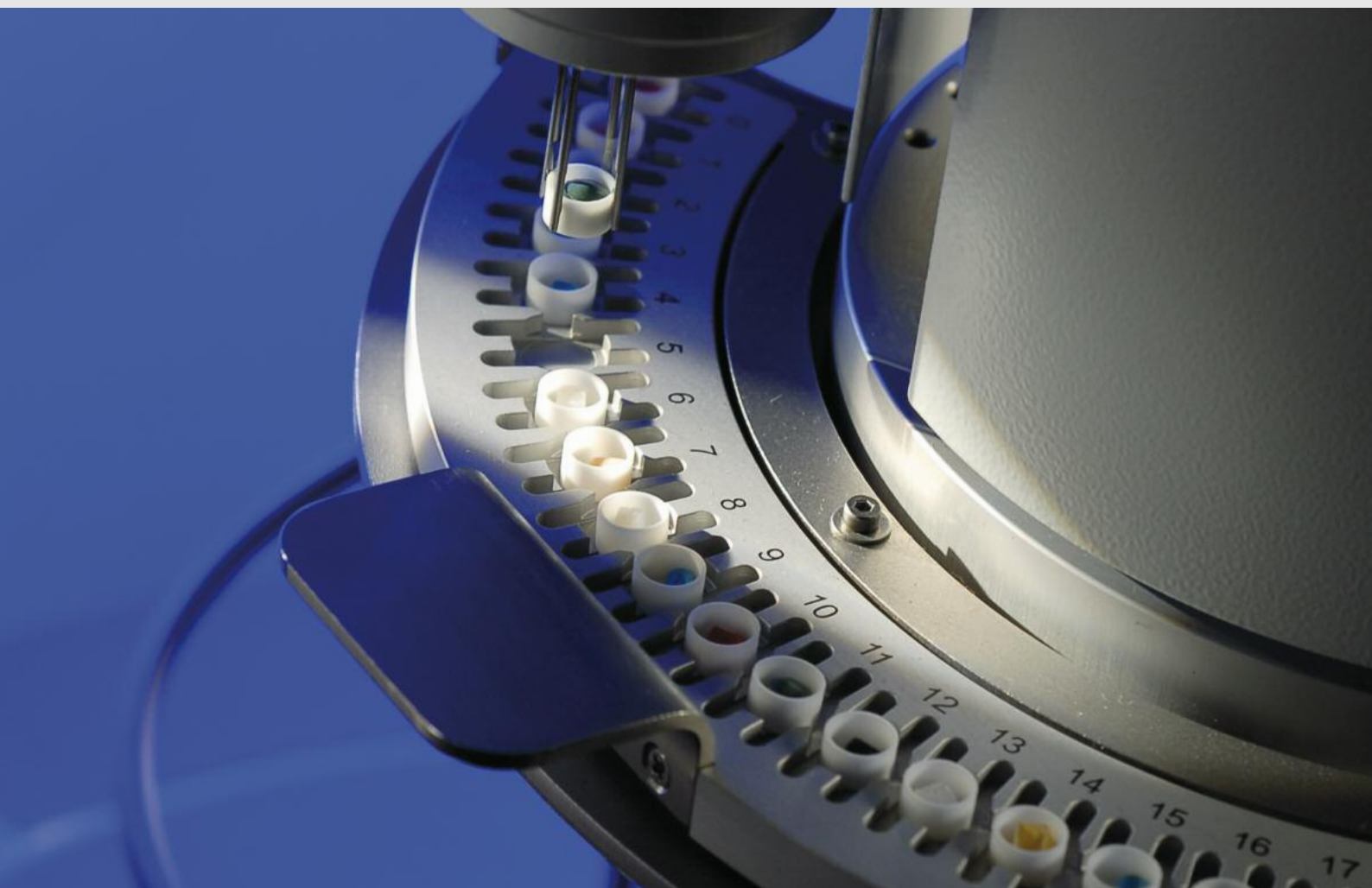


**NETZSCH**

Синхронный Термический Анализ



Leading Thermal Analysis. ■

STA 449 **F1**  
*Jupiter*®

# STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> – принципы метода

Более 45 лет NETZSCH является мировым лидером в разработке и производстве высокотехнологичных систем термического анализа. Главный и постоянный приоритет для NETZSCH – это соответствие высоким требованиям своих пользователей. Все это в сочетании с опытом и инновациями позволяет нам постоянно устанавливать новые точки отсчета и стандарты в создании и производстве приборов термического анализа. Наша успешная работа является результатом творческого подхода и технического опыта наших инженеров, ученых и нашего тесного сотрудничества с Вами - нашими пользователями.



Синхронный термический анализ позволяет проводить термогравиметрические и калориметрические измерения на одном образце и в одном приборе. Преимущества такого подхода очевидны: условия исследования идентичны и для калориметрических, и для термогравиметрических измерений (та же самая скорость нагрева, атмосфера, поток газов, давление пара на образец, тепловой контакт тигля с образцом и сенсором, действие излучения и т.д.). С первых лет существования синхронного термического анализа и по настоящее время компания NETZSCH участвует в совершенствовании и оптимизации данного метода. Последней разработкой в этом направлении стало создание нового прибора STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup>. Этот прибор соответствует всем международным стандартам для термогравиметрических и калориметрических исследований: ISO 11357, ISO 11358, ASTM E 967, ASTM E 968, ASTM E 793, ASTM D 3895, DIN 51004, DIN 51006, DIN 51007.

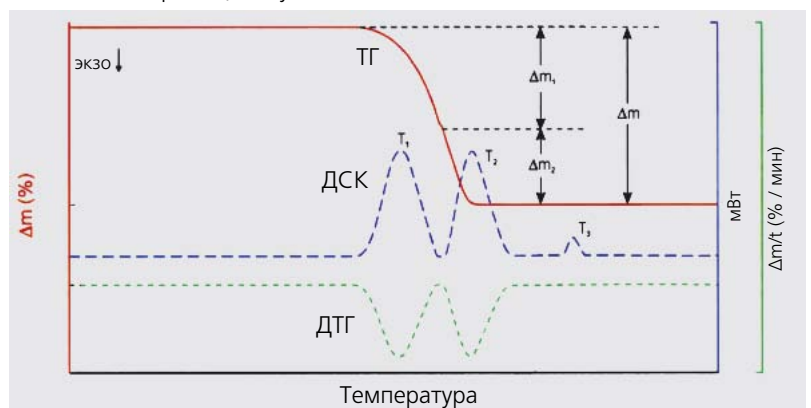
## **ДСК позволяет определять и исследовать:**

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

## **ТГ позволяет определять и исследовать:**

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

Сигналы измерения, полученные на СТА



# Синхронный термоанализатор - STA 449 **F1** Jupiter®

Прибор STA 449 **F1** Jupiter® определяет calorиметрические эффекты (температуры и энтальпии фазовых превращений) и изменение массы с высокой разрешающей способностью и точностью. Конструкция с вертикальной загрузкой образца позволяет легко юстировать положение печи, а также точно устанавливать сенсор и проводить другие необходимые процедуры. Кроме того, в данном приборе объединены высокоточные технические характеристики ДСК теплового потока, и реализована впервые в мире новая система термонановесов, что позволило увеличить их разрешающую способность и снизить значения шума и дрейфа.

Прибор STA 449 **F1** Jupiter® сочетает новую систему высокотехнологичных термовесов и ДСК систему, позволяющую проводить даже измерения удельной теплоемкости в самом широком интервале температур.

Прибор может работать от -150°C до 2400°C при использовании различных взаимозаменяемых сенсоров и печей.

Дополнительный двойной подъемник печей и автоматическая система смены образца позволяют проводить длительные эксперименты без остановки прибора.

В STA 449 **F1** Jupiter® реализовано высокое разрешение ТГ сигнала (0,025 мкг или 25 нг) с широким диапазоном измерения до 5 грамм. Различные сенсоры ДСК позволяют проводить реальные ДСК измерения в самом широком диапазоне температур (-150...1750°C).

С высокой точностью регистрируются даже самые небольшие фазовые превращения.

Вакуумплотная конструкция прибора, высокая чувствительность термонановесов, одновременное получение calorиметрической и термогравиметрической информации - все это позволяет использовать STA 449 **F1** Jupiter® как в научных, так и в промышленных целях.

Прибор в полной комплектации может регистрировать даже небольшие активные добавки в различных фармацевтических образцах, минимальное загрязнение полупроводников, электронных компонентов, медицинских имплантатов и т.п.

Для анализа выделяемого газа к прибору STA 449 **F1** Jupiter® могут подключаться квадрупольный массспектрометр (КМС, QMS) и Фурье-ИК спектрометр (Фурье-ИКС, FTIR) или оба одновременно, а так же приставка импульсного термоанализа.



# STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> – инновационная технология

## Вертикальная загрузка – стандарт для весовой системы

STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> является системой с вертикальной загрузкой. Используемая конструкция весов является стандартной для многих типов весов в лабораториях и на кухнях или в супермаркетах, большинство весов имеет вертикальную загрузку. Причина проста. Эта система идеально сочетает высокие технические характеристики и простоту в работе. Почему же Ваши термонановесы должны быть другими?

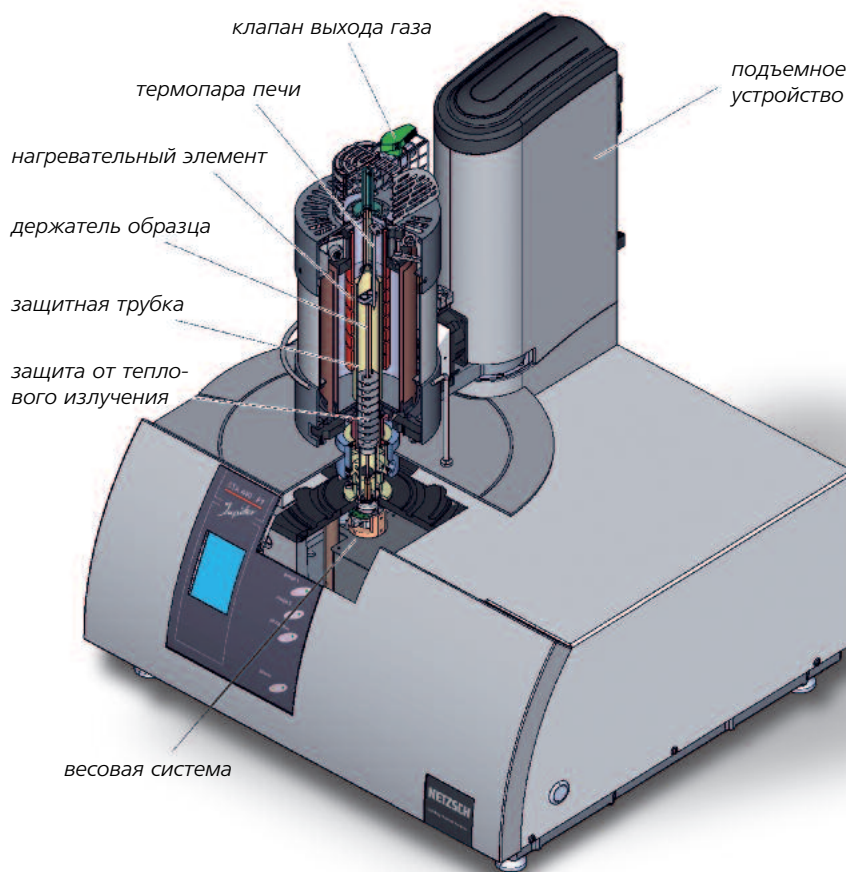
## Первая в мире система термонановесов

STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> включает весовую систему, представляющую новый уровень для высокотехнологичных термовесов. Система позволяет проводить измерения образцов массой до 5 г и объемом до 5 мл. Таким образом, большинство сложностей, возникающих из-за неомогенности образцов, легко устраняются при измерении образцов большой массы и объема. STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> – это первые коммерческие тер-

монановесы с цифровым разрешением в нанодиапазоне (0,025 мкг). Это разрешение сохраняется во всем интервале измерений (до 5 г). Кроме того, данная система весов характеризуется самым низким уровнем шума и самой высокой стабильностью весов.

## Вакуумплотная конструкция

Оптимальный контроль атмосферы в приборе STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> реализована вакуумплотная конструкция. Каждый компонент прибора спроектирован в соответствии с самыми высокими требованиями к вакуумной технике. Использование турбомолекулярного насоса позволяет легко достигать вакуума в 10<sup>-4</sup> мбар. Вспомогательная функция OTS<sup>®</sup> позволяет уменьшить концентрацию кислорода над образцом до 1 ppm. Это в сочетании со встроенной (MFC) системой контроля и регистрации расходов защитного и продувочных газов обеспечивает оптимальный контроль атмосферы непосредственно в зоне образца, например, создание чистой инертной атмосферы. Эта возможность является существенным преимуществом для точной интерпретации измеренных эффектов при необходимости различать процессы окисления и разложения веществ.



## Печи:

| Тип печи              | Температурный диапазон | Система охлаждения |
|-----------------------|------------------------|--------------------|
| Серебряная печь       | -140 ... 650°C         | жидкий азот        |
| Стальная печь         | -150 ... 1000°C        | жидкий азот        |
| Платиновая печь       | комн ... 1500°C        | сжатый воздух      |
| SiC печь              | комн ... 1550°C        | сжатый воздух      |
| Родиевая печь         | комн ... 1650°C        | сжатый воздух      |
| Графитовая печь       | комн ... 2000°C        | вода               |
| Печь водяного пара    | комн ... 1250°C        | сжатый воздух      |
| Высокоскоростная печь | комн ... 1250°C        | сжатый воздух      |
| Вольфрамовая печь     | комн ... 2400°C        | вода               |

## Различные печи системы

Прибор STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> может комплектоваться различными печами в зависимости от температурных диапазонов и специальных требований проводимых исследований. Двойной подъемник позволяет одновременную установку двух разных печей для проведения низко- и высокотемпературных измерений на том же самом приборе. Печи могут быть легко заменены непосредственно оператором.

### Различные сенсоры

Прибор STA 449 **F1 Jupiter**® может комплектоваться различными типами сенсоров. ТГ сенсоры в виде пластин или больших тиглей (до 5 мл) позволяют проводить измерения образцов большого объема и массы. ТГ-ДТА сенсоры могут применяться как для рутинных измерений, так и для исследования агрессивных образцов. ТГ-ДСК и ТГ-ДСК-Ср сенсоры используются в большинстве измерений при проведении синхронных термических исследований. Специальные ТГ-ДСК-Ср сенсоры позволяют определять удельную теплоемкость с высокой точностью. При измерениях в коррозионно-активной атмосфере используются сенсоры с защитой. Система установки сенсоров Fast-Fix позволяет проводить их замену в течение секунд оператором прибора.

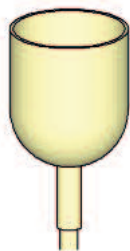
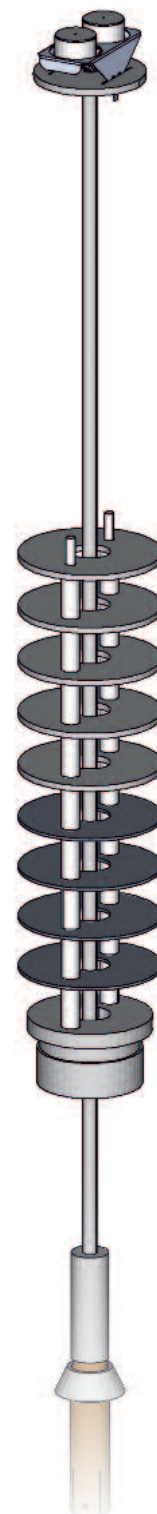
### Система автоматической смены образцов

Система автоматической смены образцов (до 20 образцов) поставляется дополнительно. Данная система гарантирует оптимальное размещение образца и обеспечи-

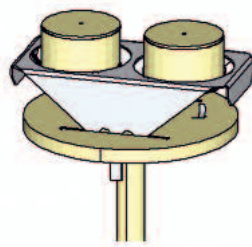
вает эффективное использование прибора при сохранении качества проводимых измерений. Предварительное программирование позволяет проводить длительные измерения большого количества образцов без остановки прибора, например, ночью или во время выходных.

### BeFlat®, коррекция ДСК сигнала и ТМ-ДСК

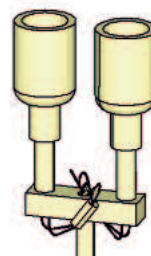
Новейшие возможности программного обеспечения *BeFlat*® и Tau-R позволяют полностью автоматически проводить коррекцию базовой линии, а также коррекцию относительно постоянной времени системы. Все эти подпрограммы являются частью основного программного обеспечения и могут полностью оптимизировать Ваши индивидуальные условия измерений. Кроме того, данные исходного сигнала сохраняются и всегда доступны. STA 449 **F1 Jupiter**® является первым прибором термического синхронного анализа с возможностью проведения измерений в режиме термомодулированного ДСК (ТМ-ДСК) для разделения обратимых и необратимых процессов.



ТГ



ТГ-ДСК



ТГ-ДТА

### Сенсоры:

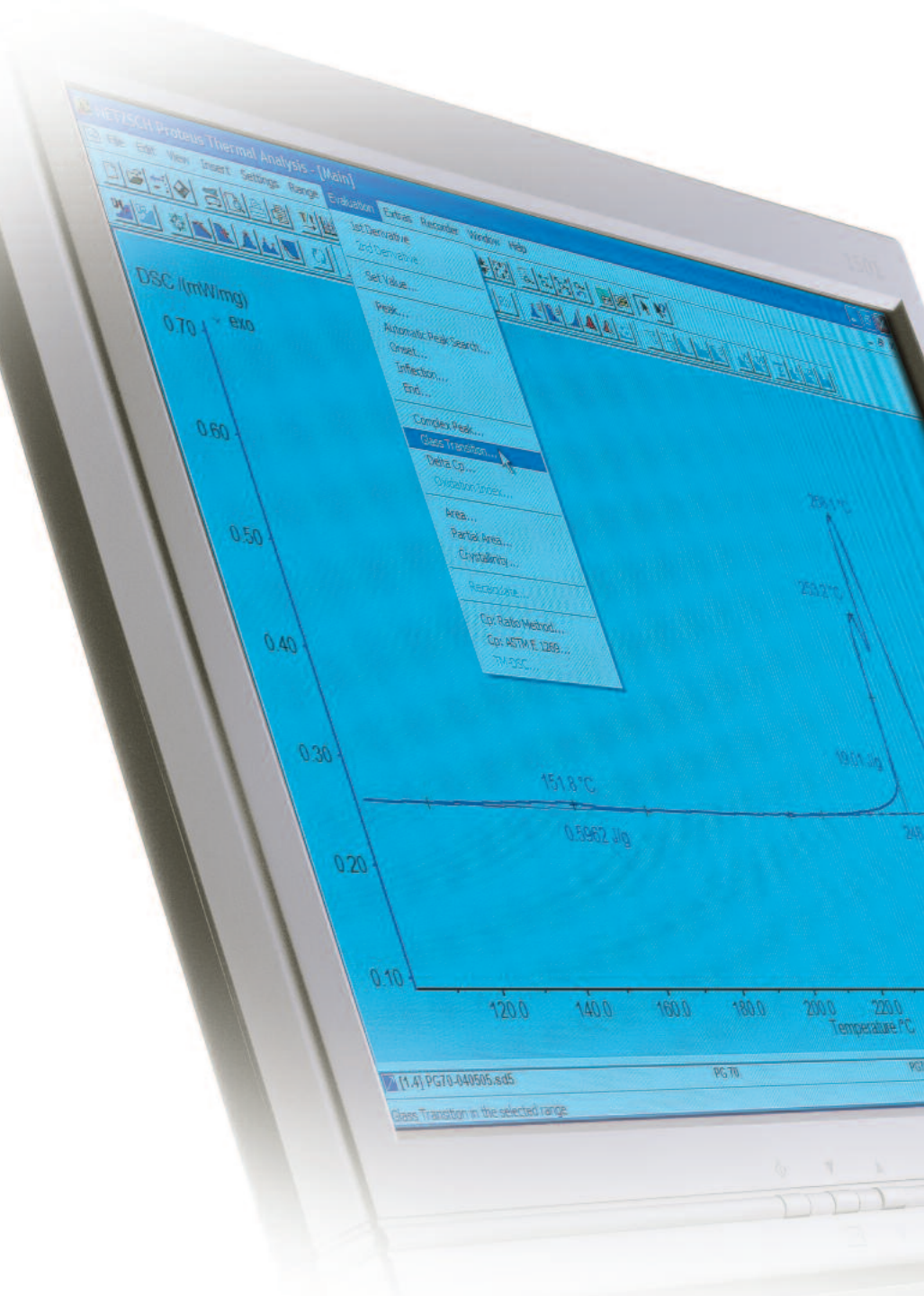
| Тип термопары:  | Диапазон температур: | Тип сенсора:                         | Атмосфера:                     |
|-----------------|----------------------|--------------------------------------|--------------------------------|
| Тип E           | -160 ... 700°C       | ТГ, ТГ-ДТА, ТГ-ДСК (с <sub>p</sub> ) | инерт., окисл., восст., вакуум |
| Тип K           | -160 ... 800°C       | ТГ, ТГ-ДТА, ТГ-ДСК (с <sub>p</sub> ) | инерт., окисл., восст., вакуум |
| Тип S           | комн ... 1650°C      | ТГ, ТГ-ДТА, ТГ-ДСК (с <sub>p</sub> ) | инерт., окисл., восст., вакуум |
| Тип Р           | -180 ... 1000°C      | ТГ-ДСК, ТГ-ДСК (с <sub>p</sub> )     | инерт., окисл., восст., вакуум |
| Тип В           | 150 ... 1700°C       | ТГ, ТГ-ДТА, ТГ-ДСК                   | инерт., окисл., вакуум         |
| Тип W           | комн ... 2400°C      | ТГ, ТГ-ДТА                           | инерт., окисл., восст., вакуум |
| Тип S с защитой | комн ... 1650°C      | ТГ, ТГ-ДТА                           | агрес.                         |

# STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> – **Proteus**<sup>®</sup> Программное обеспечение

Прибор STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> работает под управлением программного пакета **Proteus**<sup>®</sup>, который позволяет проводить все необходимые Вам измерения и обработку полученных результатов. Пакет программ предельно прост в работе, включает автоматические подпрограммы и в то же время позволяет проводить сложные исследования.

## Основные функциональные возможности программного обеспечения:

- Программное обеспечение **Proteus**<sup>®</sup>: полностью совместимо с операционными системами Windows<sup>®</sup> XP и Vista<sup>®</sup> (Enterprise, Business)
- Многозадачный режим: синхронное измерение и вычисление
- Многорежимность: управление различными процессами с одного прибора
- Комбинированный анализ: сравнение и/или оценка СТА, ДСК, ТГА, ТМА, ДМА и дилатометрических измерений на одной кривой
- Маркировка: свободное размещение текстовых элементов
- Расчет первой и второй производных
- Задаваемое масштабирование
- Графическое представление и экспорт данных
- Выбираемые цвета и типы линий
- Запоминание и восстановление данных
- Маркорекордер
- Контекстно-зависимая справочная система
- Калибровка температуры
- Совместимость с другими пакетными программами (Peak Separation-разделение перекрывающихся пиков, *Thermokinetics*-Термокинетика)
- Программное обеспечение производится компанией, сертифицированной по ИСО (ISO)



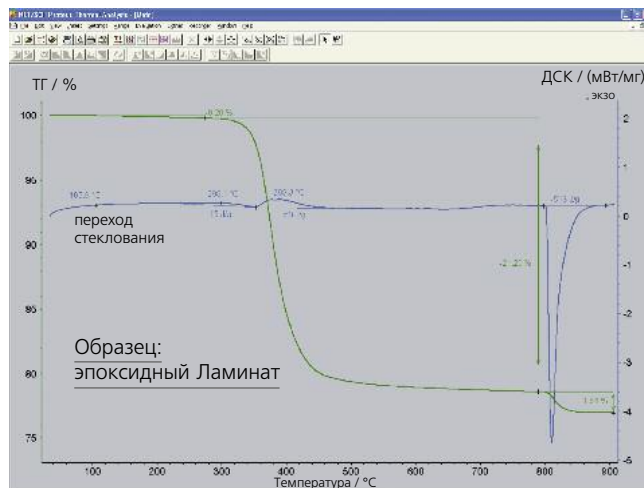
Сертификат ISO 9001

### ДСК характеристики:

- Определение температур начала пика, пика, перегиба и конца пика
- Автоматический поиск пика
- Энтальпии превращения: анализ площадей пиков (энтальпий) с возможностью выбора базовой линии и анализ парциальной площади пика
- Полный анализ процесса стеклования
- Автоматическая коррекция базовой линии
- Определение степени кристалличности
- Определение индекса кислородной индукции
- Определение удельной теплоемкости
- *BeFlat*<sup>®</sup> для автоматической коррекции базовой линии
- Tau-R режим (дополнительно) расчет эндо- и экзо-эффектов с учетом значений постоянных времени и термического сопротивления системы
- Purity определение чистоты (дополнительно)

### ТГ характеристики:

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



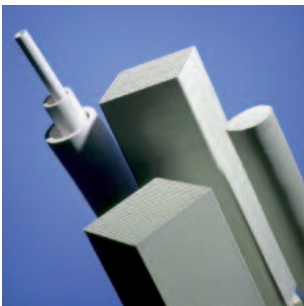
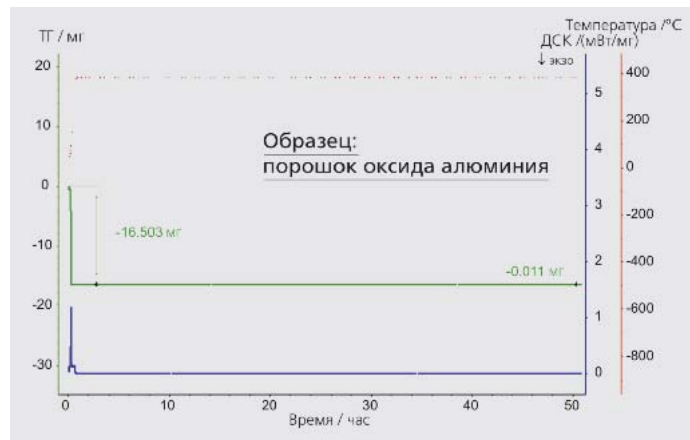
### Дополнительное программное обеспечение

- *TM-DSC*: TM-ДСК программа для проведения измерений в режиме термомодулированного ДСК
- *Peak separation*: программное обеспечение разделения пиков позволяет проводить точное разделение накладывающихся превращений на кривой
- *NETZSCH Thermokinetics*: позволяет определять характеристики взаимодействия и кинетические параметры процессов на основе многостадийного кинетического анализа для данных, содержащих до 16 кривых, а также проводить прогнозирование процессов и реакций
- *Proteus<sup>®</sup>Pharm*: измерения и расчеты в соответствии с 21 CFR Part 11

# STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> – применения

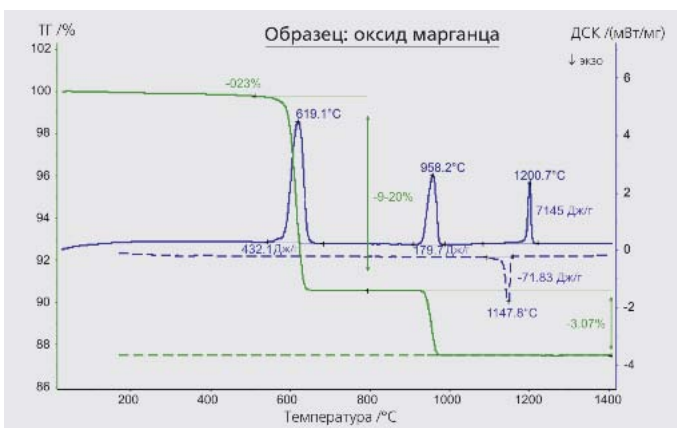
## Высочайшая долговременная стабильность

При нагревании образца оксида алюминия (начальная масса 120,00 мг) до 400°C, происходит потеря 16,50 мг массы из-за испарения воды. Этот процесс сопровождается эндотермическим эффектом. При дальнейшей 50-часовой изотермической выдержке, изменение массы составляет 11 мкг, что демонстрирует отличную долговременную стабильность весовой системы.



## Восстановление диоксида марганца

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

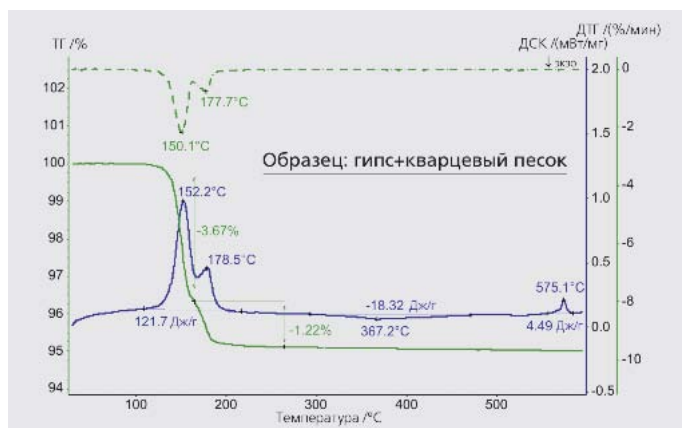
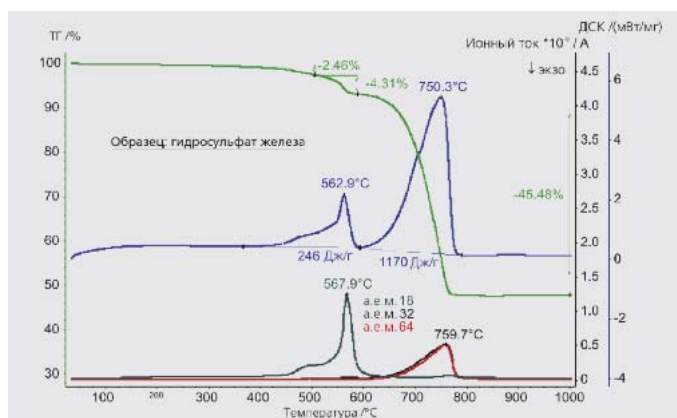




## Разложение гидроксосульфата железа

Гидроксосульфат железа  $\text{Fe}(\text{OH})\text{SO}_4$  является исходным материалом для синтеза частиц оксида железа, которые используются в качестве пигментов или как основа магнитной памяти. Так называемые феррофлюиды (магнитная жидкость) содержат наночастицы супермагнитного оксида железа; они могут быть использованы как контрастные агенты для магниторезонансных исследований. При нагреве гидроксосульфата железа до  $600^\circ\text{C}$  на СТА-МС-измерениях наблюдаются две стадии дегидратации (выход воды с массовым числом 18). Далее, в температурном интервале

ле  $600\text{--}800^\circ\text{C}$ , происходит выделение газов  $\text{SO}_2$  и  $\text{O}_2$  с массовыми числами 64 и 32, соответственно. Конечный продукт представляет собой  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (гематит).



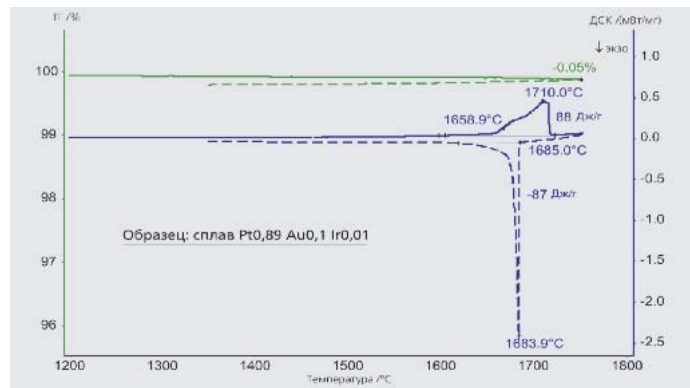
## Строительные материалы: гипс и кварцевый песок

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

# STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> – применения

## Фазовые диаграммы сплавов

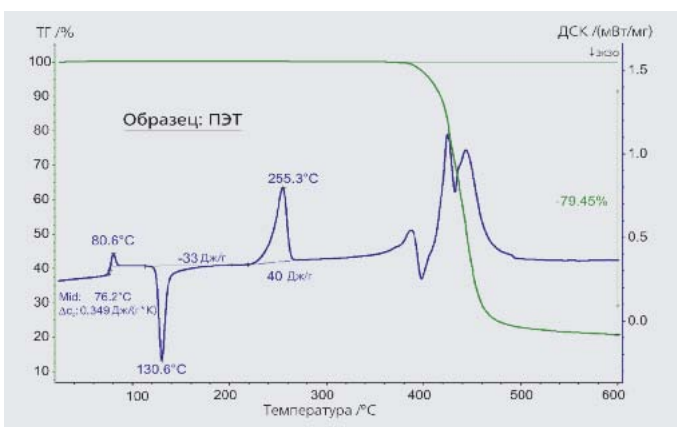
Сплав Pt<sub>0,89</sub>Au<sub>0,10</sub>Ir<sub>0,01</sub> широко применяется в стоматологии, в основном, для пломб, коронок и мостов. Стоматологические сплавы должны быть легко обрабатываемыми, но достаточно твердыми и биосовместимыми. При нагревании сплава наблюдается эндотермический эффект (температура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



## Пластики

Пластиковые бутылки, текстильные волокна и пленки являются хорошо известными продуктами из полиэтилентерефталата (ПЭТ). При нагревании образца ПЭТ в среде азота на кривой ДСК ниже 100°C видна ступенька перехода стеклования. В результате измерения была определена величина удельной теплоемкости, которая составила 0,35 Дж/(г·К).

Эндотермический эффект, наблюдающийся сразу же после перехода стеклования, связан с процессом релаксации (пик при 81°C). Экзотермический пик при 131°C обусловлен кристаллизацией, а эндотермический пик при 255°C - плавлением. При температурах выше 360°C происходит пиролитическое разложение образца с полной потерей массы 79,5%.



# STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> – сервисное обслуживание

## Аксессуары

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

Для работы STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> в критических условиях предусмотрена специальная "СО версия". Эта модель оптимизирована под измерения в коррозионно-активной и восстановительной атмосферах.

При работе с опасными или радиоактивными веществами прибор STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup>

может быть установлен в специальной защитной камере, перчаточном боксе или горячей камере. При этом электроника выносится из измерительной части и устанавливается вне рабочей защитной камеры. Если Вам требуется проводить измерения в особых условиях или для особых приложений, то обращайтесь к нам! Наши инженеры готовы учесть Ваши пожелания при разработке программного обеспечения и новых моделей приборов.

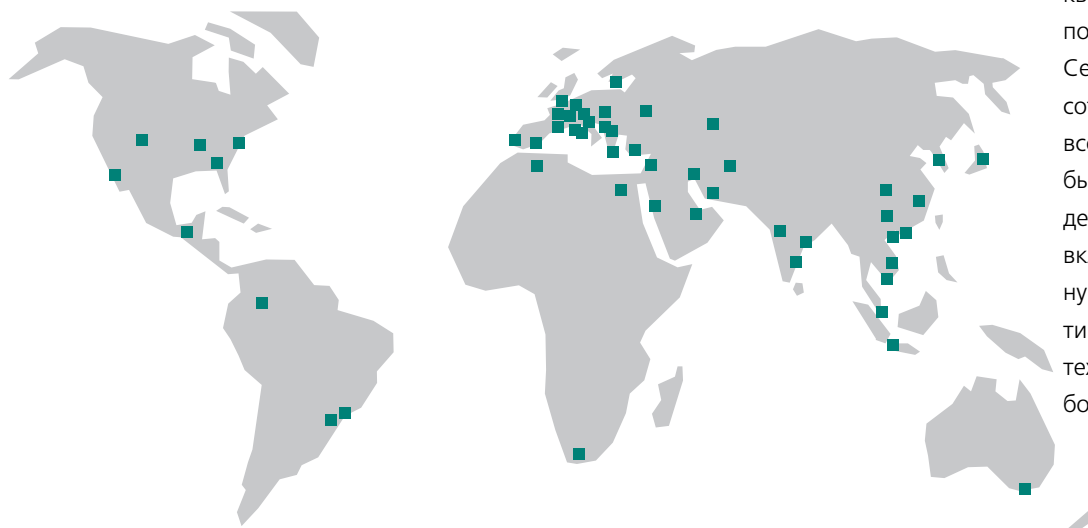


## Сервисная служба и отдел обслуживания пользователей

Использование современных технологий в сочетании с индивидуальным подходом к пользователям являются стандартом компании NETZSCH. Наши отделения, представительства и лаборатории по применениям во всем мире предлагают нашим

пользователям высококвалифицированную сервисную поддержку. Различные семинары, встречи пользователей, обучающие программы помогут Вам при работе в области термического анализа.

NETZSCH – самая быстро растущая компания в области термического анализа и исследования теплофизических свойств в мире. Это в полной мере соответствует не только внедрению новых технологий, но и созданию широкой, высококвалифицированной службы поддержки во всем мире. Сертифицированные штатные сотрудники в 45 центрах по всему миру обеспечивают быструю и качественную поддержку пользователей, включающую квалифицированную установку, обучение, гарантийное и послегарантийное техническое обслуживание приборов.





Новый STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> идеальный прибор для работы в Вашей лаборатории. Он может быть применен:

- в исследованиях проводимых на высоком научном уровне
- при разработке новых материалов
- при проверке качества продукции
- при анализе повреждений материалов

STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> относится к высокотемпературной серии приборов компании NETZSCH. В сочетании с DIL 402 PC/C (дилатометр), TMA 202/402 (термомеханический анализатор), DMA 242 C (динамический механический анализатор), DSC 404 **F1/F3 Pegasus**<sup>®</sup> (дифференциальносканирующий калориметр), DEA 230/231 (дielekтрический анализатор) может быть получена полная информация об исследуемом веществе. NETZSCH предлагает широкий диапазон низко- и высокотемпературных приборов термического

Главные особенности STA 449 **F1 Jupiter**<sup>®</sup> это:

- максимальная гибкость
- высокое качество и надежность
- высочайшие технические характеристики
- широкий набор дополнительных приставок и аксессуаров
- низкая стоимость эксплуатации

анализа (от -260°C и 2800°C), включая все традиционные системы термического анализа.

Для тестирования безопасности процессов и источников питания поставляются различные адиабатические калориметры, которые также могут работать как миниатюрные реакторы.

Для исследования теплофизических свойств (измерение теплопроводности и/или теплопроводности), NETZSCH предлагает в своих приборах методы измерения: метод теплового потока (HFМ), метод горячей охранной зоны (GHP), метод лазерной вспышки (LFA), метод горячей проволоки (ТСТ 426).

Техническая спецификация может быть изменена.

## Leading Thermal Analysis .

**NETZSCH-Gerätebau GmbH**  
Wittelsbacherstraße 42  
95100 Selb/Germany  
Phone: +49 9287 881-0  
Fax: +49 9287 881-505  
E-mail: at@netsch.com

Россия - 119313, Москва,  
Ленинский пр-т, 95а, к.641, 635  
Тел.: +7 / 495 / 936-26-26  
Тел./факс: +7 / 499 / 132-47-00  
Тел. +7 / 985 / 760-35-57  
e-mail: ngb@netsch.ru

Россия, Уральское отделение  
620016, Екатеринбург,  
ул.Амундсена 101, ком. 229  
Институт металлургии УрО РАН  
Тел./факс: +7 / 343 / 232-90-36  
Моб.: +7 / 908 / 910-10-00  
e-mail: ngb@netsch.ru

Россия, Сибирское отделение  
660036, Красноярск,  
Академгородок, 50, офис 505  
Красноярский научный центр  
Тел.: +7 / 3912 / 90-59-60  
Факс: +7 / 3912 / 90-73-32  
Моб.: +7 / 913 / 534-61-36  
e-mail: ngb@netsch.ru