

# MODE OPÉRATOIRE de l'analyse calorimétrique différentielle à balayage

## Pyris6 - Logiciel Pyris - Perkin Elmer

### 1 – Conditions expérimentales

#### **Mise en route de la DSC :**

Mettre sous tension dans cet ordre là :

1. l'instrument Pyris 6 DSC
2. l'ordinateur
3. l'imprimante HP LaserJet P2015n de l'autre côté de la paillasse

#### **Réglages Gaz et circulation eau :**

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

Au niveau du manomètre de la DSC, ouvrir la vanne de gaz et vérifier la pression à 1,6 bar.

Mettre sous tension le refroidisseur Julabo F240 pour permettent la circulation d'eau dans la DSC, au moins 20min avant le premier essai. (Consigne fixée à 10°C)

L'ordinateur sous tension, utiliser la session « étudiant ». Le logiciel Pyris se charge et cliquer sur l'icône Pyris 6 DSC sur la barre de tâche en haut de l'écran, Ouverture de la fenêtre « Pyris Series –Pyris 6 DSC ».

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

Indiquer votre nom sur le cahier de l'appareil en précisant les étalons utilisés et la vitesse d'étalonnage.

### 2 -Etalonnage et Entretien de l'appareillage (fait par l'enseignant avant le TP, cf cahier de manip)

**Avant de modifier les réglages de calibration T° et heat flow, FAIRE RESTORE ALL**  
*Calibrate / Calibrate Instrument puis Restore / All*

Enregistrer *Save* avec comme nom de fichier : Cal puis la *date du jour*

Lancer une ligne de base

Passer l'indium et relever le *onset* et le *peak area*

Passer également le zinc et relever le *onset* et le *peak area*

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

Puis rentrer le valeurs de température (°C) et de heat flow (J/g) trouvées expérimentalement pour l'indium et le zinc. Enregistrer de nouveau avec le même nom de fichier « *Cal date du jour* ».

### 3 – Vérification de l'étalonnage

**Réglage de la ligne de base :** Vérifier que les deux fours soient vides et propres.

Après avoir programmé votre condition d'enregistrement de votre ligne de base (condition identique à celle de vos thermogrammes échantillon) selon la procédure décrite dans le paragraphe 4, lancer l'acquisition.

### **Vérification de l'étalonnage de l'appareil :**

Après avoir mis l'étalon (à gauche) et la référence (à droite) dans le four, programmer vos conditions d'enregistrement du thermogramme à la vitesse de travail selon la procédure décrite dans le paragraphe 4. Bien positionner la capsule au centre du four le plus à plat possible.

Le programme en température      pour l'indium : 130°C à 180°C  
     Pour le zinc : 380°C à 440°C  
     Lancer ensuite l'enregistrement.

Exploiter les deux thermogrammes selon la procédure décrite dans le paragraphe 5. Comparer les valeurs de la température de début de fusion (onset) et l'aire sous le pic avec celles données par Perkin Elmer (Tableau 1).

Si vous notez un écart supérieur à 0,5°C sur la température ou de 1J/g sur l'aire, prévenir l'enseignant.

**Après l'étalonnage, remettre les échantillons dans leurs boîtes respectives.**

<b>Tableau 1</b>	Etalon	Onset Temperature (°C)	Transition Energy (J/g)
	Indium	156,60	28,45
Zinc		419,47	108,37

### **4 - Programmation et Enregistrement d'un thermogramme :**

Dans la Fenêtre *Method Editor* avec 4 onglets:

1- Sample info : renseignements sur votre échantillon

Remplir les paragraphes *Sample ID*, *Operator ID*, *Weight (en mg)* et *Save Data As* : enregistrer votre essai sous le répertoire D:\Users\ « nom de votre fichier » avec le bouton *Browse*.

2- Initial State: renseignements sur la température initiale d'essai et sur la soustraction de la ligne de base

Si vous voulez soustraire la ligne de base : remplir l'encadré *Baseline File* en cochant la case :  *Use Baseline subtraction* et aller chercher le fichier de la ligne de base correspondant.

3- Program : renseignement sur la méthode d'essai

Remplir les paragraphes *Initial temp (en °C)*, *Method Steps* : faites vous-même votre programme en température en une ou plusieurs étapes : *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)

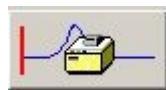
*Hold* (rester à la température finale)

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

4- View program : Cet onglet résume vos conditions d'essai.

La barre d'outil bleu sur l'écran permet de contrôler les paramètres machine, la température est identique à celle affichée sur l'écran de l'instrument Pyris 6.

Après avoir vérifier que le four soit à suffisamment basse température, mettre votre échantillon (à gauche) et la référence (à droite). Appuyer sur l'icône de lancement de l'essai.



L'essai s'arrêtera après avoir fait l'ensemble du programme enregistré et respectera la condition de fin (End condition).

## **5 - Analyse d'un thermogramme et présentation des résultats :**

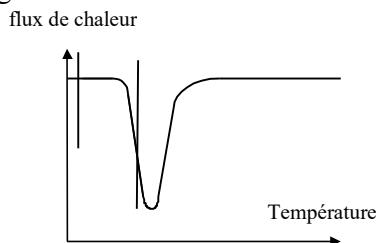
Traitement du thermogramme directement après l'essai sinon ouvrir un autre thermogramme à partir du logiciel « Data Analysis » avec la 3<sup>ème</sup> icône sur la barre d'outil.

*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*)

### **Détermination du début de transition :**

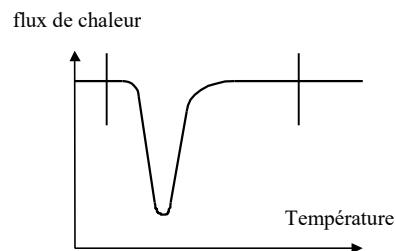
Dans *Calc*, sélectionner *Onset*. Sélectionner ensuite la zone de température au début du pic et après le début du pic, comme indiqué sur la Figure 1.



**Figure 1 : Détermination du « Onset »**

### **Détermination de l'aire du pic ou du maximum du pic :**

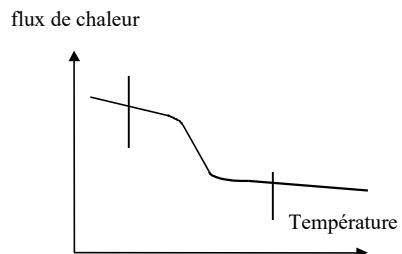
Dans *Calc*, sélectionner *Peak Area*. Sélectionner ensuite la zone de température du pic, comme indiqué sur la Figure 2.



**Figure 2 : Détermination de l'aire du pic, le maximum du pic et le MW**

### **Détermination de la température de transition vitreuse :**

Dans *Calc*, sélectionner *Tg*. Sélectionner ensuite la zone où se situe la température de la transition, comme indiqué sur la Figure 3.



### **Superposition des différents thermogrammes :**

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