Chapitre VII. Analyse thermique : instrumentation et techniques

VII.1-Introduction

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

VII.2-Description

L'analyse thermique peut être **simple** ou **différentielle** selon que la mesure de la grandeur physique considérée est effectuée directement ou par comparaison avec le comportement d'un échantillon de référence ne subissant pas de modification de la grandeur physique dans le domaine de température étudié.

L'analyse thermique peut être aussi **statique** ou **dynamique** selon que la mesure est effectuée en régime isotherme ou bien pendant l'échauffement ou le refroidissement progressif de l'échantillon.

Les mesures peuvent avoir lieu dans un **gaz réactif** comme l'air ou dans un **gaz inerte** comme le diazote ou l'hélium, avec ou sans débit de gaz.

Chapitre VII. Analyse thermique : instrumentation et techniques

Tableau VII.1 : Quelques méthodes d'analyse thermique

Nom de la méthode en français	Grandeur mesurée en fonction de la température
Analyse thermodifférentielle (ATD)	Caractéristiques thermiques : température
Analyse calorimétrique différentielle (ACD) ou calorimétrie différentielle à balayage	Caractéristiques thermiques : enthalpie
Analyse thermogravimétrique (ATG)	Masse
Analyse mécanique dynamique (AMD)	Caractéristiques mécaniques : raideur mécanique, facteur d'amortissement, etc.
Analyse thermomécanique (ATM)	Caractéristiques mécaniques
Analyse thermodilatométrique ou Dilatométrie	Dimensions
Thermoélectrométrie	Caractéristiques électriques : résistance, conductance, capacitance, etc.
Analyse diélectrique ou Analyse thermique diélectrique	Permittivité diélectrique
Thermosonimétrie et thermoacoustimétrie	Caractéristiques acoustiques comme le son
Thermoptométrie : thermophotométrie, thermoréfractométrie, thermoluminescence, thermomicroscopie, etc.	Caractéristiques optiques : lumière, lumière de longueurs d'onde spécifiques, indice de réfraction, luminescence, etc.
Thermomagnétométrie ou analyse thermomagnétique ⁷	Caractéristiques magnétiques : susceptibilité magnétique
Réduction en température programmée	Réductibilité des espèces oxydées

Chapitre VII. Analyse thermique : instrumentation et techniques

Le tableau suivant donne quelques propriétés mesurées selon la méthode utilisée.

Tableau VII.2 : Quelques propriétés mesurées selon la méthode utilisée

Type de transformation	Propriété mesurée	DTA	DSC	TGA	TMA	DIL	DM(T)A
Transformation physique	Transition vitreuse	x	x		x	x	x
	Cristallisation	x	x				
	Fusion	x	x		x		
	Évaporation	x	x	x			
	Sublimation	x	x	x			
	Coefficient de dilatation				x	x	
	Modules, <u>viscosité</u> et raideur complexes, tangente δ , complaisance complexe J, courbes maîtresses						x
Transformation chimique	Réaction chimique		x				
	Décomposition chimique	x	x	x			

Les résultats des analyses thermiques sont généralement représentés en fonction de la température, mais peuvent aussi être présentés en fonction du temps (cas d'un test en isotherme) ou de la fréquence (cas de la DM(T)A).

Transformations observées

Les transformations subies par la matière pendant son traitement thermique et observées par analyse thermique peuvent être réversibles (fusion...) ou irréversibles (décomposition...).

Ces transformations peuvent être, entre autres :

Chapitre VII. Analyse thermique : instrumentation et techniques

Tableau VII.3 : Quelques transformations subies par la matière pendant son traitement thermique

Transformation	Augmentation	Diminution
Calorifique	Réaction endothermique	Réaction exothermique
Gravimétrique	Oxydation...	Décomposition...
Volumétrique	Dilatation	Contraction

Combinaisons

Il existe des méthodes dans lesquelles les opérations ci-dessus sont combinées. Un exemple est l'analyse thermique simultanée (STA), une combinaison de l'ATG et de la DSC ou de l'ATD.

Couplage avec d'autres techniques

Les méthodes d'analyse thermique peuvent être utilisées **seules** ou **couplées** avec d'autres méthodes d'analyse pour analyser le gaz produit lors du chauffage. On parle alors de l'analyse des gaz émanants ou EGA de l'anglais *Evolved Gas Analysis*. Les principaux couplages sont :

- TGA/FTIR
- TGA/MS
- TGA/GC-MS