

# STA 449 C *Jupiter*<sup>®</sup> - полное определение термических характеристик

С помощью синхронного термоанализатора фирмы NETZSCH STA 449 C *Jupiter*<sup>®</sup> могут быть одновременно измерены изменения массы (ТГ) и калориметрические эффекты (ДСК) в образце. Встроенные электромагнитные компенсационные микровесы с верхней загрузкой отличаются высокоточным разрешением в диапазоне суб-мкг, а также стабильностью измерений и надежностью. Взвешивание образцов может быть проведено до 5 г.

При СТА (синхронный термический анализ) образец исследуется в условиях программированного изменения температуры. Собственно измеряемыми величинами являются изменение массы, абсолютная температура образца и разница температур, возникающая между образцом и эталоном. Измерения проводятся синхронно на одном и том же образце в одних и тех же условиях.

При соответствующей калибровке, могут быть измерены тепловые потоки к образцу и обратно. Это позволяет измерить такие калориметрические эффекты как энтальпия, температура фазовых переходов или удельная теплоемкость образца.

STA 449 C разработан для применения как в диапазоне высоких, так и низких температур и позволяет проводить измерения от -120 и до 1650°C. Для такого широкого температурного интервала в распоряжение исследователя предоставляются различные варианты печей. Интеллектуальные системы стыковки для квадрупольного масс-спектрометра (QMS) и инфракрасной фурье-спектроскопии (FTIR), а так же совместимость с импульсным термоанализом (PulseTA<sup>®</sup>),

делают STA 449 C *Jupiter*<sup>®</sup> универсальным инструментом термоанализа, с помощью которого можно получить наиболее полную информацию о термических свойствах материалов в соответствии с современными требованиями к приборам термического анализа.

Конструкция прибора обеспечивает стабильные и воспроизводимые ТГ- и ДСК-базовые линии. Высокая степень чувствительности ДСК-сенсоров гарантирована даже при температурах выше 1500°C. Все это образует основу для уникальной эффективности этого прибора. Высокая точность и воспроизводимость делают STA 449 C незаменимым инструментом в исследованиях, разработке и контроле качества. Как часть многосторонней линии приборов «Термоанализ» фирмы NETZSCH, он обеспечивает важную информацию о термическом поведении большинства различных материалов.

## ТГ

Изменение массы  
Температурная устойчивость  
Изучение коррозии  
Режим окисления  
Температуры разложения  
Кинетика разложения

## ДСК

Удельная теплоемкость  
Фазовые диаграммы  
Энтальпии плавления  
Фазовые образования  
Фазовые переходы  
Переходы стеклования  
Кинетика реакций



# NETZSCH программное обеспечение – универсальное – удобное

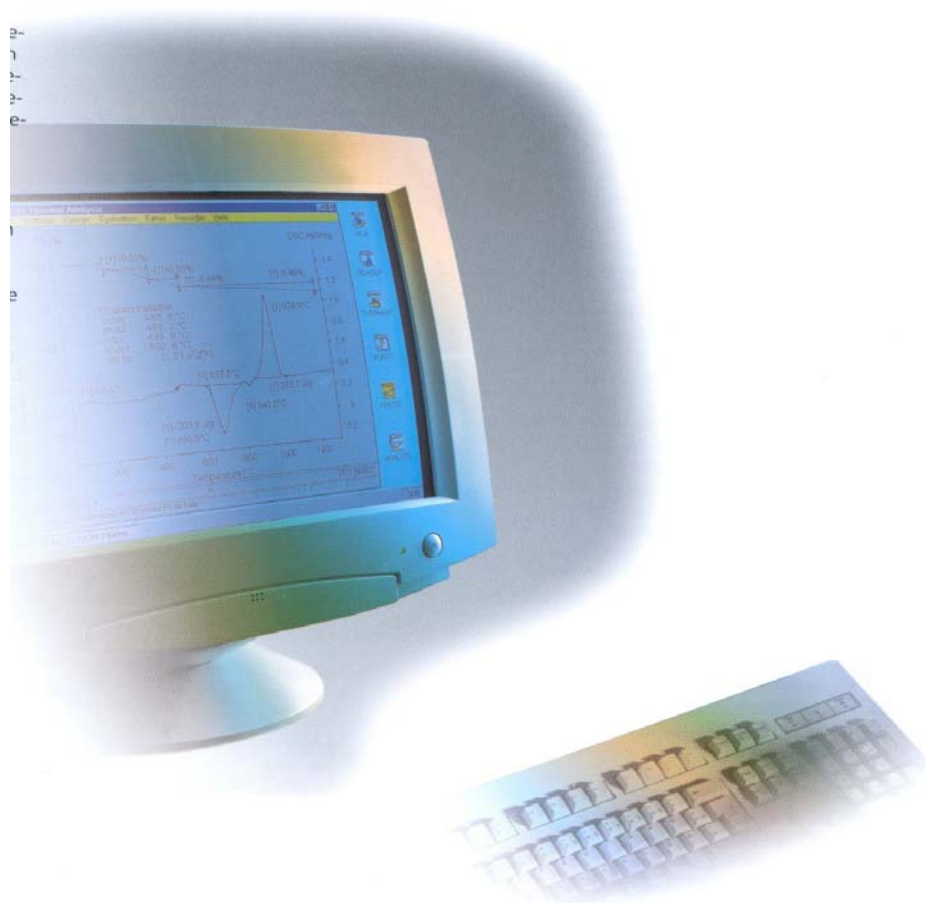
К прибору поставляется программный пакет, который оптимально адаптирован непосредственно к задачам пользователей. Он основывается на многолетнем опыте в нашей лаборатории и идеях многочисленных потребителей. Благодаря сочетанию удобства меню и автоматизированных подпрограмм, создан инструмент, который сочетает в себе простоту и комфорт в обслуживании и в тоже время возможность проведения сложных анализов.

## Стандартные характеристики программного обеспечения:

- Программное обеспечение Windows: полностью совместимо с другими MS®Windows™ программами
- Многозадачность: одновременные измерения и оценка
- Многомодульность: работа до 4 различных приборов с одним компьютером
- Комбинированный анализ: сравнение и/или оценка ДСК, ТГ и ДИЛ- измерений на одном графике (до 8 измерений)
- Маркировка: ввод и свободное размещение текстовых элементов
- Вычисление 1-й и 2-й производных
- Выборочное масштабирование
- Экспорт графиков и данных
- Выбор цвет и тип линий
- Сохранение и восстановление на любом оценочном шаге анализа
- Стоп-кадр для оценки измерения в развитии
- Импорт данных масс-спектрометра и инфракрасного спектрометра как ASCII- файлов
- Калибровка температуры
- Контекстная система помощи

## Свойства ТГ (TG)

- Изменения массы в процентах веса или мг
- Экстраполяция начала измеряемого процесса (onset)
- Пиковые температуры на 1-й и 2-й производных



- Регулируемая скорость потери массы: три различных режима: старт/стоп, ступенчато-изотермический, динамический
- Автоматическая оценка потери массы в течение эксперимента
- Определение остаточной массы

## Свойства ДСК (DSC)

- Характерные температуры: определение начальной, пиковой, конечной и температуры в точке перегиба
- Автоматический поиск пика
- Определение теплот превращений:
  - определение площади пика (энтальпии) с выбором типа базовой линии, а также частичный анализ пиковой области
  - определение площади пика с учетом потери массы
- Стеклование: полностью автоматизированный комплексный анализ процесса стеклования

- Комплексный анализ пиков: определение всех характеристических параметров пика одним нажатием клавиши
- Автоматическая коррекция базовой линии

## Опции

- Macro Recorder
- Программное обеспечение для разделения пиков
- Программное обеспечение термокинетики
- Программное обеспечение определения чистоты
- Мультикомпонентный анализ
- Программное обеспечение определения термической безопасности
- Комбинированное программное обеспечение для STA-QMS и STA-FTIR
- Простой расчет удельной теплоемкости  $C_p$
- Регулируемая скорость потери массы: три различных режима: старт/стоп, ступенчато-изотермический, динамический

# Гибкость - наш главный приоритет

Для каждого применения - то, что необходимо...

Новый STA 449 C *Jupiter*<sup>®</sup> комплектуется различными типами печей и измерительными сенсорами. Это означает, что может быть реализовано практически любое мыслимое приложение. Газонепроницаемая конструкция системы позволяет проведение количественных расчетов в высокочистых газах, а также в вакууме ( $10^{-4}$  мбар), например на чувствительных к окислению материалах. Во всём диапазоне температур измерения возможны в статической и динамической газовых средах. Выделяющиеся газы могут полностью удаляться из камеры с образцом и если необходимо анализироваться далее (сопряжения с масс-спектрометром, ИК-спектрометром и т.д.). Устройство откачки и газовой коммутации AUTOVAC<sup>®</sup> - стандартный элемент системы.

## Печи

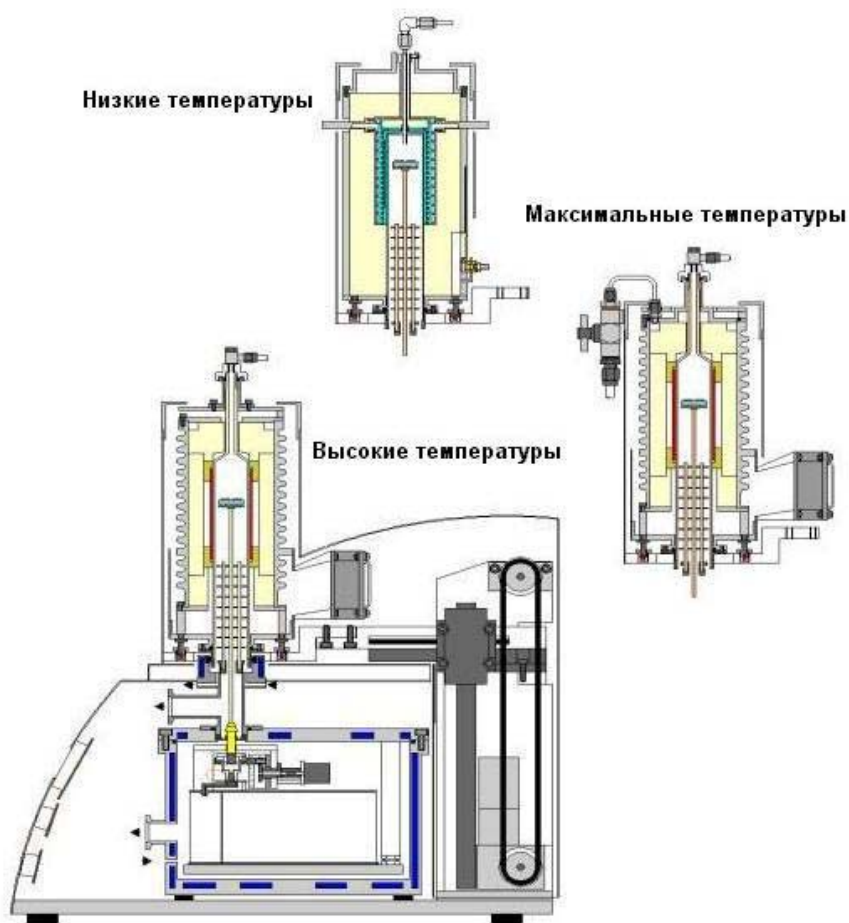
STA 449 C может быть оснащен одной из четырех сменяемых пользователем печей. Это позволяет проводить измерения в температурном диапазоне: от -120°C до 1650°C. Все варианты печей приводятся в движение подъемным устройством. На основе особенной конструкции нагревательных элементов и специального позиционирования печи достигнуты чрезвычайно стабильные и воспроизводимые базовые линии для всех четырех печей.

Макс. вес образца 5 г.  
 Весовой диапазон 5 г.  
 Разрешение 0,1 мкг  
 Определение  $\pm 3,0\%$   
 энтальпии<sup>3)</sup>

## Конфигурация печи

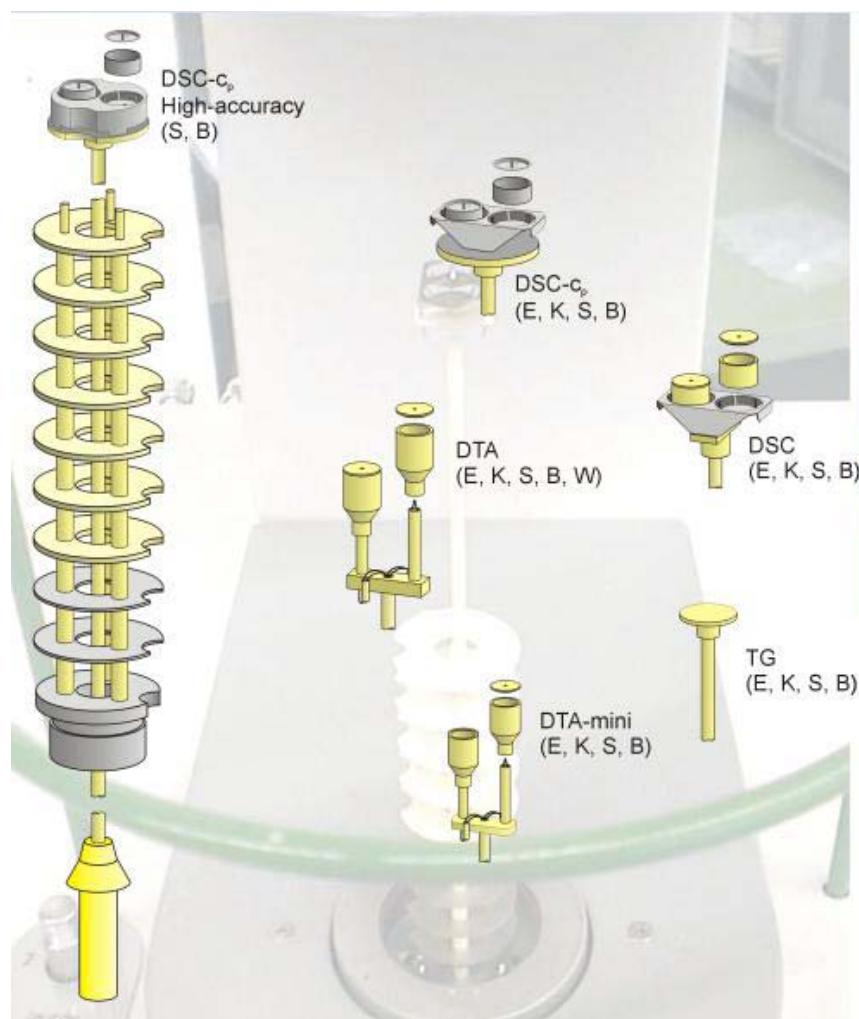
|   |  |  |  |  |
|---|--|--|--|--|
| Диапазон температур                     | от -120°C до 750°C                       | от RT <sup>1)</sup> до 1500 °C           | от RT <sup>1)</sup> до 1600°C            | от RT <sup>1)</sup> до 1650°C            |
| Среда в камере с образцом <sup>2)</sup> | Статическая или динамическая O, R, I и V | Статическая или динамическая O, R, I и V | Статическая или динамическая O, R, I и V | Статическая или динамическая O, R, I и V |
| Скорость нагрева (К/мин)                | от 0,1 до 50                             | от 0,1 до 50                             | от 0,1 до 50                             | от 0,1 до 20                             |

RT<sup>1)</sup>-комнатная температура; <sup>2)</sup> I- инертная, O - окисляющая, R- восстанавливающая, V-вакуум; <sup>3)</sup> для большинства материалов



STA 449 C *Jupiter*<sup>®</sup>

Для каждого применения – специальный сенсор...



## Система держателей образцов

Для STA 449 C *Jupiter*<sup>®</sup> поставляются сменяемые пользователем прободержатели: ТГ-, ТГ/ДТА-, а также три различных ТГ/ДСК-прободержателя. Каждая конфигурация может быть поставлена с термопарами типа E, K, S и типа B, что позволяет оптимизировать чувствительность, постоянную времени и атмосферу для каждого приложения. Уникальная конструкция этих сенсоров, включая расположение тигля и специальной защитной конструкции для защиты от потерь тепла излучением, позволяет наряду с точными измерениями изменениями массы проводить измерение удельной теплоемкости, температур фазовых переходов и энтальпий (по выбору с учетом потери массы) и т.д.

## Дополнительные устройства

Новый STA 449 C может быть поставлен со следующими устройствами:

- Система охлаждения жидким азотом для низкотемпературной печи
- Турбомолекулярный насос для измерений в высоком вакууме или для получения высокочистой газовой среды
- Системы стыковки с **квадрупольным масс-спектрометром** или **инфракрасным фурье-спектрометром** для анализа выделяющихся газов
- Тигли большого объема (3 и 4 мл)

Тигли с соответствующими крышками поставляются различных размеров из различных материалов, как, например, из платины, графита, оксида циркония, алюминия, золота и кварцевого стекла. Специальные тигли (например, для исследования расплавленных металлов) поставляются по запросу. (Больше информации Вы найдете в нашем справочном листе тиглей.)

## Системы держателей образцов

|                            |  |  |  |                               |
|----------------------------|--|--|--|-------------------------------|
| <b>Диапазон температур</b> | от -120°C до 700°C                                     | от -120°C до 800°C                                     | от RT <sup>1)</sup> до 1650 °C <sup>8)</sup> | от RT <sup>1)</sup> до 1650°C |
| <b>Тип термопары</b>       | Chromel-Konstantan (E)                                 | Chromel-Alumel (K)                                     | Pt10%Rh-Pt (S)                               | Pt30%Rh6%Pt (B)               |
| <b>Среды<sup>2)</sup></b>  | O, R <sup>5)</sup> , I <sup>6)</sup> и V <sup>6)</sup> | O, R <sup>7)</sup> , I <sup>5)</sup> и V <sup>6)</sup> | O, R, I <sup>6)</sup> и V                    | O, R, I <sup>6)</sup> и V     |

<sup>5)</sup> ограничено 500°C; <sup>6)</sup> снижается срок службы датчика; <sup>7)</sup> ограничено 700°C; <sup>8)</sup> не подходит для продолжительного использования при изменении этой температуры

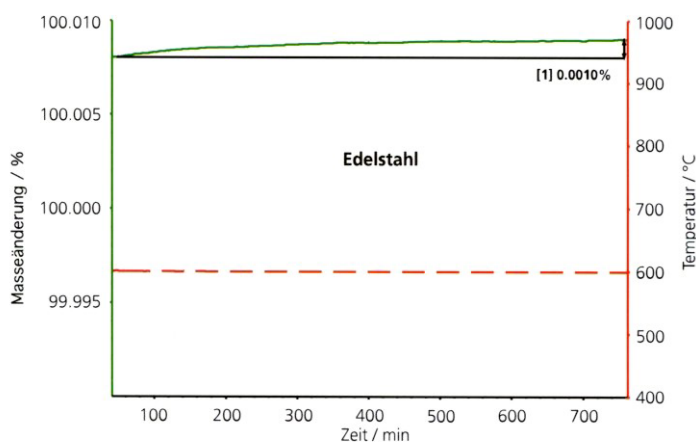
Технические характеристики предмета изменяются



# Эксплуатационные качества убеждают

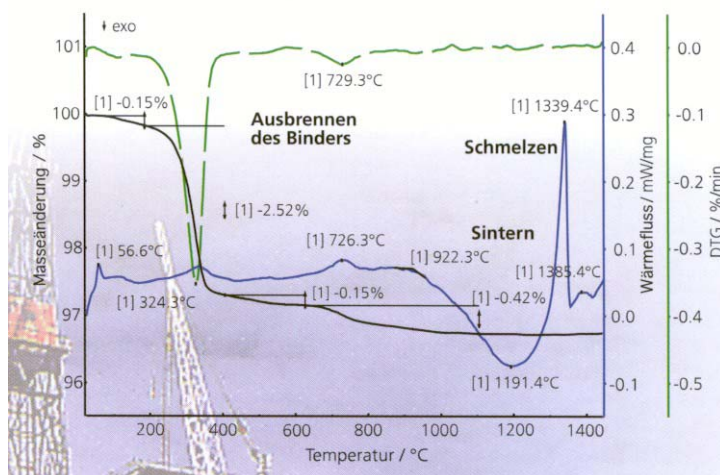
## Отличная устойчивость

На образце коррозионно-устойчивой стали весом 4,2 г исследовалось окислительное поведение в течение 12 часов при 500°C в среде N<sub>2</sub>/O<sub>2</sub> (60:40). Увеличение массы этого образца составило 0,001% или 42 мкг в процессе 12-часового измерения. Достигнута долговременная устойчивость: менее чем 1 мкг/ч.



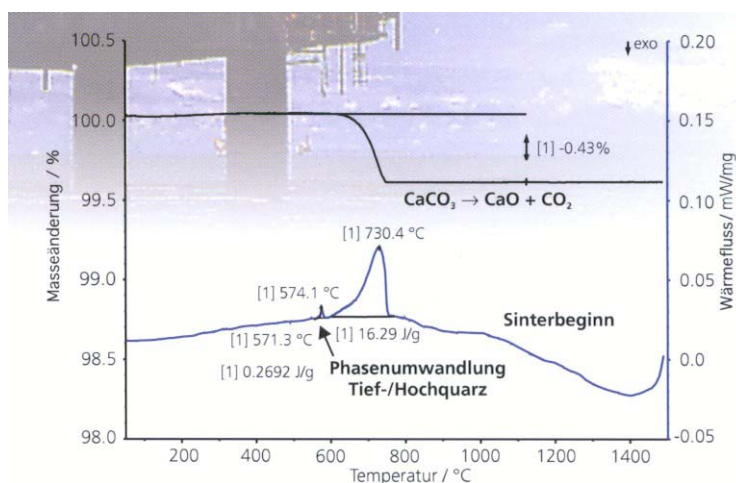
## Твердый металл

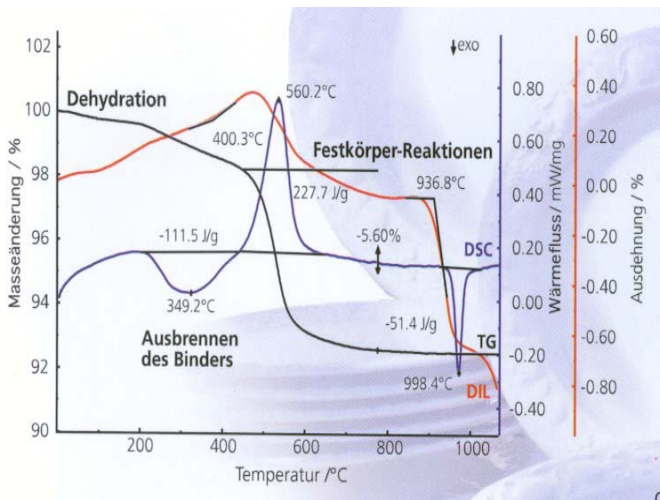
Твердые металлы используются, в частности, когда требуется высокая износостойкость, твердость и вязкость разрушения (например, буровые головки). Для фаснирования в порошок твердого металла часто добавляются органические связующие, которые выжигаются перед фактическим спеканием. Связующее (точка плавления ≈57°C) выводится из обрабатываемой детали на следующих этапах. Спекание начинается при ≈920°C (наблюдаемое начало) и распознаваемо на ДСК-кривой как экзотермальный процесс. Эвтектическая смесь WC/Co плавится примерно при 1340°C (пиковая температура). Согласно фазовой диаграмме с повышением температуры высвобождается все больше WC.



## Высокая точность: смесь Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> кварцевый песок и CaCO<sub>3</sub>

Высокая точность баланса и синхронности тепловых потоков ДСК позволяют проводить, например, фазовый анализ смесей. Стадия потери веса в 0,43% при ≈600°C обусловлена присутствием 0,98% компоненты CaCO<sub>3</sub>. Сравнением энтальпии фазовых переходов SiO<sub>2</sub>-компоненты с энтальпией кварцевого песка приходят к заключению, что вес песка составляет 2,2% смеси. Начиная примерно с 1000°C происходит спекание смеси с выделением энергии (экзотермическая реакция).



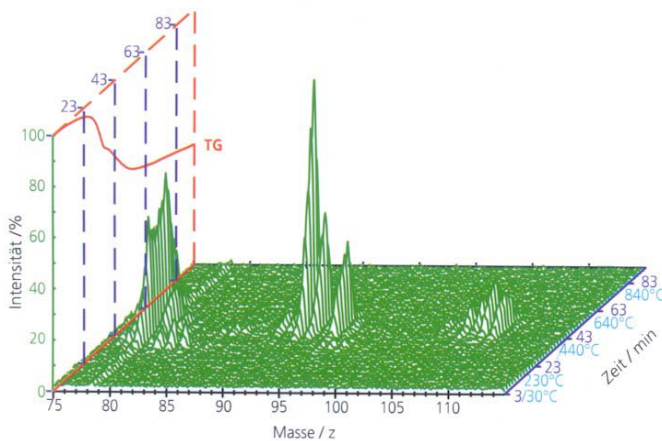
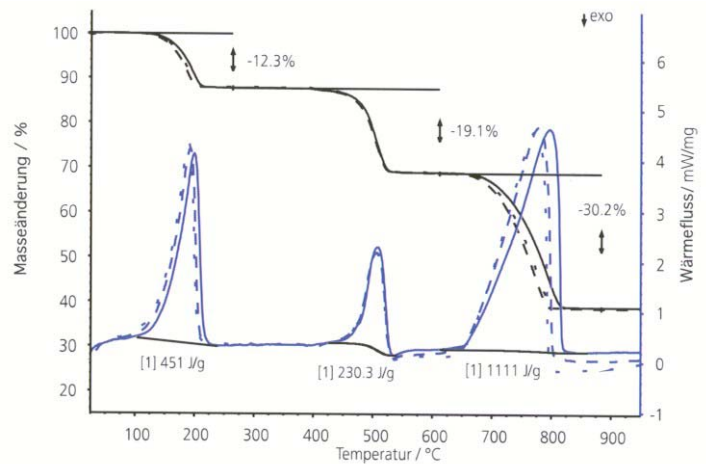


## Фарфоровый сырец

Для разработки керамических масс и определения кривых обжига термический анализ дает все необходимые данные. В нижеприведенном измерении вода высвобождается из фарфорового сырца при температурах между 50 и 200°C. Связующее выгорает между 200 и 450°C, а выделяющаяся энергия составила приблизительно 112 Дж/г. Приблизительно с 450°C начинается отделение ОН групп каолина, для чего должно быть затрачено около 228 Дж/г энергии. Твердотельный переход около 998°C (пиковая температура) проявляется экзотермальным пиком с энтальпией приблизительно -51 Дж/г. Кривые расширения/сжатия были измерены с помощью dilatометра 402 С для того же замеса фарфора. Дегидратация ясно видна по усадке образца. Двухступенчатое спекание начинается около 937°C (экстраполированный onset).

## Окисление образца руды (пирит, FeS<sub>2</sub>)

В процессе окисления пирита, который содержит много малых стадий ТГ, выделяется газ SO<sub>2</sub>. Газовый анализ выполнялся инфракрасным спектрометром «Bruker» синхронно с измерениями ТГ-ДСК. Линия SO<sub>2</sub> (1035-1265 см<sup>-1</sup>) показывает тот же тип профиля, как и ДТГ кривая.



## Твердотопливные ракетные двигатели: армированная карбоновыми волокнами феноловая смола

Армированная карбоновыми волокнами феноловая смола используется, например, в ракетных двигателях на твердом топливе. При оптимизации качества и устойчивости материала с помощью ТГ-КМС измерений могут быть исследованы температурная устойчивость, а также газообразные продукты, которые получаются в процессе пиролиза при оптимизации качества и устойчивости материала. Здесь показан трехмерный график ТГ-КМС измерений для феноловой смолы. Четко распознаётся большое число ароматических фрагментов, таких как бензол, фенол и др.



## NETZSCH-система термического анализа – точное решение проблемы

Знание термофизических свойств для разработки материалов в современной промышленности и исследовательских учреждениях играет решающее значение. Для точного измерения этих свойств НЕЧ Герэтебау ГмБХ предлагает Вам верное решение:

DSC 404 C Pegasus®, LFA 427, DIL 402 C, STA 449 Jupiter®, TCT 426 и TCT 416 образуют основу группы приборов «Термофизические свойства».

Температуропроводность, теплопроводность, удельная теплоемкость, энтальпии и температуры превращений, термическое расширение, плотность сырого материала, изменения масс и т.д. могут быть просто, быстро и точно измерены.

**У Вас есть веские причины выбрать качество и точность NETZSCH**



**NETZSCH**

Germany  
Wittelbäherstrasse 42,  
95100 Selb  
Phone: 49 / 9287 / 8810;  
Fax: 49 / 9287 / 88144  
e-mail: [at@ngb.netzsch.com](mailto:at@ngb.netzsch.com)

Россия , Украина, страны Закавказья  
117313, Россия, Москва,  
Ленинский пр-т 95а, к.641  
Тел./факс: 7 / 095 / 936-26-26  
Тел. 7 / 095 / 760-35-57  
e-mail: [romoskva@ngb.netzsch.com](mailto:romoskva@ngb.netzsch.com)  
[www.ngb.netzsch.com](http://www.ngb.netzsch.com)

Белоруссия  
Netzsch Minsk  
220039, Белоруссия, Минск,  
ул.Воронянского,7-37  
Тел./факс: 375 / 172 / 243 - 607  
e-mail: [netzsch@nsys.by](mailto:netzsch@nsys.by)

Казахстан и Средняя Азия  
Labset, 480004, Алматы,  
ул. Панфилова, 101, к.555  
Тел. : 7 / 3272 / 73-85-35  
Факс: 7 / 3272 / 73-78-94  
e-mail: [almar@kaznet.ru](mailto:almar@kaznet.ru)

