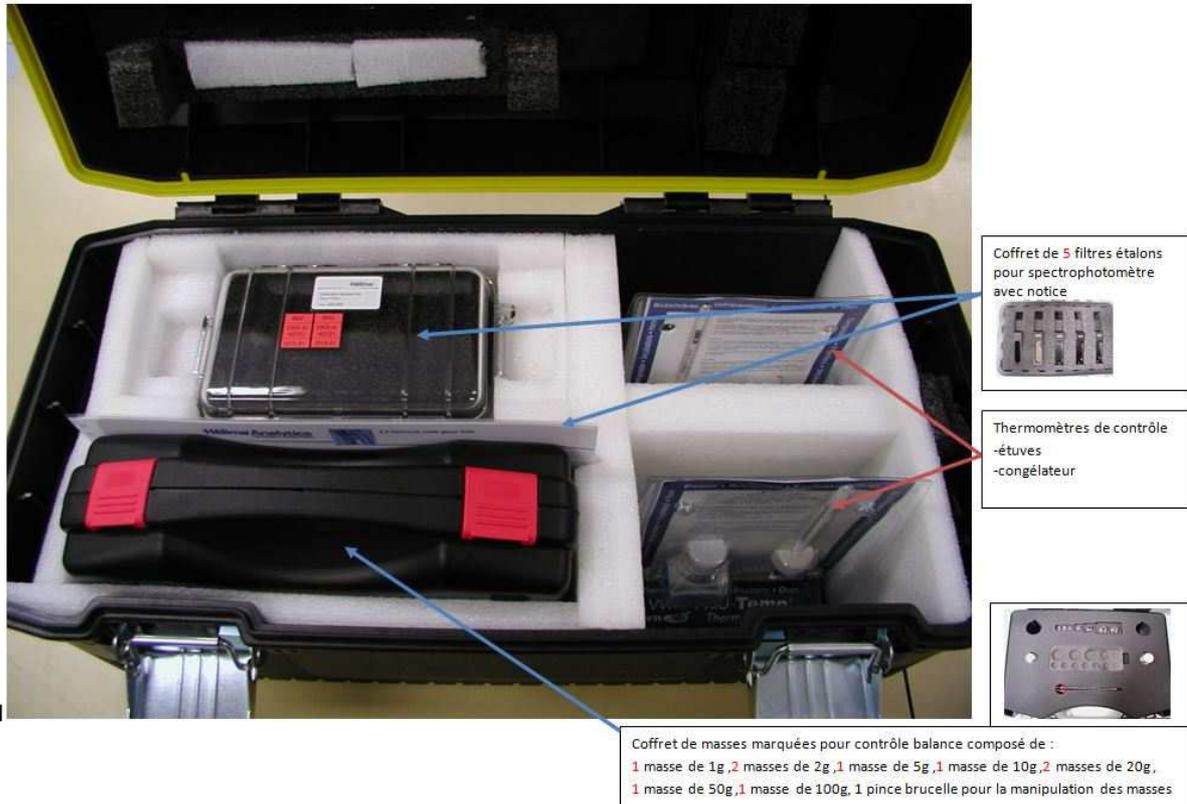


# Mallette Métrologie

## Contrôle des spectrophotomètres

### 1 MATERIEL

#### CONTENU DE LA MALLETTE « MÉTROLOGIE »



### 2 PRINCIPE

Le présent mode opératoire vise à décrire les différentes étapes à suivre afin de :

- Vérifier l'exactitude de la longueur d'onde de 250 à 650 nm sous condition de répétabilité : l'exactitude de la longueur d'onde correspond à la différence entre la longueur d'onde réelle et celle affichée par le spectrophotomètre. Le filtre utilisé (filtre F1) est un filtre d'oxyde d'Holmium qui a la particularité de présenter des pics étroits à plusieurs longueurs d'ondes caractéristiques,
- Vérifier l'exactitude photométrique sous condition de répétabilité : l'exactitude photométrique correspond à la différence entre la valeur d'absorbance théorique d'un échantillon et celle lue par le spectrophotomètre. Cela permet de s'assurer que l'absorbance affichée correspond à l'absorbance mesurée. Elle est déterminée en utilisant des filtres étalons solides affichant une absorbance spécifique à une longueur d'onde donnée (filtres F2, F3 et F4).

Les filtres utilisés sont des filtres solides Hellma.

# Mallette Métrologie

## Contrôle des spectrophotomètres

### 3 DOCUMENT DE REFERENCE

- Document « Hellma » fourni dans la mallette

### 4 MATERIELS, ACCESSOIRES ET EQUIPEMENTS

- Spectrophotomètres Ultrospec et logiciel Swift (pour exemple)
- Filtres solides Hellma(F0, F1, F2, F3, F4)

### 5 MODE OPERATOIRE

#### 5.1 Opérations préliminaires

- Allumer le spectrophotomètre à vérifier : appuyer sur le bouton marche/arrêt situé à l'arrière de l'appareil, en bas à droite,
- Allumer l'ordinateur relié au spectrophotomètre.

#### 5.2 Vérification de l'exactitude de la longueur d'onde

- Ouvrir le capot du spectrophotomètre et insérer le filtre F0 sur la première porte cuve pour effectuer le zéro, et le filtre F1 en deuxième position pour effectuer la vérification,
- Sur le Bureau, double clic sur l'icône **Spectre** : le logiciel s'ouvre,
- Pour créer une nouvelle vérification, cliquer sur **File**,
- New : la fenêtre Parameters s'ouvre,
- Dans l'onglet **Parameters** :
  - Régler les paramètres **Wavelength**:  
Start : 250 nm  
End : 650 nm.  
Step : 0,5 nm et balayage lent
  - **Reference** : cocher **Before first scan**,
- Dans l'onglet **Details** :
  - **Title** : Mettre le titre de l'analyse effectuée,
  - **Operator** : mettre le nom de l'opérateur effectuant la vérification,
  - **Comment** : ajouter un éventuel commentaire sur l'analyse effectuée.
- Dans l'onglet **Display** : ne rien modifier,

# Mallette Métrologie

## Contrôle des spectrophotomètres

- Dans l'onglet **Run Options** :
  - Régler le paramètre **Post run** : cocher la case **Save**,
  - Régler le paramètre **View**,
  - Pour faire apparaître les graphiques dans des fenêtres individuelles : cocher Individual Graphs,
  - Régler le paramètre **Function** : cocher la case **Peak find** ; cela permet d'afficher directement les pics et leur valeur sur le graphique.
- Cliquer ensuite sur OK. La fenêtre Parameters se ferme, on revient à l'interface de départ,
- Pour lancer la méthode qui vient d'être paramétrée, cliquer sur Run

**Method** : un graphe s'affiche, l'appareil se règle conformément aux paramètres qui ont été saisis.

La fenêtre **Load Cell Changer** apparaît : vérifier que les emplacements spécifiés et l'ordre des cuves correspondent à ce qui est indiqué. Cliquer sur **OK**.

La vérification de l'exactitude de la longueur d'onde commence. Une fois les résultats affichés à l'écran, imprimer les résultats en cliquant sur **File** puis **Print**.

**Effectuer cette vérification 5 fois (au moins) en condition de répétabilité (l'OIML recommande 15 fois).**

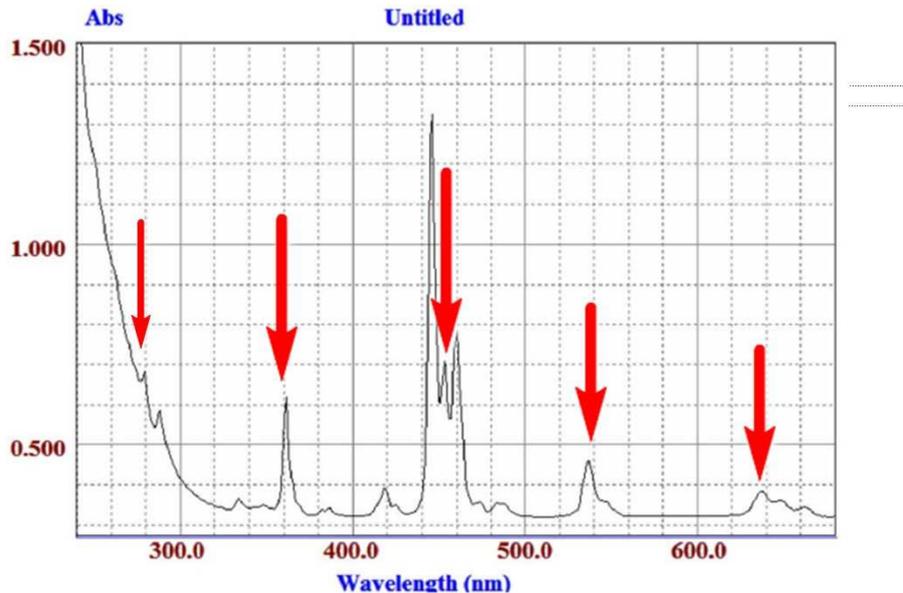
# Mallette Métrologie

## Contrôle des spectrophotomètres

- Interprétation des résultats après calcul de Justesse et de fidélité :  
(voir spécifications de l'appareil : exemple EMT de justesse =  $\pm 1\text{nm}$  et de fidélité =  $\pm 0,5\text{nm}$ )

Standart	Ident. Nr	Longueurs d'ondes				
666-F1	4979	279,40	361,00	453,75	536,60	637,90
		$\pm 0.2$	$\pm 0.2$	$\pm 0.2$	$\pm 0.2$	$\pm 0.2$

**Tableau des valeurs attendues pour les longueurs d'onde (document Hellma)**



**Exemple de spectre obtenu**

Exactitude en longueur d'onde						
A l'aide d'un filtre étalon solide à l'oxyde d'holmium						
filtre étalon secondaire Hellma 666-F1-339 ident. 4979						
pic en nm		279,40	361,00	453,75	536,60	637,90
<b>Nombre spectres réalisés</b>	1	279,4	361,0	453,8	536,9	637,8
	2	279,3	361,1	453,8	536,9	637,8
	3	279,4	361,1	453,8	536,9	637,8
	4	279,3	361,2	453,8	537,0	637,8
	5	279,6	361,2	453,8	536,9	637,9
<b>moyenne</b>		279,4	361,1	453,8	536,9	637,8
<b>écart type</b>		0,122	0,084	0,000	0,045	0,045
<b>justesse</b>		oui	oui	oui	oui	oui
<b>fidélité</b>		oui	oui	oui	oui	oui

**Exemple d'exploitation**

# Mallette Métrologie

## Contrôle des spectrophotomètres

### 5.3 Vérification de l'exactitude photométrique

L'utilisation de l'ordinateur n'est pas nécessaire pour réaliser cette vérification.

- Placer les filtres solides Hellma dans le portoir de cuves :
  - Le portoir de cuve bleu doit contenir le filtre solide HELLMA F0 pour permettre de faire la référence,
  - Les portoirs suivants contiennent les filtres F2, F3 et F4, positionnés dans cet ordre.
- Réglages du spectrophotomètre :
  - Sur l'interface du spectrophotomètre, sélectionner **1 Applications basiques**,
  - Régler le numéro de l'échantillon sur 1, appuyer **OK**,
  - Régler la longueur d'onde sur **440 nm**.

L'appareil est prêt à mesurer l'absorbance.

- Lecture des absorbances :
  - Appuyer sur **Run** (bouton vert),
  - La première absorbance correspond au **zéro**, et doit indiquer une absorbance nulle,
  - Appuyer sur **Run** jusqu'à ce que l'absorbance des 3 autres cuves (F2, F3 et F4) ait été mesurée,

Appuyer ensuite sur le bouton rouge pour faire revenir le portoir de cuve à la position de départ.

Reprendre les instructions du paragraphe « Réglages du spectrophotomètre » pour réaliser l'analyse avec les autres longueurs d'onde : **465nm ; 546nm ; 590nm ; 635nm**

**Effectuer cette vérification 5 fois en condition de répétabilité (75 mesurages).**

# Mallette Métrologie

## Contrôle des spectrophotomètres

- Interprétation des résultats après calcul de Justesse et de fidélité (voir spécifications de l'appareil)

<b>Standart</b>	<b>Ident. Nr</b>	<b>440 nm</b>	<b>465 nm</b>	<b>546 nm</b>	<b>590 nm</b>	<b>635 nm</b>
<b>666-F2</b>	<b>3035</b>	0.2661 ±0.0021	0.2415 ±0.0021	0.2539 ±0.0021	0.2930 ±0.0021	0.2970 ±0.0021
<b>666-F3</b>	<b>3035</b>	0.5360 ±0.0024	0.4879 ±0.0024	0.5016 ±0.0026	0.5592 ±0.0026	0.5502 ±0.0026
<b>666-F4</b>	<b>3035</b>	1.0766 ±0.0057	0.9969 ±0.0026	1.0074 ±0.0026	1.0679 ±0.0057	1.0273 ±0.0026

**Tableau des valeurs attendues pour les absorbances (document HELLMA)**