

Protocole Analyse Thermogravimétrique (TGA)

1. Méthode

La thermogravimétrie (TGA) est une technique permettant de mesurer le changement de masse d'un échantillon sous une variation de température (chauffe ou refroidissement), ou sur un palier de température. Cette mesure permet de caractériser la composition du matériau.

2. Recommandations générales

- Lorsqu'une perte de masse importante est attendue (> 50 [%]), 5 [mg] de poudre suffisent à la mesure.
- Si une perte de masse de 5 à 20 [%] est attendue, 10-20 [mg] de poudre suffisent.
- Les nanopoudres doivent être manipulées sous la hotte.
- Si le matériau se décompose en libérant une grande quantité de gaz, cela peut mener à l'expulsion de l'échantillon hors du creuset. Dans ce cas, le creuset ne doit pas être rempli à plus de 20 [%].
- Si l'échantillon forme une phase liquide au cours de la mesure, l'utilisateur doit s'assurer que cette phase ne réagit pas avec le creuset (en général, l'alumine). Sinon, la mesure ne doit pas dépasser la température de fusion – 30 [°C].
- Si l'échantillon est sensible à l'humidité ou à l'oxygène, la masse de départ peut être différente de celle mesurée (du fait du temps passé sur le porte échantillon). Ceci doit être pris en compte pour l'interprétation de la mesure.

3. Equipement

- Instrument: Mettler Toledo TGA/SDTA 851e (plus d'informations sur <http://us.mt.com/home>);
- Robot automatique (34 échantillons);
- Creusets en alumine (généralement 150 [µL]).

4. Protocole

Définir une méthode

- Démarrer le logiciel STARe software (username : LTP / password: pas de mot de passe)
- Dans la fenêtre de gauche, aller sur "Editeur de routine"
- Dans le menu Méthode, choisir "Nouvelle"
- Sélectionner "Ajouter dyn" pour définir une étape de chauffe ou de refroidissement
 - o Introduire la température de départ dans "Température de:"
 - o Introduire la température finale dans "Température finale:"
 - o Introduire la vitesse de chauffe/refroidissement dans "Vitesse de chauffe:"
 - o Introduire le gaz utilisé pour la mesure dans "Gaz du segment" (en général 30 [mL/min]).
- Sélectionner "Ajouter iso" pour définir un plateau de température
 - o Introduire la température du plateau dans "Température finale"
 - o Introduire la durée du plateau dans "Durée"
- Ajouter autant d'étapes que nécessaire pour l'analyse

- Choisir le type de creuset dans “Creuset”: généralement, on utilise Oxyde aluminium 150 [µL]
- Sauver avec “Enregistrer”. Donner un nom à la méthode ainsi créée, puis OK.

Démarrer la mesure

- Placer l’arrivée de gaz choisi (air, N₂...) à l’entrée de l’appareil
- Sur l’appareil de mesure, presser le bouton avec le signe représentant 2 bouteilles, et ajuster le flux gazeux à la valeur désirée. Ensuite, presser ce bouton plusieurs fois jusqu’à voir apparaître l’indication de température.
- Placer les creusets vides sur le plateau du robot automatique
 - o Toujours ajouter un creuset vide à une série de mesure pour faire le blanc
 - o Reposer le couvercle avec précaution
- Démarrer le logiciel STARe software (username : LTP / password: aucun)
- Dans la fenêtre de gauche, aller sur “Expériences sur module”
- Avec un clic droit, sélectionner “Vider la liste des expériences”, pour effacer la liste des mesures précédentes
- Dans la fenêtre de gauche, aller sur “Editeur de routine”
- Dans le menu “Méthode”, choisir “Sélectionner”. Choisir la méthode (comme définie précédemment) dans la liste. Cliquer sur “Ouvrir”
- Nommer le premier échantillon dans “Nom d’échantillon”, et sélectionner sa position sur le robot automatique (101...). Cliquer sur Reset, puis sur “Envoyer expérience”
- S’il y a plusieurs échantillons pour la même méthode, indiquer leur nom et leur position, et cliquer sur “Envoyer expérience” à chaque fois
- Le dernier échantillon doit être un blanc
- Une fois que tous les échantillons ont été rentrés, aller sur “Expériences en file d’attente” dans le menu de gauche. Sélectionner tous les échantillons avec la souris, et avec un clic droit, sélectionner “Pesée automatique”, puis “Creusets”, puis OK. La pesée des creusets vides démarre (environ 2 [min] par échantillon).
- Lorsque tous les creusets vides ont été pesés, les enlever du robot, et les remplir avec la poudre. Placer ensuite les creusets remplis *à leur position de départ*, et refermer le couvercle.
- Aller sur “Expériences en file d’attente” dans le menu de gauche. Sélectionner tous les échantillons *sauf le blanc*, et avec un clic droit, sélectionner. “Pesée automatique”, puis “Echantillon”, puis OK. La pesée des creusets contenant la poudre démarre (environ 2 [min] par échantillon).
- Une fois toutes les pesées effectuées, aller sur le menu "Contrôle", puis "Démarrer expérience". Une nouvelle fenêtre apparaît donnant les résultats de la mesure en temps réel. Le temps de l’analyse est indiqué (ce temps n’inclue pas le temps de refroidissement, qui vaut à peu près celui de la chauffe).

5. Présentation des résultats, stockage des données, traitement des données

Pour traiter les données

- Aller dans le programme STARe et sélectionner “Fonctions / fenêtre exploitation”. Ouvrir “Fichier/Ouvrir courbe”. Sélectionner une expérience et le blanc en même temps, avec la touche CTRL, et cliquer sur “Ouvrir”
- Sélectionner d’abord la courbe de l’échantillon analysé, puis la courbe du blanc, en pressant la touche CTRL
- Aller dans le menu “Math”, sélectionner “Soustraire courbes”. Le blanc est soustrait de la courbe de l’échantillon analysé
- Sélectionner la nouvelle courbe (échantillon-blanc). Aller dans le menu “TA”, et choisir “Rapporter à la taille d’échantillon”. La mesure est maintenant présentée en [%]
- Sélectionner la courbe de l’échantillon et la courbe du blanc en pressant la touché CTRL, et avec un clic droit choisir “Découper”
- Arranger l’échelle sur les axes x et y en double cliquant dessus
- Sélectionner la courbe (échantillon-blanc). Aller dans le menu “Math”, sélectionner “Dérivée 1ère”. La courbe dérivée est alors tracée, ce qui permet d’identifier plus aisément les différents phénomènes relatifs à la variation de masse
- Sélectionner la courbe (échantillon-blanc). Aller dans le menu “TA”, choisir “Palier horizontal”. Placer le premier curseur au début de la courbe, et le second curseur à la fin de la courbe: la variation de masse globale apparaît alors sur le graphique.
- La couleur de chaque segment peut être changée par un double clic sur celui-ci

Imprimer les résultats

- Aller sur “Fichier”, “Aperçu graphique avant impression”, et “Imprimer” (ne jamais faire imprimer directement, cela entraîne l’impression des données, et non du graphique)

Exporter les résultats

- Aller sur “Fichier”, “Importer/Exporter” “Exporter autre format”, et sauvegarder le document comme [Powder-Lotn°-TGA-Experimentn°-Operator.txt](#)
- Aller sur “Fichier”, “Aperçu graphique avant impression”, et “Imprimer”. Choisir PdfCreator, et sauvegarder comme [Powder-Lotn°-TGA-Experimentn°-Operator.txt](#)

Stocker les données

- Copier le PDF et le fichier TXT.
- Aller à \\Ltpc40\powderfiles. Copier le dossier *Powderfiles*. Le coller dans le dossier correspondant à votre projet, et le renommer comme [Powder-Lotn°](#).
- Coller les fichiers TXT et PDF dans les dossiers [Project/Powder-Lotn°/TGA/Data and PDF](#) respectivement.

Traitement des données

- Aller à \\Ltpc40\powderfiles. Dans le dossier [Project/Powder-Lotn°](#), ouvrir la feuille Excel “Powdersheet.xls”
- Cliquer sur le bouton TGA, et suivre les instructions données dans la feuille Excel.