



Année 2023 - 2024

2^{ème} année BTS Bioanalyses et Contrôles

Activité technologique en analyse biochimique N°1



L. GODIN
<http://ligodin.free.fr>

godin.lionel@orange.fr

TP n°1 : DOSAGE DU PLOMB ET DU CUIVRE DANS L'EAU PAR SPECTROPHOTOMÉTRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

1 BUT	2
2. DÉTERMINATION DE LA CONCENTRATION EN PLOMB ET EN CUIVRE	2
2.1. Solutions et matériel	2
2.2. Mode opératoire	2
2.3. Détermination de la concentration inconnue en Pb par gamme d'étalonnage	3
2.4. Détermination de la concentration inconnue en Cu par gamme d'étalonnage	3
3. CONCLUSION GÉNÉRALE	3
4. RAPPORT D'ACTIVITÉ	4
4.1. Détermination de la concentration inconnue en Pb par gamme d'étalonnage	4
4.2. Détermination de la concentration inconnue en Cu par gamme d'étalonnage	11
4.3. Conclusion générale	18

1. BUT

Prise en main d'un appareil de spectroscopie d'absorption atomique électrothermique (à four avec correction par lampe deutérium).

Programmation des méthodes de dosage des éléments atomiques : plomb et cuivre : obtention des courbes de calibration, et analyse de l'inconnue (plusieurs fois).

Étude de la série de résultats (valeurs aberrantes, ...).

Étude de l'exactitude (justesse et répétabilité).

2. DÉTERMINATION DE LA CONCENTRATION en Pb et en Cu

2.1. Solutions et matériel

- Des godets ;
- de l'eau ultrapure ;
- Solution étalon de Cuivre et de Plomb à 100 µg/L ;
- Un échantillon inconnu contenant le cuivre et le plomb dans l'eau, à doser ;
- Spectrophotomètre d'absorption atomique VARIAN AA240 ;
- Un système de refroidissement ;
- Une tête de four ;
- Un ordinateur équipé du logiciel de pilotage de la SAA : spectrAA.

2.2. Mode opératoire

Faire réaliser par le Spectrophotomètre d'absorption atomique une **gamme automatique d'étalonnage en cinq points** (de 0, **20**, **40**, **60**, **80** et **100** µg/L) pour chacun des éléments (donc deux gammes avec une mesure par point de gamme). L'échantillon inconnu lui sera mesuré 10 fois.

Pour cela utiliser la **notice technique**.

2.3. Détermination de la concentration inconnue en Pb par gamme d'étalonnage



Rapport
d'Activité

Donner les résultats de la gamme d'étalonnage (allure de la fonction, valeurs obtenues pour les étalons, ...). Le rapport informatique sera collé au verso des feuilles du **Rapport d'Activité**. Rassembler dans un tableau les résultats de la mesure des échantillons. Indiquer à quoi correspondent les différentes étapes de la programmation de température du four (séchage, décomposition, atomisation, nettoyage et refroidissement)

Étudier la série de résultats obtenus (test de valeurs aberrantes, calcul de la valeur moyenne et de l'écart-type, calcul de l'intervalle de confiance bilatéral et expression probabiliste).

Étudier l'exactitude (justesse + répétabilité).

2.4. Détermination de la concentration inconnue en Cu par gamme d'étalonnage

Exécuter le même travail

3. CONCLUSION GÉNÉRALE



Rapport
d'Activité

Conclure sur les résultats obtenus.

4. TP n° 1 : RAPPORT d'ACTIVITÉ : DÉTERMINATION de la CONCENTRATION en Pb et en Cu

4.1. Détermination de la concentration inconnue en Pb par gamme d'étalonnage

Rendre les 3 feuilles du rapport imprimé, et le coller ci-dessous :

Rapport imprimé à coller ici

Rapport imprimé à coller ici

Rapport imprimé à coller ici

- Donner les résultats de la gamme d'étalonnage (allure de la fonction, valeurs obtenues pour les étalons, ...).

- Rassembler dans le tableau ci-dessous, les résultats de la mesure des échantillons et les concentrations, à calculer à partir de l'équation de droite :

n° d'échantillon	A	C_{Pb} ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)

- Étudier la série de résultats obtenus (test de valeurs aberrantes, calcul de la valeur moyenne et de l'écart-type, calcul de l'intervalle de confiance bilatéral et expression probabiliste).

☛ Concentration moyenne en Plomb de l'échantillon :

☛ Test de valeurs aberrantes :

☛ Calcul de l'écart-type :

☛ Calcul de l'intervalle de confiance bilatéral :

☛ Expression probabiliste :

- Étudier l'exactitude (justesse + répétabilité), puis conclure :

4.2. Détermination de la concentration inconnue en Cu par gamme d'étalonnage

Rendre les 4 feuilles du rapport imprimé, et le coller ci-dessous :

Rapport imprimé à coller ici

Rapport imprimé à coller ici

Rapport imprimé à coller ici

- Donner les résultats de la gamme d'étalonnage (allure de la fonction, valeurs obtenues pour les étalons, ...).

Rassembler dans le tableau ci-dessous, les résultats de la mesure des échantillons, et les concentrations calculées à partir de l'équation de droite :

n° d'échantillon	A	C_{Cu} (µg.L⁻¹)

- Étudier la série de résultats obtenus (test de valeurs aberrantes, calcul de la valeur moyenne et de l'écart-type, calcul de l'intervalle de confiance bilatéral et expression probabiliste).
- ☛ Concentration moyenne en Cuivre de l'échantillon :

☛ Test de valeurs aberrantes :

☛ Calcul de l'écart-type :

☛ Calcul de l'intervalle de confiance bilatéral :

☛ Expression probabiliste :

- Étudier l'exactitude (justesse + répétabilité), puis conclure :

4.3. Conclusion générale

Conclure sur l'ensemble des manipulations réalisées.