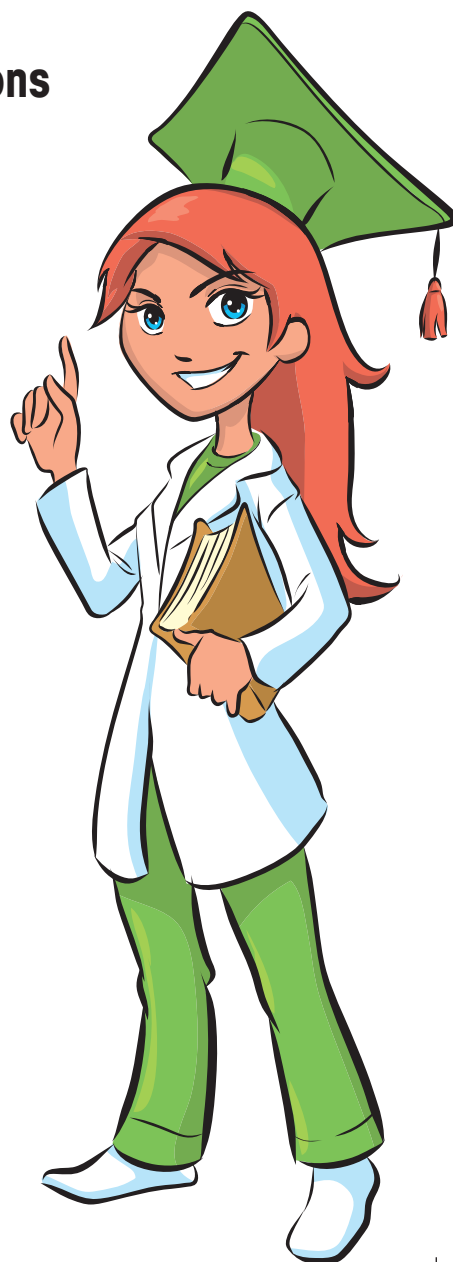


Conseils et astuces

Depuis plus de 40 ans, METTLER TOLEDO est connu pour ses produits innovants et son savoir-faire en matière d'analyse thermique. Les conseils et astuces indiqués ci-après sont là pour aider les utilisateurs à réaliser des mesures DSC représentatives et à réunir des informations les plus pertinentes possibles.

Prélèvement et préparation des échantillons

- 1.** L'échantillon prélevé est-il représentatif de l'échantillon global ? Pour obtenir des résultats fiables, il faut éventuellement mesurer plusieurs échantillons d'un même lot.
- 2.** Il faut également empêcher des gradients de température au sein de l'échantillon afin que les effets induits thermiquement, ne s'étalent pas. Une petite masse d'échantillon et un bon contact du matériau avec le fond du creuset sont les conditions nécessaires. L'échantillon doit être « aussi grand que nécessaire mais aussi petit que possible » afin d'obtenir une bonne résolution et un signal de mesure intense.
- 3.** Les échantillons solides doivent souvent être transformés mécaniquement avant la mesure (découper, polir, broyer, etc.). Cela risque éventuellement d'entraîner des modifications physico-chimiques au niveau de l'échantillon.
- 4.** L'échantillon ne doit pas pouvoir bouger dans le creuset (changement du contact entre l'échantillon et le fond du creuset) afin d'éviter les artefacts de mesure.
- 5.** Le passé thermique de l'échantillon est éliminé par recuit à la température adéquate. Dans ce cas, on obtient des informations sur le matériau. En revanche, sans recuit, on obtient des indications à propos de l'influence des conditions de fabrication ou de stockage sur l'échantillon.



Choix des paramètres de mesure

6. Dans le cas d'échantillons inconnus, choisissez une grande plage de température et une vitesse de chauffe relativement élevé – 30 K/min – pour pouvoir détecter tous les effets. Les plages de température intéressantes peuvent être analysées plus précisément lors d'une seconde mesure avec une vitesse de chauffe plus faible.
7. On devrait généralement choisir la température de départ au moins 3 minutes avant le premier événement thermique et la température de fin 3 minutes après le dernier événement thermique.
8. Lorsque la vitesse de chauffe augmente, l'amplitude du signal de mesure augmente. Vous pouvez amplifier les petits effets comme les transitions vitreuses en choisissant une vitesse de chauffe plus élevée, p. ex. de 20 K/min. On améliore ainsi la sensibilité du système.
9. La résolution s'améliore avec une vitesse de chauffe plus petite. Pour une bonne séparation des pics, une faible vitesse de chauffe est nécessaire.
10. L'utilisation de creusets les plus légers et petits possibles (p. ex. aluminium, 20 µl) permet d'obtenir une meilleure séparation des phénomènes.
11. Si vous craignez qu'il y ait des réactions chimiques entre le creuset généralement en aluminium et l'échantillon, prenez des creusets en or ou en acier inoxydable doré.
12. Les phénomènes peuvent être correctement interprétés lorsque l'atmosphère dans la zone de l'échantillon est parfaitement définie (creuset ouvert ou fermé).
13. Si vous êtes confrontés à de très petits effets, soustrayez une courbe à blanc obtenue dans les mêmes conditions et/ou utilisez, au niveau de la référence, un creuset contenant un matériau inerte dans la zone de température étudiée. La masse du matériau mis à la référence est obtenue de la manière suivante :

$$m_R = [c_{p, \text{échantillon}}(T) * m_{\text{échantillon}}(T)] / c_{p, \text{référence}}(T)$$

De la poudre d'alumine peut être utilisée dans de nombreux cas comme substance inerte.

Après la mesure et exploitation

14. Observez l'échantillon après la mesure : quel est son aspect ? Y a-t-il eu changement de couleur ? Ces informations peuvent être mises en relation avec les effets mesurés.
15. Comparez le masse totale du creuset avant et après la mesure afin de constater le dégagement éventuel de gaz de décomposition, de solvant ou de vapeur d'eau.
16. Un refroidissement contrôlé suivi d'une seconde chauffe apporte souvent des informations supplémentaires. La mesure de refroidissement en elle-même peut aider à séparer des phénomènes se superposant lors de la chauffe en jouant sur les propriétés de surfusion des matériaux.
17. Pour pouvoir comparer les résultats entre eux, il est important d'analyser les courbes toujours de la même façon (même type de ligne de base ou choix de tangentes et, le cas échéant, mêmes limites de température).
18. L'exploitation des données conformément aux méthodes normalisées (ASTM, DIN etc.) fournit une sécurité supplémentaire pour la comparaison des résultats entre différents laboratoires .

Pour plus d'informations

www.mt.com/ta