

Plate-forme ESMAT

Etude des Solides par Micro-Analyse Thermique

Centre Sciences des Processus Industriels et Naturels (SPIN)
Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne (ENSM-SE)

Laboratoire des Procédés en Milieux Granulaires (LPMG)
CNRS UMR 5148

But :

Le but de la plate-forme ESMAT est d'offrir aux acteurs de la région stéphanoise ou rhône-alpine dans les domaines de la chimie, de la pharmacie, de la métallurgie ou de la mécanique, la possibilité de suivre le comportement de solides, massifs ou en poudre, soumis à des conditions de température et de pressions de gaz contrôlées.

Ces solides peuvent être des hydrates, des sels, des oxydes, des catalyseurs, des métaux, des alliages métalliques, des cermets, des céramiques, des matériaux de construction (béton, ciment, bois, plâtre,...), des polymères mais également des produits organiques pour la pharmacie (excipients ou principes actifs).

Compétences :

Depuis une trentaine d'années, le centre SPIN de l'ENSM-SE (laboratoire CNRS UMR 5148 LPMG) a acquis une renommée importante dans le domaine des réactions de transformations de solides.

En effet les recherches menées au centre SPIN dans ce domaine ont permis de mieux connaître la relation microstructure-réactivité et les mécanismes régissant ces réactions, ce qui permet d'expliquer les variations de vitesse avec les conditions opératoires, ainsi que de prédire le comportement à long terme de matériaux et de modéliser les réacteurs hétérogènes pour une meilleure maîtrise du procédé et de la qualité du produit.

Applications :

De nombreux industriels ont fait appel aux compétences du laboratoire SPIN/LPMG pour différents projets comme par exemple (liste non-exhaustive) :

- la réduction et l'oxydation d'oxydes d'uranium
- l'oxydation d'alliages de zirconium
- la réтификаtion du bois
- l'hydratation du ciment ou du plâtre
- l'impact de l'élaboration sur les propriétés des luminophores
- les mécanismes à la cathode de piles à combustible de type SOFC
- le stockage des déchets nucléaires

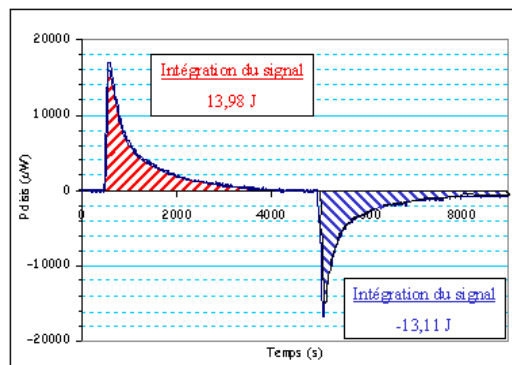
Moyens à disposition :

Le laboratoire SPIN/LPMG possède différents appareils servant notamment à mesurer la variation de masse, les quantités de chaleur échangées par le solide ou d'autres caractéristiques du matériau (dimension, structure cristalline, espèce adsorbées,...) durant la transformation. Ces appareils, financés en partie par Saint-Étienne Métropole et le conseil général de la Loire, peuvent être regroupés dans différentes catégories :

Thermogravimétrie (TG), calorimétrie et couplages TG/DSC et TG/ATD :

Mesure de la masse de l'échantillon (TG) ou du flux de chaleur (calorimétrie) en fonction du temps, en contrôlant précisément la température et la pression partielle des gaz.

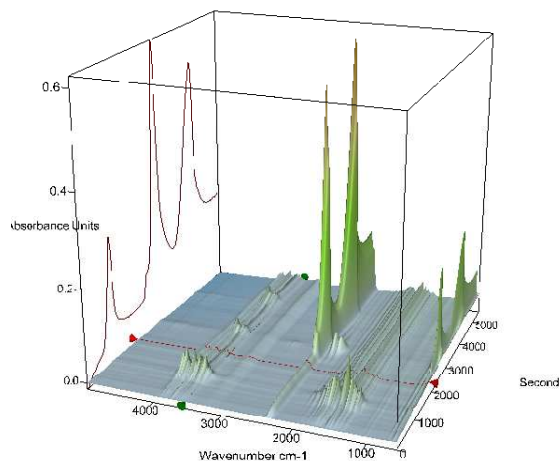
Les couplages TG/DSC et TG/ATD permettent l'acquisition simultanée de la variation de masse et du flux de chaleur ou des phénomènes thermiques associés. Ces techniques permettent notamment de déterminer les chemins réactionnels, les enthalpies et les vitesses de réaction, d'adsorption/désorption, de changement d'état, ...



Signal calorimétrique lors d'un cycle adsorption/désorption d'oxygène sur $\text{La}_{0,8}\text{Sr}_{0,2}\text{MnO}_3$.

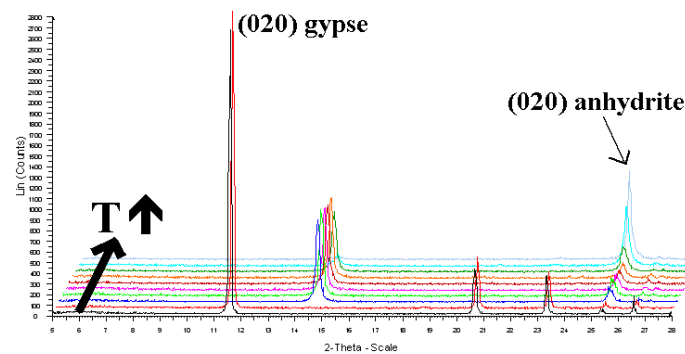
Spectrométrie infrarouge et spectrométrie de masse pour couplage :

Ces appareils peuvent être couplés avec les TAG, TG/DSC, TG/ATD et calorimètres. Ils permettent une analyse en ligne des gaz.



Spectre FTIR 3D des produits de décomposition thermique de l'oxalate de calcium hydraté.

Diffraction des rayons X en température : Caractérisation d'échantillons cristallisés en poudre ou massif de faible épaisseur.



La déshydratation du gypse suivie par diffraction des rayons X.

Pyrolyseur – chromatographie en phase gazeuse, spectrométrie de masse : pyrolyse « flash » de solides avec une analyse en ligne des gaz dégagés.

Dilatométrie :

détermination de la vitesse et du retrait au cours du frittage de poudres et mesure du coefficient de dilatation volumique.

Thermodésorption en programmation de température :

étude des espèces adsorbées à la surface d'un matériau,

Thermoluminescence :

caractérisation des défauts ponctuels dans les solides cristallisés,

Spectroscopie infra-rouge en mode réflexion diffuse (DRIFT) avec cellule in situ :

étude en température et sous balayage de gaz,

Cellule de mouillage :

détermination des angles de contact et des tensions superficielles.

Liste des appareils :

Thermobalance Setaram MTB10-8 : de 20 à 100°C, sous vide ou vapeur d'eau statique, échantillon jusqu'à 10 g.

Thermobalance Setaram TAG24 : de 20 à 1750°C, sous flux de gaz ou de vapeur d'eau, échantillon jusqu'à 10 g.

Thermobalance Setaram Setsys : de 20 à 1200°C, sous flux de gaz, échantillon jusqu'à 100 g.

Thermobalance Setaram TAG24 : de 20 à 1750°C, sous flux de gaz, tubes en quartz pour atmosphère corrosive, échantillon jusqu'à 10 g.

Thermobalance Setaram TAG24 : de 20 à 1750°C sous vapeur d'eau, échantillon jusqu'à 10 g.

Thermobalance Setaram ATD/TG 92 : de 20 à 1750°C, sous flux de gaz.

Thermobalance Netzsch TG209 : de 20 à 1000°C, couplée avec

Spectromètre infrarouge Bruker Optics Equinox 55 : domaine spectral 7500-400 cm⁻¹

Setaram TG/DSC 111 : de 20 à 800°C, sous flux de gaz ou de vapeur d'eau, échantillon jusqu'à quelques milligrammes.

Setaram TG/DSC 111 : de -130 à 800°C, sous flux de gaz, chambre de protection en quartz, échantillon jusqu'à quelques milligrammes.

Spectromètre de masse Pfeiffer Thermostar : capillaire chauffé.

Spectromètre de masse Pfeiffer Omnistar : capillaire chauffé.

} Pour couplage sur TAG,
DSC, TG/DSC, TG/ATD

Calorimètre Setaram Tian-Calvet : de 20 à 800°C, échantillon de quelques dizaines de grammes, sous vide ou sous flux de gaz.

Calorimètre Setaram C80 : de 20 à 300°C, cellule avec membrane et agitation, cellule de percolation, cellule de retournement.

Setaram DSC 131 : de -130 à 700°C.

Calorimètre adiabatique Fauske : enceinte de 120 ml, jusqu'à 500°C et une pression de 130 bar, faible facteur d'adiabaticité (ϕ entre 1,05 et 1,20).

Dilatometre Setaram TMA 92 : de 20 à 2400°C, sous flux de gaz.

Pyrolyseur de type Py-CPG-SM Shimadzu : de 25 à 800°C, échantillon de quelques milligrammes.

Thermoluminescence basse température : de -192 à 300°C.

Thermoluminescence haute température : de 25 à 500°C.

Diffractometre Brucker D8, chambre HTK16 : de 28 à 1450°C, sous vide ou balayage de gaz.

Thermodésorption en programmation de température : jusqu'à 1000°C.

Spectromètre infrarouge DRIFT Spectra-tech : jusqu'à 600°C, sous balayage de gaz.

Cellule de mouillage GBX Digidrop : de 20 à 380°C, sous balayage de gaz.

Contacts :

Loïc Favergeon

Tél : 04 77 42 02 93

E-mail : favergeon@emse.fr

Philippe Grosseau

Tél : 04 77 42 01 47

E-mail : grosseau@emse.fr

École Nationale Supérieure des Mines, Centre SPIN
158 cours Fauriel, 42023 Saint-Étienne cedex 02