

CORPS PURS OU MELANGES, LIQUIDES, SOLIDES DETERMINATION DE LA CHALEUR SPECIFIQUE (CALORIMETRE A BALAYAGE DIFFERENTIEL)

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

*Le présent document est en conformité technique avec la méthode d'essai RNUR n° 1640.
Il ne devra pas être modifié sans l'accord de la RNUR.*

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet de déterminer par analyse calorimétrique à balayage différentiel (DSC) la chaleur spécifique sous pression constante des corps purs ou mélanges à l'état liquide ou solide.

2.DEFINITION

La chaleur spécifique (C_p) sous pression constante est définie comme étant la quantité de chaleur requise pour élever la température d'un gramme de matière de 1 degré Celsius.

3.PRINCIPE

La tête de mesure calorimétrique contenant une capsule échantillon et une capsule de référence vide est mise en température à gradient de vitesse constant. L'enregistrement de la variation de température (ou flux de chaleur) entre l'échantillon et une référence en fonction de la température donne une courbe endothermique. Un essai à blanc avec la capsule échantillon vide et la même capsule de référence donne dans les mêmes conditions une courbe endothermique ou exothermique. La comparaison de ces courbes permet d'accéder à la valeur de C_p .

4.APPAREILLAGE

4.1.APPAREILLAGE D'ANALYSE THERMIQUE

L'appareillage d'analyse thermique (voir schéma en annexe) devra correspondre aux exigences suivantes :

4.1.1 Un système de chauffage permettant une montée linéaire en température dans une gamme comprise entre - 100 et 500 °C à une vitesse minimale de 1 °C/min.

4.1.2 Les thermocouples de l'échantillon et de la référence seront reliés à un enregistreur XY muni d'un amplificateur de manière à obtenir une sensibilité convenable (de l'ordre de 3 $\mu V/cm$).

4.1.3 Les thermocouples seront directement en contact avec les capsules échantillon et référence.

4.1.4 Cellule de mesure d'analyse calorimétrique différentielle de sensibilité maximale voisine de 0,8 $mJ/sec^{-1} \cdot cm^{-1}$.

4.2.OUTILLAGE ANNEXE

4.2.1.PINCES BRUCELLES ANTIMAGNETIQUES

4.2.2.SPATULE

4.2.3.CAPSULES D'ALUMINIUM EN DEUX PARTIES

Un creuset et un couvercle pouvant s'emboîter et fermer hermétiquement après passage sous presse.

4.2.4.PRESSE A ENCAPSULER**4.2.5.BALANCE DE PRECISION**

à $\pm 0,01$ mg.

4.3.PRODUIT**4.3.1.SUBSTANCES ETALONS**

de chaleur spécifique connue telles que : oxyde d'aluminium, étain, gallium.

4.3.2.FLUIDE DE REFROIDISSEMENT DE LA TETE DE MESURE

Par exemple azote liquide.

5.MODE OPERATOIRE**5.1.PREPARATION DES ECHANTILLONS**

5.1.1 Choisir deux couples de creusets et couvercles de masse similaire. La différence de chaleur spécifique entre les capsules vides échantillon et référence doit être relativement comparée à la chaleur spécifique du corps à étudier; de ce fait, la variation de masse entre les deux creusets munis de leur couvercle sera inférieure à 0,1 mg.

5.1.2 La masse d'échantillon nécessaire pour effectuer la mesure sera de l'ordre de 20 à 100 mg.

5.1.3 La capsule de référence vide et la capsule échantillon contenant le corps à tester seront scellées hermétiquement à l'aide de la presse (4.2.4) puis percées de 2 trous pour permettre une mise à la pression atmosphérique.

5.2.MESURE CALORIMETRIQUE

5.2.1 Positionner les capsules échantillon et référence sur leur plot respectif dans la tête de mesure.

5.2.2 Mise en température de la tête de mesure calorimétrique. Soit T_0 la valeur de la température initiale de mesure, T_0 est inférieure de 20 à 30 °C à la température à laquelle la détermination de C_p est effectuée. Pour atteindre T_0 , programmer une montée en température (ou descente si $T_0 <$ température ambiante) à une vitesse permettant d'atteindre cette température en 3 à 5 minutes. Laisser ensuite se stabiliser l'ensemble durant au moins 5 minutes. L'appareil est alors prêt pour effectuer une mesure.

5.2.3 Mesure

(voir diagramme en annexe)

Positionner la vitesse de programmation de température à la valeur choisie (généralement 10 °C/minute), noter le point A, à température stabilisée (point servant à définir la ligne de base).

Initialiser la programmation de température ce qui provoque une déviation du signal, supérieure ou inférieure à la ligne de base suivant que la réaction est exo ou endothermique.

Quand la fin de programmation est atteinte, le signal retourne à la ligne de base : point B.

5.3.ESSAI A BLANC

L'essai à blanc est effectué avec les mêmes paramètres que ceux définis dans le paragraphe 5.2, mais en utilisant la capsule échantillon vide.

5.4.MESURE DE LA CHALEUR SPECIFIQUE DE L'ECHANTILLON

La détermination de la mesure du C_p se fait dans les conditions définies dans les paragraphes 5.1 et 5.2 en utilisant la même capsule échantillon que lors de l'essai à blanc.

6.DETERMINATION DU COEFFICIENT DE CALIBRATION

Le coefficient de calibration en sensibilité calorimétrique E est spécifique à chaque appareil et doit être déterminé périodiquement.