

PLASTIQUES ET CAOUTCHOUCS TEMPERATURE DE TRANSITION VITREUSE 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° 1405.

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 JANVIER 1989.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant la détermination de la température de transition vitreuse conventionnelle (au point Tg) des plastiques et des caoutchoucs amorphes et semi-cristallins dont la valeur se situe entre - 150 °C et 450 °C.

Le phénomène de transition vitreuse, caractéristique de ces matières, correspond à une discontinuité de la capacité thermique de celles-ci. Il se manifeste sur la courbe, lorsque la température croît, par une inflexion, abaissant le niveau énergétique d'équilibre propre au matériau, en l'absence de tout autre phénomène thermique. Ce phénomène est lié à une variation des propriétés mécaniques.

2.PRINCIPE

La méthode consiste à chauffer ou à refroidir l'échantillon à examiner à une vitesse de transfert en température contrôlée et pilotée en continu. Un dispositif de détection de la différence de température entre l'échantillon et un produit inerte de référence dans le cas de l'analyse thermique différentielle (ATD) ou de la différence de flux de chaleur entre l'échantillon et un creuset de référence dans le cas de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), visualise le phénomène par l'intermédiaire d'un thermogramme.

3.APPAREILLAGE

3.1.CELLULE DE MESURE

comportant :

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

3.2.PROGRAMMATEUR DE TEMPERATURE

permettant un transfert régulier en température compris entre 5 et 20 °C/min à $\pm 0,2$ °C/min suivant la nature de l'échantillon examiné. La variation de température la plus utilisée est de 10 °C/min $\pm 0,2$ °C/min.

3.3.DISPOSITIF DE DETECTION ET D'AMPLIFICATION

de la différence de température ou du flux thermique permettant d'obtenir une sensibilité d'au moins 0,05 °C pour la déviation du papier ou de la plume de l'enregistreur.

3.4.ENREGISTREUR POTENTIOMETRIQUE A DEUX AXES

3.5.BALANCE PRECISE AU DIXIEME DE MILLIGRAMME

4. REACTIFS

4.1. PRODUITS DE REFERENCE POUR L'ATD

Tout produit inerte dans le domaine de température considéré, peut être utilisé comme produit de référence. Il est possible d'utiliser, dans la majorité des cas, des billes de verre de diamètre 75 à 150 µm.

4.2. PRODUITS ETALONS

Les produits indiqués dans le tableau ci-dessous couvrent le domaine de mesure de - 150 °C à 450 °C.

Domaine de température (en °C)	Produit (1)	Point de fusion (en °C)
- 150 à - 50	Neige ou glace carbonique	- 78,5
- 50 à 0	Eau distillée	0
0 à 200	Indium à 99,95 %	159
200 à 300	Etain à 99,95 %	237
300 à 350	Plomb	327,5
350 à 450	Zinc	419,5

(1) Certains appareils sont étalonnés avec des creusets de référence pouvant contenir plusieurs produits étalons dont les points de fusion varient entre 150 et 450 °C.

4.3. GAZ DE BALAYAGE

Air, oxygène, azote, argon, etc.

5. PRELEVEMENT DE L'ECHANTILLON

Les matériaux peuvent se présenter sous forme de pièces (éprouvettes ou pièces ouvrées), de granulés ou de poudre.

-Cas des pièces

- La pièce est découpée à l'endroit où l'on souhaite effectuer le prélèvement en prenant soin d'éviter tout échauffement et, en règle générale, toute action susceptible de modifier la structure du matériau.
- Découper, dans la partie apparente ainsi dégagée, un échantillon dans les mêmes conditions que ci-dessus, de telle sorte que l'on obtienne une masse optimale compatible avec le type d'appareil utilisé.

-Cas des granulés

- Prélever, selon le type d'appareil utilisé, un, plusieurs ou une fraction de granulés (découpée par exemple à l'aide d'une pince).

-Cas d'une poudre

- Rendre la poudre la plus homogène possible, soit par agitation du récipient maintenu fermé, soit par agitation à l'aide d'une spatule, par exemple.
- Prélever immédiatement la quantité nécessaire à la mesure.

Les échantillons doivent, en outre, être représentatifs du matériau à examiner.

6. MODE OPERATOIRE

6.1. ETALONNAGE

6.1.1. ANALYSE THERMIQUE DIFFERENTIELLE

- Introduire dans le creuset environ 20 mg de produit étalon (4.2) pesé à $\pm 0,1$ mg près à l'aide de la balance (3.5).
- Choisir le produit étalon dont la température de fusion se rapproche le plus de celle estimée de l'échantillon essayé.