

SETSYS Evolution

DTA, DSC, TGA, TGA-DTA/DSC, TGA-EGA, TMA

САМЫЙ СОВЕРШЕННЫЙ ПРИБОР

В ОБЛАСТИ ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА



SETARAM
instrumentation
KEP TECHNOLOGIES

SETSYS Evolution

Новейшие технологии

Серия анализаторов SETSYS Evolution – пример самых передовых технологий в своей области измерительной техники.

СЕТАРАМ разработал эту серию приборов с целью расширения возможностей анализа, обеспечения безопасности измерений и упрощения применения инструментов. Эти анализаторы обладают самыми совершенными возможностями, как то:

- **Самый широкий диапазон рабочих температур**

SETSYS Evolution имеет самый широкий диапазон температур на рынке от –150 до 2400°C.

- **Модульность**

Модули (DTA, DSC, TGA, TMA) адаптированы для различных типов измерений и могут взаимозаменяться. Они устанавливаются на один и тот же центральный модуль, состоящий из печи, электроники, управления газом, контроля среды и т.д.

- **Качество измерений**

Все модули измерений SETSYS Evolution удовлетворяют самым высоким критериям разрешения, точности и чувствительности.

Инструменты серии SETSYS Evolution прежде всего используют самые последние достижения в технологиях измерений газовых потоков и имеют высокие характеристики по безопасности (см. след. стр.)

Цифровой дисплей на передней стенке прибора дает быстрый доступ к таким данным, как температура печи, поток газ-носителя, дополнительного газа, давление в печи и защитной камере печи, и т.д.

Таким образом, SETSYS Evolution действительно является вершиной достижений в области термических анализаторов.

DTA:

Дифференциальный термический анализ – метод, с помощью которого замеряется разница температур между испытуемым и контрольным (из термически инертного материала) образцами как функция времени и температуры, когда они подвергаются воздействию температурной программы в контролируемой атмосфере. Метод DTA делает возможным детектирование любых изменений для всех категорий материалов.

DSC:

Дифференциальная сканирующая калориметрия – метод, используемый для определения вариаций термических потоков, испускаемых или получаемых образцом, который подвергается температурному воздействию в контролируемой атмосфере. При нагревании или охлаждении, любое изменение, имеющее место в материале, сопровождается обменом тепла: DSC позволяет определить температуру этого изменения и определить количество тепла.

TGA:

Термогравиметрия – метод, которым измеряется изменение массы образца в контролируемой атмосфере. Это изменение массы может характеризоваться её потерей (выделение пара) или её увеличением (поглощение газа).

TMA:

Термомеханический анализ – метод, с помощью которого измеряется деформация образца под неосциллирующей нагрузкой, когда он подвержен температурному воздействию в контролируемой атмосфере. Прилагаемыми нагрузками могут быть сжатие, растяжение и изгиб.

SETSYS Evolution

Центральный модуль

-150°C +2400°C

Анализаторы DTA, DSC, TGA и TMA серии SETSYS Evolution адаптированы к центральному модулю, состоящему из печи, электроники, газовых цепей, контроля расхода и давления и т.д.

• Пять версий температуры

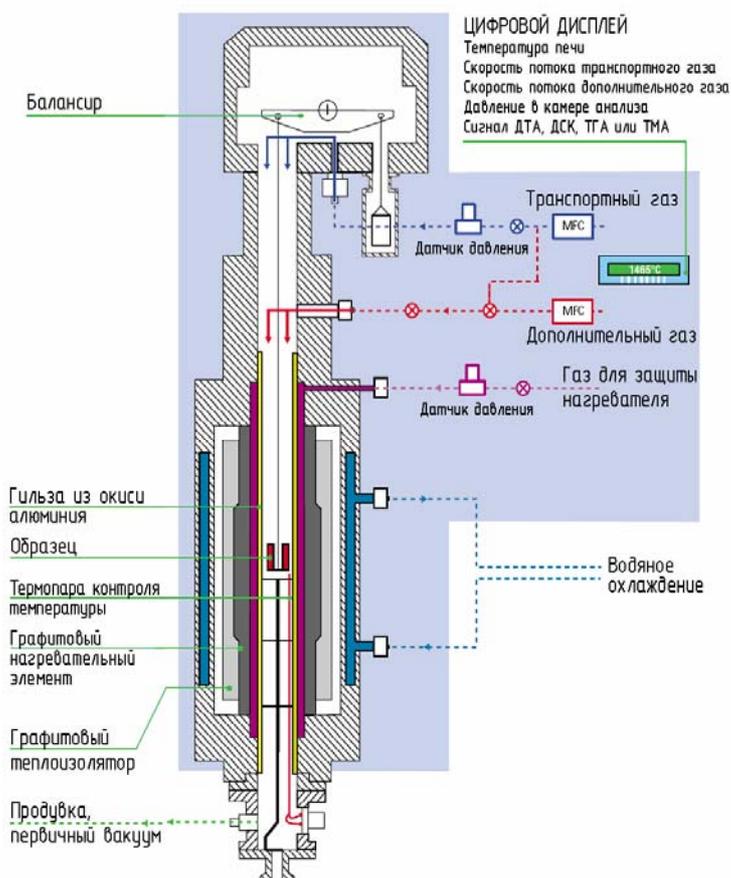
Имеются пять версий модуля, в соответствии с конструкцией печи и датчиками температуры.

	SETSYS Evolution Cryo	SETSYS Evolution 12	SETSYS Evolution 16	SETSYS Evolution 18	SETSYS Evolution 24
Температурный диапазон (°C)	От -150 до 400	От комнатной до 1200	От комнатной до 1600	От комнатной до 1750	От комнатной до 2400
Печь	Криостат	Металлический нагреватель	Графитовый нагреватель	Графитовый нагреватель	Графитовый нагреватель
Термопара для регулировки температуры	Тип Р Платинель	Тип S Pt/Pt-Rh 10%	Тип S Pt/Pt-Rh 10%	Тип В Pt-Rh 6%/ Pt-Rh 30%	Тип W5 WRe 5%/ WRe 26%

• Регулирование и изменение атмосферы

Базовая версия SETSYS Evolution имеет цепь газа-носителя, поток которого может управляться и контролироваться с помощью расходомера (диапазон от 0,24 до 12 л/час, точность $\pm 0,2\%$ от полной шкалы и $\pm 0,8\%$ от измерения). Датчик давления (10 мбар/1,6 бар) дает возможность измерять давление в весах и в печи.

Новая опция «смесь газа» включает цепь дополнительного газа, также снабженную расходомером (диапазон от 0,02/1 л/час, точность $\pm 0,2\%$ от полной шкалы и $\pm 0,8\%$ от измерения). Цепи газа-носителя и дополнительного газа связаны 3-х ходовым клапаном, который смешивает два газа в пропорциях от 50/50 до 1/99.



• Безопасность

Что касается безопасности, печь не может быть открыта при высокой температуре ($T > 70^\circ\text{C}$) или под вакуумом. Кроме того, она выключается при выходе из-под контроля. Включение и выключение подачи охлаждающей воды и защитного газа производятся автоматически.

SETSYS Evolution DTA

Измерения до 2400°C

-150°C +2400°C

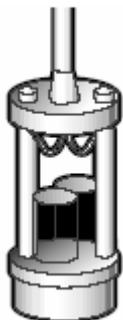
• SETSYS Evolution DTA: пять моделей от -150°C до 2400°C

Разработано пять моделей дифференциальных анализаторов под названием SETSYS Evolution DTA, которые покрывают диапазон температур от -150°C до 2400°C.

Четыре типа термопар используются для производства различных детекторов (трехтермопарный, защищенный, плоский), адаптированных к разным моделям.

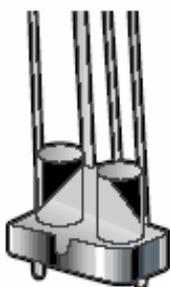
Модель SETSYS Evolution	Температурный диапазон печи (°C)	Тип термопар	Максимальный диапазон работы датчиков (°C)
DTA cryo	-150 – 400	P	-150 – 1000
DTA 12	20 – 1200	P	20 – 1000
DTA 16	20 – 1600	S	20 – 1600
DTA 18	20 – 1750	B	20 – 1750
DTA 24	20 – 2400	W5	20 – 2400
DSC cryo	-150 – 400	E	-50 – 800
DSC 15	20 – 1600	S	20 – 1500
DSC 16	20 – 1750	B	20 – 1600

• Трехтермопарный детектор с высокими показателями

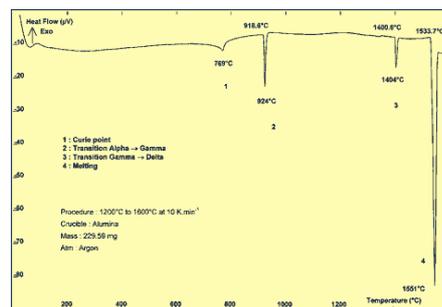


Трехтермопарный детектор, благодаря своим высоким качественным и количественным показателям, является наиболее применяемым из моделей ряда SETSYS Evolution DTA. Великолепная симметрия детекторов, каждый состоит из трех термопар, гарантирует очень хорошую стабильность базовой линии и высокий предел обнаружения для термических измерений. Короннообразный держатель из окиси алюминия, с встроенным детектором, обеспечивает точное позиционирование тигля, что дает прекрасную воспроизводимость.

• Подвесной детектор-пластина для измерений при очень высоких температурах



Высокотемпературные, термические измерения требуют применения термопар из вольфрама-рений. Для анализатора SETSYS Evolution был разработан подвесной датчик ДТА с рабочей платформой из вольфрама, в которой сделаны два гнезда для тиглей. Для измерения сигнала ДТА и температуры используются проволоочки из вольфрама-рения на которых и висит рабочая платформа. Детектор по существу разработан для работы при очень высоких температурах и в рабочем пространстве не имеет керамических деталей.

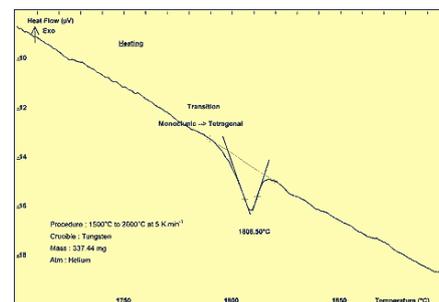


Фазовый переход и плавление железа

• Защищенный детектор



В защищенном датчике-подвеске ДТА измерительные или контрольные термопары покрыты тиглями. Они более защищены в случае, если из образца выделяется агрессивный пар.



Фазовый переход HfO₂

SETSYS Evolution DSC

Измерения до 1600°C

-50°C +1600°C

- **SETSYS Evolution DSC: три модели от -50°C до 1600°C**

Имеются три температурные версии SETSYS Evolution DSC. В зависимости от запрашиваемого температурного диапазона меняется вид составляющих элементов датчиков пластины DSC.

- **Плоский детектор DSC для количественных измерений**

Плоский датчик DSC состоит из металлической пластинчатой платформы с двумя гнездами под тигли (рабочий и сравнения). Для оптимизации термического контакта применяются тигли с плоским дном. Небольшие ограничители обеспечивают хорошее позиционирование тигля на детекторе.



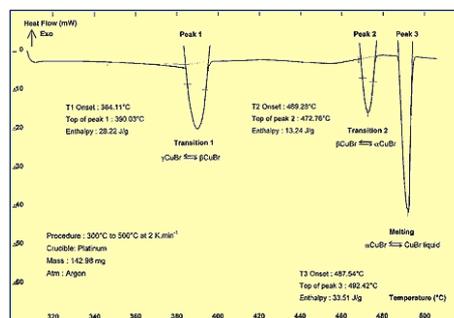
- **SETSYS Evolution DTA/DSC: тигли, адаптированные к каждой модели детектора**

До температуры 1750°C предлагаются тигли из платины, окислов алюминия и циркония. Для детекторов трехтермопарных и с защитой имеются тигли трех объемов (20, 100 и 300 мм³).

Для применения ограниченных температур (до 500°C) подходят алюминиевые тигли с крышками, предназначенные для изучения дегидратации.

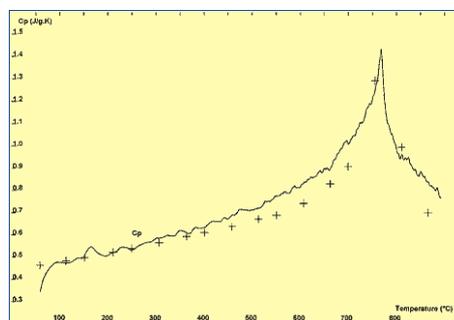
Плоский датчик DSC требует применения тиглей из окиси алюминия или платиновых, с плоским дном.

Для высокотемпературных или специальных измерений предлагаются вольфрамовые или графитовые тигли с крышками.



Фазовый переход и плавление CuBr

Приложения для моделей SETSYS Evolution моделей DTA или DSC многочисленны: изменение состояния (плавление, отвердевание), фазовые переходы, дегидратация, распад, окисление и восстановление интересны как для органических и неорганических продуктов, так и металлов и сплавов, разных типов керамики, стекла и т.д...



Определение теплоёмкости железа

SETSYS Evolution TGA

Термогравиметрия от -150 до 2400⁰ С

-150°C

+2400°C

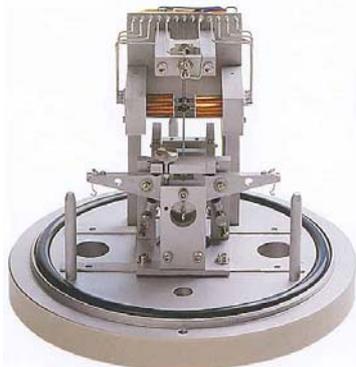
- **SETSYS Evolution TGA: весы с высокой стабильностью и точностью воспроизведения**

При разработке SETSYS Evolution TGA, SETARAM использовал результаты своего длительного опыта в области разработок весов, для создания модуля для взвешивания с исключительными характеристиками.

При максимальной нагрузке 35 г весы отлично приспособлены для анализа от образца в минимальных количествах (несколько миллиграммов) до объемных и плотных образцов, причем разрешение будет эквивалентно микрограмму, вне зависимости от анализируемой массы. С коромыслом, подвешенным на торсионной ленте, весы SETSYS Evolution TGA в то же время характеризуются высокой стабильностью, точностью воспроизведения и чувствительностью благодаря высококачественным оптическим компонентам и деталям, отвечающим за электронное детектирование.

Модуль для взвешивания прочен, герметичен для работы в вакууме или при протоке газа.

Имеется еще одна версия весов, с максимальной нагрузкой 100 г.



Для изучения взаимодействия между образцом и газом используются решетчатые платиновые тигли, которые обеспечивают лучший контакт. В определенных случаях, особенно для металлов, образец может быть подвешен непосредственно к весам без тигля.

- **Тигли, адаптированные к разным приложениям**

Тигель, содержащий образец, подвешивается с одного конца коромысла, а на другом конце – противовесная тара.

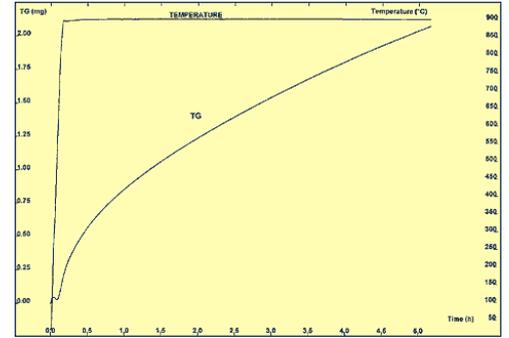


Камера для экспериментов в печи (диаметр 18 мм) адаптирована для использования разных тиглей, в зависимости от диапазона температур, массы анализируемого образца и типа воспроизводимой реакции. Эти тигли состоят из разных материалов и имеют разные объемы:

- окись кремния до 1000°C
- окись алюминия, платина до 1750°C
- графит, вольфрам до 2400°C

- **Подвеска для тигля для точных измерений температуры**

Для выполнения измерений температур ближе к образцу применяется подвеска от весов, удерживающая образец. Замеряющая термопара может прикрепляться ко дну тигля или внутри образца (если это позволяет совместимость образец-термопара).

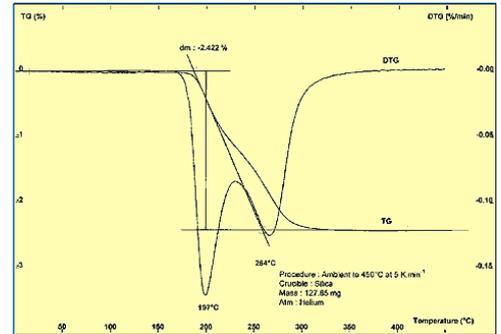


Окисление металлической пластины.

- **Управление скоростью реакции**

Разные модели SETSYS Evolution TGA управляются с компьютера – в течение температурного цикла, где скорость изменения температуры линейна.

Для определенных приложений (распад, спекание) скорость изменения массы должна быть управляемой. Программное обеспечение «термогравиметрия с управляемой скоростью» обеспечивает выполнение таких операций.

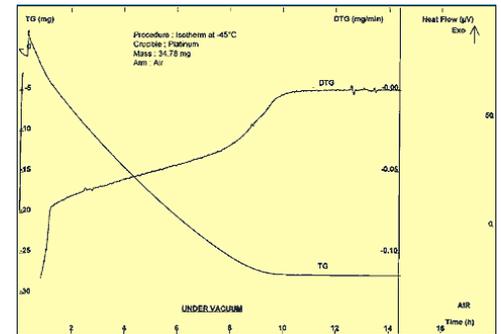


Десорбция дейтерия в $YFe_2D_{2.754}$

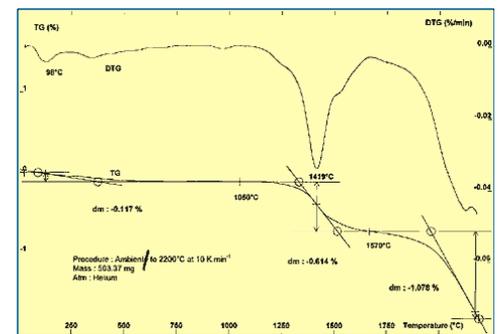
- **Применение, основанное на печи и атмосфере**

Приложения для моделей SETSYS Evolution TGA очень разнообразны: дегидратация, дегидроксиляция, пиролиз, распад минералов и органического вещества, окисление и сжигание органических продуктов и топлива, распад полимеров, характеристика керамики, окисление сплавов.

Выбор атмосферы и возможность изменения ее в процессе анализа очень ценны для исследования термического поведения минералов в инертной или реактивной атмосфере, а также для анализа состава.



Сушка деревянного образца вымораживанием.



Нагревание SiC.

SETSYS Evolution TGA-DTA/DSC

Одновременные измерения TGA и DTA/DSC

-150°C

+2400°C

- **SETSYS Evolution TGA-DTA: синхронный DTA для ваших весов**

Термогравиметрический метод дает только измерение изменения массы образца. Путем объединения DTA с термогравиметрическими измерениями объединяется и замеряется соответствующий термический эффект. С другой стороны, DTA регистрирует превращения в образце (плавление, кристаллизация, фазовый переход), не объединенные с изменением массы.

Для оптимизации диапазона термовесов SETSYS Evolution TGA, SETARAM разработал устройство для подвешивания DTA детектора на взвешивающем модуле так, чтобы производить одновременно TGA и DTA на одном и том же образце.

Таким образом, с одной структурой термовесы могут быть применены либо только для термогравиметрии (модель SETSYS Evolution TGA), либо для одновременного режима TGA-DTA (модель SETSYS Evolution TGA-DTA). Перейти от одной модели к другой просто, легко и быстро.



- **SETSYS Evolution TGA-DSC: синхронный DSC для ваших весов**

Таким же образом возможно объединить датчик-подвеску к весам и посредством этого получить одновременно измерение сигналов TGA и DSC, которые дадут количественную информацию по теплообмену.

- **SETSYS Evolution TGA-DTA 24... очень высокие температуры по разумной цене**

SETSYS Evolution TGA-DTA 24 был создан при разработке SETARAM'ом серии SETSYS с печью с графитовым резистором.

В настоящее время настольные термовесы позволяют производить одновременные TGA-DTA измерения в инертном газе (аргоне) до 2400°C без лишних усилий.

- **Четыре детектора от -150°C до 2400°C**

Термические детекторы, применяемые на моделях SETSYS Evolution TGA DTA идентичны тем, которые имеются на моделях SETSYS Evolution DTA:

- трехтермопарный детектор;
- монотермопарный детектор с защитой;
- плоский DSC детектор.

(Эти три детектора могут быть произведены на основе платинели (1000°C), Pt/Pt-Rh 10% (1600°C), Pt-Rh 6% / Pt-Rh 30% (1750°C))

- подвесной детектор-пластина для очень высоких температур из вольфрамо-рениевого сплава для одновременных измерений TGA-DTA до 2400°C.



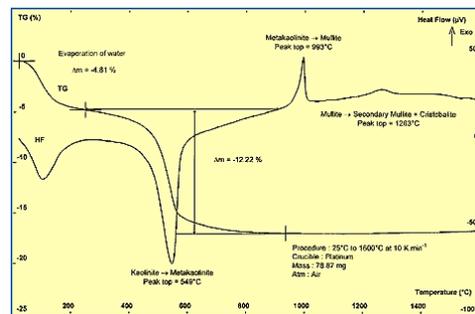
SETSYS Evolution TGA-EGA

Объединение с газовыми анализаторами

При объединении газового анализатора с термоанализатором легче идентифицировать выделяемые газы и понять механизмы превращений.

По существу есть два типа объединения для газовых анализаторов с термоанализаторами TGA-DTA:

- соединение с масс-спектрометром
- соединение с ИК Фурье-спектрометром



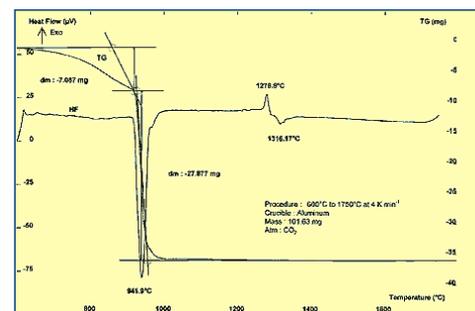
Анализ каолинита.

TGA-DTA

• Соединение с масс-спектрометром (MS)

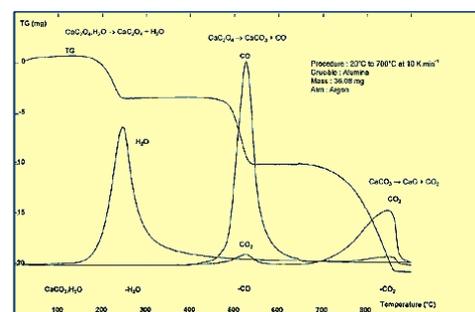
SETARAM предлагает два типа систем объединения TGA-MS:

- путем SuperSonic System (система сверхзвукового забора испускаемого газа). Эта система предлагает непревзойденные возможности измерений: великолепное разрешение и высокая чувствительность, даже для самых тяжелых молекул, без конденсации. Это дает возможность изучение материала любого типа, включая неорганические материалы (стекло и керамику) при высоких температурах для масс до 1024 аем.
- Прогреваемым капилляром для неконденсирующихся продуктов для масс до 300 аем.



Термическое поведение сырого цемента.

TGA-DTA

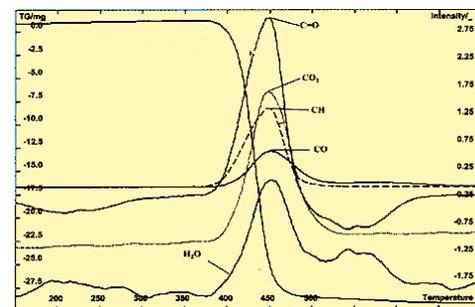


Распад оксалата кальция.

TGA-MS

• Соединение с ИК Фурье-спектрометром (FTIR)

В системе объединения TGA-FTIR применяется интерфейс, состоящий из нагреваемой линии транспорта, изолирующего клапана и ячейки измерения, адаптированной к газам. FTIR особенно хорошо подходит для изучения органических продуктов.



Термический распад PET.

TGA-IRTF

SETSYS Evolution TMA

Дилатометрические измерения
от -150 до 2400°C



• SETSYS Evolution TMA: точный и мощный детектор перемещения

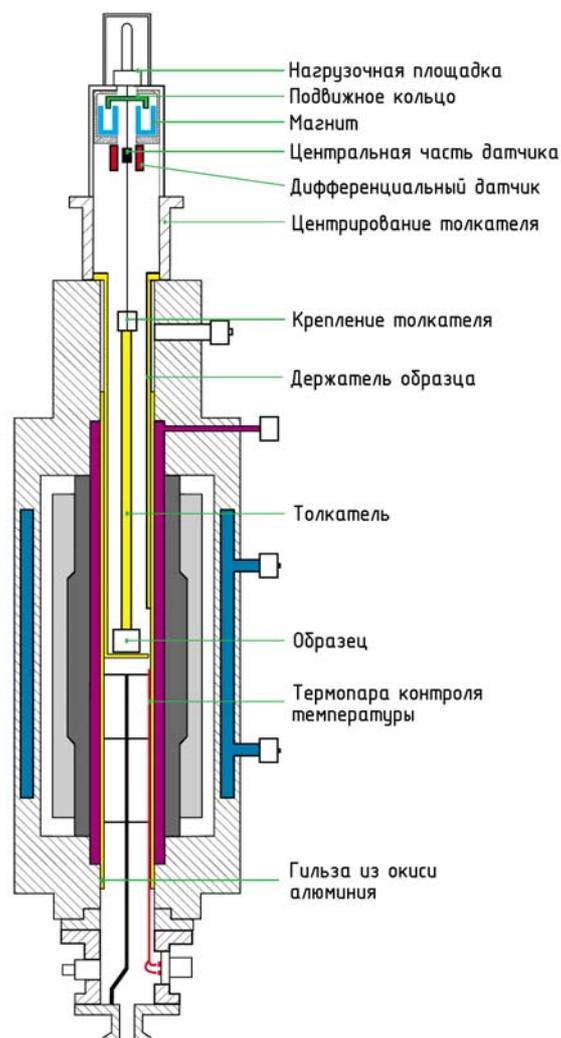
Детектор перемещения на модели SETSYS Evolution TMA отличается своей надежностью и точностью. Таким детектором могут быть зарегистрированы перемещения до 0.01 микрона.

Разработанный SETARAM детектор для SETSYS Evolution TMA применяет электромагнитное нагружение, которое делает возможным автоматическое управление усилием на образце до 1,5 N. Это усилие может быть увеличено добавлением гирь (до 200 г) сверху. Калибровка детектора и управление усилием совершаются автоматически компьютером.

• Дилатометрия и TMA с управляемой скоростью

Что касается других моделей, компьютер автоматически управляет SETSYS Evolution TMA, особенно усилием на образце. После получения сигнала TMA и температуры (замеренной термопарой около образца) адаптированное программное обеспечение определяет температуру перехода, рассчитывает производную кривую (DTMA) и корректирует базовую линию.

Специфическое программное обеспечение дает возможность производить точные измерения коэффициента расширения материала. Калибровочная кривая в форме полинома, будучи введенной в компьютер, гарантирует точность коэффициента расширения, замеренного до 2400°C. С таким программным обеспечением SETSYS Evolution TMA может применяться как дилатометр. SETSYS Evolution TMA также особенно хорошо применим для измерения спекания при управляемой скорости.

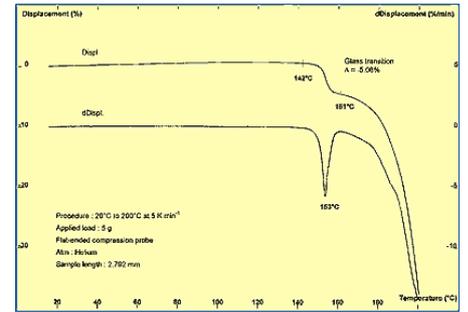


SETSYS Evolution TMA	cryo	12	16	18	24	
Диапазон температур (°C)	от -150 до 400	от 20 до 1000	от 20 до 1200	от 20 до 1600	от 20 до 1750	от 20 до 2400
Тип датчика	Окись кремния		Окись алюминия		Графит	

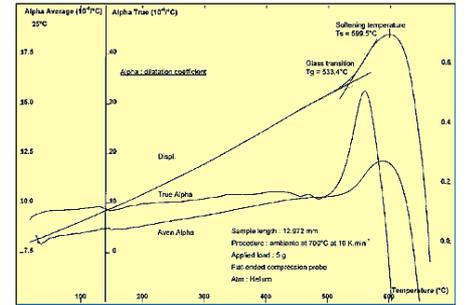
• Выберите свой датчик

В зависимости от выполняемого приложения к детектору TMA могут быть установлены разные типы датчиков:

- Датчик «сжатия» (1) с плоским или сферическим кончиком для изучения сжатия. Применяется без усилия на образец, является частью измеряемых коэффициентов расширения
- «Проникающий» датчик (2) с тонким цилиндрическим кончиком.
- «Трехточечный» датчик (3) имеющий основание с двумя ножевыми краями и толкатель с рабочей частью в форме ножа.
- Датчик «на растяжение» (4) с двумя зажимами, для исследования волокон и пленок.
- Датчик «объемного расширения» (5), состоящий из тигля и толкателя с плоским основанием, для изучения расширения порошков.



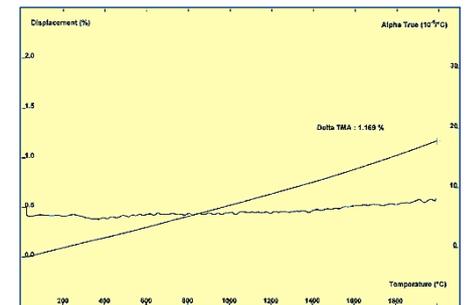
Дилатометрический анализ поликарбоната



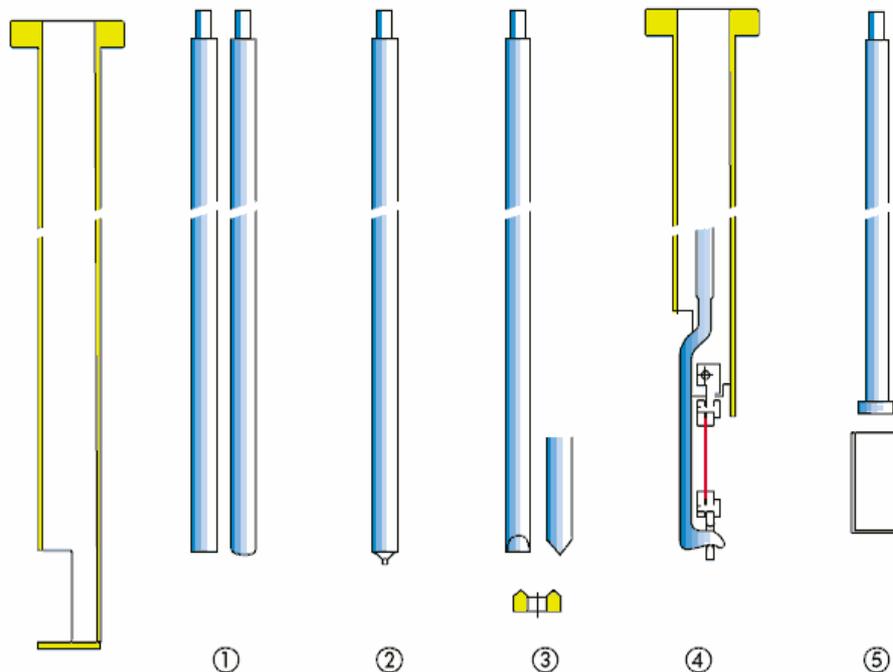
Стеклование, температура размягчения и коэффициент расширения стекла

• Разные приложения в зависимости от датчиков и температур

Будучи прекрасно приспособленным для измерения изменений в размере твердых тел или порошков, SETSYS Evolution TMA применяется для изучения свойств полимеров и сложных материалов (размягчение, стеклование, распад, ретикуляция) при разных напряжениях, для исследования пленок и волокон, для спекания керамики, изучения термического поведения сплавов и, - обычным способом, - для измерения коэффициентов расширения.



Расширение графитового образца



SETSYS Evolution

Некоторые технические характеристики

Setsys Evolution	DTA	DSC	TGA		TMA
			Весы 35 г	Весы 100 г	
Температурный диапазон модуля (С°)	-150/400	-50/400	-150/400		-150/400
	Комнатн./1000	Комнатн./800	Комнатн./1000		Комнатн./1000
	Комнатн./1600	Комнатн./1500	Комнатн./1600		Комнатн./1650
	Комнатн./1750	Комнатн./1600	Комнатн./1750		Комнатн./1750
	Комнатн./2400		Комнатн./2400		Комнатн./2400
	Объем тигля (мкл)	30/100	80/100	50/1500	
Макс. размер образца (мм)	/	/	/		L: 20, ø:10
Разрешение	/	0,4 мкВт	0,03 мкг	0,3 мкг	0,2 нм
Шум RMS	/	16 мкВт	0,03 мкг	0,3 мкг	5 нм
Удельный шум RMS	/	0,16 мкВт/мкл	0,02 мкг/мл	0,2 мкг/мл	$0,25 \cdot 10^{-6}$
Диапазон измерений	/	/	± 200 мг	± 2 г	± 2 мм

Серия SETSYS Evolution имеет программное обеспечение SETSOFT 2000 от SETARAM.

Head Office
SETARAM S.A. France

7, rue de l'Oratoire
F-69300 CALUIRE - France
Tel. +33 (0)4 72 10 25 25
Fax +33 (0)4 78 28 63 55

Website: <http://www.setaram.com>
E-mail: sales@setaram.com



ООО «КОМЕФ»

105120, Москва, Наставнический переулок, 6

Тел./факс: (095) 916 11 73
(095) 916 15 94
(095) 916 18 67

E-mail: komef@komef.ru
Website: <http://www.komef.ru>

