

**CENTRE ORSTOM
DE
YAOUNDÉ**

**NOTE SUR UN APPAREIL
D'ANALYSE THERMIQUE DIFFERENTIELLE
REALISE AU CENTRE ORSTOM DE YAOUNDE**

J. SUSINI

N O T E S U R U N A P P A R E I L
D'ANALYSE THERMIQUE DIFFERENTIELLE
REALISE AU CENTRE ORSTOM DE YAOUNDE

J. SUSINI

PUBLICATION N° 148

Dans la réalisation de l'appareil d'analyse thermique différentielle que nous décrivons nous nous sommes particulièrement attachés à en faire un instrument très précis et fidèle, particulièrement dans les pointés des températures de réaction.

D'autre part cette installation peut être montée assez facilement et à peu de frais ce qui est susceptible de rendre service à beaucoup de laboratoires de Pédologie.

Nous traiterons :

- 1) Rappel du principe de l'analyse A.T.D.
- 2) Description de l'Appareillage
- 3) Résultats et discussion.

1 - RAPPEL DU PRINCIPE DE A.T.D.

Lorsqu'un corps est soumis à un chauffage progressif dont la vitesse est linéaire, ce corps peut être le siège de réaction qui sont soit le départ des différentes formes d'eau, soit des réorganisation de structure, soit des décompositions, ces réactions donnent lieu à des phénomènes Exo, ou Endothermique. La t° d'apparition de ces phénomènes est souvent caractéristique d'une substance.

Principe du montage

3 petits creusets contiennent (Fig. 1) : en (A) une substance inerte, (ou préalablement chauffée) en (B) la substance à étudier ; au milieu sont immergés 2 couples thermo-électriques montés en opposition. Les différences de t° seront indiquées par l'existence d'une f.e.m.

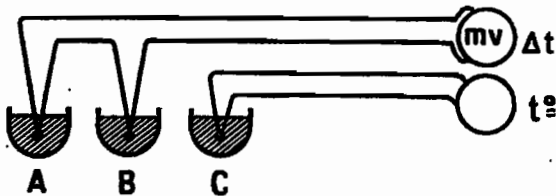


Fig. 1

l'ensemble. Les 3 creusets doivent être aussi voisin que possible.

II - DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE

Les Fours tubulaires, à bobinage en solénoïde sont fabriqués par les Etablissements CULMANN ; ils ont 35 cm. de long et 8 cm. de \varnothing extérieur, la cavité intérieure utile à 4 cm de \varnothing ; sur le bobinage à nu, nous glissons un tube de silice. Seule une zone centrale donne une bonne homogénéité de la t°. Le four peut atteindre 1.100°.

Nous les avons disposés au nombre de 3, sur des berceaux à roulettes se déplaçant sur des rails.

Les Portes échantillons

Fixes, sont formés d'un tube de porcelaine dure de 2,5 cm de \varnothing extérieur, à l'intérieur duquel nous avons coulé du ciment fondu LAFARGE, riche en chamotte, destiné à maintenir 3 tubes de silice, servant de gaine aux couples thermo électrique ; les 3 tubes sont situés à 120° l'un de l'autre (Fig. 2).

Les échantillons sont mis dans des tubes de silice dont le diamètre intérieur est égal au \varnothing extérieur des gaines porte couple. Le couple se trouve donc au milieu de la matière. L'extrémité du tube est bouchée par un tampon d'amiante.

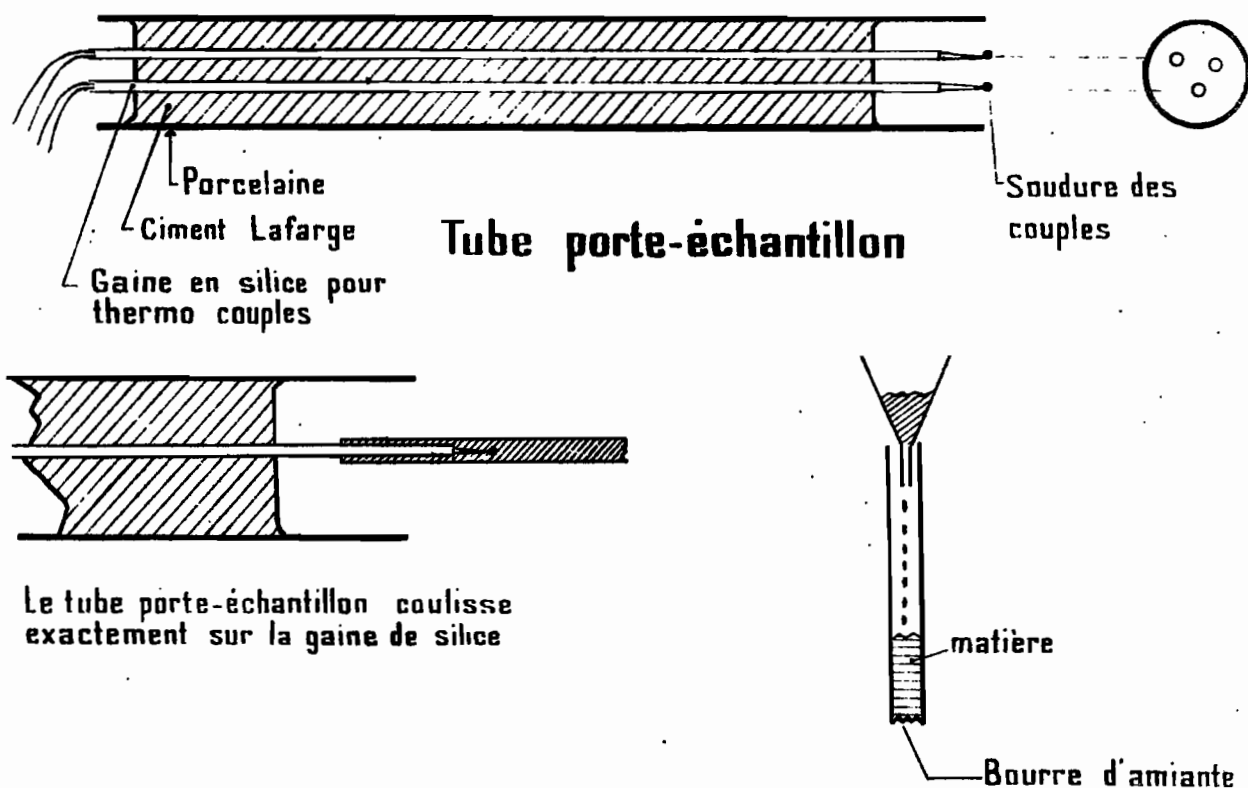


Fig. 2

Montée en température du Four

On utilise un alternostat entraîné par un moteur démultiplié dont la vitesse peut être réglée pour obtenir un entraînement plus ou moins rapide.

La variation régulière des tensions à la sortie de l'alternostat entraîne une variation régulière de la montée en température.

Ce système simple donne satisfaction, les variations de tension ne s'accusent pratiquement pas du fait de l'inertie des Fours.

Les Couples thermo-électriques

Après bien des essais nous avons adopté du CHROMEL-ALUMEL HOSKINS de diamètre 0,32 mm, la soudure est faite au Chalumeau Oxy-acétylenique avec un fondant (borax) elle doit être réalisée en une seule passe, et ne concerner que la pointe (Fig. 3).

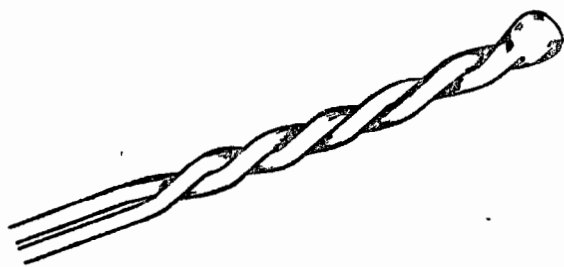


Fig. 3

A l'usage ces couples ce sont révélés très résistants. Nous envisageons par la suite d'utiliser des couples gainés thermocoax, très fins, de réponse très rapide.

Enregistrement des Δt et des températures

Les f.e.m. de réaction sont détectées par un galvanomètre associé à un ensemble suiveur de spot A.O.I.P., les phénomènes sont suffisamment lents pour que l'appareil donne d'excellentes courbes mais il était nécessaire d'avoir des pointés précis des températures

de réaction, avec aussi une possibilité de changement de gammes de mesures.

Nous avons adopté le système suivant : (Fig. 4)

Marquage automatique des intervalles de t° pour ATD et ATP

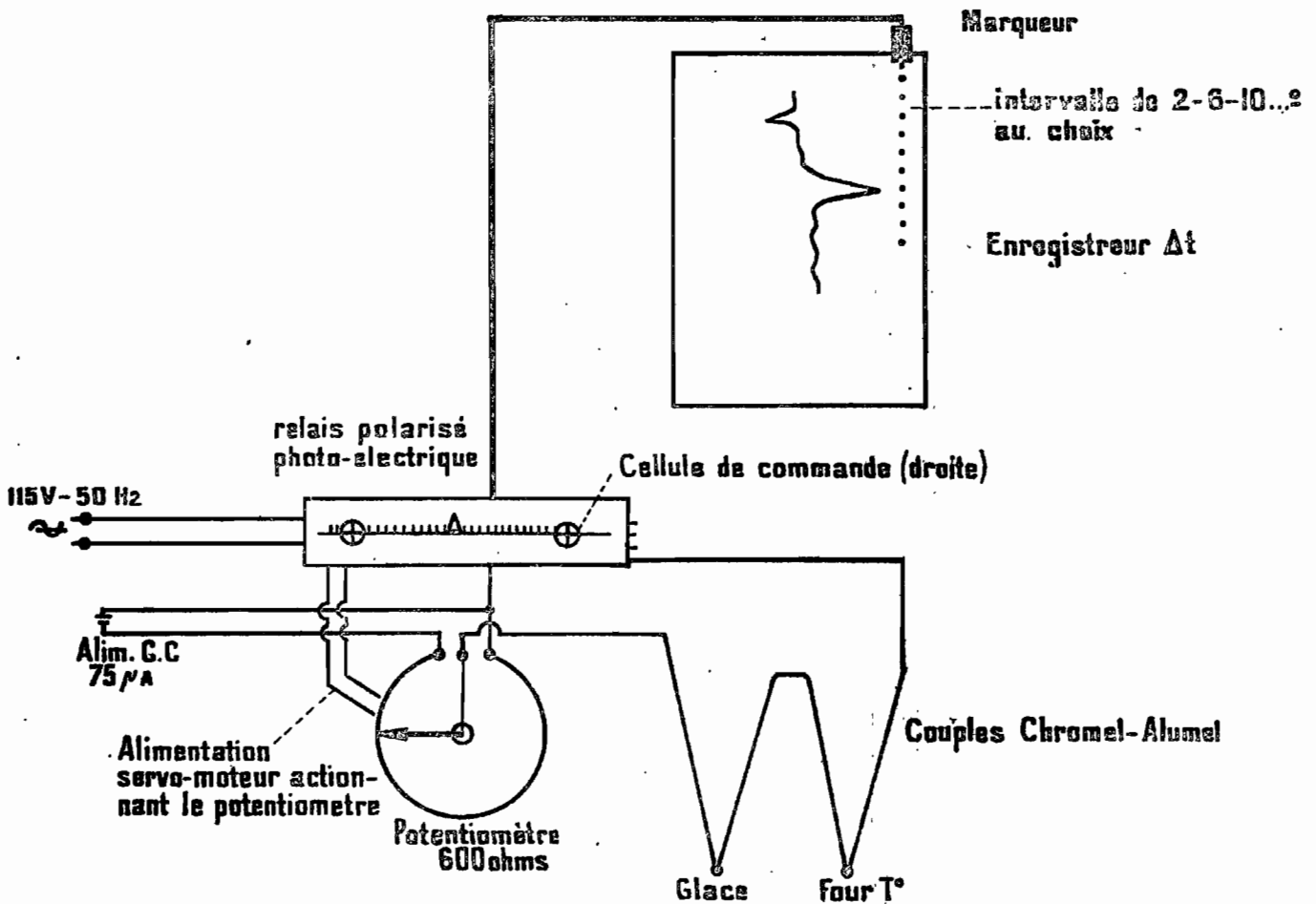


Fig. 4

Le couple de t° est monté en opposition avec un couple immergé dans la glace fondante ; la f.e.m. est appliquée à un gros potentiomètre de précision de 600 ohms ; la résistance est parcourue par un courant de $70 \mu\text{A}$, ce qui fait pour la déviation totale 42 m V.

Ce potentiomètre est entraîné par un moteur électrique SAPMI faisant un tour complet en 10 minutes. (Moteur à arrêt sans "pumping").

Sur le circuit du couple de t° est monté un relais galvanométrique dont le spot peut se déplacer entre 2 cellules photo résistances, (Fig. 5) mobiles (gauche - droite); ces 2 cellules agissent sur un relais polarisé. A l'arrêt, le spot éclaire la cellule gauche, le relais est ouvert ; le moteur du potentiomètre est à l'arrêt, mais un Electro Aimant à plongeur, muni d'un crayon se trouve sous tension et

marque un trait continu du fait du déroulement du papier de l'enregistreur. La t° croissant, le spot parcourt l'interval entre les 2 cellules ; arrivé sur la 2e cellule le relais se ferme ; le moteur entraine alors le potentiomètre qui ramène le spot à la 1ère cellule en rétablissant l'équilibre avec la f.e.m. de t° ; en même temps que le marqueur est relevé ; sur la 1ère cellule arrêt du moteur ... le

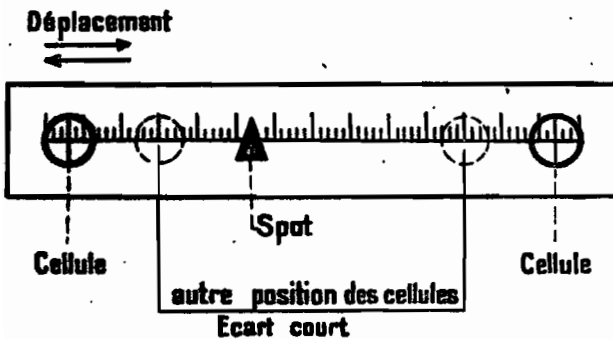


Fig. 5

marqueur inscrit un point ... les cycles se continuent ainsi jusqu'à 1.100° .

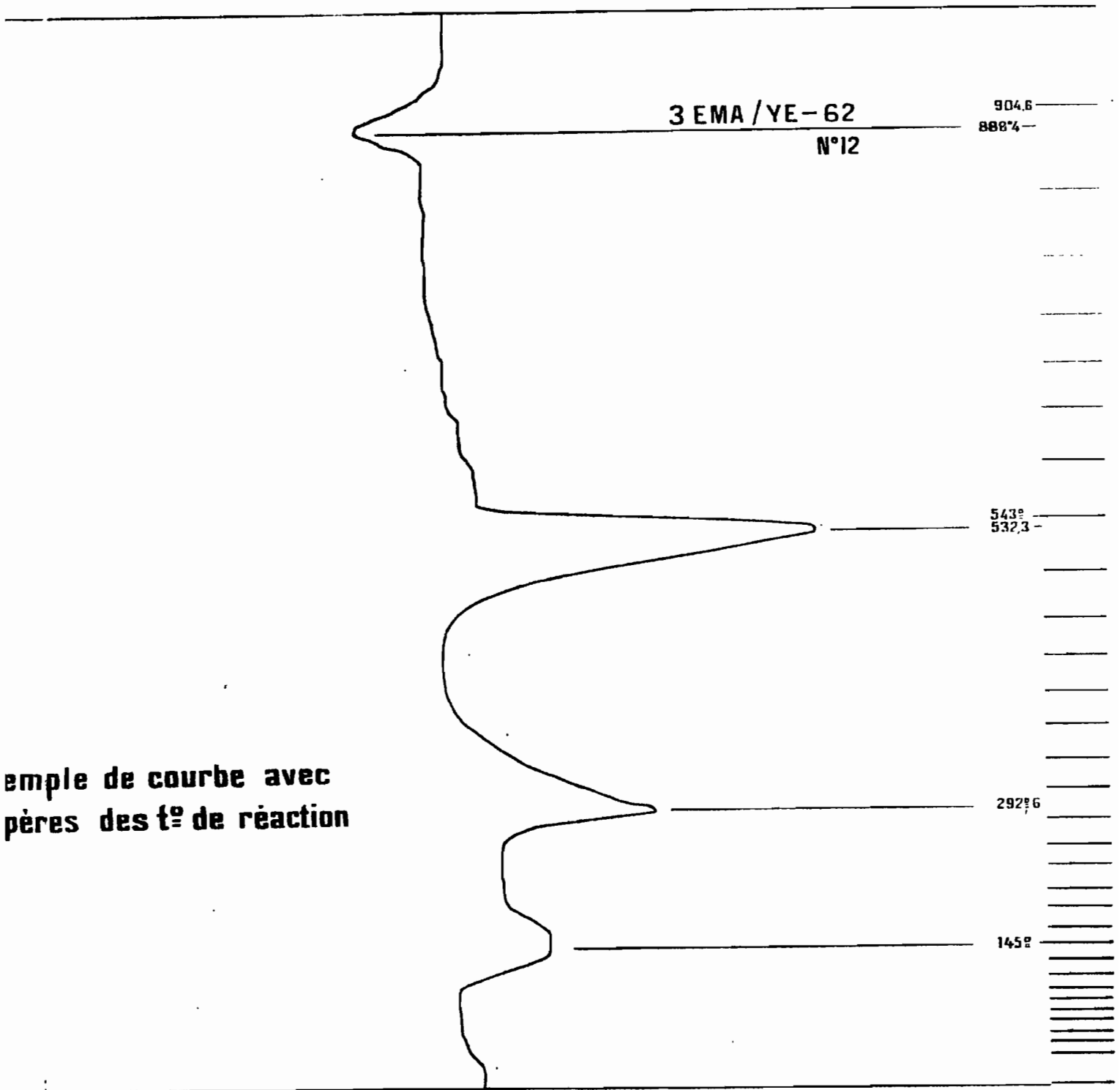


Fig. 6

Sur le bord du graphique Fig. 6 se trouvent des points, définissant exactement des intervalles de t° fonction de la distance entre les 2 cellules, il est ainsi possible de choisir le pouvoir de résolution en agissant sur cette distance.

III - RESULTATS ET DISCUSSION

Pendant cette mise au point, répétée sur une vingtaine de courbes nous avons branché aux bornes du circuit d'opposition un potentiomètre de grande précision permettant de mesurer les f.e.m. à 5 microvolts près. Les mesures étaient faites à chaque cycle du spot et représentaient un point fixe.

Dans le tableau ci-dessous sont reportées ces valeurs fixes dans l'ordre suivant : mV à chaque pointé ; valeur de l'écart entre 2 pointés (1 cycle du spot); l'erreur par rapport à la moyenne; la valeur en degré de cette erreur; enfin la valeur en degré d'un cycle.

Courbe ① mV	Valeur de l'écart mV	Δ par rapport à la moy- enne	Erreur en t°	t des écarts	Courbe ②	Valeur de l'écart mV	Δ par rapport à la moy- enne	Δ en °	t des écarts	Courbe ③	Valeur de l'écart mV	Δ par rapport à la moy- enne	Δ en °	t des écarts	Observations	
0,840	0,440	0	0	11,2	0,860	0,410	0,03	0°6	10,2	0,880	0,460	0,020	0°5	11,5	Le départ représente la t° ambiante par rapport à la glace fondante	
1,29	0,460	0,01	0°25	11°5	1,27	0,450	0	0	11°2	1,31	0,440	0,01	0°25	11°		
1,75	0,500	0,003	0,1	12,5	1,72	0,510	0,007	0°20	12,7	1,75	0,500	0,003	0°1	12°3		
2,25	0,580	0,040	1	14,5	2,23	0,490	0,050	1°1	12,2	2,35	0,550	0,010	0°25	12,7		
2,83	0,570	0,007	0,20	14,2	2,72	0,560	0,003	0,1	14	2,80	0,580	0,003	0,10	14		≠ 70°
3,40	0,600	0,010	0°25	15°	3,28	0,610	0	0	15°2	3,36	0,620	0,010	0°25	15°5		
4,00	0,610	0,023	0,5	15,2	3,89	0,630	0,003	0,1	15,7	3,99	0,660	0,027	0,5	16,5		
4,61	0,640	0,010	0,25	16	4,52	0,630	0,010	0,25	15,7	4,64	0,680	0,040	1	17		
5,25	0,760	0,003	0,10	19	5,75	0,750	0,013	0,25	18,7	5,32	0,780	0,017	0,5	19,5		≠ 130°
6,01	0,730	0	0	18,2	5,90	0,710	0,020	0,50	17,7	6,10	0,750	0,020	0,5	18,7		
6,74	0,800	0,024	0,5	20	6,61	0,750	0,026	0,5	18,7	6,35	0,780	0,004	0,1	19,5		
7,54	0,810	0,033	0,7	20,2	7,36	0,840	0,003	0,1	2,1	7,63	0,880	0,033	0,7	22		
8,35	0,850	0,004	0,1	21,2	8,20	0,800	0,046	1	20	8,51	0,890	0,046	1	22,2		
9,20	0,940	0,036	0,9	23,5	9,00	1,000	0,024	0,5	25	9,40	0,990	0,014	0,4	24,7		
10,14	0,990	0,044	1	24,7	10, mesures sautées					10,39	1,020	0,015	0,4	25,5		
11,13	0,970	0,030	0,60	24,2						11,41	1,040	0,003	0,1	26		
12,10	1,100	0,010	0,25	27,5	12,03	1,040	0,050	1,1	26	12,45	1,130	0,040	1	28,2		
13,20	1,200	0	0	30	13,07	1,200	0	0	30	13,58	1,200	0	0	30		
14,40	1,250	0	0	31,2	14,27	1,210	0,010	1	30,2	14,78	1,300	0,050	1,1	32,5		
15,65	1,300	0,050	1,1	32,5	15,48	1,290	0,06	1,5	32,2	16,08	?	?	?	?		
16,96	1,430	0,020	0,5	35,7	16,77	1,390	0,020	0,5	34,7	17,54	1,430	0,020	0,50	37,7		
18,39	1,560	0,017	0,5	39	18,16	1,570	0,033	0,7	37,7	18,97	1,560	0,017	0,50	39	≠ 460°	
19,95	1,520	0	0	38	19,67	1,420	0,057	1,1	35,5	20,53	1,620	0,100	0,25	40,5		
21,00	1,850	0	0	46,2	21,09	1,950	0,050	1,1	48,7	22,15	1,750	1,150	③?	43,7		
23,00	1,710	0,020	0,5	44,7	23,04	1,730	0	0	43,2	23,90	1,750	0,020	0,5	43,7	≠ 580°	
24,71	2,000	0,040	1	50	24,77	1,910	0,050	1,1	47,7	25,65	1,970	0,010	0,25	49,2		
26,71	1,930	0,066	1,4	48,2	26,68	1,890	0,106	2,5	47,2	27,62	2,170	0,017	0,5	54,2		
28,04	2,370	0,003	0,1	59,2	28,57	2,340	0,230	5°	53,5	29,79	2,610	0,230	⑤	62,2		
31,01	2,220	0,046	1	55,5	31,71	2,310	0,044	1	57,7	32,40	2,270	0,004	0,1	56,7		
33,23	2,300	0,070	1,9	57,5	33,02	2,460	0,110	2,7	61,5	34,64	2,350	0,020	0,5	58,7		
35,93	2,560	0,070	1,9	64	35,48	2,330	0,160	4°	58,2	37,03	2,580	0,090	2°	64,5		
38,09	2,960	0,117	4	74	37,81	2,470	0,238	5°	61,7	39,61	2,860	0,110	2°7	74,5		
42,01					42,28					42,47					≠ 1030°	

La lecture de ces chiffres montre que la reproductibilité des pointés est très bonne d'une courbe à l'autre, pratiquement insensible aux variations de tension. L'erreur est constante sur toutes les mesures et n'excède pas 5 % de la valeur lue.

Remarques

Avec le réglage adopté, les écarts entre deux pointés correspondent, sur le graphique, à $11^{\circ}5$, ce qui se matérialise avec la vitesse de déroulement adoptée par des espaces de 2,5 mm. En fin de courbe, les écarts sont plus grands et valent 64° du fait de l'augmentation de résistance du four, mais restent néanmoins proportionnels, à l'écart de base.

BIBLIOGRAPHIE SOMMAIRE

- G. SIEFFERMANN et J. SUSINI Appareil d'A.T.D. réalisé au
Laboratoire de Pédologie de l'I.R.CAM.
Recherches et Etudes Camerounaises N° 1 - 1960 p. 123-139.

- S. CAILLERE et S. HENIN Application de l'analyse thermique
différentielle à l'étude des argiles des Sols
Ann. Agro. 1947 - 1er trimestre.

- Société Française de Céramique dispositif d'A.T.D.
Bull. de la S.F.C. 1957.

- International Symposium on thermal Analysis
Northern polytechnic, London April 1965.

Matériel utilisé

Fours Culmann, 20, Rue des Graviers, Neuilly sur Seine.

Couples Thermo-Electriques : Chromel "P" n° 28, \varnothing 0,32 mm
Alumel n° 28, \varnothing 0,32 mm.

Marque HOSKINS livrés par Société HORSTMANN, 54, Rue St Maur-PARIS

Enregistreur de Δt

Suiveur de spot A.O.I.P. modèle G 221.

Potentiomètre d'équilibre

Modèle de précision, \varnothing 130 mm, valeur 600 ohms bobiné,
fabriqué par VERITABLE-ALTER.

SERVO MOTEUR

Moteur SAFMI, synchrone, modèle 806, 2 sens de rotation,
1 tour en 10 minutes, Arrêt sans "pumping".

Relais Galvanométrique

à cellule résistante, modèle A.O.I.P.

Etablissements Quartex Gaine de Silice
184, Rue Nationale PARIS

Société S.E.C.A.R. 1, Rue Foucault PARIS
Ciment fondu LAFARGE