

TPN°5 : Caractérisation fonctionnelle par FTIR

I. Spectroscopie infrarouge

I.1. Origine :

La spectroscopie moyenne infrarouge (IR) a été longtemps utilisée uniquement pour l'élucidation de structure des molécules. Depuis près de vingt ans grâce à l'avènement des spectrophotomètres à interféromètre de Michelson et à transformée de Fourier (TF) l'utilisation de la spectroscopie IR s'est généralisée aussi en analyse quantitative. En apportant de l'énergie, le système liaison - atomes peut vibrer. A chaque type de liaison correspond une fréquence de vibration qui lui est propre. Chaque groupe d'atomes peut ainsi entrer en vibration, dites d'élongation ou de valence (le ressort est comprimé/étiré), mais peut subir aussi des déformations (modifications des angles de liaisons).

I.2. Spectromètre à transformée de Fourier (IRTF ou FTIR)

La spectrométrie FTIR a connu un essor considérable au cours de ces 15 dernières années grâce à la rapide évolution de l'informatique.

I.2.1. Principe

Comparée aux techniques traditionnelles, l'interférométrie est une méthode très compétitive. Toutes les fréquences de la source infrarouge sont traitées ensemble sans sélection préalable, ce qui permet de capter le spectre entier en moins d'une seconde. L'analyse par infrarouge est une méthode d'analyse structurale qui révèle la nature des liaisons entre atomes dans une molécule. Les composés organiques ont en effet la particularité de posséder des liaisons inter-atomiques qui entrent en vibration sous l'action d'un rayonnement infrarouge à des longueurs d'onde caractéristiques.

Ce phénomène s'accompagne d'une consommation d'énergie lumineuse à la longueur d'onde considérée. L'IRTF permet de mesurer les absorbances d'énergie des liaisons chimiques (fonctions alcool, acides, méthyles, méthylène...) de tous les composants présents dans les produits analysés et de les corréler à leurs concentrations, puisque l'intensité de l'absorption est directement proportionnelle à la concentration de la molécule considérée. Le Principe de Transformation de Fourier (TF) se base sur le fait que chaque fonction peut être décomposée en une somme de fonctions sinusoïdales, chaque fonction sinusoïdale étant définie par deux valeurs: sa fréquence

(longueur d'ondes) et son amplitude (intensité). La Transformation de Fourier est une procédure mathématique qui permet de décomposer un interférogramme en une somme de fonctions sinusoïdales, représentant chacune une onde donnée. En quelques secondes, l'interférogramme est recueilli par le spectromètre, traité par le calcul de transformation de Fourier et converti pour donner le spectre entier de l'échantillon.

II. Objectifs du TP

L'objectif du TP est d'analyser par spectrophotométrie infrarouge à transformée fourrier FTIR Shimadzu 8400s un échantillon d'une poudre de l'oxyde type pérovskite LaCO_3 élaborée par la méthode sol-gel dite citrate et d'exploiter le spectre IR obtenu afin de déterminer les groupes caractéristiques.

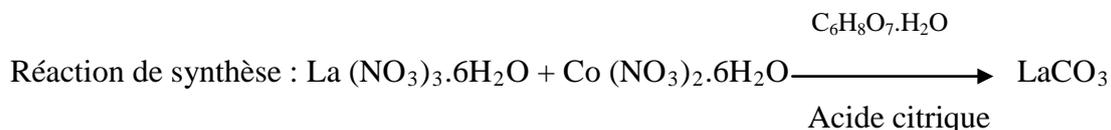
III. Matériel et Produits

III.1. Produits : poudre de l'oxyde LaCO_3 , KBr

III.2. Matériel : Balance électronique, spatule, coupelle ou un verre de montre, mortier, presse hydraulique

IV. Protocole expérimental:

Afin d'effectuer une étude par spectrophotométrie infrarouge à transformée fourrier FTIR qui vise l'identification les groupes caractéristiques de l'échantillon du poudre de l'oxyde type pérovskite LaCO_3 élaborée par la méthode sol-gel dite citrate calcinée à température 800C° pendant 6 h. Selon la réaction suivante :



Préparation d'une pastille de KBr de diamètre 13mm :

1. Peser en utilisant une balance électronique et une coupelle ou un verre de montre une masse de 200 mg de sel KBr préalablement broyés dans un mortier et déshydraté avec une masse de 1mg de l'échantillon à analyser (finement broyé également)
2. mélanger le solide à analyser avec le sel KBr afin d'obtenir une poudre homogénéisée
3. à l'aide d'un moule à pastiller et d'une presse, la poudre est soumise à une pression d'environ 10 tonnes pendant quelques dizaines de secondes. Sous l'effet de la pression, on obtient une pastille homogène et translucide que l'on pourra analyser directement.

Après la préparation de la pastille on la place dans l'appareil Shimadzu, à la fin de mesure, le spectre infrarouge de l'échantillon à analyser est enregistré et le résultat obtenu doit être exploité.

Spectre infrarouge de LaCO_3

