





Method, Technique, Applications

Analyzing & Testing

# STA 509 Jupiter® シリーズ

# Classic



STA 509 Jupiter<sup>®</sup> Classic, Select and Supreme





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℃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

# Supreme



シリーズ最大の温度範囲と アクセサリーオプション

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℃~2400℃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。 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。



本装置は加熱炉を交換して使用できるので適応用途が多く、-150℃ ~ 2400℃という広い温度範囲をカバーします。 ダブルファーネス機構を採用しており、1 台の装置に加熱炉 2 台を同時に取り付けて試料処理量を増やしたり、低温 測定と高温測定の両方に対応したりできます。加熱炉はユーザー側で簡単に取り替えられるため、新たな用途にもす ぐに対応できます。

#### 日常における測定作業の主力装置

STA 509 Jupiter®の標準加熱炉は SiC (炭化ケイ素) 炉で、室 温 ~ 1600℃ の動作を安定して担います。アルミナ保護 管を装備し、腐食性試料や腐食性雰囲気にも対応しま す。保護管はユーザー側で容易に交換できるように設計 されています。

#### 最高レベルの加熱炉性能

白金炉とロジウム炉は優れた温度追従性を提供します。 精密に加工された金属ベースのヒーターはすぐれたパフ ォーマンスを発揮し、高温環境で比熱容量を測定すると いうような厳しい要求にも正確で信頼性の高い結果で応 えます。



SiC 炉

加熱炉	温度範囲	冷却装置
SiC炉	室温~1600℃	空冷
白金炉	室温~1500℃	空冷
ロジウム炉	室温~1650℃	空冷

#### 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。



\* ボルテックスオプションの場合は 0℃ 前後~

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℃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

で要望に応じて、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℃	空冷
銅炉	-150℃ ~ 500℃	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℃ 前後~



# 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。詳細はアクセサリーカタログ を参照してください。

#### TGA-DSC and TGA-DSC (c\_)

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<sub>p</sub> 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。



アクセサリーパーツ



# 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。



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 <sub>p</sub> )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)

# 熱分析+水素 $(H_{\gamma})$

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「H<sub>2</sub>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。



STA 509 Jupiter® H<sub>2</sub> セキュア-水素安全対策

#### 装置構成

 水素ガス供給システム 水素発生器または水素ボンベ の H<sub>2</sub> 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% H<sub>2</sub>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H<sub>2</sub>/O<sub>2</sub>ガスの濃 度を監視します。
- H<sub>2</sub>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 H<sub>2</sub>/O<sub>2</sub>ガスフローのオン/オ フを切り替えます。

### 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。

## H<sub>2</sub>/O<sub>2</sub>モニタリング

H<sub>2</sub> / O<sub>2</sub> 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。

# H<sub>2</sub>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。

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 ℃、 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

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。

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

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
- 天秤圧力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 機能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

# 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	『x2または加熱炉+ASC)	電動ホイスト	
	室温~1600℃	(SiC炉)	室温~1600℃ (SiC炉)	
	室温~1500℃	(白金炉)	—	
	室温~1650℃	(ロジウム炉)	—	
	-120℃ ~ 675℃	(シルバー炉)	—	
	-150℃ ~ 1000°	C (スチール炉)	—	
加熱炉	室温~1250℃	(高速加熱炉)	—	
	室温~2000℃	(グラファイト炉)	—	
	_	室温 ~ 2400℃ (タングステン炉)	—	
	室温~1250℃	(水蒸気炉)	_	
	-150℃ ~ 500℃	(銅炉)	—	
昇温速度	加熱炉によっ	って異なる	0.001 $\sim$ 50 K/min	
試料ホルダー	= TGA = TGA-DTA = TGA-DSC	= TGA = TGA-DTA = TGA-DSC	= 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	ステム (AutoVac)	
気密性	10 <sup>-4</sup> mbar*	10 <sup>-4</sup> mbar*	10 <sup>-2</sup> mbar*	
雰囲気	不活性	生、酸化性、減圧、腐食性(オプショ	ヨン)	
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(M	FC) x 3 (パージガス 2、保護ガス	く 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	

	STA 509 Jupiter®			
	Supreme	Select	Classic	
天秤分解能 (全秤量範囲)	0.025 µg	0.1 µg	0.1 µg	
最大積載量	5 g	35 g	35 g	
天秤 ドリフト	< 2 $\mu$ g/hour	< 5 $\mu$ g/hour	< 5 $\mu$ g/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	= TGA: 5 ml = DSC: 0.19 ml = DTA: 0.9 ml	= TGA: 10 ml = DSC: 0.19 ml = DTA: 0.9 ml	■ 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	■ グローブボックス ■ 耐腐食	■ グローブボックス ■ 耐腐食	_	

\* 気密性は真空システムの性能に依存



**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 ℃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 ℃ のピークで固体-固体相転移が、350 ℃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 気で1200℃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、溶融 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 *a* - *γ* 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鋳造などの多 くの産業プロセスで重要となる金属

くの産業プロセスで重要となる並属 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、 生体適合性にすぐれ、歯科治療用と して大きな魅力をもつ材料です。融 解-鋳造-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 ℃ 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

# 乳糖(ラクトース)の結晶化挙動における水分の影響

乳糖は医薬品の添加剤として世界中 で広く使用されている材料です。 右の図は非晶質乳糖における湿度 変化の影響を調べた測定のグラフで す。最初は表面吸着のみが起こり、質 量が線形に増加します。ガラス転移 点に達すると分子運動が活発化し、 大量の水分を吸着できるようになり ます。この遷移は吸着プロファイルの 変化を示しています。さらに湿度を 上げると再結晶化が起きて結晶相の 水親和性が低下するため、質量が減 少します。



非晶質乳糖試料(101.23mg)の加湿測定。温度: 25℃、雰囲気: 窒素

# 湿度変化によるポリアミド6(6ナイロン)の質量変化



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PA 6 ホイルの水分吸 着を分析したグラフです。周囲雰囲 気の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℃ 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 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 ℃ 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℃、結晶化による発熱ピークが 139℃、融解による吸熱ピークが 253℃で示され、360℃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。

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



# STA 509 Jupiter<sup>®</sup> + 高機能ソフトウェア Proteus<sup>®</sup>

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 (CuSo<sub>4</sub>・5H<sub>2</sub>O)の熱分解測 定結果を自動解析したグラフです。300℃以下で結晶水 (H<sub>2</sub>O)の放出開始、550℃~800℃で硫酸銅 (CuSo<sub>4</sub>)の 分解、800℃以上で酸化銅 (CuO)→酸化銅(II) (Cu<sub>2</sub>O) 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

ldentify 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-cp、TGA、T-GA-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と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。



CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>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



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<sup>1</sup>。

上の図は *Identify* を用いた未知物質の同定解析例です。500  $\mathcal{C}$  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、CaSO<sub>4</sub> · 2H<sub>2</sub>O) のデータと非常によく似ており、575  $\mathcal{C}$ 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  $a \rightarrow \beta$  転移のデータ、600  $\mathcal{C}$  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。

<sup>1</sup> A. Schindler, M. Doedt, S. Gezgin, J. Menzel, S. Schmölzer, 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<sup>®</sup> – 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<sup>®</sup>-primed

### 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

# STA 509 Jupiter® **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 $(c_{n})$

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<sub>p</sub>(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<sub>p</sub>(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)			
<i>BeFlat®*</i> (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 <sub>p</sub> )			
温度変調 (TGA-DSC)			
SuperRes®			
TauR			
純度 (TauRに付属)			
LabV®			
<i>Proteus® Protect</i> (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			
■ 插淮幽船			

■ 標準機能

ロ 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。



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 ℃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。



- ■室温~100℃/1600℃
- 重量測定範囲 : ± 250 mg
- 試料重量: 最大1g
- 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 µg 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、± 250 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®
		上皿式差動型示差熱天秤
	温度範囲	室温~1100 ℃ / 1600 ℃ (2種の加熱炉を選択可能)
加熱炉	昇温速度	~ 100 ℃/min (加熱炉によって異なる)
	温度精度(再現性)	0.3 K
	仕様	差動型天秤
天秤	計測範囲	±250 mg、最大試料重量 1 g
センサー	分解能	0.03 µg
	熱電対	タイプ S 、タイプ P
	真空密封性	10 <sup>-4</sup> mbar (10 <sup>-2</sup> Pa) (真空排気システムによって異なる)
雰囲気	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×奥行き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

※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

STA 2500 Regulus® アクセサリーパーツ

# 試料容器/スリップオン・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、スリップオン・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、専用のスリップオン・プレートが必要です。



各種スリップオン・プレート

スリップオン・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 µI	600 ℃
アルミニウム(99.5%)	Ø 5.2/5.1 mm	95 µI	600 ℃
アルミナ(99.7%)	Ø 5.2/2.6 mm	40 <i>µ</i> I	1700 °C
アルミナ(99.7%)	Ø 5.2/5.1 mm	80 µI	1700 °C
白金	Ø 5.2/2.6 mm	45 µl	1600 °C
白金	Ø 5.2/5.1 mm	95 µI	1600 °C
石英	Ø 5.0/2.6 mm	25 µl	1000 °C
石英	Ø 5.0/5.1 mm	55 µI	1000 °C
大容量アルミナ (99.7%)*	Ø 8.0/10.0 mm	400 µI	1700 °C

※ 大容量スリップオン・プレートで使用

# STA 2500 Regulus アプリケーション

## Super Res® モード



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



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 ℃ に加熱し て行ったTG-DTA測定のグラフです。 744 ℃ 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 ℃ と1389 ℃ のピークは結晶構造 の変化によるもので、1533 ℃(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 Anwen- dungen 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。 *a*-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*a*-NPDの測定を行い、昇華 温度が380℃(大気圧、青曲線)から240 ℃ (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





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 ± 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。

# EVOLVED GAS ANALYSIS (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である Bruker Optics 社の FT-IR (フーリエ変換赤 外分光計)を組み込んだ包括的カッ プリングシステムは「それぞれの合 計を超えるものを ("More than just the sum of its parts")」というスロ ーガンを掲げています。

TGA のガスパージから発生した揮発ガス成分は短経路の加熱トランスファーを通じて FT-IR の真空気密セルに導入されます。

双極子モーメントが変化す るすべての発生ガスはこの吸光ス ペクトルで特定され、複雑な混合気 体は分光的に分離されます。

### PERSEUS® STA 509 Jupiter®

PERSEUS® STA 509 Jupiter®はBruker Optics 社との強力な提携から生ま れた省スペース型のコンパクトな 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)と接続して物質の特性をより詳 しく分析することもできます。 発生したガスは、350℃に加熱され たキャピラリー管を通じて MS の電 子衝撃イオン源に導入されます。

### 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 合物の分析に適した高分解能の測 定技法です。ガス混合物は固定相( キャピラリー管の内部コーティング など)と移動相(パージガス(へリウ ム)など)の、成分分布の違いをベー スに分離されます。分離されたガス を質量分析計で検出されます。





		EGAシステム		
	JEOL GC-MSカップリング JMS-Q1600GC	sta-qmsカップリング QMS505 Aëolos	STAスキマーカップリング	STA-FTIRカップリング INVENIO
測定温度範囲 ※加熱炉に依存	室温~2400℃	室温~2400℃	~1450 ℃ / ~ 1950 ℃	室温~1650℃
トランスファーライン 最大加熱温度	400 °C	350 ℃	-	230 ℃
測定レンジ	1 ~ 1022 u	1~300 u (オプション:1~512 u)	1 ~ 512 u	-
イオン化法	EI / PI / CI	EI	EI	-
FTIR測定波長範囲	-	-	-	7500 cm <sup>-1</sup> $\sim$ 370 cm <sup>-1</sup>
FTIR最高分解能	-	-	-	1.0 cm <sup>-1</sup> (分光器による)
検出器	-	-	-	МСТ
ガスセル トランスファーライン 有効体積	-	-	-	約 15 cc

# スキマー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。





# Evolved Gas Analysis (EGA) TG-DSC-FTIR

アプリケーション

# 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 ℃、昇温速度 10 ℃/ 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

# Evolved Gas Analysis (EGA) MS/GC-MS アプリケーション

# 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、El法にて融 点前の250℃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 ℃) の重量減少 0.0108 %では自由水の脱離、2段階目 (250 ℃)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: $H_2$ )、質量数 18 (水: $H_2$ O)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.250,00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 ℃/ min、He雰囲気中で行いました。350 ℃ 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 ます。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。

# 

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カイネティクスとも呼ばれ、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。

# 応用例

- 物性変化時の硬化時間測定を含む硬化プロセス中の硬化度予測。硬化プロセスにおける自己触媒反応、拡散律速反応、ガラス転移温度の変化等を考慮したシミュレーション
  →自動車産業、航空宇宙産業、塗料、エポキシ樹脂コーティング、複合材料、接着剤など
- 塗装プロセスにおける材料の粘度変化 → 塗料、コーティング、接着剤
- プロセスが複雑な反応のメカニズム。各反応とそのパラメーター情報(活性化エネルギー、反応次数、反応ステップ数、プロセス全体への寄与度など)
- ポリマーの急冷結晶化 → 射出成形
- バインダーの燃焼(脱脂)工程の最適化(短時間化/高品質化の追求)
  → 粉末冶金の焼結プロセス
  → セラミックス製造プロセスにおける焼結挙動
- 医薬品が活性を維持できる保存期間 → 医薬品研究 / 製造
- 特定の温度条件やある地点における実際の気候条件に即した、エポキシ樹脂コーティングやポリマー絶縁体のガス / 液体 / 電気系統への耐用時間
  → 包装材料
- 高エネルギー物質や危険物質の保管可能期
  - →化学産業、軍需産業
  - → 熱暴走予測
- 断熱環境で24時間後に温度上昇率が最大となる(熱暴走に至る)ときの温度(ATD24)
  →熱的なリスク/危険性の予測



# あらゆる化学反応に… Kinetics Neo 温度依存性の反応プロセスを 速度論的に解析

NETZSCH Kinetics Neo では温度依存性の化学反応プロセスを速度論的に解析します。解析結果からは速度論的反応モデルやメソッドが得られ、さまざまな温度条件における測定データが正確に記述されます。これらのメソッドやモデルを使用することで、ユーザー設定の温度条件下で化学反応挙動を予測したり、プロセス最適化に応用したりすることができます。

試料物質の反応プロセスの測定で得られた、物性変化を示すさまざまな熱挙動 を解析することが可能で、熱重量測定、熱膨張測定、示差走査熱量測定、フーリ 工変換赤外分光法、質量分析、レオロジー測定、断熱の温度分析など、各種の測 定をデータソースとして活用することが期待できます。

モデル解析機能では多段階反応の反応ステップ数を明らかにし、それぞれの反応について次のようなデータを把握できます。

- エンタルピー (DSC 発熱/吸熱 反応)
  質量損失 (TGA)
- 反応の種類
- 活性化エネルギー
- 前指数因子
- 反応の順序
- 自己触媒反応の順序
- その他の速度論的パラメーター
- 結晶化パラメーター

### メリット

Kinetics Neoの主な利点は 不均一反応と界面反応の 両方を解析できること、 そして拡散や核生成を伴 う反応を解析できること です。

さらに、たとえば物質がガ ラス状態から非ガラス状 態へと変化するプロセス など、拡散律速段階を含 む測定分析もおこなうこと ができます。



# 信頼性の高い 反応予測 とプロセス

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反応モデルを拡張す 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。



# ポリマーバインダー燃焼(脱 脂)プロセス最適化による品 質向上

粉末冶金の製造工程では、結合性向上 のためにポリマーバインダーが添加さ れます。

しかし焼結時の一次昇温速度が速すぎると、バインダーから発生した気体により微細なひびができることがあります。 実際の製造工程では、次の2点について両者のバランスをよく考慮する必要があります。

- 昇温速度が遅いと処理時間が長く なる
- 昇温速度が速いとポリマーの熱分 解による気体発生が急激になり、 製品損傷のおそれがある

トンネルキルンを用いた焼結工程で は、処理時間と製品品質のバランスが 最適化されるように、プロセス全体の温 度条件を決定していく必要があります。

図 A は複数パターンの昇温速度で熱重 量測定をおこなったデータの解析結果 です。ここで使用した3ステップ反応モ デルがすべての測定データによくフィッ トしています。適合度が高いほど、予測 の精度も向上します。

図 B はバインダー燃焼(脱脂)プロセスの温度プロファイルを最適化したグラフです。プロセスを通じて質量損失速度を0.05%/min に維持することで品質が保たれます。

図 C は 5 段階トンネルキルンの焼結工 程でバインダーバーンアウト(脱脂)プ ロセスを最適化させる温度プログラム を各ゾーンに適用したときの質量損失 を予測したグラフです。







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 (粉砕・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。





**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





www.netzsch.com 発行日:2024年8月1日