

Spectromètre d'absorption atomique iCE 3000

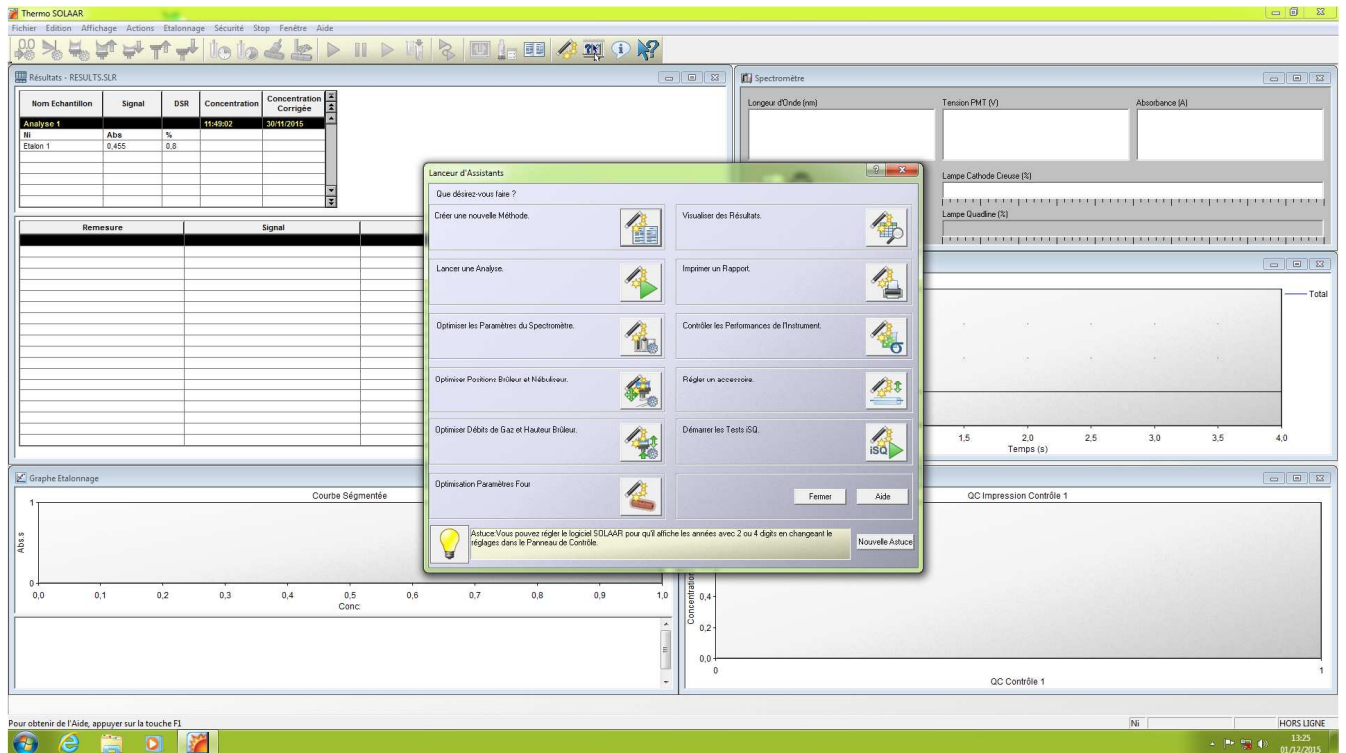


Contenu

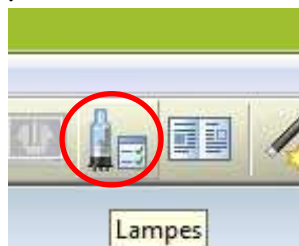
A. Allumage	3
B. Création de la méthode d'analyse	4
1) Etalonnage externe en spectrométrie de flamme	4
2) Ajouts dosés en spectrométrie de flamme	7
C. Allumage de la flamme.....	9
D. Analyse.....	10
E. Edition des résultats	11
F. Arrêt du spectromètre de flamme.....	11

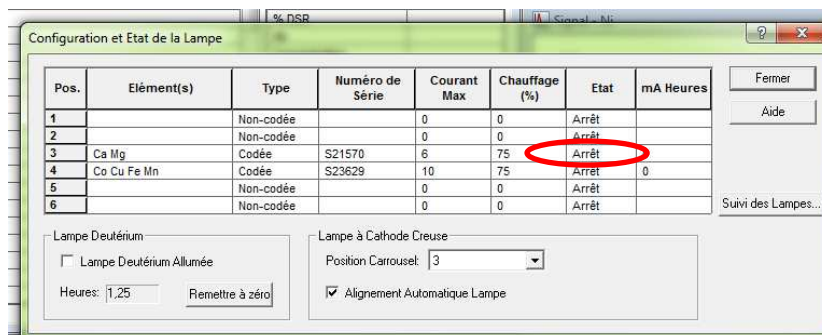
A. Allumage

- Allumer le spectromètre (côté droit de l'appareil)
- Allumer le logiciel SOLAAR
- Entrer le nom de l'opérateur puis OK
- Le logiciel s'ouvre sur la page de lanceur d'assistants :



- Fermer le lanceur d'assistants
- Cliquer sur l'icône « Lampes » :





Un tableau reprend la liste des lampes installées, certaines lampes pouvant être multi-éléments. Vérifier qu'une lampe contenant l'élément désiré est bien présente, sinon demander à un technicien d'en installer une. Une fois la lampe correctement installée et détectée, cliquer sur le mot « Arrêt » dans la colonne « état » à la ligne correspondant à la lampe voulue. « Arrêt » est alors remplacé par « En fonction » : la lampe vient de s'allumer.

Il faut allumer la lampe au moins **15 minutes** avant toute analyse (afin de laisser le signal se stabiliser et éviter toute dérive), mais pas non plus trop à l'avance (une lampe ça s'use...). Cochez également « Lampe deutérium allumée » et « Alignement automatique lampe ».

B. Création de la méthode d'analyse

Deux types de dosage sont classiquement utilisés :

L'étalonnage externe pour les solutions à matrice relativement propre, sans risque d'interférences entre éléments,

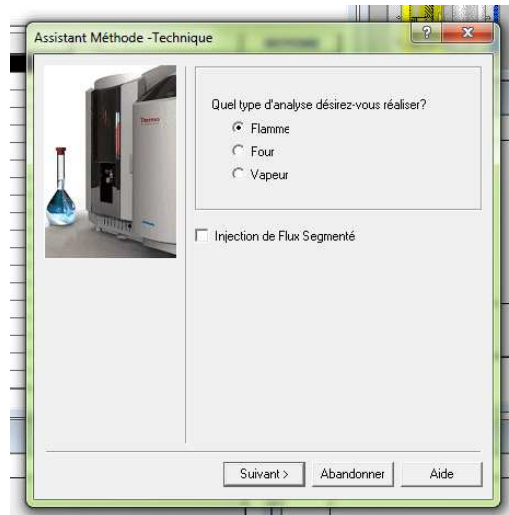
ou la méthode des ajouts dosés dans le cas d'une matrice plus compliquée présentant a priori beaucoup d'éléments pouvant interférer les uns avec les autres (matrices biologiques, déchets industriels...)

1) Etalonnage externe en spectrométrie de flamme

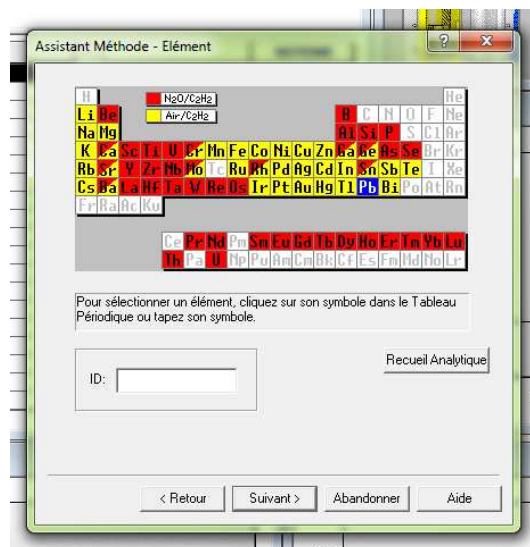
- Cliquer sur l'icône « Assistants » :



- Cliquer sur l'icône « Créer une nouvelle méthode »



- Choisissez « flamme » pour une analyse classique en spectrométrie de flamme ; « injection de flux segmenté » doit être décoché ; cliquer sur « suivant »
- Entrer un nom de méthode (par exemple date + éléments dosés), puis « suivant »
- Entrer le nombre d'échantillons à analyser (attention, pas les étalons !)
- Dans « **Détails échantillons** » vous pouvez renommer chaque échantillon (ça sera toujours plus clair que échantillon 1, échantillon 2...), mais ne changez pas la masse d'échantillon ni le facteur de dilution. Cliquer sur « suivant »
- Ne rien changer sur la page suivante (Passeur : aucun et Dilution flamme : aucune), « suivant »
- Une table des éléments apparaît ; cliquer sur l'élément à analyser, la case doit être bleue ; en cas d'analyse multi-éléments, choisir un premier élément, les autres seront précisés plus tard. Les éléments écrits en rouge ne sont pas analysables en AAS-flamme.



Attention : en cas d'analyse multi-éléments dont certains doivent être analysés en flamme et d'autres en vapeur froide, chaque technique fera l'objet d'une méthode séparée !

- Cliquer sur « **Recueil analytique** »
- Une fenêtre donne des renseignements sur les longueurs d'onde d'absorption disponibles pour l'élément sélectionné. Par défaut le logiciel utilisera la longueur d'onde principale qui donne la meilleure sensibilité. Noter la valeur de cette longueur d'onde (Primary wavelength).
- Cliquer à côté de l'onglet « **Flame** » pour avoir les détails de la flamme à utiliser pour analyser au mieux cet élément. Nous ne disposons dans notre laboratoire que d'une flamme air-acétylène. Si le **Recueil analytique** demande un autre type de flamme pour l'élément voulu, adressez-vous à un professeur ou un technicien pour résoudre ce problème.
- Fermer le Recueil analytique, puis « suivant »
- Choisir « **Absorbance** » comme mode de mesure
- Pour la correction de fond, choisir « **D2 Quadline** » si la longueur d'onde d'absorption est inférieure à 300 nm, sinon choisir « Arrêt »
- Dans « **Paramètres Spectromètre** » vous devez retrouver les paramètres choisis précédemment (mode de mesure, longueur d'onde, bande passante, correction de fond...), vous ne devez rien changer. « Nombre de mesures » doit être de 3, « Remesures rapides » doit être coché et « Temps de mesure » doit être à 4 secondes. Cliquer sur « OK »
- Dans « **Paramètres Flamme** » vous devez retrouver la flamme air-acétylène. Régler le débit à 1,1 L/min, laisser « Optimiser débit combustible » et « Oxydant auxiliaire » décochés, « Durée stabilisation brûleur » à 0, « Temps d'aspiration nébuliseur » à 4 secondes. Entrer la hauteur du brûleur si vous la connaissez, sinon cocher « Optimiser hauteur brûleur » (dans ce cas prévoir environ 50 mL d'une solution étalon de l'élément dosé, en plus des étalons à utiliser pour l'étalonnage ; la concentration de cette solution n'est pas importante, l'appareil va simplement chercher à obtenir la plus grande absorbance avec une solution donnée). Si vous ne connaissez pas la hauteur optimale mais que vous n'avez pas le temps de la rechercher, choisissez une hauteur de 7 cm (valeur moyenne)
- Cliquer sur « OK », puis « suivant »
- Choisir la méthode d'**étalonnage** « Normal : Ajustement Linéaire Moindres Carrés » ; entrer l'unité de concentration des étalons, le nombre d'étalons et leurs concentrations exactes.

Attention : le blanc ne doit pas être compté dans le nombre d'étalons (de toute façon le logiciel n'accepte pas une concentration égale à 0), mais il sera automatiquement pris en compte dans l'étalonnage.

Attention bis : le logiciel réclame une virgule pour les nombres décimaux, pas un point !

- Dans « **Paramètres Etalonnage** » vérifier que le calcul acceptable soit à 0,995 (valeur de R^2 minimale pour que le logiciel valide la droite d'étalonnage)
- Cliquer sur « Ok » puis « suivant »
- Reprendre les points précédents pour chaque élément supplémentaire que vous souhaitez analyser, sinon choisir « Non » puis « suivant »

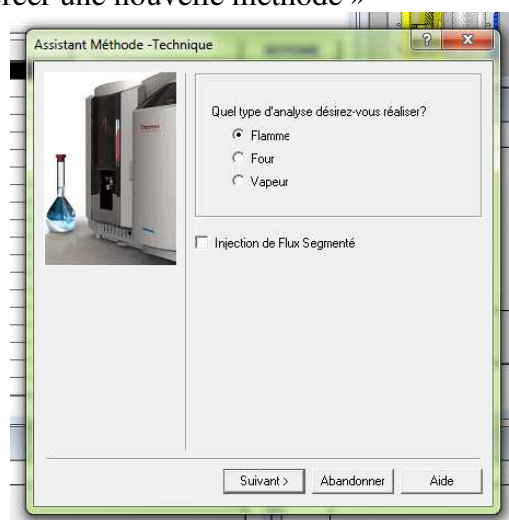
- Cliquer sur « **Sauvegarder** » pour enregistrer la méthode, puis « Terminer », ce qui rouvre la page de lanceur d'assistants.

2) Ajouts dosés en spectrométrie de flamme

- Cliquer sur l'icône « Assistants » :



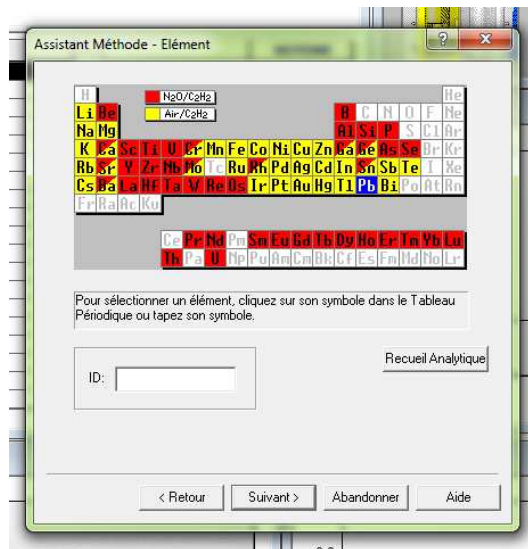
- Cliquer sur l'icône « Créer une nouvelle méthode »



- Choisissez « flamme » pour une analyse classique en spectrométrie de flamme ; « injection de flux segmenté » doit être décoché ; cliquer sur « suivant »
- Entrer un nom de méthode (par exemple date + éléments dosés), puis « suivant »
- Dans « Nombre d'échantillons » entrer 1

Attention : Avec une méthode d'ajouts dosés, il n'y a pas à proprement parler d'échantillons, mais une gamme de solutions contenant un volume constant d'échantillon et des volumes croissants d'une solution d'ajout. Toutefois un défaut du logiciel fait qu'il refuserait (à une étape ultérieure) qu'on entre 0 échantillon, donc il faut entrer 1 même si c'est inutile.

- Ne rien changer sur la page suivante (Passeur : aucun et Dilution flamme : aucune), « suivant »
- Une table des éléments apparaît ; cliquer sur l'élément à analyser, la case doit être noire ; en cas d'analyse multi-éléments, choisir un premier élément, les autres seront précisés plus tard. Les éléments écrits en rouge ne sont pas analysables en AAS-flamme.



Attention : en cas d'analyse multi-éléments dont certains doivent être analysés en flamme et d'autres en vapeur froide, chaque technique fera l'objet d'une méthode séparée !

- Cliquer sur « **Cook Book** »
- L'onglet « **Spectrometer** » donne des renseignements sur les longueurs d'onde d'absorption disponibles pour l'élément sélectionné. Par défaut le logiciel utilisera la longueur d'onde principale qui donne la meilleure sensibilité. Noter la valeur de cette longueur d'onde (Primary wavelength).
- L'onglet « **Flame** » donne des renseignements sur le type de flamme à utiliser pour analyser au mieux cet élément. Nous ne disposons dans notre laboratoire que d'une flamme air-acétylène. Si le Cook Book demande un autre type de flamme pour l'élément voulu, adressez-vous à un professeur ou un technicien pour résoudre ce problème.
- Fermer le Cook Book, puis « suivant »

- Choisir « **Absorbance** » comme mode de mesure
- Pour la correction de fond, choisir « **D2 Quadline** » si la longueur d'onde d'absorption est inférieure à 300 nm, sinon choisir « Arrêt »
- Dans « **Paramètres Spectromètre** » vous devez retrouver les paramètres choisis précédemment (mode de mesure, longueur d'onde, bande passante, correction de fond...), vous ne devez rien changer. « Nombre de mesures » doit être de 3, « Remesures rapides » doit être coché et « Temps de mesure » doit être à 4 secondes. Cliquer sur « OK »
- Dans « **Paramètres Flamme** » vous devez retrouver la flamme air-acétylène. Régler le débit à 1,1 L/min, laisser « Optimiser débit combustible » et « Oxydant auxiliaire » décoché, « Durée stabilisation brûleur » à 0, « Temps d'aspiration nébuliseur » à 4 secondes. Entrer la hauteur du brûleur si vous la connaissez, sinon cocher « Optimiser hauteur brûleur » (dans ce cas prévoir environ 50 mL d'une solution étalon de l'élément dosé, en plus des étalons à utiliser pour l'étalonnage ; la concentration de cette solution n'est pas importante, l'appareil va simplement chercher à obtenir la plus grande absorbance avec une solution donnée). Si vous ne connaissez pas la hauteur optimale mais que vous n'avez pas le temps de la rechercher, choisissez une hauteur de 7 cm (valeur moyenne)

- Cliquer sur « OK », puis « suivant »
- Choisir la méthode d'étalonnage « **Ajouts dosés** : Ajustement Linéaire Moindres Carrés » (dernière méthode disponible dans la liste) ; entrer l'unité de concentration des solutions
- Le nombre d'étalons est égal au nombre de solutions de la série d'ajouts dosés moins une (en effet la première solution, dans laquelle rien n'a été ajouté, est considérée comme un blanc et n'est pas comptée dans ce nombre d'étalons, mais elle sera automatiquement prise en compte)
- Dans le tableau des concentrations, entrer les concentrations ajoutées, sans tenir compte de la présence d'échantillon.

Attention : le logiciel réclame une virgule pour les nombres décimaux, pas un point !

- Dans « **Paramètres Etalonnage** » vérifier que le calcul acceptable soit à 0,995 (valeur de R^2 minimale pour que le logiciel valide la droite d'ajouts dosés)
- Cliquer sur « suivant »
- Reprendre les points précédents pour chaque élément supplémentaire que vous souhaitez analyser, sinon choisir « Non » puis « suivant »
- Cliquer sur « **Sauvegarder** » pour enregistrer la méthode, puis « Terminer », ce qui rouvre la page de lanceur d'assistants.

C. Allumage de la flamme

- Mettre la hotte en marche
- Ouvrir la vanne d'air comprimé de la salle
- Ouvrir la vanne primaire d'acétylène (sur le mur à côté du spectromètre)
- Ouvrir la vanne d'acétylène secondaire et le robinet d'air de 3 tours
- appuyer sur le bouton clignotant en façade jusqu'à l'allumage de la flamme
- Cliquer alors sur l'icône « réglage de la flamme » pour optimiser la proportion d'acétylène et d'air



- Mettre le capillaire dans un bécher contenant de l'eau ultra pure

D. Analyse

- Cliquer sur Fichier / Nouveaux résultats,
- Enregistrer ce fichier dans le répertoire approprié « TP » ou « PRESTATION » donner un nom à votre fichier
- Ouvrir le lanceur d'assistants :



- Cliquer sur l'icône « Lancer une analyse »
- Si la méthode souhaitée est bien celle affichée, faire directement « suivant », sinon choisir « Charger méthode » pour aller la chercher (les dernières méthodes créées sont tout en bas de la liste)
- Vérifier que la lampe avec l'élément souhaitée est bien allumée
- Cliquer sur réglage optique et suivre les instructions
- Cliquer sur auto zéro et attendre les réglages
- Faire « suivant » autant de fois que nécessaire sans tenir compte des fenêtres qui s'ouvrent, jusqu'à « démarrer »
- Il n'y a plus qu'à suivre les instructions ! Chaque fois que le logiciel demande une solution, faire aspirer la fiole correspondante puis cliquer immédiatement sur OK.

Quelques remarques tout de même :

- en étalonnage externe, lorsque le logiciel demande un blanc, faire aspirer de l'eau ; pour les autres solutions pas de problème ; à la fin de l'analyse on peut lire l'équation de la droite d'étalonnage et la concentration de chaque échantillon calculée automatiquement.
- en ajouts dosés,
 - lorsque le logiciel demande un blanc, mettre le blanc
 - lorsque le logiciel demande l'échantillon, faire aspirer la fiole n°1,
 - lorsqu'il demande l'ajout dosé 1, faire aspirer la fiole n°2,
 - lorsqu'il demande l'ajout dosé 2 faire aspirer la fiole n°3 et ainsi de suite.
- Une fois l'analyse terminée, choisir « Arrêter » ce qui ouvre la fenêtre de lanceur d'assistants.
- Fermer cette fenêtre.

E. Edition des résultats

- Pour imprimer les résultats, faire Fichier / Imprimer / Résultats.
Remarque : chaque fichier « résultats » peut contenir 1Go de données max.
- Pour ouvrir un ancien fichier de résultats, cliquer sur Fichier / Ouvrir résultats.

F. Arrêt du spectromètre de flamme

Lorsque les analyses sont terminées,

- Eteindre la lampe pour cela, cliquer sur l'icône « lampes » et cliquer sur « en fonction »
- pomper de l'eau pour rincer la chambre de nébulisation
- Aspirer de l'air quelques minutes
- puis éteindre la flamme en appuyant sur le bouton rouge

Attention : la flamme s'intensifie

- Fermer la vanne principale d'air et d'acétylène (paillasse et mur)
- Appuyer sur le bouton rouge 20 secondes environ jusqu'au « clic » pour ouvrir les électrovannes et libérer les gaz présents dans les tuyaux.
- Fermer ensuite les vannes secondaires d'air et d'acétylène
- puis éteindre la hotte
- fermer le logiciel et éteindre le spectromètre (interrupteur sur le coté droit)