

## La calorimétrie différentielle à balayage comme outil de détermination de la capacité thermique

**Pertinent pour : science des matériaux, fabrication électronique, recherche sur les polymères, gestion thermique, développement de matériaux avancés, contrôle qualité, optimisation des processus**

La capacité thermique massique ( $c_p$ ) est définie comme l'énergie nécessaire pour augmenter d'un Kelvin la température d'une unité de masse d'un matériau. Elle est utilisée pour étudier les changements structuraux et les transitions de phase. La  $c_p$  est mesurée de manière fiable par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) conformément aux normes ISO 11357-4 et ASTM E1269, à l'aide de trois mesures : à blanc, référence saphir et échantillon. Ce rapport présente les mesures de la  $c_p$  du PET et de l'indium effectuées avec l'instrument DSC Julia d'Anton Paar.



Figure 1 : Julia DSC 500 avec passeur d'échantillon

### 1 Introduction

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est une technique largement utilisée pour mesurer la capacité thermique massique ( $c_p$ ) des matériaux, une propriété thermodynamique fondamentale qui décrit la quantité d'énergie thermique nécessaire pour élever d'un degré Celsius (ou Kelvin) la température d'une unité de masse d'une substance. La  $c_p$  fournit des informations essentielles sur la manière dont un matériau absorbe et stocke l'énergie thermique, influençant sa stabilité thermique, son efficacité énergétique et sa réponse aux changements de température.

La capacité thermique spécifique est essentielle pour comprendre et prévoir le comportement des matériaux dans une variété de processus thermiques tels que le chauffage, le refroidissement, les transitions de phase (par exemple, la fusion, la cristallisation) et les réactions chimiques. Les matériaux ayant des valeurs de  $c_p$  élevées peuvent absorber plus de chaleur sans changements de température significatifs, ce qui est

important pour les applications nécessitant un tampon thermique ou un stockage d'énergie. Inversement, les matériaux à faible  $c_p$  se réchauffent ou se refroidissent rapidement, ce qui influe sur des processus tels que les cycles thermiques rapides.

La  $c_p$  dépend également de la température et varie souvent en fonction des changements de phase ou de structure du matériau. Par exemple, aux points de transition de phase, tels que la fusion ou la transition vitreuse, la  $c_p$  présente généralement des changements distincts qui révèlent des informations importantes sur la structure et la composition internes du matériau. Ainsi, la mesure de la  $c_p$  sur une plage de températures permet de caractériser ces transitions et d'améliorer la compréhension des propriétés thermiques du matériau.

La DSC est particulièrement adaptée aux mesures de  $c_p$  car elle suit la différence de flux thermique entre un échantillon et une référence inerte au fur et à mesure que la température change, ce qui permet de quantifier avec précision la quantité d'énergie absorbée ou libérée par l'échantillon. Ces données sont essentielles pour les scientifiques et les ingénieurs spécialisés dans les matériaux afin d'optimiser les processus de fabrication, de garantir la stabilité des produits et de concevoir des matériaux dotés des propriétés thermiques souhaitées.

Dans cette étude, la DSC a été utilisée pour mesurer la capacité thermique massique du polyéthylène téréphtalate (PET) et de l'indium. L'indium sert de norme d'étalonnage de la DSC en raison de ses propriétés de fusion bien connues, tandis que le PET est un polymère courant utilisé dans diverses industries.

## Montage expérimental

### 1.1 Échantillons

Trois matériaux différents ont été préparés pour la détermination de la capacité thermique par DSC : l'échantillon d'indium, l'échantillon de polyéthylène téréphtalate (PET) avec la formule chimique  $(C_{10}H_8O_4)_n$ , et la référence saphir. Les masses des échantillons étaient respectivement de 19,102 mg, 9,676 mg et 18,884 mg. Chaque matériau a été placé dans un creuset en aluminium de 40  $\mu$ L sans couvercle, en veillant à centrer les échantillons pour garantir un chauffage uniforme et des mesures précises. Un creuset vide a également été utilisé pour fournir une référence de base pour les corrections du flux thermique pendant l'analyse par DSC.

Les mesures ont été effectuées à l'aide de l'instrument Julia DSC 500 (figure 1).

### 1.2 Programme de mesure / Réglages

La méthode de mesure pour la détermination de la  $c_p$  est composée de deux segments isothermes et d'un segment de chauffage dynamique entre les deux. Le programme de température pour le PET est illustré à la figure 2. La capacité thermique massique du PET a été déterminée entre 30 °C et 300 °C, tandis que pour l'indium, une plage de 100 °C à 200 °C a été utilisée.

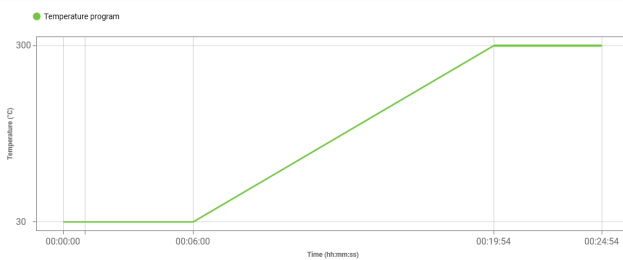


Figure 2 : programme de mesure du PET

## 2 Résultats et discussion

### 2.1 Indium

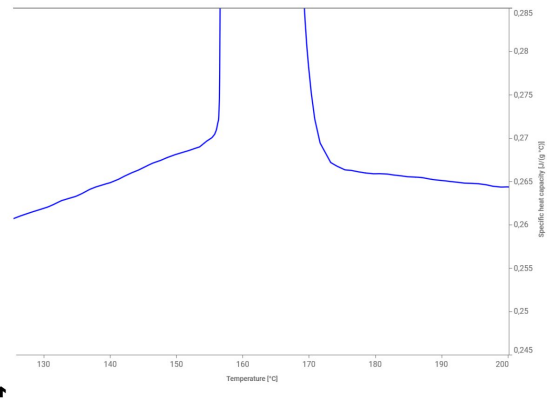


Figure 3 : capacité thermique massique de l'In autour de son point de fusion

La capacité thermique massique ( $c_p$ ) de l'indium a été mesurée sur une plage de températures allant de son point de fusion à sa transition de phase. Les valeurs obtenues présentent un comportement clair et cohérent, confirmant la fiabilité des mesures. Les valeurs de  $lac_p$  ont été obtenues à deux températures différentes, 153 °C et 180 °C, comme le montre le tableau 2.

	153 °C	180 °C
Valeur $C_p$	0,269 [J/(g·°C)]	0,265 [J/(g·°C)]

Tableau 1 : résultats de la mesure de la  $c_p$  de l'indium

Les résultats montrent que  $lac_p$  augmente avec la température lors de la phase solide, mais qu'il diminue pour atteindre une valeur plus faible et presque constante après la fusion. Cela indique que la  $c_p$  dépend fortement de la température lorsque le matériau est solide, mais qu'une fois fondu, elle diminue et devient moins sensible aux changements de température. Ce comportement reflète la différence entre les vibrations du réseau à l'état solide et à l'état liquide plus désordonné, où le stockage d'énergie par degré est réduit.

Les valeurs de capacité thermique spécifique mesurées sont en accord avec les données de la documentation. À 153 °C, la  $c_p$  mesurée de 0,269 J/(g·°C) s'écarte de moins de 2 % de la valeur de 0,264 J/(g·°C) figurant dans la littérature. De même, à 180 °C, la valeur mesurée de 0,265 J/(g·°C) présente un écart d'environ 3 % par rapport à la valeur de 0,257 J/(g·°C) figurant dans la littérature. Ces résultats

démontrent la fiabilité et la grande précision des mesures, surtout si l'on considère la faible valeur de la capacité thermique massique de l'indium.

## 2.2 Plastique PET

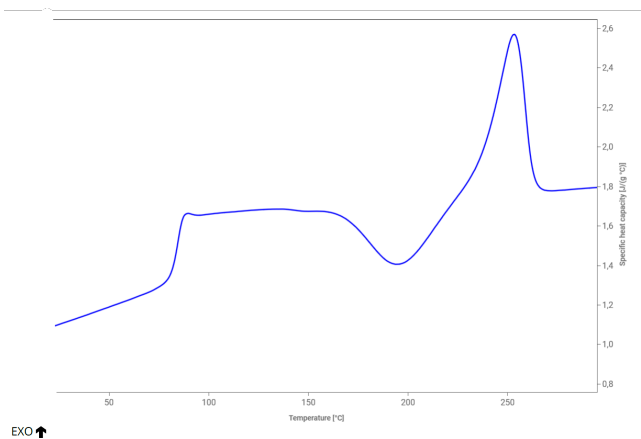


Figure 4 : capacité thermique massique du PET

La courbe de la  $c_p$  du PET montre une forte augmentation de la capacité thermique en dessous de la transition vitreuse, une transition vitreuse claire à une température juste inférieure à 100 °C, où la  $c_p$  augmente progressivement. Cela reflète l'augmentation de la mobilité moléculaire lorsque le matériau passe de l'état vitreux à l'état caoutchouteux. Après la transition vitreuse, la  $c_p$  reste pratiquement constante sur une large plage de températures, ce qui témoigne d'un comportement amorphe stable. Vers 180 °C, un exotherme de cristallisation froide apparaît, suivi d'un endotherme de fusion avec un pic à 250 °C. Ces processus impliquent des effets de chaleur latente, au cours desquels la  $c_p$  n'est pas définie puisque la chaleur est consommée/dégagée par le changement de d'état. En dehors de ces événements, la  $c_p$  reste relativement inchangée. Les valeurs de capacité thermique massique déterminées sont résumées dans le tableau 3 et sont conformes aux valeurs de référence générales connues pour le PET.

	70 °C	100 °C	270 °C
$c_p$ - valeur	1,267 [J/(g°C)]	1,661 [J/(g°C)]	1,780 [J/(g°C)]

Tableau 2 : résultats de la mesure de la  $c_p$  de l'indium

## 3 Résumé et conclusion

La capacité thermique massique de l'indium et du PET a été déterminée à l'aide de l'instrument Julia DSC 500 conformément aux normes ISO 11357-4 et ASTM E1269. La DSC a capturé efficacement le comportement de la  $c_p$  et les transitions thermiques dans les deux matériaux. L'indium a montré une  $c_p$  croissante lors de la phase solide, se stabilisant après la fusion. Le PET a présenté une transition vitreuse claire avec une augmentation de la valeur de la  $c_p$ , suivie d'une valeur  $c_p$  constante et de deux événements thermiques (cristallisation à froid et fusion) au-dessus de 150 °C. La méthode s'avère fiable pour la détermination précise de la  $c_p$  dans différents types de matériaux.

## 4 Références

1. ASTM International. 2023. ASTM E1269 : Méthode d'essai standard pour la détermination de la capacité thermique massique par calorimétrie différentielle à balayage. Dans Annual Book of ASTM Standards, Vol. 14.02. West Conshohocken, PA : ASTM International.
  2. ISO est l'Organisation internationale de normalisation. 2023. ISO 11357-1:2023(E) : Plastiques - Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) - Partie 1 : Principes généraux. Genève : ISO.
- ISO est l'Organisation internationale de normalisation. 2021. ISO 11357-4:2021(E) : Plastiques - Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) - Partie 4 : Détermination de la capacité thermique massique. Genève : ISO.

### Contact Anton Paar GmbH

Tél : +43 316 257-0

info@anton-paar.com | www.anton-paar.com