

Simultaneous Thermal Analyzer **STA**

熱重量-示差走査熱量測定装置 TG-DSC



高精度×安定性×自動化の革新
信頼できる、本物のTG-DSC



Rigaku
POWERING NEW PERSPECTIVES

別次元の新世代TG-DSC STAvesta

待望のSTA新機種、STAvestaが登場。
「欲しかった機能」「求めていた精度」
「信頼できる安定性」をすべて備えた一台です。

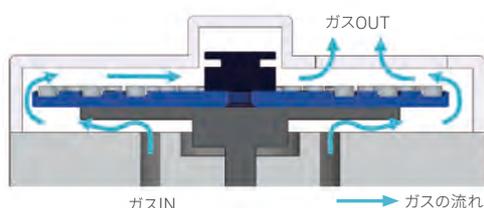


全7種の電気炉はアタッチメントの干渉なく簡単に交換可能。酸素濃度の低減、新開発の自動調整機構、電気炉内の均熱化によるベースラインの安定化などにより、高精度で信頼性の高い定量測定を実現。初心者から専門家まで、あらゆるユーザーの測定を幅広くサポートします。



ASC オートサンプルチェンジャー 試料数最大52個

52個の測定試料（4個の較正用試料）、3個のレファレンス試料をセットできます。最大で1,000連続測定が可能で測定の自動化・ハイスループットに大いに貢献します。全タイプの電気炉に付加可能で装置上面設置型のため設置面積を広げません。トレー試料部は標準でガスフロー対応となっています。試料部をガスフローすることにより、大気との接触を低減させることができます。吸湿性の高い粉末試料などの測定に有効です。



測定中の試料をリアルタイム画像で観察可能

従来の熱分析では取得できなかった画像情報を取り込むことで、これまで把握できなかった形状や色の変化を捉えることが可能になります。これにより、研究開発のスピードと品質の両面で向上が期待できます。

→P.8

業界初・新機能vestaeyeで 装置状態をいつも自己診断

STAvestaは自己診断機能vestaeyeを標準搭載。
測定を開始する前に異常がないかを装置自体が診断し、
正常動作しているかを確認できるようになりました。装置
の異常を早期に発見するため、日々安心してお使いいた
だけます。



vestaeyeの特徴

- 装置の起動と同時に自己診断が始まるため、安心した状態で測定が開始可能
- 測定開始前に異常を発見することで、測定開始後のエラーによる試料ロスを回避
- 前回の測定から期間があいたときや夜間運転前の装置の状態を確認可能
- 不具合があった場合、不具合箇所の特定が容易
- 装置に異常が発生した際に、フィールドサポートへ渡す情報をワンクリック作成
- 装置状態明確化による円滑なサポートの実現

全タイプの電気炉交換・付け替えが可能

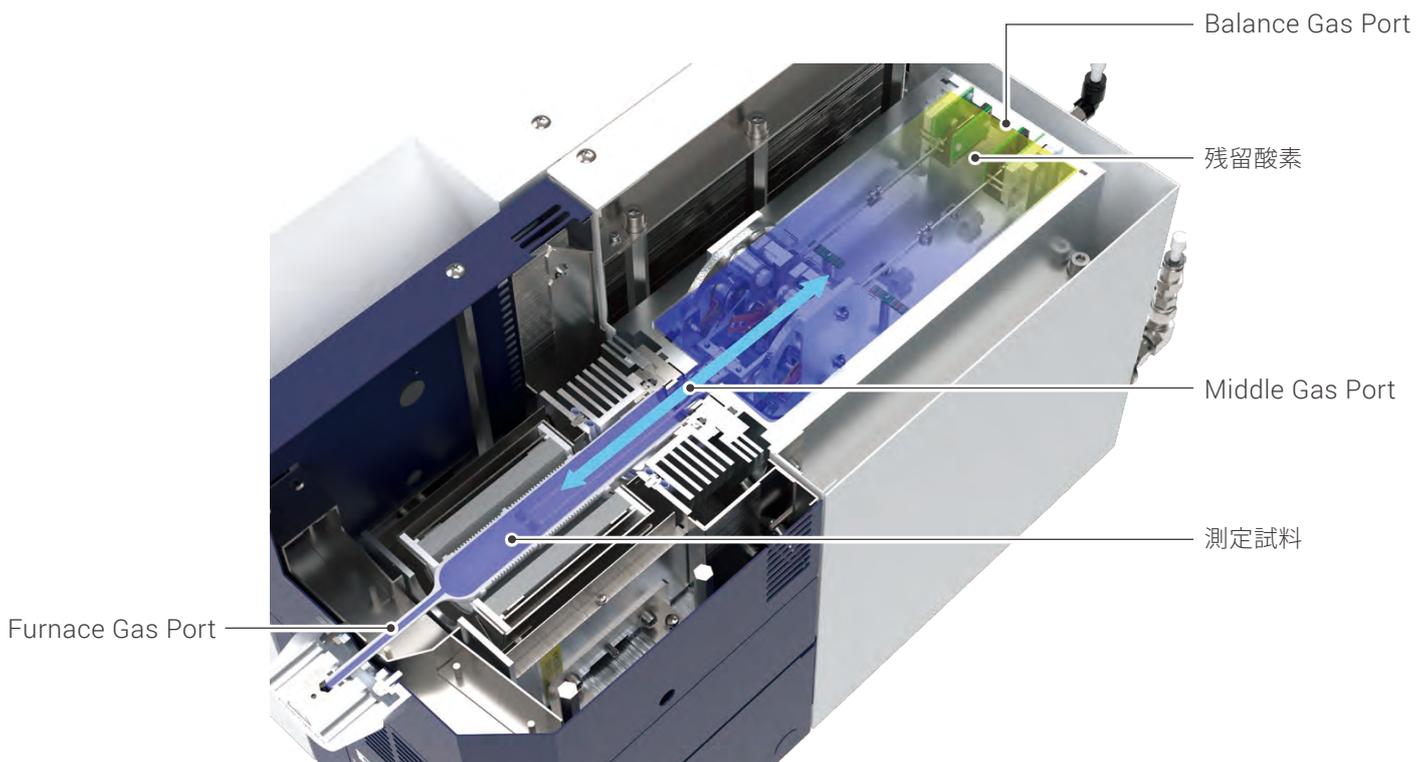
STAvestaには全部で7種類の電気炉があり、測定用途や測定条件に応じた電気炉に交換可能で柔軟な運用が可能です。
1台で多様な熱分析を実現するマルチユース設計になっています。



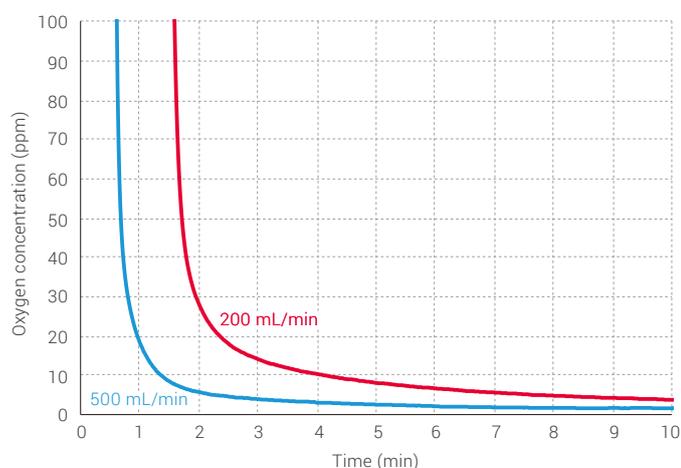
気密化・最適化された天秤部でワンステップ上の測定

STAvestaは装置気密性が向上し、装置配管の最適化がされています。

Middle Gas Portからガスを導入し、電気炉側と天秤側に分岐してガスフローさせることで、天秤ケース内部に溜まった残留酸素が測定試料部に到達しない構造になっています。これにより、測定試料部の酸素濃度を少量のガスで、また非常に短時間で下げることが可能です。



酸素濃度変化



装置起動後、大気状態でガスフローを開始した時間を0 minとする

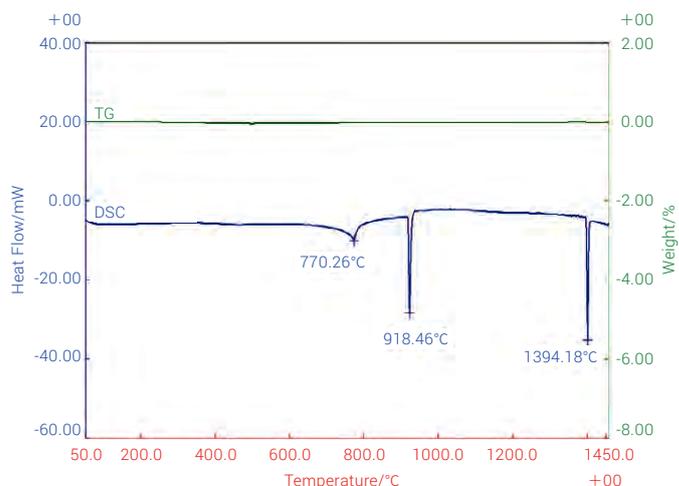
装置：STAvesta/B (酸素濃度低減測定セット使用)

ガス純度：99.9995%

ガス配管：ポンペ - Middle Gas Port; 金属配管、

Balance Gas Port - 酸素濃度低減測定セット; ポリウレタンチューブ

Application 不活性雰囲気下での鉄の測定



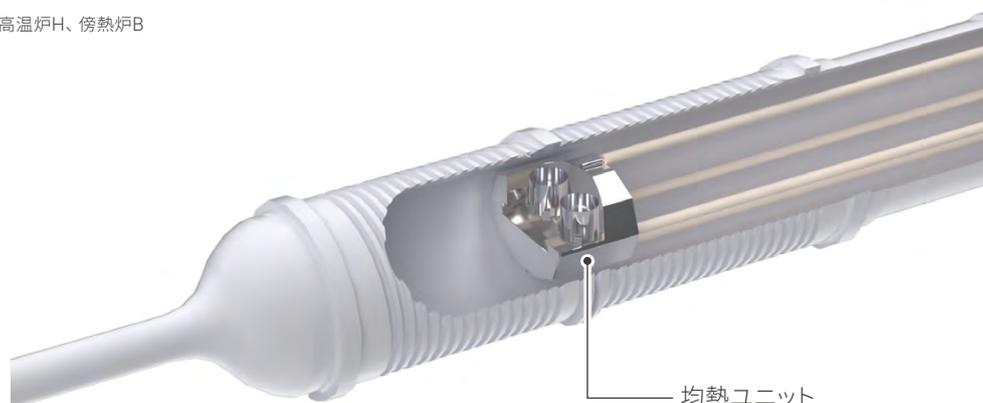
試料：Fe 30 mg

純鉄 (99.99%) をN₂雰囲気下で測定した結果です。DSCでは770°C付近にキュリー点、918°C付近と1,394°C付近に結晶構造変化といった相転移が見られます。TGは重量変化が検出されていない (酸化が見られない) ことからSTAvestaの高気密構造により酸素濃度の低い測定を実現していることがわかります。

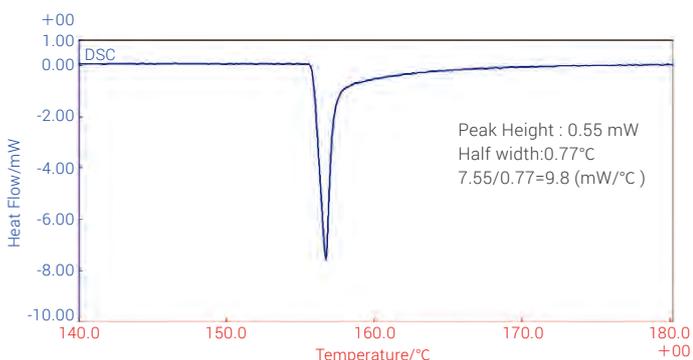
ベースラインの安定性を大幅に向上させる均熱ユニット

電気炉^{*}の保護管内部に均熱ユニットを組み込むことで、試料部周辺の熱分布が均一化され、輻射による熱授与および対流の影響を効果的に抑制できます。これによりベースラインの安定性が大幅に向上し、より高精度で信頼性の高い定量測定を実現します。

^{*} 対象電気炉：標準炉S、高温炉H、傍熱炉B



温度分解能の評価



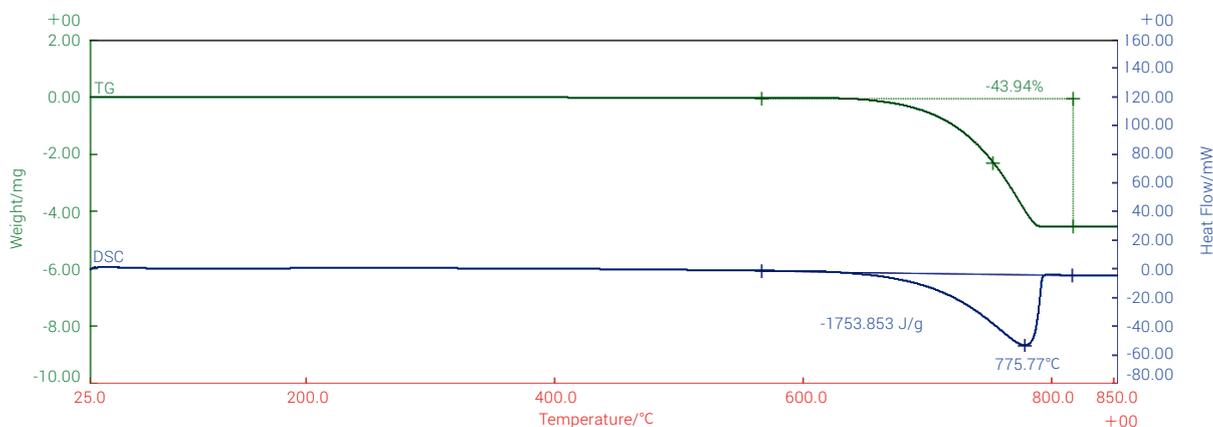
試料：インジウム1 mg (Al 5 mm Open)
昇温速度：20°C /min

エネルギー精度 (σ/ave.) の評価

エネルギー (J/g)	
測定1	28.594
測定2	28.48
測定3	28.361
測定4	28.585
測定5	28.641
測定6	28.448
測定7	28.467
測定8	28.349
測定9	28.444
測定10	28.402
AVE	28.504
MAX	28.769
σ	0.129
σ/AVE	0.454%

試料：Indium 10 mg (クリンプ)
レファレンス：空クリンプ
装置：STAvesta/H
(均熱ユニット使用)

Application 炭酸カルシウムの脱炭酸反応

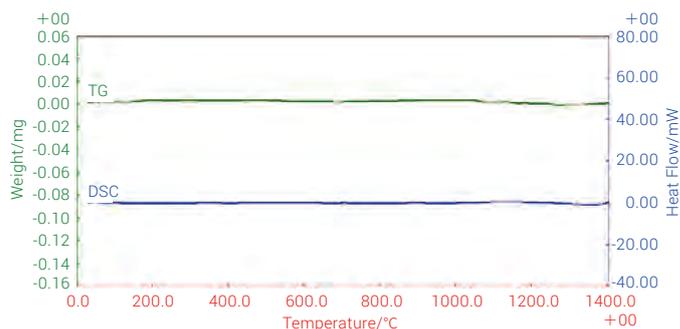


試料：CaCO₃ 10 mg

炭酸カルシウムのCO₂脱離による減量と吸熱を測定した結果です。安定したベースラインにより、正確な重量変化とエネルギー測定が可能となります。

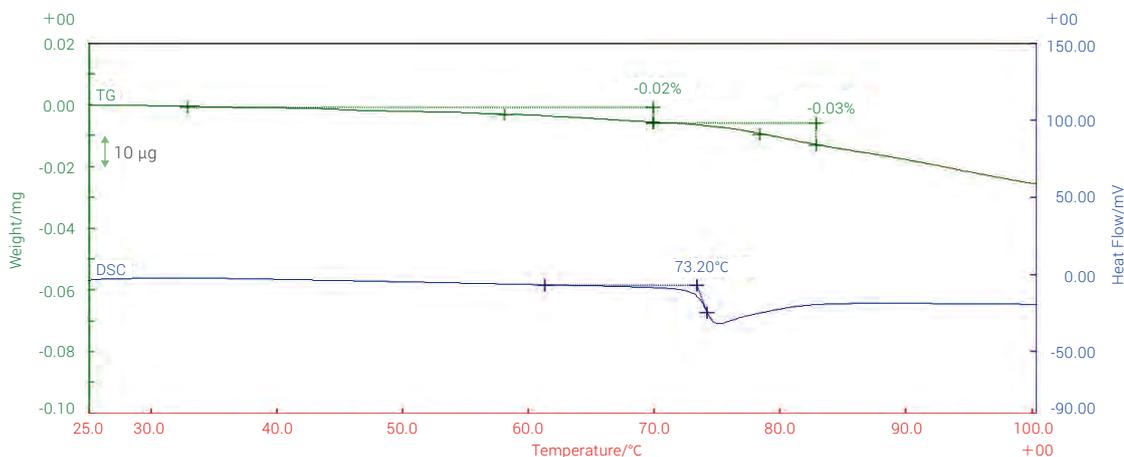
ベースラインドリフトを自動補正 信頼性と効率性を両立

TGベースライン再現性10 µg以下の水平差動方式天秤を採用。さらに、革新的なFlatBlank機能によりblank調整を自動化。データをスマートに補正し、"フラットなベースライン"を自動で実現します。ASCによる連続測定時でも、個別のblank測定は不要。測定前に自動で補正処理が完了しており、そのままスムーズに連続測定へ移行可能です。もう、面倒な調整作業に時間を取られることはありません。



装置：STAveta/H (均熱ユニット使用) FlatBlank使用
試料容器：Al₂O₃ 2.5 mmh 空容器
温度範囲：室温～1,400°C、昇温速度：20°C/min

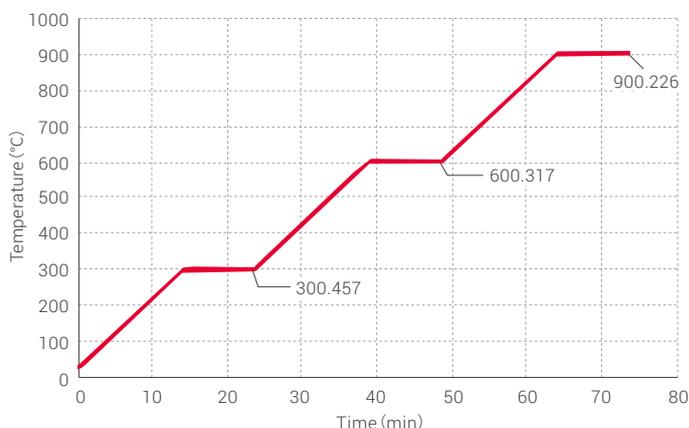
Application ポリエチレンテレフタレート (PET) の微量な重量変化



試料：PETペレット 25 mg
Air雰囲気下でポリエチレンテレフタレート (PET) を測定した結果です。
PETペレット成分の揮発による減量 (30°C～70°C付近) と、ガラス転移に伴う微量ガス放出による減量 (70°C～85°C付近) で合計10 µg程度の減量が検出されています。

段違いの温度コントロール性能 Rapid制御+アドバンス制御

新開発のRapid制御 (特許取得) では、設定されたレファレンス温度プログラムに正確に追従するよう制御されるため、試料温度のプログラム追従性が大幅に向上しました。さらに、新たに開発したアドバンス制御 (Mode 2) と組み合わせることで、より理想的な温度曲線に近づけることが可能です。



300°C、600°C、900°Cでの温度ホールド例

STAveta/H アドバンス制御 (Mode 2) 使用
昇温速度：20°C/min 10min Hold

試料ホルダー交換

交換が簡単なプラグインタイプを採用。試料の吹きこぼれ等で交換する際もメンテナンスが容易です。

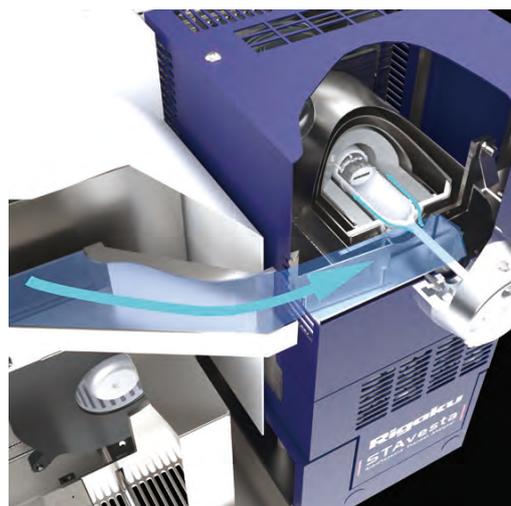
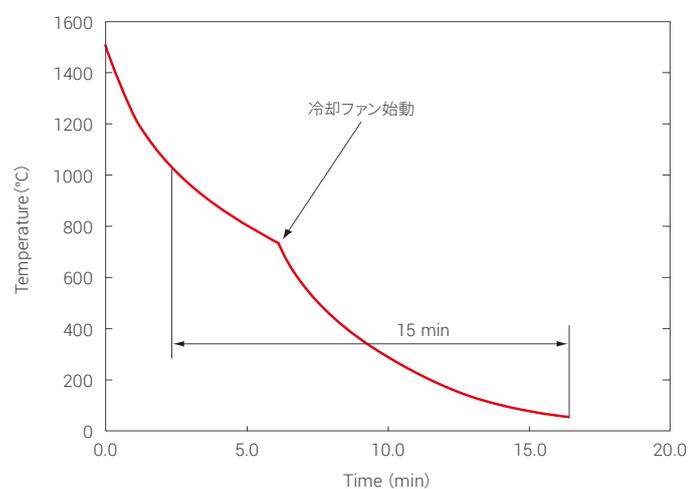
また、天秤部の上部窓から目視しながら確認作業できるため安心です。

しかも、ホルダー交換後のベースラインはFlatBlankで自動調整されるため、手間なく正確な測定が可能です。



測定終了後は短時間で冷却

測定終了後は、内蔵の冷却ファンにより自動で室温まで冷却。1,000°Cから50°Cまでの冷却時間は15分以内で、ハイスループット測定に貢献します。



雰囲気コントロール

2ch-フローコンポJr.を接続することにより、最大6種のガスを温度プログラムに連動させ流量コントロールすることが可能です。装置購入後にアプリケーションに合わせて追加することも可能です。

試料観察STA

Sample observation STA

STAvesta/C

熱分析測定中の試料変化をリアルタイムに観察



測定中の試料変化をリアルタイムで観察できます。
解析時には分析結果と試料画像を併せて考察でき、新しい知見が得られます。

- 1,000°Cまでの測定中の試料を明瞭に撮影
- 失透防止ユニットが視認性を確保
- 加熱中の試料の形状変化をリアルタイムに観察
- ASCでの連続測定に対応

保護管失透防止ユニット

試料の分解等により発生したガスの影響で石英ガラス管（保護管）に失透や汚れが発生し、観察画像が不鮮明になることがあります。保護管失透防止ユニットを装着することにより、保護管の内側に設置された交換可能な失透防止プレートのみがガスの影響を受け、石英製保護管は継続して使用可能となり、交換作業の容易さと測定コストの削減に寄与します。



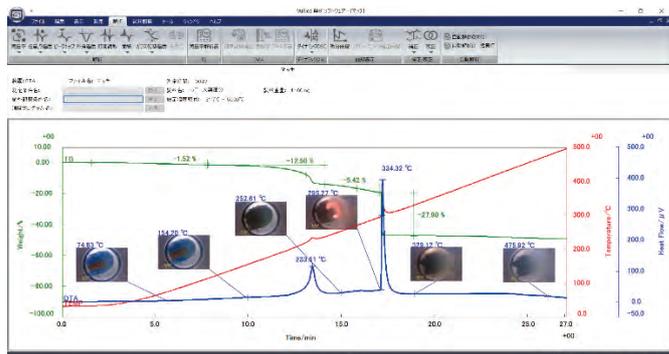
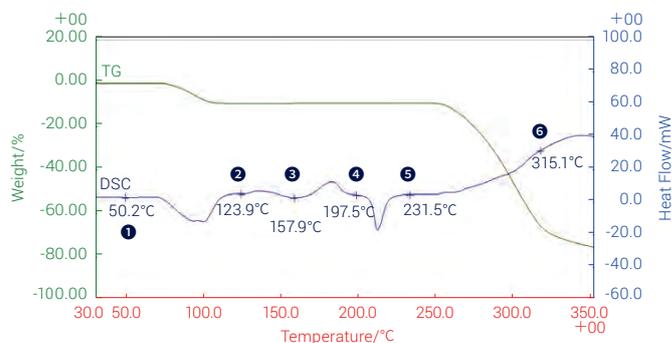
多彩なオプションと同時に取付可能

ASCや発生ガス導入インターフェースなどに干渉せず取り付けられます。

簡単装着

電気炉の交換だけでSTAvestaに簡単に取り付けることができます。

Application 二糖類水和物の挙動



試料観察測定の動画はこちらをご覧ください

<https://rigaku.com/ja/products/thermal-analysis/sta/stavesta-sample-observation>



赤外線加熱炉STA STAvesta/IRS

高速昇温対応の赤外線加熱炉



赤外線を集光し試料を加熱します。電気炉自体の熱容量が小さいので700℃まで120秒（ステップ加熱）と高速での昇温が可能となり、高温での温度ホールドにも優れています。最高950℃までの測定が可能です。

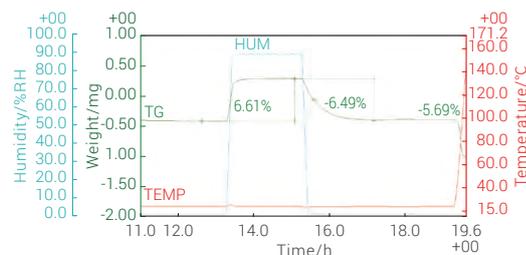
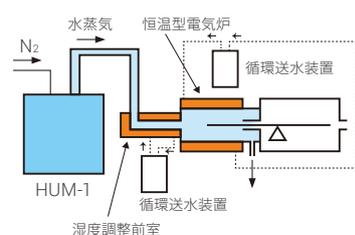
水蒸気雰囲気STA Humidity Controlled STA STAvesta/HUM

水蒸気雰囲気ですぐにSTA (TG-DSC) 測定が可能な熱分析装置



STAvesta/HUMは示差熱天秤と水蒸気発生装置を組み合わせ水蒸気雰囲気中でTG-DSC測定を行う装置です。湿度センサーには高分子型相対湿度センサーと高精度温度センサーを採用し、レスポンスの良い水蒸気濃度制御と長時間の安定性を実現しました。ASC対応。

STAvesta/HUM-1システム構成図



Application α-シクロデキストリンの湿度変化に伴う重量変化

25℃ dryの状態から25℃ 90%にRHが変化すると、6.6%の増量が見られます。再度dryに戻すと、6.5%の減量となっています。更に、dryの状態ですぐ昇温すると、5.7%の減量が見られます。

電気冷却STA

Refrigerated Cooling STA

STAvesta/LR

-40°Cからの測定や、従来機より低い温度域
までの降温制御測定が可能に



CO₂などのガスを用いた吸着材の評価においては、温度が低いほど吸着量が増加する傾向があるため、室温以下での測定が求められる場合があります。STAvesta/LRはこれに対応し、-40°Cからの低温評価を可能にします。これにより、室温では吸着しにくいガスの特性把握が可能となり、吸着材の性能をより正確に評価することができます。

さらに、本装置は最大700°Cまでの昇温が可能であり、材料にすでに吸着しているガスを脱離させる前処理としての温度制御も1台で対応可能です。昇降温プログラムを活用することで、前処理と吸脱着測定を1回の連続測定で実施できます。また、オプションのオートサンプルチェンジャーを接続することで、複数試料の連続測定にも対応可能です。

TG-DTA8122 with Separate Controller

分離型TG-DTA8122

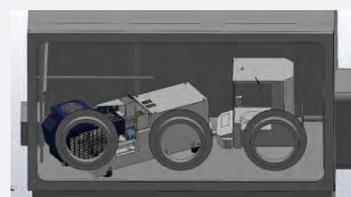
天秤部本体と制御回路部とを分離して
それぞれ設置できるTG-DTA



設置の自由度が高く、グローブボックス内への設置などが容易です。

ASCの接続や試料観察炉などへの対応も可能です。

グローブボックスへの設置イメージ

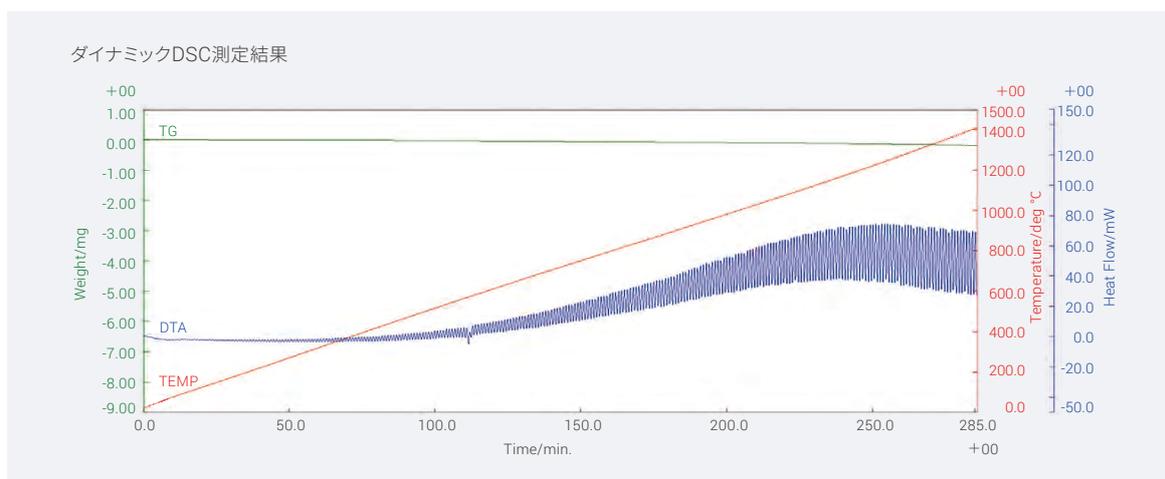


温度変調測定 ダイナミックSTA

従来の等速昇温に正弦波で変調させた温度制御を行いながら測定する手法です。本機能を使用することで最大1,500°C^{※1}までの比熱測定が可能です。

TG-DSCのダイナミックDSC測定

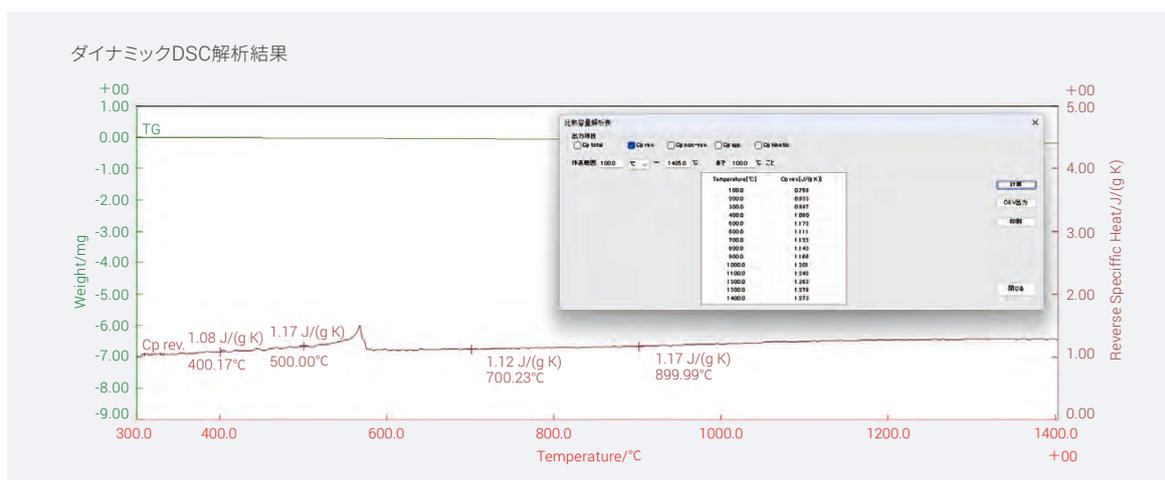
試料：シリカ (SiO₂) 粉末 昇温速度：5°C/min、周期：60 sec、振幅：2°C



解析



石英は、常温常圧下では α -石英が安定であるが温度変化によって以下のように β -石英に相変化を起こすことが知られています。
 α -石英 \rightarrow 573°C \rightarrow β -石英
 TG-DTA/DSCのダイナミックDSC機能では、従来のDSCでは測定できなかった広い温度範囲での比熱容量 (Cp) 測定が可能になります。

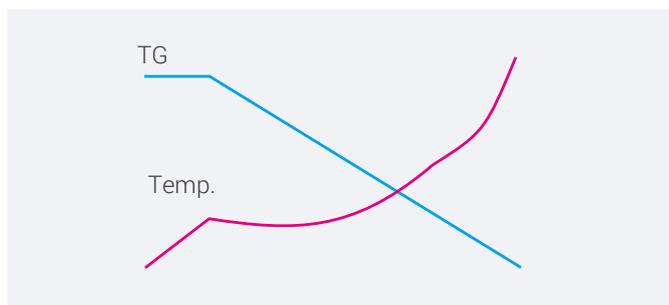


昇温・降温速度	20°C/min (最大)
温度振幅	0.02°C~5°C (設定分解能：0.01°C)
変調周期	40 s ^{※2} ~200 s (設定分解能：1 s)
温度範囲	電気炉の仕様に準ずる

※1 最高温度は電気炉の仕様に準じる ※2 変調周期は5秒~設定が可能。

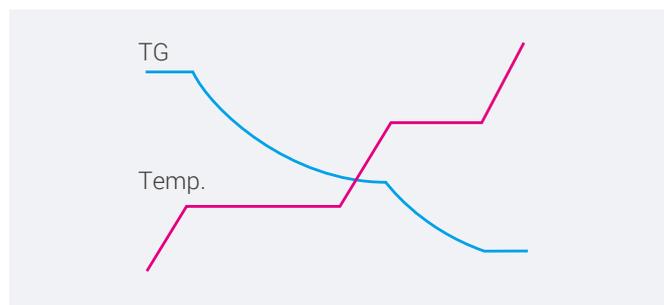
試料制御熱重量分析 (SCTG[※]) ダイナミックTG

試料の重量変化速度をパラメーターとして温度制御を行います。ステップ等温制御 (SIA) 法と等反応速度制御 (CRC) 法の制御の異なる2つのモードから測定を選択可能です。



等反応速度制御 (CRC)

DTG (TG微分) が一定になるよう自動で温度制御し、降溫制御もします。反応機構の推定、反応速度論解析、反応シミュレーション等に最適で、測定時間も予測できます。



ステップ等温制御 (SIA)

一定速度で昇温し、DTGが設定値を超えると自動で等温制御に入ります。DTGが設定値以下になると、元の速度で昇温。反応終了までこの動作が繰り返されます。

従来の等速昇温法では反応進行中も温度プログラムに従って等速に昇温されるため、複数の反応が連続的に起きる場合は減量が重なって見られてしまいます (図2: 等速昇温)。ダイナミックTGでは減量速度に応じて温度をコントロールする (図1) ので、試料の反応を無視した強制的な昇温は行わないため、等速昇温に比べ分離分解能の向上したデータを取得可能です (図2)。

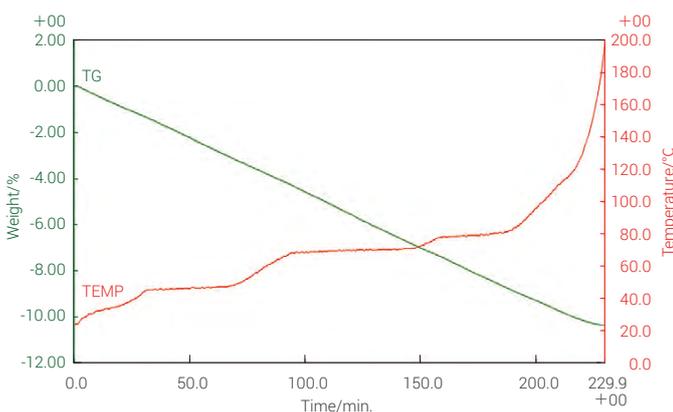


図1 シクロデキストリンのダイナミックTG (CRC法) 結果
設定減量速度: 0.03%/min

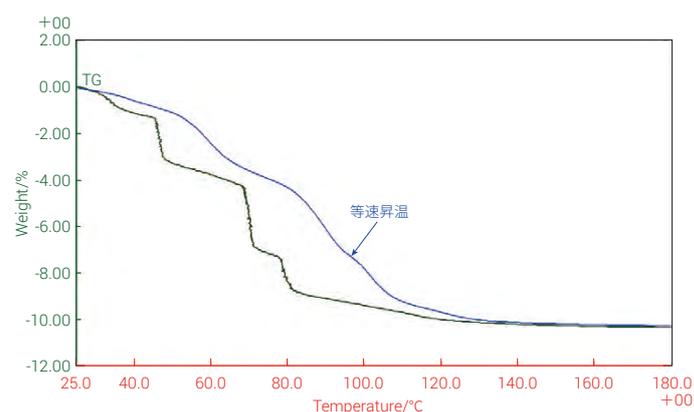


図2 シクロデキストリンの等速昇温とダイナミックTG (CRC法) 結果の比較

※ Sample-controlled Thermo gravimetry

アタッチメント・ユニット

発生ガス測定 拡張アタッチメント

GC-MS接続インターフェース

熱分析だけでは難しい反応情報を、高感度で同時に取得できる新素材開発や品質管理などに不可欠なツールです。各メーカーのMSやGC-MSと連携が可能で熱分析と発生ガスの情報を同時に取得できます。試料観察にも対応します。



FTIR接続インターフェース

熱分析では変化の温度は分かりますが、気化生成物は不明です。STAとFTIRをインターフェースで接続させSTA-FTIRとして測定することで、熱分解や揮発によるガス成分の定性分析や温度との関係を追跡できます。



SPMEアタッチメント

固相マイクロ抽出、SPMEを用いてSTA分析中に発生するガスの定性STAとGC/MSをインターフェースで接続することなく、SPMEを用いてガスを抽出するため、簡便な発生ガスの定性分析が可能です。

SPME固相マイクロ抽出は複雑な装置が不要で、固体・液体及び気体いずれの試料からも簡単にサンプル抽出が可能です。

減量が確認されている温度範囲でTG排気口にニードルを挿入し、SPMEファイバーで捕集したガスをGC/MSインジェクションポートから注入してGCカラムにて分離分析することで、反応生成物を特定できます。



アタッチメント・ユニット

フローメーター

試料室に流す雰囲気ガス（不活性ガス、Airなど）の流量をコントロールします。
200、500、1,000 mL/min F.S.の3モデルを用意しています。



ガスセクター

測定プログラムに連動し、内蔵バルブを切り替え、試料室に流すガスをコントロールするセクターです。

※ フローメーターはオプションです。流量、ガス種については、お問い合わせください。



2ch-フローコンポJr.

測定プログラムに連動して、ガスの切り替えやフロー量の設定が可能です。各ガス種、フルスケールを選べます。



酸素濃度低減測定セット

残留酸素濃度を短時間で低減させるために、不活性ガスをフローさせます。付属のエアポンプによりAirフローも可能です。

卓上除震台

振動の多い場所でのSTA測定に最適です。



循環送水装置

冷却水設備のない場所での赤外線加熱炉用の循環送水装置です。



ASC

試料の載せ替えを行うことで最大1,000回の連続測定が可能となり自動化・ハイスループットに大きく貢献します。また、試料をセットするトレー部は標準仕様でガスフロータイプになっています。待機中に試料部へガスを流すことで、大気との接触を抑えることができます。これにより、吸湿性の高い粉末試料などの測定に特に効果を発揮します。

ASC用安全カバー

オートサンプルチェンジャー（ASC）による機械的な危険を軽減する為のカバーです。ASCの動作中、測定中には電磁ロックが働き、カバーが開けられない仕様となっていて危険箇所への接触を防ぎます。（ASCに標準付属）

ASC用安全フルカバー

ASCによる指はさみなどの機械的な危険回避に加え、電気炉の移動機構部までをカバーすることで装置全体のリスクを軽減します。



仕様・ユーティリティ

仕様

モデル名	Thermo plus EVO3							Thermo plus EVO2
	STAvesta							TG-DTA8122
	試料観察	標準	高温	傍熱	電気冷却	高濃度水蒸気	赤外線加熱	分離型
C	S	H	B	LR	HUM	IRS		
測定温度範囲	室温～1,100°C ^{*1}	室温～1,100°C	室温～1,500°C	室温～1,500°C	-40°C～700°C	室温～1,400°C	室温～950°C	室温～1,500°C
昇温速度 (最大)	100°C/min			50°C/min	20°C/min	20°C/min	室温～700°C (120秒) ^{*2}	100°C/min
測定方式	水平差動型トリプルコイル方式							
試料量	最大1 g (90 µL)							
TGレンジ	±500 mg							±250 mg
DSCレンジ	±600 mW (100°C)、±1,400 mW (1,000°C)、±3,000 mW (1,500°C)							—
DTAレンジ	±1,000 µV							—
TG感度/ノイズレベル (rms) ^{*3}	0.18 µg/0.09 µg							—
DSC感度/ノイズレベル (rms) ^{*3}	10 µW/5 µW							—
温度正確度 ^{*3}	±0.2°C			—	—	—	—	—
エネルギー精度 (σ/ave.) ^{*3}	±1%			—	—	—	—	—
温度精度 (σ) ^{*3}	±0.05°C			—	—	—	—	—
比熱精度 ^{*3}	—	±3%		—	—	—	—	—
TGドリフト ^{*3}	<10 µg (～1,000°C)、<20 µg (～1,400°C)				—	—	—	—
測定雰囲気	空気、不活性ガス、減圧 ^{*4}				乾燥ガス (擬似 Air、不活性ガス N ₂ 、Ar、He)	不活性ガス (N ₂)、湿潤雰囲気	空気、不活性ガス、減圧 ^{*4}	空気、不活性ガス、減圧 ^{*4}
均熱ユニット	非対応	オプション			非対応	非対応	非対応	非対応
自己診断機能	有							無
プランク自動調整機能	有							無
ASC ^{*5}	試料数 測定試料：最大52個 (温度・エネルギー較正用試料：4個)、レファレンス：3個、重量較正用：1個							
ASC用安全カバー	標準付属							—

*1 試料観察測定は最高1,000°C *2 ステップ加熱 *3 弊社条件によります *4 ASC測定では減圧測定不可 *5 オプション

モデル名	HUM-1
水蒸気制御方式	バブリング槽乾燥ガス混合方式
水蒸気発生範囲	室温～80°C dry～90%RH
ガス種	乾燥窒素
湿度センサー	高分子型相対湿度センサー
測定温度素子	Pt抵抗体
連続使用時間	60°C 90%RHにて約100時間、80°C 90%RHにて約40時間

ユーティリティ

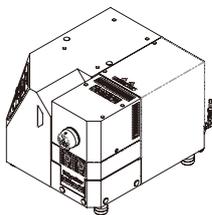
STAvesta	単相AC100-240 V, 50/60 Hz, 15 A, アース付きコンセント1口
電気冷却装置ユニット	単相AC100 V, 50/60 Hz, 15 A, アース付きコンセント1口
HUMユニット	単相AC100 V, 50/60 Hz, 5 A, アース付きコンセント1口
赤外線加熱炉ユニット	上水 水圧0.2～0.3 MPa, 3 L/min
分離型TG-DTA8122	単相AC100-240 V, 50/60 Hz, 15 A, アース付きコンセント1口

* 電流値は100 V電源に接続したときの最大定格電流です。

外形寸法

STAvesta

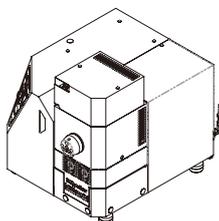
重量：45 kg



W412×D561×H355 mm

STAvesta/C (試料観察)

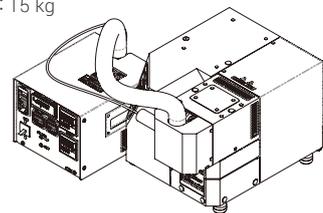
重量：47 kg



W412×D561×H456 mm

STAvesta/HUM

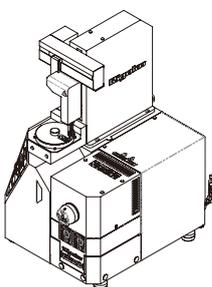
質量：50 kg
(HUM-1)
質量：15 kg



W412×D621×H355 mm
(HUM-1) W290×D350×H260 mm

STAvesta+ASC

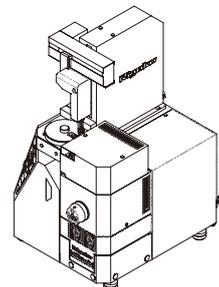
重量：55 kg



W412×D561×H705 mm

STAvesta/C+ASC

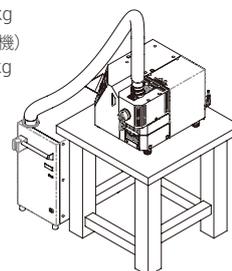
重量：57 kg



W412×D561×H705 mm

STAvesta/LR

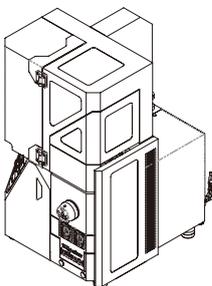
重量：50 kg
(電気冷却機)
質量：61 kg



W412×D601×H422 mm
(電気冷却機) W295×D500×H570 mm

STAvesta+安全カバー

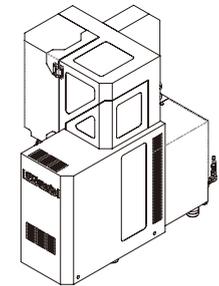
質量：61 kg



W435×D561×H727 mm

STAvesta+フルカバー

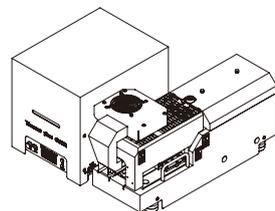
質量：65 kg



W434×D720×H727 mm

分離型 TG-DTA

質量：31 kg (本体部18 kg、回路部13 kg)



本体部 W208×D625×H299 mm
回路部 W275×D355×H318 mm

- * カタログ中に掲載されている性能上の数値は、株式会社リガクによるテスト結果であり、他の環境下で常に同様の結果となることを保証するものではありません。
- * カタログ中の社名、製品名は各社の商標および登録商標です。
- * このカタログに掲載されている製品は、外国為替および外国貿易法の安全保障輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出する場合、または日本国外に持ち出す際は、日本国政府への輸出許可申請等、必要な手続きをお取りください。

製品改良にともない、やむをえず仕様・外観などを予告なく変更させていただく場合があります。ご了承ください。

株式会社 **リガク**

〒196-8666 東京都昭島市松原町3-9-12
☎ (042) 545-8111 (代表電話案内) FAX. (042) 544-9795

東京支店 / 〒151-0051 渋谷区千駄ヶ谷5-32-10 ☎ (03) 5312-7077 FAX. (03) 5312-7078
大阪支店 / 〒564-0063 吹田市江坂町1-23-101 ☎ (06) 6879-1660 FAX. (06) 6879-1664
東北営業所 / 〒980-0804 仙台市青葉区大町1-2-16 ☎ (022) 264-0446 FAX. (022) 223-1977
名古屋営業所 / 〒461-0002 名古屋市東区代官町35-16 ☎ (052) 931-8441 FAX. (052) 931-2689
九州営業所 / 〒802-0005 北九州市小倉北区堺町2-1-1 ☎ (093) 541-5111 FAX. (093) 541-5288