

	<h1>Laboratoire de Chimie</h1>		
Date	Référence	Version	Pages
25/01/2019	SpectroPhoto-110524	01.00.02	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 :**

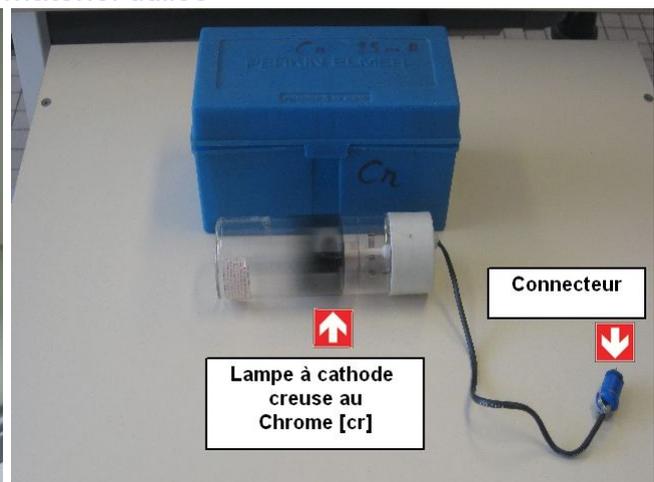
- 1- Préparation : Ventilation / Acétylène
- 2- Préparation du Spectrophotomètre
- 3- Réglage de l'intensité du faisceau et configuration des mesures
- 4- Réglage de la longueur d'onde et recherche du CTS Max
- 5- Allumage de la flamme
- 6- Mise à 0 et Mesures
- 7- Arrêt de la manipulation

n

Illustration du poste de travail



Illustration du matériel utilisé



**Opération 1 : Préparation : Ventilation / Acétylène**

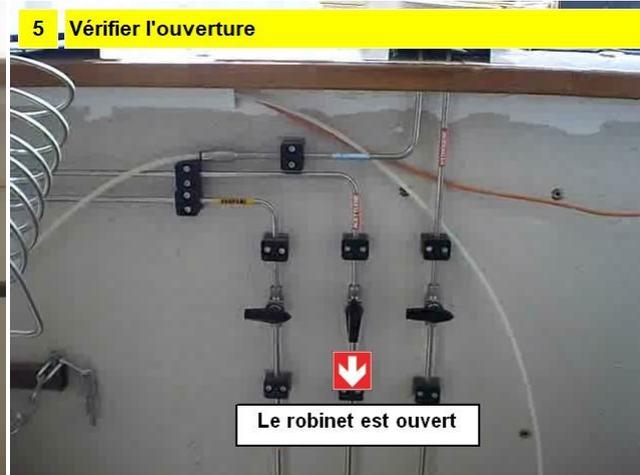
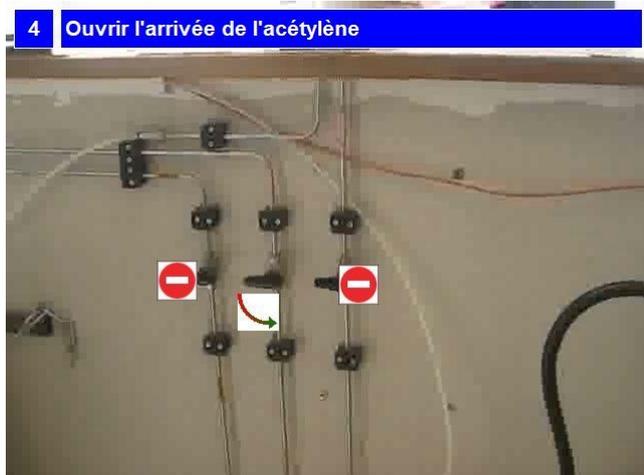
Opérations élémentaires	Sécurité	Ergonomie	AutoContrôle	Gestuel
1- Mise en route de la ventilation				
2- Allumage de la ventilation				○
3- Vérification de l'allumage			Vérifier que la ventilation de votre poste est allumée	
4- Ouvrir l'arrivée de l'acétylène				○
5- Vérifier l'ouverture			Vérifier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

**Procédure ?**

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

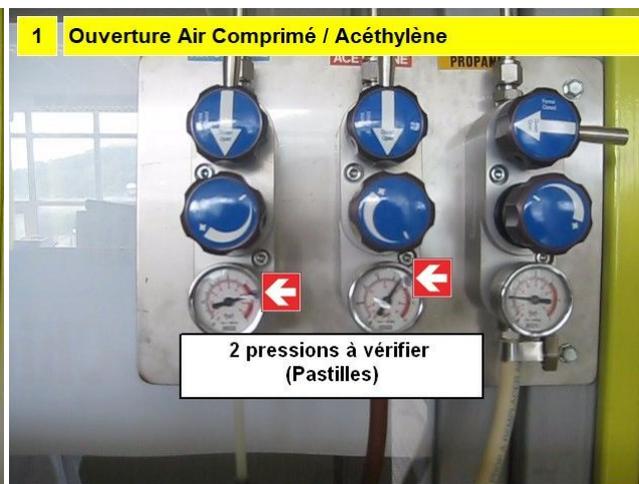
**Protection ?**

Sans objet



**Opération 2 : Préparation du Spectrophotomètre**

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





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

Opérations élémentaires	Sécurité	Ergonomie	AutoContrôle	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		Utiliser une feuille de papier	Vérifier la présence du faisceau	

**Procédure** : Paramétrage de la machine et vérification du faisceau

**Matériel utilisé** : Feuille de papier





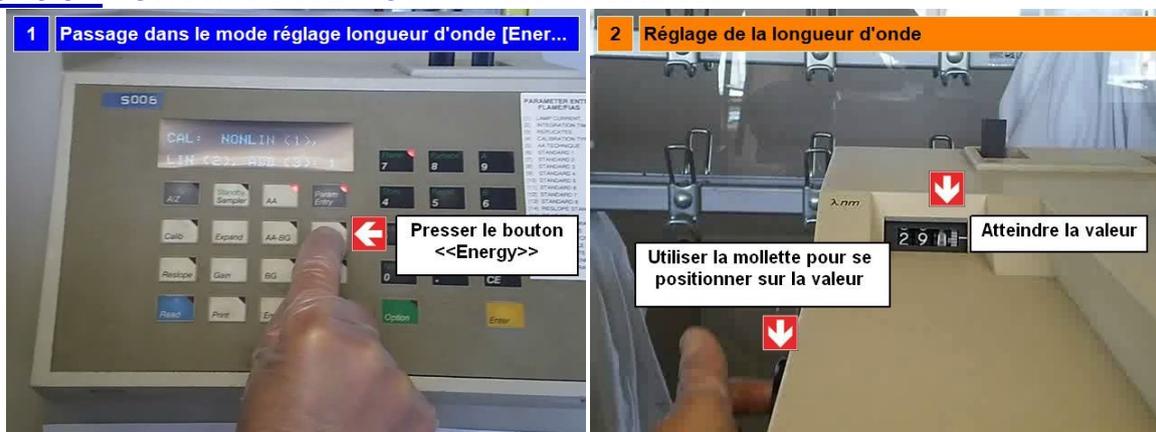
**Opération 4 : Réglage de la longueur d'onde et recherche du CTS Max**

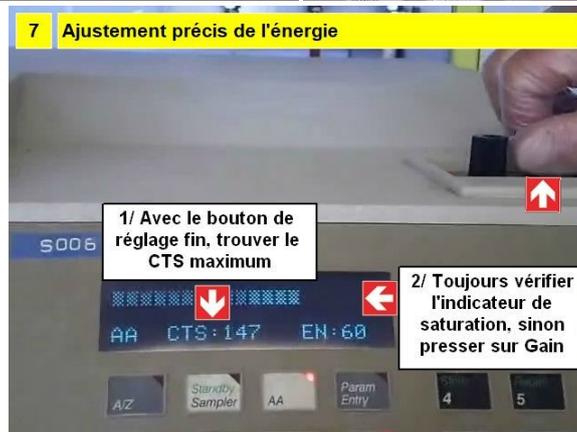
Opérations élémentaires	Sécurité	Ergonomie	AutoContrôle	Gestuel
1- Passage dans le mode réglage longueur d'onde [Energy]				○
2- Réglage de la longueur d'onde		Utiliser la mollette latérale de réglage		
3- Vérifier valeur initiale			Vérifier que la valeur souhaitée a été atteinte (360.5 pour le chrome; 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

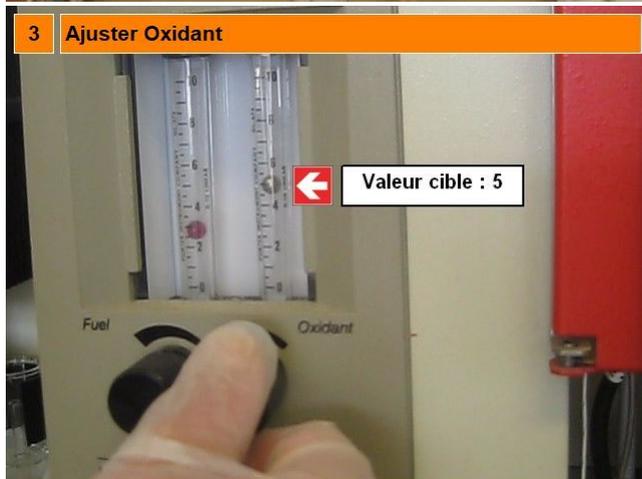
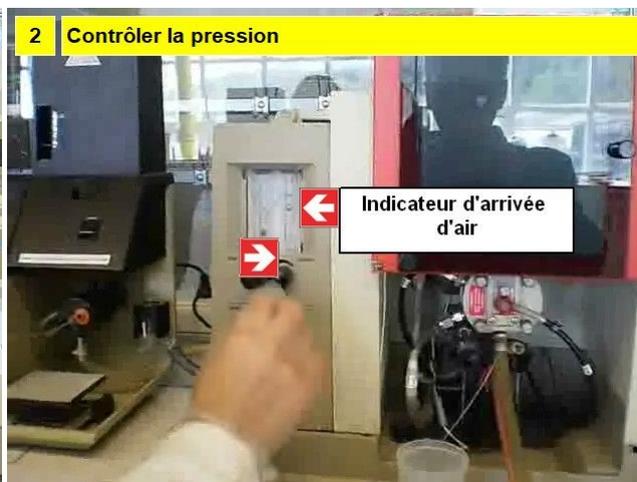
**!! Attention** : Utiliser la bouton Gain en cas de saturation





**Opération 5 : Allumage de la flamme**

Opérations élémentaires	Sécurité	Ergonomie	AutoContrôle	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

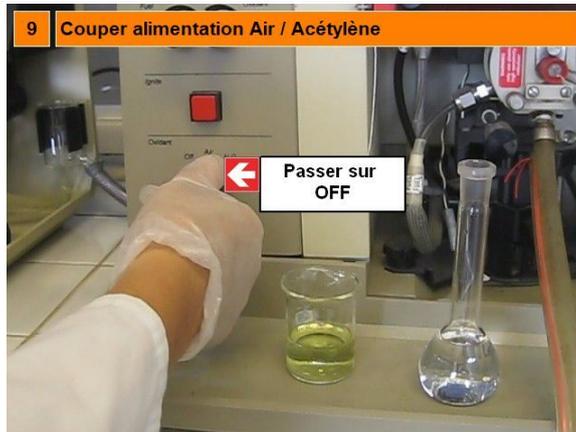
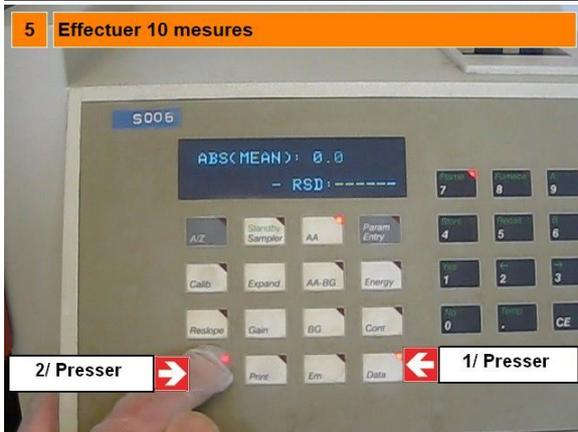




**Opération 6 : Mise à 0 et Mesures**

Opérations élémentaires	Sécurité	Ergonomie	AutoContrôle	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"		





**Opération 7 : Arrêt de la manipulation**

Opérations élémentaires	Sécurité	Ergonomie	AutoContrôle	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		Couper arrivée globale Acétylène	Vérifier que le poste Photométrie de flamme n'est plus utilisé	
4- Couper Ventilation		Couper Ventilation du poste	Vérifier que le poste Photométrie de flamme n'est plus utilisé	

**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**



