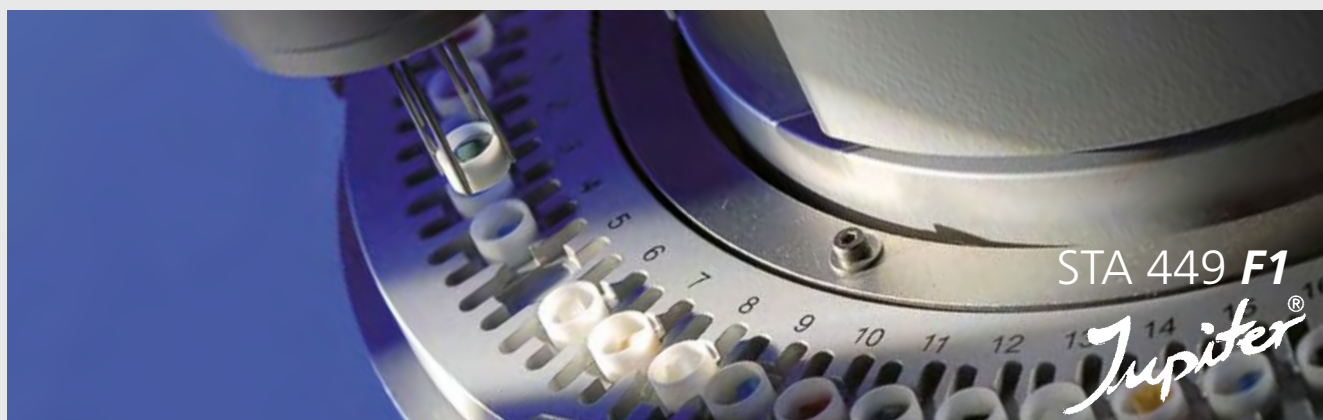


Синхронный Термический Анализ

Метод, техника, применения



STA 449 *F1 Jupiter*[®] – Метод

Синхронный термический анализ позволяет проводить термогравиметрические и калориметрические измерения на одном образце и в одном приборе. Преимущества такого подхода очевидны: условия исследования идентичны и для калориметрических, и для термогравиметрических измерений (та же самая атмосфера, поток газов, давление пара над образцом, скорость нагрева, тепловой контакт

тигля с образцом и сенсором, действие теплового излучения и т.д.). Кроме того, увеличивается пропускная способность за счет одновременного получения данных ДСК и ТГА при каждом измерении. С первых лет существования синхронного термического анализа и по настоящее время компания NETZSCH уделяет большое внимание развитию и оптимизации данного метода. Последней разработкой в

этом направлении стал прибор STA 449 *F1 Jupiter*[®]. Этот прибор соответствует всем международным стандартам для термогравиметрических и калориметрических исследований: ISO 11357, ISO 11358, ASTM E 967, ASTM E 968, ASTM E 793, ASTM D 3895, DIN 51004, DIN 51006, DIN 51007.



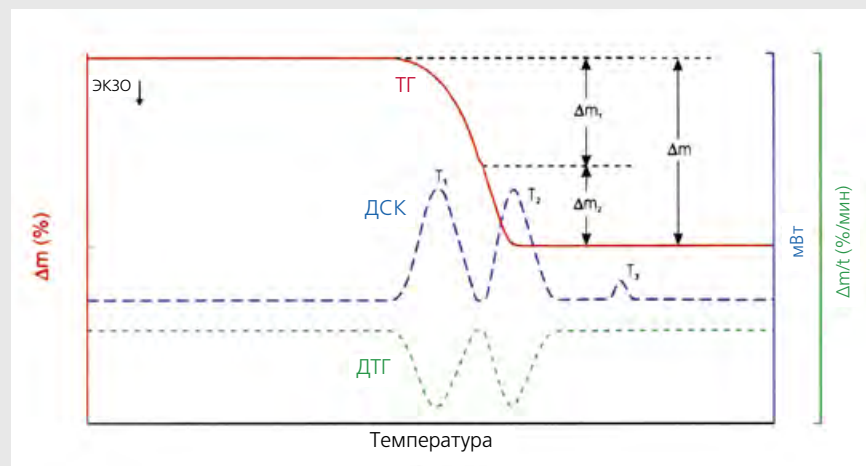
Сигналы измерения, полученные на СТА

ДСК позволяет определять и исследовать

- Процессы плавления и кристаллизации
- Фазовые переходы в твердом состоянии
- Полиморфизм
- Степень кристалличности
- Стеклование
- Реакции сшивания полимеров
- Окислительную устойчивость
- Наличие или отсутствие примесей в образце
- Удельную теплоемкость
- Термокинетику

ТГ позволяет определять и исследовать

- Изменение массы образца
- Температурную стабильность образца
- Режимы окисления/восстановления
- Разложение образца
- Стадии коррозии образца
- Анализ состава образца
- Термокинетику



Прибор STA 449 **F1 Jupiter**[®] определяет калориметрические эффекты (температуры и энтальпии фазовых превращений) и изменение массы с высокой разрешающей способностью и точностью. Конструкция с вертикальной загрузкой образца позволяет легко настроить прибор для практически любого приложения, выбрав оптимальную печь, необходимый сенсор и другие необходимые аксессуары. Все это в сочетании с высокоточными техническими характеристиками ДСК теплового потока и первой в мире новой системой термонановесов предлагает наилучшую ДСК чувствительность и разрешение, долговременную стабильность и чувствительность по массе. Прибор STA 449 **F1 Jupiter**[®] сочетает новую систему высокотехнологичных термовесов и ДСК систему, позволяющую проводить измерения удельной теплоемкости в самом широком интервале температур. Система может работать при температурах от -150°C до 2400°C при использовании различных сменных сенсоров и печей. Дополнительный двойной подъемник печей и автоматическая система смены образца позволяют увеличить пропускную способность и делают возможной работу в автоматическом режиме в ночное время или в течение выходных.

В приборе STA 449 **F1 Jupiter**[®] реализовано высокое разрешение ТГ сигнала (0,025 мкг или 25 нг) с широким диапазоном измерения до 5 грамм. Различные ДСК сенсоры обеспечивают измерение реального ДСК в непревзойденном диапазоне рабочих температур (-150°C до 1750°C). С высокой точностью обнаруживаются даже самые небольшие фазовые превращения. Вакуумплотная конструкция в сочетании с высоким разрешением и металлической конструкцией контроллера потока газов делают прибор идеальным инструментом для высококачественных ТГ и ДСК исследований, как в научных, так и в промышленных целях.

Прибор в полной комплектации может регистрировать даже небольшие активные добавки в различных фармацевтических образцах, минимальное загрязнение полупроводников, электронных компонентов, медицинских имплантатов или изменения в составе неорганической смеси.

Для анализа выделяющегося газа (АВГ) прибор оснащается хорошо проработанной системой подключения к квадрупольному масс-спектрометру (МС), к газовому хроматографу (ГХ-МС), а также к инфракрасному Фурье-спектрометру (Фурье-ИК). МС и ИКС могут работать параллельно, если они одновременно подключены к STA 449 **F1 Jupiter**[®].



STA 449 **F1 Jupiter**[®] – технологии, определяющие тенденции

Вертикальная загрузка – стандарт для весовой системы

STA 449 **F1 Jupiter**[®] является системой с вертикальной загрузкой с использованием конструкции весов, которая является стандартной в течение длительного времени для других типов весов – в лабораториях или на кухне или в супермаркете – большинство весов имеет вертикальную загрузку. Причина проста. Эта система идеально сочетает высокие технические характеристики и простоту в работе. Почему же Ваши термонановесы должны быть другими?

Первая в мире система термонановесов

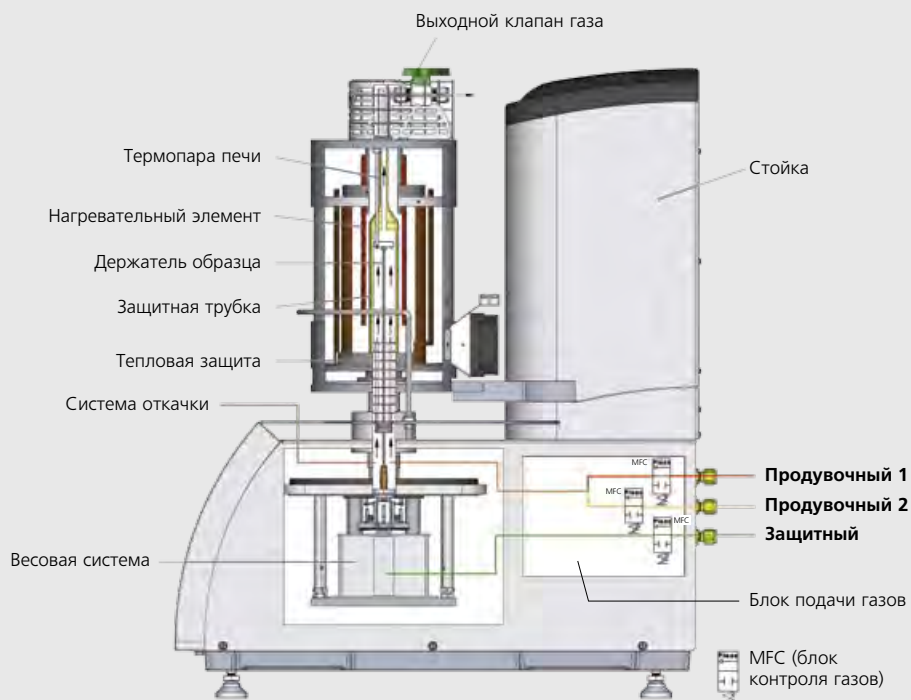
STA 449 **F1 Jupiter**[®] включает в себя весовую систему, представляющую новый стандарт для высокотехнологичных термовесов. Система позволяет проводить измерения образцов массой до 5 г и объемом до 5 мл. Таким образом, большинство сложностей, возникающих из-за неомогенности образцов, легко устраняются при измерении образцов большой массы и объема. У вас в наличии есть только небольшие объемы и массы

образца? Нет проблем. STA 449 **F1 Jupiter**[®] – это первые коммерческие термонановесы с цифровым разрешением в нанодиапазоне (0,025 мг). Это разрешение сохраняется во всем интервале измерений (до 5 г). Среди выдающихся особенностей весовой части СТА самый низкий уровень шума и микрограммовая стабильность весов в течение нескольких часов.

Вакуумплотная конструкция – оптимальный контроль атмосферы

В приборе STA 449 **F1 Jupiter**[®] реализована вакуумплотная конструкция. Практически каждый компонент прибора спроектирован

в соответствии с самыми высокими требованиями к вакуумной технике. Использование турбомолекулярного насоса позволяет легко достигать вакуума в 10^{-4} мбар. Уникальная функция OTS[™] позволяет уменьшить концентрацию кислорода над образцом до 1 ppm. Это, в сочетании со встроенной системой контроля и регистрации расходов защитного и продувочных газов (MFC) обеспечивает оптимальный контроль атмосферы непосредственно в зоне образца, (например, создание чистой инертной атмосферы). Такая возможность имеет решающее значение для точной интерпретации измеренных эффектов при необходимости различать процессы окисления и разложения веществ.



Дополнительная информация

www.sta449.info

Печи

Тип печи	Температурный диапазон	Охлаждающая система
Серебряная печь	-120°C ... 675°C	жидкий азот
Стальная печь	-150°C ... 1000°C	жидкий азот
Платиновая печь	комн. ... 1500°C	сжатый воздух
SiC печь	комн. ... 1550°C	сжатый воздух
Родиевая печь	комн. ... 1650°C	сжатый воздух
Графитовая печь	комн. ... 2000°C	вода
Печь водяного пара	комн. ... 1250°C	сжатый воздух
Высокоскоростная печь	комн. ... 1250°C	сжатый воздух
Вольфрамовая печь	комн. ... 2400°C	вода

Печи и подъемники печей

Для установки доступны девять различных сменных печей для применения в диапазоне температур (от -150°C до 2400°C). Двойной подъемник позволяет одновременную установку двух разных печей для проведения низкой высоко-температурных измерений на одном приборе. Печи могут быть легко заменены непосредственно оператором. Таким образом, система адаптирована к любым предполагаемым вариантам применения. Высокоскоростные печи обеспечивают высокую пропускную способность для контроля качества образцов, а также исследования кинетики. Со скоростью до 1000 К/мин может быть достигнут линейный нагрев образца до конечной температуры 1250°C.



Высочайшая точность – максимальная гибкость

Различные сенсоры

Прибор STA 449 **F1 Jupiter**[®] может комплектоваться различными типами сенсоров. ТГ сенсоры в виде пластин или больших тиглей (до 5 мл) позволяют проводить измерения образцов большого объема и массы. ТГ-ДТА сенсоры могут применяться как для рутинных измерений, так и для исследования агрессивных образцов. ТГ-ДСК и ТГ-ДСК-с_p сенсоры используются в большинстве измерений и позволяют количественные измерения ДСК одновременно с измерениями ТГ. Специальные ТГ-ДСК-с_p сенсоры позволяют определять удельную теплоемкость с высокой точностью. При измерениях

в коррозионно-активной атмосфере используются сенсоры с защитой. Система установки сенсоров Fast-Fix позволяет проводить их замену в течение секунд оператором прибора. Поэтому система может быть легко адаптирована к различным необходимым задачам.

Система автоматической смены образцов

Система автоматической смены образцов (до 20 образцов) поставляется дополнительно. Данная система гарантирует оптимальное размещение образца и обеспечивает эффективное использование прибора. Предварительное программирование позволяет проводить

длительные измерения большого количества образцов без остановки прибора, например, ночью или во время выходных.

Инновационное программное обеспечение

Такие функциональные возможности, как *BeFlat*[®] and *Tau-R-Mode*[™] позволяют полностью автоматически проводить коррекцию базовой линии, а также коррекцию относительно постоянной времени системы. Все эти подпрограммы являются частью основного программного обеспечения и могут быть оптимизированы для конкретных условий измерений. Кроме того, данные исходного сигнала сохраняются и всегда доступны. STA 449 **F1 Jupiter**[®] является первым прибором термического синхронного анализа с возможностью проведения измерений в режиме термомодулированного ДСК.



Примеры типов держателей и сенсоров для STA 449

Сенсоры

Тип термопары	Температурный диапазон	Тип сенсора	Атмосфера
Тип E	-150°C до 700°C*	ТГ, ТГ-ДТА, ТГ-ДСК-с _p	инерт., окислит., восст., вакуум
Тип K	-150°C до 800°C*	ТГ, ТГ-ДТА, ТГ-ДСК-с _p	инерт., окислит., восст., вакуум
Тип S	комн. до 1650°C	ТГ, ТГ-ДТА, ТГ-ДСК-с _p	инерт., окислит., восст., вакуум
Тип Р	-150°C до 1000°C	ТГ, ТГ-ДСК-с _p	инерт., окислит., восст., вакуум
Тип В	комн. до 1750°C	ТГ, ТГ-ДТА, ТГ-ДСК	инерт., окислит., восст., вакуум
Тип W/Re	комн. до 2400°C	ТГ, ТГ-ДТА	инерт., восст., вакуум
Тип S с защитой	комн. до 1650°C	ТГ, ТГ-ДТА	инерт., окислит., восст., вакуум, агрессив.

* в окисл. атмосфере до 500°C

Аксессуары

Для исследования всевозможных материалов имеется широкий набор тиглей (алюминий, серебро, золото, медь, платина, оксид алюминия, двуокись циркония, графит, нержавеющая сталь и др.).

Для работы STA 449 **F1 Jupiter**® в критических условиях предусмотрена специальная "СО версия". Эта модель оптимизирована под измерения в коррозионно-активной и восстановительной атмосферах. Доступны специальные сенсоры с защищенными проводами термопар и системы управления потоком газа, установленные в отдельный блок. При работе с опасными или

радиоактивными веществами прибор STA 449 **F1 Jupiter**® может быть установлен в перчаточном боксе или горячей камере. Электроника выносится из измерительной части и устанавливается вне рабочей защитной камеры, все кабели и соединители подготовлены для герметичного подключения.

Если Вам требуется проводить измерения в особых условиях или для особых приложений, то обращайтесь к нам! Наши специалисты готовы подготовить специальные версии приборов и программного обеспечения с учетом Ваших требований.



STA 449 **F1 Jupiter**® с системой Автоматической Смены Образцов (ASC)

Дополнительная информация

www.sta449.info

Proteus® программное обеспечение для STA 449 **F1 Jupiter**®

STA 449 **F1 Jupiter**® работает под универсальным программным обеспечением *Proteus*® в операционной системе Windows®. Программное обеспечение *Proteus*® включает все необходимые функции, необходимые для выполнения надежных измерений и расчета и обработки полученных данных – или даже для выполнения сложного анализа. Программное обеспечение *Proteus*® лицензируется для каждого прибора и может также устанавливаться на другие персональные компьютеры. Безопасность данных и абсолютная конфиденциальность, а также меры по ее обеспечению, являются необходимыми условиями для использования в соответствии с GLP и GMP.

Общие характеристики программного обеспечения

- Программное обеспечение *Proteus*® полностью совместимо с операционными системами Windows® XP и Windows® 7
- Многозадачный режим: синхронное измерение и вычисление
- Многомодульность: управление несколькими приборами от одного ПК
- Комбинированный анализ: сравнение и/или оценка СТА, ДСК, ТГА, ТМА, ДМА и дилатометрических измерений на одной кривой
- Маркировка: свободное размещение текстовых элементов
- Расчет первой и второй производных
- Выбор масштабирования
- Выбор цвета и типа линий
- Экспорт графики и данных
- Сохранение и восстановление статуса анализа
- Калибровка температуры
- Совместимость с другими пакетными программами (Разделение пиков, Термокинетика)
- Макро-рекордер (опционально)
- Контекстно-зависимая справочная система
- Программное обеспечение производится компанией группы NETZSCH, сертифицированной по ИСО (ISO)

ДСК характеристики

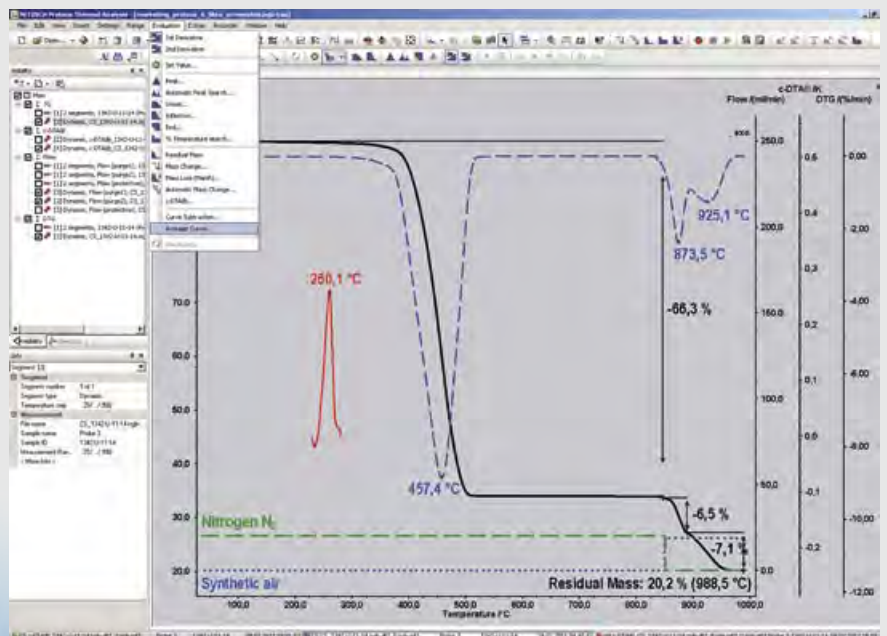
- Определение температур начала пика, пика, перегиба и конца пика
- Автоматический поиск пика
- Энтальпии превращения: анализ площадей пиков (энтальпий) с возможностью выбора базовой линии и анализ парциальной площади пика
- Полный анализ процесса стеклования
- Автоматическая коррекция базовой линии
- Определение степени кристалличности
- Определение индекса кислородной индукции O.I.T. (oxidative induction time)
- Определение удельной теплоемкости
- *BeFlat*[®] для автоматической коррекции базовой линии
- *Tau-R Mode*[™]: ДСК коррекция эндо- и экзо-эффектов с учетом значений постоянных времени и термического сопротивления системы
- Определение чистоты (опционально)

Дополнительное программное обеспечение (опционально)

- ТМ-ДСК программа для проведения измерений в режиме термо-модулированного ДСК
- Peak Separation Software: программное обеспечение разделения пиков позволяет проводить точное разделение накладывающихся превращений на кривой
- *Thermokinetics*: позволяет определять характеристики взаимодействия и кинетические параметры процессов на основе много-стадийного кинетического анализа для данных, содержащих до 16 кривых, а также проводить прогнозирование процессов и реакций

ТГ характеристики

- Изменение массы в % или мг
- Автоматический расчет стадий изменения массы
- Определение остаточной массы
- Определение начала и конца изменения массы
- Температуры пиков первой и второй производной на кривой изменения массы
- Автоматическая коррекция базовой линии
- *s-DTA*[®]: для расчетного сигнала ДТА с вычислением характеристических температур и площадей пиков (опция для ТГ измерений)
- *Super-Res*[®]: для контролируемой скорости изменения массы (опция)

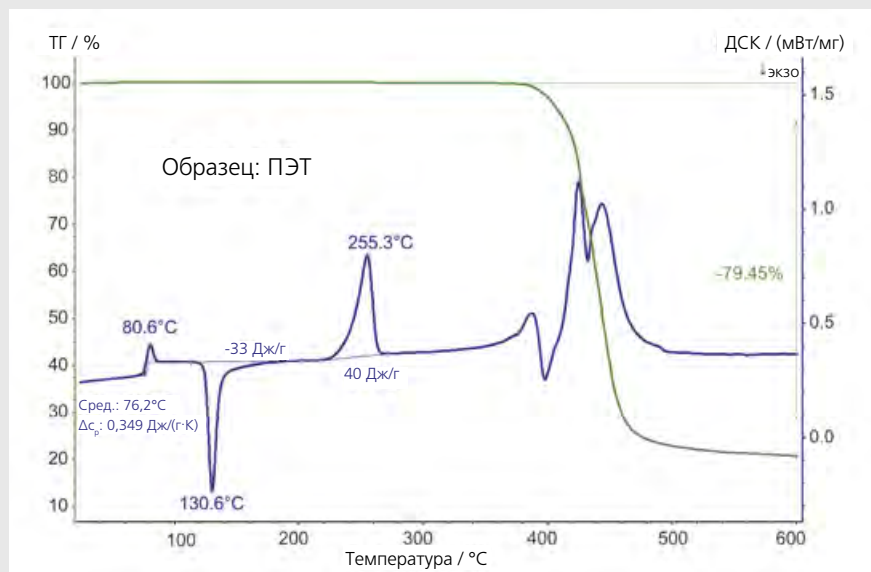
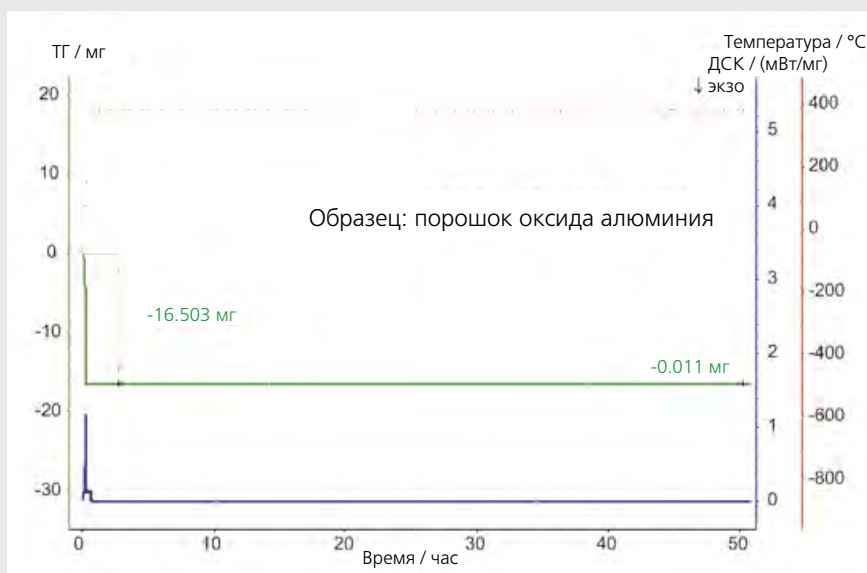


Надежные измерения характеристик материалов в низкотемпературной области

Примеры применения

Высочайшая долговременная стабильность

При нагревании образца оксида алюминия (начальная масса 120,0 мг) до 400°C, происходит потеря 16,50 мг массы из-за испарения воды. Этот процесс сопровождается эндотермическим эффектом. При дальнейшей 50-часовой изотермической выдержке изменение массы составляет 11 мкг, что демонстрирует отличную долговременную стабильность весовой системы.

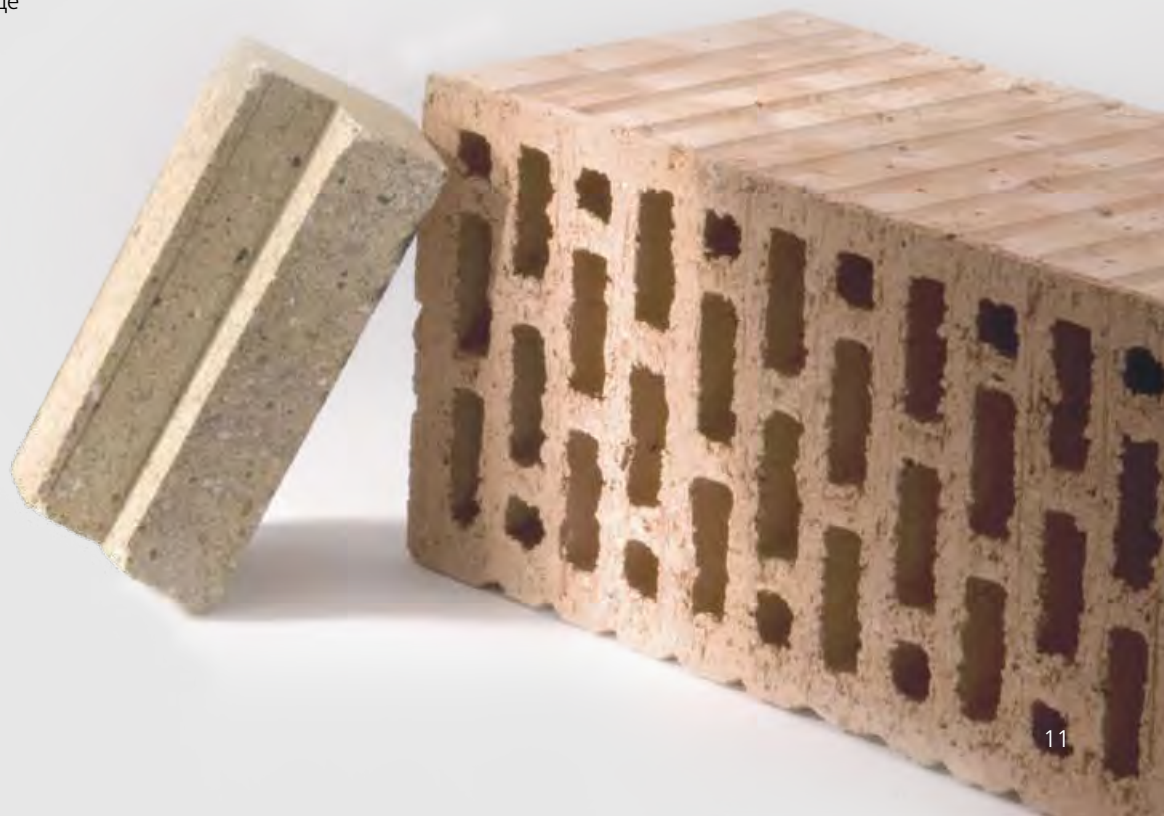
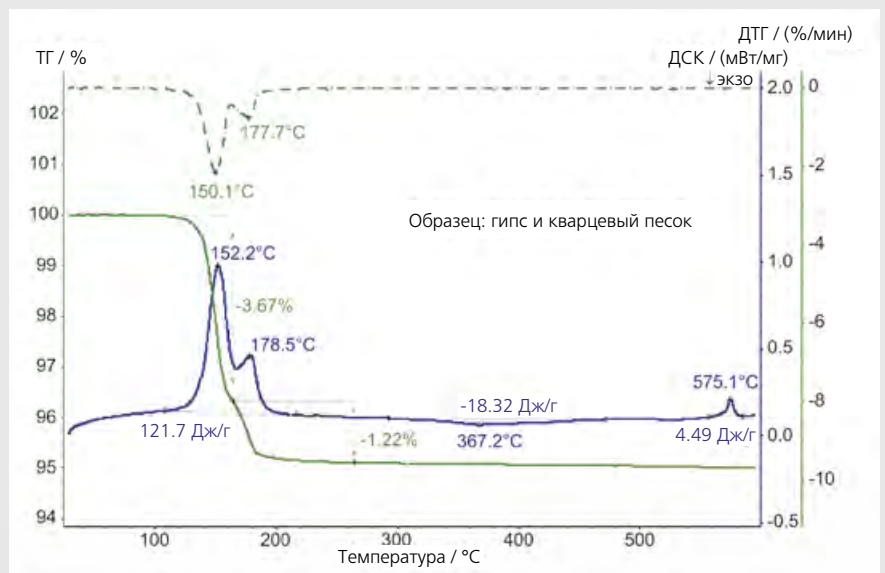


Пластики

Пластиковые бутылки, текстильные волокна и пленки являются хорошо известными изделиями из полиэтилен-терефталата (ПЭТ). При нагревании образца ПЭТ в среде азота на кривой ДСК ниже 100°C видна ступенька перехода стеклования. В результате измерения была определена величина удельной теплоемкости, которая составила 0,35 Дж/(г·K). Эндотермический эффект, наблюдающийся сразу же после перехода стеклования, связан с процессом релаксации (пик при 81°C). Экзотермический пик при 131°C обусловлен кристаллизацией, а эндотермический пик при 255°C – плавлением. При температурах выше 360°C происходит пиролитическое разложение образца с полной потерей массы 79,5%.

Строительные материалы: гипс и кварцевый песок

Гипс и кварцевый песок являются основой для многих строительных смесей, например, штукатурки и строительных растворов. Нагрев такой смеси сопровождается двумя стадиями дегидратации при температурах ниже 250°C: $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (дигидрат) переходит в $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ (полугидрат) и потом в CaSO_4 (ангидрит). Эти переходы сопровождаются общей затратой энергии 122 Дж/г. Количественный анализ показывает, что гипс был чистым дигидратом с его массовой долей 23,4% в образце. В температурном интервале от 300°C до 450°C идет экзотермическая реакция с образованием фазы $\beta\text{-CaSO}_4$. Энергия, выделившаяся при реакции, составила 18,3 Дж/г. Эндотермический эффект (температура начала эффекта 573°C) связан со структурным переходом $\alpha \rightarrow \beta$ в кварце (кристаллический SiO_2).

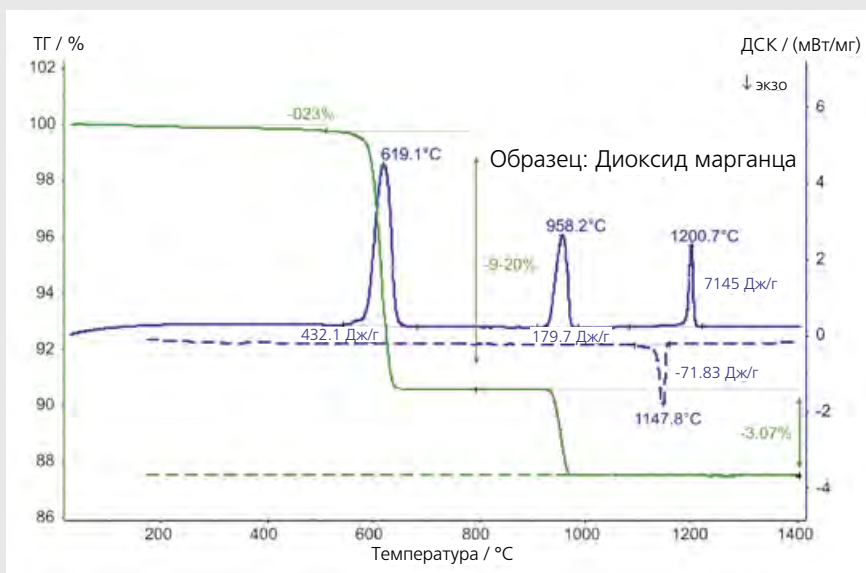


Точные измерения характеристик материалов при высоких температурах

Примеры применения

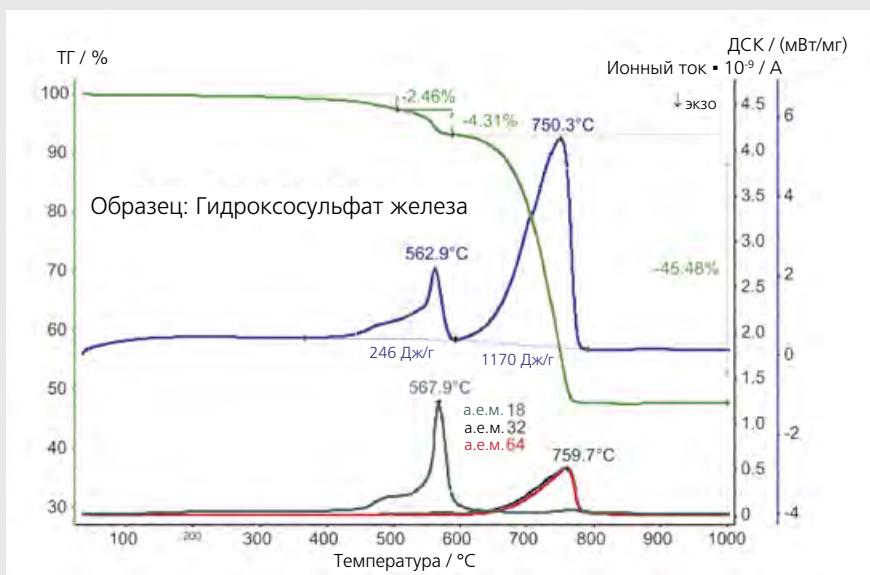
Восстановление диоксида марганца

Диоксид марганца (MnO_2) часто используется в химии в качестве окислителя, а также в производстве катодных материалов батарей. Эти СТА измерения показывают, что при нагревании MnO_2 потеря массы происходит в температурном интервале от $600^\circ C$ до $950^\circ C$ в две стадии. Первая стадия потери массы (9,20%) обусловлена восстановлением MnO_2 в Mn_2O_3 , вторая (3,07%) в Mn_3O_4 , что точно соответствует стехиометрическим значениям оксидов марганца. Каждая ступень потери массы четко сопровождается эндотермическими эффектами на ДСК кривой с энтальпиями 432 Дж/г и 180 Дж/г. Эндотермический эффект при $1201^\circ C$ обусловлен обратимым структурным переходом Mn_3O_4 . Этот переход также наблюдается при охлаждении при $1148^\circ C$ (пунктирные линии).



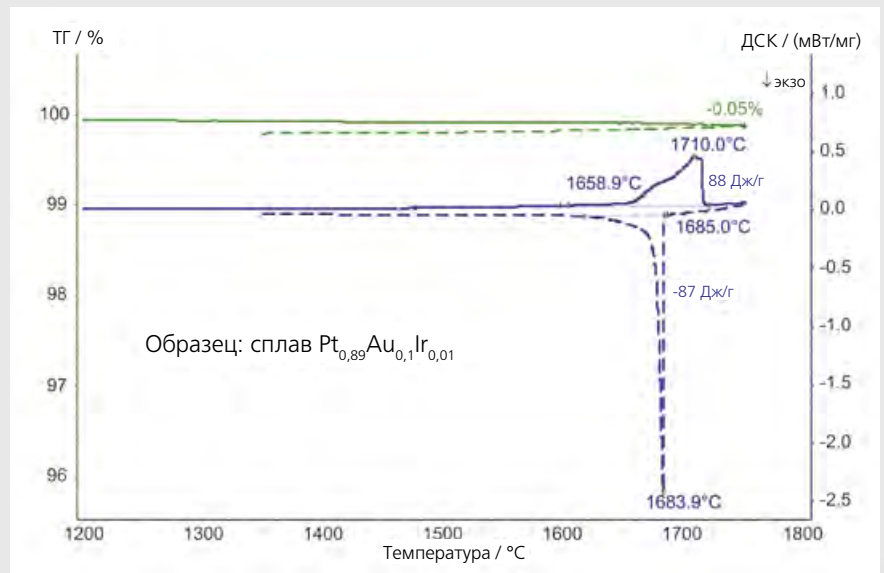
Разложение гидросульфата железа

Гидросульфат железа $Fe(OH)SO_4$ является исходным материалом для синтеза частиц оксида железа, которые используются в качестве пигментов или как основа магнитной памяти. Так называемые феррофлюиды (магнитная жидкость) содержат наночастицы супермагнитного оксида железа; они могут быть использованы как контрастные агенты для магнито-резонансных исследований. При нагреве гидросульфата железа до $600^\circ C$ на СТА-МС измерениях наблюдаются две стадии дегидратации (выход воды с массовым числом 18). Далее, в температурном интервале $600-800^\circ C$, происходит выделение газов SO_2 и O_2 с массовыми числами 64 и 32, соответственно. Конечный продукт представляет собой Fe_2O_3 (гематит).



Фазовые диаграммы сплавов

Сплав $Pt_{0,89}Au_{0,10}Ir_{0,01}$ широко применяется в стоматологии, в основном для пломб, коронок и мостов. Стоматологические сплавы должны быть легко обрабатываемыми, но достаточно твердыми и биосовместимыми. При нагревании сплава наблюдается эндотермический эффект (температура начала эффекта $1659^{\circ}C$) с энтальпией 88 Дж/г (сплошные линии). Этот эффект обусловлен плавлением. При охлаждении образца (пунктирные линии) на ДСК кривой появляется экзотермический эффект с энтальпией -87 Дж/г . Начиная с температуры $1685^{\circ}C$ происходит рекристаллизации сплава. Потеря массы $0,05\%$, наблюдаемая при более высоких температурах и может быть обусловлена началом испарения.



Профессиональный сервис



Наша поддержка и сервис

Во всем мире имя NETZSCH обозначает всестороннюю поддержку, надежное обслуживание опытными специалистами, гарантийное и послегарантийное обслуживание. Наш высококвалифицированный технический персонал всегда доступен для проведения консультаций. Специально составленные программы обучения и повышения квалификации позволят Вам максимально раскрыть потенциал Вашего прибора. Ваши инвестиции в оборудование всегда будут защищены нашей опытной командой обслуживания на протяжении всего срока эксплуатации Вашего прибора.

Возможности нашего сервиса

- Установка и запуск приборов.
- Экстренные консультации.
- Профилактическое обслуживание.
- Калибровка приборов.
- IQ/OQ/PQ.
- Ремонт на месте и замена компонентов NETZSCH.
- Выезд специалистов.
- Предоставление технической информации.
- Поставки запасных частей.

Наши эксперты – лаборатория по применениям

Лаборатория по применениям NETZSCH – опытный партнер для практически любой области термического анализа. Наша помощь в Вашем проекте начинается с тщательной подготовки к эксперименту, его высококвалифицированное проведение и всесторонняя интерпретация результатов. Разнообразные методы исследований материалов в лабораториях в более чем 30 странах мира – все это обеспечивает быстрое и качественное решение Ваших проблем в области термического анализа материалов, в том числе твердых, жидких и порошкообразных материалов. Измерения могут быть выполнены

на самых различных конфигурациях оборудования для получения всесторонней характеристики материала. Вы получите высокоточные результаты измерений и их интерпретацию. Это поможет Вам избежать проблем при создании производства материалов, минимизирует риски и предоставит Вам конкурентные преимущества. Для промышленности мы предлагаем свою помощь в оптимизации производства. Минимальные инвестиции в измерения, проведенные с нашей помощью, позволят Вам сэкономить время и средства на отработку максимально эффективных производственных процессов.



Группа NETZSCH является частной компанией, ведущей свою деятельность по всему миру, со штаб-квартирой в Германии.

Три компании – “Анализ и тестирование”, “Измельчение и диспергирование” и “Насосы и системы” предлагают высокотехнологичные решения для наших пользователей. Более 2500 сотрудников в 130 подразделениях по производству и продажам более чем в 23 странах мира гарантируют всестороннюю и квалифицированную сервисную поддержку наших заказчиков.

Если Вам необходим термический анализ или адиабатическая реакционная калориметрия, или определение теплофизических свойств – обращайтесь в NETZSCH. Более 50 лет опыта в прикладных исследованиях, современное высокотехнологичное собственное производство гарантируют, что наши технические решения не только смогут соответствовать Вашим требованиям, но и превзойдут Ваши ожидания.

Germany
NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42
95100 Selb
Germany
Tel.: +49 9287 881-0
Fax: +49 9287 881-505
at@netsch.com

www.netsch.com