

Examen

Nom et Prénom	Groupe	Note
.....

Exercice 01 : Choisir pour chaque question la « ou les » réponse (s) convenable ;

1. Quel type de mesure est effectuée par l'ATG ?
 - a) La température de l'échantillon
 - b) Le flux de chaleur de l'échantillon
 - c) La variation de masse de l'échantillon
 - d) La conductivité thermique de l'échantillon
2. Quel événement thermique est généralement associé à un flux de chaleur endothermique en DSC ?
 - a) La cristallisation
 - b) L'oxydation
 - c) La fusion
 - d) La décomposition
3. Quelle technique calcule la dérivée du signal ATG ?
 - a) L'analyse thermique différentielle (ATD)
 - b) La calorimétrie différentielle à balayage (DSC)
 - c) La thermogravimétrie différentielle (DTG)
 - d) La spectroscopie infrarouge (IR)
4. En couplant l'ATG avec la chromatographie en phase gazeuse et la spectrométrie de masse (ATG-GC/MS), quelle information supplémentaire peut-on obtenir par rapport à l'ATG seule ?
 - a) Les températures de transition de phase
 - b) La variation de la capacité calorifique
 - c) La composition moléculaire détaillée des gaz dégagés
 - d) La cinétique des réactions de décomposition
5. Sur une courbe ATD, un pic exothermique correspond à :
 - a) Une absorption de chaleur
 - b) Un dégagement de chaleur
 - c) Aucun échange de chaleur
 - d) Une variation de la capacité calorifique
6. La décomposition de l'oxalate de calcium monohydraté, à quel phénomène correspond le premier palier de perte de masse sur la courbe ATG ?
 - a) La déshydratation
 - b) La décomposition de l'oxalate
 - c) L'oxydation
 - d) La cristallisation

7. Quel phénomène est généralement associé à une perte de masse sur une courbe ATG ?
- La fusion
 - La cristallisation
 - La décomposition ou la déshydratation
 - La transition vitreuse
8. Qu'est-ce que l'ATD mesure ?
- La variation de masse de l'échantillon
 - Le flux de chaleur de l'échantillon
 - La différence de température entre l'échantillon et une référence
 - La conductivité thermique de l'échantillon
9. Quelle atmosphère gazeuse peut être utilisée lors d'une analyse ATG ?
- Atmosphère inerte (N_2 , Ar)
 - Atmosphère réactive (O_2 , air)
 - Les deux types d'atmosphères peuvent être utilisés
 - Aucune atmosphère gazeuse n'est utilisée
10. Lors de l'analyse ATG du carbonate de calcium dans un creuset avec couvercle, quel effet peut avoir le couvercle sur la température de décomposition ?
- Aucun effet
 - Diminuer légèrement la température de décomposition
 - Augmenter légèrement la température de décomposition
 - L'effet peut varier selon les conditions expérimentales
11. Lors de l'analyse DSC de la phénacétine, quel type d'information peut être obtenu concernant la pureté de l'échantillon ?
- La température de fusion et la forme du pic de fusion
 - La température de cristallisation et l'enthalpie de cristallisation
 - La température de transition vitreuse et la variation de capacité calorifique
 - La température de décomposition et la cinétique de dégradation
12. Lors de l'analyse ATG du carbonate de calcium sous atmosphère d'oxygène, quelle réaction supplémentaire peut se produire en plus de la décomposition thermique ?
- Une réaction de carbonatation
 - Une réaction d'oxydation
 - Une réaction de réduction
 - Aucune réaction supplémentaire
13. Quelle information supplémentaire peut être obtenue en couplant l'ATG avec la spectroscopie infrarouge (ATG-IR) ?
- Les températures de transition de phase
 - La variation de la capacité calorifique
 - L'identification des gaz dégagés pendant la décomposition
 - La cinétique des réactions de décomposition

14. Sur une courbe ATD, qu'indique la température "onset" ?

- a) La température de début de l'événement thermique
- b) La température de fin de l'événement thermique
- c) La température du sommet du pic
- d) La température à laquelle la réaction est la plus rapide

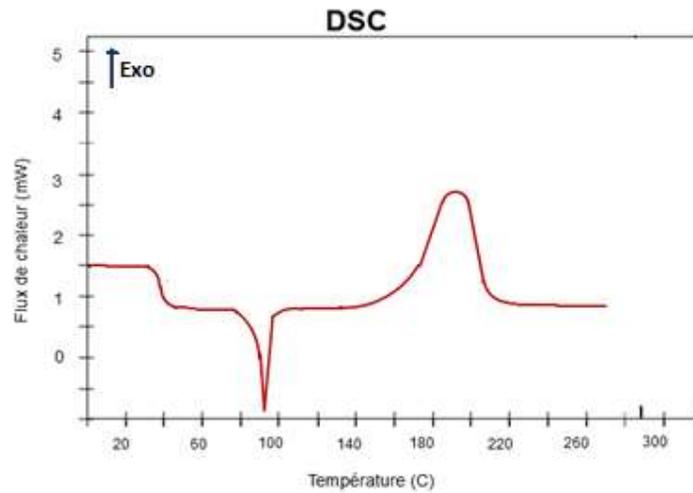
15. Quel facteur peut influencer la forme et l'emplacement des pics sur une courbe ATD ?

- a) La masse de l'échantillon
- b) La nature du creuset
- c) L'atmosphère gazeuse
- d) Tous ces facteurs

Exercice 02 :

La courbe ci-dessous présente les formes typiques des événements d'analyse DSC d'un matériau X.

Commenter cette courbe.



.....

.....

.....

.....

.....

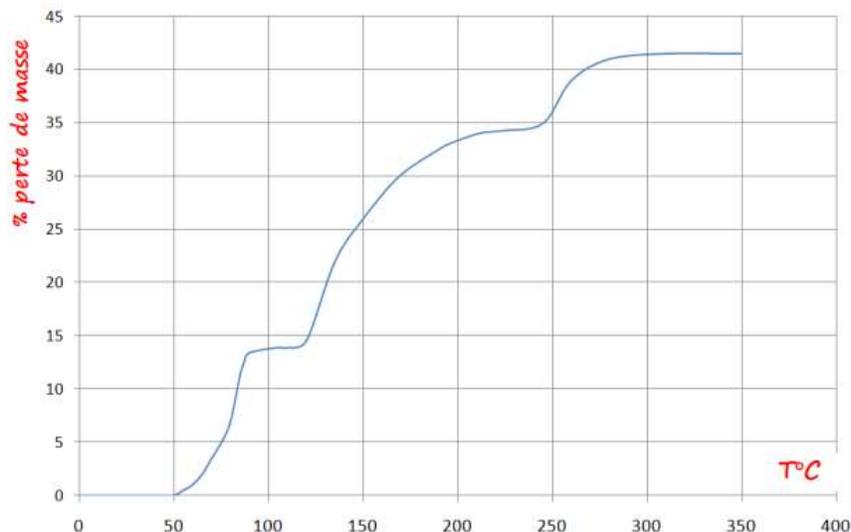
.....

Exercice 03 :

L'analyse thermique ATG (figure ci-dessous) du sulfate de fer hydraté $FeSO_4 \cdot x H_2O$ se fait en plusieurs étapes et conduit au produit final de formule $FeSO_4$.

Données : Masses molaires (g/mol) ; **S:** 32.06 **Fe :** 55,85 **O:** 16 **H:**

1



1- Calculer le taux d'hydratation (**x**).

.....
.....
.....
.....
.....

2- Calculer le % théorique correspondant au départ de chacune des molécules perdues.

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

3- Pour chaque étape, préciser le nombre de molécules H_2O perdues ainsi que la réaction de déshydratation et le domaine de température.

.....
.....
.....
.....
.....
.....

Correction d'examen

Exercice 01 (7,5 pts) : Choisir pour chaque question la « ou les » réponse (s) convenable ;

1. Quel type de mesure est effectuée par l'ATG ?
 - a) La température de l'échantillon
 - b) Le flux de chaleur de l'échantillon
 - c) La variation de masse de l'échantillon.....(0,5 pt).
 - d) La conductivité thermique de l'échantillon
2. Quel événement thermique est généralement associé à un flux de chaleur endothermique en DSC ?
 - a) La cristallisation
 - b) L'oxydation
 - c) La fusion(0,5 pt).
 - d) La décomposition
3. Quelle technique calcule la dérivée du signal ATG ?
 - a) L'analyse thermique différentielle (ATD)
 - b) La calorimétrie différentielle à balayage (DSC)
 - c) La thermogravimétrie différentielle (DTG)(0,5 pt).
 - d) La spectroscopie infrarouge (IR)
4. En couplant l'ATG avec la chromatographie en phase gazeuse et la spectrométrie de masse (ATG-GC/MS), quelle information supplémentaire peut-on obtenir par rapport à l'ATG seule ?
 - a) Les températures de transition de phase
 - b) La variation de la capacité calorifique
 - c) La composition moléculaire détaillée des gaz dégagés(0,5 pt).
 - d) La cinétique des réactions de décomposition
5. Sur une courbe ATD, un pic exothermique correspond à :
 - a) Une absorption de chaleur
 - b) Un dégagement de chaleur(0,5 pt).
 - c) Aucun échange de chaleur
 - d) Une variation de la capacité calorifique
6. La décomposition de l'oxalate de calcium monohydraté, à quel phénomène correspond le premier palier de perte de masse sur la courbe ATG ?
 - a) La déshydratation.....(0,5 pt).
 - b) La décomposition de l'oxalate
 - c) L'oxydation
 - d) La cristallisation
7. Quel phénomène est généralement associé à une perte de masse sur une courbe ATG ?
 - a) La fusion
 - b) La cristallisation
 - c) La décomposition ou la déshydratation(0,5 pt).
 - d) La transition vitreuse
8. Qu'est-ce que l'ATD mesure ?
 - a) La variation de masse de l'échantillon
 - b) Le flux de chaleur de l'échantillon
 - c) La différence de température entre l'échantillon et une référence.....(0,5 pt).
 - d) La conductivité thermique de l'échantillon

9. Quelle atmosphère gazeuse peut être utilisée lors d'une analyse ATG ?
- Atmosphère inerte (N_2 , Ar)
 - Atmosphère réactive (O_2 , air)
 - Les deux types d'atmosphères peuvent être utilisés(0,5 pt).
 - Aucune atmosphère gazeuse n'est utilisée
10. Lors de l'analyse ATG du carbonate de calcium dans un creuset avec couvercle, quel effet peut avoir le couvercle sur la température de décomposition ?
- Aucun effet
 - Diminuer légèrement la température de décomposition
 - Augmenter légèrement la température de décomposition
 - L'effet peut varier selon les conditions expérimentales.....(0,5 pt).
11. Lors de l'analyse DSC de la phénacétine, quel type d'information peut être obtenu concernant la pureté de l'échantillon ?
- La température de fusion et la forme du pic de fusion(0,5 pt).
 - La température de cristallisation et l'enthalpie de cristallisation
 - La température de transition vitreuse et la variation de capacité calorifique
 - La température de décomposition et la cinétique de dégradation
12. Lors de l'analyse ATG du carbonate de calcium sous atmosphère d'oxygène, quelle réaction supplémentaire peut se produire en plus de la décomposition thermique ?
- Une réaction de carbonatation
 - Une réaction d'oxydation(0,5 pt).
 - Une réaction de réduction
 - Aucune réaction supplémentaire
13. Quelle information supplémentaire peut être obtenue en couplant l'ATG avec la spectroscopie infrarouge (ATG-IR) ?
- Les températures de transition de phase
 - La variation de la capacité calorifique
 - L'identification des gaz dégagés pendant la décomposition(0,5 pt).
 - La cinétique des réactions de décomposition
14. Sur une courbe ATD, qu'indique la température "onset" ?
- La température de début de l'événement thermique(0,5 pt).
 - La température de fin de l'événement thermique
 - La température du sommet du pic
 - La température à laquelle la réaction est la plus rapide
15. Quel facteur peut influencer la forme et l'emplacement des pics sur une courbe ATD ?
- La masse de l'échantillon
 - La nature du creuset
 - L'atmosphère gazeuse
 - Tous ces facteurs.....(0,5 pt).

Exercice 02 : (04 pts)

- De $[15^\circ - 40^\circ C]$; Etat solide, avec Transition vitreuse $T_g = 40^\circ C$ (1 pt).
- De $[70^\circ - 110^\circ C]$; Etat liquide correspond à la fusion avec $T_{onset} = 75^\circ C$. Phénomène endothermique. .(1,5 pt).
- De $[140^\circ - 220^\circ C]$; Etat solide correspond à la cristallisation avec $T_{onset} = 175^\circ C$. Phénomène exothermique.....(1,5 pt)

Exercice 03 : (8,5 pts)

- Calculer le taux d'hydratation (x).

$$\begin{aligned}
 \text{FeSO}_4, x\text{H}_2\text{O} &\xrightarrow{\square} \text{FeSO}_4 + x\text{H}_2\text{O} \\
 (151.91 + x18) &\rightarrow 151.91 \\
 100\% &\rightarrow 100\% - 41.25\% \\
 (151.91 + x18) \cdot (100\% - 41.25\%) &= 100\% \cdot 151.91 \\
 (151.91 + x18) \times 58.75 &= 100\% \times 151.91 \\
 x = \frac{15191 - 8924.7125}{1057.5} &= 5.925 \approx 6
 \end{aligned}$$

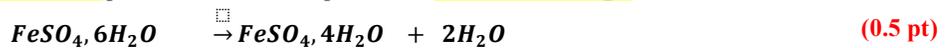
(1 pt)

2- Calculer le % théorique correspondant au départ de chacune des molécules perdues.

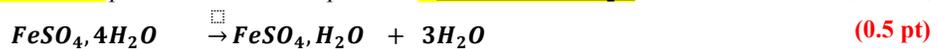
- % perte de 1^{ère} molécules $\text{H}_2\text{O} = \frac{18}{259.91} \times 100 = 6.92\%$ (0.5 pt)
- % perte de 2^{ème} molécules $\text{H}_2\text{O} = \frac{18 \times 2}{259.91} \times 100 = 13.85\%$ (0.5 pt)
- % perte de 3^{ème} molécules $\text{H}_2\text{O} = \frac{18 \times 3}{259.91} \times 100 = 20.77\%$ (0.5 pt)
- % perte de 4^{ème} molécules $\text{H}_2\text{O} = \frac{18 \times 4}{259.91} \times 100 = 27.70\%$ (0.5 pt)
- % perte de 5^{ème} molécules $\text{H}_2\text{O} = \frac{18 \times 5}{259.91} \times 100 = 34.62\%$ (0.5 pt)
- % perte de 6^{ème} molécules $\text{H}_2\text{O} = \frac{18 \times 6}{259.91} \times 100 = 41.55\%$ (0.5 pt)

3- Pour chaque étape, préciser le nombre de molécules H_2O perdues ainsi que la réaction de déshydratation et le domaine de température.

- [50 -100°C] ; on a 13.88% perte de masse correspondant à 2 molécule d' H_2O (0.5+0.5)



- [115 -215°C] ; on a 34.72% perte de masse correspondant à 3 molécule d' H_2O (0.5+0.5)



- [238 -284°C] ; on a 41.67% perte de masse correspondant à 1 molécule d' H_2O (0.5+0.5)

