

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :

(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 497 349

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21) **N° 80 27930**

(54) Réflectomètre à balayage pour mesurer la stabilité thermique des polymères.

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). G 01 N 21/00.

(22) Date de dépôt 31 décembre 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 26 du 2-7-1982.

(71) Déposant : STAPFER Max Maurice, résidant en France.

(72) Invention de : Max Maurice Stapfer.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire :

Tout polymère, lorsqu'il est exposé à la chaleur, la lumière ou l'oxydation, subit une dégradation progressive qui a pour résultat une modification de sa structure. Ces changements de structure dans un polymère conduisent généralement à sa coloration plus ou moins prononcée et à une modification sensible de ses propriétés physiques et mécaniques.

La stabilité thermique des polymères est généralement déterminée en exposant temporairement des éprouvettes à la chaleur dans une étuve maintenue à une température constante. Lorsque 10 ce genre de test est effectué de manière continue, c'est à dire qu'une longue éprouvette d'un polymère quelconque est retirée lentement et continuellement d'une étuve tunnel maintenue à température constante, le résultat en est une coloration graduelle de plus en plus prononcée de l'éprouvette au fur 15 et à mesure que l'on s'approche de l'extrémité ayant séjourné le plus longtemps dans l'enceinte chauffée.

L'intensité de la coloration de l'éprouvette, donc le degré de décomposition du polymère la constituant, est une fonction du temps de résidence de cette éprouvette dans l'étuve et, par 20 conséquent, de la vitesse à laquelle elle en a été sortie.

Dans les mêmes conditions expérimentales, ce gradient de coloration est différent selon que le polymère dont est constituée l'éprouvette est plus ou moins stable à la chaleur. Par conséquent, deux éprouvettes de stabilité thermique différente 25 peuvent, après traitement en étuve continue, être comparées visuellement afin de déterminer laquelle des deux est la plus stable à une température donnée.

Cependant, cette comparaison visuelle est toujours quelque peu subjective et imprécise. Seule une mesure optique rigoureuse 30 se permet de quantifier graphiquement la notion de stabilité thermique des polymères ainsi traités.

J'ai constaté que lorsqu'on fait défiler l'éprouvette à une vitesse constante devant une source de lumière visible du type "lumière du jour", stable et localisée, et que l'on capte, à 35 l'aide d'une cellule photoélectrique munie d'un amplificateur approprié, la lumière réfléchie par la zone de l'éprouvette ainsi éclairée, il est possible de détecter et de mesurer avec précision la coloration graduelle apparaissant sur toute la longueur de l'éprouvette.

Il s'en suit qu'une courbe quantitative de la coloration de l'éprouvette, donc de la stabilité thermique du polymère dont elle est constituée, peut aisément être obtenue en branchant un enregistreur galvanométrique en sortie du système d'amplification.

J'ai également observé que lorsqu'on remplace la source de lumière visible par une source de lumière ultra-violette, certains changements de structure du polymère examiné sont révélés par une fluorescence dont l'intensité varie au cours du balayage de l'éprouvette.

On sait que de nombreux polymères, lorsqu'ils se décomposent à la chaleur, la lumière ou l'oxydation, donnent naissance à des dérivés chromophores dont la structure rend ces polymères fluorescents. Les variations d'intensité de la fluorescence d'une éprouvette ayant été exposée temporairement à la chaleur sont donc une indication précise des changements intervenus dans la structure du polymère et pouvant influencer les propriétés physiques et mécaniques de celui-ci.

En captant optoélectroniquement ces variations d'intensité de fluorescence de manière analogue à la mesure de coloration en lumière visible décrite ci-devant, on peut détecter et mesurer avec précision diverses modifications de structure des polymères, indicatives de leur stabilité thermique.

Ces deux méthodes expérimentales de mesure par réflectométrie peuvent être mises en oeuvre à l'aide du réflectomètre à balayage faisant l'objet de la présente invention.

L'appareil consiste en un coffret métallique (1) ayant un couvercle (2) étanche à la lumière ambiante et comprenant:

- 1^o Un système mécanique d'entraînement de l'éprouvette;
- 2^o Un système optoélectronique de détection, amplification et enregistrement.

Le système d'entraînement consiste en un chariot (3) maintenu sur deux rails tubulaires (4) et contenant un moteur électrique (5) dont l'axe muni d'un pignon (6) entraîne par engrenage dans la crémaillère (7) le support éprouvette (8) à vitesse constante sur une distance égale à la longueur de l'éprouvette (9).

Le système optoélectronique comprend une ou deux sources de lumière (visible, u-v)(10) contenues dans un réflecteur (11) dirigeant le flux lumineux verticalement vers la surface de

l'éprouvette; une cellule photoélectrique munie de filtres appropriés (12) captant la lumière réfléchie par la surface de l'éprouvette à un angle de 45 degrés par rapport à la lumière incidente; un amplificateur (13); un enregistreur galvanométrique ou potentiométrique (14).

La disposition des divers éléments du réflectomètre telle qu'illustrée dans la fig.1 ne doit pas être considérée comme limitative. J'ai décrit ici un système où le balayage de l'éprouvette est assuré par le défilement de celle-ci à 10 vitesse constante devant une source lumineuse fixée au couvercle de l'appareil et maintenue à distance constante de l'éprouvette. On peut cependant concevoir un dispositif inverse où le balayage est assuré par le déplacement de la source lumineuse sur toute la longueur de l'éprouvette maintenue fixe. 15 De plus, le contrôle de la dégradation d'un polymère par détection de fluorescence peut également être assuré en continu pendant l'extrusion de ce polymère en disposant un ensemble comprenant une source u-v, une cellule caprice, un amplificateur et un enregistreur directement à la sortie de l'extrudeuse, au dessus du produit extrudé et en mouvement.

La combinaison des deux méthodes de mesure en continu, par réflectométrie en lumière visible et par fluororéflectométrie, permet donc la mesure précise, rapide et reproductible de la stabilité thermique des polymères et autres produits industriels 20 similaires.

Revendications:

1. Dispositif permettant le contrôle, de manière précise et rapide du degré de décomposition thermique de diverses substances par mesure réflectométrique de leur coloration ou de leur fluorescence en continu après qu'elles eussent été exposées à la chaleur, la lumière ou l'oxydation, caractérisé par le fait qu'il comporte un ensemble de moyens tels qu'une platine porte éprouvette entraînée par un moteur électrique faisant défiler à vitesse constante une éprouvette devant une source de lumière visible ou ultra-violette, et un capteur optoélectronique permettant d'enregistrer les changements de couleur ou d'intensité de fluorescence sur toute la longueur de l'éprouvette.
2. Dispositif selon la revendication 1 caractérisé par le fait que la source lumineuse est constituée d'un réflecteur contenant une lampe de type "lumière du jour", projetant un flux lumineux localisé verticalement sur la surface de l'éprouvette.
3. Dispositif selon la revendication 1 caractérisé par le fait que la source lumineuse est constituée d'un réflecteur contenant une lampe ultra-violette, projetant un flux lumineux verticalement et de manière localisée sur la surface de l'éprouvette.
4. Dispositif selon la revendication 1 caractérisé par le fait que le capteur optoélectronique comprend une cellule photoélectrique disposée sur le réflecteur et captant la lumière réfléchie par la surface éclairée de l'éprouvette à un angle de 45 degrés par rapport à la lumière incidente.
5. Dispositif selon la revendication 1 caractérisé par le fait que le moyen utilisé pour assurer le déplacement de la platine porte éprouvette devant la source lumineuse et le capteur optoélectronique est un chariot monté sur rails et entraîné par un moteur électrique dont l'engrenage assure le déplacement par l'intermédiaire d'une crémallière fixe.
6. Dispositif selon la revendication 1 caractérisé par le fait que l'ensemble d'émission et de détection est disposé dans le couvercle de l'appareil alors que le système d'entraînement de l'éprouvette ainsi que l'amplificateur et l'enregistreur sont disposés dans le coffret inférieur.
7. Dispositif selon la revendication 1 caractérisé par le fait que l'éprouvette est fixée dans le couvercle de l'appareil et que le système d'émission et de détection est mobile.

-5-

8. Dispositif selon la revendication 1 caractérisé par le fait que l'entraînement mécanique du polymère examiné est assuré par une extrudeuse ou une calandreuse dont les produits en fabrication peuvent être contrôlés par réflectométrie en continu.

10

15

20

25

30

35

1/1

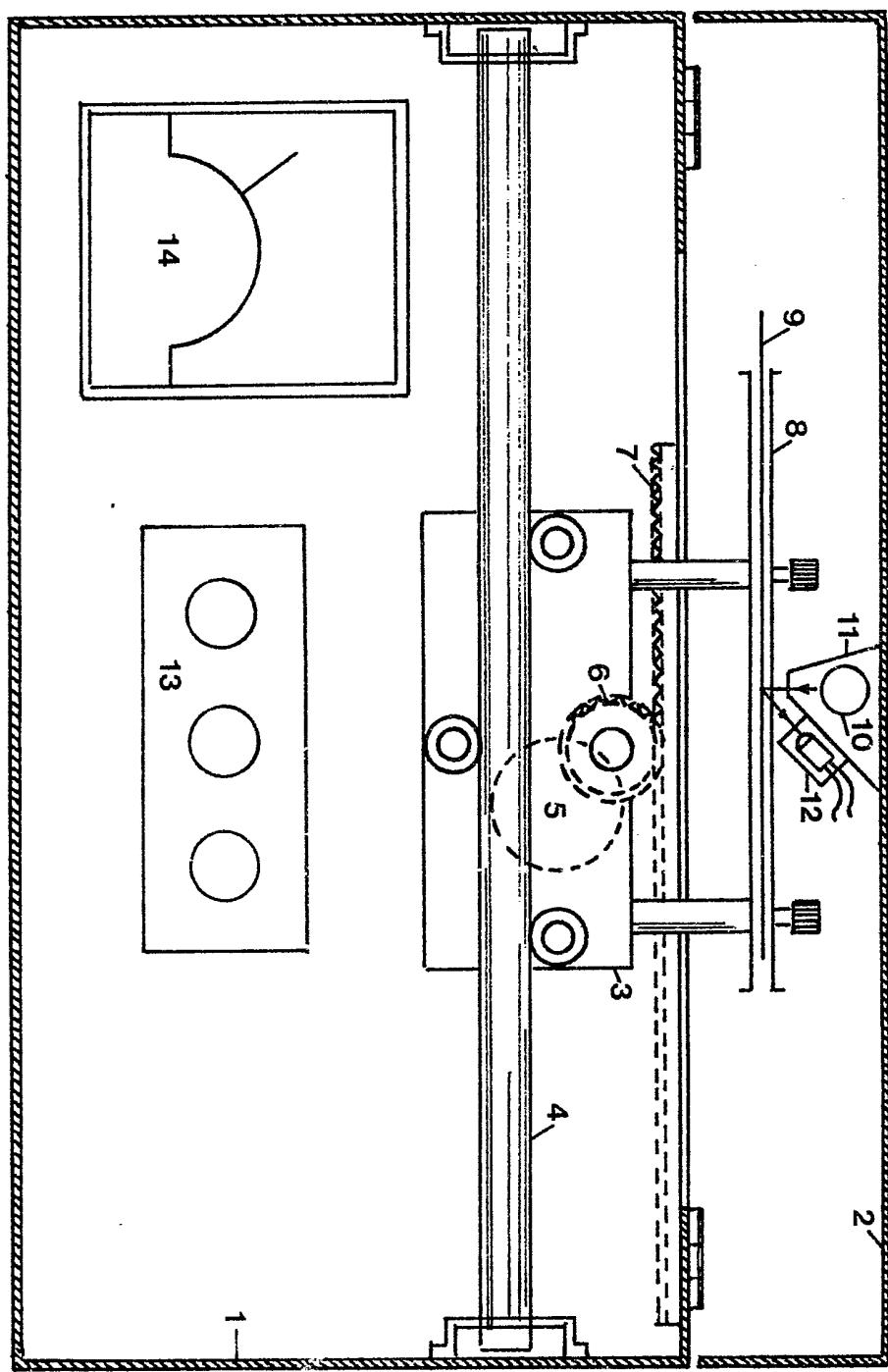


FIG.1