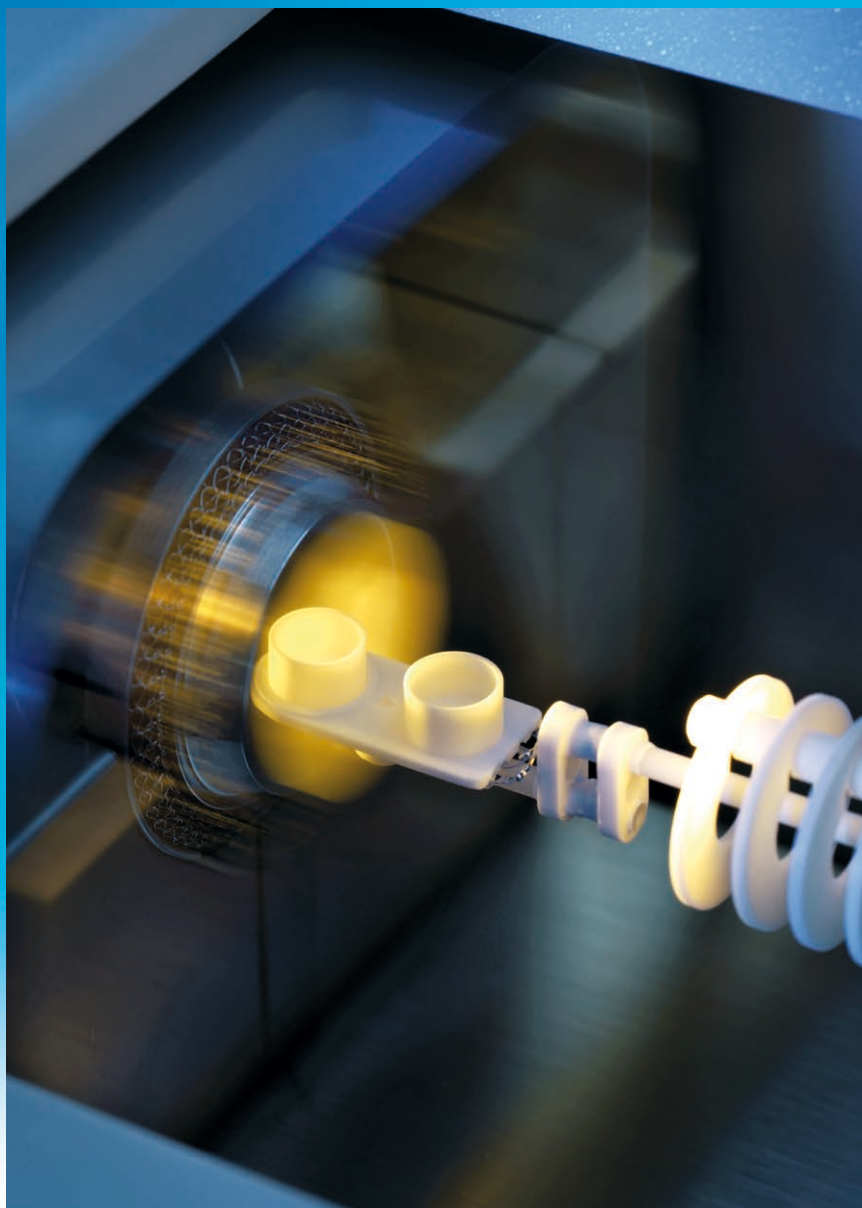


Thermal Analysis Premium



TGA/DSC 3+

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 3+ :

- **Ultra microbalance METTLER TOLEDO** – leader mondial de la pesée de précision
- **Très faible poids minimum sur des balances 5 grammes** – mesurer des échantillons avec exactitude et précision
- **Des performances inégalées** – une résolution inférieure au microgramme sur toute la plage de pesée
- **Large gamme de température** – analyser des échantillons de la température ambiante à 1600 °C
- **Mesure DSC de flux de chaleur** – pour la détection simultanée des effets thermiques
- **Cellule étanche aux gaz** – conditions ambiantes contrôlées
- **Systèmes automatisés TGA-FTIR, TGA-MS et TGA-GC / MS** – effectuer une analyse précise des gaz émis par FTIR et MS
- **Structure modulaire** – solutions adaptées aux besoins d'aujourd'hui et de demain

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



Les capteurs

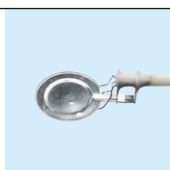
le cœur de chaque instrument



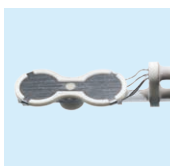
La balance : la référence METTLER TOLEDO

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

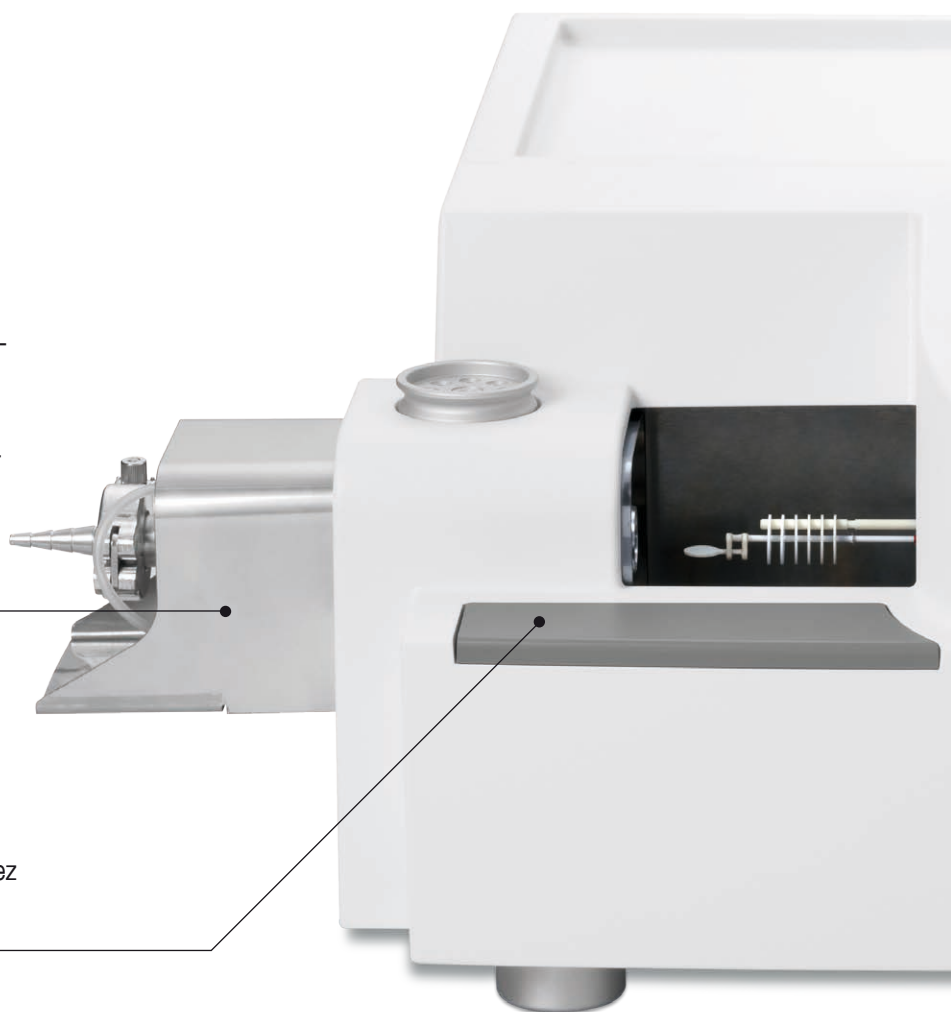
La disposition horizontale du four permet de minimiser les perturbations dues à la montée en température (gradient) et au gaz de balayage.

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.



Lancer vos analyses de routine rapidement

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.





Gamme complète dans le domaine de l'analyse thermique

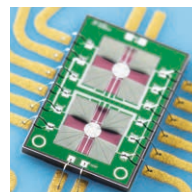
TGA



DSC



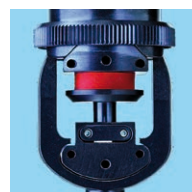
Flash DSC



TMA



DMA

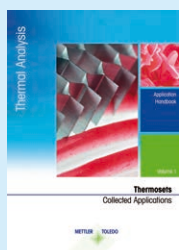


Un système complet d'analyse thermique se compose de quatre techniques qui caractérisent chacune l'échantillon d'une manière spécifique. La combinaison de toutes ces techniques facilite l'interprétation.

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

Toutes ces propriétés physiques évoluent en fonction de la température.

Le logiciel **STAR**®, moderne et complet, permet de contrôler tous les appareils d'analyse thermiques METTLER TOLEDO et d'évaluer rapidement et facilement toutes les mesures.



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.

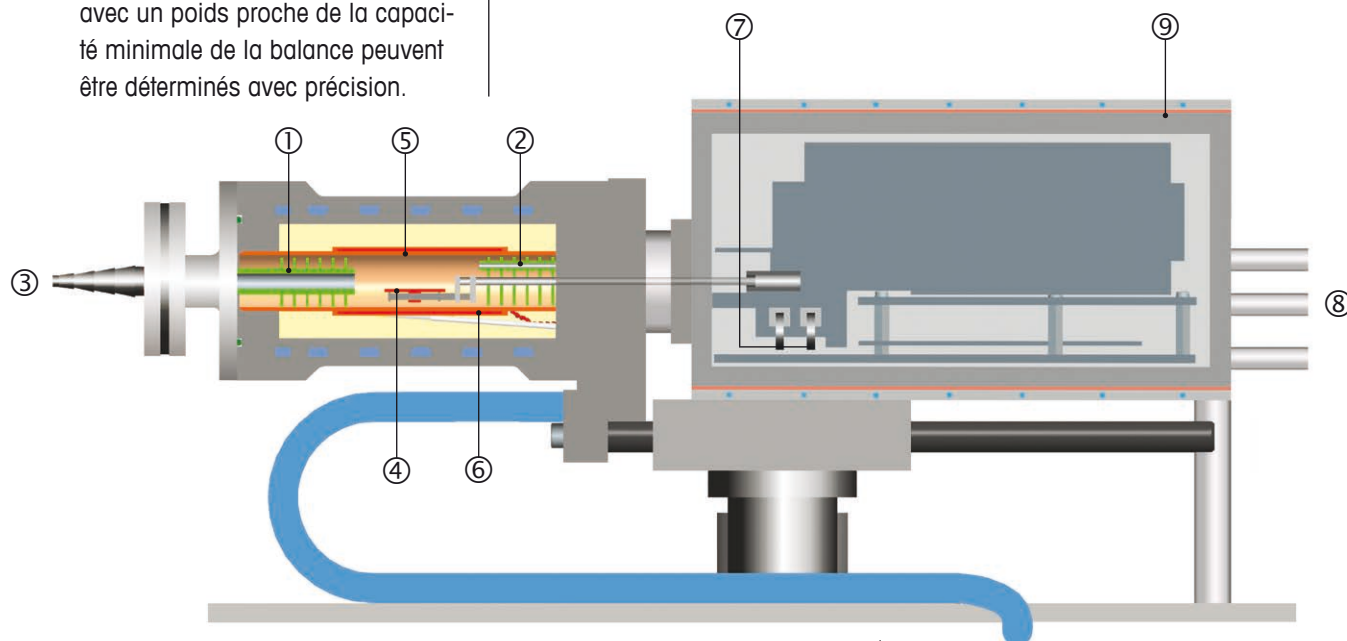
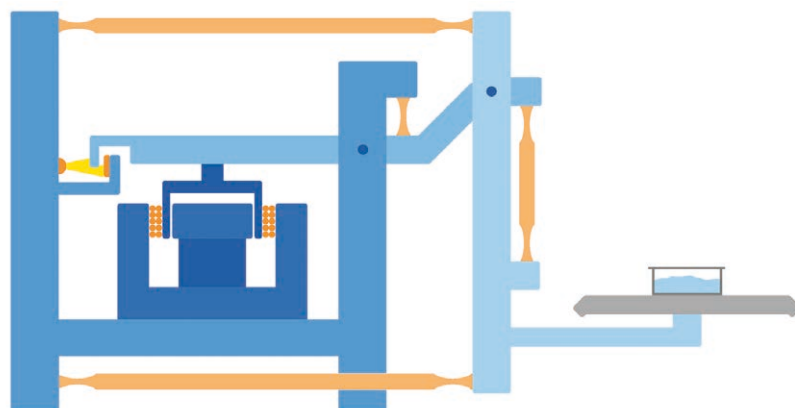
Performances de mesure exceptionnelles sur toute la plage de température

Technologie de pesage moderne

Le guidage parallèle de la balance garantit que le positionnement de l'échantillon n'a pas d'influence sur la pesée. La compensation automatique de la poussée d'Archimède élimine les mesures de « blanc » qui sont consommatrices de temps.

Performances de mesure exceptionnelles

Aucunes autres TGA ne peut mesurer en continu jusqu'à 50 millions de points de résolution – les changements de poids d'un échantillon de 5 grammes sont déterminés à 0,1 µg. Une pesée minimale performante, assure que des échantillons avec un poids proche de la capacité minimale de la balance peuvent être déterminés avec précision.



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 3+, 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 → required option	Balances				EGA (MS, FTIR, GC/MS)	Sorption	GC 301 Contrôleur de gaz	GC 401 Contrôleur de gaz
	XP1	XP1U	XP5	XP5U				
TGA/DSC 3+ (SF 1100 °C)	•	•	•	•	•		standard	optional
TGA/DSC 3+ (LF 1100 °C)	•	•	•	•	•	•	standard	optional
TGA/DSC 3+ (HT 1600 °C)	•	•	•	•	•	•	standard	optional
Périphériques en option					obligatoire	obligatoire		
Passeur d'échantillons	L'extension sans options additionnelles							

• = au choix

Nombreux accessoires pour des performances encore meilleures



Interface TGA-MS



Interface TGA-FTIR

Techniques de mesure couplées

Toutes les versions de la TGA/DSC 3+ peuvent être couplées avec un spectromètre de masse, un FTIR ou un système GC / MS. L'identification des produits de décomposition donne des informations complémentaires sur l'échantillon et permet d'interpréter les courbes de mesures avec une plus grande certitude. Pour plus de détails consulter la fiche de données EGA et la brochure TGA IST16-GC/MS.



Interface Sorption

TGA/DSC Sorption

Avec un simple accessoire, la TGA/DSC peut être convertie en quelques minutes 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.

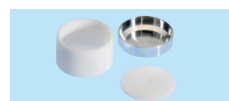
Les matériaux disponibles sont :



cuivre



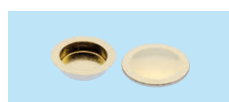
aluminium



oxyde d'aluminium



saphir



or



platine

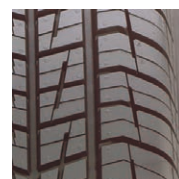
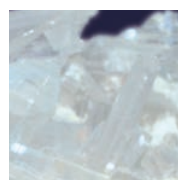
Domaine d'application très large

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.).



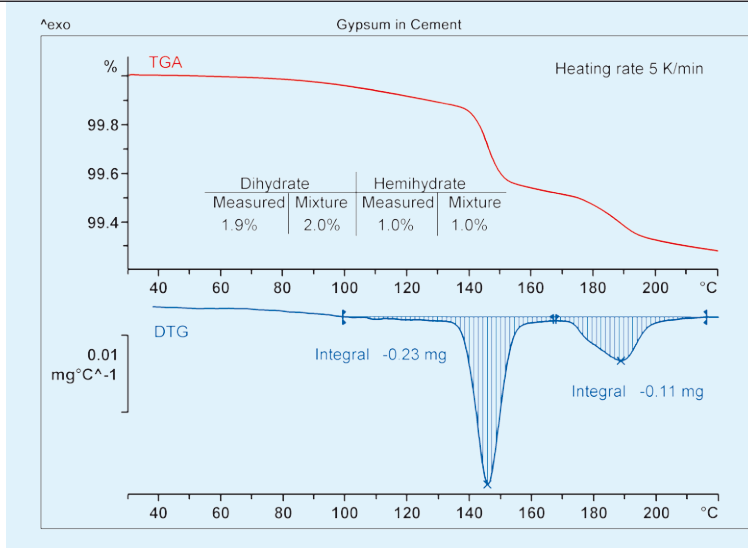
Exemples d'effets thermiques et processus déterminés par les TGA/DSC

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

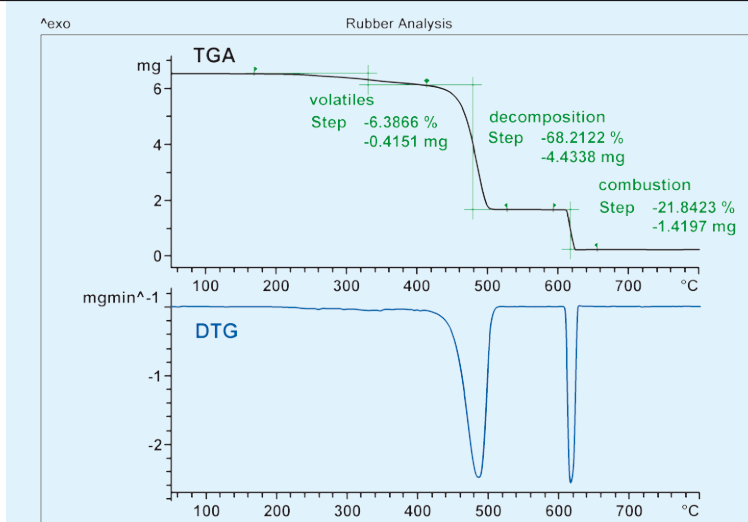
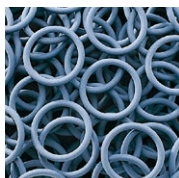
DSC

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



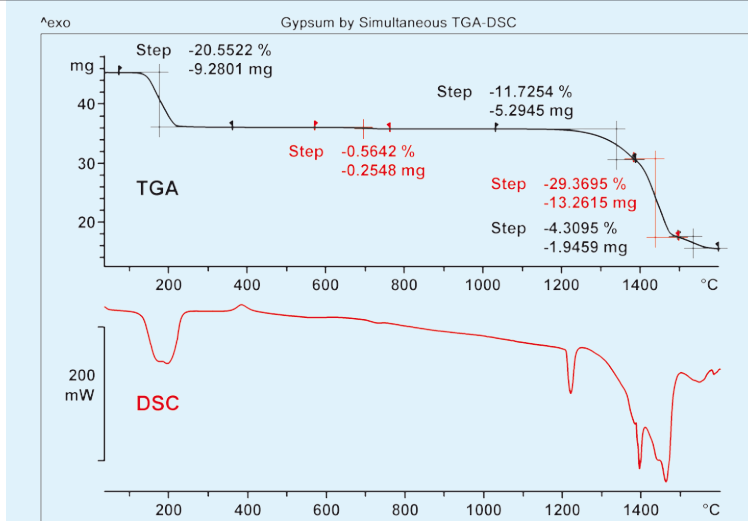
Détermination de la teneur en gypse du ciment

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.



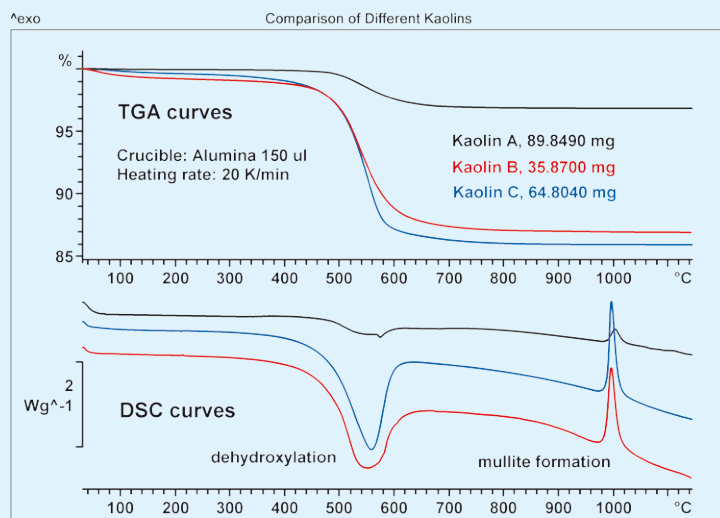
Analyse du caoutchouc SBR

Lors de l'analyse du caoutchouc, l'échantillon est tout d'abord chauffé dans des conditions inertes à 600 °C. Les composés volatils (plastifiants, huiles fréquemment) s'évaporent. La pyrolyse des polymères débute à 400 °C environ. L'atmosphère est commutée sur une atmosphère oxydante à 600 °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 %.



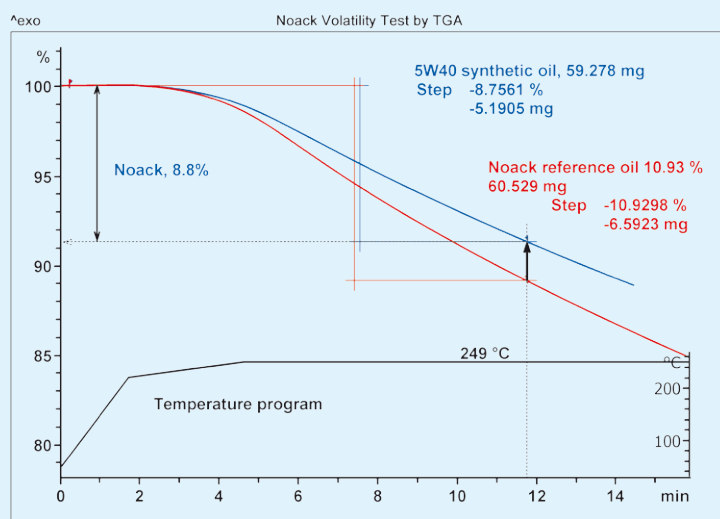
Analyse thermique du gypse

Le gypse perd l'eau de cristallisation à une température inférieure à 300 °C. Le carbonate de calcium, impureté dans le gypse, se décompose à 700 °C environ. Le sulfate de calcium se décompose en plusieurs étapes à partir de 1200 °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 °C du γ -CaSO₄ (anhydrite III) en β -CaSO₄ (anhydrite II) et du β -CaSO₄ en α -CaSO₄ (anhydrite I). L'anhydrite I fond à une température légèrement inférieure à 1400 °C, ce qui génère un pic endothermique étroit.



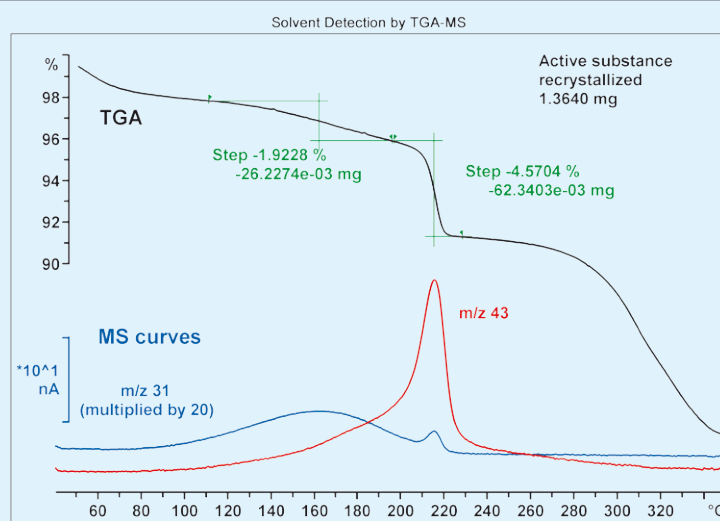
Kaolinite

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.



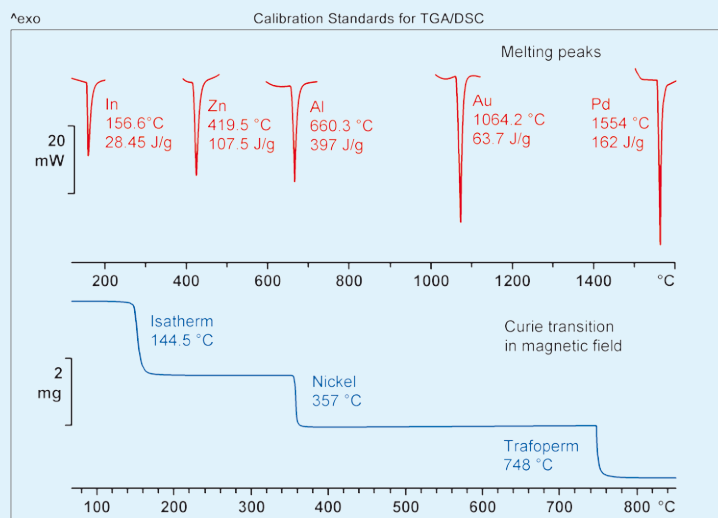
Volatilité des huiles

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 perdue 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.



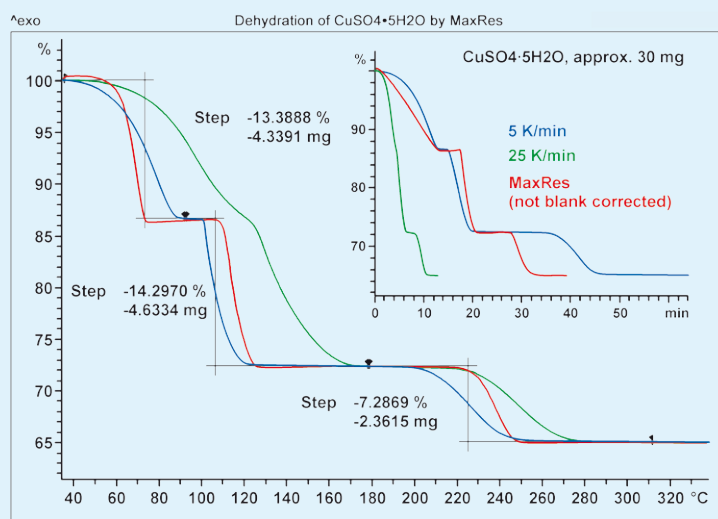
Solvant résiduel dans les substances actives pharmaceutiques

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.



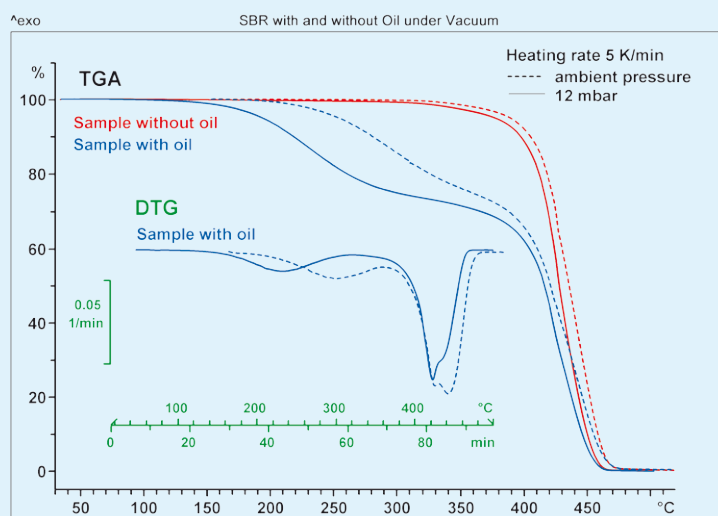
Ajustage de la température et du flux de chaleur

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 3+

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 Hé- lium	≤ 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	optionnel
MaxRes	
TGA-MS, TGA-FTIR, TGA-GC/MS	
Vide	>10 mbar
TGA sorption	no

Données sur la balance	XP1	XP1U	XP5	XP5U
Capacité maximale	≤ 1 g	≤ 1 g	≤ 5 g	≤ 5 g
Résolution	1,0 µg	0,1 µg	0,1 µg	0,1 µg
Précision de pesée	0,005 %	0,005 %	0,005 %	0,005 %
Reproductibilité de pesée	0,0025 %	0,0025 %	0,0025 %	0,0025 %
Réproductibilité	< 0,001 mg	< 0,0008 mg	< 0,002 mg	< 0,0009 mg
Pesée minimale typique ³⁾	0,19 mg	0,16 mg	0,22 mg	0,17 mg
Pesée minimale USP typique ^{3) 4)}	1,9 mg	1,6 mg	2,2 mg	1,7 mg
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	
Safety	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 ³⁾ dépend de l'environnement et de l'état de l'instrument
²⁾ suivant la configuration de l'instrument ⁴⁾ USP = United States Pharmacopeia

www.mt.com/tga-dsc

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
 © 05/2015 Mettler-Toledo AG, 30247112
 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.