

MATERIAUX SEMI-CRISTALLINS TEMPERATURE DE FUSION CONVENTIONNELLE (ANALYSE THERMIQUE)

Page 1/6

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

Ce document est en conformité technique avec la méthode d'essai RENAULT n° 1272.

Il ne doit pas être modifié sans une consultation préalable de RENAULT.

Il est conforme à l'accord intervenu entre les Services Normalisation de PEUGEOT S.A. et RENAULT en JUILLET 1986.

Nota : Ce document est en conformité technique avec la norme NF T 51-223.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description du mode opératoire permettant la détermination de la température de fusion conventionnelle des matériaux semi-cristallins par analyse thermique différentielle (ATD) et par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Ils peuvent être sous la forme de poudre, de granulés, de plaques, d'objets moulés.

- Analyse thermique différentielle (ATD).

Technique dans laquelle la différence de température entre une substance et un matériau de référence est mesurée en fonction de la température lorsque la substance et le matériau de référence sont soumis à un programme de température contrôlée.

Nota : L'enregistrement résultant (voir figure 1 en annexe) est appelé "courbe d'analyse thermique différentielle" ou "courbe ATD"; la différence de température, $\Delta\theta$, peut être portée sur l'axe des ordonnées, les phénomènes endothermiques se situant de haut en bas, et la température, θ , sur l'axe des abscisses.

- Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Technique dans laquelle la différence d'énergie absorbée par une substance et un matériau de référence est mesurée en fonction de la température lorsque la substance et le matériau de référence sont soumis à un programme de température contrôlée.

Nota : Deux méthodes, calorimétrie différentielle à balayage par compensation de puissance, et calorimétrie différentielle à balayage à flux de chaleur, peuvent être distinguées suivant la méthode de mesure utilisée.

2.PRINCIPE

La méthode consiste à chauffer l'échantillon essayé à une vitesse de montée en température contrôlée et pilotée en continu à l'aide d'un dispositif de détection de la différence de température (ATD) ou de la différence de flux de chaleur (DSC), entre un matériau de référence dans le cas de l'ATD ou du creuset de référence dans le cas de la DSC, et l'échantillon essayé. Les variations de température ou de la différence de flux de chaleur sont dues aux variations énergétiques dans l'échantillon.

Une transition de phase de premier ordre, telle que la fusion, s'accompagne d'une absorption d'énergie de l'échantillon essayé, visualisée par un pic endothermique sur la courbe d'enregistrement.

La température de fusion conventionnelle est la température déterminée sur la courbe d'enregistrement, correspondant au sommet extrapolé du pic d'analyse thermique (voir figure 1 en annexe).

Nota : Cette température conventionnelle a l'avantage de pouvoir être déterminée avec précision alors que la température initiale extrapolée (point [2] de la figure 1 en annexe) est souvent difficile à définir sur le diagramme. Cependant, il faut savoir que la température conventionnelle est plus influencée par la masse de l'échantillon et la vitesse de chauffage que la température initiale extrapolée.

3.APPAREILLAGE ET REACTIFS

3.1.CELLULE DE MESURE

comportant :

- dans le cas de l'ATD, deux creusets identiques, l'un contenant l'échantillon à essayer et l'autre le produit inerte servant de référence,
- dans le cas de la DSC, deux creusets identiques, l'un contenant l'échantillon à essayer, l'autre ne contenant aucun produit.

3.2.PROGRAMMATEUR DE TEMPERATURE

permettant une montée régulière en température, réglable de 5 à 50 °C/min à 1 °C/min près, suivant la nature de l'échantillon essayé.

3.3.AMPLIFICATEUR ELECTRONIQUE

(dans le cas de l'ATD), permettant d'obtenir sur l'enregistrement une sensibilité d'au moins 0,5 mm/°C de température.

3.4.ENREGISTREUR POTENTIOMETRIQUE XY

3.5.BALANCE PRECISE AU DIXIEME DE MILLIGRAMME

3.6.PRODUITS ETALONS

Les produits indiqués dans le tableau ci-dessous couvrent le domaine de mesure de 135 °C à 433 °C.

PRODUIT	POINT DE FUSION (en °C)
Nitrate de potassium (qualité pour analyses)	135 (point de transition)
Indium à 99,95 %	159
Etain à 99,95 %	237
Perchlorate de potassium (1)	309
Sulfate d'argent	433

(1) Prendre toutes les précautions d'usage dans la manipulation et la mise en oeuvre du perchlorate de potassium.

3.7.GAZ DE BALAYAGE

Air, oxygène, azote, argon, etc.