

PRODUITS LIQUIDES A LA TEMPERATURE AMBIANTE MESURE DE LA TEMPERATURE DE CONGELATION PAR ANALYSE THERMIQUE DIFFERENTIELLE

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

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

2.PRINCIPE

La tête de mesure contenant l'échantillon est refroidie à vitesse constante. On enregistre la différence de température entre l'échantillon et une référence en fonction de la température de refroidissement de l'échantillon. On obtient une courbe exothermique caractéristique du passage de l'échantillon de l'état liquide à l'état solide. La température de congélation correspond au sommet de cette courbe (voir graphique en annexe 1).

3.APPAREILLAGE

3.1.APPAREIL D'ANALYSE THERMIQUE

L'appareil (voir schéma en annexe 2) devra correspondre aux exigences suivantes :

- Le système de refroidissement devra permettre une descente linéaire en température dans une gamme comprise entre + 100 et - 100 °C, à une vitesse de 10 °C ± 0,1 °C par minute.

Nota : Le refroidissement pourra être obtenu par circulation contrôlée d'un liquide de refroidissement, par exemple de l'azote liquide, ou par tout autre moyen prévu par le constructeur.

- Les thermocouples échantillon et référence branchés en opposition de potentiel seront liés à un enregistreur potentiométrique X-Y muni d'un amplificateur de manière à obtenir une sensibilité convenable (0,08 mV par 2,5 cm).
- Les soudures des thermocouples seront directement en contact avec l'échantillon et la référence.
- La différence de température ΔT avec l'échantillon et référence sera enregistrée en fonction de la température de l'échantillon.

3.2.PRODUITS

- Billes de verre de granulométrie 100 à 200 mesh servant de substance de référence inerte dans le domaine de température considéré.
- Substances étalons.

Gamme de température	Produit	Sommet du pic
de 0 °C à - 50 °C	eau distillée	0 °C
de - 50 °C à - 100 °C	glace carbonique	- 78,5 °C

- Fluide de refroidissement éventuellement (azote liquide).

3.3.OUTILLAGE ANNEXE

- Micropipette ou seringue permettant de distribuer des échantillons de l'ordre de 10 à 20 mm³.
- Spatule.
- Pincettes brucelles.

- Baromètre à mercure.

4.MODE OPERATOIRE

4.1.ETALONNAGE

- Dans le porte-échantillon, introduire 15 mm³ de substance étalon.
- Dans le porte-référence, introduire la même qualité de billes de verre.
- Mettre en route l'appareil d'analyse thermique selon les indications du constructeur.
- Enregistrer la courbe de refroidissement du produit étalon choisi à la vitesse de 10 °C par minute.
- Relever la température du sommet de l'exotherme. 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.
- Pour la mesure, procéder comme au § 4.1 en remplaçant la substance étalon par 15 mm³ du produit à examiner.
- Après enregistrement de la courbe arrêter l'appareil et procéder au nettoyage de la tête de mesure.
- Noter la pression atmosphérique locale.

5.EXPRESSION DES RESULTATS

La température de congélation correspond au sommet de l'exotherme obtenu. Dans le cas des mélanges, la courbe peut présenter plusieurs exothermes. La température de début de congélation correspondra alors au sommet du premier exotherme.

Ces températures de congélation ou de début de congélation seront corrigées en ajoutant ou en retranchant la valeur de la correction obtenue au § 4.1.

6.PROCES-VERBAL D'ESSAI

Il doit comprendre :

- l'identification complète de l'échantillon,
- la température de congélation exprimée en °C et la pression atmosphérique exprimée en mm de Hg,
- le type d'appareil utilisé,
- les conditions de manipulations autres que celles indiquées et susceptibles d'avoir modifié le résultat.