

**Vérification d'un spectrophotomètre.**

<b>Référence appareil :</b>	Ultrospec 3100 pro 80-21 12-31 serial number 84460	
<b>Caractéristiques</b>	190-900 nm	de -3,000 à 3,000 d'Absorbance
	Lampe xénon	2 photodiodes
	Bande passante	< 3nm
	Justesse en $\lambda$	+/- 1 nm
	Reproductibilité en $\lambda$	+/- 0,5 nm
	Justesse en Absorbance	Le meilleur de 0,5 % ou 0,003 (546 nm)
	Reproductibilité en Abs.	Le meilleur de 0,5 % ou 0,003 (546 nm)
	Stabilité en Absorbance	+/- 0,001 par heure
	Lumière parasite	< 0,05% (à 220 nm filtre NaI)

**Vérificateur :** JF Perrin

**Date :** 11/01/07

bibliographie : OIML R 135 (2004), documentation en ligne du NIST, de Hellma et de Starna.

**Exactitude en longueur d'onde**

A l'aide d'un filtre étalon aux pics étroits caractéristiques (par exemple solide à l'oxyde d'holmium ou liquide avec un sel d'holmium).

<b>filtre étalon secondaire Hellma 666-F1-339 ident. 3489</b>					
<b>pic en nm</b>	<b>279,35</b>	<b>453,65</b>	<b>637,75</b>		
<b>+/- (k=2)</b>	<b>0,25</b>	<b>0,25</b>	<b>0,50</b>		
mesures réalisées (balayage lent intervalle 0,5 nm) zéro = air balayage zéro réalisé une fois.	1	278,8	453,3	637,6	n=6
	2	278,9	453,3	637,5	
	3	278,8	453,3	637,6	
	4	278,9	453,4	637,5	
	5	278,9	453,4	637,5	
	6	278,9	453,4	637,6	
				<b>EMT = +/- 1 nm</b>	
<b>moyenne</b>	278,87	453,35	637,55		t bilatéral, 0,95 = 2,57 moy. +/- t*s/radic6
<b>int. conf. moy.</b>	278,92	453,35	637,55		
	278,81	453,35	637,55		
<b>s(n-1)</b>	0,052	0,055	0,055		k= 4,41
<b>max</b>	278,9	453,4	637,6		
<b>min</b>	278,8	453,3	637,5		
<b>int. dispersion</b>	279,09	453,59	637,79		
	278,64	453,11	637,31		
<b>int. Conformité</b>	280,1	454,4	638,25		
	278,6	452,9	637,25		
<b>int. Tolérance temporaire</b>	280,35	454,65	638,75		
	278,35	452,65	636,75		

Remarques sur l'intervalle de dispersion :

bilatéral,  $1-\alpha = 0,95$ ,  $p=0,95$  selon OIML R 135 (2004)  
pour n=6, k=4,41 donc intervalle dispersion : moy +/- 4,41\*s

Critère d'acceptation = critère de recommandation OIML R 135 (2004)

+/- 1nm pour la cible 637,75 est le double de l'incertitude sur la cible : => étalons secondaires limites...

**Stabilité du zéro**

<b>Zéro réalisé avec une solution d'eau osmosée locale</b>			
	<b>t=0</b>	<b>t=30min</b>	<b>t=1heure</b>
<b>Absorbance lue à 300 nm</b>	0,000	0,000	0,000
<b>Absorbance lue à 600 nm</b>	0,000	0,000	0,000

## Exactitude en Absorbances indiquées

Filtre étalon secondaire « absorbance vers 0,25 » Hellma 666-F2 ident. 3489			
lambda en nm		440,0	635,0
Absorbance		0,258	0,297
+/- (k=2)		0,002	0,002
mesures réalisées	1	0,258	0,298
	2	0,259	0,298
	3	0,258	0,297
	4	0,258	0,297
	5	0,259	0,297
	6	0,258	0,297
	7	0,259	0,297
	8	0,259	0,297
	9	0,259	0,299
	10	0,259	0,298
	11	0,259	0,298
	12	0,259	0,298
	13	0,259	0,298
	14	0,259	0,298
	15	0,259	0,298
<b>moyenne</b>		0,259	0,298
<b>int. conf. moy.</b>		0,259	0,298
		0,258	0,297
<b>s (n-1)</b>		0,00046	0,0006
<b>max</b>		0,259	0,299
<b>min</b>		0,258	0,297
<b>int. dispersion</b>		0,260	0,299
		0,257	0,296
<b>int. accepté</b>		0,263	0,302
		0,253	0,292

t bilatéral, 0,95 = 2,14  
moy. +/- t\*s/radic15

Filtre étalon secondaire « absorbance vers 0,5 » Hellma 666-F3 ident. 3489			
lambda en nm		440,0	635,0
Absorbance		0,502	0,503
+/- (k=2)		0,004	0,004
mesures réalisées	1	0,501	0,505
	2	0,501	0,504
	3	0,502	0,503
	4	0,502	0,503
	5	0,501	0,505
	6	0,501	0,505
	7	0,501	0,505
	8	0,501	0,504
	9	0,501	0,504
	10	0,501	0,504
	11	0,501	0,504
	12	0,501	0,504
	13	0,501	0,504
	14	0,501	0,504
	15	0,501	0,504
<b>moyenne</b>		0,501	0,504
<b>int. conf. moy.</b>		0,501	0,504
		0,501	0,504
<b>s (n-1)</b>		0,0004	0,0006
<b>max</b>		0,502	0,505
<b>min</b>		0,501	0,503
<b>int. dispersion</b>		0,502	0,506
		0,500	0,502
<b>int. accepté</b>		0,510	0,511
		0,494	0,495

t bilatéral, 0,95 = 2,14  
moy. +/- t\*s/radic15

## Exactitude en Absorbances indiquées (suite et fin)

Filtre étalon secondaire « absorbance vers 1 » Hellma 666-F4 ident. 3489			
lambda en nm		440,0	635,0
Absorbance		1,040	1,011
+/- (k=2)		0,007	0,007
mesures réalisées	1	1,039	1,014
	2	1,039	1,013
	3	1,040	1,009
	4	1,040	1,009
	5	1,039	1,013
	6	1,039	1,012
	7	1,040	1,013
	8	1,039	1,012
	9	1,039	1,012
	10	1,039	1,012
	11	1,040	1,013
	12	1,040	1,013
	13	1,040	1,013
	14	1,040	1,013
	15	1,039	1,012
<b>moyenne</b>		1,039	1,012
<b>int. conf. moy.</b>		1,040	1,013
		1,039	1,011
<b>s (n-1)</b>		0,001	0,001
<b>max</b>		1,040	1,014
<b>min</b>		1,039	1,009
<b>int. dispersion</b>		1,041	1,016
		1,038	1,008
<b>int. accepté</b>		1,054	1,025
		1,026	0,997

t bilatéral, 0,95 = 2,14  
moy. +/- t\*s/radic15

Remarques sur l'intervalle de dispersion :

bilatéral,  $1-\alpha = 0,95$ ,  $p=0,95$  selon OIML R 135 2004

pour  $n=15$ ,  $k=2,95$  donc intervalle dispersion : moy +/-  $2,95*s$

Intervalle accepté = intervalle défini localement (plus serré que OIML R135 (2004) qui prévoit  $[0,97*A-0,01 ; 1,03*A+0,01]$ )

**Résolution**

Une solution d'hexane à 0,2 mL par litre de toluène est lue contre du toluène.

Les maxima et minima d'absorbances serrés permettent d'apprécier la résolution.

<b>Travail avec une solution locale (hexane et toluène , p&gt;99,5%)</b>				
Données littérature :	<b>Travail à <math>\lambda</math> max. 269 nm et min. 267 nm</b>			
<b>bande passante en nm</b>	<b>1</b>	<b>1,5</b>	<b>2</b>	<b>3</b>
<b>ratio (Amax 269/Amin267)</b>	<b>2,1</b>	<b>1,6</b>	<b>1,4</b>	<b>1,0</b>
L'étude des spectres à vitesse lente, pas de 0,5 nm donne un maximum entre 268,5 et 269,0 et un minima entre 266,5 et 267,0.	0,353	0,282	1,252	
	0,353	0,282	1,252	
	0,352	0,282	1,248	
	0,352	0,282	1,248	
L'étude est réalisée en mode « 2 longueurs d'ondes choisies lues à la suite ». A 269 et 267 nm. Un seul zéro (hexane) pour toute l'étude.	0,349	0,283	1,233	
	0,353	0,283	1,247	
	0,351	0,282	1,245	
	0,353	0,281	1,256	
	0,350	0,284	1,232	
	0,352	0,283	1,244	
	0,350	0,283	1,237	
	0,350	0,283	1,237	
	0,351	0,283	1,240	
	0,352	0,283	1,244	
	0,353	0,283	1,247	
<b>moyenne</b>	0,352	0,283	1,244	
<b>acceptation</b>			si >1	

**Lumière parasite dans l'U.V.**

Il faut un filtre qui absorbe totalement en dessous d'une longueur d'onde U.V. vers 200 nm avec effet de coupure (cut-off) important.

Une solution de KCl à 12g/L contre de l'eau (eau ultrapure, dégazage) est utilisable à 198 nm.

<b>Travail avec une solution locale de KCl à 12g/l (en eau osmosée locale bouillie refroidie)</b>	
$\lambda$ en nm	<b>198,0</b>
<b>meures réalisées</b>	2,623
	2,645
	2,639
Lecture en spectre de 190 à 230 nm	
vitesse lente, pas de 0,5 nm	
zéro = air (réalisé 1 fois)	
<b>moyenne</b>	2,636

$$10^{\text{puissance}-2,6} = 0,00251 = 0,25\%$$