

RESINES THERMOFUSIBLES POINTS DE FUSION ET DE RAMOLLISSEMENT (ANALYSE THERMOMECHANIQUE)

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant la caractérisation des résines thermofusibles par les points de fusion et de ramollissement.
Elle s'applique à tous les types de thermofusibles élaborés à partir d'huiles végétales.

2.PRINCIPE

Cette méthode consiste à chauffer, à une vitesse de montée en température contrôlée à l'aide d'un analyseur thermomécanique, une éprouvette présentant deux surfaces parfaitement planes et parallèles, placée sur un support. Une sonde de diamètre inférieur déterminé, placée au contact de l'éprouvette, et sur laquelle une force d'intensité déterminée est appliquée, permet d'enregistrer en continu les variations dimensionnelles de l'éprouvette. Le thermogramme obtenu représente le déplacement de la sonde, en fonction de la température. On détermine la température de fusion, correspondant au point de pénétration de la sonde à l'intérieur de l'éprouvette. Cette température est lue au point onset de la courbe (point d'intersection des deux tangentes à la courbe). On détermine également le point de ramollissement du thermofusible.

3.APPAREILLAGE

3.1.ANALYSEUR THERMOMECHANIQUE

comportant les éléments suivants :

3.1.1.CELLULE DE MESURE

permettant la lecture du déplacement de la sonde au contact de l'éprouvette.

3.1.2.PROGRAMMATEUR DE TEMPERATURE

permettant une montée régulière en température, à vitesse réglable, suivant la nature de l'éprouvette utilisée.

3.1.3.ENREGISTREUR XY

assurant le tracé en continu de la variation dimensionnelle de l'éprouvette, en fonction de la température.

3.2.SONDE DE DILATATION

cylindrique à bout plat de diamètre inférieur 2 à 3 millimètres suivant les appareils (mesure).

3.3.SONDE DE PENETRATION

cylindrique à bout plat de diamètre inférieur 1 millimètre (étalonnage).

3.4.MASSES

de 2 grammes (mesure) et de 5 grammes (étalonnage) ou système permettant d'appliquer sur la sonde une force contrôlée équivalente.

3.5.MICROMETRE OU SYSTEME DE MESURE

permettant la lecture exacte de la dimension initiale de l'éprouvette.

3.6.SYSTEME DE REFROIDISSEMENT

de l'appareil de mesure, pour essais à basse température : neige carbonique, azote liquide...

3.7.CALCULATEUR

éventuellement, permettant le traitement des courbes d'enregistrement.

3.8.ETUVE

réglée à $80\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

3.9.CAPSULE

pour analyse enthalpique différentielle (DSC).

3.10.EMPORTE-PIECE, SCIE,...**4.REACTIFS****4.1.GAZ DE BALAYAGE SEC**

Azote, air, hélium,...

4.2.CYCLOHEXANE

(C₆H₁₂), qualité pour chromatographie.

4.3.INDIUM

(In), qualité pour analyse thermique.

5.MODE OPERATOIRE**5.1.ETALONNAGE DE L'APPAREIL EN TEMPERATURE**

- Choisir deux étalons dont les points de fusion ou de changement d'état connus, permettent une calibration sur la gamme de température utilisée pour l'analyse.

Exemple :

Cyclohexane (4.2) et indium (4.3).

- Pour les étalons solides, aplanir un petit morceau d'étalon de façon à obtenir un disque d'environ 3 millimètres de diamètre sur 0,5 millimètre d'épaisseur.
- Placer l'étalon dans une capsule pour analyse enthalpique différentielle (DSC). Recouvrir la capsule de son couvercle.
- Pour les étalons liquides, à température ambiante, introduire quelques gouttes d'étalon dans une capsule (3.9) et faire congeler. Recouvrir ensuite la capsule de son couvercle.
- Utiliser la sonde de pénétration (3.3) et la masse de 5 grammes (3.4) pour la mesure des points de fusion.
- Calibrer, selon les indications du constructeur, à la vitesse utilisée pour l'analyse, sous balayage du gaz utilisé pour l'analyse.
- Relever le point onset A de la courbe de fusion (voir annexe 1).

5.2. PREPARATION ET DIMENSIONS DES EPROUVETTES

5.2.1. PREPARATION DES PLAQUES

- Déshydrater préalablement le produit brut pendant au moins 3 heures à $80\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ dans l'étuve (3.8).
- Préparer à partir du produit déshydraté des plaques, obtenues par coulage, ayant une épaisseur de 6 millimètres.

5.2.2. DIMENSIONS DES EPROUVETTES

Les éprouvettes sont prélevées dans les plaques obtenues au paragraphe 5.2.1, à l'aide de l'outil (3.10), et doivent avoir une forme cylindrique de diamètre 6 millimètres et de hauteur 6 millimètres.

Nota : Les faces inférieures et supérieures doivent être parfaitement planes et parallèles.

5.3. CONDITIONS D'ESSAI

- Vitesse de montée en température : $10\text{ °C/min} \pm 1\text{ °C/min}$.
- Plage de température : de -40 °C à 250 °C .
- Arrêter la programmation en température lorsque la sonde pénètre dans l'éprouvette.

5.4. MESURE

- Mesurer la hauteur de l'éprouvette à l'aide du micromètre (3.5).
 - Placer l'éprouvette sur l'analyseur thermomécanique (3.1), muni de la sonde de dilatation (3.2).
 - Mettre en place le système de refroidissement (3.6) et le balayage de gaz adapté (4.1).
 - Placer sur la sonde la masse de 2 grammes (3.4) ou la force équivalente.
 - Programmer les différents paramètres de l'essai.
 - Mettre en route l'enregistrement.
 - Dès que la sonde pénètre dans l'éprouvette, stopper l'analyse et remonter la sonde, avant refroidissement, pour éviter la prise en masse du thermofusible dans l'analyseur.
 - Retirer l'éprouvette avant refroidissement.
 - Refroidir l'analyseur.
 - Nettoyer le support et la sonde.
 - L'analyseur est prêt pour un nouvel essai.
- Effectuer trois mesures.