

MODE OPÉRATOIRE de l'analyse thermogravimétrique TGA4000 - Logiciel Pyris - Perkin Elmer

1 – Conditions expérimentales

Mise en route de la TGA :

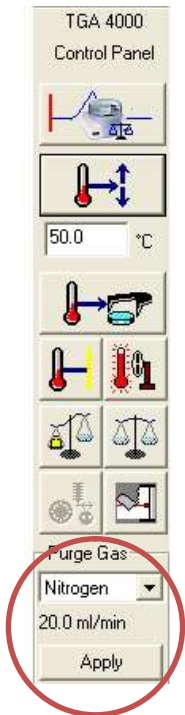
Mettre sous tension dans cet ordre-là 2 à 3 heures avant les premiers essais:

1. l'instrument TGA4000
2. le refroidisseur Julabo F250, situé sous la paillasse (consigne fixée à 20°C)
3. l'ordinateur
4. l'imprimante

Réglages Préliminaires des Gaz :

Vérifier que les vannes et les manomètres d'arrivée de l'azote gaz et d'air reconstituée dans la salle soient ouverts. Si ce n'est pas le cas, faire appel aux encadrants.

Des débitmètres et des manomètres sont intégrés à l'ATG, vous pouvez vérifier la pression à 1.5- 2bars sur *Gas Pressure* et le débit à 20mL/min sur *Gas Flow* ; ainsi que changer directement le gaz d'essai dans la control panel *Purge Gas*.



Logiciel Pyris :

L'ordinateur sous tension, ouvrir la session « atg ». Le logiciel PyrisManager se charge et cliquer sur l'icône TGA4000 sur la barre de tâche en haut de l'écran. Ouverture de la fenêtre « Pyris Series –TGA ».

Deux fenêtres sont sur l'écran : *Method editor* et *Instrument viewer*.

Indiquer votre nom sur le cahier de l'appareil en précisant la plage de mesure en température et le type d'échantillon.

2 -Etalonnage et Entretien de l'appareillage (fait par les encadrants avant les TP, cf cahier de manip)

Avant de modifier les réglages de calibration T° et masse, FAIRE RESTORE ALL

Calibrate / Calibrate Instrument puis *Restore / All Temperature* et/ou *weight*
Enregistrer *Save & Apply* avec comme nom de fichier : Cal puis la date du jour

Calibration Masse :

Utilisation d'une bille de calibration avec masse réelle avec un creuset propre

Lancer *Begin calibration*

A la fin faire *Save & Apply* avec le nom de fichier « Cal masse date du jour ».

Vérifier la masse régulièrement

Calibration Température : 2 étapes : calibration du four en « puissance » et calibration de la température avec 3 étalons (points de Curie).

Ne pas oublier de faire *Restore Temperature* avant et d'enregistrer *Save* avec comme nom de fichier : « Cal Temp date du jour ».

1/ Furnace :

Avec un creuset vide et propre dans le four, lancer *Begin calibration*

La calibration se fait de 100 à 900°C avec 9 points (essai relativement long).

A la fin faire *Save & Apply* avec le nom de fichier « Cal Temp date du jour ».

Puis lancer immédiatement la calibration température.

2/Calibration temperature avec 3 points de Curie et 2 vitesses 5 et 50°C/min en général

Prendre un bout (environ 3mm) des 3 étalons parmi les 5 proposés (Fer, Nickel, Perkalloy, Alumène...)

Il est possible de mettre les 3 morceaux d'étalons dans le même creuset.

Lancer deux essais, un à 5°C/min et l'autre à 50°C/min, avec la plage de température correspondant aux étalons choisis, et en plaçant l'aimant circulaire sur le couvercle du four.

A la fin des essais avec l'aide de la dérivée trouvé le point de Curie avec la fonction Onset.

Retourner dans la fenêtre avec les tableaux de calibration (*Calibrate / Calibrate Instrument*)

Puis rentrer les valeurs de température (°C) des 3 étalons trouvées expérimentalement pour.

Enregistrer de nouveau avec le même nom de fichier « Cal Temp date du jour ».

Etalons	Offset Temperature (°C)
Alumel	154.2
Nickel	355.3
Perkalloy	596
Iron	780

3 - Programmation et Enregistrement d'un essai :

Dans la Fenêtre *Method Editor*, renseigner les 4 onglets:

1- *Sample info* : votre échantillon

Remplir les paragraphes *Sample ID*, *Operator ID*,

Après avoir vérifié que le four soit à une température inférieure à 50°C, mettre le creuset vide dans le four et faite la tare en cliquant sur **zero weight**

Weight (masse échantillon en mg) enlever le creuset vide du four, mettre votre échantillon et positionner le tout dans le four puis cliquer sur **sample weight**

Save Data As : enregistrer votre essai sous le répertoire D:\Users\ « nom de votre fichier » avec le bouton *Browse*.

2- *Initial state* : choix du gaz d'essai

Vérifier le gaz choisi sinon doubler cliquer pour le changer

➡ Switch the Gaz to ----- at 20ml/min

3- *Program* : méthode d'essai

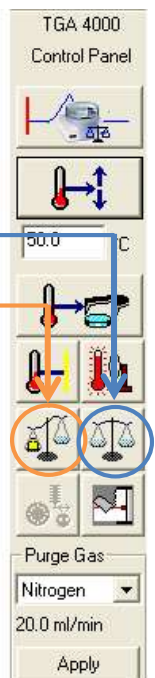
Remplir les paragraphes Initial temp (en °C), Method Steps : faite vous-même votre programme en température en une ou plusieurs étapes (ajout d'étapes avec Add Step), vous avez le choix entre :

Temperature Scan

Isotherm

Repeat Steps

Compléter les conditions température, temps et vitesse en bas à gauche de la fenêtre.



Il faut préciser les conditions de fin d'essai *End Condition* :

Go to load temp (revenir à la température initiale)

Hold (rester à la température finale)

Go to : °C (aller à la température demandée)

Appuyer sur l'icône de lancement de l'essai en haut à droite dans la barre 'Control panel'. L'essai s'arrêtera après avoir fait l'ensemble du programme enregistré et respectera la condition de fin (End condition).

4 - Analyse d'un thermogramme et présentation des résultats :

Traitement du thermogramme directement après l'essai sinon ouvrir un autre thermogramme à partir de « Data Analysis » avec la 3^{ème} icône sur la barre d'outil.

Open data file sélectionner votre fichier d'essai.

Pour travailler sur la partie de courbe qui vous intéresse, aller dans *Curve/heat flow* et sélectionner les étapes (step) de la courbe qui vous intéressent. Elles viendront s'ajouter à la courbe globale dans la légende (*view/legend*). Pour supprimer les courbes inutiles, faire un clic droit sur la courbe et choisissez *Remove Curve*.

Affichage de la courbe de la perte de masse (en %) :

Dans *Display*, sélectionner *%Weight*

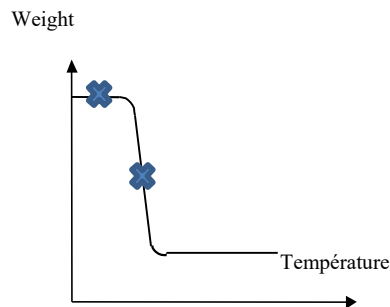
Affichage de la dérivée :

Dans *Math*, sélectionner *Derivative*.

Détermination la température de dégradation :

Dans *Calc*, sélectionner *Onset*. Sélectionner avant puis après le début de la perte de masse, comme indiqué sur la Figure 1.

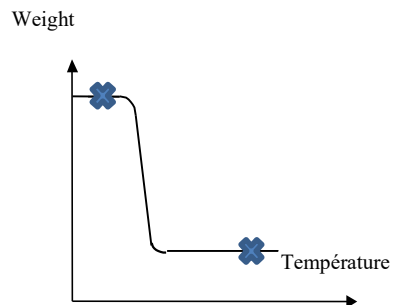
Figure 1 : Détermination du « Onset »



Détermination de la perte de masse :

Dans *Calc*, sélectionner *Delta Y*. Sélectionner avant et après la perte de masse, comme indiqué sur la Figure 2.

Figure 2 : Détermination de la perte de masse



Détermination des résidus :

Dans *Calc*, sélectionner *Event Mark* Sélectionner le point sur la fin de la perte de masse

Superposition des différents thermogrammes :

Si une courbe a été déjà ouverte, rajouter la ou les courbes en allant dans *Fichier/add data*