



(12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication : **MA 34928 B1** (51) Cl. internationale : **G01J 3/42**

(43) Date de publication :
01.03.2014

(21) N° Dépôt :
35119

(22) Date de Dépôt :
02.08.2012

(71) Demandeur(s) :
UNIVERSITÉ MOHAMMED V SOUISSI, Angle avenue Allal El Fassi et Mfadel Cherkoui Al Irfane 8007. N.U RABAT (MA)

(72) Inventeur(s) :
Bouatia Mustapha ; Mustapaha Draoui ; Oulad Bouyahya Idrissi Mohamed ; Zahidi Ahmed ; Laadissi El mehdi ; Saadan Mustapha ; Bojji Chakib ; Oubre Mohamed ; Zaoui Fatima

(54) Titre : **Procédé de mesure de la densité optique d'une solution par un dispositif d'agitation interne intégré au spectrophotomètre**

(57) Abrégé : PROCÉDÉ DE MESURE DE LA DENSITÉ OPTIQUE D'UNE SOLUTION PAR UN DISPOSITIF D'AGITATION INTERNE INTÉGRÉ AU SPECTROPHOTOMÈTRE PERMETTANT LA DISPERSION PERMANENTE DES SOLUTÉS OU PARTICULES DANS UNE SOLUTION, EN MÊME TEMPS QUE L'ENREGISTREMENT DES MESURES DE L'ABSORBANCE OU LA DENSITÉ OPTIQUE D'UNE SUBSTANCE CHIMIQUE DISSOUTE DANS UN LIQUIDE. L'OBJECTIF DE LA PRÉSENTE INVENTION EST D'AMÉLIORER LA PRÉCISION DES MESURES ET D'AUGMENTER LA PLAGE DYNAMIQUE QUI PERMETTRA SUFFISAMMENT DE MESURES REPRODUCTIVES. UN AUTRE OBJECTIF DE CETTE INVENTION EST DE FOURNIR UN DISPOSITIF QUI RÉDUIT RADICALEMENT LE VOLUME (N'EXCÉDANT PAS 3 ML) DE L'ÉCHANTILLON NÉCESSAIRE PAR TEST SANS COMPROMETTRE LA SENSIBILITÉ DE LA PROCÉDURE ANALYTIQUE. CONTRAIREMENT AUX POMPES PÉRISTALTIQUES (UTILISÉES ACTUELLEMENT) QUI NÉCESSITENT DES VOLUMES D'ÉCHANTILLONS ÉLEVÉS.

34928
01 MARS 2014

Abrégé

Procédé de mesure de la densité optique d'une solution par un dispositif d'agitation interne intégré au spectrophotomètre permettant la dispersion permanente des solutés ou particules dans une solution, en même temps que l'enregistrement des mesures de l'absorbance ou la densité optique d'une substance chimique dissoute dans un liquide. L'objectif de la présente invention est d'améliorer la précision des mesures et d'augmenter la plage dynamique qui permettra suffisamment de mesures reproductives,

Un autre objectif de cette invention est de fournir un dispositif qui réduit radicalement le volume (n'excédant pas 3 ml) de l'échantillon nécessaire par test sans compromettre la sensibilité de la procédure analytique. Contrairement aux pompes péristaltiques (utilisées actuellement) qui nécessitent des volumes d'échantillons élevés.

Procédé de mesure de la densité optique d'une solution par un dispositif d'agitation interne intégré au spectrophotomètre.

La spectrophotométrie est une méthode analytique qualitative et quantitative qui consiste à mesurer l'absorbance ou la densité optique d'une substance chimique donnée, généralement en solution. Plus l'échantillon est concentré, plus il absorbe la lumière dans les limites de proportionnalité énoncées par la loi de Beer-Lambert.

La densité optique des échantillons est déterminée par un spectrophotomètre préalablement étalonné sur la longueur d'onde d'absorption de la substance à étudier **figure1**.

Lorsqu'une lumière d'intensité passe à travers une solution, une partie de celle-ci est absorbée par le(s) soluté(s). L'intensité de la lumière transmise est donc inférieure à la valeur de départ.

Le spectrophotomètre est utilisé pour mesurer la transmission de lumière (densité optique) des échantillons liquides, solides et gazeux par comparaison avec un étalon. Selon leur configuration les spectrophotomètres peuvent être divisés en deux types: Spectromètres à optique monofaisceau, de type monocanal, et des Spectromètres à optique double faisceau (type séquentiel) construits par un circuit différentiel avec un ou deux cellules photoélectriques.

Dans le spectrophotomètre avec la mesure directe de la densité optique du faisceau lumineux provenant de la source de lumière passe d'abord à travers la cellule de référence, et ensuite à travers l'échantillon mesuré avec l'enregistrement des signaux de différence. C'est le cas de dispositifs par exemple SF-4 spectrophotomètre.

L'un des défauts d'application de ces spectrophotomètres est la formation de sédiments de particules surtout en mesure turbidimétrique, ce qui conduit à une réduction du signal avec une sous estimation des résultats de la densité optique. Un autre défaut se rapporte à la reproductibilité des mesures et des résultats.

Un autre défaut même avec les spectrophotomètres qui utilisent aux pompes péristaltiques, c'est qu'ils nécessitent des volumes d'échantillons élevés ce qui génère une perte de précision. L'objectif de cette invention est de fournir un dispositif qui réduit le volume de l'échantillon nécessaire par test sans compromettre la sensibilité de la procédure analytique.

Lors des expériences de spectrophotométrie effectuées sur nos échantillons, la sédimentation des solutions étudiées faussait les résultats. On a pensé maintenir les solutions en agitation permanente pendant la mesure. Pour ce faire, on a utilisé un moteur à courant continu alimenté par deux piles de 1.5 V pour actionner l'agitateur à l'intérieur de la cuve contenant un petit volume de la solution. Cette solution était certes valable mais pas optimale. On a été confronté à la diminution de la vitesse en fonction de la dégradation des piles, et l'agitation réduite faussait les résultats de la densité optique.

La solution au problème technique a consisté en la conception d'un dispositif interne d'agitation intégré au spectrophotomètre commandé par système mécatronique Figure 2. Cette caractéristique est particulièrement avantageuse car elle est contrôlée par commande externe.

Pour maintenir une vitesse constante d'agitation, on a utilisé des moteurs pas à pas commandés par une carte à microcontrôleur (figure 5 et 6). Cette carte gère aussi la variation et le réglage de la vitesse de rotation de l'agitateur ainsi que l'affichage de différentes informations sur l'état de ce dernier (fig 2).

Le réglage de la vitesse de rotation de l'agitateur est obtenu par la modification de la temporisation entre pas consécutifs du moteur. La vitesse est contrôlée par un programme en langage C exécuté par un microcontrôleur PIC 16f877A (Tableau 1).

Ce choix est justifié par son rapport prix/spécifications, le 16f877A comporte un grand nombre de fonctionnalités comme « ADC, UART, 32 I/O ... » et 8K de mémoire flash très utile pour l'intégration du programme et pour pouvoir faire des améliorations.

Le circuit de puissance ULN2803 (figure 3) a été utilisé pour commander le moteur pas à pas dans un sens et avec un mode de fonctionnement définis. La commutation doit se faire selon un organigramme convenable puisque les signaux générés par le microcontrôleur sont très faibles. Dans le ULN2803, huit transistors Darlington sont intégrés ainsi que huit diodes rapides qui sont utiles pour la décharge des bobines du moteur au moment de commutation. Les caractéristiques de ce circuit sont fournies dans la fiche technique.

L'alimentation globale du système (carte + moteurs) est de 12 volts. Un circuit régulateur 7805 permet de fournir une tension de 5v pour l'alimentation du microcontrôleur Figure 4.

Le fonctionnement du cycle de mesure du dispositif est contrôlé par un programme informatique spécifique (voir tableau 2).

La capacité de retrait de la tige sans avoir à démonter le logement est avantageuse parce qu'elle permet l'accès rapide à la tige d'agitation interne à des fins de nettoyage.

L'assemblage des éléments du dispositif d'agitation interne est intégré au niveau du couvercle du spectrophotomètre afin de permettre un accès rapide à la chambre intérieure où se trouve la cuve pour l'entretien de la tige.

Le dispositif conçu pour le fonctionnement est explicité comme suit (fig 2) :

1. Tige latérale fixe
2. Axe de rotation du levier
3. Montant
4. Piston porte moteur d'agitation
5. Plaque support
6. Axe pousse piston
7. Logement moteur de descente-montée
8. Levier
9. Couvercle
10. Boitier de commande
11. Afficheur
- 12 Boutons de commande
- 13 Porte du spectrophotomètre

Liste des figures :

Figure 1 : spectrophotomètre avec couvercle (1) site de modification

Figure 2 : Conception 3D du dispositif d'agitation interne vue globale

Figure 3 : Le circuit de puissance ULN2803 :

Figure 4 : Le circuit Régulateur 7805 :

Figure 5 : Le schéma électronique de la solution sur ISIS.

Figures 6 : Les 2 typons de ce circuit.

(1 carte de commande) et (2 carte du pupitre de commande).

Tableau 1 : Microcontrôleur 16F877A

Tableau 2: Programme Microcontrôleur

Revendications

1. Procédé de mesure de la densité optique d'une solution par un dispositif d'agitation interne intégré au spectrophotomètre permettant la dispersion permanente des solutés ou particules dans de petits volume de solution (3ml), en même temps que l'enregistrement des mesures de l'absorbance ou la densité optique, ce dispositif d'agitation interne comprend:

- Un adaptateur de tension,
- un pupitre de commande,
- une carte de commande des moteurs,
- un programme de commande,
- corps en aluminium,
- un moteur d'agitation,
- un moteur du mouvement d'immersion,
- levier d'immersion.

2. Procédé de mesure selon la revendication 1 caractérisé en ce que l'agitation est assurée pendant le cycle de mesure assurant une précision de la densité optique,

3. Procédé de mesure selon la revendication 1 caractérisé en ce que les échantillons de mesure sont de volumes maximum 3 ml, sans compromettre la sensibilité de la procédure analytique,

4. Procédé de mesure selon la revendication 1 caractérisée en ce que le fonctionnement du cycle de mesure du dispositif est contrôlé par un programme informatique spécifique (voir tableau 2).

Planches

Tableau 1

PIC	FLASH	RAM	EEPROM	I/O	A/D	PORT //	PORT série
16F877A	8K	368	256	32	8	PSP	USART / MSSP

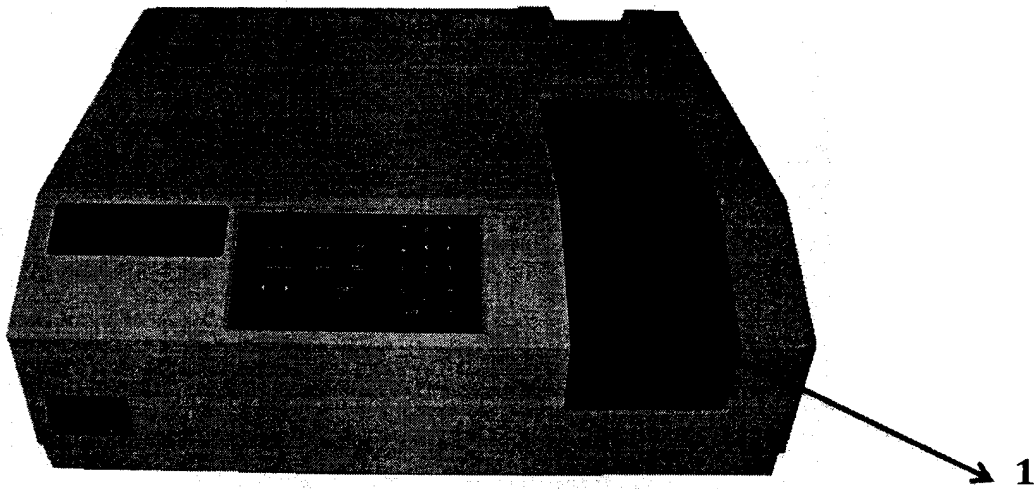


Figure 1

Figure 2



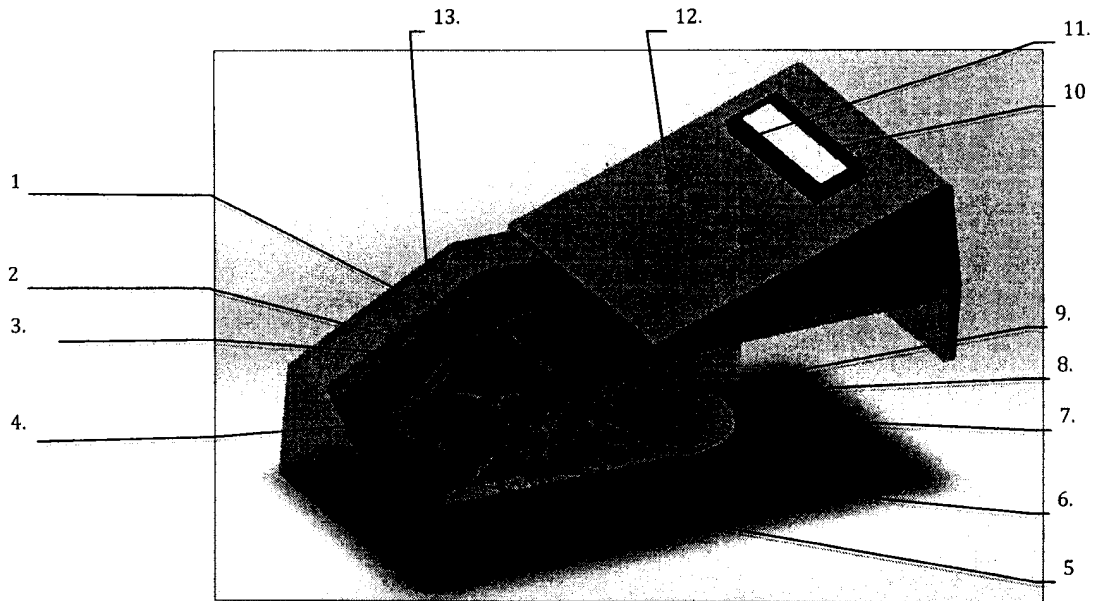


Figure 2

Figure 3

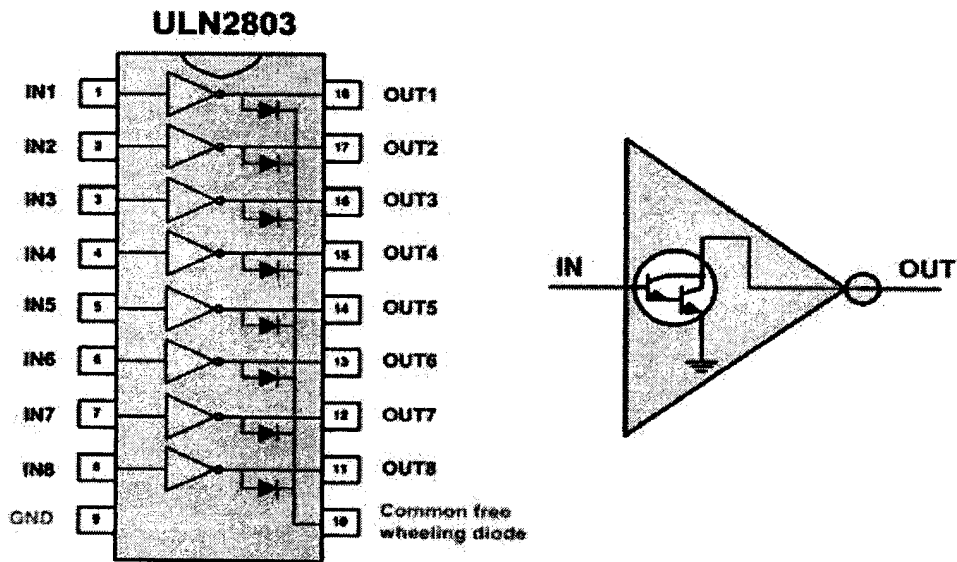


Figure 4

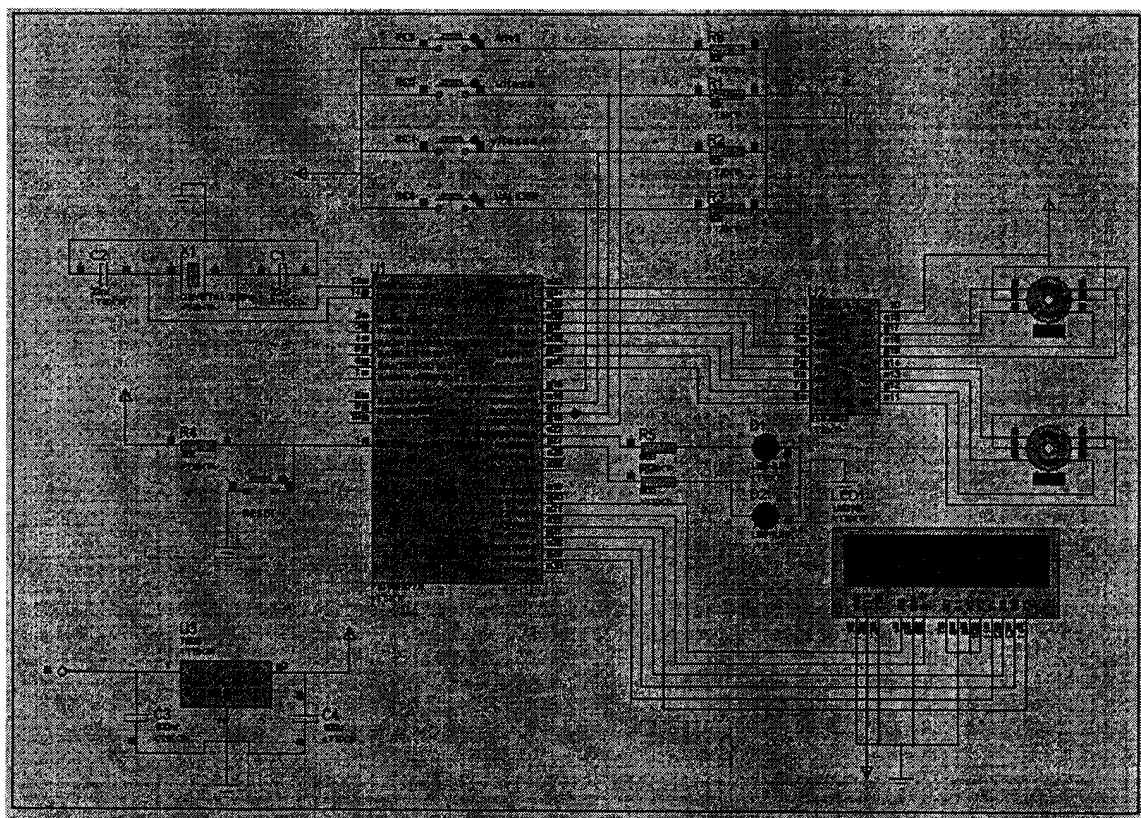
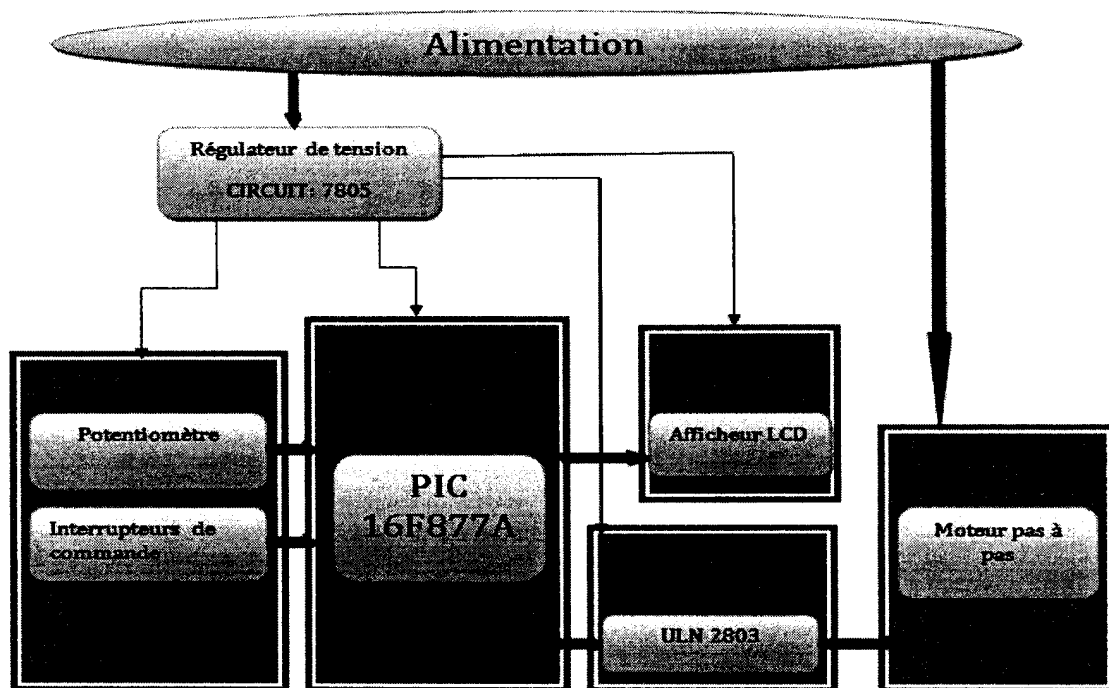


Figure 5

Figures 6

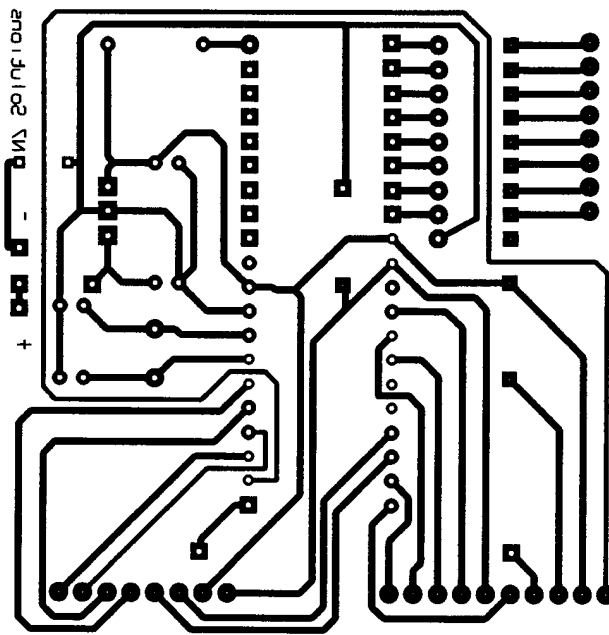
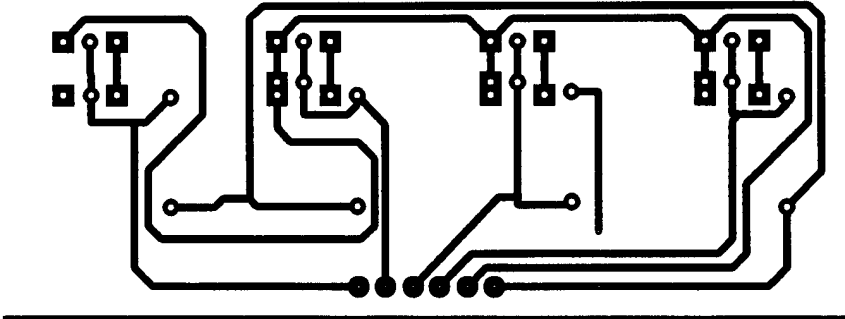


Tableau 2

```

char *text = " Faculte de";
char *text1 = " medecine";
int vitess=5;
char vitess_str[6];
char *bnjour = "*** Bonjour ***";
char *vitesse = ">>> Vitesse <<<";
int oldstate0,oldstate1,oldstate2,oldstate3,j=0,i=0,x=0;
void tempo(int);
void main() {
TRISA=0xFF;
TRISB=0x00;
TRISC=0x00;
TRISD=0x00;
TRISE=0x00;
PORTA=0x00;
PORTB=0x00;
PORTC=0x00;
PORTD=0x00;
Lcd_Custom_Config(&PORTC,7,6,5,4,&PORTC,2,0,3); // Initialize LCD on PORTB
Lcd_Custom_Cmd(Lcd_CURSOR_OFF); // Turn off cursor
Lcd_Custom_Out(1, 1, text); // Print text at LCD
Lcd_Custom_Out(2, 1, text1); // Print text at LCD
delay_ms(2000);
Lcd_Custom_Cmd(Lcd_Clear);
Lcd_Custom_Out(1, 1, "choix vitesse :");
Lcd_Custom_Out(2, 1,"V= 5");
//delay_ms(2000);
do {
// button RA0 ----- Button START -----
if (Button(&PORTC,0, 1, 1)) oldstate0 = 1;
if (oldstate0 && Button(&PORTC,0, 1, 0)) {
oldstate0 = 0;
Lcd_Custom_Cmd(Lcd_Clear);
Lcd_Custom_Out(1, 1, " AGITATION");
Lcd_Custom_Out(2, 1, " en cours");
i=1;
j=0;
while(j<120*3) // le moteur vis ecrou descente porte malaxeur
{
PORTD = 0x80;
delay_ms(5);
PORTD = 0x40;

```

```

delay_ms(5);
PORTD = 0x20;
delay_ms(5);
PORTD = 0x10;
delay_ms(5);
j++;
}
PORTD=0x00;
//delay_ms(1000);
while(i)
{
PORTB = 0x01;
tempo(vitess);
PORTB = 0x02;
tempo(vitess);
PORTB = 0x04;
tempo(vitess);
PORTB = 0x08;
tempo(vitess);
}
PORTD=0x00;
PORTB=0x00;
}
//-----
// bouton RA1 ----- Button (+) vitesse -----
if (Button(&PORTC, 1, 1, 1)) oldstate1 = 1;
if (oldstate1 && Button(&PORTC, 1, 1, 0)) {
oldstate1 = 0;
vitess=vitess+1;
intToStr(vitess, vitess_str);
Lcd_Custom_Out(2, 0, vitess_str);
Lcd_Custom_Out(2, 1,"V=");
}
//-----
// bouton RA2 ----- Button (-) vitesse -----
if (Button(&PORTB, 4, 1, 1)) oldstate2 = 1;
if (oldstate2 && Button(&PORTB, 4, 1, 0)) {
oldstate2 = 0;
vitess=vitess-1;
intToStr(vitess, vitess_str);
Lcd_Custom_Out(2, 0, vitess_str);
Lcd_Custom_Out(2, 1,"V=");
}
//-----
} while(1);
}
void tempo(int y) {
x=0x00;
while(x<y)

```

```
{
  delay_us(2500);
  x++;
  // button RC3 ----- Arret---
  if (Button(&PORTD, 2, 1, 1)) oldstate3 = 1;
  if (oldstate3 && Button(&PORTD, 2, 1, 0)) {
    oldstate3 = 0;
    Lcd_Custom_Out(1, 3, "Arret Moteur");
    Lcd_Custom_Out(2, 7, "...");
    i=0;
    j=0;
    //-----
    while(j<120*3) // le moteur vis ecrou monté du porte malaxeur
    {
      PORTD = 0x10;
      delay_ms(5);
      PORTD = 0x20;
      delay_ms(5);
      PORTD = 0x40;
      delay_ms(5);
      PORTD = 0x80;
      delay_ms(5);
      j++;
    }
    //delay_ms(100);
    Lcd_Custom_Cmd(Lcd_Clear);
    Lcd_Custom_Out(1, 1, bnjour);
    //delay_ms(500);
    Lcd_Custom_Out(1, 1, vitesse);
  }
}
```