



BUREAU VERITAS LABORATOIRES
LABORATOIRE DE CARACTERISATION ET D'EXPERTISE DES MATERIAUX

RAPPORT N° D-270723-06610 – 5 SEPTEMBRE 2023
REFERENCE CLIENT : CA0352580/SP0225063

Edition 1/1

Cette analyse a été effectuée pour

Monsieur Charles-Edouard PERRIN

ARQUUS – Etablissement de Saint Nazaire
64 Route du Point du jour
44600 SAINT NAZAIRE

Auteur : Sarah CHANTRE / Vincent BOUCHER
Technicienne de Laboratoire / Chargé d'Affaires

Approbateur : François GAL
Responsable d'Opérations

Les résultats ne se rapportent qu'aux objets soumis à l'essai tels qu'ils ont été reçus. Le rapport d'essai ne doit pas être reproduit, sinon en entier, sans l'autorisation du laboratoire.
The results relate only the items tested as received. The test report certificate shall not be reproduced except in full, without written approval of the laboratory.

OBJET DE L'ETUDE

Le client souhaite l'analyse d'une plaque de toiture :

- Mesure de la température de transition vitreuse par DSC (Analyse Calorimétrique Différentielle à Balayage)
- Mesure de la température de décomposition par TGA (Analyse Thermogravimétrique)

ECHANTILLONS

Description des échantillons : Plaque de toiture

Nombre d'échantillons : 1 Reçu(s) le : 29/08/2023

Durée de conservation des échantillons : 3 mois sauf spécifications particulières du client
 Retournés au client en fin d'analyse

Références Client

Références BVL

Prélèvement de plaque de toit
polycarbonate (ARQUUS)

PS_D-270723-06610-001 - 680229

DONNEES D'ENTREE TRANSMISES PAR LE CLIENT

Bureau Veritas Laboratoires ne pourra être tenue responsable des informations fournies par le Client qui pourraient affecter la validité des résultats / Bureau Veritas Laboratoires cannot be held responsible for information provided by the Client that can affect the relevance of the results.

Les données telles que la référence de la commande Client, le nom et le numéro d'affaire Client, les spécifications Client, et ainsi que le nom et les repères/références échantillons Client sont des données transmises par le Client.

Les autres données transmises par le Client sont retranscrites dans ce paragraphe et ne sont pas identifiées dans la suite du présent rapport.

Le client indique que la plaque est en polycarbonate.

Ces données peuvent être utilisées pour l'établissement des conclusions du rapport.

DATE DES ESSAIS

Date d'exécution des essais : du 31/08/2023 au 04/09/2023.

MOYENS MIS EN OEUVRE

Désignation	Marque	Référence	Équipement BVL
Balance	Mettler	XA 105	2232MA801
TGA	TA Instruments	TA Q50	1925TT801
DSC	TA Instruments	Discovery25	1443TT415

DEMARCHE

Essais réalisés au sein du laboratoire de Pessac :

- **Observation macroscopique** de l'échantillon avant prélèvements

- **Analyse Thermogravimétrique (TGA)**

L'analyse thermogravimétrique couple une micro-balance et un four à haute température. Elle permet ainsi d'étudier le comportement de la masse d'un matériau lors de son chauffage et, ainsi, de déterminer sa (ses) température(s) caractéristique(s) de dégradation.

- Appareil : TA Q50
- Logiciel d'acquisition: TA Thermal Advantages v.4.9
- Logiciel de traitement de données: TA Universal Analysis v.4.5
- Creuset en platine
- Thermocouple de type P, placé au-dessus du creuset
- Températures d'étalonnage: T_{ambiante}, Alumel, Nickel, Ni_{0,63}Co_{0,37}, Ni_{0,37}Co_{0,63} (Températures de Curie)
- Gaz de purge: azote jusqu'à 800°C puis air
- Débit du gaz de purge : 90 mL/min
- Programme de température :
 - Température ambiante à 800°C
 - 5 min à 800°C
 - Changement du gaz de purge (azote à air)
 - 5 min à 800°C
 - 800°C à 850°C
- Vitesse de chauffe : 10°C/min

- **Analyse Calorimétrique Différentielle à Balayage (DSC)**

L'analyse DSC permet de visualiser les transitions se produisant dans le matériau en fonction de la température.

- Appareil : TA Discovery 25
- Logiciel d'acquisitions de données : TRIOS v4.4
- Logiciel de traitements de données : TRIOS v4.4
- Capsule : capsule Tzéro Hermetic en aluminium percée
- Calibration en température : indium, étain et plomb (température de fusion)
- Calibration en enthalpie : indium (enthalpie de fusion)
- Vitesse de chauffe en calibration : 10°C/min
- Gaz vecteur : azote
- Débit du gaz vecteur : 50ml/min
- Programme d'essai :
 - 5 min à 20°C
 - 20°C à -90°C à -10°C/min
 - 15 min à -90°C
 - -90°C à 175°C à 10°C/min
 - 5 min à 175°C
 - 175°C à -90°C à -10°C/min
 - 15min à -90°C
 - -90°C à 225°C à 10°C/min

SOUS-TRAITANCE

Pas de sous-traitance, la totalité de la prestation a été réalisée au laboratoire de Pessac.

DOCUMENTS DE REFERENCE

PRT AM 671	Mesure de la température de transition vitreuse et Mesure de la température de fusion par Analyse Calorimétrique Différentielle à Balayage (DSC)
MO 671-001	Analyse Calorimétrique Différentielle à Balayage (DSC) – Mesure de la Tf et Tg
PRT AM 672	Analyse thermogravimétrique (TGA) d'un matériau
NF EN ISO 11357-1:2016	Plastiques – Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC) – Partie 1 : Principes Généraux
NF EN ISO 11357-2:2020	Plastiques – Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC) – Partie 2 : Détermination de la température et de la hauteur de palier de transition vitreuse
NF EN ISO 11358-1:2022	Plastiques – Thermogravimétrie des Polymères (TG) – Partie 1 : Principe Généraux

REMARQUES PARTICULIERES

Pas de remarques particulières.

RESULTATS

1 Observation visuelle des échantillons

L'échantillon se présente sous la forme d'une plaque. Il est observé la présence de pollutions, principalement sur l'une des faces, notée arbitrairement « Face 1 ». Il est probable qu'il s'agisse de la face extérieure de la plaque de toit. Cette face présente un ensemble de microcraquelures indiquant un vieillissement du matériau, très probablement sous l'effet du rayonnement solaire (Figure 3).

Il est observé la présence de fibres dans le matériau, principalement visible par transparence sur la face 2 (Figure 3).

Au vu de l'aspect visuel de l'échantillon, une analyse par spectrométrie infrarouge a été réalisée. Cette analyse montre que la plaque de toiture est constituée d'une résine polyester (Figure 4).

Il ne s'agit donc pas d'un polycarbonate comme cela était indiqué par le client.

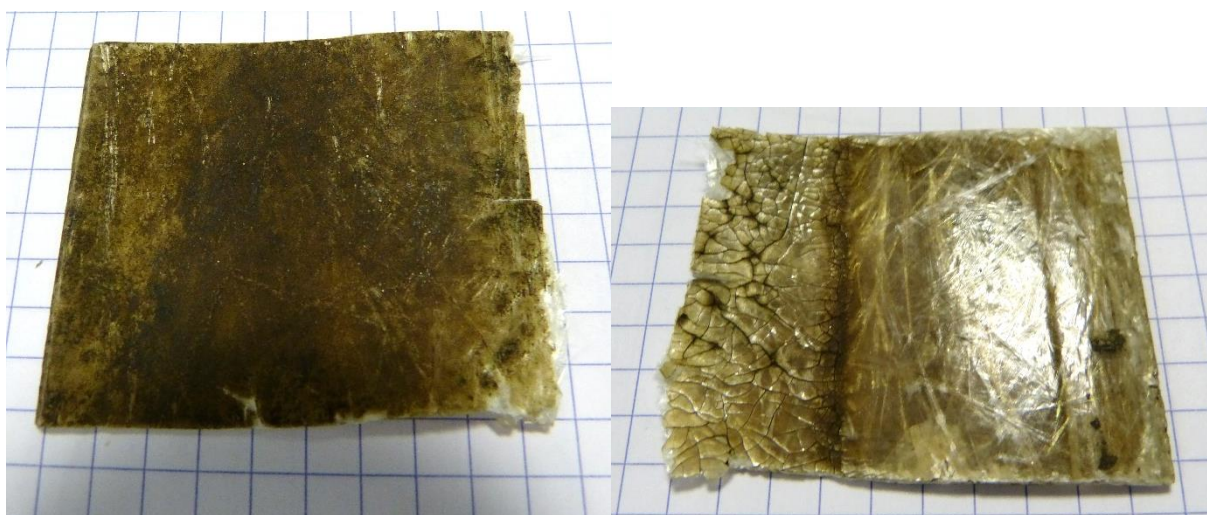


Figure 1 : Photo du prélèvement de plaque de toit (Face 1 à gauche ; Face 2 à droite)



Figure 2 : Comparaison de l'échantillon avant nettoyage (en haut) et après nettoyage (en bas)

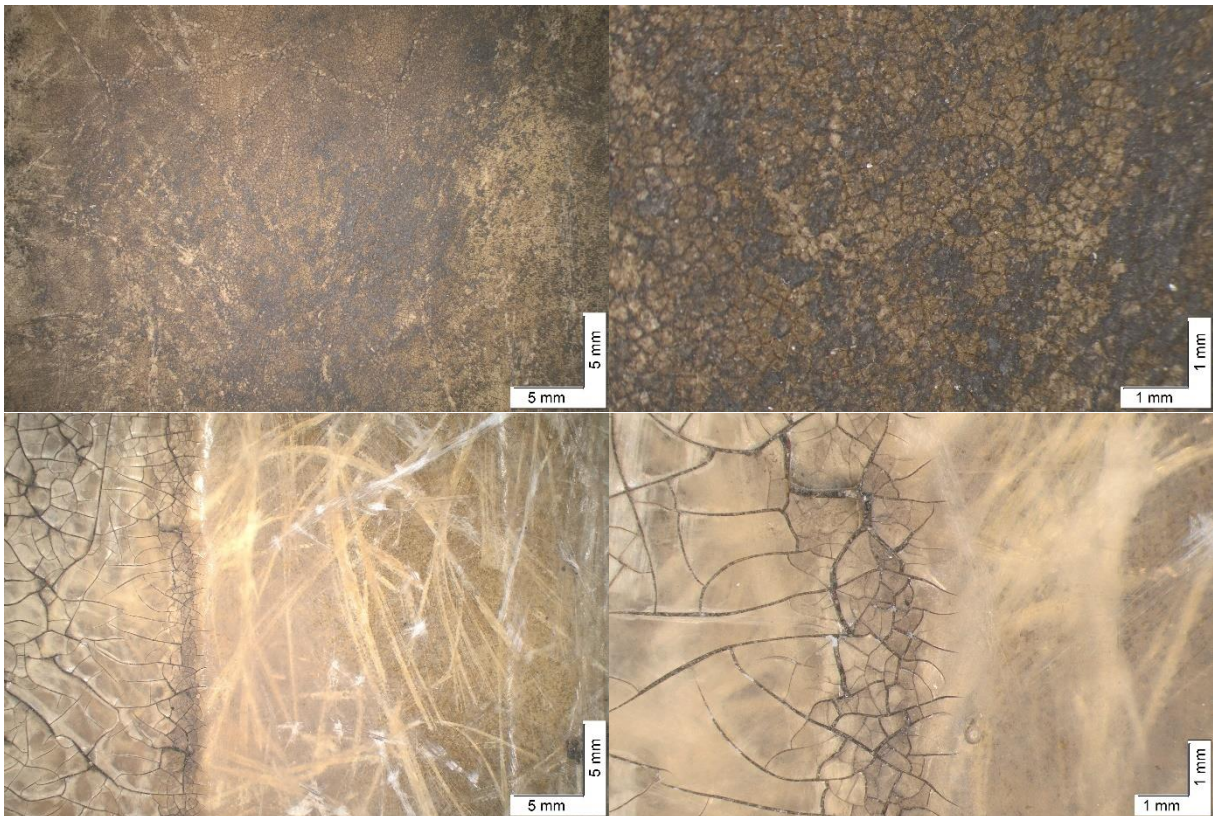


Figure 3 : Observation de la surface de l'échantillon (non lavé) au stéréomicroscope. (Face 1 en haut, Face 2 en bas)

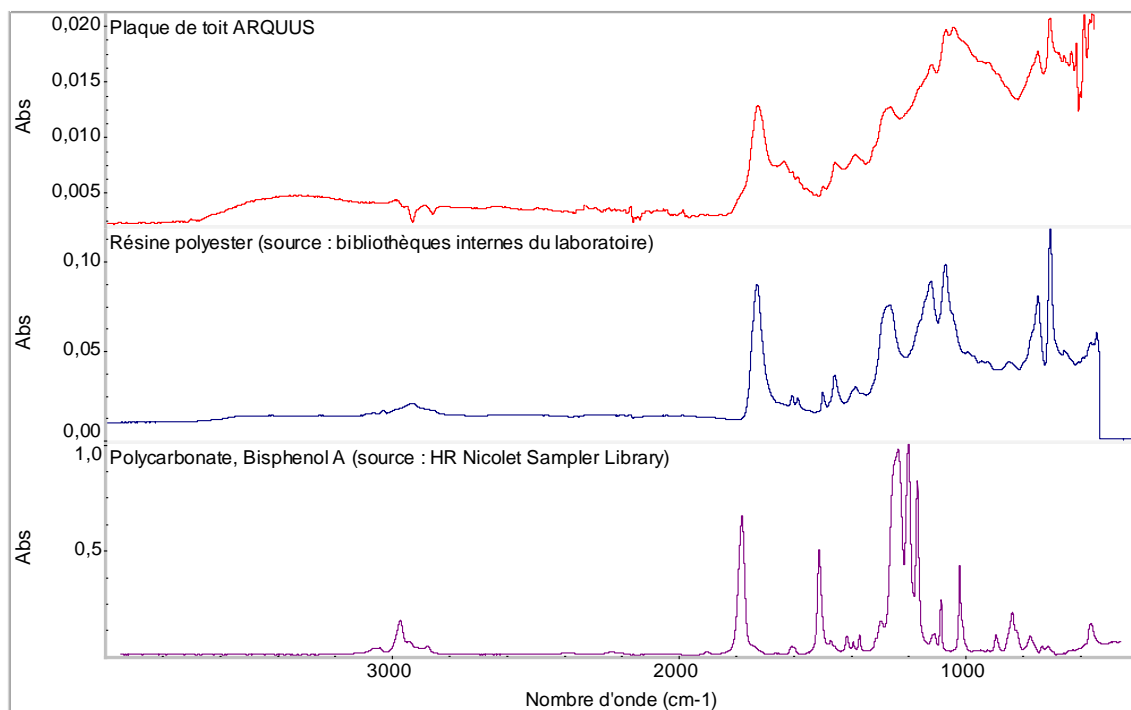


Figure 4 : Analyse du prélèvement par spectrométrie infrarouge. Comparaison avec le spectre d'une résine polyester et du polycarbonate.

2 Analyse Calorimétrique Différentielle à Balayage (DSC)

Un premier essai a été réalisé sans lavage, ni séchage préalable de l'échantillon. Cette première analyse mettait en évidence la présence d'un phénomène endothermique après la transition vitreuse pouvant indiquer la présence d'un composé volatil. Comme il ne pouvait pas être exclu que ce phénomène soit lié aux différents contaminants présents en surface de l'échantillon, cet essai a été exclu et un nouveau test a été réalisé sur un échantillon lavé puis séché.

Un prélèvement de la plaque a donc été brossé puis nettoyé aux ultrasons dans une eau additionnée d'un produit lessiviel (Cole Palmer - Micro90). Le prélèvement a ensuite été rincé à l'eau déminéralisée et aux ultrasons puis laissé sécher au dessiccateur sous vide. L'analyse DSC a été réalisée sur ce prélèvement (Figure 5). L'impact du nettoyage est cependant présenté Figure 6.

Lors de la première chauffe il est observé une température de transition vitreuse vers 60°C suivi d'un pic endothermique aux alentours de 97°C qui pourrait correspondre au départ d'une espèce volatile, très probablement de l'eau (Figure 5).

Lors de la deuxième chauffe une température de transition vitreuse vers 80°C est observée.

La température de transition vitreuse plus basse lors de la première chauffe peut s'expliquer par la présence d'eau dans le matériau, qui abaisserait sa température de transition vitreuse (phénomène de plastification).

Une autre hypothèse serait que la résine polyester ne serait pas complètement réticulée et qu'un phénomène de post-cuisson se produirait lors de l'analyse DSC. Cette hypothèse peut cependant être exclue. Il est en effet très improbable que la réticulation de la plaque soit incomplète, l'échantillon ayant été exposé au soleil pendant de nombreuses années.

Il est à noter que le résultat obtenu sur l'échantillon nettoyé était sensiblement similaire à celui obtenu sur l'échantillon non nettoyé. Seule la transition vitreuse est plus élevée lors de la première chauffe sur l'échantillon nettoyé et séché sous vide (cf. Figure 6). Ceci indiquerait que l'échantillon non nettoyé contient plus d'eau (phénomène de plastification plus marqué) que l'échantillon lavé puis séché. Cela indique aussi que les opérations de séchages mises en place n'ont pas permis de sécher complètement l'échantillon. Le comportement à la seconde chauffe est identique pour l'échantillon non lavé et pour l'échantillon lavé et séché.

Tableau 1 : Synthèse des résultats DSC

	Chauffe n°1	Chauffe n°2
Température de transition vitreuse $T_{1/2g}$	60°C	81°C
Pic Endothermique (départ volatils)	97°C	/

Tôle toit-essai 3_lavé et séché dessiccateur sous vide

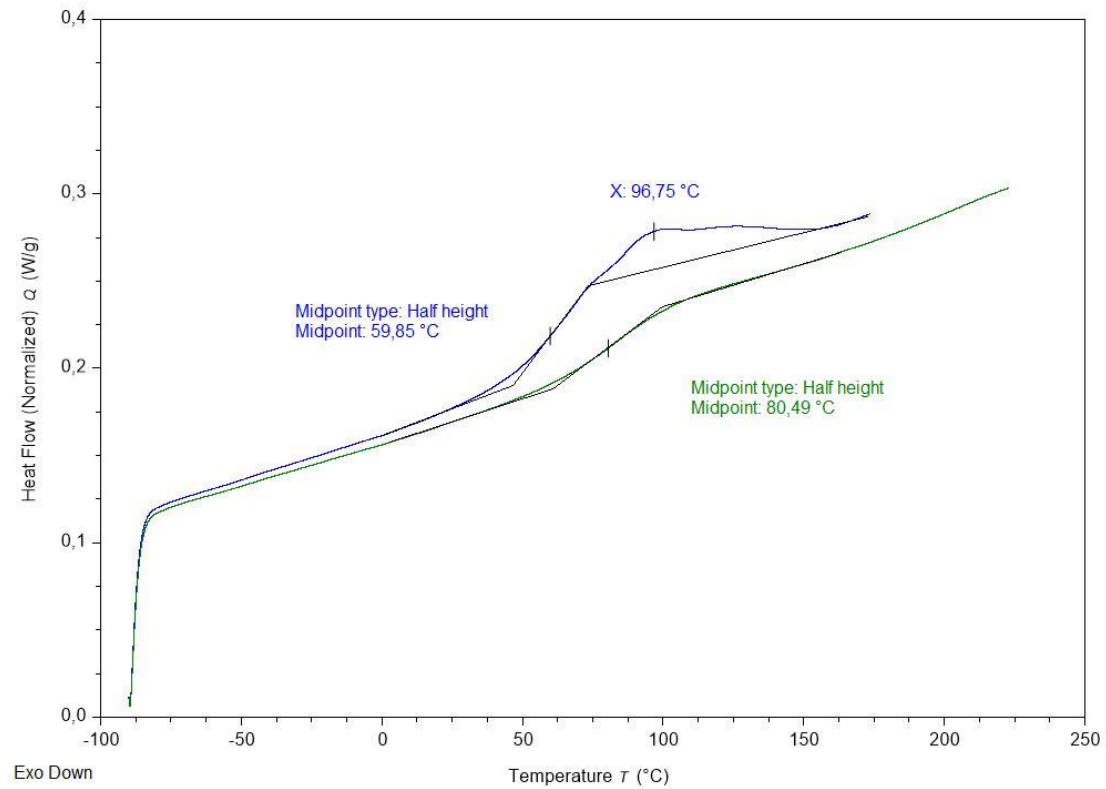


Figure 5 : Thermogramme DSC de l'échantillon lavé et séché

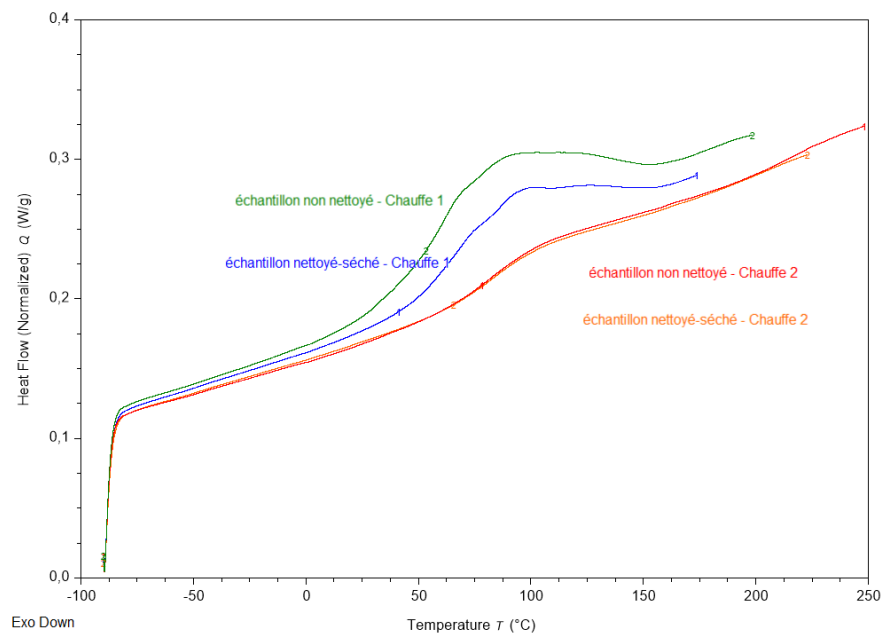


Figure 6 : Impact du nettoyage-séchage sur la transition vitreuse de l'échantillon

3 Analyse Thermogravimétrique (TGA)

Cette analyse a été réalisée sur l'échantillon non lavé.

L'analyse confirme une perte de masse autour 94°C, qui serait cohérente avec présence d'eau dans l'échantillon.

Le matériau commence à se dégrader à partir de 215°C, le matériau perdant environ 8% de sa masse autour de 240°C. La majeure partie de la matrice polymère se décompose aux alentours de 380°C, où le matériau perd près de 58% de sa masse.

Le taux de charge non oxydable est d'environ 30%. Il s'agit probablement de fibres de verre.

Tableau 2 : Synthèse des résultats TGA (interprétation selon définitions de la norme NF EN ISO 11358-1 2022)

		Commentaire
1ère perte de masse	T _{A1}	68°C
	T _{C1}	94°C
	T _{B1}	121°C
	Perte de masse	1,2%
2ème perte de masse	T _{A1}	215°C
	T _{C1}	238°C
	T _{B1}	265°C
	Perte de masse	8,3%
3ème perte de masse	T _{A1}	353°C
	T _{C1}	381°C
	T _{B1}	410°C
	Perte de masse	58,2%
Perte de masse lors du passage sous air à 800°C		2,6%
Noir de carbone formées par la décomposition de la résine sous azote		
Résidus non oxydables à 850°C		29,6%
Charge minérale du matériau (probablement de la fibre de verre)		

Sample: Tôle toit
 Size: 38.9720 mg

TGA

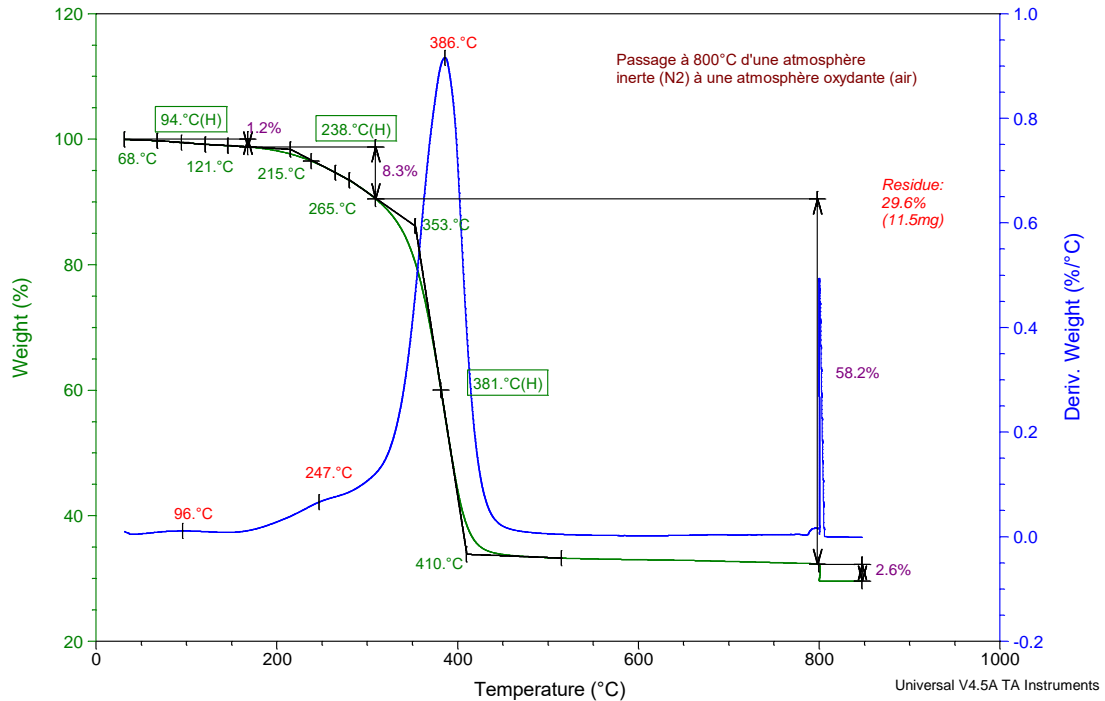
 File: C:\...2023\ARQUUS\23-06610\Tôle toit.001
 Operator: SCH
 Run Date: 31-Aug-2023 14:28
 Instrument: TGA Q50 V20.13 Build 39


Figure 7 : Thermogramme TGA de l'échantillon

CONCLUSION

Les analyses ont permis de montrer que la plaque de toit n'est pas en polycarbonate, mais qu'il s'agit d'un composite polyester chargé de fibres minérales (très probablement de la fibre de verre). L'échantillon possède une transition vitreuse située vers 80°C (à l'état sec). Il commence à se dégrader aux alentours de 215°C mais se décompose principalement autour de 380°C.

Le matériau est cependant un thermodurcissable et non un thermoplastique comme supposé par le Client. Il n'aura donc pas tendance à se fluidifier et à s'écouler en cas d'augmentation importante de la température.