

Nicolas FLOISSAT
Ingénieur Commercial
07.79.39.89.33



Comment choisir entre Compensation de Puissance et Flux de Chaleur en calorimétrie différentielle ?

Lundi 17 Juin 2024

METTLER TOLEDO



- 1** Introduction
- 2** Mettler Toledo – Plus de 60 ans d'innovations en Analyse Thermique
- 3** Etat de l'art de la calorimétrie en 2024
- 4** La DSC 5+, la nouvelle référence en matière de calorimétrie



Analyse Thermique

- Solutions de caractérisation des matériaux organiques et inorganiques



Spectrophotométrie UV/Vis

- Instruments adaptés à la chimie comme aux sciences de la vie



Pipetage

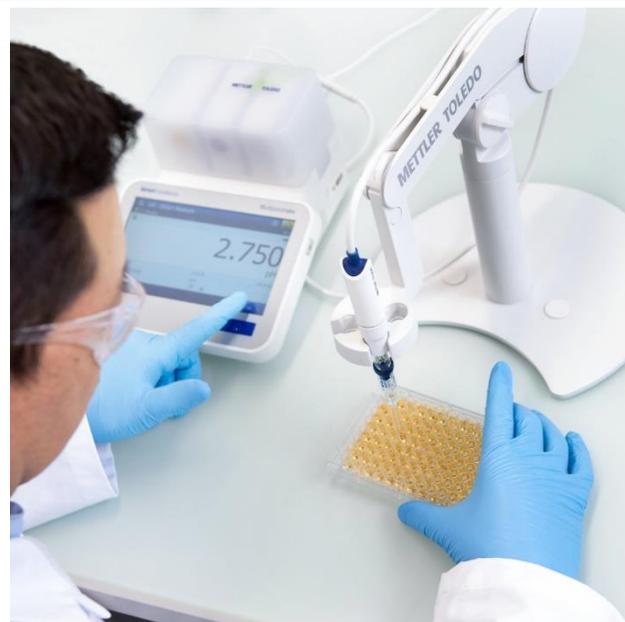
- Solutions de pipetage ergonomiques et innovantes à la répétabilité optimale



Solutions de pesage

- Le Coeur de l'expertise METTLER TOLEDO au service de la recherche





Titration et Karl Fischer

- Conception modulaire et adaptation parfaite à vos applications



Conductivité et pHmétrie

- Appareils de mesure complets, compacts, robustes et portatifs



Valeurs physiques

- Densité, indice de refraction, indice Brix, point de fusion et point de goutte



Chimie automatisée

- Synthèse et suivi *in situ* de réactions pour des applications de synthèse organique, d'étude cinétique, de cristallisation & d'émulsion



La maîtrise du budget

Offre tarifaire adaptée associée à des coûts de fonctionnement réduits



Une interlocutrice dédiée

Adapter nos solutions laboratoire en adéquation à vos besoins et selon vos retours d'expérience



Le partage scientifique

Echanger entre pairs et experts pour bénéficier des dernières avancées technologiques



Mathilde Liaudin

Directrice Grands Comptes
Enseignement et Recherche publique

Mettler-Toledo SAS

18/20 avenue de la Pépinière
78220 Viroflay, France
Tél: +33 6 89 86 26 52
mathilde.liaudin@mt.com
<https://www.mt.com/Academia>

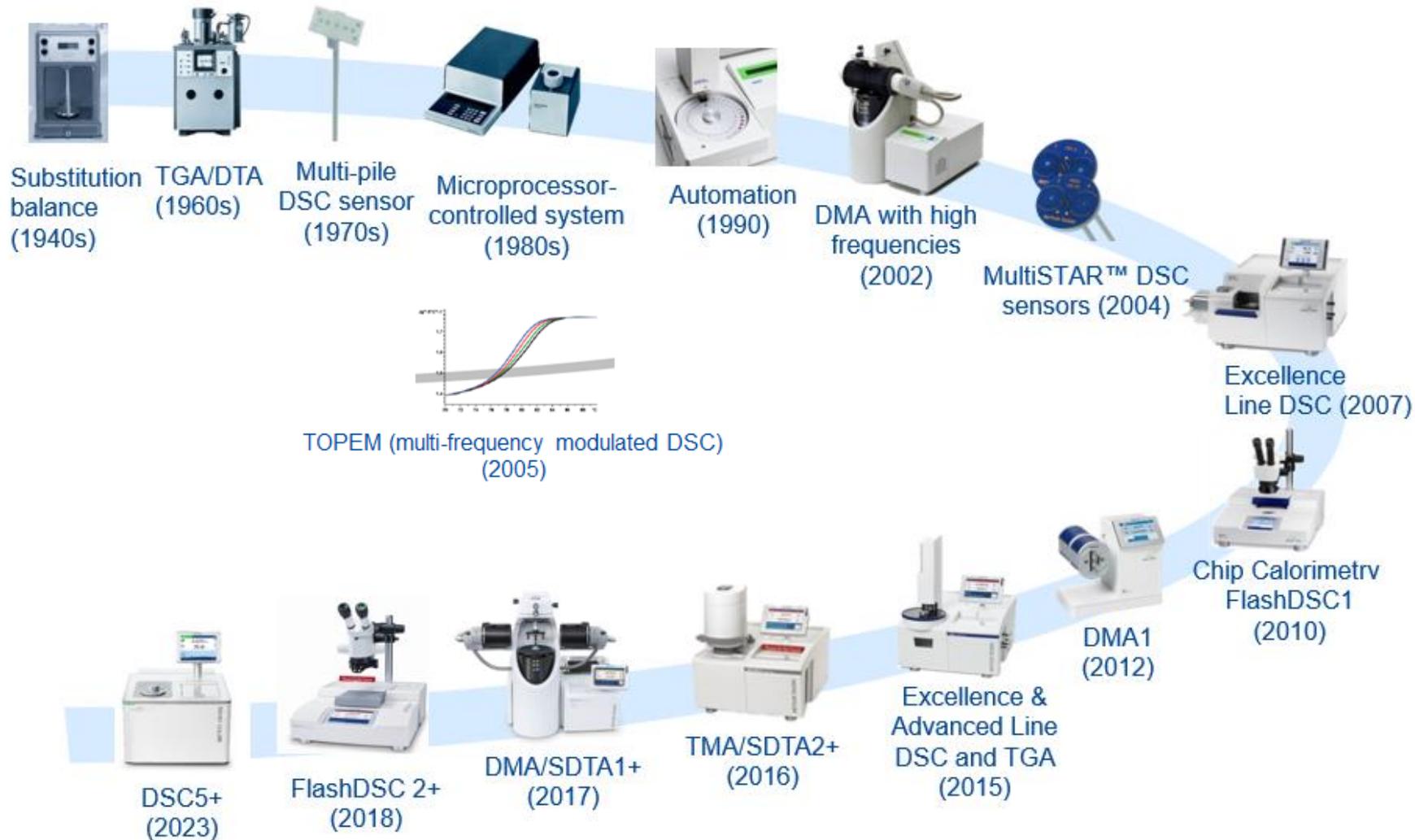


Recherche publique & Enseignement

Offre spéciale académique 2024

- 1 Introduction
- 2 Mettler Toledo – Plus de 60 ans d'innovations en Analyse Thermique**
- 3 Etat de l'art de la calorimétrie en 2024
- 4 La DSC 5+, la nouvelle référence en matière de calorimétrie

Mettler Toledo développe en 1964 le premier système d'Analyse Thermique TGA/DTA. Depuis cette date, Mettler Toledo développe continuellement de nouvelles technologies pour faire avancer l'Analyse Thermique



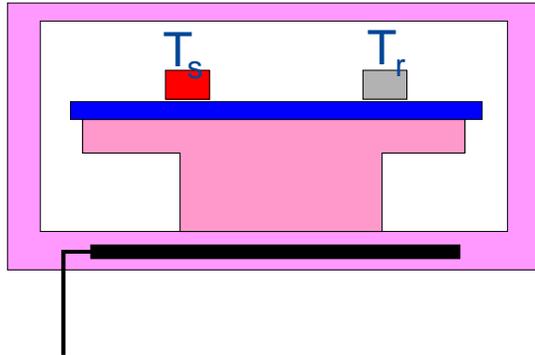
Historique des capteurs Mettler Toledo

- 1964  Capteur DTA
- 1971  **1er Capteur DSC**, 10 thermocouples Or-Nickel sur support en verre
- 1987  Capteur métallique Chrome – Nickel (encore utilisé sur certaines DSC du marché)
- 1995  Mettler Toledo abandonne les capteurs métalliques pour s'orienter sur une technologie de **capteur céramique multi-thermocouples** (56)
- 2004  Version multicouches avec 120 thermocouples pour une sensibilité inégalée
- 2011  1er Capteur Chip à puce pour la Flash DSC en **mode compensation de puissance**
- 2023  **MMS 1 – Nouvelle generation de Capteur (5 couches)**

- 1 Introduction
- 2 Mettler Toledo – Plus de 60 ans d'innovations en Analyse Thermique
- 3 **Etat de l'art de la calorimétrie en 2024**
- 4 La DSC 5+, la nouvelle référence en matière de calorimétrie

2 types de technologie DSC: Flux de chaleur & Compensation de puissance

DSC Flux de chaleur



Le DSC mesure la différence de flux de chaleur entre l'échantillon et la référence.

Mesuré en mode "flux de chaleur" : $\Delta T = T_s - T_r$

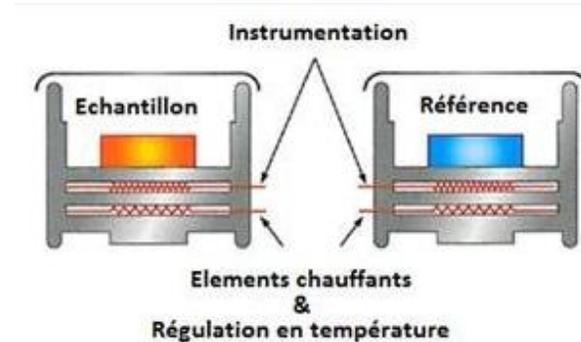
Avantages

- Ligne de base stable et plane
- Grand four pour petits et grands volumes d'échantillon
- Solution facilement automatisable
- Parfaitement adapté pour des mesures d'OIT

Limitations

- Constante de temps élevée
- Mesure du flux de chaleur indirecte

DSC Compensation de puissance



Les résistances compensent les changements de température. L'objectif est : $\Delta T = T_s - T_r = 0$

Avantages

- Haute résolution
- Mesure directe du flux de chaleur
- Petits fours pour des vitesses de chauffe/refroidissement très élevées

Limitations

- Uniquement de faibles volumes
- Stabilité de la ligne de base
- Perturbé par la dégradation (OIT) ou l'évaporation

- 1 Introduction
- 2 Mettler Toledo – Plus de 60 ans d'innovations en Analyse Thermique
- 3 Etat de l'art de la calorimétrie en 2024
- 4 **La DSC 5+, la nouvelle référence en matière de calorimétrie**

Bénéficiez du meilleur des modes Flux de chaleur et Compensation de puissance

DSC Flux de chaleur

Avantages

- Ligne de base stable et plane
- Grand four pour petits et grands volumes d'échantillons
- Parfaitement compatible avec des mesures d'OIT
- Solution facilement automatisable

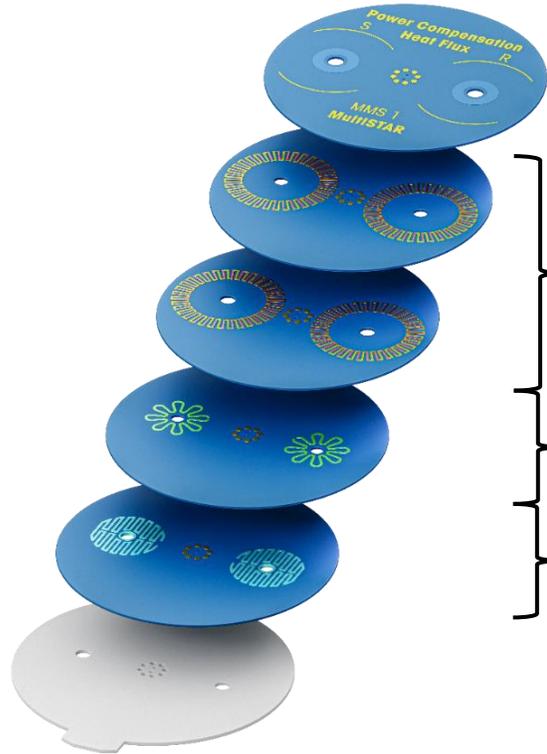
DSC Compensation de puissance

Avantages

- Très faible constante de temps – Haute résolution
- Mesure directe du flux de chaleur
- Petits fours pour des vitesses de chauffe et de refroidissement très élevées



Combine les deux technologies dans une seule DSC



136 thermocouples répartis sur 2 couches: $\Delta T = T_s - T_r$

Les positions échantillons et références disposent de résistances localement pour maintenir $\Delta T = T_s - T_r = 0$

Des capteurs de température (Pt50) mesurent la chaleur provenant du four et des résistances

Mode « Flux de chaleur »

Mode « Compensation de puissance »

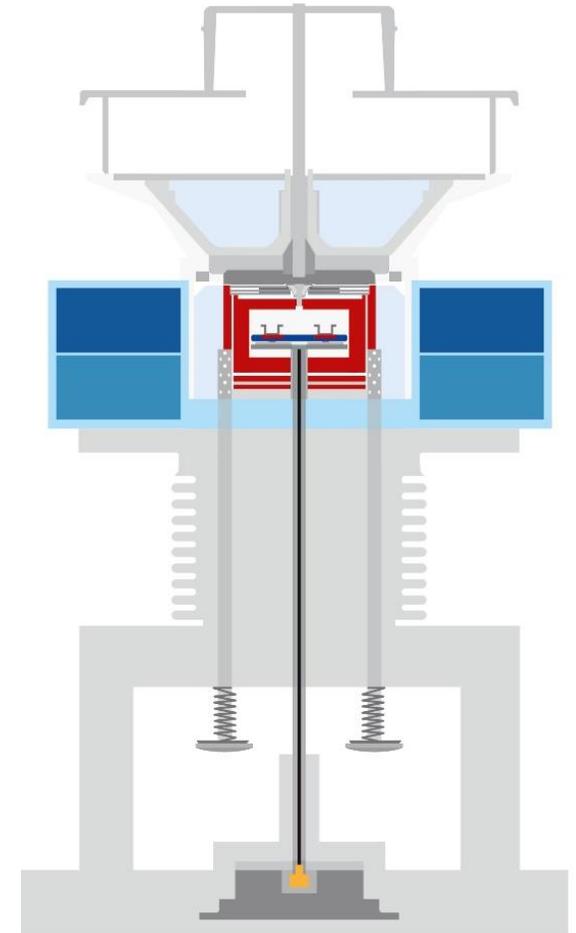
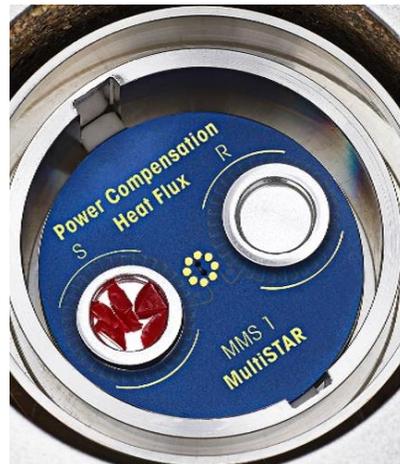
Capteur avec matrice céramique, plus robuste pour résister sous oxygène à 700°C

- Empêcher l'oxydation pour augmenter la durée de vie du capteur et les performances dans le temps
- Pyrolyse plus efficace pour ainsi éviter le nettoyage manuel



Compensation de Puissance et Flux de chaleur

- **FlexMode™** : Flux de chaleur ou Compensation de puissance pour des performances optimales
- **Flux de chaleur – MMS1 avec 136 thermocouples** : Sensibilité, Stabilité de la ligne de base, bruit de fond extrêmement bas → detection des transitions et des évènements thermiques les plus faibles
- **Compensation de puissance** : constante de temps très faible → excellente resolution capable de séparer les évènements thermiques les plus proches



RNA/Protein (1 mg/ml) in TE buffer (10 mM Tris - 1 mM EDTA, pH 8.0)

Heat Flux

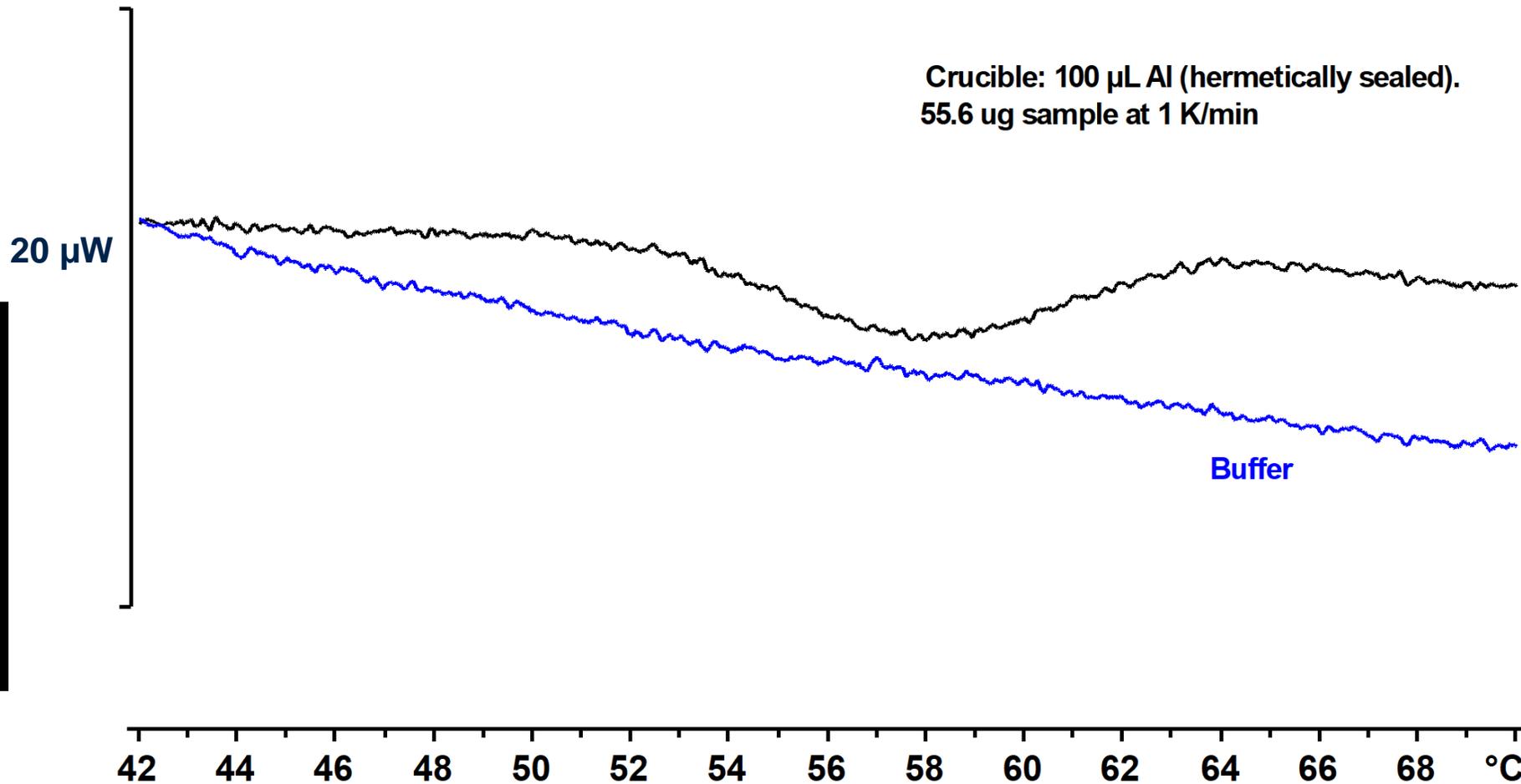
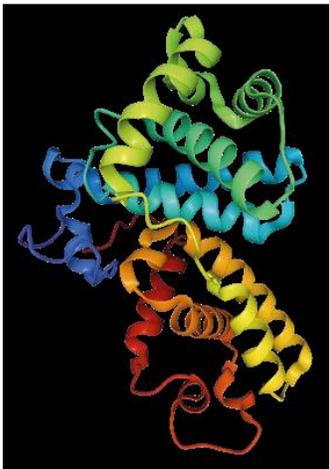
↑
exo

Crucible: 100 μ L Al (hermetically sealed).
55.6 μ g sample at 1 K/min

20 μ W

Buffer

42 44 46 48 50 52 54 56 58 60 62 64 66 68 °C



Liquid crystal

↑ exo

10
mW

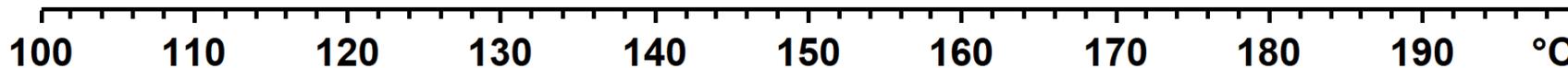
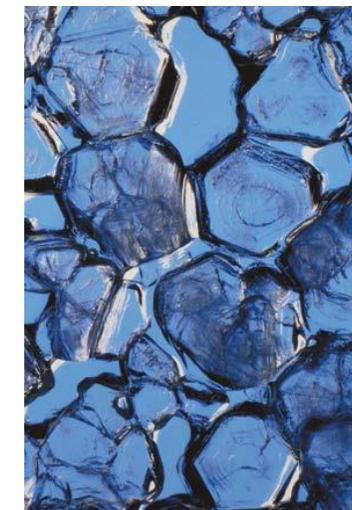
normalized Peak	-26.78 Jg ⁻¹	146.20 °C
normalized Peak	-26.63 Jg ⁻¹	146.20 °C
normalized Peak	-26.52 Jg ⁻¹	146.04 °C
normalized Peak	-26.51 Jg ⁻¹	146.04 °C
normalized Peak	-26.53 Jg ⁻¹	146.04 °C
normalized Peak	-26.59 Jg ⁻¹	146.04 °C
normalized Peak	-26.57 Jg ⁻¹	146.04 °C
normalized Peak	-26.63 Jg ⁻¹	146.04 °C
normalized Peak	-26.54 Jg ⁻¹	146.04 °C
normalized Peak	-26.51 Jg ⁻¹	146.04 °C

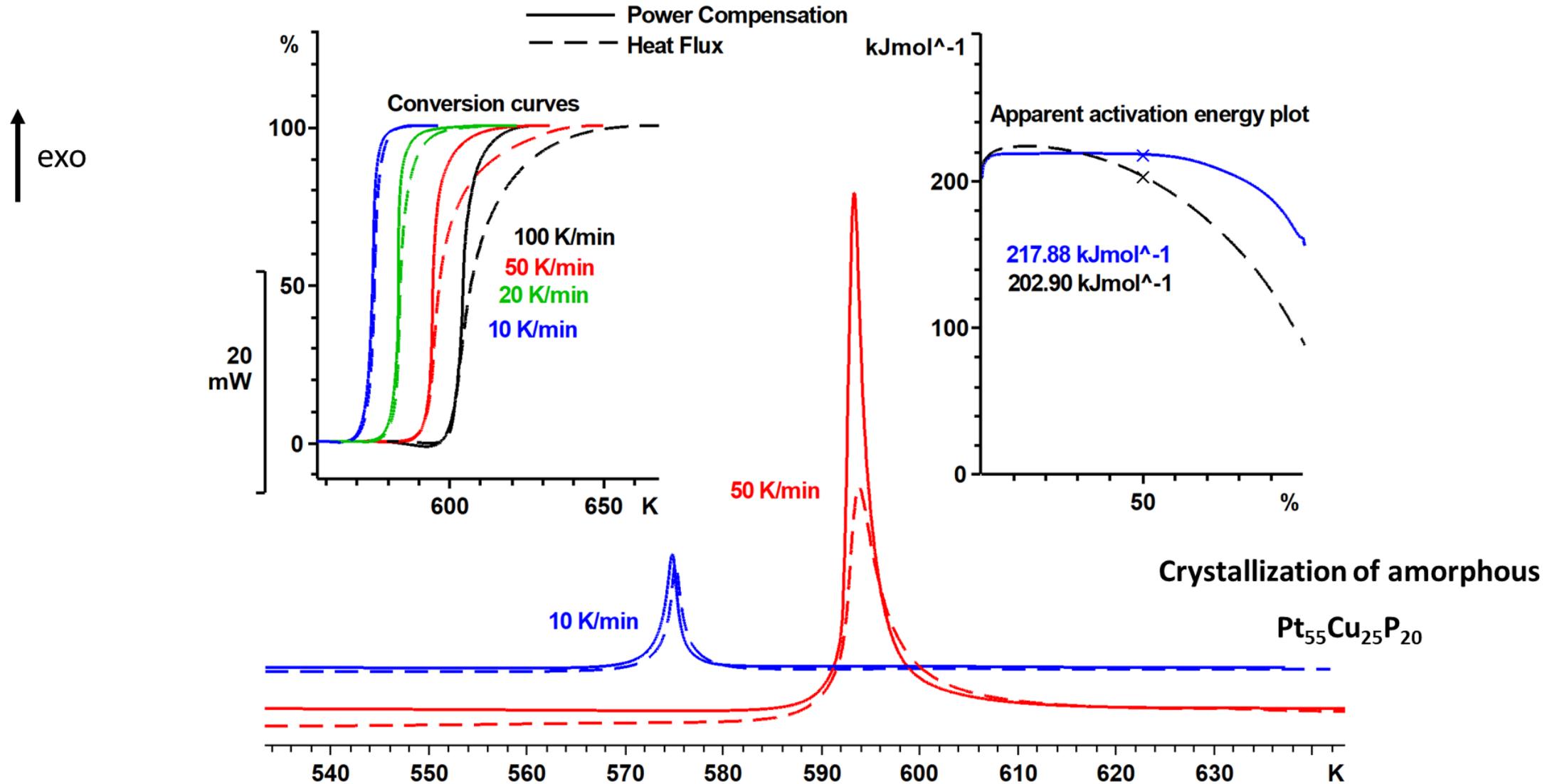
Sample: BCH-52, 6.4630 mg
Heating rate: 10 K/min

Specific enthalpy (26.56 +/- 0.05) J/g
relative standard deviation: 0.2%

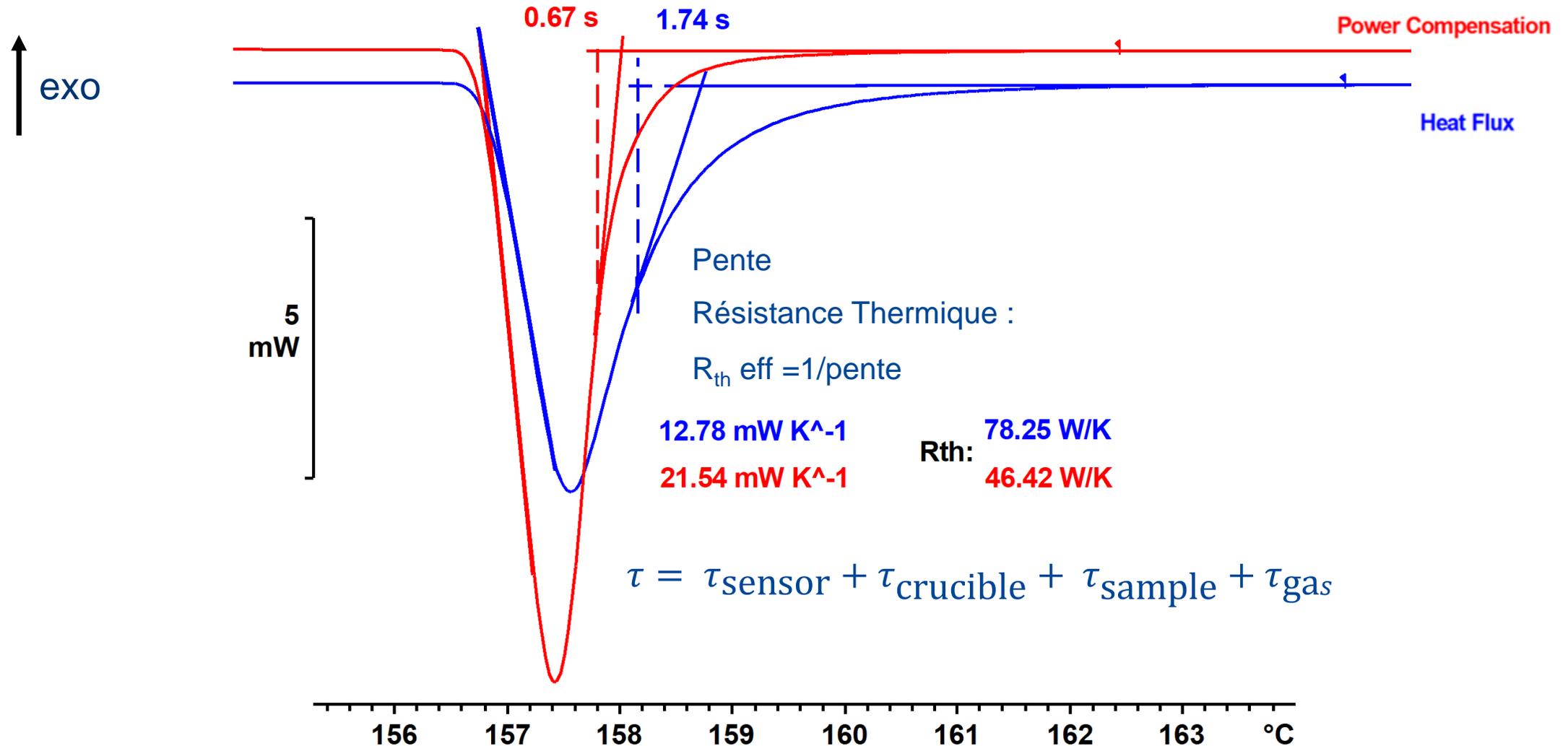
Sample was removed after each measurement.

Power compensation mode

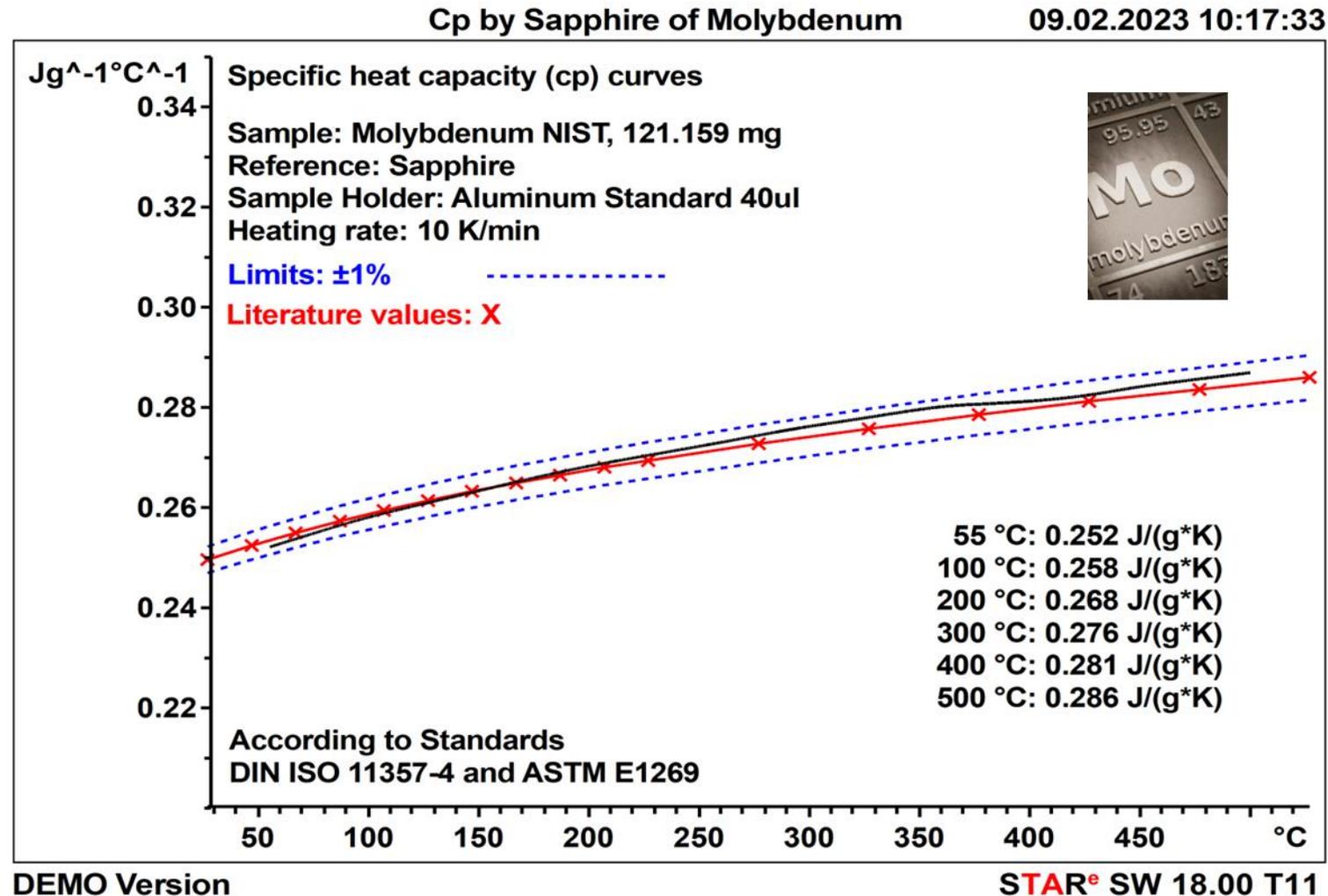




Echantillon de 1 mg à 20K/min, dans un creuset Al de 20 μ l, sous un flux d'azote

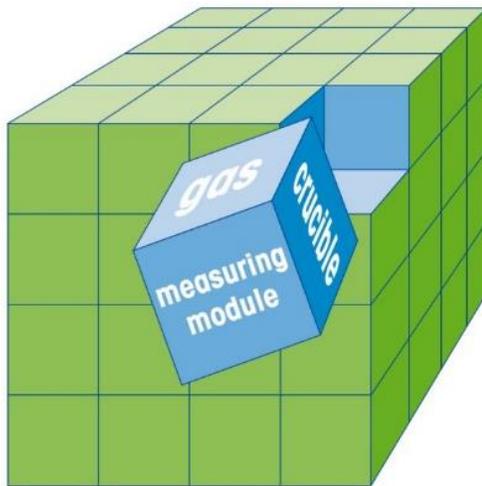


Justesse de Mesure du Cp < 1 %

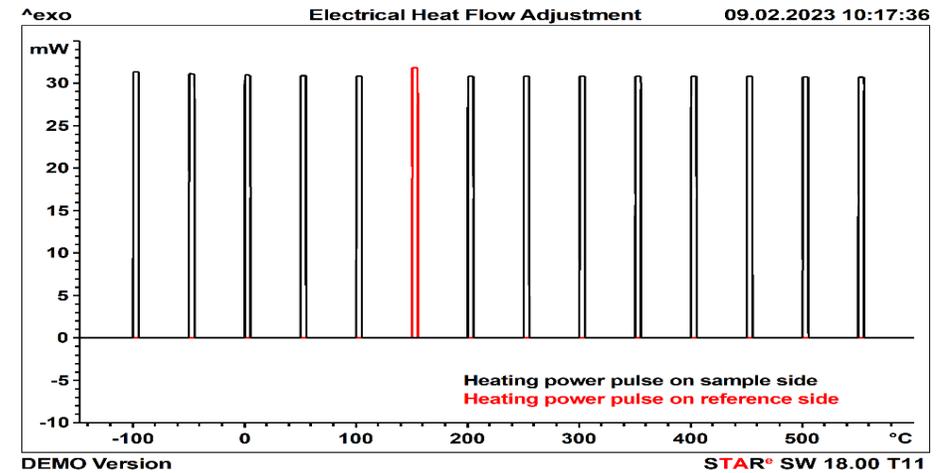


- *Mesure cp directe*
- *Calibrage électrique*

Productivité inégalée en combinant FlexCal™ et l'ajustage électrique

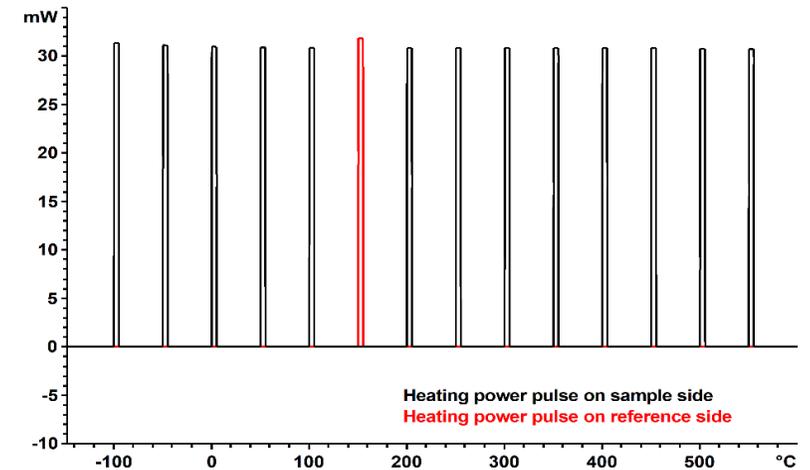
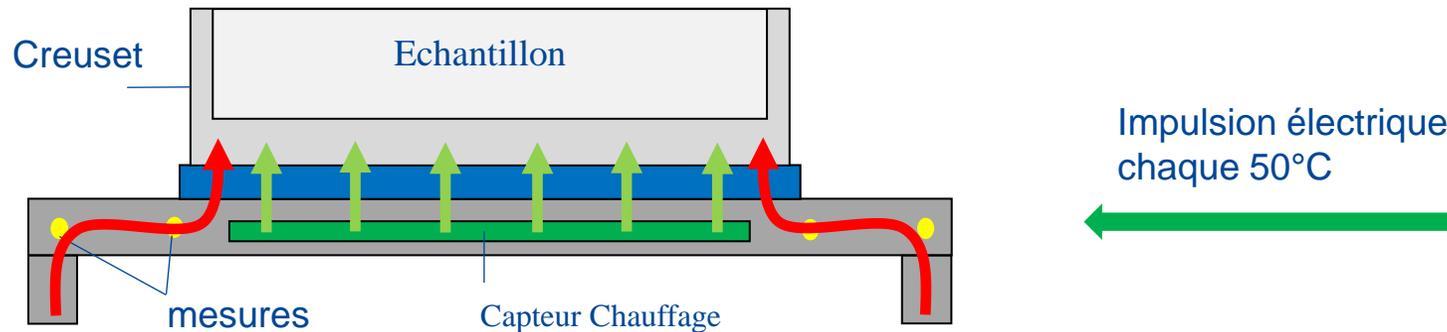


FlexCal™



Ajustage électrique

Ajustage électrique HF, plus facile et plus précis



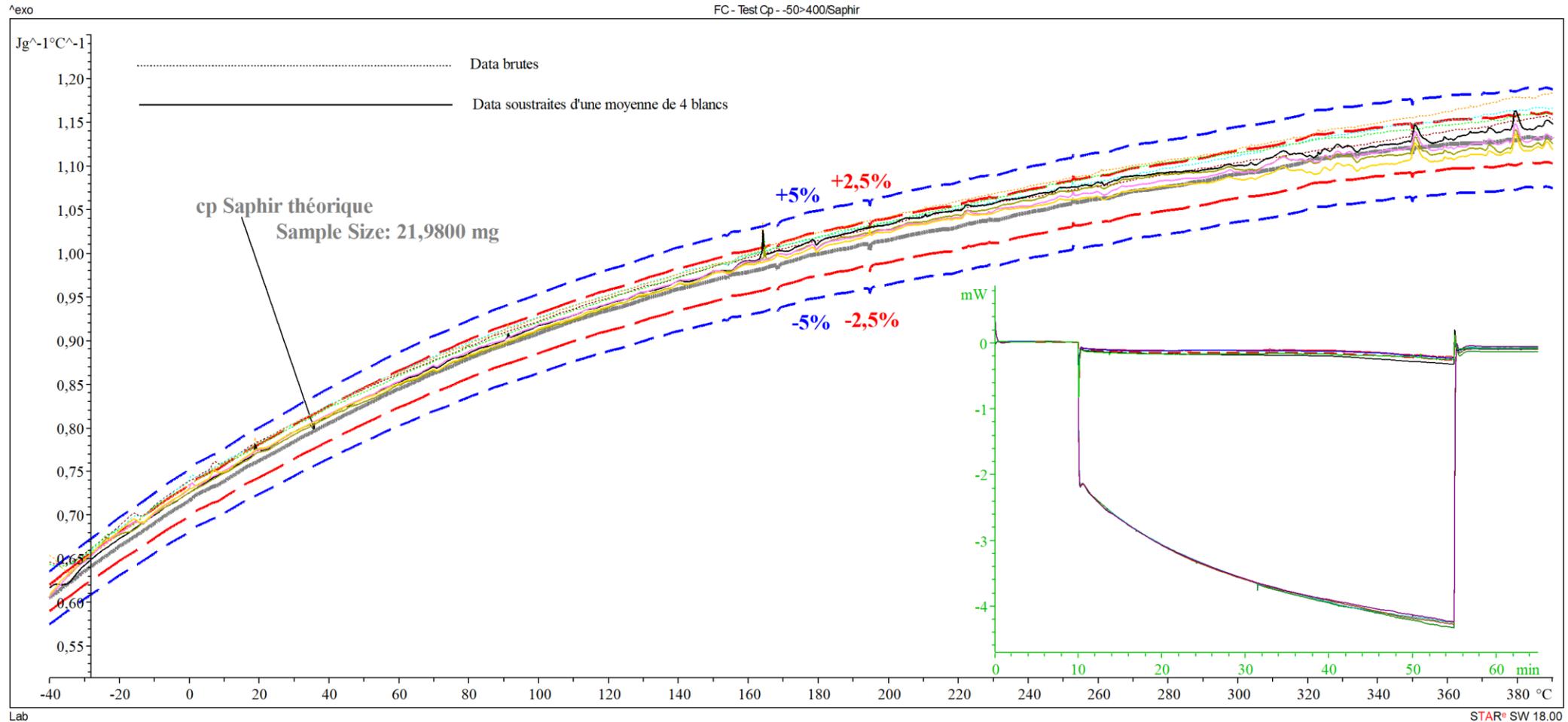
Les chauffages du capteur sont utilisés pour l'ajustage électrique en flux de chaleur. Au lieu d'utiliser des substances références, des impulsions électriques sont appliquées.

Bénéfices :

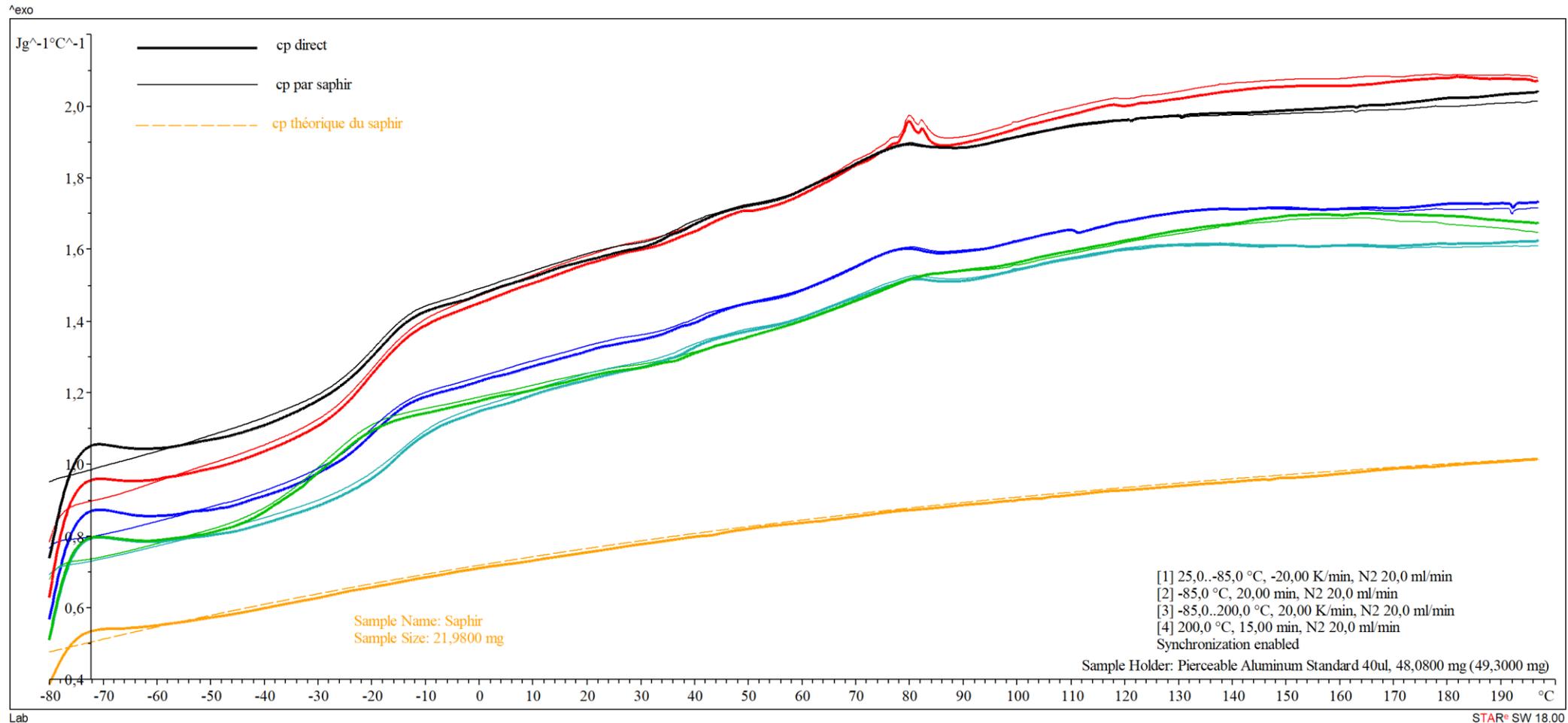
- Procédure d'ajustement automatique
- Un point de mesure tous les 50°C couvrant toute la plage de mesure
- Pas de préparation d'échantillon ni d'erreur possible par l'utilisateur

L'ajustage électrique permet au capteur de s'ajuster avec **précision en flux de chaleur sur toute la plage de température**. Cela conduit à une DSC parfaitement ajustée.

Répétabilité de Mesure du Cp < 3 %



Mesure cp sur des élastomères



Une productivité supérieure

- 3 axes de liberté pour gérer les creusets échantillon et référence
 - Jusqu'à 96 échantillons et 7 références différentes
 - Deux plateaux de stockage : creusets de 20 μ L à 160 μ L
 - Possibilité de retirer/percer les couvercles
 - Une Poubelle pour limiter les contaminations croisées
 - Fonction "One-Click" pour un lancement rapide des analyses
-
- **Innovation avec la chambre d'échantillonnage purgée par un gaz** - protège les échantillons de l'environnement pour une utilisation de manière fiable 24h/24.



Plusieurs combinaisons

Combi-Cooler – couverture de toute la plage de température (de -155 à 700°C) en combinant l'utilisation d'un intracooler et de l'azote liquide

- Le système passe automatiquement du mode IC ou azote liquide en accord avec la méthode écrite dans **STARe**
- Réduction et optimisation de la consommation en azote liquide

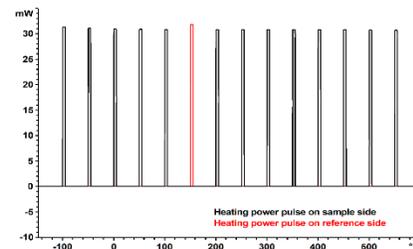
Trois configurations disponibles :

- Air : de 25 à +700 °C
- Intracooler : de -85 °C à +700 °C
- Combi cooler avec LN₂ + IC : de -155 à +700 °C



Le nouveau Standard

- FlexMode™, compensation de puissance ou flux de chaleur
- Capteur HF MultiSTAR™ avec 136 thermocouples - haute sensibilité
- Compensation de puissance - haute résolution
- Ajustage HF électrique breveté
- FlexCal™ & Ajustage électrique : Calibrage et ajustage simplifiés
- Robot repensé avec chambre d'échantillonnage inertée
- Flexibilité avec la combinaison Combi-Cooler (IC + LN2)





Merci pour votre attention

METTLER TOLEDO

Votre temps est précieux, ne pensez plus au calibrage mais seulement à vos analyses !

FlexCal® , pour un étalonnage simple et flexible

Pour chaque combinaison de paramètres (Vitesse, nature du creuset, gaz) le logiciel conserve un enregistrement des données d'étalonnage complet.

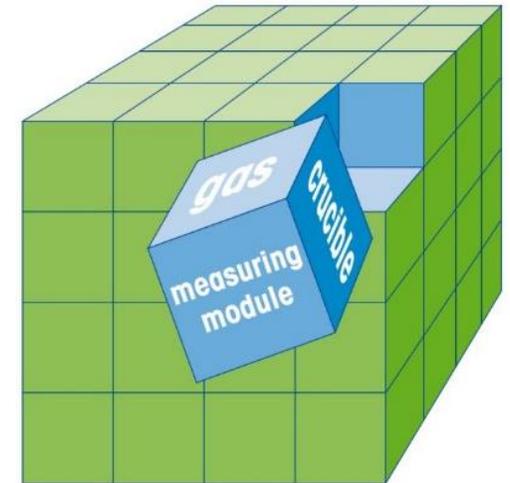
Creuset

- FlexCal® vous permet d'utiliser pleinement toute notre gamme de creusets en fonction de votre échantillon.

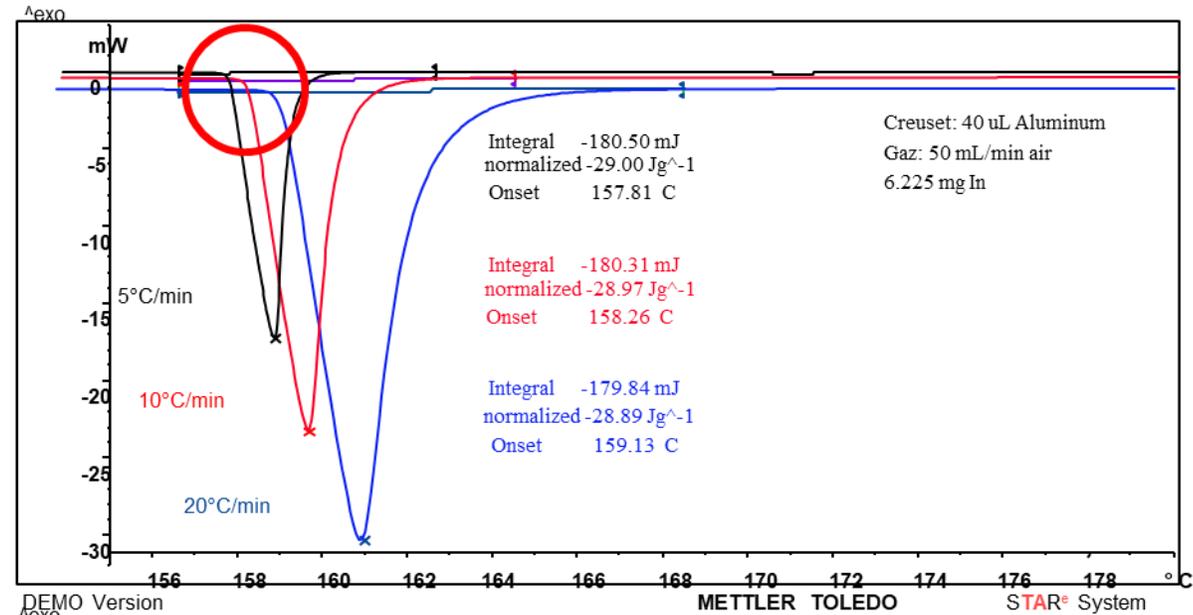
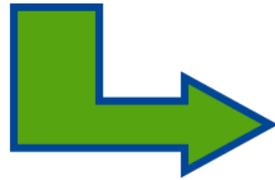
Gaz

- L'utilisation de différents gaz (inerte ou oxidant) peut être pertinent pour vos analyses et grâce à FlexCal® ne nécessite pas de calibrage spécifique

FlexCal® vous permet de maximiser votre temps pour l'analyse des échantillons.



AVANT Calibrage total...



... APRES Calibrage total

