

## TPN°6 : Initiation à la spectroscopie infrarouge

### 1. Objectif

-Découvrir et Comprendre le principe de fonctionnement d'un spectromètre infrarouge.

### 2. Principe

En spectroscopie infrarouge, on n'observe pas la transition des électrons comme dans le cas de la spectroscopie ultraviolet/visible, mais l'énergie associée à la vibration des liaisons chimiques. La spectroscopie infrarouge (IR) étudie les vibrations des molécules lorsqu'elles sont irradiées par une onde électromagnétique comprise dans le domaine de l'infrarouge : Environ 0,8 et 1000  $\mu\text{m}$ . Cette zone spectrale est divisée en :

- **Proche-IR : 0,8-2,5  $\mu\text{m}$  (13300-4000  $\text{cm}^{-1}$ )**
- **IR- moyen : 2,5-25  $\mu\text{m}$  (4000-400  $\text{cm}^{-1}$ )**
- **IR- lointain : 25-1000  $\mu\text{m}$  (400-10  $\text{cm}^{-1}$ )**

La gamme de nombres d'onde généralement utilisée est 4000  $\text{cm}^{-1}$  à 400  $\text{cm}^{-1}$  (soit des Longueurs d'onde de 2,5  $\mu\text{m}$  à 25  $\mu\text{m}$ ). La spectroscopie infrarouge est l'un des outils spectroscopiques les plus utilisés pour la caractérisation des molécules. Les spectres infrarouges sont cependant très **complexes** et on ne peut attribuer toutes les ondes. On utilise les bandes principales, tant par leur présence que par leur absence. En effet, quand on soumet une molécule à une radiation infrarouge, la structure moléculaire se met à vibrer : ceci à pour effet de modifier les distances interatomiques (vibrations de valence ou d'élongation) et les angles de valence (vibrations de déformation).

En spectrophotométrie infrarouge, on effectue un balayage de fréquence (comprises entre 4000  $\text{cm}^{-1}$  à 600  $\text{cm}^{-1}$ ). Certains spectroscopes descendent en dessous des 600  $\text{cm}^{-1}$ . De nombreuses bandes sont dues aux différents modes de vibration des liaisons.

L'usage veut que l'on caractérise un rayonnement infrarouge par le nombre d'onde en  $\text{cm}^{-1}$  (et non par sa longueur d'onde ou par sa fréquence).

Trois grandes régions peuvent être distinguées de 4000-2000 $\text{cm}^{-1}$  (Élongation), de 2000-1500  $\text{cm}^{-1}$  (Cisaillement) et de 1500-600  $\text{cm}^{-1}$  (Zone d'empreintes).

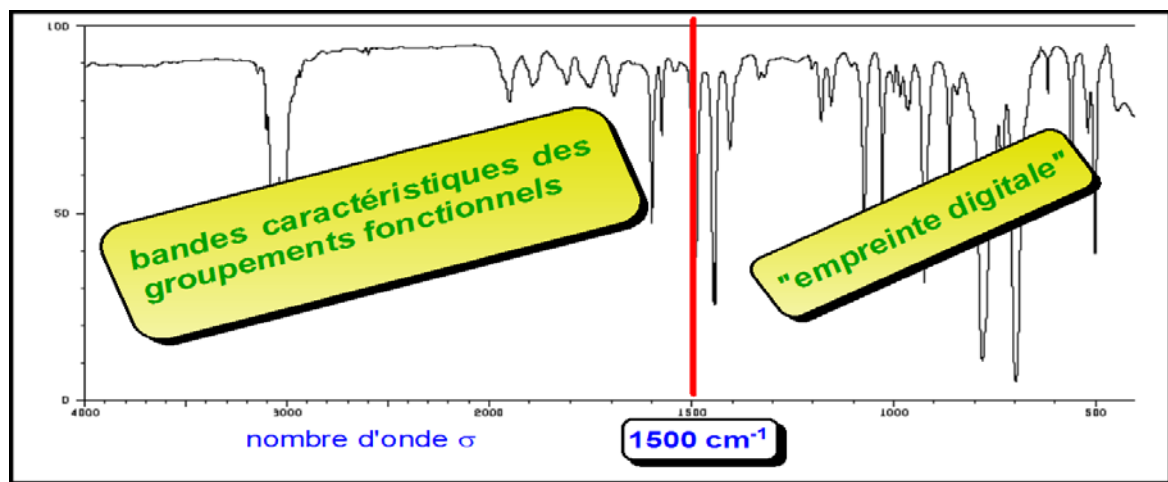


Figure1 : Les zones principales du spectre IR

### 3. Application de la Spectroscopie Infrarouge

#### 1. Analyse qualitative :

##### a. Analyse structurale :

On repère des groupes chimiques dans la molécule grâce à la position des bandes d'absorption.

Zones exploitées pour identifier des groupements fonctionnels :

4000 à 1300  $\text{cm}^{-1}$  et 950-650  $\text{cm}^{-1}$

##### b. identification d'un composé organique :

On compare le spectre d'une substance à identifier par rapport à un spectre d'une substance chimique de référence (grâce aux tables existantes)

- bandes entre 950-1500  $\text{cm}^{-1}$  zones difficiles pour attribuer les bandes à un groupe fonctionnel mais cette zone représente l'empreinte digitale de la substance.

#### 2. Analyse quantitative :

Elle est basée sur Loi de Beer- Lambert : longueur d'onde : bande d'absorption intense.

Proche IR : dosage de l'eau dans les aliments (farine...), identification des matières premières dans l'industrie pharmaceutique.

L'utilisation de cette technique s'est largement répandue dans un grand nombre d'industries donnant lieu à des applications analytiques très diverses : industrie agroalimentaire, industrie pharmaceutique, domaines des matériaux (polymères...), industrie pétrolière, industrie textile...

## 4. Instrumentation et échantillonnage

### 1. Appareillage

Deux techniques principales sont utilisées pour l'obtention des spectres IR :

- **La première, et la plus ancienne, est dite à balayage**
- **La seconde est dite à transformée de Fourier (Fourier's Transform ou FT)**

Les éléments principaux d'un spectromètre IR sont une source de rayonnement infrarouge, un système de séparation des rayonnements ou système dispersif (monochromateur), un détecteur du signal et un enregistreur.

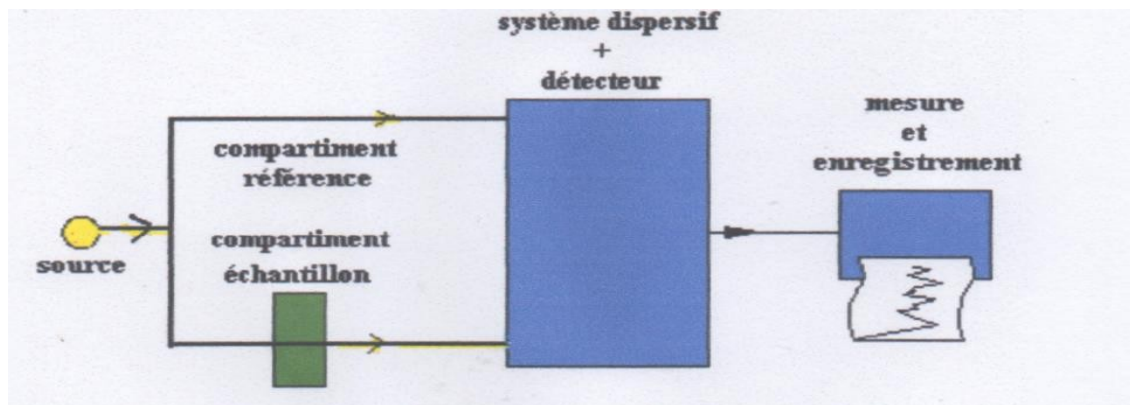


Figure 2 : schéma de principe d'un spectromètre IR à double faisceau.

**La source** : Dans la plupart des cas, on travaille dans la région de l'infrarouge moyen ( $4000$  et  $400\text{ cm}^{-1}$ ). On utilise alors une source **Globar** à base de carbure de silicium.

**Le système de séparation des rayonnements (monochromateur)** : L'échantillon est éclairé avec un rayonnement IR polychromatique.

Pour les spectromètres à balayage, on utilise comme système dispersif les prismes ou les réseaux de diffraction.

Pour les spectromètres à transformée de Fourier, on utilise un interféromètre (interféromètre de Michelson).

**Le détecteur** : La détection du signal a lieu par un composant assurant la conversion de la radiation incidente en un signal électrique. Le détecteur utilisé est de type thermique. Il détecte les variations de température et les transforme en variation d'intensité.

**Remarque** : La spectroscopie IR à balayage, relativement ancienne, nécessite un temps important. Les avantages de la FTIR sont un gain de temps important et une grande précision sur la fréquence. Supérieure à  $0.01\text{ cm}^{-1}$  due à l'utilisation d'un signal de référence (Laser He-Ne).

- Très rapide ( $< 60\text{ sec/spectre}$ ).
- Traitement informatique des données.

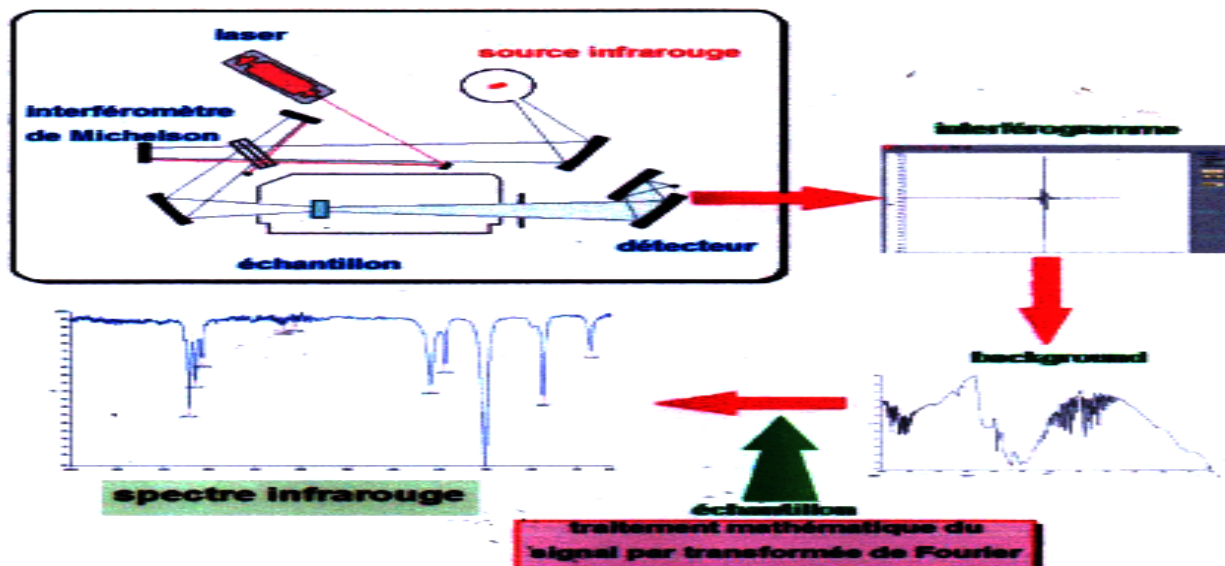


Figure 3 : Schéma de principe d'un spectromètre IRTF

## 2. Echantillonnage

On peut enregistrer le spectre d'un corps à l'état gazeux, liquide, solide ou en solution.

Si le corps est à l'état gazeux, on utilise des cellules spéciales, jamais en verre car le verre est opaque aux radiations infrarouges.

Si le corps est liquide pur, il est appliqué directement sur les fenêtres. Une ou deux gouttes suffisent.

Si le corps est solide, il est broyé avec du bromure de potassium KBr et comprimé en pastille par une presse hydraulique.

Les solvants utilisés pour les solutions doivent très peu absorber dans l'infrarouge. On utilise en général :  $\text{CCl}_4$ ,  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ,  $\text{CHCl}_3$ .

## 5. Types de bandes Sur un spectre IR

Les différents types de bandes sur un spectre IR, les bandes peuvent avoir différentes formes. On utilisera les abréviations suivantes :

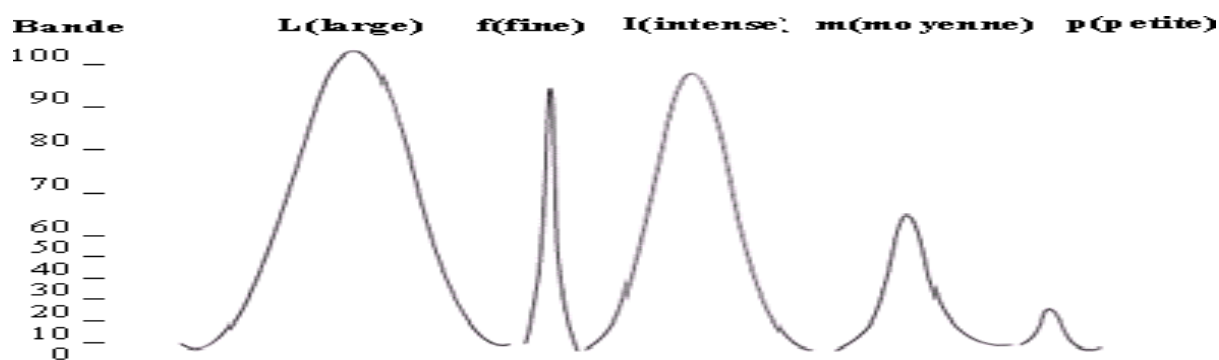


Figure 4 : Différents types de bandes sur un spectre IR.