

FTIR

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

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
- b) Ouvrir « Spectrum Image » → Mode « **Attached instrument** » → mode « point » ou « map » (/!\ PAS DE MODE ATR)
- c) Respecter les instructions à l'écran et attendre la fin de l'initialisation.
- d) Sur la fenêtre horizontale à gauche, **sélectionner le mode « réflectance » même s'il semble déjà sélectionné**
- e) Mettre le cache en dessous de la patine
- f) Placer l'échantillon de manière la plus plane possible sur le support
- g) Pour le mode point : Faire une première vue de l'échantillon pour déterminer la taille de l'ouverture. Ouverture minimum idéale : 40 μm mais peut descendre à 20 μm si nécessaire.
- h) Passer à l'étape suivante minimum **20 min** après le remplissage d'azote.

II. Mesure en « mode point » (appareil à température):

1) Le background

- a) Faire le background correspondant aux conditions d'analyse déterminées : Prendre la **pastille d'or**, s'assurer de sa propreté avant de la placer sur la patine. **!! Attention de ne jamais la toucher avec les doigts et ne jamais la nettoyer soit même !!**
- b) Faire le focus sur une zone non rayée (luminosité 16%).
- c) Avant de lancer le background,
 - a. En mode point, vérifier le mode point, la taille de l'ouverture, le mode réflectance.
 - b. En mode image, faire les backgrounds de toutes les conditions d'analyse qui seront faite dans la séance puis scan → « Start image background » dans absolument tous les paramètres potentiellement changeables.
- d) "Scan" → "Set up instrument " → 2.00 cm^{-1} → data interval (auto): 0,5
- e) « Scan » → « Background » → range: 4000-550 → Nb de scan : en fonction de l'échantillon → lancer acquisition du background.
- f) **Remettre immédiatement la pastille en or dans son étui** pour limiter les contaminations.
- g) Placer l'échantillon **le plus plat possible** sur la patine et **faire le focus (Z)** sur la vision caméra à l'écran.
- h) Faire un balayage en X et Y pour être sûr que l'échantillon est bien plan.
- i) Enregistrer le centre de l'échantillon : « Option » → « origin » → « zéro X,Y,Z »

- j) **Insérer les valeurs de dimensions** de l'échantillon en entier ou seulement la zone d'intérêt : View → Stage format
- k) **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 »

2) Paramètres et lancement des mesures :

- a) **Lancer l'acquisition de la photo générale de l'échantillon** : Icône graphe blanc et jaune ou Visible survey image »
- b) Si l'échantillon est trop grand, faire des acquisitions par sections en suivant la méthode 1.k). Ne pas oublier de prendre une capture d'écran annotée de chaque étape pour se retrouver.
- c) « File » → « Copy image to new window » → cliquer sur la croix de remise à la bonne échelle → noter les **valeurs réelles** de dimension de l'image.
- d) Pour faire une mesure ponctuelle : Scan → Sample Ratio → remplir les paramètres → ok
- e) « Save as » format view et format bmp.
- f) **Traiter l'image bmp** par le logiciel de reconnaissance :
 - a. **Ouvrir « centers julia »** (écran de gauche) et fermer la fenêtre « julia » grise qui apparait.
 - b. **Ouvrir l'image en format bmp**
 - c. **Entrer les dimensions réelles et la taille de l'aperture** (deux dernière cases)
 - d. Garder la fenêtre avec les marqueurs ouverte.
- g) Dans Spectrum : « File » → « Load Markers » → ouvrir la liste de marqueurs désirée
- h) **Contrôler les marqueurs** et en ajouter/effacer le cas échéant
Attention : la routine peut créer plusieurs fichiers de marqueurs (250 points max par fichier). Comparer avec la fenêtre de tous les marqueurs avant d'ajouter des points pour ne pas faire de doublons. **Ne pas dépasser 300 points** par liste de marqueurs.
- i) **Passer en mode image et refaire le focus.**
- j) Faire **l'auto-focus** : Scan → Focus all Marker (prend du temps) → faire une **imprim'écran** (pour garder une trace de l'emplacement des marqueurs).
- k) **Lancer la mesure** : Retour en mode point → « scan » → « Scan all marker » → Remplir le préfixe → **s'assurer du « save automatically »** → vérifier l'intervalle :0,5 cm^{-1} → rentrer le nombre même nombre de steps que pour la pastille d'or

III. Mode Map :

- a) Attention, **une carte ne peut pas dépasser 700Mb** sinon elle ne pourra pas être traitée
 - a. **En mode « Map »** : Déterminer la zone à cartographier avec un click gauche and drag → Click droit → propriété → lancer l'acquisition.