

**PRODUITS LIQUIDES A LA TEMPERATURE AMBIANTE  
MESURE DE LA TEMPERATURE D'EBULLITION  
PAR ANALYSE THERMIQUE DIFFERENTIELLE**

Page 1/5

**SANS RESTRICTION D'UTILISATION**

## AVANT-PROPOS

Le présent document est en conformité technique avec la méthode d'essai RNUR n° 1224.  
Il ne devra pas être modifié sans l'accord de la RNUR.

**1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

La méthode s'applique aux liquides purs, aux solutions et aux mélanges de plusieurs liquides avec ou sans azéotrope.

**2.PRINCIPE**

On enregistre la différence de température entre l'échantillon et une référence en fonction de la température de chauffage de l'échantillon.  
L'ébullition est mise en évidence par un changement d'absorption de chaleur entre l'échantillon et la référence. Le thermogramme présente alors un endotherme. La température d'ébullition correspond au début extrapolé de cet endotherme comme indiqué sur le schéma en annexe.

**3.APPAREILLAGE****3.1.APPAREIL D'ANALYSE THERMIQUE**

L'appareil d'analyse thermique, comme schématisé en annexe, devra correspondre aux exigences suivantes :

- Le système de chauffage devra permettre une montée linéaire en température dans une gamme comprise entre 25 °C et 500 °C à une vitesse d'échauffement de 10 °C  $\pm$  0,1 °C par minute.
- Les thermocouples échantillon et référence branchés en opposition de potentiel seront reliés à un enregistreur potentiométrique X-Y muni d'un amplificateur de manière à obtenir une sensibilité convenable (0,04 mV par 2,5 cm).
- Les soudures des thermocouples seront directement au contact de l'échantillon et de la référence.
- Le  $\Delta T$  entre échantillon et référence sera enregistré en fonction de la température de l'échantillon.
- La cellule pourra être mise sous vide avec une pression résiduelle de 5 mm de mercure.
- La cellule pourra avantageusement être balayée par un courant d'air comprimé permettant ainsi un refroidissement rapide entre deux manipulations.

**3.2.PRODUITS**

- Billes de verre de granulométrie 100 à 200 mesh servant de substances de référence.
- Substances-étalons : selon les températures d'ébullition présumées, on étalonnera l'échelle des températures avec les produits suivants :

| Gamme de température | Produit                   | Début du pic extrapolé |
|----------------------|---------------------------|------------------------|
| de 25 à 200 °C       | Indium à 99,95 %          | 154 °C                 |
| de 200 à 400 °C      | Etain à 99,95 %           | 230 °C                 |
| de 400 à 500 °C      | Sulfate d'argent à 99,5 % | 424 °C                 |

### 3.3. OUTILLAGE ANNEXE

- Micropipette ou seringue permettant de distribuer des échantillons de l'ordre de 10 à 20 mm<sup>3</sup>.
- Spatule.
- Eventuellement porte-échantillon et porte-référence de remplacement.
- Pince brucelles.
- Pompe à vide (éventuellement).
- Baromètre à mercure.

## 4. MODE OPERATOIRE

### 4.1. ETALONNAGE

- Dans le porte-échantillon, introduire avec la spatule 20 mm<sup>3</sup> de produit-étalon réduit en poudre fine.
- Dans le porte-référence, introduire 20 mm<sup>3</sup> de billes de verre.
- Mettre en route l'appareil d'analyse thermique selon les indications du constructeur.
- Enregistrer la courbe de fusion du produit étalon choisi.  
La vitesse de chauffage sera de 10 °C/min  $\pm$  0,1 °C/min.
- Relever la température du début extrapolé de l'endotherme de fusion de ce produit. La différence observée par rapport à la valeur indiquée au tableau du § 3.2 donne la correction d'appareillage à appliquer.

### 4.2. MESURE

- Le prélèvement de l'échantillon sera conforme à la norme NF T 60-200.
- Introduire à l'aide de la seringue 15 mm<sup>3</sup> d'échantillon dans le porte-échantillon. Le porte-référence contiendra alors 15 mm<sup>3</sup> de billes de verre.

#### 4.2.1. CAS D'UN PRODUIT DONT LE POINT D'EBULLITION PRECEDE LE DEBUT DE DECOMPOSITION

- Relever sur le baromètre la pression atmosphérique locale.
- Mettre en route l'appareil suivant les indications du constructeur. La vitesse de chauffage sera de 10 °C/min.
- Enregistrer la courbe d'ébullition de l'échantillon.
- Arrêter l'appareil et procéder au nettoyage de la tête de mesure. Les résidus sur les thermocouples seront éliminés par brûlage.
- Refroidir à l'aide de l'air comprimé. L'appareil est prêt pour une nouvelle manipulation.

#### 4.2.2. CAS D'UN PRODUIT DONT LE DEBUT DE DECOMPOSITION MASQUE LE POINT D'EBULLITION

- Mettre la tête de mesure sous vide partiel comme indiqué au § 3.1.
- Procéder comme au § 4.2.1.