

## SPECTROPHOTOMÈTRE SHIMADZU UV-1280

Nom des étudiants :

Date :

|                                  |   |           |
|----------------------------------|---|-----------|
| <i>Date de retour</i>            | <input type="checkbox"/> 1 jour de retard   | -2pts     |
|                                  | <input type="checkbox"/> 2 jours de retard  | Note /2   |
|                                  | <input type="checkbox"/> + de 2 jours de retard                                       | Note=0/20 |
| <i>Rangement</i>                 | <input type="checkbox"/> Rangement non conforme = -2 pts                              |           |
| <i>Fichiers extraits du site</i> | <input type="checkbox"/> Fichiers non copiés sur le bureau avant utilisation = -2 pts |           |

| <b>Système :</b> Shimadzu  |   |  |  |                 |                |            |   |   |   |   |         |             |              |  |  |  |  |  |
|--|---|--|--|-----------------|----------------|------------|---|---|---|---|---------|-------------|--------------|--|--|--|--|--|
| Compétences évaluées   |   | Compétences détaillées   |  | Correc-<br>teur | N°<br>Question | Non évalué | 0 | 1 | 2 | 3 | Barème  | poids       |              |  |  |  |  |  |
| <b>Mener une analyse fonctionnelle du système, identifier ses éléments et vérifier ses performances</b>            |   |  |  |                 |                |            |   |   |   |   |         | <b>10</b>   | <b>50.0%</b> |  |  |  |  |  |
| C1.5   | Simuler et valider les solutions techniques | Identifier les fonctions du système  |  | JH              | 3.2            |            |   |   |   |   | 1       | 10%         |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Simuler le fonctionnement  |  | JH              | 3.2            |            |   |   |   |   | 1.5     | 15%         |              |  |  |  |  |  |
| C3.2   | Valider un système                          | Relever le comportement du système   |  | JH              | 3.1            |            |   |   |   |   | 1       | 10%         |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Relever le comportement du système   |  | JH              | 4.2            |            |   |   |   |   | 1.5     | 15%         |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Relever le comportement du système   |  | JH              | 4.3            |            |   |   |   |   | 1.5     | 15%         |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Comparer les résultats obtenus par simulation et en fonctionnement réel                            |  | JH              | 5.2            |            |   |   |   |   | 0.5     | 5%          |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Comparer les résultats obtenus par simulation et en fonctionnement réel                            |  | JH              | 5.2            |            |   |   |   |   | 1       | 10%         |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Argumenter les écarts constatés  |  | JH              | 5.3            |            |   |   |   |   | 1       | 10%         |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Argumenter les écarts constatés  |  | JH              | 5.4            |            |   |   |   |   | 1       | 10%         |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Argumenter les écarts constatés  |  | JH              | 5.4            |            |   |   |   |   | 1       | 10%         |              |  |  |  |  |  |
| <b>Mettre en œuvre, régler et contrôler le fonctionnement du système</b>   |   |  |  |                 |                |            |   |   |   |   |         | <b>10</b>   | <b>50.0%</b> |  |  |  |  |  |
| C2.3   | Régler le système                           | Identifier le matériel de contrôle   |  | JH              | 4.1            |            |   |   |   |   | 1       | 10%         |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Mettre en œuvre les appareils de mesurage  |  |                 |                | ✓          |   |   |   |   | 0       | 0%          |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Relever les résultats obtenus  |  | JH              | 4.4            |            |   |   |   |   | 1.5     | 15%         |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Relever les résultats obtenus  |  | JH              | 4.4            |            |   |   |   |   | 1.5     | 20%         |              |  |  |  |  |  |
| C3.1   | Mettre en œuvre un système optique          | Régler les sous-ensembles ou composants  |  |                 |                | ✓          |   |   |   |   | 0       | 0%          |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Assembler les composants nécessaire au système   |  |                 |                | ✓          |   |   |   |   | 0       | 0%          |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Mettre en œuvre une ou plusieurs opérations techniques permettant le bon fonctionnement du système |  | JH              | 4.5            |            |   |   |   |   | 1       | 10%         |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Mettre en œuvre une ou plusieurs opérations techniques permettant le bon fonctionnement du système |  | JH              | 4.5            |            |   |   |   |   | 2       | 20%         |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Vérifier le fonctionnement   |  | JH              | 5.1            |            |   |   |   |   | 1.5     | 25%         |              |  |  |  |  |  |
|  |   | Vérifier le fonctionnement   |  | JH              | 5.1            |            |   |   |   |   | 1.5     | 25%         |              |  |  |  |  |  |
| <i>Taux pondéré de compétences et indicateurs évalués :</i>  |   |  |  |                 |                |            |   |   |   |   | 100.00% | <b>100%</b> |              |  |  |  |  |  |
| <i>Note brute obtenue par calcul automatique (attention si le taux est &lt;50%, le calcul n'est pas proposé) :</i> |   |  |  |                 |                |            |   |   |   |   | #DIV/0! | /20         |              |  |  |  |  |  |
| <i>Note sur 20</i>   |   |  |  |                 |                |            |   |   |   |   |         | /20         |              |  |  |  |  |  |
| <b>Appréciation globale</b>  |   |  |  |                 |                |            |   |   |   |   |         |             |              |  |  |  |  |  |

**GRILLE DE NOTATION A REMPLIR PAR LES ENSEIGNANTS**

cadre 1 : Barème de correction.

**TOUS LES FICHIERS A UTILISER DANS CE TP DOIVENT ETRE EXTRAITS DU FICHIER ZIP DU SITE SUR VOTRE BUREAU AVANT D'ETRE UTILISES !! -2 POINTS AU TP SI CELA N'EST PAS FAIT.**

# 1. Éléments à votre disposition

## 2. Présentation du contexte

## 3. Analyse du système

### 3.1 Simulation

Demander le graphe de l'absorbance en fonction de la longueur d'onde.  
 Relever l'absorbance à 700, 750 et 800 nm, voir Tableau 21.

Demander l'absorbance en fonction de la concentration à 800 nm pour une concentration  $C_0 = 0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ .

Relever l'absorbance pour les concentrations indiquées et compléter le tableau 2 (**attention à l'unité de C dans le tableau**).

|                |     |     |     |
|----------------|-----|-----|-----|
| $\lambda$ (nm) | 700 | 750 | 800 |
| Absorbance A   |     |     |     |

Tableau 2 : Absorbance =  $f(\lambda)$  par simulation

|   |       |      |     |      |     |
|---|-------|------|-----|------|-----|
| Concentration C ( $\times 10^{-1} \text{ mol.L}^{-1}$ ) | 0,125 | 0,25 | 0,5 | 0,67 | 1,0 |
| Absorbance A  |       |      |     |      |     |

Tableau 1 : Absorbance =  $f(C)$  par simulation

### 3.2 Le spectrophotomètre Shimadzu

#### 3.2.1 Description de l'appareil

Observer dans le dossier technique les photos du spectromètre Beckman DU64 dont la partie optique est semblable à celle du Shimadzu UV-1280. Voir aussi "Généralités sur les spectrophotomètres".

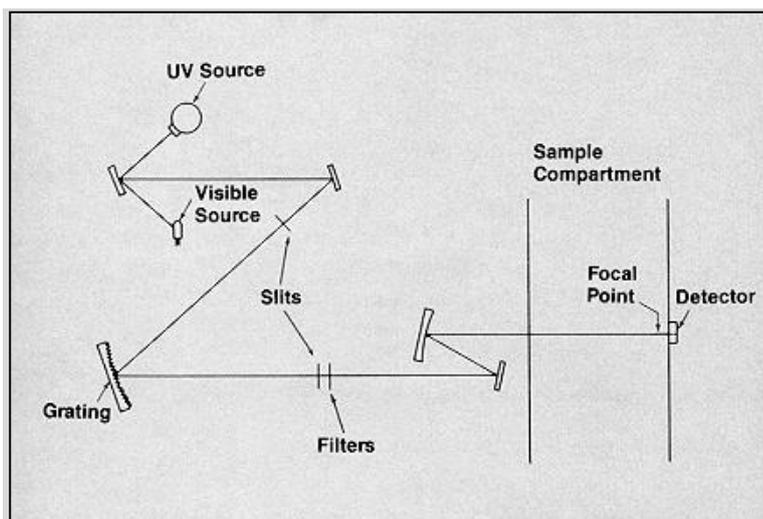
Retrouver par une analyse visuelle les éléments figurant cadre 5.

Appeler un professeur de physique et décrire le montage optique de l'appareil en précisant la fonction de chaque élément.

#### 3.2.2 Sensibilité et dynamique du capteur

Par quel facteur est multipliée l'intensité électrique fournie par le capteur quand la D.O passe de 3 à 0 (à condition que la réponse reste linéaire) ?

Rechercher dans "Caractéristiques techniques UV-1280" du dossier technique le domaine d'absorbances mesurables.



Cadre 5 : Schéma de principe de l'appareil.

Réponse :

#### 3.2.3 Pouvoir de résolution, précision

Rechercher dans la fiche technique du UV-1280 quelles sont la précision et la répétabilité de la longueur d'onde à laquelle on effectue une mesure.

Réponse :

### 3.2.4 Domaine spectral d'utilisation - Les sources

### 3.2.5 Mode d'acquisition et "blanc"

Quels sont les modes d'acquisitions possibles ?

Quelles sont les étapes réalisées pendant un "blanc" ?

Réponse :

## 4. Mise en œuvre du système

### 4.1. Calibration du spectrophotomètre Shimadzu UV-1280

Lorsqu'on veut étudier l'absorbance d'une substance à une certaine longueur d'onde, on effectue tout d'abord un blanc. Pour étudier l'absorbance du sulfate de cuivre, on le dilue dans l'eau et on place la solution dans une cuvette neuve. Pour effectuer le blanc correspondant à cette opération, que faut-il mettre dans le porte-cuve (attention au sens de la cuvette et des portes cuvettes) ?

Réponse :

### 4.2. Mode « Photometric »

Faire un tableau des résultats sous *Excel* : *Cuvettes.xls*.

Réponse :

### 4.3. Mode « Spectrum » : transmission d'un miroir de laser He-Ne

Montrer votre courbe à un professeur et noter la longueur d'onde centrale (c'est-à-dire celle du minimum de transmission) et la transmission correspondante. Sauvegarder la courbe au format CSV (procédure en Annexe 1 page 8) sur une clé USB avec le nom *Miroir.csv*, puis l'afficher et l'imprimer à l'aide d'un PC (procédure en Annexe 2 page 9).

Réponse :

### 4.4. Mode « Spectrum » : Etude de l'absorbance de solutions de sulfate de cuivre (CuSO<sub>4</sub>)

Montrer vos acquisitions à un professeur.

Faire une photo du spectrographe et la sauvegarder sous le nom *Solutions.jpg*.

#### 4.5. Mode « Photometric » : mesure d'absorbance

Noter le tableau des résultats affichés sur le moniteur du spectromètre (*tableau 3*).

Montrer vos acquisitions à un professeur.

Faire un tableau des résultats : *FW\_CUSO4\_A.xlsx*.

| N° de cuvette | Concentration C | Concentration relative x | A à $\lambda_1 = 700$ nm | A à $\lambda_2 = 750$ nm | A à $\lambda_3 = 800$ nm |
|---------------|-----------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| 2             | $C_0/8$         | 1/8                      |                          |                          |                          |
| 3             | $C_0/4$         | 1/4                      |                          |                          |                          |
| 4             | $C_0/2$         | 1/2                      |                          |                          |                          |
| 5             | $2C_0/3$        | 2/3                      |                          |                          |                          |
| 6             | $C_0$           | 1                        |                          |                          |                          |

Tableau 3. Absorbance en fonction de la concentration

### 5. Analyse des performances du système :

#### 5.1. Loi de Beer-Lambert

- Tracer sous *Excel* à partir du *tableau* dans *FW\_CUSO4\_A.xlsx* le graphe de l'absorbance A en fonction de la concentration relative x ( $x = \frac{C}{C_0}$ ) pour chaque longueur d'onde.
- La loi de Beer-Lambert  $A = \varepsilon \ell C = \varepsilon \ell C_0 x$  est-elle vérifiée ? (c'est-à-dire la courbe représentant A en fonction de x est-elle une droite passant par l'origine ?)
- Tracer les DMC et relever pour chacune d'elles la pente  $\varepsilon \ell C_0$  (appelée coefficient d'extinction de Beer).
- Déterminer, à partir des 3 pentes et des valeurs de  $\varepsilon$  (Tableau dans le sujet) la valeur de la concentration  $C_0$  de la solution mère.

Réponse :

#### 5.2. Calcul de la concentration

Les concentrations que vous avez trouvées correspondent-elles à ces valeurs ?

Réponse :

- Pour chacune des trois longueurs d'onde, tracer sous *Excel* dans *FW\_CUSO4\_A.xlsx* la courbe représentant la concentration réelle (indiquée ci-dessus) en fonction de l'absorbance mesurée pour chacune des solutions dans les cuvettes 2 à 5. Il doit y avoir trois graphes.
- Tracer la droite de régression linéaire correspondant à chaque graphe en imposant l'ordonnée à l'origine nulle (la droite de régression passe par l'origine) et en faisant afficher le coefficient de détermination et l'équation de la droite.
- Relever le coefficient directeur de chaque droite qui est égal à la valeur cherchée de K pour chaque longueur d'onde.
- Dans le mode « Photometric », se placer à la longueur d'onde 700 nm, saisir la valeur correspondante de K dans le spectrophotomètre, faire le blanc puis appuyer sur « Start » pour lancer les mesures.

- Relever les valeurs des concentrations ( $C = K \cdot A$ ) mesurées dans le tableau *Excel FW\_CUSO4\_C.xls* (tableau 5).
- Préciser quelle concentration  $C_0$  vous relevez dans la cuvette n°6 contenant la solution la plus concentrée.
- Recommencer les mesures aux longueurs d'onde 750 nm et 800 nm en saisissant à chaque fois la bonne valeur de K et en refaisant le blanc.

Montrer vos acquisitions à un professeur.

Faire un tableau des résultats en prenant pour valeur de  $C = K \cdot A$  les valeurs indiquées par le Shimadzu UV-1280 : *FW\_CUSO4\_C.xls* comme illustré dans le tableau 5.

| N° de cuvette | Concentration C | Concentration relative x | Concentration C mmol/L (à 700 nm) | C mmol/L (à 750 nm) | C mmol/L (à 800 nm) |
|---------------|-----------------|--------------------------|-----------------------------------|---------------------|---------------------|
| 2             | $C_0/8$         | 1/8                      |                                   |                     |                     |
| 3             | $C_0/4$         | 1/4                      |                                   |                     |                     |
| 4             | $C_0/2$         | 1/2                      |                                   |                     |                     |
| 5             | $2C_0/3$        | 2/3                      |                                   |                     |                     |
| 6             | $C_0$           | 1                        |                                   |                     |                     |

Réponse :

Tableau 5 : Calcul des concentrations des solutions.

### 5.3. Observation des spectres

- Observer le spectrographe de transmission du miroir de laser He-Ne. Déterminer le coefficient de transmission minimum du filtre et la longueur d'onde correspondante. Le miroir est-il efficace pour la longueur d'onde d'un laser He-Ne ( $\lambda = 632.8 \text{ nm}$ ) ?
- Observer l'absorption des cuvettes à différentes longueurs d'onde. Pourquoi ne peut-on pas utiliser des cuvettes en plastique dans le domaine UV ?
- Observer le spectre d'absorption d'une solution de sulfate de cuivre. Expliquer la coloration de la solution.

Réponse :

### 5.4. Comparaison des résultats trouvés avec ceux attendus

En principe, pour les solutions de sulfate de cuivre,  $C_0 = 0,1 \text{ mol / L}$ . Compléter un tableau Excel sur le modèle du tableau 6. En déduire les concentrations théoriques de chaque solution, et comparer avec vos résultats de mesures directes et corrigées. Quelles sont les sources possibles de l'écart observé dans les deux cas ?

Réponse :