



Guide d'utilisation

Spectrophotomètre d'absorption atomique

Attention: Ce document est réalisé dans le cadre d'une utilisation spécifique de l'appareil : des TP effectués par des étudiants d'IUT Mph. Ce guide d'utilisation n'est donc pas complet, il a été réalisé d'après le fascicule mis à la disposition des élèves: Spectroscopie d'absorption atomique de H.R. Zelsmann

Sommaire

I – Présentation de l'appareil

II– Principe de fonctionnement

- ▶ A) les sources de lumière
- ▶ B) le nébuliseur et le brûleur
- ▶ C) le monochromateur et le détecteur
- ▶ D) traitements et récupérations des données
- ▶ E) Alimentation et déchets

III – Utilisation de l'appareil

- ▶ A) Allumage
- ▶ B) Conditions d'utilisations
- ▶ C) Recommandation d'utilisation
- ▶ D) Mode opératoire pour l'analyse d'un échantillon



I.A, Présentation de l'appareil

Hotte aspirant
les particules de
gaz qui ont été
brûlées

Bouton d'arrêt
d'urgence

Cache protégeant
l'utilisateur des
rayons UV émis par
la flamme

Brûleur

Porte échantillon



Interface
tactile de
contrôle de
l'appareil

Ordinateur
permettant le
traitement des
données

Cache protégeant
les lampes et les
voies périphériques

I.B, Présentation des voies périphériques

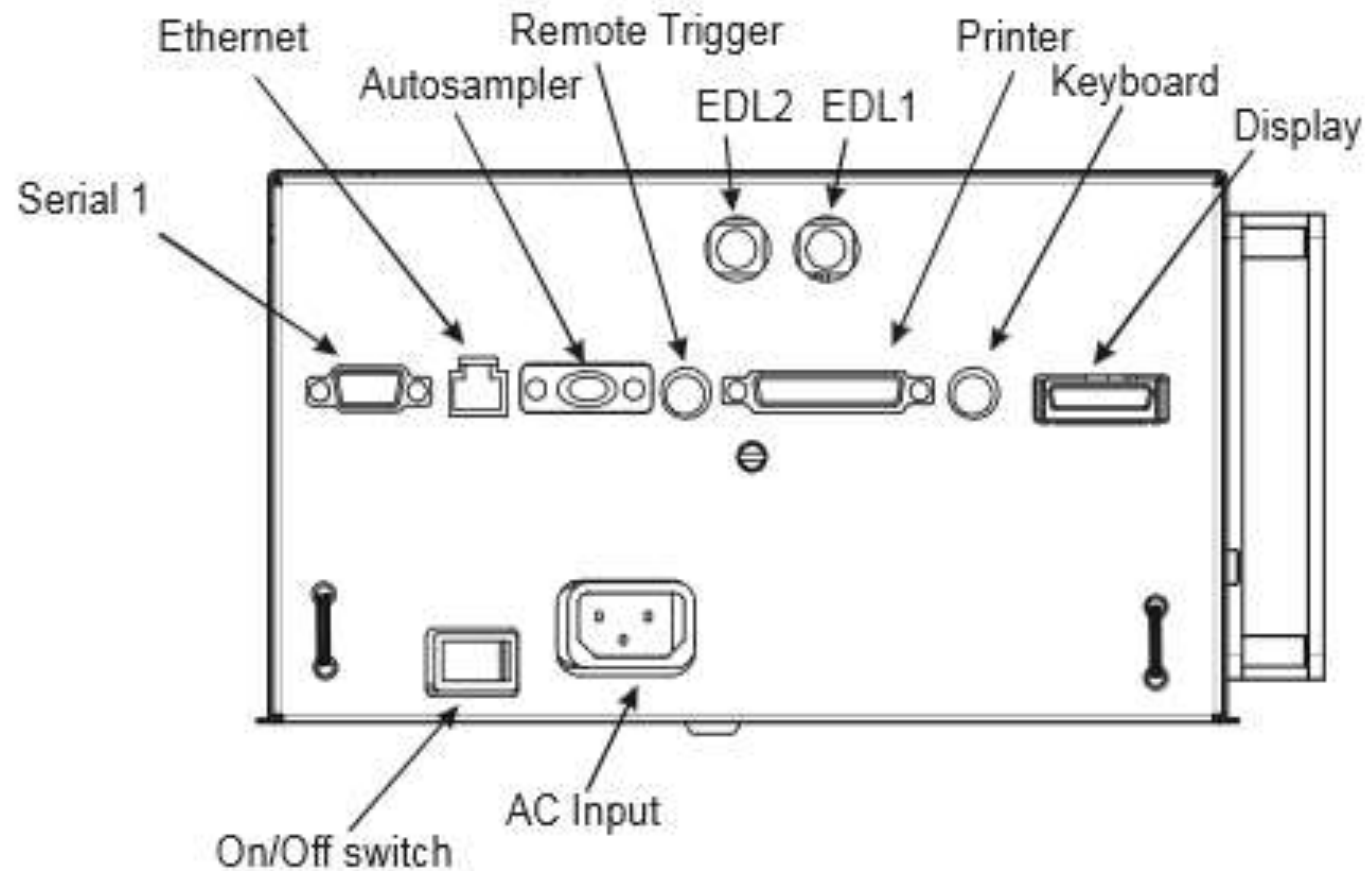


Figure n°1: schéma des voies périphériques de l'appareil

II– Principe de fonctionnement

Le spectrophotomètre est composé de plusieurs éléments qui ne sont pas nécessairement visibles de l'extérieur . On peut les différencier en trois catégories : la source de lumière, le support de l'échantillon et la chaîne de mesure. (voir figure n° 1)

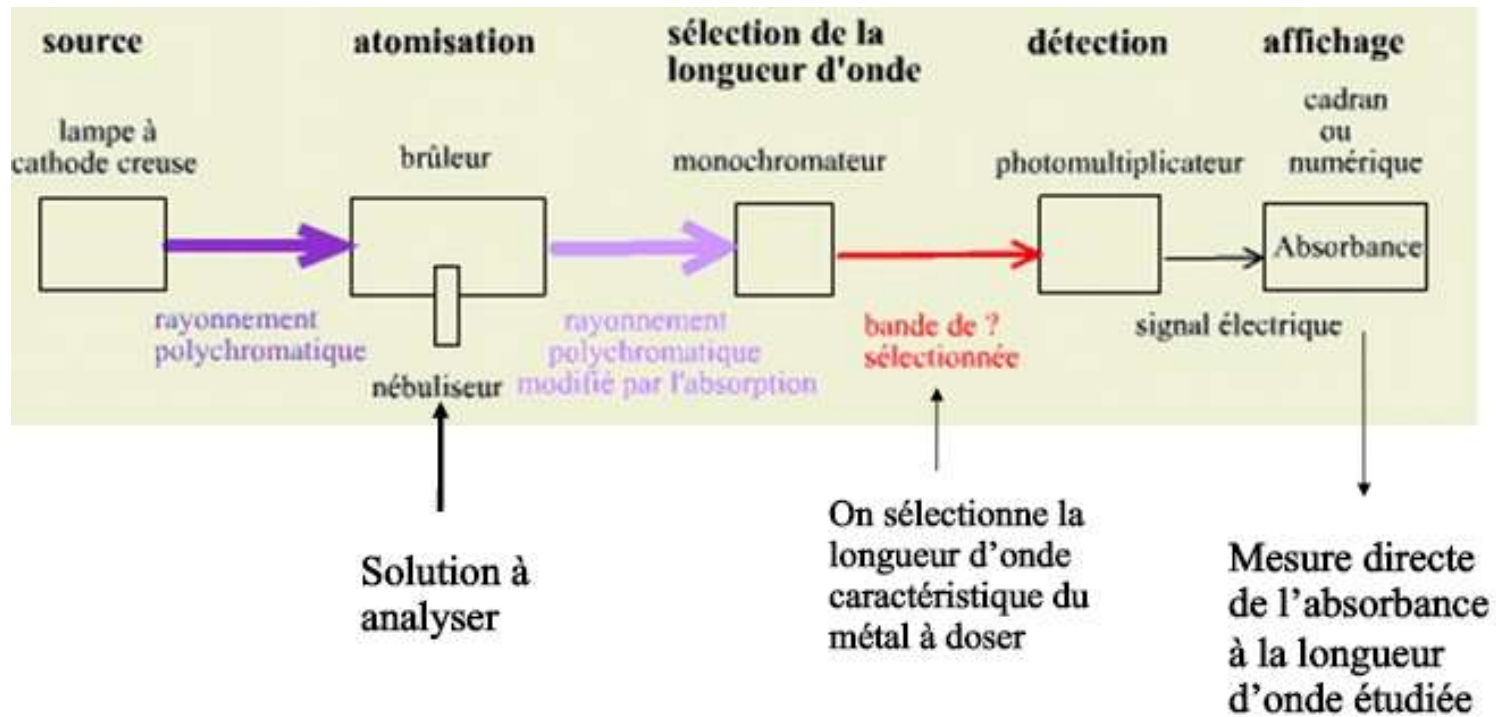


Figure n°2 : schéma de principe du spectrophotomètre AA

A- Les lampes

En absorption on utilise principalement des lampes à cathodes creuses qui contiennent l'élément caractéristique. Les lampes à décharges ne sont utilisées que pour des cas spécifiques. On peut voir sur la figure ci-contre que nous n'utilisons que des lampes à cathode pour nos travaux pratiques (voir branchement 1 et 3)



Figure n° 3: branchement des lampes se trouvant sur la face avant de l'appareil



Figure n° 4 : exemple de lampes à cathode utilisée par le fabricant du spectrophotomètre d'absorption atomique

B- Le nébuleur et le bruleur

La chambre de nébulisation sert à créer l'aérosol contenant l'échantillon nécessaire à l'atomisation. L'atomisation permet d'enlever l'eau, de vaporiser les molécules puis de les dissocier pour créer des atomes. Cette atomisation se fait à l'aide d'une flamme au niveau du bruleur. Cette flamme est créée par un mélange gaz/comburant qui dans notre cas est un mélange air/acétylène.

La flamme apporte une énergie thermique aux atomes de l'échantillon qui vont passer dans un état excité en absorbant certaines longueurs d'ondes provenant des lampes à cathode. Ce qui correspond au principe de la FID (Flame Ionization Detector).

Alimentation
en comburant

bruleur

nébuleur

Capillaire

Échantillon
aqueux



Figure n°5 a et b : bruleur à l'arrêt et en marche

C- Le monochromateur et le détecteur

Le monochromateur permet d'isoler la raie caractéristique de l'élément à analyser, il élimine donc le fond spectral.

Le détecteur est un tube photomultiplicateur (voir figure n°5). La radiation obtenue en sortie du monochromateur frappe la photocathode qui va donc émettre des électrons. Ces électrons seront accélérés et multipliés à l'aide d'un champ électrique et de dynodes.

En sortie du détecteur, on recueille un grand nombre d'électrons dans un amplificateur courant-tension, qui délivre une tension proportionnelle aux nombres de photons incidents.

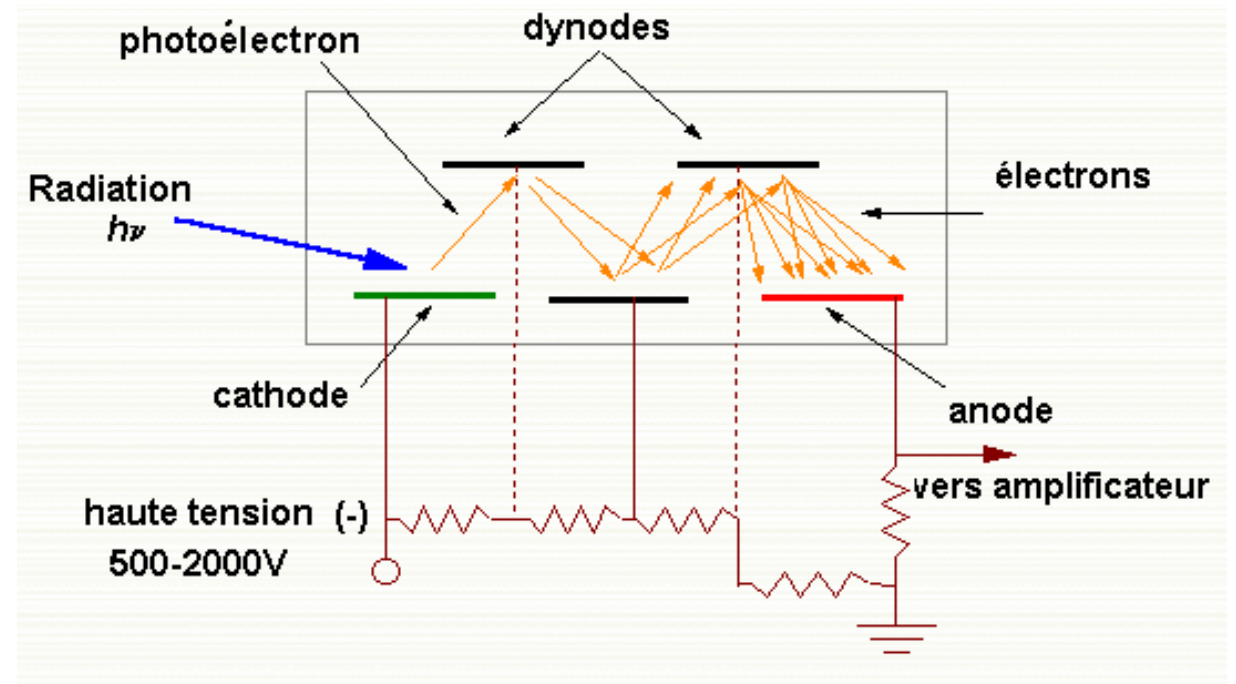


Figure n°6 : schéma de principe du détecteur

D- Traitement et récupération des données

Le spectrophotomètre sur lequel on travaille à l'aide d'une interface et son écran tactile ainsi le pilotage et les mesures peuvent être effectués directement avec le spectrophotomètre AA.

Ce spectrophotomètre a la capacité de pouvoir être couplé à un ordinateur; cela permet de contrôler l'appareil sur un autre terminal et de faire le traitement de données par soit même avec Excel.

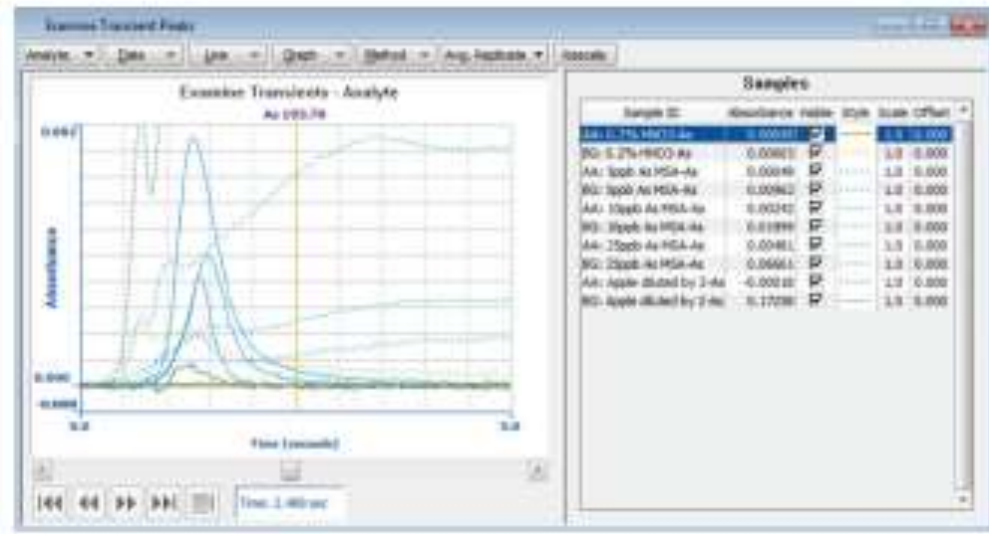


Figure n°8 : Interface de traitement de données sur un ordinateur annexe.



Figure n°7: Ecran tactile du spectrophotomètre.

E- Alimentations et déchets de l'appareil

Le spectrophotomètre doit être alimenté en air et en acétylène pour que le bruleur puisse fonctionner. Il est donc nécessaire d'avoir des manomètres afin de réguler cette arrivée de gaz (voir figure 8). Le compresseur d'air et la bouteille d'acétylène ne sont pas à proximité de l'appareil, l'alimentation se fait par conduite.



Figure n° 9 : manomètre réglant l'arrivée d'air comprimé



Figure n°10 : Récupération de la solution non nébulisée.

La solution aspirée par le nébuliseur n'est pas entièrement apportée dans le bruleur, les plus grosses gouttes sont séparées et envoyées dans un bidon de récupération.

II-Utilisation de l'appareil

A. L'allumage de l'appareil et mise en fonctionnement

- 1) Ouvrir le cache protégeant la partie des périphériques et allumer l'appareil.
- 2) Ouverture du logiciel annexe WinLab 32 et réglages du spectrophotomètre (proportions des gaz dans la flamme, choix de la méthode d'analyse... → Voir la fiche du logiciel associé)
- 3) Ouverture de la vanne d'arrivée d'air comprimé
- 4) Ouverture de la vanne d'acétylène

Remarque : Les pressions de gaz sont ensuite pré-réglées via le logiciel.

Bouton
marche/arrêt



Figure n°11: voies périphériques de l'appareil

B. Conditions générale requises d'utilisation

L'utilisation du spectrophotomètre afin d'analyser un échantillon nécessite que celui-ci soit en phase liquide. Afin de pouvoir vaporiser les particules et atomes constituant la solution grâce à la FID. Par ailleurs le spectrophotomètre permet de mesurer l'absorbance en fonction de la concentration de la solution pour une large gamme de composés comme indiqué dans le tableau suivant :

Eléments analysables par absorption atomique

H Hydrogène																	He Hélium
Li Lithium	Be Béryllium											B Bore	C Carbone	N Azote	O Oxygène	F Fluor	Ne Néon
Na Sodium	Mg Magnésium											Al Aluminium	Si Silicium	P Phosphore	S Soufre	Cl Chlore	Ar Argon
K Potassium	Ca Calcium	Sc Scandium	Ti Titane	V Vanadium	Cr Chrome	Mn Manganèse	Fe Fer	Co Cobalt	Ni Nickel	Cu Cuivre	Zn Zinc	Ga Gallium	Ge Germanium	As Arsenic	Se Sélénium	Br Brome	Kr Krypton
Rb Rubidium	Sr Strontium	Y Yttrium	Zr Zirconium	Nb Niobium	Mo Molybdène	Tc Technétium	Ru Ruthénium	Rh Rhodium	Pd Paladium	Ag Argent	Cd Cadmium	In Indium	Sn Étain	Sb Antimoine	Te Tellure	I Iode	Xe Xénon
Cs Césium	Ba Baryum	La Lanthane	Hf Hafnium	Ta Tantale	W Tungstène	Re Rénium	Os Osmium	Ir Iridium	Pt Platine	Au Or	Hg Mercure	Tl Thallium	Pb Plomb	Bi Bismuth	Po Polonium	At Astatine	Rn Radon
Fr Francium	Ra Radium	Ac Actinium															
Lanthanides			Ce Cérite	Pr Praseodyme	Nd Néodyme	Pm Prométhium	Sm Samarium	Eu Europium	Gd Gadolinium	Tb Terbium	Dy Dysprosium	Ho Holmium	Er Erbium	Tm Thulium	Yb Ytterbium	Lu Lutétium	
Actinides			Th Thorium	Pa Protactinium	U Uranium	Np Neptunium	Pu Plutonium	Am Américium	Cm Curium	Bk Berkélium	Cf Californium	Es Einsteinium	Fm Fermium	Md Mendelevium	No Nébulium	Lw Lawrencium	

Figure n°12: tableau périodique des éléments

C- Recommandation d'utilisation

Les conditions d'utilisations recommandées sont indiquées dans un volet du logiciel. La qualité de la mesure dépend de la longueur d'onde utilisée qui influence la sensibilité et le domaine où nos mesures vérifieront la loi de Beer-Lambert. Ce que l'on peut observer sur l'image suivante :

Rappel : Loi de Beer-Lambert

$$A = \epsilon Cl$$

A : Absorbance de la solution

C : Concentration de l'élément

ϵ : Coefficient d'absorption molaire de l'élément

l : longueur du trajet optique

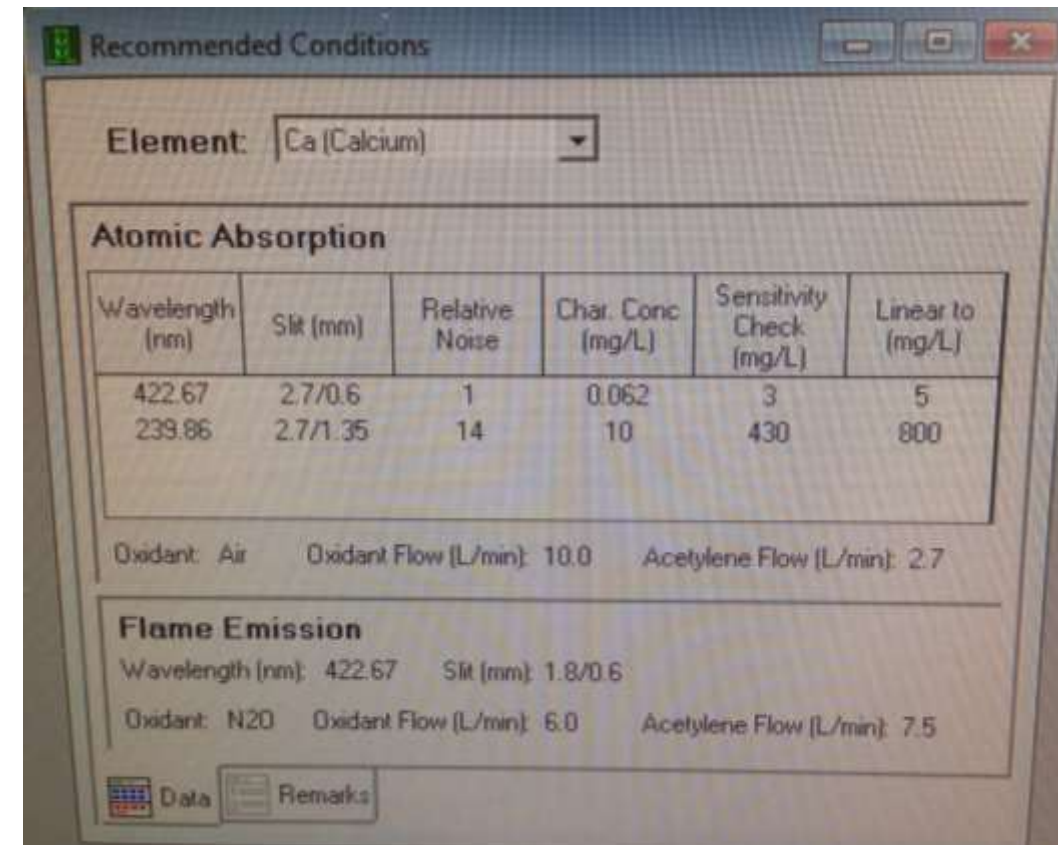


Figure n°13: fenêtre de configuration de WinLab32

D. Mode opératoire pour l'analyse d'un échantillon

- Préparer les solutions à analyser de manière à ce que leur concentration soit en adéquation avec les conditions recommandées.
- Faire le « zéro » sur le spectrophotomètre à l'aide du diluant
(le diluant étant caractéristique de l'élément à analyser)
- Analyser la solution ayant la concentration la plus grande afin d'étalonner l'appareil (en émission)
- Passer ensuite toutes les solutions dont on veut déterminer l'absorbance en fonction de leur concentration en effectuant un « zéro » entre chaque mesure.

Figure n°14: mise en place de la solution étalon et de la solution « zéro »



Etape finale

Une fois toutes ces étapes effectuées nous pouvons récupérer les données analysées et passer à l'étape de traitement des données.

Grâce à cette méthode de mesure nous pouvons donc déterminer les grandeurs recherchées.



Intérêts et domaines d'application

- ▶ Tests de pureté et contrôle de qualité des produits.
- ▶ Détermination de concentration d'éléments (Calcium, Magnésium, Sodium dans des eaux minérales par exemple).
- ▶ Dosages de différents éléments.
- ▶ Dans différents domaines tels que le secteur agroalimentaire, l'agronomie, contrôle d'environnement ou encore dans l'industrie.

Réalisation de ce document d'après le fascicule mis à la disposition des élèves en TP: Spectroscopie d'absorption atomique de H.R. Zelsmann. BLAYO Marion, LESUR Julie, MOURIER Lucie