

ETALONNAGE D'UNE MICROBALANCE APPELEE A FONCTIONNER DANS UNE ENCEINTE ETANCHE

B. BEDEN

*Laboratoire de Thermodynamique Chimique et Electrochimie
de l'Université, Poitiers, France*

(Reçu le 29 Mai 1972)

A very simple system is described, which allows the manipulation of a reference mass in order to tare a McBain thermogravimetric system in a closed or controlled atmosphere, without introducing any perturbation in the experiment itself.

Un type très simple de manipulateur externe magnétique permet à volonté de prélever ou de déposer un cavalier de masse connue dans une enceinte étanche.

Il permet, en particulier, d'étalonner un ressort sensible dans une enceinte à atmosphère contrôlée, sans perturber la marche de l'expérience ni les conditions de travail, tout en résolvant d'une manière indirecte les problèmes techniques posés par l'existence des courants de convection.

Une application peut, par exemple, intéresser l'étalonnage d'une microbalance Mac Bain [1, 2] appelée à fonctionner en atmosphère statique ou non, à températures variées: en effet, quand le montage est étanche, le ressort ne peut être étalonné qu'avant ou après l'expérience proprement dite et il en résulte des erreurs dues d'une part à la variation de sensibilité en fonction de la charge, d'autre part à une hystérèse d'élasticité. Nous avons pu y remédier au moyen du dispositif décrit ci-après.

Principe du manipulateur

Le manipulateur comprend quatre organes:

- un porte-cavalier fixe
- un cavalier de tarage
- un porte-cavalier mobile
- un aimant de commande

a) *Porte-cavalier fixe* (fig. 1 et fig. 2)

Il consiste en un double crochet de fil de platine d'un à deux dixièmes de millimètre de diamètre, façonné de telle sorte que l'axe Δ' passant par les deux sommets soit décalé de trois millimètres environ par rapport à l'axe Δ , perpendiculaire en O au fil de verre RN (liaison ressort-nacelle).

b) *Cavalier de tarage* (fig. 2)

Ce cavalier, de forme trapézoïdale, est en fil de verre ou de platine. Sa masse doit être connue avec une grande précision.

c) *Porte-cavalier mobile* (fig. 1 et fig. 3)

C'est un barreau aimanté enrobé de verre et muni de patins en Téflon dont la forme a été conçue en vue de faciliter le glissement, mais empêchant toute rotation accidentelle lors des déplacements latéraux.

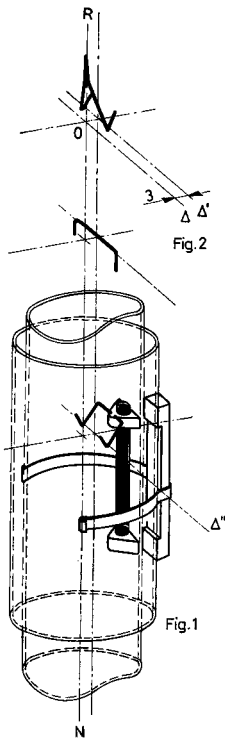


Fig. 1. Porte cavalier fixe
Fig. 2. Cavalier de tarage

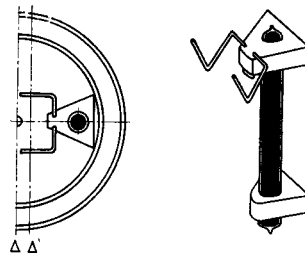


Fig. 3. Porte cavalier mobile

Les crochets, en platine de cinq dixièmes de millimètre de diamètre admettent la forme de la figure 1. L'axe Δ'' passant par les deux sommets doit être situé dans le plan π parallèle à la droite RN et contenant déjà l'axe Δ' . Le fil de platine peut être à volonté enrobé de verre en son centre et soudé sur l'enveloppe du barreau aimanté ou bien encore traverser le patin de Téflon supérieur.

d) *Aimant de commande*

Cet aimant doit être suffisamment fort pour entraîner le porte-cavalier mobile à travers la paroi en verre sans qu'il y ait risque de chute. Il est maintenu en position par un feuillard en un matériau amagnétique.

Fonctionnement

Les opérations à effectuer successivement sont schématisées sur la figure 4.

Au repos, l'équipage porte-cavalier mobile et cavalier est en A. Lorsque l'on désire procéder à un étalonnage, on monte l'ensemble jusqu'en B, situé au-dessus du porte-cavalier fixe, puis on effectue une rotation de 180° , jusqu'en C, de manière à placer l'axe du cavalier dans le plan contenant A' et A".

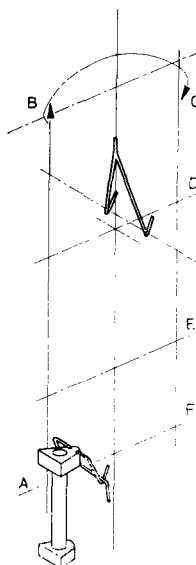


Fig. 4. Schéma des opérations à effectuer

On descend lentement l'ensemble jusqu'à mettre le cavalier en contact avec le porte-cavalier fixe (D). Puis on accompagne doucement le ressort en cours d'élongation, jusqu'à la position (E), où l'allongement correspond à la masse-même du cavalier. En continuant jusqu'à la position (F), le porte-cavalier mobile n'est plus solidaire du cavalier, resté suspendu au porte-cavalier fixe.

Enfin, une fois la mesure faite il suffit de procéder dans l'ordre inverse des opérations pour récupérer et dégager le cavalier. La rotation de 180° n'est pas obligatoire mais elle permet de dégager totalement le système d'étalonnage en évitant

par exemple que le porte-cavalier fixe ne vienne buter accidentellement sur le porte-cavalier mobile.

Ces opérations d'étalonnage peuvent être répétées à diverses reprises au cours de chaque expérience. Il est donc possible dans ces conditions d'ajuster la température de la chemise isotherme du ressort à celle du four proprement dit et d'ainsi minimiser les phénomènes de convection. Dans le cas des montages opérant dans les domaines de températures compatibles avec les thermostats à circulation de liquides, il sera même particulièrement aisé de coupler les températures de l'ensemble; les lois seront semblables en ce qui concerne l'étalonnage du ressort et la programmation en température.

Emploi et possibilités

Mises à part les questions de fragilité et d'emploi nécessaire d'un matériau de paroi amagnétique et au surplus transparent (afin de pouvoir contrôler visuellement les diverses phases de l'étalonnage), ce système est adaptable à tout montage thermogravimétrique étanche, à condition de disposer entre ressort sensible et échantillon d'une distance minimale pouvant satisfaire aux manœuvres envisagées.

La nature de l'atmosphère étudiée importe peu. A haute température ou dans un vide poussé, les patins en Téflon (où ce matériau désorbe du fluor), sont cependant exclus, mais aisément remplaçables par des patins en verre directement soudés aux extrémités de l'enveloppe du barreau aimanté. Le fonctionnement est peut-être un peu moins doux mais il reste satisfaisant.

Bibliographie

1. J. W. MC BAIN et A. M. BAER, *J. Am. Chem. Soc.*, 48 (1926) 600.
2. C. DUVAL, *Inorganic Thermogravimetric Analysis*, Elsevier, Amsterdam, 1963, 2^e éd.p. 9, 18, 53 – 55.