

Introduction

La mesure de capacité calorifique fait partie des mesures classiques réalisées par calorimétrie différentielle à balayage. Alors que les DSC classiques permettent de mesurer la capacité calorifique avec une incertitude relative de 5 à 10 %, l'Ultimate Micro Calorimètre développé par Calneos permet d'approcher 1 % d'incertitude, voire mieux dans des conditions optimales. Pour cela, l'Ultimate Micro Calorimètre dispose d'une très grande sensibilité, régule la température avec une très grande précision, dispose enfin de cellules de volume important permettant de maximiser les signaux thermiques mesurés.

En plus des cellules dites « Batch » réutilisables, l'Ultimate Micro Calorimètre dispose de cellules volumiques. Celles-ci sont entièrement remplies par injection du fluide à analyser. Ceci a plusieurs avantages :

- le premier est de s'affranchir de tout phénomène d'évaporation et de variation de pression dans la cellule de mesure pendant la rampe de température
- le second est la possibilité de réaliser de manière simple des mesures sous pression contrôlée jusqu'à une centaine de bars.

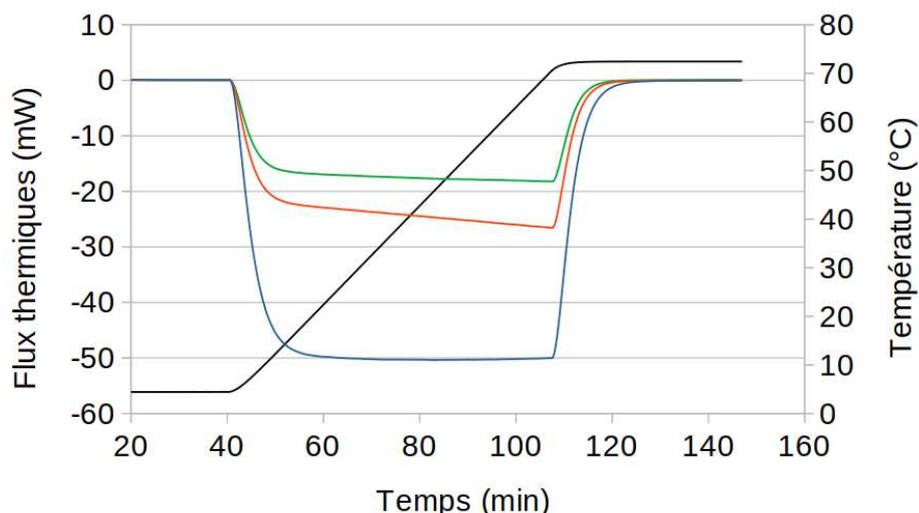
Protocole expérimental



La cellule volumique est remplie en injectant avec une seringue environ 3 mL d'échantillon liquide à analyser. Ce volume permet le remplissage du volume utile de la cellule (0,7 mL), et des tubes de remplissage. Une légère contre-pression est appliquée sur l'échantillon en entrée de la cellule (environ 2 bars) afin de le maintenir pendant la mesure et lui permettre de se dilater lors de la rampe de chauffe.

L'Ultimate Micro Calorimètre a été programmé de la manière suivante : une isotherme de 40 minutes à 5°C, suivi d'une rampe de chauffe entre 5°C et 73°C à 1°C/minute, et enfin une autre isotherme de 40 minutes à 73°C. 4 expériences de moins de 2h30 ont été réalisées en tout : avec de l'eau, de l'éthanol absolu, du cyclohexane, et enfin une expérience à vide (blanc) dont le flux thermique a été retranché des autres thermogrammes. Les thermogrammes obtenus sont présentés ci-dessous.

Le flux thermique mesuré est proportionnel à la capacité calorifique volumique du fluide analysé. Un traitement mathématique simple du signal obtenu permet ainsi de calculer les capacités calorifiques volumiques. Les résultats obtenus à 40°C sont présentés ci-dessous :



Résultats

Cp vol. à 40°C (J/mL/°C)	Théorique	Mesuré
Eau	4,15	4,13
Éthanol absolu	1,99	1,99
Cyclohexane	1,45	1,45

Conclusion

Avec sa cellule dédiée, l'Ultimate Micro Calorimètre est un outil des plus efficaces pour la mesure de capacités calorifiques volumiques. Il permet de réaliser des mesures sous pression contrôlée sur une large gamme de température (-30 °C à 160°C) avec une grande précision.

L'Ultimate Micro Calorimètre dispose également de plusieurs types de cellules : batch, volumique, mélange, réaction, etc.

Pour tout contact : contact@calneos.com