératoire

Peser le Matériel végétal sec : entre 5mg (graines) et 20mg (racines, feuilles) de masse sèche.
Pour une minéralisation optimale, réduire les échantillons en poudre (manuellement, au mortier, micropillon dans Eppendorf, Broyeur...).

Le transférer dans les tubes en Quartz (fournis par SAME, boîte cristal pièce 237).

I Préparation : *Manipulations à faire sous sorbonne.*

Ajouter 750 μ l d'Acide Nitrique 65%

Ajouter 250 μ l d' H_2O_2 à 30%

Homogénéiser doucement le mélange.

Laisser la réaction commencer pendant 10 minutes à température ambiante, sous sorbonne.

Pendant ce temps :

- 1- allumer le Micro-onde (bouton vert à gauche de l'appareil)

	Rédacteur	Vérificateur	Approbateur
Nom :	Sandrine Chay	Stéphane Mari	
Fonction :	Responsable Opérationnelle	Responsable Scientifique	
Visa :			

2- allumer la console (bouton orange)
Login : TSF
Mot de Passe : tsf
Choisir le programme «COURT_180108 » env. 1h10
Ou « LONG_180108 » env. 1h30
Voir avec Sandrine CHAY



II Fermer le dispositif :

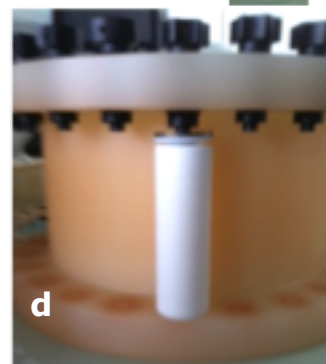
1- écraser les 3 parties du bouchon (a)
à l'aide de l'outil embout conique(b)



2- mettre les tubes en quartz dans leur adaptateur en téflon
et mettre le bouchon (c)



3- visser sur le rotor en téflon (d)



4- équilibrer les tubes
(se repérer aux numéros écrits sur le rotor)

5- serrer les vis à l'aide de l'outil « étoile » (e)

III Démarrage :

- 1- mettre le rotor dans le panier
- 2- mettre l'ensemble rotor-panier dans le micro-onde
- 3- visser le tuyau d'évacuation des vapeurs dans le panier
- 4- démarrer le programme « Start » 2 fois

IV Fin du Run : *attendre 30 minutes après la fin du RUN pour ouvrir le micro-onde et récupérer le matériel, travailler sous Sorbonne.*

- 1- dévisser le tuyau d'évacuation.
- 2- sortir le panier du micro-onde et le poser dans la sorbonne.
- 3- sortir délicatement le rotor du panier.
- 4- dévisser les bouchons

	Rédacteur	Vérificateur	Approbateur
Nom :	Sandrine Chay	Stéphane Mari	
Fonction :	Responsable Opérationnelle	Responsable Scientifique	
Visa :			

	Mode opératoire	Réf : MO_SAME_MER_V3_2020 Version 3 date : 22/12/20 page 3/3
	Minéralisation des Echantillons Récalcitrants par digestion acide au SPEEDWAVE	

- 5- ***Si liquide translucide*** (échantillon totalement digéré, plus aucune particule)
=> récupérer un par un les échantillons

S'il reste des particules : relancer un RUN

V Pour Analyses au Spectroscopie d'Emission Atomique (MP-AES):

Diluer les échantillons de telle sorte à être entre 5 et 10% d'HNO₃ final (dilution au 1/5 dans eau MilliQ).

Transférer les solutions minéralisées dans les tubes compatibles avec le passeur d'échantillon (tubes en PPP Agilent fournis par SAME pièce 238).

Les échantillons peuvent être stockés dans la chambre froide.

NB : Pour le passeur d'échantillon, le volume mort pour la seringue est de 700µl.

Pour analyser 4 éléments prévoir 800µl d'échantillon+ volume mort.

VI Entretien et maintenance :

1- plonger les trois parties des bouchons dans une boîte cristal contenant de l'eau osmosée.

2- Remplir les tubes d'eau osmosée, les garder un maximum sur le portoir, les goupillonner, les rincer abondamment avec l'eau osmosée et effectuer le dernier rinçage à l'eau MilliQ.

Attention ! manipuler les tubes avec précaution, ils sont fragiles et très chers !(env 195€/unité)

3- Laisser sécher les tubes retournés sur leur portoir.

4- Si plusieurs séries d'échantillons consécutives, les sécher au sèche cheveux.

	Rédacteur	Vérificateur	Approbateur
Nom :	Sandrine Chay	Stéphane Mari	
Fonction :	Responsable Opérationnelle	Responsable Scientifique	
Visa :			