

NETZSCH

Proven Excellence.



熱重量測定装置

TG 309 *Libra*®

Method, Technique, Applications

Analyzing & Testing

TG 309 *Libra*®

熱重量測定のパワーを引き出す

熱重量測定は、熱挙動に基づいて個々の成分を区別することが可能です。重量減少プロファイルを分析することで、ユーザーは複雑な試料の組成を推測し、それらの構造や特性についてより深く理解することができます。

複雑な混合物や材料変化の謎を解明

熱重量測定 (TG) は、その精度と感度の高さが有名な事で知られています。試料の重量変化を連続的に測定しながら制御された温度変化にさらすことで、材料の質量における微細な変化さえも検出することができます。この感度の高さにより、分解、揮発、酸化など、さまざまな変化が起こる温度を正確に特定することが可能となります。その結果、TGAは材料の組成に関する貴重な洞察を提供し、ポリマーの安定性や劣化データ、材料の特性および配合に関するデータなどの情報を提供します。

製品の品質と安全性の確保

医薬品、化学薬品、食品などの産業にとって、製品の安定性を確保することは非常に重要です。熱重量測定は、材料の経時的な熱安定性を評価する上で重要な役割を果たします。試料を長時間の熱サイクルにかけることで、研究者はその長期的な安定性を評価し、貯蔵寿命に関する初期情報を入手し、潜在的な劣化経路を特定することができます。この情報は、品質管理と規制遵守に不可欠です。

無限の汎用性：多様な用途に対応

熱重量測定の注目すべき特徴の1つは、さまざまなアプリケーションに対応できることです。ポリマー産業から材料工学、製薬研究から環境科学まで、TGAは学問領域を超えた汎用性の高い技術です。材料に関する基本的な洞察を提供するその能力は、品質管理から工業研究、学術用途に至るまで、材料の特性評価に不可欠です。

熱重量分析 (Thermogravimetric Analysis、TGA)

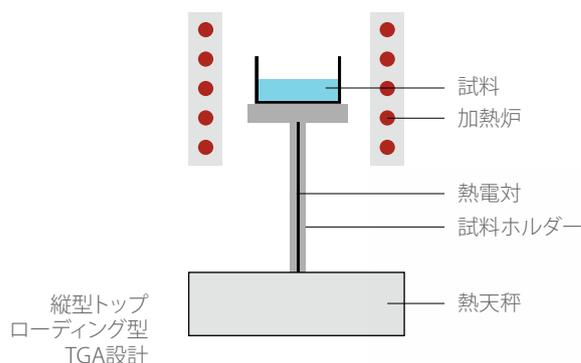
TGA について

- 重量変化
- 組成分析
- 同定
- 分解
- 酸化
- 熱的安定性
- 還元挙動
- 腐食研究
- 各種測定における決定
 - 充填剤含有量の決定
 - 可塑剤含有量の決定
 - 残留溶媒の定量
 - 水分含有量の測定
 - 添加されたカーボンブラックの量の決定
 - 灰分含有量の測定
 - 純度の評価
- 経時劣化の影響
- キュリー温度
- 反応動力学
- 水和状態
- 残留溶媒

ポリマーの熱重量測定(ISO 11358)や、ゴムの組成分析(ASTM D6370)、潤滑油の蒸発減少(ASTM D6375)などの特殊な用途については、様々な国際規格に熱重量測定的一般原理が記載されています。

測定原理

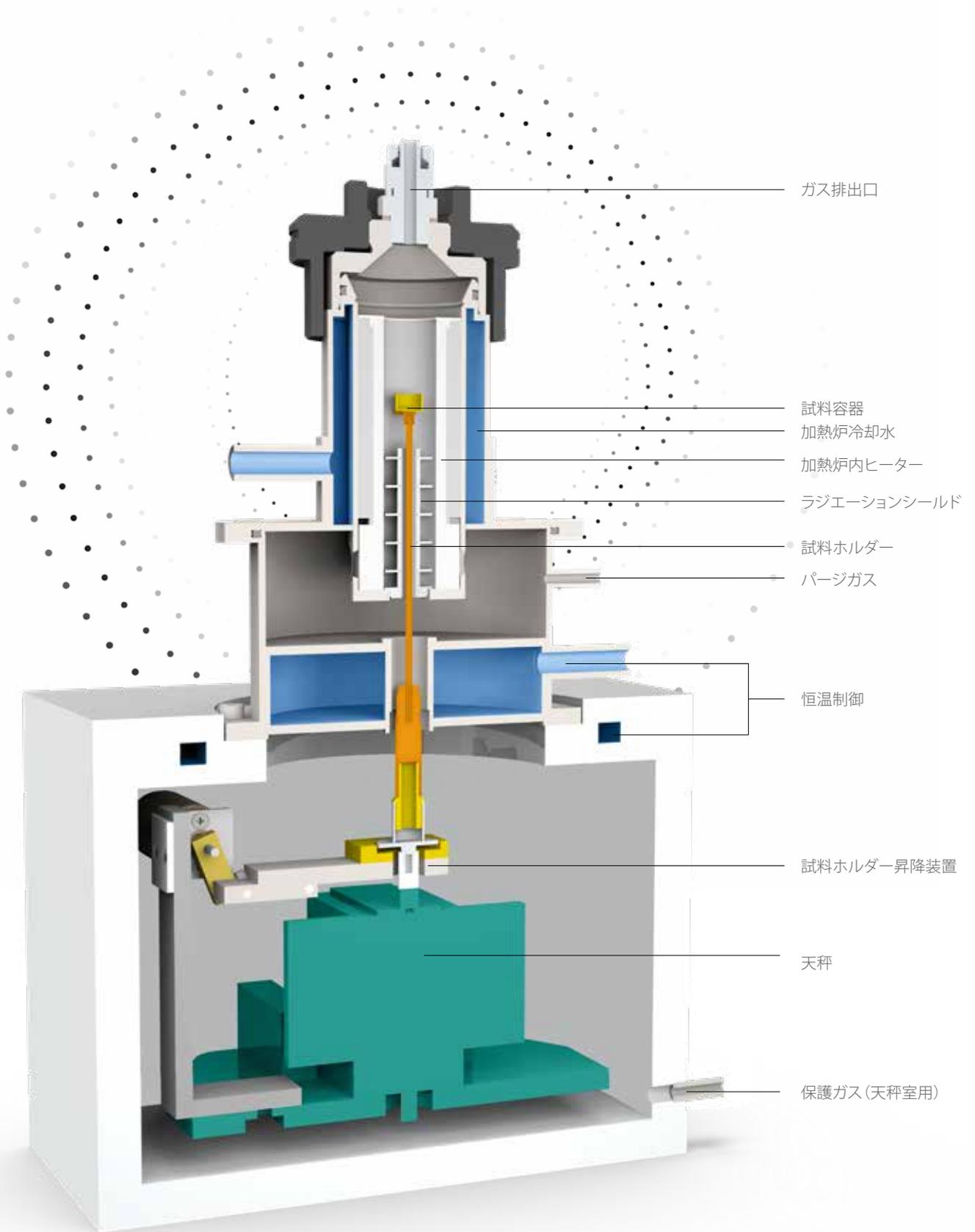
熱重量分析(TGA)は、昇温速度、ガス雰囲気、流量、容器のタイプなどに関して定められ制御された環境下で、時間および/または温度による試料の重量の変化を追跡するために使用される精密な分析技術です。マイクログラム単位の重量変化を正確に検出することができます。この高感度により、材料の物理的・化学的特性のわずかな変化も測定できます。



1つのTGAシリーズで装置3つ分の機能：

TG 309 *Libra*® *Classic*, *Select*, *Supreme*

NETZSCHはあらゆるニーズに対応するTGAソリューションを提供しています。TGA *Libra*® *Classic*は競争力のある価格でありながら品質管理に最適な装置です。TG 309 *Libra*®*Select*は、工業開発を含む研究室での試験に最適で、TG 309 *Libra*® *Supreme*は、学术界や産業界の研究室向けのオールインワンの装置となっています。



TG 309 *Libra*®の詳細



縦型設計と上皿式の超微量天秤の組合せで簡単かつ安全な操作を実現

TG 309 *Libra*®の真空密閉設計は、試料への自由で安全なアクセス、容易な容器交換(垂下ワイヤーや水平バランスビームなし)、および加熱炉内の試料ホルダーの一定で安定した位置を保証します。その結果、均一な温度分布と試料間の高い再現性が得られます。

干渉のない試料重量決定のための磁気浮上

磁気浮上システム(オプション)により、装置を作業台から持ち上げて分離することができます。振動や装置への接触などによる外部からの影響を排除し、信頼性の高い結果を得るために必要な測定回数を減らすことができます。

マイクロ加熱炉 - 効率的な実験室作業のための動的システム

低熱容量の加熱炉は、全温度範囲での高速昇温をサポートし、1100°Cから室温までの迅速な冷却を可能にします。パージガス流量が少ないため、発生ガスの希釈が少ない(発生ガス分析への連結が計画されている場合は考慮が必要)。ガス経路が短く、加熱炉の容積が小さく、試料上部のデッドボリュームが小さいため、加熱炉内での発生ガスの凝縮を防止できます。

試料温度とc-DTA®の精密検出

試料温度は、試料容器と直接接触する熱電対によって検出されます。これにより、試料温度の正確な読み取りが保証され、雰囲気、ガス流量、昇温速度からほぼ独立し、計算されたDTA信号(c-DTA®)の決定が可能になります。

この信号は、温度校正を簡単に行うのに理想的で、融解標準試料を使用することで機能します。また、吸熱および発熱プロセス(重量減少を伴う融解や蒸発など)に関する重要な情報も得られます。

4つ目のマスフローコントローラー - ガスの切り替えや混合が容易に

4つ目のマスフローコントローラーを追加することで、窒素、酸素、二酸化炭素などの異なるガスと不活性ガスを同時に接続することができます。この機能により、ガスの切り替えと混合が効率化され、ガス接続の交換やクリーニングの必要がなくなり、大幅な時間短縮が実現します。

安全で簡単な試料処理

容器を試料ホルダーに載せる際、ホルダーは自動昇降装置によって持ち上げられるため、マイクロ天秤は影響を受けません。そのため、試料の設置は簡単に扱うことができます。



TG 309 *Libra*® Select/Supreme



再現性の高い 測定条件を実現する 真空密閉設計

分解ステップの分離
を改善するための
真空下での試験

AutoVac – 再現性の高い測定結果

AutoVac*機能は、ソフトウェア制御による自動排気とガス充填が可能になり、均一な測定条件を得ることができます。混合物やを減圧下で測定すると、揮発性物質（溶剤、可塑剤など）の沸点降下が実現できます。これにより、成分の分解からの分離がよくなります。揮発分を放出した後、不活性ガスで充填し、その後、例えば酸化性雰囲気中で完全に分解するまで測定を継続することが可能です。

*オプション

容器の選択¹



お客様のアプリケーションのニーズに合わせて、さまざまな材質、容量、タイプの容器をご利用いただけます。ここでは、容器のごく一部のみを示しています。試料と容器の反応性は常に考慮する必要があります（例えば、金属容器は金属試料には使用できません）。

¹ ASC用：容器の最大直径8 mm

アプリケーション	素材	直径/高さ	容量
標準TGA測定	Al ₂ O ₃	6.8 mm/4 mm	85 μl
標準TGA測定, (大容量)	Al ₂ O ₃	8.0 mm/8 mm; 9.0 mm/7 mm	300 μl; 350 μl
c-DTA®に最適, (大容量)	Pt/Rh	6.8 mm/2.7 mm; 6.8 mm/6 mm	85 μl; 190 μl
c-DTA®に最適, 最大600℃まで	Al (99.5%)	6.7 mm/2.7 mm	85 μl



自動認識の試料ホルダー



あらゆるアプリケーションに適した試料ホルダー¹

耐腐食性センサー、高感度c-DTA[®]センサー（吸熱・発熱のモニタリングを向上）、および大容量試料用の特殊センサーなど、さまざまな試料ホルダーが用意されています。試料ホルダーは1分未満で交換でき、装置によって自動的に認識されます。

¹ ASC用：容器の最大直径8 mm



腐食性ガス用のAl₂O₃製の試料ホルダー（右）、
Platinel[®]製の試料ホルダータイプP（左）、
ラジエーションシールド付きの標準試料ホルダー（中央）

オートサンプラー (ASC)

ニーズに応じて効率を向上

オートサンプラー(ASC)はProteus®ソフトウェアのSmartModeを使って簡単にプログラムできます。トレー上の各試料に特定の測定プログラム(メソッド)を割り当てることができます。異なる容器の種類、異なるガス雰囲気、個々の校正曲線を同じASC実行内で処理することができます。

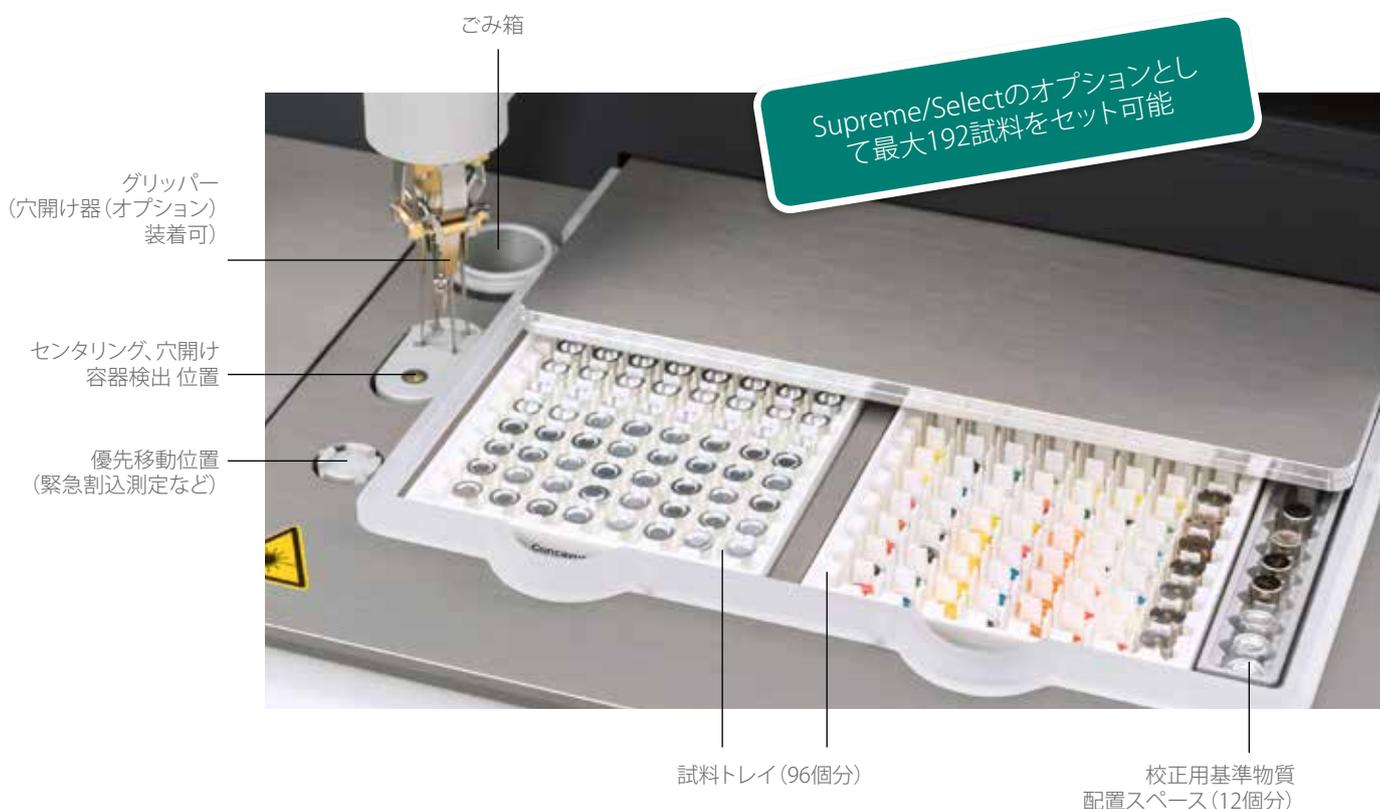
使用済み試料は、必要であれば内蔵の廃棄ボックスに自動的に廃棄されます。24時間365日運転するために、新しい測定条件と組み合わせて新しい容器をトレーに追加することで、測定済みの試料を継続的に交換することができます。

TG 309 *Libra*® *Supreme* & *Select*用ASC

192試料セット可能なオートサンプラー(ASC)と取り外し可能な試料トレー

TG 309 *Libra*® *Select* and *Supreme* ASCは、96個の試料を収納できるマイクロプレート形式の交換可能な2つの試料トレーを収納出来るように設計されています。これにより、装置から離れた場所で試料を準備する際に、試料を明確に割り当てることができます。追加の固定スペースには、校正と補正の目的で、最大12個の校正用試料または異なる寸法と材質の空の容器を収納できます。もちろん、空の容器を使用した補正測定もトレー上で定義できます。

このように多くの収納場所を確保することで、柔軟性が確保され、他の重要な日常業務に多くの時間を割くことができます。



待機中の環境影響を軽減

待機中に試料が周囲の環境(湿度など)に影響されるのを防ぐために、ASCにはトレーカバーが装備されています。試料トレーとカバーの間の空間は、周囲環境との接触を減らすために決められたガスでパージされます。さらに、不安定または揮発性の試料を保護するために、「RemoveCap」または蓋の穴あけ機能が含まれています。不安定な試料を入れた容器が加熱炉に入れられるのを待っている間に蓋をすることで、試料が蒸発するリスクを最小限に抑えることができます。グリッパーに取り付けられた自動穴開け器もオプションで利用可能であり、測定が開始する直前にアルミニウム製容器の蓋を開けることができます。

TG 309 *Libra*® *Classic*用ASC

取り外し可能なトレーには試料20個のセットが可能

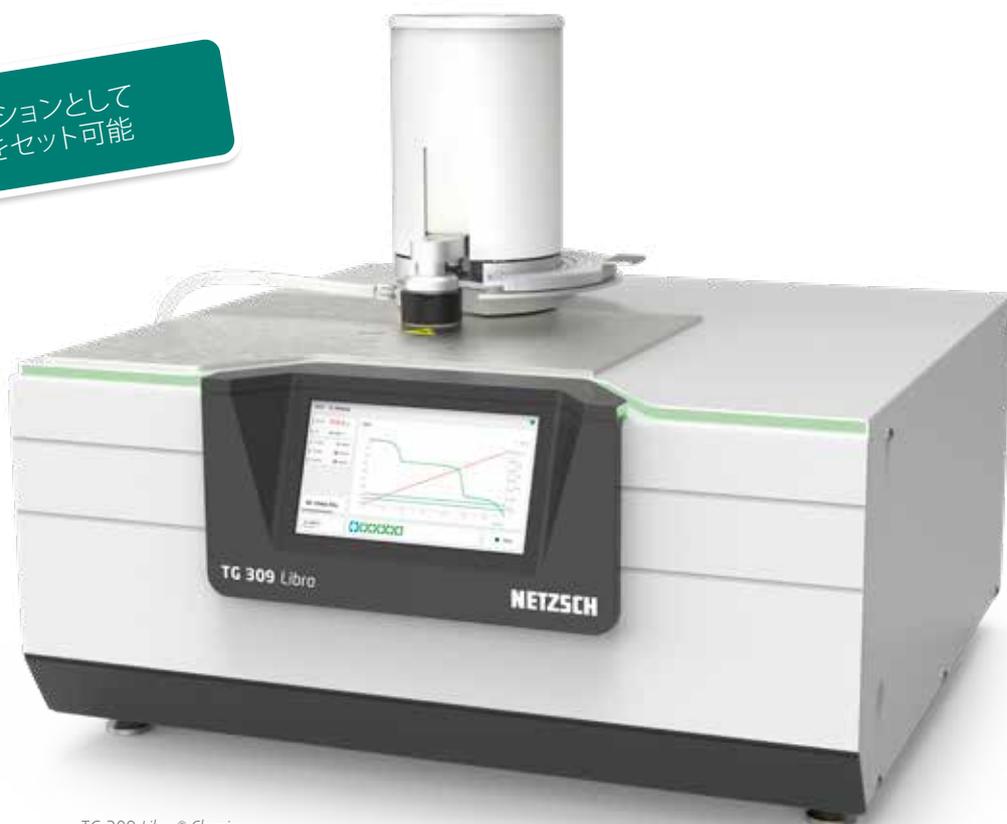
コストパフォーマンスに優れたTG 309 *Libra*® *Classic*は、オプション最大20試料および標準試料用の自動試料交換装置(ASC)を装備できます。

グリッパーはマガジンから容器を安全に取り出し、センサー上の所定の位置に静かに設置します。試料は取り外し可能なASCトレーに入れられ、装置から離れた場所での前処理が可能になります。



取り外し可能な試料トレー

Classicのオプションとして
最大20試料をセット可能



TG 309 *Libra*® *Classic*



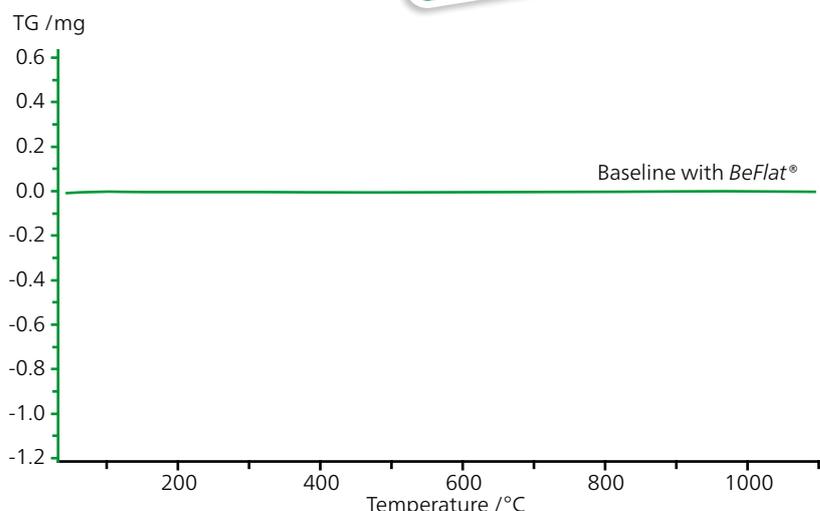
PROTEUS® ソフトウェア

BeFlat® – 測定結果の迅速な入手

ベースライン不要 – より速い結果の取得

一般的な測定では、正しい重量変化値を保証するために、昇温速度、ガスの種類、ガス流量、容器の種類や形状などのパラメーターについて、同一の試験条件下でベースラインラン測定を実施し、試料測定値から差し引きます。ベースラインでは、装置および浮力の影響を考慮しています。

一方、TG 309 *Libra*®では、一般的な温度プロファイルに組み込まれた *BeFlat*®ベースラインランを使用する際、ベースライン補正が必要ありません。これにより、特に産業の品質管理における日常的な試験作業が大幅に簡素化されます。



TGA-BeFlat®による外部影響の自動補正により安定したベースライン (緑色)

作業の簡素化 –
最先端の補正技術

AutoCalibration – 測定に集中できる

校正手順は簡単で効率的であるべきであり、理想的にはリアルタイムで実施されるべきです。AutoCalibrationは、校正曲線を生成するための自動機能を提供します。選択した測定条件を考慮して現在の温度校正を処理し、監視機能を介してその有効期間を監視します。

SmartMode – ルーチンタスクに最適 必要なことだけを操作

SmartModeは、品質管理で頻繁に必要なとされるルーチン測定に特化して設計された、直感的なインターフェースです。明確に定義された測定手順を使用して迅速かつ簡単にタスクの準備を行い、測定を開始することができます。ウィザード(クイックスタートルーチン)、ユーザー定義の測定方法、および定義済みの測定方法が便利なアシスタントとして役立ちます。

ExpertMode – 無限の可能性

SmartModeからExpertModeへの切り替えは、高度なオプション設定やメソッドの定義に深く入りたいユーザーにとっての解決策となります。このモードでは、Proteus®ソフトウェアの機能、(数十の機能とすべての調整設定を含む)にアクセスできます。

c-DTA[®]によって熱効果を明らかにする

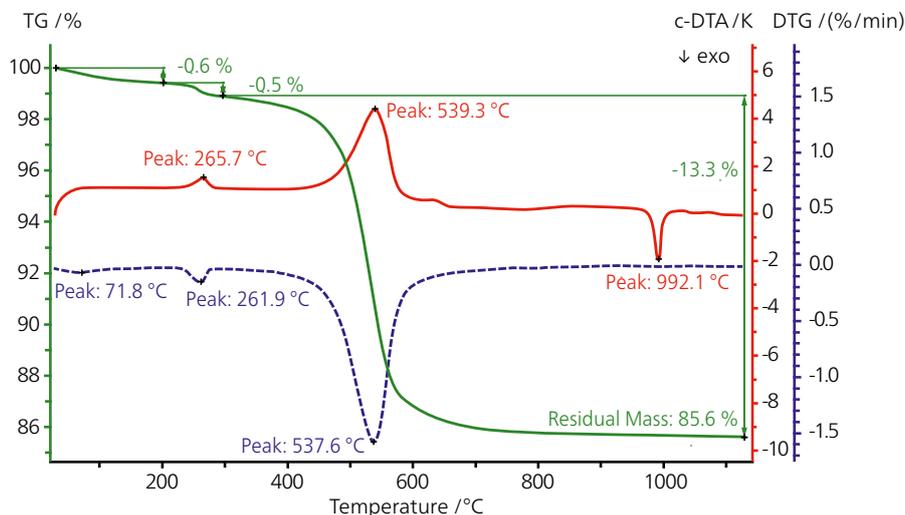
カロリー効果による詳細情報 - c-DTA[®]

試料熱電対は試料内の温度変化を検出する事ができます。これにより、熱重量分析実験中の吸熱効果(融解など)や発熱効果も測定できるようになり、試料の特性をより包括的に評価できるようになります。さらに、これにより標準物質を使用した温度校正も可能です。

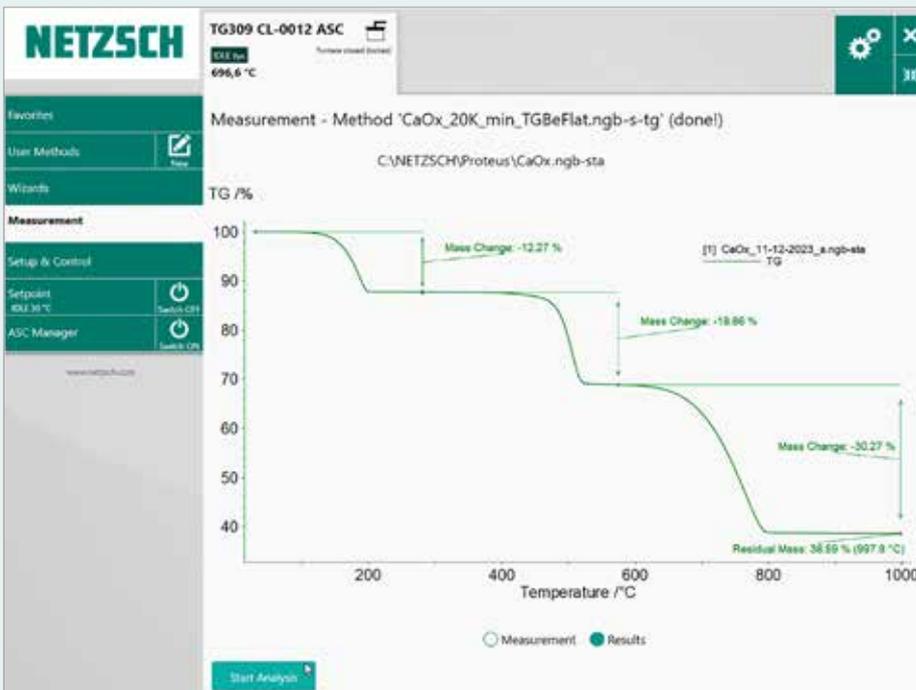
c-DTA[®]信号は、測定された試料温度をテストランのプリセット温度-時間プログラムと比較して計算されます。その結果、赤で示したようなDTAに似た曲線が得られます。

カオリナイト試料のTGA測定における2つの吸熱c-DTA[®]ピーク(198°Cと535°C)は、発生する重量減少ステップに直接関連しており、脱水とジヒドロキシル化によって引き起こされます:

表面からの吸着水の減少(0.3%)と層間からの水の減少(10.6%)。999°Cの発熱性c-DTA[®]ピークはムライトの形成を示します。



カオリナイト試料 (41.75 mg) のTGA測定: TGA曲線 (緑)、DTG曲線 (青、破線)、c-DTA[®]曲線 (赤)、窒素雰囲気で10 K/minで1100°Cに加熱



SmartMode –
TGAの専門家である
必要はありません。
測定を開始するのみ!

AutoEvaluation & Identify – 結果を加速させる

AutoEvaluation –

測定終了後に結果データを客観的に評価

AutoEvaluationは市場初の自律型自動評価ルーチンシステムであり、継続的に改良されてきました。熱重量測定 (TGA) においてAutoEvaluationは、自動かつ瞬時にすべての重要な重量変化 (重量減少または重量増加) を評価します。また、DTG微分曲線を作成し、対応するピーク温度を自動的に評価します。AutoEvaluationが測定方法に組み込まれている場合、測定が完了するとTGAおよびDTG曲線がすぐに表示されます。ユーザーは、AutoEvaluationによって検出される質量の大きさや、表示される評価結果をカスタマイズすることができます。

一般的に、AutoEvaluationの評価結果は時間の節約になり、ユーザーから独立しているため客観的な評価が可能です。初心者でも専門家でも、両方にとって大きな助けになります！

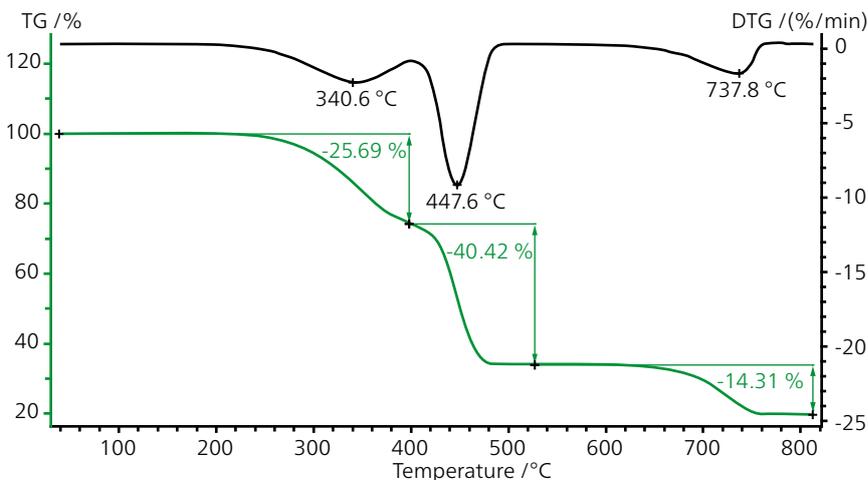
ここに示されているのは、フィラーを充填したスチレン系熱可塑性エラストマー (TPS) を測定したAutoEvaluationの結果です。約250~400°Cまでの重量減少ステップは、可塑性剤の蒸発に起因する可能性があります。約400~500°Cまでの重量減少ステップは、ポリマーの分解を示しています。約650~750°Cまでの重量減少ステップは、炭酸塩 (フィラー) の分解から生じています。

Identify –

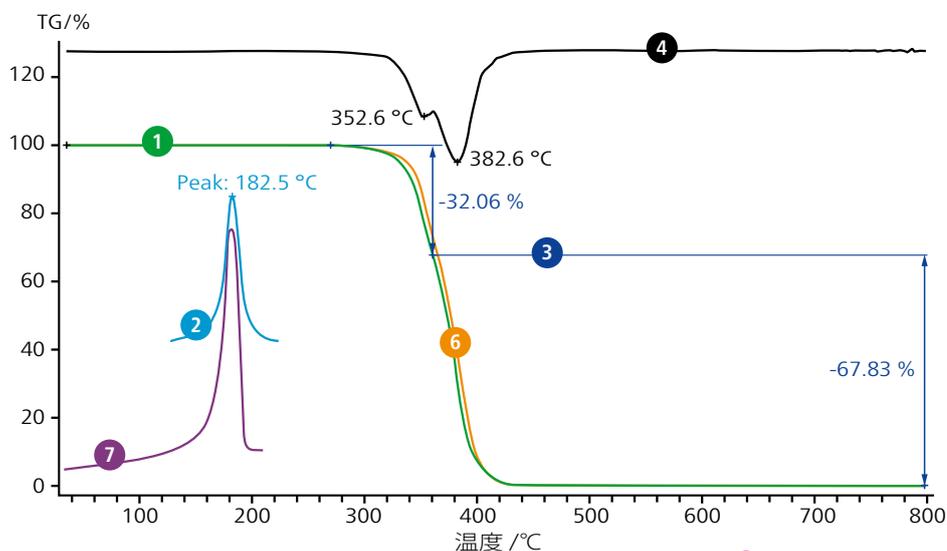
データベースから材料を比較・同定

Identifyは、材料の同定と分類のための熱分析分野におけるユニークなソフトウェアツールです。個々のデータベース測定値や文献データとの1:1比較に加え、測定値をクラス (測定値または文献データのグループ) と比較することも可能です。このようなクラスは、同じ材料タイプのデータで構成され、材料の同定を可能にします。クラスには品質管理における合格/不合格判定のための基準曲線も含めることができます。

付属のNETZSCHライブラリーには、ポリマー、有機物、医薬品、食品、化粧品、無機物、セラミックス、金属、合金の各応用分野から1300以上の項目が含まれています。現在サポートされているライブラリーはDSC、DSC_c、TGA、STA、DIL/TMA、DMAです。ユーザーは、独自のデータを含むライブラリーでデータベースを拡張することができます。最終的に、データベースのコレクションは、将来の実験の準備にも非常に役立ちます。



充填されたスチレン系熱可塑性エラストマー (TPS, 9.92 mg) のTGA測定。AutoEvaluationによってDTG曲線とすべての評価を実行。昇温速度は10 K/minで、窒素雰囲気 (40 ml/min) で開放型Al₂O₃容器を使用。



- ① 未知物質のTGA測定曲線
- ② 未知物質のc-DTA® 曲線
- ③ TGA測定の AutoEvaluation
- ④ Identify 評価の段階的進行
- ⑤ Identify 結果
- ⑥ Identify データベースからのTGA比較曲線
- ⑦ Identify データベースからのDSC比較曲線

測定/ 文献データ	類似性 [%]
POM-H_TGA	97.81
POM-H_DSC	62.21
PVDF_DSC	52.49
POM-C_DSC	48.21
PMMA_TGA	43.41
PP_DSC	42.95
PC-PBT_TGA	42.67
PLA_TGA	42.08
TPU_DSC	39.56
ACM_TGA	26.54

Identifyは、TGAとDSCまたはc-DTA®のような2種類のデータ比較を同時に行うことができるため、複数の解釈を大幅に減らすことができ、正しい材料同定の可能性を高めることができます。例えば、評価されたTGA曲線とc-DTA®曲線はIdentifyによって一緒に使用することができます。解析の結果、TGAの分解結果がデータベースにあるPOM-Hポリマーと非常に類似していることがわかりました。また、POM-HのDSC曲線も、ピーク温度が183°Cの融解効果と良く一致しております。したがって、材料は高い信頼性でPOM-H材料として同定され、データベースに存在する他のすべてのポリマータイプは除外されます。

1 A. Schindler, M. Doedt, S. Gezgin, J. Menzel, S. Schmölder, による論文「J Therm Anal Calorim」 (2017) 129: 833–842, DOI 10.1007/s10973-017-6208-5



装置状態を目視でチェック - LED ステータスバー

TG 309 *Libra*®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ました。ステータスに応じてライトの色が変化します。これにより測定が順調に進行しているかどうかを、PCにログインせずに離れたところから確認できます。次のようなステータスを判別できます。

- スタンバイOK
- 測定実行中
- 進行状況
- 昇温 / 冷却 目標値到達
- 入力操作要求
- エラー発生

生産性と作業効率を向上させるディスプレイ表示

本体内蔵のカラータッチディスプレイを搭載しており、この画面で装置と測定値の詳細な情報をモニタリングすることができます。

Proteus®ソフトウェアで測定の設定準備が完了したあとは、画面を直接操作して測定を開始できます。本体画面から測定の設定を確認できるので、新しい測定を開始する前に装置上で最終のダブルチェックをおこなえます。

タッチディスプレイでできること:

- 画面タッチによる測定開始
- 最近終了した測定の確認
- 測定の進行状況と残り時間を確認
現在の温度を確認
- ガス流量とガス注入口の確認と変更
- 風袋引き信号をディスプレイに直接表示
- *AutoVac*サイクルの開始と確認
- 天秤室の圧力レベルをモニター



実行リスト
測定を簡単に監視できます。計測の進行状況を確認し、目標値やガス流量を制御および設定できます。

測定モニタリング簡素化

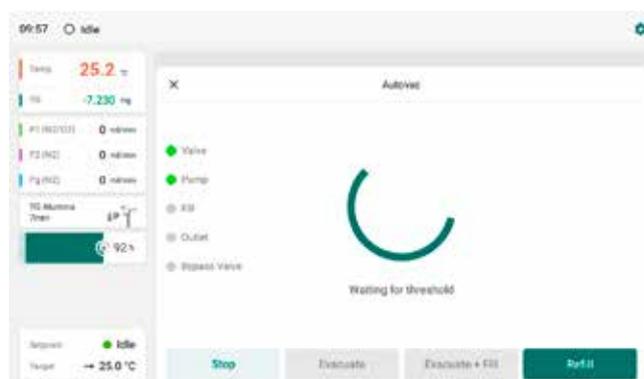
PLACING INSTRUMENT CONTROL AND INFORMATION DIRECTLY ONTO THE INSTRUMENT

測定の進行状況をリアルタイムで表示

- 測定の進行状況を簡単にモニターし、現在の温度やガス流量などの情報を把握
- コンピューターにログインすることなくTGAバランス信号を平均化
- 真空状態に関する情報が装置上に表示



TGAバランス信号のゼロ調整



真空処理に関する情報

効率性とより持続可能な 実験室を目指して

Eco Mode –

必要な時にのみエネルギーを使用

ドリフトを抑えて正確な熱重量測定結果を得るために、サーモスタットを使用して装置のコンディションを整えます。サーモスタットが常に作動していると、エネルギーを消費するだけでなく、空調システムによって制御されなければならない廃熱も発生させます。

Setpoint Eco/Idle の目標値設定例

	Mon	Tue	Wed	Thu	Fri	Sat	Sun
00:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
01:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
02:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
03:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
04:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
05:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
06:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
07:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
08:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
09:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
10:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
11:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
12:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
13:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
14:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
15:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
16:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
17:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
18:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
19:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
20:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
21:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
22:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
23:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO

■ Idle Mode
■ Eco Mode

繁忙な実験室では、TGA装置が1日あたり約10~12時間使用されます。夜間や週末に測定が予定されていない場合、装置を停止させると再度使用する前に安定化するまでの時間がかかります。あるいは電源が入ったままとなり、必要とされていないエネルギーを消費し続けることとなります。

実験室環境における持続可能性は、ますます重要になってきています。TG 309 Libra®は、エネルギーを節約するためのEcoModeを搭載しており、ソフトウェアを介して冷却装置(チラー)の電源を自動的にオフにすることで、運転コストを大幅に削減します。

このソフトウェアは、ユーザー定義のスケジュールを設定することで、Idle ModeまたはEco Modeを作動させることができます。これにより、装置を完全に停止させる場合に発生する待ち時間を排除し、必要に応じてガスフローと温度制御装置を再起動して、計測が予定通りに行われるようにします。

装置をEcoModeに切り替えると、1kWの電力が節約され、年間で6000kWh以上の電力が節約されます。これにより、装置の運転コストが低くなり、CO₂排出量も軽減されます。

1 <https://www.rsc.org/globalassets/22-new-perspectives/sustainability/sustainable-labs/sustainable-laboratories-report.pdf>

LabV®-primed

NETZSCHの装置は、LabV®データ管理プラットフォームと互換性があります。LabV®はユーザーフレンドリーなソフトウェアで、手法やデバイスに関係なくデータ収集を自動化し、データの整理、分析、探索を集中的に行います。LabV®のAIパワードデジタルアシスタントは、データ解析を簡素

化し、研究室が簡単に洞察を見つけるのを支援をします。ChatGPTのような自然言語処理を使用しているため、直感的なコマンドで視覚化された情報を作成し、トレンドを見つけ、複雑な相関関係を明らかにすることができます。

その他のソフトウェア機能

Proteus® Search Engine

特定の基準に基づいて測定データや評価データをフィルタリングする能力は非常に有益です。

Proteus® Search Engineは、秒単位で測定データを高速かつ洗練された方法でフィルタリングし、強力なデータ管理ツールとして機能します。選択プロセスに続いて、測定値や分析状態のプレビューを自動的に表示します。また、ファイルシステム内のフォルダを開くことができるため、プロセスが簡素化されます。ユーザーは、「MyPolymers」などの個人用の検索機能を作成し、必要に応じて既存の検索を簡単に切り替えたりすることができます。

レポート作成ツール

各オペレーターは、ロゴ、表、説明、プロットなどを含む独自のレポートテンプレートを簡単に作成できます。Proteus®ソフトウェアには、すでにいくつかのレポートテンプレートとして含まれています。Identifyから得られた結果もレポートに含めることができます。

Peak Separationによる重量減少の重なり判定改善

実験曲線が複雑で、重量減少ステップが重なっている場合、当社のソフトウェアはこれらのピークを分離するのに役立ちます。実験データを個々のピークの合計として表示し、各ピークを個別に分析することを可能にします。

Kinetics Neo – 予測によるプロセスの最適化

Kinetics Neoは、異なる温度条件下での一連の測定に基づき、分解や蒸発プロセスの動力学モデルを作成します。強力なNETZSCH Kinetics Neoソフトウェアにより、多段階のプロセスさえも正確にモデル化することができます。活性化エネルギーや頻度因子、反応次数などの速度論パラメータを決定することができます。Kinetics Neoは、プロセスの最適化のためにユーザー定義条件下で化学系の挙動を予測するために使用できます。

ソフトウェアの特長

	Supreme	Select	Classic
ExpertMode	■	■	■
SmartMode	■	■	■
AutoCalibration	■	■	■
AutoEvaluation	■	■	■
定義済みメソッド	■	■	■
TGA-BeFlat®*	■	■	■
c-DTA®	■	■	■
レポート作成ツール	■	■	■
Eco Mode	■	■	■
Identify	■	■	□
Proteus® Search Engine	■	□	□
Peak Separation	■	□	□
温度変調 TGA (TM-TGA)	■	□	□
SuperRes®	■	□	□
LabV®	□	□	□
LIMS サポート	□	□	□
Proteus® Protect (CFR 21 part 11)	□	□	□
Kinetics Neo	□	□	□
Termica Neo**	□	□	□
EGA サポート	□	□	N/A

■ 標準搭載機能

□ オプション

* MFCが選択されている場合に含む

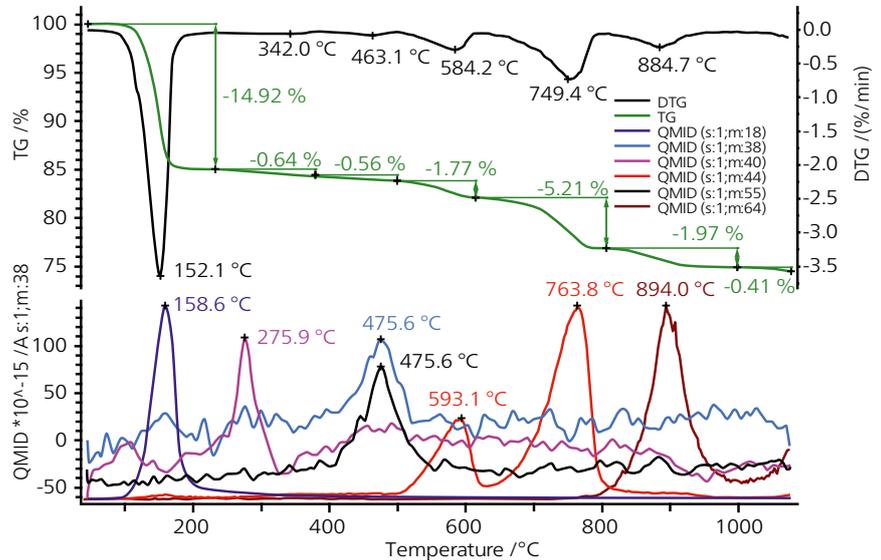
** Kinetics Neoが必要

リクエストに応じてさらなる機能が利用可能

アプリケーション

防火性能を持つ石膏

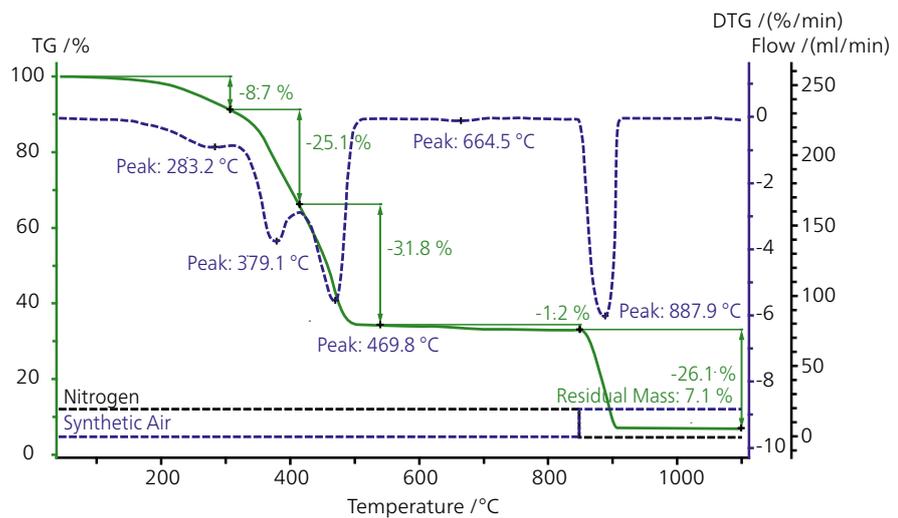
防火性能を持つ石膏のTGA分析では、加熱中に7つの分解ステップが観察されました。質量分析とのカップリングにより、分解中に発生するガスが同定されました。1段階は水の放出 (m/z 18)、第2、第3段階は有機化合物の分解 (m/z 38、40、55)。500°~800°Cの間では、炭酸塩の分解によると思われるCO₂の減少 (m/z 44) が検出。最後の重量減少は、SO₂ (m/z 64) が放出されたことより、硫酸塩の分解にさかのぼることができます。



不活性雰囲気中でのプラスターのTGA-MS測定、昇温速度10 K/min、試料重量40 mg; TGA曲線(緑)、DTG(黒)、重量数m/z 18、38、40、44、54、および64のイオン電流

自転車用タイヤケーシングの組成

ゴムの組成分析のためのTGAは広く使用されています (ISO 9924またはASTM E1131)。この例では、自転車のタイヤケーシングを調査しました。第1段階の重量減少は、可塑剤の含有量を示し、8.7%です。ゴム成分のその後の2つの分解段階は正確に分離できます。チョークのような無機充填剤の含有量が低くても、TGAで測定することができます。664.5°C (DTGピーク) での重量減少はわずか1.2%で、チョーク (CaCO₃) の分解によるCO₂の放出に起因するものです。850°Cで酸性雰囲気中に切り替え、さらに1100°Cまで加熱すると、カーボンブラックの燃焼を観察し、定量化することができます。

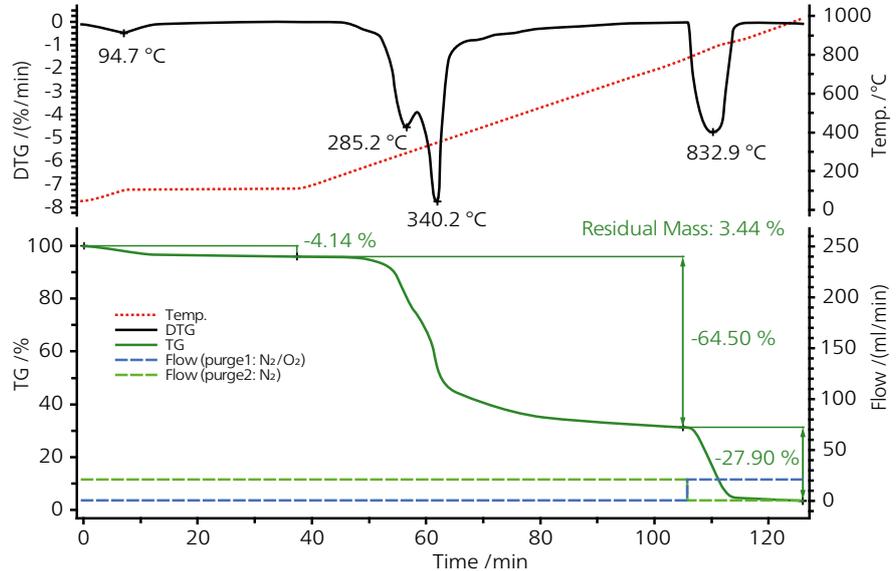


自転車のタイヤケーシングのTGA測定、昇温速度10 K/min、試料重量9.79 mg、TGA曲線(緑の線)、DTG曲線(青の破線)



クルミの殻

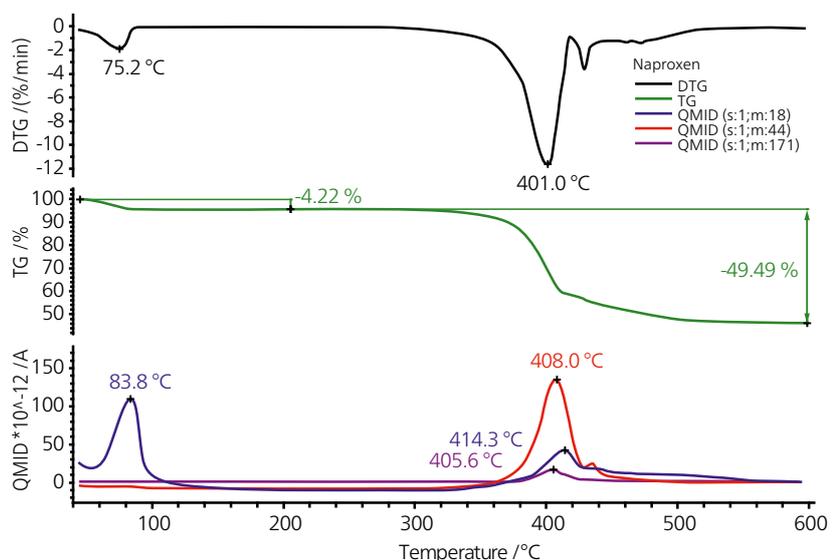
バイオマスは再生可能エネルギー資源として合成ガスや化学前駆体、純粋な炭素を生産するために利用できます。この例は、クルミの殻の試料の近似分析が示されています。110°Cでの乾燥工程で、4.1%の水分が放出されました。不活性雰囲気中で800°Cまで加熱すると、有機成分由来の熱分解が2段階あり、64.5%重量減少が確認されました。空気雰囲気に切り替えた後、炭素比率の27.9%の重量減少が確認されました。その結果灰分は、3.4%であることがわかりました。



クルミの殻の近似分析: TGA曲線(緑)、DTG曲線(黒)、温度プロファイル(赤の点線)

ナプロキセンナトリウムの異なる水和物製剤

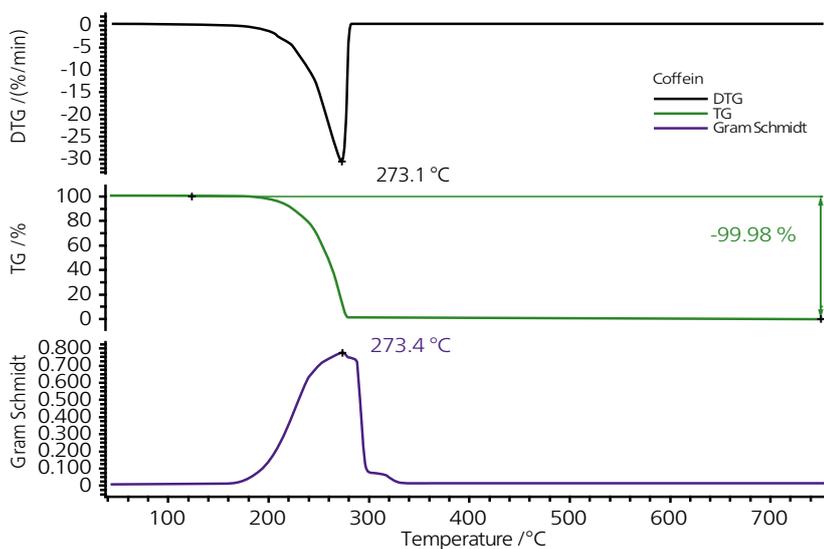
ナプロキセンナトリウムは、さまざまな原因の痛みや炎症を治療するために使用される医薬品有効成分(API)です。それは無水和物、一水和物、2種類の二水和物、四水和物として存在しています。昇温速度10 K/minで加熱すると、まず75°C (DTGピーク)で4.22%の重量減少が発生しますが、これは水の放出によるものです ($m/z = 18$ 、ピークは84°C、青色曲線)。これは、一水和物試料の理論重量減少(6.7%)より小さい値です。300°Cをわずかに超えると、ナプロキセンナトリウムが分解を始め、その結果水 ($m/z = 18$)、 CO_2 ($m/z = 44$)、および $m/z = 171$ の炭化水素フラグメントの生成により、600°Cまでの温度範囲でさらに約50%の重量減少が発生します。



不活性雰囲気中でのナプロキセンのTGA-MS測定、昇温速度10 K/min、試料重量10 mg、TGA曲線(緑)、DTG(黒)、 m/z 18、44、および171のイオン電流

ハイフン(-)で結ぶ技術による熱分析能力の強化

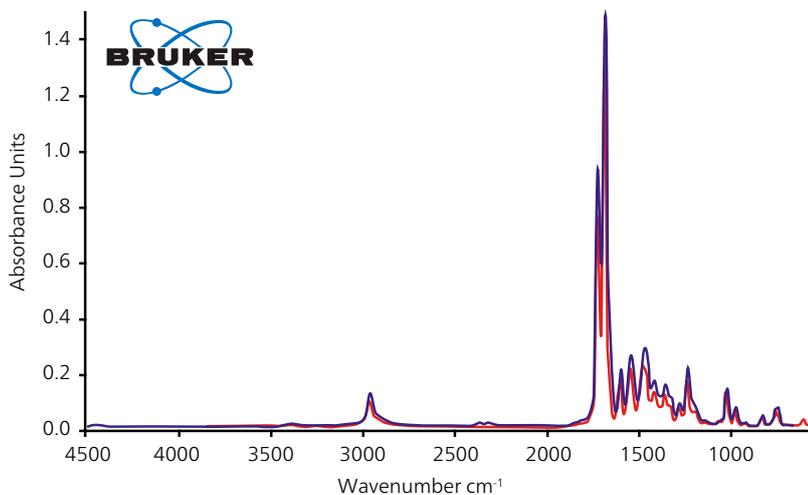
熱重量分析は、固体や液体を特性を評価するための普遍的なツールですが、試料中の重量変化の原因となっている事象の経過に関する化学的・分析的情報が不足しています。四重極質量分析計のような技術による発生ガス分析(EGA)は、この追加情報を提供することが出来ます。



TGA-FT-IR測定: 窒素雰囲気中でのTGA曲線(緑)、DTG曲線(黒)、およびグラム-シュミット曲線(紫) RTから750°Cまでの昇温速度10 K/min

TGA-FT-IRによる カフェインの蒸発測定

カップリングアダプター、トランスファーライン、FT-IRガスセルの接続部分温度が370°Cと高いため、カフェインの蒸発を分解やテーリングなしで検出することが可能になります。



285°Cで測定されたスペクトル(青)とカフェインのライブラリースペクトル(赤)

アダプターおよびトランスファーラインは、カップリングソリューションに応じて最大400°Cまで加熱可能

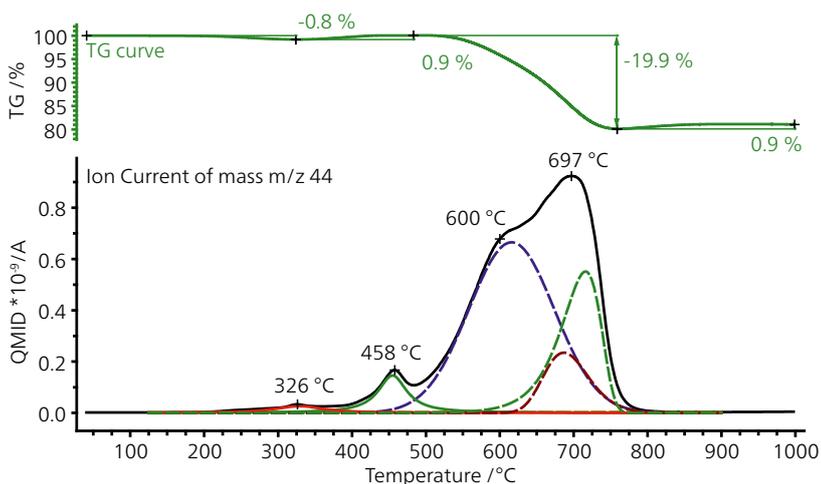


Bruker INVENIO
FT-IR分光計

外付TGA-IR
最大370°C

TGAによる バッテリー性能の最適化

電池負極材中の異なる炭素種類の決定



銅箔上の負極材料 (26 mg) の測定、昇温速度 10 K/min、
合成空気雰囲気下の TGA 曲線 (緑)、重量 m/z 44 のイオン電流曲線 (黒)



負極材料内の炭素組成を理解することは、電池性能を最適化する上で非常に重要です。この例は、銅箔上に蒸着された電池に適した負極材料の分析を示しています。熱重量分析と質量分析を組み合わせることで、グラファイト、カーボンブラック、グラフェン、カーボンナノチューブなど、さまざまな炭素構造の分解とともに銅箔の酸化をモニターすることが可能になります。相関する CO₂ 放出は、負極材料に存在するさまざまな種類の炭素構造に関する情報をあらわした貴重な指標となります。

ピーク分離の利用

Proteus®ソフトウェアに組み込まれた Peak Separation 機能を使用することで、複雑で重なり合ったピーク形状を分解できるソリューションを提供します。この革新的なツールを CO₂ m/z 44 のマススペクトルに適用することで、粒径のばらつきと関連する分解温度に基づいて、異なるタイプの炭素を区別することができます。このソフトウェア機能により、炭素種の正確な同定と区別が容易になり、材料組成における炭素種の役割についての理解が深まります。



TG 309 Libra®
Supreme

QMS 505 Aëolos®
最大 350°C

Overview: 発生ガス分析(EGA)の拡張機能 TG 309 *Libra*®

TG 309 *Libra*®をFT-IR (フーリエ変換赤外)、MS (質量分析)、またはGC-MS (ガスクロマトグラフィー - 質量分析) などのガス分析技術と組み合わせることで、時間や温度の関数として発生ガスの性質に関する情報を得ることができ、分析対象物質の特徴を示す情報を得ることが出来ます。

FT-IRとのカップリング

“More than just the sum of its parts” このスローガンは、当社の共同パートナーであるBruker Optics社製のFT-IR (フーリエ変換赤外) 分光計を組み込んだ包括的なカップリングシステムのスローガンです。

TGAからのパージガスフローは、揮発性成分を短いトランスファーラインを通じてFT-IRの真空密閉ガスセルまで運びます。

変化する双極子モーメントを持つすべての分解ガスは、それぞれの特徴を持つ吸収スペクトルによって識別され、複雑な混合ガスを分光学的に分離することができます。

PERSEUS TG 309 *Libra*®

PERSEUS TG 309 *Libra*® は、コンパクトなBruker Optics FT-IR 分光計を組み込んだTGA-FT-IR システムです。

この2つのシステムを統合した設計は、最先端のカップリング技術において全く新しいベンチマークを打ち立てました。内蔵された加熱ガスセルは、TGA加熱炉のガス排出口に直接接続されており、短い搬送経路の容積が小さいため、装置の設置面積を小さく保ちながら、高速搬送が可能です。

MSとのカップリング

TG 309 *Libra*®を当社のQMS 505 Aëolos®四重極質量分析計に接続することで、高度な材料研究と特性評価が可能になります。発生したガスは、300°Cに加熱された石英ガラスキャピラリーを介して、MSのEIイオン源に直接導入されます。

GC-MSとのカップリング

ガスクロマトグラフィー (GC) は、揮発性および半揮発性化合物の高分解能分析に適した技術です。混合ガスは、固定相 (例: キャピラリーの内部コーティング) と移動相 (パージガス 例: ヘリウム) の間の成分分布の違いに基づいて分離されます。



PERSEUS TG 309 *Libra*®

Technical Specifications

TG 309 Libra®			
	Supreme	Select	Classic
温度範囲	(10°C) 室温 ~ 1100°C	(10°C) 室温 ~ 1025°C/1100°C	(10°C) 室温 ~ 1025°C
昇温速度	0.001 ~ 200 K/min	0.001 ~ 200 K/min	0.001 ~ 200 K/min
天秤分解能	10 ng	20 ng	50 ng
冷却時間 ¹	窒素の場合: 1100°C ~ 100°C 12min ヘリウムの場合: 1100°C ~ 100°C 5min, ~ 25°C 10min		
最大試料重量/測定範囲	2 g (試料容器含む)	2 g (試料容器含む)	2 g (試料容器含む)
AutoVac	自動真空排出とパージガスの再充填; MFCを選択した場合にオプションで利用可		
温度分解能	0.001 K	0.001 K	0.001 K
温度正確度 ²	± 0.3 K (c-DTA®による校正後、インジウム)		
温度校正	c-DTA®		
温度安定性 ³	Peak-to-peak: 0.03 K RMS: 0.005 K		
温度精度 ⁴	0.15 K		
真空密閉性	<< 10 ⁻¹ mbar	<< 10 ⁻¹ mbar	1 mbar
一体型4系統MFC	■	□	□
一体型3系統MFC	-	□	□
発生ガス分析	□	□	-
オートサンプラー (192+12試料)	□	□	-
オートサンプラー (20試料)	-	-	□
穴開け器	□	□	-
タッチディスプレイモニター	■	■	□
無期限保証 ⁵	□	□	□

- 1 チラー温度21°C、He (パージ+保護ガス) 200ml/min;
TGAシステムの最高温度はHeガス流量に依存: 200ml/minの場合、Tmaxは1020°C
- 2 測定値と文献値の最大偏差 (インジウム)
- 3 異なる等温温度での測定
- 4 10回の測定に基づく標準偏差
- 5 メンテナンス契約との組み合わせ

■ 標準搭載機能
□ オプション

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に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: 2024年8月1日