

# Techniques Instrumentales d'analyse et de caractérisation



Niveau d'étude  
BAC +5



Composante  
École Nationale  
Supérieure des  
Ingénieurs en  
Arts Chimiques



Volume horaire  
49,33h

## En bref

> **Code:** LS1Z3IKC

> **Ouvert aux étudiants en échange:** Oui

## Présentation

### Objectifs

1) Partie caractérisation des polymères:

Objectifs du cours: Utilité des analyses thermiques et des techniques de caractérisation des matériaux et des polymères.

Phénomènes de transition et de relaxation dans les polymères, DSC et ATD : Analyse thermodifférentielle . Principe, paramètres expérimentaux et applications, ATG : Analyse thermogravimétrique : Principe, paramètres expérimentaux et applications, Rhéologie et DMA : Analyse thermomécanique

2) *Partie DRX :*

\* Connaître les différentes techniques d'analyse qui mettent en œuvre un rayonnement X et les informations que chacune d'elles permet d'obtenir sur l'échantillon

\* Mettre en place et valider un protocole qualitatif et quantitatif d'analyse par DRX

\* Analyser les données et interpréter les résultats des analyses DRX

\* Être sensibilisé aux grands instruments (synchrotron) : principe, fonctionnement et accès

3) *Partie Caractérisation physique des poudres :*

- \* Mettre en œuvre un protocole d'échantillonnage et de prélèvement de poudres
- \* Appréhender l'hypothèse de sphéricité de particules et la notion de population de particules
- \* Connaître les principales techniques d'analyse granulométrique, leur mise en œuvre et leur complémentarité
- \* Analyser les données et interpréter les résultats d'analyses granulométriques
- \* Appréhender les principaux concepts de l'adsorption physique
- \* Connaître les principales techniques de mesure de la surface spécifique et leur mise en œuvre

#### 4) l'analyse spectrométrique Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)

Etre capable d'identifier les constituants d'un spectromètre RMN et d'en connaître leur fonction.

Savoir lire et traduire une séquence impulsionnelle.

Connaître et exploiter la RMN multidimensionnelle et les phénomènes de relaxation.

Connaître la RMN du solide

La RMN sous pression.

#### 5) l'analyse par spectrométrie de masse (SM)

Apporter une vision technique et applicative des solutions analytiques liée à la spectrométrie de masse.

Maîtrise des différentes technologies de mesure de masse.

Présentation du couplage ICP-MS

#### 6) la caractérisation des matériaux

Pour chacune des techniques de caractérisation des matériaux abordées, l'objectif est de donner une méthodologie de choix judicieuse des techniques en rappelant les principes des interactions avec les matériaux.

Techniques de production et de détection des rayonnements - interaction rayonnement /matière.

Caractérisations structurales

Caractérisations de composition chimique

---

## Description

Cette matière est constituée d'un ensemble de formations structuré autour de 6 champs d'analyse et de caractérisation:

- 1) la caractérisation des polymères,
- 2) les analyses RX,
- 3) la caractérisation des poudres,
- 4) l'analyse spectrométrique Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)
- 5) l'analyse par spectrométrie de masse (SM)
- 6) la caractérisation des matériaux

---

## Pré-requis obligatoires

Avoir les bases de chimie et des matériaux (analyse et structure)

---

## Contrôle des connaissances

Évaluations écrit et orale :

Evaluation via le "petit oral" + Epreuve de QCM + "grand oral"

---

## Syllabus

### 1) Partie Polymère

a- Introduction et objectifs du cours. Utilité de ces techniques dans d'autres domaines que les analyses de polymères

b- Phénomènes de transition et de relaxation dans les polymères

c- DSC et ATD : Analyse thermodifférentielle . Principe, paramètres expérimentaux et applications

d- ATG : Analyse thermogravimétrique : Principe, paramètres expérimentaux et applications

e- Rhéologie et DMA : Analyse thermomécanique

->Loi de Hooke et de Newton, fluides newtoniens, Origine physique du comportement viscoélastique, équivalence temps-température

### 2) Partie X-rays Methods :

a - X-ray diffraction on powder

- Introduction
- Qualitative phase analysis
- Quantitative phase analysis
- b - X-ray diffusion by non crystalline solid  $\emptyset$
- c - XANES and EXAFS spectroscopies
  - X-ray absorption and fluorescence
- d - Synchrotron radiation
- 3) Partie Caractérisation physique des poudres :
  - a - Analyse granulométrique
  - b - Mesure de la surface spécifique
- 4) Partie RMN
  - a- Principe de la technique
  - b- Déplacements chimiques
  - c- Couplage dipolaire
  - d- La relaxation nucléaire
  - e- Spectroscopie de RMN à deux dimensions : corrélations homonucléaires et hétéronucléaires, description des séquences les plus fréquentes, leurs rôles et leurs utilisations.
  - f- imagerie par résonance magnétique nucléaire
  - g- Expérimentation DOSY
  - h- L'analyse isotopique par RMN : méthodes SNIF - NMR
  - i- RMN à l'état solide
  - j- Applications : agro-industrie, biochimie, santé, gels, polymères, etc...
- 5) Partie SM:
  - a- Spectrométrie de masse : Rappels et compléments : sources d'ionisation : électrospray, maldi (principe, intérêt, interprétation des spectres) ; analyseurs : trappe ionique, temps de vol/rélectron (principe, caractéristiques)
  - b- Spectrométrie de masse tandem

c- Analyse multi-élémentaire par ICP-MS

d- Spectrométrie de masse isotopique

6) Partie Caractérisation des matériaux:

a- le principe de fonctionnement

b- la préparation de l'échantillon

c- la nature des informations fournies

d- les limites

---

## Informations complémentaires

*Partie DRX* : 4 séances dont 1 TD en autonomie

*Partie Caractérisation physique des poudres* : 3 C

Evaluation individuelle lors du « Petit oral »

---

## Bibliographie

*Partie DRX* :

X-rays methods, C. Whiston, ed. F.E. Prichard, John Wiley & Sons, 1987

*Partie Caractérisation physique des poudres* :

- ALLEN T. et ROUX N., Granulométrie, Techniques de l'Ingénieur, P1040 v1, 1988

- Techniques d'Analyses, Caractérisation des particules, COULTER

- Guide pratique de la granulométrie laser, MALVERN INSTRUMENTS

- Airian M., Schweitzer E., Evolutions instrumentales dans le domaine de l'analyse granulométriques Spectra Analyse n°209, Aout/Sept 1999.

- Poudres, suspensions, émulsions, Techniques d'Analyses, dans COULTER « Caractérisation des particules »

- Charpin J. et Rasneur B., Mesure de surfaces spécifiques, Techniques de l'Ingénieur, P1045 v1, 1982