



Agilent 8453 Système de spectroscopie UV-visible



Manuel de l'opérateur



Agilent Technologies

Avertissements

© Agilent Technologies, Inc. 2002, 2003

Conformément aux lois nationales et internationales relatives à la propriété intellectuelle, toute reproduction totale ou partielle de ce manuel sous quelque forme que ce soit, par quelque moyen que ce soit, voie électronique ou traduction, est interdite sans le consentement écrit préalable de la société Agilent Technologies, Inc.

Référence du manuel

G1115-93021

Edition

10/2003

Imprimé en Allemagne

Agilent Technologies Deutschland GmbH
Hewlett-Packard-Strasse 8
76377 Waldbronn

Microsoft® est une marque de Microsoft Corporation déposée aux Etats-Unis.

Version du logiciel

Ce manuel est destiné aux versions A.10.xx du logiciel Agilent ChemStation, où xx est un nombre de 00 à 99 désignant une version mineure du logiciel sans influence sur l'exactitude technique du manuel.

Garantie

Les informations contenues dans ce document sont fournies "en l'état" et pourront faire l'objet de modifications sans préavis dans les éditions ultérieures. Dans les limites de la législation en vigueur, Agilent exclut en outre toute garantie, expresse ou implicite, quant à ce manuel et aux informations contenues dans ce dernier, notamment, mais sans s'y restreindre, toute garantie marchande et aptitude à un but particulier. En aucun cas, Agilent ne peut être tenu responsable des éventuelles erreurs contenues dans ce document, ni des dommages directs ou indirects pouvant découler des informations contenues dans ce document, de la fourniture, de l'usage ou de la qualité de ce document. Si Agilent et l'utilisateur ont souscrit un contrat écrit distinct dont les conditions de garantie relatives au produit couvert par ce document entrent en conflit avec les présentes conditions, les conditions de garantie du contrat distinct se substituent aux conditions stipulées dans le présent document.

Licences technologiques

Le matériel et le logiciel décrits dans ce document sont protégés par un accord de licence et leur utilisation ou reproduction sont soumises aux termes et conditions de ladite licence.

Limitation des droits

L'utilisation du logiciel dans le cadre d'un contrat principal ou de sous-traitance avec le Gouvernement américain est soumise à la réglementation fédérale des Etats-Unis régissant les logiciels informatiques commerciaux (DFAR 252.227-7014, juin 1995) ou les produits commerciaux (FAR 2.101(a)) ou les logiciels informatiques sous licences (FAR 52.227-19, juin 1987) ou toute réglementation ou clause de contrat équivalente.

L'utilisation, la duplication ou la publication de ce logiciel est soumise aux termes de la licence commerciale standard délivrée par Agilent Technologies. Conformément à la directive FAR 52.227-19(c)(1-2) (juin 1987), les droits d'utilisation accordés aux départements et agences rattachés au Gouvernement américain sont limités aux termes de la présente limitation des droits. Les droits d'utilisation accordés au Gouvernement américain dans le cadre des données techniques sont limités conformément aux directives FAR 52.227-14 (juin 1987) ou DFAR 252.227-7015 (b)(2) (novembre 1995).

Mentions de sécurité

ATTENTION

Une mention **ATTENTION** signale un danger. Si la procédure, le procédé ou les consignes ne sont pas exécutés correctement, le produit risque d'être endommagé ou les données d'être perdues. En présence d'une mention **ATTENTION**, vous devez continuer votre opération uniquement si vous avez totalement assimilé et respecté les conditions mentionnées.

AVERTISSEMENT

Une mention **AVERTISSEMENT** signale un danger. Si la procédure, le procédé ou les consignes ne sont pas exécutés correctement, les personnes risquent de s'exposer à des lésions graves. En présence d'une mention **AVERTISSEMENT**, vous devez continuer votre opération uniquement si vous avez totalement assimilé et respecté les conditions mentionnées.

Dans ce manuel...

Pour vous permettre d'utiliser rapidement votre nouveau système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453, nous vous indiquons les procédures détaillées, accompagnées d'exemples d'opérations et de tâches élémentaires.

Ce manuel ne remplace ni la documentation détaillée fournie pour l'installation (*Installation du système de spectroscopie UV-visible*) et l'utilisation du logiciel (*Comprendre le système de spectroscopie UV-visible*), ni le *Manuel de maintenance 8453*.

1 Présentation du système

Ce chapitre présente l'instrument et le principe de fonctionnement du logiciel ChemStation.

2 Installation et démarrage

Ce chapitre résume les procédures d'installation du système et de lancement d'une session de mesures.

3 Bonnes pratiques de mesure

Ce chapitre indique les bonnes pratiques de mesure.

4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

Ce chapitre donne, étape par étape, des exemples de mesures élémentaires et de tâches connexes.

Sommaire

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | Présentation du système | 9 |
| | Spectrophotomètre Agilent 8453 : présentation générale | 10 |
| | Présentation du système optique | 10 |
| | Description du spectrophotomètre | 13 |
| | Logiciel ChemStation Agilent à usage général pour la spectroscopie UV-visible : | |
| | présentation générale | 18 |
| | Éléments de l'interface utilisateur | 19 |
| | Structure du logiciel | 23 |
| | Tâches du mode Standard | 25 |
| | Traitement des données en mode Standard | 29 |
| 2 | Installation et démarrage | 35 |
| | Résumé des instructions d'installation du système UV-visible à usage général | |
| | Agilent 8453 | 36 |
| | Généralités | 36 |
| | Spectrophotomètre | 36 |
| | PC | 37 |
| | Démarrage d'une session de mesures | 38 |
| 3 | Bonnes pratiques de mesure | 39 |
| | Considérations générales | 40 |
| | Conception du spectrophotomètre | 40 |
| | Mesures | 40 |
| | Matériau des cuves | 41 |
| | Spécifications optiques des cuves | 41 |
| | Cuves à ouverture | 42 |
| | Cuves à circulation | 44 |

| | |
|--|-----------|
| Manipulation et entretien des cuves | 44 |
| Solvants | 46 |
| Préparation des échantillons | 48 |
| Echantillons photosensibles | 49 |
| Agitation des échantillons et régulation de la température | 49 |
| Liste de contrôle pour des résultats optimaux | 50 |
| Insertion d'une cuve | 53 |
| 4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453 | 55 |
| Démarrage de votre première session de mesures | 56 |
| Démarrage du logiciel UV-visible | 58 |
| Mesure de l'absorbance de la caféine à 273 nm | 59 |
| Enregistrement de vos paramètres en tant que méthode | 62 |
| Recherche et impression d'une méthode | 64 |
| Enregistrement et recherche de données | 67 |
| Enregistrement des échantillons | 67 |
| Enregistrement du spectre sélectionné | 69 |
| Recherche de spectres | 71 |
| Suppression des spectres en cours | 72 |
| Aperçu des rapports avant impression | 73 |
| Comment trouver le maximum d'absorbance de la caféine | 76 |
| Saisie de la longueur du trajet optique de la cuve | 80 |
| Commande de la pompe à échantillon | 82 |
| Utilisation du passeur de cuves | 84 |
| Analyse quantitative avec des étalons | 87 |
| Configuration | 87 |
| Etalonnage | 90 |
| Analyse | 92 |

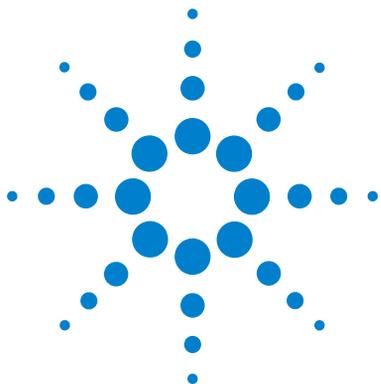
Comment être sûr que mon Agilent 8453 fonctionne correctement ? 94

Autotest du Agilent 8453 94

Comment mieux comprendre le principe de la spectroscopie UV-visible ? 97

Quand faut-il effectuer une mesure à blanc ? 99

Index 101



1 Présentation du système

Spectrophotomètre Agilent 8453 : présentation générale 10

Logiciel ChemStation Agilent à usage général pour la spectroscopie
UV-visible : présentation générale 18

Le système sera beaucoup plus facile à utiliser si vous comprenez les modèles mis en œuvre. Les modèles théoriques d'acquisition, d'évaluation et de traitement des données vous aideront à en tirer le meilleur parti.

Le système de spectroscopie est composé d'un spectrophotomètre Agilent 8453 et du logiciel de spectroscopie UV-visible à usage général ChemStation Agilent, qui fonctionne sur les PC équipés d'un système d'exploitation Microsoft compatible. Ces deux éléments sont reliés par une liaison réseau. Cette liaison est très souple : elle permet non seulement une connexion directe entre le spectrophotomètre et le PC, mais aussi l'intégration dans un réseau d'entreprise avec accès au spectrophotomètre à partir d'un PC via le réseau.

Les tâches sont réparties entre les deux éléments de la manière suivante : le spectrophotomètre collecte et fournit au PC des données d'absorbance qui sont traitées par le logiciel d'application. L'affichage, l'évaluation et le stockage des données sont effectués au niveau du PC, sous le contrôle du logiciel.



Spectrophotomètre Agilent 8453 : présentation générale

On trouvera dans cette section une présentation générale du système optique ainsi que des panneaux avant et arrière du spectrophotomètre. Sont également expliquées la structure et la composition du spectrophotomètre, notamment les systèmes électroniques et mécaniques qui le composent.

Présentation du système optique

Système optique

La [Figure 1](#) montre le système optique du spectrophotomètre. La source de rayonnement combine une lampe au deutérium pour la gamme des longueurs d'onde de l'ultraviolet (UV) et une lampe au tungstène pour le domaine de la lumière visible et du proche infrarouge. L'image du filament de la lampe au tungstène est focalisée sur l'orifice de décharge de la lampe au deutérium dont l'accès par l'arrière permet de combiner optiquement les deux sources de lumière et de les diriger selon un axe commun vers la lentille de la source. La lentille de la source forme un faisceau de lumière collimaté unique. Celui-ci traverse la zone du filtre correcteur de lumière parasite/obturateur, puis l'échantillon, avant d'atteindre la lentille et la fente du spectrographe. Dans le spectrographe, la lumière est dispersée sur la barrette de photodiodes par un réseau holographique, ce qui permet d'accéder simultanément à toutes les longueurs d'ondes. Le résultat est une amélioration notable de la vitesse d'acquisition des spectres.

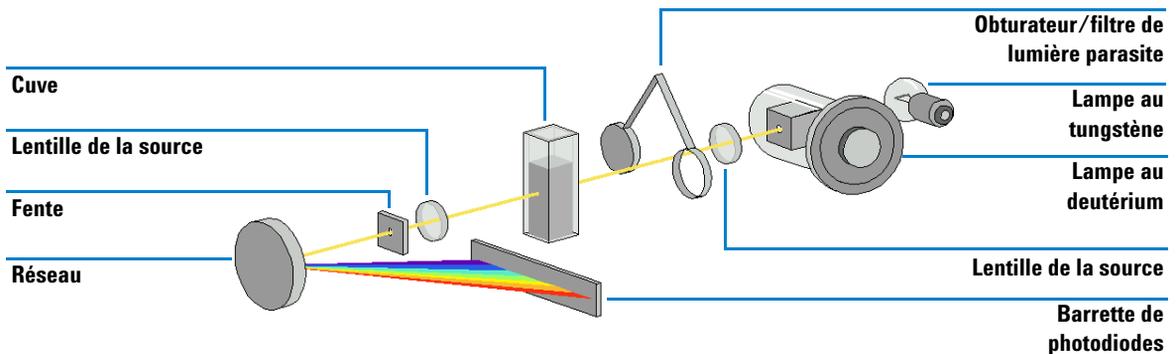


Figure 1 Système optique du spectrophotomètre

- Lampes

La source de lumière pour la gamme des UV est une lampe au deutérium munie d'un orifice qui laisse passer le faisceau. Du fait de la décharge de plasma dans le gaz deutérium à basse pression, la lampe émet de la lumière dans une plage comprise entre 190 et environ 800 nm. La source de lumière, pour les longueurs d'onde du domaine du visible et du proche infrarouge, est une lampe au tungstène à faible bruit. Cette lampe émet de la lumière dans la plage comprise entre 370 nm et 1100 nm.

- Lentille de la source

La lentille de la source collimate la lumière émise par les deux lampes et le faisceau collimaté traverse l'échantillon éventuellement placé dans le compartiment à échantillons.

- Obturateur

L'obturateur est à commande électromécanique. Il s'ouvre pour laisser passer la lumière à travers l'échantillon à mesurer. Entre deux mesures, il se ferme pour limiter le temps d'exposition de l'échantillon à la lumière. Si la cadence de mesure est très élevée, il peut soit rester ouvert si vous l'y obligez (logiciel ChemStation), soit rester automatiquement ouvert (logiciel du boîtier de commande portatif).

1 Présentation du système

Spectrophotomètre Agilent 8453 : présentation générale

- Filtre de correction de la lumière parasite

Dans une séquence de mesure standard, les spectres d'intensité de référence ou des échantillons sont mesurés d'abord sans le filtre de correction de la lumière parasite, puis avec le filtre devant le faisceau lumineux. Sans le filtre, on mesure le spectre d'intensité dans la totalité du domaine compris entre 190 et 1100 nm. Le filtre bloque la lumière parasite à 50 % à 420 nm.

Quand le filtre est en place, toute lumière mesurée au-dessous de 400 nm est considérée comme de la lumière parasite. Son intensité est soustraite du premier spectre pour donner un spectre corrigé. Selon le logiciel utilisé, soit la correction de la lumière parasite peut être désactivée par l'utilisateur (logiciel ChemStation) si vous voulez faire plusieurs analyses répétitives très rapides, soit elle est automatiquement désactivée (logiciel du boîtier de commande).

- Compartiment à échantillons

Le spectrophotomètre possède un compartiment à échantillons ouvert qui facilite l'accès à la cuve. La conception de l'optique de l'instrument permet de se passer de capot. Le spectrophotomètre est fourni avec un porte-cuve monocuve préinstallé dans le compartiment à échantillons. Ce porte-cuve peut être remplacé par le régulateur de température à effet Peltier, le porte-cuve thermostatable, le porte-cuve réglable, le porte-cuve à long trajet optique ou le passeur de cuves. Tous ces porte-cuve optionnels s'installent dans le compartiment à échantillons à l'aide du même système de montage, simple et rapide. Une roue porte-filtre optique peut également être utilisée avec le spectrophotomètre et la plupart des accessoires.

- Spectrographe

Le corps du spectrographe est en céramique pour réduire le plus possible les effets thermiques. Les principaux composants du spectrographe sont la lentille, la fente, le réseau et la barrette de photodiodes avec l'électronique associée. L'intervalle d'échantillonnage moyen de la barrette de photodiodes est de 0,9 nm dans la plage comprise entre 190 nm et 1100 nm. La largeur nominale de la fente spectrale est de 1 nm.

- Lentille du spectrographe

La lentille du spectrographe est la première des pièces collectivement désignées par le terme « spectrographe ». Elle est montée sur le corps du spectrographe. Elle refocalise le faisceau collimaté une fois qu'il a traversé l'échantillon.

- Fente

La fente est un orifice étroit pratiqué dans une plaque située au niveau du foyer de la lentille du spectrographe. Elle est exactement de la taille de l'une des photodiodes de la barrette de photodiodes. En limitant la taille du faisceau lumineux entrant, la fente permet que chaque bande de longueurs d'onde soit projetée uniquement sur la photodiode voulue.

- Réseau

Un réseau holographique concave permet de combiner la dispersion de la lumière et l'imagerie spectrale. Le réseau disperse la lumière sur la barrette de photodiodes selon un angle proportionnel à la longueur d'onde.

- Barrette de photodiodes

La barrette de photodiodes est le cœur du spectrographe. Il s'agit d'une série de 1024 photodiodes individuelles avec leurs circuits de commande, gravés par attaque chimique sur une puce de semi-conducteur. Pour une plage de longueurs d'onde comprise entre 190 et 1100 nm, l'intervalle d'échantillonnage nominal est de 0,9 nm.

Description du spectrophotomètre

Le spectrophotomètre est très simple d'emploi. Il est équipé d'un indicateur de mise sous tension, d'un indicateur d'état et de plusieurs boutons-poussoirs. Toutes les connexions électriques s'effectuent à l'arrière de l'appareil.

Vue avant

La [Figure 2](#) montre la vue avant du spectrophotomètre. Notez que le compartiment à échantillons est ouvert. Contrairement aux spectrophotomètres classiques, le Agilent 8453 ne craint pas la lumière parasite ambiante. Cette zone ouverte facilite l'accès pour la manipulation des cuves et la connexion de tubes à une cuve à circulation ou à un porte-cuve thermostatable. Le spectrophotomètre est livré avec un porte-cuve standard monocuve. Les porte-cuve standard et les porte-cuve supplémentaires sont déposés et remplacés en quelques secondes, avec peu ou pas d'outillage.

1 Présentation du système

Spectrophotomètre Agilent 8453 : présentation générale

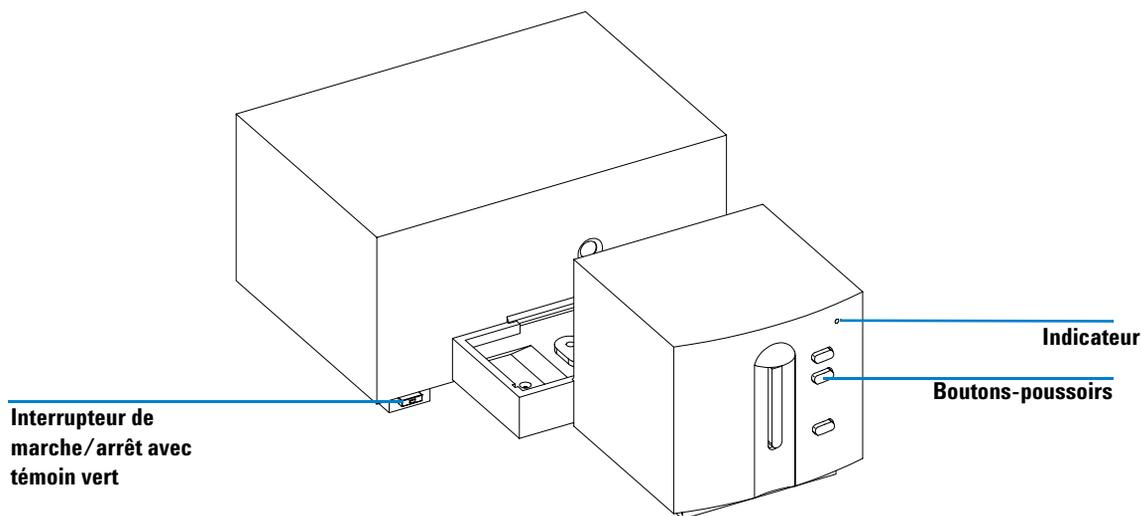


Figure 2 Vue avant du spectrophotomètre

L'interrupteur de marche/arrêt se trouve dans la partie inférieure gauche du spectrophotomètre. Quand il est enfoncé, le spectrophotomètre est mis sous tension. Lorsque le spectrophotomètre est sous tension, l'interrupteur reste enfoncé et un témoin vert est allumé. Quand il est en position ressortie (témoin vert éteint), le spectrophotomètre est hors tension.

Un indicateur d'état se trouve également sur le panneau avant du spectrophotomètre ; il affiche différentes couleurs selon l'état du spectrophotomètre.

- Vert : le spectrophotomètre est prêt pour les mesures.
- Vert, clignotant : des mesures sont en cours.
- Jaune : le spectrophotomètre n'est pas prêt, il est par exemple en train d'allumer une des lampes ou les deux lampes sont éteintes.
- Rouge : anomalie, autrement dit échec de l'un des autotests exécutés à la mise sous tension du spectrophotomètre, ou erreur en cours d'utilisation. Dans ce cas, le logiciel d'application UV-visible affiche un message d'erreur détaillé. Les causes possibles sont indiquées dans l'aide en ligne et dans le chapitre 3 du *Manuel de maintenance*, « Diagnostics et recherche d'anomalies ».

- Rouge, clignotant : anomalie au niveau du processeur du spectrophotomètre. Dans la mesure où, dans ce cas, il n'y a pas communication avec l'ordinateur, il n'y a pas de message d'erreur. Vous trouverez plus d'informations sur la recherche d'anomalies dans l'aide en ligne et le chapitre 3 du *Manuel de maintenance*, « Diagnostics et recherche d'anomalies ».

Les quatre boutons-poussoirs qui se trouvent sur le panneau avant permettent de déclencher les mesures suivantes et de transmettre les données correspondantes à l'ordinateur.

- BLANK : le spectrophotomètre effectue une mesure à blanc. Il s'agit d'une mesure de référence qui est utilisée pour toutes les mesures d'échantillons qui suivent, jusqu'à ce qu'une nouvelle mesure à blanc soit effectuée. A la suite de la mesure de référence, le spectre de la ligne de base est mesuré et affiché sur le PC.
- SAMPLE : le spectrophotomètre effectue l'analyse d'un échantillon ou démarre une série de mesures, selon les paramètres définis dans votre logiciel.
- STANDARD : le spectrophotomètre mesure un étalon. Nécessite la saisie d'informations supplémentaires, notamment la concentration, dans le programme d'application.
- STOP : le spectrophotomètre et/ou le logiciel interrompent l'activité en cours et reviennent à l'état « prêt ».

Vue arrière

Tous les branchements s'effectuent à l'arrière du spectrophotomètre, voir la Figure 3.

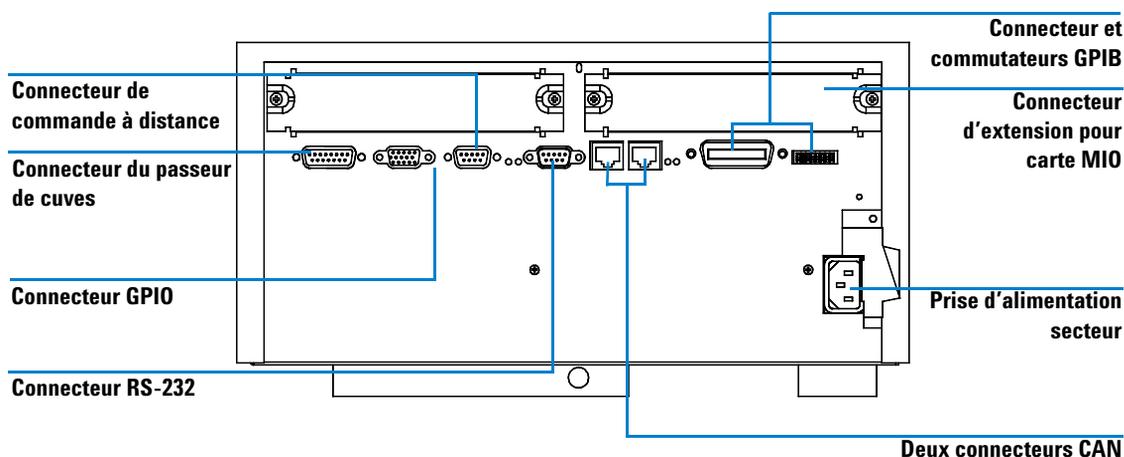


Figure 3 Vue arrière du spectrophotomètre

- Le connecteur du passeur de cuves sert au branchement du câble du passeur de cuves.
- Le connecteur GPIO (General Purpose Input-Output) permet de commander une pompe de prélèvement et un passeur d'échantillons, ou d'autres accessoires, selon le logiciel utilisé.
- Le connecteur de commande à distance s'utilise avec d'autres spectrophotomètres Agilent Technologies si vous voulez utiliser des fonctions telles que l'arrêt centralisé, etc.
- Le connecteur RS-232C peut être utilisé pour piloter le spectrophotomètre à partir d'un ordinateur avec le logiciel approprié (en prévision). Ce connecteur doit être défini à l'aide des commutateurs de configuration qui se trouvent à côté du connecteur GPIB. Le logiciel a besoin des pilotes appropriés pour pouvoir utiliser ce mode de communication, prévu pour une utilisation future.

Le port RS-232C permet de brancher l'imprimante du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453E à l'aide d'un câble série/parallèle.

- Le bus CAN de droite permet de brancher le boîtier de commande portatif du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453E au spectrophotomètre.
- Le connecteur GPIB permet de connecter le spectrophotomètre à un ordinateur. Le module des commutateurs de configuration à 8 bits qui se trouve à côté du connecteur GPIB détermine l'adresse GPIB de votre spectrophotomètre. Les commutateurs sont pré-réglés sur une adresse par défaut reconnue par le logiciel d'application Agilent.

Le port GPIB n'est pas utilisé quand le boîtier de commande portatif du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453E est connecté au spectrophotomètre. Les commutateurs de configuration du port doivent cependant être correctement positionnés pour les communications GPIB.

- Le connecteur d'extension pour carte MIO est destiné à recevoir une carte d'interface de réseau local.
- Le connecteur d'extension pour carte supplémentaire est réservé à un usage ultérieur.
- La prise d'alimentation secteur n'a pas de sélecteur de tension en raison des capacités étendues de l'alimentation. Pour plus d'informations, voir le chapitre 1 du *Manuel de maintenance*, « Caractéristiques techniques ». Il n'y a pas de fusible accessible de l'extérieur, l'alimentation étant munie de fusibles électroniques automatiques. Le levier de sécurité de la prise empêche la dépose du capot du spectrophotomètre quand l'appareil est branché sur le secteur.

Côté du spectrophotomètre

Sur le côté droit du spectrophotomètre, se trouve une porte qui permet d'accéder aux lampes. Cette porte en plastique cache une autre porte en métal. Deux interrupteurs de sécurité indépendants éteignent automatiquement les lampes dès que la porte métallique est ouverte.

1 Présentation du système

Logiciel ChemStation Agilent à usage général pour la spectroscopie UV-visible : présentation générale

Logiciel ChemStation Agilent à usage général pour la spectroscopie UV-visible : présentation générale

Cette section donne un aperçu des éléments qui composent l'interface utilisateur du logiciel ChemStation Agilent et du concept d'analyse des données sur lequel ils reposent. Elle explique comment sont traitées les données et quels sont les avantages pratiques de ce traitement.

Éléments de l'interface utilisateur

Le logiciel ChemStation Agilent à usage général pour spectroscopie UV-visible facilite l'utilisation du spectrophotomètre UV-visible à barrette de diodes, notamment pour les opérations quotidiennes. Il a été conçu avec un souci de convivialité (simplicité d'utilisation et d'apprentissage). Une interface graphique permet de suivre à l'écran le fonctionnement et l'utilisation du spectrophotomètre. Elle est composée de plusieurs éléments qui sont décrits ci-après.

Commutateur de mode

Nom de la méthode

Barre de menus

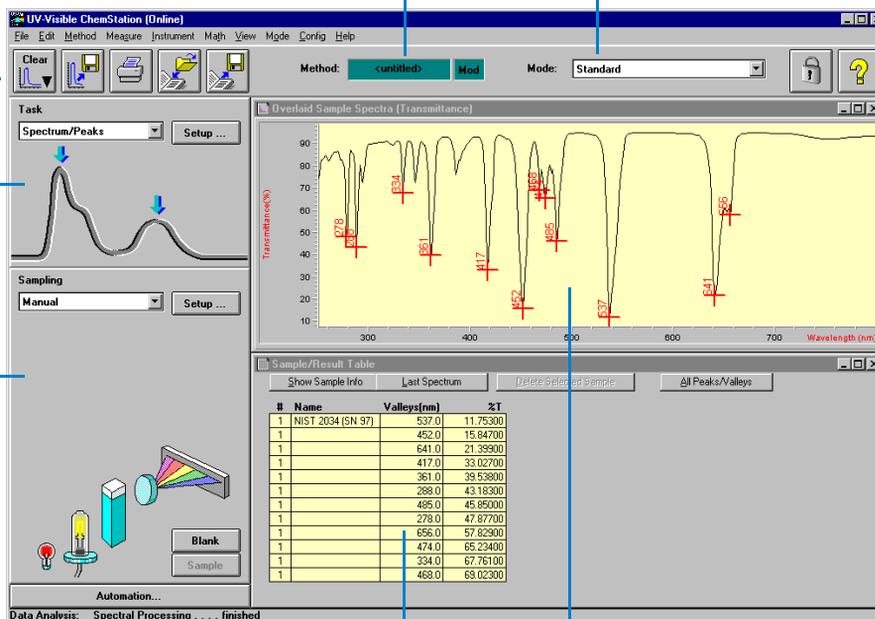
Barre d'outils

Tableau de bord d'analyse

Tableau de bord de l'instrument

Tableau de résultats

Spectres



1 Présentation du système

Logiciel ChemStation Agilent à usage général pour la spectroscopie UV-visible : présentation générale

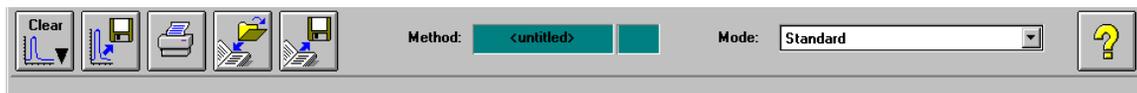
Menu



File Edit Method Measure Instrument Math View Mode Config Help

L'interface classique à menus, dans le haut de la fenêtre du logiciel ChemStation, permet de commander toutes les opérations. Quand vous choisissez une option dans la barre de menus, une liste de commandes et de sous-menus s'affiche. Pour effectuer une opération, il suffit de choisir une commande (cliquer avec la souris ou appuyer sur la touche ENTRÉE).

Barre d'outils



La barre d'outils, située en dessous de la barre de menus, est composée de boutons dotés d'icônes qui permettent d'accéder directement à des opérations élémentaires telles que l'impression de rapports de résultats, le chargement de méthodes ou l'enregistrement de méthodes et de données.

Tableaux de bord

Les panneaux situés sur la gauche sont le tableau de bord d'analyse et le tableau de bord de l'instrument. La taille et l'emplacement de ces panneaux sont fixes mais dépendent de la résolution de votre moniteur. La résolution minimale requise est de 600 × 800 pixels.

Tableau de bord d'analyse

Le tableau de bord d'analyse donne une représentation graphique du contexte dans lequel vous êtes en train de travailler. Il permet en outre d'accéder à la boîte de dialogue de configuration de la tâche en cours au moyen du bouton Setup (Configurer).

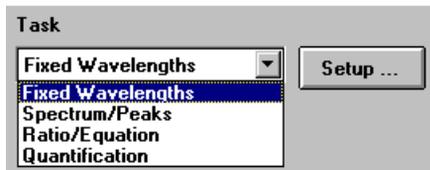
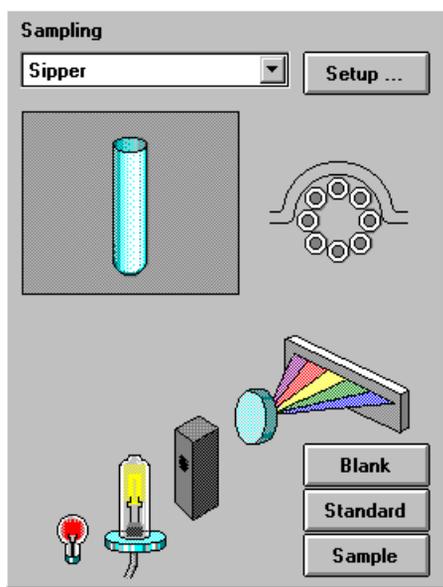


Tableau de bord de l'instrument

Le tableau de bord de l'instrument se trouve sous le tableau de bord d'analyse. Il permet de visualiser et de piloter les dispositifs d'échantillonnage et le spectrophotomètre. Une partie des éléments graphiques du tableau sont des éléments actifs permettant, par exemple, d'allumer ou d'éteindre les lampes ou de démarrer une pompe péristaltique.



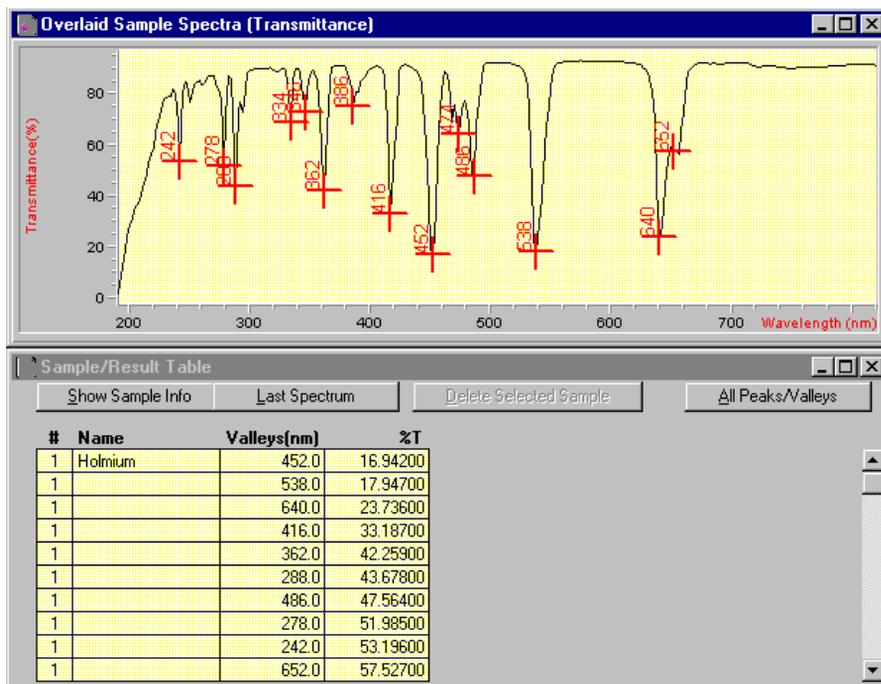
On reconnaît les zones actives au fait que le pointeur change de forme quand il passe sur ces zones. Un clic de la souris à l'intérieur d'une zone active fait apparaître un petit menu avec un choix d'options, ou exécute simplement une opération.

1 Présentation du système

Logiciel ChemStation Agilent à usage général pour la spectroscopie UV-visible : présentation générale

Vous pouvez en outre sélectionner un système d'échantillonnage dans la liste proposée. Les paramètres correspondants peuvent être définis au moyen du bouton Setup (Configurer).

Vue



La zone située à droite des tableaux de bord permet de visualiser un aspect déterminé de la tâche en cours. Une vue comporte une ou plusieurs fenêtres distinctes. Ces fenêtres donnent des informations principalement sous forme de graphiques ou de tableaux. Vous pouvez ainsi afficher un graphe des spectres de l'échantillon mesuré et un tableau avec les résultats des calculs.

Les vues sont généralement générées automatiquement par la fonction exécutée, mais vous pouvez également utiliser les commandes du menu View (Vue) pour sélectionner la vue qui vous intéresse.

Structure du logiciel

Pour des raisons de simplicité d'utilisation, le logiciel est divisé en applications spécifiques appelées modes. Il existe en outre des niveaux de fonctionnement et une aide pour les sessions d'évaluation des données sans recours au spectrophotomètre.

Sessions du logiciel ChemStation Agilent

Votre ChemStation Agilent appartient à la famille des logiciels de commande d'instruments ChemStation Agilent. Une seule installation du logiciel ChemStation Agilent permet de piloter, à partir d'un même PC, jusqu'à quatre instruments UV-vis différents. Chaque instrument a sa propre session.



Quand vous démarrez une session, son nom s'affiche dans la barre de titre de la fenêtre de l'application principale, par exemple Agilent 845x UV-visible System[1].



Chaque session permet l'analyse des données uniquement ou la commande de l'instrument. Les sessions de commande de l'instrument sont exécutées en temps réel (Online) et ne peuvent être lancées que comme instances uniques à partir de votre PC. Mais il est possible de lancer plusieurs sessions d'analyse des données en différé (Offline). Les sessions en différé permettent d'effectuer de nouveaux calculs à partir de données enregistrées et sont utiles pour le développement des méthodes d'analyse.

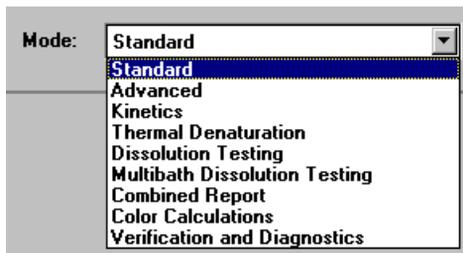
Niveaux de fonctionnement

Les niveaux de fonctionnement (niveau administrateur et niveau opérateur) s'appliquent à tous les modes et permettent de gérer ou simplement d'exécuter une application. Au niveau administrateur, une méthode est généralement élaborée et sauvegardée sur le disque. Ce niveau est protégé par un mot de passe, afin de garantir l'intégrité des méthodes prédéfinies et des séquences d'opérations.

Au niveau opérateur, seul un ensemble limité de fonctions est accessible. En particulier, les fonctions susceptibles d'affecter l'intégrité d'une procédure d'analyse ne sont pas accessibles. En revanche, l'opérateur peut définir ses propres paramètres. Dans ce cas, cette information est indiquée dans la barre d'outils et apparaît sur les rapports imprimés.

Modes du logiciel ChemStation

Les modes du logiciel ChemStation sont orientés application. Chaque mode a son propre menu, ses tableaux de bord, ses opérations et ses vues. Le logiciel de spectroscopie UV-visible à usage général est une plate-forme qui supporte tous les modes. On distingue le mode *Standard*, le mode *Execute Advanced Method (Exécuter une méthode avancée)* et le mode *Verification and Diagnostics (Vérification et diagnostics)*.



Selon vos besoins, ces modes sont disponibles pour les opérations en mode *Advanced (Avancé)*, l'exécution de *tests de dissolution* et de *tests de dissolution multibains*, l'évaluation de *rapports combinés*, les mesures de *cinétique*, les études de *dénaturation thermique* et les *calculs de couleurs*.

Il est possible de changer de mode de fonctionnement en cours de session ChemStation Agilent. Lorsque vous changez de mode, toutes les données brutes courantes sont conservées, ce qui vous permet de traiter vos données de différentes façons.

La plupart des modes vous permettent de définir votre tâche analytique par le biais d'un ensemble de paramètres et, le cas échéant, de données. Un ensemble de paramètres et de données peut être enregistré sur le disque en tant que méthode. Cela permet de réexécuter une tâche analytique dans des conditions définies : il suffit de charger la méthode et de lancer l'analyse des échantillons.

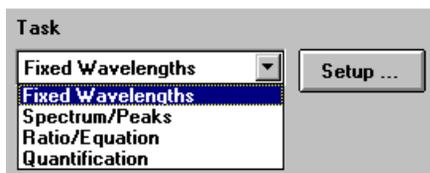
Tâches du mode Standard

Les modes du logiciel ChemStation offrant également la possibilité de se concentrer sur un aspect particulier, il faudra gérer un grand nombre de paramètres pour personnaliser un mode en fonction d'une application donnée. Pour surmonter cette complexité, le mode Standard est principalement orienté tâches.

Le mode Standard du logiciel de spectroscopie UV-visible à usage général est axé sur les tâches les plus communément exécutées dans un laboratoire d'analyses utilisant la spectroscopie UV-visible. Quatre tâches sont disponibles :

- Longueur d'onde fixe
- Spectre/Pics
- Ratio/Equation
- Quantification

Les tâches sont sélectionnées et activées dans la zone de sélection du tableau de bord d'analyse.



1 Présentation du système

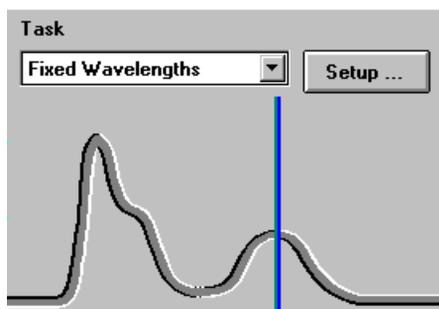
Logiciel ChemStation Agilent à usage général pour la spectroscopie UV-visible : présentation générale

Cette primauté des tâches permet de configurer rapidement le logiciel pour obtenir la vue et les réponses que vous voulez à partir de vos données. Ces tâches ont été définies à partir d'une étude des tâches de spectroscopie UV-visible les plus couramment effectuées dans les laboratoires d'analyses. Ces tâches étaient précédemment réalisées avec des photomètres à filtre ou des spectrophotomètres à balayage.

L'avantage de votre spectrophotomètre est que, par défaut, la totalité du spectre UV-visible de vos échantillons est disponible. Les tâches ne font en fait qu'offrir des vues différentes des données que vous avez recueillies.

Un changement de tâche à l'intérieur du mode Standard est beaucoup plus rapide qu'un changement total de mode. Autre avantage de ces tâches : les méthodes sont définies à l'intérieur d'une seule boîte de dialogue.

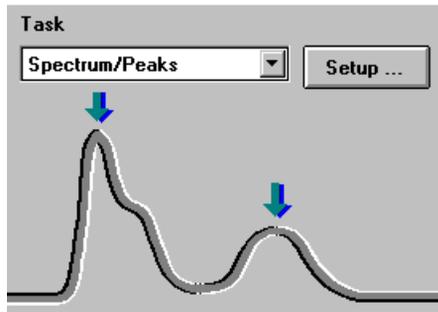
Longueur d'onde fixe



La tâche Longueur d'onde fixe (Fixed Wavelength) sert à étudier les données d'échantillons mesurés à six longueurs d'onde différentes. Ces données sont l'absorbance, la transmission et les dérivées première à quatrième.

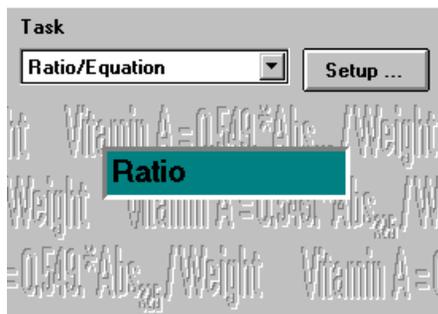
Grâce aux techniques supplémentaires d'acquisition de spectres telles que la référence interne ou la correction proportionnelle, des soustractions du bruit de fond peuvent être effectuées.

Spectre/Pics



Dans la tâche Spectre/pics (Spectrum/Peaks), ce sont les minima et maxima d'absorbance qui vous intéressent. L'accent est ici mis davantage sur la longueur d'onde, mais vous obtenez en plus les mesures d'absorbance correspondantes.

Ratio/Equation

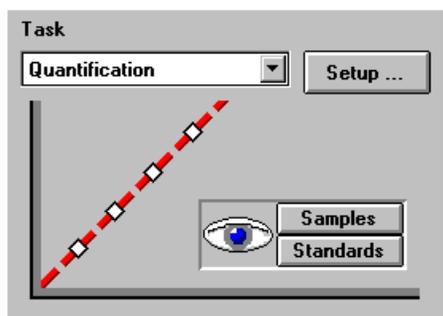


1 Présentation du système

Logiciel ChemStation Agilent à usage général pour la spectroscopie UV-visible : présentation générale

La tâche Ratio/équation (Ratio/Equation) permet de résoudre une équation définie par l'utilisateur sur la base des données mesurées et des informations sur l'échantillon. Une équation peut être définie à partir de données d'échantillons jusqu'à six longueurs d'onde, et des données de poids et de volume entrées avec les échantillons mesurés. Avec une équation, par exemple, les résultats d'une analyse effectuée à l'aide de kits de tests chimiques peuvent être automatiquement calculés et présentés dans un rapport. Une autre application consiste à utiliser un ratio de valeurs de données pour contrôler l'identité ou la pureté d'un échantillon.

Quantification



La tâche Quantification permet d'effectuer une analyse monocomposant à partir de quatre types différents de courbes d'étalonnage et d'un ensemble d'étalons. Grâce à l'acquisition du spectre, des soustractions du bruit de fond peuvent en outre être effectuées.

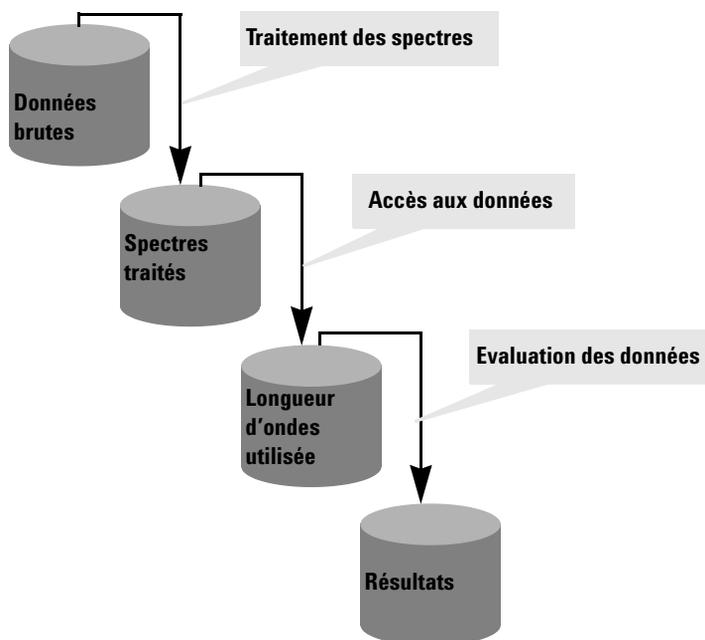
L'étalonnage peut être optimisé dans la plage de concentrations qui vous intéresse en changeant la longueur d'onde utilisée. Un nouvel étalonnage et une nouvelle analyse sont automatiquement effectués à partir des données de l'étalon en cours.

Traitement des données en mode Standard

Traitement général des données

Bien qu'il ne soit pas nécessaire de connaître en détails le cheminement des données et la façon dont elles sont traitées pour utiliser le logiciel ChemStation, il vous sera utile de comprendre comment celui-ci traite vos données et de quelle manière ce traitement est contrôlé par les paramètres de votre méthode.

Le traitement des données est facile à décrire en prenant un modèle de conteneur de données et en visualisant les opérations sur un organigramme.



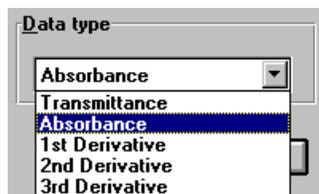
Toutes les données de base sont réunies dans un conteneur de *données brutes*. Ce conteneur est vide quand vous démarrez une session ChemStation et se remplit au fur et à mesure que vous effectuez des mesures ou récupérez des données dans un fichier.

1 Présentation du système

Logiciel ChemStation Agilent à usage général pour la spectroscopie UV-visible : présentation générale

Le conteneur de *données brutes* conserve les données initialement acquises de la manière spécifiée par vos paramètres d'acquisition, et accompagnées, par exemple, de la date et de l'heure d'acquisition, ainsi que du nom de l'opérateur qui a recueilli les données.

Traitement des spectres



La méthode définit la manière dont les données sont analysées. La première étape est le traitement des spectres. Les spectres de données brutes traitées sont transférés automatiquement dans un second conteneur de *spectres traités*. Cette procédure vous permet de consulter les résultats de cette étape de traitement en affichant le contenu du conteneur de *spectres traités*. Par exemple, si vous avez spécifié comme type de données la dérivée première, les spectres de la dérivée première de toutes vos données brutes seront stockés après l'analyse dans le conteneur des *spectres traités*. Le type d'opération sur les spectres est défini par les paramètres de la méthode.

Longueur d'onde utilisée



L'étape suivante de l'analyse des données consiste à effectuer des opérations de correction de la longueur d'onde et de soustraction du bruit de fond à l'aide de techniques telles que la mesure d'une référence interne ou un calcul de correction proportionnelle.

Ces données sont enregistrées dans le conteneur de *longueur d'onde utilisée*. Dans la tâche Longueur d'onde fixe, par exemple, on peut afficher ces données sous forme de tableau dans la fenêtre Sample/Results Table (Tableau des échantillons/résultats).

Résultats

L'étape suivante est l'évaluation des données recueillies.

| Name | Equation (WL1, ..., WL6, Wt, V) | Unit |
|----------|---------------------------------|------|
| Caffeine | = WL1*0.05 | mg/l |

Use Weight (Wt), Volume (V)

Weight: Volume: Unit:

Dans la tâche Ratio/Equation, par exemple, cette donnée de *longueur d'onde utilisée* est traitée par l'évaluation de l'équation spécifiée. Cette opération supplémentaire génère les résultats du calcul. Ces valeurs sont enregistrées dans le conteneur des *résultats*.

Les résultats sont reportés dans le tableau des échantillons/résultats.

| # | Name | Dilut. Factor | Caffeine(mg/L) | Abs<273nm> |
|---|----------|---------------|----------------|------------|
| 1 | Caffeine | 1.00000 | 0.26527 | 0.53053 |

Résumé

Le traitement de base des données comprend trois étapes :

- 1 le traitement des spectres,
- 2 l'accès aux données,
- 3 l'évaluation des données.

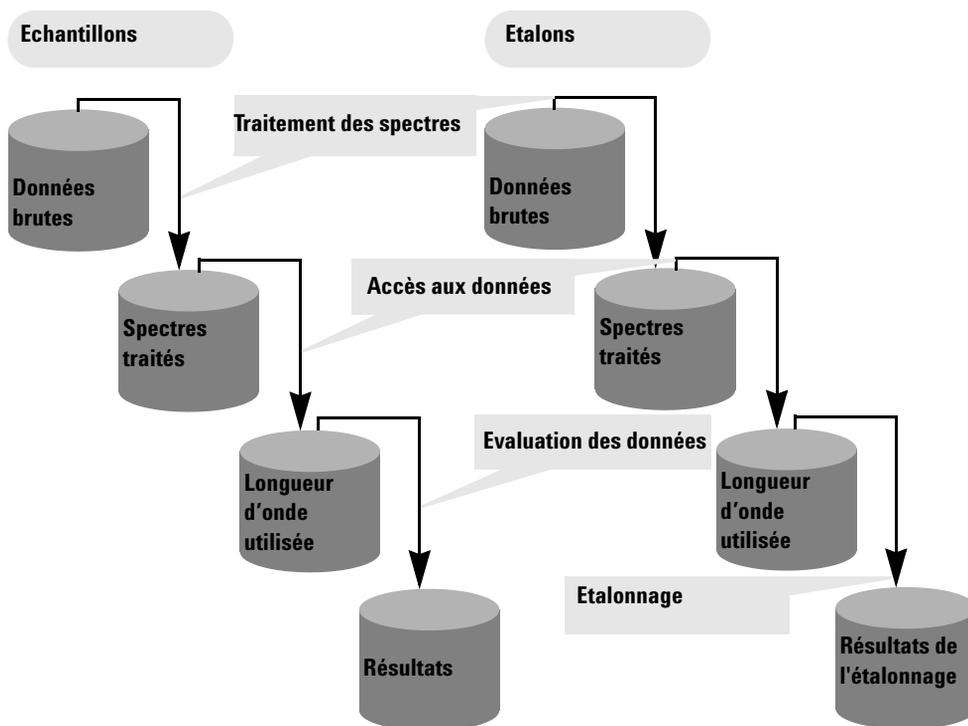
Ces étapes sont toujours exécutées dans l'ordre indiqué ci-dessus pour tous les spectres du conteneur des *données brutes*. Les résultats sont enregistrés dans le conteneur des *résultats*. Le contenu précédent des conteneurs de *spectres traités*, de *longueur d'onde utilisée* et de *résultats* est remplacé.

1 Présentation du système

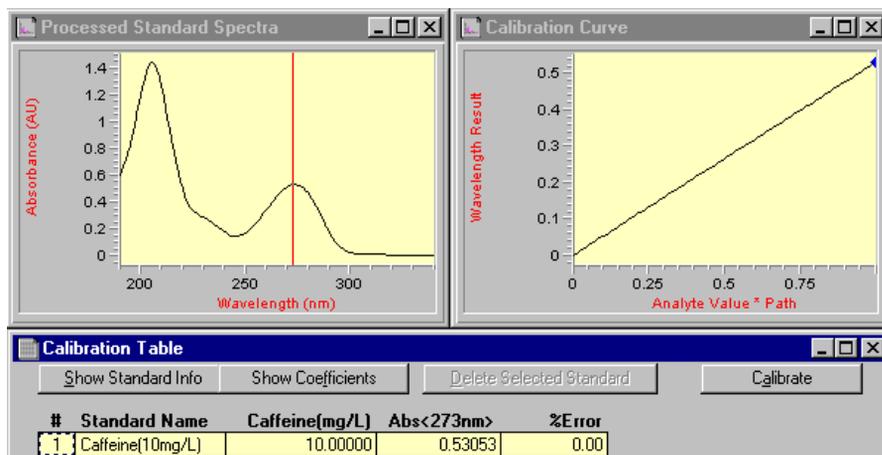
Logiciel ChemStation Agilent à usage général pour la spectroscopie UV-visible : présentation générale

Traitement à l'aide d'étalons

Dans la quatrième tâche, des étalons sont utilisés en plus de vos données d'échantillons. Pour cela, il a fallu étendre le concept ci-dessus pour intégrer les étalons. Deux groupes de conteneurs indépendants sont utilisés, l'un pour les étalons et l'autre pour les échantillons. Tous les conteneurs de traitement sont également dédoublés. Comme pour le traitement des échantillons seuls, toutes les étapes d'évaluation sont effectuées en parallèle sur les échantillons et les étalons.



Les calculs de quantification sont basés sur un étalonnage réalisé avec des étalons. Les coefficients sont calculés en fonction des paramètres de la méthode et des étalons présents dans la mémoire du logiciel ChemStation. Cela signifie que les résultats sont désormais fonction des mesures effectuées sur un jeu d'étalons et des concentrations spécifiées pour ces étalons.



Ces coefficients sont ensuite utilisés pour calculer la concentration des échantillons en mémoire. La même procédure appliquée aux données des échantillons et aux données des étalons donne les résultats les plus précis.

Avantages

Un spectrophotomètre à barrette de diodes, associé aux puissantes fonctions d'évaluation des données du logiciel ChemStation, présente de nombreux avantages par rapport aux systèmes traditionnels. On trouvera ci-après une description succincte de quelques-uns de ces avantages du point de vue pratique.

- Un nombre d'étalons pratiquement illimité

Ce principe d'analyse des données vous permet de mesurer vos étalons avant ou après vos échantillons et, au-delà du nombre minimum requis, d'utiliser autant d'étalons que vous voulez pour l'étalonnage.

- Optimisation facile

Du fait qu'il est possible d'accéder à toutes les données brutes (échantillons et étalons), il est très facile d'optimiser les paramètres de votre méthode en choisissant une longueur d'onde d'étalonnage différente et en réétalonnant votre système. Et pour supprimer les données hors limites de votre étalonnage, il suffit de supprimer l'étalon concerné.

1 Présentation du système

Logiciel ChemStation Agilent à usage général pour la spectroscopie UV-visible : présentation générale

- Méthode étalonnée

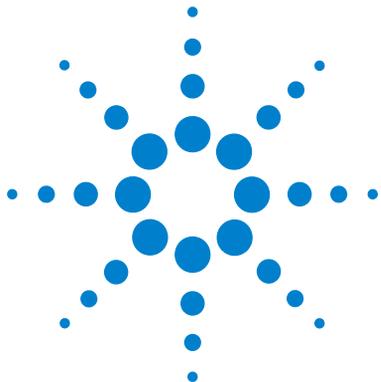
Quand vous enregistrez votre méthode, les étalons présents dans la mémoire sont toujours enregistrés avec la méthode. Quand vous chargez une méthode, vous pouvez analyser directement vos échantillons.

- Optimisation pour un échantillon particulier

Vous pouvez en outre optimiser vos paramètres de longueur d'onde pour un échantillon situé en dehors de la plage de linéarité de l'étalonnage en cours. Grâce à l'excellente reproductibilité des longueurs d'onde de votre spectrophotomètre, vous pouvez sélectionner une longueur d'onde ayant un coefficient d'extinction inférieur pour effectuer une analyse précise de cet échantillon.

- Résumé

Le fait que les données spectrales brutes soient accessibles vous donne de nombreuses possibilités supplémentaires d'optimiser l'étalonnage et l'analyse pour de meilleurs résultats. Cette optimisation est très rapide à réaliser : il suffit de définir de nouveaux paramètres pour la méthode. Vous obtenez de nouvelles réponses presque instantanément. Le concept d'analyse mis en œuvre garantit des résultats cohérents et fiables.



2 Installation et démarrage

Résumé des instructions d'installation du système UV-visible à usage
général Agilent 8453 36

Démarrage d'une session de mesures 38

Ce chapitre ne remplace pas les informations données dans le manuel *Installation du système de spectroscopie UV-visible*. Il résume simplement les principales étapes de l'installation et du démarrage du système.



Résumé des instructions d'installation du système UV-visible à usage général Agilent 8453

Généralités

Vous trouverez une description détaillée du système UV-visible Agilent 8453 dans le manuel *Installation du système de spectroscopie UV-visible*. Ce résumé rappelle les grandes lignes de l'installation.

Spectrophotomètre

- ✓ Vérifiez que la carte JetDirect a bien été installée dans le spectrophotomètre.
- ✓ Vérifiez que le spectrophotomètre est soit connecté à votre PC à l'aide d'un câble torsadé pour réseau local, soit directement connecté au réseau local.

ATTENTION

Ne connectez pas l'adaptateur de réseau local de votre PC à l'interface CAN du spectrophotomètre Agilent 8453. Vous risqueriez de sérieusement l'endommager, car la tension de régime de l'interface CAN (12 V) est supérieure à celle l'adaptateur de réseau local (5 V).

- ✓ Vérifiez que le spectrophotomètre est connecté à une prise secteur.

AVERTISSEMENT

L'instrument doit toujours être connecté à une prise secteur avec terre. Utilisez uniquement le cordon secteur prévu pour votre pays.

- ✓ Avant de mettre le spectrophotomètre sous tension, assurez-vous que le serveur d'initialisation CAG est bien installé sur votre PC ou que l'administrateur du réseau a affecté une adresse IP à votre spectrophotomètre. Pour plus de détails, voir le chapitre « Communication avec le réseau local, installation, connexion et configuration » du manuel *Installation du système de spectroscopie UV-visible*.

PC

- ✓ Vérifiez que tous les périphériques de votre PC sont connectés au secteur.
- ✓ Vérifiez que le logiciel de spectroscopie UV-visible à usage général est installé.
- ✓ Une imprimante doit être configurée sur votre PC.
 - Réglez la taille du papier (par exemple Lettre, A4)
 - Réglez l'orientation sur Portrait
- ✓ Le protocole TCP/IP doit être installé et configuré sur votre PC.
- ✓ L'adresse IP de votre spectrophotomètre doit être configurée.
- ✓ Si vous avez connecté le spectrophotomètre directement au PC, vérifiez que l'application serveur d'initialisation CAG est installée et démarre automatiquement quand vous allumez le PC. Si vous vous connectez au spectrophotomètre par l'intermédiaire d'un réseau local, vérifiez que l'administrateur du réseau a affecté une adresse IP à votre spectrophotomètre.

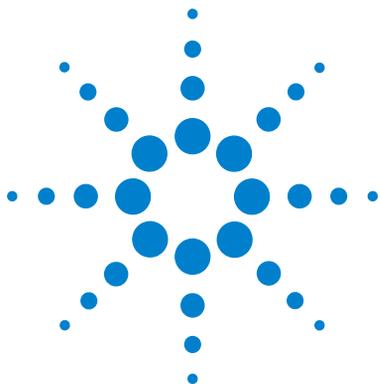
Démarrage d'une session de mesures

Si votre spectrophotomètre est connecté via un réseau, il est important qu'il soit reconnu par le logiciel. Pour cela, il faut qu'une adresse IP unique soit attribuée à votre spectrophotomètre au moment de la mise sous tension. Cette opération est effectuée par l'application de serveur d'initialisation CAG installée sur votre PC en cas de connexion directe au spectrophotomètre, ou par une application serveur du réseau local en cas de connexion via le réseau local. Il est donc important que l'une ou l'autre de ces applications soit active avant la mise sous tension du spectrophotomètre.

- ✓ Allumez votre PC et démarrez le système d'exploitation. Si une imprimante est connectée au système, allumez-la.
- ✓ Assurez-vous que le serveur d'initialisation CAG est opérationnel ou que vous avez ouvert une session sur le réseau local.
- ✓ Mettez le spectrophotomètre sous tension et attendez que le voyant soit vert. La procédure d'autotest du spectrophotomètre prend une minute environ. Pour plus de détails sur le démarrage, voir le chapitre « Installation et démarrage » du manuel *Installation du système de spectroscopie UV-visible*.
- ✓ Pour démarrer la session de mesures, cliquez sur le bouton Démarrer de votre système d'exploitation et sélectionnez Programmes, HP UV-Visible ChemStations, spectrophotometer 1 on line.
- ✓ Votre système est prêt dès que l'indicateur bleu d'état *occupé*, dans la ligne de message, s'éteint.
- ✓ La première mesure que vous devez effectuer est une mesure de référence. Après cet alignement, vous pourrez commencer à mesurer les données d'absorbance et les spectres.

REMARQUE

Il faut environ 15 minutes pour que les lampes se stabilisent. Pour de meilleurs résultats, attendez que ce laps de temps se soit écoulé avant de commencer les mesures.



3 Bonnes pratiques de mesure

Considérations générales 40

Insertion d'une cuve 53

Ce chapitre décrit les opérations suivantes :

- mesures,
- choix du matériau, des spécifications optiques et du type de cuve,
- manipulation et entretien des cuves,
- liste de contrôle pour obtenir de bons résultats,
- choix des solvants,
- préparation d'un échantillon,
- utilisation des filtres,
- agitation de l'échantillon et régulation de la température,
- insertion des cuves dans le porte-cuve.



Considérations générales

Beaucoup de facteurs peuvent avoir un impact sur les résultats des mesures. Quelques-uns des plus importants seront abordés.

Conception du spectrophotomètre

Le compartiment à échantillons du spectrophotomètre Agilent 8453 est ouvert. Contrairement aux instruments classiques, le Agilent 8453 ne craint pas la lumière parasite ambiante. Le fait que la zone à échantillons soit ouverte en simplifie l'accès et facilite le branchement d'un tuyau à une cuve à circulation ou à un porte-cuve thermostatable.

Mesures

Mesure à blanc (référence) et mesure d'un échantillon

Votre spectrophotomètre étant un instrument monofaisceau, vous devez effectuer la mesure à blanc avant de mesurer des échantillons. Pour une plus grande précision des mesures, la mesure de l'échantillon doit être effectuée le plus rapidement possible après la mesure à blanc.

En règle générale, la mesure à blanc doit être renouvelée aussi souvent que possible. Même dans un environnement thermiquement stable, il est conseillé d'effectuer une mesure à blanc toutes les demi-heures pour être sûr d'obtenir des résultats précis.

Du point de vue chimique, la seule différence entre la mesure à blanc et la mesure d'un échantillon devrait être la présence du ou des composé(s) à analyser. Pour les mesures sur des échantillons liquides, le blanc doit être une cuve que vous remplirez avec le solvant que vous avez l'intention d'utiliser.

Matériau des cuves

Vous devez utiliser des **cuves en quartz** ou des cuves à faces latérales en quartz si vous voulez exploiter la totalité du domaine de longueur d'onde de votre spectrophotomètre qui est compris entre 190 et 1100 nm.

Si vous avez l'intention de travailler uniquement dans le domaine de la lumière visible et/ou du proche infrarouge, c'est-à-dire entre 350 et 1100 nm, vous pouvez utiliser des cuves en verre de bonne qualité.

Il existe également des cuves en plastique jetables pour les mesures dans la gamme 400–1100 nm. La qualité de ces cuves est variable et leur emploi n'est généralement pas recommandé.

Spécifications optiques des cuves

La précision des valeurs mesurées par un spectrophotomètre à barrette de photodiodes est très sensible aux décalages spatiaux du faisceau lumineux. Les cuves dont les parois opposées ne sont pas parallèles, dites cuves à faces non parallèles, provoquent un décalage spatial du faisceau lumineux (voir [Figure 4](#)). Il faut donc que les parois opposées de la cuve illuminées par le faisceau lumineux soient parfaitement parallèles. Le parallélisme est déterminé en mesurant l'*angle formé par les deux parois opposées de la cuve*. Nous recommandons d'utiliser des cuves ayant un trajet optique de 10 mm avec un *angle inférieur à 0,1 degré d'arc*.

3 Bonnes pratiques de mesure

Considérations générales

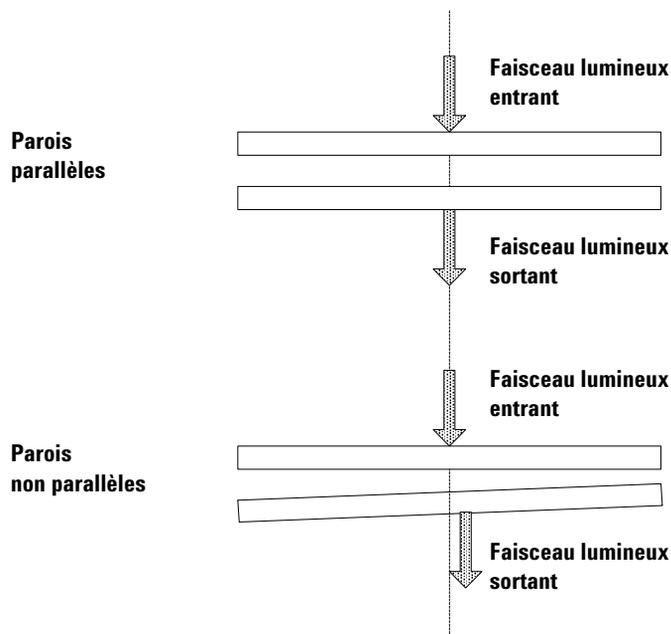


Figure 4 Décalage du faisceau lumineux du spectrophotomètre dû au non-parallélisme des parois d'une cuve

Cuves à ouverture

Dans les applications où le volume de l'échantillon est limité, on utilise des cuves à *ouverture* ou microcuves. La largeur de ces cuves est réduite pour diminuer le volume, et la *partie aveugle de la cuve doit être noircie* pour éviter toute transmission et reflet indésirables à travers les parois latérales. Si les parois latérales ne sont pas noircies, on obtiendra une précision photométrique insuffisante et, en cas de concentrations différentes, une mauvaise linéarité.

L'inconvénient des cuves à ouverture et des microcuves est qu'une partie du faisceau est bloquée. Toute la lumière ne traverse pas l'échantillon et il peut y avoir une perte de sensibilité. Voir la [Figure 5](#) pour connaître les cuves recommandées et la [Figure 6](#) pour connaître celles qui ne doivent pas être employées avec l'instrument.

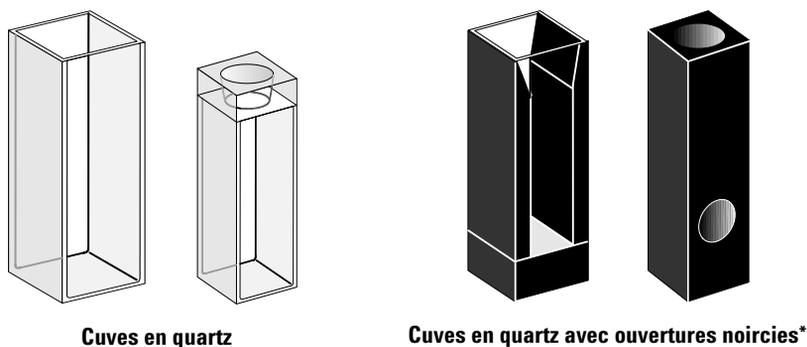
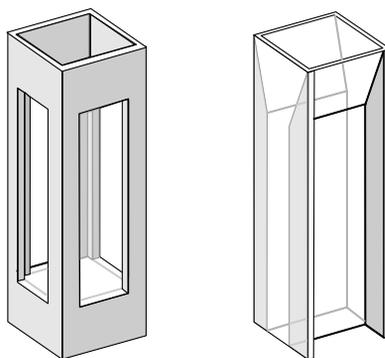


Figure 5 Cuvettes recommandées

ATTENTION

* Utilisées avec un passeur de cuvettes, les cuvettes en quartz avec ouvertures noircies de moins de 2 mm peuvent donner des mesures de faible reproductibilité.



**Cuves en quartz avec ouvertures transparentes,
cuves à fluorescence, cuves en plastique**

Figure 6 Cuvettes qui ne doivent pas être employées avec l'instrument

Cuves à circulation

Nous recommandons d'utiliser une pompe à échantillon avec une cuve à circulation pour obtenir des mesures de grande précision. La cuve à circulation évite d'avoir à déplacer la cuve entre la mesure à blanc et la mesure de l'échantillon. De plus, la cuve peut être rincée à fond à l'aide de la solution à mesurer.

Pour des résultats d'une grande fiabilité, la forme de la cuve à circulation doit permettre de réduire le plus possible le piégeage des bulles et la formation de *courants de convection*.

Manipulation et entretien des cuves

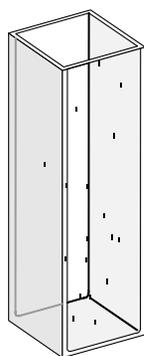
Passivation des cuves neuves

Si vous remplissez de solution d'échantillon une cuve neuve non passivée, vous constaterez que des bulles d'air se collent sur les fenêtres de la cuve. Pour éviter la formation de ces bulles, rincez la cuve à l'aide de la solution de nettoyage et de passivation (référence 5062-8529). La procédure de nettoyage est indiquée sur l'étiquette du flacon de la solution.

Nettoyage des cuves

Les matières grasses déposées par les doigts sont des absorbeurs majeurs dans la gamme des UV et, si on les laisse sur les surfaces optiques, elles peuvent être à l'origine de résultats erronés. Éliminez avec un chiffon doux toutes les traces de doigts et de contaminants avant d'utiliser la cuve à échantillon.

N'employez que du papier optique de grande qualité (référence 9300-0761) et ne séchez jamais l'intérieur d'une cuve avec du papier optique. Utilisez plutôt de l'air comprimé sec qui évite le dépôt de particules de papier dans la cuve, ou rincez-la avec le blanc ou la solution d'échantillon. Toute particule en suspension dans la cuve fera dévier le faisceau lumineux et donnera des mesures spectrales de très mauvaise qualité.



Toute particule en suspension
fera dévier et dispersera le
faisceau lumineux

Figure 7 Particules en suspension dans une cuve

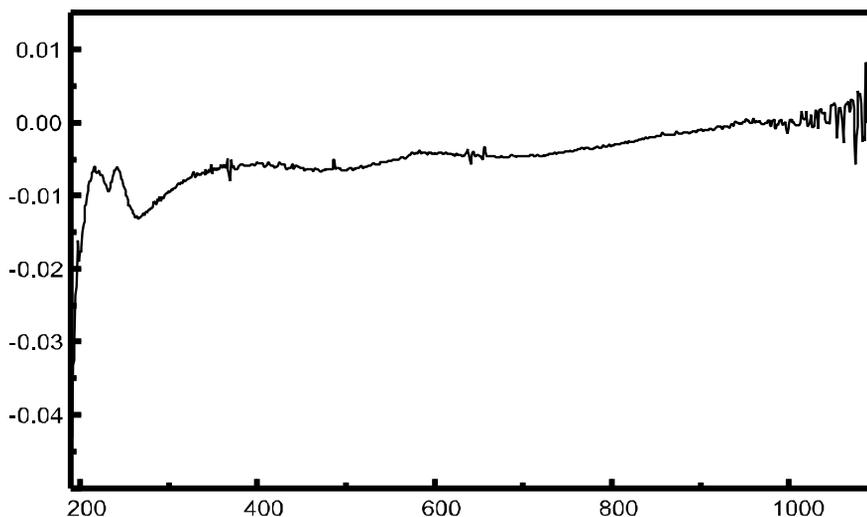


Figure 8 Spectre pris avec des particules en suspension dans le faisceau lumineux

Le papier optique pour lunettes ou autres usages contient souvent des détergents ou des lubrifiants qui peuvent fausser les mesures. Dans la mesure du possible, évitez de nettoyer les parois de la cuve entre la mesure à blanc et la mesure de l'échantillon.

3 Bonnes pratiques de mesure

Considérations générales

Manipulation des cuves

Placez toujours les cuves dans le même sens pour limiter les problèmes dus à un manque d'uniformité. Pour de meilleurs résultats avec les microcuves, laissez la cuve en place pendant toute la séquence de mesure. Retirez et remplacez les solutions à l'aide d'une pipette ou utilisez des cuves à circulation.

ATTENTION

Si vous utilisez une pipette Pasteur en verre, prenez soin de ne pas toucher ou rayer les fenêtres optiques de la cuve avec la pipette.

Solvants

Le choix du solvant doit reposer principalement sur ses caractéristiques d'absorbance dans le domaine de longueurs d'onde voulu, sur ses propriétés de solvant des composés à analyser et sur les conditions expérimentales. Le [Tableau 1](#) donne la liste des solvants courants et la limite inférieure de leur gamme de longueurs d'onde utile.

Tableau 1 Limite inférieure de propagation des UV pour quelques solvants courants

| Limite inférieure | Solvant |
|---------------------|--|
| 180–195 nm | Acide sulfurique (96 %) Eau Acétonitrile |
| 200–210 nm | Cyclopentane Hexane Glycérine 2,2,4-Triméthylpentane Méthanol |
| 210–220 nm | Alcool dibutylique Alcool isopropylique Cyclohexane Ether sulfurique |
| 245–260 nm | Chloroforme Acétate d'éthyle Formiate de méthyle |
| 265–275 nm | Tétrachlorure de carbone Diméthylsulfoxyde Diméthylformamide Acide acétique |
| 280–290 nm | Benzène Toluène m-xylène |
| Au-dessus de 300 nm | Pyridine Acétone Sulfure de carbone |

AVERTISSEMENT

Beaucoup de solvants du **Tableau 1** sont des produits dangereux. Informez-vous sur leurs propriétés avant de les employer.

3 Bonnes pratiques de mesure

Considérations générales

Quand vous utilisez des solvants volatils comme l'acétone ou le chlorure de méthylène, vérifiez que la cuve est bouchée. L'évaporation du solvant peut modifier la concentration du soluté ou provoquer du *bruit* dû à des courants de convection dans la solution. Dans les deux cas, la précision des mesures sera altérée. Nous vous recommandons également de recourir à l'agitation des échantillons et à la régulation de la température quand vous employez des solvants volatils.

Quand vous utilisez de l'eau comme solvant, nous vous recommandons d'utiliser de l'eau de qualité UV ou CLHP, afin de réduire l'absorbance due aux impuretés contenues dans l'eau. Si vous utilisez le système pompe/échantillonneur, l'eau doit être dégazée pour éviter la formation de bulles dans la cuve à circulation, notamment si l'eau vient d'un récipient sous pression.

Préparation des échantillons

La cuve doit être rincée trois à cinq fois avec le solvant que vous comptez utiliser avant d'être remplie avec le solvant pur qui servira pour la mesure. Pour éliminer les restes de solvant, retournez la cuve sur du papier absorbant. Cette opération réduira la contamination due aux expériences précédentes.

Les échantillons qui contiennent des dispersions colloïdales, de la poussière ou d'autres particules doivent être filtrés, centrifugés ou décantés. Sinon, le spectre global d'atténuation de transmission dû à la dispersion et/ou à la réflexion de la lumière masquera les informations spectrales des composés analysés.

Echantillons photosensibles

Certaines substances sont très photosensibles. Elles se dégradent ou subissent des réactions photochimiques quand elles sont exposées à la lumière. La diminution de l'absorbance de l'échantillon dans le temps permet de s'en rendre compte facilement.

Emploi de filtres

Les ultraviolets, caractérisés par une faible longueur d'onde et une énergie élevée, sont ceux qui risquent le plus de dégrader les échantillons photosensibles. En cas de problème, vous pouvez bloquer de manière sélective certaines parties du spectre UV à l'aide d'un filtre d'obturation. Il existe pour le spectrophotomètre une roue porte-filtre optique ainsi que trois filtres d'obturation. La longueur d'onde de coupure du filtre choisi doit être suffisamment faible pour ne pas éliminer d'informations spectrales importantes, et suffisamment élevée pour bloquer la lumière susceptible de dégrader l'échantillon. Si vous utilisez un filtre avec les échantillons, vous devez utiliser le même filtre pour la mesure à blanc.

Mise hors tension de la lampe au deutérium

Le rayonnement de courte longueur d'onde susceptible de provoquer une photodégradation est celui qui est émis par la lampe au deutérium. Pour les applications où les mesures sont prises à des longueurs d'onde supérieures à 400 nm, la lampe au deutérium peut être éteinte. L'intensité lumineuse de la lampe au tungstène est suffisante pour obtenir un bon rapport signal/bruit dans le domaine compris entre 400 et 1100 nm. Quand vous utilisez des cuves avec de petites ouvertures, vérifiez le rapport signal/bruit en effectuant des mesures de l'échantillon dans les conditions de votre application.

Agitation des échantillons et régulation de la température

L'homogénéité de la solution peut être un problème, notamment en cas de solutions visqueuses. Il arrive que, du fait de gradients induits par convection, des changements rapides d'absorbance donnent des données non reproductibles. Ces changements peuvent être observés par spectroscopie en prenant des mesures avec de courtes durées d'intégration. Pour limiter les

effets de la convection, maintenez l'échantillon à la même température que le porte-cuve ou l'air ambiant. Ces problèmes peuvent aussi être réduits en utilisant un porte-cuve thermostatable et/ou un agitateur.

Un effet similaire peut se produire en cas de mélange incomplet, notamment lorsque la densité ou la miscibilité du solvant et des composés sont très différentes. Là encore, l'agitation permet de prévenir ce type de problème.

Dans une cuve qui n'a pas été agitée, on observe parfois une photodégradation localisée des composés sensibles. Le volume d'échantillon traversé par le faisceau lumineux étant très faible, le fait d'agiter l'échantillon réduit le temps pendant lequel une molécule quelconque du composé se trouve dans le faisceau lumineux. On diminue ainsi la photodégradation et on augmente l'homogénéité. L'emploi d'une cuve à circulation continue peut donner des résultats similaires.

Liste de contrôle pour des résultats optimaux

Cuve :

- ✓ La cuve est en quartz ou en verre.
- ✓ Les cuves à ouverture ont des parois latérales noircies.
- ✓ Les cuves à ouverture ont une ouverture supérieure ou égale à 3 mm.
- ✓ Les fenêtres des cuves sont dépourvues de traces de doigts et autres formes de contamination.
- ✓ Une cuve à circulation est utilisée à la place de la cuve à ouverture standard.

Mesures :

- ✓ La solution dans la cuve ne contient pas de particules en suspension.
- ✓ La solution dans la cuve et les parois de la cuve sont dépourvues de bulles.
- ✓ La solution dans la cuve a été mélangée de manière homogène.
- ✓ Le blanc mesuré utilise le solvant de l'échantillon.
- ✓ La mesure à blanc fait apparaître une ligne de base plate (la [Figure 9](#) et la [Figure 10](#), pages 51 et 52 montrent une bonne et une mauvaise ligne de base).

- ✓ L'orientation de la cuve pour la mesure à blanc et la mesure de l'échantillon est la même.
- ✓ L'idéal est de ne pas retirer la cuve entre les mesures, ce qui suppose que l'on effectue le remplissage/rinçage à l'aide d'une pipette ou que l'on emploie une cuve à circulation.
- ✓ Le temps qui s'écoule entre la mesure à blanc et la mesure de l'échantillon doit être court.

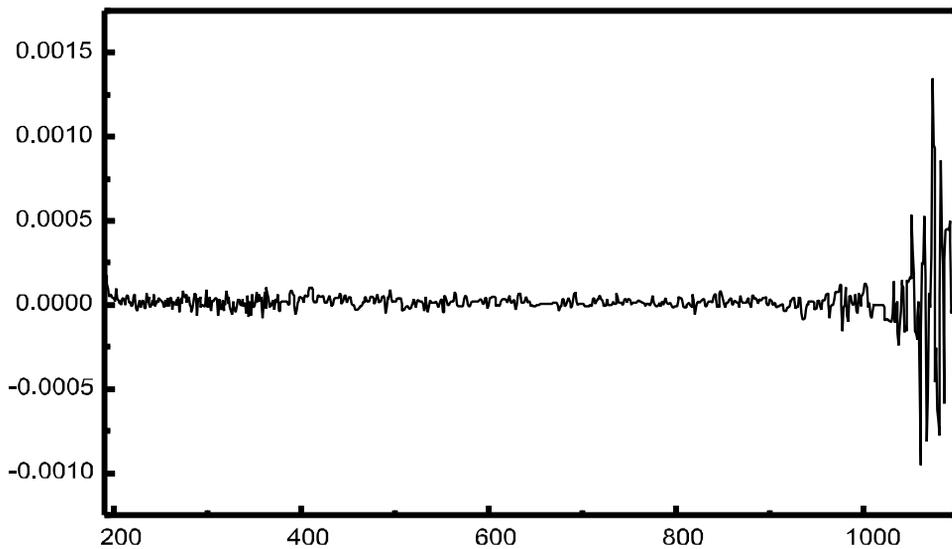


Figure 9 Exemple d'une mesure à blanc avec de l'eau montrant une bonne ligne de base

3 Bonnes pratiques de mesure

Considérations générales

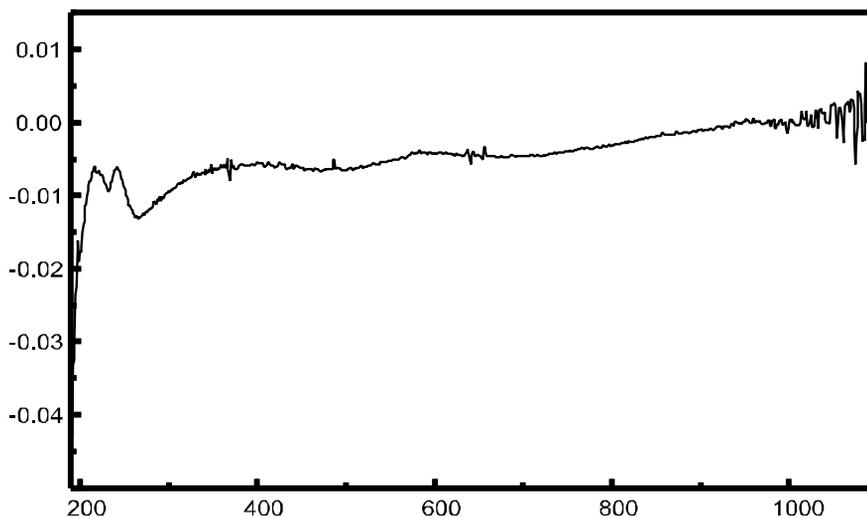


Figure 10 Exemple d'une mesure à blanc avec de l'eau contenant des bulles donnant une mauvaise ligne de base

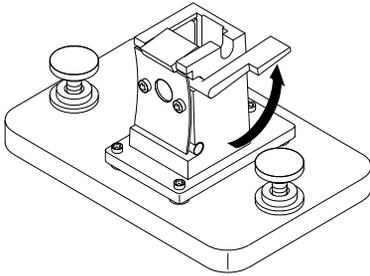
REMARQUE

Si le spectre de blanc présente des défauts comme ceux de la [Figure 10](#), voir la section "[Solvants](#)", page 46 pour optimiser la procédure de mesure.

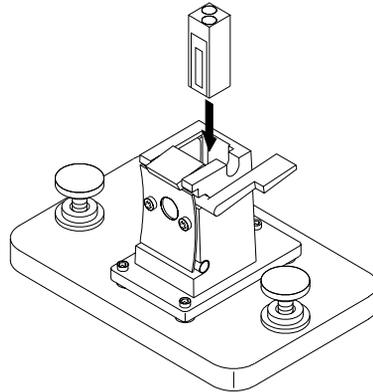
Insertion d'une cuve

Le spectrophotomètre est livré avec le porte-cuve standard monocuve que vous devez d'abord installer dans le compartiment à échantillons. Ce porte-cuve peut recevoir des cuves standard ou des cuves à circulation. Pour insérer une cuve dans le porte-cuve :

1 Tournez le levier de verrouillage vers le haut.



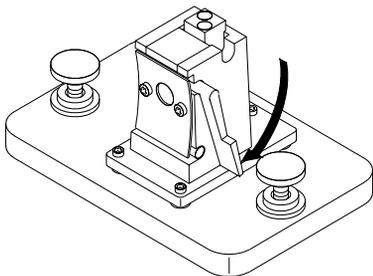
2 Insérez la cuve en veillant à l'orienter correctement. Les parois dépolies (non transparentes) de la cuve *ne doivent pas* se trouver sur le trajet du faisceau lumineux.



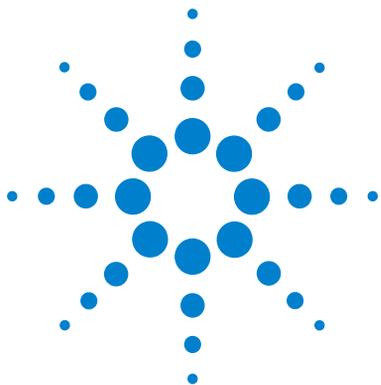
3 Bonnes pratiques de mesure

Insertion d'une cuve

3 Immobilisez la cuve en tournant le levier de verrouillage vers le bas.



Les cuves à circulation de faible contenance, en particulier celles qui ont une ouverture de moins de 2 mm, peuvent nécessiter l'emploi du porte-cuve réglable proposé en option. Celui-ci vous permettra de bien centrer les cuves par rapport au faisceau lumineux.



4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

| | |
|---|----|
| Démarrage de votre première session de mesures | 56 |
| Démarrage du logiciel UV-visible | 58 |
| Mesure de l'absorbance de la caféine à 273 nm | 59 |
| Enregistrement de vos paramètres en tant que méthode | 62 |
| Recherche et impression d'une méthode | 64 |
| Enregistrement et recherche de données | 67 |
| Aperçu des rapports avant impression | 73 |
| Comment trouver le maximum d'absorbance de la caféine | 76 |
| Saisie de la longueur du trajet optique de la cuve | 80 |
| Commande de la pompe à échantillon | 82 |
| Utilisation du passeur de cuves | 84 |
| Analyse quantitative avec des étalons | 87 |
| Comment être sûr que mon Agilent 8453 fonctionne correctement ? | 94 |
| Comment mieux comprendre le principe de la spectroscopie UV-visible ? | 97 |
| Quand faut-il effectuer une mesure à blanc ? | 99 |



Démarrage de votre première session de mesures

- 1 Vérifiez que votre système UV-visible Agilent 8453 a été correctement installé.

Pour plus de détails sur l'installation, reportez-vous au manuel *Installation du système de spectroscopie UV-visible*.

- 2 Allumez votre PC, votre moniteur et votre imprimante.
- 3 Démarrez le système d'exploitation de votre PC.

Vérifiez que votre serveur d'initialisation est actif dans la barre des tâches de votre système ou que votre administrateur réseau a bien intégré votre spectrophotomètre Agilent 8453 dans le réseau local.



- 4 Mettez votre spectrophotomètre Agilent 8453 sous tension.

Un serveur d'initialisation affecte une adresse IP à votre spectrophotomètre. Dans le cas d'une installation standard, c'est le serveur d'initialisation CAG qui exécute cette tâche.

- 5 Lancez la session de mesures en sélectionnant Instrument 1 online dans le menu.

Le tableau de bord de l'instrument indique l'état du spectrophotomètre et le bouton Blank est activé.

- 6 La première chose à faire est de mesurer une référence. En général, on met en place la cuve remplie de solvant (celui qui sera utilisé avec l'échantillon) et on effectue une mesure à blanc. Pour lancer la mesure, cliquez sur le bouton Blank du tableau de bord de l'instrument ou appuyez sur le bouton Blank du spectrophotomètre.

Une mesure à blanc est une mesure de référence associée à la mesure du spectre de la ligne de base. Le spectre de la ligne de base donne des indications supplémentaires sur l'absorbance des fenêtres des cuves et du solvant. Les zones de bruit important sont indirectement le signe d'une forte absorbance.

REMARQUE

Pour obtenir des mesures d'une grande reproductibilité, attendez que le spectrophotomètre et les lampes atteignent l'équilibre thermique. Le temps nécessaire dépend des conditions ambiantes. Le spectrophotomètre devrait être prêt au bout de 45 minutes.

7 La mesure suivante est la mesure de votre échantillon. Pour obtenir des résultats exacts, utilisez la même cuve et conservez la même orientation par rapport au faisceau lumineux. Rincez la cuve trois fois environ à l'aide de la solution d'échantillon et lancez la mesure en cliquant sur le bouton Sample (Echantillon) du tableau de bord de l'instrument ou en appuyant sur le bouton Sample du spectrophotomètre.

REMARQUE

Pour plus de détails sur l'insertion de la cuve, voir la section "[Insertion d'une cuve](#)" , page 53.

Démarrage du logiciel UV-visible

Cette section décrit comment démarrer une session ChemStation Agilent sur votre PC. Vous pouvez lancer une session en temps réel pour effectuer des mesures, ou une session en différé pour optimiser les paramètres d'analyse d'une méthode, recalculer des résultats ou imprimer des rapports.

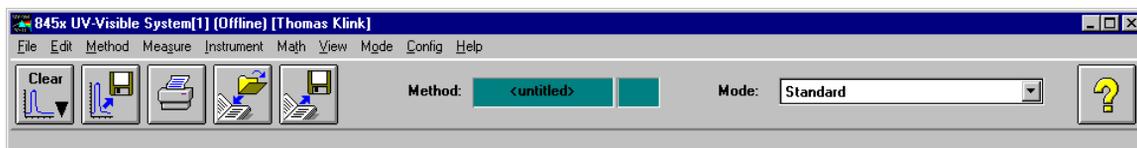
Vous ne pouvez lancer sur votre PC qu'une seule session en temps réel, mais vous pouvez lancer parallèlement plusieurs sessions en différé, ce qui vous permet d'optimiser les paramètres de votre méthode par comparaison directe des ensembles de données identiques.

- 1** Allumez votre PC, votre moniteur et votre imprimante.
- 2** Démarrez le système d'exploitation de votre PC.
- 3** Pour lancer une session ChemStation Agilent, sélectionnez Instrument 1 online pour exécuter une session de mesures en temps réel, ou Instrument 1 offline pour optimiser une méthode ou évaluer des données en différé.
- 4** Entrez votre nom pour ouvrir une session sur votre ChemStation Agilent. Si vous avez protégé votre niveau administrateur par un mot de passe, entrez ce mot de passe. Le système reprendra le dernier mode et la dernière méthode utilisés.

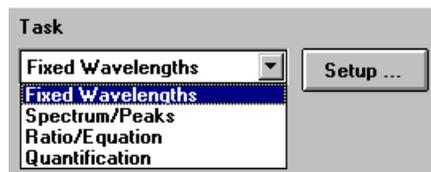
Mesure de l'absorbance de la caféine à 273 nm

Cette section décrit la procédure à suivre pour mesurer l'échantillon de caféine livré avec votre spectrophotomètre. Cette mesure sert également pour la qualification de l'installation de votre spectrophotomètre Agilent 8453.

- 1 Vérifiez que vous êtes en mode Standard. Le mode actif est indiqué dans la barre d'outils de votre session ChemStation Agilent.



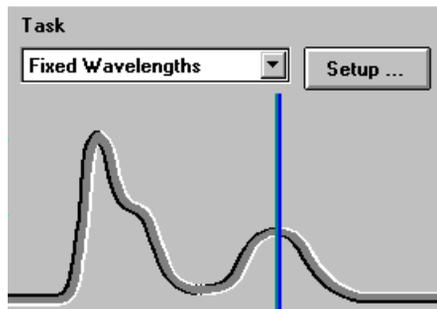
- 2 Sélectionnez la tâche Fixed Wavelength (Longueur d'onde fixe) dans la zone de sélection du tableau de bord d'analyse (Analysis Panel).



- 3 Cliquez sur Setup (Configurer) dans le tableau de bord d'analyse pour ouvrir la boîte de dialogue des paramètres.

4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

Mesure de l'absorbance de la caféine à 273 nm

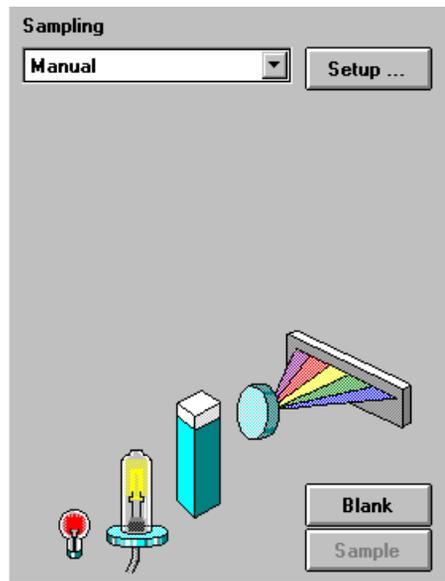


- 4 Tapez la longueur d'onde voulue dans la section Wavelengths de la boîte de dialogue Fixed Wavelength(s) Parameters (Paramètres des longueurs d'ondes fixes). Réglez l'affichage des spectres dans une plage de longueurs d'ondes comprise entre 190 et 400 nm dans la zone Display spectrum (Afficher le spectre). Cliquez sur OK pour valider vos paramètres.

The figure shows the 'Fixed Wavelength(s) Parameters' dialog box. It has a title bar with a close button. The 'Wavelengths' section contains a 'Use wavelength(s):' field with the value '273' and a 'Background correction:' dropdown menu set to 'none'. Below this is a checkbox for 'Prompt for sample information'. The 'Data type' section has a dropdown menu set to 'Absorbance'. The 'Display spectrum' section has 'From: 190 nm' and 'To: 340 nm' fields. At the bottom are 'OK' and 'Cancel' buttons.

- 5 Prenez la cuve en quartz avec un trajet optique de 1 cm et remplissez-la d'eau distillée. Relevez le levier sur la gauche du porte-cuve. Introduisez la cuve dans le porte-cuve en veillant à mettre les fenêtres transparentes face à l'avant et à l'arrière du spectrophotomètre. Rabaissez le levier pour immobiliser la cuve dans le porte-cuve.

- Appuyez sur le bouton Blank sur le panneau avant du spectrophotomètre ou cliquez sur Blank (Mesure à blanc) dans le tableau de bord de l'instrument pour lancer la procédure de mesure.



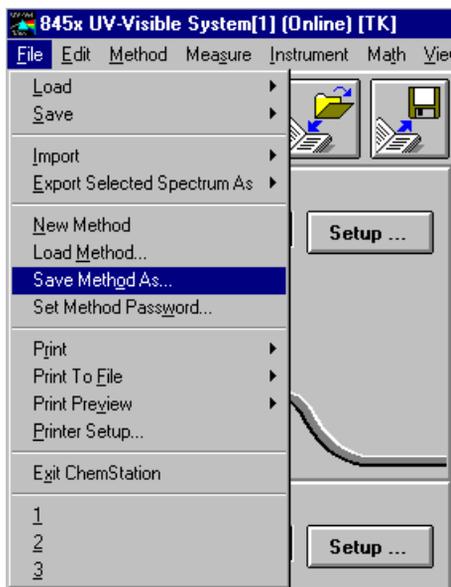
- Mémorisez l'orientation de la cuve dans le porte-cuve. Relevez le levier pour libérer la cuve, retirez celle-ci et rincez-la trois fois avec environ 1 ml de l'échantillon de caféine. Puis remplissez la cuve d'environ 3 ml d'échantillon de caféine. Vérifiez que les fenêtres de la cuve sont propres et remettez la cuve dans la même position que pour la mesure de référence. Rabaissez le levier du porte-cuve.
- Appuyez sur le bouton Sample (Echantillon) sur le panneau avant du spectrophotomètre ou cliquez sur Sample dans le tableau de bord de l'instrument pour lancer la procédure de mesure.
- La vue montre le spectre de l'échantillon de caféine avec une ligne verticale indiquant la longueur d'onde spécifiée. Le tableau des échantillons/résultats (Sample/Result Table), sous le spectre, montre l'absorbance mesurée à 273 nm.

Enregistrement de vos paramètres en tant que méthode

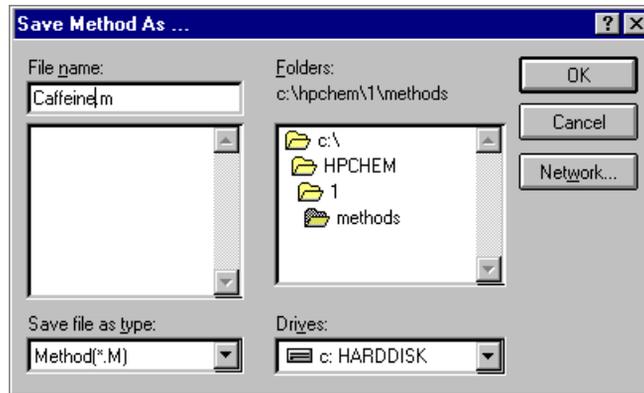
Cette section explique comment enregistrer vos paramètres pour une session ChemStation Agilent ultérieure. Il suffira de charger votre méthode pour régler la ChemStation Agilent et refaire les mesures. Une bibliothèque des méthodes facilite les travaux de routine du laboratoire.

Supposons que les paramètres courants définissent la méthode utilisée pour analyser un échantillon de caféine. Pour pouvoir refaire cette analyse, vous pouvez stocker en permanence sur le disque tous les paramètres définis. Cela vous permettra de charger cette méthode sur votre système ou même de la transférer à un collègue utilisant un système ChemStation Agilent.

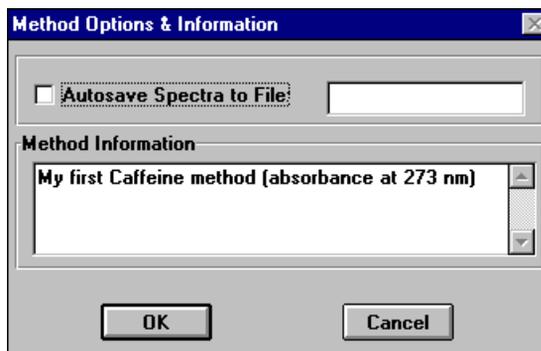
- 1 Sélectionnez Save Method As... (Enregistrer la méthode sous...) dans le menu File (Fichier) ou cliquez sur l'icône correspondante.



- 2 Ceci fait apparaître la boîte de dialogue Save Method As... (Enregistrer la méthode sous...). Tapez le nom de la méthode dans le champ File name (Nom du fichier), par exemple Caféine.m. Cliquez sur OK pour enregistrer la méthode.

**REMARQUE**

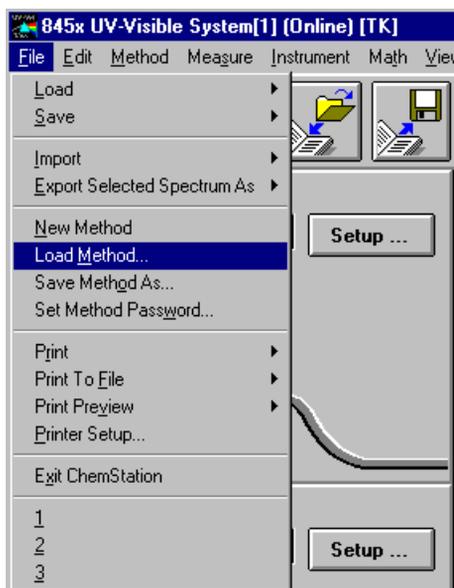
Si vous mettez au point un grand nombre de méthodes, vous pouvez sélectionner Options & Infos... dans le menu Method (Méthode) pour ajouter du texte à titre d'information et simplifier l'accès aux méthodes. Ceci fait apparaître la boîte de dialogue Method Options & Information (Options et informations sur la méthode). Dans la zone Method Information (Informations sur la méthode), vous pouvez entrer un bref texte descriptif qui devient partie intégrante de la méthode considérée.



Recherche et impression d'une méthode

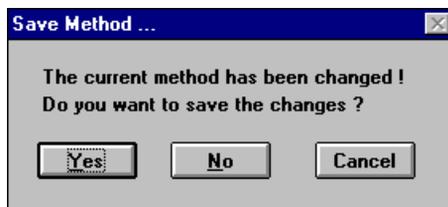
Cette section décrit comment accéder aux méthodes et imprimer un rapport de méthode.

- 1 Sélectionnez Load Method... (Charger une méthode) dans le menu File (Fichier) ou cliquez sur l'icône correspondante dans la barre d'outils.

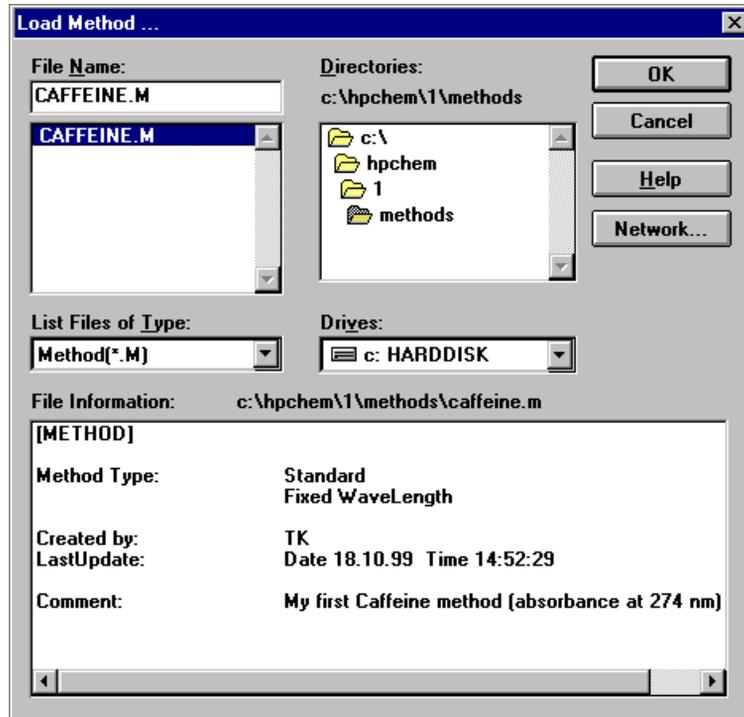


REMARQUE

Si la méthode en cours a été modifiée, une boîte de dialogue vous demande si vous voulez enregistrer ou ignorer les modifications.



- 2 La boîte de dialogue Load Method... (Charger la méthode...) s'affiche. Les informations de la méthode indiquée apparaissent dans la zone File Information (Informations fichier) de la boîte de dialogue.



- 3 Si vous voulez charger cette méthode, cliquez sur OK.

REMARQUE

Chaque fois que vous changez un paramètre de la méthode en cours, une indication apparaît dans la barre d'outils, dans le champ des modifications.

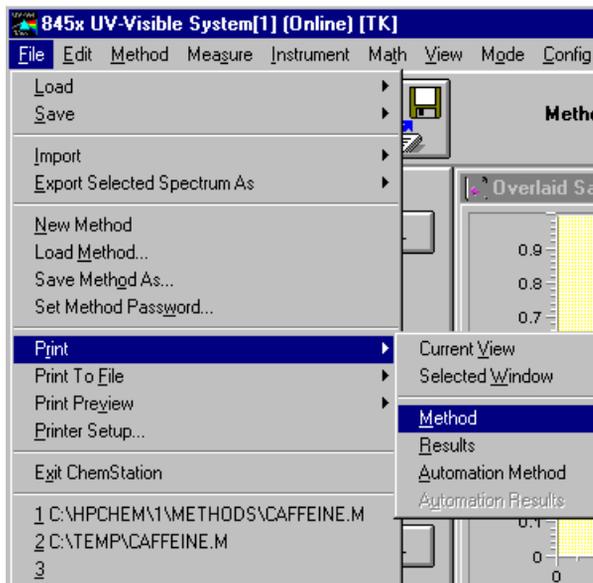


Cela déclenche la fenêtre de rappel évoquée plus haut.

4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

Recherche et impression d'une méthode

- 4 Pour imprimer une méthode, sélectionnez Print, Method (Imprimer, Méthode) dans le menu File (Fichier).



REMARQUE

Pour pouvoir imprimer le rapport de méthode, il faut que votre imprimante soit configurée correctement et en ligne. Si votre imprimante n'est pas en ligne, vous avez la possibilité d'afficher l'aperçu avant impression.

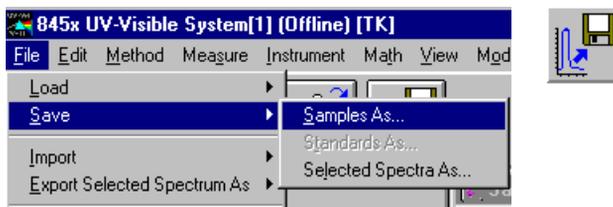
Enregistrement et recherche de données

Cette section explique comment enregistrer et rechercher les données mesurées. Ces données peuvent être utilisées à des fins d'archivage, pour élaborer une méthode ultérieurement ou à des fins d'échange avec d'autres ChemStation Agilent.

Votre ChemStation Agilent a la possibilité de stocker et d'extraire vos données sous un format de données binaires avec total de contrôle (extension *.sd,*.std). Tous les spectres en cours (échantillons ou étalons) peuvent être enregistrés et stockés sur le disque. L'enregistrement et le chargement des données sont possibles avec les lecteurs de disque locaux et ceux du réseau. Par ailleurs, il est possible de sélectionner un seul spectre à sauvegarder.

Enregistrement des échantillons

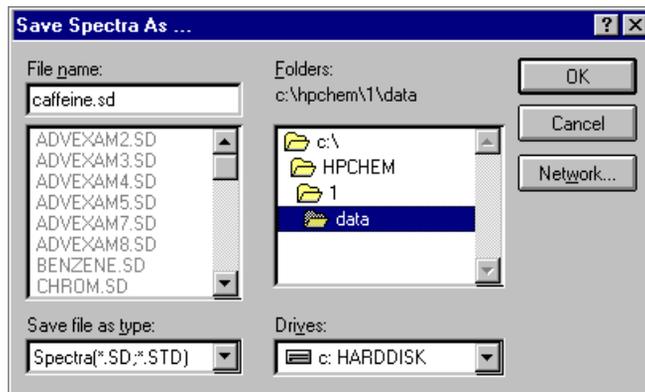
- 1 Sélectionnez Save Samples As... (Enregistrer échantillons sous...) dans le menu File (Fichier) ou cliquez sur l'icône correspondante dans la barre d'outils.



- 2 Sélectionnez l'un de vos fichiers de données dans la boîte de sélection File name (Nom du fichier) de la boîte de dialogue Save Spectra As... (Enregistrer les spectres sous...) ou tapez un nom de fichier valide dans le champ File name.

4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

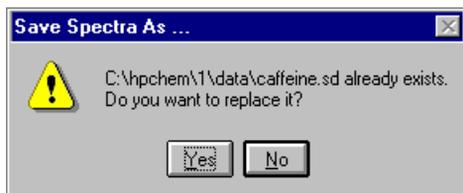
Enregistrement et recherche de données



REMARQUE

Un nom de fichier valide est composé de huit caractères alphanumériques et porte l'extension .sd ou .std. Habituellement, l'extension .std est réservée aux étalons.

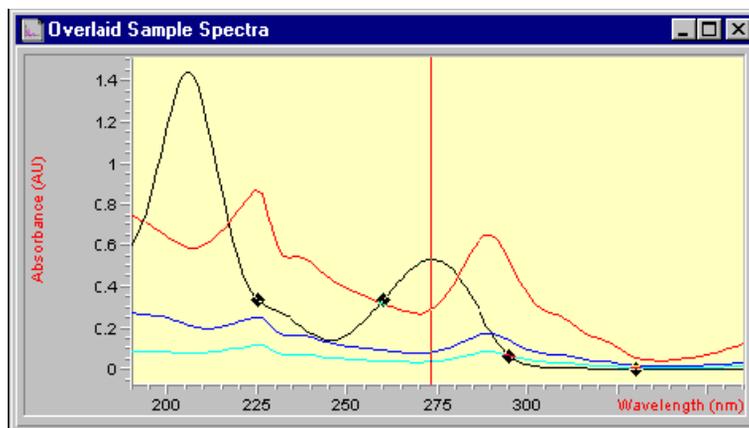
Si le nom de fichier existe déjà, un message s'affiche pour vous proposer d'abandonner ou de continuer l'opération en cours.



3 Cliquez sur OK pour lancer l'opération.

Enregistrement du spectre sélectionné

- 1 Sélectionnez le spectre voulu dans la fenêtre graphique



ou dans la fenêtre Sample/Results Table (Tableau des échantillons/résultats).

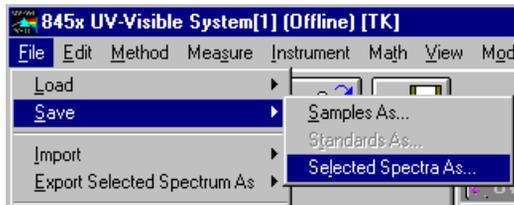
The screenshot shows a window titled "Sample/Result Table" with buttons for "Show Sample Info", "Last Spectrum", "Delete Selected Sample", and "Analyze". Below the buttons is a table with the following data:

| # | Name | Dilut. Factor | Caffeine(mg/L) | Abs<273nm> |
|---|----------|---------------|----------------|------------|
| 1 | Caffeine | 1.00000 | 0.26527 | 0.53053 |

- 2 Sélectionnez Save, Selected Spectra As... (Enregistrer, Spectres sélectionnés sous...) dans le menu File (Fichier).

4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

Enregistrement et recherche de données

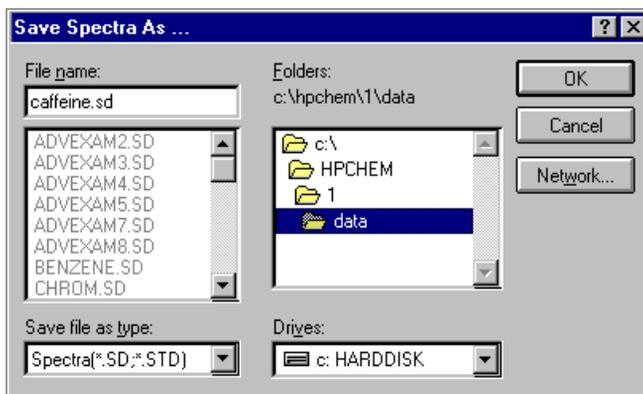


REMARQUE

L'avertissement Select/activate a window! (Sélectionnez/activez une fenêtre!) peut s'afficher sur la ligne des messages, si vous n'avez sélectionné ni la fenêtre Overlaid Sample Spectra (Spectres d'échantillons superposés), ni la fenêtre Sample/Results Table (Tableau des échantillons/résultats).

Select/activate a window!

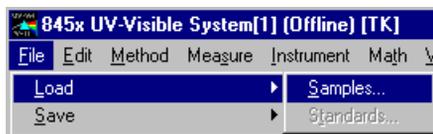
- 3 Sélectionnez l'un de vos fichiers de données dans la boîte de sélection File name (Nom du fichier) de la boîte de dialogue Save Spectra As... (Enregistrer les spectres sous...) ou tapez un nom de fichier valide dans le champ File name.



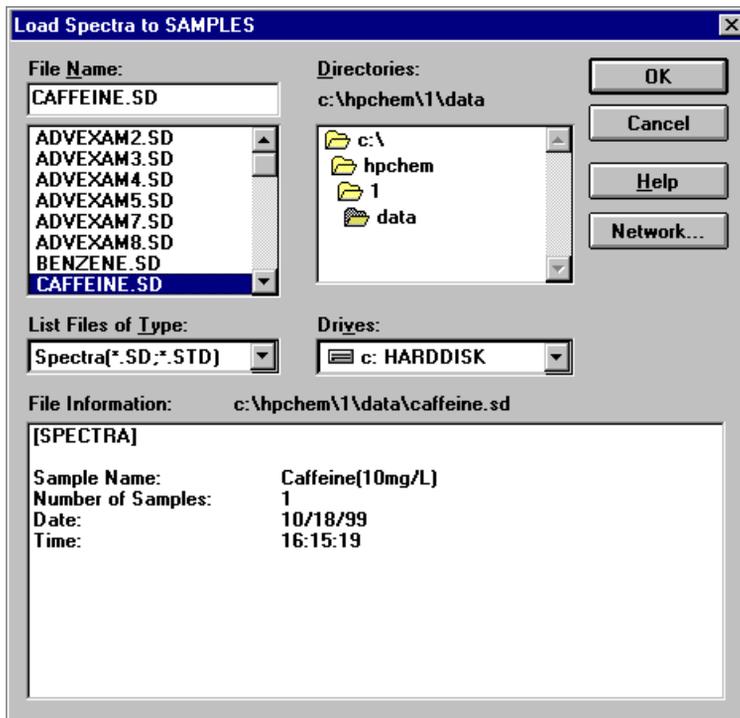
- 4 Appuyez sur OK pour lancer l'opération.

Recherche de spectres

- 1 Sélectionnez Load, Samples... (Charger, Echantillons...) dans le menu File (Fichier).



- 2 Sélectionnez le fichier de données dans la zone de sélection File name de la boîte de dialogue Load Spectra to SAMPLES (Charger les spectres dans ECHANTILLONS).



REMARQUE

Vous pouvez visualiser les informations sur les différents fichiers en déplaçant le curseur dans la zone de sélection des fichiers. Le contenu est mis à jour en fonction de la sélection en cours.

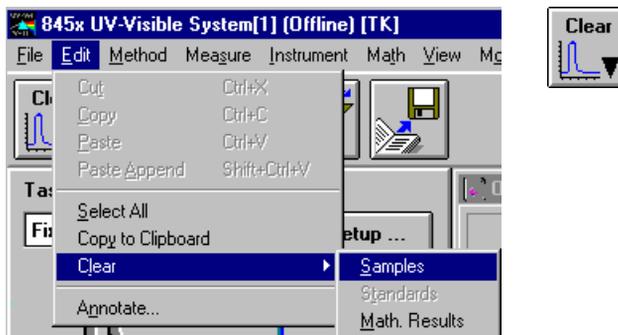
4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

Enregistrement et recherche de données

- 3 Cliquez sur OK pour lancer l'opération. Les spectres disponibles pour votre fichier de données sont ajoutés aux fichiers qui se trouvent déjà dans le conteneur des échantillons de la ChemStation Agilent.

Suppression des spectres en cours

- 1 Sélectionnez Clear, Samples (Effacer, Echantillons) dans le menu Edit (Edition) ou cliquez sur l'icône de la barre d'outils.



REMARQUE

Clear, Standards et Clear, Math. Results (Effacer, Etalons et Effacer, Résultats math.) peuvent être utilisés pour supprimer respectivement les étalons en cours et les spectres calculés mathématiquement de la mémoire de la ChemStation Agilent.

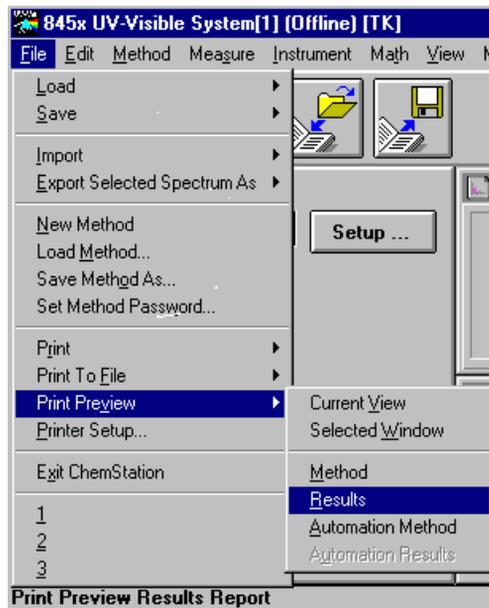
Aperçu des rapports avant impression

La fonction Print Preview (Aperçu avant impression) vous permet de voir le rapport dans une fenêtre distincte de la ChemStation Agilent en fonction des paramètres de l'imprimante configurée. Tous les types de rapports existants peuvent être consultés page à page dans la fenêtre d'aperçu, de même que le nombre de pages générées et leur mise en page. Le rapport affiché peut en outre être imprimé.

Aperçu avant impression d'un rapport de résultats

L'aperçu avant impression fonctionne de la même façon pour tous les types de rapport disponibles. L'exemple suivant montre comment obtenir un aperçu d'un rapport de résultats.

- 1 Sélectionnez Print Preview, Results (Aperçu avant impression, Résultats) dans le menu File (Fichier).



4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

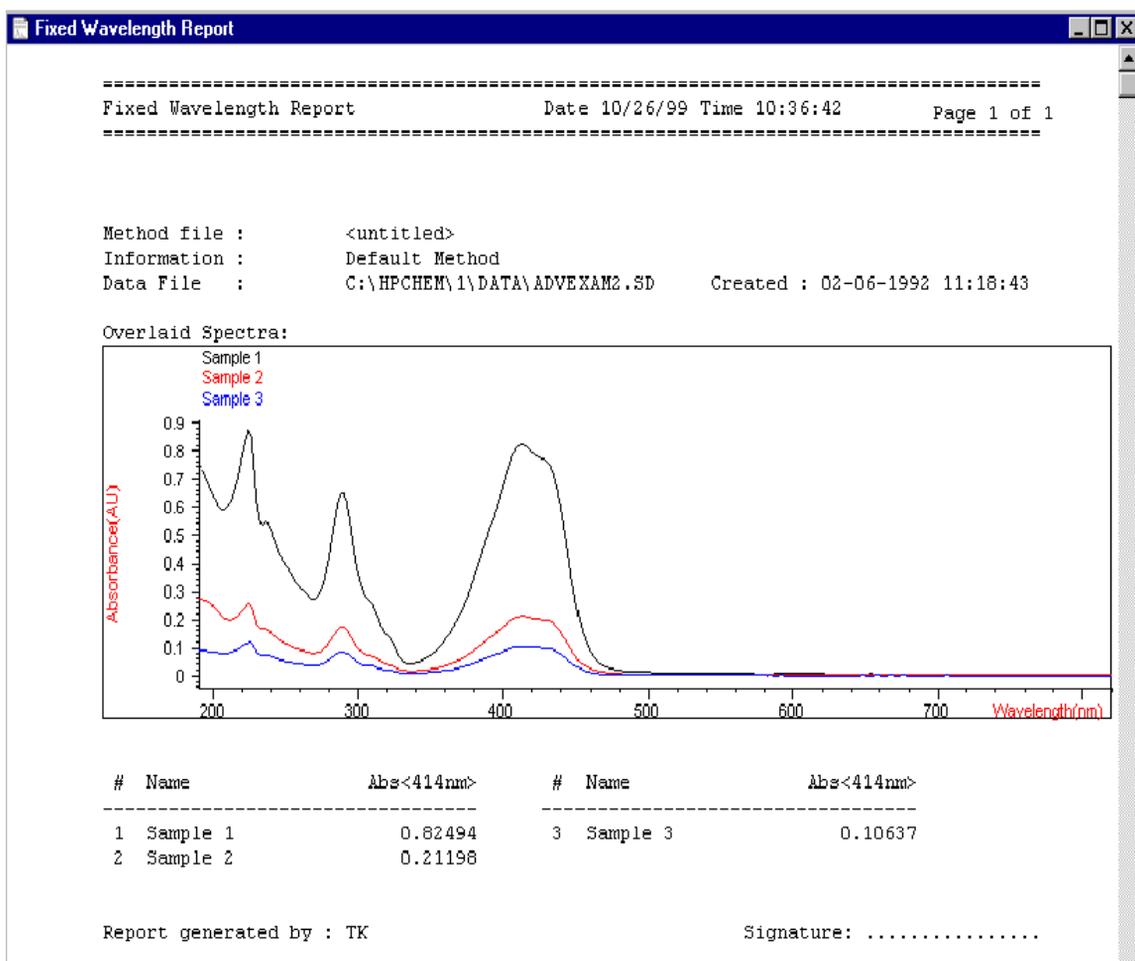
Aperçu des rapports avant impression

REMARQUE

Pour imprimer un rapport de résultats, il faut que vous ayez correctement défini tous les paramètres et que vous ayez des données à évaluer. Si vous n'avez pas de données, le message *No results present!* (*Aucun résultat présent !*) risque de s'afficher.

No results present !

2 Le rapport généré s'affiche dans la fenêtre d'aperçu.



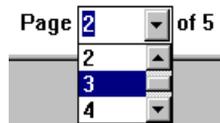
Cette fenêtre vous permet de consulter le rapport page à page. Des barres de défilement apparaissent si la page ne tient pas dans la fenêtre d'aperçu.

Vous pouvez en outre changer la taille de la fenêtre d'aperçu. Trois tailles sont disponibles dans la zone de sélection. Selon la résolution de votre écran, sélectionnez celle qui correspond le mieux à vos besoins.

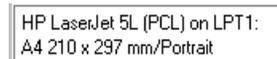


Les fonctions accessibles à partir de la fenêtre d'aperçu avant impression sont les suivantes :

- Les boutons Prev et Next permettent de feuilleter le rapport vers l'arrière et l'avant.
- Une boîte de sélection permet d'aller directement à une page donnée.



- Le bouton Print (Imprimer) transfère le rapport vers l'imprimante affichée dans l'angle inférieur gauche de la fenêtre d'aperçu avant impression.



- Le bouton Close (Fermer) permet de fermer la fenêtre d'aperçu avant impression et de quitter le rapport affiché.

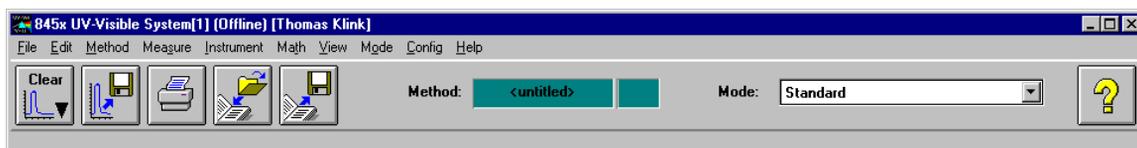
4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

Comment trouver le maximum d'absorbance de la caféine

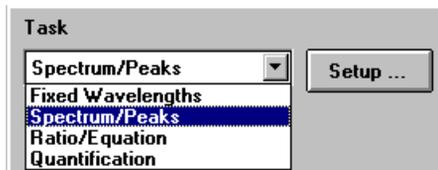
Comment trouver le maximum d'absorbance de la caféine

Cette section explique comment trouver le maximum d'absorbance de votre échantillon de caféine (échantillon de qualification de l'installation).

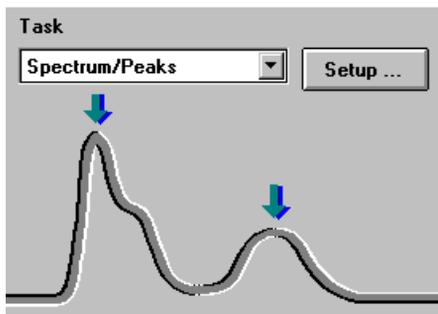
- 1 Vérifiez que vous êtes en mode Standard. Le mode est indiqué dans la barre d'outils de votre session ChemStation Agilent.



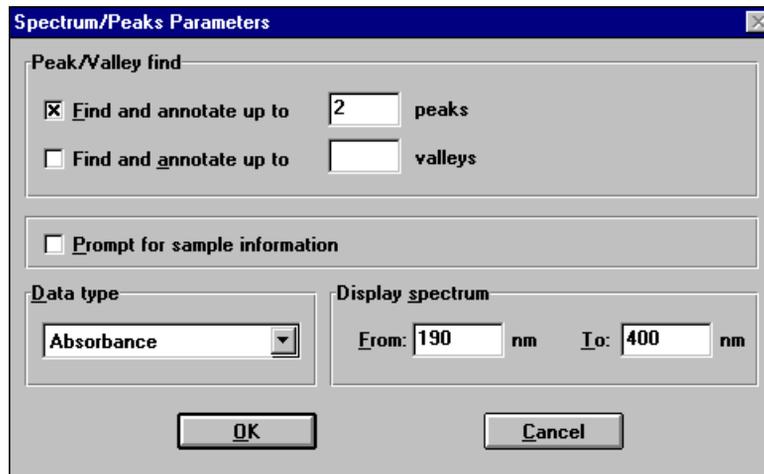
- 2 Sélectionnez l'option Spectrum/Peaks (Spectre/Pics) dans la zone de sélection du tableau de bord d'analyse.



- 3 Utilisez le bouton Setup (Configurer) du tableau de bord d'analyse pour ouvrir la boîte de dialogue des paramètres.



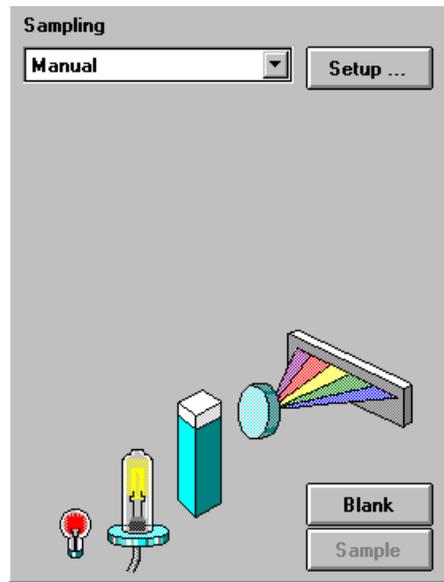
- 4 Tapez 2 comme nombre de pics à trouver et désactivez l'option Valley find (Trouver les vallées). Indiquez Absorbance comme type de données et réglez l'affichage du spectre sur une plage de longueurs d'onde comprise entre 190 et 400 nm dans le champ Display spectrum (Afficher le spectre) de la boîte de dialogue. Cliquez sur OK pour valider vos paramètres.



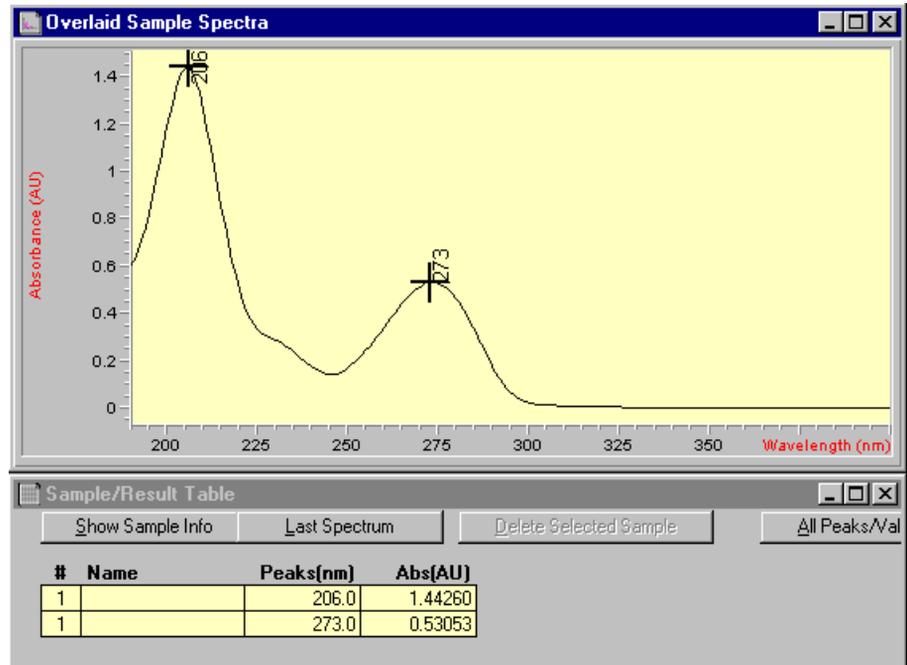
- 5 Prenez la cuve en quartz avec un trajet optique de 1 cm et remplissez-la d'eau distillée. Relevez le levier sur la gauche du porte-cuve. Introduisez la cuve dans le porte-cuve en veillant à mettre les fenêtres transparentes face à l'avant et à l'arrière du spectrophotomètre. Rabaissez le levier pour immobiliser la cuve dans le porte-cuve.
- 6 Appuyez sur le bouton Blank sur le panneau avant du spectrophotomètre ou cliquez sur Blank (Mesure à blanc) dans le tableau de bord de l'instrument pour lancer la procédure de mesure.

4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

Comment trouver le maximum d'absorbance de la caféine



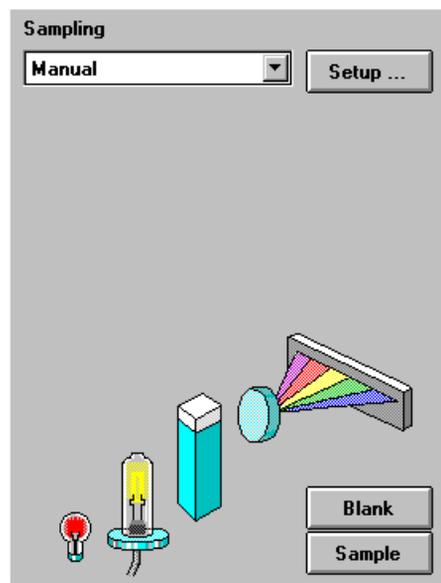
- 7 Mémorisez l'orientation de la cuve dans le porte-cuve. Relevez le levier pour libérer la cuve, retirez celle-ci et rincez-la trois fois avec environ 1 ml de l'échantillon de caféine. Puis remplissez la cuve d'environ 3 ml d'échantillon de caféine. Vérifiez que les fenêtres de la cuve sont propres et remettez la cuve dans la même position que pour la mesure de référence. Rabaissez le levier du porte-cuve.
- 8 Appuyez sur le bouton Sample (Echantillon) sur le panneau avant du spectrophotomètre ou cliquez sur Sample dans le tableau de bord de l'instrument pour lancer la procédure de mesure.
- 9 La vue montre le spectre de votre échantillon de caféine. Deux pics ont été trouvés, marqués et annotés avec leur longueur d'onde. Sous le graphe du spectre, le tableau des échantillons/résultats montre la longueur d'onde des pics trouvés et les valeurs d'absorbance mesurées.



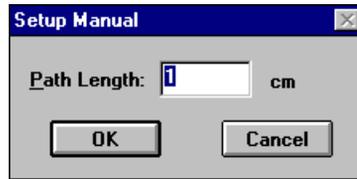
Saisie de la longueur du trajet optique de la cuve

Les cuves utilisées pour les mesures sont spécifiées avec les paramètres du système d'échantillonnage. Dans les calculs quantitatifs, ces paramètres sont utilisés pour le calcul des résultats. Du fait de la liberté de choix offerte pour la longueur du trajet optique, vous devez indiquer la valeur correcte de ce paramètre. Ces informations sont généralement obtenues auprès du fournisseur des cuves. La procédure pour indiquer la longueur du trajet optique en mode manuel de manipulation des cuves est la suivante.

- 1 Cliquez sur Setup (Configurer) dans le tableau de bord de l'instrument.



- 2 Tapez la longueur du trajet optique, en centimètres, dans la boîte de dialogue Setup Manual (Configuration manuelle).



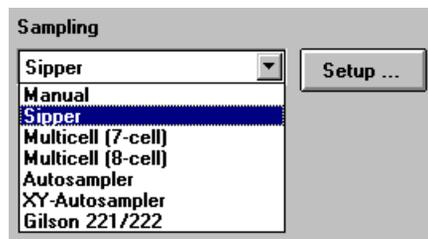
- 3 Cliquez sur OK pour valider la longueur de trajet optique indiquée.

Commande de la pompe à échantillon

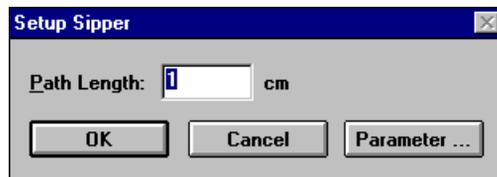
La pompe à échantillon permet, grâce à une pompe péristaltique, de transférer un échantillon dans une cuve à circulation pour effectuer la mesure. Pour piloter la pompe à échantillon par l'intermédiaire du logiciel ChemStation Agilent, vous devez paramétrer le système d'échantillonnage pour qu'il prenne en compte la pompe à échantillon.

D'autres informations, permettant de tenir compte de la longueur du tuyau, du volume mort de la cuve à circulation et du débit de la pompe, devront également être fournies. Pour plus de détails, voir le manuel *Installation et fonctionnement de la pompe à échantillon*.

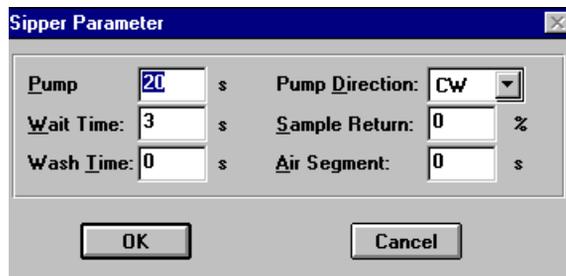
- 1 Sélectionnez Sipper (Pompe à échantillon) dans la zone de sélection du tableau de bord de l'instrument.



- 2 Cliquez sur Setup (Configurer) dans le tableau de bord de l'instrument. Tapez la longueur du trajet optique de la cuve à circulation en centimètres et cliquez sur OK.



- 3 Cliquez à nouveau sur Setup, puis sur Parameter (Paramètre) pour afficher la boîte de dialogue Sipper Parameter (Paramètres de la pompe à échantillon). Les paramètres appropriés peuvent être déterminés grâce à la tâche Flow Test (Test de débit) du mode Verification and Diagnostics (Vérification et diagnostics).



- 4 Cliquez sur OK dans la boîte de dialogue Sipper Parameter, puis dans la boîte de dialogue Sipper, pour valider les paramètres.

REMARQUE

Toute mesure lancée en cliquant sur l'un des boutons de mesure du tableau de bord de l'instrument ou en appuyant sur les boutons du spectrophotomètre utilise la pompe à échantillon pour introduire l'échantillon. La pompe à échantillon est également utilisée en cas de séquence automatisée.

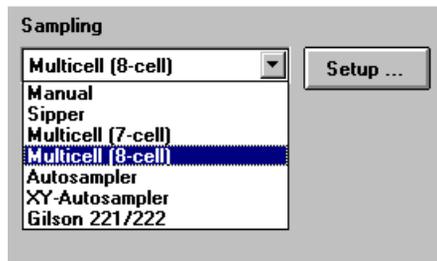
Utilisation du passeur de cuves

Le passeur de cuves est un changeur de cuves qui permet de mettre automatiquement jusqu'à huit cuves en position de mesure. Vous pouvez utiliser des cuves différentes pour chaque position de mesure. La longueur du trajet optique peut être spécifiée individuellement pour chaque position de cuve.

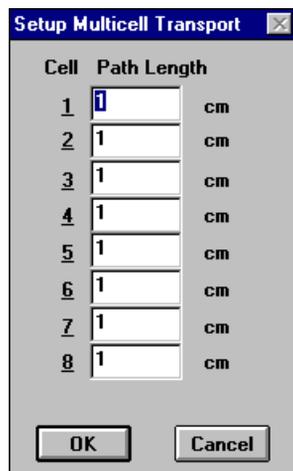
REMARQUE

Pour plus de détails sur le passeur de cuves, voir le manuel *Installation et fonctionnement du passeur de cuves*.

- 1 Sélectionnez Multicell (8-cell) [Passeur de cuves (8 cuves)] dans la zone de sélection du tableau de bord de l'instrument.



- 2 Cliquez sur Setup (Configurer) dans le tableau de bord de l'instrument. Tapez les longueurs de trajet optique des cuves, en centimètres, et cliquez sur OK.



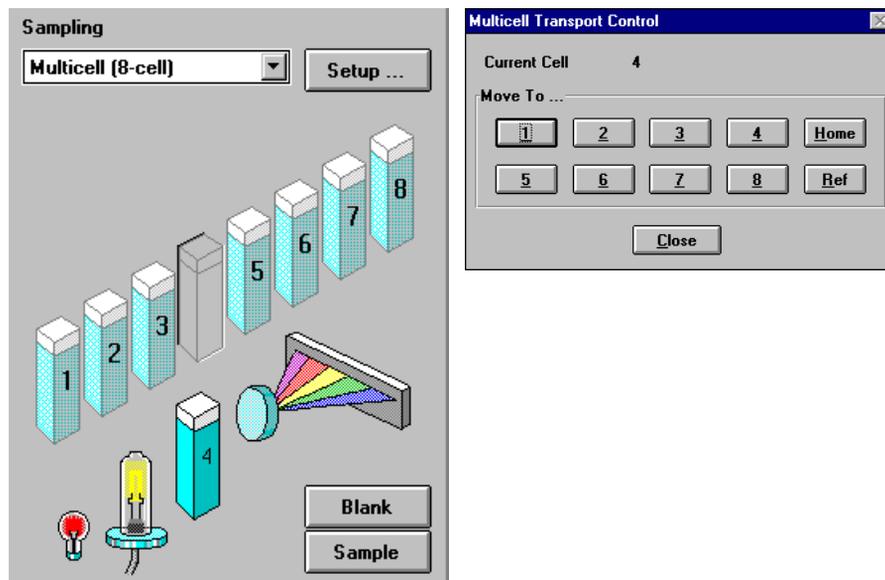
| Cell | Path Length |
|------|-------------|
| 1 | 1 cm |
| 2 | 1 cm |
| 3 | 1 cm |
| 4 | 1 cm |
| 5 | 1 cm |
| 6 | 1 cm |
| 7 | 1 cm |
| 8 | 1 cm |

OK Cancel

- 3 Pour mettre une cuve en position pour la mesure suivante, cliquez sur la cuve dans le tableau de bord de l'instrument ou choisissez Multicell Transport Position (Position du passeur de cuves) dans le menu du spectrophotomètre pour ouvrir la boîte de dialogue Multicell transport Control (Commande du passeur de cuves). Là, cliquez sur l'un des boutons de position pour déplacer le passeur de cuves.

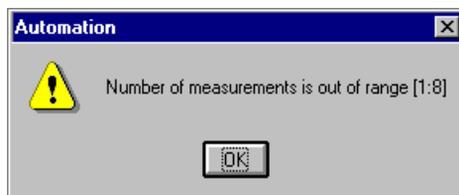
4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

Utilisation du passeur de cuves



REMARQUE

Dans une séquence automatisée, le passeur de cuves peut être utilisé pour introduire automatiquement les échantillons. Vous pouvez introduire jusqu'à huit échantillons. Si vous spécifiez plus de huit mesures, un message d'avertissement s'affiche :



Vous pouvez aussi piloter un passeur de cuves à sept positions. Les principales différences sont que vous ne pouvez pas indiquer de position de référence distincte et qu'il y a une position de moins.

Analyse quantitative avec des étalons

Une analyse quantitative repose sur un étalonnage avec des étalons. Après un étalonnage réussi, les étalons mesurés peuvent être intégrés dans une méthode. Celle-ci pourra être employée directement pour l'analyse quantitative des échantillons.

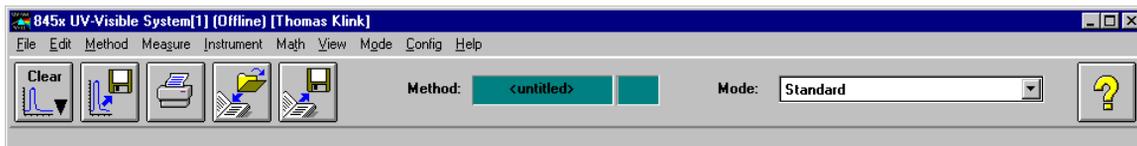
Après avoir mis votre méthode au point, vous pouvez effectuer des analyses d'échantillons étalonnés. Vous pouvez afficher plusieurs vues de vos étalons et de l'étalonnage, ainsi que des échantillons et des résultats.

A titre d'initiation rapide, un étalonnage utilisant la loi de Beer et un seul étalon, ainsi que l'analyse d'un échantillon, sont décrits ci-après. La seule limite au nombre d'échantillons et d'étalons est la capacité de la mémoire de votre ChemStation Agilent.

Pour cette expérience, nous utilisons comme étalon l'échantillon de caféine de qualification de l'installation et une dilution à 1 pour 1 dans de l'eau distillée comme échantillon. Pour l'étalonnage, nous utilisons les données d'absorbance à 273 nm.

Configuration

- 1 Vérifiez que vous êtes en mode Standard. Le mode est indiqué dans la barre d'outils de votre session ChemStation Agilent.



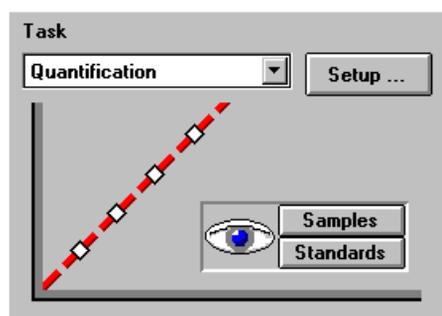
- 2 Sélectionnez la tâche Quantification dans la zone de sélection du tableau de bord d'analyse.

4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

Analyse quantitative avec des étalons



- 3 Un nouveau tableau de bord s'affiche pour la tâche et la boîte de dialogue Quantification Parameters (Paramètres de quantification) s'ouvre automatiquement.



REMARQUE

Si vous êtes déjà dans la tâche Quantification, utilisez Setup (Configuration) dans le tableau de bord d'analyse pour ouvrir la boîte de dialogue des paramètres.

- 4 Réglez la longueur d'onde d'analyse sur 273 nm (Use wavelength), tapez Caféine comme nom de composé analysé (Analyte name), définissez le type de courbe d'étalonnage sur Linear (Linéaire), sélectionnez l'option Concentration et choisissez mg/L comme unité (Unit). Cochez les cases Prompt for standard information (Demander les infos étalon) et Prompt for sample information (Demander les infos échantillon). Sélectionnez Absorbance comme type de données (Data type) et Display spectrum From 190 nm To 340 nm (Afficher le spectre entre 190 nm et 340 nm).

Quantification Parameters

Wavelengths

Use wavelength: 273 nm

Background correction: none

Calibration

Analyte name: Caffeine Calibration curve type: Linear

Enter Concentration

Concentration: mg/L Unit

Weight & Volume: mg / L Unit

Prompt for standard information Prompt for sample information

Data type: Absorbance

Display spectrum

From: 190 nm To: 340 nm

OK Cancel

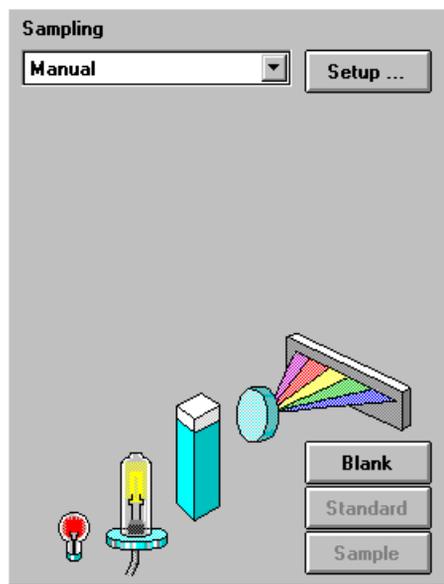
5 Cliquez sur OK pour valider vos paramètres.

REMARQUE

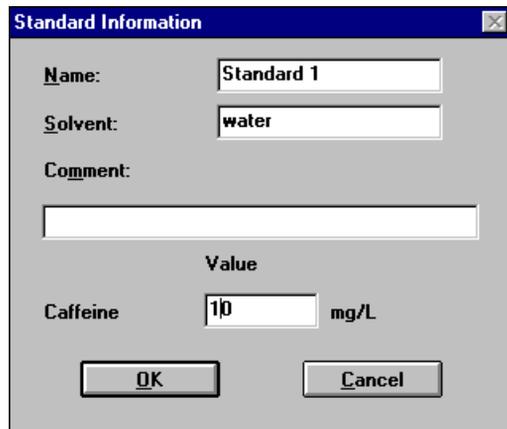
Vous êtes prêt à effectuer des mesures.

Etalonnage

- 1 Prenez la cuve en quartz avec un trajet optique de 1 cm et remplissez-la d'eau distillée. Relevez le levier sur la gauche du porte-cuve. Placez la cuve dans le porte-cuve en veillant à mettre les fenêtres transparentes face à l'avant et à l'arrière du spectrophotomètre. Rabaissez le levier pour immobiliser la cuve dans le porte-cuve.
- 2 Appuyez sur le bouton Blank sur le panneau avant du spectrophotomètre ou cliquez sur Blank (Mesure à blanc) dans le tableau de bord de l'instrument pour lancer la procédure de mesure.



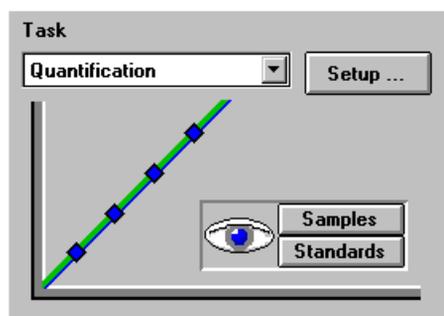
- 3 Mémo­ri­sez l'orien­ta­tion de la cuve dans le porte-cuve. Relevez le levier pour libérer la cuve, retirez celle-ci et rincez-la trois fois avec environ 1 ml de l'échantillon de caféine. Puis remplissez la cuve d'environ 3 ml d'échantillon de caféine. Vérifiez que les fenêtres de la cuve sont propres et remettez la cuve dans la même position que pour la mesure de référence. Rabaissez le levier du porte-cuve.
- 4 Appuyez sur le bouton Standard sur le panneau avant du spectrophotomètre ou cliquez sur Standard dans le tableau de bord de l'instrument pour lancer la procédure de mesure.



The image shows a dialog box titled "Standard Information". It contains the following fields and controls:

- Name:** A text box containing "Standard 1".
- Solvent:** A text box containing "water".
- Comment:** An empty text box.
- Value:** A section header above a text box containing "10" and the unit "mg/L".
- Buttons:** "OK" and "Cancel" buttons at the bottom.

- 5 Entrez les informations sur l'étalon dans la boîte de dialogue Standard Information (Infos étalon) et cliquez sur OK.
- 6 Le logiciel ChemStation Agilent effectue automatiquement l'étalonnage et affiche les résultats. Lorsque l'étalonnage est réussi, la courbe d'étalonnage du tableau de bord des tâches s'affiche en vert. Cela signifie que votre méthode est prête pour l'analyse.



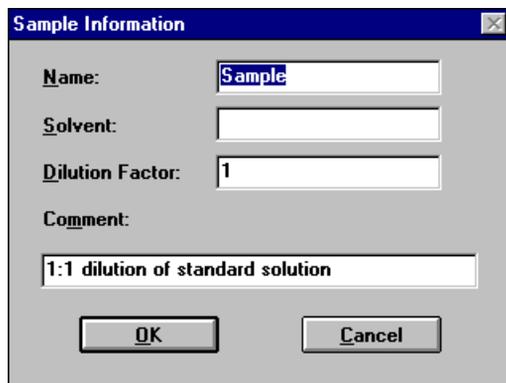
REMARQUE

Les boutons Samples (Echantillons) et Standards (Étalons) du tableau de bord des tâches peuvent être utilisés pour afficher la vue des échantillons ou des étalons.

A ce stade, vous pouvez aussi enregistrer votre méthode pour un usage ultérieur. Voir la section "[Enregistrement de vos paramètres en tant que méthode](#)", page 62 pour plus d'informations.

Analyse

- 1 Mémorisez l'orientation de la cuve dans le porte-cuve. Relevez le levier pour libérer la cuve, retirez celle-ci et rincez-la trois fois avec environ 1 ml d'échantillon de caféine (dilution 1 pour 1 dans de l'eau distillée). Puis remplissez la cuve d'environ 3 ml d'échantillon de caféine. Vérifiez que les fenêtres de la cuve sont propres et remettez la cuve dans la même position que pour la mesure de l'étalon. Rabaissez le levier du porte-cuve.
- 2 Appuyez sur le bouton Sample (Echantillon) sur le panneau avant du spectrophotomètre ou cliquez sur Sample dans le tableau de bord de l'instrument pour lancer la procédure de mesure.

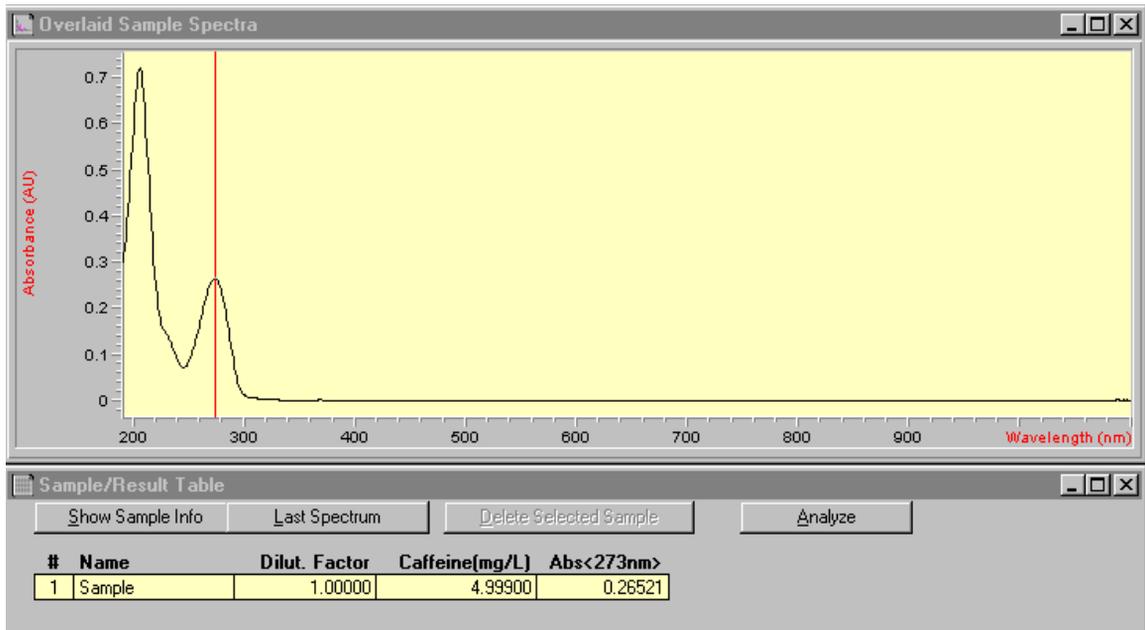


The image shows a 'Sample Information' dialog box with the following fields and values:

- Name: Sample
- Solvent: (empty)
- Dilution Factor: 1
- Comment: 1:1 dilution of standard solution

Buttons: OK, Cancel

- 3 Entrez les informations sur l'échantillon dans la boîte de dialogue Sample Information (Infos échantillon) et cliquez sur OK. La vue des échantillons apparaît et les résultats quantitatifs s'affichent dans le tableau des échantillons/résultats (Sample/Result table).



REMARQUE

Pour enregistrer les données en vue d'un usage ultérieur ou à des fins de documentation, voir la section "Enregistrement et recherche de données", page 67 pour plus d'informations.

Comment être sûr que mon Agilent 8453 fonctionne correctement ?

La qualité des données de mesure dépend des performances du spectrophotomètre. Pour procéder à une vérification complète des performances, il faut utiliser des étalons externes. Ces procédures sont décrites dans le manuel *Qualification opérationnelle / Vérification des performances des systèmes de spectroscopie UV-visible Agilent 8453*.

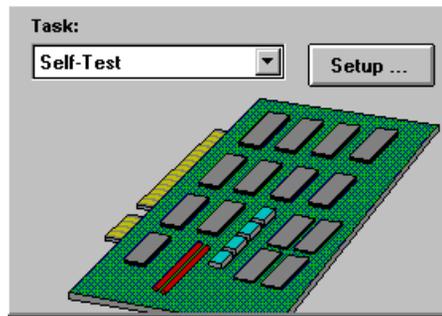
Un contrôle rapide sans étalon peut être effectué grâce à l'autotest du mode Verification and Diagnostics (Vérification et diagnostics). Ce test peut être effectué après le démarrage du spectrophotomètre.

Autotest du Agilent 8453

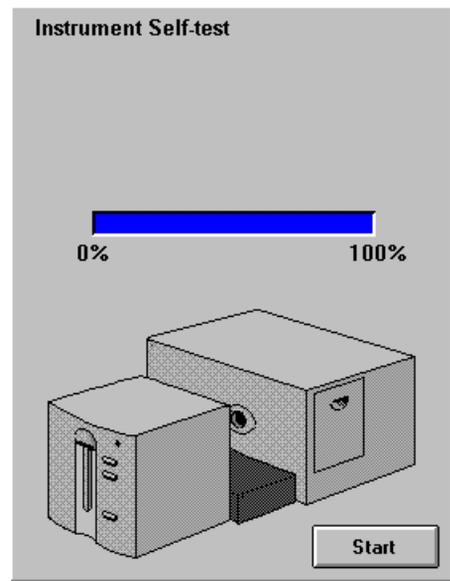
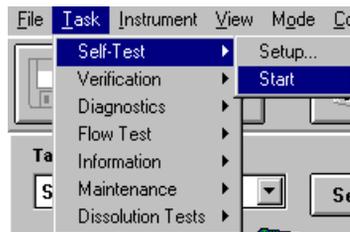
- 1 Vérifiez que vous êtes en mode Verification and Diagnostics (Vérification et diagnostics). Le mode est indiqué dans la barre d'outils de votre session ChemStation Agilent.



- 2 Sélectionnez la tâche Self-Test (Autotest) dans la zone de sélection du tableau de bord d'analyse.



- 3 Sélectionnez Self-Test, Start (Autotest, Démarrer) dans le menu Task (Tâche) ou cliquez sur Start pour commencer l'autotest.



4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

Comment être sûr que mon Agilent 8453 fonctionne correctement ?

REMARQUE

Le spectrophotomètre doit être en état de fonctionnement stable avant le démarrage du test. Si ce n'est pas le cas, un message d'avertissement peut s'afficher.



- 4 Les résultats de l'autotest s'affichent, accompagnés de la mention passed ou failed (réussite/échec).

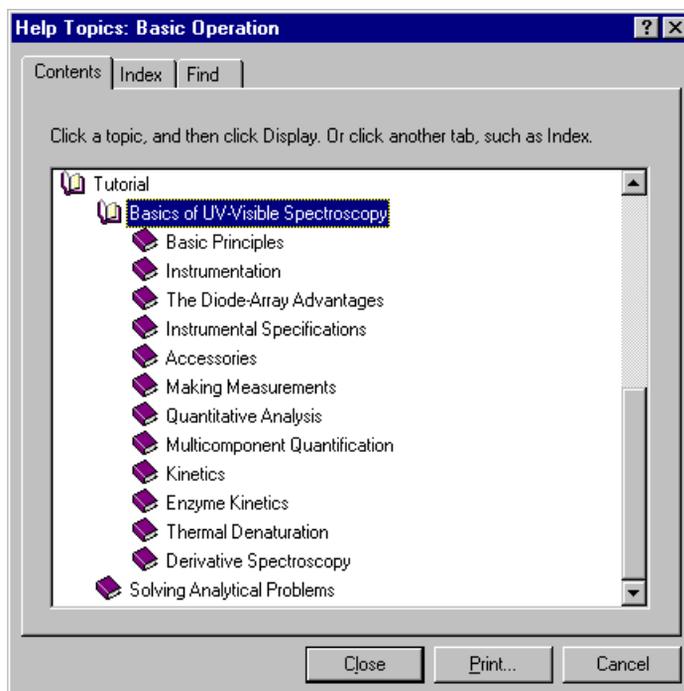
| | Specification | Measured | Result |
|---------------------------------|-----------------|----------------|--------|
| Filter and shutter test | < 500 msec | 200 msec | Passed |
| Dark current test | 0..12000 cts | 3042..3161 cts | Passed |
| Min. intensity (190nm - 220nm) | > 2000 cts | 51301 cts | Passed |
| Min. intensity (220nm - 350nm) | > 5000 cts | 47328 cts | Passed |
| Min. intensity (350nm - 500nm) | > 2000 cts | 21867 cts | Passed |
| Min. intensity (500nm - 950nm) | > 4000 cts | 31884 cts | Passed |
| Min. intensity (950nm - 1100nm) | > 200 cts | 745 cts | Passed |
| Wavelength at 486.0nm | 485.5..486.5 nm | 486.323 nm | Passed |
| Wavelength at 656.1nm | 655.6..656.6 nm | 656.456 nm | Passed |
| RMS Noise | < 0.0002 | 0.000038 | Passed |
| RMS Baseline flatness | < 0.001 | 0.000156 | Passed |

REMARQUE

Les résultats de l'autotest peuvent être enregistrés dans le spectrophotomètre. Cela vous permettra de suivre les performances de l'instrument dans le temps. Il est également possible de générer des représentations graphiques des historiques des autotests.

Comment mieux comprendre le principe de la spectroscopie UV-visible ?

Les principes fondamentaux de la spectroscopie UV-visible sont expliqués dans le système d'aide. Les informations données dans les Bases de la spectroscopie UV-Visible du didacticiel couvrent l'ensemble des principes élémentaires jusqu'aux informations détaillées sur la spectroscopie dérivée.

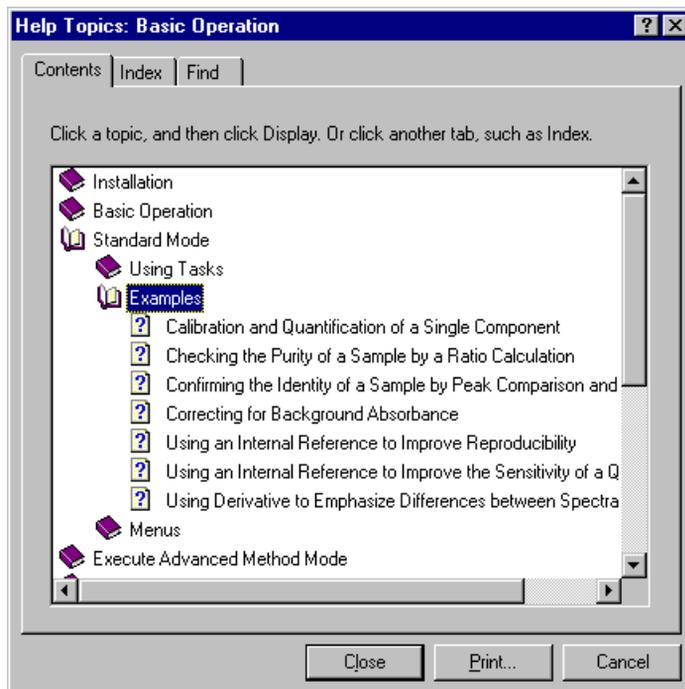


Des réponses à des questions concernant l'analyse UV-visible sont également proposées. Vous y trouverez de l'aide sur des problèmes telles que l'amélioration de la sensibilité ou la détermination de la pureté.

4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

Comment mieux comprendre le principe de la spectroscopie UV-visible ?

Des exemples plus spécifiques, incluant des données, sont fournis dans la section Exemples de l'aide du mode Standard. Ils peuvent servir pour utiliser le logiciel ChemStation Agilent dans les applications spécifiques indiquées.



Quand faut-il effectuer une mesure à blanc ?

Les données de mesure acquises par votre spectrophotomètre sont indépendantes de l'instrument utilisé. Pour maintenir cette indépendance, il faut effectuer une mesure de référence. Par la suite, toutes les mesures sont effectuées par rapport à la dernière mesure de référence.

Dans le logiciel ChemStation Agilent, la mesure de référence est combinée à une mesure de ligne de base. La ligne de base affichée renseigne sur la qualité de la référence actuellement utilisée. En mode absorbance, les données doivent être proches de 0 DO et en mode transmission, elles doivent être proches de 100 %.

Habituellement, les mesures de référence pour des échantillons dilués sont effectuées avec une cuve remplie du solvant employé. Ici, les propriétés d'absorbance de la cuve et du solvant ont en plus une influence sur les données de référence. Dans les gammes de longueur d'onde où le solvant ou la cuve sont absorbants, le bruit du spectre de la ligne de base est élevé. On ne peut s'attendre à des données d'échantillon fiables dans ces domaines.

Par conséquent, de nouvelles mesures de référence ou à blanc sont nécessaires quand :

- vous changez de cuve ou vous modifiez l'orientation de la cuve par rapport à la position de mesure,
- vous utilisez un solvant différent ou même un lot différent du même solvant,
- le temps qui s'écoule entre la mesure de référence et la mesure d'un échantillon est trop long,
- la vitesse de vieillissement des lampes et d'éventuels changements des conditions ambiantes peuvent avoir une influence sur les mesures dans le temps. En principe, la dernière mesure à blanc ne doit pas remonter à plus d'une demi-heure.

4 Utilisation du système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453

Quand faut-il effectuer une mesure à blanc ?

Index

A

absorbance, 26
forte, 57
accès aux lampes, 17
acétate d'éthyle, 47
acétone, 47
acétonitrile, 47
acide acétique, 47
acide sulfurique, 47
acquisition
date, 30
heure, 30
acquisition du spectre, 28
adéquation du solvant, 46
adresse IP, 37, 38, 56
agitateur, 50
agitation, 48
alcool dibutylique, 47
alcool isopropylique, 47
amélioration de la sensibilité, 97
analyse, 62, 92
analyse quantitative
des échantillons, 87
prête pour l'analyse, 91
application
spécifique, 23
autotest, 94
démarrer, 95
état de fonctionnement, 96
historiques, 96
résultats, 96
avertissement
aucun résultat présent !, 74

B

barre d'outils, 20

barrette de diodes, 13, 33
benzène, 47
blanc, 40, 50
Blank, bouton-poussoir, 15
boîte de dialogue
options et informations sur la
méthode, 63
paramètres des longueurs d'ondes
fixes, 60
boîte de dialogue de configuration, 20
boîte de dialogue des paramètres, 76
boutons-poussoirs, 15
blank, 15
sample, 15
standard, 15
stop, 15
bruit, 48

C

caféine, 59
calcul, 33
calculs
résultats, 80
CAN
connecteur, 17
carte MIO
connecteur d'extension, 17
changements rapides d'absorbance, 49
changeur de cuves, 84
ChemStation Agilent
affichage imprimante, 75
aperçu avant impression, 73
échantillons, 72
famille, 23
fenêtre graphique, 69
méthode, 62
mode, 24
mot de passe, 58
ouverture d'une session, 58
session, 23
session de mesures, 56
session en différé, 58
session en temps réel, 57, 58
station de travail, 33
tableau de bord d'analyse, 59, 76
tailles des fenêtres d'aperçu, 75
chloroforme, 47
coefficient d'extinction, 34
commande, 20
commande à distance
connecteur, 16
compartiment à échantillons, 12
composés à analyser, 40
comprendre
traitement par la ChemStation
Agilent, 29
concentration, 33
connecteur
GPIB, 17
passeur de cuves, 16
RS232, 16
connecteur CAN, 17
connecteur d'extension
supplémentaire, 17
connecteur de commande à distance, 16
connecteur GPIO, 16

Index

connecteurs pour cartes MIO et supplémentaires, 17
connexion
réseau, 9
contexte, 20
correction de la lumière parasite, 10, 12
correction proportionnelle, 26, 30
courants de convection dans la solution, 48
curseur de la souris, 21
cuve, 40, 48
longueur du trajet optique, 80, 82, 84
cuve à circulation, 44
cuve à faces non parallèles, 41
cuve bouchée, 48
cuve en plastique, 41
cuve en quartz, 41
cuve en verre, 41
cuves à circulation, 53
cuves à ouverture, 42
cuves recommandées, 43
cuves standard, 53
cyclohexane, 47
cyclopentane, 47

D

décharge de plasma, 11
dégazé, 48
dérivée, 26
description
de l'instrument, 13
détermination de la pureté, 97
développement des méthodes d'analyse, 23
didacticiel
principes élémentaires, 97
principes fondamentaux de la spectroscopie UV-visible, 97
spectroscopie dérivée, 97
différé, 23
diméthylformamide, 47
diméthylsulfoxyde, 47
dispersions colloïdales, 48

dispositif d'échantillonnage, 21
données, 29
absorbance, 87
accès, 30, 31
archivage, 67
chargement, 67
effacer, 72
effacer les étalons, 72
effacer les résultats mathématiques, 72
enregistrement, 67
enregistrement des données
sélectionnées, 69
enregistrer les échantillons sous, 67
évaluation, 31
extension de fichier, 68
format, 67
informations sur les fichiers, 71
nom de fichier, 68
recherche, 67, 71
remplacement, 68
stockage, 67
stockage local, 67
suppression, 72
transfert via le réseau, 67
zone de sélection des fichiers, 71
données brutes, 29
données brutes des spectres, 34
données d'échantillons, 32
données hors limites, 33

E

eau, 47
eau de qualité CLHP, 48
eau de qualité UV, 48
échantillon, 40, 51
compartiment, 12
échantillon liquides, 40
élément actif, 21
ensemble de paramètres, 25
équation, 25, 31
équation définie par l'utilisateur, 28
étalon, 28, 32
externe, 94

étalonnage, 28, 32, 87, 90
coefficients, 32
courbe, 28
étalons, 87
en cours, 32
nombre, 33
nombre minimum requis, 33
état, 38
éther sulfurique, 47
exemples, 98

F

faisceau collimaté, 10
faisceau lumineux, 41, 44
fenêtre, 22
graphique, 22
tableau, 22
tableau des échantillons/résultats, 31
fenêtre de l'application principale, 23
fente, 10, 13
fente spectrale, largeur, 12
filtre d'obturation, 49
filtre de correction de la lumière parasite, 10, 12
filtre optique, 49
formation de bulles, 48
formiate de méthyle, 47

G

gamme de longueurs d'onde utile des solvants, 46
glycérine, 47
GPIB
connecteur, 17
GPIO
connecteur, 16

H

hexane, 47
homogénéité, 50

I

identité, 28
 imprimante, 37, 38
 configurée, 73
 indicateur, 14
 indicateur d'état, 14
 informations échantillon, 28
 installation, 36
 instrument
 composition, 10
 description, 13
 préchauffage, 57
 structure, 10
 systèmes électroniques, 10
 systèmes mécaniques, 10
 instrument monofaisceau, 40
 interface utilisateur
 éléments, 19
 intervalle d'échantillonnage, 12

J

JetDirect, 36

K

kit de test, 28

L

lampe au deutérium, 10
 lampe au tungstène, 10
 lampes, 11
 accès par la porte, 17
 deutérium, 10
 tungstène, 10
 largeur de la fente, 12
 largeur nominale de la fente spectrale, 12
 lentille, 10
 lentille de la source, 10, 11
 levier de sécurité, 17
 ligne de message, 38
 logiciel
 général, 9, 18

loi de Beer, 87
 longueur d'onde, 30
 longueur d'onde de coupure, 49
 longueur d'onde fixe, 25, 26, 59
 longueur d'onde utilisée, 31
 longueur du trajet optique
 indication, 80
 lumière ambiante, 13
 lumière parasite, 13, 40
 correction, 10, 12

M

manipulation des cuves, 46
 mauvaise linéarité, 42
 maximum, 25
 maximum d'absorbance, 76
 menu, 20
 mesure
 blanc, 56
 bruit, 57
 échantillon, 57, 92
 étalon, 90
 informations échantillon, 92
 informations sur l'étalon, 91
 référence, 56
 mesure, boutons-poussoirs, 15
 mesures, 40
 mesures de grande précision, 44
 métal
 porte, 17
 méthanol, 47

méthode, 25, 29, 32, 33, 62
 aperçu avant impression, 66
 chargement, 64
 chargement d'une méthode, 64
 dernière utilisée, 58
 en cours, 65
 enregistrer la méthode sous, 62
 étalonnée, 34, 87
 impression, 64, 66
 informations, 65
 modifiée, 64
 nom, 63
 options et information, 63
 paramètre, 29
 paramètres, 62
 rapport, 64
 recherche, 64
 stockage, 62
 minimum, 25
 mode, 23
 avancé, 24
 calculs de couleurs, 24
 changement, 25
 cinétique, 24
 dénaturation thermique, 24
 dernier utilisé, 58
 exécuter une méthode avancée, 24
 rapports combinés, 24
 standard, 24, 59, 76, 87
 tests de dissolution, 24
 tests de dissolution multibains, 24
 vérification et diagnostics, 24, 94
 m-xylène, 47

N

nettoyage des cuves, 44
 niveau administrateur, 24, 58
 niveau opérateur, 24
 niveaux de fonctionnement, 23, 24
 nom de l'opérateur, 30
 nouveaux calculs, 23

Index

O

obturateur, 10, 11
occupé, 38
opération, 20
opération sur les spectres, 30
optimisation, 33
orifice qui dirige le faisceau, 11
ouvertures, 49

P

papier
orientation, 37
taille, 37
papier optique, 44
parallélisme, 41
paramètres, 62
paramètres d'analyse
affichage, 88
demander les infos échantillon, 88
étalonnage, 88
longueur d'onde, 88
type de données, 88
unité de concentration, 88
particules, 48
passeur de cuves, 84
7 cuves, 86
8 cuves, 84
connecteur, 16
passivation des cuves neuves, 44
PC, 38
photodégradation, 49
photodiodes, barrette, 13
piégeage des bulles, 44
pipette, 46
plage de concentrations, 28
plastique
porte, 17
poids, 28
pointeur, 21
pompe
péristaltique, 82

pompe à échantillon, 44, 82
paramètre, 83
test de débit, 83
porte d'accès aux lampes, 17
porte-cuve standard monocuve, 53
porte-cuve thermostatable, 50
poussière, 48
précision photométrique insuffisante, 42
protocole TCP/IP, 37
pureté, 28
pyridine, 47

Q

qualification de l'installation, 59
quantification, 25, 87

R

rapport
résultats, 73
rapport signal/bruit, 49
ratio, 25
rayonnement, source, 10
réactions photochimiques, 49
référence, 38
référence interne, 26, 30
régulation de la température, 48
reproductibilité des longueurs d'onde, 34
réseau, 10, 13
administrateur, 37
connexion, 38
local, 56
réseau holographique, 10, 13
réseau local, 36
résultat, 33
résultats, 31
précis, 57
résultats précis, 40
RS232C
connecteur, 16

S

sample
bouton-poussoir, 15
secteur, 37
interrupteur, 14
prise d'alimentation, 17
sensibilité, 42
serveur d'initialisation, 56
serveur d'initialisation CAG, 37, 38
session
analyse des données uniquement, 23
commande de l'instrument, 23
session de commande de l'instrument, 23
session ouverte, 38
solution, 50
solutions, 97
amélioration de la sensibilité, 97
détermination de la pureté, 97
solutions visqueuses, 49
solvant, 40, 56
solvants, 46
solvants courants, 46
solvants volatils, 48
source de rayonnement, 10
soustraction du bruit de fond, 26, 28
spécifications optiques des cuves, 41
spectre, 25
spectres traités, 30
spectrographe, 12
fente, 10
lentille, 10
spectrophotomètre, 33, 36
vue arrière, 16
vue avant, 13
spectroscopie dérivée, 97
spectroscopie UV-visible
principes fondamentaux, 97
Standard, bouton-poussoir, 15
Stop, bouton-poussoir, 15
substances photosensibles, 49
sulfure de carbone, 47
surfaces optiques, 44
symbole, 20

système d'échantillonnage, 80
manuel, 80
pompe à échantillon, 82
système d'exploitation, 38
système de spectroscopie, 9
système optique, 10
système pompe/échantillonneur, 48
système UV-visible Agilent 8453 à usage
général, 56

T

tableau de bord, 20
tableau de bord d'analyse, 20, 94
tableau de bord de l'instrument, 21
tableau des échantillons/résultats, 61, 69,
78
tâche
analyse quantitative, 87
longueur d'onde fixe, 25, 26, 59
primauté, 26
quantification, 25, 28, 87
ratio/équation, 25, 28, 31
spectre/pics, 25, 27
tâche analytique, 25
tâche en cours, 22
temps réel, 23
test de débit, 83
tétrachlorure de carbone, 47
toluène, 47
traitement, 29
étalons, 32
spectres, 30
traitement des spectres, 31
transmission, 26
travaux de routine, 62
triméthylpentane
2,2,4-triméthylpentane, 47
trouver les pics, 77
trouver les vallées, 77

V

vérification des performances, 94
volume, 28

vue, 22, 26
échantillons, 61, 78
étalonnage, 87
étalons, 87
résultats, 87, 92
vue arrière du spectrophotomètre, 16
vue avant du spectrophotomètre, 13

Z

zone à échantillons ouverte, 40
zone active, 21

www.agilent.com

Dans ce manuel

Pour vous permettre d'utiliser rapidement votre nouveau système de spectroscopie UV-visible Agilent 8453, nous vous indiquons les procédures détaillées, accompagnées d'exemples d'opérations et de tâches élémentaires.

© Agilent Technologies Deutschland GmbH 2002,
2003

Imprimé en Allemagne
10/2003



G1115-93021



Agilent Technologies