BREVET DE TECHNICIEN SUPÉRIEUR

TECHNIQUES PHYSIQUES POUR L'INDUSTRIE ET LE LABORATOIRE

ÉPREUVE DE SCIENCES PHYSIQUES

SESSION 2014

Durée : 4 heures
Coefficient : 4

Matériel autorisé :
Toutes les calculatrices de poche y compris les calculatrices programmables, alphanumériques ou à écran graphique à condition que leur fonctionnement soit autonome et qu'il ne soit pas fait usage d'imprimante (Circulaire n°99-186, 16/11/1999).

CE SUJET COMPORTE UNE PRÉSENTATION GÉNÉRALE ET TROIS EXERCICES **INDÉPENDANTS** :

PRÉSENTATION GÉNÉRALE ..... pages 2/19 à 4/19
EXERCICE 1 : OPTIQUE ..... pages 5/19 à 8/19
EXERCICE 2 : ÉLECTRICITÉ ..... pages 9/19 à 13/19
EXERCICE 3 : MÉCANIQUE, THERMODYNAMIQUE ET CHIMIE ..... pages 14/19 à 15/19

Documents à rendre et à agrafer avec la copie :

- Documents réponses n° 1 et n° 2 (partie optique) ..... page 16/19
- Documents réponses n° 3 à n° 5 (partie électricité) ..... pages 17/19 à 18/19
- Documents réponses n° 6 et n° 7 (partie mécanique) ..... page 19/19

Dès que le sujet vous est remis, assurez-vous qu'il est complet.
Le sujet se compose de 19 pages, numérotées de 1/19 à 19/19.

CARACTÉRISATION DES POLYMÈRES PAR SPECTROMÉTRIE INFRAROUGE.

La spectrométrie infrarouge (IR) est devenue une méthode d'analyse de routine des polymères dans de très nombreux laboratoires universitaires ou industriels.

Elle permet d'obtenir des informations détaillées sur la structure chimique des macromolécules et la composition d'un polymère. Elle est également un outil efficace pour étudier les modifications de structure des polymères suite à des traitements chimiques. Elle permet plus particulièrement de réaliser une analyse comparative entre le polymère à l'état isotrope en solution et le polymère transformé à l'état fibreux afin d'en révéler les différences. Cette technique permet aussi de déterminer des traces de solvant résiduel dans le polymère après le filage.

La spectrométrie IR trouve des applications très étendues sur le plan des analyses tant qualitatives que quantitatives. Son utilisation la plus courante est l'identification de composés organiques : deux substances ne possèdent jamais des spectres identiques.

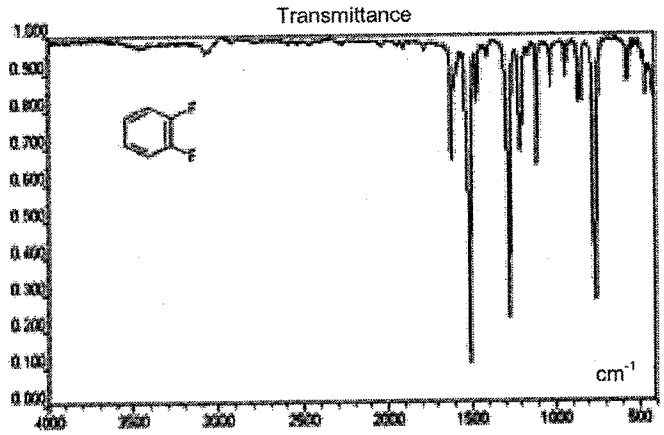


Figure 1 : Spectre d'absorption IR du 1.2 difluorobenzene

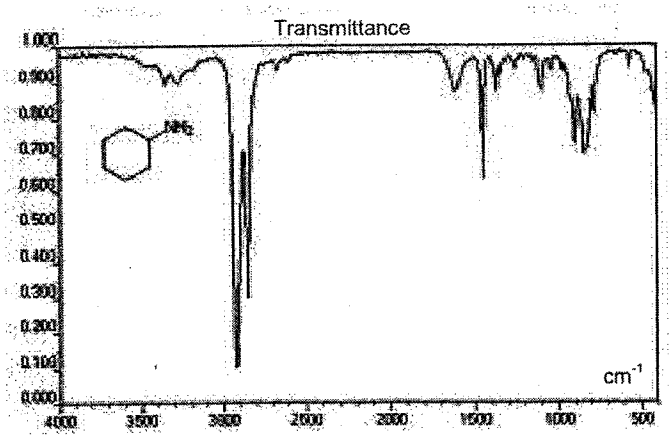
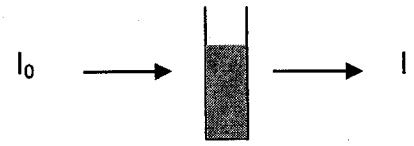


Figure 2 : Spectre d'absorption IR de la cyclohexylamine

Un spectre infrarouge représente la transmittance T en fonction du nombre d'onde σ (inverse de la longueur d'onde $\sigma = \frac{1}{\lambda}$).

La transmittance est déterminée à partir des intensités lumineuses transmise I et incidente I_0 mesurées par un capteur de lumière : $T = \frac{I}{I_0}$.



Les spectres IR par transformée de Fourier sont acquis à l'aide d'un spectromètre qui est composé d'une source IR, d'un interféromètre et d'un capteur de lumière. On éclaire l'échantillon avec un rayonnement infrarouge et on mesure les longueurs d'ondes auxquelles le matériau absorbe et les intensités d'absorption correspondantes. Les longueurs d'ondes auxquelles le matériau absorbe sont caractéristiques de liaisons chimiques particulières. Un phénomène de résonance intervient dans la molécule quand le rayonnement la traverse ou s'y réfléchit :

- si la fréquence du rayonnement est différente de celles des vibrations moléculaires rencontrées, la radiation n'est pas absorbée ;
- si la fréquence est identique, la radiation perd de son énergie. Elle est absorbée par la molécule, l'amplitude des vibrations augmente.

ÉLÉMENTS D'UN SPECTROMÈTRE À TRANSFORMÉE DE FOURIER.

Dans un spectromètre à transformée de Fourier, l'élément principal est un interféromètre de Michelson schématisé **ci-dessous sur la figure 3.**

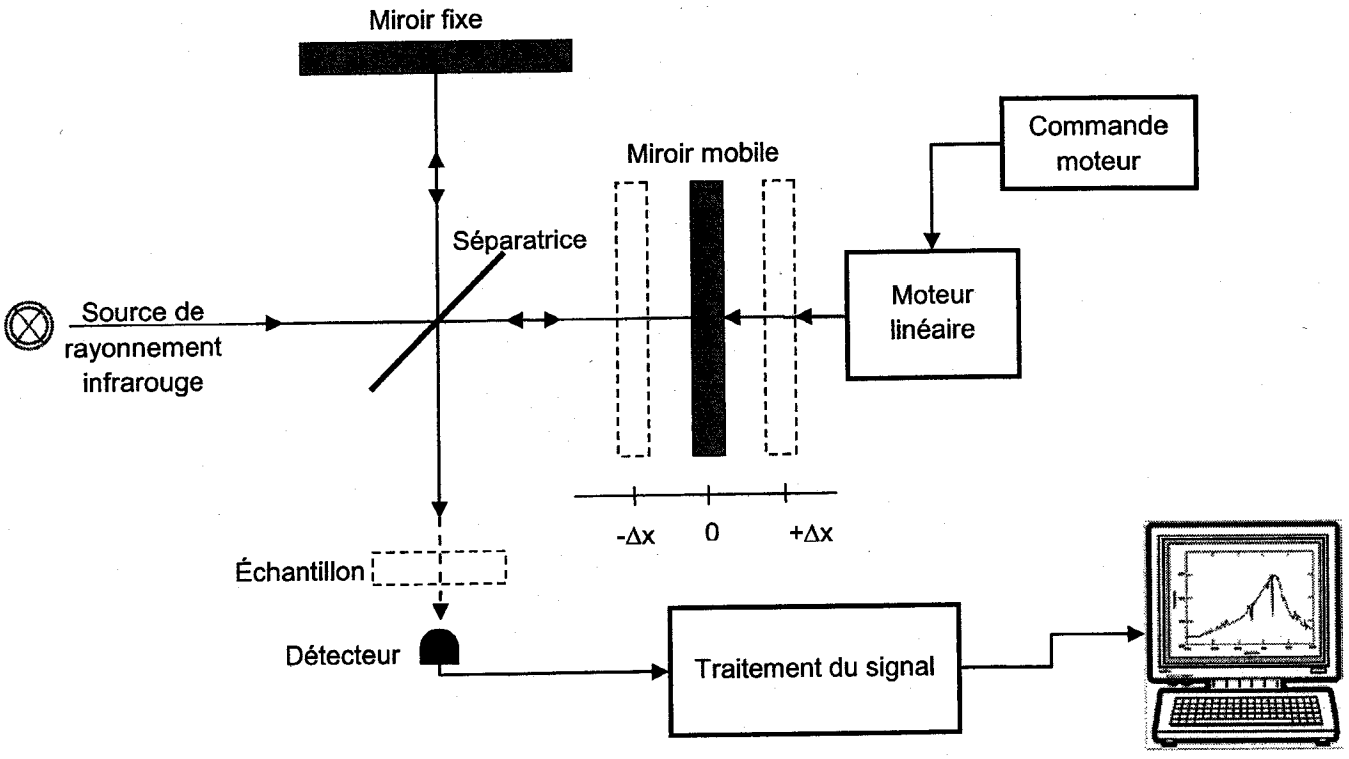


Figure 3 : Éléments de base constituant un spectromètre à transformée de Fourier

La lame séparatrice semi-transparente divise le faisceau issu de la source IR en deux faisceaux d'intensité égale. L'un est réfléchi vers le miroir fixe alors que l'autre est transmis vers un miroir mobile qui se déplace à vitesse constante le long de son axe. Un faisceau parcourt un chemin optique fixe, l'autre un chemin optique de longueur variable grâce au miroir mobile. Le signal sortant de l'interféromètre est donc la superposition de deux faisceaux interférant entre eux. Les faisceaux interfèrent de façon constructive ou destructive suivant la position du miroir mobile et la fréquence de la radiation.

Après la traversée de l'échantillon, le faisceau résultant parvient au détecteur pour être transformé en signal électrique. Un traitement mathématique particulier, la transformée de Fourier, réalisé numériquement par l'ordinateur, permet de passer du domaine temporel au domaine fréquentiel (voir **figure 4 ci-dessous**).

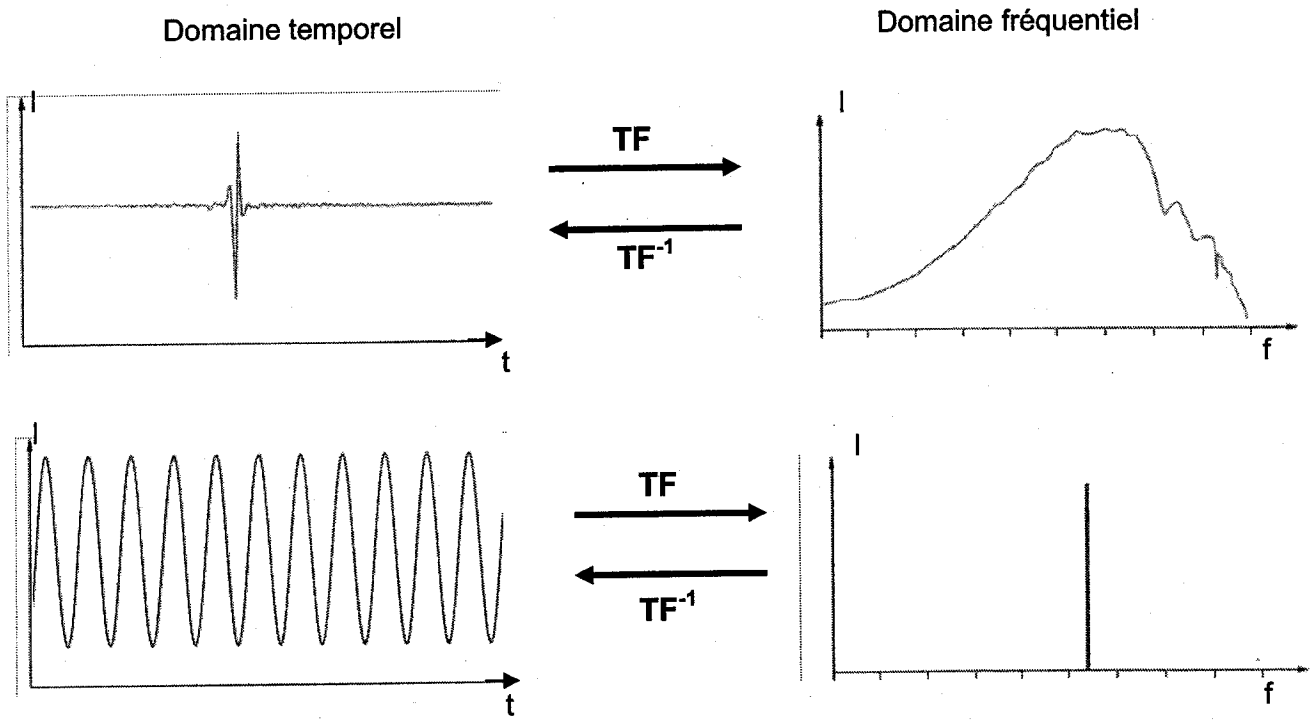


Figure 4 : exemples d'interférogrammes et de spectres associés

La même opération mathématique permet de passer de la différence de marche (domaine spatial), à la représentation de l'intensité en fonction du nombre d'onde σ afin d'obtenir le spectre $I = f(\sigma)$.

Dans ce sujet, vous êtes un technicien supérieur nouvellement embauché dans une entreprise leader sur le marché des spectromètres IR. Vous travaillez dans le service qualité sous l'autorité d'un ingénieur-conseil M. Trachandle qui vous aidera dans la limite de ses disponibilités (vous disposerez de nombreux documents).

Ce sujet comporte trois exercices indépendants que vous pouvez traiter dans l'ordre que vous souhaitez.

- **L'exercice 1 concerne l'analyse optique de l'interféromètre et sa résolution ainsi qu'un exemple d'application.**
- **L'exercice 2 porte sur la mise en œuvre de différentes parties électriques de l'interféromètre.**
- **L'exercice 3 aborde le refroidissement par effet Peltier du détecteur.**

EXERCICE 1 : PARTIE OPTIQUE (durée conseillée 1 h15)

1 - ANALYSE OPTIQUE DE L'INTERFÉROMÈTRE.

Le domaine de l'infrarouge correspond à des longueurs d'ondes comprises entre 0,8 µm et 1000 µm que l'on peut diviser en trois domaines. La majorité des applications se situe dans le moyen infrarouge.

Domaine	Longueur d'onde λ (m)
IR proche	$0{,}8.10^{-6} - 2{,}5.10^{-6}$
IR moyen	$2{,}5.10^{-6} - 5.10^{-5}$
IR lointain	$5.10^{-5} - 1.10^{-3}$

1.1 - Source infrarouge.

1.1.1 - D'après le **document 1 ci-contre**, déterminer la bande spectrale (en nombres d'ondes) balayée par le spectromètre dans sa version **standard**.

1.1.2 - Déterminer la plage de longueurs d'ondes correspondante sachant que $\sigma = \frac{1}{\lambda}$.

1.1.3 - Justifier son appellation de spectromètre infrarouge.
Préciser le (les) domaine(s) de l'infrarouge correspondant(s).

La source infrarouge utilisée est une source incandescente au carbure de silicium.

1.1.4 - D'après le **document 2 ci-contre**, justifier le choix de cette source pour le spectromètre.

Performance Specifications	
Spectral Range (Standard)	7800 – 350 cm⁻¹
Spectral Range (Option, CsI Optics)	6400 – 200 cm⁻¹
Spectral Range (Option, Extended-Range Optics)	11000 – 375 cm⁻¹
Spectral Range (Option, Multi-Range Optics)	27000 – 15 cm⁻¹ (Option)
Optical Resolution	0.4 cm⁻¹
Peak-To-Peak Noise (1 minute scan)	< 8.68 x 10⁻⁶ AU** (50,000:1)
RMS Noise (1 minute scan)	< 1.95 x 10⁻⁶ AU**
Ordinate Linearity	0.07 %T

Document 1 : spécifications techniques du spectromètre 4700

Spécifications

Plage spectrale	1,7 à 28 µm
Taille du faisceau de sortie	3,81 cm
Divergence du faisceau	1° plein angle
Température de couleur	~1200 K, ±100 K
Durée de vie moyenne	2000 heures
Courant de fonctionnement	1,8 à 2,4 A
Tension de fonctionnement	12 V
Fluctuations de l'intensité lumineuse (crête à crête)	0,10 % crête-à-crête
Entrées AC	110/220 VAC
Sortie DC	12 V

Document 2 : caractéristiques de la source IR

1.2 - L'interféromètre de Michelson.

On suppose que l'interféromètre est réglé au contact optique et que les miroirs sont perpendiculaires. Le schéma de l'interféromètre est celui de la **figure 3 page 3/19** de la présentation générale. La figure d'interférences obtenue est constituée d'anneaux concentriques.

On déplace le miroir mobile d'une distance e.

1.2.1 - Donner l'expression de la différence de marche δ au niveau du détecteur entre les deux faisceaux émergeant de l'interféromètre au centre des anneaux (qui correspond à une incidence nulle comme représenté sur la **figure 3**) sachant que la séparatrice n'introduit pas de déphasage supplémentaire.

1.2.2 - En supposant la source étendue, préciser où sont localisés les anneaux.

Si on place une lentille convergente à la sortie de l'interféromètre, préciser quelle doit être la distance entre la lentille et le capteur.

Le miroir mobile, couplé à un moteur, se déplace à vitesse constante notée v. Un capteur de lumière est placé au centre des anneaux. L'ensemble capteur et interface permet l'enregistrement de l'intensité lumineuse notée I(t) en fonction de la durée d'enregistrement.

On souhaite passer de la représentation de l'intensité lumineuse en fonction du temps I(t) à la représentation de l'intensité lumineuse en fonction de la différence de marche I(δ).

1.2.3 - Le miroir mobile se déplace pendant une durée Δt. En supposant que la vitesse de translation v du miroir est constante, exprimer la différence de marche δ en fonction de v et Δt. On suppose qu'initialement l'interféromètre est réglé au contact optique.

1.3 - Détermination de la vitesse de déplacement du miroir.

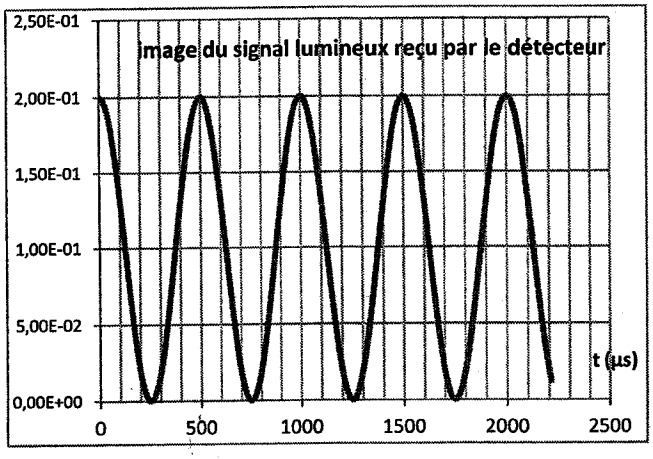
Au service R&D, les ingénieurs ont testé le spectromètre en utilisant une source IR monochromatique de longueur d'onde λ_{monoIR} = 15,00 µm. M. Trachandle vous a fourni le signal temporel obtenu par les ingénieurs lors des essais (voir le **document 3 ci-dessous**).

1.3.1 - Déterminer sur le **document réponse n° 1 page 16/19**, les instants correspondant à des interférences constructives. En déduire la période T et la fréquence f du signal du **document 3**.

1.3.2 - Exprimer en fonction de la longueur d'onde λ_{monoIR}, la variation de différence de marche Δδ correspondant à la période du signal.

1.3.3 - Montrer à l'aide des questions **1.2.3.** et **1.3.2.** que la vitesse du moteur s'exprime par la relation : $v = \frac{\lambda_{monoIR} \times f}{2}$.

1.3.4 - Calculer la vitesse v.

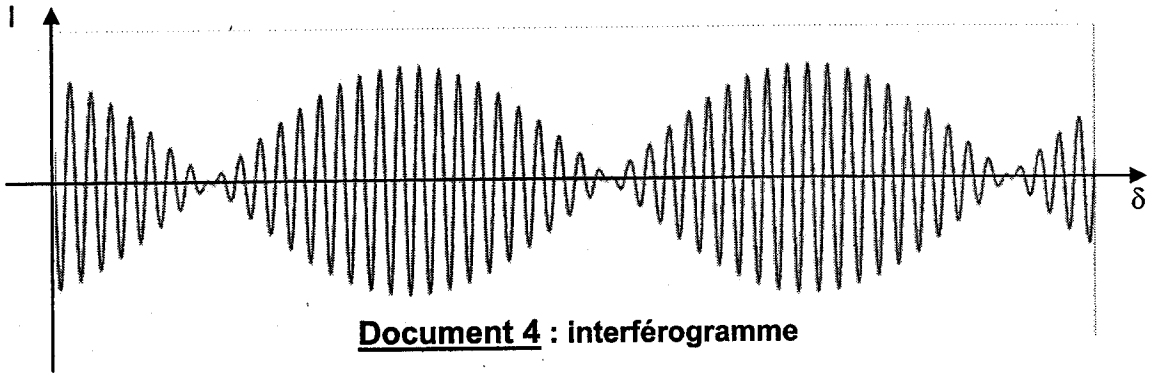


Document 3 : Résultat du service R&D

1.4 - Résolution spectrale de l'interféromètre I.R à transformée de Fourier (IRTF).

On éclaire l'interféromètre par une source à deux composantes spectrales (nombres d'ondes σ_1 et σ_2) proches l'une de l'autre. On obtient un phénomène de battements.

L'interférogramme I = f(δ), obtenu avec la source, est donné dans le **document 4 ci-dessous**. ***La composante continue est filtrée.***



Document 4 : interférogramme

1.4.1 - Lorsque le miroir mobile se déplace, on obtient périodiquement des anti-coïncidences. Indiquer sur le **document réponse n° 2 page 16/19**, deux anti-coïncidences consécutives (correspondant à un contraste nul) sur l'interférogramme et reporter sur la figure la variation de différence de marche correspondante $\Delta\delta$.

1.4.2 - La variation de différence de marche entre deux anti-coïncidences consécutives est donnée par la relation : $\Delta\delta = \dfrac{1}{\sigma_2 - \sigma_1} = \dfrac{1}{\Delta\sigma}$.

La résolution de l'instrument est caractérisée par la plus petite valeur $\Delta\sigma$ mesurable.

La résolution augmente quand $\Delta\sigma$ diminue.

Relever la résolution du spectromètre à l'aide du **document 5 ci-contre**. En déduire la valeur du déplacement minimal Δe du miroir mobile pour obtenir cette résolution.

Performance Specifications	
Spectral Range (Standard)	7800 – 350 cm^{-1}
Spectral Range (Option, CsI Optics)	6400 – 200 cm^{-1}
Spectral Range (Option, Extended-Range Optics)	11000 – 375 cm^{-1}
Spectral Range (Option, Multi-Range Optics)	27000 – 15 cm^{-1} (Option)
Optical Resolution	0.4 cm^{-1}
Peak-To-Peak Noise (1 minute scan)	< 8.58 x 10^{-6} AU** (50,000:1)
RMS Noise (1 minute scan)	< 1.95 x 10^{-6} AU**
Ordinate Linearity	0.07 %T

Document 5 : Spécifications techniques du spectromètre 4700

1.4.3 - Pour optimiser cette résolution, la course du miroir mobile doit-elle être grande ou petite ?

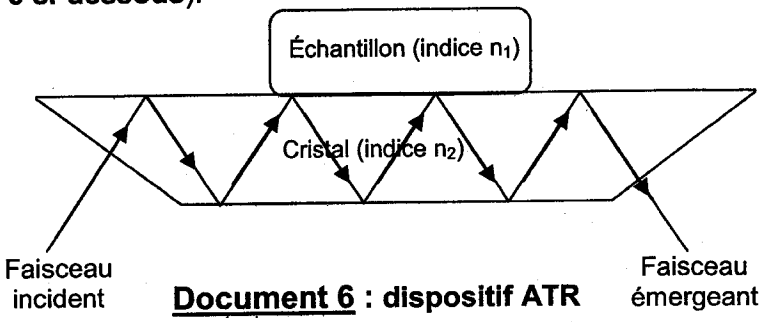
1.5 - Enregistrement de l'intensité lumineuse par réflexion totale atténuée (ATR) :

Lorsque le polymère est trop absorbant, on ne peut pas réaliser l'analyse de l'échantillon en transmission.

On a recours alors à une analyse de la lumière en réflexion.

Le principe des dispositifs ATR est de faire subir au faisceau optique plusieurs réflexions à l'interface entre l'échantillon à analyser et un cristal parallélépipédique transparent en IR, d'indice de réfraction n_2 élevé (ZnSe, TlBr, AgCl, diamant...), supérieur à celui de l'échantillon d'indice n_1.

Le faisceau incident traverse le cristal et subit une réflexion totale sur l'interface cristal/échantillon (voir **document 6 ci-dessous**).



Document 6 : dispositif ATR

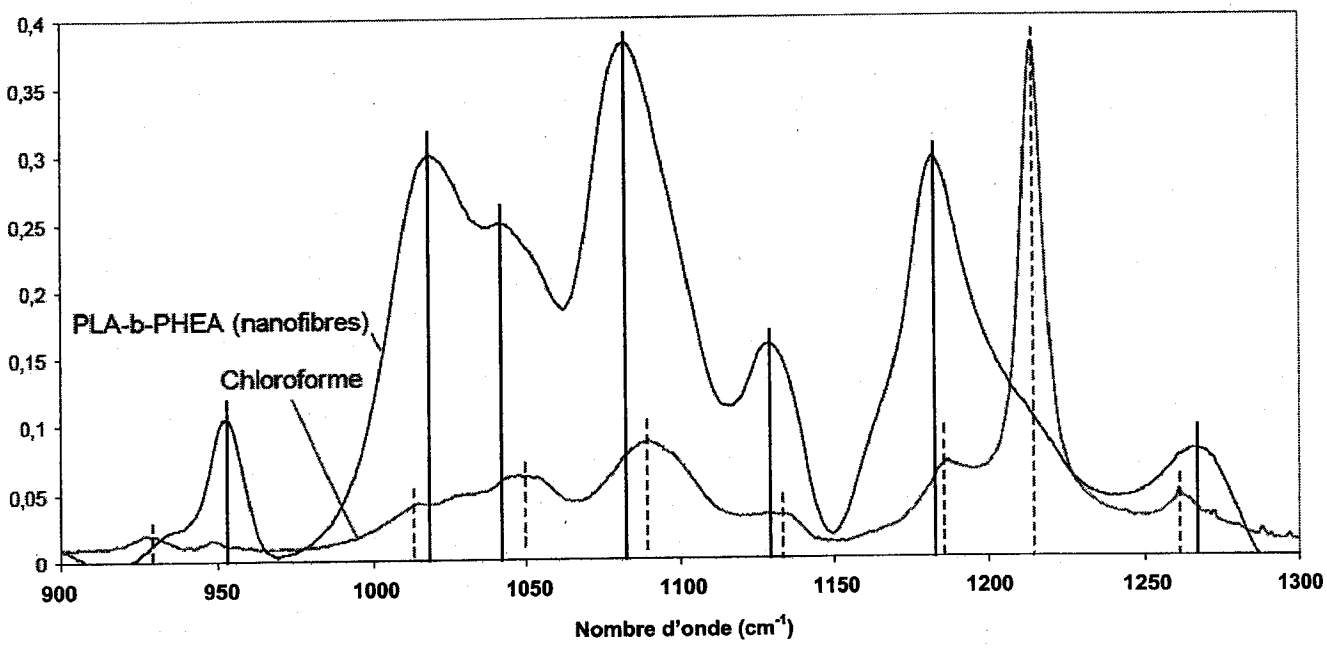
En réalité, une partie de l'énergie est absorbée par l'échantillon à chaque réflexion totale. On suppose que, lorsqu'il y a réflexion totale au niveau de l'interface air/cristal, l'énergie absorbée par l'air est négligeable par rapport à celle absorbée par l'échantillon. Le nombre élevé de réflexions totales permet d'augmenter la quantité d'énergie absorbée dans l'échantillon.

1.5.1 - On donne $n_1 = 1{,}5$ et $n_2 = 2{,}43$. Justifier, sans calcul, que la réflexion totale au niveau de l'interface cristal/échantillon est possible.

1.5.2 - Calculer l'angle d'incidence minimum au niveau de l'interface cristal/échantillon pour qu'il y ait réflexion totale.

Une nanofibre est fabriquée par électrofilage à partir d'un bi-polymère en solution. Le solvant utilisé est le chloroforme. Les tubes nanofibreux peuvent être implantés dans des organismes vivants. Il est important que la fibre fabriquée ne comporte plus de trace de solvant.

Le document suivant représente les spectres d'absorption du bi-polymère PLA-b-PHEA (sous forme de nanofibre) et du chloroforme (solvant).

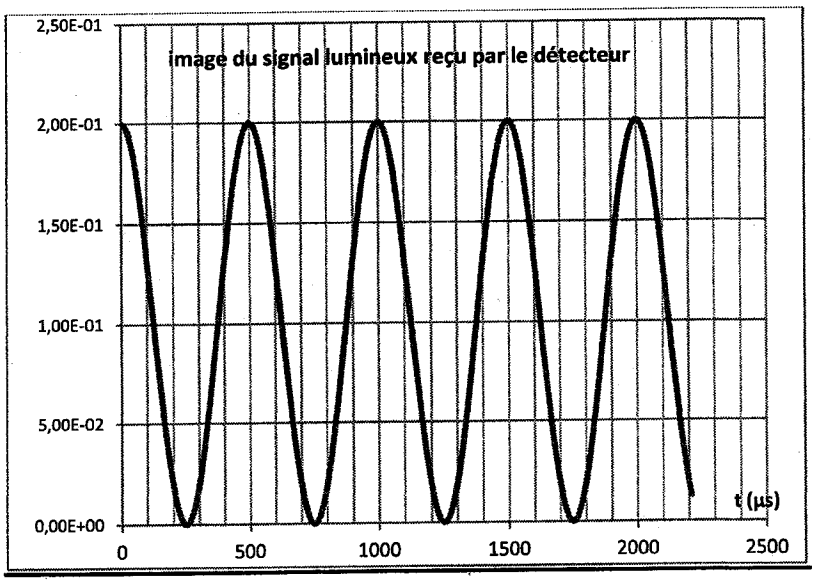


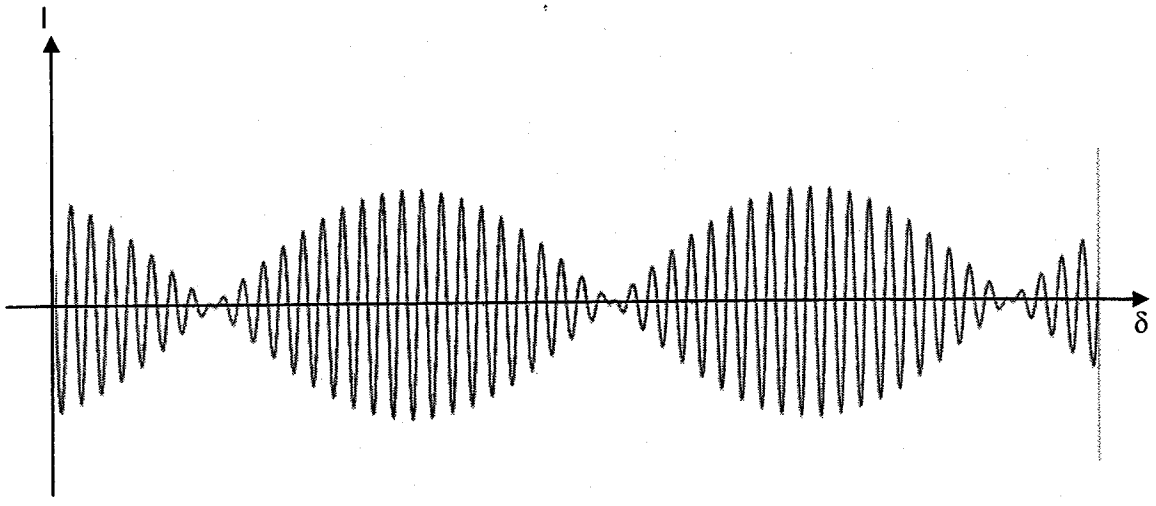
Document 7 : spectres du PLA-b-PHEA et du chloroforme

1.5.3 - En comparant les deux spectres d'absorption (voir **document 7 ci-dessus**), justifier l'absence de solvant dans les nanofibres.

DOCUMENT RÉPONSE N°1 : PARTIE OPTIQUE

À RENDRE AVEC LA COPIE



DOCUMENT RÉPONSE N°2 : PARTIE OPTIQUE

À RENDRE AVEC LA COPIE