



## Le succès dépend du bon électrolyte : Analyse de routine AOX stable à long terme

Auteur : Dr. Christian Koch, Analytik Jena AG, Konrad-Zuse-Str. 1, 07745 Jena, Allemagne

Pour en savoir plus : [www.analytik-jena.com](http://www.analytik-jena.com)

Analytik Jena France SARL

Tél. : +33 (0) 972 390 233 - Fax : +33 (0) 972 390 232

[www.analytik-jena.fr](http://www.analytik-jena.fr) - [info@analytik-jena.fr](mailto:info@analytik-jena.fr)

### Introduction

Le principal domaine d'application de l'analyse AOX est l'examen des eaux de surface, souterraines, potables et usées. La détermination des halogènes organiques liés adsorbables est une convention analytique, soumise cependant à des influences complexes. Malgré cette variété, l'AOX est un paramètre de routine utilisé dans presque tous les laboratoires. Il permet de déterminer, rapidement et à un coût raisonnable, la pollution d'eaux de différentes origines. On dispose ainsi d'une méthode de surveillance pour l'analyse qui permet l'estimation quantitative de la quantité, de la nature et des effets de composés halogénés organiques souvent inconnus. Avec le développement technique des appareils et de l'automatisation dans les laboratoires d'analyse, il est toujours plus important de disposer de valeurs mesurées stables et fiables. En analyse AOX, outre un système d'analyse fiable, c'est avant tout la stabilité des électrolytes utilisés qui joue un rôle décisif. Si la détermination AOX est effectuée avec un distributeur d'échantillons automatique, il faut pouvoir garantir que l'électrolyte utilisé pour le titrage microcoulométrique ne soit pas consommé prématurément, et donc doit être remplacé, en cas d'entrée d'AOX soudainement ou durablement élevée. Les examens de stabilité de la solution d'électrolyte dans le système d'analyse AOX multi X® 2500 (figure 1) d'Analytik Jena AG ont pour but de montrer qu'il est possible d'effectuer le travail de routine sans problème, même en cas de concentration d'AOX élevée.



Fig. 1 : Analyseur AOX multi X® 2500 (Analytik Jena AG)

### Principe de mesure microcoulométrique (Figure 2)

La teneur en halogènes organiquement

liés est en général très faible dans les échantillons d'eau. C'est pourquoi les analytes doivent être concentrés lors d'une phase de préparation d'échantillon avant la détermination proprement dite. Cela est fait par enrichissement/adsorption sur du charbon activé. Les substances parasites qui adsorbent également sur le charbon activé sont supprimées par lavage avec une solution de NaNO<sub>3</sub>. Ensuite, le charbon activé, chargé et lavé est brûlé à 950°C dans un flux d'oxygène pour former des hydracides, du dioxyde de carbone et de l'eau. Après séchage des gaz de pyrolyse, l'halogénure est déterminé par microcoulométrie. On utilise comme réactif de titrage des ions argent générés par électrolyse. Les conditions suivantes doivent être remplies pour la détection analytique des hydracides :

- Dans la solution d'électrolyte utilisée, il doit y avoir une concentration suffisante en ions argent.

- Cette concentration en Ag<sup>+</sup> doit pouvoir être mesurée.

Les ions halogénures sont précipités en chlorure d'argent au moyen d'ions argent dans un milieu d'acide acétique.

Cl<sup>-</sup> + Ag<sup>+</sup> → AgCl

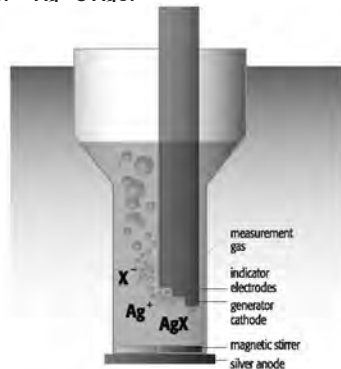


Fig. 2 : Diamètre de la cellule de mesure microcoulométrique multi X® 2500

Le prélèvement des ions Ag<sup>+</sup> dans la solution d'électrolytes est détecté par l'analyseur et l'électrolyse débute alors. De nouveaux ions argent sont générés jusqu'à ce que leur concentration finale (= concentration avant l'apport d'ions chlorure) soit atteinte.

La vitesse de génération des ions argent est réglée proportionnellement au déficit en ions argent. Pour cela, le courant du générateur est appliqué à différentes intensités.

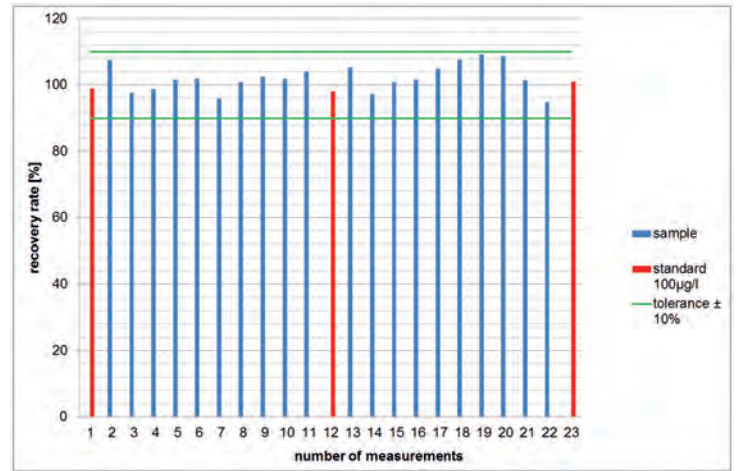


Fig. 3 : Taux de récupération de l'échantillon et du standard AOX lors de mesures successives avec la même solution d'électrolyte

Les lois de Faraday permettent de calculer la quantité de chlorure précipité dans la solution d'électrolyte à partir de la quantité de charge nécessaire pour générer des ions argent. Quand une concentration stable d'ions argent est atteinte, il est possible de démarrer une nouvelle mesure. La production d'ions argent est commandée par le courant indicateur. Le courant indicateur passe dans la solution d'électrolyte entre les deux électrodes indicatrices, dont la tension est constante. L'intensité est à peu près proportionnelle au taux d'Ag<sup>+</sup> dans la plage de concentration basse. L'intensité indicatrice dépend également de la concentration de chlorure, mais l'influence de cette dernière est négligeable dans les plages de concentration habituelles.

### Réalisation

Pour la détermination AOX avec le multi X® 2500, on a développé un électrolyte spécial qui présente de meilleures propriétés que l'acide acétique concentré. Cet électrolyte se compose de deux solutions mères.

Solution 1 : acide acétique dilué  
Solution 2 : mélange de gélatine, d'eau, d'indicateur et de méthanol

L'utilisation de gélatine dans la solution d'électrolyte entraîne une dispersion colloïdale du chlorure d'argent généré pendant le titrage. En tout, l'utilisation de cet électrolyte spécial permet d'atteindre une durée de vie de la solution d'électrolyte plus longue.

Le but de l'examen était d'examiner de plus près la capacité de charge de la solution d'électrolyte avec une concentration d'AOX élevée. Avant, on a effectué le test cellulaire prévu par DIN EN ISO 9562 avec 20 ml de solution d'électrolyte. Pour la stabilité de l'électrolyte, on a choisi un échantillon réel avec une pollution AOX très forte et une matrice difficile. À côté de la concentration AOX élevée (en moyenne 2,564 g/l), cet échantillon présente une valeur TOC très élevée

(environ 5,35 g/l) ainsi qu'une très grande proportion de chlorure inorganique (4,7g/l). Alternativement à la préparation d'échantillons classique (enrichissement en charbon activé), on aurait également pu utiliser le procédé SPE modifié selon DIN EN ISO 9562. En raison de la teneur élevée de l'échantillon en AOX (à côté d'une teneur élevée en TOC et en chlorure), il a cependant été possible de sélectionner une dilution suffisante de l'échantillon afin de minimiser les influences de la matrice sur l'adsorption. Pour cette série d'essais, on a dilué l'échantillon 2000 fois et on l'a préparé selon la méthode d'isolement sur colonne. Pour cela, 100 ml d'échantillon ont été enrichis en charbon activé.

Chaque colonne de charbon activé (somme de la colonne 1 et de la colonne 2) contenait en moyenne 128,2 µg de chlorure absolu. Au début, au bout de 10 échantillons et à la fin de la série de mesures, on a mesuré un standard de contrôle AOX (solution de p-Chlorophénol, AOX 100 µg/l). Les résultats se sont avérés très stables sur une série de 20 mesures successives de l'échantillon. Cela vaut également pour le standard de contrôle. Toutes les mesures remplissent le critère de qualité spécifié selon DIN EN ISO 9562 pour la récupération dans les tolérances de 90% à 110%. Dans toute la série d'essais (y compris les mesures avec standard AOX), l'électrolyte a été chargé avec 2594µg de chlorure au total. C'est une quantité énorme, et l'électrolyte n'a pas montré pas de signes d'usure et n'a pas dû être remplacé. (Voir Figure 3)

### Conclusion

Ces examens montrent que l'électrolyte utilisé dans l'analyseur AOX reste stable et n'a pas besoin d'être remplacé même en cas de charges de chlorure durablement élevées pendant une longue durée. Ainsi est remplie l'une des conditions principales pour un travail de routine sans défaut en analyse AOX.

## Maîtrise fiable des températures

Par Peter Huber Kältemaschinenbau GmbH

[info@huber-online.com](mailto:info@huber-online.com) - [www.huber-online.com](http://www.huber-online.com)

Contact France : Philippe Muraro - Responsable Commercial France -

Tél. : +33 (0)7 78 26 04 49 - [pmu@huber-online.com](mailto:pmu@huber-online.com)

La préparation d'échantillons, l'approvisionnement en eau de refroidissement, le contrôle de réactions, les méthodes de séparation thermique, les analyses et les contrôles de matériel constituent les applications de laboratoire typiques au cours desquelles une maîtrise précise de la température s'avère indispensable. C'est la raison pour laquelle les appareils de chauffe et de refroidissement font partie intégrante de l'équipement de base de la majorité des laboratoires. La gamme de produits Huber contient des thermostats de chauffe et de refroidissement ainsi que des refroidisseurs à circulation, dont l'équipement et la fonctionnalité sont exactement taillés à la mesure des exigences posées dans un laboratoire.

techniques et la production. Pour les utilisateurs en laboratoire, ce sont les Minichillers et les Ministats peu encombrants, ainsi que les modèles Petite Fleur et les thermostats MPC qui présentent un intérêt particulier.

### Refroidisseur à circulation

Dans le cas des Minichillers, il s'agit de refroidisseurs à circulation compacts, d'une puissance frigorifique jusqu'à 300 watt, avec des températures de travail de -20 °C à +40 °C. Les appareils occupent un espace de 225 x 360 mm seulement. Sur demande, les refroidisseurs sont disponibles avec interface RS232 et chauffage intégré (1 kW) ou dans une plage de températures plus vaste jusqu'à +100 °C. Les Minichillers existent en version refroidie par eau et par air et fonctionnent de façon écologique avec du frigorigène naturel. Les applications typiques en laboratoire sont les évaporateurs rotatifs, les appareils de distillation, les microscopes, ainsi que les appareils d'analyse et de mesure.

### Cryothermostats à circulation

Les Ministats - thermostats de refroidissement les plus petits au monde - offrent davantage de possibilités d'application. Grâce à leurs dimensions extrêmement faibles, les appareils permettent une exploitation dans un minimum de place, par exemple dans une hotte de laboratoire. Les Ministats conviennent à la thermorégulation de photomètres, réfractomètres, viscosimètres, réacteurs et mini-installations. Bien qu'ils s'adressent essentiellement à des applications externes, l'ouverture de bain est cependant suffisamment large pour assurer la thermorégulation d'objets plus petits directement placés dans le bain.

La gamme des Ministats comprend trois modèles, chacun disponible avec refroidissement par air ou par eau. Suivant le modèle, il est possible de couvrir des températures de travail de -45 à +200 °C et des puissances frigorifiques jusqu'à 600 watts. La température maximale ambiante se situe aux alentours de +40 °C. Une pompe de pression et aspiration assure une circulation optimale. En option, la pression maximale peut être également réglée - afin que des réacteurs en verre sensibles soient protégés de façon fiable contre la casse. En série, les Ministats sont équipés du régulateur moderne Pilot ONE. Ce dernier dispose d'un écran couleur TFT de 5,7



Le nouveau modèle Grande Fleur convient de façon idéale à la thermorégulation de réacteurs de recherche et permet l'obtention d'excellentes vitesses de refroidissement et de chauffe

pouces avec une interface opérateur confortable en 11 langues, analogue à celle d'un smartphone. Deux interfaces USB ainsi que des raccords pour LAN et RS232 sont également disponibles. Un avantage supplémentaire est la fonction électronique d'actualisation



permettant l'activation de fonctions supplémentaires telles que programmeur, régulation en cascade, fonction rampe, menus utilisateur, démarrage automatique par calendrier, etc. Des raccords NAMUR pouvant être postéquipés à l'aide du module optionnel ComG@te, une intégration dans des systèmes subordonnés du process s'avère possible à tout moment.

### Thermorégulateurs dynamiques

Les « petits Tangos » constituent un point fort supplémentaire de la gamme de produits et, simultanément, la classe d'entrée dans le monde des Unistats. Grâce à leurs dimensions compactes et à leur thermodynamique unique en son genre, les modèles Petite Fleur et Grande Fleur conviennent de façon optimale à la thermorégulation extrêmement précise de réacteurs de recherche.

### Nouveauté au salon Analytica : Grande Fleur

À la fois plus grand que son frère Petite Fleur et plus petit qu'un Unistat Tango, le modèle Grande Fleur vient compléter la gamme de produits en offrant davantage de puissance à un prix avantageux. Les deux modèles, Petite et Grande Fleur, présentent toutes les caractéristiques de performance et d'équipement de la gamme des Unistats, telles par exemple que ports USB, interfaces Ethernet et RS232, écran tactile régulateur Pilot ONE, enregistrement des données du process sur clé USB, ainsi que frigorigènes naturels et une thermodynamique sans pareille. Les températures de travail vont de -40°C à +200°C. Lorsque la pompe développe sa pleine puissance, une puissance frigorifique de 600 watts est disponible selon DIN 12876. Une réduction du régime de la pompe entraîne une augmentation de la puissance frigorifique de 50 watts de plus. Le système d'évacuation d'eau, permettant l'élimination des résidus d'eau hors des flexibles et réacteurs du circuit de thermorégulation, constitue un avantage supplémentaire, surtout dans le cas d'un changement fréquent d'applications. La pompe de circulation réglable, débitant jusqu'à 38 l/min, assure un transfert thermique efficace. La régulation de pression VPC protège les réacteurs en verre contre toute destruction, grâce à un démarrage en douceur, et compense automatiquement les fluctuations de viscosité du fluide caloporteur. Le système assure ainsi une pression minimale pour une circulation maximale et optimise ainsi le transfert

thermique vers l'application. Les deux modèles Fleur sont équipés du régulateur Pilot ONE précédemment décrit. Les appareils sont disponibles en deux variantes pour la thermorégulation de circuit externes fermés ou d'applications externes ouvertes.

### Thermostats à bain à prix avantageux

Les thermostats classiques pour bain et à circulation viennent compléter l'offre. Ces modèles conviennent aux applications externes ou à la thermorégulation directe en bain ouvert. Il est possible d'opter entre des thermostats pour opérations de chauffe et des cryothermostats proposés en deux lignes d'équipement. Outre les modèles avec régulateur Pilot ONE, la gamme de modèles MPC à prix avantageux s'avère intéressante pour de nombreuses tâches de routine en laboratoire. Ces thermostats existent pour des températures de travail de -30 °C à +200 °C avec des bains en acier inoxydable ou en polycarbonate transparent. Si un bain est déjà présent, il s'avère alors possible de recourir à des thermoplongeurs avec vis de serrage ou à des thermostats à pont disposant d'un pont télescopique extensible. Des accessoires tels p. ex. que des garnitures en verre pour test, des fonds supports et des couvercles de bain, facilitent les tâches de thermorégulation quotidiennes.

### Logiciel gratuit

Le logiciel gratuit SpyLight constitue une extension utile pour la visualisation et la documentation de données relatives au processus en liaison avec des thermorégulateurs Huber. Ce logiciel fonctionnant sous Windows convient à l'enregistrement de données ainsi qu'à la télécommande des thermorégulateurs à l'aide d'un PC, d'un ordinateur portable ou d'une tablette. La communication peut se faire à l'aide de RS232, RS485, USB ou de TCP/IP. Les données enregistrées sont représentées dans le temps, les axes du diagramme pouvant être librement dimensionnés. La fonction d'agrandissement simplifie en outre l'évaluation graphique de certains laps de temps. SpyLight est facile à installer et à manipuler et ne consomme que peu de ressources. La version gratuite n'est pas limitée dans le temps et est compatible avec tous les thermorégulateurs Huber équipé des régulateurs Pilot ONE et MPC. Le logiciel est disponible en allemand et en anglais, sous forme de téléchargement gratuit dans le site [www.huber-online.com](http://www.huber-online.com).

## Optimisez votre qPCR workflow avec PIPETMAX & qPCR Assistant Gilson

Pour plus d'information ou pour une démonstration du logiciel, rendez-vous sur [www.pipetmax.com](http://www.pipetmax.com) ou contactez [sales-fr@gilson.fr](mailto:sales-fr@gilson.fr)

**Avec le développement du concept de recherche translationnelle, les laboratoires de recherches académiques sont de plus en plus soumis aux mêmes standards de qualité et de traçabilité que l'industrie, bien qu'ils n'aient pas toujours les mêmes ressources.**

Pour pallier à ce besoin, PIPETMAX a été développé dans cet esprit de qualité tout en conservant un prix et une taille raisonnables. L'automatisation des étapes de pipetage permet de gagner en reproductibilité et en traçabilité pour la préparation d'échantillons biologiques avant analyse, par exemple le Séquençage Nouvelle Génération (NGS) ou la PCR/qPCR. (Voir photo 1)

### Reproductibilité

Soucieux de fournir un système à la fois simple et flexible aux chercheurs, le nouvel assistant qPCR, spécialement créé pour l'utilisation du PIPETMAX dans ce type d'applications, permet de générer automatiquement les séquences du PIPETMAX sur la base de vos protocoles qPCR sans besoin d'expertise en programmation ou en transfert de liquides.

Le savoir-faire de Gilson en manipulation d'échantillons liquides, acquis depuis plus de 40 ans avec le célèbre PIPETMAN, a été implémenté dans cet assistant. L'ensemble des paramètres (débits, choix des têtes de pipetage...) sont définis de façon transparente pour l'utilisateur en fonction de son protocole qPCR (volumes, viscosités des réactifs, type de plaques 96 ou 384 puits...) afin d'apporter simplicité d'utilisation mais aussi justesse et fiabilité.

### Traçabilité : créez et stockez vos protocoles qPCR

Dans nombre de laboratoires, l'information sur les protocoles est morcelée entre les différents chercheurs. Le qPCR Assistant PIPETMAX permet, comme une base de données, d'enregistrer et de stocker vos protocoles pour ensuite si besoin, les éditer ou bien les partager avec d'autres collaborateurs à partir d'un fichier PDF.

L'ensemble des informations relatives au protocole qPCR pourra ainsi être renseigné : (Voir photo 2)

- Type de thermocycleur
- Volume réactionnel
- Type d'essai, type de cibles, nombre de cibles amplifiées (Singleplex / Multiplex)
- Nombre et types de contrôles, gamme de dilution, nombre de duplication
- Nombre d'échantillons, gamme de dilution, nombre de duplication
- Informations sur le MasterMix : types de réactifs, concentrations initiales et finales ; l'assistant calculant les volumes requis
- Type de Reporter et de Quencher utilisés pour chaque essai

Le protocole ainsi renseigné peut être enregistré dans un cahier de laboratoire ou communiqué à un autre chercheur souhaitant reproduire le protocole.

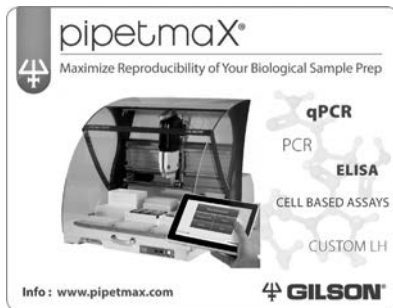


Photo 1

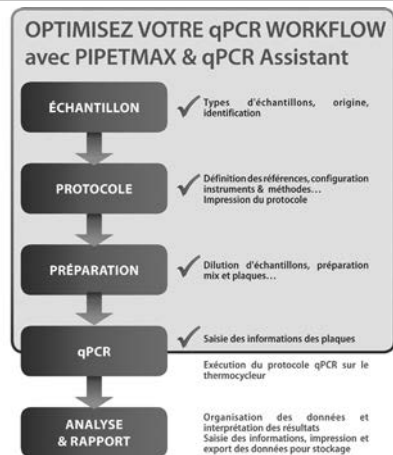


Photo 2

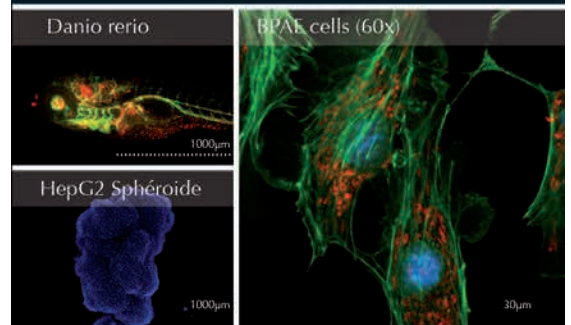
### Echantillons prêts...Analysez !

Pour préparer les échantillons pour une analyse qPCR, rien de plus simple ! Renseignez le nombre et le type d'échantillon avant de choisir dans la liste le protocole qPCR à associer. Lancez ensuite votre série sans vous soucier des paramétrages de l'automate, le qPCR Assistant s'en charge pour vous.

La préparation terminée, un fichier pourra être exporté directement vers le thermocycleur avec les emplacements des échantillons et des points de contrôle sur la plaque 96 ou 384 puits.

Le qPCR Assistant ajoute à PIPETMAX la facilité d'utilisation et la complète gestion de vos workflows qPCR.

Automatisez sans compromis pour gagner en traçabilité et en reproductibilité tout en facilitant le partage de vos informations de recherche : Tentez l'expérience PIPETMAX !



## CYTATION™ 3

En combinant la microscopie à fluorescence numérique automatisée et la détection multimode pour microplaques, le NOUVEAU Cytation3 simplifie le flux de travail et vous permet de cultiver, lire, voir et compter vos cellules dans un instrument unique. Contactez-nous dès aujourd'hui pour voir le nouveau Cytation3 en action !

Think Possible



### BioTek France

BioTek Instruments SAS  
50 avenue d'Alsace, 68025 Colmar Cedex  
Tel: 03 89 20 63 29, Fax: 03 89 20 43 79  
[info@biotek.fr](mailto:info@biotek.fr), [www.biotek.fr](http://www.biotek.fr)

### BioTek Switzerland

BioTek Instruments GmbH  
Zentrum Fanghöfli 8, 6014 Luzern  
Tel: 041 250 40 60, Fax: 041 250 50 64  
[info@biotek.ch](mailto:info@biotek.ch), [www.biotek.ch](http://www.biotek.ch)