



Combustion simple d'échantillons difficiles

Anton Paar France S.A.S

Tel (Office): +33 1 69181188 - Fax: +33 1 69070611 - E-Mail : info.fr@anton-paar.com

La combustion de substances organiques sous atmosphères d'azote est une méthode très répandue de préparation d'échantillons pour l'analyse des traces. Tandis que les systèmes de combustion conventionnels ne peuvent être utilisés à cet effet, la combustion d'oxygène assistée par micro-ondes dans le système Multiwave 3000® d'Anton Paar s'allie sans problème à une minéralisation haute pression par chimie liquide. La minéralisation d'échantillons contenant une grande quantité de matrice organique est particulièrement efficace.

La combustion assistée par micro-ondes d'échantillons organiques sous atmosphère d'azote dans le Multiwave 3000® est idéale non seulement pour l'analyse des non-métaux (principalement des halogènes, du soufre et du phosphore), mais aussi pour l'analyse des métaux. Cette méthode ne se limite pas à la détermination d'analytes volatiles.

La nouvelle méthode combinant la combustion et la minéralisation avec des mélanges d'acide concentrés en un seul passage, offre une nouvelle possibilité de préparation d'échantillons pour l'analyse des métaux lourds, qui convient surtout pour des matières dont la fraction organique est très difficile à minéraliser par chimie liquide. Il s'agit par exemple d'échantillons comme la houille, le coke ou le graphite, mais aussi le pétrole. Le carbone contenu dans ces matières est particulièrement résistant aux attaques acides et peut affecter considérablement par la suite l'analyse de la composition chimique.

Comme une grande partie des constituants organiques de la matrice est déjà brûlée dès la première minute, cette combinaison réduit drastiquement la durée totale de minéralisation. Cette méthode est aussi recommandée pour les échantillons qui présentent une tendance aux réactions exothermiques spontanées au cours de la minéralisation.

La combustion d'oxygène et la minéralisation haute pression ont été comparées à l'aide d'un échantillon d'huile certifié.

Comment fonctionne la combustion d'oxygène assistée par micro-ondes ?

Lorsqu'on analyse des échantillons solides, on les préforme d'abord en pastilles que l'on dépose, avec un papier filtre spécialement imprégné, sur le porte-échantillons en quartz configuré à cet effet. Les échantillons visqueux, comme l'échantillon d'huile analysé, sont simplement remplis dans des capsules de gélatine.

Les porte-échantillons garnis sont placés, à l'aide d'un crochet également en quartz, dans les récipients de réaction, remplis soit d'une solution d'absorption appropriée ou – comme c'est le cas ici – de réactifs utilisés pour la minéralisation.

Ces récipients de réaction résistants à la pression, qui sont également utilisés pour la minéralisation par chimie liquide, sont en quartz pur et fermés par un joint à lèvres en PTFE-TFM. Ces deux matières garantissent la pureté et la constance chimique requises et indispensables à une analyse soignée des traces.

Quand les récipients sont fermés et

positionnés dans le rotor, on ferme également le rotor. On remplit alors les récipients de réaction d'oxygène jusqu'à 20 bars max. par le système de chargement standard. On utilise pour cela une station de charge qu'on peut tout simplement raccorder à des bonbonnes de gaz ou à la conduite d'oxygène du laboratoire.

Contrairement à l'oxycombustion courante, l'allumage se fait par rayonnement de micro-ondes. Le papier filtre à l'intérieur du récipient de réaction s'enflamme et initie la combustion de l'échantillon dans l'atmosphère d'oxygène sous haute pression.

Au cours de la combustion les composants organiques sont oxydés et les analytes libérés dans la phase gazeuse. Pour les matières difficiles à minéraliser, il faut recommencer l'opération pour obtenir la libération complète des métaux lourds non volatiles.

Lorsqu'on traite des échantillons renfermant du silicate, le taux de récupération peut éventuellement être réduit, car sans acide fluorhydrique une minéralisation complète des particules de silicate n'est pas possible et les analytes inclus ne peuvent pas être saisis.

Applications & Avantages

La combustion d'oxygène assistée par micro-ondes est idéale pour la préparation d'échantillons de matières solides combustibles. Une des principales applications est certainement l'analyse de non-métaux comme les halogènes, le soufre et le phosphore par chromatographie ionique. Cette méthode qui consiste à



Fig. 1 : Système micro-ondes de préparation d'échantillons Multiwave 3000®



Fig. 2 : Accessoires pour la combustion d'oxygène assistée par micro-ondes

combiner combustion et minéralisation et à renoncer aux pièces métalliques à l'intérieur des récipients de réaction est donc idéale également pour l'analyse des métaux lourds. Les récipients sont hermétiquement fermés, ce qui minimise le risque de contaminations et de pertes.

La haute stabilité chimique des récipients de réaction permet aussi la combustion de matières corrosives, telles par exemple les échantillons à haute teneur en halogène, une exception : les fluoropolymères purs dont la combustion cause une corrosion importante des récipients en quartz.

one step beyond ... Flash Chromatographie

200 ml/min - 30 bars / 435 psi

- . 200 ml/min - 30 bars / 435 psi
- . Gradient Quaternaire
- . Colonnes de 2,5 g à 1,6 Kg
- . Support pré-colonne (option)
- . 200 à 600 nm - multi longueurs d'onde
- . Trajets optiques ajustables
- . Capacité de 4 racks de collection
- . 176 tubes - 18 x 150 mm en standard
- . Ecran tactile 10.5"



puriFlash™ 430 evo

n'attendez pas,
découvrez le dès à présent

Réservez votre démo personnalisée :
interfine@mail.interchim.fr

Tél. 04 70 03 73 01 Fax 04 70 03 82 60

Intersoft® - logiciel intuitif
Système modulaire & Compact
Mono colonne à Quad (option)
Purification / Polishing (option)
Maintenance & entretien facilités
Compatible tous types de colonnes





BioSampling Systems présente le système 3S® : Une solution clé en main pour la gestion d'échantillons.

Tél : (+33)(0)1.34.30.42.06 - Fax : (+33)(0)1.34.64.22.87 - Web : www.biosamplingsystems.com

3S® est un système unique sur le marché de constitution et gestion de biothèque.

En plus d'être un support de stockage évolué, il gère la préparation/aliquotage automatique, la gestion informatique, la base de données, la gestion de stockage/déstockage (organisation dans les congélateurs), la sortie individuelle et la traçabilité pré/post biothèque.

- la SSP : un support modulaire

La Safe Sampling Plate (SSP) est un support de stockage monobloc de 48 puits sécables et pré-numérotés individuellement par un code DataMatrix unique. D'un format standard, la SSP est compatible avec la majorité des automates du marché.

- le SSA : un automate compact et rapide

Le Safe Sampling Automat (SSA) est un aliquoteur à identification positive développé spécifiquement par BSS. Cet automate compact, sécurisé et communiquant permet d'assurer une maîtrise totale et automatisée de l'aliquotage afin de garantir une traçabilité sans faille de la biothèque.

- le SSTS : un pilier du système de traçabilité

Le Safe Sampling Tracing Software est un logiciel qui pilote, contrôle et trace tout le cycle de vie des échantillons de la biothèque. Il permet ainsi à tout moment de contrôler qui a fait quoi, quand, comment, où et pourquoi.

Les atouts de la solution 3S :

La Qualité : 3S® permet d'automatiser et de sécuriser les procédures d'aliquotage/stockage des laboratoires. Le paramétrage fin du SSTS® confère au système une grande adaptabilité, faisant du robot SSA® un aliquoteur intelligent

La Simplicité : 3S® est basé sur des principes de fonctionnement uniques et brevetés, alliés à une quantité de détails visant à une ergonomie maximale dans l'utilisation courante du système (gestion et contrôle par le SSTS sous Windows. Logiciel de contrôle et de suivi, connexion bidirectionnelle avec les LIMS).

Le Pragmatisme : L'installation, simple et rapide, d'un système 3S®, affranchit donc l'utilisateur de la tâche fastidieuse et risquée de la constitution d'un système sécurisé à partir d'éléments disparates.



L'Économie : Outre ses avantages qualitatifs, 3S® participe activement à la réduction des coûts associés à la non qualité ainsi qu'à l'automatisation des laboratoires, ce qui le rend économiquement viable pour tout laboratoire d'analyse, hôpital ou banque du sang.

La rapidité : Haut débit du SSA, permet le remplissage d'une plaque SSP en 9 minutes, jusqu'à 200 tubes/heure.

3S est une solution permettant à tout laboratoire, quelle que soit sa taille, de professionnaliser immédiatement sa gestion d'échantillons, afin de se consacrer pleinement à son cœur de métier.

Davantage de confort

Manipulation facile et nettoyage simple des réacteurs.

Davantage de flexibilité

Revêtement PTFE unique en son genre pour une meilleure protection contre la corrosion.

Équipement variable de la robinetterie et combinaison individuelle de matériaux.

Nouvelle méthode alternative à la gravimétrie pour la détermination des fractions solubles dans le xylène

Viscotek France - tel. +33.4.78.51.67.08 - Email France@viscotek-europe.com
Web www.viscotek.com

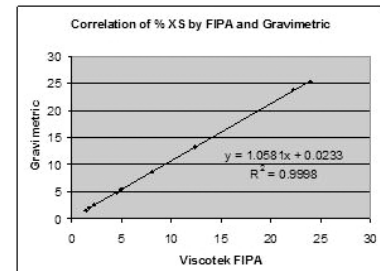
Viscotek a édité une nouvelle note d'application qui décrit une technique FIPA (Flow Injection Polymer Analysis) fournissant de meilleurs résultats que la méthode traditionnelle de détermination gravimétrique des polymères solubles dans le xylène.

Dans ce rapport intitulé « FIPA for xylene soluble determination of polypropylene and impact copolymers » les auteurs comparent le procédé expérimental de la méthode FIPA de Viscotek à la méthode traditionnelle par gravimétrie utilisée pour déterminer les fractions solubles dans le xylène en process. Le test des solubles dans le xylène est destiné à mesurer le contenu amorphe du polypropylène et du copolymère EPR (ethylene-propylene rubber). La précision et l'exactitude de ce test des solubles dans le xylène sont très importantes pour le contrôle de la fabrication et définir les spécifications des produits finis.

Des échantillons identiques de copolymère EPR ont été analysés à la fois par la méthode gravimétrique et par la méthode FIPA de Viscotek. Le facteur de corrélation de 0,9998 qui a été obtenu démontre l'excellente concordance entre les résultats obtenus par les 2 méthodes. L'article montre également quels sont les avantages techniques (rapidité, précision) et les informations supplémentaires (masse molaire, viscosité intrinsèque) offerts par la technologie FIPA de Viscotek,

ce qui conduit nombre de producteurs de polyoléfines et de laboratoires de recherche en catalyse à adopter cette nouvelle technique comme méthode de choix. En outre, comparée à la méthode gravimétrique, la technique FIPA est plus sûre en matière de sécurité et de santé car l'opérateur est beaucoup moins exposé. Même dans un laboratoire avec un faible nombre d'échantillons, le gain de temps et d'opérations manuelles par rapport à la méthode gravimétrique permet d'amortir le coût d'investissement d'un système FIPA en moins d'un an.

La technique FIPA, propriété de Viscotek, est basée sur un mode de séparation chromatographique rapide du polymère des autres composés de faibles masses molaires auxquels il se trouve mélangé (additifs, monomères résiduels, solvant...). Le polymère ainsi isolé est détecté par un système de triple détection Viscotek, et les pics qui en résultent sont analysés afin d'obtenir les caractéristiques du polymère. La technique FIPA fournit alors des valeurs précises et exactes de la masse molaire, de la taille moléculaire et de la viscosité intrinsèque, ainsi que des informations sur la ramification ou la composition du copolymère en seulement quelques minutes, sans préparation fastidieuse de l'échantillon. Robuste et facile à mettre en place, le système FIPA Viscotek opère jusqu'à 80°C, ce qui permet de l'appliquer à un large éventail de polymères, dont



les polycarbonates, polyacrylates, polyoléfines, caoutchoucs, polyimides, polystyrène et polyalcool vinylique.

Pour obtenir une copie de cette nouvelle note d'applications ainsi que de plus amples informations sur le système FIPA, veuillez contacter Viscotek par téléphone au +33-478-516-708 ou par courriel à info@viscotek.com ou visitez
<http://www.viscotek.com/applications.aspx>.

Viscotek est une société du groupe Malvern Instruments.



Pour de plus amples informations, s'adresser à

BERGHOF

realizing
your
ideas.

PRODUCTS • INSTRUMENTS
ZUNDEL Holding Enterprise
info@berghof-instruments.de
www.berghof-instruments.de

Courtaige Analyses Services
Cas@onlinecas.com
www.onlinecas.com