SPECTROPHOTOMÈTRE BECKMAN DU640

U51. ANALYSE FONCTIONNELLE DU SYSTÈME

Mettre l'appareil en marche (interrupteur ON/OFF à l'arrière) dès le début de la séance. Après initialisation, allumer les sources visible et UV par un clic sur VIS OFF et UV OFF dans la barre de menu en bas de page.

1.1. Éléments à votre disposition

1.1.1. Matériel

Voir cadre 1.

1.1.2. Documentation

Voir cadre 2.

1.1.3. Logiciels

Voir cadre 5.

1.2. Introduction - définitions

1.2.1. Transmission T

 Φ_i et Φ_t sont les flux d'énergie lumineuse incidente et transmise, c'est à dire des puissances rayonnées par unité de surface (proportionnelles aux intensités) voir cadre 3.

 $T = \frac{\Phi_t}{\Phi_i}$

T s'exprime souvent en % (noté %T).

1.2.2. Absorbance A

Un milieu absorbant étant traversé par une lumière de longueur d'onde λ , on définit l'absorbance A (ou densité optique DO) :

$$\mathsf{A} = \mathsf{log}\frac{\Phi_{\mathsf{i}}}{\Phi_{\mathsf{t}}}$$

A, sans unité (noté ABS).

1.2.3. Loi de Beer-Lambert

 $A = \epsilon \ell C$ (voir *cadre 6*; *cadre 7*)

- *l* = longueur du trajet optique dans la cuve en cm (en général 1 cm);
- C : concentration (en mol.L⁻¹);
- ε : coefficient d'absorption molaire (m².mol⁻¹). Il dépend de la longueur d'onde, de la température du solvant et est caractéristique du soluté.

Rq. : Cette loi n'est valable que pour des concentrations relativement faibles au-delà desquelles l'absorbance n'augmente plus linéairement avec C.

		cadre 5.		
		Milieu absorbant		
S	Φi	$\begin{array}{c c} \hline \\ \hline $	Φt	

cadre 3.

Solution	Spectrophotomètre	Graphe			
Nature de la solo	ution				
Solution de sulfat	e de cuivre	-			
Concentration (de 10 ⁻⁶ mol · L ⁻¹ à 10 ⁻¹ mol · L ⁻¹)					
	c = 0,1 mol ·	L-1			

cadre 4 : Simulation avec spectro.

S.T.S. GÉNIE OPTIQUE – OPTION PHOTONIQUE Lycée Jean Mermoz – 68300 Saint-Louis – <u>www.lyceemermoz.com</u>					
JEAN MERMOZ	MISE EN ŒUVRE D'UN SYSTÈME U51 – ANALYSE FONCTIONNELLE	Durée : Version : Page :	2 H 02/09/2007 1/5		

Liste du matériel

Spectrophotomètres Beckman DU640 et DU64 Filtre interférentiel Filtre de densité Eau distillée Solutions de sulfate de cuivre Cuves quartz et PPMA Micropipettes avec embouts Support multi-cuvettes Boîtier électronique Micro-ordinateur Imprimante

cadre 1.

Liste des logiciels DU640 Visual C++ V4.0 Excel

cadre 2.

Liste de la documentation Dossier technique Fascicule moteurs pas à pas Aide mémoire C/C++

1.2.4. Principe de la mesure

1.2.4.1. Enregistrement d'un "blanc"

On ne connaît pas Φ_i . Quant à Φ_t , il résulte de l'atténuation due non seulement à la substance étudiée, mais aussi au solvant, à l'air et aux parois de la cuve.

Il faut donc réaliser un "blanc" : on place le solvant pur dans une cuve de référence. Soit $\Phi_{\text{réf}}$ le flux transmis.

L'absorbance est alors :

$$A_{ref} = \log \frac{\Phi_i}{\Phi_{ref}}$$

1.2.4.2. Enregistrement de l'absorbance de l'échantillon

On appellera A_{tot} l'absorbance de l'ensemble air + cuve + solvant + soluté et Φ_t le flux transmis.

$$A_{tot} = \log \frac{\Phi_i}{\Phi_t}$$

L'absorbance recherchée est celle de la substance dissoute : le soluté. On l'appellera échantillon.

L'absorbance A_{éch} de l'échantillon est alors donnée par :

$$A_{\acute{e}ch} = A_{tot} - A_{r\acute{e}f} = log \left(\frac{\frac{\Phi_i}{\Phi_t}}{\frac{\Phi_i}{\Phi_{r\acute{e}f}}}\right) = log \frac{\Phi_{r\acute{e}f}}{\Phi_t}$$

La mesure des flux $\Phi_{\text{réf}}$ puis Φ_{t} se fait par l'intermédiaire de détecteurs fournissant des intensités i proportionnelles aux flux.

Si $i_{\text{réf}}$ et i_t sont les intensités mesurées lors du blanc puis de l'analyse, on a :

$$A_{\acute{e}\,ch} = log \frac{i_{\acute{re}\,f}}{i_t}$$

Rq. : Les absorbances sont additives : $A_{tot} = (A_{cuve} + A_{solvant} + A_{air}) + A_{\acute{e}ch}$ $A_{tot} = A_{réf} + A_{\acute{e}ch}$

Lorsque la solution est analysée, le blanc est soustrait et la différence en absorbance (ce serait le rapport en transmittance) est mémorisé. C'est l'absorbance de l'échantillon.

Ces données sont reçues par le système qui assure leur traitement et permet de lancer les différentes procédures de pilotage du spectrophotomètre. Les acquisitions peuvent aussi être transférées par liaison RS232 vers un autre ordinateur qui permettra des traitements sous *Excel* et le lien vers le réseau.

1.3. Simulation

Ouvrir le logiciel *spectro*. Dans "solution" choisir "sulfate de cuivre" puis fixer la concentration à $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ (*cadre 4*).

Demander le graphe de l'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

Relever l'absorbance à 700, 750 et 800 nm, voir tableau 1.

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*.



cadre 6 : L'absorbance est fonction de λ (exemple d'une solution de CuSO₄ de concentration 0,1 mol L⁻¹).



cadre 7 : L'absorbance croît avec la concentration (exemple de solutions de $CuSO_4$ à 700, 750 et

λ (nm)	700	750	800
А			

tableau 1: Absorbance= $f(\lambda)$ par simula-

	on.				
C (X 10 ⁻¹ mol.L ⁻¹)	0,125	0,25	0,5	0,67	1,0
А					

tableau 2 : Absorbance = f(C) (simulation).

1.4. Logiciel DU640

Le logiciel *DU640* mis à votre disposition permet l'acquisition des mesures par le PC via le port série.

Ouvrir le logiciel et cliquer sur Port série/Sélectionner et connecter. La boîte de dialogue Connexion DU640 au port série (voir cadre 8) doit toujours être ouverte pendant les acquisitions.

1.5. Le spectrophotomètre Beckman

1.5.1. Description de l'appareil

Observer dans le dossier technique les photos du spectromètre Beckman DU64 dont la partie optique est semblable à celle du DU640. Voir aussi "*Généralités sur les spectrophotomètres*".

Retrouver par une analyse visuelle les éléments figurant *cadre* 9.

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

1.5.2. Sensibilité et dynamique du capteur

Quand A augmente de 1 unité, c'est que l'intensité i_t mesurée à été divisée par 10. On est donc limité par la sensibilité mais aussi par la linéarité du détecteur, c'est à dire par la "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 "Spécifications techniques

DU640" du dossier technique le domaine d'absorbances mesurables.

1.5.3. Pouvoir de résolution, précision

Si le réseau, le monochromateur, le détecteur sont de bonne qualité, on pourra repérer des absorbances différentes même pour deux longueurs d'onde voisines.

La résolution ne sera plus limitée alors que par l'écart entre deux acquisitions : à 1200 nm/mn, une acquisition est faite tous les nm ; à 600 nm/mn, une acquisition est faite tous les 0,5 nm.

Ceci définit le pouvoir de résolution de l'appareil.

Rechercher dans "Spécifications techniques DU640" du dossier technique quelle est la meilleure résolution possible. Quelle est la précision ?

1.5.4. Domaine spectral d'utilisation - Les sources

Dans le DU64, la source tungstène est utilisée de 200 à 324 nm et la source deutérium de 325 à 900 nm. Le DU640 est utilisable de 190 à 1100 nm dans l'U.V , le visible, et le proche I.R (Voir "*Schéma optique du DU640*" dans le dossier technique) mais les faisceaux sont combinés.

1.5.5. Mode d'acquisition et "blanc"

Lire "*Modes d'acquisition des données*" et "*Principe d'un blanc*" du dossier technique. Quels sont les modes d'acquisitions possibles ? Quelles sont les étapes réalisées pendant un "blanc" ?



cadre 8 : Connexion du DU640 via le port série.



cadre 9 : Schéma de principe de l'appareil.

T.P. n°10

1.6. S.A.D.T.

Par la méthode SADT, développer le niveau A0 de l'analyse fonctionnelle *cadre 10*.

1.7. Support multi-cuvettes

Le spectrophotomètre DU640 est doté d'un support multi-cuvettes linéaire à 6 emplacements (voir *cadre 11*) permettant ainsi de faire une analyse de plusieurs échantillons consécutivement. On peut le déplacer par un clic sur "DEVICES" dans le menu permanent.

La translation de ce support est réalisé par un moteur pas à pas.

Nous allons nous intéresser à la commande de ce moteur.

1.7.1. Fonctionnement général du moteur pas à pas

D'après la documentation sur le principe de fonctionnement et de commande des moteurs pas à pas ("*Pilotage par moteur pas à pas*" du dossier technique), répondre aux questions générales suivantes :

a) Définir :

- La phase d'un moteur ;
- La <u>constante de temps électrique</u> par phase τ_e en fonction de R (résistance par phase) et L(inductance par phase);
- Le type de commande <u>unipolaire</u> ou <u>bipolaire</u>.

b) Définir les trois types de moteur pas à pas.

- c) Pour le moteur (MAE HY 200) utilisé, définir :
 - Son <u>nombre</u> de phases ;
 - La <u>résistance</u> d'une phase ;
 - Le <u>courant maximal</u> admissible par phase ;
 - Le nombre de pas par tour.

1.7.2. Différents types de commande

a) Commande unipolaire pas entier :

Compléter le *cadre 13* (séquence des pas, position du rotor, alimentation) pour obtenir une rotation dans le sens horaire.

b) Commande bipolaire pas entier :

Compléter le *cadre 15* (séquence des pas, position du rotor, alimentation) pour obtenir une rotation dans le sens horaire.



cadre 10 : Analyse descendante niv. A-0.



cadre 11 : Porte cuvettes et support



cadre 12 : Commande unipolaire demi-pas.

Combien de pas sont nécessaires pour obtenir une rotation de un tour du moteur ?

c) Commande unipolaire demi-pas :

Compléter le *cadre 12* (séquence des pas, position du rotor, alimentation) pour obtenir une rotation dans le sens horaire.

d) Commande bipolaire demi-pas :

Compléter le *cadre 14* (séquence des pas, position du rotor, alimentation) pour obtenir une rotation dans le sens horaire.



cadre 13 : Commande unipolaire pas entier.



cadre 14 : Commande bipolaire demi-pas.



cadre 15 : Commande bipolaire pas entier.

GOP1

SPECTROPHOTOMÈTRE BECKMAN DU640

U52. MISE EN ŒUVRE DU SYSTÈME

2.1. Éléments à votre disposition

2.1.1. Matériel

Voir cadre 1.

2.1.2. Documentation

Voir cadre 2.

2.1.3. Logiciels

Voir cadre 5.

2.2. Travail demandé

2.2.1. Calibration

Procéder à la calibration de l'appareil :

cadre 16 : Spectrophotomètre Beckman DU640.

"Calibrate λ"

A partir du menu principal, aller dans "DIAGNOSTICS" puis "Calibrate λ ". Le système recherche la raie 656.1 nm du deutérium. La position du réseau pour cette longueur d'onde est enregistrée.

2. "Scan Gain"

Cette étape n'est pas nécessaire pour les acquisitions à venir.

3. "Blank"

Lire "Principe du blanc" du dossier technique pour connaître les étapes réalisées lors de l'opération.

Quelle longueur d'onde est utilisée dans le TP Monochromateur pour calibrer le monochromateur Chromex ?

2.2.2. Procédure "Wavelength Scan": Absorbance d'un filtre de D.O.

L'opération comportera successivement :

- 1. Clic sur "WAVELENGTH SCAN" à partir du menu principal.
- 2. L'étendue du scan : de 200 nm (Start wl) à 1100 nm (End wl).
- 3. Vérifier le type d'acquisition "ABS" (Absorbance), la vitesse de scan 1200 nm/mn, le nombre d'échantillons "none", le porte échantillons doit être vide (retirer le support à six cuvettes s'il est présent (*cadre 11*)).
- 4. L'étendue du domaine d'absorbance : de 0 à 2,5 affichés en ordonnée.
- 5. Le blanc : clic sur "BLANK" dans le menu permanent de bas de page.
- Disposer un filtre de densité D.O = 0,8 ou 0,9 par exemple dans le support d'échantillons. Le placer pour qu'il couvre la position des cuvettes 1 et 2.
- 7. Vérifier que le logiciel DU640 est en attente d'acquérir la série 0 (sélectionner et connecter le port série).
- 8. Clic sur "ReadSample" pour démarrer l'acquisition.

Ces opérations sont suivies par l'affichage du spectrographe d'absorption sur le moniteur du DU640 puis le transfert des données vers l'ordinateur et le graphe de l'absorbance (ou D.O) en fonction de la longueur d'onde.

Sauvegarder l'acquisition sous DO.bec.





2.2.3. Procédure "Wavelength scan" : Transmission d'un filtre interférentiel

Le filtre interférentiel Melles Griot à une longueur d'onde passante voisine de 545 nm. On cherchera à mesurer son coefficient de transmission et sa bande passante.

- La procédure est semblable à celle utilisée pour la DO avec les modifications suivantes :
- 1. Pour une meilleure résolution, on choisira "ScanSpeed 120 nm/mn"
- 2. Le mode d'acquisition "%T"
- 3. L'étendue du scan : 530 à 560 nm
- 4. L'étendue du domaine de transmission : 0 à 100%.

Après affichage du spectrographe de la transmission, la fonction "Trace" permet de déterminer la transmittance (transmission et longueur d'onde du maximum) ainsi que la bande passante à mi-hauteur.

"Function" permet une recherche du maximum en validant "Peak Pick" (Number of Peaks : 1).

Sauvegarder l'acquisition sous Fl.bec et noter les résultats : la longueur d'onde centrale, la transmittance et la bande passante du filtre.

2.2.4. Procédure "RediRead"

Nous allons vérifier la valeur de DO pour les longueurs d'onde 250 ; 300 ; 400 ; 500 ; 800 nm des cuvettes en quartz et en plastique qui seront utilisées pour analyser des solutions.

- 1. Clic sur "RediRead" dans le menu permanent.
- 2. Renseigner la fenêtre qui s'ouvre avec la valeur des longueurs d'onde
- Vérifier le mode "ABS" (clic sur "%T" si c'est le mode affiché pour passer à "ABS")
 Placer une cuvette en plastique en 1^{ère} position dans le porte cuvettes et une cuvette en quartz en 2ème position. Placer le tout dans le support d'échantillons.
- 5. Avant de faire le "blanc", clic sur "DEVICES" dans le menu permanent pour déplacer le support d'échantillons en position 3 (ou toute autre position vide) : ainsi le faisceau ne traversera pas les cuvettes pendant le blanc.
- 6. "ReadBlank"
- 7. Déplacer le support de cuvette en position 1. Le faisceau traverse la cuvette en plastique.
- 8. "ReadSample"
- 9. Déplacer le support en position 2
- 10."ReadSample"

Rg : Le transfert des données vers le PC ne se fait pas en mode "RediRead".

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

2.2.5. Étude de l'absorbance de solutions de sulfate de cuivre (CuSO₄)

Préparer 5 cuvettes en plastique en y versant dans chacune à l'aide d'une pipette, 1 ml de solution de concentration C₀, 2C₀/3, C₀/2, C₀/4, C₀/8. Préparer une 6^{ème} cuvette avec de l'eau distillée.

Attention :

Veillez à ne pas souiller les solutions. Changer impérativement l'embout de la pipette quand vous prélevez une solution, le même embout servant exclusivement à la même solution.

On utilisera encore le mode "Wavelength scan" avec les conditions suivantes :

- 1. Étendue du scan : 400 à 1100 nm
- 2. "ScanSpeed" : 1200 nm/mn
- 3. "ABS" de 0 à 2,5
- 4. "Sampling device : Auto smplr". Prévoir 5 échantillons.
- 5. "Overlay scans : Yes" permettra de superposer les graphes.
- 6. Préparer le logiciel DU640 pour le transfert des données.

Placer les cuvettes dans le porte cuvettes en respectant bien l'ordre : cuvette N°1 = C_0 ; N°2 = $2C_0/3$...; N°5 = C₀/8. La cuvette N°6 servira pour le "blanc". Placer le tout dans le porte échantillons.

Clic sur "DEVICES" pour déplacer le support d'échantillon en N°6 puis "BLANK".

"ReadSamples" lance l'acquisition automatique.

Montrer vos acquisitions à un professeur.

Faire une sortie imprimante du spectrographe. Sauvegarder l'acquisition sous SW_CUSO4.bec.

2.2.6. Procédure "Fixed wavelength"

- 1. Clic sur "FIXED WAVELENGTH" à partir du menu principal.
- 2. "Sampling device" permet de prévoir les acquisitions sur 5 cuvettes.
- 3. Choisir les longueurs d'ondes dans la fenêtre "Parameters" : 700 nm ; 750 nm ; 800 nm. Inscrire "No" dans la colonne "Use".
- 4. Faire le "blanc" sur la cuvette N°6.
- 5. Préparer le transfert des données.
- 6. Lancer "ReadSamples".

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

<u>Remarque</u>: Afin de simplifier la lecture des valeurs dans le logiciel DU640, Faire Graphe/Fixed

N° de cuvette	Concen- tration C	Concen- tration relative x	A à λ ₁ = 700 nm	A à λ ₂ = 750 nm	A à λ ₃ = 800 nm
1	C ₀	1			
2	2C ₀ /3	2/3			
3	C ₀ /2	1/2			
4	C ₀ /4	1/4			
5	C ₀ /8	1/8			

tableau 3. Absorbance en fonction de la concentration.

Wavelength/Paramètres standards et cocher uniquement Visualiser les mesures.

Montrer vos acquisitions à un professeur.

Sauvegarder l'acquisition sous *FW_CUSO4.bec*. Faire un tableau des résultats : *FW_CUSO4_A.xls*.

GOP1

SPECTROPHOTOMÈTRE BECKMAN DU64

U53. ANALYSE DES PERFORMANCES DU SYSTÈME

3.1. Éléments à votre disposition

3.1.1. Matériel

Voir cadre 1.

3.1.2. Documentation

Voir cadre 2.

3.1.3. Logiciels

Voir cadre 5.

3.2. Travail demandé

3.2.1. "Fixed wavelength" avec calcul de la concentration

D'après la loi de Beer A = $\epsilon \ell c$ il suffit

d'affecter un facteur $\frac{1}{\epsilon\ell}$ à l'absorbance A pour obtenir la concentration C. Ces coefficients sont

indiqués dans le *tableau 4*. Reprendre la procédure et les acquisitions faites en 2.2.6 en inscrivant les coefficients dans la colonne "Factor" de la fenêtre "Parameters". Compléter avec "Units : mMol/L" puis "Use : Yes".

CuSO ₄	700 nm	750 nm	800 nm
$\epsilon\ell$ (mol ⁻¹ L)	7,0	10,8	12,5
$1/\epsilon\ell$ (mmol.L ⁻¹)	143	95,2	80,0

tableau 4 : $\epsilon \ell$ (pour $\ell = 1,0$ cm) pour une solution CuSO₄.

N° de cu- vette	Concen- tration C	Concen- tration relative x	Concentra- tion C mmol/L (à 700 nm)	C mmol/L (à 750 nm)	C mmol/L (à 800 nm)
1	C ₀	1			
2	2C ₀ /3	2/3			
3	C ₀ /2	1/2			
4	C ₀ /4	1/4			
5	C ₀ /8	1/8			

tableau 5 : Calcul des concentrations des solutions.

Montrer vos acquisitions à un professeur.

Faire un tableau des résultats : FW_CUSO4_C.x/s.

3.2.2. Loi de Beer-Lambert

• Tracer sous Excel à partir du tableau 4 dans FW_CUSO4_A.x/s 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

 $A = \epsilon \ell C = \epsilon \ell C_0 x$ est-elle vérifiée ?

- Tracer les DMC et relever pour chacune d'elles la pente $\epsilon \ell C_0$ (appelée coefficient d'extinction de Beer).
- Déterminer, à partir des 3 pentes et des valeurs de ε (tableau 4) la valeur de la concentration C₀ de la solution mère. Comparer aux résultats trouvés tableau 5.

3.2.3. Observation des spectres

- Observer le spectrographe de transmission du filtre interférentiel. Déterminer la bande passante et le coefficient de transmission maximum du filtre. Comparer aux valeurs fournies par le constructeur ("Caractéristiques filtre interférentiel" du dossier technique).
- 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 spectrographe d'absorption du filtre de densité. Comparer au résultat attendu ("Caractéristiques filtre de densité" du dossier technique).
- Observer le spectre d'absorption d'une solution de sulfate de cuivre. Expliquer la coloration de la solution.

S.T.S. GÉNIE OPTIQUE – OPTION PHOTONIQUE Lycée Jean Mermoz – 68300 Saint-Louis – <u>www.lyceemermoz.com</u>					
JEAN MERMOZ	MISE EN ŒUVRE D'UN SYSTÈME U53 – ANALYSE DES PERFORMANCES	Durée : Version : Page :	2 H 02/09/2007 1/2		

S.T.S. GÉNIE OPTIQUE – OPTION PHOTONIQUE Lycée Jean Mermoz – 68300 Saint-Louis – <u>www.lyceemermoz.com</u>



MISE EN ŒUVRE D'UN SYSTÈME U53 – ANALYSE DES PERFORMANCES Durée : Version : **Page :** 2 H 02/09/2007 **2/2**

3.2.4. Partie électronique

Le moteur du support multi-cuvette est piloté en mode demi-pas. Donner le déplacement angulaire minimum du moteur que l'on peut espérer.

Le schéma électronique de la carte de commande du moteur pas à pas vous est donné cadre 17.

- Quel est le rôle du capteur ?
- Sachant que le capteur utilisé ici est un interrupteur et que celui-ci présente l'inconvénient d'avoir des rebonds mécaniques qui génère normalement des impulsions indésirables, donner le rôle des circuits suivants :
 - Le 7414 ?
 - Le 7474 ?
- Quel est le rôle du signal RAZ envoyé par l'ordinateur au circuit 7474 ?



cadre 17 : Carte de commande.

GOP1