

Reference: Thermobalance STA 449 F1 Jupiter Netzsh, GC Trace – Polaris Q MS ThermoElectron

Principe

L'échantillon à analyser est chauffé (3 Fours à notre disposition : -150°C à 1600°C) ou refroidi à l'azote liquide selon un gradient de température déterminé et sous atmosphère contrôlée (air, N₂, CO₂, Ar, He, etc.). La masse de la substance analysée est suivie en fonction du temps et/ou de la température. Le tracé de la masse en fonction de la température est une mesure thermogravimétrique (ATG). Il est également possible de suivre la différence de température entre l'échantillon et une référence en fonction du temps ou de la température. Dans ce cas il s'agit d'une mesure de thermogravimétrie différentielle. Si une mesure du flux de chaleur est également effectuée alors il s'agit de calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Le couplage de cette technique à la chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CPG-SM) permet la séparation et l'identification des composés de dégradation thermique de l'échantillon analysé.

Objectif

Les mesures ATG, ATD et DSC ont pour objectif d'obtenir des informations qualitative et quantitative liées aux changements physico-chimiques d'un échantillon. L'ATG et l'ATD ont pour but de déterminer les caractéristiques thermiques d'un composé (stabilité thermique, cinétique de réaction, température de dégradation thermique etc.). La technique de DSC donne accès à des données thermodynamiques telles que : enthalpie, énergie de fusion, chaleur spécifique, cristallinité etc. L'apport de la CPG-SM à l'analyse thermique permet une analyse fine des processus de dégradation des échantillons ou matériaux analysés puisqu'il devient alors possible de relier à toute dégradation thermique le ou les composé(s) chimique(s) qui lui sont associé.



Figure 1

Figure 1. Couplage de la thermobalance Netzsch STA 449 F1 Jupiter avec la technique de chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CPG-SM)

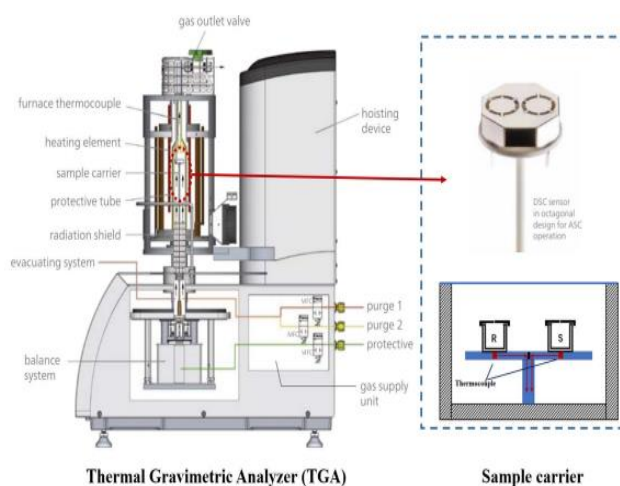
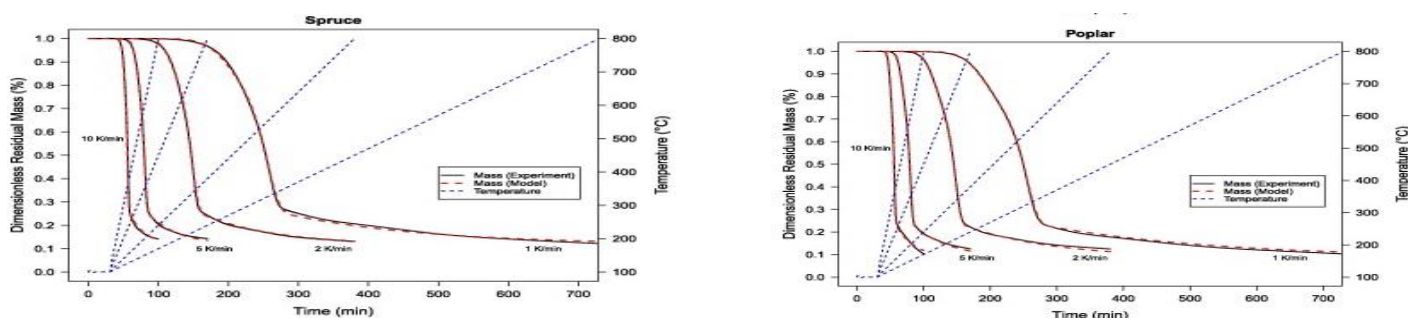


Figure 2

Figure 2. Image de la coupe de thermobalance Netzsch STA 449 F1 Jupiter (image issue de la thèse Mr Yong Tian intitulée « Multi-distributed activation energy model for wood pyrolysis : modelling strategy applied to experimental kinetics of different particle sizes » ; 2021.

Exemples d'analyses : Fig. 3. TG curves for dynamic experiments at different heating rates (10 K/min, 5 K/min, 2 K/min and 1 K/min) and corresponding DAEM curves based on identified parameters and temperature evolutions. Time origin is at the end of the 30-min 100 °C plateau.(voir ci-dessous)



Patrick Perré, Yong Tian, Pin Lu, Barbara Malinowska, Jamila El Bekri, et al.. A robust and frugal model of biomass pyrolysis in the range 100–800 C : Inverse analysis of DAEM parameters, validation on static tests and determination of heats of reaction. *Fuel*, 2021, 288, pp.119692. ([10.1016/j.fuel.2020.119692](https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.119692)). ([hal-03547145](https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-03547145))