

INTERNATIONAL CONFEDERATION FOR THERMAL ANALYSIS
– ICTA –

SOUS-COMITÉ FRANÇAIS DE NOMENCLATURE
POUR L'ANALYSE THERMIQUE

LA NOMENCLATURE EN ANALYSE THERMIQUE – II

23 Avril 1974

Les recommandations contenues dans le premier rapport [1] du Comité de Nomenclature de l'ICTA (International Confederation for Thermal Analysis) ont été généralement bien accueillies et sont actuellement examinées en vue de leur adoption définitive à la fois par l'IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) et par l'ISO (International Standards Organization). De nombreux scientifiques ont également montré, à titre individuel, l'intérêt considérable qu'ils portaient à ces recommandations [2].

Après cette première publication, le Comité a rédigé un autre rapport dont les recommandations ont été adoptées en séance de travail à la Troisième Conférence Internationale d'Analyse Thermique, à Davos (Suisse) en août 1971. Le Conseil de l'ICTA a donc décidé de publier ce second rapport, en tant que document définitif de l'ICTA, en recommandant que ses directives soient suivies dans toutes les publications en langue anglaise. Les raisons fondamentales qui ont conduit à l'adoption de certaines de ces conventions ont déjà été publiées [3].

Un Sous-Comité français a été constitué pour adapter ces recommandations à la langue française. Le texte français correspondant au premier rapport a été accepté par le Comité de Nomenclature de l'ICTA en janvier 1973 et publié [4].

On trouvera ci-dessous l'adaptation à la langue française* des propositions formulées dans le second rapport [5].

I – Quelques remarques sur le premier rapport

Etant donné la diversité des opinions sur le terme *pyrolyse* et les différentes interprétations qu'on lui donne, le Comité estime qu'il n'est pas opportun de prendre une décision en ce qui concerne l'expression *décomposition thermique* et les termes associés (voir premier rapport [4], paragraphe III).

Pour éviter toute confusion sur l'expression *thermogravimétrie isobare* (isobaric weight-change determination) définie dans le 1^{er} rapport [4], paragraphe II-B-2, le Comité précise que les termes *dynamique* et *statique* se rapportent à la température du milieu environnant l'échantillon. Il faut noter que ces mêmes qualificatifs peuvent aussi s'appliquer à l'atmosphère environnant l'échantillon.

* Composition du Sous-Comité français pour l'étude du second rapport: E. Bonjour, J. Chabert, P. Cléchet, M. Ducros, P. C. Gravelle, M. Harmelin, J. M. Marcoen, J. Mercier, J. Rouquerol, H. Tachoire et V. Tonnard.

Pour l'obtention de tirés-à-part, s'adresser à Mlle M. Harmelin C. N. R. S. Centre d'Etudes de Chimie Métallurgique, 15 rue Georges Urbain, 94 400 Vitry sur Seine.

II – Analyse thermique différentielle et thermogravimétrie: appareillages et techniques

On n'a pu éviter de faire un choix arbitraire parmi les différentes expressions possibles. Le seul terme d'usage assez courant qui soit rejeté est celui de *matériau inerte*.

A – ATD

On désigne par :

- *échantillon* (sample), le matériau effectivement étudié, dilué ou non;
- *Substance de référence* (reference material), une substance connue, en général thermiquement inactive dans le domaine de température exploré;
- *porte-échantillon* (sample holder), l'accessoire destiné à contenir ou supporter l'échantillon;
- *porte-référence* (reference holder), l'accessoire destiné à contenir ou supporter la substance de référence;
- *tête de mesure* (specimen-holder assembly), la partie de l'appareil où sont placés l'échantillon et la substance de référence; si le dispositif de chauffage ou de refroidissement est incorporé au porte-échantillon et au porte-référence, l'ensemble sera également désigné par l'expression "tête de mesure";
- *thermocouple différentiel** (differential thermocouple) ou, en abrégé *thermocouple ΔT* , l'ensemble des thermocouples utilisés pour mesurer la différence de température entre l'échantillon et la substance de référence.

Nota:

- 1) le Sous-Comité français ne propose pas de traduction pour le terme anglais "specimens", terme unique pour désigner à la fois l'échantillon et la substance de référence;
- 2) le Sous-Comité français ne propose pas de définition particulière pour le terme "block" utilisé pour certaines têtes de mesure.

B – TG

On désigne par :

- *thermobalance*, l'appareil qui permet la mesure en continu de la variation de masse d'un échantillon lorsque celui-ci est chauffé ou refroidi;
- *échantillon* (sample), le matériau effectivement étudié, dilué ou non;**
- *porte-échantillon* (sample holder), l'accessoire destiné à contenir ou supporter l'échantillon.

* Si un autre détecteur thermique est utilisé, son nom pourra remplacer le terme "thermocouple" dans la définition ci-dessus.

** En thermogravimétrie, les échantillons ne sont généralement pas dilués mais si l'ATD et la TG sont effectuées simultanément, le cas peut se produire.

C – ATD et TG

On désigne par:

– *thermocouple de mesure de la température* (temperature thermocouple) ou *thermocouple T*, le thermocouple* employé pour repérer la température: sa position par rapport à l'échantillon doit toujours être précisée;

– *vitesse de chauffage* (heating rate), la vitesse à laquelle la température s'élève; on l'exprime en degrés par minute (dans l'échelle Celsius ou Kelvin). De même, la *vitesse de refroidissement* (cooling rate) est la vitesse à laquelle la température diminue.

Dans le cas de l'ATD et de la TG simultanées, les définitions découlent de celles qui viennent d'être données séparément pour chacune de ces deux techniques.

III – Courbes d'analyse thermique différentielle et courbes thermogravimétriques

Certaines conventions et méthodes de présentation des courbes ATD et TG ont déjà été spécifiées [1, 4, 6]. Les définitions suivantes ne font que compléter ces recommandations.

A – ATD

Il est primordial de rappeler qu'en ATD, bien que l'ordonnée soit conventionnellement désignée par ΔT , la grandeur dont on enregistre la variation est normalement la force électromotrice E du thermocouple différentiel. Or, le signal fourni par le thermocouple ΔT varie dans la plupart des cas avec la température car le rapport de transformation, b , dans l'équation $\Delta T = bE$ n'est pas constant et varie en fonction de la température ($b = f(T)$).

Cette remarque est également valable pour d'autres détecteurs.

Toutes les définitions présentées ci-dessous concernent le cas d'un pic simple comme celui de la figure 1. Si le pic présente des épaulements ou plus d'un maximum ou minimum, il sera considéré comme résultant de la superposition de pics simples.

On désigne par:

– *ligne de base* (base line) (AB et DE, fig. 1), la partie de la courbe ATD enregistrée en l'absence d'effet thermique dans l'échantillon;

– *pic* (peak) (BCD, fig. 1), la partie de la courbe ATD qui s'écarte de la ligne de base puis y revient; dans le cas d'un effet endothermique, cet écart est par

* Si un autre détecteur thermique est utilisé, son nom pourra remplacer le terme "thermocouple" dans la définition ci-dessus.

convention négatif et le pic est dit "endothermique" (endothermic peak)*; dans le cas d'un effet exothermique, cet écart est par convention positif et le pic est dit "exothermique" (exothermic peak)*;

– *largeur du pic* (peak width) ($B'D'$, fig. 1), l'intervalle de temps ou de température entre les points de départ et de retour à la ligne de base, c'est-à-dire entre le début et la fin du pic**;

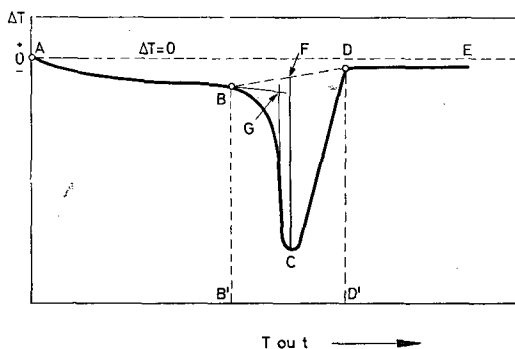


Fig. 1

– *hauteur du pic* (peak height) (CF , fig. 1), la distance qui sépare, sur l'axe des ordonnées, la ligne de base interpolée** et le sommet du pic (C , fig. 1);

– *aire du pic* (peak area) ($BCDB$, fig. 1), l'aire délimitée par le pic lui-même et la ligne de base interpolée**;

– *début extrapolé du pic* (extrapolated onset) (G , fig. 1), le point d'intersection de la tangente tracée au point de plus grande pente sur la première partie du pic (BC , fig. 1) et la ligne de base extrapolée (BG , fig. 1).

B – TG

Toutes les définitions données ci-dessous se rapportent à un processus en une seule étape tel que le décrit la figure 2. Les processus plus complexes peuvent être décomposés en une série d'étapes élémentaires.

* Les expressions "pic endothermique" et "pic exothermique" ont été conservées par le Comité de Nomenclature en raison de leur emploi utile et répandu. Il faut remarquer toutefois qu'il s'agit d'une tolérance linguistique car un pic est le résultat d'un phénomène et ne saurait être par lui-même endo- ou exothermique.

Les termes "endotherme" et "exotherme" ne sont pas usuels en français. Il apparaît inutile de les adopter.

** La méthode d'interpolation de la ligne de base présentée sur la figure 1 n'est donnée qu'à titre d'exemple et il en existe d'autres.

La position des points B et D dépend de la méthode d'interpolation utilisée.

On désigne par:

– *palier* (en anglais “plateau”) (AB, fig. 2), la partie de la courbe TG où la masse de l'échantillon reste à peu près constante;

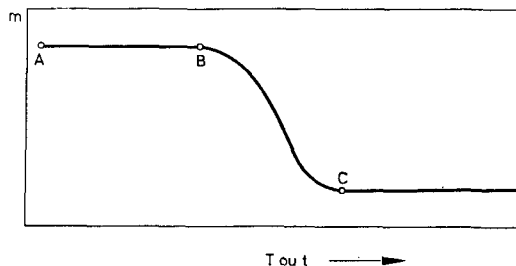


Fig. 2

- *température initiale* (initial temperature), T_i , (B, fig. 2) la température pour laquelle la thermobalance commence à déceler une variation de masse;
- *température finale* (final temperature) T_f , (C, fig. 2), la température pour laquelle la masse de l'échantillon atteint une valeur maximale ou minimale;
- *intervalle de réaction* (reaction interval), la différence des températures T_f et T_i définies ci-dessus.

References

1. Talanta, 16 (1969) 1227.
2. Chem. Ind., (1970) 272, 449, 515, 643; (1971) 57.
3. R. C. MACKENZIE, J. Thermal Anal., 4 (1972) 215.
4. Analisis, 2 (1973) 459; L'Actualité Chimique (Société Chimique de France) (1973) n° 4, 35; Bulletin de l'Association Française de Calorimétrie et d'Analyse Thermique, n° 3 (1973); J. Thermal Anal., 6 (1974) 241; Thermochim. Acta, 8 (1974) 325.
5. Talanta, 19 (1972) 1079; J. Thermal Anal., 4 (1972) 343; Thermochim. Acta, 5 (1972) 71.
6. Anal. Chem., 39 (1967) 543; traduction française dans Bull. Soc. Chim. France (1967) 3583.