

Thermo plus EVO3 STAvesta

—新世代の熱分析同時測定装置 TG-DSC—

Simultaneous Thermal Analyzer 熱重量-示差走査熱量測定装置



熱分析同時測定装置 (Simultaneous Thermal Analyzer: STA) は複数の熱分析を同時に行い、測定試料について多面的な知見を得ることができる装置です。待望の STA 新機種である STAvesta は従来機である TG-DTA8122 とは異なり、TG と DSC が同時に測定可能な装置となりました。感度や分離分解能を大幅に高め、設計も刷新された次世代 STA として操作性も進化した STAvesta についてご紹介します。

1. はじめに

STAvesta は、リガクの熱分析技術を集約させた待望の新型 STA です。高分子材料、医薬品、金属材料など、幅広い分野に対応し、熱分析初心者から熟練の専門家まで、あらゆるユーザーの測定を幅広くサポートします。

従来の TG-DTA では温度変化に伴う質量の増減と吸発熱反応について同時測定することで分解や燃焼などの反応を推測して分析することが可能でした。

一方、TG-DSC である STAvesta ではベースラインの安定性が大幅に向上したことにより、測定精度が格段に高まりました。さらに、DTA から DSC への技術的な進化により、熱反応の定量評価と質量変化の同時測定において、より高精度で信頼性の高い測定が可能となりました。

2. 特長

2.1. ベースラインの安定性および測定精度の向上

STAvesta では TG ベースライン再現性 $10 \mu\text{g}$ 以下の水平差動型天秤を採用しています。

また、革新的な「FlatBlank 機能」を組み込むことによりブランク調整を自動化し、データをスマートに補正、“フラットなベースライン”を自動で実現します。従来、手動で行っていたベースライン調整の時間を自動化することにより作業の効率化をより向上しました。

標準炉、高温炉や傍熱炉では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。

これらによりベースラインの安定性は大幅に向上し、より高精度で信頼性の高い定量測定を実現できる TG-DSC 装置となりました。

新型の STAvesta と従来機 (TG-DTA8122) の分離分解能を比較するため、それぞれでインジウムの融解を測定した DSC の結果を図 1 に示します。TG-DTA8122 の測定結果は DTA データを DSC に変換しています。2 つのデータを比較すると、STAvesta はピークの半値幅が狭くピークハイトが高いシャープなピークが得られ、TG-DTA8122 よりも感度、分離分解能ともに向上して

いることがわかります。

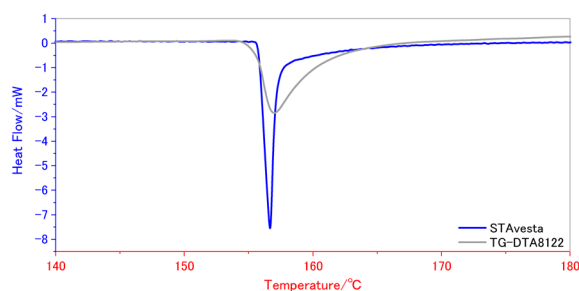


図1. 従来機との分離分解能比較。

STAvestaにてPETペレットを測定した結果を図2に示します。ベースラインの安定性が大幅に向上したことにより、PETペレットの揮発性成分による減量(30°C~70°C)と、ガラス転移に伴う微量ガス放出による10 μ g程度の減量(70°C~85°C付近)が検出されています。

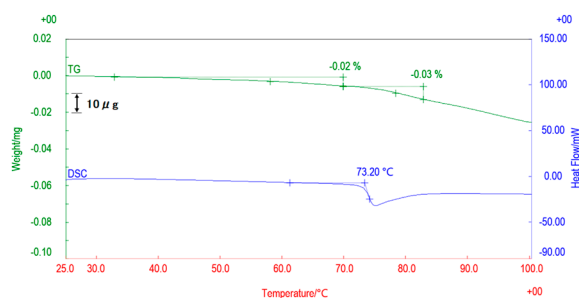


図2. 10 μ gオーダーの微量な重量変化の検出。

2.2. 装置設計の刷新による拡張性・操作性の向上

STAvestaでは、従来のSTA機種から大幅な設計変更を行い、1台で多様な熱分析を実現するマルチユースな装置構成になりました。STAvestaには測定用途や測定条件に応じて選べる7種類^{*1}の電気炉があり、この全ての電気炉が1台のSTAvestaにて設置・交換でき、柔軟な運用が可能です。

さらに、試料交換のしやすさにも配慮し、手乗セバーの高さや左手での試料ホルダーへのアクセス性などを変更し装置設計を刷新しました。また、サンプル・レファレンスそれぞれの位置がわかりやすいようガイドラベルを配置しており、熱分析に不慣れな方も安心して測定準備を進めることが可能です。

^{*1}一部の販売国では6種類となる場合があります。

2.3. 段違いの温度コントロール性能

STAvestaは従来機と比較し試料温度のプログラム追従性が大幅に向上しました。PID制御にRate制御を組み合わせた新開発のRapid制御(特許取得^{*2})により、設定された温度プログラムに対してより正確に追従して制御できるようになっています。さらに、新たに開発したアドバンス制御(Mode2)では測定時のプログラム温度と試料温度の温度差を最小限に抑えるため、予

め両者の関係を予備測定にて記録し、その関係に基づいてプログラム温度を補正して制御します。昇温速度の減速を最低限に抑え、目標温度に到達するまでの時間を極力短くすることで、温度をホールドした状態で評価したい反応をより正確に分析することが可能となります(図3)。

^{*2}日本特許7265772号、中国特許202011310975.6号、他特許出願中

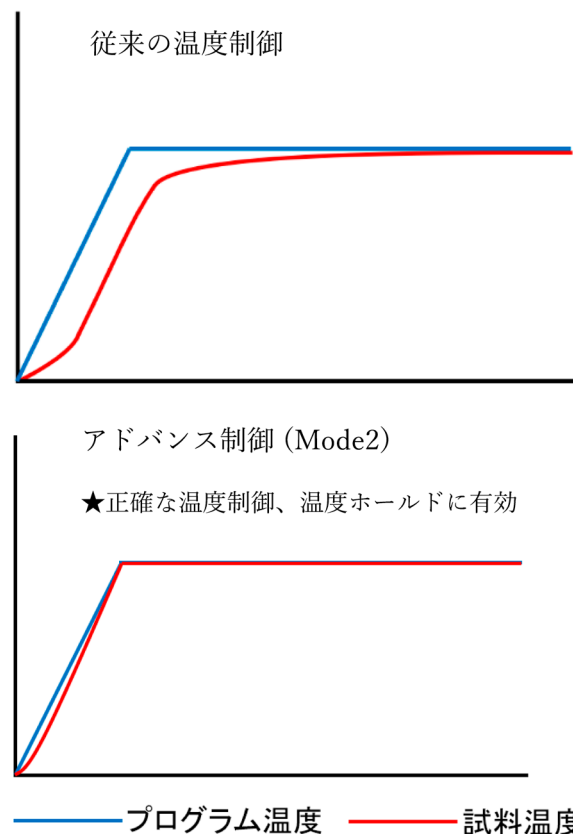


図3. 熱分析測定における温度制御の例。

STAvestaから新たに搭載されたRapid制御とアドバンス制御(Mode2)を組み合わせることで、試料温度はプログラム温度に対してより理想的な温度曲線に近づけることが可能となりました。アドバンス制御(Mode2)を使用した状態で、20°C/minで昇温し、300°C、600°C、900°Cにてそれぞれ10分間ホールドした結果を図4に示します。

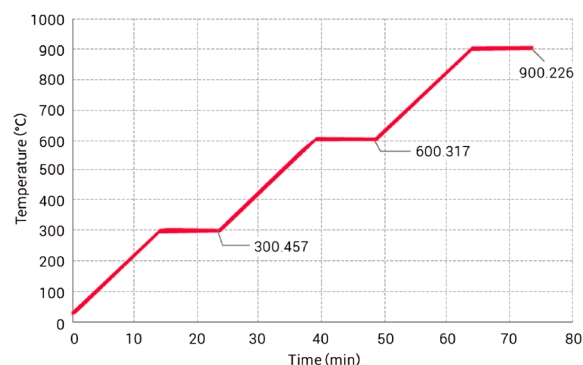


図4. 300°C、600°C、900°Cでの温度ホールド例。

2.4. 装置状態を自己診断 vestaeye

STAvestaは自己診断機能 vestaeye を標準搭載しています。

装置の起動と同時に自己診断が開始され、測定前および測定中は常に常時装置の状態を監視します。そのため、異常がある場合は測定開始前に発見でき、測定中のエラーによる貴重な試料のロス回避できます。また、前回の測定から期間があいた場合や、夜間運転前にも装置の状態を確認でき、不具合があった際には原因箇所の特定が容易です。フィールドサポートへ渡す情報もワンクリック作成が可能で、装置状態の明確化により円滑なサポートを実現します。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。

2.5. オートサンプルチェンジャー ASC52

STAvestaのASC(オートサンプルチェンジャー)は従来のASCから測定試料の設置可能数が大幅に増加したASC52を採用しています。52個の測定試料(4個の校正用試料)、3個のレファレンス試料をセットでき、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きく貢献します。全タイプの電気炉に対して設置可能で、装置上面設置型のため設置面積を広げることなく使用可能です。

トレー試料部はガスフロー対応が標準仕様となっています。試料部をガスフローすることにより、大気との接触を抑制でき、吸湿性の高い粉末試料などの測定の際に試料の保護に有効です(図5)。

また、ASC52による連続測定時でも、「FlatBlank機能」を使用できるため個別のブランク測定や調整は不要で測定前に自動で補正処理が完了、そのままスムーズに連続測定へ移行できます。

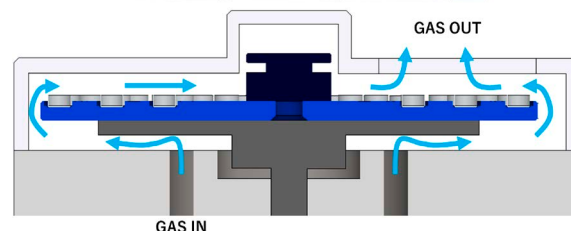
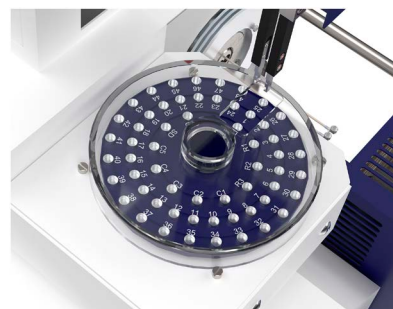


図5. ASC52とガスフローのイメージ。

3. ま と め

STAvesta^{*3}は従来機とは一線を画す、革新的なSTA(TG-DSC)装置です。温度変化にともなう質量変化と熱反応の定量評価を同時に行えるため、より高精度な熱分析が可能です。また大幅な設計変更により、7種類の電気炉を1台のSTAvestaに設置・交換でき、測定目的や試料に応じて柔軟に運用できるよう改良しました。自動化による作業の効率化、試料交換のしやすさ、温度コントロール性能の向上、自己診断機能 vestaeye^{*3}など、日々の使い勝手にも配慮し、熱分析初心者から熟練の専門家まで、幅広いユーザーにご満足いただける装置です。進化したSTAvestaで、次世代の熱分析をぜひご体感ください。

^{*3} 「STAvesta」「vestaeye」は株式会社リガクの登録商標です。