

	<h1>Laboratoire de Chimie</h1>		
Date	Référence	Version	Pages
09/07/2020	SpectroPhoto-110524	01.00.03	1 / 15

Laboratoire de Chimie/Spectrophotomètre absorption

SpectroPhoto-110524

Objet : TP de spectrophotométrie

Procédure de Préparation et utilisation d'un spectromètre à cathode Creuse (Perkin Elmer Model 3110) afin de déterminer les teneurs en Chrome et Nickel d'un acier préalablement mis en solution acide)

Paramètres : Longueur d'onde et courant

- Chrome : 360.5 nm / 25 mA
- Nickel : 352 nm / 22 mA
- 10 mesures automatiques [Replicate] / 1 sec [Init Time]

Matériel utilisé : 1

- Lampe à cathode creuse (Chrome ou Nickel selon mesures à réaliser)

Consommable : 1

- Préparation diluée 10 fois (suite à attaque acide)

Liste des Opérations :

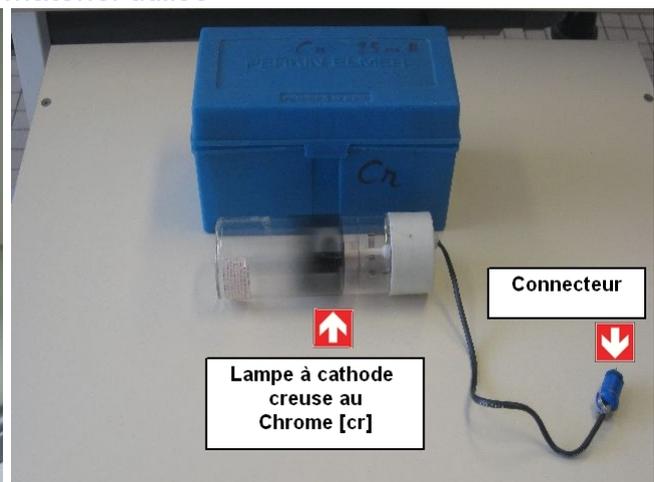
- 1- Préparation : Ventilation / Acétylène
- 2- Préparation du Spectrophotomètre
- 3- Réglage de l'intensité du faisceau et configuration des mesures
- 4- Réglage de la longueur d'onde et recherche du CTS Max
- 5- Allumage de la flamme
- 6- Mise à 0 et Mesures
- 7- Arrêt de la manipulation

n

Illustration du poste de travail



Illustration du materiel utilisé



Partie 1 : Préparation : Ventilation / Acétylène

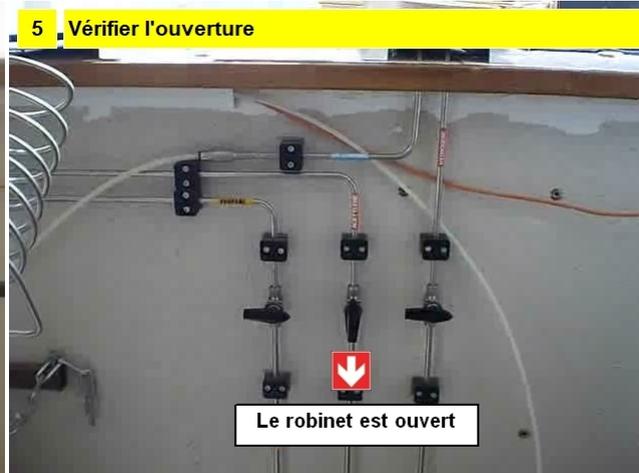
Opérations élémentaires	Sécurité	AutoContrôle	Instruction	Gestuel
1- Mise en route de la ventilation				
2- Allumage de la ventilation				○
3- Vérification de l'allumage		Vérifier que la ventilation de votre poste est allumée		
4- Ouvrir l'arrivée de l'acétylène				○
5- Vérifier l'ouverture		Vérifier que le robinet est entièrement ouvert		

Procédure ?

Mise en marche de la ventilation et ouverture de l'arrivée d'acétylène

Protection ?

Sans objet



Partie 2 : Préparation du Spectrophotomètre

Opérations élémentaires	Sécurité	AutoContrôle	Instruction	Gestuel
1- Ouverture Air Comprimé / Acétylène		Vérifier que les pressions sont correctes (Pastilles)	Ouvrir les arrivées Air comprimé et Acétylène	
2- Allumer la machine		Vérifier que l'écran affiche <<Perkin Elmer Model 3110>>		○
3- Vérifier que le courant de la lampe est à 0		Vérifier que le courant de la lampe [lamp curr] est à 0	Touche "Param Entry"	
4- Insérer la lampe				○
5- Connecter la broche de la lampe			Ne pas forcer lors de l'insertion	○



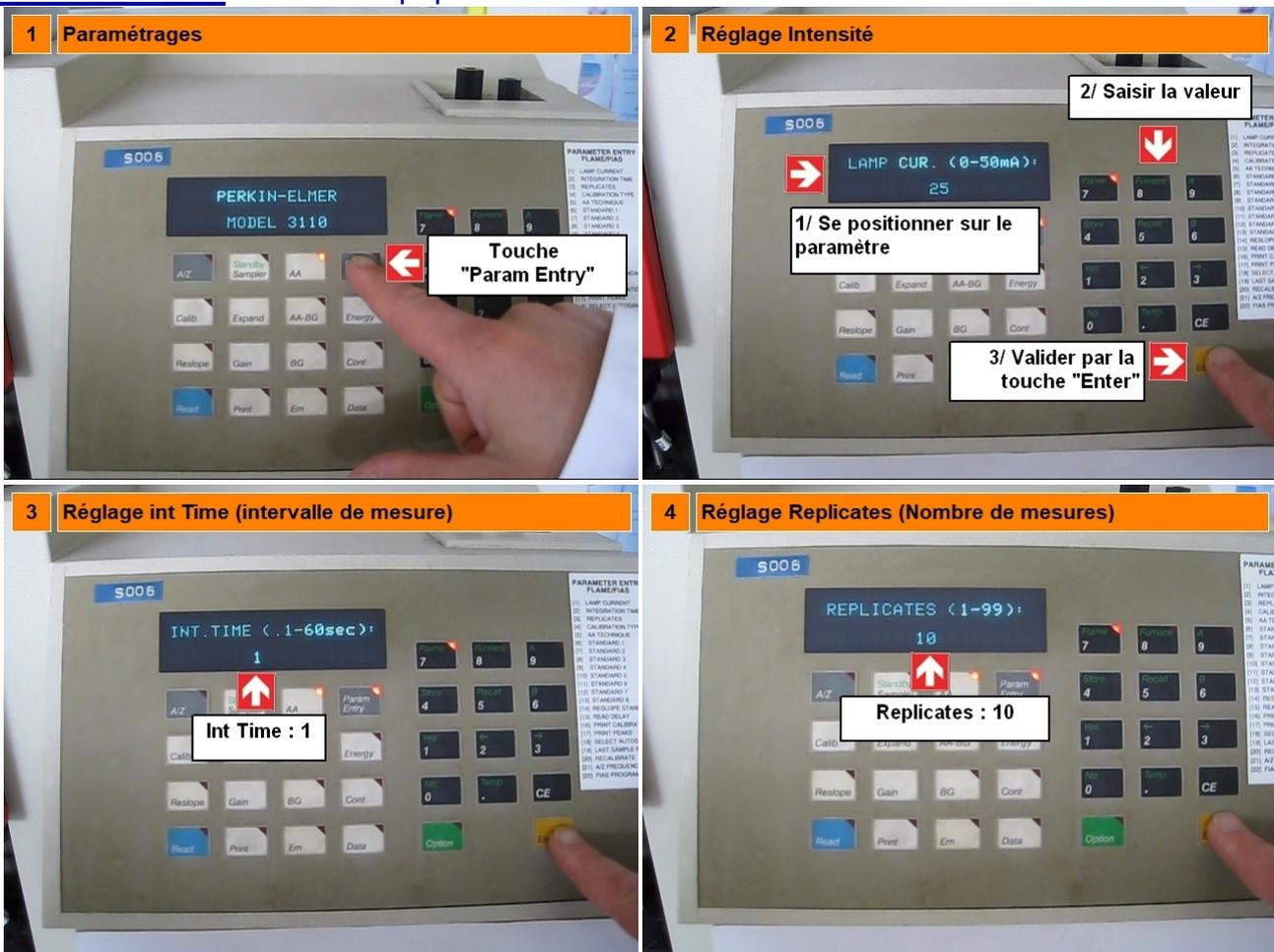


Partie 3 : Réglage de l'intensité du faisceau et configuration des mesures

Opérations élémentaires	Sécurité	AutoContrôle	Instruction	Gestuel
1- Paramétrages			Utiliser la touche "Param Entry" pour naviguer dans les paramètres	
2- Réglage Intensité			Régler à 25 mA pour le Chrome et 22 mA pour le Nickel	
3- Réglage int Time (intervalle de mesure)			Int time à 1	
4- Réglage Replicates (Nombre de mesures)			Demander 10 mesures	
5- Vérifier la présence du faisceau		Vérifier la présence du faisceau	Utiliser une feuille de papier	

Procédure : Paramétrage de la machine et vérification du faisceau

Matériel utilisé : Feuille de papier





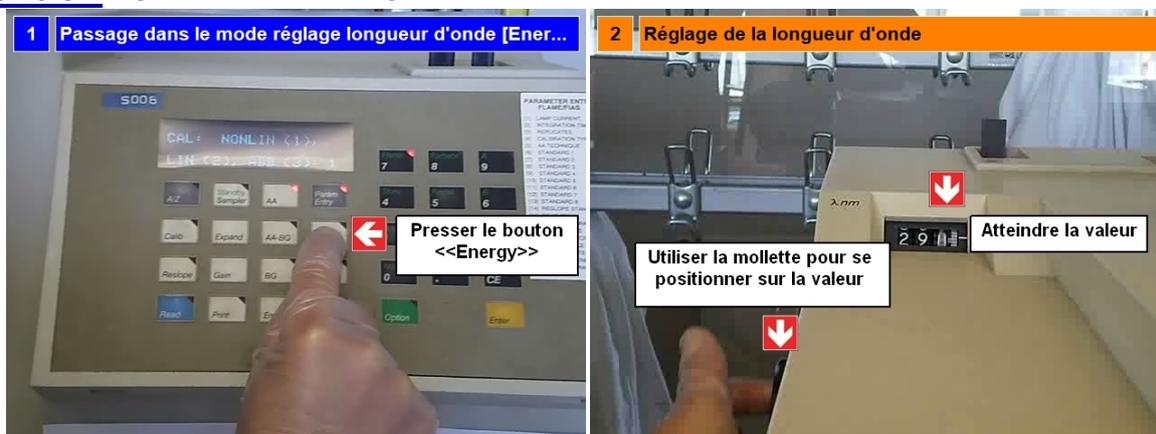
Partie 4 : Réglage de la longueur d'onde et recherche du CTS Max

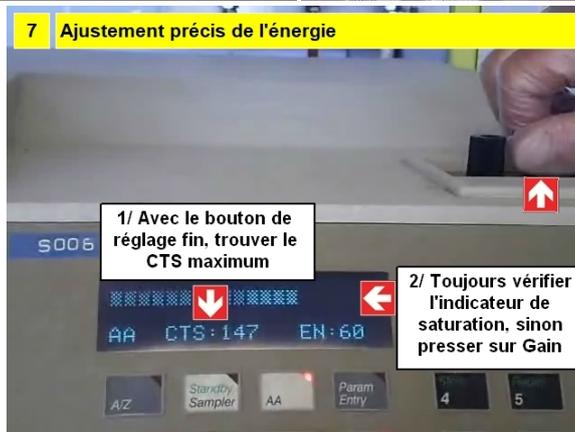
Opérations élémentaires	Sécurité	AutoContrôle	Instruction	Gestuel
1- Passage dans le mode réglage longueur d'onde [Energy]				○
2- Réglage de la longueur d'onde			Utiliser la mollette latérale de réglage	
3- Vérifier valeur initiale		Vérifier que la valeur souhaitée a été atteinte (360.5 pour le chrome; 352 pour le nickel)		
4- Ajustement du Gain	A Chaque fois que l'écran est saturé de XXXX, presser la touche Gain			
5- Comment ajuster l'énergie				○
6- Ajustement global de l'énergie			Régler grossièrement le CTS	
7- Ajustement précis de l'énergie		Trouver la valeur maximale de CTS / Sans saturer		

Procédure : Réglage de la longueur d'onde et recherche du CTS max.

Utilisation : Utiliser la mollette latérale et les 2 boutons de réglage

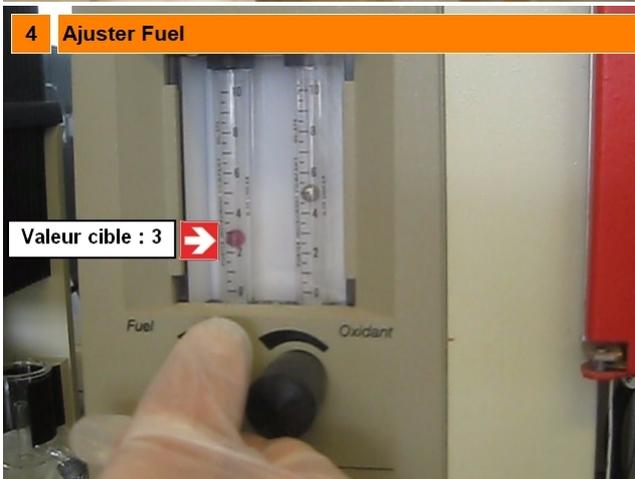
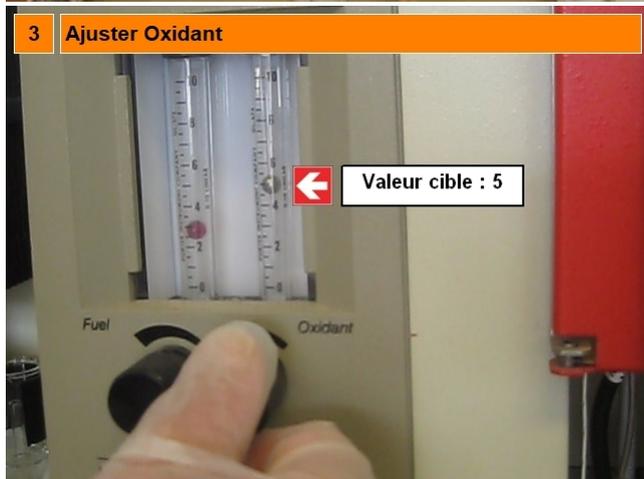
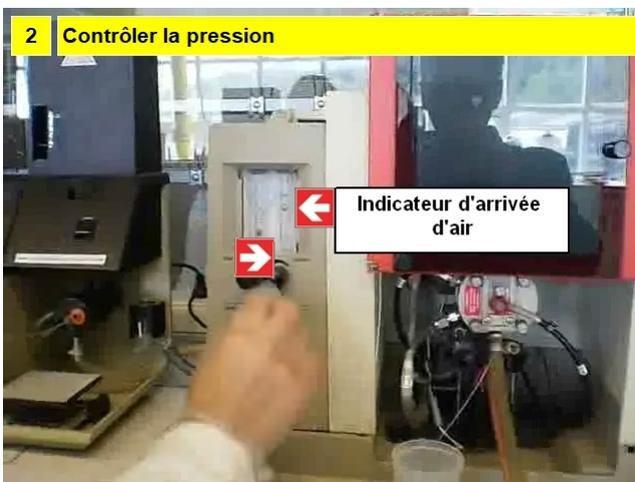
!! Attention : Utiliser la bouton Gain en cas de saturation





Partie 5 : Allumage de la flamme

Opérations élémentaires	Sécurité	AutoContrôle	Instruction	Gestuel
1- Activation de l'arrivée AIR			Passer bouton de "OFF" à "AIR"	
2- Contrôler la pression		Vérifier l'indicateur d'arrivée d'air		
3- Ajuster Oxidant			Ajuster Oxidant pour atteindre 5	
4- Ajuster Fuel			Ajuster Fuel à 3	
5- Allumage de la flamme			Presser le bouton Ignite quelques secondes	
6- Vérifier l'état de la flamme	En cas d'erreur le voyant rouge s'allume En cas d'erreur Passer sur OFF et reprendre la procédure			O

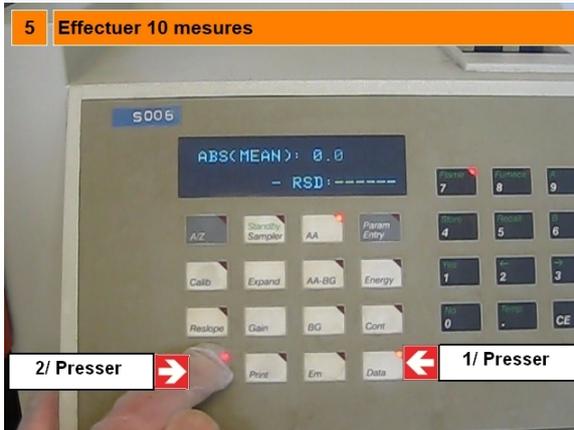




Partie 6 : Mise à 0 et Mesures

Opérations élémentaires	Sécurité	AutoContrôle	Instruction	Gestuel
1- Installer Bécher eau distillée			Mettre le tube de la machine dans l'eau	
2- Mise à 0 de l'absorbance			Effectuer un RAZ ("Continuous" puis "A/Z")	
3- Contrôler mise à 0		Vérifier que l'absorbance est à 0, sinon refaire Mise à 0		
4- Mettre le capillaire dans la fiole			Insérer le capillaire dans la préparation à mesurer	
5- Effectuer 10 mesures			Presser "Data" puis "Read"	
6- Mesures en cours				○
7- Relever la valeur d'absorption			Relever moyenne / Ecart type (ABS(Mean) / SD)	
8- Repasser dans l'eau				○
9- Couper alimentation Air / Acétylène			Passer bouton sur "OFF"	





Partie 7 : Arrêt de la manipulation

Opérations élémentaires	Sécurité	AutoContrôle	Instruction	Gestuel
1- Arrêter la machine			Eteindre la machine	
2- Couper localement : Air / Acétylène			Fermer Vannes Air comprimé / Acétylène local à la machine	
3- Couper arrivée globale Acétylène		Vérifier que le poste Photométrie de flamme n'est plus utilisé	Couper arrivée globale Acétylène	
4- Couper Ventilation		Vérifier que le poste Photométrie de flamme n'est plus utilisé	Couper Ventilation du poste	

SECURITE :

En fin d'opération

- Machine sur **OFF** (bouton Off / Air)
- Machine **éteinte**
- Arrivées locales de la machine coupées (**Air comprimé, Acétylène**)

!! Vérifier que le poste Photométrie de flamme n'est plus utilisé, puis

- Couper l'arrivée globale d'**Acétylène de la pièce**
- Eteindre la **Ventilation**

