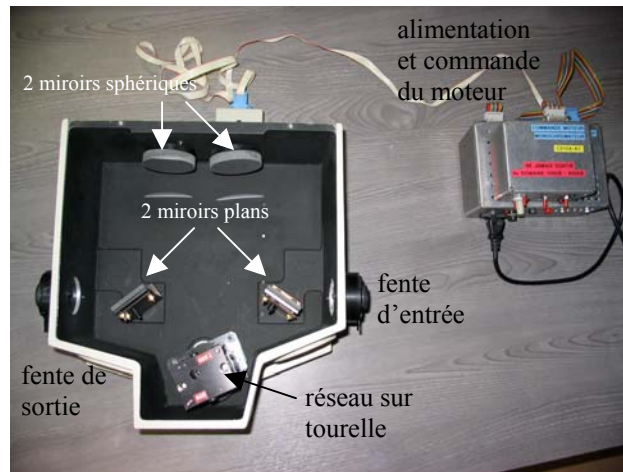


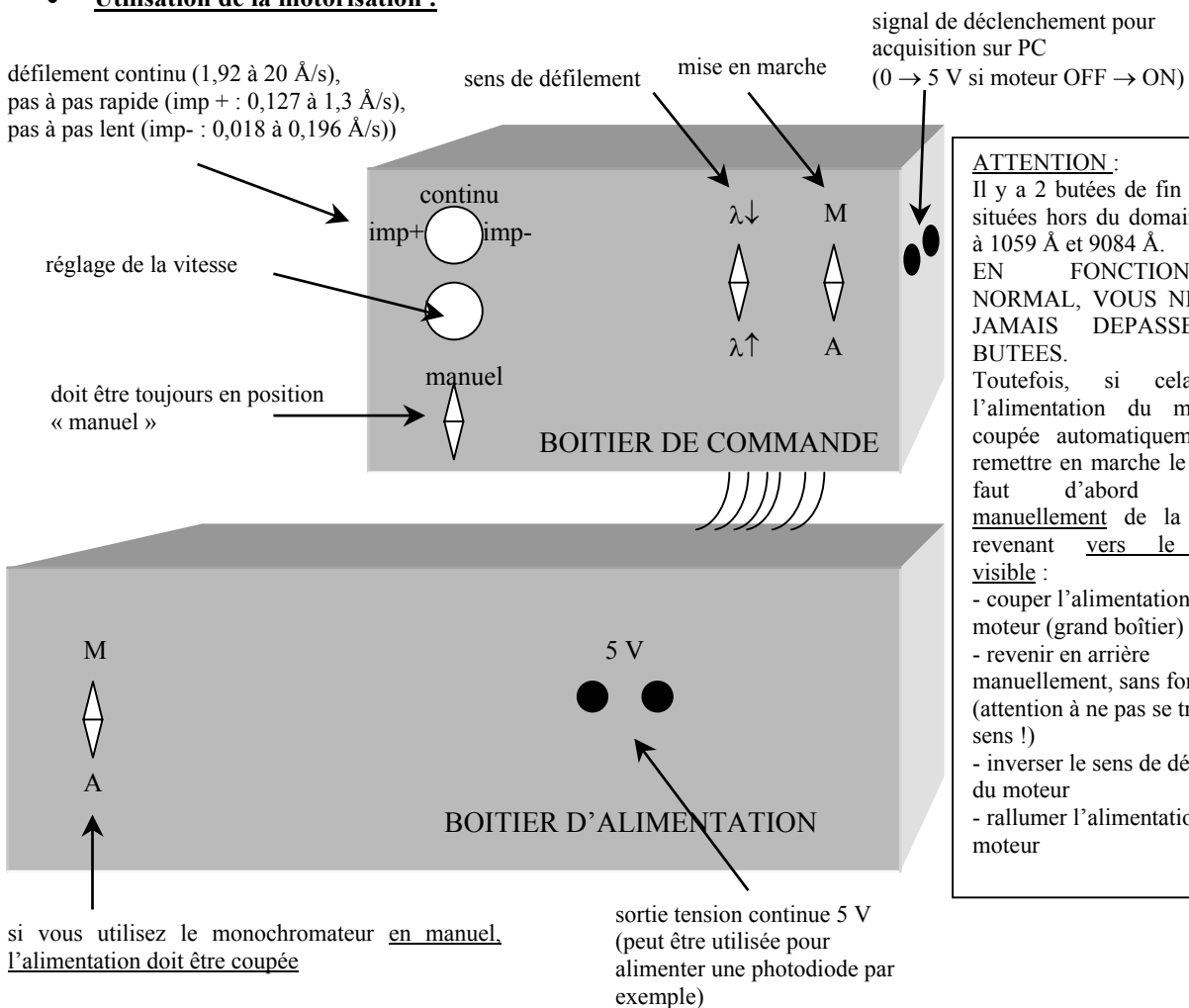
## Utilisation d'un monochromateur : Jobin Yvon HR 250

Cet appareil fonctionne suivant le même principe que le spectromètre à CCD (voir notice correspondante), mais ici le capteur CCD est remplacé par une fente de sortie, et le réseau est monté sur une tourelle dont l'angle peut être modifié manuellement ou par l'action d'un moteur. Vous pouvez ouvrir le capot de l'appareil pour en comprendre le principe (voir photo ci-dessous). Ce monochromateur peut donc servir **soit de filtre de bande passante réglable** (en tournant le réseau, on modifie la longueur d'onde diffractée vers la fente de sortie) **soit de spectromètre** (on place un photodétecteur derrière la fente de sortie et on enregistre l'intensité transmise en fonction de la longueur d'onde, modifiée par rotation du réseau).



• **Utilisation de la motorisation :**

défilement continu (1,92 à 20 Å/s),  
pas à pas rapide (imp+ : 0,127 à 1,3 Å/s),  
pas à pas lent (imp- : 0,018 à 0,196 Å/s)



**ATTENTION :**  
Il y a 2 butées de fin de course, situées hors du domaine visible, à 1059 Å et 9084 Å.  
EN FONCTIONNEMENT NORMAL, VOUS NE DEVEZ JAMAIS DEPASSER CES BUTEES.  
Toutefois, si cela arrive, l'alimentation du moteur est coupée automatiquement. Pour remettre en marche le moteur, il faut d'abord s'éloigner manuellement de la butée en revenant vers le domaine visible :

- couper l'alimentation du moteur (grand boîtier)
- revenir en arrière manuellement, sans forcer (attention à ne pas se tromper de sens !)
- inverser le sens de défilement du moteur
- rallumer l'alimentation du moteur

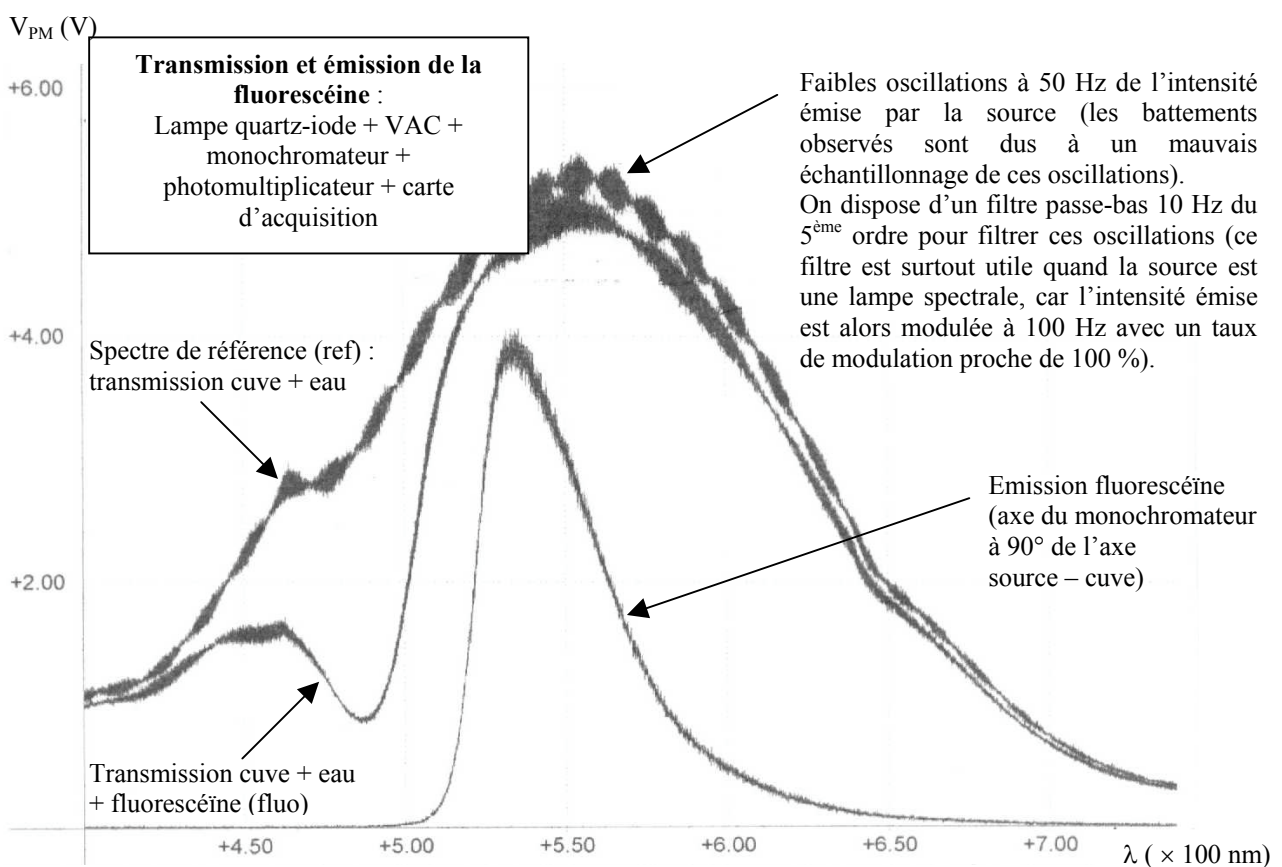
- **Mesure de spectres d'absorption / d'émission sur *Synchronie***

Acquisition de spectres avec affichage simultané à l'écran :

Les enregistrements sont assez longs ( $\approx 3$  mn pour le visible) et le déclenchement est parfois capricieux (visualisez le signal de déclenchement : lorsque le moteur est mis en marche, ce signal passe rapidement de 0 à 5 V, par contre, lorsque le moteur est coupé, il faut attendre une dizaine de secondes pour que le signal retombe à 0 V). Il est donc important de pouvoir surveiller la mesure en temps réel.

Sur *Synchronie*, pour que l'affichage simultané soit possible, il faut que la durée d'échantillonnage soit assez longue ( $> 5$  ms en général) et il ne faut pas lancer les calculs pendant l'acquisition. Evitez aussi de changer d'échelle d'une acquisition sur l'autre : tracez d'abord la variation du signal en fonction du temps, en choisissant auparavant des échelles raisonnables (en mode manuel), et faites la conversion de l'axe des abscisses en longueur d'onde à la fin, une fois que toutes vos acquisitions sont terminées.

On utilise ici comme photorécepteur un photomultiplicateur ou une photodiode (beaucoup moins sensible).



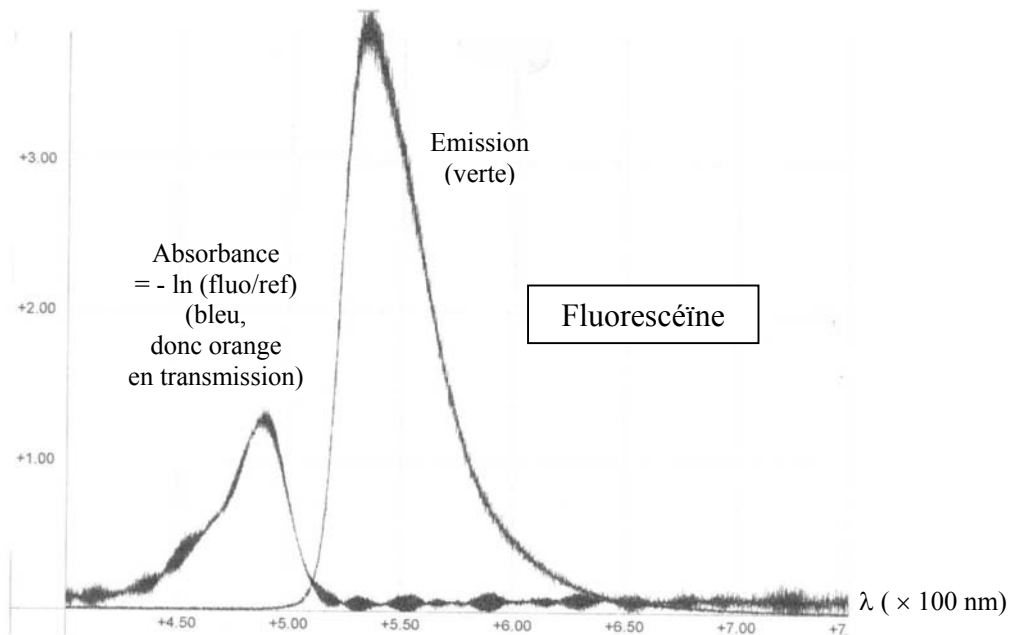
Conversion de l'axe des abscisses :  $t \rightarrow \lambda$  :

Dans l'exemple ci-dessus, pour convertir l'axe des abscisses en longueur d'onde, on a écrit dans la feuille de calcul :  $\lambda = 2 * t + 400$  (la vitesse du moteur étant de 2 nm/s, le départ étant à 400 nm,  $t$  étant en secondes, on obtient ainsi  $\lambda$  en nm). On choisit ensuite  $\lambda$  comme variable pour l'axe des abscisses.

Pour le calcul d'un coefficient d'absorption :

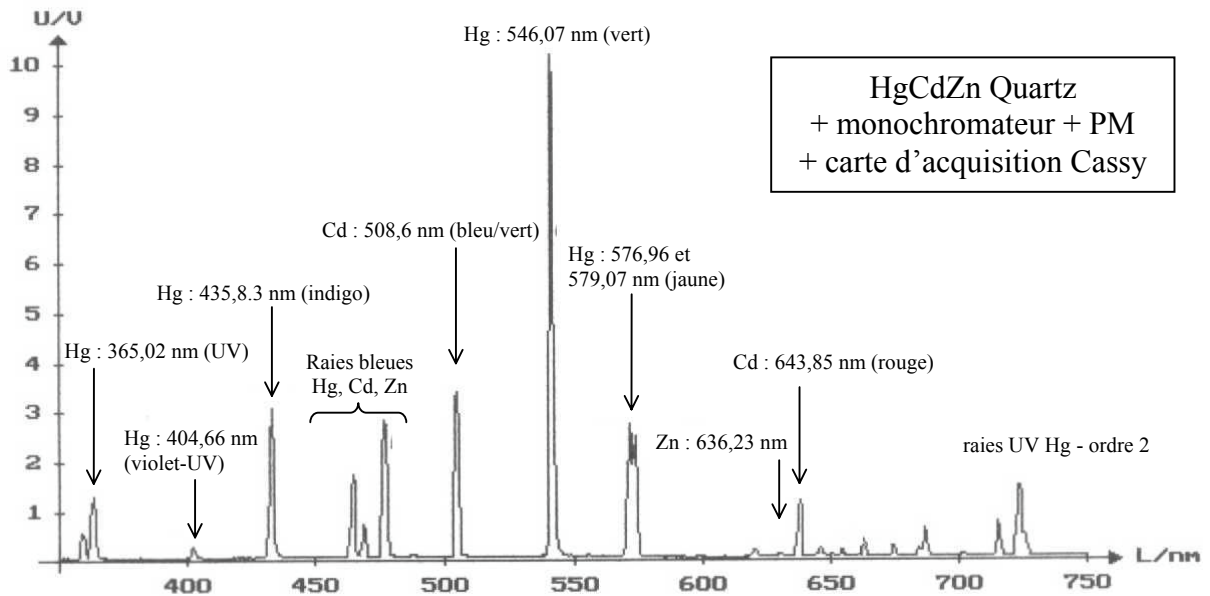
- 1 - Acquérir un spectre de référence (ici : cuve + eau, sans fluorescéine)
- 2 - Dans le menu « Outil » – « Copier une variable » : copier le spectre de référence sous un autre nom (ici : *ref*)
- 3 - Acquérir le spectre de transmission (ici : cuve + eau + fluorescéine) : sans toucher au montage, on ajoute un peu de fluorescéine dans l'eau. Il en faut très peu (l'eau doit à peine se colorer). Si on en met trop, la transmission devient nulle dans la bande d'absorption et on ne peut donc pas calculer l'absorbance.

- 4 - Dans le menu « Outil » – « Copier une variable » : copier le spectre de transmission sous un autre nom (ici : *fluo*)
- 5 - Ecrire dans la feuille de calcul :  $trans = fluo/ref$  (calcul de la transmittance)  
 $absorb = -\ln(trans)$  (calcul de l'absorbance)
- 6 - Afficher *trans* ou *absorb* dans une nouvelle fenêtre (menu *paramètres, courbes, ...*)



Autre exemple :

Emission d'une lampe spectrale HgCdZn avec ampoule en quartz (pour observer les raies UV) :



Remarque : Ces mesures peuvent être réalisées beaucoup plus rapidement avec un spectromètre à CCD (voir notice correspondante). Le monochromateur est toutefois intéressant car il permet d'obtenir une meilleure résolution si on l'utilise avec des fentes assez fines :

- **Résolution du monochromateur**

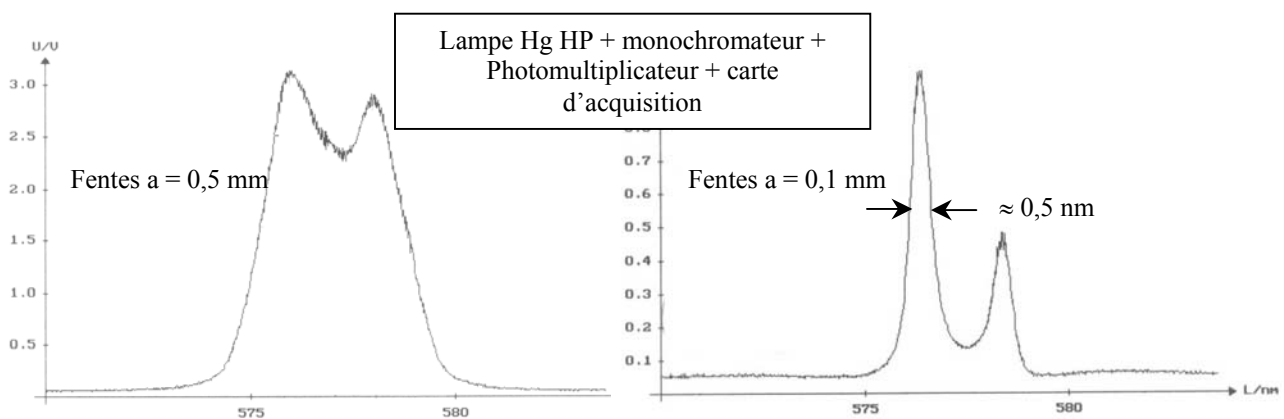
Le pouvoir de résolution du monochromateur est limité en général par la largeur des fentes d'entrées et de sortie (le montage optique étant symétrique, on choisira des fentes d'entrée et de sortie de largeur identique). On dispose de 3 paires de fentes de largeur  $a = 0,1$  mm,  $0,5$  mm et  $2$  mm.

La dispersion du réseau est, dans l'approximation des petits angles :  $\theta = k \lambda / p$  ( $p$  période du réseau). On dispose de deux réseaux, un  $600$  traits/mm utilisé dans l'ordre 2 et un  $1200$  traits/mm utilisé dans l'ordre 1. On a donc  $p/k = 1$  mm/ $1200$  pour les deux réseaux.

Deux longueurs d'onde proches  $\lambda$  et  $\lambda + \Delta\lambda$  sont résolues si la distance entre les deux images de la fente source correspondant à ces deux longueurs d'onde est supérieure à la largeur de l'image de la fente, c'est-à-dire si :  $\Delta\theta f > a$  (grandissement du montage = 1) où  $\Delta\theta = k \Delta\lambda / p$ . La résolution est donc :  $\Delta\lambda_{\min} \approx a p / f k$  (les spectres de bonne résolution ont une grande focale, une fente fine et un réseau très dispersif), soit (avec  $f = 250$  mm) :

$$\Delta\lambda_{\min} / a \approx 3 \text{ nm / mm de fente.}$$

Pour résoudre le doublet de Hg ( $\Delta\lambda = 2,1$  nm) il faut donc utiliser les fentes de  $0,1$  ou  $0,5$  mm, comme le montrent les deux enregistrements suivants :



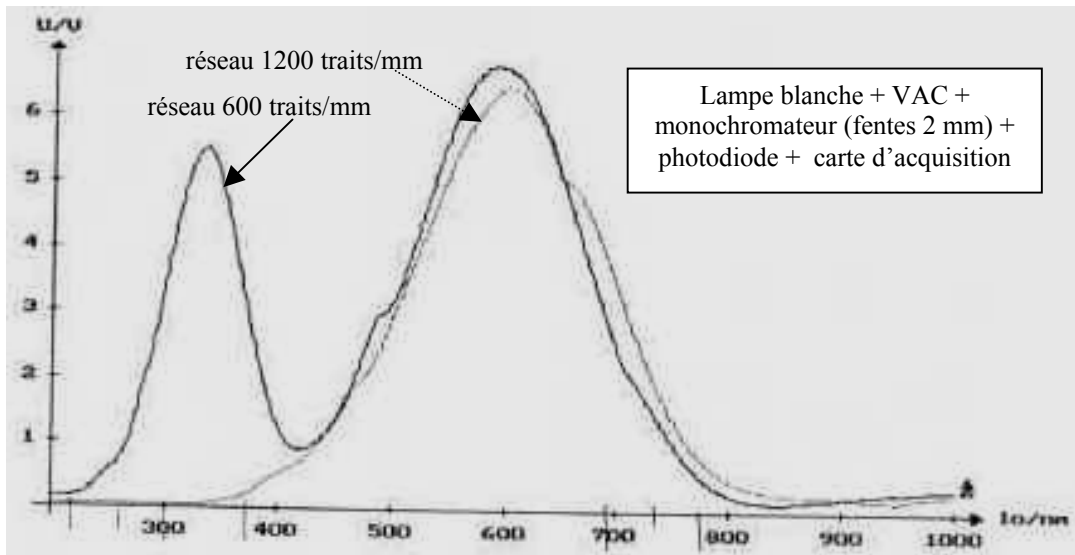
**Remarque :** Sur le spectre précédent, les deux raies du doublet apparaissent avec une intensité différente. C'est un artefact dû à un mauvais échantillonnage de la composante  $100$  Hz de l'intensité émise par la source. En effet, une lampe spectrale alimentée par le secteur émet une lumière dont l'intensité est modulée à  $100$  Hz avec un taux de modulation proche de  $100\%$ . Quand on réalise un enregistrement de spectre avec une acquisition numérique, la fréquence d'échantillonnage  $f_e$  de l'acquisition est souvent inférieure à  $100$  Hz (par exemple, si on réalise un enregistrement sur une durée totale de  $3$  mn, comme le nombre de points de mesure est au maximum de  $10\,000$  points sur *Synchronie*, on a  $f_e < 55$  Hz). Le critère de Shannon n'étant pas vérifié, on observe des effets de stroboscopie (visibles par exemple en réalisant un enregistrement de l'intensité sans faire tourner le moteur du monochromateur : alors que  $\lambda$  est fixée, on observe une modulation lente et régulière de l'intensité, dont la fréquence dépend fortement de la valeur de  $f_e$ ).

Pour éviter cet effet, il faut soit choisir une fréquence d'échantillonnage exactement sous-multiple de la fréquence de modulation de l'intensité (méthode utilisée avec la caméra CCD *Caliens*) soit filtrer la composante  $100$  Hz du signal analogique. On dispose pour cela d'un filtre passe-bas  $10$  Hz du  $5^{\text{ème}}$  ordre, permettant de filtrer efficacement la forte composante à  $100$  Hz sans trop modifier le signal.

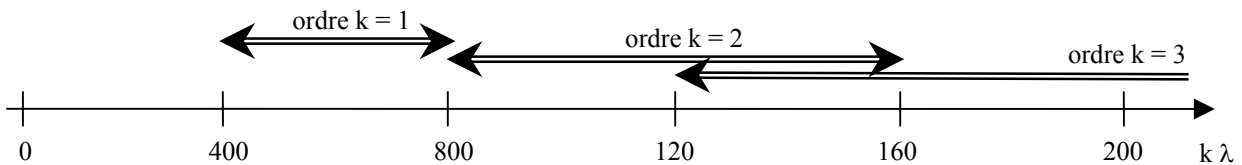
- **Choix du réseau (600 ou 1200 traits / mm) - problème de recouvrement des ordres**

Le monochromateur HR 250 contient deux réseaux différents placés sur une tourelle. Pour changer de réseau, on fait tourner cette tourelle de l'extérieur (pour savoir quel réseau est éclairé, il faut ouvrir l'appareil).

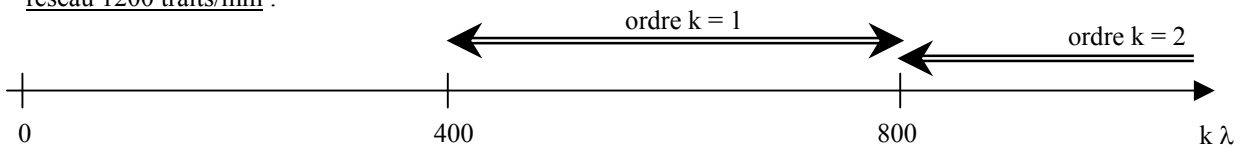
Les deux réseaux sont utilisés avec le même étalonnage car le réseau  $600$  traits/mm est utilisé dans l'ordre 2 alors que le réseau  $1200$  traits/mm est utilisé dans l'ordre 1. La figure suivante montre un enregistrement réalisé dans les mêmes conditions avec chacun des 2 réseaux :



réseau 600 traits/mm :



réseau 1200 traits/mm :



zone correspondant à l'étalonnage du monochromateur

↔ = domaine spectral 400 nm – 800 nm, correspondant approximativement au visible

Si la largeur spectrale de la source n'est pas trop étendue vers l'UV ou vers les IR, les deux réseaux sont équivalents. Dans le cas contraire, le réseau 600 traits/mm pose des problèmes liés aux recouvrements d'ordres : par exemple, si on regarde à l'œil la sortie du monochromateur lorsque la longueur d'onde indiquée est 350 nm, on observe du rouge (le rouge à 700 nm d'ordre 1 se superpose à l'UV à 350 nm d'ordre 2). De la même manière, si on se place à 750 nm, on observe à la sortie du bleu (le bleu à  $2/3 * 750 = 500$  nm d'ordre 3 se superpose au rouge à 750 nm de l'ordre 2) : d'après la loi des réseaux ( $p \sin \theta = k \lambda$ ), il y a superposition si  $k \lambda = k' \lambda'$ .

Avec le réseau 1200 traits/mm, on travaille dans l'ordre 1, donc il n'y a pas de recouvrement à faible  $\lambda$  (pas de recouvrement entre l'ordre 1 et l'ordre 0). Par contre, il peut y avoir recouvrement à grande  $\lambda$  (entre l'ordre 1 et l'ordre 2, voir par exemple le spectre de la lampe spectrale HgCdZn plus haut, vers 700-750 nm), mais ce recouvrement est plus faible que celui observé avec le 600 traits/mm (entre l'ordre 2 et l'ordre 3).

Le réseau 600 traits/mm est intéressant si on veut travailler dans la gamme IR. Dans ce cas, on l'utilise dans l'ordre 1 et on multiplie simplement l'indication du monochromateur par 2.