



Soutenance de Thèse de Doctorat

Direction Expérimentation Procédés
Département Intensification de l'expérimentation

Maud REY-BAYLE

" Utilisation de la spectroscopie proche infrarouge multipoints couplée à de la chimiométrie pour la caractérisation en ligne de milieux diffusants "

Mardi 7 novembre 2017

9h30

Amphi 15 AIG/8 Solaize

Résumé

L'objectif de cette thèse est de démontrer le potentiel de la spectroscopie proche infrarouge multipoints pour suivre en ligne des milieux diffusants et absorbants dont les propriétés physique et chimique varient au cours du temps.

Des travaux ont tout d'abord porté sur l'étude d'un milieu où seule la diffusion varie au cours du temps. Le suivi de la réaction de précipitation de la silice a été choisi pour illustrer un tel milieu. Dans un premier temps, des spectres en transmission collimatée ont été mesurés sur des échantillons prélevés au cours

du procédé. Grâce à l'application de la loi de Beer-Lambert, il a été possible d'obtenir les coefficients de diffusion de chaque échantillon et ainsi retrouver les différentes étapes de la réaction. Une analyse en composante principale de ces coefficients a montré la présence de deux régimes de diffusion dans le milieu réactionnel.

Dans un second temps, une sonde de mesures multipoints, a été immergée dans un réacteur de fabrication. Des spectres ont été mesurés à des angles de 30°, 90°, 150°, 170° et 180° par rapport à la source, tout au long de la précipitation.

Une analyse univariée, aux différents angles, a montré des différences et des similitudes entre les positions, en lien avec les interactions lumière matière.

Puis une analyse multivariée multi tableaux ACCPS (Analyses en Composantes Communes et Poids Spécifiques) a été appliquée. Elle permet de combiner les informations issues des différents angles et de montrer les informations communes et spécifiques. Cela a permis de valider l'utilisation de la mesure multipoints pour le contrôle du procédé.

Grâce à l'analyse des scores globaux, différents types de diffusion et la spécificité de certains angles dans la détection de modifications physiques, ont été identifiés. L'analyse des loadings individuels, a confirmé les différentes étapes réactionnelles identifiées et a révélé des phénomènes relatifs à la diffusion de la lumière comme l'allongement du trajet optique.

La même démarche, analyses en laboratoire puis en ligne, a été appliquée à un milieu où la diffusion et l'absorption varient. Le suivi des produits issus des procédés pour l'amélioration de l'extraction du pétrole a été choisi pour illustrer un tel milieu.

Dans un premier temps, des microémulsions (eau, huile et tensio-actif) ont été fabriquées de sorte à ce que les propriétés chimiques et physiques soient différentes. Puis chaque phase a été analysée séparément.

Une analyse en composantes principales a permis de caractériser les systèmes grâce à l'identification des phases. Elle a également montré que les différences entre elles étaient liées, à la fois à l'absorption et à la diffusion.

Pour séparer ces deux phénomènes, une résolution multivariée de courbes par régression alternée a été appliquée. Cela a permis d'expliquer plus en détail les différences entre les phases et d'obtenir des suivis semi-quantitatifs.

Enfin dans la dernière partie, les mêmes échantillons ont été analysés en circulation avec une sonde multipoints.

Une ACCPS a de nouveau été appliquée et a montré que des phénomènes de diffusion différents avaient lieu entre les classes. De plus elle a mis en lumière une hétérogénéité dans la composition des phases, qui ne pouvait pas être détectée avec des mesures en statique.

Mots clefs : spectroscopie proche infrarouge, chimiométrie, diffusion et absorption, mesures multipoints, propriétés physiques et chimiques

Membres du Jury :

Franck BACO-ANTONIALI, ingénieur-docteur, IFPEN - Invité

Ryad BENDOULA, chargé de recherche, IRSTEA - Invité

Noémie CAILLOL, ingénieur-docteur, IFPEN - Examinatrice

Pierre LANTERI, professeur émérite, Université de Lyon - Examineur

Jean-Michel ROGER, ingénieur ICPEF, IRSTEA - Directeur de thèse

Cyril RUCKEBUSCH, professeur, Université de Lille - Examineur

Douglas RUTLEDGE, professeur, AgroParisTech - Rapporteur

Nida SHEIBAT-OTHMAN, chargée de recherche, Université de Lyon – CNRS – Rapporteur