
***Procédure d'utilisation simplifiée des
porosimètres au mercure de la série
PASCAL***

Version du 23mai 2005

<i>PREPARATION DU DILATOMETRE</i>	<i>page 2</i>
<i>LANCEMENT D'UNE ANALYSE AVEC LE PASCAL 140</i>	<i>page 3</i>
<i>LANCEMENT D'UNE ANALYSE AVEC LE PASCAL 240</i>	<i>page 6</i>
<i>FONCTIONS DE BASE DU PROGRAMME PASCAL</i>	<i>page 9</i>

Toute reproduction partielle ou totale de ce document, sans l'autorisation écrite de THERMOELECTRON, est interdite.

ThermoElectron. 16 Avenue du Québec - SILIC 765 - 91963 COURTABOEUF Cedex
Tél : 01 60 92 48 00 - Fax : 01 60 92 48 29
Responsable produits : D. CHEVALIER. Tél.: 01 60 92 48 04
E-mail : dominique.chevalier@thermo.com

PREPARATION DU DILATOMETRE

- Choisir le dilatomètre correspondant à l'analyse,

Critères de choix : - poudre ou solide
- Petit ou gros échantillon

- Placer l'échantillon dans la cellule retenue pour l'analyse,
- Pour les poudres électrostatiques, mettre 1 cm de mercure au fond du dilatomètre (pour éviter le collage sur les parois).
- Mettre un film de graisse à vide siliconée sur le rodage du capillaire,
- Ce film doit être fin, sans pour autant contenir des zones sans graisse.
- Placer le capillaire sur le corps du dilatomètre,
- Faire tourner le capillaire pour uniformiser le film de graisse,
- Serrer modérément l'écrou noir sur la bague grise,
- Placer l'électrode de mesure (modèle basse pression) sur le capillaire, le caoutchouc doit être placé vers le haut. L'enfoncer à fond.
- Placer le dilatomètre sur son support.

LANCEMENT D'UNE ANALYSE AVEC LE PASCAL 140



Mise en place du dilatomètre



- Ouvrir la cage de mesure,
- Tirer à fond la manette du support de mesure fixe,

Les opérations suivantes doivent être réalisées sans brutalité, ni précipitation excessive, sous peine de casser le dilatomètre.

- Basculer l'extrémité du capillaire vers le tube d'arrivée du mercure,
- Introduire le tube d'arrivée du mercure dans le capillaire,
- Basculer le dilatomètre contre la paroi de l'appareil,
- La languette métallique du support du dilatomètre doit être en contact avec la pièce métallique fixée sur la paroi de l'appareil.
- Relâcher doucement la manette,
- Fermer la cage de mesure.

Programmation du PASCAL 140

Le choix des fonctions se fait avec les flèches  et 

Les modifications des valeurs se font avec les flèches  et 

XXX = Appuyer sur la touche XXX

Cellule de mesure = Dilatomètre

- Message "**Place Dilatometer**",
- Placer le dilatomètre suivant la procédure décrite précédemment,
- Appuyer sur **ENTER**,
- Message "**Ready for outgas**",

Dil : XX permet de choisir le type de dilatomètre. Sélectionner le modèle correspondant à l'analyse.

NE JAMAIS REMPLIR UNE CELLULE DE MESURE CONTENANT PLUS DE 2 CM DE MERCURE,

- Appuyer sur **ENTER**,
- Message "**OUTGASSING : RUN**",

- 2nd RUN :** Lancement d'une deuxième analyse.
FILL : Remplissage complémentaire de la cellule avant l'analyse en haute pression.
HOME : Retour à la pression atmosphérique.

- Appuyer sur **ENTER** pour valider .

Fin de l'analyse

- Ouvrir la cage de mesure,

Les opérations suivantes doivent être réalisées sans brutalité, ni précipitation excessive, sous peine de casser le dilatomètre.

- Tirer à fond la manette du support de mesure fixe,
- Soulever la cellule de mesure avec son support. L'électrode métallique située en bas de la cellule de mesure ne doit pas forcer sur l'électrode inférieure du porosimètre.
- Tirer lentement le support vers vous en veillant à ce que le tube d'arrivée du mercure ne force pas sur le capillaire.
- Retirer complètement la cellule de mesure,
- Relâcher doucement la manette,
- Fermer la cage de mesure,
- Retirer l'électrode métallique,
- **Faire les pesées !!!** (sauf en cas d'ajout de mercure).

Logiciel :

- Charger la méthode de base,
 - Cliquer sur FILE,
 - Cliquer sur NEW,
 - Cocher PASCAL 140,
 - Cocher SAMPLE INFORMATION,
 - Cochez "INCREASE, DECREASE, MACROPORE",
 - Sauver la méthode avec un nouveau nom.
- A la fin de l'analyse, ou pendant son déroulement si vous souhaitez voir les points de mesure :
- Cliquer sur l'icône "Acquire points from instruments",
 - L'appareil transfère les données,
 - Sauver en utilisant le même nom.

LANCEMENT D'UNE ANALYSE AVEC LE PASCAL 240 OU 440

Mise en place du dilatomètre

➤ **Si vous utiliser un petit dilatomètre, la cale de centrage doit impérativement être placée dans l'autoclave.** Il faut la retirer pour pouvoir utiliser les gros dilatomètres.

- Remplir le haut du capillaire avec de l'huile diélectrique haute pression,
- Mouiller les parois avec la même huile,
- Placer la cellule dans l'autoclave,
- Tremper la partie inférieure de l'électrode de mesure (modèle haute pression) dans l'huile,
- Placer l'électrode de mesure (modèle haute pression) sur le capillaire. L'enfoncer à fond,
- Ouvrir entièrement la vanne située sur la tête de l'autoclave,
- Faire descendre la tête de l'autoclave avec la touche DOWN
- Serrer la vis,

ATTENTION : CETTE VIS DE SERRAGE DOIT ETRE MANIPULEE MANUELLEMENT. LES 2 DERNIERS TOURS DOIVENT ETRE EFFECTUES LENTEMENT. LORSQUE LA VIS S'ARRETE, IL EST INUTILE DE SERRER PLUS FORT.

➤ **TOUT SERRAGE EXCESSIF RENDRA LABORIEUX LE DESSERRAGE !!!**

- Ouvrir les 2 vannes situées sur l'autoclave jusqu'au trait rouge,
- Appuyer sur **FILL**,
- Laisser en circulation jusqu'à la disparition des bulles d'air,
- Attendre 1 minute,
- Appuyer sur **FILL**,
- Fermer les 2 vannes.

LES VANNES SONT METALLIQUES. LE SERRAGE DOIT ETRE FERME, MAIS PAS EXCESSIF, SOUS PEINE DE DETERIORER LES POINTEAUX

NE JAMAIS MANIPULER CES VANNES LORSQUE LE POROSIMETRE EST SOUS PRESSION.

Programmation du PASCAL 240

- Si l'appareil affiche " END ANALYS", appuyer sur **END**,
- Message " **CALIBR. ANALYSIS**",
- Sélectionner "ANALYSIS",
- Appuyer sur **SET**,
- Vérification et modification éventuelle des paramètres,
- Appuyer sur **SET**,
- Appuyer sur **ENTER**,
- Message "AUTOZERO",
- Appuyer sur **ENTER**,
- Si les valeurs sont stables, appuyer sur **START**.
- Si des données sont en mémoire, le message suivant apparaît " **CLEAR DATA ? CONFIRM ABORT** ",
- Si les données sont enregistrées sur le PC, sélectionner "**CONFIRM**",
- Appuyer sur **ENTER**,
- L'analyse démarre. L'appareil affiche son statut (INC ou DEC) et le volume de mercure ayant pénétré dans l'échantillon.
- A la fin de l'analyse, le message suivant apparaît "**END ANALYSIS**".

Logiciel :

- Charger la méthode de base,
- Cliquer sur FILE,
- Cliquer sur NEW,
- Cocher PASCAL 240 ou 440 (suivant le porosimètre utilisé),
- Cochez "INCREASE, DECREASE, MACROPORE",
- Sauver la méthode avec un nouveau nom.

- A la fin de l'analyse, ou pendant son déroulement si vous souhaitez voir les points de mesure :
- Cliquer sur l'icône "Acquire points from instruments",
- L'appareil transfère les données,
- Sauver en utilisant le même nom,

Retrait de la cellule de mesure

- Ouvrir complètement la vanne du haut,
 - Desserrer la vis principal,
 - Appuyer sur **UP** pour faire remonter la tête de l'autoclave,
 - Retirer la cellule de mesure
- Petits dilatomètre : Prendre le dilatomètre par l'électrode, puis par la bague grise.
- Grand dilatomètres : Bouger l'électrode de façon à la désolidariser du dilatomètre, puis prendre le dilatomètre par le capillaire puis la bague grise.
- Placer la cellule de mesure dans un becher contenant du 1 ou 2 cm de papier adsorbant,
 - Faire redescendre la tête de l'autoclave.

Ouverture de la cellule de mesure

- Dévisser l'écrou noir d'un tour,
- Retirer 1 cm d'huile dans le capillaire (seringue ou mèche de papier adsorbant),
- Introduire l'extrémité du piston d'ouverture dans le capillaire,
- Garder la cellule de mesure à la main,
- Taper légèrement avec la paume de l'autre main sur le haut du piston,
- La cellule est débloquée,
- Finir de dévisser l'écrou noir.

Combinaison des données avec celles du PASCAL140

- Cliquer sur FILE, puis sur COMBINE MACROPORE,
- Cliquer sur Choisir l'analyse,
- Choisir l'analyse basse pression correspondant à votre échantillon,
- Valider,
- Cliquer sur FILE, puis sur SAVE, pour sauver l'analyse.

Combinaison des données "haute" et "basse" pression d'un blanc :

- Charger le fichier de blanc du Pascal 240
- Venir dans FILE, puis COMBINE MACROPORE
- Sélectionner le Blanc du Pascal 140 correspondant à celui du Pascal 240
- Valider
- Venir dans "Edit data points", puis "Edit row data points"
- Cliquer sur "Transfert". Le fichier combiné apparaît.
- Cliquer sur "Exit"
- Cliquer sur FILE, puis sur SAVE, pour sauver l'analyse.

FONCTIONS DE BASE DU PROGRAMME PASCAL

The screenshot shows the Pascal 440 software interface. The title bar reads "Pascal 140/240/440 Ver. 1.01- [C:\analyses\Clermont63\N1-1p.440]". The menu bar includes "File", "View", "Report", "Graphs", "Instruments serial port", "Edit data points", and "Help". The toolbar contains icons for file operations and a numeric keypad. The user name "MICHELIN" is displayed in the top right. The main window title is "Pascal 440" and it indicates the file path "combine with : C:\analyses\Clermont63\N1-1p.140".

The interface has several tabs: "Sample information", "Acquisition parameters", "Calculation parameters", "Blank parameters (*)", and "Report selection". The "Sample information" tab is active, showing the following fields:

- Company Name : C.E. INSTRUMENTS
- Operator : P R
- Date : 04-05-99
- Sample name : N1 CARBON BLAK
- Sample mass (g) : .105
- Preparation : 15 Min Deg.
- Sample dens. (g/cm3) : 1
- Vol. at run (mm3) : 292
- Mercury height (mm) : 80.31
- Volume (mm3) at pressure (kPa) : 11.1522
- Capillary mercury height (mm) : 41.31
- Weight dilat.+Hg+Smp [g] : 233.552
- >Correct (g)---> : 235.933

A "Cancel" button is located at the bottom right of the form. At the bottom of the window, the following statistics are displayed: "Number of points increase : 1221", "Number of points decrease : 442", and "Number of points macropores : 103".

Sortie des résultats

- Cliquer sur FILE,
- Cliquer sur OPEN,
- Choisir le fichier à ouvrir,
- Cliquer sur OUVRIIR,

- Feuille "Sample Information" :

- Compléter les différentes rubriques,
- **Pour un blanc, Poids et Densité doivent avoir la valeur 0,**
- Cliquer sur les 2 calculatrices pour effectuer les calculs.

- Feuille "Calculation parameters" :

- Entrer la température de la pièce,
- Choisir ses paramètres de calcul,

- Feuille "Blank parameters" :

Pascal 140/240/440 Ver. 1.01 - [C:\analyses\Clermont63\N1-1p.440]

File View Report Graphs Instruments serial port Edit data points Help

MICHELIN

Pascal 440 combine with : C:\analyses\Clermont63\N1-1p.140

Sample information Acquisition parameters Calculation parameters Blank parameters (*) Report selection

Pascal 440

Number of points increase : 369 Number of points decrease : 356

Dir\Filename of Blank data used to calculations: C:\analyses\Clermont63\Cd3p-a21P.440

Filling Volume (mm3): 468 * Hg density blank (g/cm3): 13.5316 * °C 26

Dilatometer cone height (mm): 39 * Capillary radius (mm): 1.5 *

Weight dilatometer (g): 46.416 * Weight dilatometer + Hg (g): 238.263 *

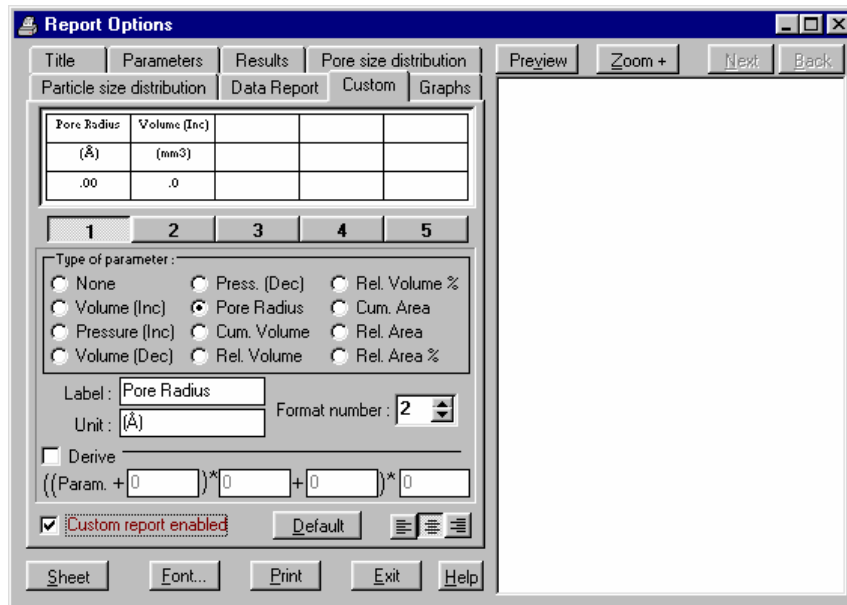
Cancel

Number of points increase : 1221 Number of points decrease : 442 Number of points macropores : 103

- Entrer le fichier de blanc.
- Ne pas oublier de vérifier que le fichier de blanc correspond au dilatomètre et aux paramètres d'analyse utilisés !!!
- Ne pas indiquer de fichier de blanc si vous faites un blanc.

Sortie du rapport :

- Cliquer sur REPORT,
- Cliquer sur CREATION,
- Remplir les différentes rubriques,
- Ne pas oublier de cocher "Custom Report Enable" si vous voulez obtenir un tableau de résultats personnalisé.



➤ Impression :

- FONT : Choix de la police de l'imprimante,
- PRINT,
 - Configurer l'imprimante,
 - Ok.
- Fichier en format texte ou EXCEL
 - Cliquer sur SHEET,
 - Cliquer sur SAVE AS ,
 - Choisir le format,
 - Enregistrer.

Voir les graphes

- Menu principal
- Cliquer sur GRAPHS,
- Cliquer sur VIEW GRAPHS,

➤ Attention : Un fichier de blanc ne peut pas être visualisé directement. Il faut mettre 1 pour le poids.