

Caractérisation de matériaux par analyses Thermiques

Pr. A. SAMDI

Département de chimie

Fac. Sci. Aïn Chock

azdn.samdi@gmail.com

Naturels

Matériaux

Synthétiques

Caractérisation

Composition

Fluorescence des rayons X

Spectroscopie d'absorption atomique

Analyse chimique

Analyses Thermiques

ATG

ATD

DSC

Dilatométrie

DIFFERENTES

**Méthodes
spectroscopiques**

DRX

IR/Raman

RMN

Autres ...

Analyse Physique

MEB

MET

EDX

Autres ...

Initiation aux Méthodes d'analyses thermiques

L'appellation « **analyse thermique** »

= un ensemble de techniques qui mesurent la dépendance avec T° des paramètres pour n'importe quelle propriété physique d'une substance.

D'après l'I.C.T.A.C. « International Confederation of Thermal Analysis and Calorimetry », l'**analyse thermique** signifie l'analyse d'un **changement de la propriété d'un échantillon**, changement lié à une variation imposée de la température.

La $T^\circ\text{C}$ varie linéairement avec le temps ou constante

Grandeurs physiques mesurées :

Une des variables d'état de l'échantillon : T , m , V , ... utilisée pour déterminer :

** une caractéristique : ΔH , C_p , $\Delta \ell$, ...

** un changement d'une caractéristique (**composition, structure, cristallisation, ...**)

Grandeurs physiques mesurées :

Une des variables d'état de l'échantillon : T, m, V, ... utilisée pour déterminer :

** une caractéristique : ΔH , C_p , $\Delta \ell$, ...

** un changement d'une caractéristique (**composition, structure, cristallisation, ...**)

Quand les matériaux sont soumis à un chauffage, ils subissent un certain nombre de changements d'état (**composition structure, propriétés,...**)

→ Les résultats dépendent :

- des conditions opératoires : (vitesse de chauffage, atmosphère, pression, ...)
- des caractéristiques de l'échantillon : (masse, volume, mise en forme ...)

→ Les résultats dépendent :

- des conditions opératoires : (vitesse de chauffage, atmosphère, pression...)
- des caractéristiques de l'échantillon : (masse, volume, mise en forme ...)

L'analyse thermique

→ Effet de la température sur la matière

Propriété mesurée	Technique utilisée
Masse Δm	ATG (TGA) Analyse ThermoGravimétrique Déshydratation, décomposition, pyrolyse, désorption, oxydation, adsorption, réaction, cinétique, ...
Chaleur ΔH	ATD (DTA) Analyse Thermique Différentielle et DSC Calorimétrie Différentielle à Balayage Fusion, cristallisation, transition de phases, transition vitreuse, décomposition, oxydation, combustion, adsorption, désorption, catalyse, chaleur spécifique, cinétique, ...
Longueur Δl	Dilatométrie Analyse Dilatométrique Dilatation, expansion, transition de phase, transition vitreuse, frittage, ...

L'analyse thermique

→ Effet de la température sur la matière

Propriété mesurée	Technique utilisée
Masse Δm	ATG (TGA) Analyse ThermoGravimétrique Déshydratation, décomposition, pyrolyse, désorption, oxydation, adsorption, réaction, cinétique, ...
Chaleur ΔH	ATD (DTA) Analyse Thermique Différentielle et DSC Calorimétrie Différentielle à Balayage Fusion, cristallisation, transition de phases, transition vitreuse, décomposition, oxydation, combustion,, adsorption, désorption, catalyse, chaleur spécifique, cinétique, ...
Longueur Δl	Dilatométrie Analyse Dilatométrique Dilatation, expansion, transition de phase, transition vitreuse, frittage, ...

Vue la complexité des substances analysées (polymères, substances de l'industrie alimentaire, etc.) et de leur transformation plusieurs technique sont souvent simultanément.

Par exple, le couplage entre **ATG** et **ATD** ou bien **ATG** et **DSC**.

Vue la complexité des substances analysées (polymères, substances de l'industrie alimentaire, etc.) et de leur transformation plusieurs technique sont souvent simultanément. Par exple, le couplage entre **ATG** et **ATD** ou bien **ATG** et **DSC**.

Les méthodes thermiques utilisées sont souvent couplées à :

- * EGA Effluent Gas Analysis
- * SM Spectrométrie de Masse
- * FT-IR Spectroscopie IR à Transformée de Fourier
- * CPG Chromatographie en Phase Gazeuse

L'interprétation des mesures obtenues par ces méthodes thermiques est facilitée par ce couplage, les analyses étant effectuées simultanément à partir d'un même échantillon.

Mais aussi d'autres analyses complémentaires sont souvent envisagées (diffraction X, Fluorescence X, MEB, MET,)

L'analyse thermique peut être simple ou différentielle selon que :

- la mesure de la grandeur physique considérée est effectuée **directement**  **ATG**

- ou **différentielle** par comparaison avec le comportement d'un échantillon de référence  **ATD**

L'analyse thermique peut être simple ou différentielle selon que :

- la mesure de la grandeur physique considérée est effectuée *directement* \Rightarrow ATG

- ou *différentielle* par comparaison avec le comportement d'un échantillon de référence \Rightarrow ATD

C'est une méthode **destructrice** pour l'échantillon

car

- * un broyage fin **du matériau**, est indispensable.
- * Puis il est, en général, décomposé par l'action de la T



C'est une méthode destructrice pour l'échantillon

car

- * un broyage fin du matériau, est indispensable.
- * Puis il est, en général, décomposé par l'action de la T



Ces techniques sont utilisées pour plusieurs études telles que :

- contrôle de la pureté d'un composé, de sa composition, de sa stabilité, du taux d'humidité, de son polymorphisme, des constantes thermochimiques.....etc..

- analyse des produits chimiques, pharmaceutiques, plastiques, sols, textiles, céramiques, verres, métaux et alliages...etc.

Ces techniques sont utilisées pour plusieurs études telles que :

- contrôle de la pureté d'un composé, de sa composition, de sa stabilité, du taux d'humidité, de son polymorphisme, des constantes thermochimiques.....etc..

- analyse des produits chimiques, pharmaceutiques, plastiques, sols, textiles, céramiques, verres, métaux et alliages...etc.

- cinétique et thermodynamique de la transformation des solides en fonction de la température et de l'atmosphère utilisée (réductrice, oxydante, neutre).

- mécanisme de sublimation, de formation d'un oxyde, d'une solution solide, d'un alliage (diagramme de phases).