

## Contrôle d'un spectrophotomètre UV - visible : vérification d'exactitude des longueurs d'onde, vérification des absorbances mesurées et vérification de lumière parasite

Le contrôle proposé portera sur quelques vérifications. Au sens des normes, le terme vérification signifie : confirmation par un examen et apport de preuves tangibles que les exigences spécifiées ont été satisfaites [NF EN ISO CEI 17025].

### 1 Exactitude des longueurs d'onde

#### 1.1 Etalon disponible

Un étalon secondaire, filtre solide à l'oxyde d'holmium est disponible.

Les données métrologiques sont fournies par l'image ci-dessous issue du certificat d'étalonnage.

666-F1-339	Ident-Nr.	Lage der Peaks / Peak Positions				
		279 nm	361 nm	453 nm	536 nm	638 nm
ungefähre Lage/ approx. position						
gemessene Lage/ measured position	3489	279.35 ± 0.25	360.95 ± 0.25	453.65 ± 0.25	536.50 ± 0.25	637.75 ± 0.5

The expanded uncertainty assigned to the measurement results is obtained by multiplying the standard uncertainty by the coverage factor k = 2. The value of the measurand lies within the assigned range of values with a probability of 95 %.

#### 1.2 Vérification à réaliser

Choisir le spectrophotomètre à contrôler. Rechercher les caractéristiques de justesse et de reproductibilité en longueur d'onde annoncées par le fabricant. Rechercher l'écart maximum toléré qui a été décidé par le lycée concernant le contrôle en exactitude de ce spectrophotomètre.

Réaliser un spectre du filtre oxyde d'holmium entre 260 et 660 nm ou 330 et 660 nm selon l'appareil choisi. Travailler avec une programmation déterminant les maxima.

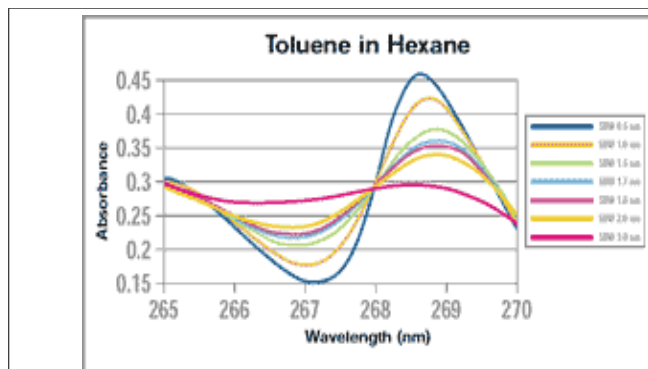
Conclure la vérification. Justifier la nécessité de pics étroits chez l'étalon.

### 2. Bande passante en longueur d'onde (résolution)

#### 2.1 Système de contrôle choisi

Toluène à 0,02% (v/v) en solution dans l'hexane. On recherche grâce à la présence d'un maximum et d'un minimum très proches, la capacité à « séparer » les 2 pics. On réalise le spectre entre 255 et 280 nm et on compare le ratio des absorbances maximum et minimum obtenu aux ratios de référence.

Largeur de bande passante en nm	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0
Ratio $A_{max}/A_{min}$ vers 265-270 nm	2,3-2,4	1,9-2	1,3-1,4	1,1	1,0



Spectre du toluène à 0,02% v/v dans l'hexane contre de l'hexane.

(SBW = spectral bandwidth)

D'après la documentation technique Starna et Thermo

Remarque : pour un appareil ne travaillant que dans le visible, la mesure du ratio entre le pic vers 446 nm et le « creux » vers 251 d'un filtre d'oxyde d'holmium solide permette de qualifier la résolution : ce ratio est supérieur à 3 pour des bandes passantes inférieures à 2nm (et tend vers 4,58). Il faut un tracé de spectre dans cette région.

## 2.2 Vérification à réaliser

Conserver le spectrophotomètre à contrôler choisi au paragraphe 1. Rechercher les caractéristiques de résolution fournies par le fabricant. Si l'appareil permet les mesures dans l'U.V., réaliser la mesure de résolution par la technique toluène/hexane à l'aide d'un spectre entre 255 et 275 nm, sinon utiliser le filtre solide oxyde d'holmium.

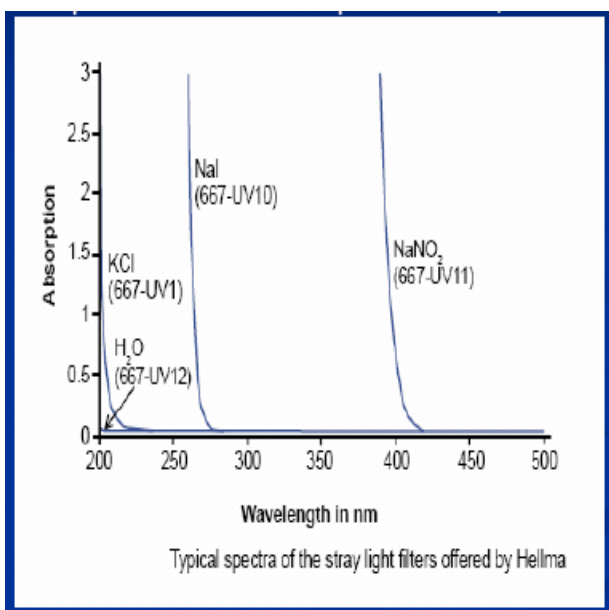
Conclure.

## 3. Lumière parasite

### 3.1 Données techniques

Les détecteurs répondent à tout le spectre de lumière de l'appareil. La lumière parasite à une longueur d'onde donnée va entraîner une erreur de mesure d'absorbance : elle va diminuer la valeur (le photodétecteur considère la lumière parasite comme de la lumière transmise!) (erreur par défaut).

On peut évaluer la lumière parasite en utilisant des filtres à effet de coupure totale sous une longueur d'onde donnée.



Par exemple, avec un filtre KCl 12 g/L en eau ultrapure dégazée, on peut évaluer la lumière parasite totale U.V. et visible par mesure à 198 nm.

Par exemple, avec un filtre  $\text{NaNO}_2$  50 mg/mL en eau ultrapure dégazée, on peut évaluer la lumière parasite visible par mesure à 360 nm.

Si l'appareil est parfait, pas de lumière parasite, le filtre exerçant son effet, le flux transmis ( $\Phi_t$ ) est nul et l'absorbance est infinie.

Si l'appareil annonce 2 d'absorbance par exemple. Cela signifie que  $\log(\Phi_t/\Phi_i)=2$ , soit  $\Phi_t = 10^{-2} \cdot \Phi_i$ . On conclut que la lumière parasite est évaluée comme inférieure à 1%.

On peut évidemment travailler plus simplement en mode transmittance T (on aura  $T = 1\%$  pour  $A = 2$ !).

### 3.2 Mesure de lumière parasite

Conserver le spectrophotomètre à contrôler choisi au paragraphe 1. Rechercher les caractéristiques de lumière parasite annoncées par le fabricant. Si l'appareil permet les mesures dans l'U.V. réaliser la mesure de lumière parasite avec le filtre KCl fourni, sinon avec le filtre  $\text{NaNO}_2$  fourni. Afin de bien visualiser les résultats et comprendre l'effet de coupure lié au filtre on pourra travailler selon un spectre entre 300 et 198 nm pour le filtre KCl et 500 et 350 nm pour le filtre  $\text{NaNO}_2$  contre de l'air (sans lumière parasite, on attend des absorbances « infinies » au-delà de la coupure à 198 et 360 nm respectivement...or il reste de la lumière - parasite- puisqu'on va mesurer une absorbance ...).

Conclure.

## 4. Contrôle d'exactitude en absorbance

### 4.1 Etalon disponibles

Des étalons secondaires, filtres solides à spectre « très plat » sont disponibles.

Les données métrologiques sont fournies par l'image ci-dessous issue du certificat d'étalonnage.

Standard	Ident-Nr.	Ordinatenwerte (Absorption) bei den folgenden Wellenlängen / Ordinate reading (absorbance) at the following wavelengths				
		440.0 nm	465.0 nm	546.1 nm	590.0 nm	635.0 nm
666-F2	3489	0.258 ± 0.002	0.234 ± 0.002	0.245 ± 0.002	0.288 ± 0.002	0.297 ± 0.002
666-F3	3489	0.502 ± 0.004	0.457 ± 0.004	0.467 ± 0.004	0.508 ± 0.004	0.503 ± 0.004
666-F4	3489	1.040 ± 0.007	0.966 ± 0.007	0.980 ± 0.007	1.041 ± 0.007	1.011 ± 0.007

The expanded uncertainty assigned to the measurement results is obtained by multiplying the standard uncertainty by the coverage factor  $k = 2$ . The value of the measurand lies within the assigned range of values with a probability of 95 %.

### 4.2 Vérification à réaliser

Conserver le spectrophotomètre à contrôler choisi au paragraphe 1. Rechercher les caractéristiques de justesse et de reproductibilité en absorbance fournies par le fabricant. Rechercher l'écart maximum toléré qui a été décidé par le lycée concernant le contrôle en exactitude d'absorbance ponctuelle pour ce spectrophotomètre à 440 nm vers 0,250/0,500 ou 1 d'absorbance.

Travailler sur une mesure unique ponctuelle d'absorbance à 440 nm avec le filtre 666-F2 ou F3 ou F4..

Conclure le contrôle.

## 5. bibliographie

OIML R 135 (EN) 2004 <http://www.oiml.org/publications/>

Documentation technique du NIST concernant les matériaux de référence pour spectrophotométrie d'absorption dans l'U.V. et le visible : <http://www.nist.gov/srm/index.cfm> (mot clé spectrophotometer)

Documentation technique Starna concernant les matériaux de référence pour spectrophotométrie d'absorption dans l'U.V. et le visible : [http://www.starna.com/ukhome/d\\_ref/xrefsets.html](http://www.starna.com/ukhome/d_ref/xrefsets.html)

Documentation technique Hellma concernant les matériaux de référence pour spectrophotométrie d'absorption dans l'U.V. et le visible : <http://www.hellma-france.fr/>

Documentation technique Thermo : [http://www.analiticaweb.com.br/newsletter/02/AN51721\\_UV.pdf](http://www.analiticaweb.com.br/newsletter/02/AN51721_UV.pdf)