

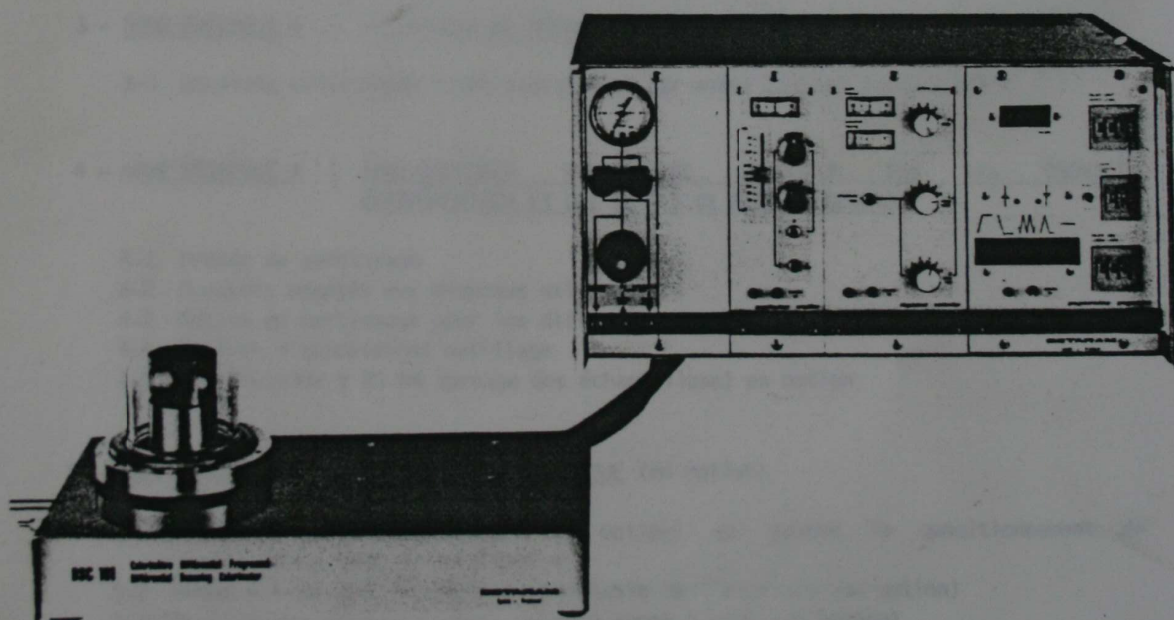
SETARAM

Société d'Etudes d'Automatisation de Régulation et
d'Appareils de Mesures



calorimètre différentiel programmé DSC 101

I. Mise en service



Services commerciaux :

7, rue de l'Oratoire - 69300 CALUIRE - FRANCE

Tél. (7) 829.38.38 - Télex : 340 924

SOMMAIRE

I MISE EN SERVICE

Un ensemble DSC 101 est composé des éléments représentés Figure 1.

1 - SOUS ENSEMBLE 1 : CALORIMETRE

Il comporte :

- 1-1 Le calorimètre proprement dit ou capteur
- 1-2 La table de travail servant de support au capteur et dans laquelle sont incorporés les circuits électroniques "bas niveau"

2 - SOUS ENSEMBLE 2 : ELECTRONIQUE DE BASE ASSOCIEE AU CALORIMETRE

Elle est constituée de :

- 2-1 Coffret électronique de commande
- 2-2 Programmateur de température du calorimètre
- 2-3 Régulateur de température
- 2-4 Amplificateur de mesure du signal calorimétrique
- 2-5 Enregistreur graphique du signal calorimétrique et de la température

3 - SOUS ENSEMBLE 3 : ACCESSOIRE DE REFROIDISSEMENT (en option)

- 3-1 Enceinte calorifugée à refroidissement par azote liquide jusqu'à 140 K

4 - SOUS ENSEMBLE 4 : SOUS-ENSEMBLE INDEPENDANT CONSTITUE PAR LES CREUSETS EXPERIMENTAUX ET LES OUTILS DE MISE EN OEUVRE

- 4-1 Presse de sertissage
- 4-2 Creusets adaptés aux diverses utilisations
- 4-3 Outils de sertissage pour les différents types de creusets
- 4-4 Coffret d'accessoires outillage
- 4-5 Microbalance γ 21 N4 (pesage des échantillons) en option

5 - SOUS ENSEMBLE 5 : CONTROLE ATMOSPHERIQUE (en option)

- 5-1 Panneau "alimentation gaz" (en option) qui permet le conditionnement de l'atmosphère dans le calorimètre
- 5-2 Pompe à vide pour le dégazage préalable de l'enceinte (en option)
- 5-3 Accessoires de raccordement pour la pompe à vide (en option)

6 - SOUS ENSEMBLE 6 : ELECTRONIQUE NUMERIQUE (en option)

Destinée à coupler le calorimètre à un système de traitement de données.
La composition de cet ensemble peut varier.

- 6-1 Coffret pour électronique numérique avec dispositif de liaison à un ordinateur
- 6-2 Tiroir "V N" Voltmètre numérique
- 6-3 Tiroir "H N" Horloge numérique (en option suivant le ordinateur utilisé)

7 - SOUS ENSEMBLE 7 : TRAITEMENT NUMERIQUE DE DONNEES (en option)

Différentes configurations peuvent être réalisées suivant les besoins et le ordinateur utilisé. Un ensemble sera constitué à partir des éléments suivants :

- 7-1 Calculateur
- 7-2 Interface d'adaptation
- 7-3 Elements de stockage d'information cassettes ou disques souples
- 7-4 Table traçante à entrée numérique

8 - MISE EN SERVICE ET UTILISATION

- 8-1 Intallation
- 8-2 Première mise en service et essai de l'appareil
- 8-3 Utilisation du programmeur-régulateur de température
- 8-4 Réglage P.I.D.
- 8-5 Télécommande du programmeur
- 8-6 Utilisation de l'amplificateur

II EXPLOITATION

III TRAITEMENT NUMERIQUE

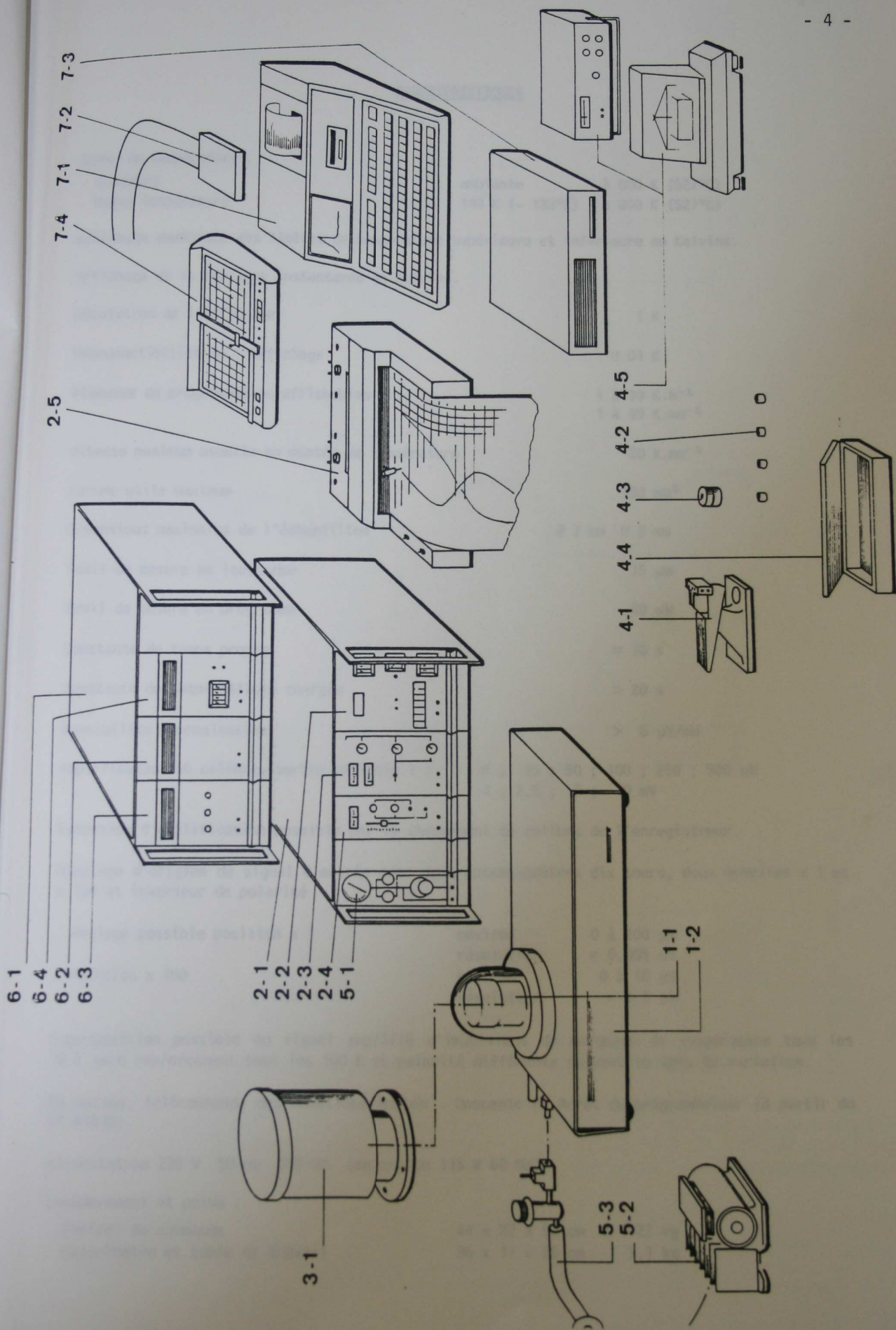


FIG: 1

CARACTERISTIQUES

Gamme de température :

- | | | |
|---------------------|-----------------|-----------------|
| . Standard | ambiante | à 800 K (527°C) |
| . Basse température | 140 K (- 133°C) | à 800 K (527°C) |

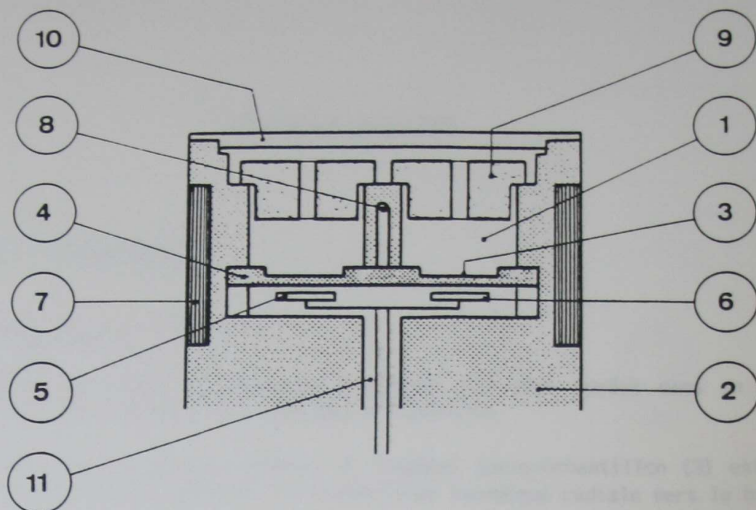


FIG. 2

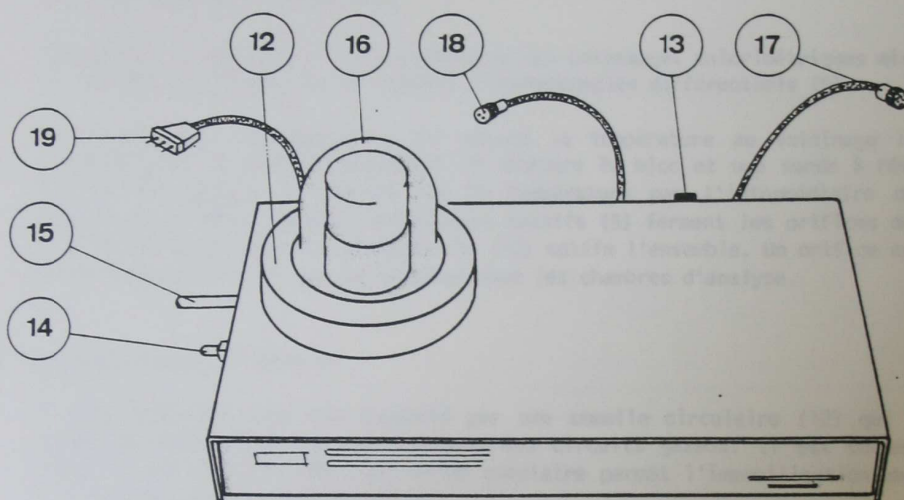


FIG. 3

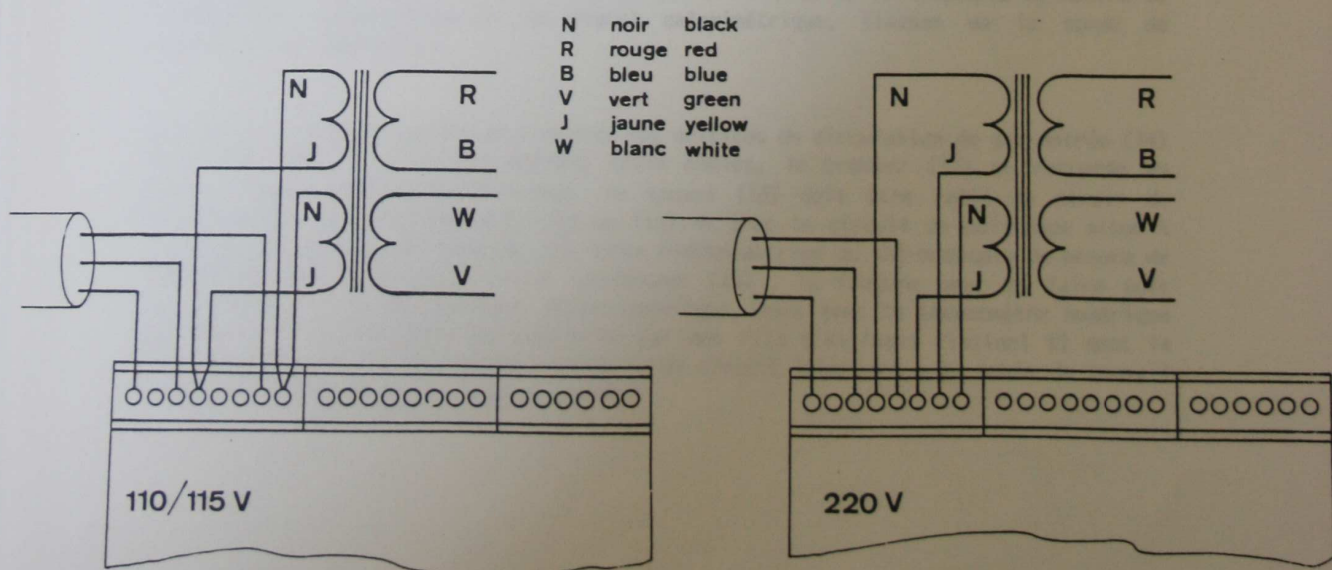


FIG. 4

DESCRIPTION DETAILLEE

1 - SOUS-ENSEMBLE 1 : CALORIMETRE

1-1 Capteur calorimétrique (Figure 2)

Deux chambres de mesure cylindriques distinctes (1) sont forées dans un même bloc calorimétrique (2) à température homogène et contrôlée.

Dans l'axe de chacune de ces chambres un logement porte-échantillon (3) est supporté par une plaque mince (4) assurant une conductance thermique radiale vers le bloc.

La différence des flux thermiques entraîne un très faible écart de température entre les deux supports d'échantillon.

Cet écart, représentatif de la différence des puissances calorimétriques mises en jeu, est mesuré directement par un système à thermocouples différentiels (5).

Un thermocouple supplémentaire (6) mesure la température au voisinage immédiat de l'échantillon. Un élément chauffant (7) entoure le bloc et une sonde à résistance de platine (8) permet le contrôle de la température par l'intermédiaire des tiroirs électroniques. Deux bouchons métalliques massifs (9) ferment les orifices des chambres à la partie supérieure et un couvercle (10) coiffe l'ensemble. Un orifice central (11) permet d'introduire un gaz de balayage dans les chambres d'analyse.

1-2 Table de travail (Figure 3)

Le bloc calorimétrique est supporté par une semelle circulaire (12) qui reçoit les connexions électriques et les liaisons des circuits gazeux. Il est couvert par une cloche en verre PYREX (16). Une bride annulaire permet l'immobilisation de la cloche et le serrage du joint d'étanchéité.

La semelle du calorimètre (12) est fixée sur un socle en tôle tenant lieu de table de travail. Ce socle contient une boîte renfermant les circuits électroniques d'entrée de mesure et de régulation : compensation de soudure froide du thermocouple de mesure de température, préamplification du signal calorimétrique, liaison de la sonde de régulation de température.

Sur la face latérale gauche se trouvent les orifices de circulation de gaz entrée (14) et sortie (15). A l'arrière sortent trois câbles, le premier (17) se raccorde au tiroir d'amplification électronique, le second (18) doit être relié au tiroir de programmation, le troisième (19) est en liaison avec le circuit de puissance situé à l'arrière du coffret de commande. La force électromotrice du thermocouple de mesure de température est disponible sur un connecteur (13) ; la lecture peut se faire soit directement avec un enregistreur potentiométrique, soit avec le thermomètre numérique optionnel. Le thermocouple est constitué par des fils d'alliages Platine II dont la force électromotrice est indiquée Table 1. Un circuit incorporé à la table de travail compense la température de soudure froide.

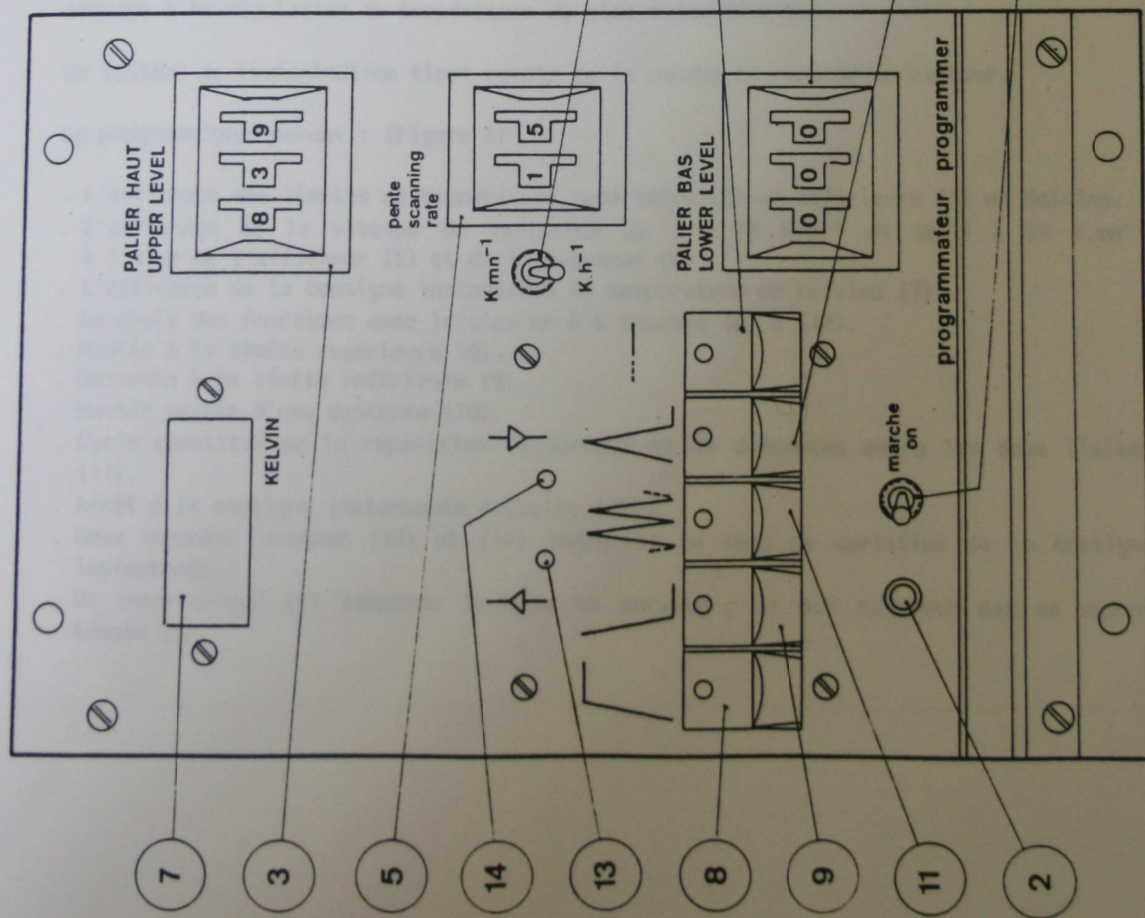


FIG: 5

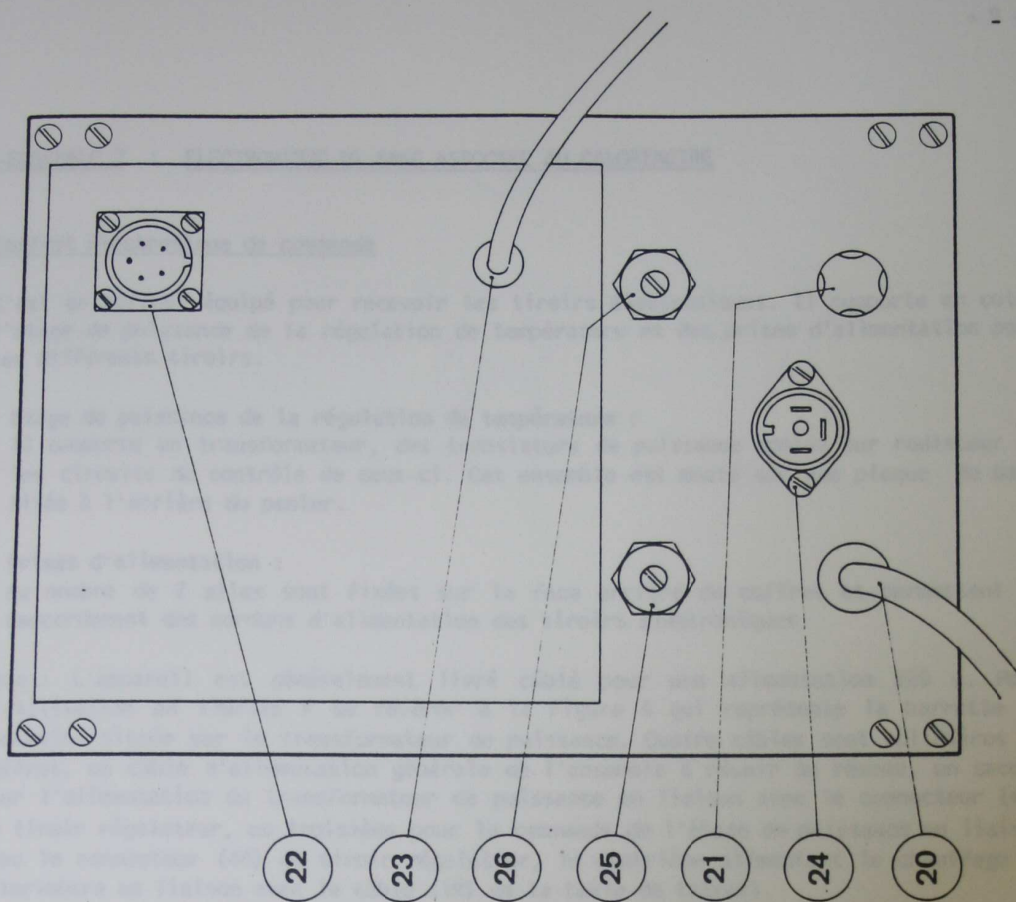


FIG: 6

2 - SOUS-ENSEMBLE 2 : ELECTRONIQUE DE BASE ASSOCIEE AU CALORIMETRE

2-1 Coffret électronique de commande

C'est un coffret équipé pour recevoir les tiroirs électroniques. Il supporte en outre l'étage de puissance de la régulation de température et des prises d'alimentation pour les différents tiroirs.

. Etage de puissance de la régulation de température :

Il comporte un transformateur, des transistors de puissance montés sur radiateur et les circuits de contrôle de ceux-ci. Cet ensemble est monté sur une plaque de base fixée à l'arrière du panier.

. Prises d'alimentation :

Au nombre de 7 elles sont fixées sur la face arrière du coffret et permettent le raccordement des cordons d'alimentation des tiroirs électroniques.

Note : L'appareil est généralement livré câblé pour une alimentation 220 v. Pour l'utilisation en 110/115 V se référer à la Figure 4 qui représente la barrette de connexion située sur le transformateur de puissance. Quatre câbles sont solidaires du coffret, un câble d'alimentation générale de l'ensemble à réunir au réseau, un second pour l'alimentation du transformateur de puissance en liaison avec le connecteur (45) du tiroir régulateur, un troisième pour la commande de l'étage de puissance en liaison avec le connecteur (44) du tiroir régulateur, le quatrième alimentant le chauffage du calorimètre en liaison avec le câble (19) de la table de travail.

2-2 Programmeur de température

Ce tiroir génère un courant continu pour l'alimentation de la sonde à résistance servant à la régulation de température du bloc calorimétrique.

Un système de linéarisation tient compte de la courbe de réponse du capteur.

Le programmeur permet : (Figure 5)

- . L'affichage des limites de température supérieure (3) et inférieure (4) en Kelvins.
- . L'affichage de la vitesse de variation de 1 à 99 $K.h^{-1}$ et de 1 à 99 $K.mn^{-1}$ à l'aide de l'afficheur (5) et de l'inverseur (6).
- . L'affichage de la consigne instantanée de température en Kelvins (7).
- . Le choix des fonctions avec le clavier à 5 touches (8) à (12).
- . Montée à la limite supérieure (8).
- . Descente à la limite inférieure (9).
- . Montée suivie d'une descente (10).
- . Cycle constitué de la répétition de montées et de descentes entre les deux limites (11).
- . Arrêt à la consigne instantanée actuelle (12).
- . Deux voyants lumineux (13) et (14) indiquent le sens de variation de la consigne instantanée.
- . Un interrupteur (1) commande la mise en service ; il est complété par un voyant témoin (2).

On trouve sur la face arrière (Figure 6) les éléments suivants :

- . Un cordon d'alimentation (20).
- . Un porte fusible (21) équipé d'un fusible 0,25 A.
- . Un connecteur (22) qui assure la liaison avec la sonde à résistance située dans le calorimètre.
- . Un câble (23) destiné à transmettre le signal d'écart au tiroir régulateur (43 Figure 8).
- . Un connecteur (24) destiné à transmettre les impulsions de marquage de température au tiroir amplificateur. L'amplitude de ces impulsions est réglable par les potentiomètres (25) et (26).
- . Un cordon en option permet éventuellement la télécommande des fonctions montée-descente et arrêt en parallèle avec le clavier de la face avant.

2-3 Régulateur de température

Ce tiroir amplifie l'écart issu du programmeur, introduit des actions correctrices intégrale et dérivée, et commande l'étage de puissance du circuit de chauffage.

La face avant, représentée Figure 7, regroupe les éléments suivants :

- . Un interrupteur de mise en service (31) et un voyant lumineux (32).
- . Trois boutons de réglage des actions de régulation : Proportionnelle (33), Intégrale (34), Dérivée (35).
- . Un bouton poussoir (36) permettant la remise à zéro des actions correctrices.
- . Un indicateur (37) de l'écart entre la consigne du programmeur et la température actuelle du calorimètre.
- . Un indicateur (38) du signal de commande de chauffage.

La face arrière, représentée Figure 8, regroupe les éléments suivants :

- . Un cordon d'alimentation (40).
- . Un porte-fusible (42) recevant un fusible 0,25 A pour les circuits de commande.
- . Un porte-fusible (41) recevant un fusible 5 A pour les circuits de puissance.
- . Un connecteur (43) recevant le signal d'écart du programmeur (23).
- . Un connecteur (44) transmettant les commandes à l'étage de puissance situé à l'arrière du coffret principal (2-1).
- . Un connecteur (45) alimentant l'étage de puissance.

2-4 Amplificateur

Ce tiroir, associé à la boîte d'entrée située dans la table de travail (1-2) traite le signal du capteur calorimétrique pour permettre son exploitation par un enregistreur analogique ou un voltmètre numérique. Il comporte 8 calibres d'entrée de 10 μ V à 10 mV. La tension de sortie est de 1 V pour la valeur nominale de chaque calibre. Elle est disponible sur deux sorties distinctes (Figure 10). A l'une de ces sorties, des tops de repérage de la température se superposent au signal de mesure amplifié. Une tension continue de décalage peut être ajoutée ou retranchée au signal d'entrée pour ajuster l'origine du signal calorimétrique en fonction du capteur ou des conditions expérimentales.

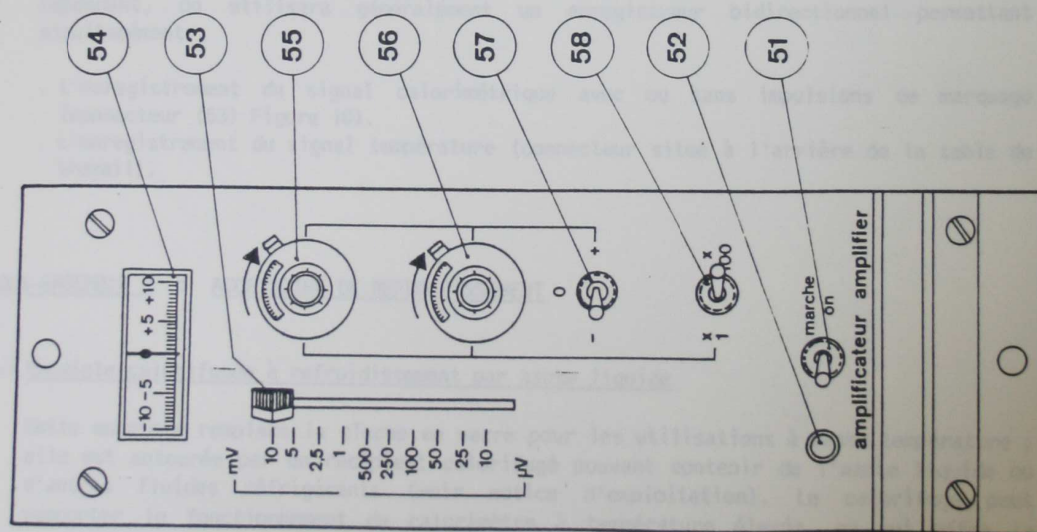
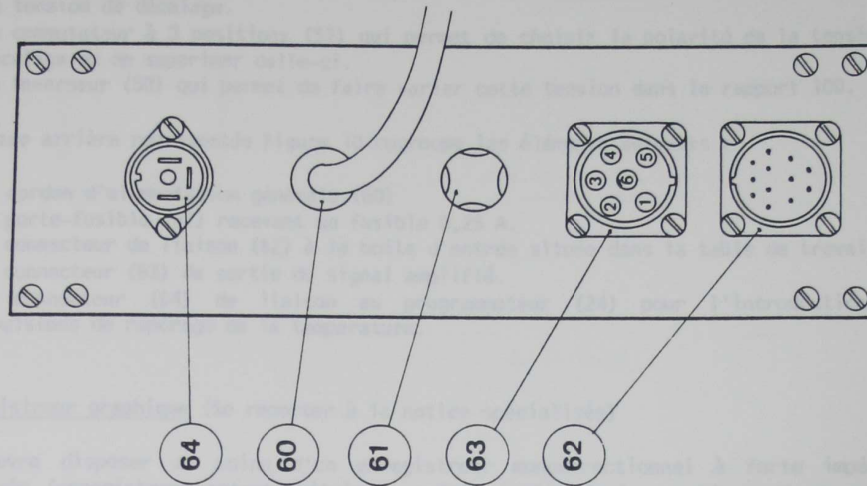


FIG : 9



- 5 point commun sorties
- 6 sortie sans impulsion
- 1 sortie avec impulsions

FIG : 10

La face avant représentée Figure 9 regroupe les éléments suivants :

- . Un interrupteur de mise en service (51) et un voyant lumineux (52)
- . Un commutateur de sélection des différents calibres (53)
- . Un indicateur de la tension de sortie (54)
- . Deux potentiomètres 10 tours qui permettent un réglage grossier (55) et fin (56) de la tension de décalage.
- . Un commutateur à 3 positions (57) qui permet de choisir la polarité de la tension de décalage ou de supprimer celle-ci.
- . Un inverseur (58) qui permet de faire varier cette tension dans le rapport 100.

La face arrière représentée Figure 10 regroupe les éléments suivants :

- . Un cordon d'alimentation générale (60)
- . Un porte-fusible (61) recevant un fusible 0,25 A.
- . Un connecteur de liaison (62) à la boîte d'entrée située dans la table de travail.
- . Un connecteur (63) de sortie du signal amplifié.
- . Un connecteur (64) de liaison au programmeur (24) pour l'introduction des impulsions de repérage de la température.

2-5 Enregistreur graphique (Se reporter à la notice spécialisée)

On devra disposer au moins d'un enregistreur monodirectionnel à forte impédance d'entrée (enregistreur potentiométrique, entrée isolée de la masse) ayant un calibre nominal 1 V.

Les impulsions de marquage superposées au signal par l'amplificateur permettent de repérer la température du programme.

Cependant, on utilisera généralement un enregistreur bidirectionnel permettant simultanément :

- . L'enregistrement du signal calorimétrique avec ou sans impulsions de marquage (connecteur (63) Figure 10).
- . L'enregistrement du signal température (connecteur situé à l'arrière de la table de travail).

3 - SOUS-ENSEMBLE 3 : ACCESSOIRE DE REFROIDISSEMENT

3-1 Enceinte calorifugée à refroidissement par azote liquide

Cette enceinte remplace la cloche en verre pour les utilisations à basse température ; elle est entourée par un récipient calorifugé pouvant contenir de l'azote liquide ou d'autres fluides réfrigérants (voir notice d'exploitation). Le calorifuge peut supporter le fonctionnement du calorimètre à température élevée, ce qui offre la possibilité d'une programmation continue sur toute la gamme de température.

Une utilisation permanente de cet accessoire à haute température est toutefois déconseillée.

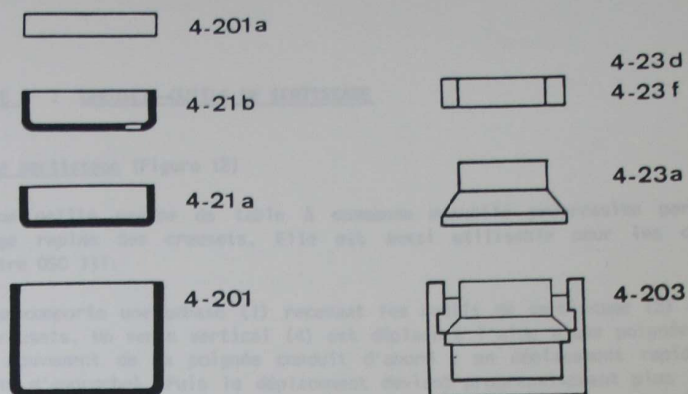
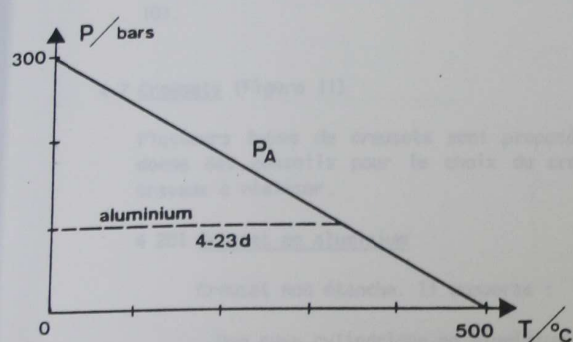
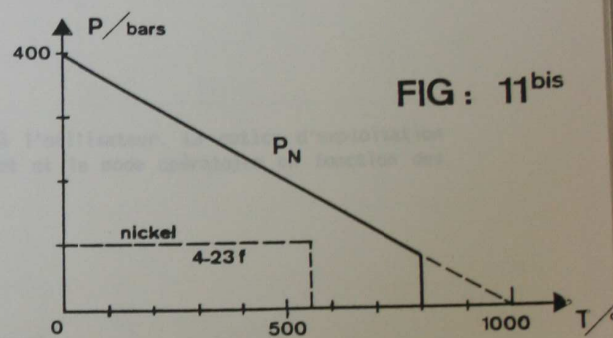


FIG : 11



A



B

FIG : 11^{bis}

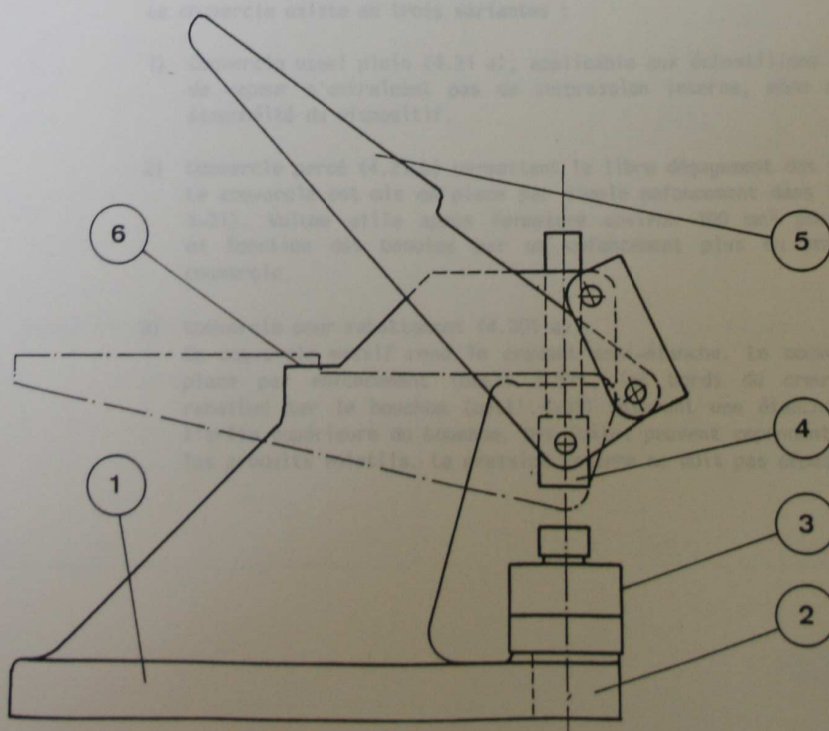


FIG : 12

4 - SOUS-ENSEMBLE 4 : CREUSETS-OUTILS DE SERTISSAGE

4-1 Presse de sertissage (Figure 12)

C'est une petite presse de table à commande manuelle progressive permettant le sertissage rapide des creusets. Elle est aussi utilisable pour les creusets de calorimètre DSC 111.

La presse comporte une embase (1) recevant les outils de sertissage (3) adaptés aux divers creusets. Un verin vertical (4) est déplacé à l'aide d'une poignée basculante (5). Le mouvement de la poignée conduit d'abord à un déplacement rapide du vérin (mouvement d'approche). Puis le déplacement devient progressivement plus lent en fin de course, ce qui permet l'exercice d'un effort intense sans gêne pour l'utilisateur.

La force maximale utile est de l'ordre de 1500 newtons.

L'évidement (2) n'a pas de fonction particulière pour les creusets du calorimètre DSC 101.

4-2 Creusets (Figure 11)

Plusieurs types de creusets sont proposés à l'utilisateur. La notice d'exploitation donne des conseils pour le choix du creuset et le mode opératoire en fonction des travaux à réaliser.

4 201 Creuset en aluminium

Creuset non étanche. Il comporte :

- . Une cuve cylindrique en aluminium embouti.
- . Un couvercle embouti pénétrant à l'intérieur de la cuve avec un léger serrage.

Le couvercle existe en trois variantes :

- 1) Couvercle usuel plein (4.21 a), applicable aux échantillons à faible tension de vapeur n'entraînant pas de surpression interne, même en cas de pseudo étanchéité du dispositif.
- 2) Couvercle percé (4.21 b) permettant le libre dégagement des vapeurs. Le couvercle est mis en place par simple enfoncement dans le creuset (outil 4-31). Volume utile après fermeture environ 100 mm³ pouvant être réduit en fonction des besoins par un enfoncement plus ou moins important du couvercle.
- 3) Couvercle pour rabattement (4.201 a)
Ce couvercle massif rend le creuset semi-étanche. Le couvercle est mis en place par enfoncement (outil 4-32), les bords du creuset sont ensuite rabattus sur le bouchon (outil 4-33) assurant une étanchéité relative sur l'arête supérieure du bouchon. Des fuites peuvent cependant se produire avec les produits volatils. La pression interne ne doit pas dépasser 3 bars.

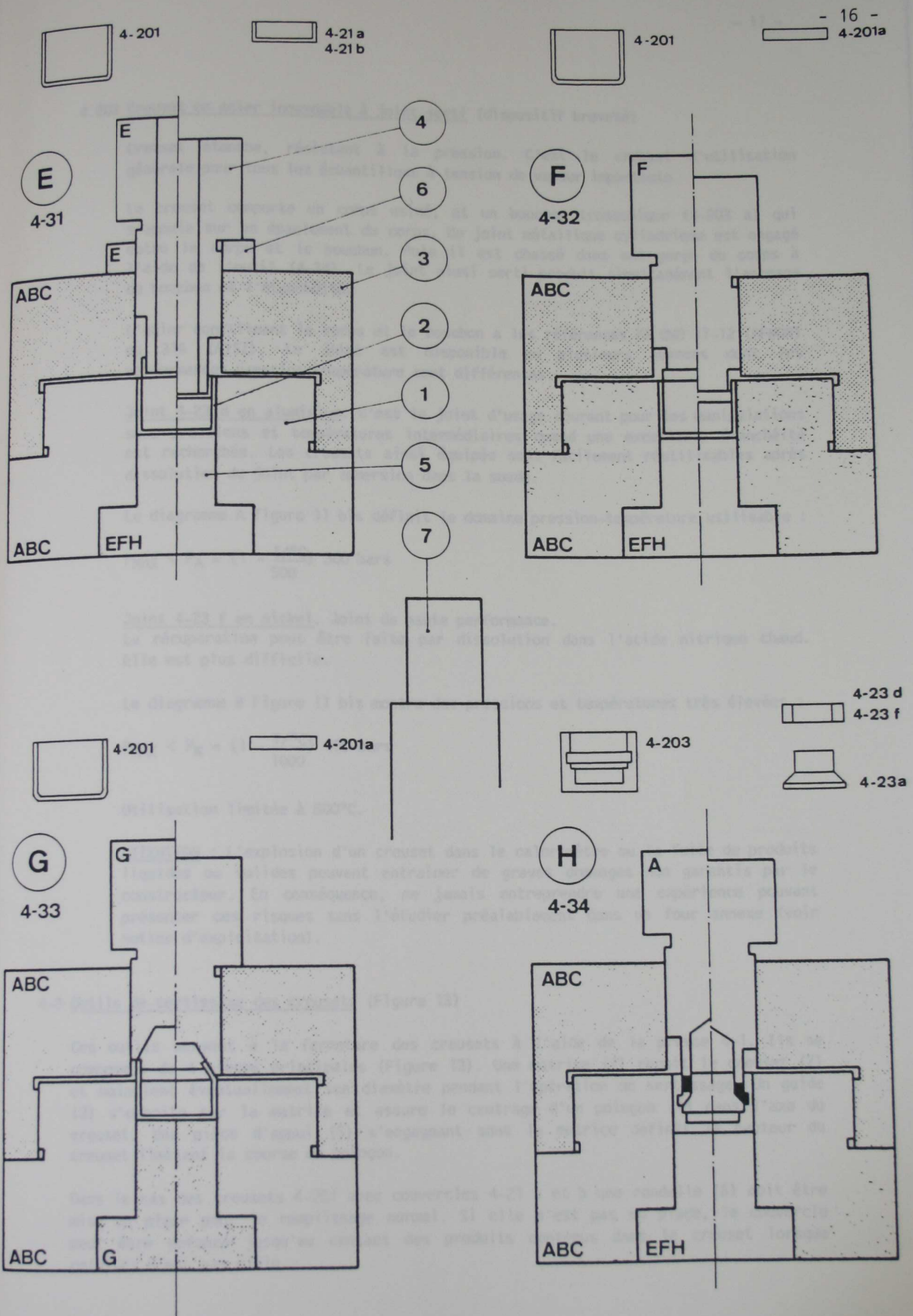


FIG : 13