

NETZSCH

Proven Excellence.



示差熱同時熱分析装置 STA シリーズ

Method, Technique, Applications

Analyzing & Testing

STA 509 Jupiter[®] シリーズ

Classic

熱分析の多様な
ニーズに応える
装置ラインナップ

STA 509 Jupiter[®]
Classic, Select and
Supreme

- 室温 ~1600°C
- SiC 炉
- 天秤分解能: 0.1 μg
- 20 試料対応 ASC (オプション)



抜群の
コストパフォーマンス

Classic バージョンの最大の特長はルーチン作業に適したコストパフォーマンスです。高性能 SiC 炉は、室温 ~1600°C の試料温度範囲に対応します。35 g 天秤と DSC 機能を備えた、基本測定向けの STA 測定装置をリーズナブルな価格で導入できます。

Select

- -150°C ~ 2400°C
- 交換型加熱炉 11 種類
- 天秤分解能: 0.1 μg
- 20 試料対応 ASC / 加熱炉追加(オプション)



シリーズ最大の温度範囲と アクセサリオプション

Selectバージョンはシリーズのなかでもっとも用途が広く、要求される理想的な機能をハードウェアとソフトウェアの両面から実現します。複数の加熱炉とセンサーをユーザーが容易に交換でき、-150°C~2400°Cという幅広い温度範囲に対応。高感度の熱流束 DSC を備え、あらゆる種類の材料を分析します。高い適応力と性能を備え、産業用途にも学術研究にも欠かせないツールとして幅広い活用が期待できます。

Supreme

- -150°C ~ 2000°C
- 交換型加熱炉 10種類
- 天秤分解能: 0.025 μg
- 20 試料対応 ASC / 加熱炉追加(オプション)



長期安定性を備えた 高分解能天秤

シリーズ最上位の Supreme バージョンはすぐれた分解能に上皿型天秤の利便性をシームレスに統合した高性能 STA です。25 ng という極めて精度の高い天秤分解能を長期にわたって維持し、ハードウェアとソフトウェアの両方でもっとも厳しい基準を上回るように設計されています。Supreme は精度と信頼性が求められる最先端の研究開発分野で顕著に存在感を示すツールです。

STA 509 Jupiter[®]

上皿式絶対型天秤 - 標準様式の天秤システム

本装置では、上部から試料ホルダーを取付する上皿式絶対型天秤設計を採用しています。これは研究施設で長年にわたって標準的とされてきた熱天秤の様式です。取り扱いが簡単で、良好なパフォーマンスを得られます。

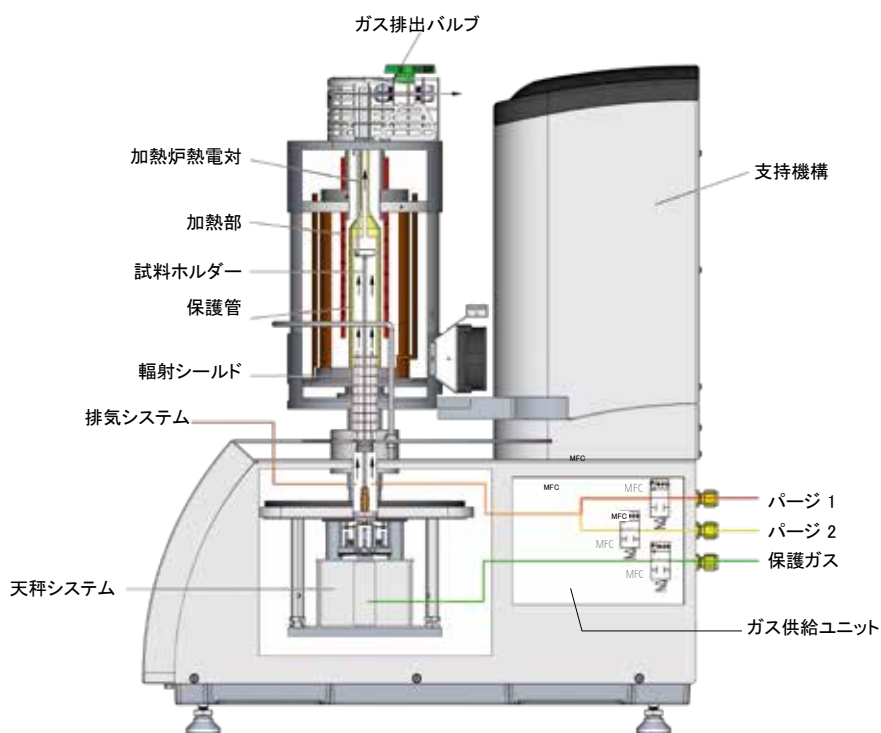
真空気密 - 雰囲気調節

本装置で採用している天秤システムは、新たな業界スタンダードとなった高性能熱天秤です。この天秤では、最大重量はSupremeで5g/容量5ml、Select / Classicで35g/容量5mlまでの試料を測定できます。大きいサイズの試料を使用できるので、試料の不均一性に起因する複雑な要素を排除することができます。

少量の試料を使用する場合でも大丈夫です。Supremeは、世界で最初に実用化された、ナノレベル(0.025 μ g)のデジタル分解能を備えた熱天秤です。分解能は全測定範囲(~5g)に対応しています。天秤部のそのほかの特徴としては、ノイズが極めて少ないこと、長時間の測定でも μ gのレベルで安定性を保つことが挙げられます。

本装置は、真空気密構造を採用しています。いずれの構成要素も、超高真空環境での用途における要求を満たす設計になっています。ターボ分子ポンプシステムで、10⁻⁴mbarの真空レベルを達成、独自のOTS[®](酸化防止)システムで試料の酸素濃度を1ppm未満に低減します。このシステムにはパージガス、保護ガス用にマスフローコントローラー(MFC)が3つ付属したガス供給ユニットが内蔵されており、純不活性状態など試料周りを最適な雰囲気調節します。酸化反応と分解反応を見分けるなど、測定結果を正確に解釈するには、雰囲気を調節することが不可欠です。

世界初のナノ天秤





多様なニーズに正しく応える 各種試料ホルダー

STA 509 Jupiter® シリーズの最大の特徴は幅広いラインナップの試料ホルダーをユーザーが容易に交換できるシステムです。幅広い用途に対応して目的に合わせたカスタマイズが可能で、試料物性、測定条件、研究目的に応じて柔軟に構成を変更できます。クイックコネクト機能によって少ないアクションでホルダーを簡単に交換でき、シームレスにさまざまな用途に適応して測定試験データの有益性と有効性を最大限に高めます。

熱電対

NETZSCHはあらゆる用途に対応する各種の熱電対(タイプ S/P/E/K/W など)を提供しています。詳細はアクセサリカタログを参照してください。

TGA-DSC and TGA-DSC (c_p)

ホルダーは TGA 測定と DSC 測定の同時測定を実現し、包括的な熱分析を可能にしています。特に c_p ホルダーを用いると高度な比熱容量測定が可能になり、分析精度をさらに向上させることができます。

TGA-DTAホルダーでTGA測定とDTA測定の同時測定をおこなうことができます。コストパフォーマンスにすぐれた、日常検査業務向けのホルダーです。また、腐食性雰囲気や2400℃までの高温など、極端な条件にも対応が可能です。

TGAホルダーでは質量変化を正確に測定します。形状や容量のバリエーションが豊富で、さまざまな測定に対応しています。吊り下げ型や網型など特殊形状の試料ホルダーも用意されており、試料とガスの接触を最適化して高度な解析をおこなうことも可能です。



TGA-DSC- c_p
試料ホルダー

TGA-DSC
試料ホルダー



TGA-DTA 試
料ホルダー +
アルミナ容器



TGA-DTA 試
料ホルダー (~
2400℃ 対応)



TGA 試料ホル
ダー + 大容
量容器



TGA試料ホル
ダー(吊り下
げ試料用)

用途に応じて加熱炉を選択

-150℃から2400℃までの広い温度範囲に対応するため、用途に応じて交換可能な各種炉が用意されています。ダブル炉リフト機構により、異なる2種類の炉を同時に装着することが可能で、試料処理能力の向上や、同一装置での低温・高温試験の切り替えが容易になります。炉の交換はオペレーター自身で簡単に行うことができるため、本システムは将来的な用途拡張にも柔軟に対応可能です。

日常使用に最適な主力炉

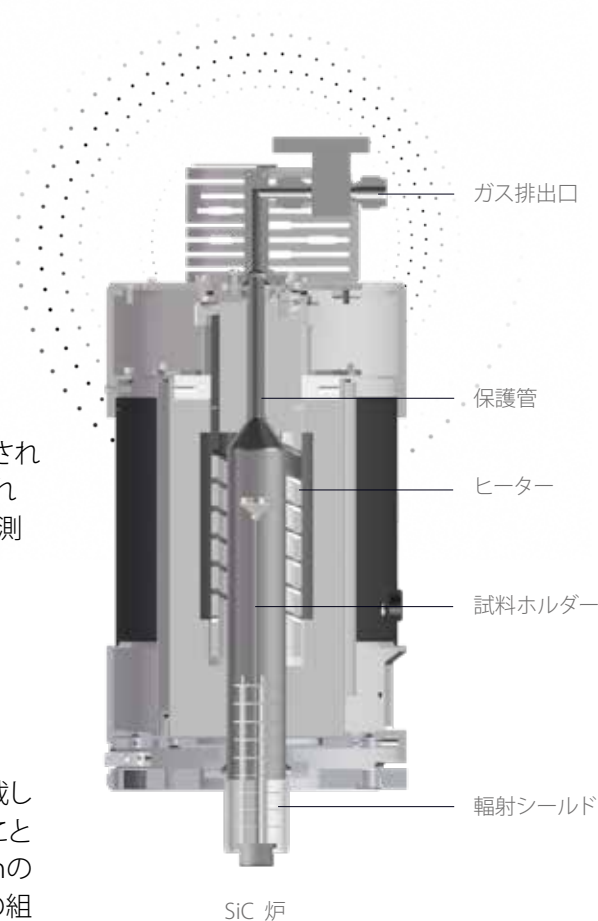
シリコンカーバイド(炭化ケイ素)炉は、STA 509 Jupiter®の堅牢な主力炉であり、室温から1600℃まで対応します。アルミナ(酸化アルミニウム)製の保護管を備えており、腐食性雰囲気や攻撃性の高い試料にも対応可能です。また、ユーザーフレンドリーな設計により、保護管の交換もオペレーターが容易に行うことができ、ダウンタイムの最小化に貢献します。

高性能炉による優れた測定精度

白金炉およびロジウム炉は、最高レベルの性能を追求して設計されています。高精度に加工された金属ヒーターシステムにより、優れた炉性能を実現し、高温域における比熱容量測定などの高度な測定でも、正確かつ信頼性の高い結果を提供します。

急速冷却による最大効率の実現

急速冷却炉は、圧縮空気を用いたアクティブ冷却システムを搭載しており、1600℃から100℃までを30分未満で効率的に冷却することが可能です。さらに、金属ヒーターシステムにより最大100 K/minの高速昇温にも対応しています。このような高速加熱と急速冷却の組み合わせにより、測定サイクルの短縮とスループットの最大化が実現され、高性能用途に最適な炉となっています。



加熱炉	温度範囲	冷却装置
シリコンカーバイド炉	室温 ~ 1600℃	空冷
白金炉	室温 ~ 1500℃	空冷
ロジウム炉	室温 ~ 1650℃	空冷
急速冷却炉	室温 ~ 1600℃	圧縮空気冷却

最高温度までの測定

グラファイト炉は2000℃、タングステン炉は2400℃までの測定に対応。超高温環境下で材料特性や安定性を分析できます。セラミックス、金属、耐火材料などさまざまな用途で、高温プロセスを含む包括的な調査に活用できます。



高速測定で結果を出力

高速加熱炉は最高 1000 K/min の昇温速度でリアルな加熱プロセスを再現します。金属ガラスや高性能金属 / 合金の製造などの工業プロセスをシミュレーションできます。

最低温度までの測定

シルバー炉とスチール炉ではボルテックスチューブもしくは液体窒素冷却システムを利用して室温を下回る温度範囲で測定をおこなうことができます。シルバー炉は比熱などの DSC 性能に優位性があり、スチール炉は-150℃～1000℃という広い温度範囲をカバーします。

加熱炉	温度範囲	冷却装置
シルバー炉	-120℃～675℃	ボルテックスチューブ/液体窒素*
スチール炉	-150℃～1000℃	ボルテックスチューブ/液体窒素*
高速加熱炉	室温～1250℃	空冷
グラファイト炉	室温～2000℃	水冷
タングステン炉	室温～2400℃	水冷

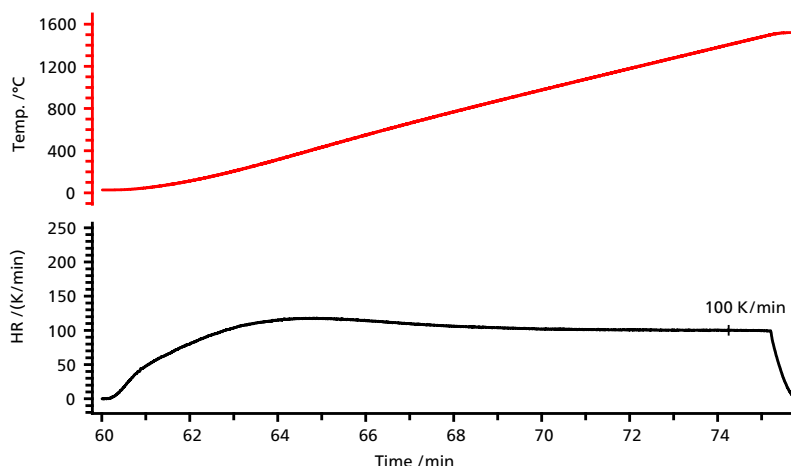
* ボルテックスオプションの場合は 0℃ 前後～

新型の圧縮空気冷却式・真空密閉型炉

STA 509 Jupiter®シリーズおよびDSC 500 Pegasus®向けの新しい圧縮空気冷却式・真空密閉型炉は、最高1,600℃までの加熱が可能で、最大100 K/minの昇温速度に対応しています（試料位置での100 K/minについては下図参照）。

本炉システムは、新たに貴金属製ヒーターを採用しています。この新しい設計により、例えば比熱容量 (C_p) の測定精度は4.5%未満という高い測定精度が実現されています。

さらに、本炉には冷却機能も備わっており、1,600℃から100℃までを30分未満で急速冷却することが可能です。

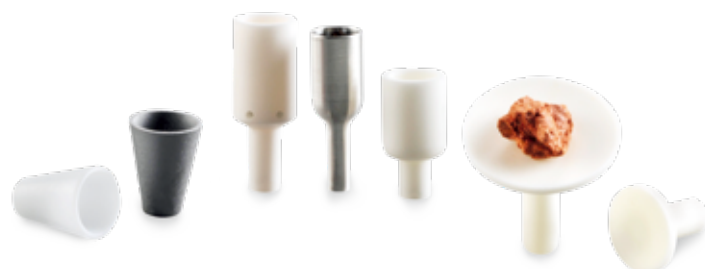


Accessories



オートサンプラー (ASC)

オートサンプラーは最大 20 個の試料をセットできるオプションパーツです。試料容器を適切に配置でき、最大限の処理能力を引き出します。あらかじめプログラムを設定しておけば夜間や休日でも測定を実行でき、自動解析機能や解析マクロを用いた自動解析も可能です。



試料容器

幅広いラインナップの試料容器が物性を解明します。セラミックス、金属、グラファイトなど各種の高品質容器を取り揃え、高融点合金、溶融塩、耐火材といった測定難易度の高い試料の分析にも信頼性を担保します。穴あきタイプや網状試料ホルダータイプなど、ガスとの接触を最適化できる容器も用意されています。



自動穴開け器

オプションの自動穴あけ器をグリッパーに装備して、測定開始直前にアルミ容器のフタに穴を開けることができます。



磁気浮上衝撃吸収システム

STA 509 *Jupiter*® シリーズはオプションとして脚部を磁気浮上システムベース (特許取得済) に置き換えることができます。振動などの外乱から機器を効果的に保護できるため、環境の影響を抑えて結果データの信頼性を高めます。

STA 509 Jupiter®のすべてのDSCおよびTGA-DSCセンサー用試料容器

容器種	素材(純度/%)	温度範囲	寸法, 容量
DSC	石英ガラス	最高1000 °C	ø 6.7 mm, 85 µl
DSC	Pt/Rh (90/10)	最高1700 °C	ø 6.8 mm, 85 µl, ø 6.8 mm, 0.19 ml
DSC	Al (99.5)	最高600 °C	ø 6.7 mm, 85 µl
DSC	金 (99.9)	最高900 °C	ø 6.7 mm, 85 µl
DSC	Ag	最高750 °C	ø 6.7 mm, 85 µl
DSC	ZrO ₂	最高2000 °C	85 µl
DSC	黒鉛	最高2400 °C	85 µl
DSC	ガラス状炭素 ³	最高2400 °C	ø 6 mm, 50 µl
DSC	MgO	最高1500 °C	ø 6.7 mm, 85 µl
DSC	Y ₂ O ₃	最高1700 °C	ø 6.7 mm, 85 µl
DSC	BN ¹	最高1600 °C	ø 6.7 mm, 85 µl
DSC	Mo	最高2000 °C	ø 6.4 mm, 85 µl
DTA	Al ₂ O ₃	最高1700 °C	0.3ml
DTA	Pt	最高1600 °C	0.3ml
DTA	黒鉛	最高2400 °C	0.3ml
DTA	ファインスチール	最高600 °C	0.3ml
DTA	ZrO ₂	最高2000 °C	0.15ml
DTA	Y ₂ O ₃	最高1700 °C	0.15ml
大容量容器	Al ₂ O ₃	最高1700 °C	0.9ml, 3.4ml, 5.0ml
大容量容器	黒鉛	最高2200 °C	0.3ml
大容量容器	タングステン	最高2400 °C	0.3ml
Slip-onプレート	Al ₂ O ₃	最高1700 °C	ø 10 mm, ø 17 mm
Slip-onプレート	Pt	最高1600 °C	ø 10 mm, ø 17 mm
Slip-onプレート	Pt(メッシュ型)	最高1600 °C	ø 17 mm



DSC / TGA-DSC 各種容器



各種容量 アルミナ容器
(0.9 ml, 5 ml, 3.4 ml)



アルミナ
Slip-onプレート
(ø 17 mm, 10 mm)



プラチナ/イリジウム 網型
Slip-onプレート
(ø 17 mm, 網目 100/225 /cm²)



グローブボックス用
アルミナ容器

熱分析＋水素 (H₂)

持続可能な行動や環境問題対策のグリーンテクノロジーにおいて、水素活用のポテンシャルが注目を集めています。環境負荷を大幅に低減する、地球にやさしいソリューション開発のために、水素と材料の相互作用に関する研究の重要性が高まっています。たとえば、鉄鉱石還元などの冶金プロセスでは二酸化炭素が大量に排出されますが、水素の活用により排出量の大幅な削減が可能になるなど、顕著な成果が出始めています。

NETZSCHの「H₂セキュア」は濃度を変化させた水素を用いる環境で最大限の安全性を確保しながら測定を実施するための安全対策コンセプトです。システムには包括的な安全プロトコルが搭載されており、複雑な酸化-還元サイクルをシームレスに再現してさまざまな測定条件で試料の正確な挙動分析や反応速度論解析をフレキシブルに実行します。

H₂ / O₂
検知

装置構成

- 1 水素ガス供給システム**
水素発生器または水素ボンベのH₂ガスをSTA装置本体背面部にある専用の安全弁内蔵引込口から供給します。
- 2 ガス経路の最適化**
たとえば100% H₂ガスの濃度を正確に保って引きこみながら、天秤部へ保護ガスを供給するというような雰囲気環境を可能にします。
- 3 ガス濃度モニター**
STA排気部でH₂/O₂ガスの濃度を監視します。
- 4 H₂セキュアボックス**
集中管理コントロールボックス。本体と通信してシグナルを制御し、濃度上限設定に応じてH₂/O₂ガスフローのオン/オフを切り替えます。

STA 509 Jupiter®

H₂ セキュアー 水素安全対策

水素ガス量を限定

水素は加熱炉の上部から導入され、天秤上部の専用スペース内に密閉されます。天秤には常に保護ガスがパージされます。

H₂セキュアボックス

通信コントロールボックスで濃度情報を受信し、上限設定に応じてガスフローのオン/オフを切り替えます。

H₂/O₂モニタリング

H₂/O₂ ガスの濃度を継続的に測定して取扱い時の安全性を確保します。

停電対策

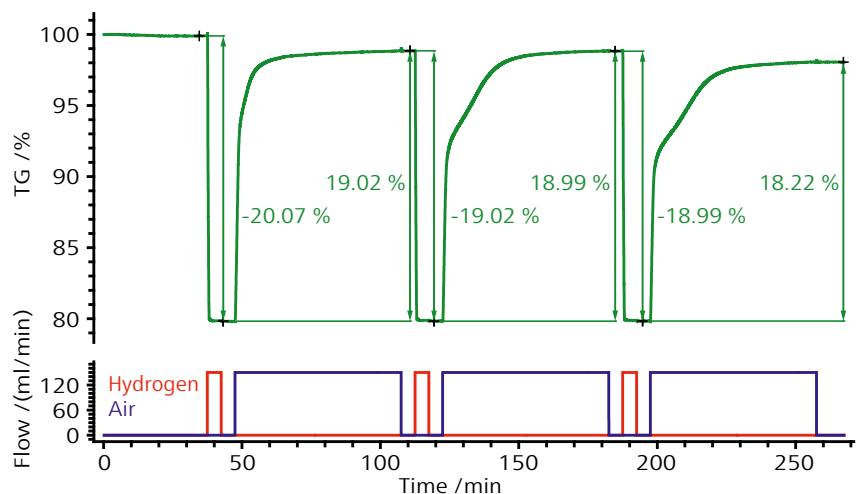
停電時には磁気弁が開いて不活性ガスをフローし、システムから水素を除去します。



銅(Cu) – 酸化銅(CuO) 酸化還元反応の可逆性

右の図は、酸化銅 (CuO) と水素 / 空気との反応プロセスサイクルにおける全体の質量変化をモニターして、可逆性について調べたグラフです。まず水素雰囲気下で酸化銅 (CuO) の還元が起こり、銅 (Cu) が生成されます。続いて酸素雰囲気 (空気導入) 下で金属 Cu は再び酸化して CuO になります。このサイクルを繰り返すと酸化還元電位の損失が増え、触媒能力が低下していくことがわかります。

酸化物ベースの触媒材料でこのように熱重量測定を活用すると、物質のメカニズム、反応速度論的特性、熱力学的特性といった物性に関してさらに深い洞察と理解を得ることができ、触媒材料の研究開発においてプロセスや材料の最適化を進めていくことができます。



酸化銅粉末(29.975mg)の酸化還元測定。温度: 500 °C、雰囲気: 水素 / 空気を交互に切替



装置状態を目視でチェック - LED ステータスバー

本装置には装置状態を目視で確認できる LEDライト表示を採用しています。ライトの色がステータスに応じて変化するため、PC にログインせずに離れたところから、測定が順調に進捗しているかどうかといったことや、次のような装置状態を確認できます。

- スタンバイOK
- 測定実行中
- 測定の進捗状況
- 加熱 / 冷却 セットポイント到達
- 入力操作要求エラー

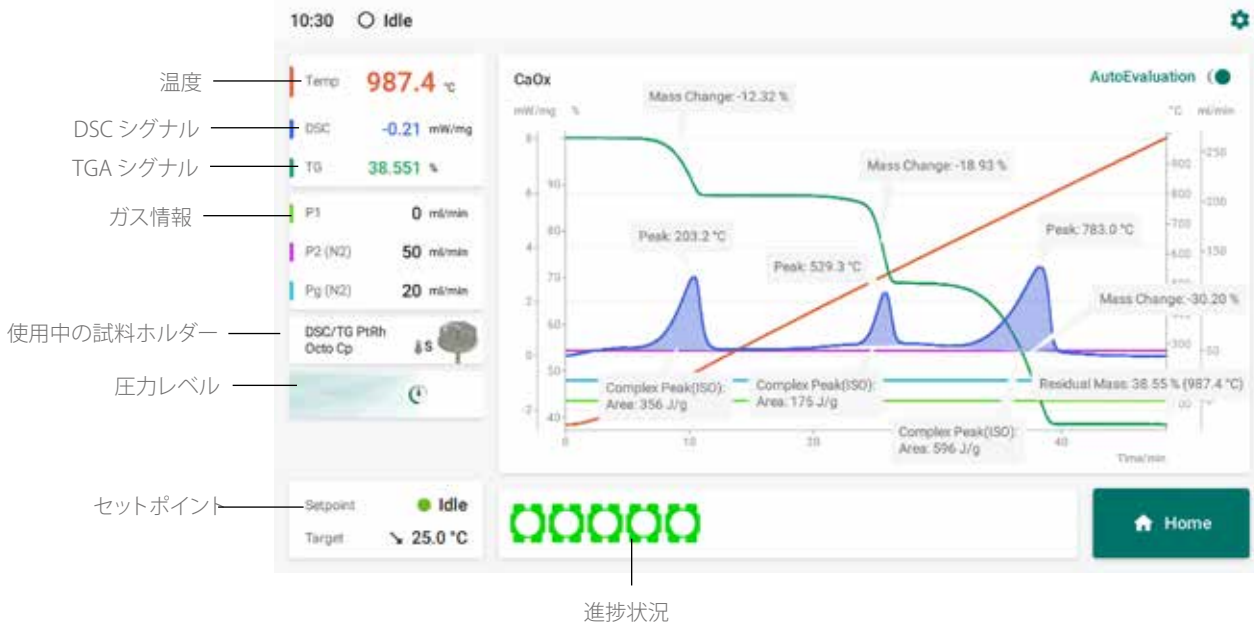
生産性と作業効率を向上させる ユーザーインターフェース

Proteus®で事前に準備したデータを用いて本体のタッチパネルディスプレイモニターから測定を開始することができます。測定のアイコンボタンをタッチすると測定パラメーターの設定内容が表示されます。続いて画面から最終確認をおこなうと実際に測定が開始されます。

画面には次のような情報が表示されます。

- 測定開始の画面タッチ指示
- 前回の測定内容
- 測定の進捗状況と残り時間
- 現在の温度
- ガス流量 / ガス種類の確認と変更
- 天秤のテア (風袋) シグナル (自動排気 - AutoVac) サイクルの開始と確認
- 天秤圧カレベルのモニタリング

STA 509 Jupiter® タッチパネルで 本体操作と設定確認



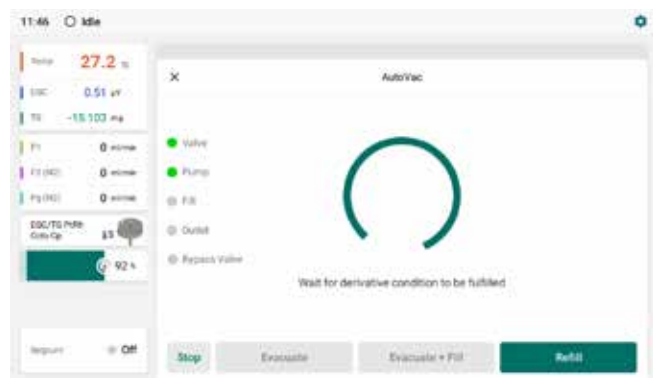
測定状態確認を簡略化: 進捗状況モニタリング、セットポイント / ガス流量の確認と設定

AutoEvaluation (自動解析): 測定終了後に結果データを客観的に解析

測定の設定で *AutoEvaluation* を有効にしておくと、測定終了直後に取得データの客観的な自動解析を実行します。元の測定データ曲線も表示したままにできます。



PC にログインせずに 天秤のテアシグナル (風袋) を調整



自動排気 (AutoVac) ステータスを装置本体上に見やすく表示

特殊用途対応

湿度 100% までの高湿雰囲気測定

銅炉と水蒸気炉は高湿雰囲気測定に対応しています。どちらのシステムにも水分の凝縮を防ぐ補助ヒーターを搭載し、雰囲気湿度が 100% に達するような高露点条件下でも信頼度の高い性能を発揮します。銅炉は室温以下でも長時間にわたって温度を正確に制御できる冷却システムを装備し、水蒸気炉は 1250°C までの広い温度範囲で使用できるため高温用途に適しています。

ソフトウェア操作でガスを切替え

銅炉や水蒸気炉を用いた高湿雰囲気測定では、ガススイッチバルブシステム (GSV 500) を使用して測定中でも高湿雰囲気と乾燥雰囲気を切り替えることができます。

腐食性雰囲気対応

ご希望に応じて、還元ガスなどの腐食性雰囲気測定に最適化した「腐食性ガス対応バージョン」を提供することも可能です。



STA 509 Jupiter® + 水蒸気炉 + GSV 500 + 蒸気発生装置



加熱炉	温度範囲	冷却装置
水蒸気炉	室温 ~ 1250°C	空冷
銅炉	-150°C ~ 500°C	ボルテックスチューブ/液体窒素*

* ボルテックスオプションの場合は 0°C 前後～

準拠規格

規格*	概要
ISO 11358	プラスチック - 重合体の熱重量測定法 (TGA)
ISO 11357 シリーズ	プラスチック - 示差走査熱量測定 (DSC)
ASTM E793	示差走査熱量計による融解および結晶化エンタルピーを測定するための標準試験方法
ASTM D3418	示差走査熱量測定によるポリマーの転移温度と融解および結晶化のエンタルピーを決定するための標準試験法
ASTM C1470	ファインセラミックスの比熱(c_p)測定標準試験ガイド
DIN EN ISO 19628	ファインセラミックス (先進セラミックス、先進技術セラミックス) - セラミック複合材料の熱物理特性 - 比熱容量測定
DIN EN ISO 22674	歯科 - 固定用および取り外し可能な修復物と器具に適した金属材料
DIN 51006	熱分析 - 熱重力測定 (TG) 原理
DIN 51007	熱分析 - 示差熱分析 (DTA) 原理

* 装置設定に応じて適用



グローブボックス / ホットセル構成

放射性物質、有毒物質、酸素/水分に敏感な物質などの物質を取り扱う場合は、オペレーターの安全を確保して環境への暴露を防ぐ措置を講じる必要があります。NETZSCHでは機器の取り扱い制限など、物質固有の要件を満たすように設計された専用のグローブボックス / ホットセル 追加構成バージョンを提供しています。

STA 509 Jupiter®グローブボックスバージョン (手袋画像省略)

STA 509 Jupiter® 技術仕様

STA 509 Jupiter®			
	Supreme	Select	Classic
天秤仕様	上皿型天秤	上皿型天秤	上皿型天秤
本体操作部	タッチディスプレイモニター	タッチディスプレイモニター	ランプパネルまたは タッチディスプレイモニター (オプション)
温度範囲	-150℃ ~ 2000℃	-150℃ ~ 2400℃	室温 ~ 1600℃
温度分解能	0.001 K	0.001 K	0.001 K
加熱炉 ホイスト機構	電動ダブルホイスト (加熱炉 x 2 または加熱炉+ASC)		電動ホイスト
加熱炉	室温 ~ 1600℃ (SiC炉)		室温 ~ 1600℃ (SiC炉)
	室温 ~ 1600℃ (急速冷却炉)		—
	室温 ~ 1500℃ (白金炉)		—
	室温 ~ 1650℃ (ロジウム炉)		—
	-120℃ ~ 675℃ (シルバー炉)		—
	-150℃ ~ 1000℃ (スチール炉)		—
	室温 ~ 1250℃ (高速加熱炉)		—
	室温 ~ 2000℃ (グラファイト炉)		—
	—	室温 ~ 2400℃ (タンゲステン炉)	—
	室温 ~ 1250℃ (水蒸気炉)		—
-150℃ ~ 500℃ (銅炉)		—	
昇温速度	加熱炉によって異なる		0.001 ~ 50 K/min
試料ホルダー	<ul style="list-style-type: none"> ■ TGA ■ TGA-DTA ■ TGA-DSC 	<ul style="list-style-type: none"> ■ TGA ■ TGA-DTA ■ TGA-DSC 	<ul style="list-style-type: none"> ■ TGA ■ TGA-DTA ■ TGA-DSC
排気システム	手動排気またはソフトウェア制御の自動排気システム (AutoVac)		
気密性	10 ⁻⁴ mbar*	10 ⁻⁴ mbar*	10 ⁻² mbar*
雰囲気	不活性、酸化性、減圧、腐食性(オプション)		
オートサンプラー (ASC、オプション)	20 試料	20 試料	20 試料
穴開け器 (オプション)	可	可	可
ガス流量制御	マスフローコントローラー (MFC) x 3 (パージガス 2、保護ガス 1) (4 MFC オプションあり)		
OTS (酸素除去システム) (オプション)	可	可	可
天秤分解能 (全秤量範囲)	0.025 µg	0.1 µg	0.1 µg

STA 509 Jupiter®

	Supreme	Select	Classic
最大積載量	5 g	35 g	35 g
天秤ドリフト	< 2 μg/hour	< 5 μg/hour	< 5 μg/hour
DSC分解能 (デジタル)	1 μW (DSC/タイプS センサー)	1 μW (DSC/タイプS センサー)	1 μW (DSC/タイプS センサー)
DSC エンタルピー精度	1% (インジウム)	1% (インジウム)	1% (インジウム)
試料最大容量	<ul style="list-style-type: none"> ■ TGA: 5 ml ■ DSC: 0.19 ml ■ DTA: 0.9 ml 	<ul style="list-style-type: none"> ■ TGA: 10 ml ■ DSC: 0.19 ml ■ DTA: 0.9 ml 	<ul style="list-style-type: none"> ■ TGA: 10 ml ■ DSC: 0.19 ml ■ DTA: 0.9 ml
発生ガス分析 (オプション)	QMS接続(キャピラリー)、 GC-MS / FT-IR 接続	QMS接続 (キャピラリー / SKIMMER) 、GC-MS / FT-IR 接続	QMS接続(キャピラリー)、 GC-MS / FT-IR 接続
PulseTA® (オプション)	可	可	可
特別仕様	<ul style="list-style-type: none"> ■ グローブボックス ■ 耐腐食 	<ul style="list-style-type: none"> ■ グローブボックス ■ 耐腐食 	-
重さ	87 kg	85 kg	85 kg
寸法(W×D×H)	600 mm × 600 mm × 650 mm		

* 気密性は真空システムの性能に依存



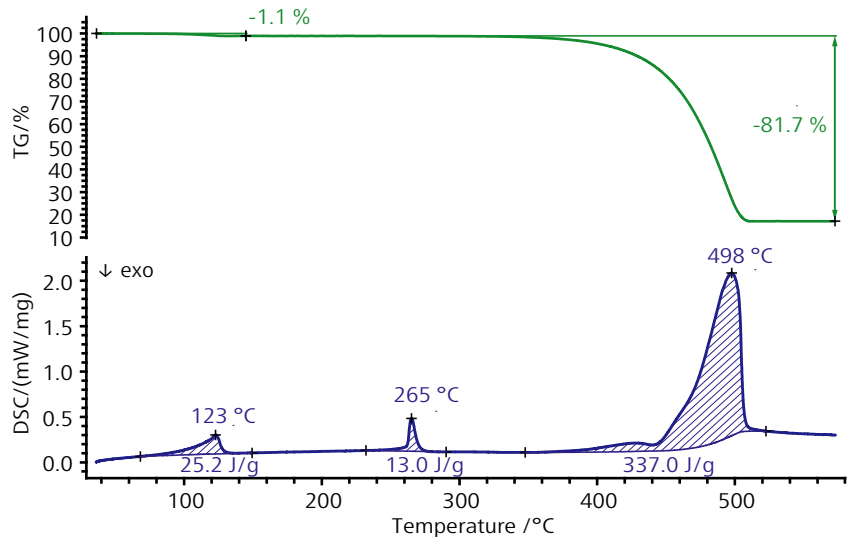
STA 509 Jupiter® Classic
ランプパネルバージョン

APPLICATIONS

電解質の熱挙動

電池類には過熱や熱暴走などの潜在リスクがあり、電池を含むシステムの性能と安全性を確保するには電解質の熱挙動を理解することが不可欠です。

右の図は一般に広く使用されている電解質 LiAsF₆ (リチウムヘキサフルオロアンチモン酸塩) の TGA-DSC 測定をおこなったグラフです。窒素雰囲気下で加熱すると 150 °C で水分不純物 (1.1%) の減量が検出されました。さらに加熱を続けると、265 °C のピークで固体-固体相転移が、350 °C を超えたところで分解が起きたことがわかります。

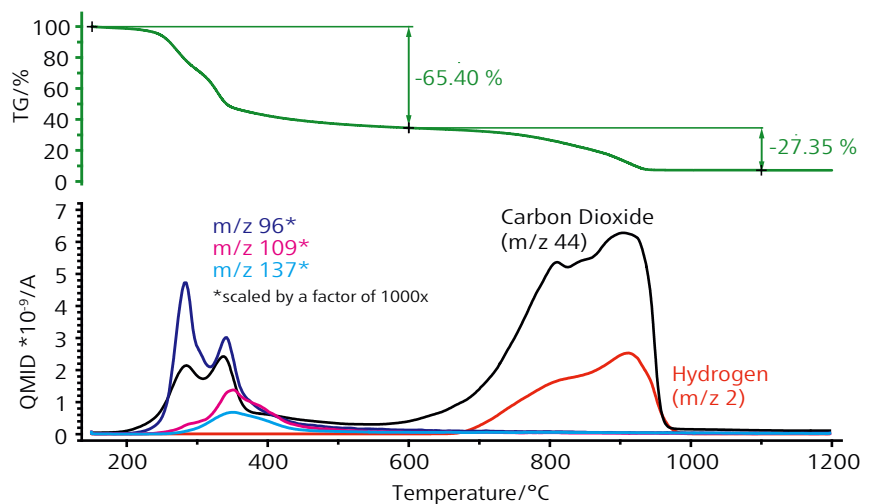


LiAsF₆ 試料 (12.1mg) の測定。雰囲気: アルゴン、昇温速度: 10K/min、アルミナ容器

水蒸気を用いたバイオマス資源のガス化

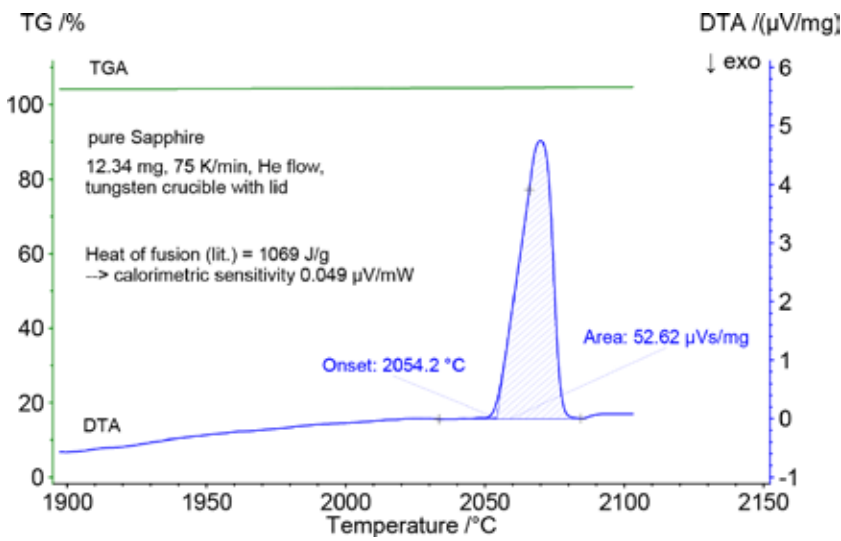
バイオマスガス化プロセスは、生物資源を使用可能なエネルギーやメタノールなどの汎用性化学物質に変換する技術です。

右の図は、クルミ殻片を水蒸気雰囲気下で 1200 °C まで加熱してガス化させ、TGA-MS 分析をおこなったグラフです。まず有機物が熱分解して複雑な有機ガス混合物 (m/z 86、109、137) が放出され、第二段階では生成された炭素が気化して二酸化炭素ガス (m/z 44) と水素ガス (m/z 2) を生成することが示されています。窒素雰囲気下の一酸化炭素の文献値とよく一致しています。



クルミ殻片試料 (253.15 mg) の TGA-MS 分析。雰囲気: 純水蒸気、昇温速度: 10 K/min

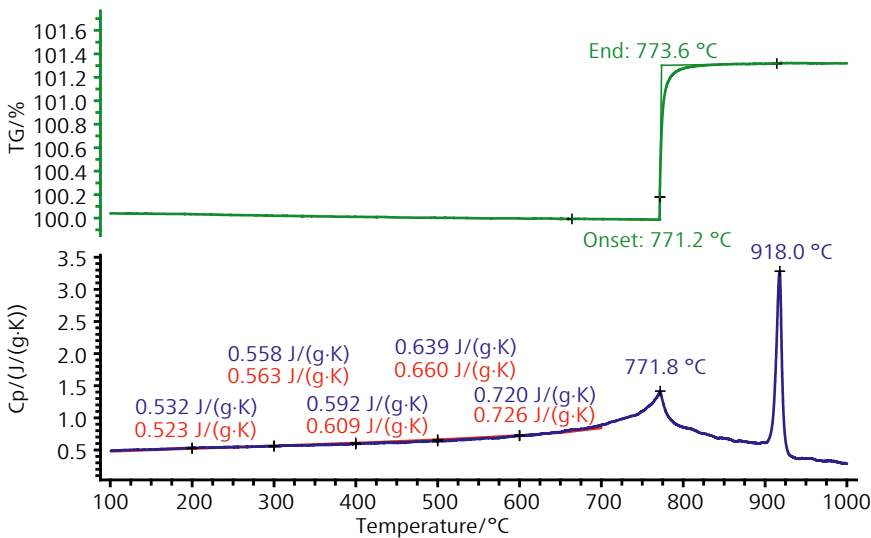
高純度サファイアの超高温測定



左図は、高純度サファイアをタングステン加熱炉により2100℃まで測定を実施したTG-DTA測定結果です。蓋つきのタングステン容器で測定を行い、2054℃（外挿開始温度）で融点を検出できております。

サファイアの融解熱量からWRe製TG-DTAセンサーのヘリウム雰囲気下での熱量感度は0.049 μV / mWと計算することができます。また、熔融状態での純物質のTG曲線（緑）には重量の変化が無い事が確認できます。

高度分析 - 金属 / 合金の比熱と相転移



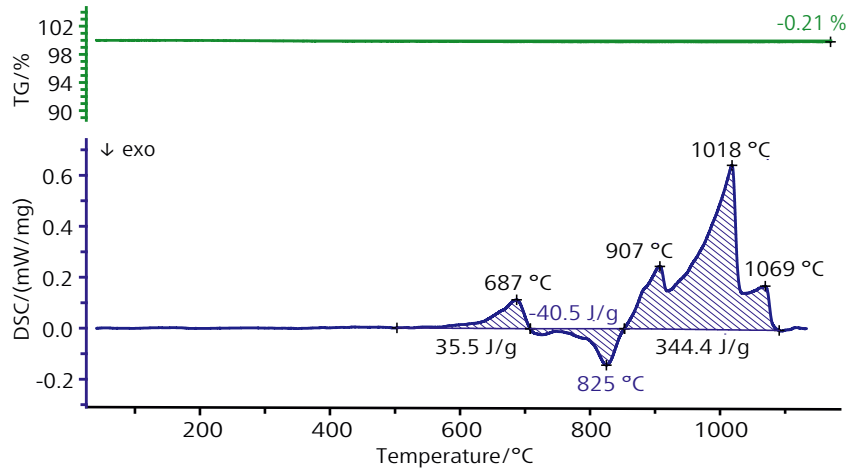
磁性補材を利用したFe 試料 (121.871 mg) のTGA 測定。
雰囲気: アルゴン、昇温速度: 10 K/min

左の図は Fe 合金の物性について比熱測定を中心に網羅的な解析をおこなったグラフです。700℃までは鉄 (Fe) の文献値と測定値がよく一致しています。この温度を超えるとキュリー転移に起因する吸熱反応があらわれます。試料に磁場があれば TGA シグナルでもこの転移を識別できます。さらに 900℃以上では合金の $\alpha - \gamma$ 相転移が起き、結晶構造が変化しています。これらの結果から金属製造などの多くの産業プロセスで重要となる金属や合金の熱物性と相転移について詳しく知ることができます。

歯科用ガラスセラミックスの熱挙動

ガラスセラミックスは強度、審美性、生体適合性に優れ、歯科治療用として大きな魅力をもつ材料です。融解- casting-焼成プロセスは古くからおこなわれているガラス製造方法のひとつで、前駆体ガラスを熱的に処理して核形成と結晶成長を開始します。歯科技工などの実際的な焼成をおこなう時点で最終的な結晶化が達成されます。

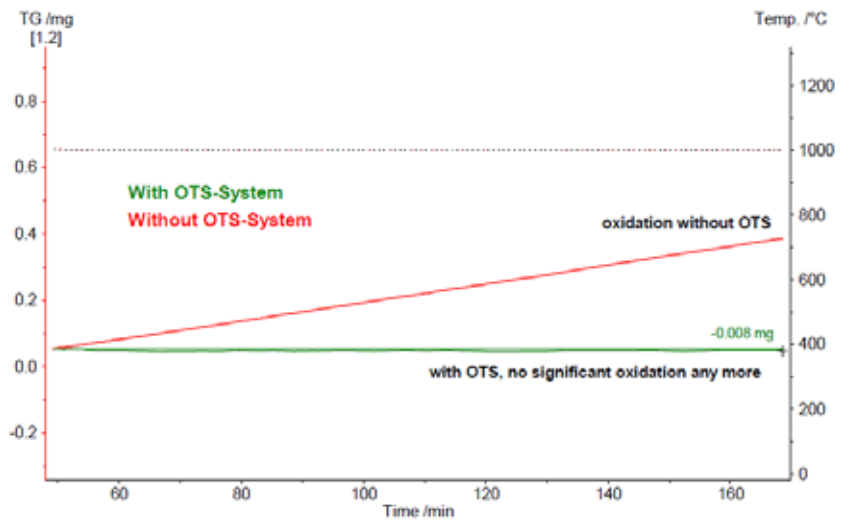
右の図は、比熱測定用の超高感度 DSC センサーを用いて未焼成の歯科用ガラスセラミックスの DSC 測定をおこなったグラフです。DSC シグナルからさまざまな反応が観察されますが、特に 825 °C の発熱ピークによって結晶化が顕著にあらわれています。歯科用の材料として安定した信頼性の高いガラスセラミックスを製造するのにこの温度範囲が最適なプロセス温度であることがわかります。



歯科用ガラスセラミックス試料の TGA-DSC 測定。試料質量: 15.462 mg、昇温速度: 10K/min、雰囲気: 窒素

ジルコニウムの酸化

右図は、STA 509 Jupiterを使用し、ジルコニウム (190.0mg) を測定温度 1000°C のOTS®システムの有無による等温測定結果を示します。測定開始3時間後のジルコニウムサンプルの酸化挙動の結果です。OTS®システムを使用しない(赤いカーブ)は、約 0.38mg の酸化増量を伴いますが、OTS®システムを使用した(緑のカーブ)場合では、酸化していない事がわかります。

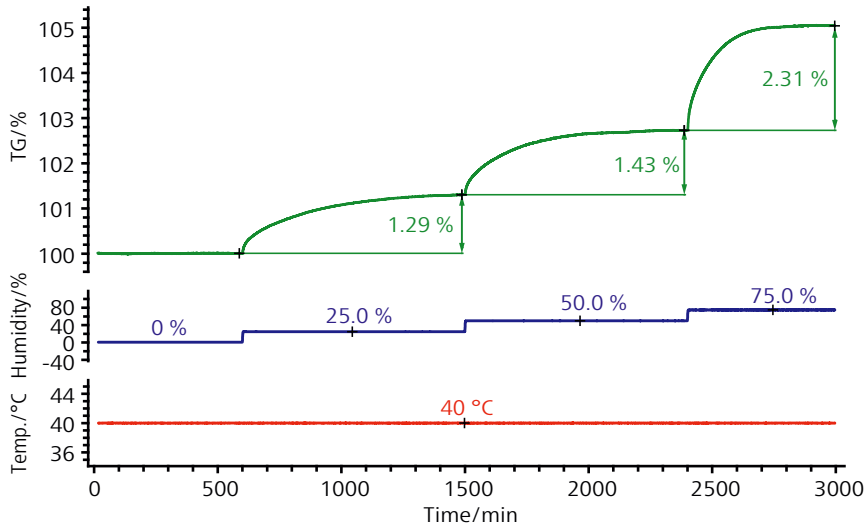


ゲッター材(リング形状)

ゲッター支持部材
(またはゲッター用支持体)

輻射シールド

湿度変化によるポリアミド6(6ナイロン)の質量変化

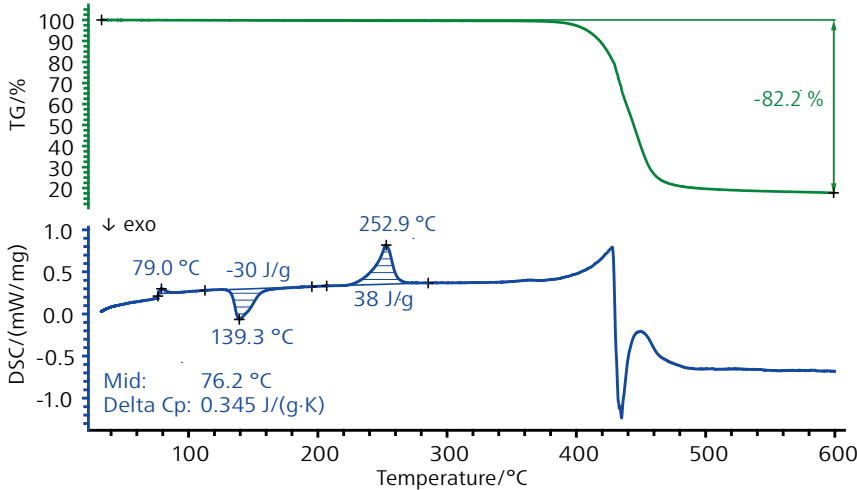


PA6 フォイル試料 (250 μm 厚) の動的湿度変化測定

幅広い用途で使用される工業用熱可塑性樹脂のポリアミド6(6ナイロン、PA6)は湿度の影響を受けると機械的/熱的な特性や寸法が変化してしまいます。

左の図は湿度調整機能を装備したSTAを用いてPA6ホイルの水分吸着を分析したグラフです。周囲雰囲気湿度レベルによって取りこまれる水分量が大きく変化します。40°Cの環境では相対湿度が75%になると5%以上の水分を吸収する可能性があります。

ポリエチレンテラフレート(PET)の熱挙動



PET 試料 (10.121 mg) の STA 測定。加熱炉: SiC 炉、昇温速度: 10 K/min、雰囲気: 窒素、試料容器: PtRh 容器+穴あきフタ

PETの用途はペットボトル、繊維、食品用パッケージフィルムなどがよく知られています。

左の図は窒素雰囲気下でPETのSTA測定をおこなったグラフです。段階的なDSCシグナルが観察され、100°C未満では0.35 J/(g·K)の比熱増加を伴うガラス転移も検出されています。緩和による吸熱ピークが79°C、結晶化による発熱ピークが139°C、融解による吸熱ピークが253°Cで示され、360°Cを超えると試料の熱分解が起こり、全体の質量が82.2%減少したことがわかります。



STA 509 Jupiter[®]

+ 高機能ソフトウェア Proteus[®]

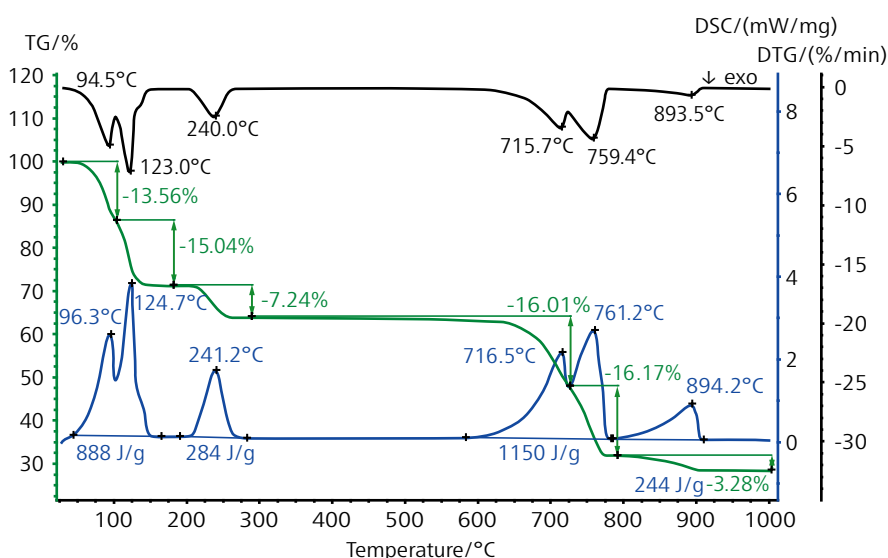
AutoEvaluation – 測定結果データを客観的にすばやく解析

AutoEvaluation (自動解析) は市販の TGA / DSC 装置で最初に導入された自律型解析システムです。ユーザーの入力を必要とせず、大幅な質量変化、吸熱反応、発熱反応を解析して自動的に DTG 曲線を生成し、ピーク温度を識別します。リアルタイムで測定を解析してグラフを表示し、検出設定と結果表示はカスタマイズすることができます。分析時間を短縮しつつデータの客観性を提示する AutoEvaluation は、経験の少ないユーザーにも豊富な専門知識を持つユーザーにもメリットをもたらします。

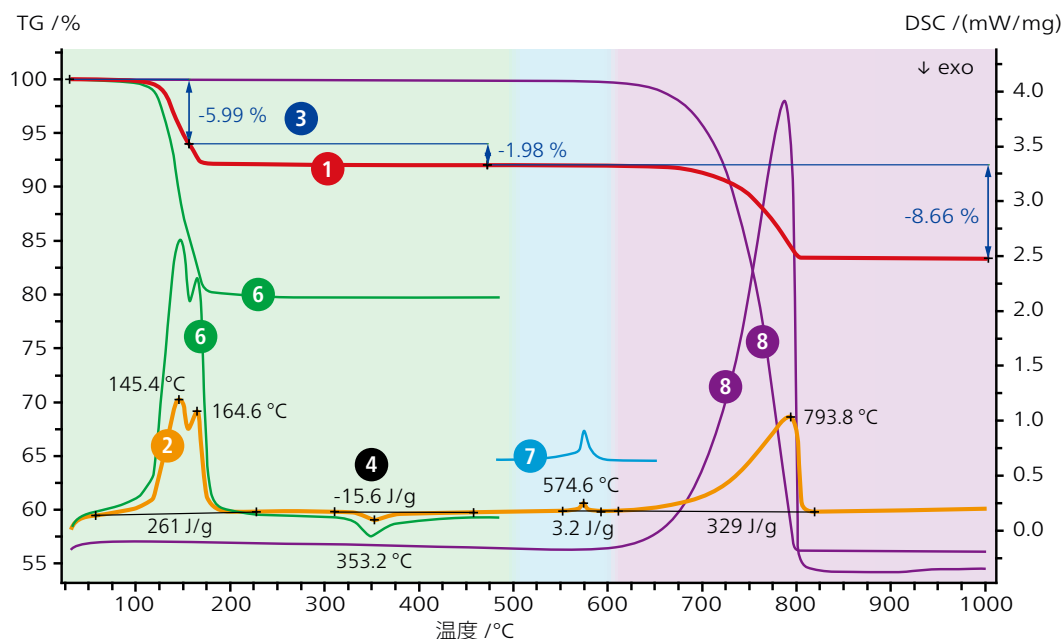
下の図は硫酸銅五水和物 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) の熱分解測定結果を自動解析したグラフです。300°C以下で結晶水 (H_2O) の放出開始、550°C~800°Cで硫酸銅 (CuSO_4) の分解、800°C以上で酸化銅 (CuO) → 酸化銅(II) (Cu_2O) の還元が起きることがわかります。

Identify – 材料同定および品質管理のためのデータベース

Identify は測定データをデータベースに照合して、試料物質の識別と分類をおこなうことのできる当社オリジナルのソフトウェアツールです。標準搭載のデータベースライブラリーには、さまざまな分野で応用されている高分子化合物、有機物、医薬品、食品、化粧品、無機物、セラミックス、金属、合金などについて、約 1300 項目のデータが格納されています。現在は DSC、DSC-c_p、TGA、TGA-c-DTA[®]、STA、DIL、TMA、DMA に対応しています。必要に応じてユーザー独自のデータを数量制限なく追加してデータベースを拡張することもできます。エントリーと測定条件を追加しておくことで新たな測定試験も円滑に準備できるようになり非常に便利です。



$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 試料 (13.72 mg) の STA 測定。昇温速度: 10 K/min、雰囲気: 窒素 (70 ml/min)、試料容器: PtRh。測定から DTG 曲線 (黒線) を作成し AutoEvaluation による自動解析を実行



- ① 未知物質の TGA 測定曲線
- ② 未知物質の DSC 測定曲線
- ③ AutoEvaluation による TGA 測定の自動評価
- ④ AutoEvaluation による DSC 測定の自動評価
- ⑤ Identify 結果 (選択範囲内でもっともよく一致する物質)
- ⑥ Identify データベースと TGA-DSC 測定の比較
- ⑦ Identify データベースと DSC 測定の比較
- ⑧ Identify データベースと TGA-DSC 測定の比較

⑤	測定値 / 文献値	一致率 [%]
	二水石膏_STA	99.2
	石英_DSC	96.7
	炭酸カルシウム_STA	99.8

Identifyでは同定処理時に TGAとDSC / c-DTA[®]など2種類の測定データを同時に読みこめるというすぐれた機能があります¹。

上の図は Identify を用いた未知物質の同定解析例です。500 °C までの TGA-DSC 測定結果はデータベース内の石膏二水和物(二水石膏、CaSO₄ · 2H₂O)のデータと非常によく似ており、575 °C で検出された DSC ピークは該当する温度範囲における石英の α → β 転移のデータ、600 °C 以上の TGA-DSC 測定結果は炭酸カルシウムの分解のデータによく一致していることが示されました。したがって未知物質は二水石膏、石英、炭酸カルシウムで構成されていることがわかります。

¹ [A. Schindler, M. Doedt, S. Gezgin, J. Menzel, S. Schmolzer, J Therm Anal Calorim \(2017\) 129:833–842, DOI 10.1007/s10973-017-6208-5](#)

Proteus[®] Search Engine & LabV[®]

Proteus[®] Search Engine – データをスマートに管理

試料や測定条件設定の異なる測定データや解析データを処理する場合には、データに直接アクセスできたり指定した条件でデータを抽出できたりすると非常に使い勝手がよくなります。Proteus[®] の検索エンジン機能は測定データを選択したディレクトリーに自動で同期して瞬時にフィルタリングします。測定曲線や解析ステータスはワンクリックでプレビュー表示できます。

自分で設定した検索条件に“My Ceramics”などの好きな名前を付けて保存したり、既存の条件で検索するように切り替えたりすることもできる、強力なデータ管理ツールです。



Proteus[®] Search Engine の検索機能

- 効率的なデータ管理
- 指定した条件でデータに直接アクセスして並べ替え
- ファイルを開かずに測定 / 解析結果をプレビュー表示
- データをすばやく簡単に取得
- 装置名、メソッド、オペレーター名、ファイル名、シグナル、日付、測定条件、反応の解析など、さまざまな条件で検索を実行

LabV[®] – ラボで AI を活用

本装置には LabV[®]データ管理プラットフォームを搭載しています。測定技法やデバイスによらず、すべてのデータを自動収集して一括表示画面での整理、分析、検索を可能にしたユーザーフレンドリーなソフトウェアソリューションです。

LabV[®]はデータ分析を簡略化して深い洞察をすばやく与えてくれるチャット AI アシスタントです。ChatGPT のように自然な日常の言葉で指示を出して、測定や解析の結果をさまざまなグラフに表示させたり、データ傾向や複雑な相関関係を把握したりすることができるようになります。

LabV[®]の機能

- 自動ワークフロー
試験手順を合理的に自動化して直感的に操作できるインターフェイスから測定を実行
- データプラットフォーム
装置やすべてのデバイスと IT システムを接続してエンドツーエンドのプロセスをフラットに統合
- デジタルチャット AI アシスタント
データ管理プラットフォームに自然言語 AI を導入

 LabV[®]-primed

Proteus® ソフトウェア

BeFlat® –自動補正で時間を節約

指定した測定条件に応じて TGA / DSC 曲線を適切に補正します。校正用のブランク測定をおこなう必要がありません。

レポート作成ツール

複数のレポート作成テンプレートが用意されており、自社のロゴマーク、表、説明テキスト、グラフなどを簡単に追加してレポートを作成できます。Identify を用いた物質同定結果を追記することもできます。

Peak Separation

異なる測定 (TG、DSC、MS、FI-IR) の曲線上で重なったピークを分離表示します。測定データは個々のピークの合計としてグラフ化し、分離したピークをそれぞれ解析することができます。

比熱測定 (c_p)

ASTM E1269 / DIN 51007 / DIN 11357-4 等の規格に定められた比率とステップワイズ法の手順で DSC シグナルから比熱容量 $c_p(T)$ を算出することができます。また、DIN 51007 には DSC 熱流速シグナルから自動的に比熱を算出する方法も規定されています。 $c_p(T)$ の結果は不確実性マージンと共に曲線表示できます。

Kinetics Neo – 反応予測からプロセスを最適化

Kinetics Neo はさまざまな温度条件下でおこなわれた一連の測定結果に基づいて化学反応と熱物性プロセスの解析モデルを作成します。多段階反応からも活性化エネルギー、前指数因子、反応の順序などの速度論的パラメーターを細かく検出してモデリングすることができます。ユーザー設定の温度条件からも反応挙動をシミュレーションしてプロセスを最適化させることが可能です。

Proteus® Protect

21 CFR Part 11 に準拠して監査証跡を残し、データの整合性を保証するオプション機能です。

STA 509 Jupiter® ソフトウェア機能

	Supreme	Select	Classic
AutoEvaluation (TGA & DSC)	■	■	■
BeFlat®* (TGA & DSC)	■	■	■
c-DTA®	■	■	■
OIT 酸化誘導時間 / 温度	■	■	■
レポート作成	■	■	■
Eco Mode	■	■	■
Identify	■	□	□
Proteus® Search Engine	■	□	□
Peak Separation	■	□	□
比熱 (c_p)	■	□	□
温度変調 (TGA-DSC)	■	□	□
SuperRes®	■	□	□
TauR	■	□	□
純度 (TauRに付属)	□	□	□
LabV®	□	□	□
Proteus® Protect (CFR 21 part 11準拠)	□	□	□
Kinetics Neo (反応速度論解析)	□	□	□
Termica Neo** (温度分布シミュレーション)	□	□	□
EGAサポート	□	□	□

■ 標準機能

□ オプション機能

* MFC 仕様に搭載

** Kinetics Neo に追加可能

記載事項以外のカスタマイズもご相談ください。

STA 2500 *Regulus*[®]

独自の 上皿式差動型天秤

上皿型の天秤はガスがスムーズに流れるため、結露や汚れから守られます。

差動型天秤は幅広い温度範囲にわたって浮力や対流による影響を相殺するので、時間のかかるベースライン測定を省略できます。

さまざまな 測定雰囲気に対応

測定は不活性、酸化性、還元性、真空雰囲気で行うことができます。また、雰囲気は一定でも途中で変更しても測定できます。内蔵されているマスフローコントローラーMFC（オプション）はソフトウェアで操作でき、測定中にいつでもガスを調節できます。

優れたコスト パフォーマンス

本装置は、フル装備の同時熱分析装置です。高精度で 1600 °C まで測定でき、優れたコストパフォーマンスを実現しています。



発生ガス分析

上皿型天秤を使用したSTAは、フーリエ変換赤外分光計（FT-IR）、質量分析計（MS）、ガスクロマトグラフ質量分析計（GC-MS）など、発生ガス分析システムとの組み合わせに適しています。

加熱/冷却を行う過程で発生するガスを分析できます。

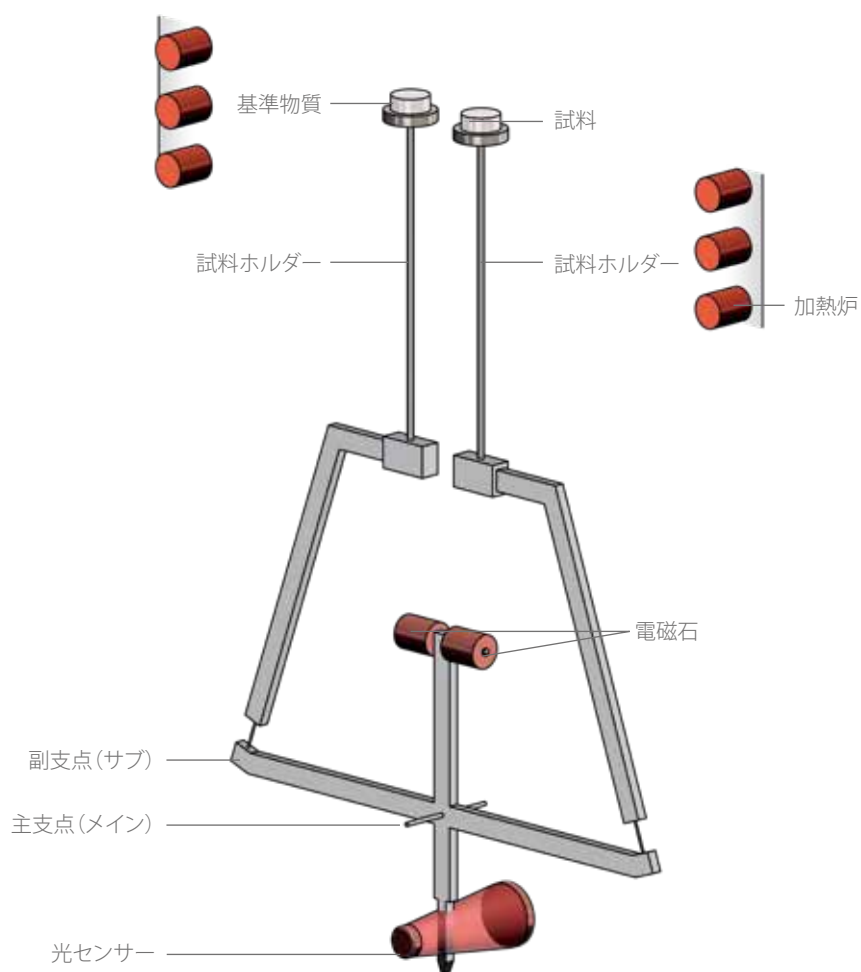
高い信頼性と 高いコストパフォーマンス

- 室温 ~ 1100 °C / 1600 °C
- 重量測定範囲 : ± 250 mg
- 試料重量 : 最大 1 g
- 熱天秤分解能 : 0.03 μg

Standard Solution with Trendsetting Technology

上皿式差動型示差天秤システム

本装置は、独自に開発した分解能 $0.03 \mu\text{g}$ のウルトラマイクロ天秤を搭載しています。この示差天秤は、左右対称のアームが加熱炉内の試料ホルダーに接続されています。補正システム（電磁石）は高解像度の光センサーで制御されています。このシステムによって測定値が安定し、 $\pm 250 \text{ mg}$ の範囲で高分解能を実現します。また、雰囲気ガスが変化しても浮力による影響が補正されます。



上皿式差動型示差天秤システム

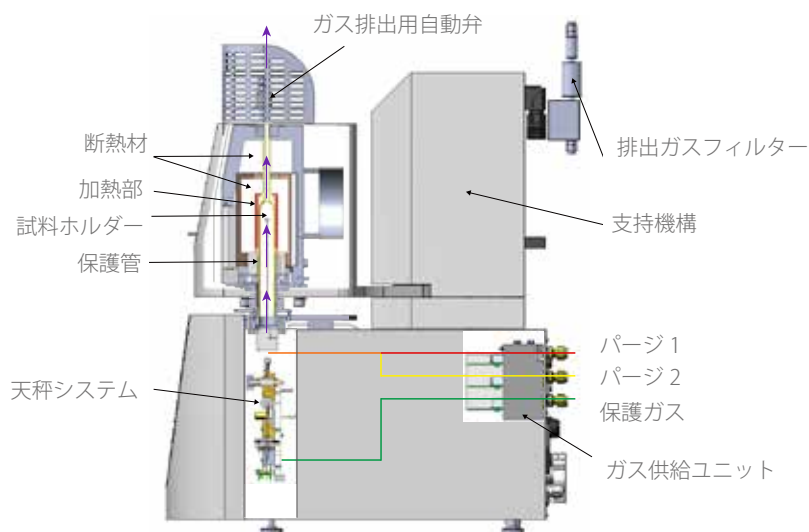
STA 2500 Regulus® 技術仕様

STA 2500 Regulus®

上皿式差動型示差熱天秤

加熱炉	温度範囲	室温～1100 °C / 1600 °C (2種の加熱炉を選択可能)
	昇温速度	～ 100 °C/min (加熱炉によって異なる)
	温度精度(再現性)	0.3 K
天秤 センサー	仕様	差動型天秤
	計測範囲	±250 mg、最大試料重量 1 g
	分解能	0.03 μg
雰囲気	熱電対	タイプ S、タイプ P
	真空密封性	10 ⁻⁴ mbar (10 ⁻² Pa) (真空排気システムによって異なる)
	雰囲気ガス	不活性、酸化、還元性、減圧中、水蒸気
	ガス調整	内蔵マスフローコントローラー (オプション)
	本体寸法 (mm) / 重量	幅320×奥行500×高さ600 (炉体開放時 高さ750) / 重さ37 kg
	試料観察	オプション
	重さ	35 kg
	寸法(W×D×H)	390 mm × 510 mm × 600 mm

※装置外観、仕様は予告なく変更することがあります。



STA 2500 Regulus 概要図

Accessories

試料容器/Slip-onプレート

アルミナ、白金、アルミニウム、石英などを材料としたさまざまな形状の試料容器があります。本装置には、Slip-onプレートが付属しており、ほぼすべての試料容器に対応しています（下表参照）。大容量試料容器には、専用のSlip-onプレートが必要です。



Slip-onプレート



各種Slip-onプレート

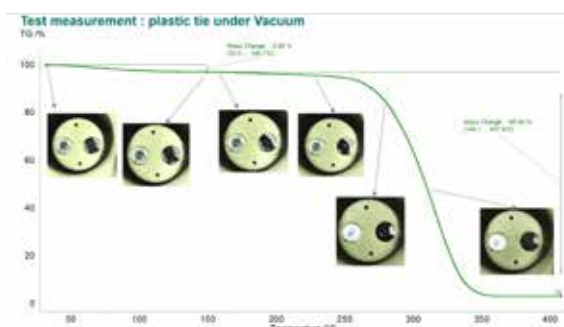
各種試料容器

材質(純度)	直径/厚み	容量	最大温度
アルミニウム (99.5%)	Ø 5.2/2.6 mm	45 µl	600 °C
アルミニウム (99.5%)	Ø 5.2/5.1 mm	95 µl	600 °C
アルミナ (99.7%)	Ø 5.2/2.6 mm	40 µl	1700 °C
アルミナ (99.7%)	Ø 5.2/5.1 mm	80 µl	1700 °C
白金	Ø 5.2/2.6 mm	45 µl	1600 °C
白金	Ø 5.2/5.1 mm	95 µl	1600 °C
石英	Ø 5.0/2.6 mm	25 µl	1000 °C
石英	Ø 5.0/5.1 mm	55 µl	1000 °C
大容量アルミナ (99.7%)*	Ø 8.0/10.0 mm	400 µl	1700 °C

※ 大容量Slip-onプレートで使用

試料観察システム

高解像度カメラを用いて、測定中の試料の様子を観察可能な機能です。STA 2500 Regulus の試料観察システムでは、大気圧下と真空下(10⁻² Pa)でも測定が可能です。



水蒸気雰囲気下での 重量変化や寸法変化の評価が可能

- 露点 -20 ~ 85 °C までの幅広い水蒸気濃度での測定が可能
- 分流法の採用により露点制御安定性は ± 1 °C 以内
- MS などの各種機器へのカップリングも可能
- 独自のセンサープログラムにより自動制御 / フィードバック機能を搭載



HC 9800

- 室温 ~ 1500 °C
- 水蒸気安定性: ± 1 °C 以内
- 水蒸気制御方式:
露点制御もしくは水蒸気圧制御
- 水蒸気範囲: -20 ~ 85 °C

HC 9700

- 5 ~ 80 °C (TG)
- 水蒸気安定性: ± 0.5 % RH 以内
- 水蒸気制御方式:
相対湿度制御
- 水蒸気範囲: 5 ~ 90 % RH

真空度制御下での 重量変化の評価が可能

- 上皿式差動型天秤機構により圧力変化時においても TG ドリフトを最小限に抑制
- 10⁻⁴ Pa オーダーの真空雰囲気下における TG-DTA 測定が可能
- 独自の圧力制御システムにより 0.1 ~ 280 Pa の低真空から中真空域における圧力制御が可能

HV-STA2500 Regulus

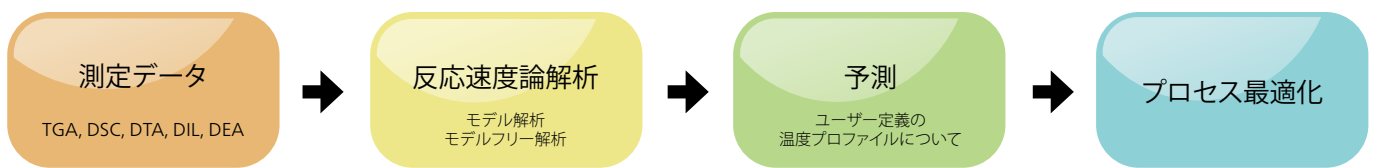
- 室温 ~ 1500 °C
- TG 分解能 / 最大重量: 0.1 μg / 1 g
- 到達真空度: 10⁻⁴ Pa オーダー
- 圧力制御範囲: 0.1 ~ 280 Pa



温度依存性の反応プロセスを 速度論的に解析

物質はある明確な性質を持っていても、反応物質との化学反応によって別の性質を持つ物質に変化する可能性があります。爆発のように一秒にも満たない短時間で瞬間的に終わる反応もあれば、鉱物の生成のように何千年、何百万年という長い時間をかけて進む反応もあります。

反応速度論は化学反応速度論やKINETICSとも呼ばれ、速度の観点から化学変化の進行を調べて物質の反応速度を決定する方法論です。速度を左右する要因についても検討します。この知識があれば、基本的な化学反応の背景にある分子の詳細なメカニズムについても深い洞察を得ることができます。



エポキシ系接着剤の硬化挙動分析

- 所定時間で目標の硬化度を達成するのに必要な最低温度は？
- 指定した温度プログラムでの硬化率は？

熱硬化性樹脂の架橋中にガラス転移が起こる場合、異なるメカニズムで支配された2つの領域に反応を分けて考えることができます。

ガラス転移点より上の温度での反応は化学変化で、アレニウスの式であらわすことができます。ガラス転移点付近では拡散により挙動が支配されます(拡散律速)。

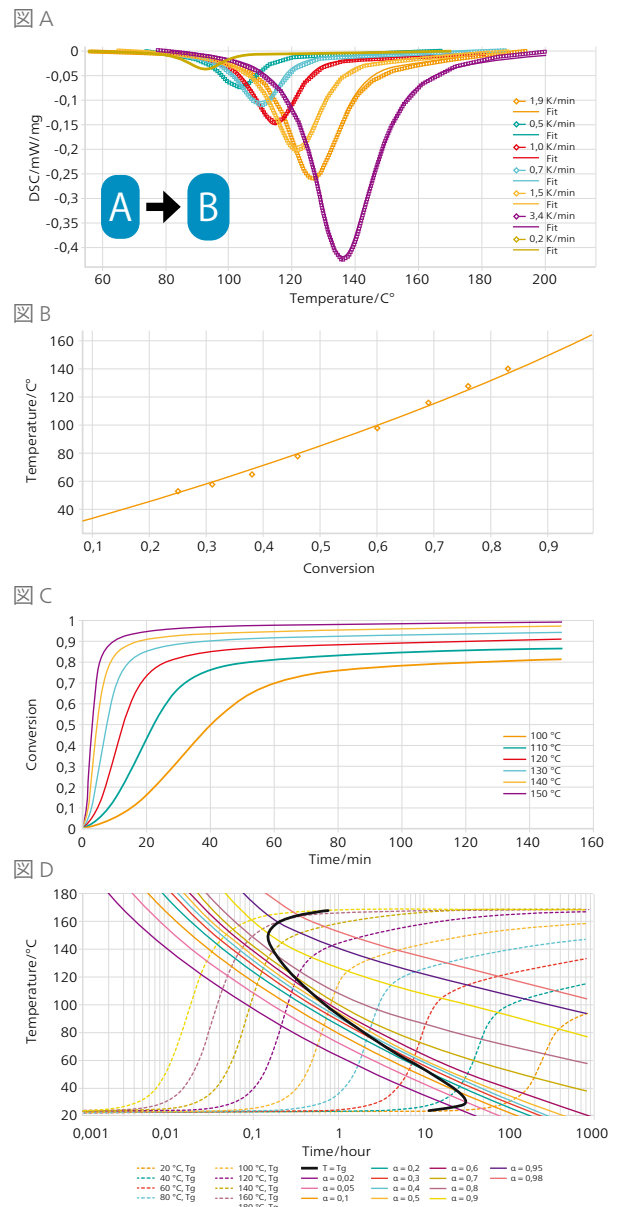
ガラス転移点付近の反応速度は両プロセスの影響を受けるため、反応挙動の速度変化を考慮するには拡散律速アルゴリズムを用いて速度論的応答モデルを拡張する必要があります。

図Aは7パターンの昇温速度で硬化プロセスのDSC測定をおこなったデータ(点線)に、拡散律速を考慮したモデルによるシミュレーション(実線)をフィッティングしたグラフです。このモデルを使用すれば異なる温度条件下での反応速度を予測できることがわかります。

図Bはガラス転移温度と硬化度の測定データ(点)にDi Benedettoの式(実線)をフィッティングしたグラフです。

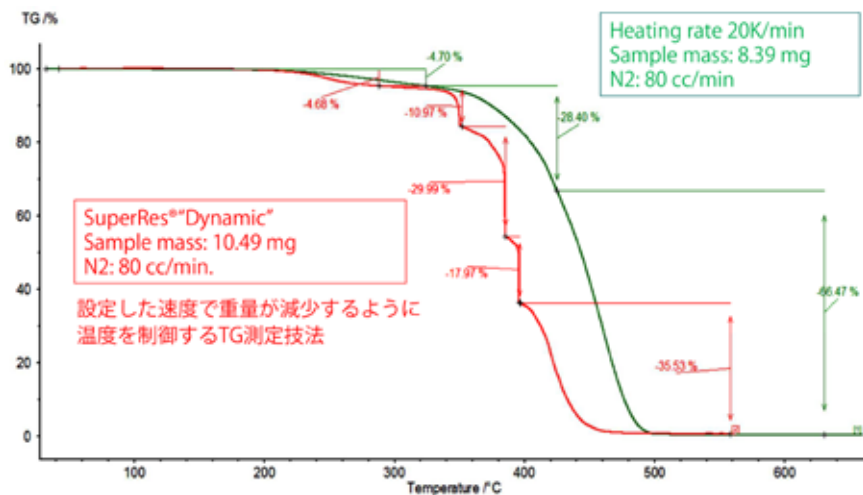
図Cは複数パターンの等温保持条件で硬化測定をおこなったグラフです。反応率が高くなると拡散律速により硬化速度は遅くなります。たとえば反応率90%の状態では硬化が達成されるのに、110℃では52分、120℃では26分、140℃では8.7分かかります。

図Dは長時間の反応をシミュレーションした時間-温度変態(TTT)図のグラフです。



APPLICATIONS

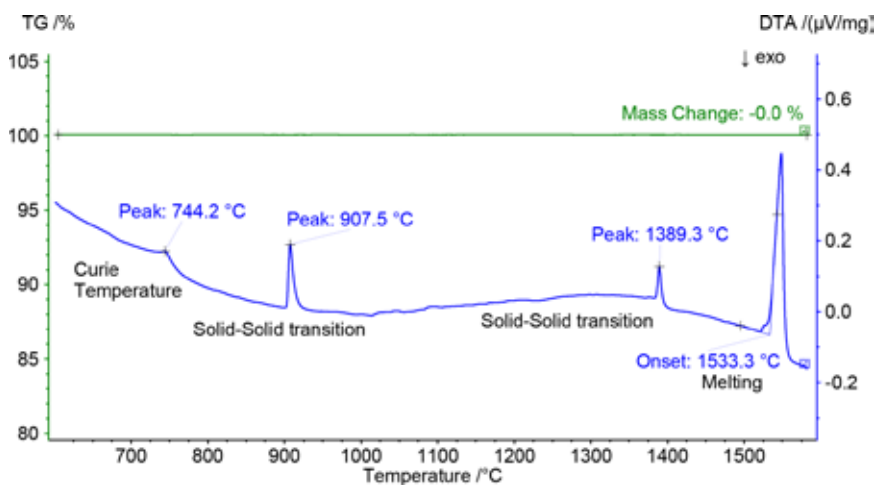
Super Res[®] モード



スチレンブタジエンゴムのTG-DTA測定結果

スチレンブタジエンゴムは、耐熱性、耐摩耗性、耐老化性、機械強度等に優れ、主に自動車用タイヤに使用されています。左図は、一定速度での昇温したデータとSuper Res[®] モードを使用したデータの比較です。一定速度で昇温した場合、減量の起こる温度が近接し減量挙動を明確にすることが困難ですが、Super Res[®]モードを使用する事により設定した速度で減量するように温度を制御する事が可能で、近接した減量を分離する事が可能になります。

鉄の相転移

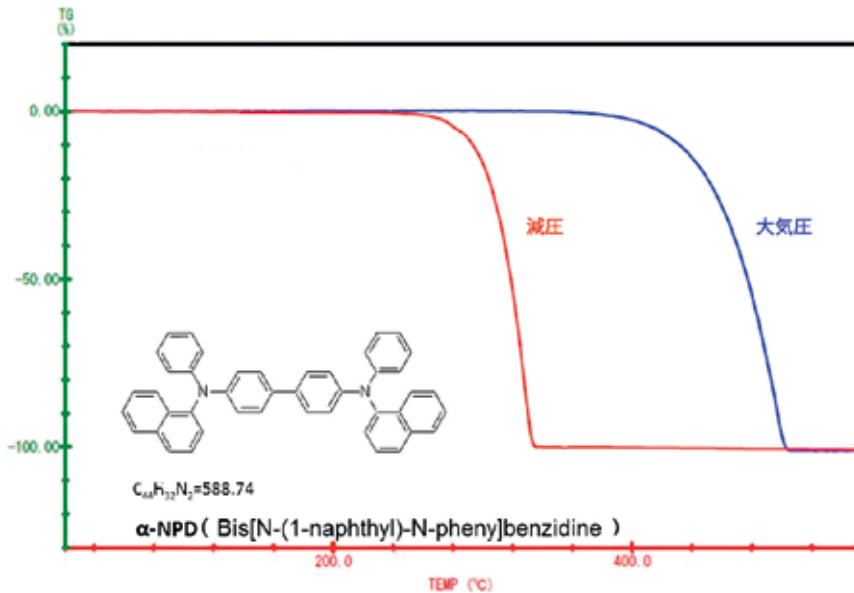


純鉄のSTA測定 (昇温速度: 20K/min)

本装置の DTA は高感度なため、微弱な相転移も検出できます。また、全自動真空排気システムオプション (AutoVac) を使用すると、酸素濃度の低い測定雰囲気を作り出すことができます。左図は、純鉄試料を室温~1600 °C に加熱して行った TG-DTA測定グラフです。744 °C で起きた反応は、試料の磁性が変化したことを表しています (青)。908 °C と1389 °C のピークは結晶構造の変化によるもので、1533 °C (外挿開始温度) の吸熱ピークは融解によるものです[1]。TGAシグナルには質量損失が検出されていないことから、真空密閉構造であることと、試料が純粋物質であることが分かります。

[1] Das Techniker Handbuch, Grundlagen und Anwendungen der Maschinenbau-Technik 第15版 (Alfred Böge編, Vieweg Verlag社, 1999年)

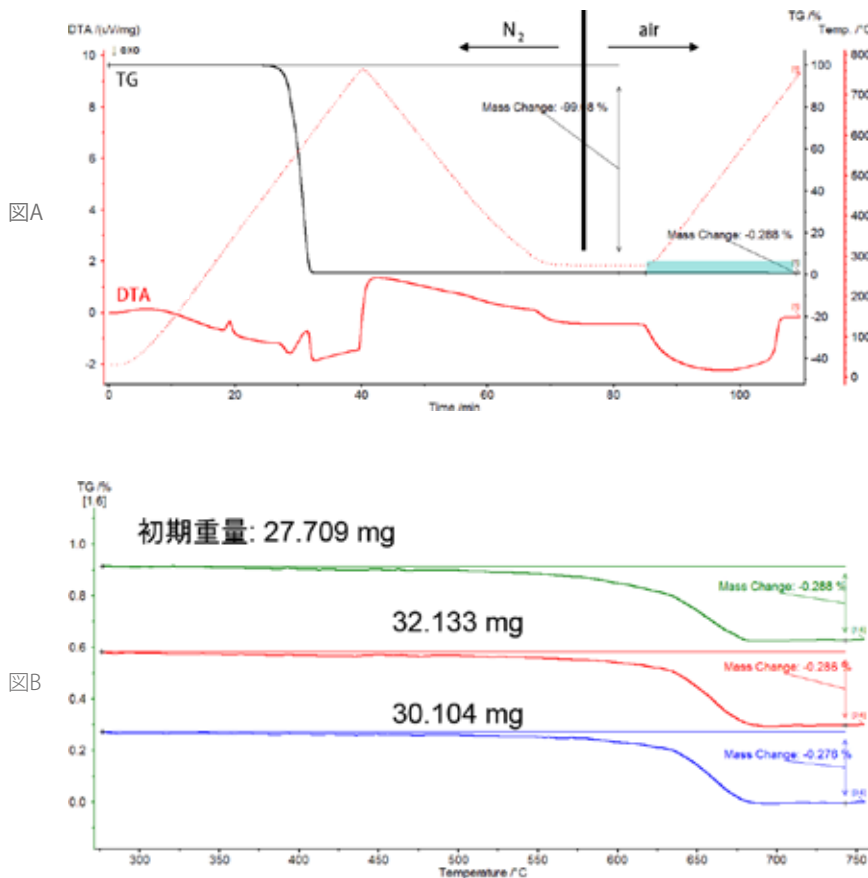
有機EL層の昇華



大気圧および減圧環境下の α -NPD 測定

有機多層構造体の中には、特殊な光学的特性や物理特性を備えるものがあり、これらは有機ELなどの新しい光電機器への応用の可能性を生み出します。
 α -NPDは有機多層構造体の正孔輸送層です。本装置は真空密閉構造であるため、減圧下でも測定が可能です。左図は、減圧下で α -NPDの測定を行い、昇華温度が380°C（大気圧、青曲線）から240°C（減圧、赤曲線）に下がったことを示すグラフです。

残カーボンの定量測定



図A

図B

ゴムや樹脂にカーボンやCNTを添加することにより、タイヤなどの材料の補強、強化できることはよく知られています。サンプル室の酸素濃度を落とした熱重量測定を行う事で、ゴムや樹脂中のカーボン量の定量測定を容易に行う事が可能です。
 図Aは1回目の昇温時サンプル室の真空置換後に窒素雰囲気下にて昇温、2回目の昇温時に空気雰囲気下で昇温した結果です。不活性雰囲気下では有機成分の脱離、酸化性雰囲気下では残カーボンの燃焼挙動を示しています。
 図Bは、3回の異なる測定における残カーボンの再現性測定結果です。結果より、 $0.282 \pm 0.006 \%$ と言う非常に良好な再現を得ることが確認できます。

発生ガス分析 (EGA)

TG-DSC-FTIR/MS/GC-MS

STA 509 *Jupiter*®は FT-IR (フーリエ変換赤外分光計)、MS (質量分析計)、GC-MS (ガスクロマトグラフ質量分析計) などの発生ガス分析装置とのカップリングが可能です。発生ガスの性質に関する情報を時間または温度の関数として求めることができ、試料物質固有のスペクトルデータを得られます。

FT-IR 接続

共同開発パートナー Bruker Optics 社の FT-IR を組み込んだカップリングシステムは「More than just the sum of its parts」を掲げています。

TGA のパージガスから発生した揮発成分は、加熱トランスファーで真空セルに導入され、双極子モーメントが変化するガスは吸光スペクトルで特定、複雑な混合ガスも分光的に分離します。

PERSEUS® STA 509 *Jupiter*®

このシステムは、Bruker Optics 社との提携で生まれた省スペース型 TGA-FT-IR システムです。最先端の技術を備えた TGA 装置と FT-IR 装置を統合したこのカップリングシステムは市場に新機軸を打ち出しました。TGA 炉のガス排出口と内蔵の加熱セルが直接接続されており、トランスファーも短経路で容量が少ないため、設置面積が小さく高速輸送手段での運搬が可能です。

MS 接続

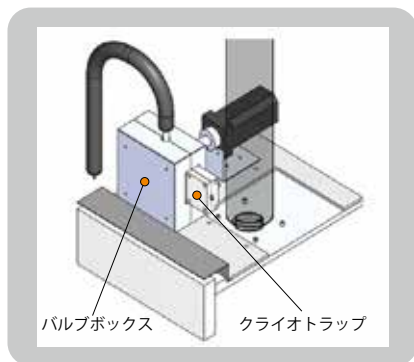
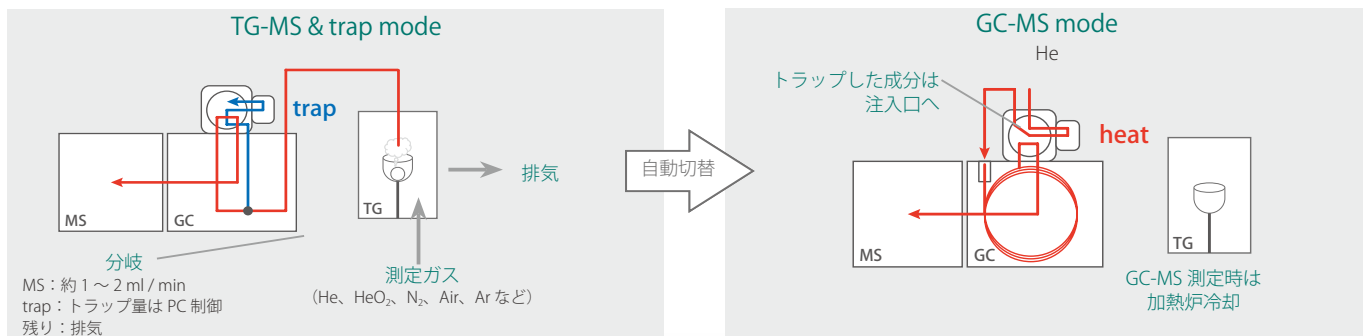
QMS 505 *Aëolos*® (四重極質量分析計) と接続し、350°C 加熱キャピラリー管経由でガスを MS のイオン源へ導入し詳細分析。

GC-MS 接続

GC-MS (ガスクロマトグラフィー質量分析計) は揮発性/半揮発性化合物を高分解能で分析。固定相と移動相の成分分布差で分離し、質量分析計で検出します。

NETZSCH が新規開発したクライオトラップシステム！

1 度の加熱で TG-MS、GCMS 両方のデータを採取可能。



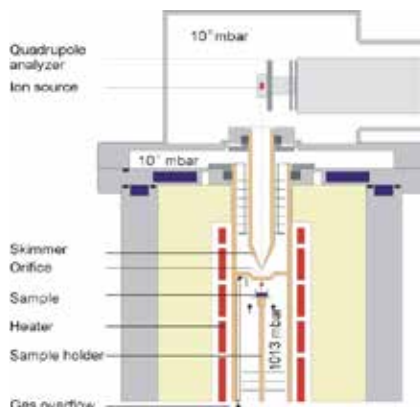
STA 509 *Jupiter*® + GCMS Jeol JMS-Q1600GC カップリングシステム

技術仕様

EGAシステム				
	GC-MS カップリング	STA-QMSカップリング QMS505 Aëolos	STA SKIMMER カップリング	STA-FTIR カップリング
測定温度範囲 ※加熱炉に依存	室温 ~ 2400 °C	室温 ~ 2400 °C	~1450 °C / ~ 1950 °C	室温 ~ 1650 °C
トランスファーライン 最大加熱温度	400 °C	350 °C	-	230 °C
測定レンジ	1 ~ 1022 u	1 ~ 300 u (オプション:1~512u)	1 ~ 512 u	-
イオン化法	EI / PI / CI	EI	EI	-
ガスバルブシステム	搭載可能	-	-	-
FTIR測定波長範囲	-	-	-	7500 cm ⁻¹ ~ 370 cm ⁻¹
FTIR最高分解能	-	-	-	1.0 cm ⁻¹ (分光器による)
検出器	-	-	-	MCT
ガスセルトランスファ ーライン有効体積	-	-	-	約 15 cc

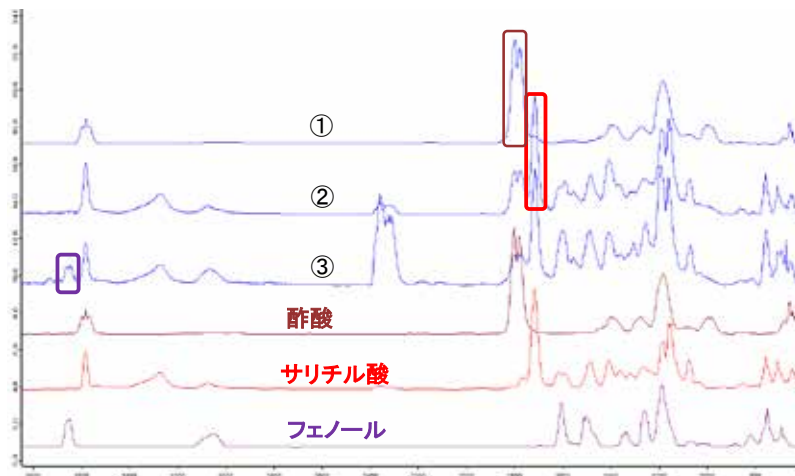
SKIMMER カップリングの特徴

本システムは、真空密閉構造型のNETZSCH社の同時熱分析装置STA 449 F3 (TG-DSC/DTA) をベースとし、独自のカップリングシステムを用い、発生ガス導入時の再凝縮の可能性が極めて低い構造です。試料室内をガスが垂直に上昇することと、運ばれるパスが極めて短いことから、熱分解で生じたガスが固着しません。この結果重い分子やフラグメントであっても、応答時間が極めて短くなります。



APPLICATIONS

医薬品の安定性

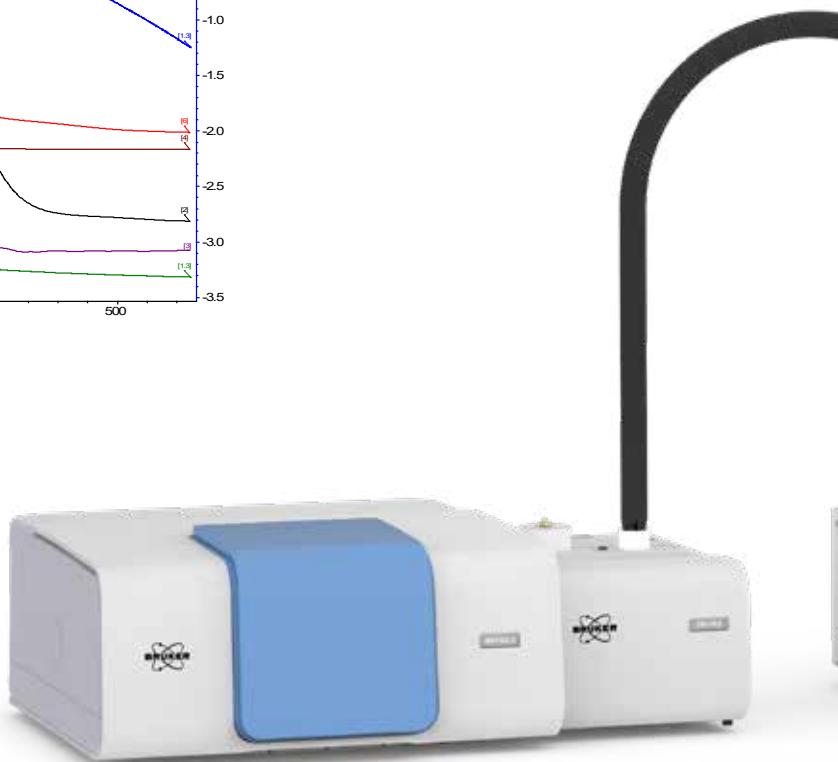
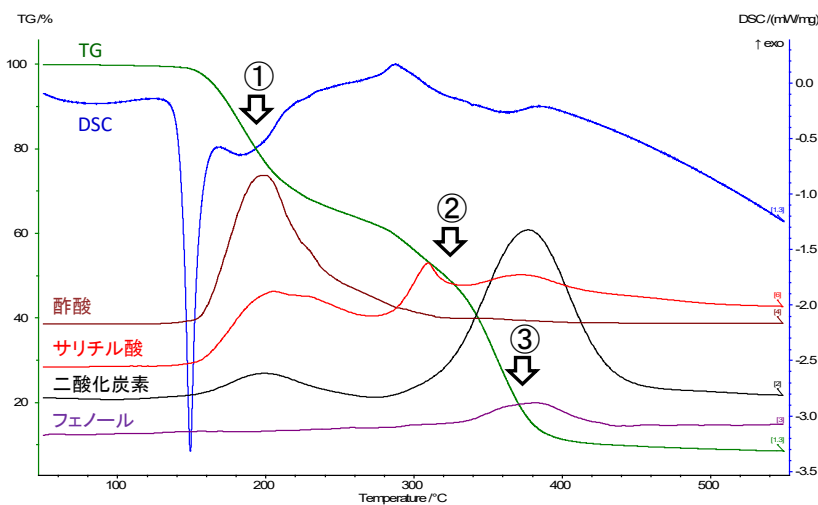


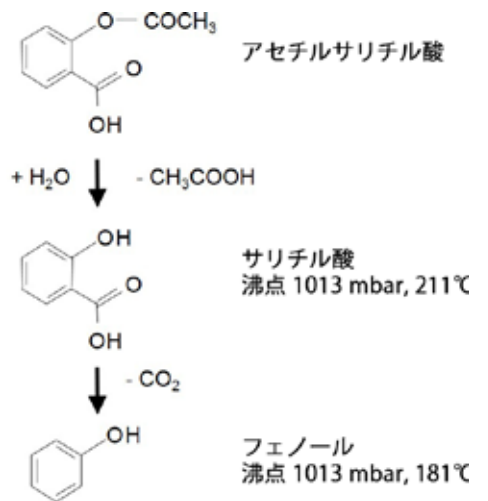
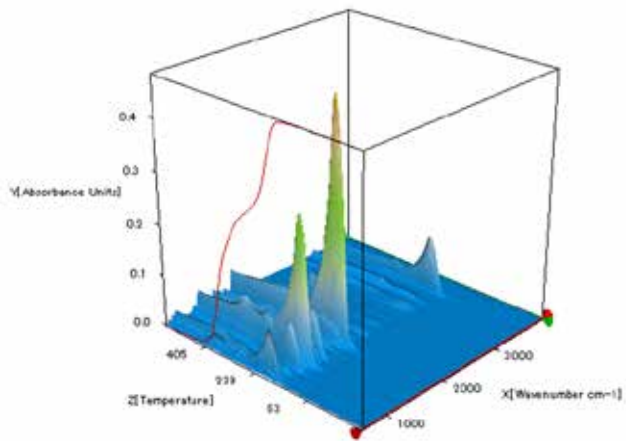
薬剤の有効性、安全性、安定性は薬の研究開発において重要な意味を持ちます。貯蔵期間の研究として、有効成分などの熱分解挙動を測定することにより製品の安定性を理解することができます。

左図は、アスピリン錠剤10 mgのTG-FTIR測定結果を示します。測定温度範囲は、室温 ~ 600 °C、昇温速度 10 °C/min、窒素雰囲気下にて実施されました。製剤の熱分解挙動 (TG) は3段階からなり、それぞれ異なる種類の脱離ガスが確認されております。

- 1 段階目：酢酸
- 2 段階目：サリチル酸
- 3 段階目：二酸化炭素、フェノール

各温度での反応と分解過程は、構造式により理解することができます。

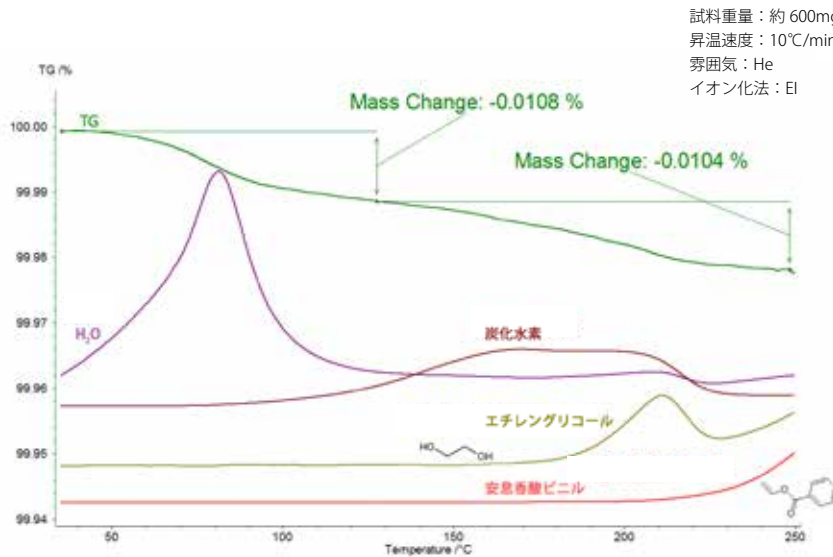




STA 509 Jupiter® + FT-IR Bruker Invenio + QMS 505 Aëolosカップリングシステム

発生ガス分析 (EGA) MS/GC-MS

PETの大容量測定

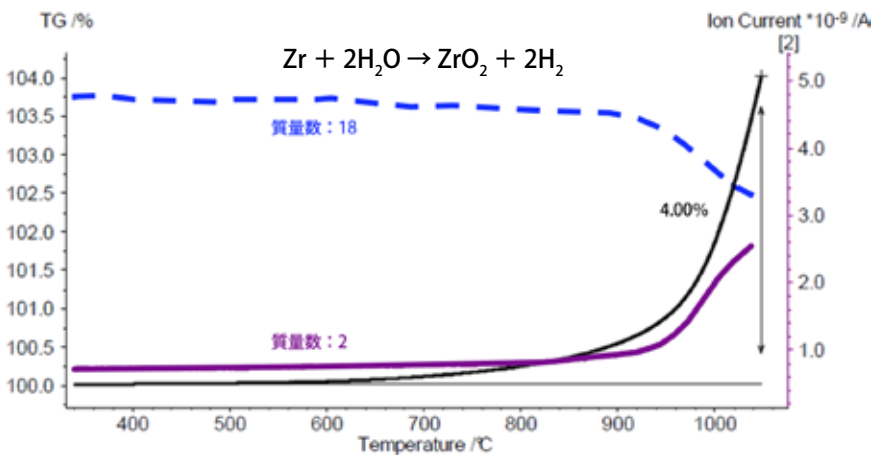


PET：ポリエチレンテレフタレートは飲料容器として知られるペットボトルなど、多用途な熱可塑性樹脂として知られています。左図は、PETフィルムを約 600 mg 大容量容器（5.0 ml）に導入し、He 雰囲気下、EI法にて融点前の250 °Cまで測定を行った結果です。

大きく2段階の重量減少が確認でき、1段階目（130 °C）の重量減少 0.0108 %では自由水の脱離、2段階目（250 °C）の重量減少 0.0104 %では、PETの原材料である安息香酸ビニル、エチレングリコール、炭化水素の脱離が確認できます。大容量容器での測定以外では測定出来ない微量TG-MS 測定結果です。

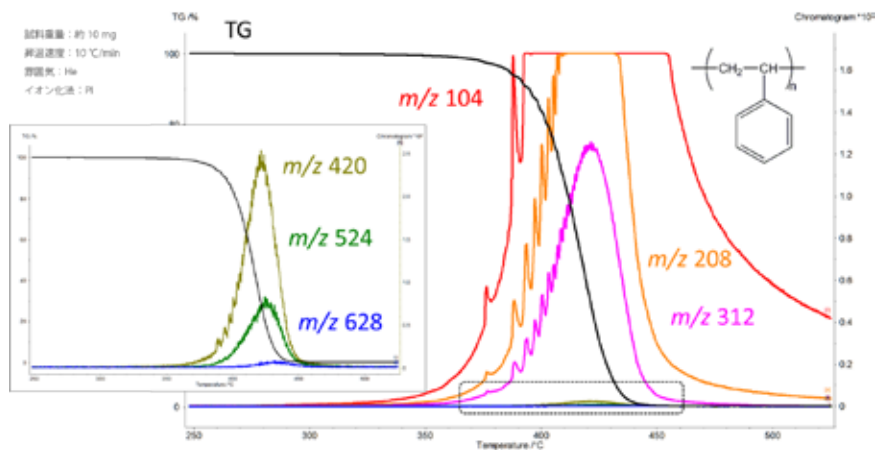
水蒸気雰囲気中の発生ガス分析

各種エネルギー分野などで水蒸気雰囲気中の発生ガス分析の必要性が重要視されています。



左図は、水蒸気雰囲気中でのジルコニウム（BCR - 276）の重量（TG）曲線と、質量数2（水素：H₂）、質量数18（水：H₂O）の曲線を表しております。600°C付近よりサンプル重量の増加に併せて、水素の発生と水の減少（水とジルカロイの反応）を確認する事が出来ます。

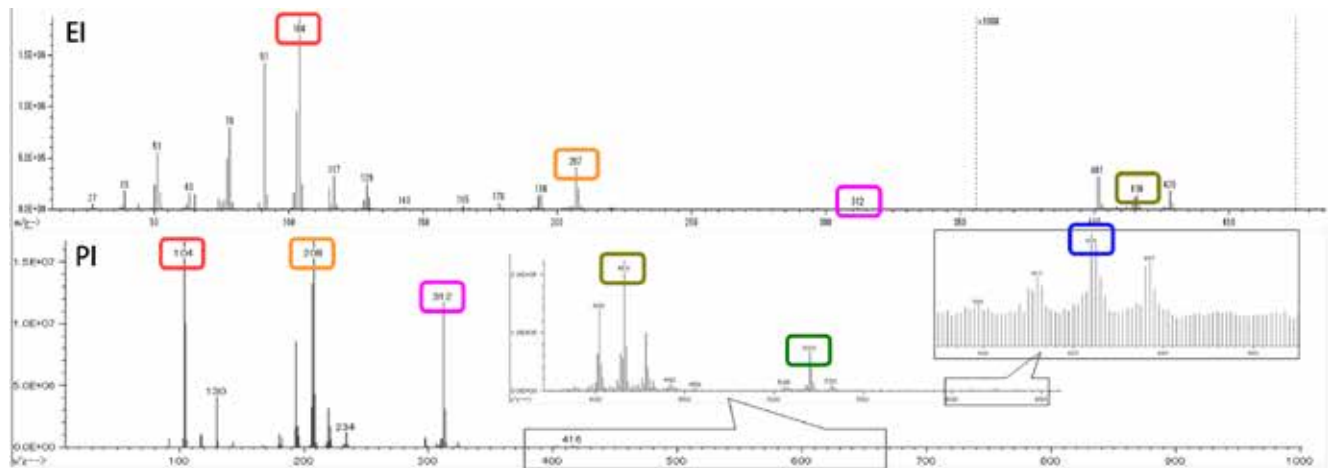
光イオン化法によるPSの熱分解挙動



図A: ポリスチレンM.W.250,000のTGと抽出クロマトグラム (PI法)

PS：ポリスチレンはスチレンをモノマーとするポリマーであり、安価かつ容易に射出成形できる事から日用品などで多く使用される熱可塑性樹脂です。

図Aは、PSのPI法（光イオン化法）による測定結果を示します。測定条件は試料重量10 mg、昇温速度10 °C/min、He雰囲気で行いました。350 °C 付近より始まる重量減少と共にスチレンの熱分解挙動が示されており、PI法での測定の為、m/z 628の6量体までの抽出クロマトグラムを確認することができます。



図B: ①EI法による平均スペクトル結果、②PI法による平均スペクトル結果

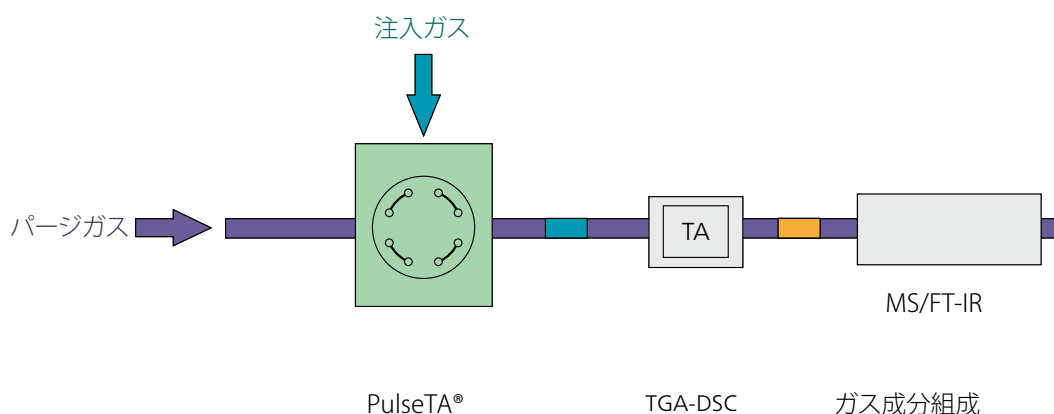
図Bは、EI法とPI法のイオン化法の違いによるマスペクトル結果を表します。EI法では分子量450 Da以下の分子イオンとフラグメントイオンしか検出できませんが、PI法はフラグメンテーションを起こしにくいソフトイオン化法ですので多量体の分子イオンを選択的に検出することを示しています。

PulseTA[®]

キャリブレーション／ 定量分析 – MSキャピラリー接続用アクセサリ

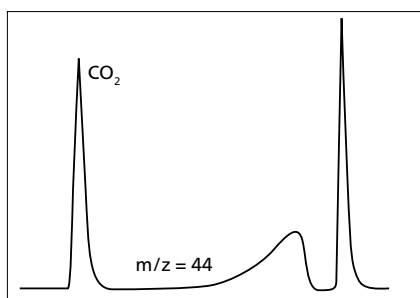
MS信号の定量化には、温度依存の流動特性を補正するため、既知の種類および量のガスまたは溶媒を用いて、接続されたシステム全体のキャリブレーションが必要です。PulseTA[®]は、個別のキャリブレーション測定時だけでなく、試料測定中のオンライン環境においても、ガスの定量検出を実現するための最適なツールです。既知量のガスを試料ガス流に注入し、その結果得られるパルス信号を積分することで定量を行います。

さらに、PulseTA[®]を使用することで、反応性ガスの注入によってプロセスを段階的に制御しながら、ガス／固体反応の研究が可能になります。また、吸着／脱着実験や触媒反応の研究も簡便に行うことができます。バルブはNETZSCH Proteus[®]ソフトウェアによって完全に制御されており、手動操作は不要です。



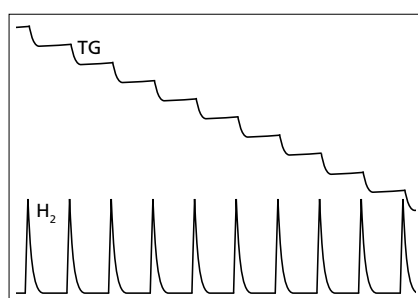
不活性ガス

炭酸塩分解のキャリブレーションのためのCO₂パルス



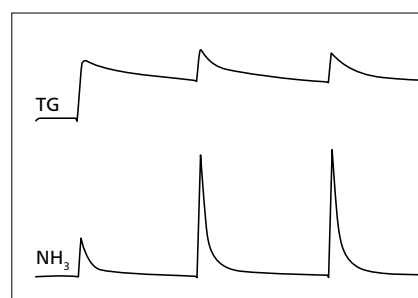
反応性ガス (気固反応)

H₂パルスによる
金属酸化物の還元



反応性ガス (吸着)

ゼオライト試料によるNH₃の吸着





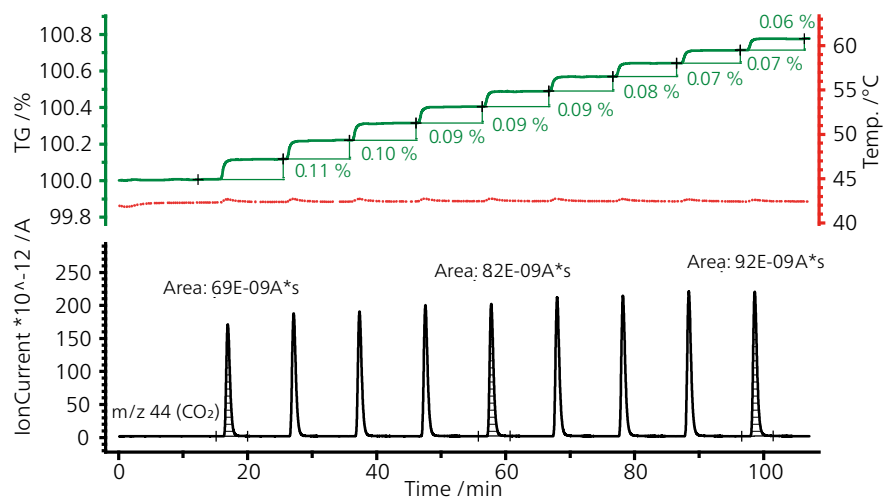
NETZSCH PulseTA® 300

焼成石灰と二酸化炭素の固体-ガス反応

本例では、酸化カルシウム (CaO、焼成石灰) に対して、43°Cで一定量のCO₂をパルス注入しました。各パルスの注入量は250 μlです。

各ガス注入により、固体のCaOと反応性ガスであるCO₂との反応が起こり、その結果は試料質量の段階的な増加として観測されます。ただし、連続してガスを取り込むにつれて、新たに生じるステップの高さは徐々に小さくなります。

この反応は、TGA信号がプラトー（一定値）に達するまで継続することができます。同時に、m/z 44 (CO₂に対応) におけるMS信号のピーク面積を評価することも可能です。CaOの反応転化率が低下するにつれて、ピーク面積は増加します。すなわち、CO₂による飽和度が高くなるほど、パルスガスの消費量は少なくなります。



乾燥アルゴン雰囲気下、43°Cにおいて、Ptグリッド試料ホルダー上のCaO (177.8 mg) に対し、250 μlのCO₂パルスを用いた等温処理

Unlimited Warranty



NETZSCHでは、品質への取り組みは装置そのものにとどまりません。お客様による先進技術への投資が長期的なものであることを理解しているからこそ、他に類を見ない「Unlimited Warranty (無制限保証)」をご提供しています。

Unlimited Warrantyとは?

一般的な保証のように制限が設けられているのではなく、NETZSCHのUnlimited Warrantyは、お客様の成功を支えるという当社の姿勢を示すものです。技術的に可能な限り、以下のサポートを継続的に提供いたします。

- **魅力的な契約価格:** 優れたコストパフォーマンスを実現するNETZSCH Unlimited Warrantyをご利用いただけます。

- **包括的な保証内容:** ご導入初日から装置のライフタイムにわたりサポートいたします。
- **専門的なサービス:** NETZSCHまたは認定代理店による高品質なサービスをご提供します。
- **予測可能なコスト管理:** 保守契約により、費用計画が立てやすくなります。
- **長期的な信頼性:** 装置の価値と性能を長期間にわたり維持します。

熱分析・レオロジー・燃焼試験の分野で、比類のないサポートをお届けします。



<https://netzs.ch/unlimited-warranty>

Expertise in Service

NETZSCH Serviceの強み

NETZSCHは、販売前から販売後に至るまで、包括的なサポートと専門性の高い信頼できるサービスを世界中で提供しています。技術サービスおよびアプリケーション部門の専門スタッフが、いつでもご相談に対応します。お客様や従業員の皆様向けにカスタマイズされたトレーニングプログラムでは、装置の性能を最大限に引き出すための知識を習得いただけます。トレーニングは、オンライン、オンサイト、またはNETZSCHトレーニングセンターからご希望の形式をお選びいただけます。

さらに、お客様の投資を維持・保護するため、経験豊富なサービスチームが装置のライフサイクル全体にわたりサポートいたします。

NETZSCH Applicationの強み

NETZSCHの熱分析アプリケーションラボは、あらゆる熱分析に関する課題に対応できる信頼性の高いパートナーです。お客様のプロジェクトには、適切な試料前処理から関わり、測定の実施、さらには結果の詳細な解析・解釈まで一貫してサポートします。多様な測定手法と30以上の最先端測定装置により、あらゆる熱分析ニーズに対応するソリューションをご提供します。

熱分析および熱物性測定分野において、材料特性評価のための幅広い分析手法を取り揃えています。

さまざまな形状や構成の試料に対して測定が可能であり、短時間で高精度な測定結果と有益な解析をご提供します。これにより、新材料や部品の実用化前に正確な特性評価を行い、不具合リスクの低減と競争優位性の確保に貢献します。

テクニカルサポート



定期メンテナンス
修理



ソフトウェア
更新



装置入替



IQ/OQ
各種文書



装置校正



スペアパーツ
提供



輸送、移設

トレーニング



基礎
セミナー



NETZSCH
オンライン
アカデミー



装置・測定メソッド、
包括的トレーニング

ラボ



アプリケーションサポート
依頼測定

NETZSCH Groupは、ドイツに本社を置く国際的なテクノロジー企業です。
事業部門は Analyzing & Testing (分析・試験)、Grinding & Dispersing (粉碎・分散)、Pumps & Systems (ポンプ・システム)に分かれており、それぞれが高度な専門業務を担い、ソリューションを提供しています。36か国の営業・サービス拠点に4000人以上のスタッフを擁し、世界中のお客様に専門的なサービスを身近でご利用いただいています。

わたしたちは高いパフォーマンス基準を自らに課しています。1873年からその正しさを証明し続ける、すべてにおいて卓越したパフォーマンスを提供する「Proven Excellence」をお約束します。

熱分析、熱量測定 (断熱・反応)、熱物性測定、レオロジー、耐火試験はNETZSCHにおまかせください。
わたしたちは60年にわたるアプリケーションの経験、幅広いラインナップの最新装置、包括的なサービスを提供し、お客様のあらゆる要求を満たすだけでなく、あらゆる期待を上回るソリューションをお届けします。

Proven Excellence.

NETZSCH®

ネッチ・ジャパン株式会社

営業本部・テクニカルサポートセンター

〒221-0022 横浜市神奈川区守屋町3-9-13

Tel : 045-453-1962 (代) Fax : 045-453-2248

大阪営業所

〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島3-23-15

Tel: 06-6308-5550 (代) Fax: 06-6308-5610



NETZSCH®

www.netzsch.com

発行日: 2026年5月1日