

*La spectroscopie PIR-AOTF
en contrôle de production
in-line de produits chimiques*

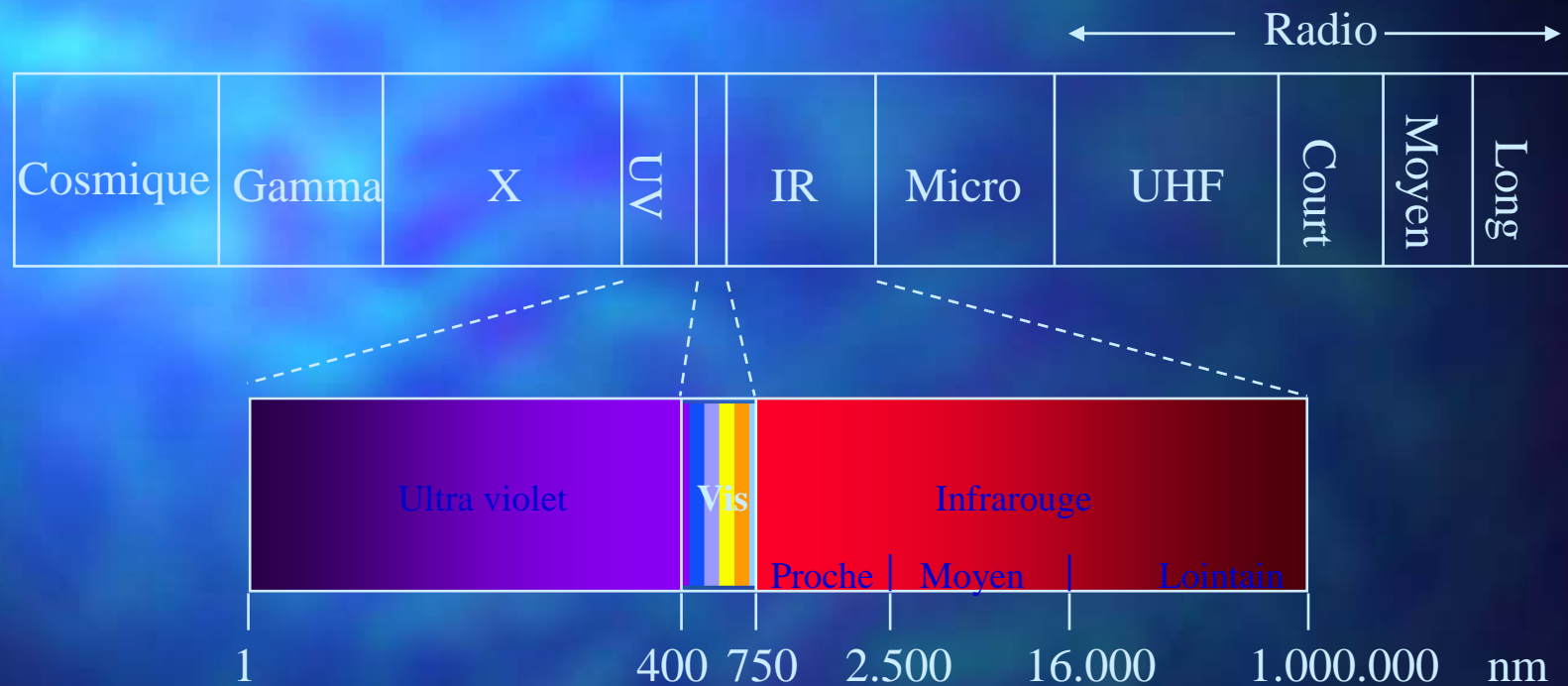
ISITEC-LAB

- Plus de 25 ans d'existence dans le secteur analytique avec plusieurs sociétés: Quanta dans les années 80 puis jusqu'à ISITEC-LAB (depuis 2007)
- Spécialisé dans le conseil, la vente et l'installation de solutions analytiques pour l'agroalimentaire, les boissons et l'environnement.
- Installation, formation et utilisation en routine comme en Recherche, de techniques PIR, PIRAOTF (Brimrose) et IRTF
- Mise en place et formation sur analyseurs mono et multi-paramétriques séquentiels, titrateurs & flux continus.

Brimrose

- **(USA)**, fondée en 1981, comme laboratoire R&D pour de nombreux programmes sur le PIR & MIR.
- Travaille avec la NASA-JPL et l'ESA
- 30% des revenus sont investis chaque année en R&D
- **Développe et fabrique:**
 - Composants optico-acoustiques pour diverses applications
 - Proche infrarouge (PIR & SPIR)
 - Moyen infrarouge (MIR)
 - Lasers et détecteurs pour l'Industrie et les applications de Laboratoire.
- **Développement d'applications spécifiques:**
process, quais de réception...

Principes du PIR

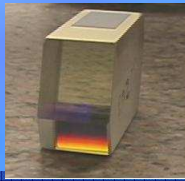


Qu'est ce que le PIR?

- Petite portion du spectre électromagnétique (700-2500 nm)
- Pas de préparation de l'échantillon: Mesure directe sur échantillons multiples
- Non-destructif
- Applicable à tout type d'échantillon: solides, liquides, boues, pâtes, gels, gaz

Qu'est ce que le PIR?

- Mesures simultanées de différentes propriétés
- Temps de réponse très court (qq secondes)
- Possibilité de mesurer autant les propriétés chimiques que physiques
- Fibres optiques en silice avec teneur OH faible, et multiplexage possible



La technologie AOTF

Cristal de TeO2

Absorbeur acoustique

Lumière blanche

Scans extrêmement rapides, grâce à la nature variable des impulsions piézoélectriques

Monochromatique

(+) faisceau diffracté

(\leftrightarrow) Polarisé

Onde acoustique de propagation

Transducteur acoustique

Source RF modulable

Faisceau d'ordre zéro

(\updownarrow) Polarisé

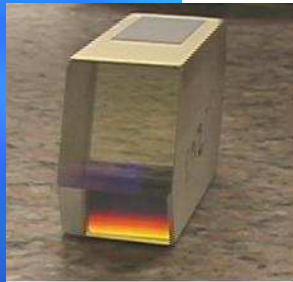
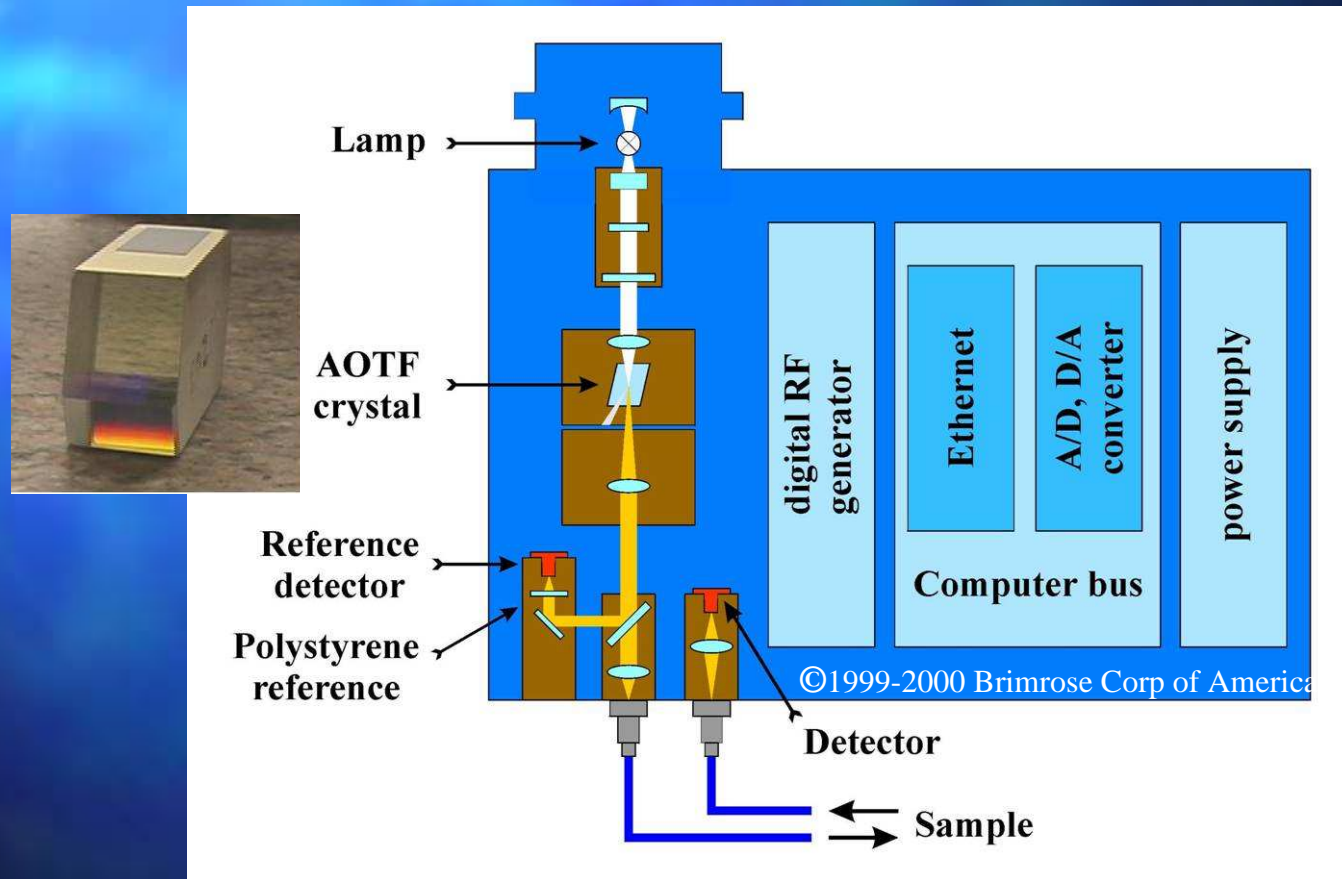
Monochromatique

(-) faisceau diffracté

Lentille STOP

Possibilité de scanner 1,000 nm en seulement 0.0625 second !

Schéma d'un Spectromètre



Contrôle du processus de régénération des solvants par analyse on-line PIR AOTF

Installation de régénération de solvant



Solvants utilisés

- De nombreux solvants sont utilisés en production, mais le Méthanol, le Toluène, MDC, et l'acétate d'Ethyle sont tout particulièrement régénérés.
- Les points de mesures:
 - Alimentation
 - Reflux
 - Interface Liquide/Vapeur

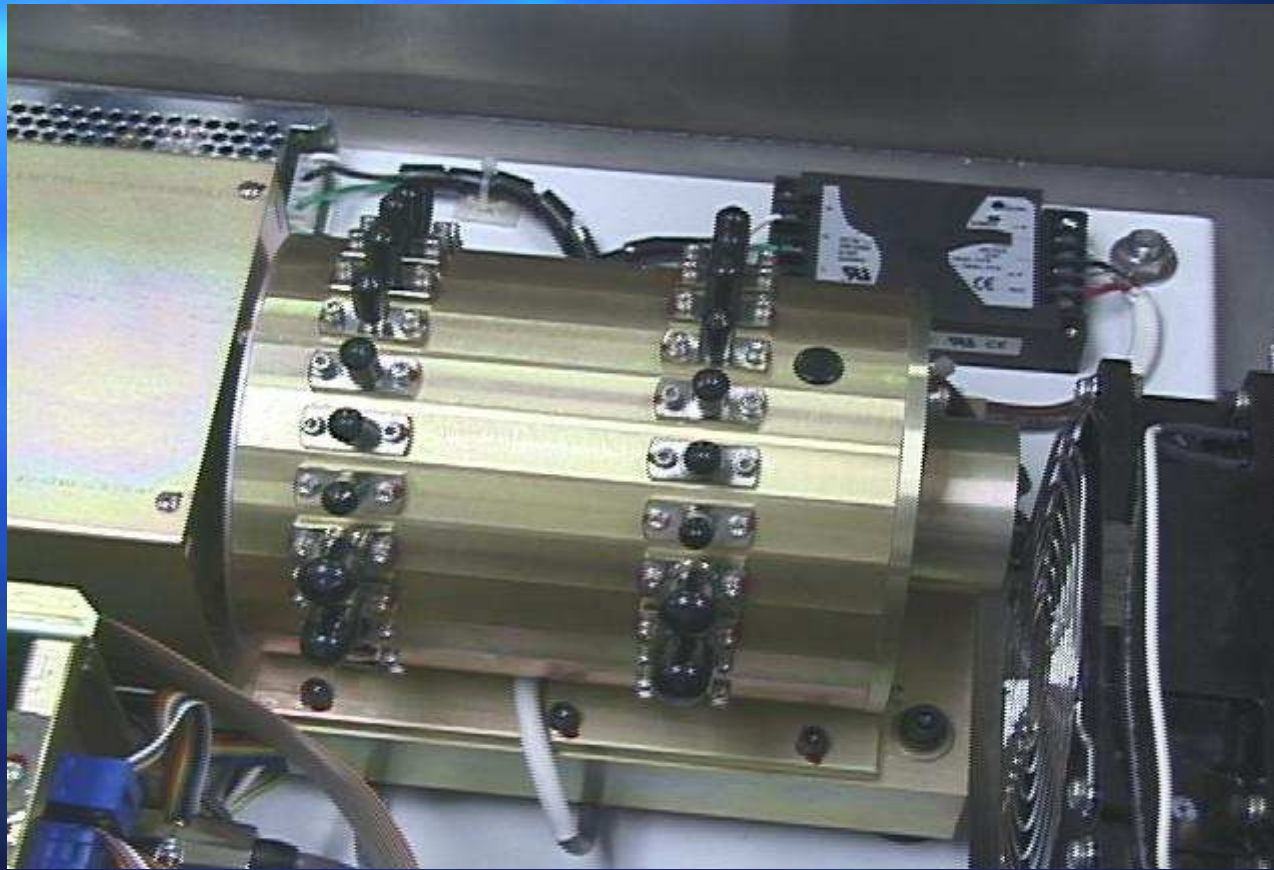
Composition typique de l'alimentation en MDC

- 82% MDC
- 15% Toluène
- 2.5% Acétone
- 0.2% Eau
- Traces d'Héptane & Méthanol (<0. 1%)

Composition typique de l'alimentation en MDC régénéré

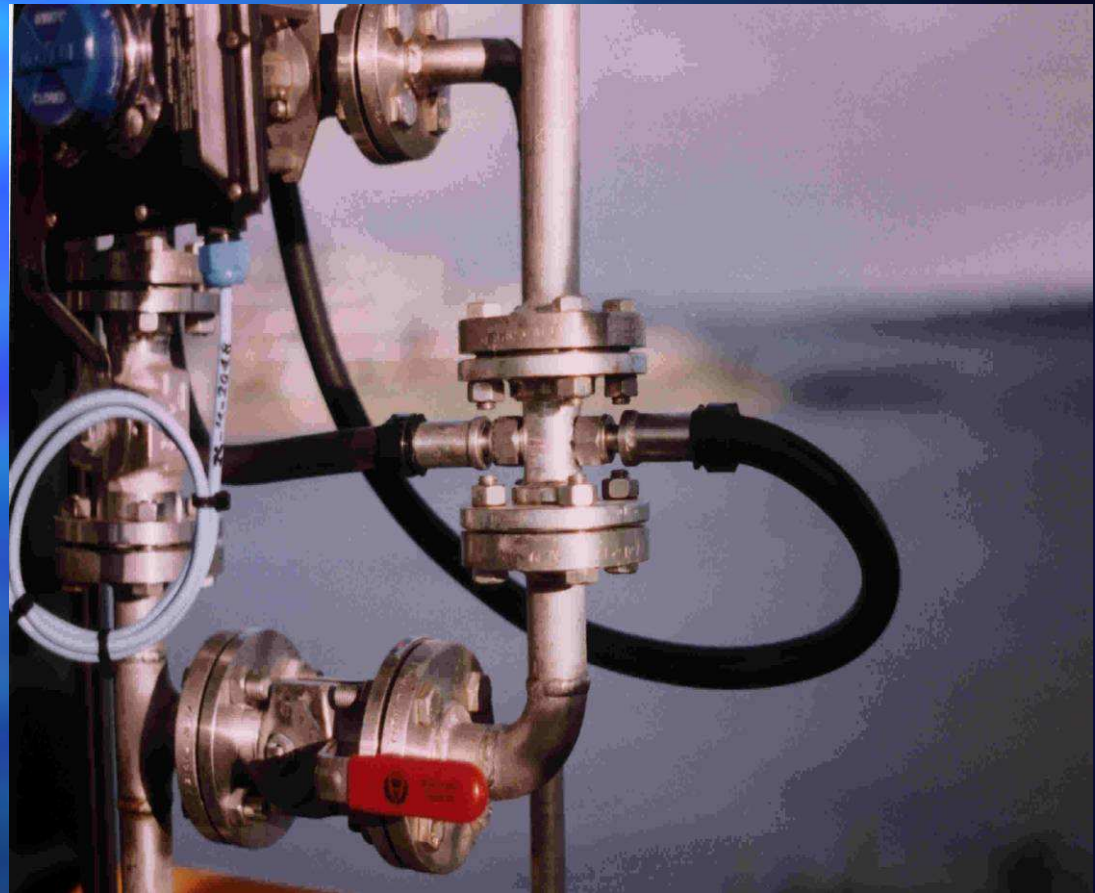
- 99.7% MDC
- 0.1% Acétone
- 0.04% Méthanol
- 0.03% Eau

Les “entrailles” de notre PIR AOTF multipléxé

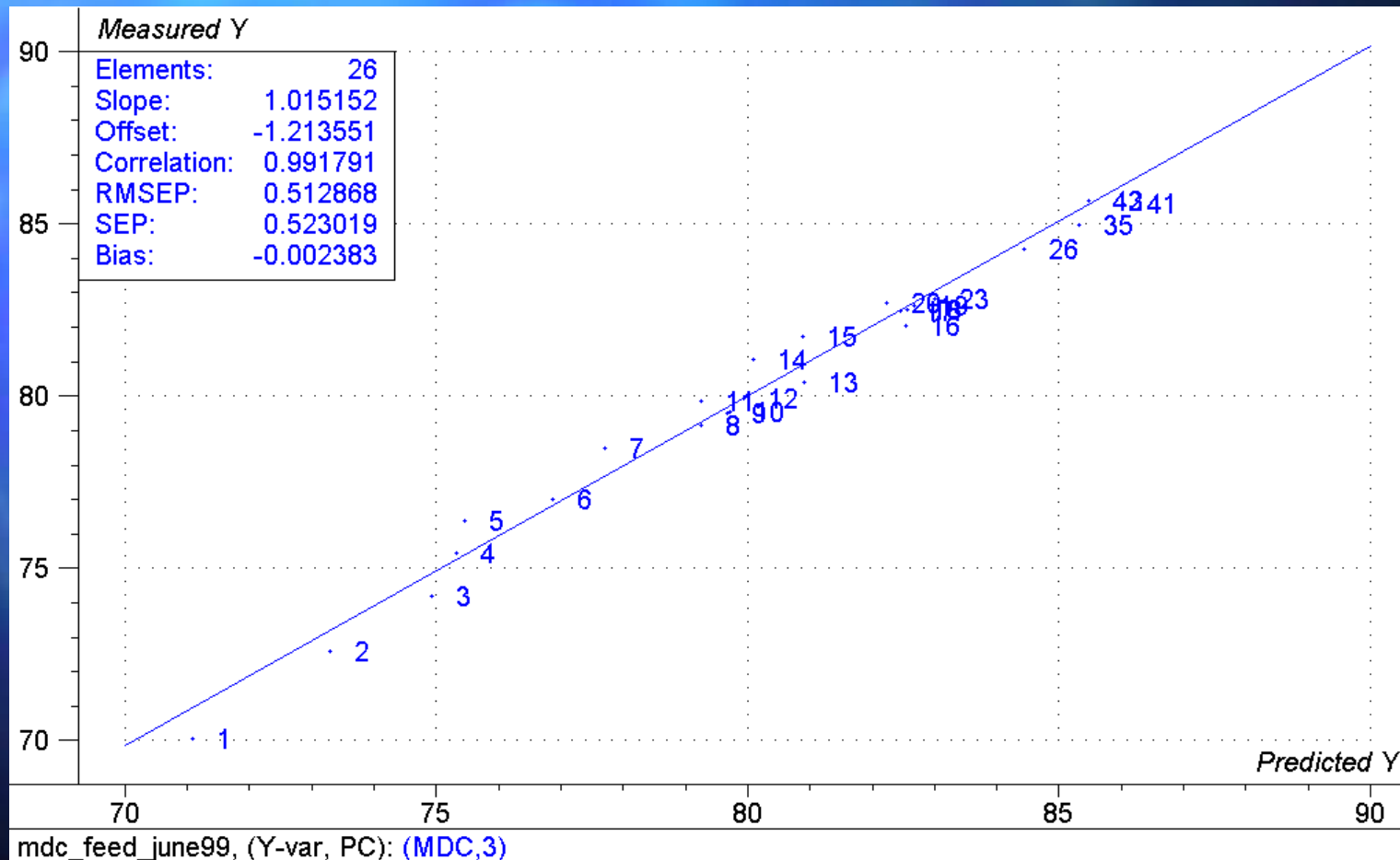


Zoom sur la cellule de mesure

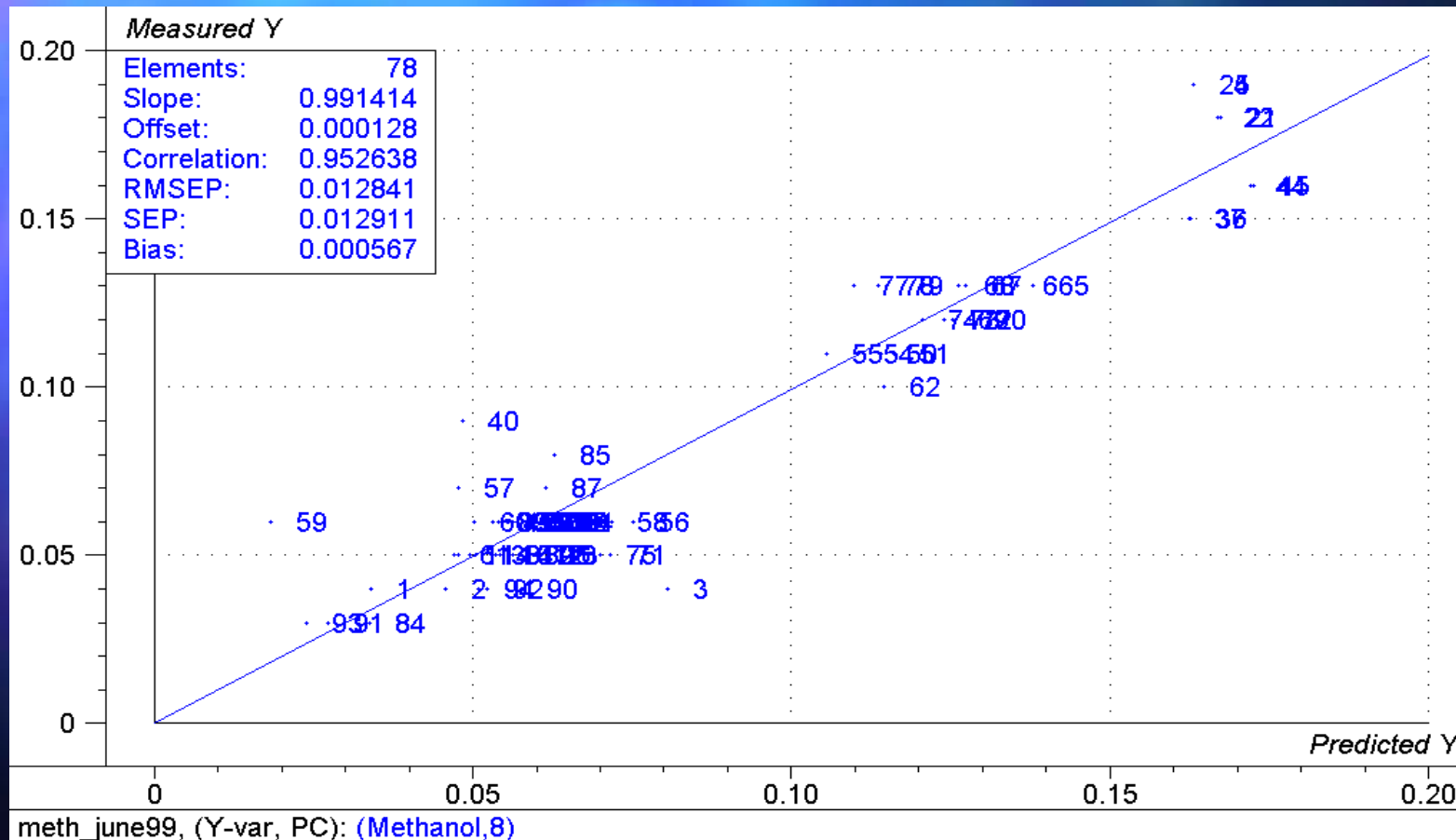
- Trajet optique de 10mm
- Longueur de fibre: 70 mètres
- Montage SS316
- Connecteurs ANSI Flange



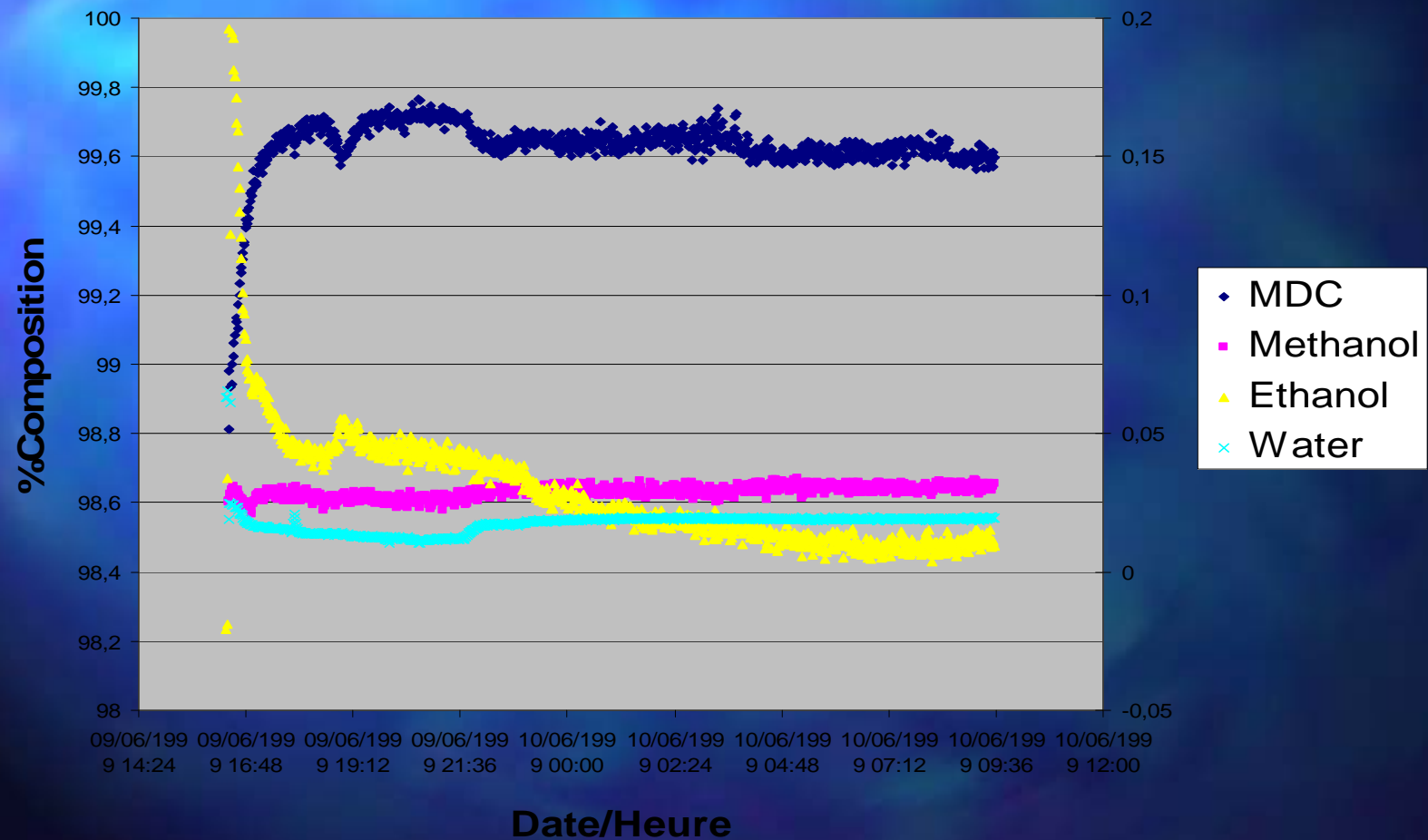
Validation du MDC



Traces de Méthanol dans le MDC



Exemple d'un diagramme de phase du MDC (09/06/99)



Conclusions

- Le Luminar 2060 ou 3060 est particulièrement adapté aux applications qui nécessitent l'usage de fibres optiques.
- Possibilité d'analyser jusqu'à 16 points de mesures différents avec le même appareil.
- On peut utiliser différentes fibres optiques (bundle, single, double bundle...) avec le même appareil sur les 16 canaux simultanément.

Conclusions

- La vitesse de balayage du spectromètre permet de mesurer en temps réel sur les 16 canaux simultanément.
- Pas de correction de "background" nécessaire car mesure en double faisceaux.
- La conception et la technologie AOTF rendent l'analyseur adapté aux conditions d'analyse et environnements difficiles.

Polyoléfines (Exemple pratique)

- Polyéthylène -- HDPE à LLDPE (Gamme de densité de 960 à 920)
- Polypropylène (Gamme de densité 960-930)
- Peut mesurer tout type d'échantillon:
Poudre, pâte, granulés...

Poudre de Polyéthylène

- Mesure In-Line, au plus proche du réacteur
- Mesure de la Densité

Analyseur PIR AOTF "free space" in-situ

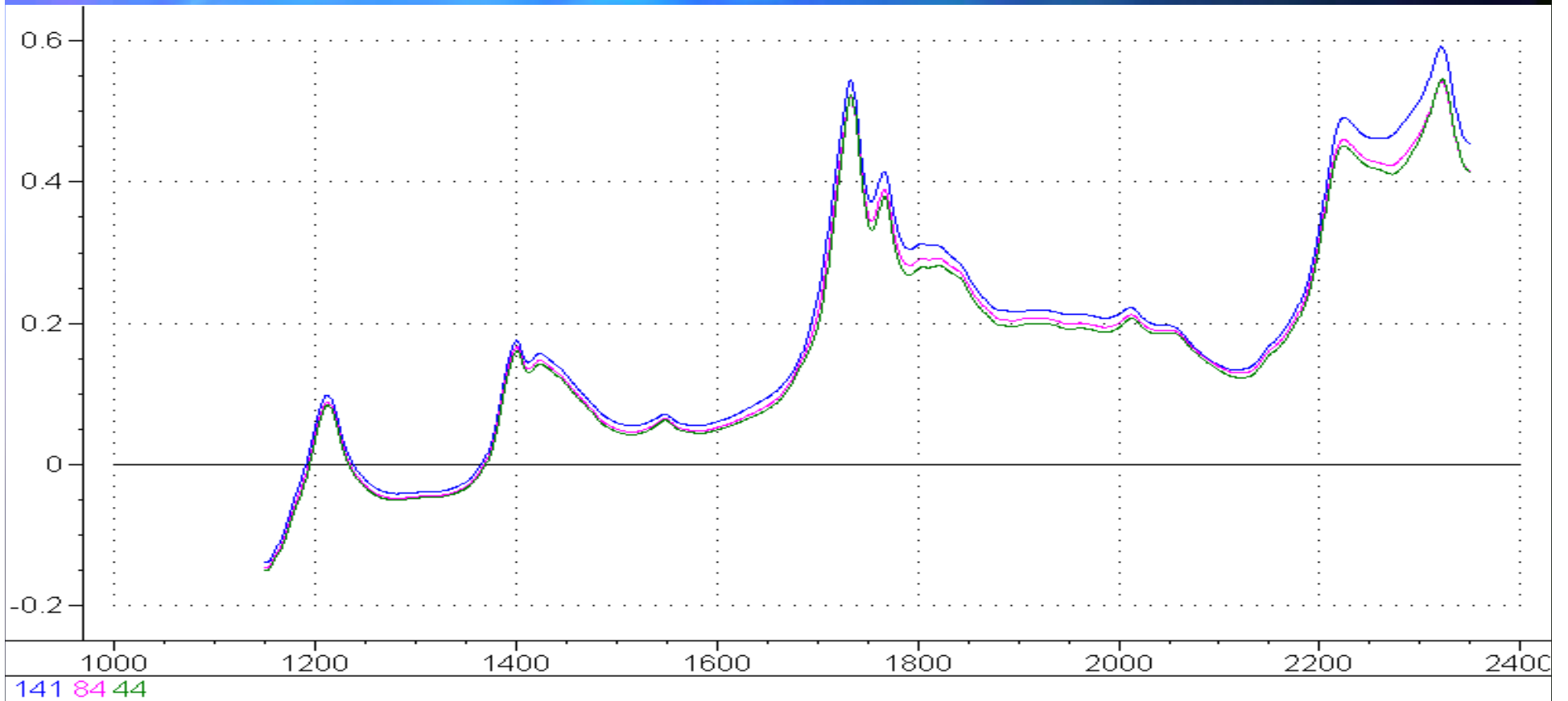


Module optique monté
directement contre la
fenêtre

Vue rapprochée sur la fenêtre

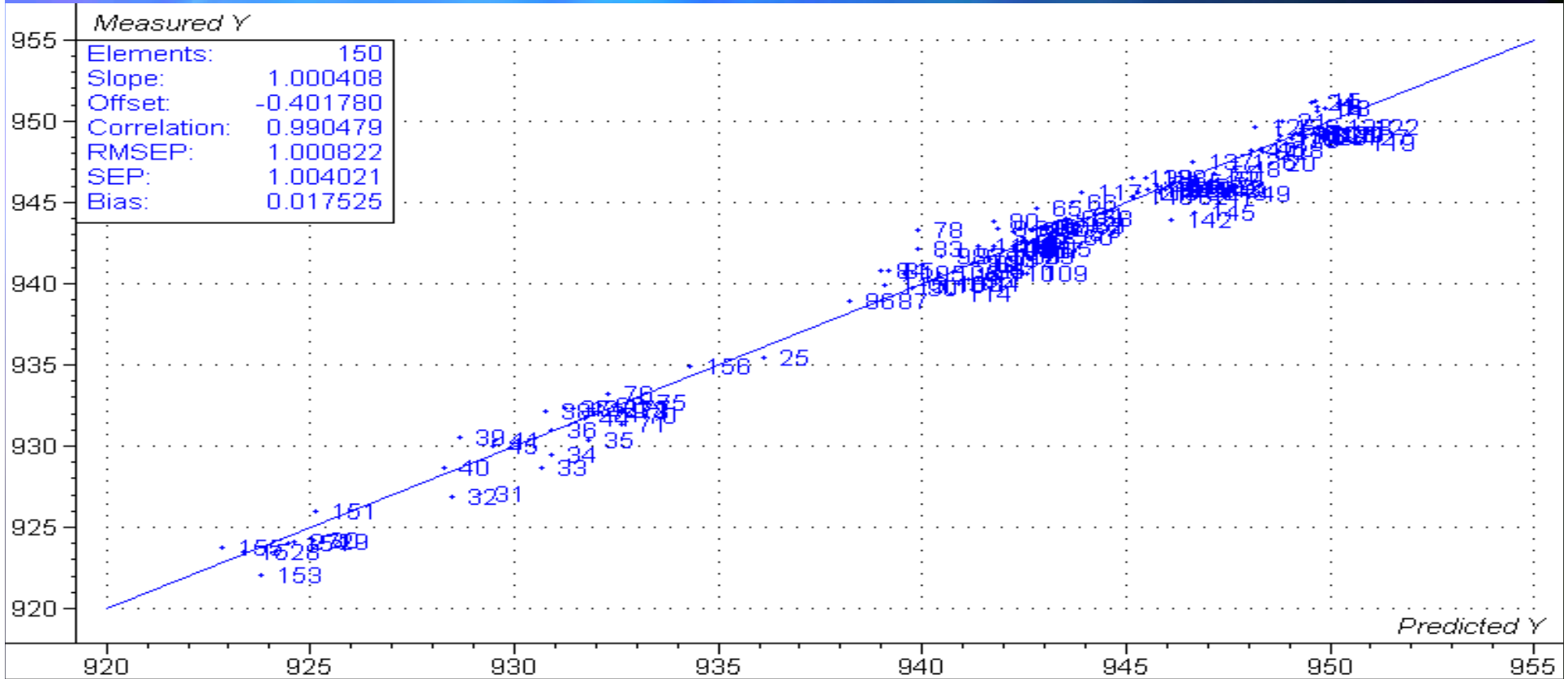


Spectres de poudres inline





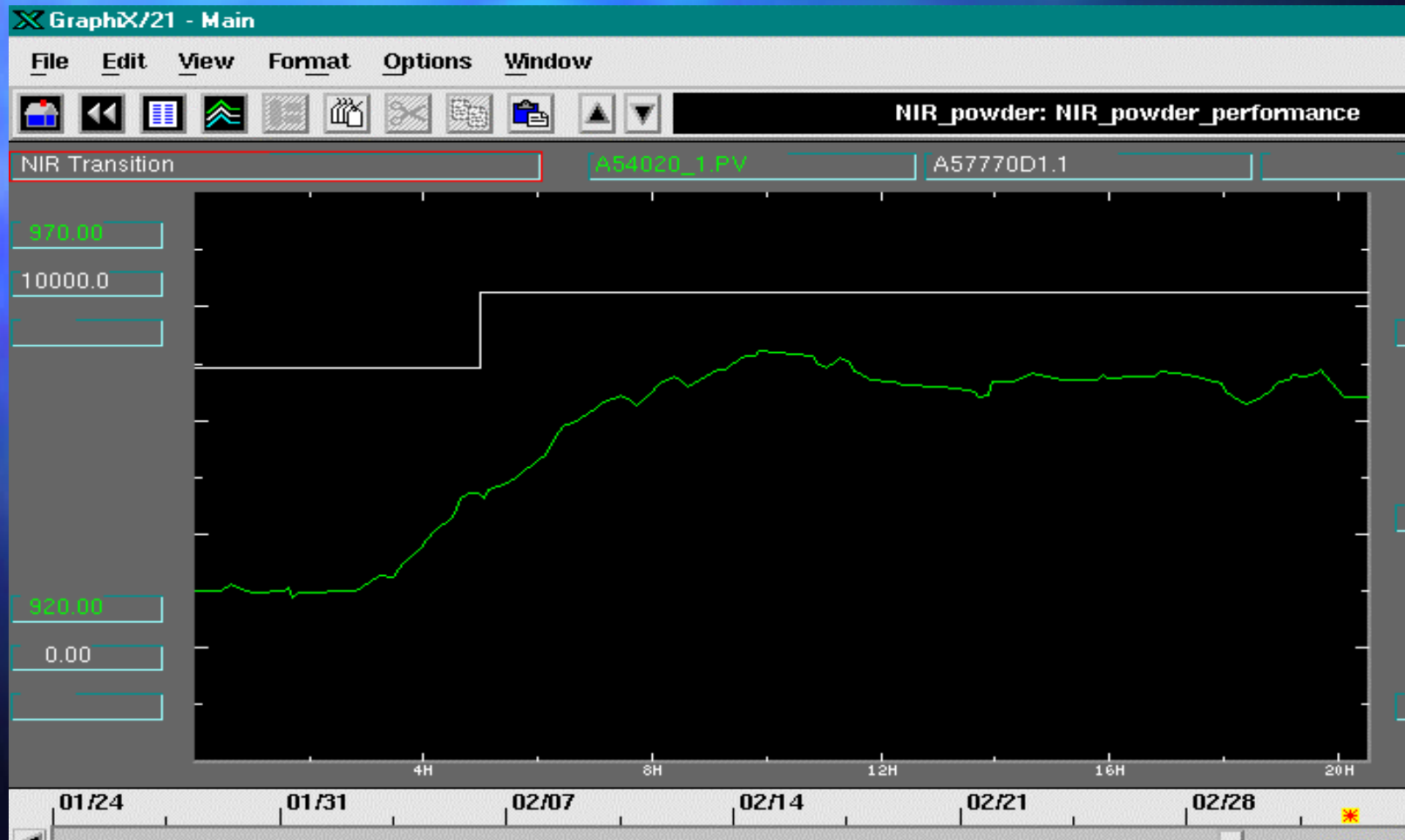
Calibration de le densité



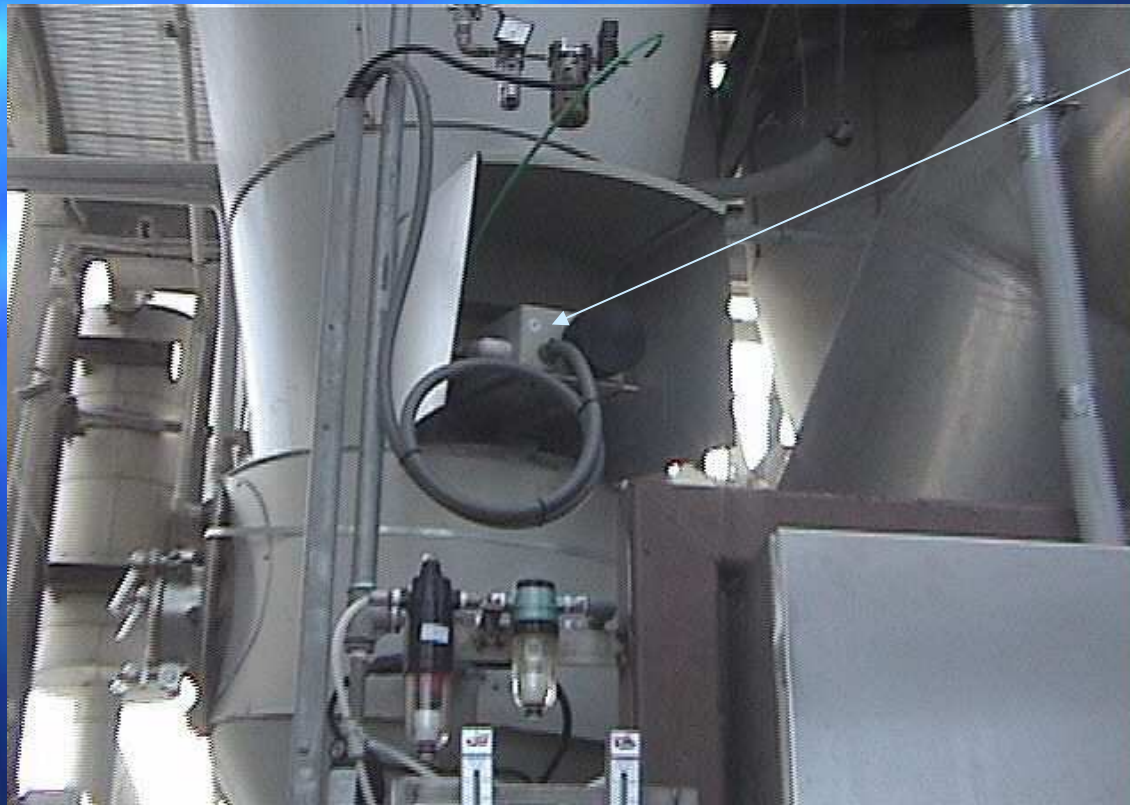
bc205 C CV dens. (Y-var, PC): (Density,4)



Densité in-line pendant la transition

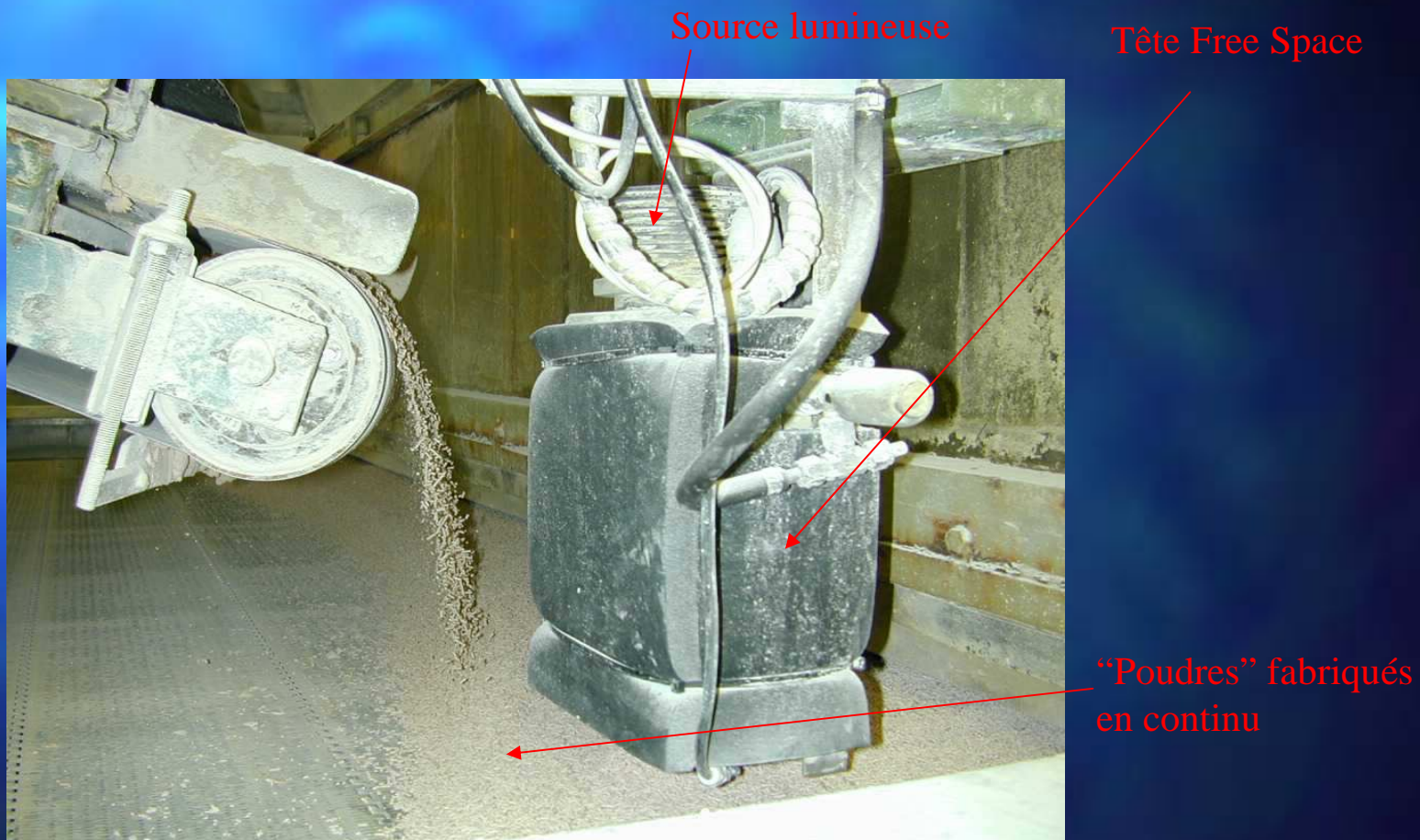


Séchoir atomiseur in-situ



Tête PIR AOTF
Free Space

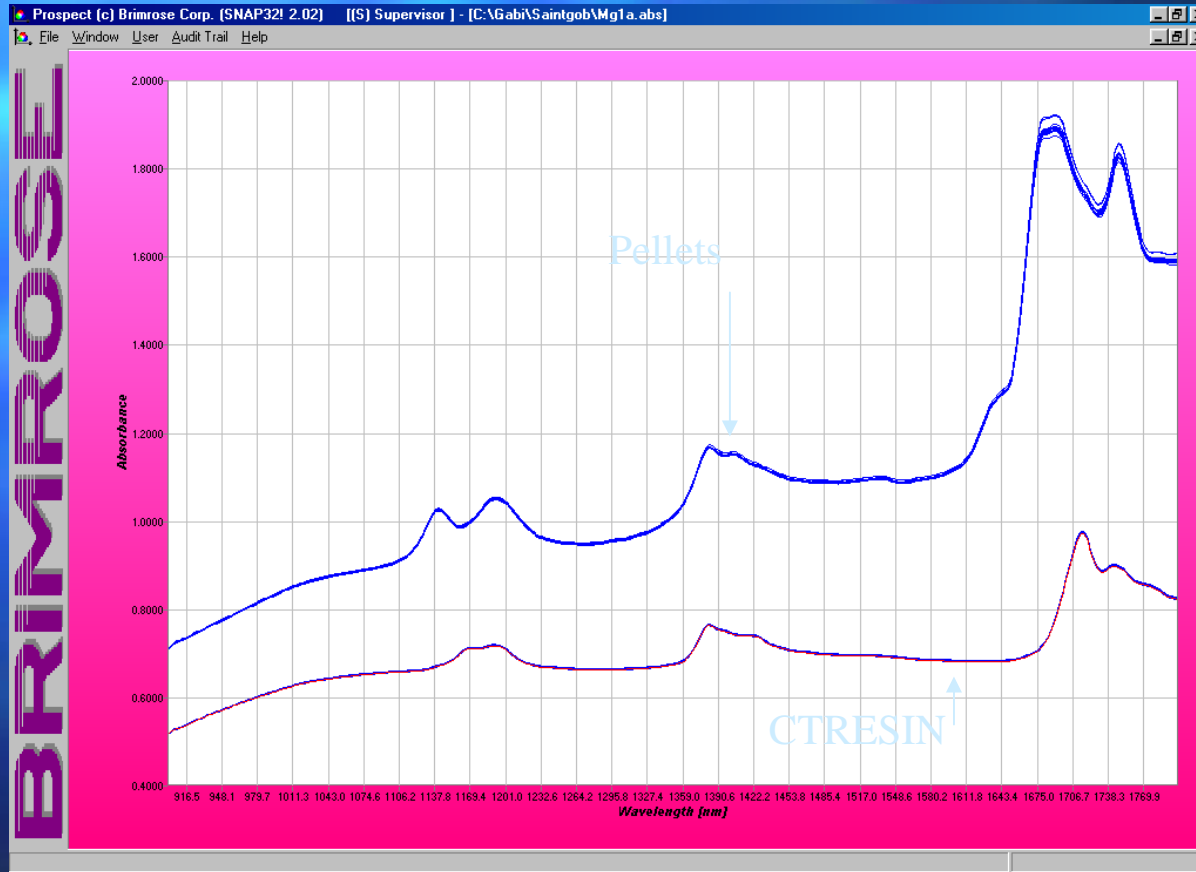
L'analyseur PIR AOTF en conditions réelles et difficiles



Conclusions

La technologie PIR AOTF Free Space est particulièrement adaptée pour les produits qui ont de bonnes propriétés de réflexion diffuse mais qui ne peuvent être analysés avec une cellule de mesure classique: tapis roulant, tube de gros diamètre...

Galets VS. CTRESIN



BRIMROSE

Galets vs. CTRESIN – Spectres en dérivée première

