Présentation des résultats d'analyse thermique

Techniques en rapport avec le dégagement de produits volatils

Une communication concernant la présentation des résultats d'analyse thermique, dans le cas où l'on étudie le dégagement de produits volatils, vient de paraître en langue anglaise (*Anal. Chem.*, 1972, **44**, 640). Le Comité de normalisation de l'I.C.T.A. (International Confederation for Thermal Analysis) en propose ici le contenu aux chercheurs de langue française.

La multiplicité des méthodes utilisées pour détecter et doser les gaz a conduit les chercheurs à associer différents types de détecteurs aux divers appareils d'analyse thermique. Ce moyen d'étude se rattache donc aux techniques thermoanalytiques puisque l'on suit, qualitativement ou quantitativement, le dégagement des gaz émis par un échantillon en fonction de la température, variable suivant un programme déterminé.

On utilise l'expression *analyse des gaz émis* (A.G.E.) pour désigner toute technique servant à déterminer la nature et/ou la quantité de produits volatils formés durant une analyse thermique et *détection des gaz émis* (D.G.E.) pour désigner toute technique servant à détecter la formation d'un produit volatil durant une analyse thermique (1). Pour chacune de ces techniques, des processus physiques divers interviennent au fur et à mesure que le gaz émis par l'échantillon est dirigé vers le détecteur. Il est donc important que soient précisées les conditions expérimentales.

Le Comité de normalisation de l'I.C.T.A. a pour tâche d'étudier comment la normalisation peut renforcer l'intérêt et l'efficacité des méthodes thermoanalytiques. L'une des premières préoccupations du Comité a été la *présentation normalisée des résultats;* des recommandations ont déjà été publiées et leur usage se répand pour l'analyse thermique différentielle (A.T.D.) et la thermogravimétrie (T.G.) (2).

Après avoir étudié les besoins particuliers à la présentation des données de l'A.G.E. et de la D.G.E., le Comité propose ici des recommandations qui pourraient guider utilement les auteurs, les rédacteurs en chef des revues et les Comités de lecture; certaines de ces

recommandations s'appliquent aussi à d'autres techniques thermoanalytiques comme l'A.T.D. et la T.G., les autres sont particulières à l'A.G.E. et la D.G.E.

Tout enregistrement d'A.G.E. ou de D.G.E. devrait être accompagné des indications suivantes :
1. L'identification non équivoque des substances utilisées (échantillon, référence, diluant) au moyen d'un nom, d'une formule empirique ou de toute autre indication convenable de la composition.
2. L'origine de toutes ces substances, leur traitement préalable, ainsi que les impuretés éventuelles si on les connaît.
3. La température du milieu entourant l'échantillon pendant la réaction.
4. La mesure de la vitesse moyenne de variation de la température dans le domaine où se situe le phénomène étudié. Les dispositifs où la variation de température n'est pas linéaire devraient être décrits en détail.
5. Les dimensions, la géométrie et la nature du porte-échantillon ; la technique de « tassement » s'il y a lieu.
6. En abscisses, l'échelle du temps ou des températures, ces grandeurs croissant de gauche à droite.
7. En ordonnées, on précisera si possible la grandeur mesurée. En général, on portera la concentration par valeurs croissantes vers le haut, ou, dans le cas de détecteurs de densité de gaz, la densité de celui-ci. Si l'on ne se conforme pas à cet usage, on l'indiquera clairement.
8. Les méthodes adoptées pour l'identification des produits intermédiaires ou finaux.
9. Une fidèle reproduction du tracé d'origine.
10. L'identification de l'atmosphère où se trouve l'échantillon (nature, pression, pureté). On précisera s'il s'agit d'une atmosphère stationnaire, autogénérée ou dynamique, à travers l'échantillon ou au-dessus de lui. Le débit du gaz, le volume total, la construction et la température de l'enceinte entre l'échantillon et le détecteur devraient être communiqués ainsi qu'une évaluation du temps de réponse du dispositif.
11. L'identification de l'appareillage utilisé (type et/ou nom commercial) ainsi que l'emplacement du thermocouple de mesure et l'intervalle entre le dispositif d'échauffement de l'échantillon et celui servant à déceler ou doser les gaz émis.
12. Dans le cas de l'A.G.E., si l'on n'utilise pas d'unités exactes, il conviendrait de communiquer le rapport grandeur du signal/concentration du produit dosé : par exemple, le rapport signal d'ionisation de flamme/nombre d'atomes de carbone et nature de leur liaison ou encore la concentration.

Les Membres du Comité de normalisation de l'I.C.T.A. (Committee on Standardization) sont : C. Mazières et M. Harmelin (France), K. Heide (République Démocratique Allemande), F. Paulik (Hongrie), H. Kambe (Japon), R. S. Forsyth (Suède), H. G. Wiedemann (Suisse), I. S. Rassonskaya (U.R.S.S.), D. A. Smith (Royaume-Uni), R. W. Pfeil (États-Unis). Le Comité comprend également L. G. Berg (U.R.S.S.), C. J. Keattch (Royaume-Uni), R. C. Mackenzie (Royaume-Uni), J. P. Redfern (Royaume-Uni), O. Menis (États-Unis) et C. B. Murphy (États-Unis). Le Vice-Président est P. D. Garn (États-Unis) et le Président est H. G. McAdie : Ontario Research Foundation, Sheridan Park, Ontario, Canada.

(1) R. C. Mackenzie, *Talanta*, 1969, **16**, 1227, traduction française publiée dans *Analusis*, 1973, **2**, 459 ; *L'Actualité chimique, publiée par la Société Chimique de France*, septembre 1973, **4**, 35 ; *Bulletin de l'Association Française de Calorimétrie et d'Analyse Thermique*, 1973, **3**.
(2) H. G. McAdie, *Anal. Chem.*, 1967, **39**, 543, traduction française publiée dans *Bull. Soc. Chim.*, 1967, p. 3583.