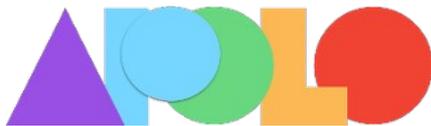




# L'INSTRUMENTATION POUR L'ACQUISITION DE SPECTRES

H. RABAT

GREMI CNRS/Université d'Orléans,, France





# PLAN DE LA PRESENTATION

- Principe de la spectroscopie
- Mise en œuvre du dispositif
  - Mise en place
  - Calibration
- Aide au choix de matériel

<https://www.fun-mooc.fr/fr/cours/spectroscopie-fondamentaux-et-applications/>

MOOC - SPECTROSCOPIE





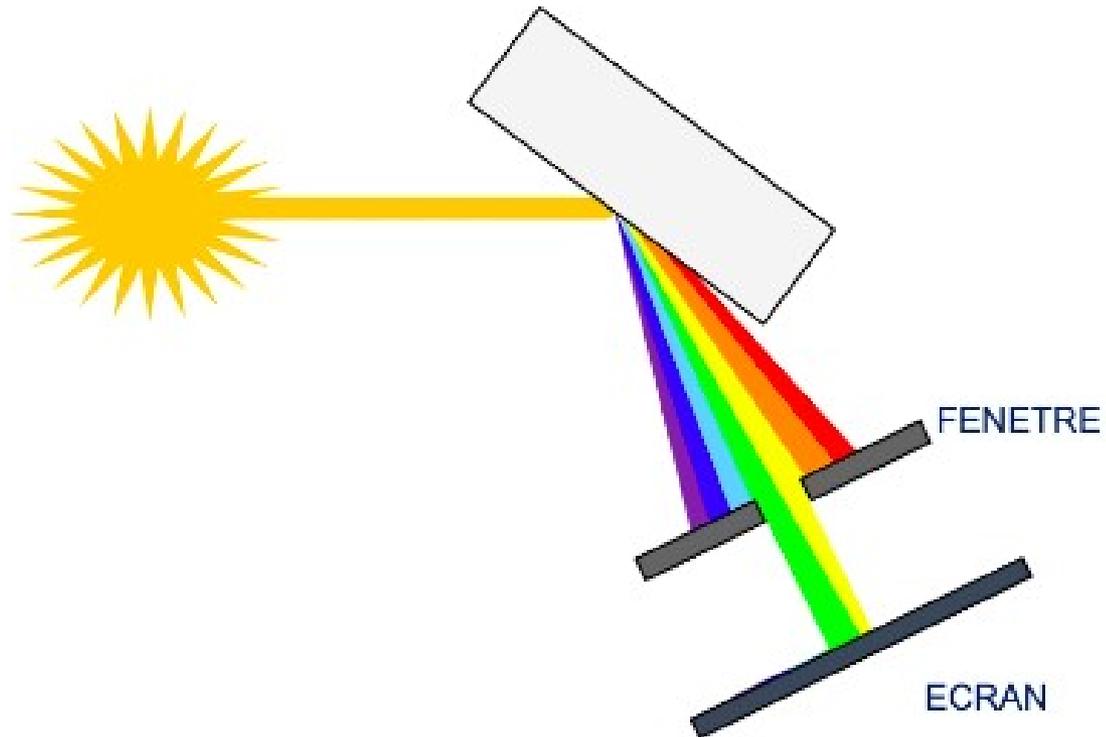
# ELEMENTS EN SPECTROSCOPIE D'EMISSION

■ Les éléments nécessaires pour réaliser **un système optique de spectroscopie d'émission** sont :

- La source à étudier
- *Une fente d'entrée*
- Un système dispersif
- « *Une fente de sortie* »
- Et un détecteur/capteur



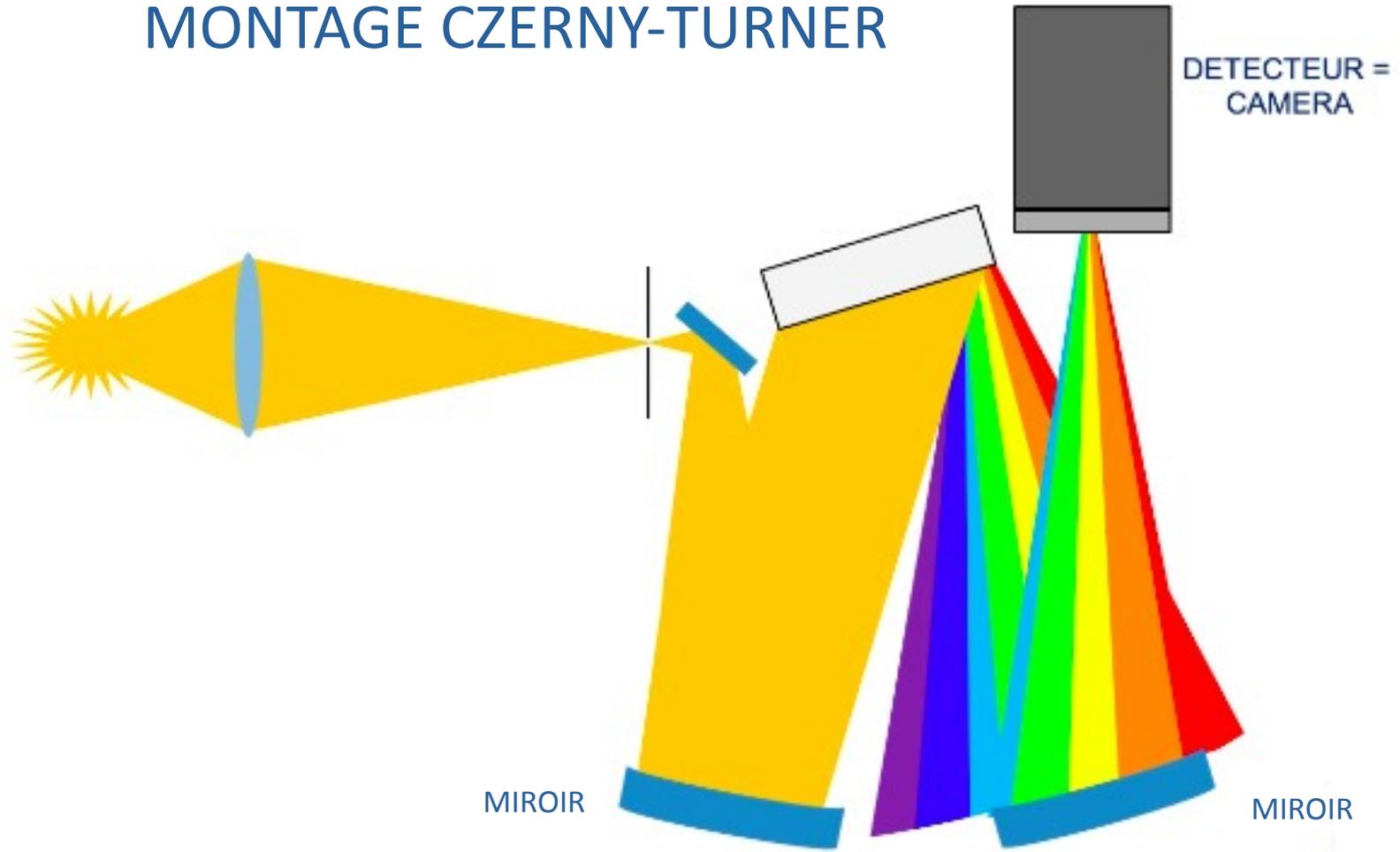
# PRINCIPE DE LA SPECTROSCOPIE





# UN MONTAGE CLASSIQUE - PRINCIPE

## MONTAGE CZERNY-TURNER





# LA MISE EN PLACE

- Mise en œuvre du dispositif



# LA MISE EN PLACE – VIDEO INTRODUCTION



# LA MISE EN PLACE

- Mise en œuvre du dispositif



# MISE EN PLACE - LES DIFFERENTES ETAPES

## 1. Mise à niveau de la table optique:

- Il faut s'assurer que la table où sera installé le spectromètre et l'**ensemble des dispositifs optiques soient bien à horizontal.**
- Assurer vous que la **caméra est également à l'horizontal** (sa position sera vérifiée également par imagerie de la fente sur la matrice de la caméra).
- Éventuellement ***surélevé l'ensemble pour permettre une intégration facilitée*** des dispositifs optiques en amont du spectromètre.

## 2. Fixer la position du spectromètre si possible:

- Bloquer la position du spectromètre sur la table optique.
  - Assurer vous de laisser suffisamment de place pour l'intégration des autres éléments d'optique.
- △ NOTA: D'une manière générale, l'ensemble des éléments d'optique doivent être fixés à la table.



# LES DIFFERENTES ETAPES

## 3. Visualiser le chemin optique (configuration Czerny-Turner):

- Le plus pratique est d'**utiliser un laser visible fin peu puissant**; de type Helium-Néon à 632 nm de quelques milliwatt.
  - Placer le laser pour que son faisceau entre au niveau de la deuxième fente (si possible avec un miroir de renvoi) disponible au niveau du monochromateur.
  - Mettre le miroir amovible de renvoi qui sélectionne la sortie du monochromateur vers la fente.  
**NOTA:** si le monochromateur ne possède pas de deuxième fente et de miroir de renvoi amovible, il est possible de réaliser le chemin optique en plaçant le laser en sens normal (en amont du milieu d'étude) mais attention à mettre un écran pour bloquer le faisceau devant le capteur!!!
  - **Mettre le laser à l'horizontal à la même hauteur que l'entrée** définie par le milieu de la fente d'introduction. Pour régler l'horizontal, on peut vérifier que la hauteur au plancher du faisceau est bien identique en sortie de laser et à longue distance (quelques mètres).
  - Ouvrir les accès supérieurs du monochromateur pour visualiser le trajet du faisceau dans la cavité du monochromateur.



# LES DIFFERENTES ETAPES

- **Le laser doit se réfléchir au milieu des deux miroirs de renvoi de fond de cavité** et au milieu du réseau (mis en réflexion total à 0 nm) pour sortir au niveau de la fente.
  - Si le laser ne sort pas au niveau de la fente de sortie (qui sera celle d'introduction lors des mesures), vérifier que la hauteur du faisceau en différents endroits dans la cavité est bien constant. Au besoin, ajuster la position du miroir de renvoi (sa position face à la fente, son angle et l'horizontalité de son renvoi).
- **Pour affiner le réglage, réduire la largeur de la fente de sortie** et ajuster les réglages pour que le laser sorte malgré une largeur faible.
- **Aligner les éléments d'optique et le milieu d'étude sur le chemin optique ainsi défini.**
  - NOTA: Assurez vous que les éléments optiques utilisés ne sont pas bloquants aux longueurs d'onde (aux UV par exemple) du milieu d'étude qui seront étudiées.
- Remettre le monochromateur en mode acquisition, c'est à dire: deuxième fente fermée et le miroir de renvoi amovible en mode passant pour le capteur.



# LES DIFFERENTES ETAPES

## 4. Position des éléments optiques en amont du monochromateur:

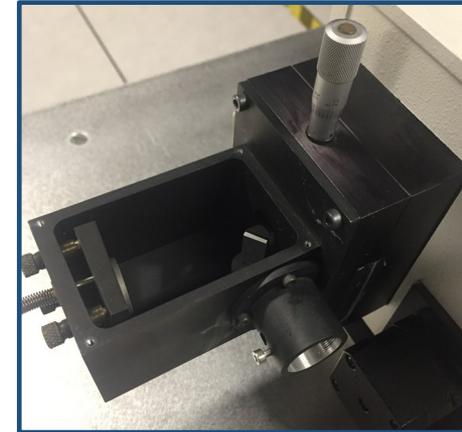
- Si possible allumer votre milieu à étudier si continu ou quasi continu, ou le remplacer par une source ponctuelle lumineuse qui n'est pas un laser (lampe de calibration, lumière blanche...).  
**Le but est d'avoir de la lumière qui arrive sur le capteur** (ajuster le temps d'acquisition).
- **Dans le cas de l'utilisation de lentille, à l'aide d'un papier, vérifier que la focale se fait bien au niveau de la fente d'entrée du monochromateur et en son milieu.** Sinon ajuster la position de la lentille voir de changer de focale, de lentille.
- **Attention à ce que l'angle définit par la lentille ne soit pas supérieure** (ou trop supérieur) à l'angle d'acceptation du monochromateur pour avoir le maximum de lumière transmise dans la cavité (ouverture numérique). Utiliser si nécessaire des diaphragmes pour limiter la taille de l'objet d'étude.
- **Le réseau positionné à 0 nm (réflexion totale),** vérifier que vous avez bien l'image de la fente observable sur le logiciel d'acquisition en mode image.
- Avec une fente très fine, assurer vous que le trait vertical lumineux défini par **la fente suit bien l'alignement vertical des pixels du capteur.** Sinon, tourner la camera pour effectuer cet alignement.



# LES DIFFERENTES ETAPES

## 5. Cas du montage direct par fibre optique:

- Il existe des modules pour fibre optique se fixant directement sur la fente d'entrée du monochromateur (voir exemple en image).
- Avec l'alignement laser, vérifier que la lumière du laser sorte bien de la fibre. Sinon vérifier l'alignement dans le module (réglage avec les vis du miroir de renvoi).
- Dans le cas d'un dispositif multifibre aligné linéairement (montage en « bundle »), pré-positionner cet alignement verticalement. **Le réglage plus fin se fera avec l'image de la lumière transmise par les fibres sur le capteur/caméra.**
- La position du tube de fixation des fibres dans le module induit la position de la focale sur la fente d'entrée (miroir de renvoi concave).





# LES DIFFERENTES ETAPES

## 6. Réglage de la zone d'intérêt sur la matrice du capteur (si option caméra disponible):

- Rester en mode image.
- **Mettre le réseau à une longueur d'onde où des raies sont observables** (ajuster le temps d'exposition).
- Utiliser le module « region of interest » (ROI) du logiciel de la caméra.
- Repérer les lignes du capteur qui sont illuminées et définir la ROI en conséquence.
- **Ne pas oublier de se mettre en mode « binning »**, c'est à dire, d'intégrer en une ligne les pixels verticaux aux nombres de ligne définis précédemment.
- Se mettre en mode « spectre » et vérifier que des raies sont alors observables.
- **Vérifier également la forme symétrique des raies fines atomiques**. Sinon vérifier l'alignement vertical des pixels du capteur. Attention, certains dispositifs peuvent présenter un léger astigmatisme qui induira un élargissement des raies.

**NOTA:** cette étape permet d'avoir un meilleur rapport signal sur bruit de la matrice.

### Cas d'un module pour fibre optique:

- Dans le cas de multifibre, il faudra définir plusieurs ROI.



# LES DIFFERENTES ETAPES

## 7. Mise à zéro de la ligne de base:

- Aux paramètres d'acquisition, enregistrer un spectre source éteinte. Il sera appelé « **Background** ».
- Soustraire ce spectre « Background » aux spectres enregistrés.

NOTA: ce procédé permet encore d'améliorer le rapport signal sur bruit.

NOTA: certain logiciel intègre directement la fonction pour enregistrer puis soustraire ce « background » aux spectres.



Le dispositif est en place pour effectuer des acquisitions

### Réglages Principaux:

- La largeur de la fente d'entrée doit être fine (de quelques  $\mu\text{m}$  à quelques dizaines de  $\mu\text{m}$ ) pour avoir une bonne résolution mais il faut suffisamment de lumière: compromis à trouver.
- Le temps d'acquisition en fonction des paramètres temporels du milieu d'étude.
- Le nombre d'accumulation.



# LES DIFFERENTES ETAPES - CALIBRATION

## 1. Calibration en longueur d'onde:

**NOTA:** En général les logiciels des spectromètres ont un module permettant d'effectuer la calibration en longueur d'onde. Sinon, il faudra effectuer cette étape en post-traitement des spectres avec Excel, Matlab ou un autre logiciel.

- **Utiliser en lieu et place de la source une lampe émettant des raies finies tabulées.**
- La lampe peut être une lampe spécifique à vapeur de mercure, de xénon, d'argon, ou encore d'hélium/néon pour exemples (suivant la zone spectrale que vous voulez investiguer).
- Il existe des lampes de calibration spécifiques pour calibrer les spectromètres.
- A l'aide du logiciel, **repérer les raies tabulées et noter la valeur en pixel (abscisse) où elles apparaissent.**
- Il est préférable d'avoir plusieurs raies exploitables pour une même fenêtre spectrale d'observation, et répartis sur l'ensemble de la fenêtre.
- Intégrer la correspondance entre longueur d'onde et pixel dans le logiciel du spectromètre.
- **Classiquement la correspondance n'est pas linéaire mais quadratique.**



# LES DIFFERENTES ETAPES - CALIBRATION

## 2. Calibration en intensité:

NOTA: **tout élément d'optique a une sensibilité et/ou une réponse qui est fonction de la longueur d'onde.** Tout dispositif spectrométrique pour un réglage donné à sa réponse/sensibilité propre.

NOTA: Le spectre brut enregistré reflète l'émission de la source lumineuse **mais aussi la sensibilité spectrale de l'ensemble de la chaîne optique d'acquisition** (capteur, les caractéristiques du réseau et des autres éléments optiques). Pour interpréter la forme d'un spectre, il est important de corriger les mesures en éliminant l'influence de l'appareil.

**Le spectre brut enregistré est  $S(\lambda) = I(\lambda) * R(\lambda)$ ,**

où  $I(\lambda)$  est l'émission de la source, et  $R(\lambda)$  la réponse du dispositif. La connaissance de la fonction  $R(\lambda)$  permet d'obtenir l'émission réelle de la source  $I(\lambda)$ , en divisant le spectre  $S(\lambda)$  mesuré par cette fonction.



# LES DIFFERENTES ETAPES - CALIBRATION

## 2. Calibration en intensité:

- **Utiliser en lieu et place de la source une lampe calibrée** émettant un rayonnement dont l'émissivité est tabulée précisément en fonction de la longueur d'onde: source étalonnée.
- Classiquement, ce sont des lampes large bande de type Halogène/Deutérium ou lampe à ruban de tungstène.
- Enregistrer avec les paramètres d'acquisition, un spectre de la lampe dans la gamme spectrale d'intérêt.
- **Déterminer la réponse du dispositif en divisant le spectre de la lampe enregistré par le spectre de la lampe tabulée.**
- **Le spectre calibré est alors obtenue en divisant le spectre brut enregistré par la réponse spectrale du dispositif précédemment déterminée.**



# LES DIFFERENTES ETAPES - CALIBRATION

## 3. Détermination de la fonction d'appareil:

NOTA: le dispositif d'acquisition engendre un **élargissement des raies spectrale** appelé **fonction d'appareil**. Il doit être déterminé si des mesures sur les largeurs de raie doivent être entrepris.

- Utiliser en lieu et place de la source une **lampe basse pression** émettant des raies infiniment fines ou la **lumière diffusée d'un laser**.
- Enregistrer avec les paramètres d'acquisition un spectre de la lampe ou du laser diffusé.
- **La fonction d'appareil correspond à la largeur à 1/e de la raie obtenue.**



Quelques informations pour aider dans un choix de matériel pour mettre en place un dispositif de spectroscopie d'émission



# DES QUESTIONS A SE POSER

- Les choix pour le monochromateur et le capteur sont conditionnés par les mesures spectroscopiques souhaitées et il convient de se poser les bonnes questions:
    - ✓ Mon milieu d'étude est-il lumineux ou pas?
    - ✓ Mon milieu d'étude est-il continu, transitoire ou impulsionnel?
    - ✓ Quel est le domaine spectral que je souhaite investiguer? UV, Visible, IR...
    - ✓ Quelles sont les raies, les éléments, que je souhaite étudier? He, Ar, N<sub>2</sub>, H $\alpha$ , H $\beta$ , OH...
    - ✓ Quelles sont les longueurs d'onde des raies qui m'intéressent?
    - ✓ Les mesures seront qualitatives (simple identification d'éléments) ou quantitatives?
    - ✓ Ai-je besoin d'une très bonne résolution?
- Ou encore,
- ✓ Quelle est la place dont je dispose?
  - ✓ Le dispositif doit-il être transportable facilement?
  - ✓ Le dispositif doit-il être adapté à différents milieux d'étude?



# LE MONOCHROMATEUR

## 1. Type de monochromateur:

- **Il va conditionner en grande partie la résolution de votre système.**
- Il y a deux types de monochromateur:

- ✓ **À large bande spectrale d'observation.**

Classiquement de 200 à 1000 nm en une seule acquisition, ce qui permet l'identification simultanée d'un grand nombre d'éléments.

- ✓ **À bande spectrale plus restreinte** en fonction de la focale du monochromateur et du réseau utilisés.

De quelques dizaines de nanomètres à quelques nanomètres en une seule acquisition ce qui donne une haute résolution et permet d'exploiter la forme des raies.



# LE MONOCHROMATEUR

## 2. Les monochromateurs large bande:

✓ Miniature avec le détecteur intégré

+ Pas cher

+ Capteur intégré

+ Portable

+ Connectique USB et introduction par fibre optique (connecteur SMA)

- Résolution

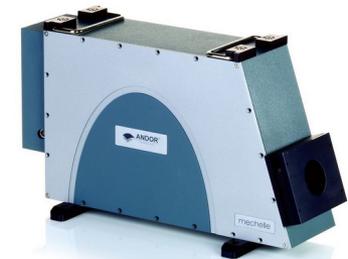
- Temps d'exposition long ( $> \mu\text{sec}$ )



✓ De type Echelle (multi-sous réseaux)

+ large bande avec une bonne résolution

- Calibration en intensité compliquée dû aux transitions entre les micro-réseaux





# LE MONOCHROMATEUR

## 3. Les monochromateurs de type Czerny-Turner:

- La **résolution augmente avec la distance focale** (dispersion)
- Possibilité d'une tourelle multi-réseau (3 réseaux disponibles)
- Déplacement des réseaux motorisés
- Réglage micrométrique des largeurs de fente
- Logiciel de pilotage

+ Possibilité d'avoir une très bonne résolution

+ Observation des raies aux ordres supérieurs à 1

- Gamme spectrale d'observation réduite

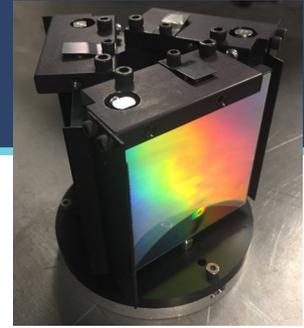
- Nécessite de la place sur la table optique

- Onéreux suivant les choix de la focale, des réseaux et du capteur/caméra





# LE RESEAU



## Caractéristiques des réseaux:

- Le **nombre de traits par millimètre**: 300, 600, 1200, 1800, 2400, 3600...  
Le nombre de trait conditionne la dispersion de la lumière polychromatique.  
Plus le nombre de trait est important, meilleure est la résolution mais la gamme spectrale arrivant sur la capteur est alors réduite.  
Configuration moyenne: 3 réseaux (300 ou 600, 1200 ou 1800, 2400 ou 3600)
- La **sensibilité/réponse spectrale du réseau**.  
Un réseau est dit « blazé » pour une longueur d'onde (240 nm, 300 nm, 500 nm...)  
**Cette longueur d'onde correspond au domaine spectrale où la sensibilité/réponse du réseau est maximale.**  
L'angle de blaze du réseau doit être choisi suivant les longueurs d'onde des raies à étudier.



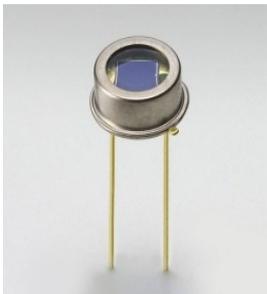
# LE CAPTEUR 1/3

## 1. Photodiode / Photomultiplicateur:

- Permet un **suivi résolu en temps de l'intensité d'une raie unique** sélectionnée par le monochromateur.
- Mesure à l'aide d'un **oscilloscope**.
- En fonction des caractéristiques du capteur: bonne sensibilité, temps de réponse rapide.

+ Peu onéreux

- Spécifique au suivi temporel d'une quantité de photon émis ayant une certaine énergie.





# LE CAPTEUR 2/3

## 2. Caméra:

- Différents types de capteur: CCD (Charged Coupled Device) ou CMOS (Complementary Metal Oxyde Conductor)
- intensification

Performance	CCD	CMOS
Sensibilité au visible	Elevée	Plus faible
Sensibilité aux UV et à l'IR	Etendue	Plus étroite
Réponse	Moyenne	Rapide
Uniformité du capteur	Elevée	Moyenne
Bruit électronique	Faible	Moyenne
Dynamique	Elevée	Moyenne

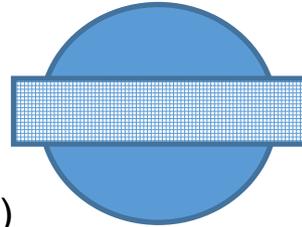




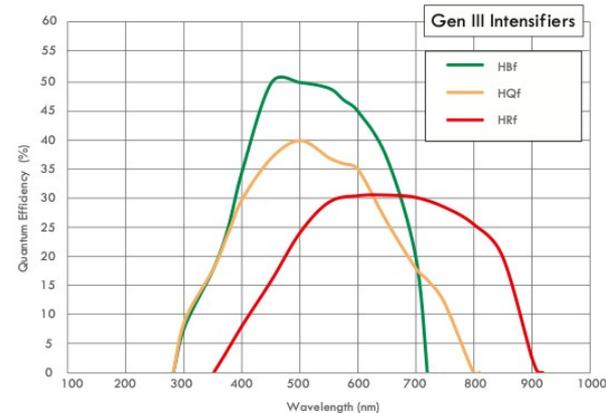
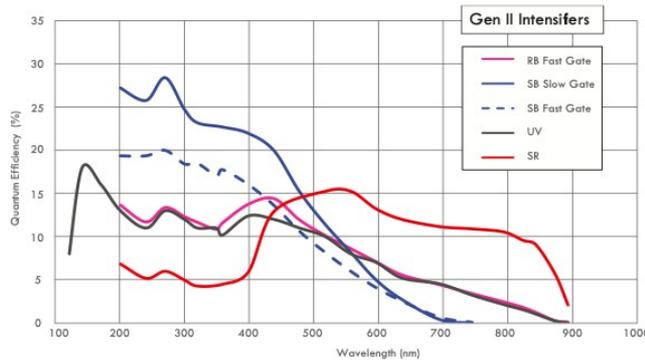
# LE CAPTEUR 3/3

## 2. Caméra:

- Taille du capteur (ex: 13x13mm<sup>2</sup>, 18x6,6mm<sup>2</sup>, 25x6,6mm<sup>2</sup>)
- Choix de la taille de la matrice de pixel (classiquement 1024x1024 pixels)
- Importance de la taille des pixels pour la résolution (ex: 13x13µm, 26x26µm)
- Taille de l'intensificateur : !!! attention il peut ne pas couvrir toute la matrice !!!  
(ex: 18 mm ou 25 mm de diamètre)
- **Sensibilité/réponse spectrale du capteur.**



En fonction de la technologie, l'intensificateur aura une sensibilité différente en fonction de la longueur d'onde (voir exemple ci-dessous).





# Caractéristiques d'un dispositif de spectroscopie d'émission

## 1. Pouvoir de résolution:

$$R = \frac{\lambda}{\Delta\lambda} = mN$$

avec  $\lambda$  la longueur d'onde,  $\Delta\lambda$  l'écart minimale entre deux raies,  $m$  l'ordre de diffraction et  $N$  le nombre total de traits du réseau

*Exemple:* réseau 1200 traits/mm, ordre = 1, taille du réseau = 65 mm

$R = 1 \times 1200 \times 65 = 78000$ , soit  $\Delta\lambda = 0,0062$  @ 486 nm

NOTATION:  $\Delta\lambda$  @  $\lambda$

## 2. Dispersion d'un monochromateur:

Correspond à la largeur de la bande spectrale par unité de longueur dans le plan focal du capteur.

*Exemple:* 1,55 nm/mm pour un TRIAX550, 1,7 nm/mm pour un SP750

## 3. Ouverture numérique:

$$NA = n \sin(\Omega)$$

Correspond à l'angle en entrée de monochromateur pour un éclairage optimal du réseau.



MERCI POUR VOTRE ATTENTION

