

V.1. Définition

L'*analyse thermogravimétrique* (ATG) est une technique *d'analyse thermique* qui consiste en la mesure de *la variation de masse d'un échantillon en fonction du temps, pour une température ou un profil de température donné*. Une telle analyse suppose une bonne précision pour les trois mesures : masse, temps et température. L'instrument qui permet ces mesures est appelé une *thermo-balance ou un analyseur thermogravimétrique*.

V.2. Composition d'une thermo-balance

La thermo-balance est composée principalement (Fig.V.1) :

- D'une balance capable de continuellement mesurer la variation de masse de l'échantillon par rapport à sa masse initiale. Les variations mesurées étant souvent très faibles, on parle généralement de microbalance.
- D'un four, dans lequel l'échantillon est placé pendant l'expérimentation. Ce four est équipé d'un système de régulation de température qui lui permet de chauffer, refroidir, et de maintenir la température de l'échantillon selon un profil programmé par l'utilisateur.

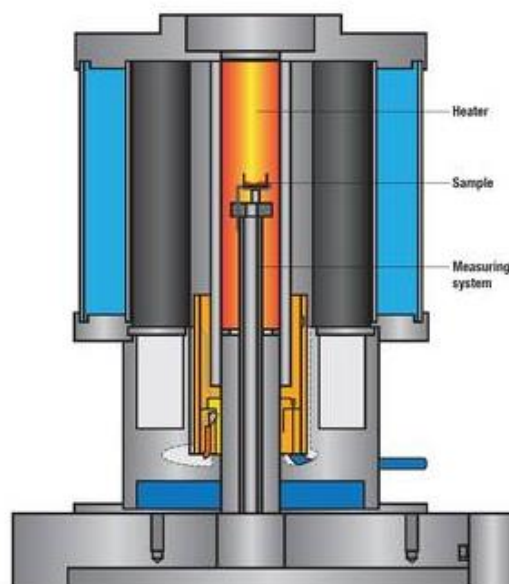


Fig. V.1. Principe FTIR

- D'un système de gestion des gaz qui permet de contrôler la composition et le renouvellement de l'atmosphère autour de l'échantillon. Selon l'application souhaitée, la nature du ou des gaz utilisés peut être choisie pour générer une atmosphère inerte, ou au contraire réactive lorsqu'il s'agit d'analyser une réaction spécifique de l'échantillon.

V.3. Instrumentation de ATG

Les appareils d'analyse thermogravimétrique fonctionnent selon le principe de la détection et de *l'enregistrement des variations de poids d'un matériau soumis à un traitement thermique dans un environnement contrôlé.*

Les mesures s'effectuent à l'aide de thermobalance qui comporte trois parties fondamentales :

- ✓ La balance pour la pesée,
- ✓ Le four,
- ✓ Le dispositif d'enregistrement.

Les résultats d'une expérience se traduisent par le tracé d'une courbe thermogravimétrique où la masse de l'échantillon est portée en ordonnée et le temps en abscisse.

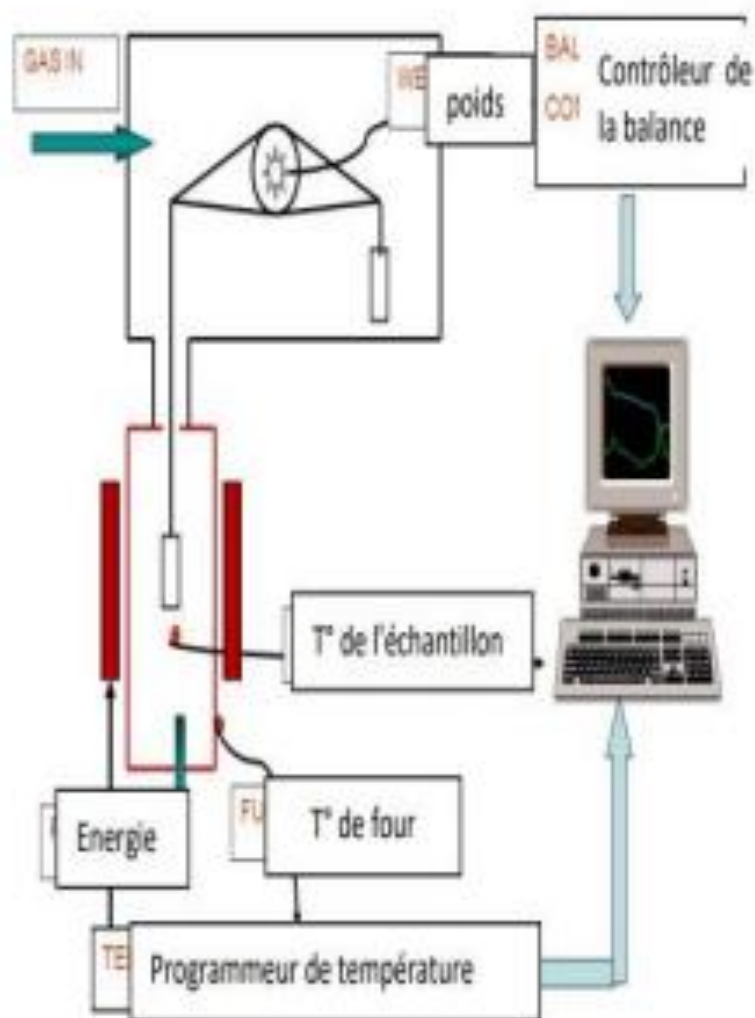


Fig. V.2. Représentation Schématique d'une thermo-balance

V.4. Exemple de courbe TGA

La spectroscopie ATR-FTIR a été utilisée pour caractériser les composants de base des fibres naturelles et leurs groupes fonctionnels. La **Figure V.3** représente les groupes fonctionnels d'une fibre végétale dans la gamme spectrale de **4000 à 500** cm^{-1} . Le spectre révèle plusieurs bandes d'absorption notables dans des gammes de nombres d'onde spécifiques. Notamment, une large bande d'absorption de **3125 à 3575** cm^{-1} est observée, avec un pic important à **3329** cm^{-1} , correspondant à la vibration d'élongation O–H de la structure cellulosique de la fibre végétale. Dans la gamme de **2915 à 2940** cm^{-1} , un pic à **2924** cm^{-1} est attribué à la vibration d'élongation asymétrique C–H des groupes CH et CH₂, respectivement. Aux alentours de **2100 à 2140** cm^{-1} , un autre pic apparaît à **2100** cm^{-1} , indiquant la déformation du plan aromatique et la vibration d'élongation des liaisons C=C liées aux composants de lignine de la fibre végétale BIF. À **1730** cm^{-1} , une bande d'absorption est visible, résultant de la vibration d'élongation des groupes carbonyle (C=O) présents dans l'hémicellulose, la lignine et les extraits. Un pic à **1590** cm^{-1} est associé à la vibration d'élongation C=C spécifique à la lignine. La bande d'absorption à **1410** cm^{-1} est liée à la flexion symétrique des groupes CH₃ et CH₂ présents dans la cellulose. Dans la gamme de **1315 à 1350** cm^{-1} , un pic à **1315** cm^{-1} correspond à vibration de flexion des liaisons C–H et C–O dans les groupes cycliques aromatiques des polysaccharides. À **1230** cm^{-1} , dans la gamme de **1225–1265** cm^{-1} , un pic indique la vibration d'élongation caractéristique des liaisons = C–O dans le groupe acétyle de l'hémicellulose.

Un pic intense à environ **1020** cm^{-1} est observé entre **1000 et 1040** cm^{-1} , qui est lié aux vibrations d'élongation générées par les C–O et O–H dans la lignine contenue dans la fibre. Enfin, la bande à **895** cm^{-1} est liée à la contribution β -glycosidique de la cellulose et de l'hémicellulose. Le **Tableau V.1** présente un aperçu des principales bandes spectrales et de leurs groupes fonctionnels associés, tels que déterminés par l'analyse spectrale ATR-FTIR des BIF.

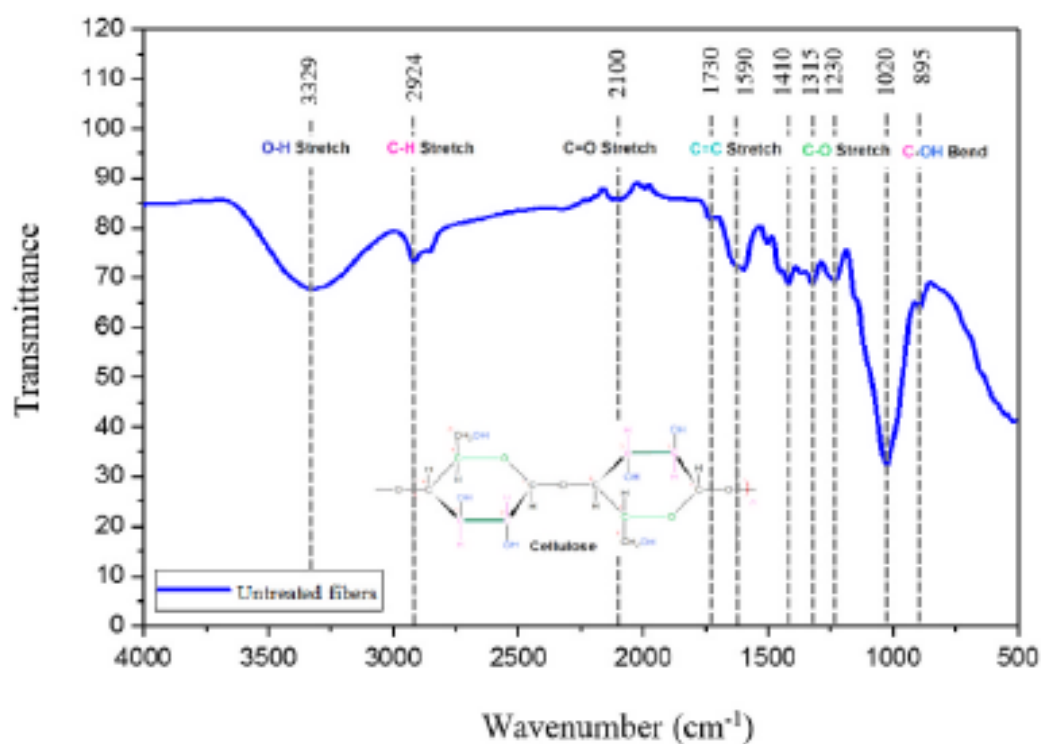


Fig. V.3. Représentation Schématique d'une thermo-balance

Tableau V.1 Aperçu des principales bandes spectrales et de leurs groupes fonctionnels associés de la fibre végétale

ATR-FTIR vibrational spectra for BIFs.

Infrared limits	Bands position in this work cm^{-1}	Vibrations mode(s)	Source(s)
3125–3575	3329	Hydrogen bonded O–H stretching.	Cellulose, Hemicelluloses
2915–2940	2924	C–H stretching vibration-asym.	Cellulose, Hemicelluloses
2100–2140	2100	C–H stretching vibration.	Hemicellulose
1600–1740	1730	C=O stretching & bending.	Hemicellulose, lignin and extractives
1580–1600	1590	C=C stretching vibration.	lignin
1400–1420	1410	C–H in-plane deformation vibration (CH_2 and CH_3).	Cellulose
1315–1350	1315	C–O groups of the aromatic ring in polysaccharides	lignin compounds, Cellulose, Hemicelluloses
1225–1265	1230	= C–O and C–O–C stretching vibration.	Cellulose, Hemicelluloses
1000–1040	1020	C–O–C bridge stretching.	Cellulose, Hemicelluloses
880–900	895	β -glycosidic linkages between the monosaccharides	Cellulose, Hemicelluloses