



Minéralisation des échantillons au HotBlock

1. Objet et domaine d'application

Minéralisation des échantillons au Hotblock (Miné) 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 ($85^{\circ}C$) dans un block chauffant (96 échantillons max.).

5. Matériels nécessaires

Balance de précision (laboratoire MeMo pièce 236), spatules (de préférence en plastique), tubes en TPE pour block chauffant (fournis par SAME), pipette et embouts (non fournis par SAME).

6. Réactifs (chimiques et biologiques)

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

7. Contraintes de la méthode

Manipulation de produits dangereux (acide nitrique, H_2O_2), block chauffant.

8. Contenu du mode opératoire

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

Peser les tubes en TPE avec leur bouchon.

Peser le matériel végétal sec dans les tubes en TPE.

I Préparation : *Manipulations à faire sous sorbonne de préférence la veille en fin de journée.*

Ajouter 750 μ l d'Acide Nitrique 65% , homogénéiser doucement.

Ajouter 250 μ l d' H_2O_2 à 30% à l'aide de la pipette.

Homogénéiser doucement le mélange.

Laisser la réaction dégazer OVERNIGHT à température ambiante, sous sorbonne.

Compter de 8h à 16 heures, mais attendre qu'il n'y ait plus de bulles ; visibles en agitant les tubes.

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

	Mode opératoire	Réf : MO_SAME_Miné_V3_2020 date : 21/12/20 page 2/2
	Minéralisation des échantillons au HotBlock	

Les bouchons peuvent être posés sur les tubes mais en aucun cas vissés. Et laisser dégazer overnight.

II Le lendemain matin, Fermer le dispositif :

Fermer les tubes avec les bouchons à vis, ne pas serrer ; ils doivent être dévissés d'1/4 de tour.

III Démarrage :

1. Transférer l'ensemble tubes + portoir dans le bloc chauffant
2. Mettre le block sous tension (bouton sur la droite de l'appareil)

La température s'affiche à l'avant de l'appareil. Il est important que les tubes soient dans le bloc lors du démarrage de la rampe. Le bloc met environ 35 minutes pour atteindre le palier de 85°C (SoAK) qui dure **24h**.

IV Fin du Run : *Le Bloc est programmé pour chauffer 24h, si la minéralisation dure 8h seulement (selon les cas), éteindre le Bloc.*

1. Sortir **délicatement** les portoirs avec les tubes, les déposer sous la sorbonne.
2. Une fois refroidis, les bouchons peuvent être vissés.
3. Tapoter les tubes pour faire tomber les gouttes présentes dans les bouchons. Si nécessaire, les vortexer ou les secouer vigoureusement.
4. **Si le liquide est translucide** (peut être jaunâtre), l'échantillon est totalement digéré (plus aucune particule). Il faut diluer les échantillons en ajoutant 4 ml d'H₂O MilliQ à l'aide d'une pipette.
5. **S'il reste des particules : relancer un RUN** (voir s'il faut rajouter du mélange réactionnel, utiliser moins de matériel sec de départ...).
6. Peser les tubes contenant les échantillons minéralisés avec leur bouchon vissé pour mesurer le volume final de l'échantillon (5 g pèse env. 5ml).
7. Pour Analyse au MP-AES, transférer les échantillons dans les tubes compatibles avec le passeur d'échantillon (tubes Agilent fournis par SAME).

Conserver les échantillons en chambre froide.

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