

UNIVERSITE CLAUDE BERNARD LYON 1

FACULTE DE PHARMACIE DE LYON

**TRAVAUX PRATIQUES
DE
PHYSIQUE**

2ème ANNEE

R. COHEN - H. DECHAUD - G. GALY - G. VILLE

1992 - 1993

TRAVAUX PRATIQUES DE PHYSIQUE

PHARMACIE 2e ANNEE

	Pages
AVANT PROPOS	3
Manipulation ① SPECTROSCOPIE	5
Manipulation ② SPECTROPHOTOMETRIE DE FLAMME	17
Manipulation ③ POLARIMETRIE	31
Manipulation ④ REFRACTOMETRIE	45
LE VERNIER	59
Manipulation ⑤ TENSION SUPERFICIELLE	63
Manipulation ⑥ CONDUCTIMETRIE	77
Manipulation 7 CRYOSCOPIE	87
Manipulation 8 SPECTROMETRIE GAMMA	95
Manipulation ⑨ ACTIVATION PAR LES NEUTRONS	107
Manipulation ⑩ DIALYSE	127
VERRES D'OPTIQUE	137

AVANT-PROPOS

- Lisez votre fascicule avant la séance de travaux pratiques ; vous manipulerez ainsi plus facilement et plus rapidement (2 étudiants par poste de travail).

- Vous serez notés sur votre compte-rendu : courbes expérimentales, tableaux de résultats, commentaires.
Chaque résultat doit être accompagné de l'unité de mesure, de l'incertitude et du numéro d'identification de l'échantillon.
Chaque courbe doit être tracée sur papier millimétré ou semi-logarithmique ; vous indiquerez le titre de la représentation et sur les axes la fonction et la variable ainsi que leurs unités de mesure.

- Vous pourrez être interrogés sur le principe de votre manipulation ; la note obtenue sera intégrée à votre note de travaux pratiques.

- Votre note d'examen sera constituée par la moyenne des notes obtenues lors de vos 10 séances de travaux pratiques.

- Avant de remettre votre compte-rendu (indiquer votre nom et votre numéro de groupe) et de quitter la salle, vous devez impérativement nettoyer votre paillasse et le matériel utilisé.

- Toute absence devra être justifiée auprès du Secrétariat de la Faculté ; vous devrez remettre l'attestation qui vous sera délivrée lors de votre séance de rattrapage ; tout étudiant qui rattrape une séance rédige un compte-rendu individuel.

MANIPULATION 1

SPECTROSCOPIE

SECTION 1 : PRINCIPE

La spectroscopie est le domaine de la physique consacré à l'étude et à l'analyse des spectres des rayonnements électromagnétiques émis ou absorbés par des substances dont l'énergie change de niveau.

Le spectre d'un rayonnement électromagnétique est l'image obtenue en décomposant ce rayonnement suivant les radiations de différentes longueurs d'onde qui le composent ; le spectre peut être continu ou discontinu et il comporte alors des raies.

Le spectroscope (Fraunhofer) permet l'observation directe des spectres et la mesure des longueurs d'onde correspondantes. Le spectrographe est un spectroscope permettant de photographier les spectres en particulier hors du spectre visible (infra-rouge, ultra-violet, R.X.).

Les applications de la spectroscopie sont nombreuses : nature de la matière, structure des atomes ou des molécules, composition d'étoiles éloignées, ...

SECTION 2 : APPAREILLAGE

Les rayons issus de la source lumineuse sont transformés en un faisceau parallèle grâce à un collimateur à fente. Ce faisceau est dispersé par un prisme. Une lunette d'observation permet de recueillir les diverses composantes monochromatiques et de les observer.

I - LE SPECTROSCOPE

1 - DESCRIPTION

Il comprend :

. Le collimateur (C) constitué d'une lentille convergente et d'une fente (F) située dans le plan focal de la lentille. La largeur de la fente est réglable à l'aide d'une vis (V). Le collimateur, après réglage, donne un faisceau de lumière parallèle.

. Le monochromateur qui est un prisme (P_1) en flint, verre à base de plomb, d'indice élevé et possédant un pouvoir fortement dispersif. Ce prisme est recouvert d'un capuchon pour éliminer la lumière parasite.

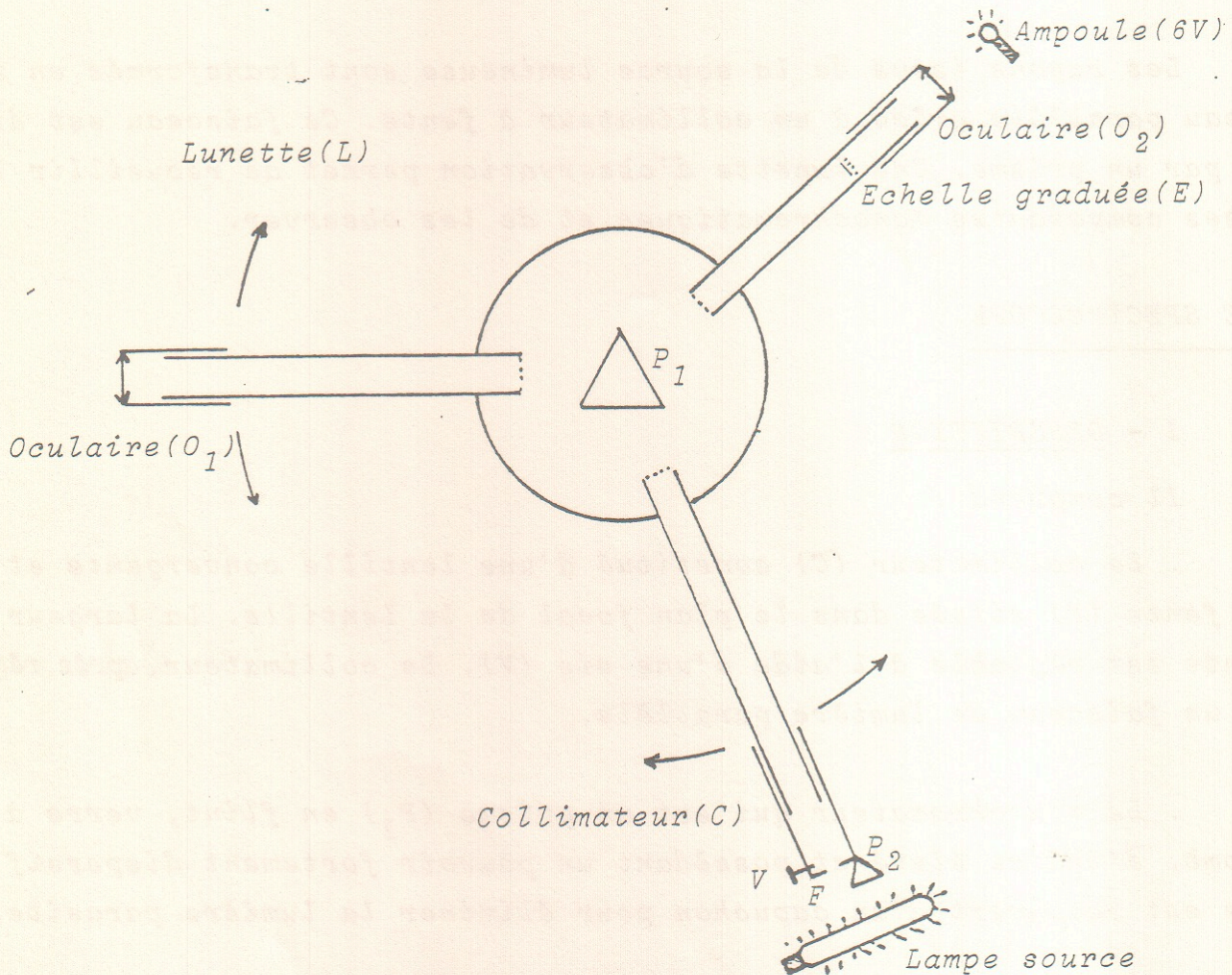
. La lunette d'observation (L) orientable autour de la face de sortie du prisme. La mise au point s'effectue grâce à l'oculaire (O_1).

. L'échelle graduée (E) éclairée faiblement par une source accessoire (lampe de 6 volts) et dont l'image, obtenue par réflexion sur une face du prisme, se superpose à celle du spectre observée dans la lunette. La mise au point s'effectue avec l'oculaire (O_2).

. Un prisme (P_2) équilatéral se trouve près de la fente du collimateur. Placé devant la fente, il permet de comparer directement les spectres de deux sources. L'une des sources est placée devant la fente et éclaire la partie non interceptée. L'autre source est placée latéralement

au prisme et par réflexion, permet d'obtenir le second spectre qui apparaît au dessous de l'autre dans le champ visuel de la lunette.

2 - SCHEMA DE PRINCIPE



3 - UTILISATION

. Placer la partie la plus intense de la source lumineuse devant la fente du collimateur (F) largement ouverte.

. Orienter la lunette (L) de façon à observer le spectre et mettre au point grâce à l'oculaire (O₁) pour avoir des raies à bords nets.

. Réduire au maximum la largeur de la fente de façon à avoir les raies les plus fines possibles tout en conservant assez de lumière pour qu'elles soient bien visibles.

. Eclairer l'échelle graduée et régler l'oculaire (O_2) de façon à obtenir une image nette dans le champ de la lunette (ne plus déplacer l'oculaire O_2 par la suite).

. Vérifier, en déplaçant la lunette, que toutes les raies du spectre peuvent être amenées sur le réticule vertical.

. Effectuer le pointage de chaque raie spectrale en face du réticule vertical afin d'éviter les erreurs de parallaxe.

II - LES SOURCES LUMINEUSES

1 - LA SOURCE DE LUMIERE BLANCHE

. C'est une lampe à incandescence alimentée par un transformateur.

. Le prisme décompose cette lumière polychromatique en différentes couleurs de l'arc en ciel.

. Cette source sera utilisée pour étudier :

- la ou les bandes d'absorption de solutions colorées
- la ou les bandes passantes d'un filtre.

2 - LES LAMPES SPECTRALES

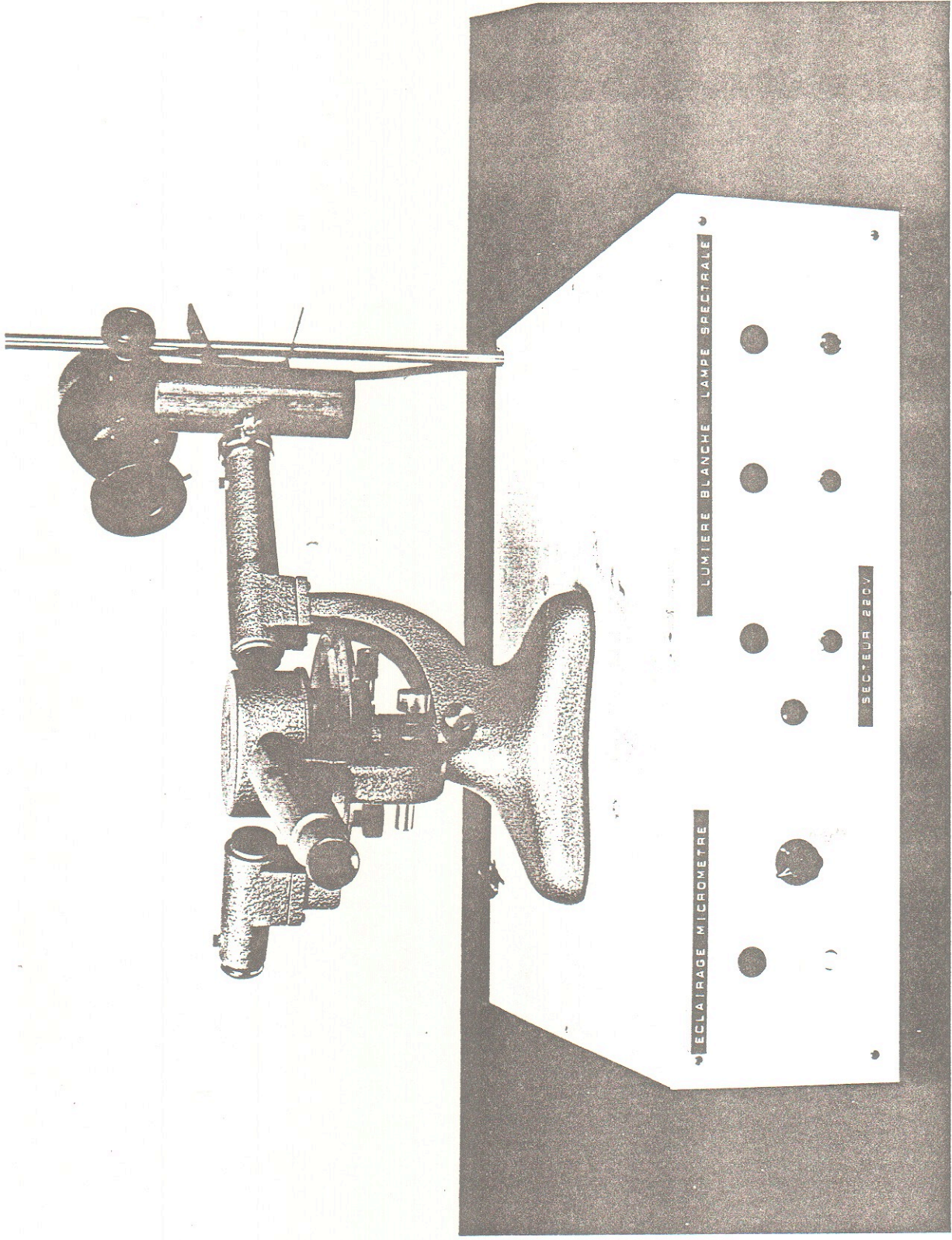
Dans un gaz raréfié, l'application d'une différence de potentiel de quelques milliers de volts entre deux électrodes distantes de quelques centimètres provoque le passage d'un courant, accompagné d'une lueur lumineuse dont le spectre est caractéristique du gaz. Ce type de décharge peut servir non seulement pour les gaz mais également pour les vapeurs de substances plus ou moins volatiles (métaux, sels, ...).

Les lampes utilisées en travaux pratiques, donnent des spectres de raies car la vapeur est constituée de molécules monoatomiques.

C O U L E U R S	Longueurs d'onde des raies d'émission ($10^{-9}m$)	
	Vapeur de sodium	Vapeur de mercure
Violet	425	405
Indigo	430	436
Bleu-vert	498	512
Jaune-vert	569	546 567
Jaune	589	579
Rouge	615 (762)	615 709

En pratique :

- . Visser la lampe spectrale sur son support d'alimentation.
- . Mettre sous tension.
- . Laisser chauffer 2 à 3 minutes avant d'effectuer les mesures.
- . Pour enlever la lampe, couper son alimentation et laisser refroidir quelques minutes avant de la dévisser de son support.



SECTION 3 : MANIPULATION

I - ETALONNAGE DU SPECTROSCOPE

On étalonne le spectroscope en traçant la courbe de la longueur d'onde en fonction de sa position par rapport à l'échelle graduée. On utilise pour cela deux lampes spectrales (vapeur de sodium et vapeur de mercure) dont la longueur d'onde des raies d'émission est connue.

II - ETUDE DE SPECTRES D'EMISSION

. Etudier le spectre d'émission de deux lampes spectrales différentes (Krypton, rubidium, zinc, ...) ; noter la position et la couleur des raies d'émission.

. Déduire, d'après la courbe d'étalonnage, la longueur d'onde de chaque raie.

III - ETUDE DE SPECTRES D'ABSORPTION

On éclaire la fente du collimateur (ouverture réduite) avec la source de lumière blanche. On place entre la source et la fente un filtre coloré absorbant.

Déterminer les extrémités des bandes passantes de deux filtres (écrans laissant passer une ou plusieurs bandes spectrales).

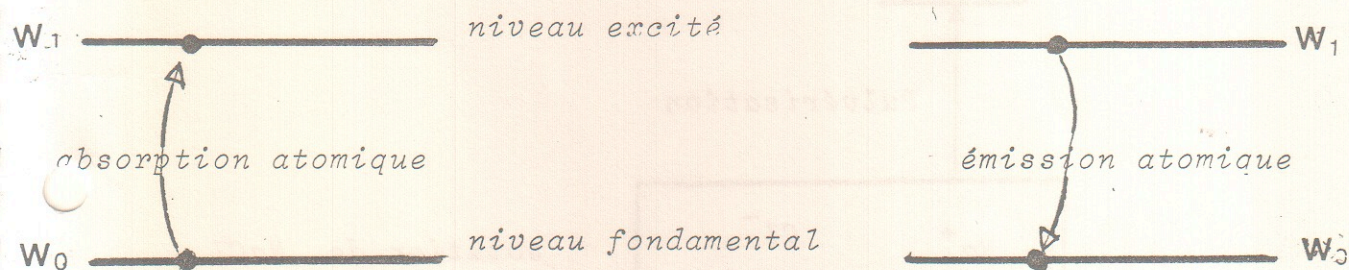
MANIPULATION 2

SPECTROPHOTOMETRIE DE FLAMME

SECTION 1 : PRINCIPE

La photométrie de flamme est une méthode d'analyse quantitative permettant de mesurer la concentration d'une solution en certains métaux (alcalins et alcalino-terreux).

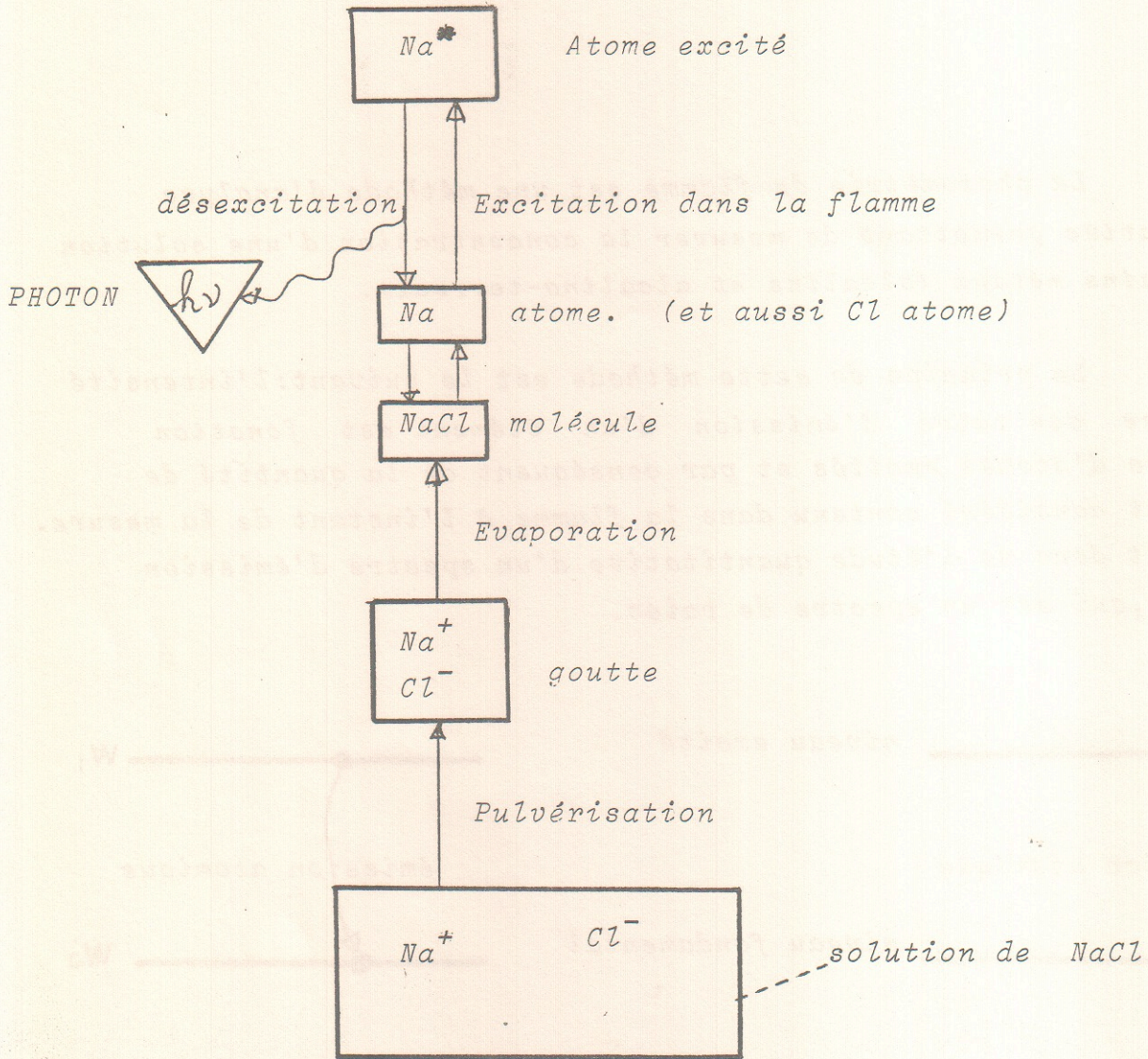
Le principe de cette méthode est le suivant: l'intensité lumineuse des raies d'émission d'un élément est fonction du nombre d'atomes excités et par conséquent de la quantité de l'élément considéré contenu dans la flamme à l'instant de la mesure. Il s'agit donc de l'étude quantitative d'un spectre d'émission atomique, qui est un spectre de raies.



L'atome arrive dans la flamme où la source énergétique que constitue la chaleur lui permet de faire passer son électron d'un niveau énergétique W_0 à un niveau énergétique supérieur W_1 . Cette différence d'énergie $W_1 - W_0$ est égale à W fournie par la flamme. C'est le phénomène d'absorption atomique. L'atome se trouve dans un état excité, instable.

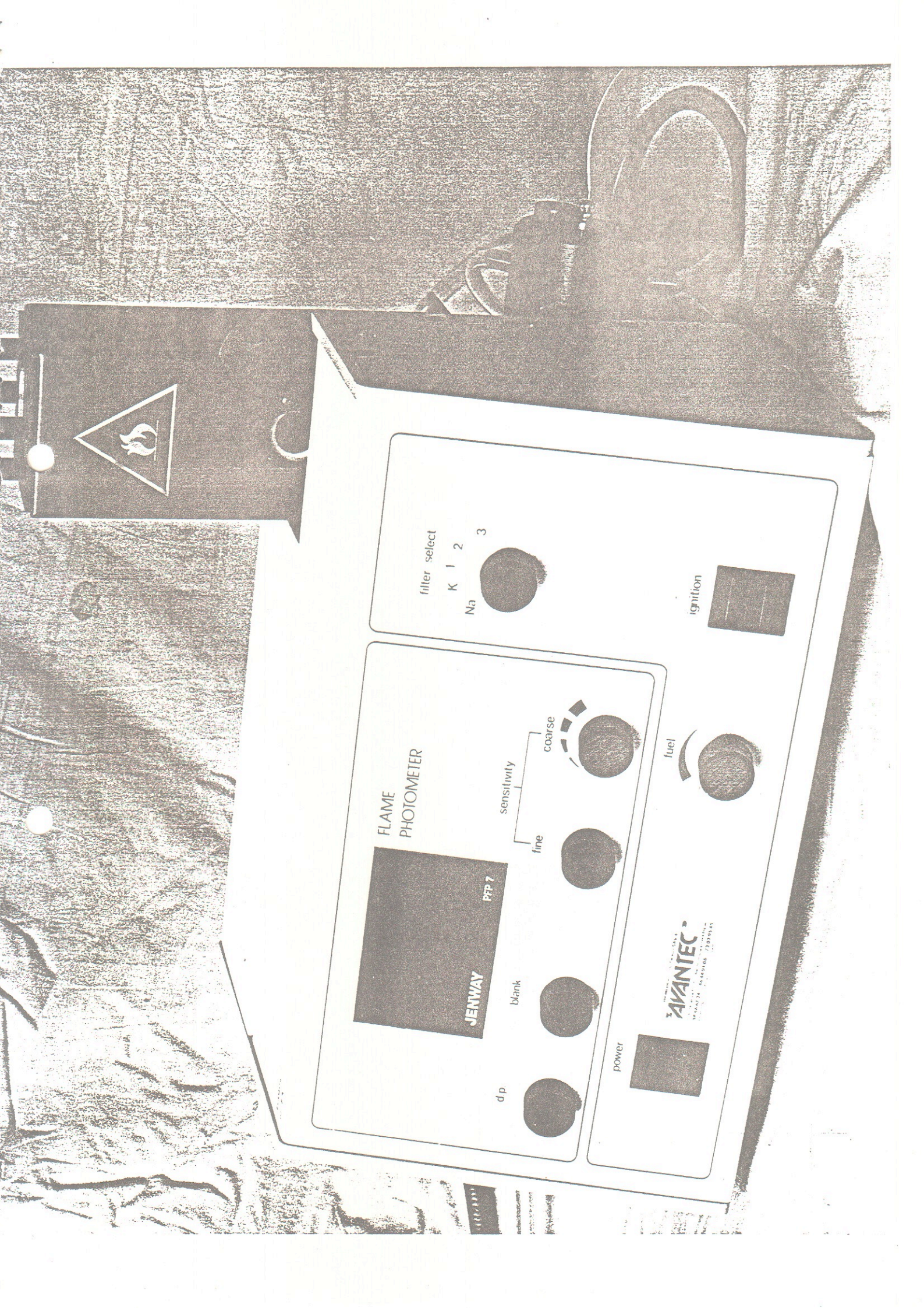
Cet électron va revenir à son état énergétique initial W_0 en restituant son excédent d'énergie W sous forme d'un photon lumineux $W = h\nu$. C'est le phénomène d'émission atomique, celui qui nous intéresse ici.

Le nombre d'atomes excités dans la flamme est fonction de la température. Néanmoins dans les meilleures conditions - c'est à dire pour les alcalins - ce nombre est de l'ordre de 1 pour 10.000 à 1 pour 100.000.



PROCESSUS D'EMISSION

Remarque: Seul le spectre atomique est obtenu à la température de la flamme.



FLAME
PHOTOMETER

JENWAY
PFP 7

filter select
K 1 2
Na 3

sensitivity
fine
coarse

fuel

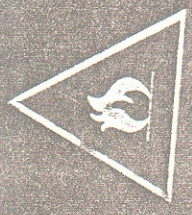
ignition

d.p.

blank

power

AVANTEC
LABORATORY EQUIPMENT
10000 WILSON BLVD
MILWAUKEE, WI 53224



SECTION 2 : APPAREILLAGE

Pour obtenir un spectre de raies durable et constant, on pulvérise la solution contenant l'élément à doser dans l'air qui alimente la flamme avec une vitesse constante. Ceci est réalisé à l'aide d'un système pneumatique de nébulisation.

On ne mesure pas l'intensité de toutes les raies du spectre, mais l'intensité d'une raie caractéristique et suffisamment intense de l'élément recherché, ou à la rigueur de plusieurs raies à condition qu'elles soient rapprochées. On emploie pour cela un sélecteur optique : monochromateur dans les spectrophotomètres de flamme, filtre interférentiel dans les photomètres de flamme.

I - Description du photomètre de flamme PFP7 (JENWAY Ltd) (photographie page 21)

Les principaux composants de l'appareil sont :

- Le système pneumatique de nébulisation :

l'air sous pression délivré à débit constant par le compresseur permet d'une part d'aspirer la solution échantillon et d'autre part de la transformer en aérosol.

- La chambre de combustion :

C'est le siège de l'émission atomique, donc la partie fondamentale de l'appareil. Le mélange air-butane arrive dans le brûleur et entretient la flamme (température voisine de 2175 K). Cette flamme est alimentée de façon régulière en aérosol, c'est à dire en élément à doser.

- Le sélecteur optique composé de filtres interférentiels sélectionnant les longueurs d'onde des raies d'émission caractéristiques du Na, du K, du Li ou du Ca.

- Le détecteur :

C'est une photodiode de type PIN. (La jonction PIN est un semi-conducteur constitué de deux zones extrinsèques, P et N, encadrant une zone intrinsèque, I, dans laquelle les photons sont absorbés. Elle est polarisée en sens inverse.

- Un système d'amplification électronique du signal.

- Un système de conversion numérique.

II - Mise en marche, utilisation et arrêt de l'appareil

A - Mise en marche

- 1) Fermer la valve d'entrée du gaz butane en tournant à fond le bouton "fuel" dans le sens des aiguilles d'une montre. Ne pas forcer en fin de parcours pour ne pas endommager la valve.
- 2) Tourner le bouton "fuel" dans le sens contraire des aiguilles d'une montre, de 4 tours environ.
- 3) Ouvrir la bouteille de gaz butane avec le robinet principal. Ne pas toucher au détendeur.
- 4) Mettre l'appareil sous tension en appuyant sur le bouton "POWER".
- 5) Appuyer sur le bouton "ignition" de manière continue jusqu'à ce que la notation "FLAM" apparaisse sur le tableau d'affichage digital. Relâcher ensuite la pression sur le bouton.
- 6) Avec le bouton "FUEL", ajuster le débit du gaz jusqu'à l'obtention d'une flamme nette, bleutée, présentant des cônes bleus et pointus à la sortie du brûleur.
- 7) Mettre le sélecteur de filtre sur la position désirée.
- 8) Aspirer de l'eau déminéralisée pendant le "temps de chauffe" de l'appareil (environ 15 minutes).

B - Utilisation

voir Section 3, § III

C - Arrêt

- 1) Aspirer de l'eau déminéralisée pendant au moins 10 minutes après la manipulation.
- 2) Arrêter l'appareil en pressant sur le bouton "POWER". La flamme s'éteint.
- 3) Fermer ensuite la bouteille de gaz butane.

PRECAUTIONS :

Pour éviter de graves brûlures :

- ne pas toucher la partie supérieure de l'appareil (cheminée) qui devient très chaude lorsque l'appareil est en marche.
- Ne pas regarder la flamme par le haut de la cheminée. Pour l'observer, utiliser la fenêtre frontale.

SECTION 3 : MANIPULATION

La manipulation consiste à déterminer les concentrations en sodium et en potassium de deux solutions "inconnues" de chlorure de sodium et de chlorure de potassium.

Elle comprend plusieurs étapes :

I - Fabrication des solutions étalons de sodium et de potassium à partir de solutions mères :

- Pour le sodium :

A partir de la solution mère à 1 mol.l^{-1} , préparer 4 solutions étalons de la manière suivante :

21 ml de sol. mère	qsq	100ml	avec eau déminéralisée	: sol. étalon à 210 mmol.l^{-1}
17 ml	"	"	"	à 170 mmol.l^{-1}
13 ml	"	"	"	à 130 mmol.l^{-1}
9 ml	"	"	"	à 90 mmol.l^{-1}

- Pour le potassium :

A partir de la solution mère à 20 mmol.l^{-1} , préparer 4 solutions étalons de la manière suivante :

25 ml de sol. mère	qsq	100ml	avec eau déminéralisée	: sol. étalon à 5 mmol.l^{-1}
20 ml	"	"	"	à 4 mmol.l^{-1}
15 ml	"	"	"	à 3 mmol.l^{-1}
10 ml	"	"	"	à 2 mmol.l^{-1}

II - Dilution des solutions "inconnues" :

- Pour le sodium :

Diluer la solution "inconnue" de sodium au $1/500$ dans de l'eau déminéralisée.

- Pour le potassium :

Diluer la solution "inconnue" de potassium au 1/50 dans de l'eau déminéralisée.

III - Mesure des intensités lumineuses émises par les solutions de sodium et de potassium dans la flamme :

- Pour le sodium :

. Mettre le sélecteur de filtres sur la position Na (bande passante centrée sur 589 nm).

. Aspirer de l'eau déminéralisée et régler l'échelle de comptage à 0 à l'aide du bouton marqué "BLANK".

. Aspirer la solution de plus forte concentration (210 mmol.l^{-1}) et régler l'échelle de comptage à une valeur comprise entre 700 et 800 à l'aide des boutons "FINE" et "COARSE".

. Arrêter l'aspiration et vérifier le retour à la valeur 0 sur l'échelle de comptage.

. Passer ensuite les 4 solutions étalons dans un ordre de concentrations croissantes, puis la solution "inconnue" diluée au 1/500. Vérifier systématiquement, sans aspirer de l'eau déminéralisée, le retour à 0 entre deux mesures et noter pour chaque solution la valeur obtenue sur l'échelle de comptage.

NB : Les valeurs numériques indiquées sur l'échelle de comptage doivent être lues après que celle-ci se soit stabilisée (temps minimum : 7 à 8 s). Si la valeur affichée fluctue, prendre une valeur moyenne et noter les valeurs extrêmes.

- Pour le potassium :

. Mettre le sélecteur de filtre sur la position K (bande passante centrée sur 766 nm).

. Pratiquer ensuite de la même manière que pour le sodium.

IV - Tracé des courbes d'étalonnage $I = f(C)$:

. Sur papier millimétré, tracer une courbe d'étalonnage pour le sodium, et une pour le potassium.

NB :

- I ne représente pas l'intensité lumineuse émise proprement dite ; c'est un signal proportionnel à cette intensité lumineuse.
- Les courbes $I = f(C)$ sont linéaires dans les domaines des concentrations mesurées.

V - Détermination des concentrations des solutions inconnues :

En se reportant aux courbes étalons,

- déterminer les concentrations des solutions "inconnues" de sodium et de potassium en mmol.l^{-1} .
- Exprimer ensuite ces concentrations en concentration de chlorure de sodium (en mg.l^{-1}) et en concentration de chlorure de potassium (en mg.l^{-1})

(Masses molaires : Na : 23 g.mol^{-1}
K : 39 g.mol^{-1}
Cl : 35.5 g.mol^{-1})

NB : Les solutions mères étalons de sodium et de potassium affichées respectivement à 1 mol.l^{-1} et 20 mmol.l^{-1} sont en fait déjà pré-diluées au 1/500 et au 1/50.

En conséquence, pour la détermination des concentrations des solutions "inconnues", les coefficients de dilution de ces solutions ne doivent pas être pris en compte.

VI - Estimation des incertitudes sur les valeurs des concentrations obtenues :

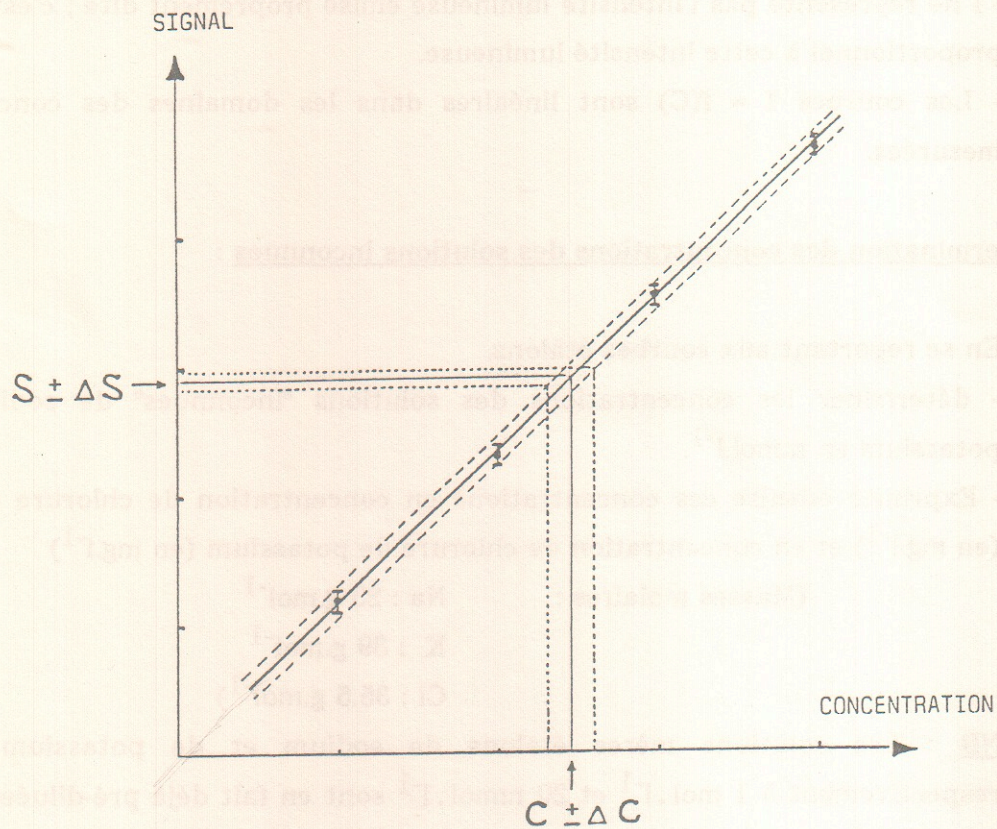
. En considérant :

1 - l'allure de la droite d'étalonnage (alignement des points plus ou moins correct en raison des erreurs liées à la préparation des solutions étalons, à la mesure de leur intensité lumineuse ou encore au tracé manuel de la droite...),

2 - L'imprécision sur la mesure de l'intensité lumineuse émise par la solution inconnue,

. Il est possible graphiquement d'estimer l'incertitude sur la concentration de la solution inconnue de sodium et l'incertitude sur la concentration de la solution inconnue de potassium.

Principe de la méthode :



VII - Rendu des résultats :

Sur la feuille de compte-rendu :

. Indiquer les numéros des solutions et les valeurs expérimentales obtenues de manière correcte et soignée.

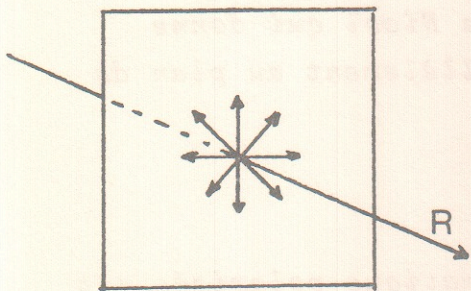
. Exprimer les valeurs des concentrations avec un nombre de chiffres significatifs compatible avec les incertitudes estimées sur ces concentrations.

. Agrafier la (ou les) feuilles de papier millimétré à la feuille de résultats.

MANIPULATION 3

POLARIMETRIE

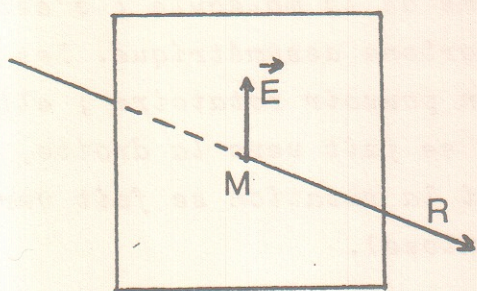
SECTION 1 : PRINCIPE



Un faisceau parallèle de lumière naturelle est constitué d'ondes transversales et incohérentes entre elles c'est-à-dire ne présentant pas de relation de phase ; ces vibrations sont orthogonales à la direction de propagation ; aucune de ces vibrations n'est privilégiée.

Si la manière dont on produit la lumière, ou si les milieux qu'on lui fait traverser, imposent aux vibrations lumineuses élémentaires des directions privilégiées, on a une lumière dite polarisée.

Polarisation rectiligne



La lumière polarisée rectilignement a des propriétés qui conduisent à la représenter en chaque point (M) du rayon lumineux (R) par un vecteur (\vec{E}) d'origine (M), transversal, de direction fixe et dont le module est une fonction sinusoïdale du temps. Le plan de vibration contient (R) et (\vec{E}). Le plan de polarisation contient (R) et est perpendiculaire au plan de vibration.

La polarisation rectiligne peut être obtenue :

- par réflexion vitreuse en incidence brewstérienne :

$$\text{tg } i_B = n_2 / n_1$$



- par biréfringence cristalline : un faisceau de lumière naturelle tombant sur un cristal biréfringent uniaxe (Spath d'Islande) dans le plan de section principal, donne deux rayons émergents, un rayon ordinaire et un rayon extraordinaire. Ces rayons sont parallèles, dans le plan de section principale, et polarisés. L'élimination du rayon ordinaire obtenue par réflexion totale dans le prisme de Nicol qui donne un faisceau de lumière polarisée vibrant parallèlement au plan de section principale.

Polarisation rotatoire

Lorsqu'un faisceau de lumière monochromatique polarisée est envoyé sur un cristal de quartz taillé perpendiculairement à son axe optique, on constate qu'au cours du trajet la direction de vibration tourne autour de l'axe de propagation. Ce phénomène est appelé polarisation rotatoire et le quartz est dit optiquement actif.

Dans le cas du quartz à l'état cristallin, cette rotation est due à l'agencement des molécules de SiO_2 qui sont disposées hélicoïdalement autour de l'axe optique. Le quartz fondu ne présente pas la polarisation rotatoire puisque l'agencement des molécules est détruit.

Une dissymétrie peut exister au sein même de la molécule ; c'est le cas des molécules organiques possédant un carbone assymétrique. Les solutions de telles substances sont douées d'un pouvoir rotatoire ; elles sont dites optiquement actives. Si la rotation se fait vers la droite, la substance est dite dextrogyre (glucose) ; si la rotation se fait vers la gauche, la substance est dite levogyre (lévulose).

Polarimétrie

La polarimétrie permet de déterminer le pouvoir rotatoire spécifique d'une substance en solution ou sa concentration lorsque cette substance est identifiée.

Pour un faisceau de lumière polarisée monochromatique (raie D de sodium) tombant sur une cuve d'épaisseur (L) contenant une solution d'une substance optiquement active à la concentration (c), l'angle de rotation (α) du plan de vibration est donné par la loi de Biot :

$$\alpha = \alpha_D \cdot L \cdot c$$

α : angle dont a tourné la direction de vibration
(en degrés)

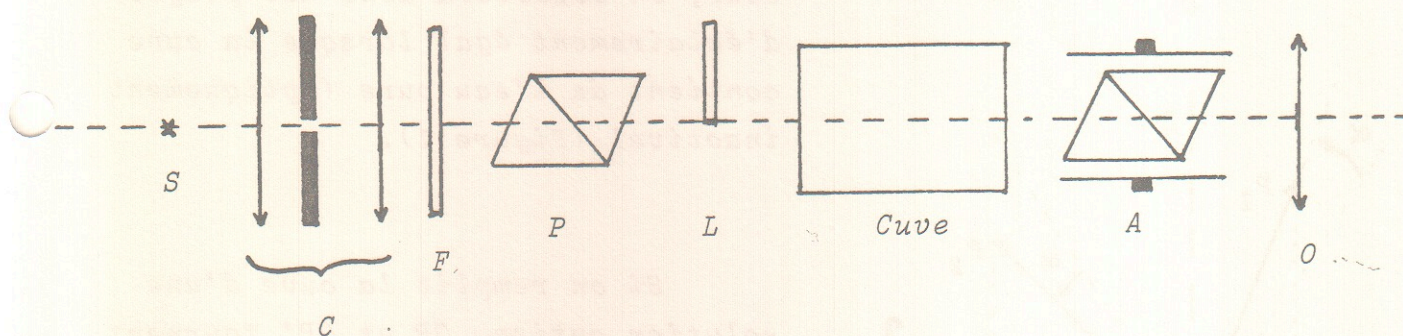
L : épaisseur de solution traversée (en dm)

c : concentration (en g/ml)

La constante, α_D , est appelée pouvoir rotatoire spécifique de la solution pour la longueur d'onde de la raie D du sodium. Elle s'exprime en : degré. ml. g⁻¹ . dm⁻¹.

SECTION 2 : APPAREILLAGE

Le polarimètre de Laurent est un appareil permettant la mesure de l'angle α dont tourne la direction de vibration d'un faisceau de lumière polarisée lorsqu'il se propage dans une solution optiquement active.

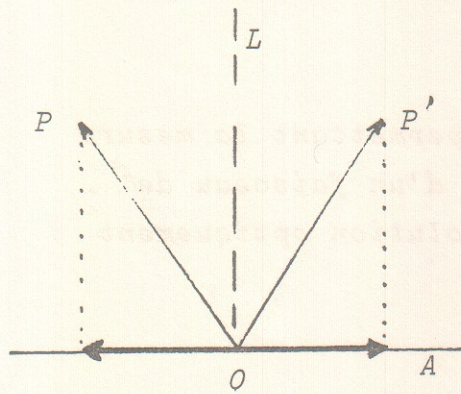


Le polarimètre comporte :

- une source (S) donnant un spectre de raies (lampe à vapeur de Na),
- un collimateur (C) permettant d'obtenir un faisceau parallèle,
- un filtre jaune (F) isolant la raie D du sodium,
- un nicol polariseur (P),
- une lame demi-onde (L) montée sur la moitié du faisceau,
- une cuve contenant la substance active,
- un nicol analyseur (A) solidaire d'un disque gradué,
- un oculaire O.

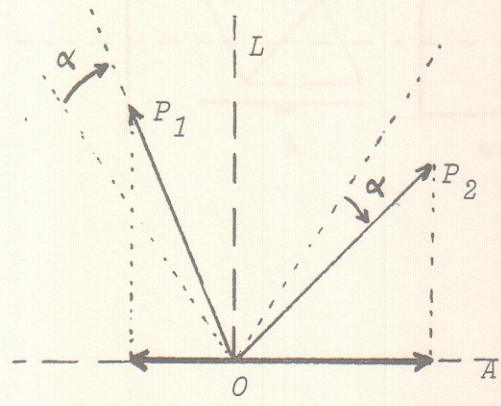
En principe il suffirait de placer le tube contenant la solution entre l'analyseur et le polariseur, préalablement croisés (extinction) et de mesurer l'angle dont il faut tourner l'analyseur pour rétablir l'extinction ; cette méthode serait peu précise car elle fait appel à la mémoire photométrique de l'oeil.

Il est plus valable de comparer les éclaircissements de deux plages juxtaposées. Pour cela on introduit, sur la moitié du faisceau seulement, une lame cristalline demi-onde. Cette lame dont l'axe optique est parallèle à la face d'entrée donne une vibration émergente symétrique de la vibration incidente par rapport à cet axe.



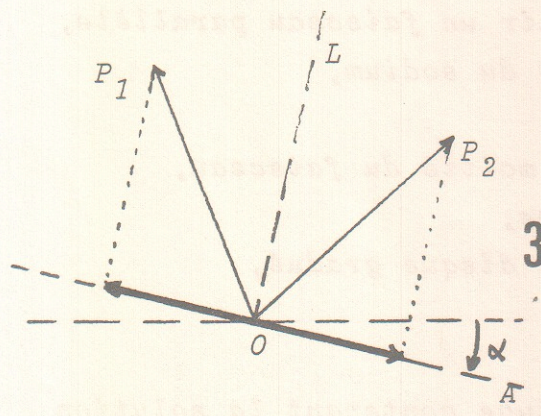
1

Soient OP les vibrations sortant du polarisateur et OL l'axe optique de la lame. Sur la moitié du faisceau traversant la lame, OP devient OP' , et après celle-ci on a 2 demi-faisceaux l'un transportant OP , l'autre OP' . Si OA est la section principale de l'analyseur, on observera donc des plages d'éclairement égal lorsque la cuve contient de l'eau pure (optiquement inactive) (Figure 1).



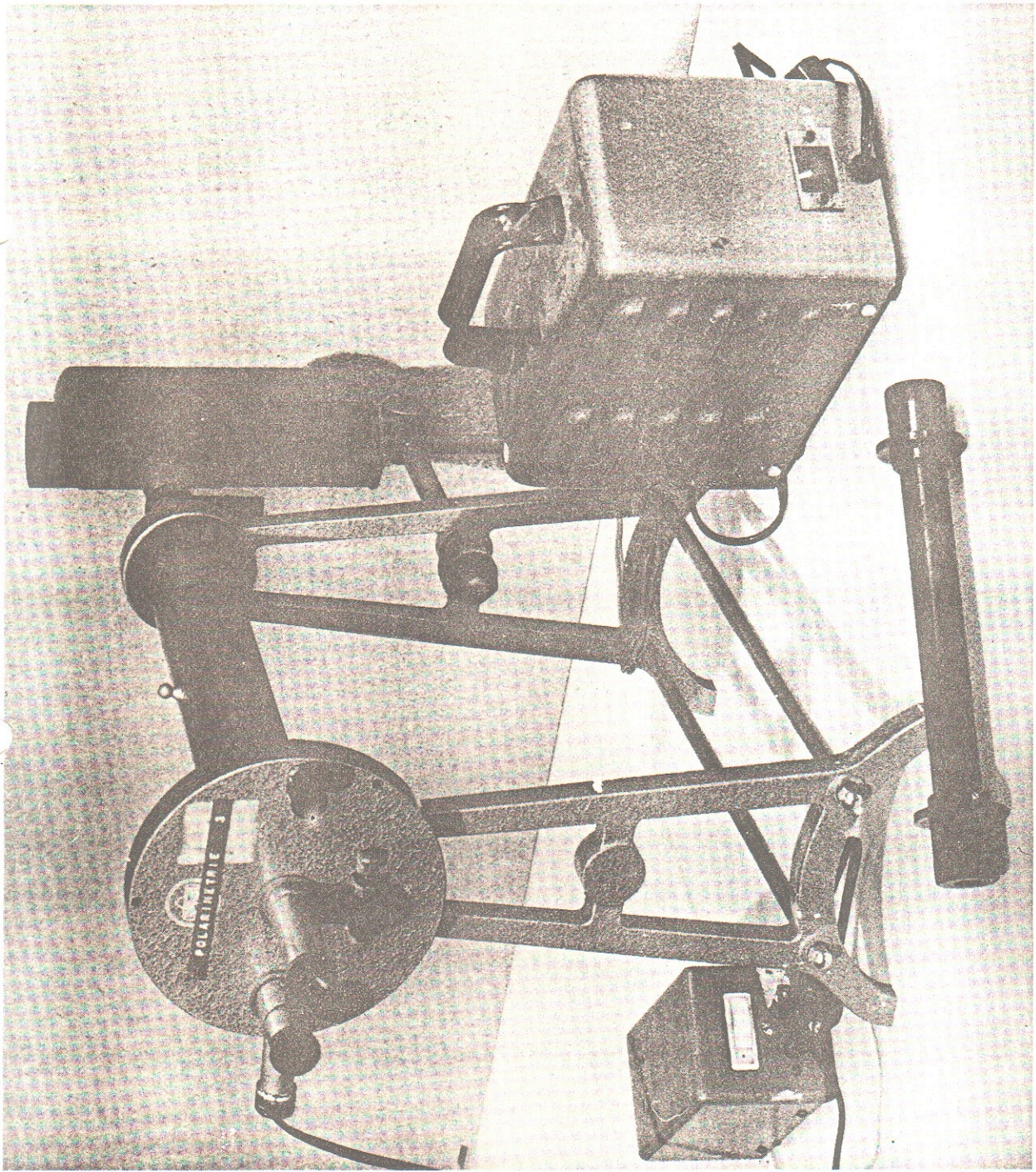
2

Si on remplit la cuve d'une solution active, OP et OP' tournent toutes deux d'un angle α ; on obtient OP_1 et OP_2 et des plages d'éclairement inégal (Figure 2).



3

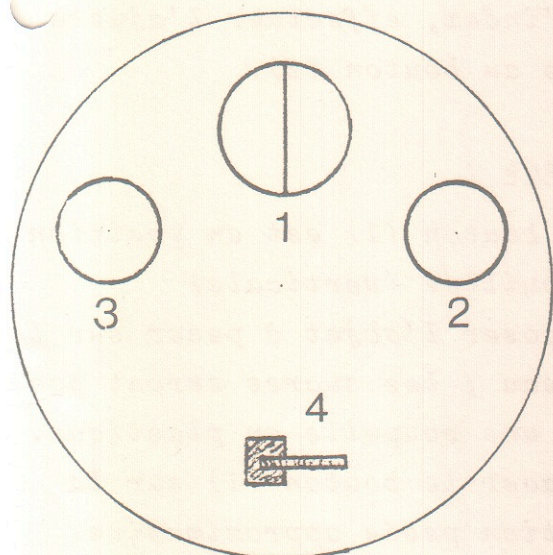
Pour rétablir l'égalité d'éclairement des plages, il faudra donc tourner l'analyseur d'un même angle α . L'analyseur doit tourner dans le même sens que la vibration à la traversée de la solution (Figure 3).



SECTION 3 : MANIPULATION

1 - Réglage du polarimètre

Le réglage s'effectue en présence du tube polarimétrique rempli de solvant (eau).



. Régler l'oculaire (1) de façon à voir distinctement la limite de séparation des deux plages.

. Faire tourner l'analyseur (2) de façon à obtenir l'égalité d'éclaircissement des plages en pénombre.

. A l'aide de la vis (4) amener le zéro de l'échelle (mobile) en face du zéro du vernier (fixe) en (3).

. Observer le vernier ; en déduire le mode de lecture et la valeur de la plus petite rotation que l'on peut observer (le principe de fonctionnement et de lecture du vernier est décrit page 79).

2 - Remplissage du tube polarimétrique :

- . Vérifier la propreté du tube et des disques de verre,
- . Obturer une extrémité du tube (disque + écrou de serrage),
- . Tenir le tube vertical et le remplir complètement avec la solution à analyser de façon à obtenir une ménisque convexe.
- . Glisser latéralement le disque de verre ; essuyer le trop plein et fixer à l'aide de l'écrou de serrage.
- . Vérifier l'absence de bulle d'air et la transparence de la solution avant d'introduire le tube polarimétrique dans le polarimètre.

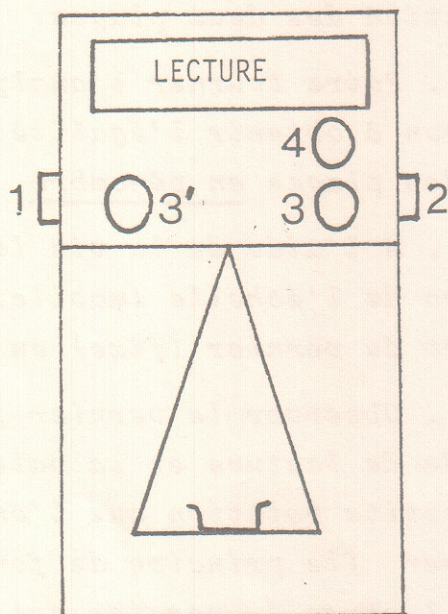
- . Après chaque mesure et à la fin des travaux pratiques rincer abondamment à l'eau le tube polarimétrique et les disques de verre.

3 - Utilisation de la balance monoplateau :

- Réglage du zéro :

Le plateau de la balance est vide.

Les graduations sont au zéro. Placer le bouton (1) en position pesée fine. Si le zéro de l'échelle lumineuse n'est pas situé en face de l'index, effectuer l'ajustement grâce au bouton (2).



- Pesée :

- . Le bouton (1) est en position verrouillée (verticale)
- . Déposer l'objet à peser sur le plateau ; les sucres seront pesés dans une coupelle en plastique.
- . Placer le bouton (1) sur la position pesée approximative.
- . Tourner le bouton (3) puis (3') jusqu'à ce que l'échelle lumineuse bascule vers le haut. Revenir alors en arrière de 1 gramme.
- . Placer le bouton (1) sur la position pesée fine et effectuer la lecture.
- . Le bouton (4) permet d'utiliser un vernier pour préciser la lecture.
- . Noter la précision de la pesée.

4 - Détermination du pouvoir rotatoire spécifique d'une substance optiquement active

- Peser exactement dans une coupelle de plastique une dizaine de grammes de la substance proposée.

- Récupérer toute la substance, grâce à un entonnoir et une pissette d'eau, dans un ballon jaugé de 100 ml,
- Solubiliser la substance par agitation et compléter à 100 ml avec le solvant.
- Remplir un tube polarimétrique de 10 ou 20 cm et le placer dans le polarimètre.
- Après avoir rétabli l'égalité des plages, noter l'angle α -
($-50^\circ < \alpha < +50^\circ$)
- En déduire α_D , pouvoir rotatoire spécifique de la substance,
- Evaluer l'incertitude $\Delta\alpha_D$ sur la mesure de α_D :

avec :
$$\frac{\Delta\alpha_D}{\alpha_D} = \frac{\Delta\alpha}{\alpha} + \frac{\Delta L}{L} + \frac{\Delta c}{c} \quad \text{et } c = \frac{M}{V}$$

5 - Détermination de la concentration d'une solution d'une substance optiquement active

- Remplir un tube polarimétrique de 5, 10 ou 20 cm et le placer dans le polarimètre.
- Rétablir l'égalité des plages en pénombre et noter l'angle α -
($-50^\circ < \alpha < +50^\circ$)
- Connaissant α_D , en déduire la concentration de la solution inconnue
- Evaluer l'incertitude sur la mesure de cette concentration.

~~10 mg~~
~~23,6~~
 10 mg x 23,6

OS 45,620 mg

9,456 mg

18,912 mg

18,9605 mg

MANIPULATION 4

REFRACTOMETRIE

SECTION 1 : PRINCIPE

L'indice de réfraction est une caractéristique physique très employée en analyse chimique. Bien que n'étant pas une propriété spécifique, il prend très rarement la même valeur pour deux substances différentes, à une température et une longueur d'onde donnée.

Les mesures d'indice de réfraction sont utiles :

- pour confirmer l'identité d'une substance
- pour analyser les substances provenant d'un processus industriel
- pour estimer les propriétés des polymères, telles que le poids moléculaire, la dimension, la forme.
- pour calculer les propriétés des polymères telles que la réflectivité et la dispersion optique
- pour avoir des renseignements sur la structure (loi d'additivité)

Le réfractomètre d'ABBE dont vous disposez est un appareil simplifié destiné à l'enseignement.

Ce réfractomètre est basé sur la mesure de l'angle de réfraction limite. En effet lorsque la lumière passe d'un milieu moins réfringent (indice n) à un milieu plus réfringent (indice N), pour l'angle d'incidence maximum $i=90^\circ$, on observe un angle de réfraction limite l défini par :

$$\sin l = n/N \quad (1)$$

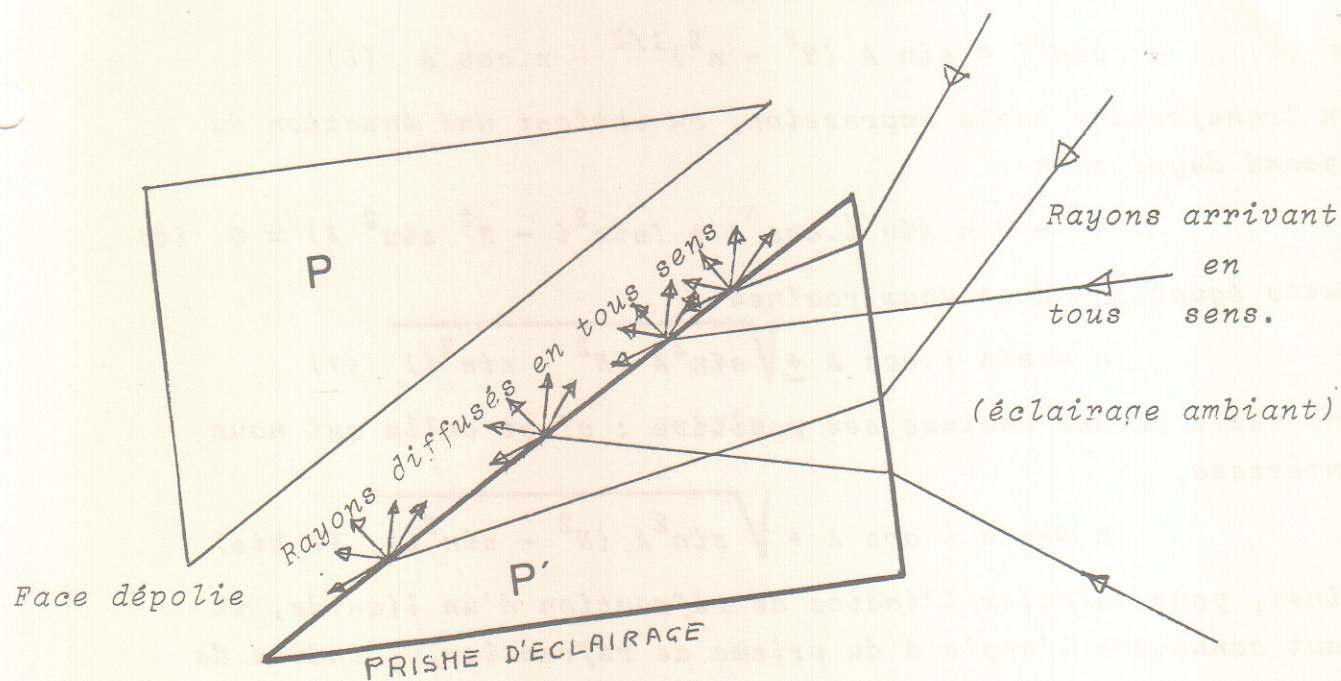
SECTION 2 : APPAREILLAGE

I - DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE:

Cet appareil (fig 1) se compose essentiellement d'un prisme réfractométrique (P) et d'un prisme d'éclairage (P'). Ces prismes d'indice très élevé ont une forme identique: leurs sections droites sont des triangles rectangles. Ils sont scellés dans des montures métalliques, de telle façon que, lorsqu'on les accole par leurs faces hypothénuses, il subsiste entre elles un espace libre dans lequel on dépose une goutte de liquide à étudier.

La face hypothénuse du prisme d'éclairage est dépolie et envoie des rayons dans toutes les directions à travers la couche de liquide à étudier. La lumière arrive donc d'une source étendue et monochromatique.

Un volet permet d'obturer à volonté la face latérale du prisme d'éclairage. Dans la méthode de la réfraction limite, ce volet doit obturer la face du prisme réfractométrique



VUE DU PRISME D'ECLAIRAGE

Une lunette fixe, réglée sur l'infini, reçoit pour certaines positions du système de prismes, les rayons émergents qui donnent une plage claire dans le plan focal de l'objectif. On fait tourner l'ensemble des deux prismes solidaires d'une alidade qui peut se déplacer devant un cercle gradué afin de repérer le rayon émergent qui correspond à la réfraction limite (séparation entre la plage sombre et la plage claire).

II - RELATION DONNANT L'ANGLE DE REFRACTION DU LIQUIDE.

La figure (2) montre le trajet du rayon lumineux correspondant à la réfraction limite. On appelle A l'angle du prisme réfractométrique, n l'indice du liquide à étudier et N l'indice du prisme. L'angle limite est défini par :

$$\sin l = n/N \quad (1) \quad \blacktriangleright \quad \cos l = (1 - n^2/N^2)^{1/2} \quad (1 \text{ bis})$$

avec : $\sin i = N \cdot \sin r$ (2) et : $r = A - l$ (3)

Les relations (2) et (3) donnent :

$$\sin i = N \cdot \sin(A - l) \quad (4)$$

$$\text{D'où } \sin i = N \cdot \sin A \cdot \cos l - N \cdot \sin l \cdot \cos A \quad (4 \text{ bis})$$

en remplaçant $\sin l$ par sa valeur tirée de (1) et $\cos l$ par sa valeur tirée de (1 bis), on obtient :

$$\sin i = \sin A (N^2 - n^2)^{1/2} - n \cdot \cos A \quad (5)$$

en transformant cette expression, on obtient une équation du second degré en n :

$$n^2 + 2 n \cdot \sin i \cdot \cos A + (\sin^2 i - N^2 \sin^2 A) = 0 \quad (6)$$

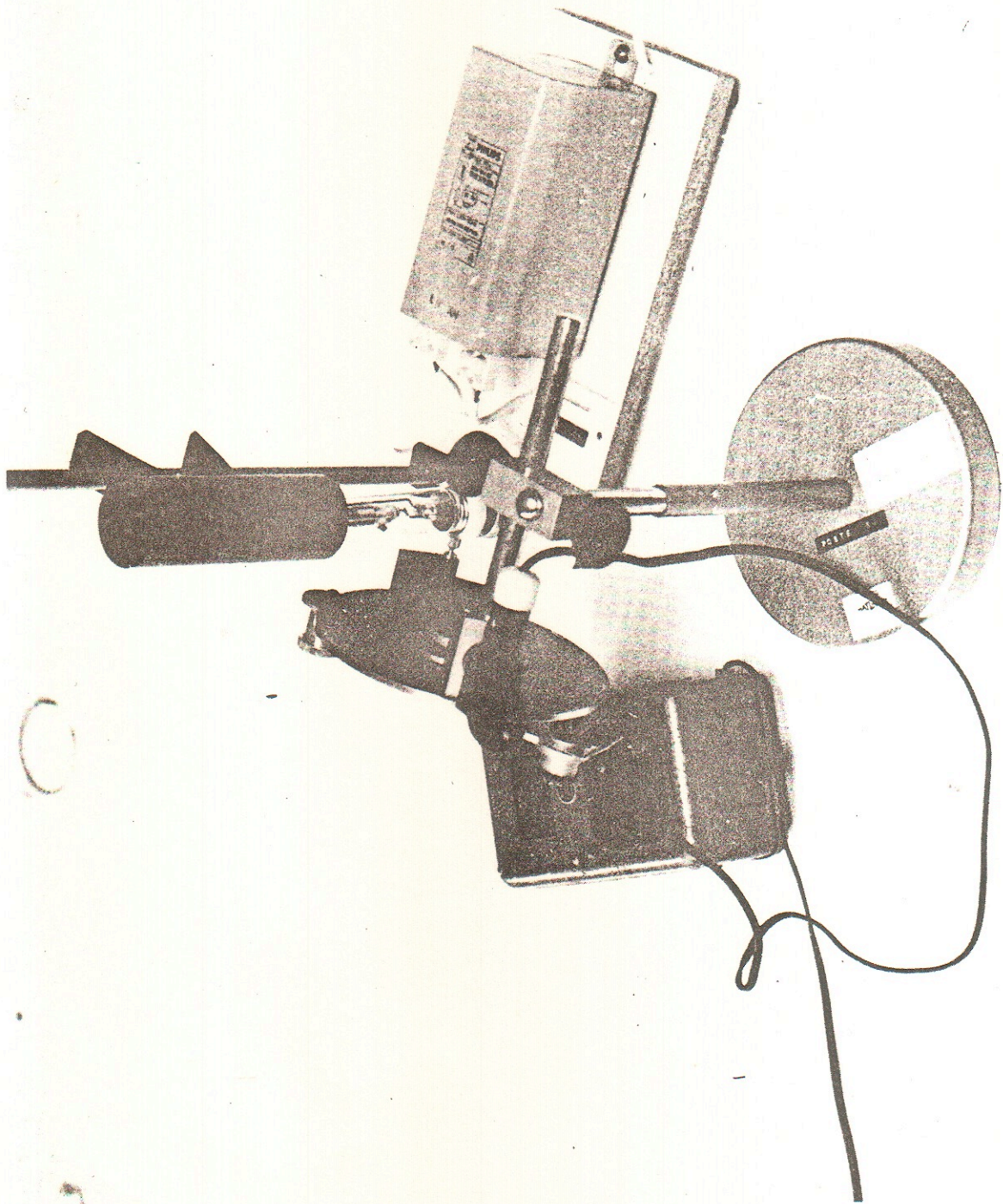
Cette équation admet deux racines :

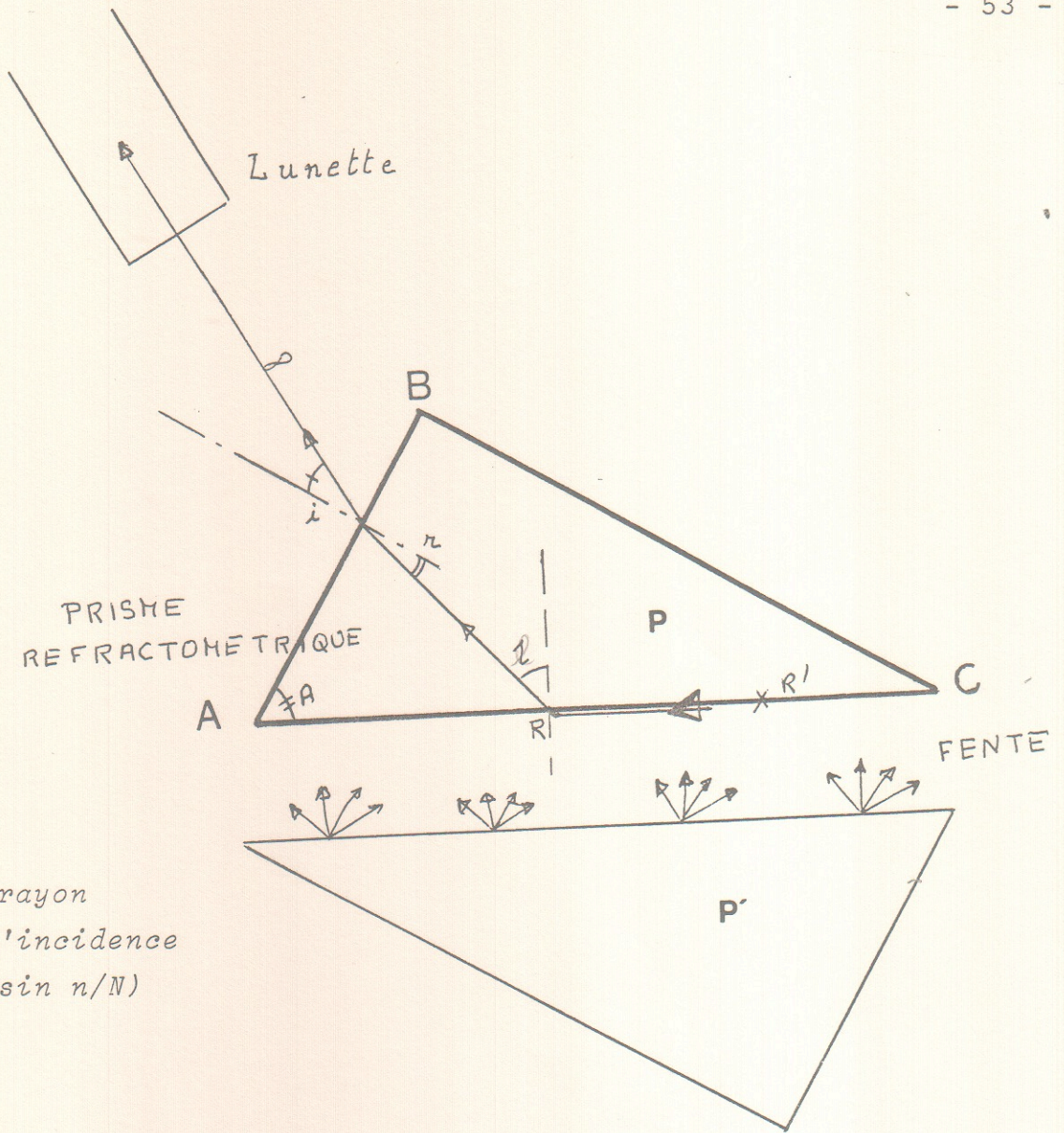
$$n = -\sin i \cdot \cos A \pm \sqrt{\sin^2 A (N^2 - \sin^2 i)} \quad (7)$$

une seule de ces racines est positive : c'est celle qui nous intéresse.

$$n = -\sin i \cos A + \sqrt{\sin^2 A (N^2 - \sin^2 i)} \quad (7 \text{ bis})$$

Ainsi, pour calculer l'indice de réfraction d'un liquide, il faut connaître l'angle A du prisme de réfraction, l'indice de réfraction N de celui-ci et l'angle i .





(Le trajet du rayon correspond à l'incidence limite: $l = \text{Arc sin } n/N$)

VUE DU PRISME REFRACTOMETRIQUE
ET DE LA LUNETTE

REMARQUE IMPORTANTE

Cette figure ne représente le trajet que d'un seul rayon, ce qui n'est pas la réalité puisque la source n'est pas ponctuelle. Cependant le trajet de la lumière à partir d'un autre point, R', serait parallèle à celui dessiné, et, vu de l'infini par la lunette, tous ces rayons émergeant de la face AB donneront quand même une transition zone sombre-zone claire nette car ils font tous le même angle i sur la normale à AB.

SECTION 3 : MANIPULATION

Pour déterminer l'indice de réfraction d'un liquide, on utilise la formule :

$$n = - \sin i \cos A + \sqrt{\sin^2 A (N^2 - \sin^2 i)}$$

Il convient donc d'opérer en trois temps :

- déterminer l'angle A du prisme
- déterminer l'indice N du prisme
- déterminer l'indice du liquide connaissant A et N.

I - MESURE DE L'ANGLE A DU PRISME

Elle se fait par autocollimation. Lorsqu'il y a autocollimation l'image du réticule donnée par une lentille et une face du prisme (son rôle étant celui d'un miroir) est dans le plan de l'objet, et la normale au miroir coïncide avec l'axe optique. On opérera ainsi :

- a) éclairer la lampe placée latéralement sur la lunette.
- b) le prisme (P') étant enlevé, faire tourner le prisme (P) pour que la face AB soit perpendiculaire à l'axe optique de la lunette. Faire coïncider exactement le réticule avec son image. Lire la graduation θ_1 sur l'alidade et son vernier.
- c) amener la face hypoténuse AC face à la lunette et opérer de la même manière que précédemment. Lire la graduation θ_2
- d) calculer l'angle A grâce à la relation :

$$A = \pi - (\theta_1 - \theta_2)$$

II - MESURE DE L'INDICE DE REFRACTION DU PRISME

Pour calculer l'indice N du prisme, l'espace libre entre les prismes étant rempli d'air, son indice est 1.

Reprenons l'équation (7 bis) avec $n = 1$

$$1 = - \sin i \cos A + \sqrt{\sin^2 A (N^2 - \sin^2 i)}$$

On déduit de cette équation :

$$N^2 = \left(\frac{\sin i + \cos A}{\sin A} \right)^2 + 1$$

On connaît A , il faut mesurer i . Pour cela :

a) éteindre la lampe destinée à l'autocollimation et éclairer l'appareil face à la lunette avec la lampe à vapeur de sodium.

b) bien nettoyer les prismes, remettre en place le prisme (P').

c) tourner l'alidade jusqu'à ce qu'apparaisse dans le champ une ligne de séparation nette entre une plage éclairée et une plage obscure. Amener cette ligne de séparation en coïncidence exacte avec la croisée du réticule, le champ devra présenter la plage éclairée en haut et la plage obscure en bas. Lire la position θ_3 indiquée par l'alidade.

L'angle i est égal à la différence ($\theta_3 - \theta_1$)

III - MESURE DE L'INDICE DE REFRACTION D'UN LIQUIDE

Opérer de la même manière que précédemment, mais cette fois en déposant quelques gouttes de liquide entre les deux prismes. Lire la position θ_4 indiquée par l'alidade lorsque la ligne de séparation entre les deux plages est en coïncidence exacte avec la croisée du réticule. Déterminer :

$$i' = \theta_4 - \theta_1$$

et l'indice de réfraction est donné par :

$$n = -\sin i' \cdot \cos A + \sqrt{\sin^2 A (N^2 - \sin^2 i')}$$

Calcul d'erreur

On peut calculer l'incertitude absolue sur une grandeur $G = G(a, b, c, \dots)$ en écrivant la différentielle totale :

$$dG = \frac{\partial G}{\partial a} da + \frac{\partial G}{\partial b} db + \frac{\partial G}{\partial c} dc + \dots$$

L'erreur maximale (incertitude absolue) est alors :

$$\delta G = \left| \frac{\partial G}{\partial a} \right| \delta a + \left| \frac{\partial G}{\partial b} \right| \delta b + \left| \frac{\partial G}{\partial c} \right| \delta c + \dots$$

Sur l'indice de réfraction n d'une substance déterminée à l'aide du réfractomètre d'Abbe on a :

$$n = n(i', A, N)$$

$$\frac{\partial n}{\partial i'} = -\cos i' \cos A - \frac{\sin i' \cos i' \cdot \sin^2 A}{\sqrt{(N^2 - \sin^2 i') \sin^2 A}}$$

$$\frac{\partial n}{\partial A} = +\sin i' \sin A + \frac{\sin A \cos A \cdot (N^2 - \sin^2 i')}{\sqrt{(N^2 - \sin^2 i') \sin^2 A}}$$

$$\frac{\partial n}{\partial N} = \frac{N \cdot \sin^2 A}{\sqrt{\sin^2 A (N^2 - \sin^2 i')}} \quad \begin{matrix} 56516 \\ 0154835 \end{matrix}$$

La formulation finale simplifiée est

$$\frac{\Delta n}{n} = \frac{[(\cos i' \cdot \cotg A + \sin i') N^2 + \sin 2i' + N \cotg A] \Delta A + N \Delta N}{N^2 - \sin i' (\sin i' + N \cotg A)}$$

On prendra $\Delta N = 3 \cdot 10^{-3}$ et on exprimera ΔA en radian.

2,252628734
- 10⁻³

1,5057732

0,587785252

3,3084468331

5,81776 · 10⁻⁴

5,26873 · 10⁻³

1,012618463

0,303016934

SECTION 4 : LE VERNIER

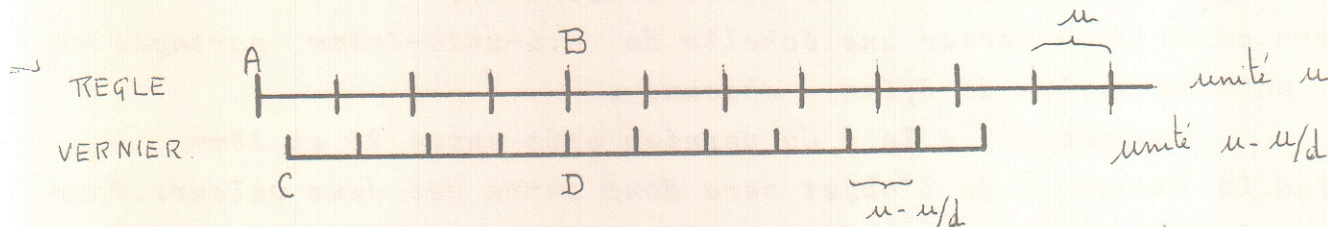
1°) Principe:

Soit une échelle graduée dans une unité u .

Sans artifice il n'est pas possible de lire une fraction de cette unité, soit u/d (d : entier naturel)

Imaginons le dispositif suivant:

Face à cette règle graduée dans l'unité u plaçons une règle graduée dans l'unité $u-u/d$ et de longueur $d(u-u/d)$ soit $du-u$. Cette règle, le vernier, comporte donc d graduations.



Supposons que deux graduations coïncident, par exemple B et D

B est à une distance nu de A, avec n entier: $AB = n \cdot u$

D est à une distance $p(u-u/d)$ de C avec p entier: $CD = p(u-u/d)$

C est à une fraction k d'unité de A $AC = k \cdot u$ avec $0 < k < 1$

On a $AB = AC + CB$ D'où $n \cdot u = k \cdot u + p(u-u/d)$

$$\Rightarrow n \cdot u - p \cdot u = k \cdot u - p \cdot u/d$$

$$\Rightarrow n - p = k - p/d$$

avec $\begin{cases} n \text{ entier} \\ p \text{ entier} \end{cases} \quad 0 < k < 1$

Le premier membre est entier ou égal à 0

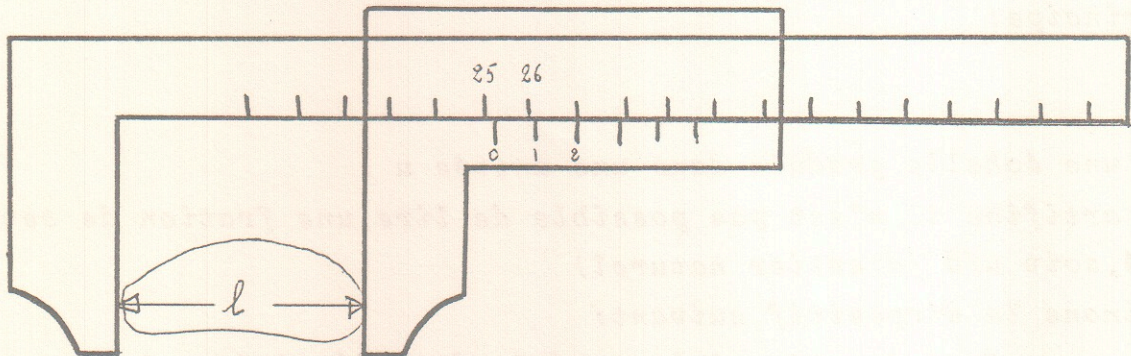
Le deuxième membre est fractionnaire ou égal à 0

On démontre aisément que la seule solution compatible avec les conditions imposées est : $n-p=k-p/d=0$

D'où l'on tire: $n=p$ et $k=p/d$

Nous venons donc de démontrer que k s'obtient en comptant les graduations du vernier comprises entre C et D , et en divisant par d .

2°) Application: Le pied à coulisse au dixième:



Le pied est gradué en millimètres: $u=1\text{mm}$.

On veut apprécier le dixième de millimètre: $d=10$.

Le vernier va donc porter une échelle de $d.u-u=10-1=9\text{mm}$ partagée en $d=10$ parties égales de $0,9\text{mm}$ chacune.

Supposons que le 0 du vernier soit entre 25 et 26mm du pied. La largeur l de l'objet sera donc entre ces deux valeurs. Pour trouver la valeur de k , regardons quelle graduation du vernier entre en coïncidence avec une graduation du pied.

C'est la deuxième: $p=2$. Pour avoir la longueur de l'objet il faut donc ajouter à 25 la longueur $k.u$ soit $p.u/d=2.1/10=0,2\text{mm}$

Donc $l=25,2\text{mm}$.

3°) Application: Le vernier du réfractomètre d'ABBE;

Ici le système n'est plus décimal

La graduation est en demi-degré $u=30'$

Ce vernier permet d'apprécier $2'$. Donc $k=2/30=1/15$. D'où $d=15$.

Le vernier de longueur $15(30-30/15)=420'$ soient 7° porte 15 graduations de $28'$ chacune.

Lors de la lecture on ajoutera à la graduation juste avant le 0 du vernier (attention ce peut être x degrés $30'$ puisque la graduation est en demi degré) le nombre de minutes lues sur le vernier à coïncidence (attention ici le vernier est gradué de $2'$ en $2'$)

4°) Application: Le vernier du polarimètre de Laurent.

L'échelle est graduée en demi degré $u=30'$

Le vernier comporte 10 graduations de 0 à +50 pour la lecture des angles positifs et 10 graduations de 0 à -50 pour la lecture des angles négatifs. Donc $d=10$

On pourra donc apprécier les $3'$, soit le dixième de demi-degré, soit le vingtième de degré.

Ce vernier utilise donc un système de numération mixte; hexadécimal pour les degrés, décimal en dessous. Cette partie décimale est obtenue par lecture directe sur le vernier. Elle vient s'ajouter à la valeur lue sur la règle qui peut être, rappelons le, x degrés ou degrés $30'$ soient $x,5^\circ$ (puisque $u=30'$)

MANIPULATION 5
TENSION SUPERFICIELLE

SECTION 1 : PRINCIPE

I - NOTION DE TENSION SUPERFICIELLE

Certains faits expérimentaux montrent que la surface libre des liquides peut être considérée comme une membrane élastique tendue. Ainsi, en couchant avec précaution sur l'eau une aiguille d'acier, on arrive à la faire flotter. Or sa densité est telle qu'elle devrait couler.

Il y a donc à la surface de l'eau une membrane que le poids de l'aiguille n'arrive pas à déchirer.

L'explication de ce phénomène est la suivante :

Chaque molécule d'un liquide est soumise à des forces attractives exercées par les molécules voisines. Au sein du liquide, la résultante des forces qui s'exercent sur une molécule est nulle. Par contre, à la surface du liquide, les molécules sont soumises aux forces attractives des molécules situées au-dessous d'elles ou à son niveau, et à quelques rares molécules de liquide à l'état de vapeur situées au dessus. La résultante de ces forces n'est plus nulle, et s'exerce perpendiculairement à la surface du liquide.

Sous l'action de ces forces, les molécules ont tendance à se déplacer vers l'intérieur, et à diminuer la surface libre du liquide. La densité du liquide devient supérieure à sa surface.

De ceci, il résulte que si l'on veut augmenter la surface libre d'un liquide, il faut fournir un travail dW proportionnel à la variation de surface dS

$$dW = \gamma \cdot dS \quad (1)$$

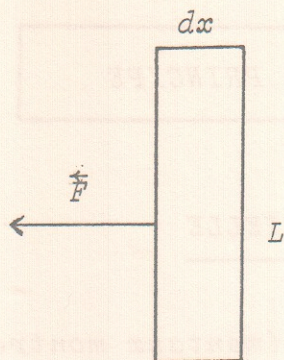
γ est le facteur qui traduit le phénomène de tension superficielle.

On peut donner de cette définition une représentation dynamique. Considérons un élément de surface dS

$$dS = dx \cdot L \quad (2)$$

avec (1) et (2) on obtient

$$\gamma = \frac{dW}{dx \cdot L}$$



Si l'on prend $L = 1$, γ apparait comme la force qui tend à déplacer un élément de longueur unité. On peut donc représenter mécaniquement la tension superficielle comme un vecteur force dirigé tangentielllement à la surface du liquide. Le travail de cette force est égal à

$$dW = F \cdot dx$$

d'où
$$\gamma = \frac{F}{L}$$

γ est la tension superficielle.

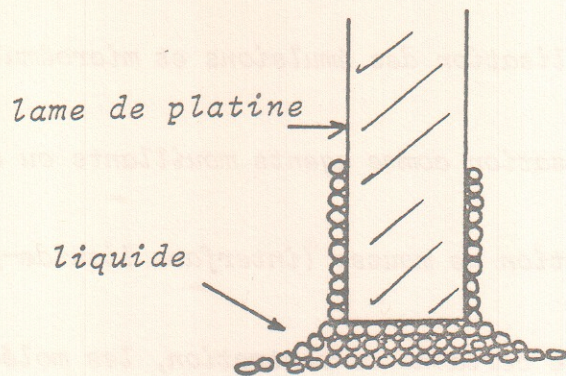
Dans le S.I. la tension superficielle est exprimée en Newton par mètre (N/m) ou Joule par mètre carré (J/m^2), et dans le système CGS en dyne/cm (dyn/cm).

$$1 \text{ mN/m} = 10^3 \text{ dyn/cm}$$

II - PRINCIPE DE LA MESURE

Soit une lame de platine parfaitement propre, maintenue verticale et affleurant la surface d'un liquide. Ce liquide va instantanément recouvrir la lame d'une mince pellicule (dans le cas des liquides mouillants) du fait des forces attractives entre les molécules du liquide et du métal.

Cette couche peut être considérée comme fixée rigidement à la lame, car les forces qui s'exercent entre elle et le métal sont supérieures aux forces qui lient les molécules du liquide entre elles.



La force qui s'exerce entre les molécules de liquide fixées à la lame et celles du liquide, est proportionnelle à la tension superficielle de ce liquide.

C'est cette force que nous nous proposons de mesurer.

III - LES AGENTS TENSIO-ACTIFS

Ce sont des substances qui abaissent fortement la tension superficielle d'une solution, même à faible concentration. Une molécule tensio-active est constituée d'une partie peu polaire, à caractère hydrophobe ou lipophile et d'une partie plus polaire, à caractère hydrophile.

On distingue :

- les tensioactifs anioniques :

- . savons
- . composés sulfonés (détergents ménagers)
- . composés sulfatés (shampoings, bains moussants,...)

- les tensioactifs cationiques :

(liquides adoucissants des textiles,...)

- les tensioactifs non ioniques

(TWEEN, SPAN, TRITON, BRIJ,...)

- les tensioactifs non catalogables, souvent substances naturelles

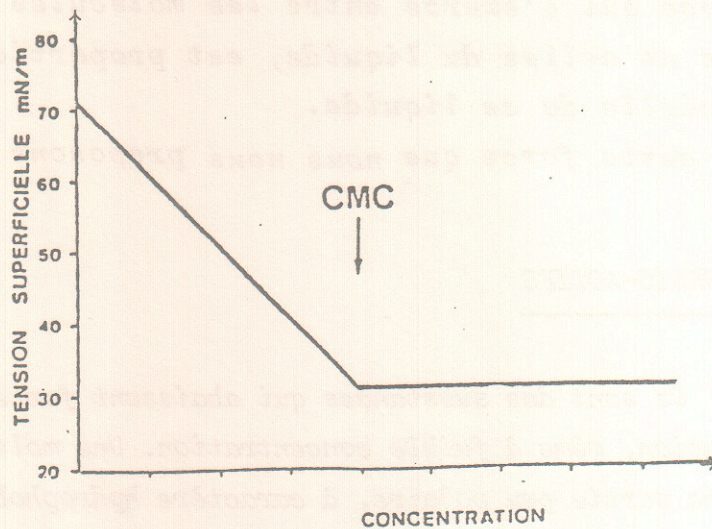
- . betaines
- . phospholipides
- . sels biliaires
- . caséine du lait

...

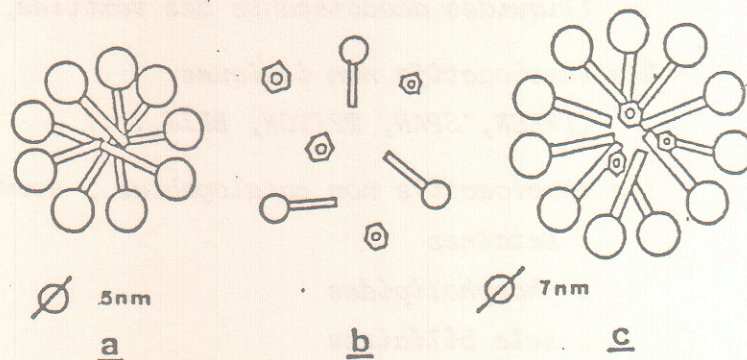
La structure des tensio-actifs entraîne une orientation préférentielle des molécules aux interfaces, ce qui leur confère la plupart des propriétés:

- . stabilisation des émulsions et microémulsions (interface liquide-liquide)
- . utilisation comme agents mouillants ou comme détergents (interface liquide-solide)
- . formation de mousse (interface liquide-gaz).

Au-delà d'une certaine concentration, les molécules tensioactives sont susceptibles de s'assembler en une micelle : c'est la concentration micellaire critique ou CMC.



Une solution aqueuse micellaire peut être considérée comme un milieu biphasique : les parties lipophiles du surfactant, en s'associant entre elles pour former les micelles, créent au coeur de celles-ci un milieu apolaire. Ces solutions micellaires permettent de dissoudre en milieu aqueux des composés organiques insolubles ou très peu solubles dans l'eau. D'où leur utilisation dans de nombreux domaines et en particulier dans l'industrie pharmaceutique.



- Micelle
- Solution moléculaire d'huile et de tensio-actif
- Micelle ayant solubilisé une huile

SECTION 2 : APPAREILLAGE

I - LA LAME METALLIQUE

C'est une lame de platine dépolie. Elle est suspendue à un fil de soie au fléau d'une balance électromagnétique.

II - LA BALANCE ELECTROMAGNETIQUE

Elle est composée de deux éléments A et B (voir cliché) reliés entre eux par un fil électrique à deux conducteurs.

1°- L'élément A est la balance électromagnétique proprement dite. Elle est composée du cadre d'un galvanomètre solidaire d'une aiguille rigide et mobile autour d'un axe. Ce cadre est dans un champ d'induction magnétique radial obtenu à partir d'un aimant permanent et d'un noyau de fer doux. A l'extrémité C de cette aiguille est suspendue la lame de platine par l'intermédiaire d'un fil de soie. C'est sur cette extrémité que s'exerce la force à mesurer. L'extrémité B se déplace devant une graduation et indique l'équilibre de la balance.

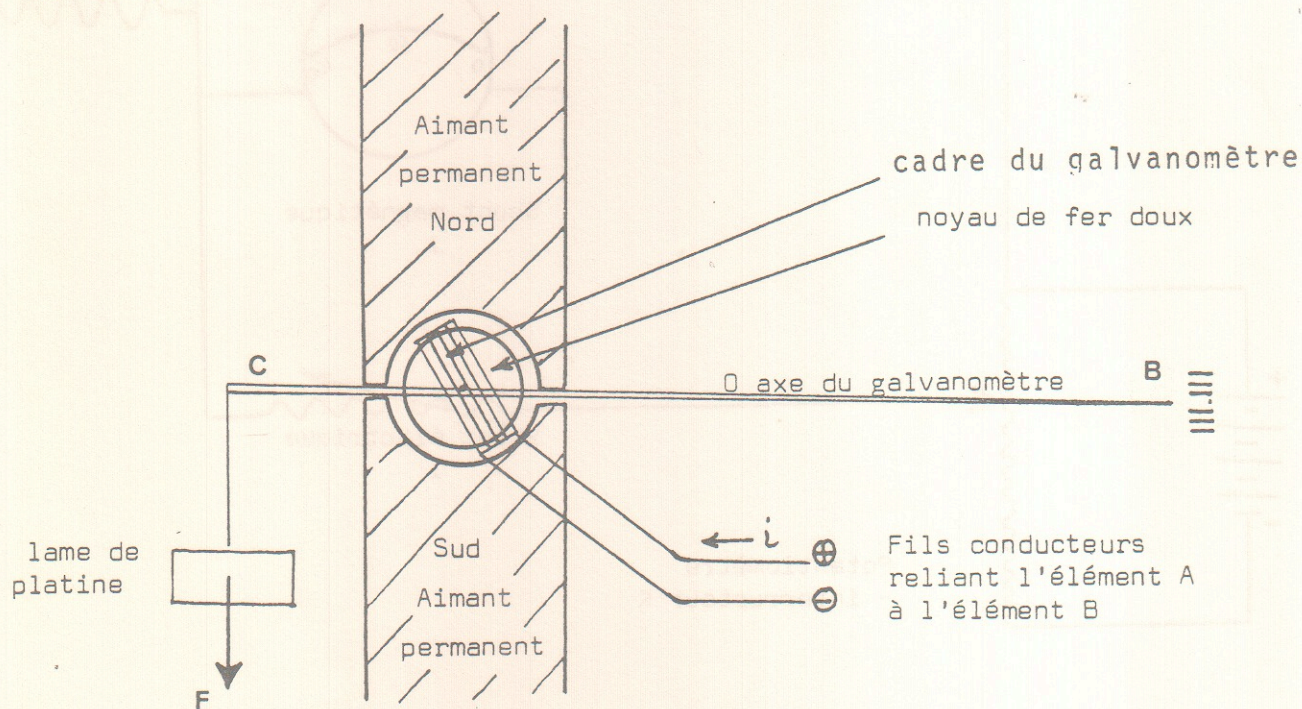


Figure 1 : Elément A

Le couple de la force à mesurer due à la tension superficielle, pourra être compensé par le couple électromagnétique obtenu en faisant traverser le cadre du galvanomètre par un courant. Ce couple de forces électromagnétiques est proportionnel à l'intensité du courant qui traverse le galvanomètre.

2°- L'élément B se compose d'une pile, source de courant, d'un potentiomètre interrupteur K permettant de faire varier la tension d'alimentation du circuit ou encore l'intensité du courant qui traverse le cadre, d'une résistance de protection, d'un ampèremètre directement étalonné en milligrammes-forces, shunté par un shunt électrique I (rhéostat) et par un shunt magnétique J - celui-ci permet de modifier légèrement l'indication du milliampèremètre sans agir sur l'intensité du courant du circuit -. Ces deux shunts permettent de régler de manière précise l'indication en milligrammes-forces du milliampèremètre. Ce réglage dépend en effet de l'état d'usure de la pile.

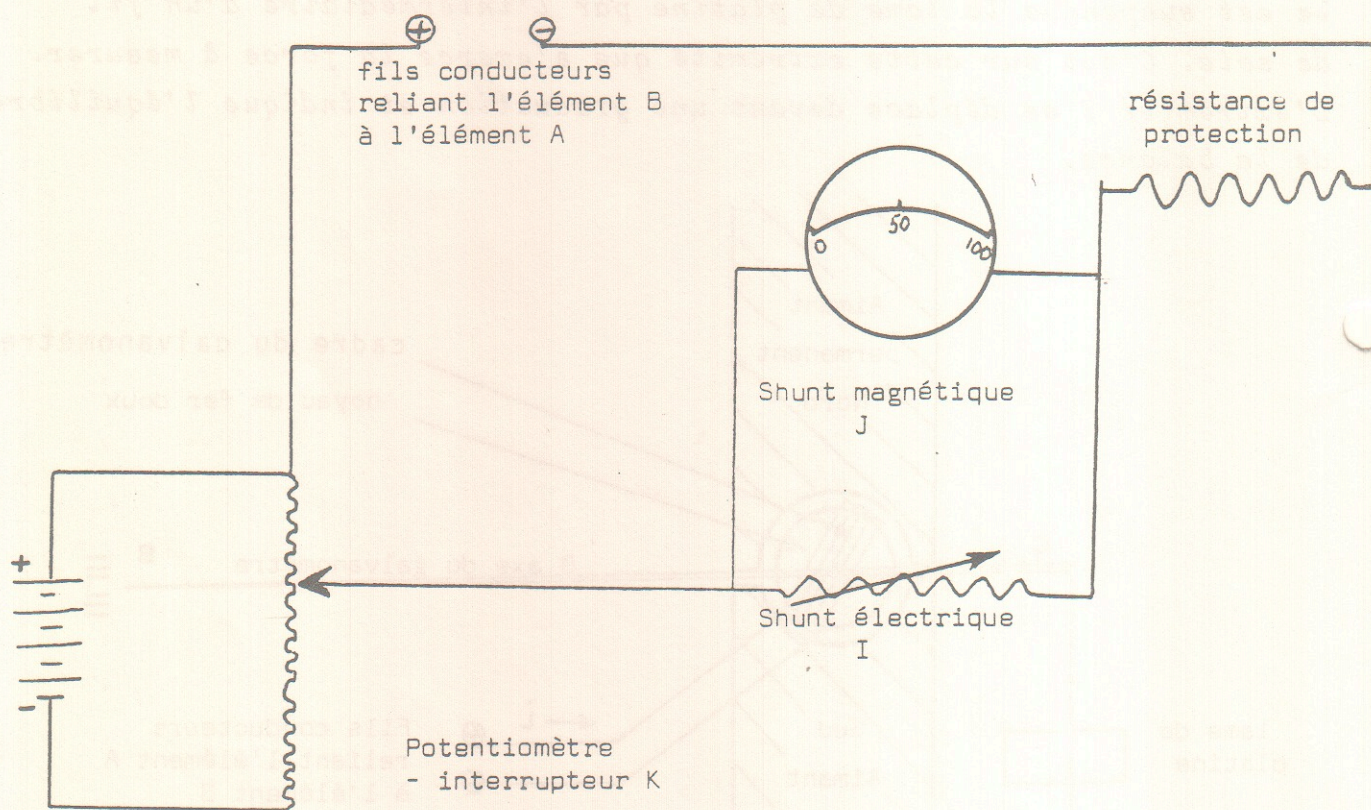
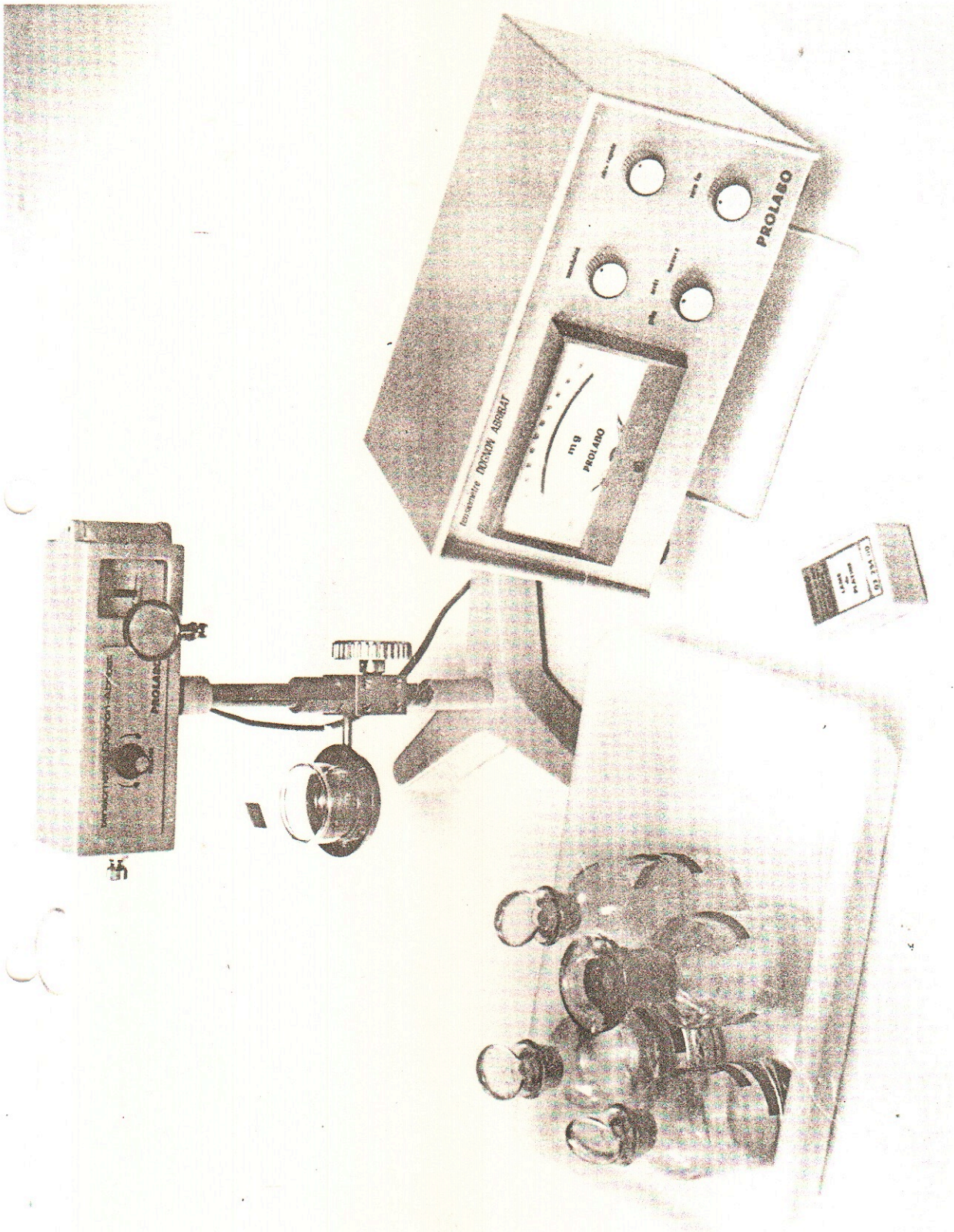


Figure 2 : Schéma électrique de l'élément B.



SECTION 3 : MANIPULATION

1° - REGLAGE

1) Quand le bouton du commutateur (1) est sur arrêt, l'aiguille de la graduation (5) est sur 0 mg.

2) Réaliser l'équilibre à vide de l'équipage mobile du tensiomètre. Suspendre la lame et le cavalier de 200 mg au crochet (8). Ajuster le zéro en tournant le bouton (6) situé au centre de la face avant du boîtier. L'aiguille doit être sur le trait central de la graduation (7).

3) Réglage de la sensibilité du milligrammètre. Laisser en place la lame et le cavalier de 200 mg et suspendre en plus au crochet (8) le petit cavalier de 100 mg. Placer le commutateur (1) sur mesure et manoeuvrer les boutons "zéro rapide" (2) et "zéro fin" (3) pour rétablir l'équilibre de l'équipage du tensiomètre. Si l'aiguille du milligrammètre n'indique pas 100 mg, on l'amènera sur la division 100 en tournant le bouton "sensibilité" (4). En amenant l'aiguille du milligrammètre sur 100 on a légèrement modifié l'équilibre du tensiomètre. La ramener sur le trait central en tournant le bouton "zéro fin" puis amener l'aiguille du milligrammètre sur 100 par le bouton "sensibilité". Ce réglage par retouches successives du zéro et de la sensibilité se termine facilement au bout de peu de manoeuvres. Il n'y a plus ensuite à toucher au réglage.

2° - MESURE

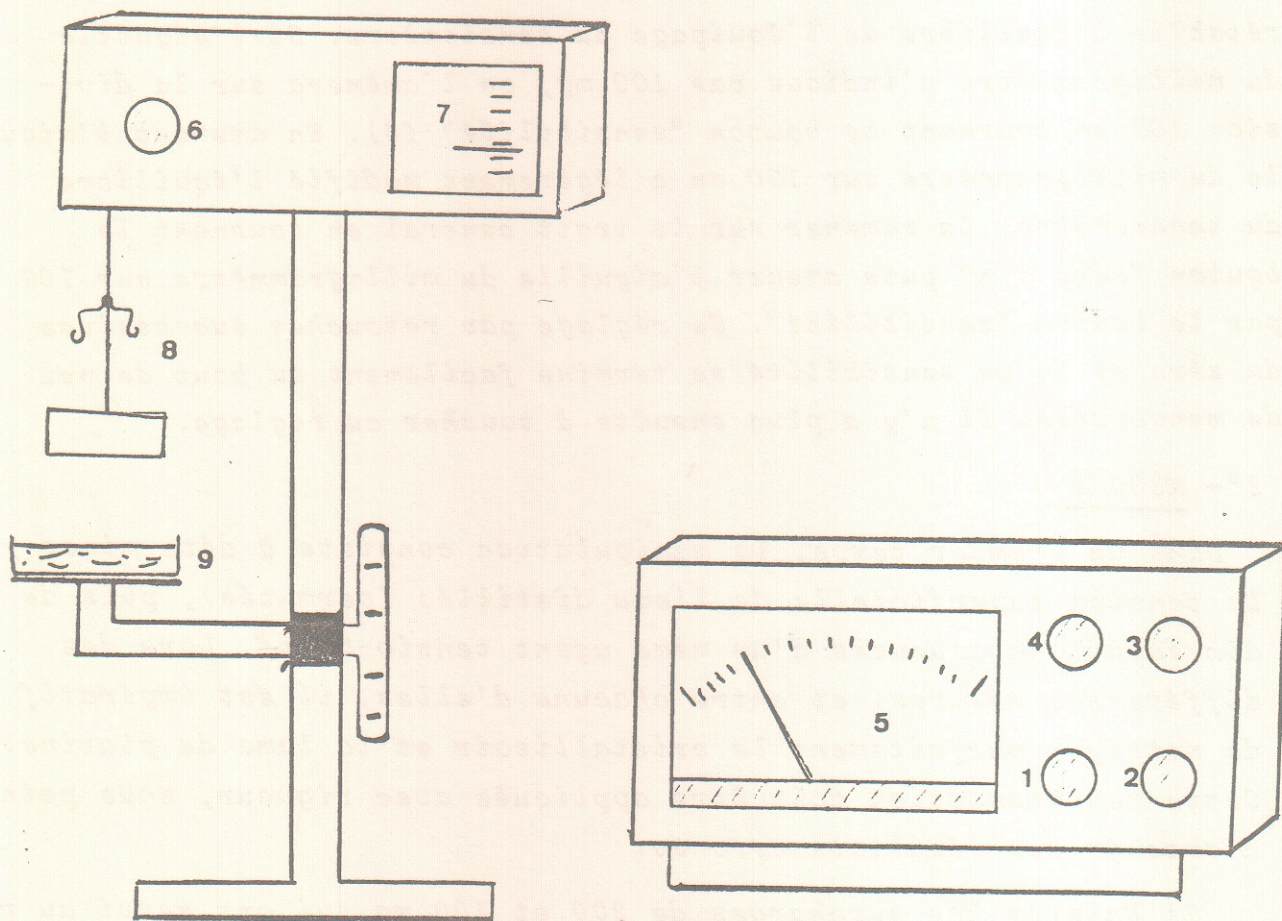
Dans un premier temps, la manipulation consiste à déterminer la tension superficielle de l'eau distillée (permutée), puis de dix solutions aqueuses d'un même agent tensio-actif. Lors des différentes mesures, et entre chacune d'elles, il est impératif de nettoyer parfaitement le cristalliseur et la lame de platine. Cette recommandation doit être appliquée avec rigueur, sous peine d'obtenir des résultats erronés.

- 1) Enlever les surcharges de 200 et 100 mg qui ont servi au réglage
- 2) Nettoyer la lame de platine par chauffage au rouge dans la flamme d'un bec bunsen.

3) Le récipient contenant le liquide à étudier est placé sur le plateau mobile (9), puis élevé jusqu'à immerger complètement la lame de manière à la mouiller (recouverte d'une gaine liquide adhérente).

4) Recommencer la manoeuvre précédente en élevant avec précaution le plateau mobile (9) jusqu'à ce que la surface du liquide entre juste en contact avec le bord inférieur de la lame. Celle-ci est violemment "aspirée" : on rétablit alors l'équilibre avec le "zéro rapide" et le "zéro fin" ; il n'y a plus qu'à lire le poids indiqué sur le milligrammètre, auquel il ne faut pas oublier d'ajouter les 200 mg de surcharge.

Pour des tensions inférieures à 50 dyn/cm environ, l'équilibre ne peut être établi (la lame ne s'enfonce pas). Il faut alors ajouter un contrepois de 100 et même au besoin de 200 mg.



La tension superficielle s'exerce sur les deux côtés de la lame.

$$F = \gamma \cdot 2 L$$

soit :

$$\gamma = \frac{m \cdot g}{2 \cdot L}$$

γ = tension superficielle (en dyn/cm)

m = valeur mesurée (exprimée en grammes)

L = longueur de la lame (valeur donnée aux T.P.)

g = accélération de la pesanteur ($\text{cm} \cdot \text{s}^{-2}$)

3° - MANIPULATION

En tout premier lieu, et pour vous familiariser avec l'appareillage, mesurez la tension superficielle de l'eau désionisée.

A- Tension superficielle de solutions tensio-actives

A partir d'une solution mère d'un agent tensio-actif, préparer 9 dilutions successives, soit au 1/2, 1/4, 1/8, 1/16, 1/32, 1/64, 1/128, 1/256 et 1/512. Concrètement, procédez de la façon suivante :

. Remplir un cristalliseur par 40 ml de solution mère à l'aide d'une pipette 20 ml double trait. Mesurer la tension superficielle γ_1 .

. Récupérer exactement 20 ml de la solution précédente, et, dans un autre cristalliseur, la diluer au demi avec 20 ml d'eau désionisée (utilisez une pipette uniquement réservée à cet usage). Mélangez avec un agitateur magnétique, sans faire de mousse. Mesurer la tension superficielle γ_2 . Et ainsi de suite ...

B- Détermination de la CMC

Tracer la courbe de la tension superficielle γ en fonction du logarithme de la concentration (utiliser du papier semi-logarithmique).

En déduire la concentration micellaire critique.

MANIPULATION 6

CONDUCTIMETRIE

SECTION 1 : PRINCIPE

De la même manière que les métaux, les substances dissociées en solution aqueuse, appelées électrolytes, conduisent le courant lorsqu'elles sont soumises à un gradient de potentiel électrique.

Une simple mesure de la résistance d'un volume donné de solution électrolytique permet de déterminer sa conductivité.

On définit la conductivité molaire Λ comme le rapport de la conductivité γ à la concentration molaire C :

$$\Lambda = \frac{\gamma}{C}$$

Ainsi par exemple à 18° C :

$$\Lambda_{H_3O^+} = 31,4 \text{ S.m}^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{l}$$

$$\Lambda_{Na^+} = 4,35 \text{ S.m}^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{l}$$

$$\Lambda_{K^+} = 6,46 \text{ S.m}^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{l}$$

$$\Lambda_{OH^-} = 17,2 \text{ S.m}^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{l}$$

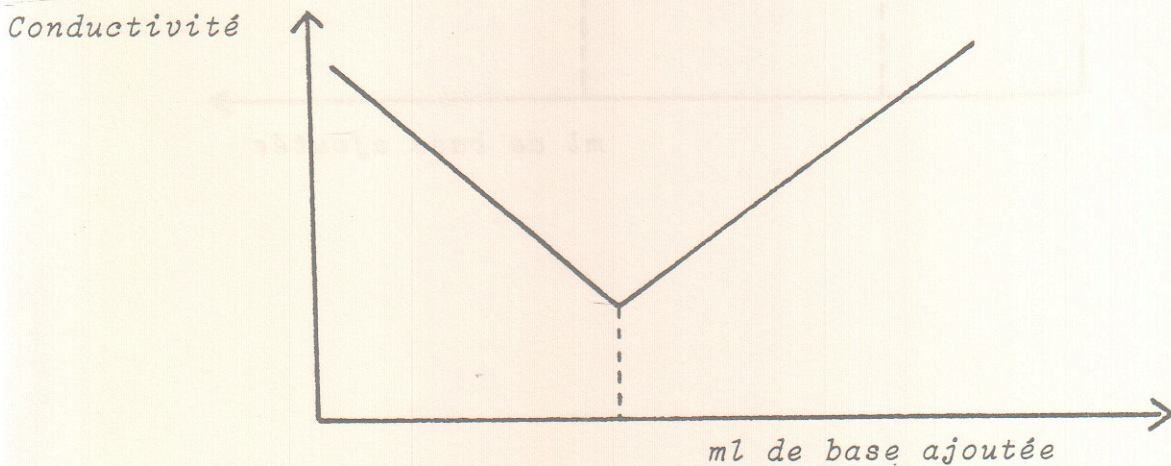
$$\Lambda_{Cl^-} = 6,55 \text{ S.m}^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{l}$$

$$\Lambda_{CH_3COO^-} = 3,46 \text{ S.m}^{-1}.\text{mol}^{-1}.\text{l}$$

La conductivité d'une solution contenant i électrolytes est égale à :

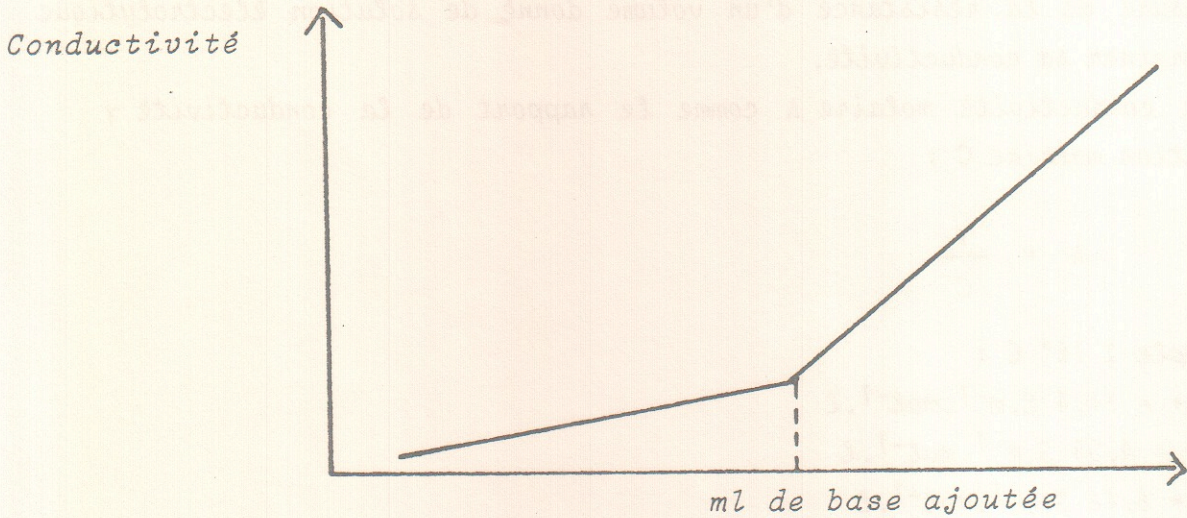
$$\gamma = \sum_i \Lambda_i C_i$$

Le titrage conductimétrique d'un acide par une base constitue un exemple d'application de ce principe. Lors de l'addition d'une base forte à une solution d'acide fort, on constate une diminution de la conductivité de la solution. Lorsque l'acide est entièrement neutralisé, on note une augmentation de la conductivité de la solution.

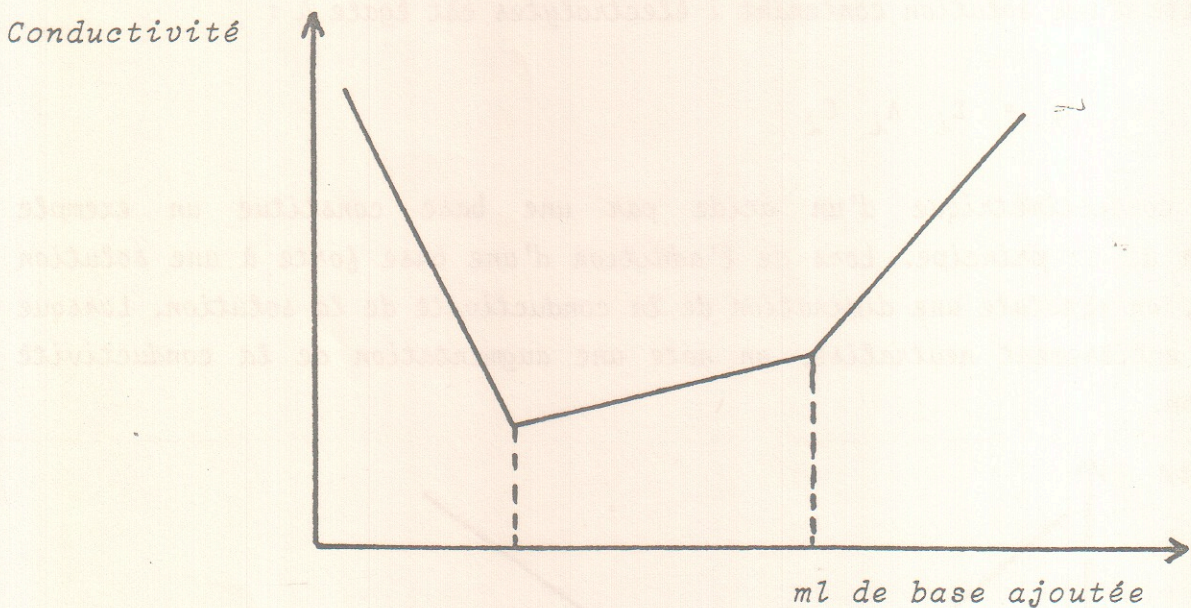


SECTION 1 : PRINCIPES

Lors de l'addition d'une base forte à une solution d'acide faible, on constate une augmentation lente de la conductivité de la solution jusqu'à neutralisation complète de l'acide. Cette augmentation devient beaucoup plus rapide lorsqu'on a un excès de base.



Lors de l'addition d'une base forte à un mélange d'acide fort et d'acide faible, la diminution initiale est suivie d'une augmentation d'abord faible puis beaucoup plus rapide de la conductivité. On obtient ainsi deux points d'équivalence.



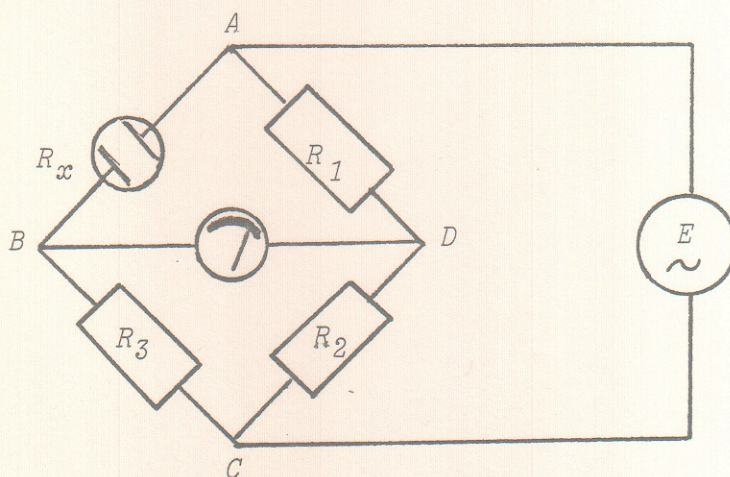
SECTION 2 : APPAREILLAGE

On utilise un pont de conductivité PHILIPS et une cellule de mesure du type à immersion.

I - LE PONT DE CONDUCTIVITE PHILIPS

C'est un pont de mesure du type KOLHRAUSH. Il est alimenté par une tension alternative de 2000 hertz provenant d'un oscillateur incorporé. La tension de déséquilibre entre B et D (voir schéma) est amplifiée, redressée et appliquée aux bornes d'un galvanomètre. Lorsque le pont est équilibré, c'est à dire lorsque la différence de potentiel entre B et D est nulle, le galvanomètre est en position moyenne. Nous avons la relation :

$$R_x = R_1 \cdot R_3 / R_2$$



II - LA CELLULE DE MESURE DU TYPE A IMMERSION

La cellule est immergée dans la solution dont on veut mesurer la conductivité. Elle comporte deux électrodes de platine verticales qui délimitent un parallélogramme rectangle de liquide.

La résistance de la cellule qui correspond à la résistance de ce parallélépipède dépend donc de sa géométrie.

$$R = \frac{1}{\gamma} \cdot \frac{d}{S}$$

avec d : distance entre les deux électrodes de platine

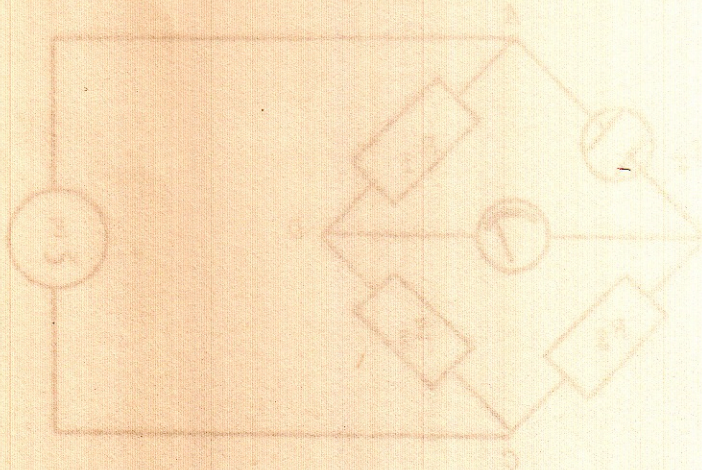
S : surface des électrodes

On définit une constante de cellule (K) qui exprime la géométrie de celle-ci :

$$K = S/d$$

La relation précédente devient donc :

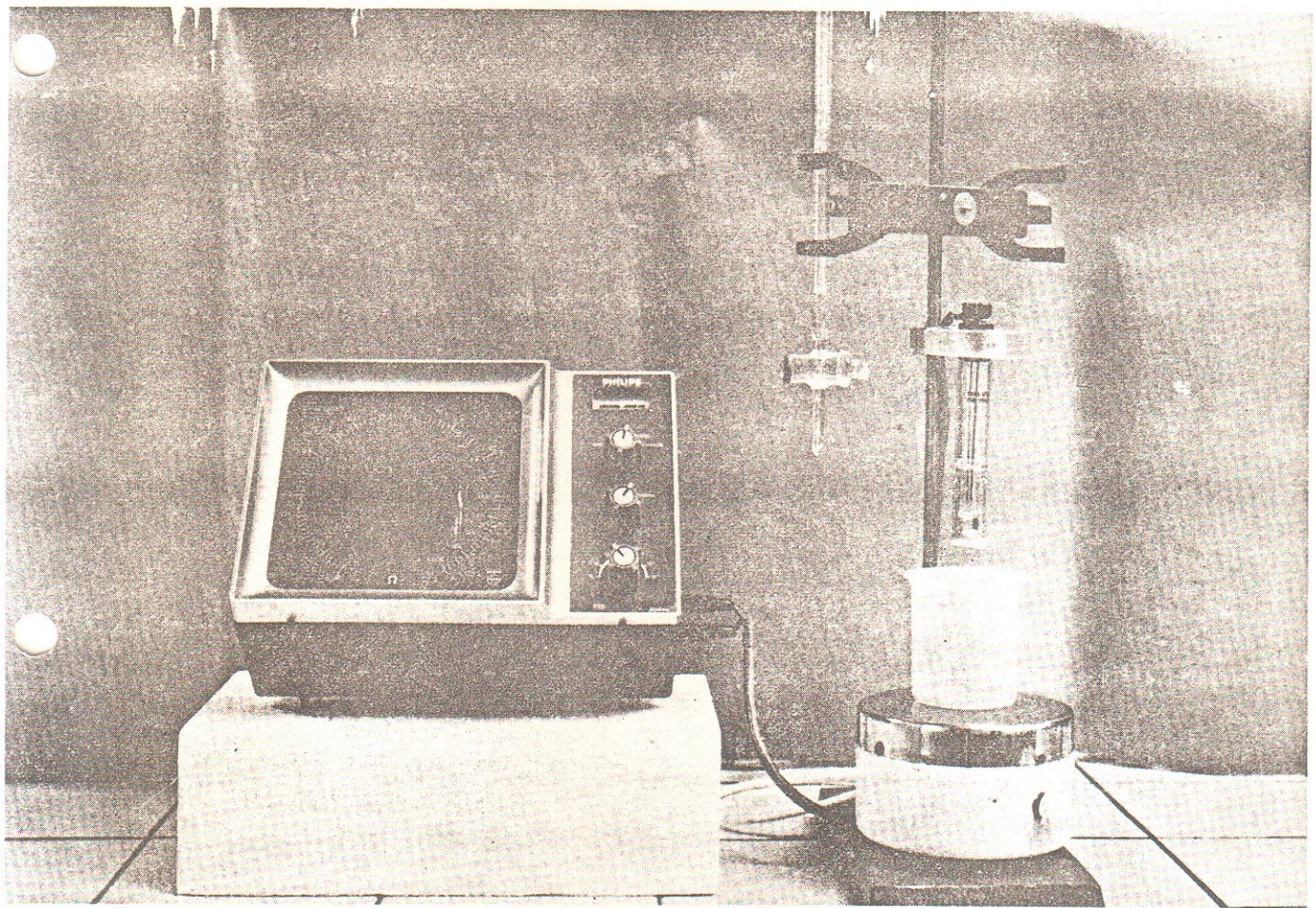
$$R = 1/K\gamma$$



II - LA CELLULE DE MESURE DU TYPE A LAMBERTON

La cellule est immergée dans la solution dont on veut mesurer la conductivité. Elle comporte deux électrodes de platine parallèles qui forment un parallélépipède rectangulaire de

longueur



PONT DE CONDUCTIVITE ET CELLULE DE MESURE

SECTION 3 : MANIPULATION

Dans cette manipulation, après avoir déterminé la constante de la cellule, on effectuera le dosage conductimétrique d'un acide fort par une base forte et celui d'un mélange d'acide fort et d'acide faible par une base forte.

I - DETERMINATION DE LA CONSTANCE DE CELLULE

- Plonger la cellule de mesure dans une solution de KCl 0,1 M.
- Mesurer la résistance de cette solution. Mettre le premier commutateur sur la position "operate" ; vérifier que le second commutateur est sur la position "2000 hertz"; tourner le bouton central de manière à amener l'aiguille du galvanomètre dans sa position moyenne (entre les deux index noirs); tenir compte du facteur multiplicatif indiqué par le troisième commutateur.
- Calculer la constante K de cellule, sachant que la conductivité du KCl 0,1 M est $1,3 \text{ S. m}^{-1}$.
Calculer aussi $1/K$.

II - TITRAGE CONDUCTIMETRIQUE D'UN ACIDE FORT

- Plonger la cellule dans 100 ml (mesurés à l'éprouvette de 100 ml) d'HCl de titre inconnu.
- Ajouter une solution de NaOH N (ml par ml); agiter; mesurer la résistance du milieu.
- Construire le tableau :

NaOH ajoutée (ml)	Résistance (Ω)	Conductivité (S. m^{-1})

- Tracer la courbe de la conductivité en fonction du volume de NaOH ajouté.
- En déduire le titre de la solution.

MANIPULATION 7
CRYOSCOPIE

SECTION 1 : PRINCIPE

Le point de congélation d'une solution est plus bas que celui du solvant pur. Cet abaissement du point de congélation est proportionnel au nombre de particules (ions, molécules) présentes dans le solvant.

Dans le cas des solutions étendues, l'abaissement du point de congélation est donné par les lois de RAOULT. Deux cas peuvent se présenter :

a) Cas des substances non électrolytes.

Il n'y a pas de dissociation et le nombre des particules du soluté présentes par unité de volume de solution est directement proportionnel à sa concentration. L'abaissement $\Delta\theta$ du point de congélation est donné par :

$$\Delta\theta = K \frac{C}{M} \qquad C/M = \text{molalité}$$

C : concentration en g pour 1000 g de solvant.

M : masse moléculaire du soluté

K : constante cryoscopique du solvant : 1,86 pour l'eau
: 5,00 pour le benzène

b) Cas d'un électrolyte

L'abaissement cryoscopique $\Delta\theta$ est augmenté par rapport à une substance non électrolyte car la dissociation fait augmenter le nombre de particules. On l'exprime en introduisant le degré de dissociation α (rapport du nombre de molécules dissociées au nombre de molécules mises en solution).

Considérons le cas de N molécules qui se dissocient chacune en p ions avec un degré de dissociation α . ($0 \leq \alpha \leq 1$)

Sur N particules αN se dissocient donc en p ions donnant ainsi αNp nouvelles particules ; le reste, soit $(1 - \alpha) N$ ne se dissocie pas.

Le nouveau nombre de particules présentes sera donc :

$$\begin{aligned} N' &= \alpha Np + (1 - \alpha) N \\ &= N (1 - \alpha + \alpha p) \end{aligned}$$

Le rapport du nombre de particules présentes au nombre de molécules introduites dans la solution sera :

$$P = \frac{N'}{N} = 1 - \alpha + \alpha p$$

$$P = 1 + \alpha(p - 1)$$

La loi de **RAOULT** s'écrit :

$$|\Delta\theta| = K \left[1 + \alpha (p - 1) \right] \frac{C}{M}$$

L'abaissement cryoscopique peut être relié à la pression osmotique d'une solution. En effet, celle-ci est proportionnelle au nombre de particules présentes dans le solvant.

L'expression de la pression osmotique donnée par la loi de **VAN'HOFF** est :

- Cas des substances non électrolytes :

$$\pi = R \cdot T \cdot \frac{C}{M}$$

π : pression osmotique

R : constante des gaz parfaits

T : température en degrés **KELVIN**

C : concentration de la solution en g/l

M : masse moléculaire du soluté. (Pour les solutions diluées la molarité est sensiblement égale à la molalité).

- Cas d'un électrolyte

$$\pi = R \cdot T \left[1 + \alpha (p - 1) \right] \frac{C}{M}$$

Dans les deux cas, la pression osmotique est donc donnée en fonction de l'abaissement cryoscopique par la relation :

$$\pi = \frac{R \cdot T}{K} \cdot |\Delta\theta|$$

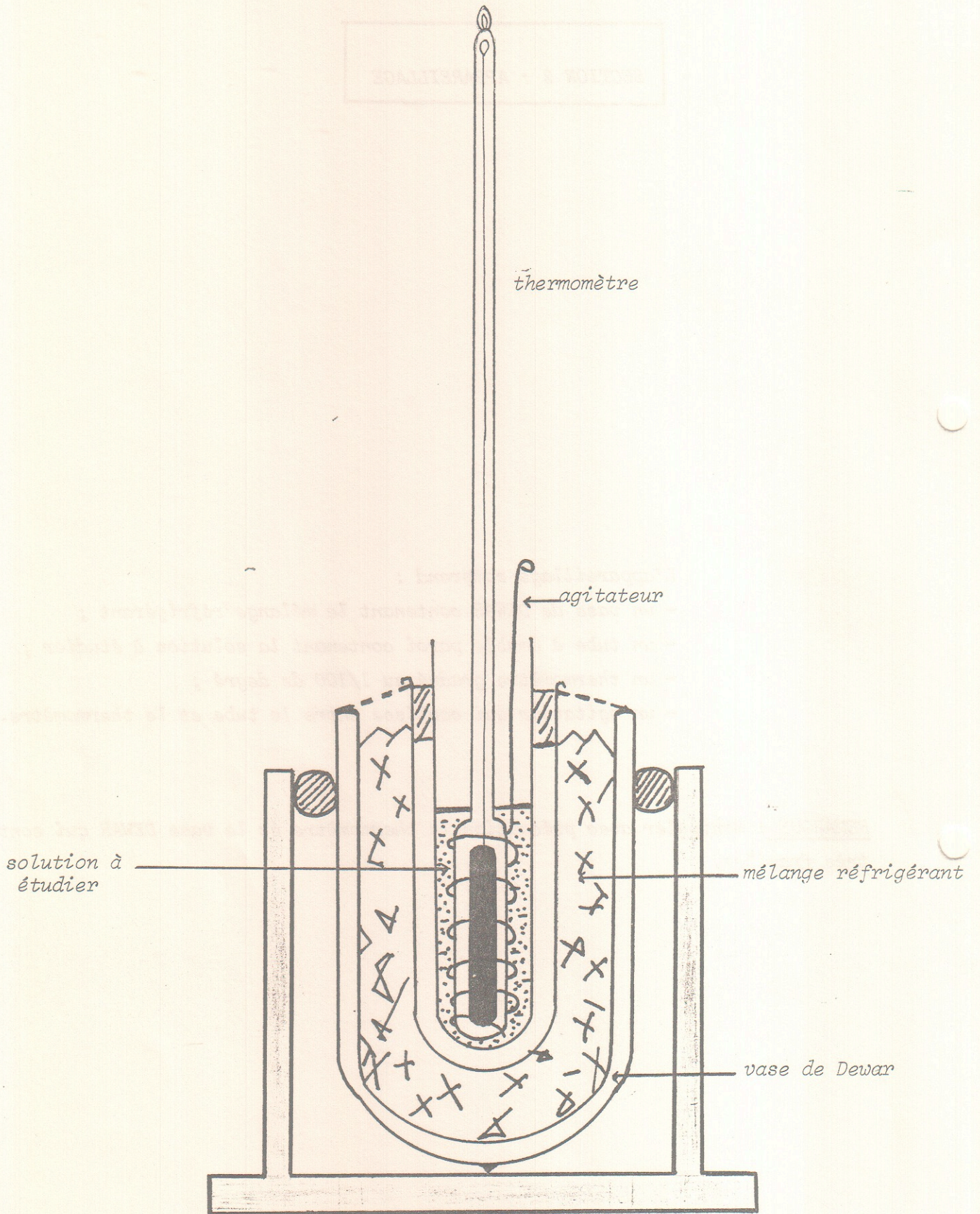
REMARQUE : La quantité $\left[1 + \alpha (p - 1) \right] \frac{C}{M}$ représente la concentration osmolaire de la solution et s'exprime en osmoles/litre.

SECTION 2 : APPAREILLAGE

L'appareillage comprend :

- un vase de DEWAR contenant le mélange réfrigérant ;
- un tube à double paroi contenant la solution à étudier ;
- un thermomètre gradué au 1/100 de degré ;
- un agitateur qui coulisse entre le tube et le thermomètre.

REMARQUE : Manipuler avec précaution le thermomètre et le vase DEWAR qui sont très fragiles.



LE CRYOMETRE

SECTION 3 : MANIPULATION

I - RECOMMANDATIONS IMPORTANTES

1°- Le mélange réfrigérant contient des quantités de sel beaucoup plus importantes que la solution à étudier. Veiller à ne pas la contaminer.

2°- Les tubes qui composent le manchon à double paroi doivent emprisonner une atmosphère sèche.

3°- Remplir complètement le DEWAR de mélange réfrigérant.

4°- Vérifier, qu'à la température ambiante, le mercure, dans la partie haute du thermomètre ne soit pas dispersé en fines gouttelettes.

5°- Pour les mesures, n'utilisez pas de volumes trop importants de solution.

6°- Jusqu'à + 1°C n'agiter la solution que toutes les 10 secondes par exemple. Par la suite, agiter sans arrêt, lentement et régulièrement.

II - MESURE DU POINT ZERO DU THERMOMETRE

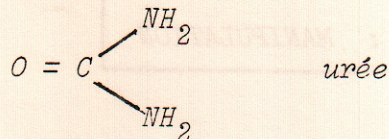
Préparer un mélange réfrigérant à - 15°C en mêlant intimement quatre parties de glace et une partie de sel marin. Placer ce mélange dans le vase de DEWAR.

Dans le tube à double paroi introduire l'eau distillée en quantité juste suffisante pour que le réservoir soit complètement immergé. Installer le tube, le thermomètre et l'agitateur dans le vase de DEWAR comme indiqué sur la figure.

Observer, en agitant continuellement l'eau distillée, l'indication du thermomètre. A partir de l'indication + 1°C, noter la température toutes les 15 secondes. Tracer la courbe des variations de température en fonction du temps. Après un phénomène de surfusion classique, on observe un palier de température. Il correspond à la formation de cristaux de glace ; la température est alors de 0°C dans le tube. Relever l'indication correspondante du thermomètre afin d'effectuer éventuellement les corrections nécessaires dans la suite de la manipulation.

III - MANIPULATION

1° - Déterminer l'abaissement cryoscopique $\Delta\theta$ d'une solution aqueuse d'urée :



En déduire sa concentration molaire. Quelle valeur de α utilisez-vous pour une solution d'urée dans l'eau ?

2° - Trouvez la valeur de la concentration osmolaire d'une solution aqueuse d'un mélange NaCl + urée.

Cette solution contient 6 g d'urée par litre ; en déduire la concentration molaire du chlorure de sodium.

3°) Déterminer la valeur du coefficient α d'un sel ou d'un acide en solution aqueuse. Le poids moléculaire et la concentration du soluté seront indiqués sur le flacon.

MANIPULATION 8

SPECTROMETRIE GAMMA

SECTION 1 : INTRODUCTION

I-CARACTERISTIQUES DES PHOTONS GAMMA (voir cours de 1ère année)

Ils proviennent du réarrangement de la structure nucléaire : c'est le phénomène de désexcitation. Il faut se rappeler le fait essentiel : leurs énergies sont parfaitement déterminées car elles correspondent à des transitions entre différents niveaux d'énergie du noyau.

Un radioisotope peut émettre un ou plusieurs photons γ d'énergie fixe. Par exemple, le ^{60}Co émet à la fois des γ de 1173 keV et de 1333 keV. Le spectre d'énergie des photons γ est un spectre de raies.

II-INTERACTION DES PHOTONS γ AVEC LA MATIERE (voir cours de 1ère année)

Les photons γ interagissent avec la matière essentiellement par effet photoélectrique, effet Compton et création de paires négaton-positon. Ce dernier n'apparaît que pour les γ d'énergie élevée, supérieure à 1022 keV.

III-SPECTROMETRIE GAMMA

La spectrométrie γ consiste en l'analyse énergétique des photons γ d'une ou plusieurs sources radioactives : c'est le comptage du nombre de γ émis par unité de temps en fonction de leur énergie. D'après ce qui a été énoncé précédemment, le graphe devrait montrer des raies, ou pics, très étroits. Ce n'est pas le cas. La largeur des pics est fortement tributaire du type de détecteur utilisé et de l'électronique.

La détection n'étant possible que dans le cadre d'une interaction photon-matière, le spectre obtenu s'en trouve relativement complexe (figure 1). Deux phénomènes dominent par leur importance :

1°- Le photon γ perd la totalité de son énergie E_γ dans le détecteur par un choc unique avec un électron des couches atomiques profondes (effet photoélectrique). On retrouve au niveau du spectre une raie caractéristique du γ . Elle prend le nom de raie ou pic d'absorption totale.

2°- Si l'on a affaire à une interaction de type Compton, les électrons libres du détecteur mis en mouvement emportent une partie de l'énergie du photon γ sous forme d'énergie cinétique:

$$E_c = \frac{E_\gamma}{1 + \frac{m_0c^2}{E_\gamma(1-\cos\theta)}}$$

où θ désigne l'angle que fait la direction du photon incident $h\nu$ avec celle du photon diffusé $h\nu'$.

L'angle θ peut prendre toutes les valeurs comprises en 0 et 180°. Il en résulte que l'énergie cinétique E_c de l'électron Compton varie d'une valeur zéro à une valeur E_{cmax} . Ceci explique la partie continue du spectre appelée "fond Compton" (figure1).

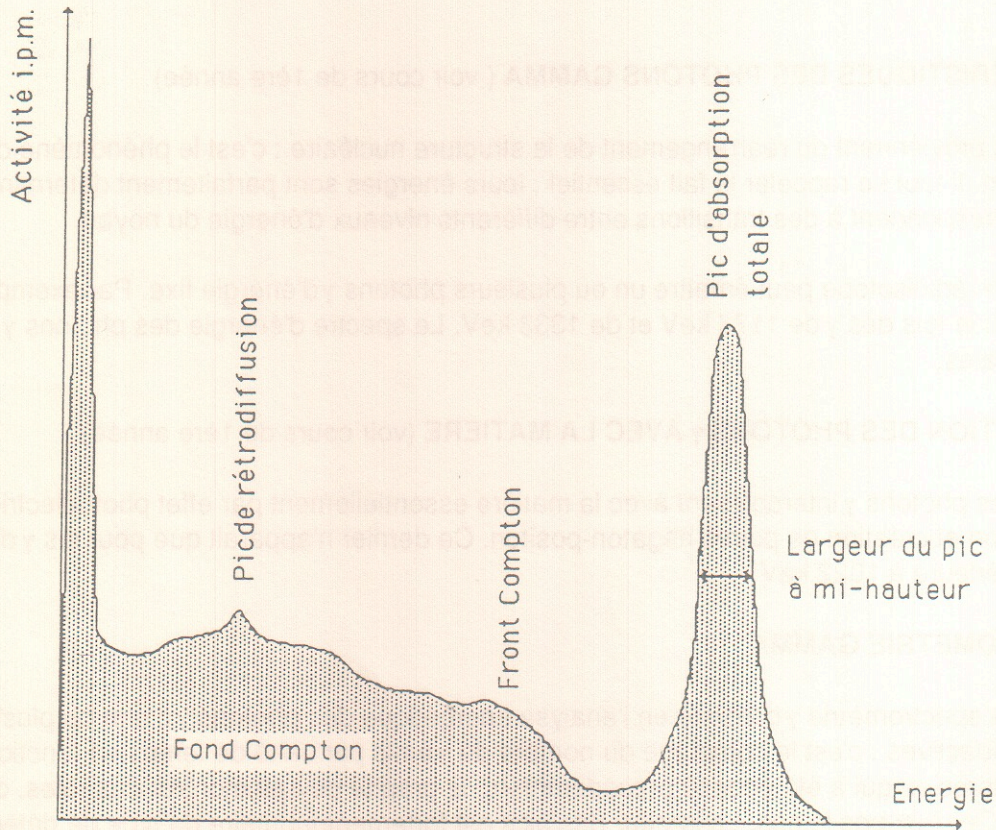


Figure 1 : Spectre γ du ^{137}Cs obtenu avec un détecteur NaI(Tl)

Lorsqu'il y a choc frontal avec le photon γ incident, l'énergie cinétique de l'électron Compton acquiert une valeur maximale E_{cmax} . Le photon diffusé $h\nu'$ repart à 180° par rapport à la direction du photon γ incident $h\nu$: on dit qu'il y a rétrodiffusion.

$$E_{cmax} = \frac{E_\gamma}{1 + \frac{m_0c^2}{2E_\gamma}}$$

Si E_γ est exprimé en MeV, et si on admet que mc^2 vaut 0,5 MeV, la relation précédente devient :

$$E_{cmax}(MeV) = \frac{4 E_\gamma^2}{1 + 4 E_\gamma}$$

Cette valeur maximale de l'énergie cinétique de l'électron, correspond au maximum du spectre Compton : c'est le front Compton. On remarquera que l'énergie du pic de rétrodiffusion est égale à $E_\gamma - E_{cmax}$.

IV-RESOLUTION

La résolution d'une chaîne de comptage représente sa capacité à séparer deux pics d'absorption totale d'énergie très proche. Elle n'est pas constante pour toutes les valeurs de l'énergie. Aussi doit-on utiliser des photons γ de référence, tels ceux du ^{60}Co ou du ^{137}Cs .

La résolution s'exprime le plus souvent de la façon suivante :

$$R = \frac{\text{Largeur du pic à mi-hauteur (keV)}}{\text{Position du pic (keV)}} \times 100$$

Plus R est petit, meilleure est la résolution. Les appareils classiques à détecteurs NaI(Tl) ont une résolution de 7 à 12 %, en prenant pour référence le pic 662 keV du ^{137}Cs .

SECTION 2 - APPAREILLAGE

I-LE DETECTEUR A SCINTILLATION NaI(Tl)

Le détecteur utilisé est un scintillateur solide, cristal d'iodure de sodium dopé au thallium NaI(Tl). Fragile et très hygroscopique, une mince couche d'aluminium assure sa protection contre les agressions extérieures et l'isole de la lumière. L'aluminium ($Z=13$), n'arrête pratiquement pas les photons γ . L'ensemble est protégé par un blindage (chateau de plomb) qui absorbe les X et les γ dus à la radioactivité ambiante et au rayonnement cosmique : on dit que le blindage diminue le mouvement propre.

Le photomultiplicateur d'électrons (PM), se situe dans le prolongement du cristal. Une photocathode assure la liaison entre ces deux éléments. PM et cristal NaI(Tl) constituent le compteur puits.

Les interactions des γ avec les électrons du cristal donnent naissance à des photons de fluorescence selon le processus simplifié suivant :

1°- Les photons γ incidents transmettent leurs énergies à des électrons du détecteur : photoélectrons, électrons Compton, électrons de matérialisation (création de paire).

2°- Dans leurs déplacements, ces électrons perdent leur énergie cinétique par chocs et excitent les atomes du cristal.

3°- La désexcitation qui s'en suit se traduit par un rayonnement de fluorescence dans le violet : c'est le phénomène de scintillation. Le nombre n de photons de scintillations est directement proportionnel à la perte d'énergie des photons γ dans le cristal.

4°- Les photons de fluorescence atteignent la photocathode du PM. Par effet photoélectrique ils arrachent des électrons qui sont instantanément accélérés par le premier étage du PM.

II-LE PHOTOMULTIPLICATEUR D'ELECTRONS (PM)

Le PM multiplie par émission secondaire le nombre d'électrons arrachés à la photocathode. Le facteur de multiplication est un coefficient constant (par exemple 10^6 pour 10 dynodes) : c'est le gain du photomultiplicateur. Il est fixé en usine, l'expérimentateur n'y a pas

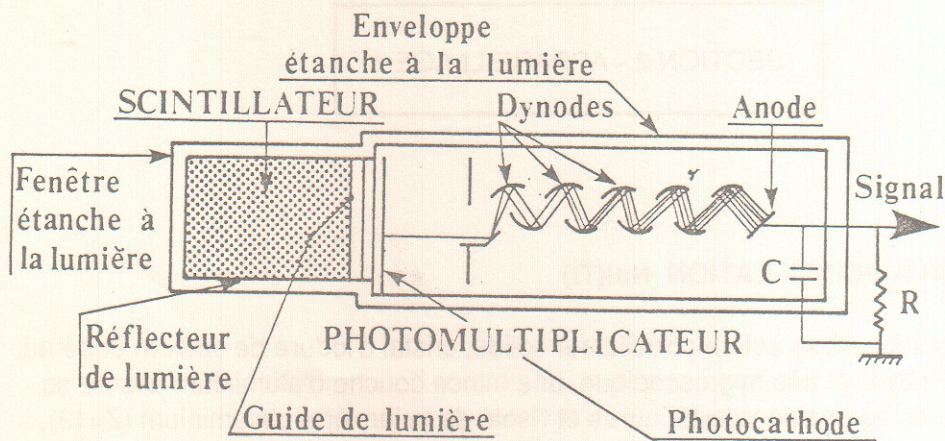


Figure 2 : Schéma de l'ensemble détecteur photomultiplicateur

accès. A la sortie du PM, le flux d'électrons est recueilli par une anode reliée à une résistance de charge. Un circuit RC permet d'obtenir une impulsion de tension proportionnelle à l'énergie perdue par le photon γ dans le cristal:

$$\Delta V = k.E\gamma$$

On retiendra d'autre part que le nombre d'impulsions par unité de temps est directement proportionnel au nombre de photons γ émis par la source radioactive pendant le même temps, et que la durée moyenne des impulsions est de l'ordre de la microseconde.

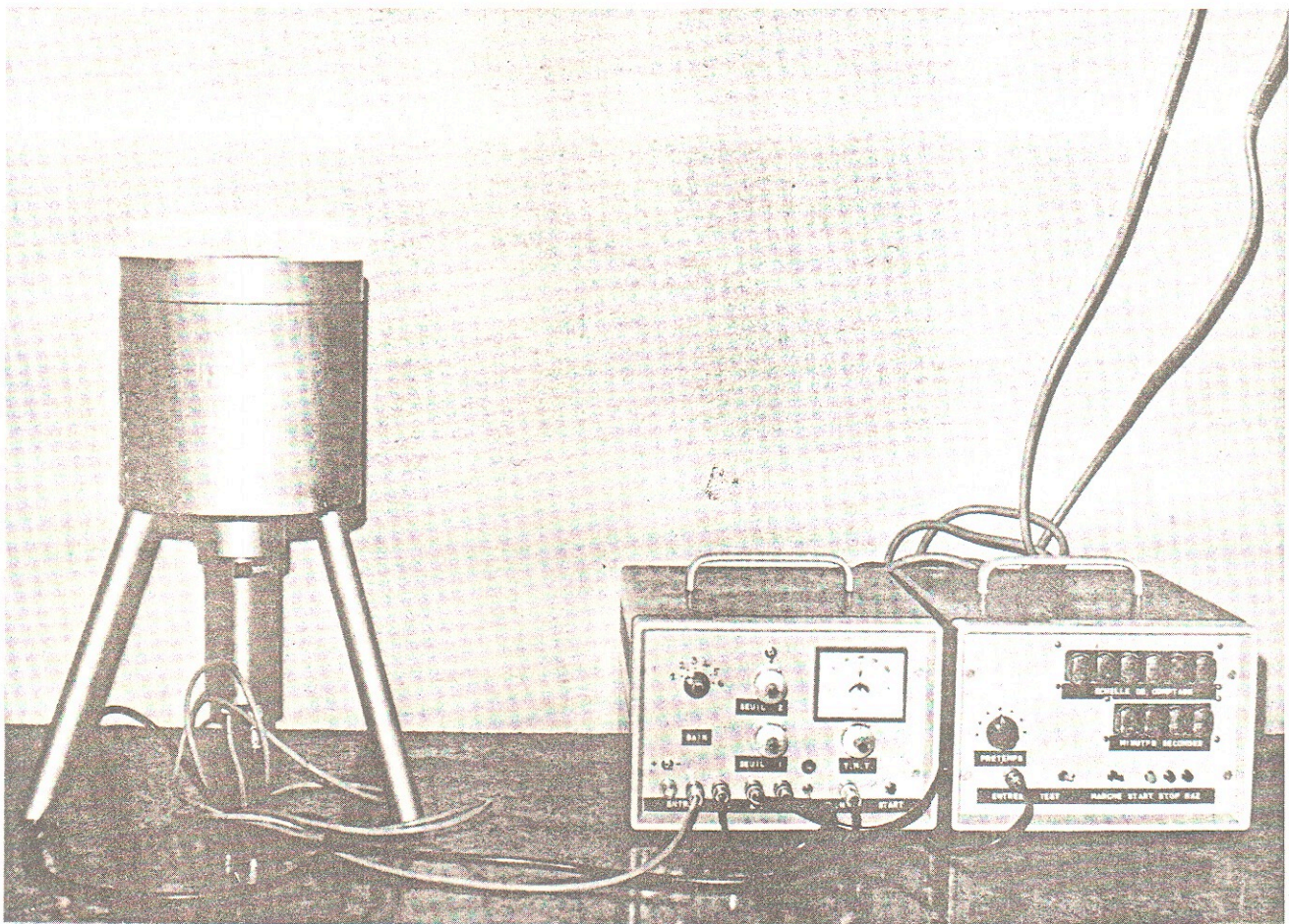
III-L'ELECTRONIQUE

Outre le PM, la chaîne de comptage comporte un certain nombre d'éléments schématisés sur la figure 3.

La **haute tension** ou T.H.T. alimente les dynodes du PM. Sa valeur, parfaitement stabilisée dans le temps, se situe entre 700 et 1200 volts selon les modèles.

Le **préamplificateur**, appelé aussi adaptateur d'impédance, rend possible le transfert sans déformation de l'impulsion.

A la sortie du préamplificateur les impulsions n'ont pas une amplitude suffisante pour être directement analysées. Le rôle de l'**amplificateur** est de multiplier leur taille par un facteur constant, directement accessible à l'analyseur : c'est le gain de l'amplificateur.



PHOTOGRAPHIE DE L'ENSEMBLE DE SPECTROMETRIE gamma.

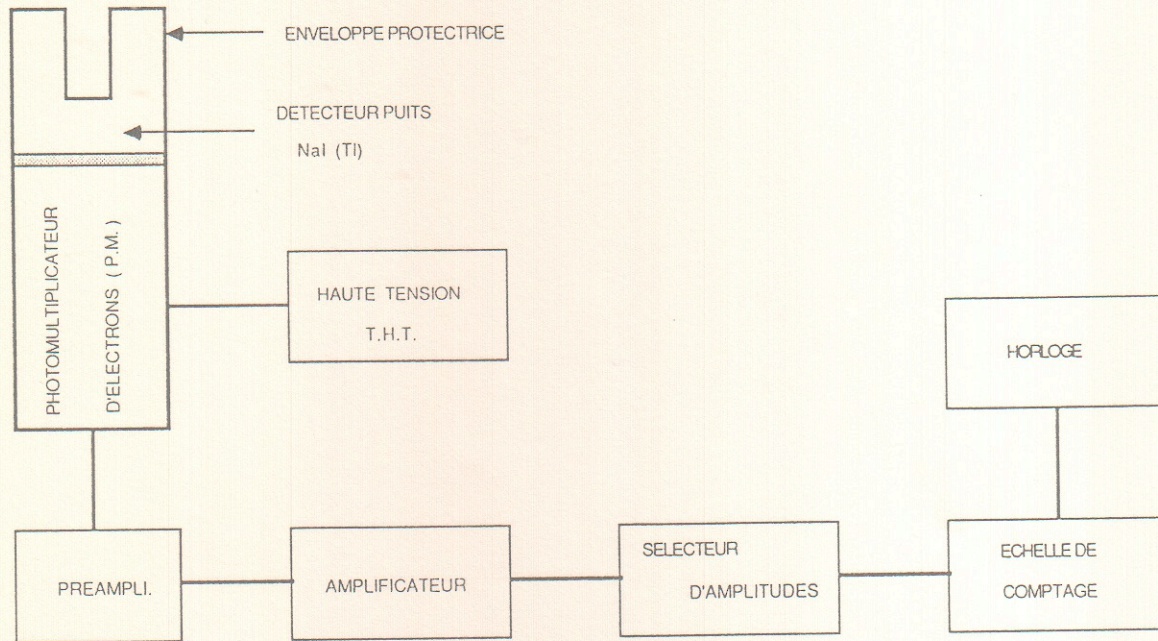


Figure 3 : Schéma de la chaîne de mesure

L'élément suivant de la chaîne de comptage est le **sélecteur d'amplitude**. Son rôle est de trier les impulsions dont les amplitudes maximales sont comprises entre deux valeurs de tension que l'on matérialise par un seuil électronique supérieur et un seuil électronique inférieur. La différence entre ces deux seuils correspond à une largeur de fenêtre ΔV (ou ΔE). En réalité le sélecteur d'amplitude comporte un seuil inférieur et une fenêtre. On les fait varier à l'aide de deux potentiomètres. Dans cette configuration il porte le nom de sélecteur ou d'analyseur monocanal (figure 4). Sur les potentiomètres utilisés on admettra que les chiffres indiqués sont en volts.

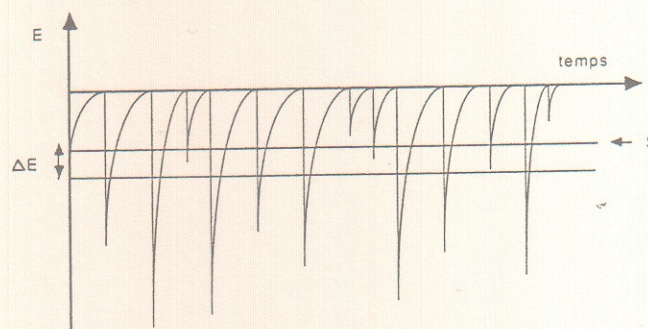


Figure 4 : Sélection des impulsions par la fenêtre ΔE et le seuil électronique

L'**échelle de comptage** ne présente aucune caractéristique spécifique (cf activation par les neutrons). Elle dénombre les impulsions que laisse passer le sélecteur d'amplitude. Pour un seuil S_1 , une fenêtre ΔV_1 et pendant un temps Δt_1 , l'échelle de comptage recueille N_1 impulsions dont le nombre est directement proportionnel à celui des photons γ d'énergie $E_{\gamma 1}$ ou mieux $\Delta E_{\gamma 1}$. En faisant varier S de zéro à 10 volts, et en répétant les comptages dans des conditions identiques de largeur de fenêtre et de temps, on établit le spectre énergétique γ du ou des radioisotopes constitutifs de la source radioactive.

L'**horloge** apporte la dimension temps indispensable aux comptages

SECTION 3 - MANIPULATION

I- MISE EN MARCHÉ DU SPECTROMÈTRE GAMMA

Les chaînes de mesure mises à votre disposition étant différentes, vous trouverez à chacun des postes de travail une fiche technique propre à votre appareillage.

En règle générale, le spectromètre sera déjà sous tension quand vous arriverez en salle de TP.

Ne jamais couper l'alimentation avant la fin de la séance.

Vous n'aurez qu'à vérifier la valeur de la haute tension et celle du gain de l'amplificateur. En cas d'anomalies, prévenir un enseignant.

II-SPECTRE γ DU CESIUM 137

Le ^{137}Cs est un radioisotope artificiel β^- , γ de 30 ans de période; $E_{\beta^- \text{max}} = 514 \text{ keV}$ et $E_{\gamma} = 662 \text{ keV}$.

Introduire le flacon noté "SPECTRE ^{137}Cs " dans le détecteur puits.

Régler le seuil inférieur et la fenêtre de l'analyseur monocanal selon les indications de la fiche technique.

Explorer la totalité des impulsions délivrées par l'analyseur, de 0,20 en 0,20 volt jusqu'à 10 volts. Faire des comptages de 30 secondes (1 minute au niveau du pic d'absorption totale). Si l'activité ne dépasse plus 100 ipm, vous pouvez arrêter les mesures.

Traçer le spectre γ de la source radioactive, c'est à dire le graphe de l'activité en fonction du temps:

$$A(\text{ipm}) = f(\text{tension seuil})$$

Identifier le pic d'absorption totale.

Calculer la résolution sur le pic à 662 keV. Donner le résultat en % et conclure.

III-DOSAGE DU CHLORURE DE CESIUM

Les solutions de chlorure de césium proposées contiennent essentiellement des molécules de CsCl stables et quelques molécules marquées par des atomes radioactifs de ^{137}Cs . Les tubes étalons et inconnu ont une radioactivité proportionnelle à la quantité de chlorure de césium contenue. Après étalonnage la mesure de l'activité ^{137}Cs donne accès à la quantité de CsCl.

Régler la fenêtre ΔV du spectromètre de façon à encadrer le pic à 662 keV du ^{137}Cs .
Compter le mouvement propre. On choisira un temps de comptage tel que l'incertitude relative soit au maximum égale à 5%.

On rappelle que l'incertitude absolue sur un comptage de N impulsions est égale à \sqrt{N} .

Compter ensuite les tubes étalons, puis l'échantillon inconnu. On choisira des temps de comptage tels que l'incertitude relative soit au maximum égale à 1%.

Tracer la courbe étalon :

$$A(\text{ipm}) = f(\text{quantité de CsCl})$$

En déduire la quantité de chlorure de césium dans l'échantillon inconnu. Evaluer l'incertitude sur le résultat.

MANIPULATION 9

ACTIVATION PAR LES NEUTRONS

SECTION 1 : PRINCIPE

Lorsqu'on irradie les noyaux d'un élément stable X par des neutrons thermiques, un certain nombre de ces noyaux captent un neutron selon la réaction :



Les noyaux de l'isotope X' sont instables et se désintègrent selon la réaction :



Si on arrête l'irradiation au bout du temps t_i , l'activité A_i de la cible dépend :

- du nombre n de noyaux de l'élément X
- du flux de neutrons incidents Φ
- de la section efficace σ de réaction (probabilité pour qu'une particule incidente donne lieu à la réaction)
- de la constante radioactive λ de l'élément formé X'
- du temps d'irradiation t_i

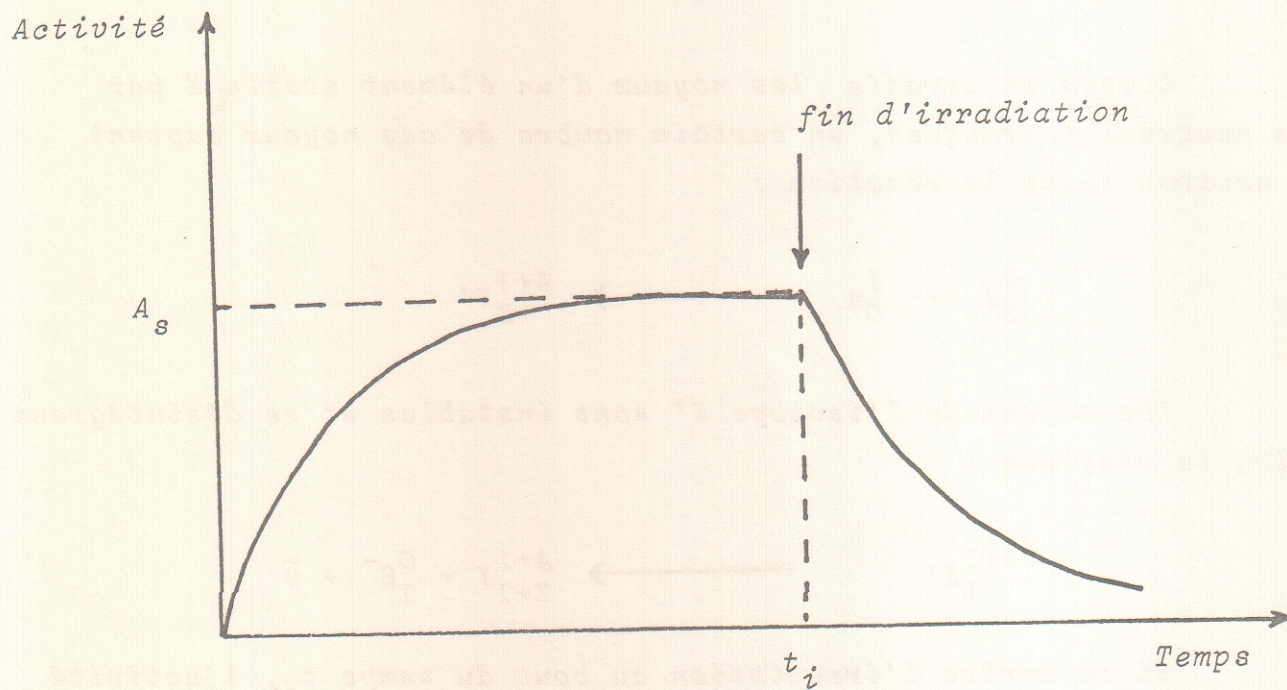
$$A_i = n \cdot \sigma \cdot \Phi (1 - e^{-\lambda t_i})$$

L'activité de la source tend vers une valeur limite dite activité à saturation :

$$A_s = n \cdot \sigma \cdot \Phi$$

Lorsqu'on arrête l'irradiation, l'activité de la source décroît selon la loi de désintégration classique :

$$A_t = A_i \cdot e^{-\lambda t}$$

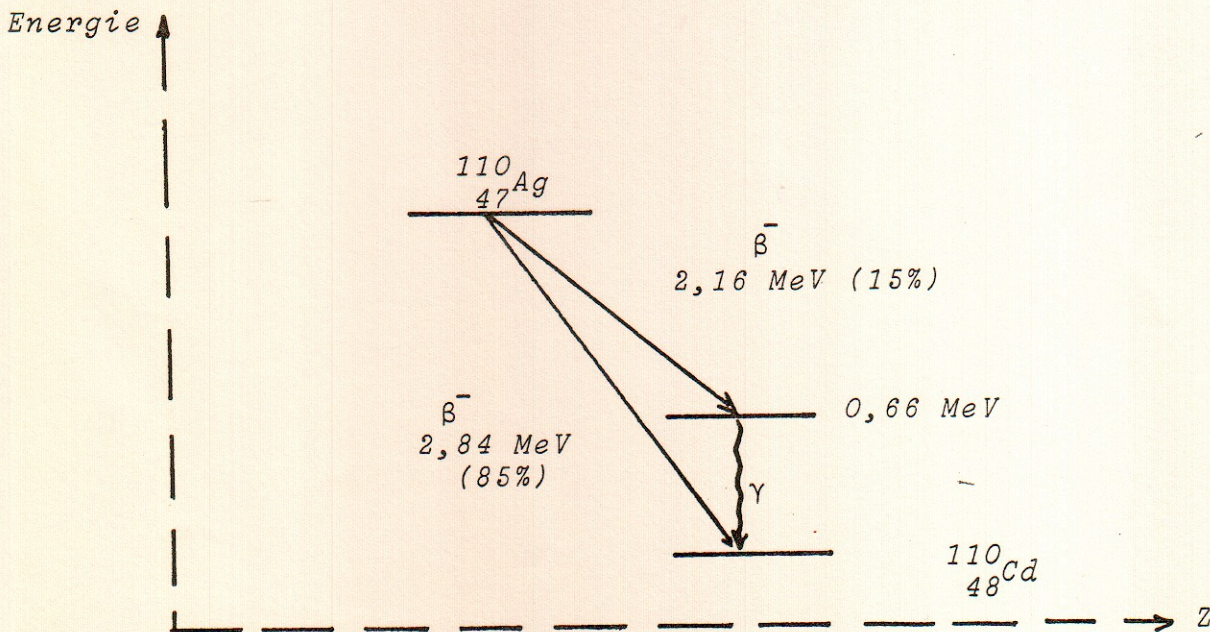
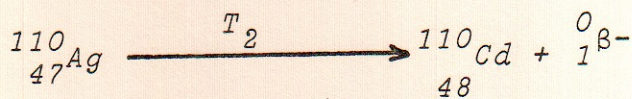
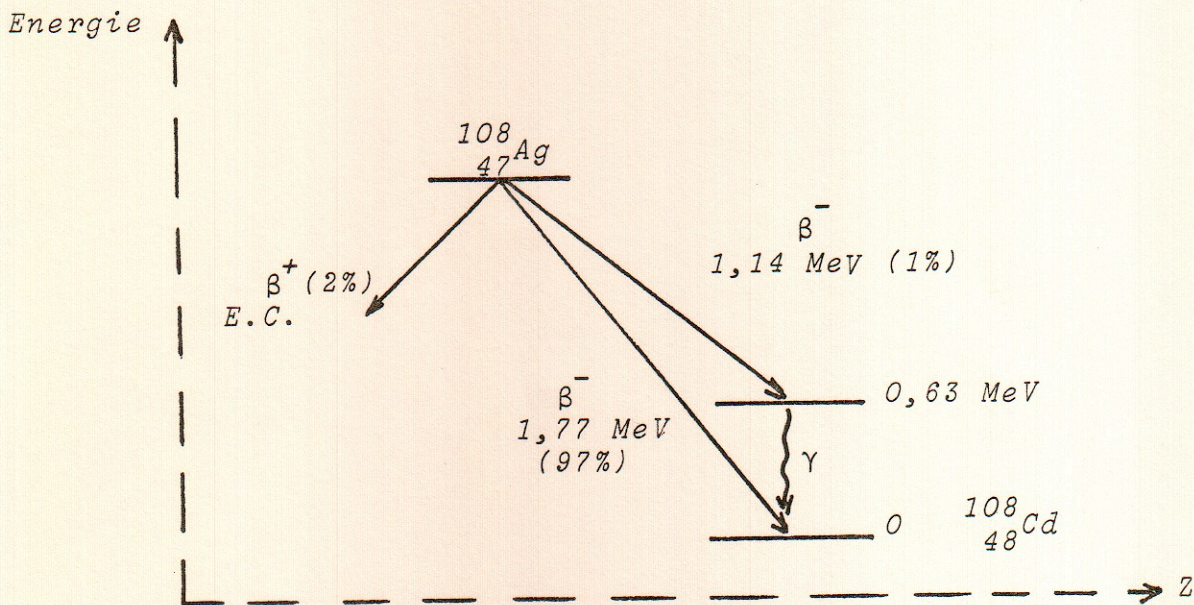
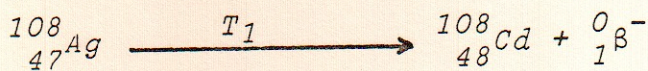


L'argent naturel est composé de deux isotopes stables, l'argent 107 au taux de 52 % et l'argent 109 au taux de 48 %.

Bombardés par des neutrons lents, ces deux isotopes conduisent à deux isotopes radioactifs, l'argent 108 et l'argent 110 selon les réactions :



L'argent 108 et l'argent 110 se désintègrent par émission β^- . On utilisera pour leur détection un compteur Geiger - Muller.



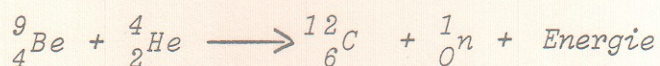
SECTION 2 : APPAREILLAGE

I - LE GENERATEUR DE NEUTRONS (figure 1)

On peut produire artificiellement des neutrons par l'intermédiaire d'une réaction nucléaire.

Le générateur utilisé aux travaux pratiques est une source américium - béryllium.

L'américium est un émetteur α ($T = 458$ ans). La réaction des α émis sur le béryllium est du type :



Le spectre des neutrons obtenus est continu de 0 à 13 MeV avec un maximum d'intensité autour de 5 MeV.

Pour l'activation, les neutrons utilisés sont des neutrons thermiques, c'est à dire des neutrons possédant une faible énergie cinétique. Il convient donc de ralentir les neutrons émis par le béryllium. Pour cela, on leur fait traverser un élément qui possède un fort coefficient de probabilité de diffusion élastique et un faible coefficient de probabilité de réaction nucléaire. La perte d'énergie par choc est d'autant plus grande que la masse du noyau choqué est plus faible. On utilisera l'eau aux travaux pratiques (on pourrait utiliser la paraffine, le polyéthylène, etc ...).

La source américium - béryllium est placée au centre d'une cuve en plexiglass (50 cm de diamètre et 50 cm de hauteur) remplie d'eau. On dispose de six porte-échantillons mobiles situés à hauteur de la source et à 7 cm de celle-ci.

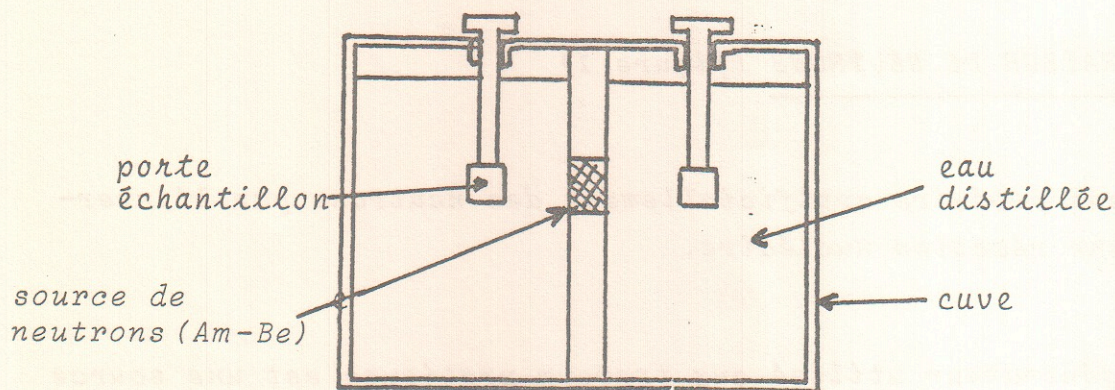


Figure 1 : Le générateur de neutrons

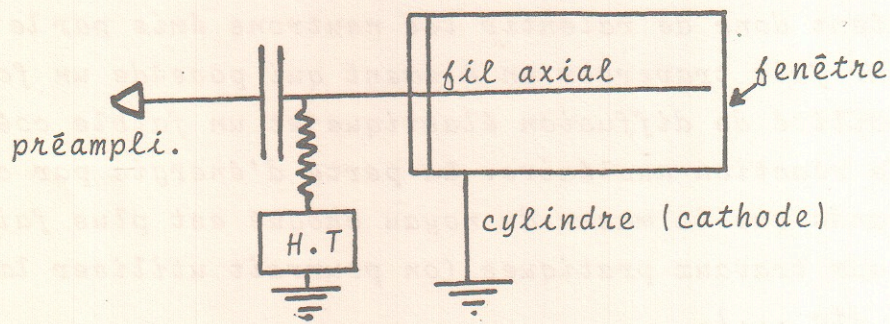


Figure 2 : Le compteur GEIGER - MULLER

II - LE DISPOSITIF DE COMPTAGE

Le détecteur utilisé est adapté à la détection des rayonnements β^- . Il se compose d'une chambre type Geiger - Muller, de son alimentation et d'une échelle de comptage.

1 - LE COMPTEUR GEIGER - MULLER

Le compteur Geiger - Muller utilise l'action ionisante des particules émises par les radioisotopes.

a) Description

Le compteur Geiger - Muller est une enceinte hermétiquement close, remplie d'un mélange gazeux à faible pression (100 mm de mercure). Il est constitué d'un fil axial conducteur, isolé électriquement de la coque cylindrique également conductrice.

Le cylindre (cathode) est au potentiel zéro (terre) ; le fil axial (anode) est porté à un potentiel élevé. Les radiations ionisantes pénètrent dans le compteur par la fenêtre constituée d'une paroi très mince en mica, verre, ou aluminium.

b) Principe du fonctionnement

Lorsqu'un rayonnement ionisant pénètre dans le compteur, il ionise les atomes et les molécules du gaz de remplissage et forme ainsi sur son parcours des paires d'ions (électrons + ions positifs). C'est l'ionisation primaire.

Les électrons primaires sont accélérés sous l'effet du champ électrique, et se précipitent vers l'anode en créant à leur tour sur leur passage de nombreuses ionisations secondaires, tertiaires, etc ... Il se forme ainsi en un temps très court (10^{-8} s) une "avalanche" électronique qui atteint l'anode et y provoque une chute de tension brutale ou impulsion. C'est cette impulsion que l'on amplifie et que l'on enregistre.

c) Caractéristiques d'utilisation

Le taux de comptage du dispositif de détection varie en fonction de la différence de potentiel appliquée entre l'anode et la cathode (figure 3).

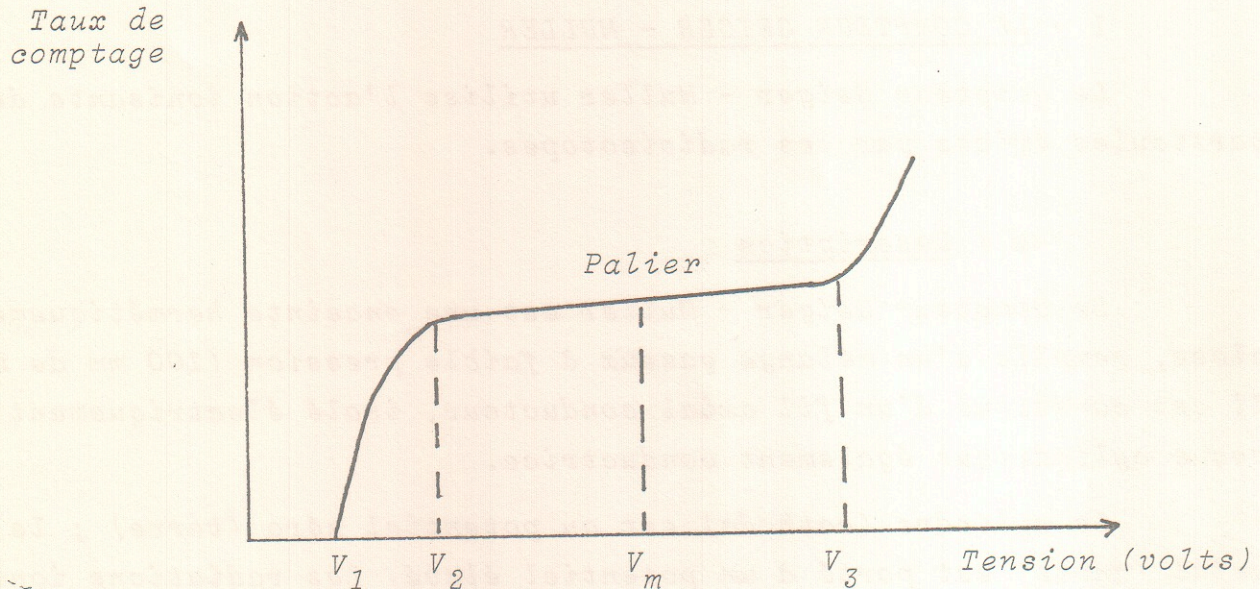


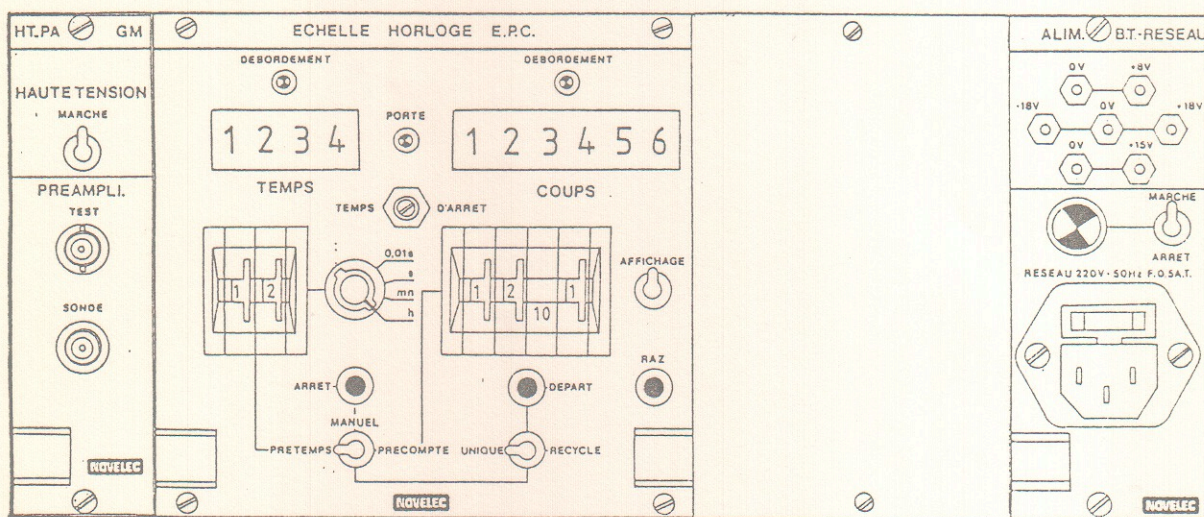
Figure 3 : Variation du taux de comptage en fonction de la tension appliquée

- V_1 est la tension seuil au dessous de laquelle le compteur n'enregistre aucune impulsion ;
- V_2 marque le début du palier. A partir de V_2 , le nombre d'impulsions enregistrées augmente peu en fonction de l'augmentation de tension ;
- Au dessus de V_3 , fin du palier, la tension devient trop forte et la décharge entre l'anode et la cathode tend à devenir continue.

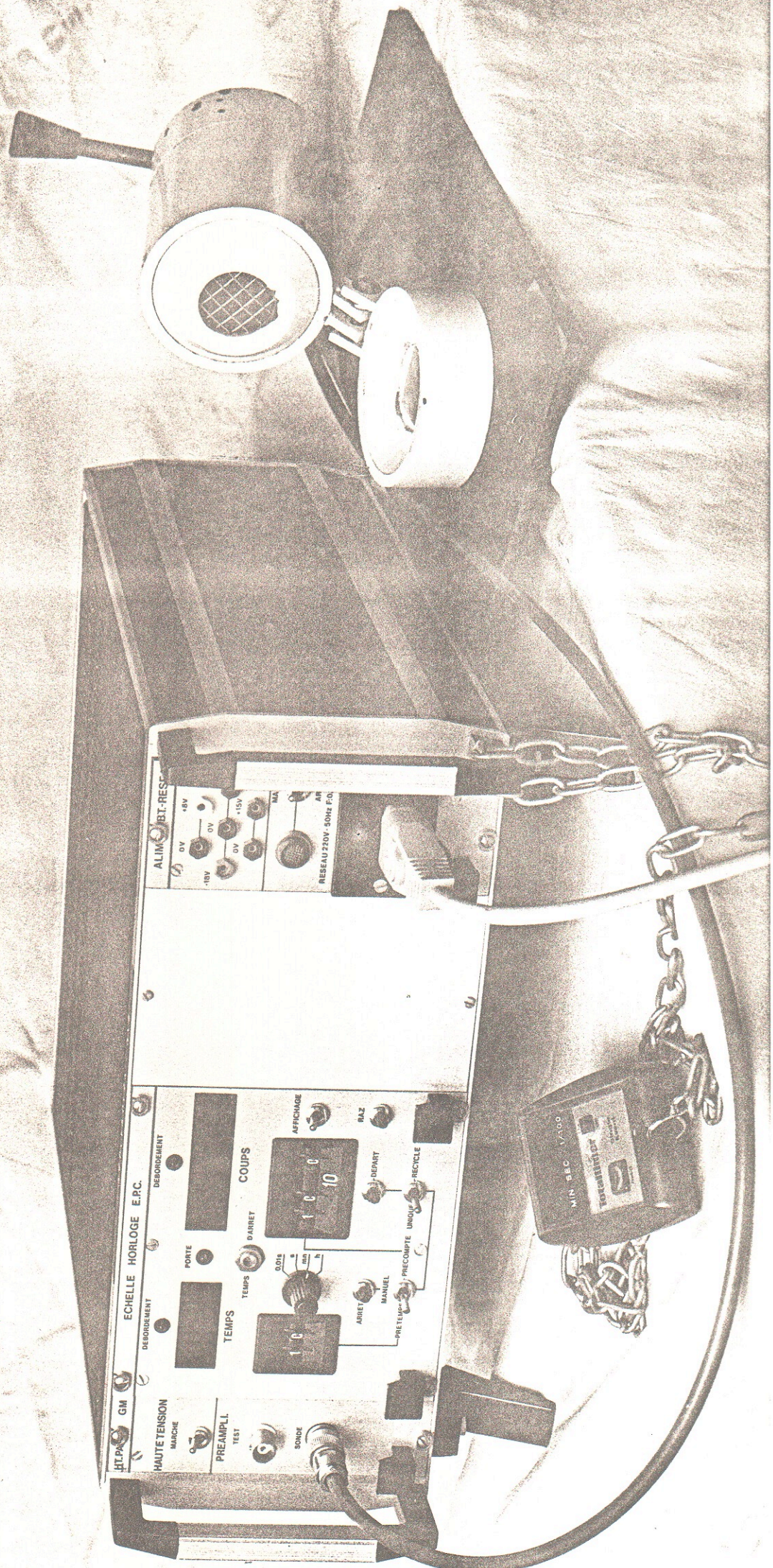
Dans un bon détecteur la pente est faible et une petite variation de tension n'entraîne pas de variation importante du taux de comptage. V_m , milieu du palier, est la tension d'utilisation du compteur.

2 - L'ENSEMBLE DE COMPTAGE

Il permet de compter soit les impulsions fournies par le détecteur G.M. pendant un temps donné soit le temps écoulé pour atteindre un nombre d'impulsions défini au préalable. Il se compose de :



- Alimentation (ALIM B.T. RESEAU)
module droit connecté au réseau (220 V, 50 Hz) par embase CEI avec interrupteur (arrêt-marche).
- Alimentation haute tension (HT - PA, GM)
module gauche avec :
 - . un interrupteur marche-arrêt haute tension (Vm)
 - . une embase (type TNC) pour branchement du compteur G.M. (sonde)
- Echelle horloge (E.P.C.)
module central avec :
 - . un affichage de temps et d'impulsions (coups)
 - . un commutateur permettant de travailler en prétemps ou en précompte
 - . l'affichage du temps de comptage ou du nombre d'impulsions sur deux roues codeuses
 - . les commutateurs arrêt, départ et remise au zéro des compteurs (RAZ)
 - . une sélection du mode de fonctionnement unique ou recyclé (à la fin de la mesure le résultat s'affiche pendant 1 à 5 secondes et une nouvelle mesure reprend).



HPA GM

HAUTE TENSION

MARCHE

PREAMPLI. TEST

SONDE

ECHELLE HORLOGE E.P.C.

DEBOURNEMENT

PORTE

TEMPS

D'ARRÊT

COUPS

AFFICHAGE

BAZ

IDENTITY

RECYCLE

PRECOMPTÉ

UNIQUE

RECYCLE

ALIM. BT-RES.

0V

48V

0V

0V

15V

1mA

RESEAU 220V - 50Hz F.C.

MIN. SEC. 1/1000
REPERCUSSIONS

SECTION 3 : MANIPULATION

La manipulation consiste à déterminer les périodes radioactives des isotopes 108 et 110 de l'argent.

Pour cela :

- Retirer très rapidement le porte échantillon du générateur de neutrons et placer la plaque activée sous la fenêtre du compteur G.M.
- Commencer des comptages sur 10 secondes, espacés de 5 secondes (le temps séparant deux comptages consécutifs est à vérifier impérativement), pendant 10 minutes.
- 10 minutes après la dernière mesure, déterminer le mouvement propre de l'installation par un comptage de 10 minutes (la plaque irradiée restant en place).

1 - ETABLIR UN TABLEAU DE RESULTATS

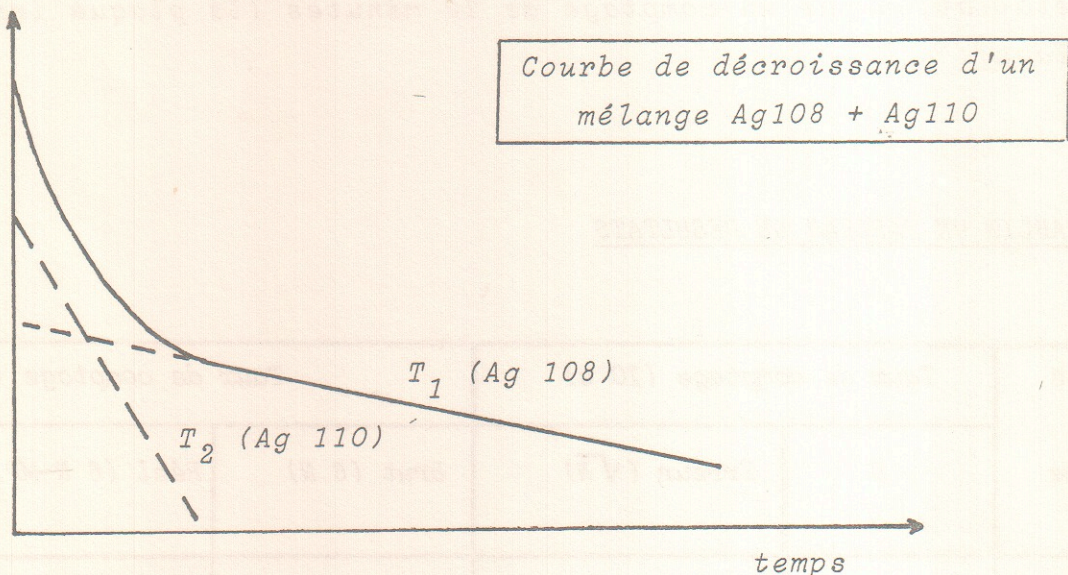
Temps de mesure	Taux de comptage (10 s)		Taux de comptage (i.p.m.)		
	N	Erreur (\sqrt{N})	Brut (6 N)	Réel (6 N-MP)	Erreur ($6\sqrt{N}$)

Pour cela :

- Affecter à chaque taux de comptage, comme temps de mesure, le temps correspondant au milieu du temps de chaque comptage pris à partir de t_0 (temps du début de comptage).
- Calculer, sur chaque taux de comptage, l'erreur statistique de comptage
- Ramener les taux de comptage en impulsions par minute (i.p.m)
- Soustraire le bruit de fond (MP) de chaque taux de comptage brut
- Exprimer l'erreur sur le taux de comptage réel, exprimé en ipm.

2 - TRACER LA COURBE DE VARIATION DE L'ACTIVITE MESUREE EN FONCTION DU TEMPS, en portant sur papier semi-logarithmique les taux de comptage à partir de t_0 Faire apparaître l'erreur sur chaque point.

log. Activité



3 - DEDUIRE GRAPHIQUEMENT LES PERIODES T_1 pour Ag 108 et T_2 pour Ag 110, en décomposant la courbe en deux droites. La droite correspondant à la décroissance de l'argent 108 s'obtient en prolongeant jusqu'à $t = 0$ la partie terminale de la courbe. Pour obtenir la droite

de décroissance de l'argent 110, il faut soustraire point par point la droite de décroissance de l'argent 108 de la courbe représentant l'activité totale.

7

MANIPULATION 10

DIALYSE ET VERRES D'OPTIQUE

PREMIERE PARTIE : D I A L Y S E

SECTION 1 : PRINCIPE

La dialyse correspond à la diffusion de molécules à travers une membrane perméable. Elle suit la loi de Fick :

Soient deux compartiments séparés par une membrane perméable ; le premier contient une solution de concentration C_0 , le second uniquement le solvant qui est constamment renouvelé. Le soluté diffuse à travers la membrane avec une vitesse :

$$\frac{dC}{dt} = -k.C$$

En intégrant cette expression, on obtient la variation de concentration en fonction du temps dans le premier compartiment :

$$C = C_0 \cdot e^{-kt}$$

k est la constante de disparition du soluté. Elle dépend de la nature du soluté et de la membrane perméable.

On définit la période (T) de disparition du soluté comme le temps nécessaire pour que sa concentration dans le premier compartiment diminue de moitié.

La clairance (Cr) est le volume de solution complètement épuré par unité de temps :

$$\Delta C = -k.C. \Delta t = \frac{\Delta M}{V}$$

$$\frac{\Delta M}{C} = -k.V.\Delta t$$

$$Cr = k.V$$

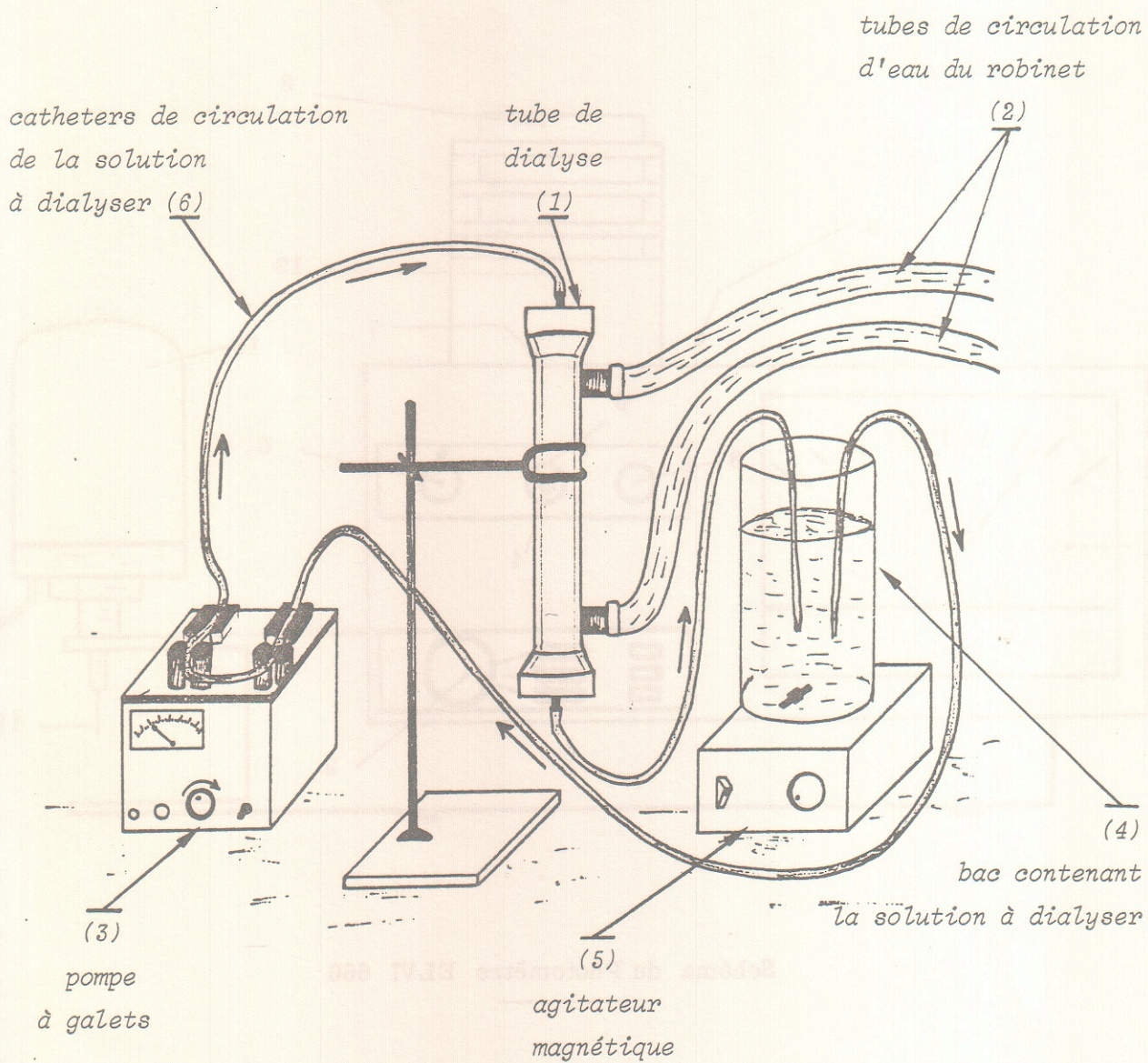
avec M : Masse du soluté

V : Volume total de la solution

L'exposition extra-rénale est une application directe de la dialyse. La manipulation effectuée représente un schéma simplifié d'épuration ; 2 litres d'une solution de NaCl et de KCl sont dialysés contre de l'eau courante. L'élimination du NaCl et du KCl est suivie par le dosage du Sodium et du Potassium en photométrie de flamme.

SECTION 2 : APPAREILLAGE

a) Rein Artificiel



SCHEMA DU REIN ARTIFICIEL

b) Photomètre de flamme ELVI 600

- *Selecteur optique et phototubes (2) et (7)*
- *galvanomètre (1)*
- *flamme et chambre de combustion (9) et (12)*
- *gicleur atomiseur (10) et (11)*

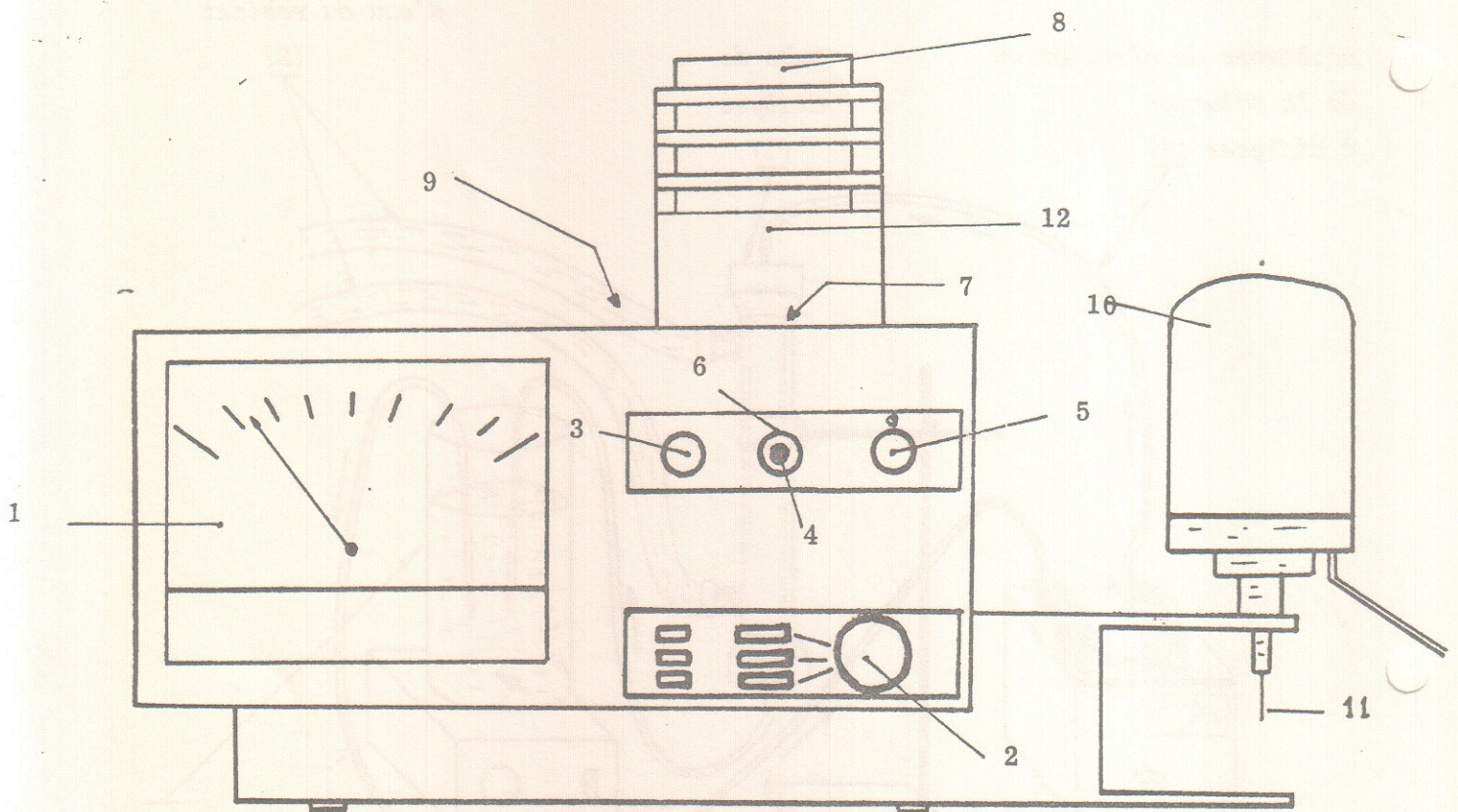
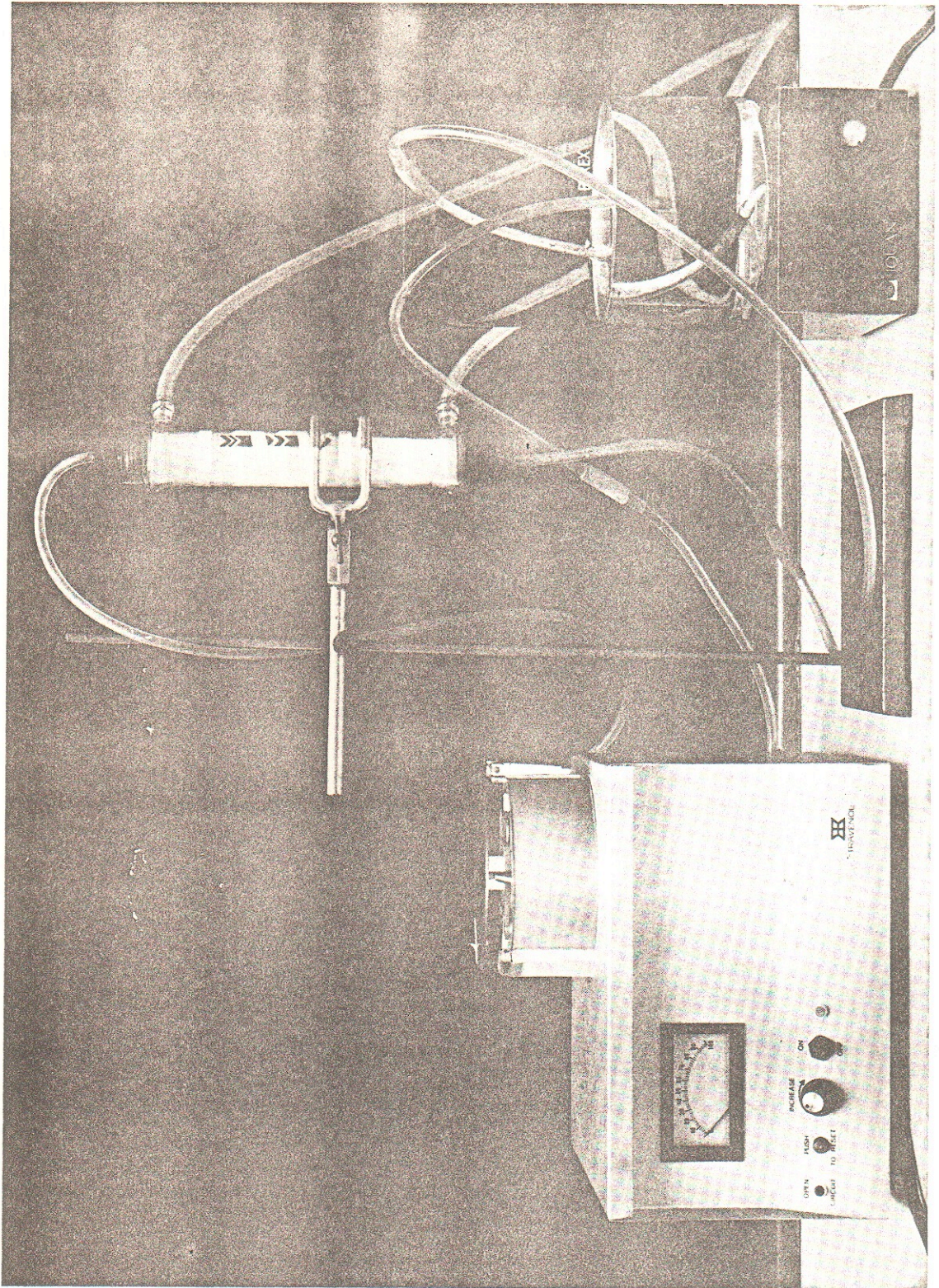


Schéma du Photomètre ELVI 660



SECTION 3 : MANIPULATION

A - DIALYSE

- Peser 4 g de KCl et 18 g de NaCl et les dissoudre dans 2 litres d'eau déminéralisée (ballon jaugé).
- Placer cette solution dans le bac (4) et agiter (5).
- Ouvrir le robinet d'eau courante (2).
- Placer les cathéters de circulation de la solution à dialyser (6) dans le bac (4).
- Mettre en marche la pompe à galets (3) en vitesse constante (aiguille sur graduation 20).
- Lorsque le liquide à dialyser a rempli le circuit, faire un prélèvement de 1 ml et déclencher le chronomètre.
- Effectuer des prélèvements de 1 ml toutes les 5 minutes pendant 45 minutes.

B - DOSAGES DE SODIUM ET DE POTASSIUM

- Mettre en marche le photomètre grâce à l'interrupteur général (5) ;
- Enlever la cheminée de verre (8), ouvrir le fenêtre latérale (9), présenter une allumette au dessus du brûleur et ouvrir le robinet général de la bouteille de butane ;
- Remettre la cheminée, et régler la flamme à l'aide du réducteur ;
- Aspirer par l'aiguille métallique (11) de l'eau déminéralisée ;
- Amener le galvanomètre (1) au zéro à l'aide du bouton (3) ;
- Aspirer la solution la plus concentrée et amener le galvanomètre sur une position proche de la graduation 90 à l'aide du bouton (4).

N.B. : . Les prélèvements seront dilués au 1/100 avant passage au photomètre (prélever 1 ml dans un ballon jaugé de 100 ml et compléter avec de l'eau déminéralisée).

. On supposera la réponse du photomètre de flamme linéaire en fonction de la concentration.

SECTION 2. MANIPULATION

C - COMPTE RENDU

- Tracer le diagramme : logarithme des graduations du photomètre en fonction du temps
- Déduire les périodes (T et T') du sodium et du potassium en secondes
- Calculer les constantes de disparition (k et k') des solutés, et les clairances correspondantes en $l.s^{-1}$ et $ml.mm^{-1}$.

DEUXIEME PARTIE
VERRES D'OPTIQUE

SECTION I : RAPPELS SUR LES VERRES D'OPTIQUE

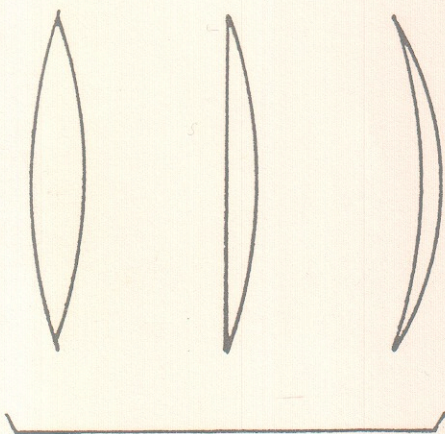
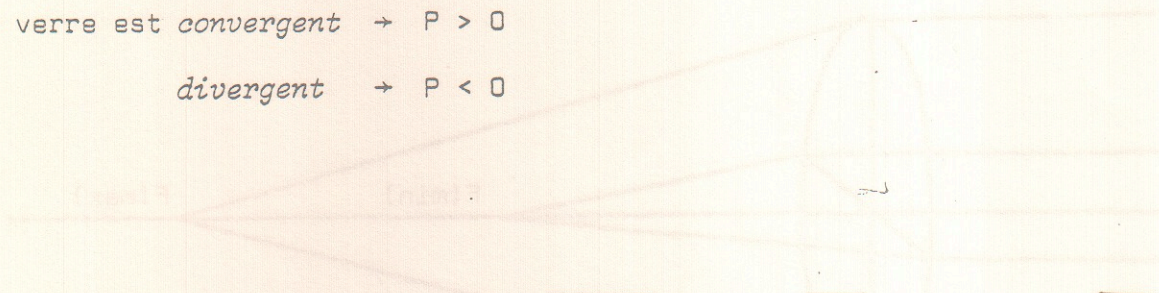
1 - VERRES SPHERIQUES

Leurs deux faces constituent deux dioptries sphériques. Ils possèdent une symétrie de révolution autour d'un axe appelé *axe optique*. Cet axe joint les centres des deux dioptries. En raison de cette symétrie, l'image formée par un verre sphérique reste inchangée lors d'une rotation du verre autour de son axe.

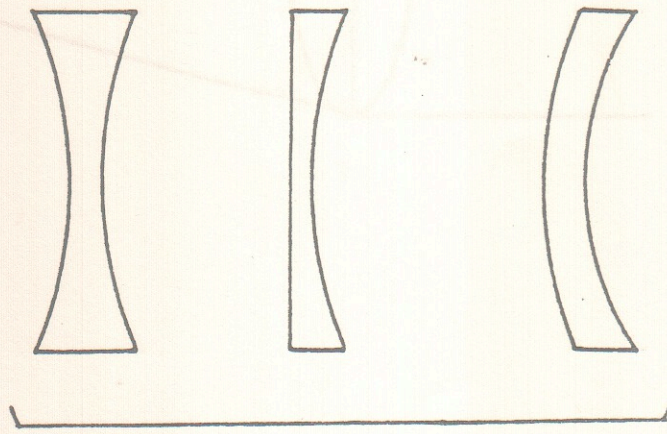
Ils sont, d'autre part, caractérisés par leur distance focale image f' (c'est-à-dire la distance à laquelle se forme l'image donnée par la lentille d'un point situé à l'infini). On utilise plus souvent *la puissance du verre*, soit $P = \frac{1}{f'}$. Si f' est exprimée en mètres, P s'exprime en dioptries.

Si le verre est *convergent* $\rightarrow P > 0$

divergent $\rightarrow P < 0$



lentilles convergentes



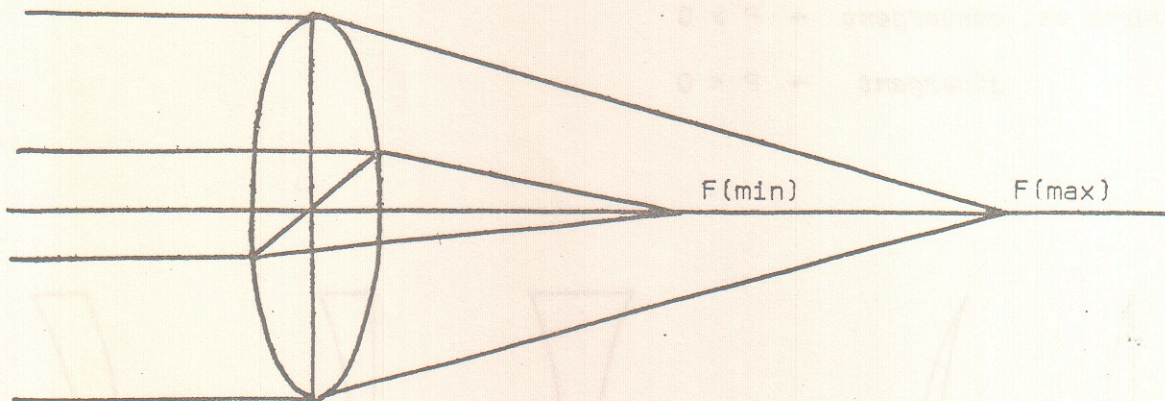
lentilles divergentes

2 - VERRES SPHEROCYLINDRIQUES

Les deux faces les constituant ne sont pas des dioptries sphériques. Ils ne possèdent donc pas de symétrie de révolution, et leur distance focale ne se définit plus aussi simplement que pour les verres sphériques.

Il existe un plan coupant la lentille, suivant lequel la puissance est maxima. Les rayons parallèles situés dans ce plan convergent vers la distance focale minima $f_{(min)}$.

Un deuxième plan, perpendiculaire au premier, définit la puissance minima de la lentille. Les rayons parallèles situés dans ce plan convergent vers la deuxième distance focale $f_{(max)}$.



SECTION II : MANIPULATION

RECONNAISSANCE DES VERRES D'OPTIQUE

Par reconnaître un verre d'optique, on entend trois choses:

- déterminer sa nature, c'est-à-dire déterminer s'il est sphérique ou sphéro-cylindrique;
- déterminer le centre optique pour un verre sphérique, déterminer les axes principaux s'il s'agit d'un verre sphéro-cylindrique;
- déterminer la puissance ou les puissances du verre.

I - VERRES SPHERIQUES

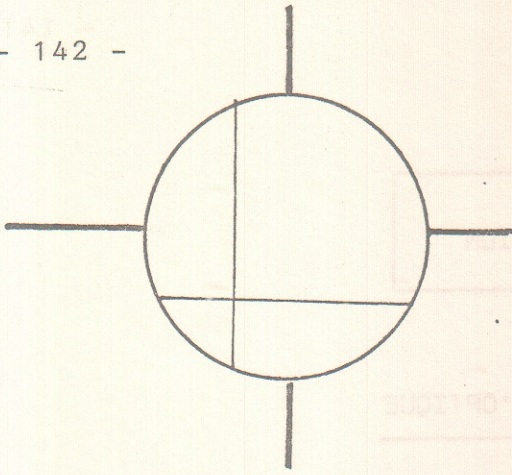
a) Détermination de sa nature

Si le verre est sphérique, en raison de sa symétrie de révolution, le dessin d'un quadrillage par exemple n'est pas déformé par une rotation du verre dans son plan.

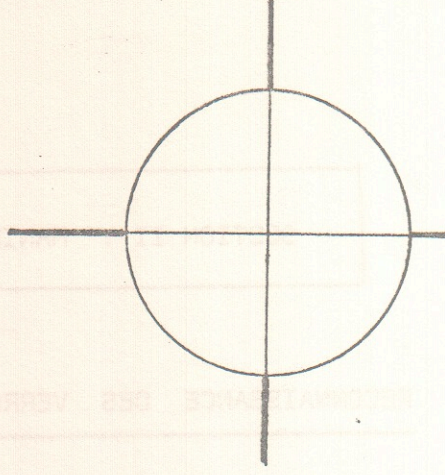
b) Détermination du centre optique

Un rayon passant par le centre optique n'est pas dévié. Tracer une croix sur une feuille de papier. Chercher la position du verre pour laquelle il y a coïncidence trait pour trait entre cet objet et l'image donnée par la lentille.

Le centre de la croix image constitue alors le centre optique.



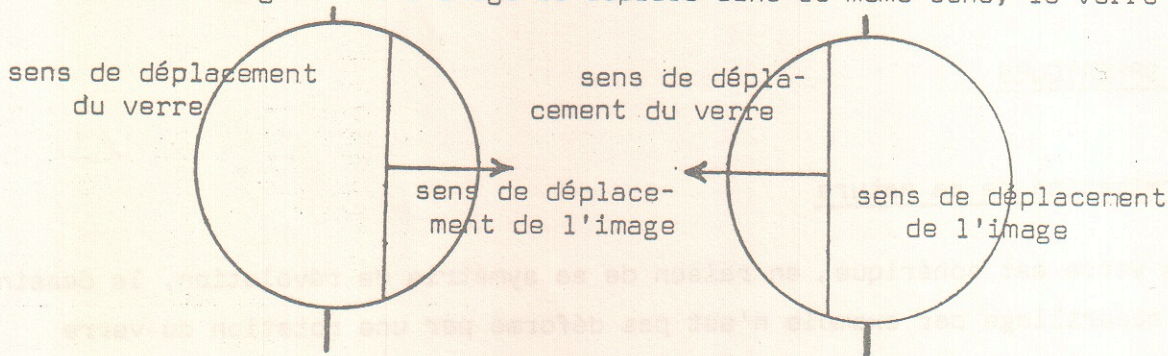
Position quelconque



Coïncidence centre optique - centre croix

c - Détermination de la puissance du verre

Dessiner une droite sur une feuille de papier et regarder cette droite à travers le verre. Un mouvement de translation du verre dans son plan provoque un déplacement de l'image parallèlement à l'objet. Si l'image se déplace en sens inverse du sens de déplacement du verre, le verre est convergent. Si l'image se déplace dans le même sens, le verre est divergent.



On dispose d'une série de verres convergents et divergents de puissances étalonnées de demi-dioptries en demi-dioptries. Le principe de cette détermination est *d'accoler* au verre inconnu *une lentille étalonnée de puissance contraire*. On obtient ainsi un système équivalent à une lame à faces parallèles, qui ne présente plus d'effet de translation.

Il suffit donc de chercher la lentille qui annule cet effet de translation pour obtenir, *au signe près*, la puissance du verre inconnu.

2 - VERRES SPHEROCYLINDRIQUES

a - Détermination de sa nature

Si le verre est sphérocyllindrique, en raison de son absence de symétrie de révolution, le dessin d'un quadrillage est déformé par une rotation du

verre dans son plan.

b - Détermination des axes principaux (axe + et axe -)

Tracer un trait sur une feuille de papier. Vus à travers le verre dans une position quelconque (mais parallèlement à la surface du papier) *l'objet et l'image ne coïncident pas*. (Voir figure ci-après).

Faire tourner le verre dans son plan *toujours dans le même sens*. On constate, au bout d'une rotation complète, qu'il existe quatre positions du verre pour *lesquelles l'objet et l'image sont confondus*. A partir de ces quatre positions particulières on définit les deux axes principaux de la lentille. Tracer sur le verre ces deux méridiens correspondant aux deux distances focales extrêmes.

On définit l'axe (+) de la façon suivante: lorsque le sens de rotation de l'image est l'inverse de celui du verre.

On définit l'axe (-) de la façon suivante: lorsque le sens de rotation de l'image est le même que celui du verre.

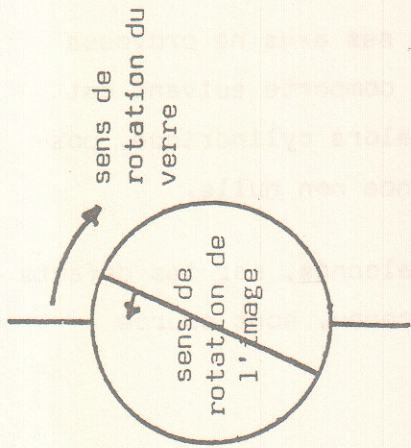
c - Détermination des puissances suivant les méridiens principaux

Le principe reste identique à celui des verres sphériques. Il faut annuler l'effet de translation avec des verres étalonnés. Cette détermination devra être faite séparément pour chacun des méridiens.

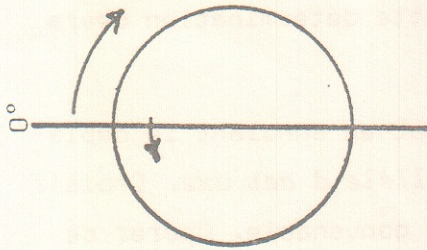
La puissance relative à chacun des méridiens s'obtient en annulant le déplacement de l'image dans une *translation du verre parallèle à cet axe*. Choisir parmi les lentilles étalonnées la lentille sphérique convenable. Opérer de même pour l'autre méridien.

Si un déplacement d'un verre parallèlement à l'un de ses axes ne provoque aucune translation de l'image, c'est que ce verre se comporte suivant cet axe comme une lame à faces parallèles. Ce verre est alors cylindrique, possédant un axe de puissance nulle et un axe de puissance non nulle.

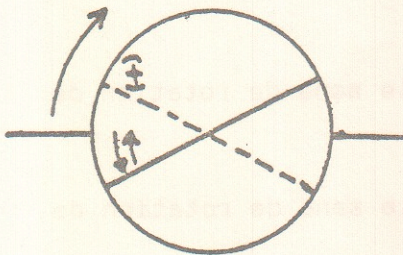
Remarque: Ne pas utiliser les verres cylindriques étalonnés, car les défauts de coïncidence des axes lentille-étalon, lentille-inconnu, sont source d'erreur.



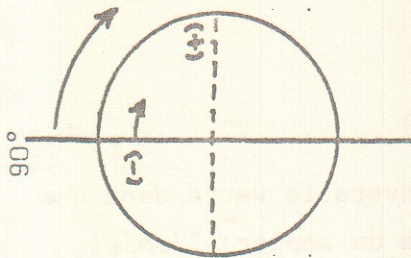
A - Départ dans une position quelconque. Dans notre cas le sens de rotation de l'image est en sens inverse du sens de rotation du verre.



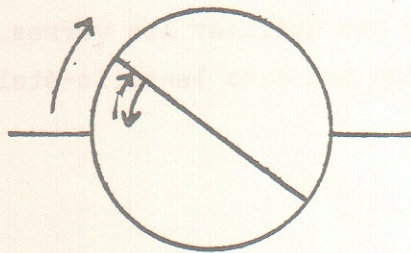
B - On a coïncidence de l'objet et de l'image c'est l'axe (+): la rotation du verre et la rotation de l'image sont en sens contraire.



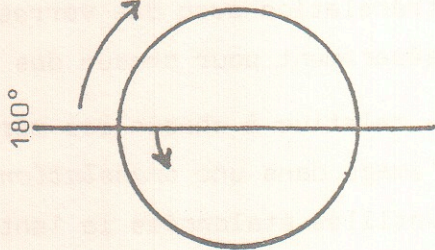
C - On observe que l'image a un mouvement pendulaire: elle passe par une position extrême, le sens de rotation de l'image s'inverse.



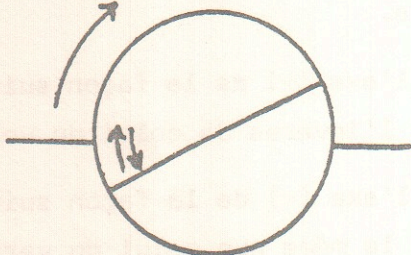
D - On a une 2ème coïncidence objet-image. C'est l'axe (-), les sens de rotation du verre et de l'image sont les mêmes.



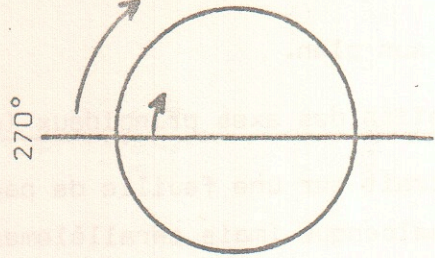
E - On observe à nouveau une position extrême; le sens de rotation de l'image s'inverse et devient en sens contraire du sens de rotation du verre.



F - On a coïncidence objet-image. La position du verre est à 180° de la position donnée par B. C'est l'axe +.



G - On observe à nouveau une position extrême; le sens de rotation de l'image s'inverse et devient de même sens que celle du verre.



H - On a coïncidence objet-image. La position du verre est à 180° de celle décrite par D.