

Impact des paramètres instrumentaux sur la précision des analyses



N. DUPUY

**LABORATOIRE D'INSTRUMENTATION EN SCIENCES
ANALYTIQUES, EA 4672
EQUIPE MÉTHODOLOGIE ET TRAITEMENT DE L'INFORMATION
EN CHIMIE ANALYTIQUE
AIX-MARSEILLE UNIVERSITÉ**



13èmes rencontres Heliospir, « LA METROLOGIE DE LA SPECTROSCOPIE PIR -
MIEUX MESURER LES SPECTRES

Paramètres instrumentaux

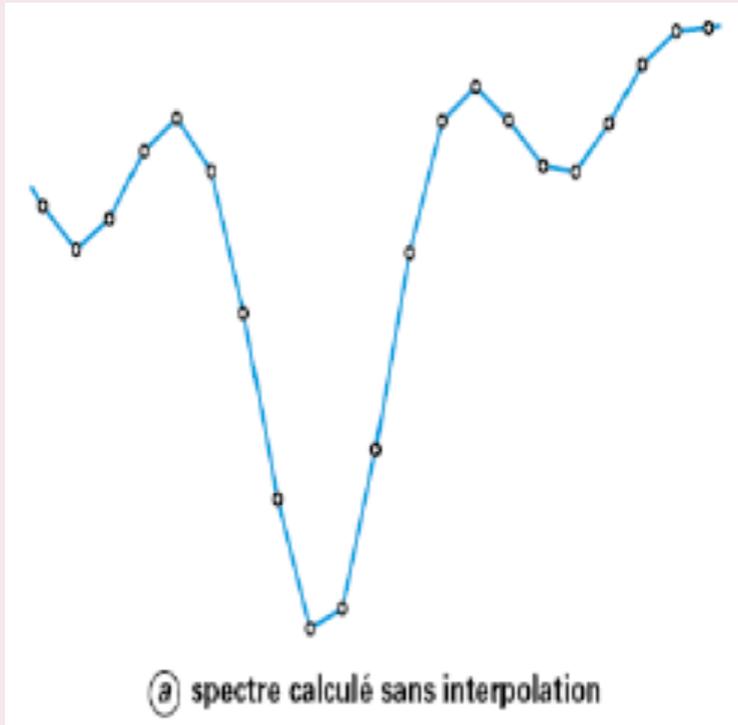


- L'algorithme de la TF impose des contraintes sur les bornes du calcul et sur le nombre de points.

Amélioration de l'allure de la courbe par interpolation.

Augmentation artificielle de la taille de l'interférogramme (obligatoirement par puissance de 2) par ajout de zéros aux extrémités (où les valeurs sont quasi-nulles)

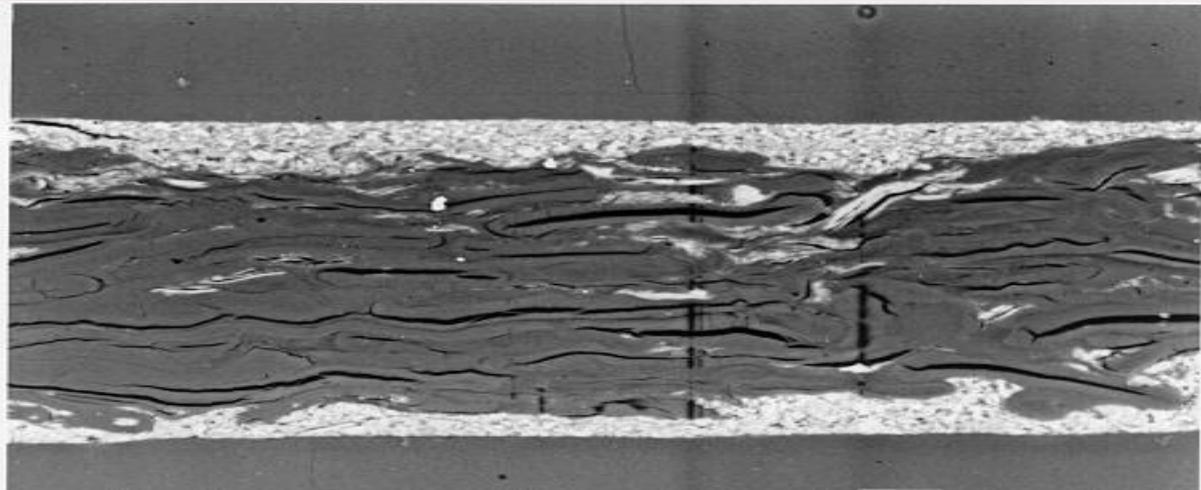
Paramètres instrumentaux



Couchage de papiers



Vue en coupe d'un papier couché



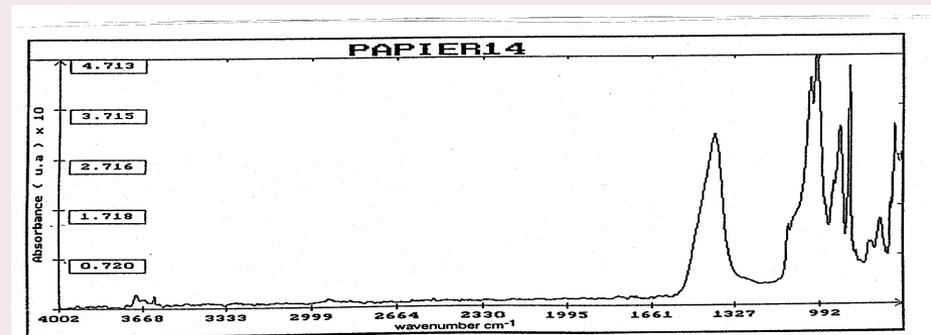
Couchage de papiers



- Choix de la technique d'échantillonnage en MIR

ATR analyse de surface

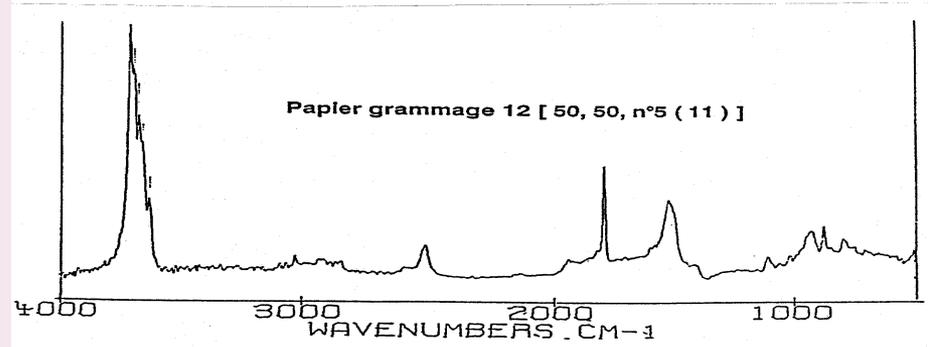
Spectre du couchage



Réflexion diffuse

Spectre du couchage et

De la cellulose

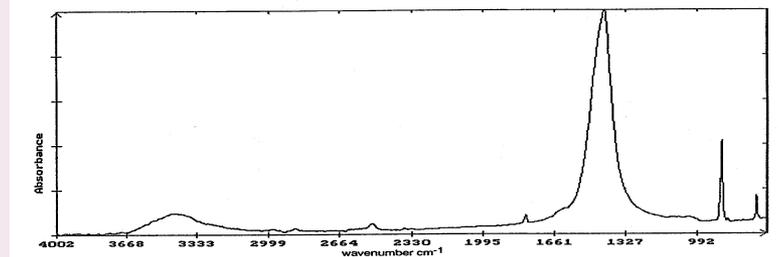


Couchage de papiers

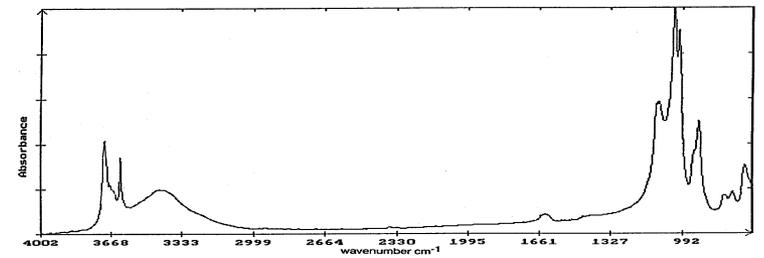


➤ Spectres des constituants du couchage

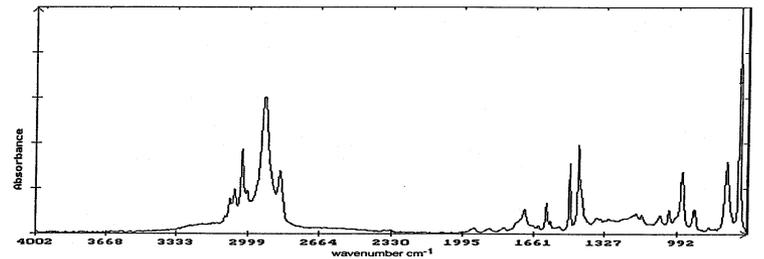
Carbonate de calcium



Kaolin



Latex (styrène-butadiène)



Paramètres instrumentaux



- Impact de la résolution spectrale sur les résultats de prédiction

Enregistrement des interférogrammes de chaque échantillon pour une résolution de 1 cm^{-1} .

Accumulation : $M = 300$ scans

le rapport S/B est amélioré comme \sqrt{M}

Pas de zerofilling

Reconstruction des spectres à différentes résolutions en coupant l'interferogramme

2, 4, 8, 16 cm^{-1}

Couchage de papiers



- Première partie

La charge minérale est constante (50% Kaolin-50% Carbonate de calcium)

Variation de la composition en latex (69%Styrène-27% Butadiène) par rapport au mélange Kaolin-carbonate de calcium

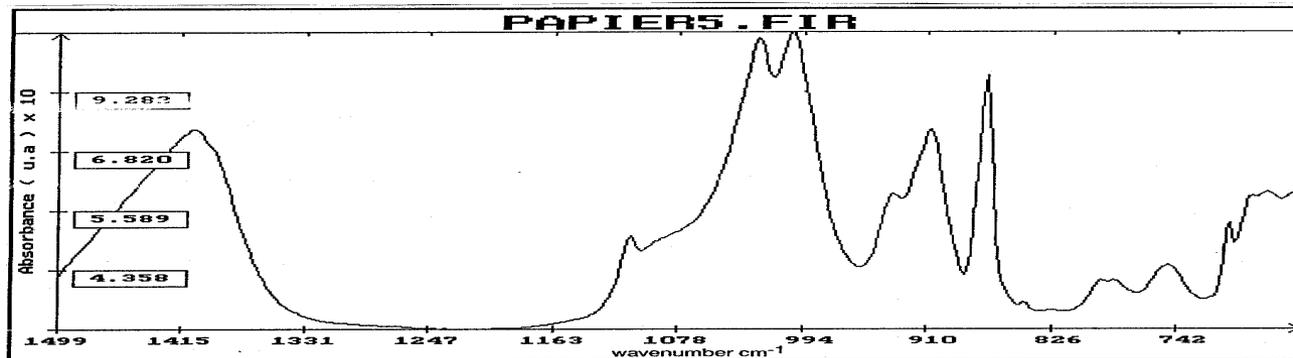
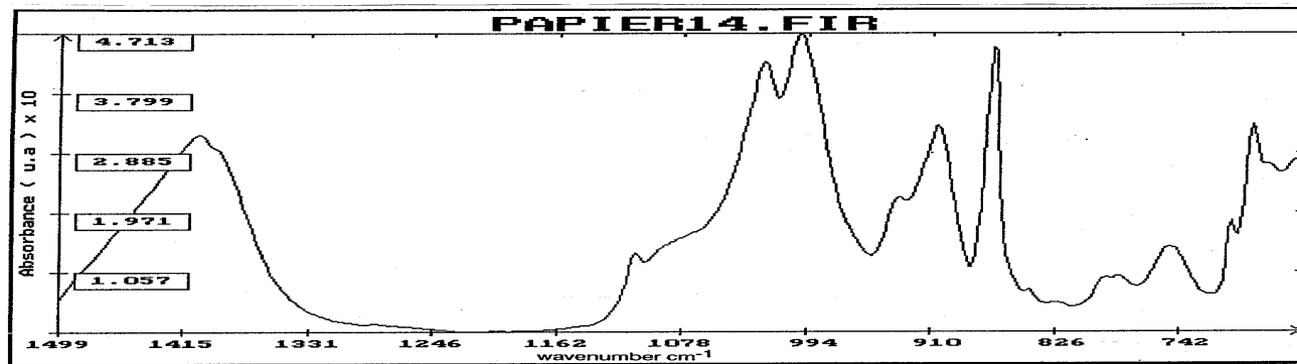
Rapport de poids Latex/charge

5, 6, 7, 9, 11, 12, 13, 15, 17, 18, 19, 21, 23, 24, 25

Couchage de papiers



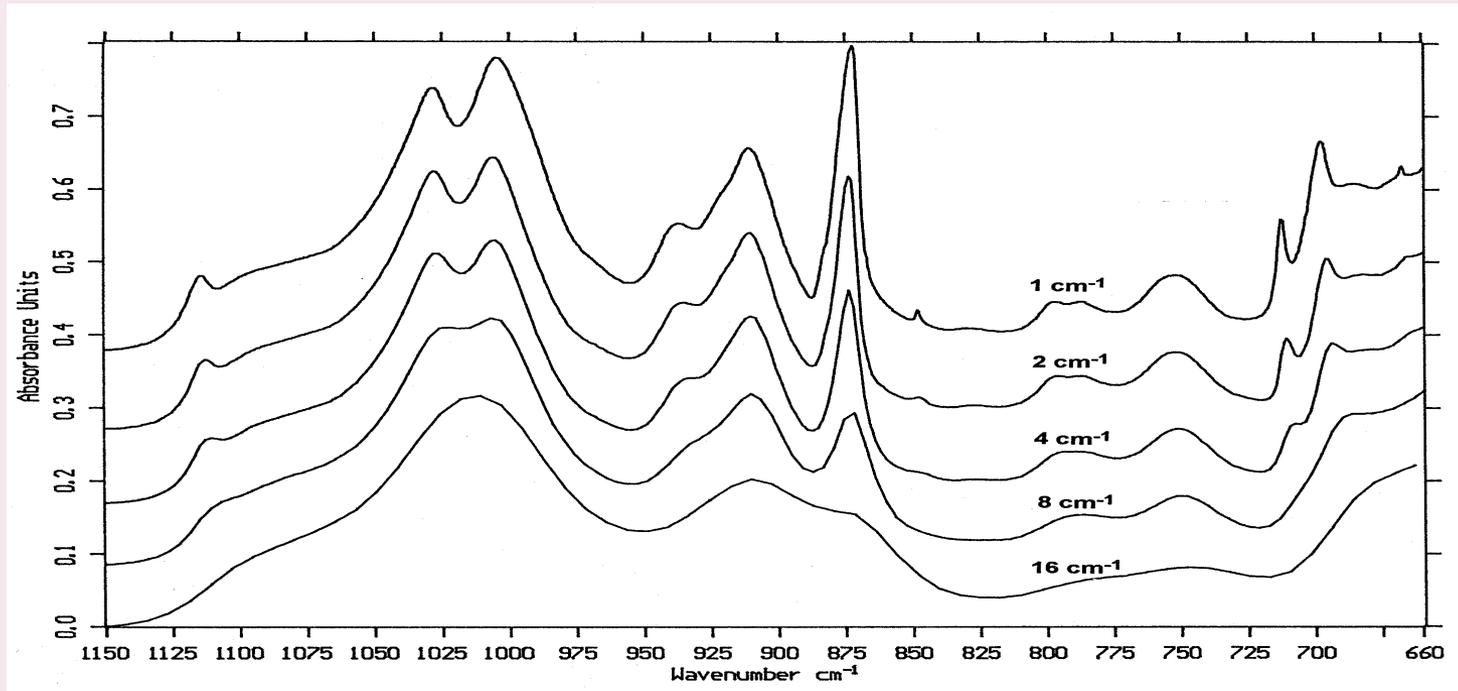
➤ Spécificité des informations spectrales



Couchage de papiers



- Impact de la résolution spectrale sur les résultats de prédiction



Couchage de papiers

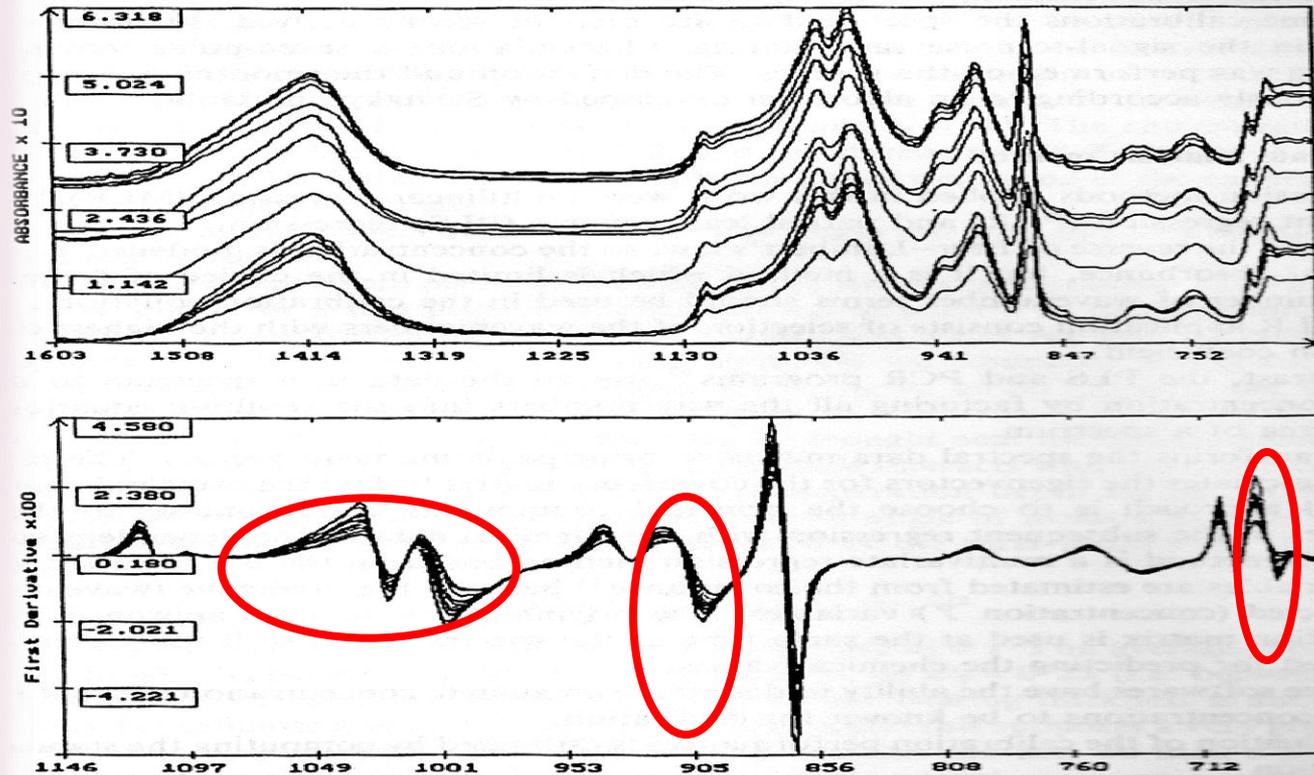


Figure 1. (a) Absorbance and (b) first-derivative spectra used in the study

Couchage de papiers



Résultats

Résolution	Absorbance		Dérivée première		Dérivée seconde	
	SEC	SEP	SEC	SEP	SEC	SEP
1	0.374	0.400	0.635	8.830	0.127	0.276
2	0.605	0.663	0.077	0.242	0.303	0.491
4	0.049	0.226	0.072	0.147	0.090	0.234
8	0.089	0.256	0.067	0.239	0.039	0.236
16	0.274	0.304	0.049	0.243	0.118	0.201

Couchage de papiers



- Résolution moyenne
- Pas de zérofilling
- Pas d'impact des fonctions d'apodisation
- Test des traitement spectraux

Analyse de fiouls lourds



Projet AIRCLAIR (Amélioration de l'impact environnemental et réduction de consommation des moteurs à fuel lourd, par l'analyse infrarouge)

Project leader:

C.M.R. (Measurement Control Regulation)

Industrial Partners:

CMN (Compagnie de Navigation South) - SP3H

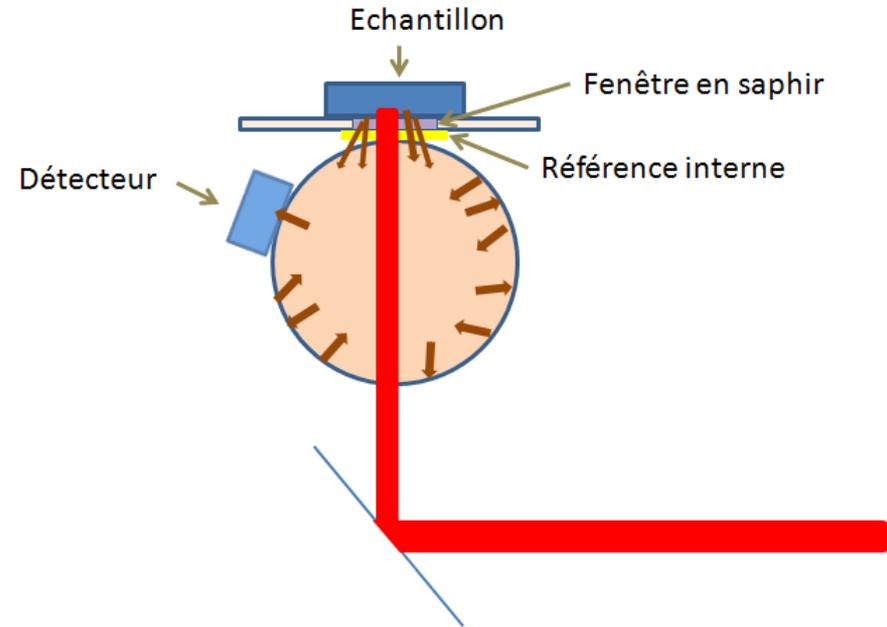
Research partners:

ECM – Aix-Marseille Université





Proche infrarouge: Thermo Nicolet ANTARIS



Sphère d'intégration

Paramètres d'enregistrement:

4cm^{-1}

64 accumulations

zérofilling = 0

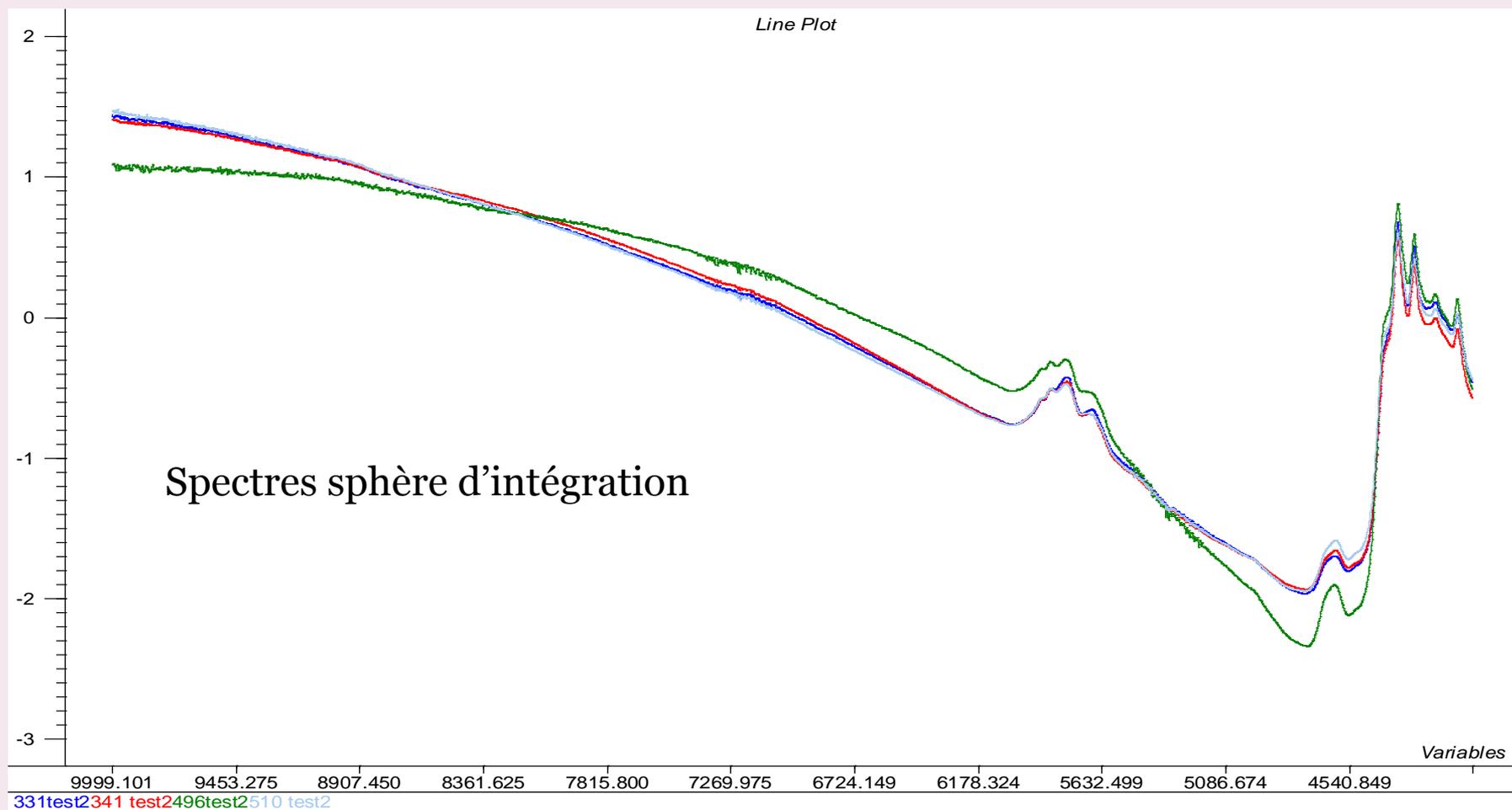
zone spectrale 1 $5000\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$

zone spectrale 2 $6500\text{-}5000\text{ cm}^{-1}$



Support avant et après imprégnation

Analyse de fiouls lourds



Analyse de fiouls lourds



Paramètres d'enregistrement:

4cm^{-1}

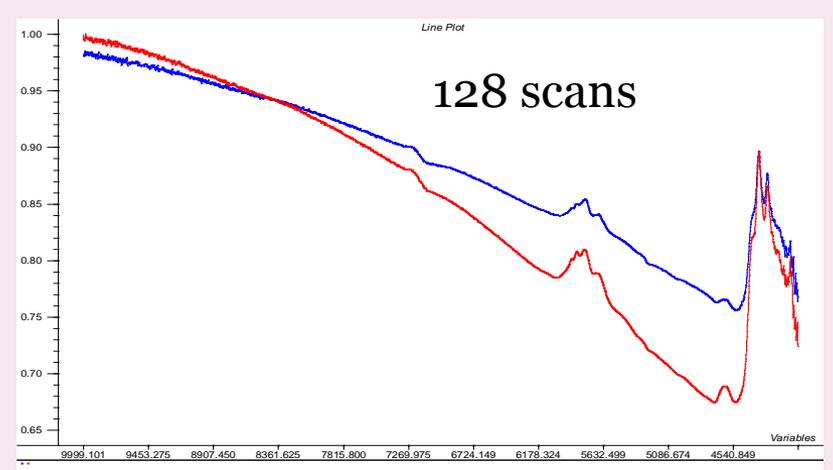
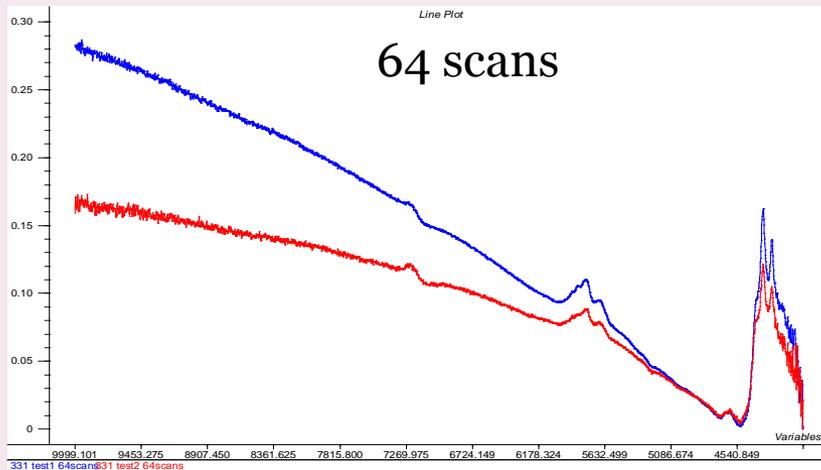
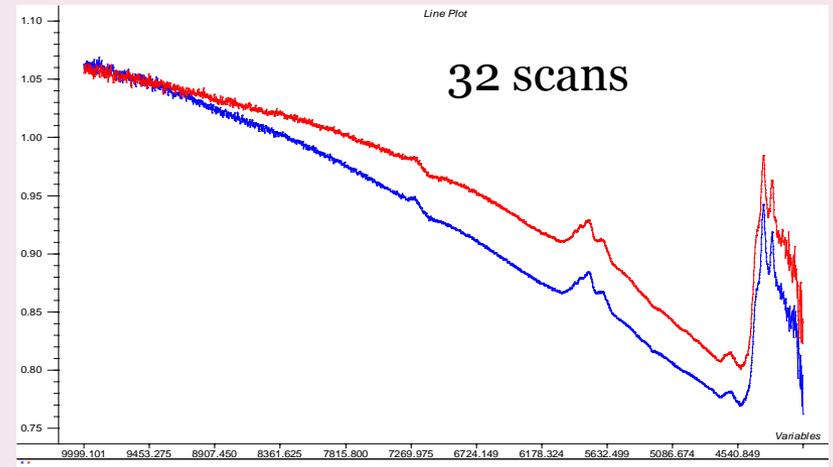
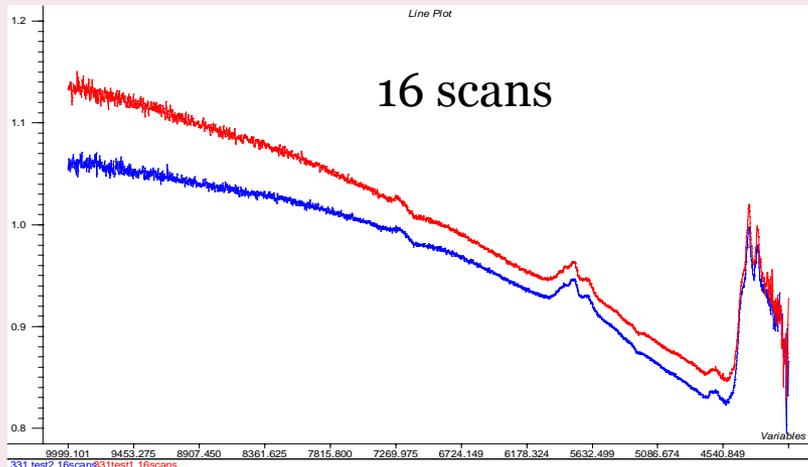
zérofilling = 0

zone spectrale $10000\text{-}4500\text{ cm}^{-1}$

Analyse de fiouls lourds



Fibre optique



Analyse de fiouls lourds



- Paramètres étudiés

- CCAI

$$CCAI = D - 140.7 \log(\log(V + 0.85)) - 80.6 - 483.5 \log\left(\frac{t + 273}{323}\right)$$

D= density at 15°C (kg/m³)

V= viscosity (cST)

t = viscosity temperature (°C)

- Teneur en soufre

Analyse de fiouls lourds



NIR1	Domaine	R²	Sec	NF	R²	SEP
CCAI	867-789	0.93	6.11	4	0.92	6.28
Soufre	0.22-3.49	0.99	0.12	12	0.96	0.27

NIR2	Domaine	R²	Sec	NF	R²	SEP
CCAI	867-789	0.86	8.27	4	0.84	8.5
Soufre	0.22-3.49	0.99	0.08	13	0.97	0.23

Fibre	Domaine	R²	Sec	NF	R²	SEP
CCAI	867-789	0.91	6.9	7	0.84	8.38
Soufre	0.22-3.49	0.86	0.47	5	0.82	0.86

Analyse de fiouls lourds



- Choix de la méthode de présentation de l'échantillon
- Importance des accumulations
- Choix des zones spectrales – Intérêt de la sélection des variables

Impact des paramètres instrumentaux sur la précision des analyses



MERCI POUR VOTRE ATTENTION