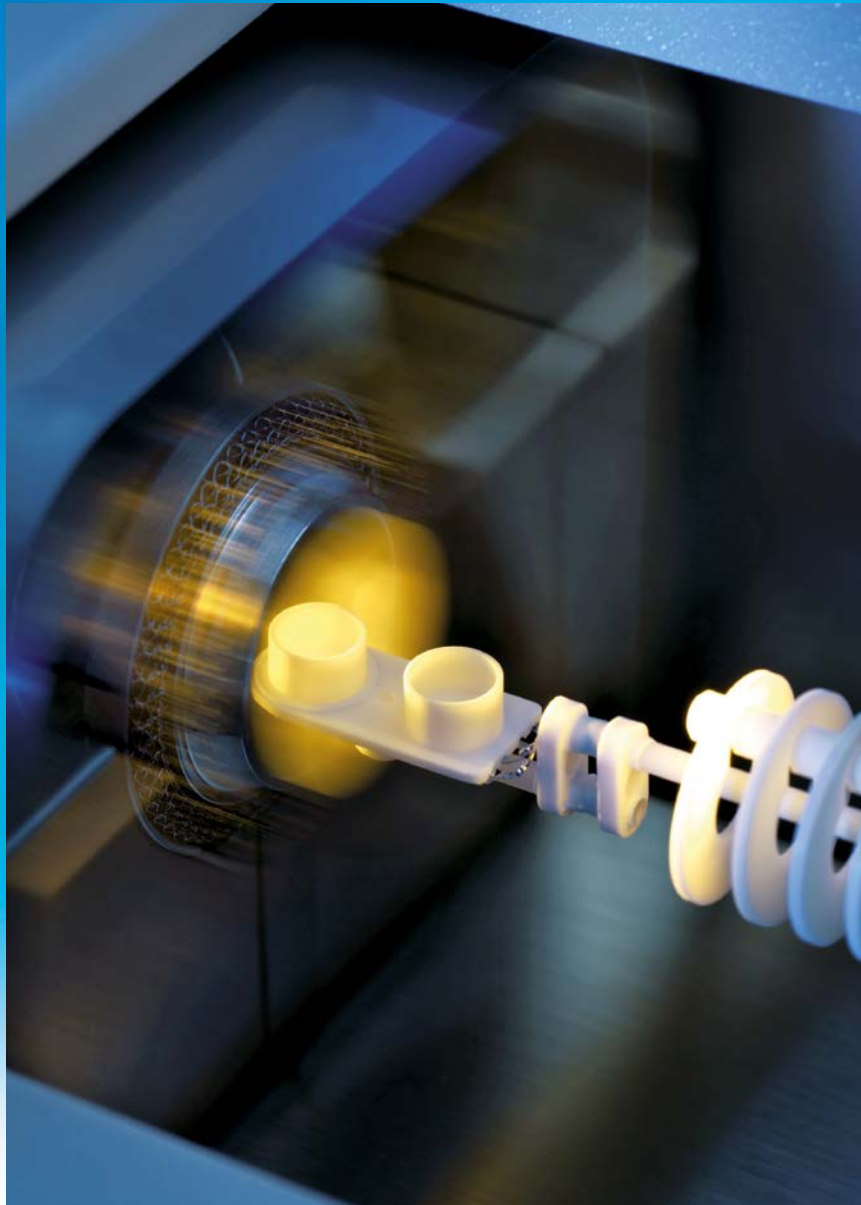


Thermal Analysis Excellence



TGA/DSC 2

Système STAR®

Technologie innovante

Modularité illimitée

Qualité suisse



Thermogravimétrie
pour des performances uniques

METTLER TOLEDO

Performances TGA inégalées avec une balance du leader

La thermogravimétrie (TGA) est une technique d'analyse qui permet de mesurer les variations de masse en fonction de la température. Elle est essentiellement utilisée pour la détermination de la composition des matériaux, dans les domaines de l'analyse du caoutchouc et des matériaux synthétiques, de l'analyse des substances minérales telles que la céramique et dans l'industrie chimique et pharmaceutique.

Caractéristiques et avantages de TGA/DSC 2 :

- **Très haute résolution** – résolution au μg sur l'ensemble de la plage de mesure
- **Automatisation efficace** – cadence d'analyse au service de la productivité
- **Flexibilité en fonction du volume échantillon** – un four et une gamme de creuset adaptée
- **Large plage de température** – de l'ambiante à $1600\text{ }^{\circ}\text{C}$
- **Ultra microbalance METTLER TOLEDO** – leader mondial de la pesée de précision
- **Mesure du flux de chaleur DSC** – possibilité de mesure simultanée des effets thermiques
- **Cellule étanche aux gaz** – conditions ambiantes contrôlées
- **Couplages** – analyse des produits de décomposition (MS, FTIR, ...)
- **Structure modulaire** – solutions adaptées aux besoins d'aujourd'hui et de demain

Grace à sa structure modulaire, la TGA/DSC 2 fonctionne aussi bien en mode automatique qu'en mode manuel. Appréciable autant pour l'assurance qualité que pour la production mais également pour la recherche et le développement.

Toutes les TGA METTLER TOLEDO utilisent des micro ou ultra microbalances avec des poids d'ajustage intégrés, qui garantissent une exactitude inégalée.



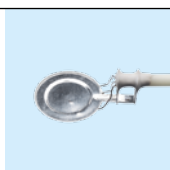
Les capteurs

le cœur de chaque instrument

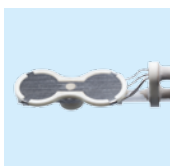


La balance : la référence METTLER TOLEDO

Le cœur d'une TGA, c'est la cellule de la balance. La micro ou l'ultramicrobalance proposée sur la TGA/DSC concentrent toute la technologie de METTLER TOLEDO. Grâce aux poids d'ajustage intégrés, l'exactitude de mesure est inégalée.



Le capteur SDTA constitué d'une surface d'appui en platine, avec un thermocouple pour la mesure de la température de l'échantillon.



Le capteur DTA pour la mesure de la température de l'échantillon et de la référence, surface d'appui en platine. Réduction des parasites par mesure différentielle (réjection de mode commun).



Le capteur DSC, constitué de 6 thermocouples, montés sous une plaque de protection en céramique, pour la mesure multiple des températures de l'échantillon et de la référence.

La technique d'amplification MultiSTAR®

Le capteur DSC est fondé sur la technique unique d'amplification MultiSTAR®. Plusieurs thermocouples permettent de mesurer un signal brut avec un meilleur rapport signal sur bruit.

Avec les trois types de capteur, le flux de chaleur est déterminé à partir de la différence de température, calculée ou mesurée. Le flux de chaleur peut être ajusté, comme en DSC, à différentes températures à l'aide de substances de référence certifiées.

Changement et nettoyage des capteurs

Les différents capteurs sont facilement interchangeables et leur nettoyage est simple.



Précision de mesure en température

Des écarts de température de $\pm 0,25$ K sont mesurés par le capteur de température de l'échantillon, directement placé sur le plateau de la balance qui supporte le creuset. L'ajustage est effectué à partir du point de fusion de métaux purs et non du point de Curie, utilisé sur nos anciens systèmes.

Performances haut de gamme dès la configuration de base

Four horizontal

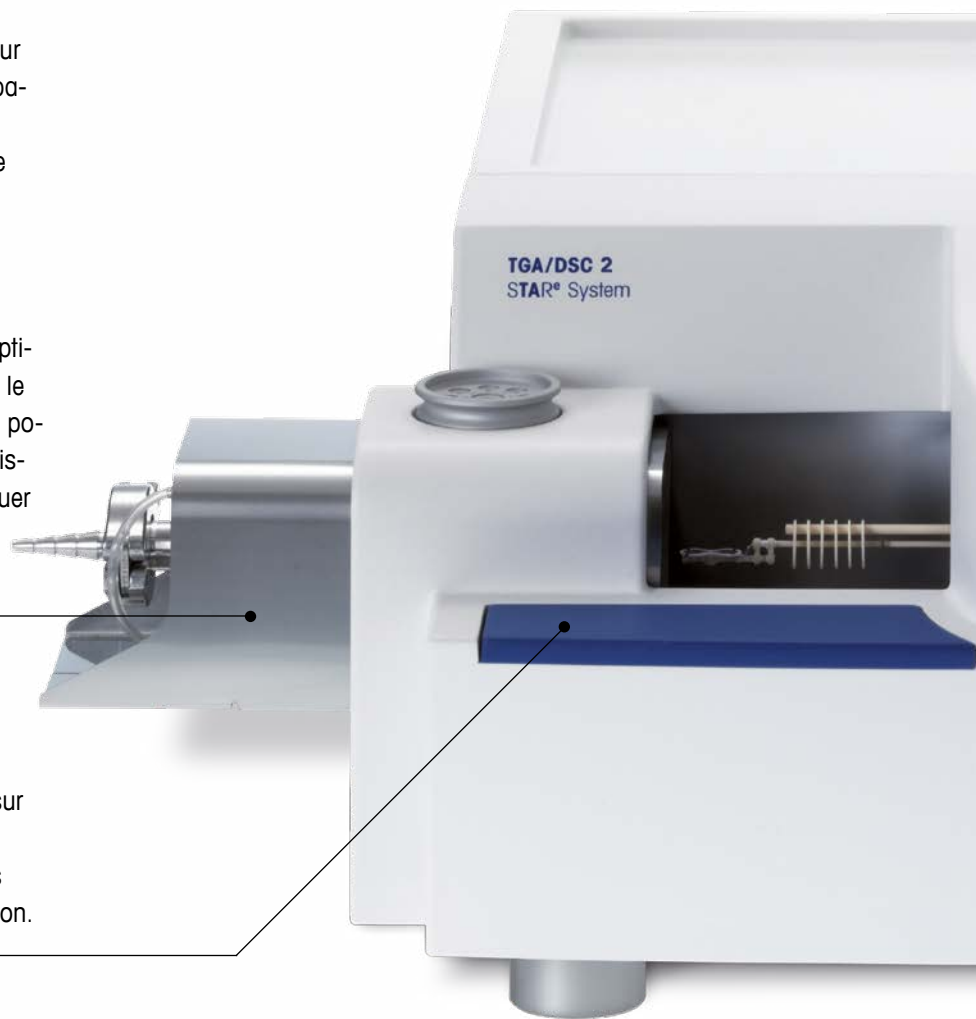
La disposition horizontale du four permet de minimiser les perturbations dues à la montée en température (gradient) et au gaz de balayage.

Gestion de l'atmosphère au sein du four

Le four assure une étanchéité optimale, on peut donc le purger et le remplir avec un gaz défini sans pollution extérieure. Cette caractéristique permet également d'effectuer des mesures sous vide primaire.

Ergonomie étudiée

Vous pouvez appuyer la main sur une surface d'une forme ergonomique optimale lorsque vous placez manuellement l'échantillon.



Terminal SmartSens

Le terminal, visible de loin, indique l'état d'avancement de la mesure. Si le PC n'est pas à proximité immédiate de l'appareil DSC, vous pouvez lancer des processus ou interroger l'état d'avancement, directement à partir de ce dernier.





TGA



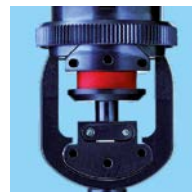
DSC



TMA



DMA



Gamme complète dans le domaine de l'analyse thermique

La gamme METTLER TOLEDO propose 4 techniques de mesure qui caractérisent chacune l'échantillon d'une manière spécifique. La combinaison de toutes ces techniques facilite l'interprétation.

Il est possible de mesurer non seulement l'évolution du poids (TGA) mais aussi le flux de chaleur (DSC), le coefficient de dilatation (TMA) ou le module (DMA).

Toutes ces propriétés physiques évoluent en fonction de la température.



Service et support

METTLER TOLEDO ne propose pas seulement de la technologie mais également son expertise.

Nos techniciens et ingénieurs commerciaux vous proposent les prestations suivantes :

- service et maintenance
- étalonnage et ajustage
- formation et conseil sur les applications
- qualification des appareils

METTLER TOLEDO met également à disposition des documents complets sur les applications.

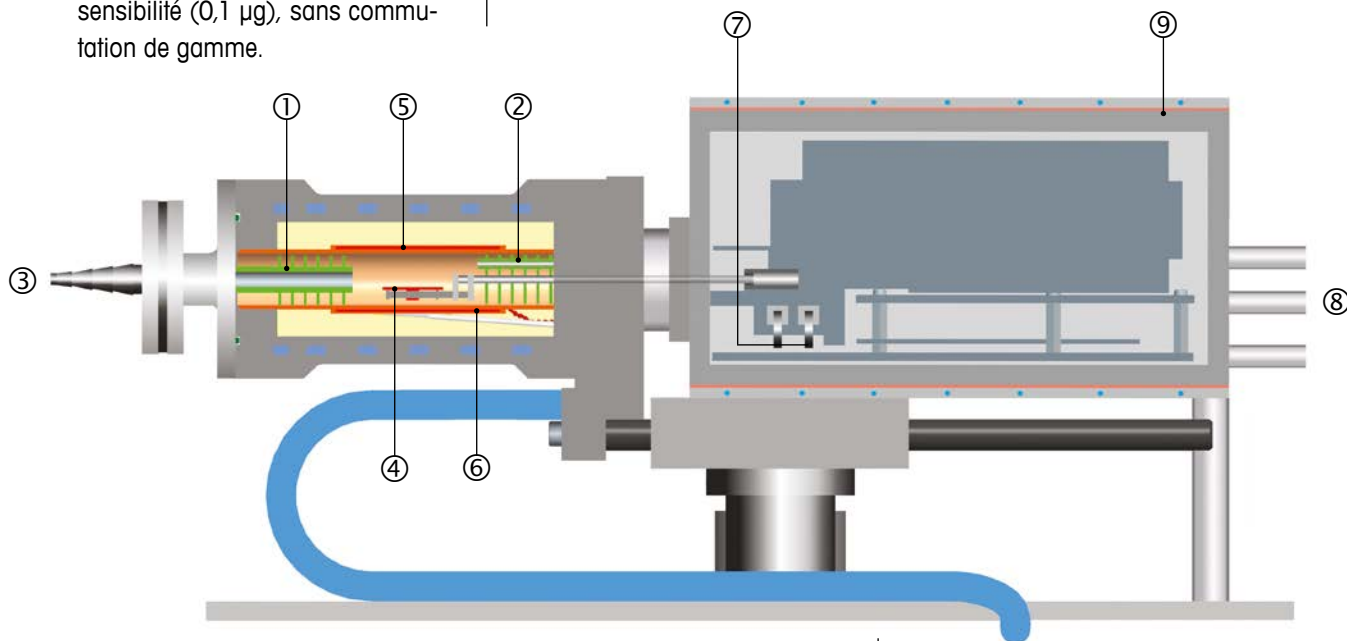
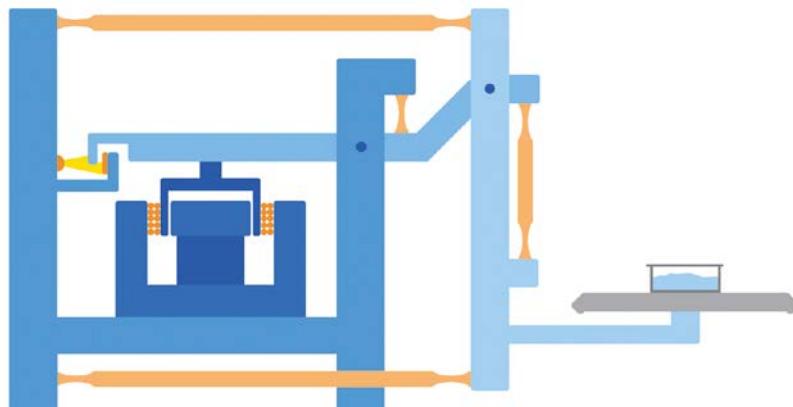
Performances de mesure exceptionnelles sur toute la plage de température

Balance avec guidage parallèle

Grâce au guidage parallèle de la balance, le positionnement de l'échantillon n'a pas d'influence sur la pesée. Le déplacement de l'échantillon dans le creuset lors de la fusion ne modifie pas la mesure.

Performances de mesure uniques

Mesurer 1, 5 ou 50 millions de points, aucune autre TGA ne le peut en continu, c'est-à-dire déterminer des variations de poids à 0,1 µg pour des échantillons allant jusqu'à 5 g. La technologie METTLER TOLEDO vous permet d'analyser vos échantillons quel que soit leur poids avec la même sensibilité (0,1 µg), sans commutation de gamme.



Stabilité de la balance quel que soit l'environnement extérieur

Les performances de nos microbalances sont assurées quelles que soient les conditions expérimentales. L'utilisation d'un cryostat permet de maintenir une température constante au niveau de la cellule.

Légende

- | | |
|-------------------------------|---|
| 1 Réflecteurs | 6 Capteur de température four |
| 2 Capillaire pour gaz réactif | 7 Poids d'ajustage annulaires |
| 3 Sortie de gaz | 8 Raccord pour gaz de protection et de balayage |
| 4 Capteurs de température | 9 Boîtier thermostatisé de la balance |
| 5 Résistance chauffante | |

Automatisation fiable et robuste

Le passeur d'échantillons est extrêmement robuste et offre une automatisation complète pour une utilisation 24H sur 24.

Augmentation de la productivité
Quelle que soit la configuration de votre TGA/DSC 2, l'automatisation est toujours possible. Jusqu'à 34 échantillons peuvent être ainsi traités, si nécessaire chacun avec une méthode et un creuset différents.

Pesée entièrement automatique
La balance TGA interne permet, avec le passeur d'échantillons, des pesées semi-automatiques ou entièrement automatiques. Aucune balance additionnelle n'est donc nécessaire pour des mesures et des pesées simultanées. Tous les creusets vides sont pesés dans un premier passage. Placez ensuite un échantillon dans chaque creuset puis répétez le processus. Tous vos échantillons seront pesés automatiquement, sans autre intervention de votre part.



Caractéristiques et avantages :

- **Jusqu'à 34 positions** – automatisation complète et augmentation des cadences d'analyse
- **Simple et robuste** – résultat fiable garantis
- **Perçage du creuset** – prévient toute évolution de l'échantillon avant mesure
- **Pince universelle** – pour tous les creusets METTLER TOLEDO

Reproductibilité des mesures

Cette possibilité est unique : le passeur d'échantillons retire le couvercle du creuset ou le perce si le creuset est hermétiquement scellé avant son introduction dans le four. Cette fonctionnalité évite une désorption ou une absorption d'humidité des échantillons en attente sur le carrousel.



Modularité investissement pour l'avenir

Volume du four

La mesure d'échantillons hétérogènes nécessite de grandes quantités d'échantillons, et donc de grands volumes, pour une meilleure représentativité.

Le grand four (LF et HT) permet l'utilisation de creusets jusqu'à 900 µL.

| Capteur | SF (1100 °C) | LF (1100 °C) | HT (1600 °C) |
|---------|--------------|--------------|--------------|
| SDTA | • | • | • |
| DTA | | • | • |
| DSC | | • | • |

Très hautes exigences sur la température

Dans le cas de très hautes exigences sur l'exactitude de la température, nous vous recommandons le petit four (SF). Le volume des creusets utilisables est alors limité à 100 µL.



Définissez vos gaz de réaction et leur débit avec précision

Le contrôleur de gaz, piloté par le logiciel, mesure et régule le débit du gaz choisi (grâce à un débitmètre massique), entre 0 et 200 mL/min. Il permet également la commutation automatique de quatre gaz au maximum au cours d'une mesure.

Système évolutif

Quel que soit votre choix lors de l'achat, votre système est évolutif au niveau du volume et de la puissance du four, des performances de la balance et du type de capteur.

Option → exige option

| | Balances | | | | EGA (MS, FTIR) | Sorption | Périphériques en option | Commuteur |
|--|---|------|-----|------|----------------|----------|-------------------------|---------------|
| | XP1 | XP1U | XP5 | XP5U | | | | |
| TGA/DSC 2 (SF 1100 °C) | • | • | • | • | • | | | |
| TGA/DSC 2 (LF 1100 °C / HT 1600 °C) | • | • | • | • | • | • | | |
| Passer d'échantillons | L'extension sans options additionnelles | | | | | | | |
| Contrôleur de gaz GC 10/20 | | | | | | | obligatoire | |
| Contrôleur de gaz GC 100/200 | | | | | | | | |
| Refroidissement par cryostat | | | | | | | | si nécessaire |
| Technique couplée (MS, FTIR et Sorption) | | | | | | | obligatoire | |

• = aux choix

Nombreux accessoires pour des performances encore meilleures



Interface TGA-MS



Interface TGA-FTIR

Techniques de mesure couplées

Tous les modules TGA/DSC 2 peuvent être couplés avec un spectromètre de masse ou un FTIR. L'identification des produits de décomposition fournit des informations complémentaires sur l'échantillon.



Interface Sorption

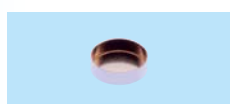
TGA/DSC Sorption

Avec un simple accessoire, la TGA/DSC peut être convertie en appareil de sorption. L'échantillon peut être ainsi exposé à un taux d'humidité défini et contrôlé, à une température donnée.

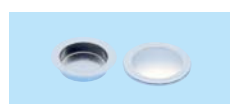
Notre gamme de creusets, une solution à toute application

A chaque application son creuset. Différents volumes, de 20 à 900 μL , et différents matériaux de creuset sont disponibles. Tous ces creusets peuvent être utilisés avec le passeur d'échantillons.

Les matériaux disponibles sont :



civre



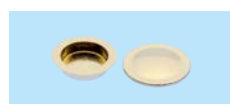
aluminium



oxyde d'aluminium



saphir



or



platine

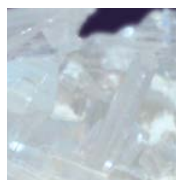
Domaine d'application très large

La thermogravimétrie permet d'obtenir rapidement des informations sur la stabilité thermique et la composition de matériaux les plus divers à partir de très petites quantités d'échantillon.

L'appareil TGA/DSC permet de mesurer simultanément la masse de l'échantillon et le flux de chaleur qui le traverse. Les effets thermiques non liés à une variation de poids peuvent être ainsi mis en évidence (p. ex. la fusion, les transitions vitreuses, les transitions solide-solide). Le signal DSC peut être également exploité quantitativement afin de déterminer les enthalpies de transition et de réaction.

L'appareil TGA/DSC est un outil extrêmement polyvalent pour la caractérisation des propriétés physiques et chimiques des matériaux dans des conditions contrôlées avec précision. Il est ainsi possible de répondre aux questions posées non seulement dans le domaine de la recherche et du développement mais aussi dans celui du contrôle

de la qualité, dans les secteurs les plus divers (matériaux synthétiques, matériaux de construction, minéraux, produits pharmaceutiques, produits alimentaires, etc.).



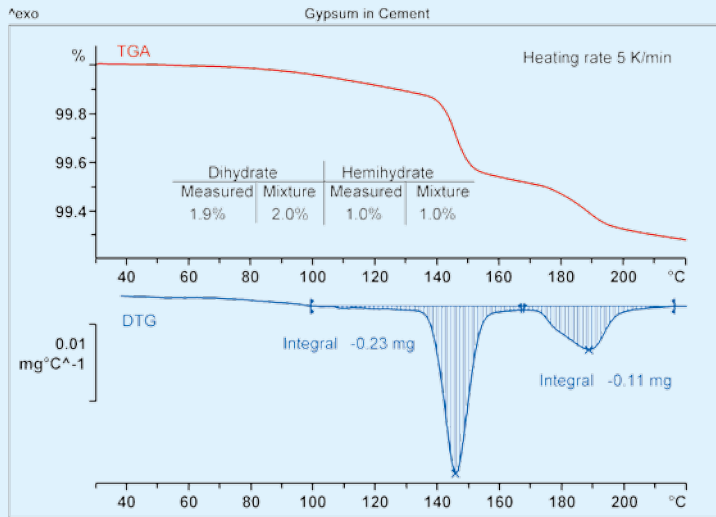
Exemples d'effets thermiques et processus déterminés par les TGA/DSC

TGA

- Analyse quantitative des teneurs (humidité, charges, polymère, substances actives, etc.)
- Adsorption et désorption des gaz
- Cinétique des processus de décomposition
- Sublimation, évaporation
- Stabilité thermique
- Oxydation et stabilité à l'oxydation
- Identification des produits de décomposition, des solvants et solvates
- Absorption et désorption de l'humidité
- Pseudopolymorphie
- Détermination de la température de Curie

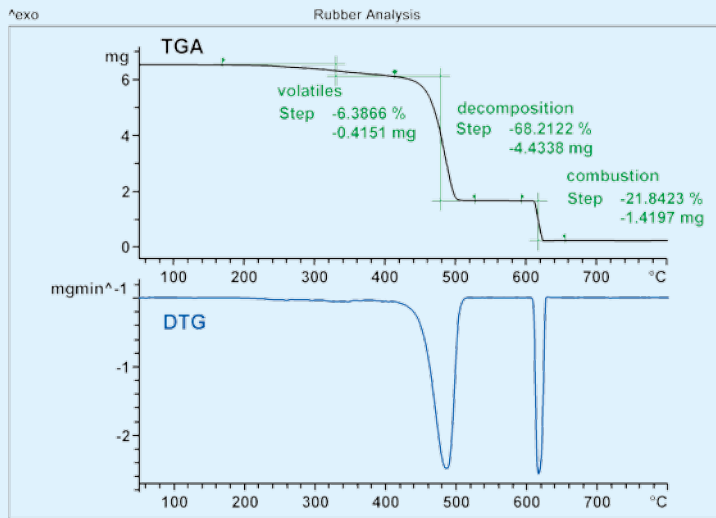
DSC

- Comportement à la fusion
- Cristallisation
- Polymorphie
- Diagramme de phase
- Transition vitreuse
- Cinétique de réaction
- Capacité calorifique
- Enthalpies de réaction et de transition



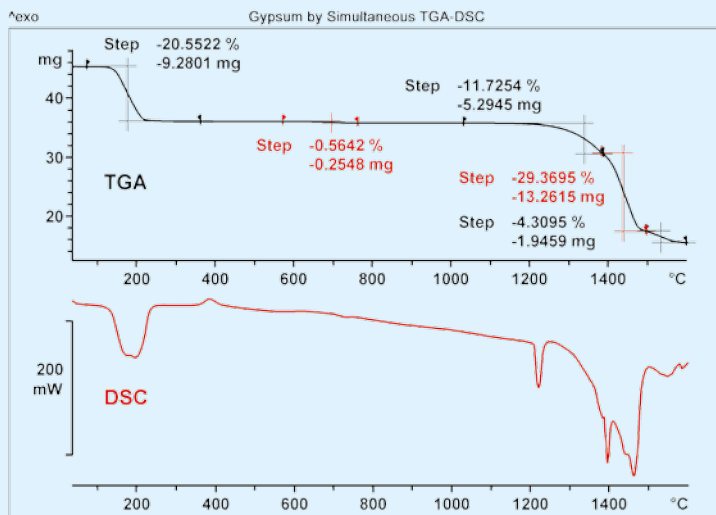
Détermination de la teneur en gypse du ciment

Le gypse est un retardateur du durcissement du ciment et est présent sous la forme de dihydrate et hémihydrate. Des creusets fermés avec des couvercles percés d'un trou de 50 μm sont utilisés. La courbe TGA montre qu'il se produit non seulement une déshydratation du gypse mais aussi une autre perte de masse. Il est dans ce cas plus facile de déterminer les pertes de masse par l'intégration des pics de la première dérivée de la courbe TGA. Les pourcentages de dihydrate et hémihydrate calculés à partir de ces pertes ainsi déterminées correspondent à ceux indiqués par le fabricant.



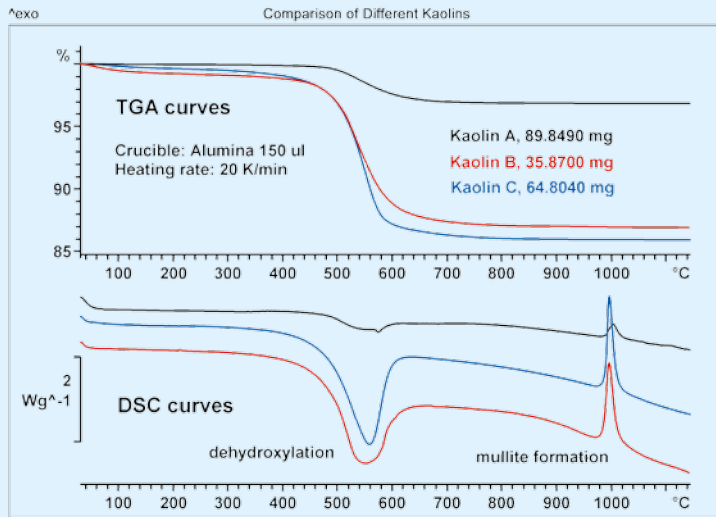
Analyse du caoutchouc SBR

Lors de l'analyse du caoutchouc, l'échantillon est tout d'abord chauffé dans des conditions inertes à 600 $^{\circ}\text{C}$. Les composés volatils (plastifiants, huiles fréquemment) s'évaporent. La pyrolyse des polymères débute à 400 $^{\circ}\text{C}$ environ. L'atmosphère est commutée sur une atmosphère oxydante à 600 $^{\circ}\text{C}$. Le noir de carbone est alors carbonisé. Seuls restent les composants inorganiques. L'échantillon de SBR étudié dans l'exemple contient 6,4 % de plastifiant, 68,2 % de polymère et 21,8 % de noir de carbone. La quantité de résidu (surtout de l'oxyde de zinc) se monte à 3,6 %.



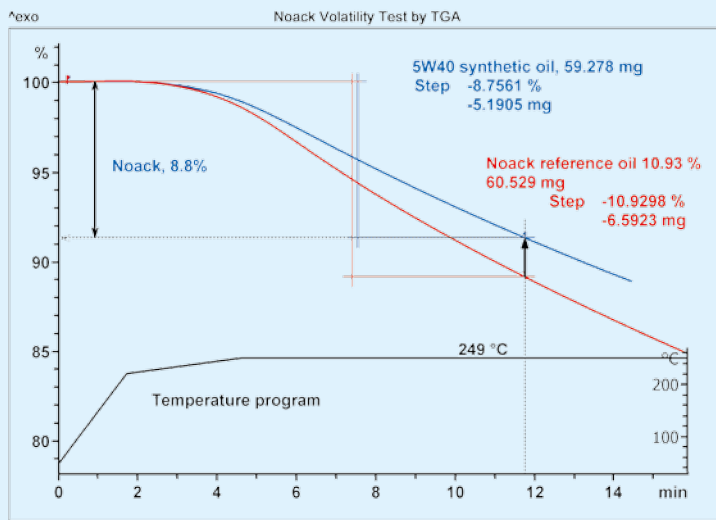
Analyse thermique du gypse

Le gypse perd l'eau de cristallisation à une température inférieure à 300 $^{\circ}\text{C}$. Le carbonate de calcium, impurété dans le gypse, se décompose à 700 $^{\circ}\text{C}$ environ. Le sulfate de calcium se décompose en plusieurs étapes à partir de 1200 $^{\circ}\text{C}$ environ. La courbe DSC, mesurée simultanément à celle de la masse, révèle d'autres effets thermiques : transitions solide-solide à 390 et à 1236 $^{\circ}\text{C}$ du $\gamma\text{-CaSO}_4$ (anhydrite III) en $\beta\text{-CaSO}_4$ (anhydrite II) et du $\beta\text{-CaSO}_4$ en $\alpha\text{-CaSO}_4$ (anhydrite I). L'anhydrite I fond à une température légèrement inférieure à 1400 $^{\circ}\text{C}$, ce qui génère un pic endothermique étroit.



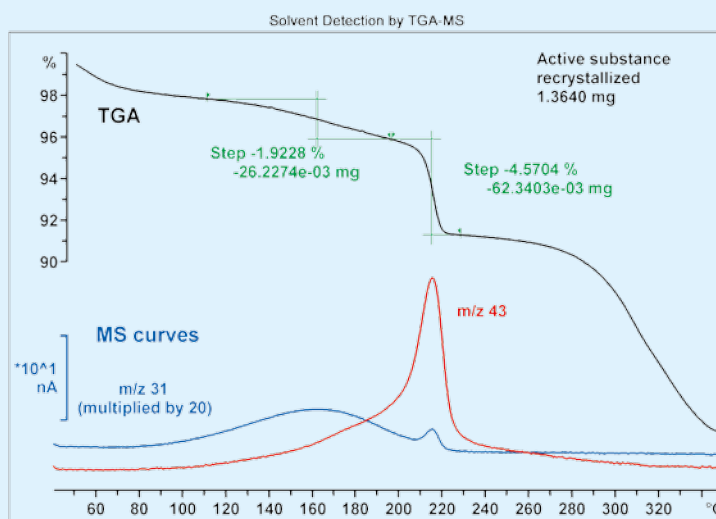
Kaolinite

Le kaolin est une roche argileuse blanche utilisée pour la fabrication de la porcelaine et dans l'industrie du papier. La déshydroxylation de son composant principal, la kaolinite ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), se produit entre 450 °C et 600 °C. Il en résulte une perte de masse sur les courbes TG. L'exemple montre la mesure de trois échantillons de kaolin de différentes teneurs en kaolinite. L'échantillon A présente sur la courbe DSC un petit pic à 575 °C environ. Ce pic est caractéristique d'une transition solide-solide, du quartz a en quartz b. Le pic exothermique à 1000 °C environ provient de la formation de mullite.



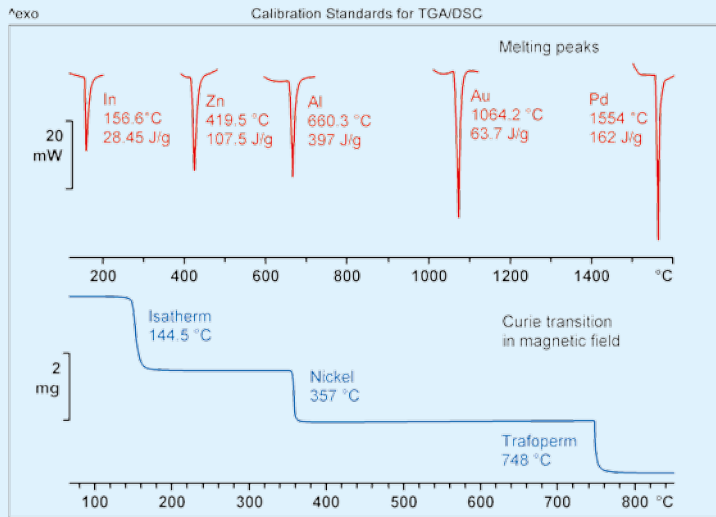
Volatilité des huiles

La volatilité des huiles pour moteur est caractérisée à l'aide du test de Noack selon la norme ASTM D 6375 par rapport à une huile de référence. La figure montre la procédure. La perte de masse de l'huile de référence atteint la valeur spécifiée pour cette huile, de 10,93 %, après 11,9 min. L'huile étudiée a perdu 8,8 % de sa masse pendant cette période. Sa volatilité selon Noack est donc de 8,8 %. Cette méthode permet une caractérisation rapide et fiable de la volatilité des huiles.



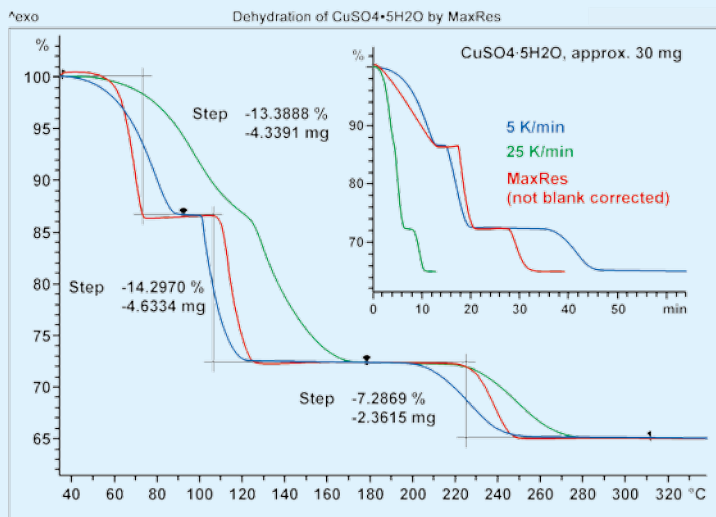
Solvant résiduel dans les substances actives pharmaceutiques

De nombreux produits pharmaceutiques sont cristallisés dans les solvants, le produit peut contenir une faible quantité de solvant résiduel. Une technique combinée telle que la TGA-MS est adaptée pour la détermination et l'identification de ces teneurs résiduelles, non souhaitées. Dans l'exemple, du méthanol et de l'acétone ont été utilisés pour la recrystallisation. Ces substances peuvent être facilement identifiées dans le spectromètre de masse, à partir des masses 43 et 31. Les résultats de mesure montrent que la perte de poids à 200 °C provient presque exclusivement du dégagement d'acétone.



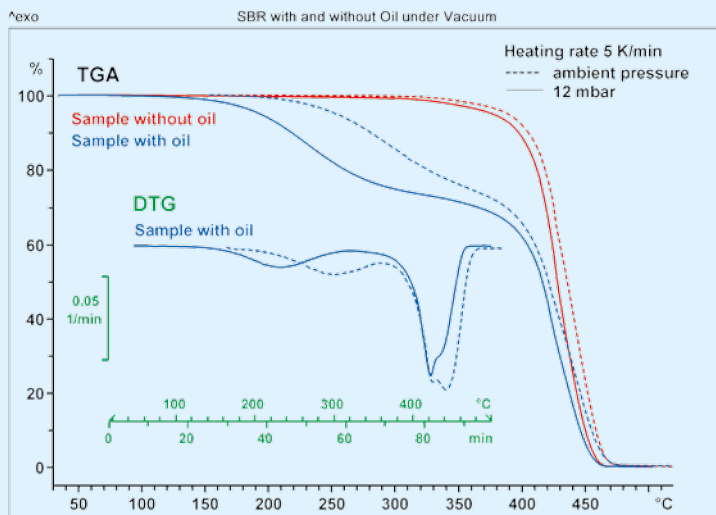
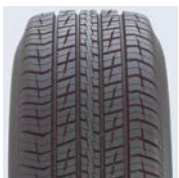
Ajustage de la température et du flux de chaleur

Les ajustages de la température et du flux de chaleur sont généralement effectués avec des métaux purs certifiés. Grâce à la température maximale spécifiée pour la TGA/DSC 2 (en fonction du four 1100 ou 1600 °C), la température et le flux de chaleur peuvent être étalonnés et ajustés avec de l'or ou du palladium jusqu'aux températures maximales correspondantes. Les températures de Curie de métaux ferromagnétiques peuvent également être employées pour l'ajustage de la température. Ceci n'est toutefois pas conseillé car les températures de Curie ne sont pas clairement définies, contrairement aux températures de fusion.



MaxRes : courte durée de mesure mais très haute résolution

Dans cette technique, la vitesse de chauffe varie automatiquement en fonction du taux de variation de masse. Les paliers de perte de poids superposés peuvent être ainsi séparés, la durée nécessaire pour la mesure devient ainsi aussi courte que possible. L'exemple montre la déshydratation du sulfate de cuivre. La séparation entre les deux premiers paliers de perte n'est pas suffisante à 25 K/min. La séparation est nettement meilleure avec la technique MaxRes que celle obtenue à 5 K/min, la durée de mesure est de plus inférieure.



Détermination de la teneur en plastifiant dans les élastomères

L'huile est souvent employée comme plastifiant dans les élastomères. En général, l'huile s'évapore dans la même plage de température que celle de la décomposition de l'élastomère. Afin de quantifier la teneur en huile, des échantillons sont parfois mesurés à pression réduite. L'exemple montre les courbes de perte de masse d'échantillons de SBR – avec et sans huile – à la pression normale et à 12 mbar. La pression n'a qu'une faible influence sur la courbe de mesure du SBR sans huile. L'évaporation de l'huile de l'autre échantillon et la décomposition de l'élastomère peuvent être pratiquement totalement séparés à pression réduite.

Spécifications TGA/DSC 2

| Données sur le contrôle de la température | Petit four | Grand four | Four haute température |
|---|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| Plage de température | RT à 1100 °C | RT à 1100 °C | RT à 1600 °C |
| Précision de la mesure ¹⁾ | ± 0,25 K | ± 0,3 K | ± 0,5 K |
| Reproductibilité de la mesure ¹⁾ | ± 0,15 K | ± 0,2 K | ± 0,3 K |
| Résolution de la température du four | 0,001 K | 0,001 K | 0,002 K |
| Durée du chauffage | 5 min (RT à 1100 °C) | 10 min (RT à 1100 °C) | 10 min (RT à 1600 °C) |
| Durée du refroidissement | 20 min (1100 à 100 °C) | 22 min (1100 à 100 °C) | 27 min (1600 à 100 °C) |
| Durée du refroidissement sous Hélium | ≤ 10 min (1100 à 100 °C) | ≤ 11 min (1100 à 100 °C) | ≤ 13 min (1600 à 100 °C) |
| Vitesse de chauffe ²⁾ | 250 K/min | 150 K/min | 100 K/min |
| Vitesse de refroidissement ²⁾ | -20 K/min (≥150 °C) | -20 K/min (≥150 °C) | -20 K/min (≥200 °C) |
| Volume max du creuset | ≤ 100 µL | ≤ 900 µL | ≤ 900 µL |

| Possibilité d'évolution | | |
|-------------------------|-----------|-----------|
| Passeur d'échantillons | | |
| Vide (10 mbar) | | |
| MaxRes | optionnel | |
| TGA-MS | | |
| TGA-FTIR | | |
| TGA sorption | no | optionnel |

| Données sur la balance | XP1 / XP5 | XP1U / XP5U |
|---------------------------------|---|---------------|
| Capacité maximale | ≤ 1 g / ≤ 5 g | ≤ 1 g / ≤ 5 g |
| Résolution | 1,0 µg | 0,1 µg |
| Précision de pesée | 0,005 % | 0,005 % |
| Reproductibilité de pesée | 0,0025 % | 0,0025 % |
| Poids de référence intégrés | 2 | |
| Reproductibilité courbe à blanc | inférieure à ±10 µg sur toute la plage de température | |

| Données calorimétriques | | | | |
|--|---------------------------------------|---------|----------|-----------|
| Données sur les capteurs (valeurs typiques) | type de capteur | SDTA | DTA | DSC |
| | matériaux du capteur | platine | platine | céramique |
| | nombre de thermocouples | 1 | 2 | 6 |
| | constante de temps du signal à 900 °C | 15 s | 14 s | 14 s |
| | sensibilité | 0,5 mW | 0,2 mW | 0,1 mW |
| | résolution de la température | 0,005 K | 0,0001 K | 0,00003 K |
| Reproductibilité de l'enthalpie (écart-type) | inférieure à 5 % | | | |

| Enregistrement des données | |
|----------------------------|----------------------------|
| Vitesse d'acquisition | maximum 10 valeurs/seconde |

| Homologations | |
|---------------|--|
| Sécurité | IEC/EN61010-1:2001, IEC/EN61010-2-010:2003 CAN/CSA C22.2 No. 61010-1-04 & -2-010 UL Std. No. 61010-1 (2nd Edition) |
| EMC | EN61326-1:2006 (Industrial environments) EN61326-1:2006 (class B) AS/NZS CISPR 11, AS/NZS 61000.4.3 |

¹⁾ basé sur des étalons standards métalliques

²⁾ suivant la configuration de l'instrument

www.mt.com/tga

Pour plus d'information

Mettler-Toledo AG, Analytical
CH-8603 Schwerzenbach, Suisse
Tél. +41 44 806 77 11
Fax +41 44 806 72 60

Sous réserve de modifications techniques
© 01/2014 Mettler-Toledo AG, 30129288
Marketing MatChar / MarCom Analytical



Certificat de qualité. Développement, production et tests selon ISO 9001.



Système de gestion de l'environnement selon ISO 14001.



« **Conformité Européenne** ». La marque vous donne l'assurance que nos produits sont conformes aux directives de l'Union européenne.