

FTIR

AVANT CHAQUE SEANCE DEMANDER A AMELIE/MAXIME/JULIUS DE METTRE DE L'AZOTE

Séquence allumage : 1) Spotlight 400 → 2) transformateur → 3) écran ou ordinateur (normalement toujours allumé) et ouvrir **Spectrum Image**

Séquence extinction : 3) → 2) → 1)

ATTENTION : Au début de chaque séance : « Option » → « Répertoire » → choisir/créer le dossier cible

I. Préparations mesure :

1) Mise en place de la machine :

- a) Retirer le cache de la patine et la mettre en dessous si on travaille en reflectance
- b) Ouvrir « Spectrum Image » → Mode « **Attached instrument** » → mode « point » ou « map » (/!\ PAS DE MODE ATR)
- c) Respecter les instructions à l'écran. Attention : **!!sélectionner le mode réflectance même s'il semble déjà sélectionné !!**
- d) Faire les mesures 20 min après l'insertion d'azote.

2) Travail pré-mesure sur l'échantillon :

- a) Placer l'échantillon **le plus plat possible** sur la patine et **faire le focus (Z)** sur la vision caméra à l'écran.
- b) Faire un balayage en X et Y pour être sûr que l'échantillon est bien plan.
- c) Se placer approximativement au centre de l'échantillons pour **définir le point d'origine** : « Option » → « Origin... » → « Zero X,Z,Y »
- d) Prendre les mesures approximatives de **la taille de l'échantillon** pour la taille de la carte.
- e) Faire une **carte en lumière naturelle** de tout l'échantillon.
 - a. **En mode « Point »**, trouver le plus petit grain dans la résine et déterminer la taille de l'aperture (dans le menu de droite) pour la mesure (taille minimum : 20 µm)
 - b. **En mode « Map »** : Déterminer la zone à cartographier avec un click gauche and drag → Click droit, propriété permet les informations pour faire le bon background.

II. Mesure :

1) Mesure spotlight et Spectrum image :

- a) Faire le background correspondant aux conditions d'analyse déterminées. Prendre la **pastille d'or**, s'assuré de sa propreté avant de la placer sur la patine. **Attention de ne jamais la toucher avec les doigts.**
- b) Faire le focus sur une zone non rayée (luminosité 14%).

- c) Avant de lancer le background, vérifier le mode point, la taille de l'aperture, le mode réflexion.
- d) "Scan" → "Set up instrument " → 2.00 cm^{-1} → delta interval (auto): 0,5
- e) « Scan » → « Background » → range: 4000-550 → Nb de scan : environ 50 → lancer acquisition du background. **!\ Intervalle**
- f) **Remettre immédiatement la pastille en or dans son étui** pour limiter les contaminations.
- g) **Remettre l'échantillon** et placer la caméra au centre de l'échantillon
- h) Enregistrer le centre de l'échantillon : « Option » → « origin » → « zéro X,Y,Z »
- i) **Insérer les valeurs de dimensions** de l'échantillon établies plus tôt : View → stage format
- j) **Retirer l'effet mosaïque** pour la prise de la carte : Prendre un point dans un endroit de résine propre → ajuster le focus au mieux → « Survey » → « Sample image invisible »
- k) **Lancer l'acquisition de la carte générale de l'échantillon** : Icone graphe blanc et jaune ou Visible survey image »
- l) "File » → « Copy image to new window" → cliquer sur la croix de remise à l'échelle → noter les **valeurs réelles** de dimension de l'image.*
- m) « Save as » format view et format bmp.*

**Optionnel pour le mode image*

2) Mode « Point » :

- a) **Traiter l'image bmp** par le logiciel de reconnaissance (i.a).
- b) Dans Spectrum : « file » → « Load Markers » → refaire le focus de la vue microscope.
- c) En mode image : Scan → Focus all Marker (prends du temps) → faire une **imprim'écran** (pour garder une trace de l'emplacement des marqueurs) avant et après la fin des mesures.
- d) Retour en mode point → « scan » → « Scan all marker » (attention à ne pas dépasser 300 points par session de mesure)
- e) Remplir le préfixe → **s'assurer du « save automatically »** → vérifier l'intervalle (0,5) → rentrer le nombre de step souhaité (par exemple 20 ou 30 par point de mesure)

i. Logiciel reconnaissance des grains :

- a) Dans la console, entrer **la ligne de commande «julia centers.jl»** → Ouvrir l'image en format bmp.
- b) Rentrer les dimensions de taille réelle (1)k de l'échantillon → la taille des grains trop petit (2x l'aperture) → Taille de l'aperture.
- c) Lancer l'acquisition, le résultat est directement enregistré et peut être insérer dans Spectrum. **!\ Nombre maximal de grains analysable : 300.**

b) Mode Map :

- a) Sélectionner la zone d'intérêt par click gauche → click droit → lancer l'acquisition en fonction des paramètres souhaités.
- b) Attention, **une carte ne peut pas dépasser 700Mb** sinon elle ne pourra pas être traitée

Traitement des données mode « Point » :

- 1) Ouvrir les spectres dans spectrum mode « déconnecté de la machine »
- 2) Trier les spectres un à un pour retirer les spectres de mauvaise qualité ou de résine
- 3) « Exporter » → sélectionner un dossier dédié cible → format CVS
- 4) Ouvrir « Quanti Minéraux Lourds Win 10 »
- 5) « Load spectra » → sélectionner les fichiers cvs → zone de calcul « 1500 » à « 550 »,
coeff de corrélation : « 0,95 »
- 6) Si nécessaire regarder la BD et décocher certains minéraux avant de relancer un calcul.
- 7) « Save project » → dans le dossier cible