

Construction et caractérisation d'un colorimètre ou comment faire un lien entre la physico-chimie et l'électronique dans une formation en instrumentation

Sylvie Baranowski, Olivier Devos

Sylvie.Baranowski@univ-lille.fr, Olivier.Devos@univ-lille.fr

Polytech Lille - Avenue Paul Langevin - 59655 Villeneuve d'Ascq cedex – France

RÉSUMÉ : Le papier présente un sujet de projet tutoré réalisé par des étudiants de 4^e année de formation d'ingénieurs en instrumentation « multi-domaine » (électronique, optique et chimie). Le but de ce projet est d'associer les diverses matières qu'ils étudient afin de leur montrer que les enseignements qu'ils reçoivent ne sont pas cloisonnés mais forment un tout. Ce projet consiste en la conception et la caractérisation d'une chaîne de mesure spectroscopique, un colorimètre dans le cas présenté ici, il permet aux étudiants de mettre en œuvre les compétences acquises en physico-chimie, en électronique et en traitement des données.

Mots clés : mesures physico-chimiques, colorimétrie, réalisation d'instrument de mesures, conception électronique, mise en situation professionnelle, analyse de données.

1 INTRODUCTION

L'ingénieur en instrumentation est un spécialiste dans le domaine des instruments de mesure et d'analyse en milieu scientifique (électronique, physique, chimie...). La spécialité 'instrumentation et ingénierie d'affaires' de Polytech Lille combine pour la partie scientifique des enseignements dans les domaines de l'électronique, de l'optique, de la chimie analytique et du traitement du signal et des données. Ces enseignements sont réalisés par des enseignants de chacun de ces différents domaines. En tant qu'enseignants dans ce département nous avons fait le constat que les étudiants ne font pas toujours le lien entre toutes ces matières et ont tendance à segmenter la formation reçue. Pour contrecarrer cet effet, une partie des TP a été transformée en projet tutoré d'instrumentation mélangeant les différents domaines et notions vues par les étudiants au cours de leur scolarité. Dans ce papier, nous présentons un projet tutoré réalisé par les étudiants de 4^{ème} année et proposé par une enseignante en électronique et un enseignant en physico-chimie. Son but est de réaliser et caractériser un colorimètre. Ce projet permet de mettre en pratique un grand nombre d'enseignements (autant scientifiques que pilotage ou communication) délivrés durant la formation : rédaction et suivi de cahier des charges, gestion de projet, physico-chimie, électronique, instrumentation...

2 CONTEXTE DU PROJET

Ce projet de conception d'une chaîne de mesure spectroscopique a pour but de faire acquérir aux élèves ingénieurs les compétences à mettre en œuvre lors de la réalisation de tout projet. Celles-ci continueront également à être développées lors des projets de fin d'étude de 5^e année.

Parmi les connaissances et compétences à mettre en œuvre, peuvent être citées :

- Utilisation d'une démarche scientifique : recherche documentaire, veille technologique, choix tech-

niques pour répondre à un cahier des charges, essai / vérification / test....

- Gestion de projet, gestion du temps.
- Capacité à écrire un rapport technique structuré et documenté.
- Mise en pratique de notions vues lors des enseignements :
 - Capteurs et Conditionnement
 - Instrumentation spectroscopique
 - Spectroscopie d'absorption UV-Visible
 - Électronique
 - Acquisition de données, LabVIEW
 - Traitement du signal
 - Traitement des données

Pour cela, le sujet proposé est la construction d'un instrument de mesure spectroscopique à partir de composants électroniques de base. Celui-ci est réalisé en binôme sur 6 séances de 4h, encadrées selon les séances par un enseignant de physico-chimie ou d'électronique.

3 OBJECTIFS DU PROJET

Le but du projet présenté ici est de développer et caractériser un colorimètre capable de mesurer, avec une précision 'correcte', l'absorbance de solutions dans le domaine du vert.

Le cahier des charges est remis aux étudiants en début de projet. Ceux-ci effectueront une étude de veille pour sélectionner les différents éléments électroniques (capteur, conditionnement...) utilisables pour la réalisation du projet et en feront une synthèse.

Ensuite, vues les contraintes de temps (24h) et d'organisation (6-7 binômes en même temps) tous les binômes utiliseront les mêmes capteurs et dispositifs pour tenir la cuve et disposeront des mêmes composants de base. La réalisation restera à l'étape de prototypage en utilisant des outils disponibles en salle de projet et adaptés à cette fin (boîtier d'acquisition NI myDAQ de National Instrument, Logiciel LabVIEW, Plaque de prototypage électronique, ...).

A la fin des 6 séances, le prototype (instrument + logiciel) devra être pleinement fonctionnel et caractérisé et répondre le plus possible au cahier des charges. En plus du rapport final, les étudiants feront une démonstration de l'instrument réalisé devant le binôme d'enseignants, en caractérisant une solution de test.

3.1 Contraintes imposées aux étudiants

Afin de mettre les étudiants dans un environnement proche de la vie professionnelle, on leur impose un cahier des charges précis, ils doivent réaliser un instrument 'bas coût', qui pourrait être utilisé dans un cadre pédagogique pour illustrer :

- La loi de Beer-Lambert (pourrait remplacer des appareils 'commerciaux') par exemple pour doser le DAKIN en classe de première.
- La notion de détecteur d'ondes en classe de terminales.
- La notion de chaîne de mesures et de conditionnement du signal auprès du public étudiant de sciences.

3.2 Livrables imposés aux étudiants

- Tenir un 'cahier de laboratoire' (schémas électroniques, notes, résultats...) déposé sur Moodle et complété au fil des séances)
- Rapport technique à rendre à la fin des 6 séances
- Présentation du prototype, logiciel et test sur une solution inconnue (compte-rendu d'analyse).

Le rapport technique doit comporter les éléments suivants :

- Présentation et schéma de l'instrument et du « traitement » (partie logicielle),
- Présentation et explications des procédures de tests avec les résultats détaillés et analysés, les voies d'amélioration, les perspectives, les applications possibles...
- Un chapitre explicatif de l'utilisation de l'instrument.

4 REALISATION DU PROJET

4.1 Cahier des charges et contraintes

Les étudiants disposent d'un cahier des charges précis, résumé ci-dessous.

Description : l'instrument développé devra répondre au cahier des charges en privilégiant la simplicité de conception et de mise en œuvre.

Liste et caractérisation des fonctions :

- Affichage du signal aux différents endroits de la chaîne de mesure (en sortie de détecteur, après conditionnement, après traitement, ...)
- Boutons permettant de conserver les valeurs du blanc,
- Affichage de l'absorbance de la solution de manière très visible,

Caractérisation du prototype et évaluation des incertitudes de mesures.

Spécifications attendues :

- Permettre de mesurer l'absorbance d'une solution dans une cuve "standard" de 1 cm,
- Précision : idéalement $\pm 0,01$ en Absorbance,
- Domaine de linéarité : au moins de 0 à 1 en Absorbance,
- Bande passante spectrale pouvant être large (spectre absorbance UV-Visible molécule très large 50-100 nm).

Ressources mises à dispositions :

- Un ordinateur avec LabVIEW + plaque de prototypage myDAQ par binôme avec accès à internet.
- Des documents sous Moodle.
- Des composants dans la salle de projet :
 - Sources LED et photodétecteurs précâblés
 - Sélection de résistances dans la série E12
 - Amplificateurs opérationnels type TL08x
 - Supports pour la cuve, la source et le détecteur
- Des solutions dans l'eau à différentes concentrations d'un colorant alimentaire couleur myrtille (mélange E124, E151)
- Les spectres de référence pour chacune des solutions.

4.2 Les différentes étapes de la réalisation.

Le projet est réalisé en 6 séances de 4h. Le but est d'accompagner les étudiants dans la réalisation d'un projet 'comme si' c'était un projet industriel. Ce découpage en séances donne un cheminement de réalisation de type Gantt.

4.2.1 La première séance

La première séance est consacrée à l'étude du cahier des charges et à la définition de ce qui sera à réaliser.

Les étudiants doivent l'analyser, faire des recherches bibliographiques (sur internet) afin de définir :

- Ce qu'est un colorimètre,
- Les formules liant intensité lumineuse transmise, absorbance et concentration,
- Comment un colorimètre peut-il être réalisé et avec quelles différentes catégories de composants,
- Quelles sont les caractéristiques importantes à considérer.

Définition de l'absorption et de l'absorbance

La matière (atome, molécule) peut absorber les rayonnements électromagnétiques et « utilise » l'énergie apportée par les photons afin d'effectuer des transitions. Selon le domaine les transitions peuvent être électroniques (domaine UV-Visible), vibrationnelles (Infrarouge), rotationnelles (micro-onde) ou de spin (ondes radio). Seuls les photons avec une énergie qui correspond à une transition sont absorbés.

Dans le domaine de l'ultraviolet et du visible, les transitions impliquées correspondent au passage d'un électron d'une orbitale (atomique ou moléculaire) à une autre d'énergie plus élevée.

En solution, l'absorption est souvent quantifiée en mesurant la quantité de lumière qui traverse l'échantillon (mesure en transmission) (voir Figure 1).

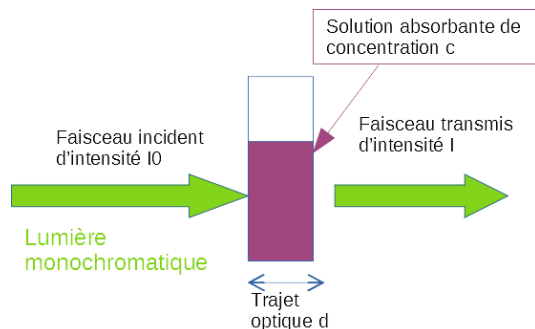


fig. 1 : Principe de la mesure de l'absorbance

On calcule alors l'absorbance de la manière suivante (Eq. 1) :

$$A_\lambda = \log\left(\frac{I_{0,\lambda}}{I_\lambda}\right) = \log\left(\frac{1}{T_\lambda}\right) \quad (1)$$

où I_0 correspond à l'intensité de la lumière à la longueur d'onde λ étudiée sans le composé qui absorbe, I à l'intensité lumineuse avec le composé absorbant et T à la transmittance (rapport de I sur I_0).

En solution, l'absorbance est liée à la concentration du composé (appelé ici i) qui absorbe à la longueur d'onde utilisée λ via la loi de Beer-Lambert qui s'écrit comme suit (Eq. 2) :

$$A_\lambda = \epsilon_{i,\lambda} \cdot d \cdot c_i \quad (2)$$

Où ϵ représente le coefficient d'extinction molaire (exprimé généralement en $L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$), d le trajet optique (en cm) et c la concentration du composé absorbant (en $mol \cdot L^{-1}$). L'absorbance est additive c'est à dire l'absorbance d'un mélange de composés correspond à la somme des absorbances de chacun des composés pris individuellement. Pour un mélange avec n composés absorbants la loi de Beer-Lambert peut se réécrire (Eq. 3):

$$A_\lambda = d \cdot \sum_{i=1}^n \epsilon_{i,\lambda} \cdot c_i \quad (3)$$

Cette loi est valable pour des plages d'absorbances et de concentrations faibles.

Mesure de l'absorbance dans le domaine UV-Visible

L'instrument permettant de mesurer l'absorbance est appelé spectrophotomètre. On distingue deux grands types de spectrophotomètre : ceux permettant de réaliser un spectre c'est-à-dire mesurer l'absorbance à plusieurs longueurs d'onde et ceux mesurant l'absorbance à une seule longueur d'onde. Ces derniers sont parfois appelés colorimètres. La gamme de longueur d'onde va généralement de 200 nm à 900 nm. En dessous de 200 nm l'oxygène absorbe très fortement ces radiations (nécessité de travailler sous vide). Au-dessus de 900nm les détecteurs sensibles dans le visible (souvent à base de silicium) ont une efficacité quasi nulle (on utilise alors des détecteurs à base de InGaAs).

Un spectrophotomètre est composé de :

- Une (ou des) source(s) lumineuse(s) émettant un spectre continu large spectre dans l'ultraviolet et le visible
- Un système permettant de sélectionner une longueur d'onde (plus exactement une plage). On utilise classiquement des monochromateurs ou polychromateurs basés sur un réseau de diffraction. Dans le cas de la mesure à une longueur d'onde on utilise souvent des filtres et ou des LED comme source.
- Un dispositif permettant de tenir la cuve et les différents éléments.
- Un détecteur de lumière. Celui-ci peut être monocal (photodiode) ou multicanal (barrette de photodiode, CCD).
- Un système permettant de calculer l'absorbance.

Une représentation schématique est présentée Figure 2.

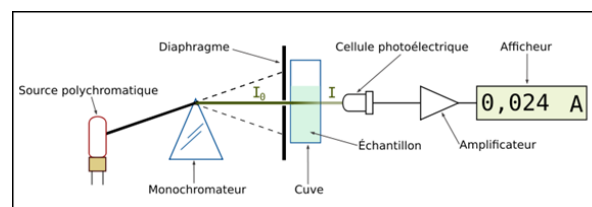


fig. 2 : schéma d'un spectrophotomètre (Wikipédia)

Schéma de l'instrument à concevoir

Sur la base des instruments commerciaux, des contraintes imposées et du matériel disponible l'instrument à concevoir peut être schématisé par la Figure 3. Il est principalement composé d'une source et de son alimentation, d'un détecteur avec un conditionnement du signal adapté à l'entrée analogique du système d'acquisition. Toute la partie traitement du signal et affichage est effectuée par un ordinateur avec le logiciel LabVIEW.

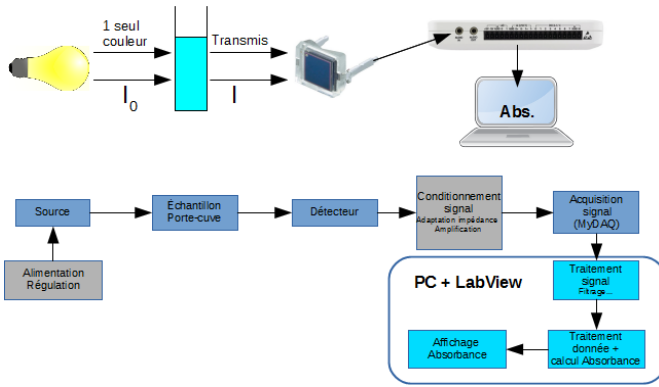


fig. 3 : schéma de l'instrument à construire.

4.2.2 Les séances 2 et 3

Elles sont consacrées au choix et à la caractérisation de la source et du détecteur.

Comme dans une étude professionnelle, Les étudiants font une recherche internet des différents émetteurs et récepteurs utilisables compte tenu du cahier des charges et font un tableau récapitulatif des avantages et inconvénients des différentes solutions trouvées associées aux contraintes de réalisation.

Dans la pratique, les composants sont imposés : une LED [1] et une photodiode [2] mais un choix parmi un nombre limité de composants pourrait être envisagé et ajouter un de liberté d'action dans la réalisation des prototypes.

Caractérisation de la source LED

Les étudiants prennent connaissance des caractéristiques de la LED grâce à la datasheet, et relèvent celles qui sont pertinentes pour le projet (spectre d'émission, directivité, tension seuil, courant limite...). Les étudiants tracent alors la caractéristique courant-tension en utilisant le myDAQ pour mesurer les tensions aux bornes de la LED et d'une résistance montée en série. Le tout est contrôlé par une application fonctionnant sous LabVIEW et fournie aux étudiants (fig4). Ils relèvent alors les caractéristiques importantes et comparent aux données fournies par le fabricant [1].

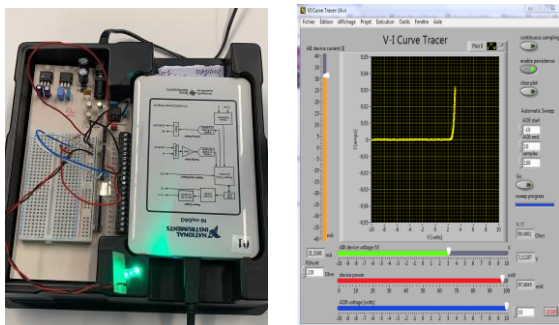


fig. 4 : Caractérisation de la source
a : le montage électrique (à gauche) b : l'interface (à droite)

Caractérisation de la photodiode

De la même façon, les étudiants étudient la datasheet de la photodiode [2] pour en déterminer les différentes caractéristiques et le type de réponse de ce de capteur (ici le courant). Le tracé des caractéristiques courant-tension de la photodiode éclairée ou non permet de distinguer les deux modes de fonctionnement : photoconducteur et photovoltaïque.

La LED peut être utilisée comme source lumineuse d'intensité variable. Un puissance mètre optique permet de mesurer l'intensité lumineuse en fonction de la tension fournie. Les étudiants font alors une recherche bibliographique pour trouver le montage le plus adapté au projet. Pour mesurer une intensité lumineuse sur une plage linéaire large avec une photodiode un des montages simples consiste à polariser la photodiode en inverse et à convertir le courant en tension avec un amplificateur opérationnel. Les étudiants réalisent le circuit ainsi que l'interface LabVIEW (fig5)

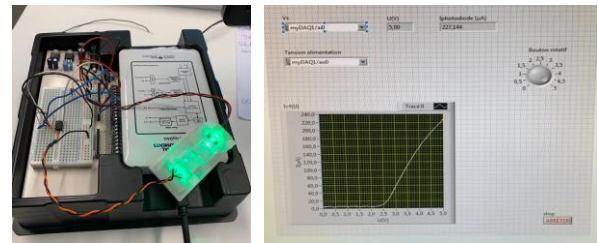


fig. 5 : Caractérisation du détecteur
a : le montage électrique (à gauche) b : l'interface (à droite)

4.2.3 Les séances 4 et 5

Elles sont consacrées à la réalisation complète de l'instrument et à sa caractérisation. Les étudiants reprennent les circuits vus précédemment et réalisent l'interface LabVIEW qui permet d'alimenter la LED, de conserver la valeur du blanc et ainsi de calculer et afficher la valeur d'absorbance de la solution. La figure 6 (photo de gauche) présente le montage réalisé : on peut y voir la diode LED qui éclaire en vert, la solution violette à analyser dans la cuve de mesure et la photodiode. La photo de droite de la figure 6 montre exemple d'interface réalisée par des étudiants est montré.

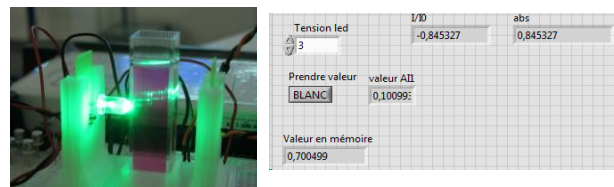


fig. 6 : Instrument final
a : le montage électrique (à gauche) b : l'interface (à droite)

Afin de tester et caractériser le prototype les étudiants ont à leur disposition 10 cuves remplies de solution de concentrations variables en colorant myrtille (mélange de E124, E151) ayant une absorbance dans le vert entre 0 et plus de 3. Ils disposent également des spectres d'absorption de ces solutions réalisées sur un spectrophotomètre commercial. Ensuite, sur la base de documents fournis, les étudiants mettent en place et réalisent un plan de manipulations permettant de caractériser au mieux le prototype. Parmi les caractéristiques mesurables nous pouvons citer :

- le niveau de bruit,
- la répétabilité et la reproductibilité des mesures,
- le domaine de linéarité,
- la mesure de la lumière parasite,
- l'intervalle de confiance d'une mesure,
- l'étude de l'erreur en fonction de l'absorbance.

Finalement les étudiants réalisent une courbe d'étalonnage pour le colorant utilisé. La figure 7 présente la courbe d'étalonnage (absorbance en fonction de la concentration de la solution) obtenue par un des groupes.

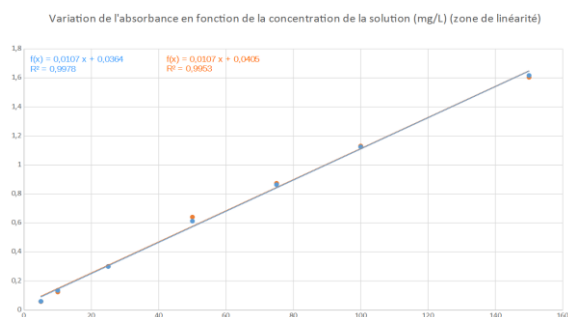


fig. 7 : absorbance en fonction de la concentration

4.2.4 La séances 6

La dernière séance est consacrée aux dernières améliorations de l'instrument ou dernières courbes et à la réalisation des livrables.

Durant cette dernière séance, les étudiants font une démonstration de leur instrument devant les deux enseignants (de chimie et d'électronique) en mesurant l'absorbance d'une solution de concentration inconnue référence et donnent l'estimation de la concentration en colorant pour celle-ci.

Le rapport final est ensuite déposé sur la plateforme Moodle à la fin du créneau.

5 ANALYSE CRITIQUE

Lors de ce projet tutoré, les étudiants doivent réaliser un instrument, certes simple, mais en respectant un cahier des charges précis et des délais imposés en mettant en œuvre un ensemble d'enseignements qu'ils ont reçus. Ce projet leur apprend à travailler en

relative autonomie et à chercher l'information pour avancer quand ils bloquent sur certains points.

Ce projet est inclus dans un emploi du temps contraint tant en disponibilité du matériel et de la salle que de celle des étudiants (24h maquette) ou du personnel. Ces contraintes ne permettent pas de laisser les étudiants complètement libres de réaliser le prototype qu'ils souhaitent comme cela se fait lors du projet ingénieur de 5^e année. Mais la liberté qu'on leur laisse permet néanmoins d'obtenir des dispositifs variés dans les précisions obtenues et les interfaces de calcul et de visualisation des résultats développées.

Ce projet tutoré existe depuis quelques années et s'améliore tous les ans. Une réflexion est en cours pour mettre en place une démarche projet multidisciplinaire dès la 3^{ème} année avec un projet bien cadré, pour ensuite progressivement réaliser un projet en complète autonomie, y compris sur le sujet, éventuellement reparti sur plusieurs semestres.

6 CONCLUSION

Ce projet tutoré est présenté aux étudiants comme une mise en situation professionnelle à savoir réaliser un prototype dans un temps imparti en suivant un cahier des charges bien défini.

Ce travail est ensuite poursuivi en 5^e année, pour certains d'entre eux, dans le cadre de leur PFE (projet de fin d'études). Durant ce PFE, ils réalisent en groupe de 5-6 personnes des systèmes instrumentés, (juste au niveau d'un POC, (Proof of Concept)), là aussi associant différents enseignements qu'ils ont reçus.

A titre d'exemple, ils ont étudié cette année, la réalisation :

- d'un gilet vibreur pour malentendant permettant de discriminer les sons de type police ou ambulance du bruit ambiant, et de faire vibrer le gilet selon la provenance du son (devant - derrière)
- d'un suivi de fermentation (Kefir) avec le pilotage de tous les capteurs (pression, gaz, température, hydrométrie, ...).

Ce type d'enseignement plaît aux étudiants. Il permet de les mettre dans une position d'acteur et non de récepteur des enseignements de façon passive. Il associe deux enseignants de sections distinctes, ce qui leur fait voir la complémentarité des différents enseignements qu'ils reçoivent et que la formation qui leur est donnée forme un tout.

Note : les figures présentées dans ce papier sont issues des travaux des étudiants.

Bibliographie

- [1] datasheet de la diode LED : CREE C503B-BAS/BAN/GAS/GAN
- [2] datasheet de la photodiode : Vishay : BPW34