

Spectromètre FT-IR, spectrum two (ATR)

1. Généralités

Principe

La **spectroscopie d'absorption infrarouge** est une méthode d'analyse principalement **qualitative** qui examine les vibrations moléculaires. Cette technique permet ainsi d'identifier la nature des liaisons chimiques et des groupements fonctionnels présent dans une molécule. Elle est largement utilisée pour la caractérisation et l'identification des molécules organiques et minérales. De plus, la loi de Beer-Lambert s'applique dans le domaine de l'infrarouge, rendant cette méthode également **quantitative**.



Spectromètre FT-IR, spectrum two (ATR), Perkin Elmer (1)

(1)http://chimie-sete-iutms.phototendance.com/fiche-technique/24_spectrometre-infrarouge.pdf

Caractéristiques

- **Gamme spectrale** : de 350 à 8300 cm^{-1}
- **Résolution** : 0.5 à 8 cm^{-1}
- **Détecteur** : DTGS (sulfate de triglycéride)
- **Compensation** de Vapeur Atmosphérique (AVC)

- **Analyse** : en transmission (cellule liquide et pastille solide)
- **Analyse** : en ATR, réflexion totale atténuée
- **Logiciel** : spectrum 10

Ce spectromètre utilise la technique ATR (atténuation totale par réflexion), qui repose sur l'utilisation de deux diamants : l'un est légèrement concave et l'autre convexe. Ces deux diamants s'emboîtent pour emprisonner et comprimer les liquides ou solides.

Applications

- **Analyses environnementales** : détermination des hydrocarbures ; des huiles et des graisses dans l'eau et dans les sols
- **Analyses chimiques et matériaux** : caractériser de nouveaux produits ; identifier des contaminants des produits ; vérifier la qualité des matériaux.
- **Analyse agro-alimentaires** : Analyse des constituants majeurs des aliments (eau, protéines, glucides, lipides) ; analyse d'acide gras dans les produits laitiers (lait) ; analyse de l'alcool, des polyphénols, des acides organiques, et des arômes de vin ; analyse des céréales, des viandes et des produits carnés.
- **Analyse pharmaceutique** : identifier et vérifier des matière brutes, intermédiaires et produits formulés ; identifier les contaminants et les impuretés dans les études de sécurité des produits.

Avantages : ne nécessite pas de préparation particulière des échantillons.
d'analyser les gaz.

Inconvénients : ne permet pas

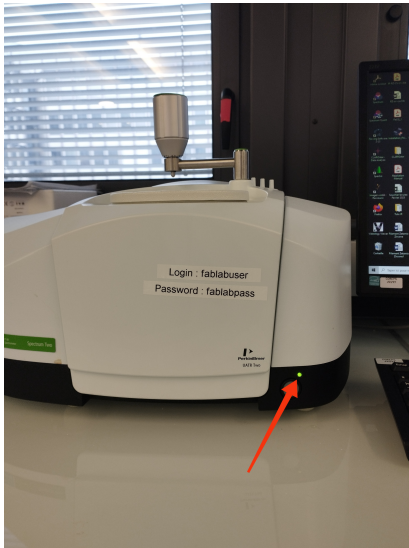
2. Procédure d'utilisation du Spectromètre FT-IR, spectrum two (ATR)

Nettoyage de l'appareil

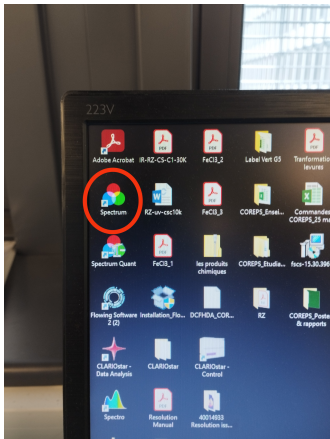
Avant toute utilisation, assurez-vous que la surface de l'appareil est propre. Pour cela, nettoyez le diamant avec de l'isopropanol ou du méthanol en effectuant des mouvements circulaires. Séchez ensuite la surface avec un essuie-tout.

Acquisition d'un spectre

1. Assurez vous que l'appareil est bien branché en USB sur le PC (voyant vert = allumé).

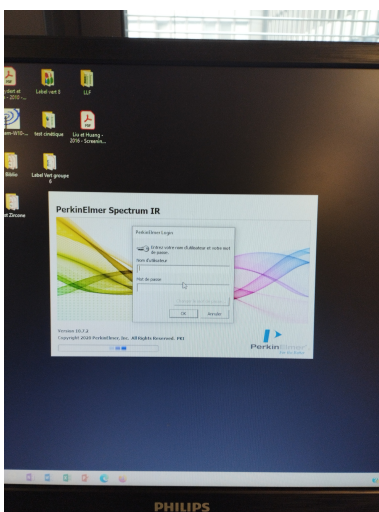


2. Ouvrez le logiciel "***Spectrum IR***" depuis le bureau. Une fenêtre apparaîtra, saisissez ensuite l'identifiant et le mot de passe suivant:

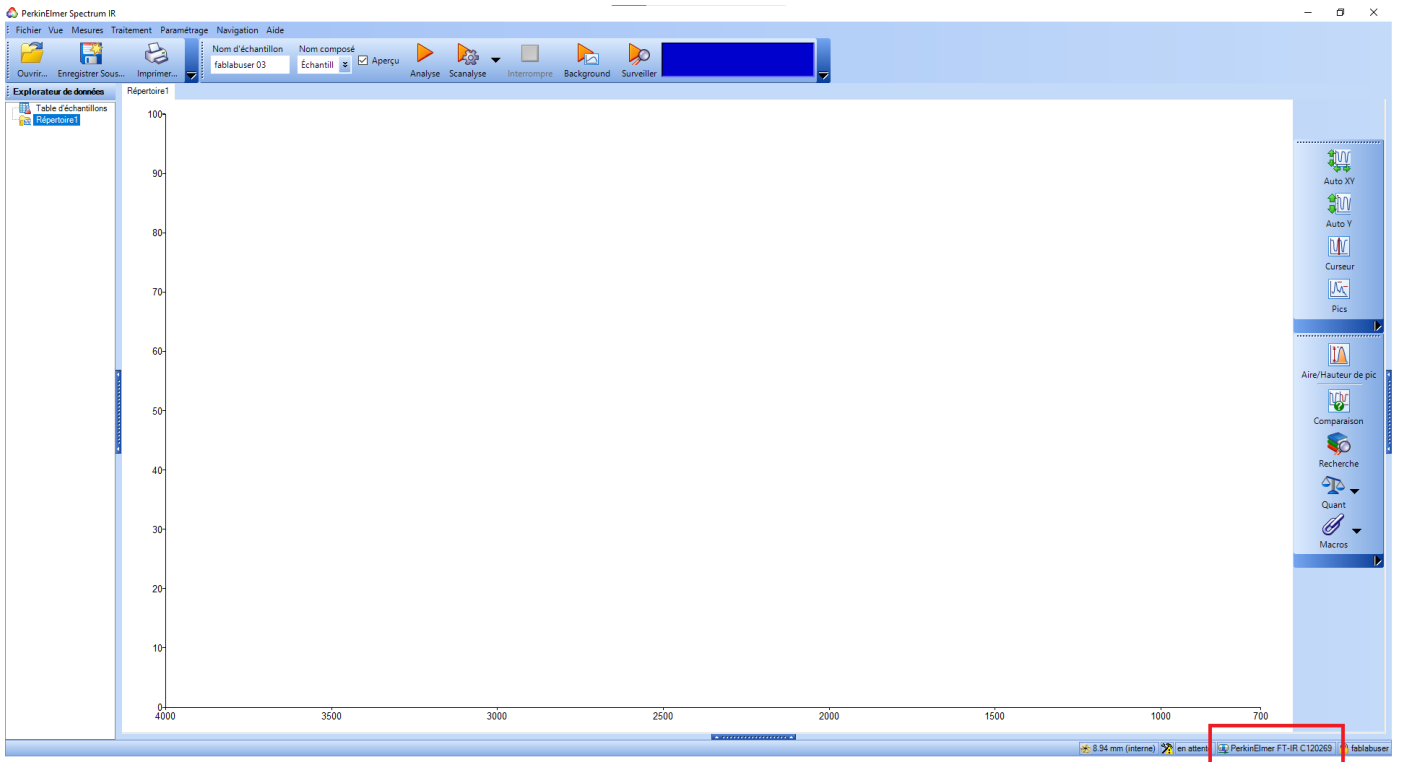


Login : fablabuser

Password : fablabpass



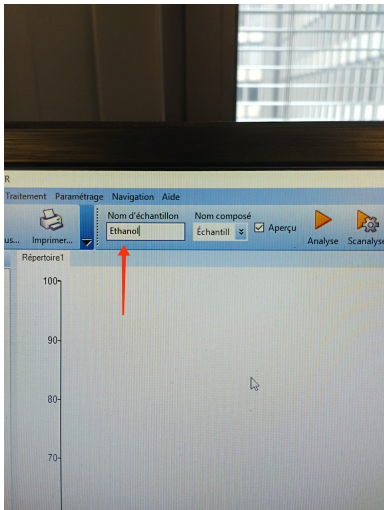
3. Vérifier de nouveau que l'appareil est bien connecté à l'ordinateur via la barre de tâche en bas à droite.



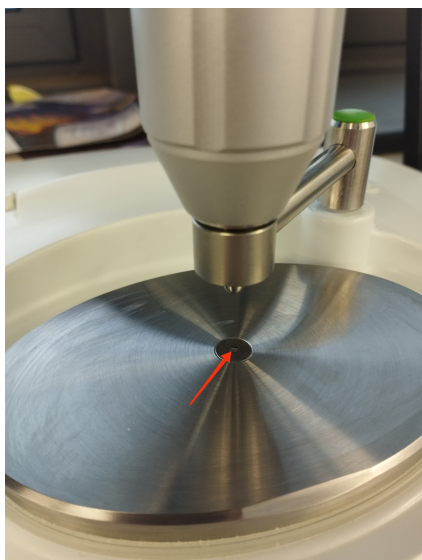
4. Faites le background (**sans l'échantillon !**) en cliquant sur l'icône "**Background**".

En spectroscopie IR, le "Background désigne la mesure de l'environnement ambiant sans la présence de l'échantillon, pour obtenir un spectre de référence.

5. En haut à gauche de la fenêtre, entrer nom de l'échantillon à analyser dans "*Nom de l'échantillon*" et si nécessaire une description dans "**Nom composé**".



6. Placez l'échantillon sur la surface de l'ATR. Si vous analysez un liquide peu visqueux, l'utilisation de la jauge de contrainte n'est pas nécessaire. En revanche, celle-ci est indispensable pour l'analyse de solides ou de liquides visqueux. Pour utiliser la jauge de contrainte, déposez l'échantillon sur l'ATR, puis tournez la manivelle (**préciser le sens**) afin de faire descendre la tige et compresser l'échantillon. Continuez à tourner la manivelle jusqu'à ce que vous entendiez un "**clic**".



7. Cliquez une première fois sur "**Analyse**" pour afficher l'aperçu du spectre de l'échantillon, puis une seconde fois pour obtenir le spectre final.

8. Pour afficher les valeurs des nombres d'ondes correspondant à chaque pic du spectre, cliquez sur "**Pics**".

9. Enregistrez le spectre sur l'appareil.

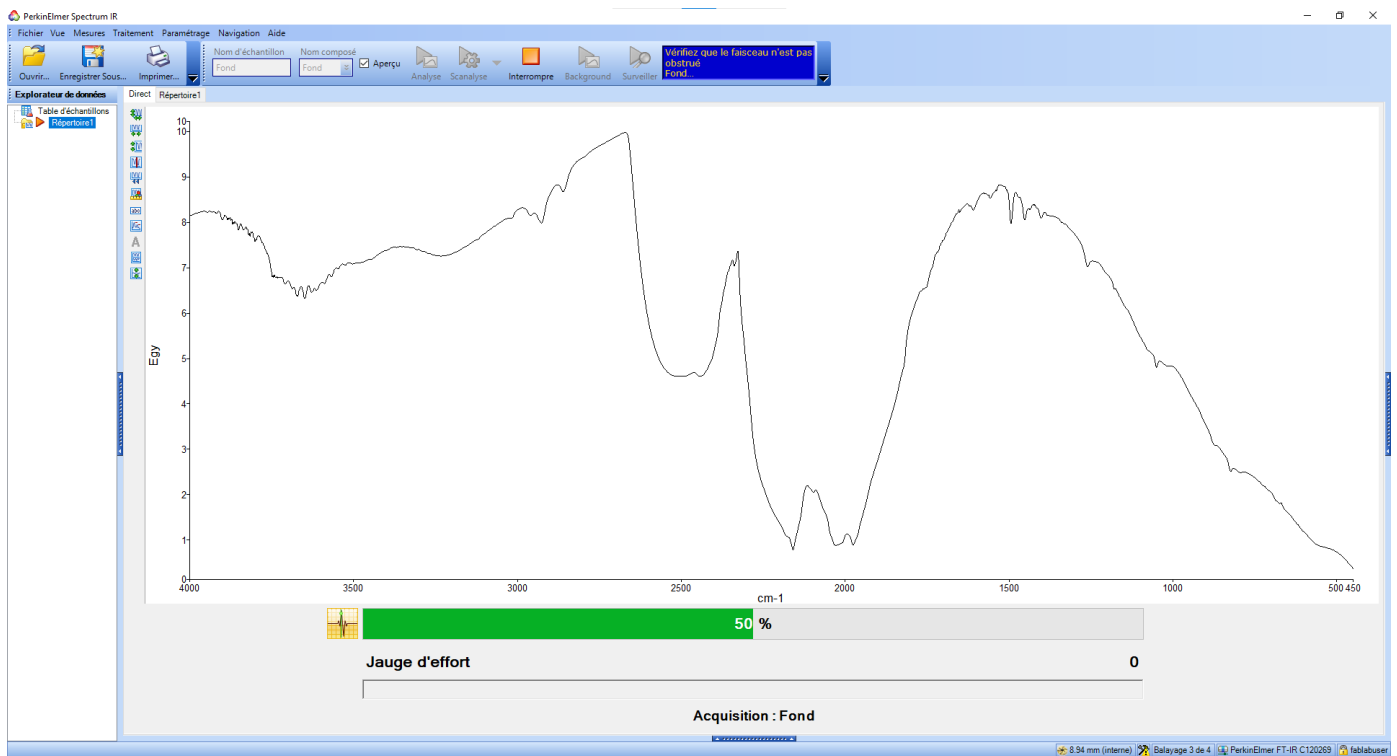
3. Précautions

Ne pas éteindre l'appareil après utilisation. Ne jamais déplacer la jauge de contrainte en position abaissée, au risque de rayer le diamant.

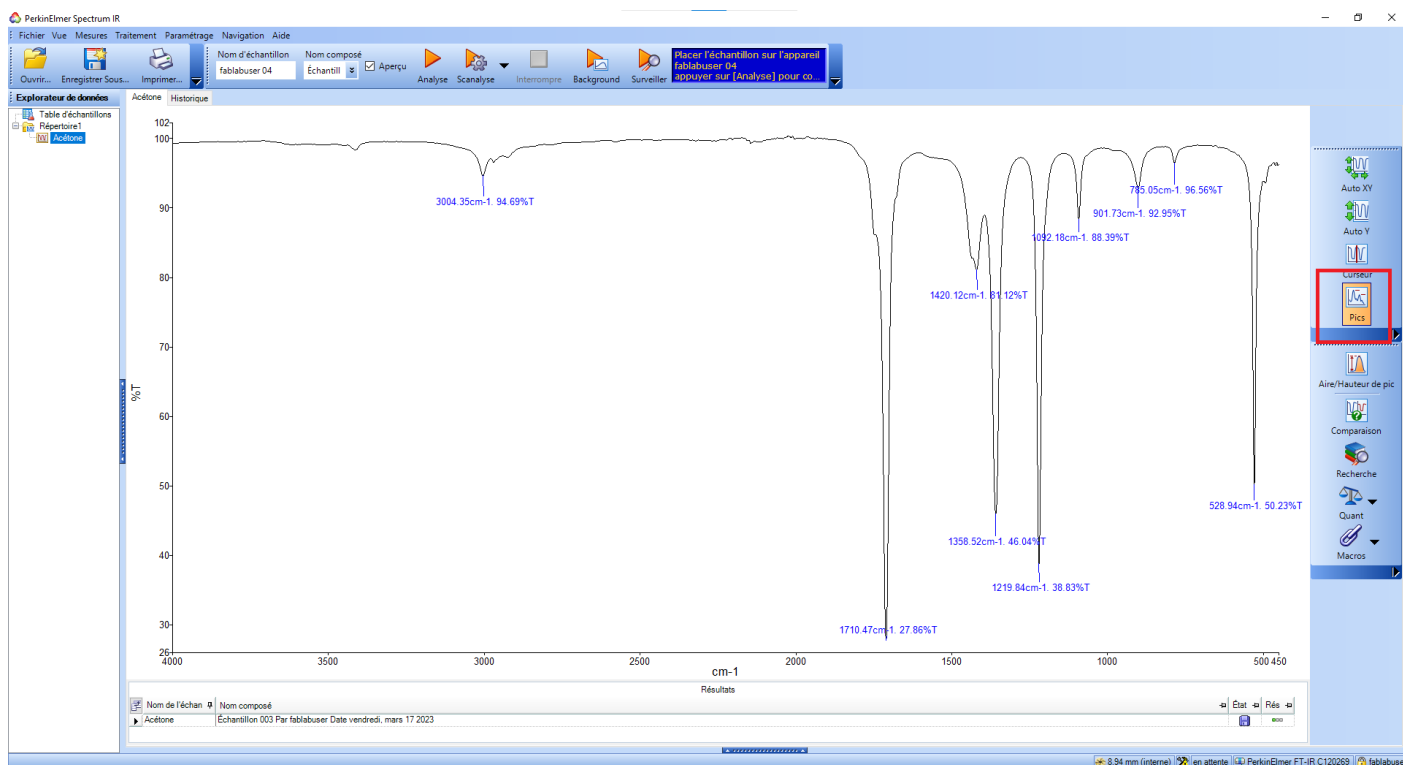
4. Exemple

Dans cet exemple, nous allons réaliser un spectre IR d'un solvant : l'.

1. Faites le "**Background**".



2. Déposez quelques gouttes de votre échantillon d'acétone.
3. Saisissez "**Acétone**" comme nom d'échantillon.
4. Cliquez une première fois sur "**Analyse**" pour afficher un aperçu, puis une seconde fois pour obtenir le spectre final.
5. Cliquez sur "**Pics**".
6. Enregistrez le spectre sur l'appareil.



Spectre d'absorption Infrarouge de l'acétone

Table spectroscopique IR simplifiée :

Liaison	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Intensité
O-H alcool libre	3500 - 3700	forte, fine
O-H alcool lié	3200 - 3400	forte, large
O-H acide carboxylique	2500 - 3200	forte à moyenne, large
N-H amine	3100 - 3500	moyenne
N-H amide	3100 - 3500	forte
N-H amine ou amide	1560 - 1640	forte ou moyenne
C _{tri} - H	3000 - 3100	moyenne
C _{tét} - H	2800 - 3000	forte
C = O ester	1700 - 1740	forte
C = O amide	1650 - 1740	forte
C = O aldéhyde et cétone	1650 - 1730	forte
C = O acide	1680 - 1710	forte

Remarque :

C_{tri} signifie que l'atome de carbone est trigonal, c'est-à-dire relié à trois voisins.

C_{tét} signifie que l'atome de carbone est tétragonal, c'est-à-dire relié à quatre voisins.

Pour aller plus loin, voici des exemples de lectures intéressantes :

1. *Interpretation of Infrared Spectra, A Parctical Approach*, John Coates, Encyclopedia of analytical Chemistry, <https://doi.org/10.1002/9780470027318.a5606>
2. *Analyse chimique, Méthodes et techniques instrumentales* : Francis Rouessac et Annick Rouessac, Dunod, 9eme édition