

## Méthodes d'analyses et de caractérisation

### Chapitre 1. Principes de l'analyse thermique

- 1- Introduction
- 2- Analyse thermique simple (ATS)
- 3- Les capteurs de température (Thermocouples)
- 4- L'analyse thermique différentielle (ATD)
- 5- Analyse calorimétrique Différentielle à Balayage (DSC)
- 6- Analyse Thermomécanique (TMA)
- 7- Analyse thermogravimétrique (ATG)

#### 1. Introduction

**L'analyse thermique** est une série de techniques qui mesure l'évolution d'une grandeur physique ou chimique d'un matériau minéral ou organique en fonction de la température, du temps et de l'atmosphère.

L'analyse thermique est l'une des plus anciennes techniques d'analyse. Tout au long de l'histoire, les gens ont eu recours à de simples essais thermiques pour déterminer l'authenticité des matériaux. L'année 1887 est considérée comme l'aube de l'analyse thermique actuelle. C'est à cette époque qu'un scientifique français de renom, Henri Le Chatelier, a réalisé ses premières mesures thermométriques sur des argiles.

Quelques années plus tard, en 1899, le scientifique britannique Roberts-Austen a effectué les premières mesures différentielles de température et lancé ainsi le développement de l'analyse thermique différentielle (ATD).

Les instruments commerciaux ne sont toutefois pas apparus avant les années 1960. Depuis lors, l'analyse thermique a connu cinquante années de développement intense.

L'analyse thermique peut être simple lorsque la mesure est effectuée directement ou bien différentielle si la mesure est comparée à une référence.

**Tableau 1.** Exemple de techniques d'analyse thermique

Propriété mesurée	Technique	Instrument utilisé
Différence de Température	Analyse Thermique Différentielle (ATD)	Appareil ATD
Masse	Analyse ThermoGravimétrique (ATG)	Thermo balance
Dimension (Volume ou longueur)	Analyse ThermoMécanique (ATM)	Dilatometre
Chaleur	Analyse calorimétrique Différentielle à Balayage (DSC)	Calorimètre DSC

Quand les matériaux subissent une chauffe, ils subissent un certain nombre de changements:

Cristal 1 → Cristal 2

Solide → Liquide

Amorphe → Cristal

Fragile → Ductile

Composition 1 → Composition 2

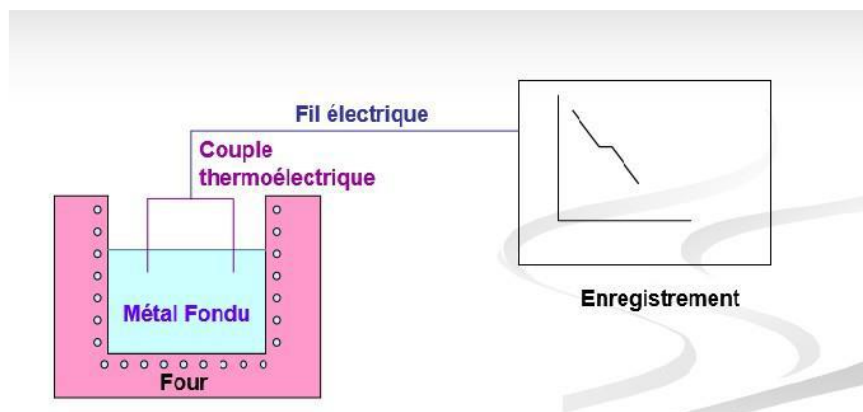
## 2. Analyse thermique simple (ATS)

L'analyse thermique simple où directe est l'une des méthodes utilisant les effets thermiques accompagnant les transformations des métaux et alliages pendant un échauffement où un refroidissement. Ce procédé a débuté quand les thermocouples ont été introduits dans les laboratoires comme un instrument de mesure des températures.

### 2.1. Principe de la méthode

Un creuset contenant le métal ou l'alliage est placé dans un four.

Un couple thermoélectrique est relié à un enregistreur. Il permet de tracer la courbe donnant la variation de température en fonction du temps ( $T=f(t)$ ).

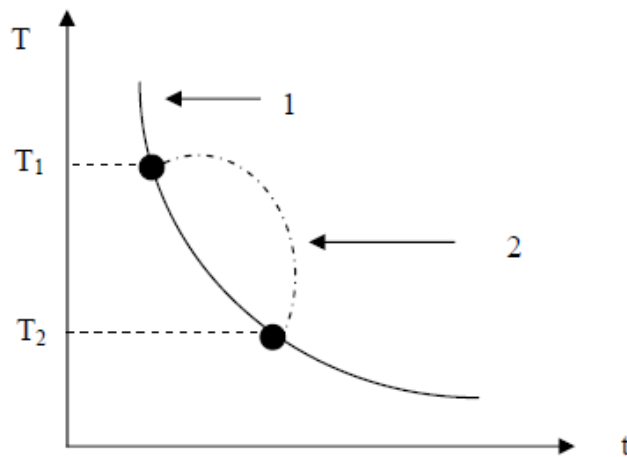


**Figure 1.** Schéma du dispositif de mesure de l'ATS

### 2.2. Allure générale des enregistrements

Si le corps étudié subit une transformation avec changement de phase, un dégagement de chaleur se produit et modifie l'allure de la courbe de refroidissement (figure 2).

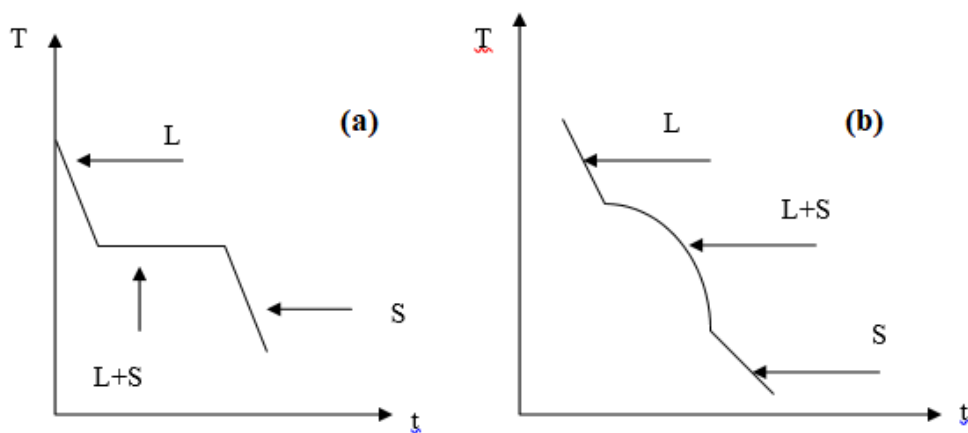
- 1- Sans changement de phases.
- 2- Avec changement de phases.
- $T_1$  - Début de transformation.
- $T_2$  - Fin de transformation.



**Figure 2.** Courbe de refroidissement

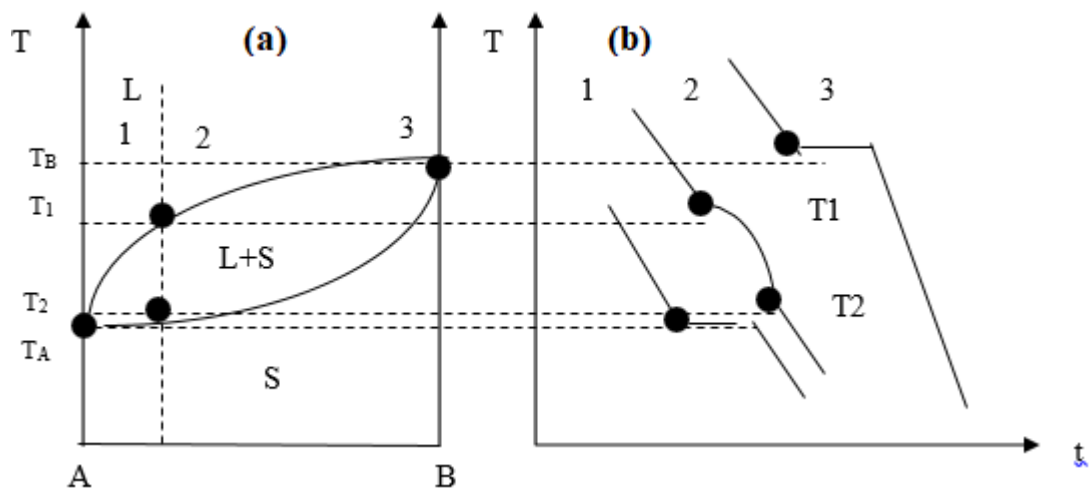
L'allure de la courbe de refroidissement d'un métal pur est différente de celui d'un alliage. Cette différence est illustrée sur les figures 3a et 3b.

L'anomalie se traduit par un palier, le phénomène correspond à une transformation isotherme, la longueur de ce palier est proportionnelle à la quantité de métal solidifié.



**Figure 3.** Courbe de refroidissement d'un : (a) métal pur, (b) alliage

A partir des courbes de refroidissement d'une série d'alliages à différentes concentrations, on peut construire les diagrammes de phases. La figure 4 correspond à celle d'une miscibilité totale à l'état liquide et l'état solide.



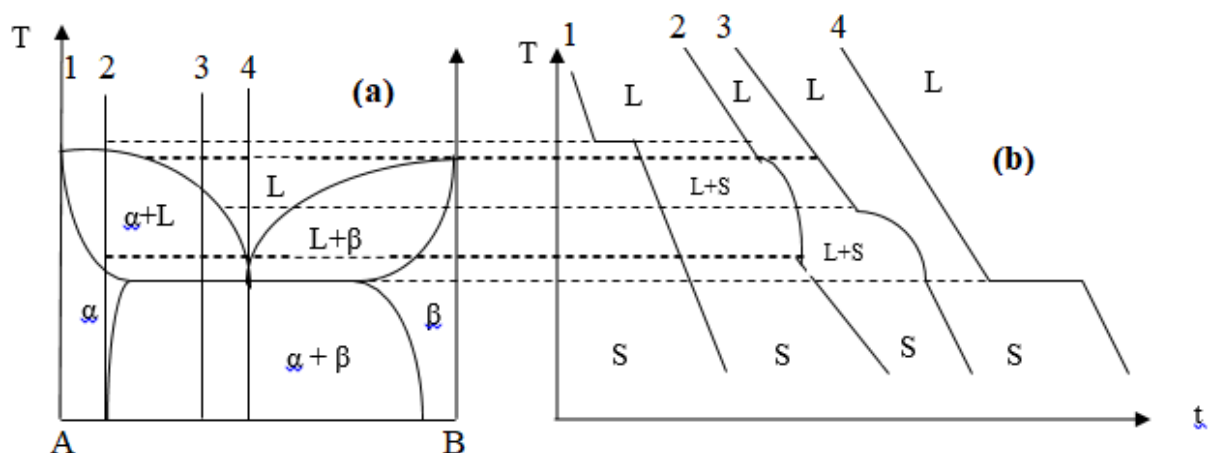
**Figure 4.** (a)- Diagramme binaire présentant une miscibilité totale à l'état liquide et solide,  
(b)- Courbe d'analyse thermique simple

### 2.3. Exemples des courbes enregistrés

La figure ci-dessus présente un diagramme d'équilibre entre phases binaires où figure une transformation eutectique.

Nous avons choisi différentes compositions (figure 5) pour suivre la variation de la température des différents alliages (de 1 jusqu'à 4) où l'alliage ayant la composition 1 représente la phase  $\alpha$  et nous avons remarqué que cette courbe est identique à celle d'un corps pur, la présence d'un petit palier n'indique que le temps nécessaire pour que la solidification de l'alliage soit complètement achevée.

L'alliage 4 a la même allure mais avec un palier de longueur maximale et c'est l'alliage ayant la composition eutectique.



**Figure 5.** (a) - Système d'alliage binaire présentant un eutectique. (b)- Courbe d'analyse thermique simple à la composition repérée en (a)

## 2.4. Les avantages

Cette méthode permet de :

- Tracer les liquidus et solidus des diagrammes d'équilibres.
- Déterminer la composition d'un alliage.

## 2.5. Les inconvénients

L'utilisation de l'analyse thermique simple est limitée essentiellement dans l'étude des transformations liquide-solide, car sa sensibilité n'est pas toujours suffisante pour mettre en évidence les effets thermiques accompagnant les transformations de la structure qui se produit dans l'état solide.

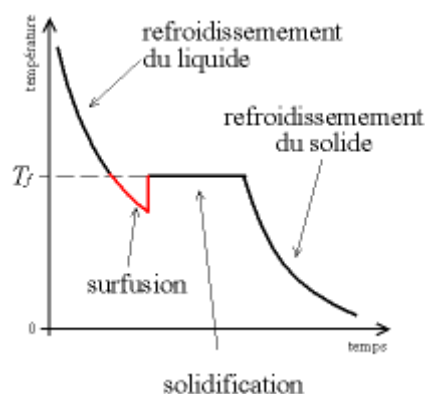
- Il faut signaler que l'exploitation des courbes d'analyse thermique pour tracer des diagrammes d'équilibres est délicate pour deux raisons liées à la solidification réelle.

1- Le début de solidification s'opère avec un certain retard.

Ce phénomène de surfusion est l'état d'une matière qui demeure en phase liquide alors que sa température est plus basse que son point de solidification. C'est un état dit métastable, c'est-à-dire qu'une petite perturbation peut suffire pour déclencher abruptement le changement vers la phase solide (figure 6).

2- La température de fin de solidification est généralement très mal définie, à cause de la non homogénéité du solide.

- Elle a une faible sensibilité au phénomène parasite lié aux particularités du montage, ou de la morphologie des substances étudiées.

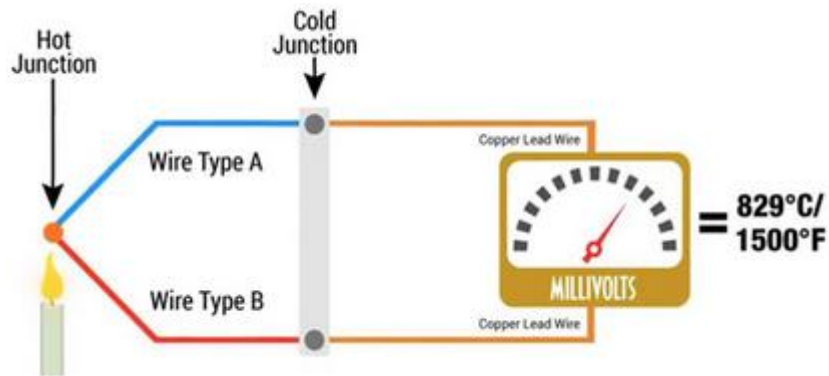


**Figure 6.** Allure réelle des courbes d'analyse thermique simple présentant une surfusion.

### 3. Les capteurs de température (Thermocouples)

#### 3.1. Principe de fonctionnement

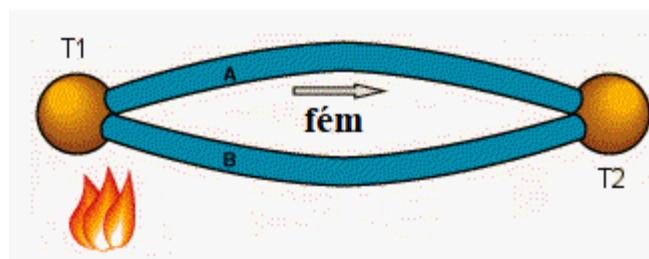
Un thermocouple est un capteur servant à mesurer la température. Il se compose de deux métaux de natures différentes reliés à une extrémité (appelée « soudure chaude »). Quand la jonction des métaux est chauffée ou réfrigérée, une tension variable est produite, qui peut être ensuite transcrite en température. Un thermocouple utilise principalement l'**effet Seebeck** afin d'obtenir une mesure de la température



**Figure 7.** Principe de fonctionnement d'un thermocouple

#### 3.2. Effet Seebeck

L'effet Seebeck est un effet thermoélectrique, découvert par le physicien allemand Thomas Johann Seebeck (1770-1831) en 1821. Celui-ci mis en évidence le fait que dans un circuit fermé constitué de deux conducteurs de nature différente (un métal **A** et un métal **B**), il circule un courant lorsqu'on maintient entre les deux jonctions une différence de température. Ce courant est dû à l'apparition d'une force électromotrice (fém) directement liée à la différence entre les températures **T1** et **T2** des deux jonctions.



**Figure 8.** L'effet Seebeck

Ci-dessous, une liste des thermocouples les plus courants et leur composition:

Type	Fil positif	Fil négatif
B	70% Platine 30% Rhodium	96% Platine 6% Rhodium
E	Chromel	Constantan
J	Fer	Constantan
K	Chromel	Alumel
N	Nicrosil	Nisil
R	87% Platine 13% Rhodium	Platine
S	90% Platine 10% Rhodium	Platine
T	Cuivre	Constantan

#### 4. L'analyse thermique différentielle (ATD)

##### 4.1. Définition

L'Analyse Thermique Différentielle (ATD) est une technique dans laquelle la différence de température entre un échantillon et un matériau référence est mesurée en fonction du temps ou de la température pendant que la température de l'échantillon est programmée, dans une atmosphère contrôlée

##### 4.2. Principe de la méthode

L'ATD a été imaginée par Roberts-Austen en 1899. Le principe de cette méthode consiste à mesurer la différence de température entre un échantillon à étudier et un matériau choisi comme référence, soumis à la même loi d'échauffement. L'étalon où le matériau de référence est choisi de telle manière qu'il ne représente pas d'anomalie dans le domaine de température considéré. La variation de température peut entraîner des changements d'état physico-chimiques de l'échantillon.

L'échantillon à étudier (E) et l'étalon (R) sont parallèlement dans la zone isotherme, c'est-à-dire sans gradient thermique, d'un four électrique (figure 9).

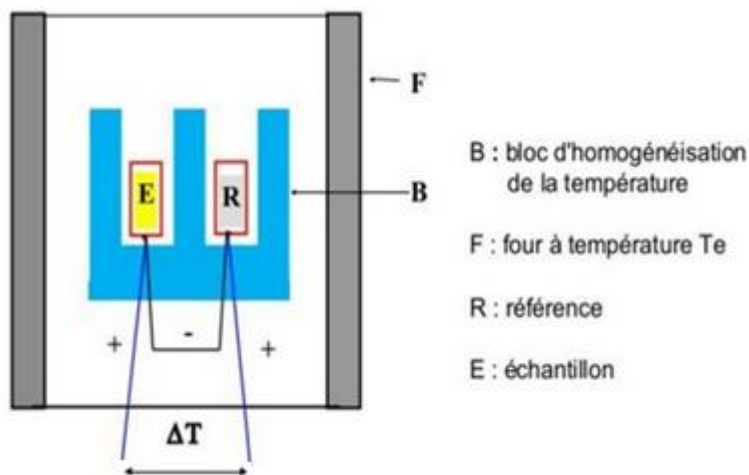


Figure 9. Schéma d'un dispositif d'analyse thermique différentielle

### 4.3. Allure générale des enregistrements

Les courbes  $\Delta T = f(t)$  sont enregistrées graphiquement où à l'aide d'un micro-ordinateur permettant la numérisation des données  $\Delta T$  expérimentales et l'exploitation des thermogrammes (figure 10).

L'enregistrement de  $\Delta T$  en fonction de la température ou du temps représente le pic d'ATD, pic qui peut être endothermique exothermique selon la nature de la transformation considérée.

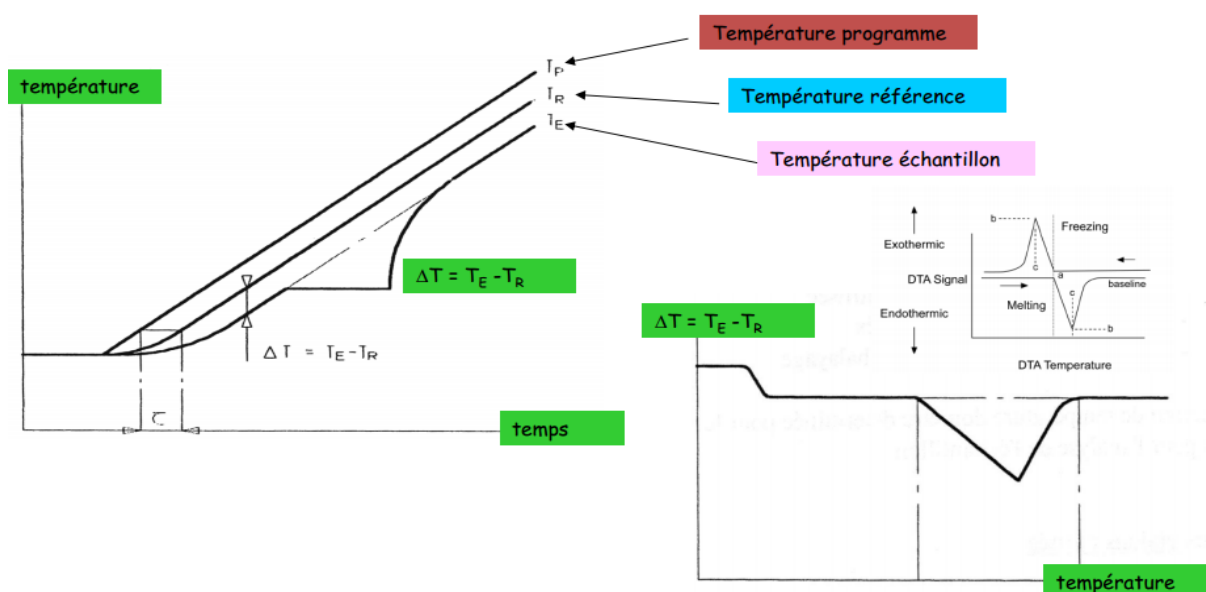


Figure 10. Allure générale des enregistrements d'ATD



#### 4.4. Transformation endothermique (une vallée) $\Delta H > 0$ , $\Delta T < 0$

Transformation au cours de laquelle le système absorbe de la chaleur venue de l'extérieur. Cette chaleur est comptée positivement : c'est un gain d'énergie pour le système.

Exemples de transformation endothermique

- Transitions de phases (état de la matière) (vapeur, solide, liquide);
- Transitions de liquide à gazeux (vaporisation)
- Transitions de solide à liquide (**fusion**)
- Transitions de solide à gazeux (sublimation).

#### 4.5. Transformation exothermique (un pic) $\Delta H < 0$ , $\Delta T > 0$

Transformation au cours de laquelle un système libère de la chaleur vers l'extérieur. Cette chaleur est comptée négativement: c'est une perte d'énergie pour le système.

Exemples de transformation exothermique La **crystallisation**, l'oxydation, combustion. De nombreuses réactions impliquant des acides ou des bases sont exothermiques. Nombre de réactions de dissolution sont exothermiques, ceci explique pourquoi on observe un échauffement lors de la préparation de solutions d'acides ou de certains sels.

En laboratoire, les réactions exothermiques produisent de la chaleur ou peuvent même être explosives.

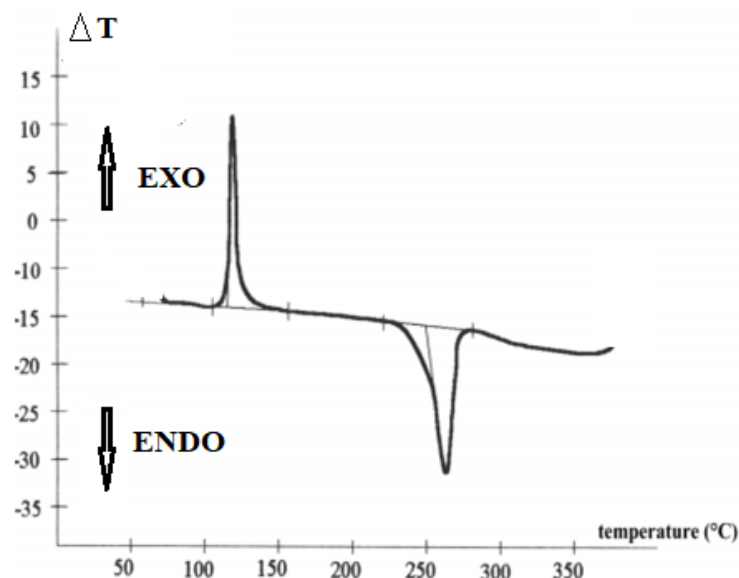


Figure 11. Phénomène endothermique et exothermique

#### 4.6. Les avantages

L'exploitation des signaux enregistrés au cours des (ATD) permet de :

- Déterminer les températures de transformation des phases telles que : la fusion, la solidification.

- Tracer les courbes de solidus et liquidus des alliages métalliques.
- Dans l'analyse thermique différentielle (ATD) il est possible d'apercevoir des petits accidents thermiques pratiquement invisibles qu'en analyse thermique directe dans sa très grande sensibilité que réside l'intérêt principal de cette technique.
- Un autre avantage se trouve dans la disparition des petits accidents parasites qui en analyse thermique directe peuvent quelque fois parvenir des légères irrégularités dans le rythme de l'échauffement (où du refroidissement) ou encore de quelques autres imperfections du montage.
- La méthode d'analyse thermique différentielle (ATD) fournit une information très riche sur les transformations allotropiques, mais elle doit être utilisée en complément avec d'autres méthodes tel que : l'analyse calorimétrie à balayage, l'analyse enthalpique différentielle, la diffraction du rayon X, la micrographie optique, la microsonde.

#### **4.7. Les inconvénients**

- La méthode d'analyse thermique différentielle est très simple dans son principe mais elle nécessite un grand soin dans sa mise en œuvre.
- Elle présente un caractère dynamique, la température de l'échantillon doit varier lentement pour obtenir à chaque instant la structure thermodynamique stable, donc la transformation serait étalée sur un temps très long et la différence de température entre l'échantillon et l'étalon serait très petite, pour cela on doit varier la température assez rapidement. Donc le signal obtenu ne se produit pas exactement à la température de l'équilibre.
- Si le phénomène est réversible, les signaux correspondant à la transformation au chauffage et au refroidissement ne se produisent pas à la même température et l'amplitude dépend de la vitesse de refroidissement où d'échauffement.

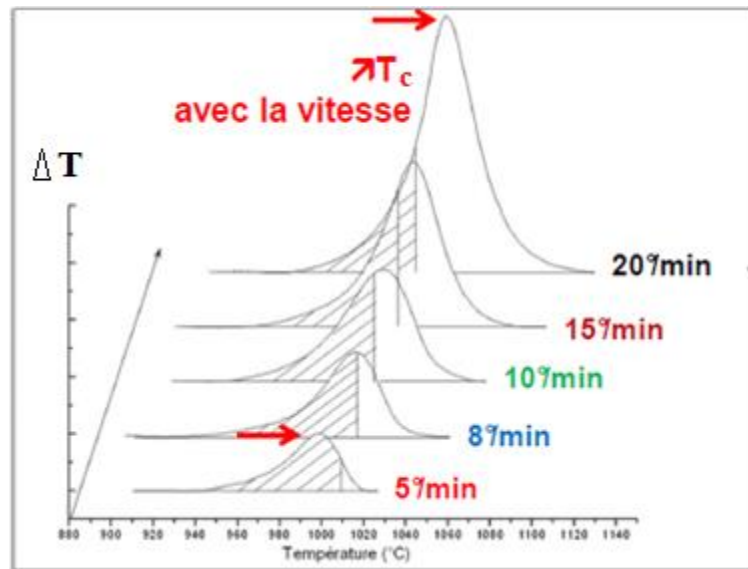
#### **4.8. Propriétés de l'ATD**

La figure 12 montre l'évolution du pic de cristallisation en analyse thermique différentielle (ATD) pour une espèce chimique dans des conditions identiques, mais subissant des vitesses de chauffages différentes.

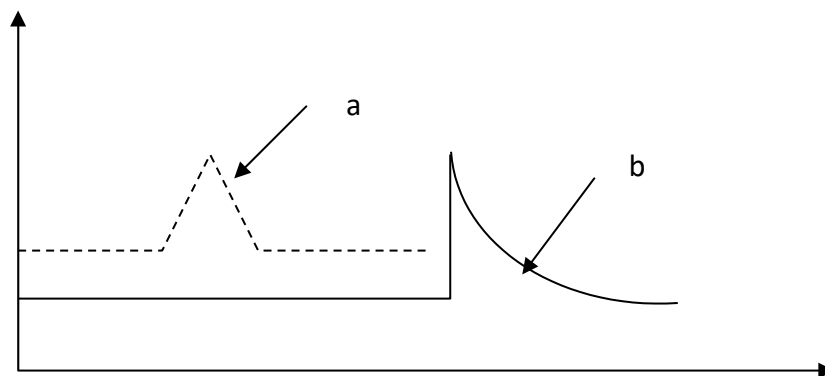
Sur cette figure on observe que le pic est rétréci tandis que sa hauteur grandit au fur et à mesure que la vitesse de chauffage augmente. Si la vitesse est plus faible. Le pic est peu discernable.

Dans l'analyse thermique différentielle le problème de surfusion se pose aussi, la courbe 13-(a) représente la solidification d'une espèce chimique pure sans surfusion, et la courbe

13-(b) correspondant à la surfusion notable. La cristallisation débute à une température plus basse.



**Figure 12.** Influence de vitesse d'échauffement sur une courbe de cristallisation



**Figure 13.** La surfusion en analyse thermique différentielle. a)-Solidification sans surfusion, b)-Solidification avec surfusion

## 5. Analyse calorimétrique Différentielle à Balayage (DSC)

### 5.1. Introduction

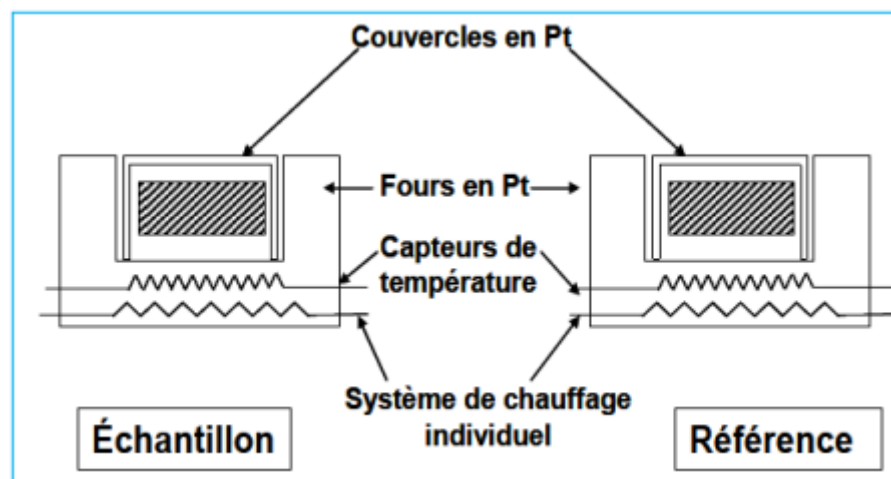
La calorimétrie différentielle à balayage (en anglais, Differential Scanning Calorimetry ou DSC) est une technique basée sur la mesure du flux de chaleur différentiel entre un échantillon et une référence inerte soumis à une même loi d'échauffement ou de refroidissement linéaires.

### 5.2. Principe de la méthode

Le dispositif est schématisé sur la figure 14, il est constitué de deux coupelles en platine, l'une contient l'échantillon et l'autre contient la référence. Les capteurs de 79 températures sont fixés aux deux coupelles. Un système d'asservissement rétablit la différence de température entre les

deux coupelles en mesurant la puissance nécessaire. Les recuits (isothermes ou isochrones) sont réalisés à l'aide de deux fours, l'un pour l'échantillon et l'autre pour la référence. Les échantillons sont déposés dans des creusets d'aluminium et le tout est introduit dans la coupelle en Pt. Les mesures de DSC sont réalisées sous Ar dont le flux du gaz est contrôlé à l'aide d'un débitmètre massique. Un système de pompage est installé qui assure un vide primaire dans les cellules. Avant chaque expérience une série de purge est réalisée afin d'éviter toute oxydation lors des traitements thermiques.

La mesure consiste à déterminer la variation de flux thermique émis ou reçu par un échantillon lorsqu'il est soumis à des changements de température. Lors d'une chauffe ou d'un refroidissement, toute transformation intervenant dans un matériau est accompagnée d'un échange de chaleur endothermique ou exothermique.



**Figure 14.** Schéma d'un dispositif DSC

La DSC permet de déterminer les températures auxquelles apparaissent ces transformations et de fournir des informations qualitatives et quantitatives sur ces réactions.

Cette méthode est aujourd'hui la plus populaire et la plus répandue dans le monde. Bien que limitée en gamme de température (maximum 800 °C), elle a trouvé de grands domaines d'applications dans l'industrie des polymères, de la chimie organique et pharmaceutique, des produits pétroliers et à présent de plus en plus dans l'industrie alimentaire.

Elle permet de déterminer les transitions de phase : la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) des polymères, des verres métalliques et des liquides ioniques ; les températures de fusion et de

crystallisation et les enthalpies de réaction, pour connaître les taux de réticulation de certains polymères.

### 5.3. Spectre de la DSC

On présente habituellement le résultat d'une DSC sous la forme d'un graphique montrant le flux de chaleur en fonction de la température (ou du temps), comme à la figure 30. Comme l'échantillon subit des changements de phase à mesure qu'on le chauffe, la quantité de chaleur nécessaire pour maintenir la température de l'échantillon égale à celle de la référence variera en fonction de la température. On distingue deux types de changements de phase, soit les processus exothermiques (où l'échantillon libère de la chaleur) et les processus endothermiques (où l'échantillon absorbe de la chaleur). Par exemple, lors d'un processus exothermique comme la cristallisation, moins de chaleur est nécessaire pour accroître la température de l'échantillon car ce dernier libère de la chaleur. A l'opposé, un échantillon subissant une transition endothermique, comme le passage de la phase solide à la phase liquide, aura besoin de plus de chaleur pour maintenir la même température que la référence, car il absorbe de l'énergie dans ce cas.

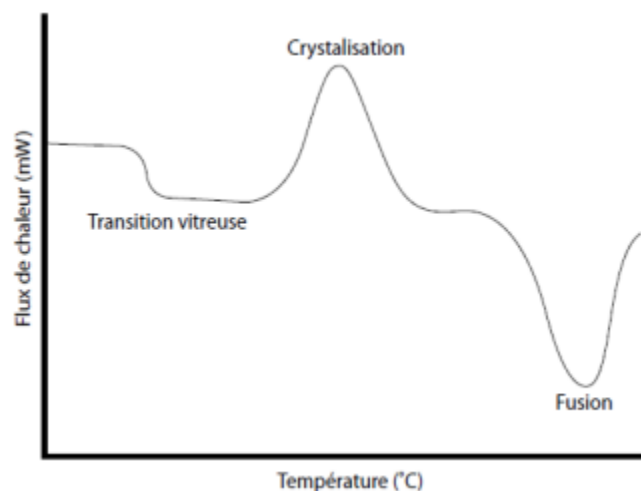


Figure 15. Allure générale des enregistrements DSC

### 5.3. Les avantages

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) présente les avantages suivants :

- La disponibilité du matériel sur le plan commercial est certainement l'aspect positif le plus souvent avancé.
- La calorimétrie offre un domaine de température de travail très large.

Les autres techniques font généralement appel, pour un tel domaine, à plusieurs appareils.

D'autres part, les mesures peuvent être effectuées aussi en descente qu'en montée de température.

Un autre avantage important de la calorimétrie tient dans la faible quantité d'échantillon nécessaire (très inférieur au  $\text{Cm}^3$ ). Cet argument peut être décisif pour le choix de cette technique. Enfin, sur le plan pratique, la calorimétrie apparaît comme étant de mise en œuvre très rapide [10].

#### 5.4. Les inconvénients

La plupart des inconvénients de l'DSC sont nés des avantages précédemment cités. Sa facilité de mise en œuvre entraîne trop souvent une utilisation sans connaissance de ses principes. On ne saurait trop conseiller à l'utilisateur voulant déterminer des capacités thermiques (ou tout autre donnée thermodynamique) de se comporter comme un <<calorimétriste>> et non comme un <<analyste>>. Le principal défaut de cette technique est qu'elle est tellement facile d'en user que bien souvent on en <<abuse>>

### 6. Analyse Thermomécanique (TMA)

#### 6.1. Introduction

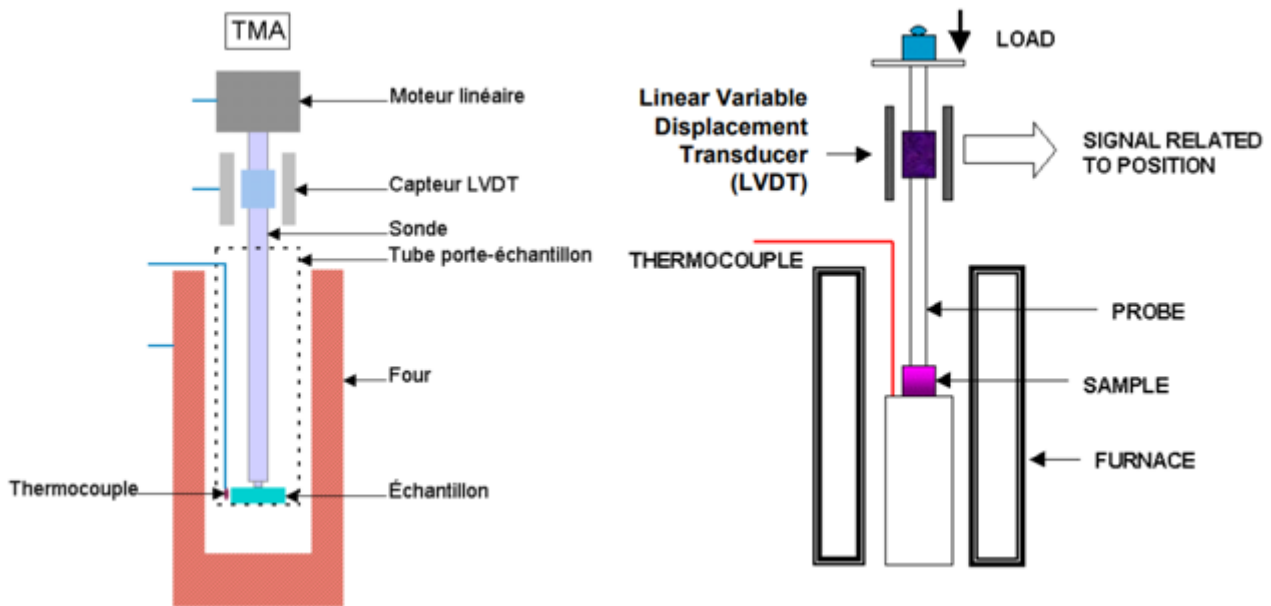
L'analyse thermomécanique ou ATM (en anglais : *thermomechanical analysis*, TMA) est une technique qui mesure d'une déformation (dilatation, allongement, compression, indentation...) sous l'effet d'une charge statique, en fonction d'un programme de température sous atmosphère contrôlée.

#### 6.2. Principe de la méthode

L'appareil comprend :

- \* un four (de volume assez faible en général) régulé, programmé (vitesse de chauffe de 0,01 à 100 °C/min ; gamme de -150 °C à +1 000 °C) muni d'un thermocouple placé près de l'échantillon ;
- \* un capteur de déplacement (résolution en nanomètres) approprié, de type inductif (LVDT), pour mesurer la variation dimensionnelle de l'échantillon (domaine de mesure de  $\pm 5$  mm ; longueur de l'échantillon jusqu'à 20 mm) ;
- \* un système contrôlant l'application de la force transmise (gamme de  $\pm 1$  N ou plus) par la sonde (ou palpeur) de mesure de déplacement à l'échantillon ;
- \* un système de traitement du signal résultant ;
- \* un système d'évaluation des données ; un graphe est produit.

Il est possible de travailler sous atmosphère contrôlée (inerte ou oxydante) ou sous vide.



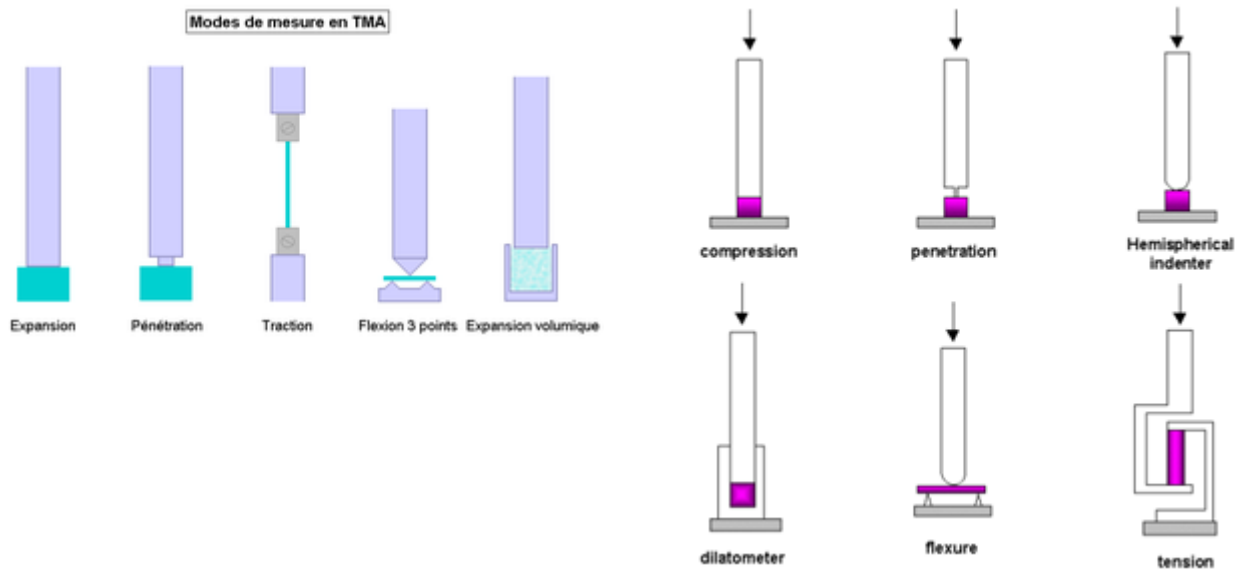
**Figure 16.** Schéma d'un dispositif TMA

### 6.3. Modes de mesure

Les sondes de mesure et les supports d'échantillon sont généralement en quartz. La géométrie de ces pièces impose un mode de mesure. Les modes possibles sont les suivants :

- \* expansion (sonde utilisée sans force sur l'échantillon) pour la détermination de coefficient de dilatation en dilatométrie ;
- \* pénétration ; une forte contrainte, créée par une forte force appliquée par une sonde de faible diamètre, augmente la contribution de la pénétration par rapport à l'expansion ;
- \* traction (échantillon fixé par deux petites pinces) pour l'étude de films ou de fibres sous traction ;
- \* flexion trois points (montage composé d'appuis en forme de couteau) ;
- \* expansion volumique (montage composé d'un creuset et d'une sonde à fond plat) pour l'étude de la dilatation des poudres, par exemple.

Pour les modes en pénétration et en flexion, une contrainte plus importante est imposée à l'échantillon.



**Figure 17.** Modes de mesure de TMA

#### 6.4. Spectre de TMA

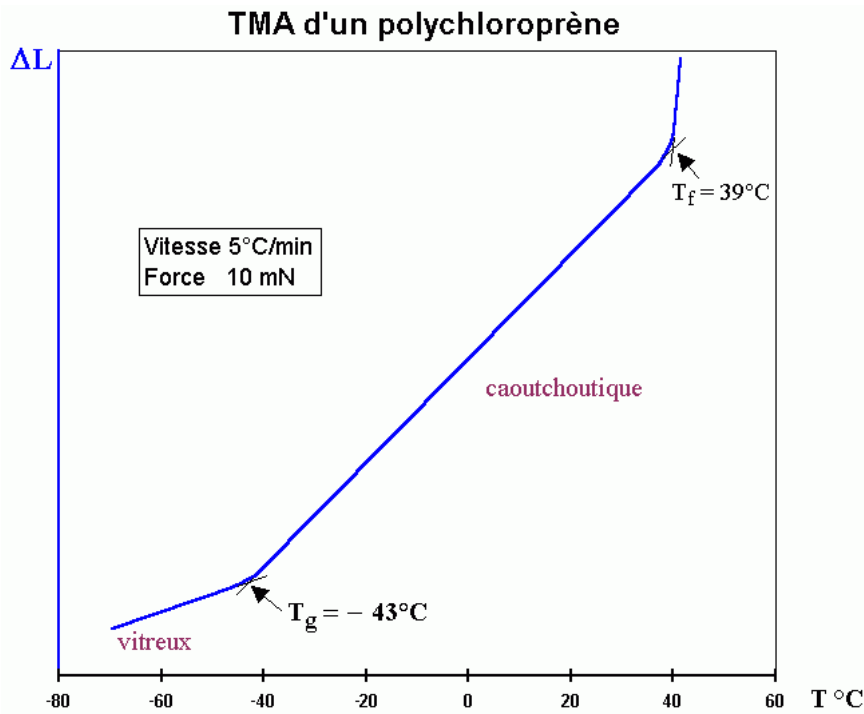
La transition vitreuse s'observe fréquemment pour les polymères. Ce phénomène s'accompagne en particulier d'une augmentation du volume libre, donc du coefficient de dilatation.

Le coefficient de dilatation thermique (*coefficient of thermal expansion*, CTE) variant brusquement au voisinage de la température de transition vitreuse,  $T_v$ , des polymères, il sera possible de déterminer en TMA la température de cette transition<sup>3</sup>.

Pour un polymère donné, le coefficient  $\alpha$  mesuré à une température supérieure à la transition vitreuse est environ trois fois plus élevé que celui mesuré à l'état vitreux.

L'exemple de la figure suivante illustre l'évolution de la longueur en fonction de la température pour un élastomère : le polychloroprène. On observe par ailleurs une zone de fusion ( $T_F$ ) révélant la présence de zones cristallines.





**Figure 18.** Thermogramme d'un TMA

## 6.5. Application de TMA

Voici une liste non exhaustive :

- \* Mesure du coefficient de dilatation en dilatométrie ;
- \* détection des transitions (transition vitreuse, ramollissement, fusion, décomposition, etc.) ;
- \* Tenue thermomécanique ;
- \* Gonflement ;
- \* fluage (déformation en partie<sup>[réf. nécessaire]</sup> irréversible d'un matériau mesurée en fonction du temps sous charge appliquée constante) ;
- \* contrôle de revêtements ;
- \* température de frittage (de céramiques, par exemple) ;

## 7. Analyse thermogravimétrique (ATG)

### 7.1. Introduction

La thermogravimétrie (ATG), en anglais : thermogravimetric analysis (TGA), est une technique d'analyse thermique qui permet d'évaluer la prise ou la perte de masse d'un échantillon en fonction d'un programme de température défini.

## 7.2. Principe de la méthode

La thermogravimétrie est le fait de quatre acteurs :

- l'échantillon
- la masse
- le temps
- l'environnement

L'appareil se compose typiquement d'une *enceinte* étanche permettant de maîtriser l'atmosphère de l'échantillon, d'un *four* permettant de gérer la température, d'un module de pesée (*microbalance*), d'un *thermocouple* pour mesurer la température et d'un *ordinateur* permettant de piloter l'ensemble et d'enregistrer les données.

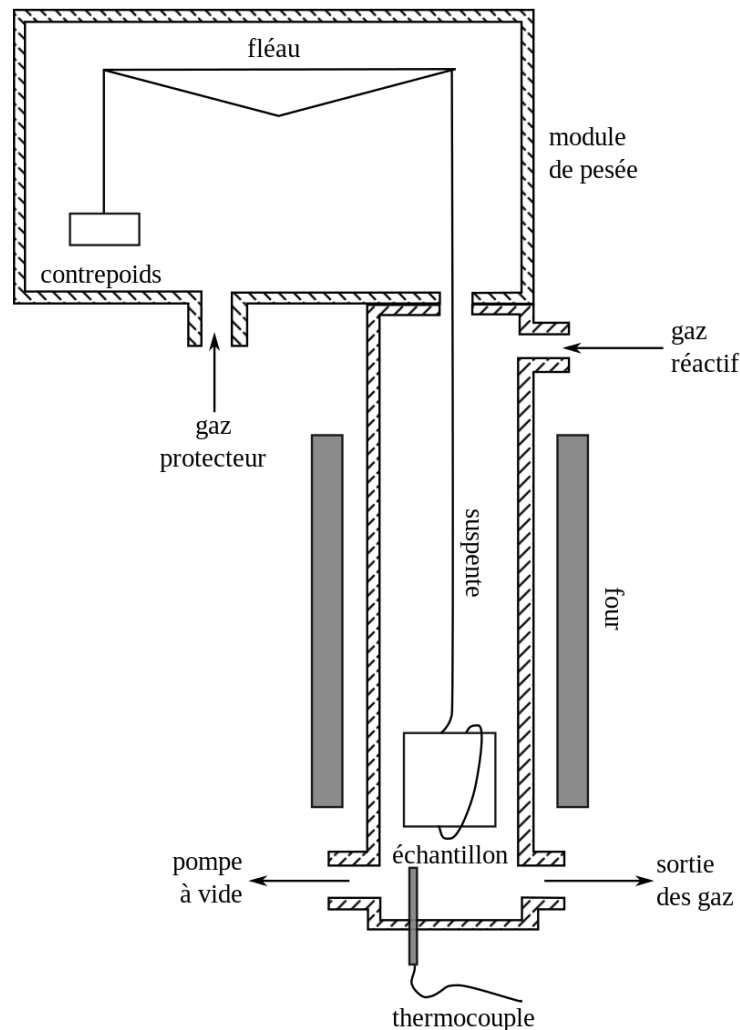
La microbalance est normalement sous atmosphère inerte (par exemple diazote ou argon) ; ce gaz constitue un « couvercle » empêchant le gaz réactif de pénétrer dans l'enceinte du module de pesée, et le gaz doit être moins dense que le gaz réactif. L'appareil dispose d'un système de refroidissement, habituellement à circulation d'eau, afin de limiter les parties chaudes.

Selon les modèles, l'appareil peut être plus ou moins automatisé (commandes de la pompe à vide et ouverture et fermeture des gaz manuelles, ou bien commandes automatisées avec électrovannes).

Pour accrocher l'échantillon, on utilise typiquement une des solutions suivantes :

- on l'entoure d'un fil de platine ;
- on le perce d'un trou, et on l'accroche à un fil de platine (technique de l'« hameçon ») ;
- on le place dans une nacelle, de fil de platine tressé (facilite le flux de gaz) ou d'alumine (plus inerte à haute température), la nacelle étant accrochée à la suspenste.

L'échantillon présente généralement une masse comprise entre 10 mg et 1g suivant l'appareil utilisé et le matériau analysé. La plage de température d'essai : 100°C à 950°C.



**Figure 18.** Schéma d'un dispositif ATG

### 7.3. Module de pesée

Une des manières d'enregistrer la variation de masse consiste à maintenir le fléau de la balance en position horizontale, et à mesurer la force nécessaire — donc la différence de poids entre l'ensemble suspensoir-échantillon et le contrepoids — pour maintenir cette position. Pour cela, on utilise des électroaimants : on enregistre le courant nécessaire pour maintenir l'équilibre.

Pour détecter une rupture d'équilibre, on peut utiliser un système optique : on fixe une plaque percée sur le fléau, on place une lampe d'un côté et deux capteurs photoélectriques de l'autre. Si le fléau penche d'un côté, la lumière qui passe dans le trou excite le détecteur, et le régulateur augmente donc l'intensité du courant afin que le détecteur ne soit plus éclairé.

Les anciens appareils utilisaient un fléau avec un ressort de rappel, la variation de masse étant proportionnelle à la rotation du fléau (en raison de la loi des ressorts). Le fléau pouvait être relié à un stylet, le stylet effectuant un tracé sur un papier déroulant ; l'amplification était définie par la raideur du ressort et le bras de levier du stylet.

Dans certains systèmes, le fléau était couplé à un miroir qui tournait avec lui ; ce miroir déviait un faisceau lumineux qui venait impressionner une pellicule photographique qui défilait, le tout dans une chambre noire. En révélant la pellicule, on avait ainsi le tracé. L'amplification était alors définie par la raideur du ressort et par la longueur du trajet lumineux.

### 7.3. Spectre de l'ATG

#### Perte de masse :

Déshydratation, décomposition, désorption, réduction ...

#### Gain de masse :

Adsorption, carbonatation, oxydation ...

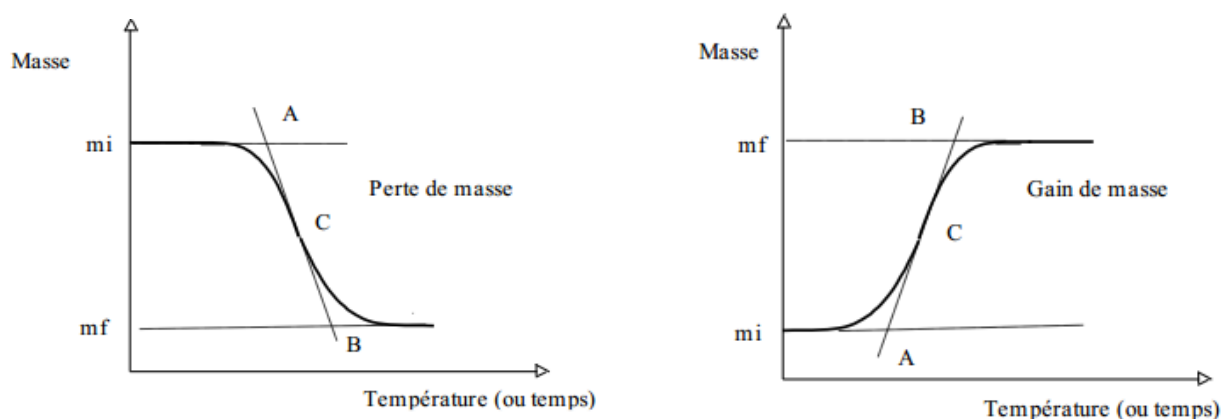


Figure 19. Spectres de l'ATG

#### Exemple : Mécanisme de décomposition du $\text{Cu}(\text{SO}_4) \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

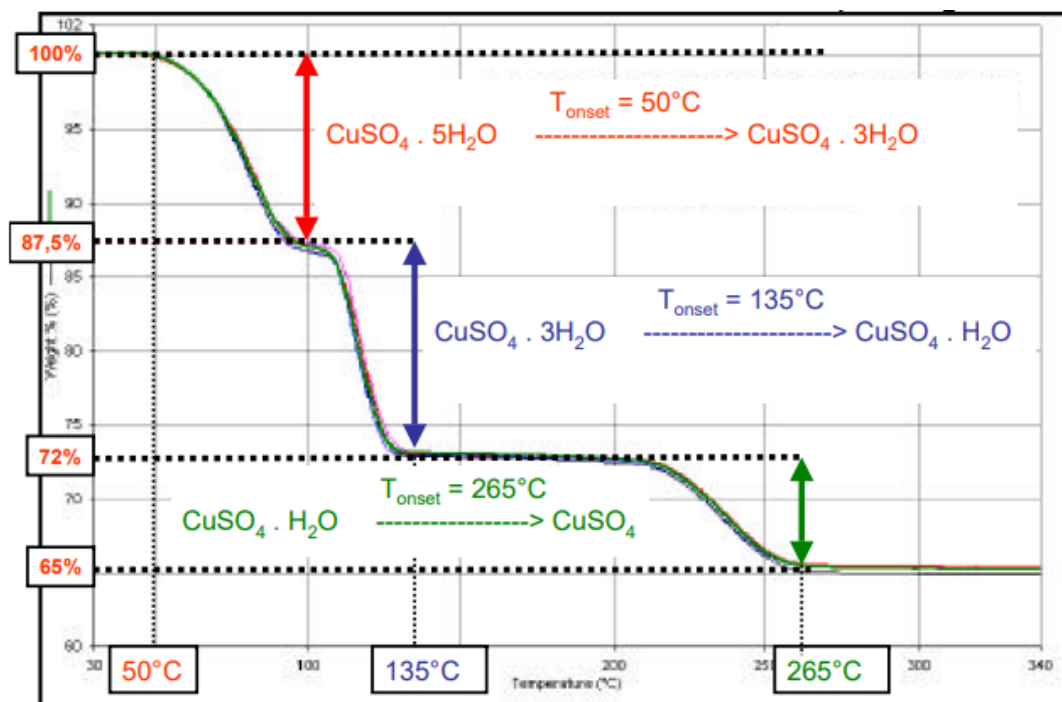
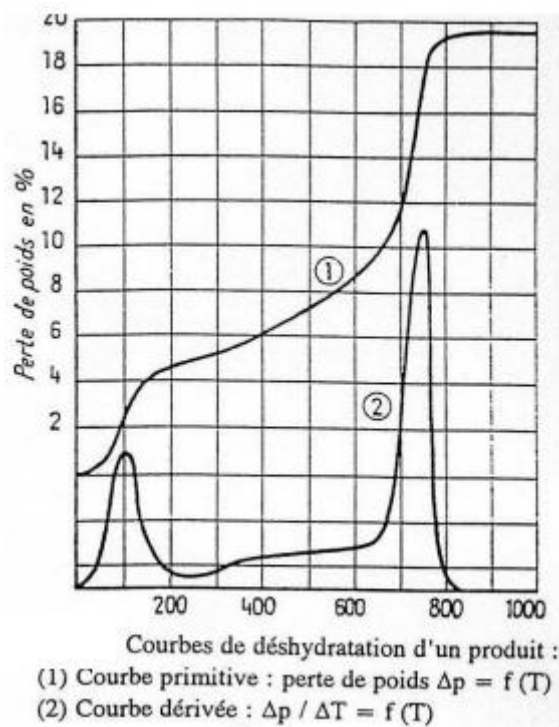


Figure 20. Courbe thermogravimétrique de décomposition du  $\text{Cu}(\text{SO}_4) \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Utilisation de la courbe dérivée (pour une meilleure interprétation) :



**Figure 21.** Mesures précises des T de début et de fin des pertes de masse

#### 7.4. Application de l'ATG

La thermogravimétrie peut donc être appliquée à tout type d'échantillon qui subira une variation de masse au cours du temps sous l'effet de la température dans une atmosphère donnée. L'évaporation, la sublimation, l'oxydation font partie des transformations qui seront détectées par la thermogravimétrie. Les transformations qui n'engendrent pas de variation de masse (comme une fusion ou une cristallisation par exemple) ne pourront pas être détectée par la TG et il faudra se tourner vers des méthodes d'analyse complémentaires (ATD ou DSC).

L'ATG est souvent employée dans la recherche et les essais pour déterminer les caractéristiques de matériaux tels que les polymères, pour estimer la cinétique d'oxydation en corrosion à haute température, pour déterminer les températures de dégradation, l'humidité absorbée par le matériau, la quantité en composés organiques et inorganiques d'un matériau, le point de décomposition d'un explosif et des résidus de solvants.

- \* Déterminer la quantité de charge d'un matériau en pourcentage massique.
- \* Déterminer la quantité de cendres d'un matériau en pourcentage massique.
- \* Caractériser la perte de masse d'un matériau sur une certaine gamme de température.
- \* Caractériser la perte de masse d'un matériau vs. temps à une température donnée.

- \* Quantifier la perte d'eau, de solvant, ou de plastifiant ou d'additif sur une certaine gamme de température.
- \* Examiner les propriétés de retardateurs de flamme (ignifugeants) d'un matériau.
- \* Examiner les propriétés de combustion d'un matériau.

[http://fr.wikipedia.org/wiki/Analyse\\_thermogravim%C3%A9trique](http://fr.wikipedia.org/wiki/Analyse_thermogravim%C3%A9trique)

<http://www.techniques-ingenieur.fr/book/p1260/thermogravimetrie.html>