

Corrigé d`Examen de
Méthodes et Techniques Instrumentales
(Semestre I)

Problème 01: (12 pts)

Vous êtes recrutés par un centre de recherche spécialisé dans la fabrication et développement de médicaments pour analyse de différents produits de synthèses. Vous devez occuper le poste d'un technicien avec une ou plusieurs techniques d'analyse à savoir : UV-Visible, IR, Raman et Photoluminescence (fluorescence moléculaire).

1. Quelle est la relation entre ces différentes techniques ? **Ce sont des techniques d'analyses complémentaires. (0,5 pts)**

Sur quel processus se base chacune d'elles ?

- La spectrométrie UV-Visible et IR : **l'absorption** (0,5 pts + 0,5 pts)
- La spectroscopie Raman : la **diffusion** (0,5 pts)
- La photoluminescence : l'**émission** (0,5 pts)

2. En IR, il existe deux types de spectromètres ; lesquelles ?

- Spectromètre Infra Rouge a Transformé de Fourier (IRTF) (0,5 pts)
- Spectromètre à réflectance totale atténuée (ATR) (0,5 pts)

Qu'est-ce qui les différencie?

IRTF (1 pts)	ATR (1 pts)
<ul style="list-style-type: none">- Spectromètre de simple faisceau.- Comporte un interféromètre de Michelson.- La transformée Fourier est une opération mathématique qui permet de transformer un domaine de mesure à un autre, elle permet de passer de la mesure de temps à la longueur d'onde.- Destructive, préparation de l'échantillon avec les pastilles de KBr	<ul style="list-style-type: none">- Se base sur la réflexion interne du faisceau incident dans la gamme d'analyse de l'infrarouge moyen- En générale le milieu optique utilisé est un cristal en germanium (Ge) ou en diamant synthétique.- Non destructive, sans préparation de l'échantillon

3. Parmi ces techniques, la majorité des chercheurs préfèrent la spectroscopie Raman et la photoluminescence.

a. Quelles sont les propriétés de chaque technique (Raman et Photoluminescence) comparées aux autres techniques?

Raman (1 pts)	Photoluminescence (1 pts)
<ul style="list-style-type: none">- Ne nécessite pas de préparation de l'échantillon.- Utilisable pour tous les types d'échantillons : solide, liquide ou gazeux.- Analyse non destructive et facile à mettre en œuvre.	<ul style="list-style-type: none">- Elle est 10 à 1000 fois plus sensible que la spectrophotométrie d'absorption UV-Visible.- Grâce à des bases de données, il est possible d'identifier les substances chimiques fluorescentes

b. D'où vient la nécessité d'utiliser des sources d'intensités très grandes en spectroscopie Raman?

Car on a 1 photon sur 10^8 qui est concerné donc on utilise des lasers. (1 pts)

c. Quelle est l'utilité du microscope Raman a différents objectifs ? Pour focaliser sur la surface de l'échantillon. (1 pts)

Par contre, la spectroscopie Raman présente un inconvénient majeur lors des analyses si on travaille avec de petites longueurs d'onde.

d. C'est quoi cette inconvénient ? La fluorescence. (0,5 pts)

e. Donnez deux origines possibles de sa provenance ? (1 pts)

- Les lumières parasites dans le milieu de travail
- Les autres appareils électroniques ou scientifiques allumés.

Proposez deux solutions pour l'éliminer.

- Opérations mathématiques sur le nombre de spectre a moyenné. (0,5 pts)
- Travailler dans des chambres isolées. (0,5 pts)

Problème 02 : (3 pts)

Soit une solution de permanganate de potassium avec une concentration de $7,25 \cdot 10^{-5}$ M a une transmittance de 44,1 % lorsqu'elle est mesurée dans une cellule de 2,10 cm à une longueur d'onde de 525 nm.

Calculez :

- L'absorbance de cette solution ?
- L'absorptivité molaire du KMnO_4 ?

Solution :

- L'absorbance de cette solution ?

On a : $A = -\log T$ (0,5 pts)

$A = -\log 0.441 = 0.356$ (0,5 pts)

- L'absorptivité molaire du KMnO_4 ?

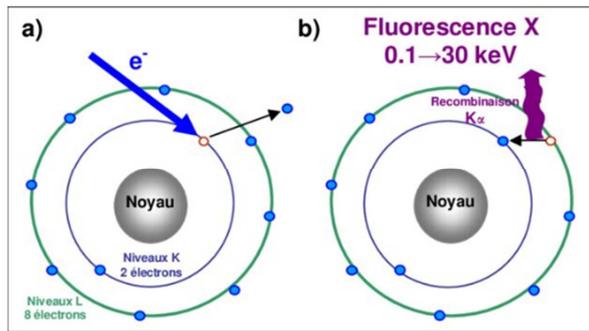
On a : $A = \epsilon l C$ (0,5pts)

Donc : $\varepsilon = A/l C$ (0,5pts)
 $\varepsilon = 0.356/(2.10 \text{ cm} * 7.25 10^{-5} \text{ mol L}^{-1})$
 $\varepsilon = 2.34 * 10^3 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ (1pts)

Questions diverses : (5 Pts)

1- En spectroscopie de fluorescence X :

a. Rappelez son principe ? (1 pts)



b. Pourquoi le tableau des raies d'émission de fluorescence X ne commence-t-il qu'au lithium? (0,5 pts)

Les éléments **hydrogène (Z=1)** et **hélium (Z=2)** ne peuvent avoir de spectre de fluorescence X, n'ayant pas d'électron dans le niveau L.

Chaque atome, à partir de **Z = 3**, conduit à un ensemble de radiations spécifiques, obéissant à des règles de sélection quantiques de ses électrons.

2. Dans la spectrométrie de fluorescence moléculaire :

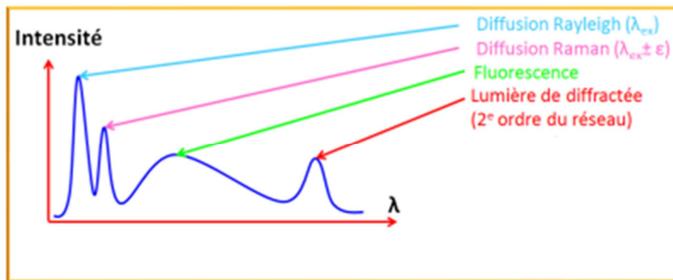
a. Quelles sont les différents facteurs environnementaux qui sont susceptibles d'influencer la fluorescence? (1 pts)

- Polarité, pH, liaison d'hydrogène, température, viscosité, pression....

b. Parmi les facteurs liés au solvant ; on y trouve l'effets des lumières parasite, quelles sont ces lumières ?

- Diffusion de Rayleigh (0,5 pts)
- Diffusion Raman (0,5 pts)
- Lumière de diffraction (0,5 pts)

Ou par schéma :



3. Comment pouvons-nous examiner et discuter des spectres obtenus par spectroscopie?

(1 pts)

- La première étape utile pour l'interprétation des spectres est l'analyse de son apparence générale: Identifier la nature de l'échantillon ; Observer l'allure des pics: s'ils sont intenses, larges fins et...
- La seconde étape est de comparer la position des différents pics avec les bases de données grâce à différents logiciels spécifiques tels qu'origine.....