

SETARAM

*Термический анализ
и калориметрия*



SETARAM

Термический анализ и калориметрия

Калориметры КАЛЬВЕ	2
ДТА (дифференциальный термический анализ)	4
ДСК (дифференциальная сканирующая калориметрия)	5
ТГА (термогравиметрический анализ)	9
ТМА (термомеханический анализ)	11

Изучаемое свойство	Методика термического анализа				
	Калориметрия (Т, Н)	ДТА (Т)	ДСК (Т, Н)	ТГА (Δm)	ТМА (ΔL)
Физические свойства					
Стеклование	+	+	++		+
Плавление	+	++	++		+
Чистота вещества			++		
Испарение	++	+	++	+	
Сублимация	++	+	+	+	
Фазовое превращение	+	++	++		+
Жидко-кристаллическое превращение	+		++		
Кристаллизация / степень кристалличности	+	+	++		
Размягчение					++
Пиролиз	+	+	+	++	
Точка Кюри	+	+	+		
Термодинамика					
Теплоёмкость (Ср)	++		+		
Коэффициент температурного расширения					++
Теплота смешивания и образования сплавов	++				
Изучение безопасности хим. реакций	++	+	++	+	
Химические свойства					
Коррозия	++		+	++	
Кислородный индекс О.И.Т.			++	+	
Адсорбция / десорбция	+		+	++	
Каталитическая реакция	++		+	++	
Потеря массы				++	
Испарение растворов				++	
Гидратация / дегидратация	+	+	+	++	
Окисление / восстановление	+	+	+	++	
Разложение	+	+	+	++	
Горение	+	+	+	+	
Термическая стабильность	++	+	+	+	+
Полимеризация	++		++		
Кинетика	++		++	+	
Сажеобразование				++	
Влажность	+		+	++	
Спекание					++
Денатурация / агрегация	+		++		
Гелеобразование	+		++		
Совместимость	+		++		

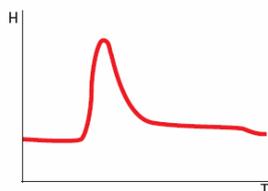
Т – температурные измерения, Н – измерение теплового потока, Δm – измерение изменения массы, ΔL – измерение изменения в размерах.
«+» - метод позволяет измерить это свойство
«++» - метод особенно хорошо подходит для измерения этого свойства.

Калориметры

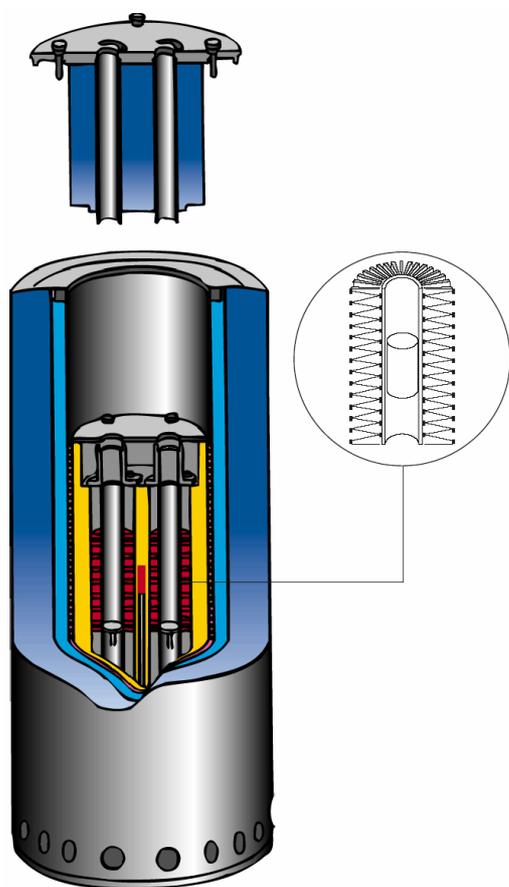
КАЛЬВЕ

-200°C

+1500°C



Калориметры SETARAM работают по принципу Кальве. Построенные как дифференциальные (измеряется разность тепловых потоков между образцом и эталоном), эти калориметры имеют температурные датчики, которые полностью окружают образец и эталон. Калориметры могут работать как в изотермическом, так и в сканирующем режиме.



Дополнительные возможности от SETARAM

Как и ДСК, Кальве калориметры измеряют температуру и энтальпию фазовых превращений и реакций, которые происходят в образце при термическом цикле.

Однако у принципа измерения калориметров Кальве есть ряд преимуществ, которые обеспечивают намного больше возможностей для анализа:

- **Измерение полного потока тепла**

Так как образец полностью окружен термодетектором, то измеряется весь тепловой поток, возникающий при трансформациях образца. По сравнению с традиционными ДСК, эти калориметры обладают чрезвычайной высокой чувствительностью и дают возможность интегрировать полный поток тепла, генерируемый во время термического процесса.

- **Точная калибровка**

Калибровка, сделанная по Джоуль эффекту (электрически) намного точнее калибровки, сделанной по плавлению чистых металлов, как в ДСК с плоским датчиком теплового потока. Таким образом, измерения теплоёмкости полученные с помощью Кальве калориметрии намного точнее.

- **Точность измерения теплоты реакции**

Благодаря объёму измерительных ячеек, можно проводить реакции между двумя образцами (тв. в-во - газ, тв. в-во - жидкость, жидкость - жидкость, жидкость - газ) прямо в измерительной зоне внутри калориметра. Неважно, быстро или медленно протекает реакция - тепло может быть измерено чрезвычайно точно и полно.

- **Большой объем образца**

Может изучаться большое количество вещества (измерения возможны даже на разбавленных растворах).

Можно установить механическую или электрическую связь между измерительной ячейкой и внешними устройствами (механическая: контроль давления, циркуляция жидкости; электрическая: калибрование по Джоуль-эффекту)

Калориметры

КАЛЬВЕ



BT2.15 (от -196°C до +200°C) Низкотемпературный калориметр

Этот калориметр может работать как при постоянной, так и при изменяющейся температуре. Это позволяет изучать такие явления как замерзание и кристаллизация при очень низких температурах



MS80 (от температуры окруж. среды до 200°C) Калориметр с очень высокой чувствительностью

Этот калориметр используется в изотермическом режиме. MS80 предназначен для измерений очень слабых термических эффектов: саморазрядка батарей, саморазложение порошков, тепловыделение растений и маленьких животных, изучение процессов смешивания, газовой адсорбции и т.д.



C80 (от температуры окруж. среды до 300°C) Калориметр смешивания и реакций

Этот калориметр может работать как при постоянной, так и при изменяющейся температуре. Как самый универсальный калориметр из всего ряда, он имеет большое количество ячеек. Он специально разработан для изучения процессов смешивания и реакций. Такие измерения необходимы в химической, нефтехимической, фармацевтической, цементной промышленности, при обработке пищевых продуктов и т.д.



Ячейка смешивания с переворачиванием



Мембранная ячейка смешивания



Ампульная ячейка



Ячейка с циркуляцией газа



Ячейка смешивания с циркуляцией



Стандартная ячейка



Вакуумная ячейка



Ячейка с измерением давления (350 бар)



Ячейка измерения теплоёмкости жидкости



Ячейка с перколяцией



MHTC96 drop (от температуры окруж. среды до 1500°C) Высокотемпературный калориметр сброса

Датчик этого калориметра сброса тоже построен по принципу Кальве.

В изотермическом режиме, особенно при применении калориметрического метода сбрасывания этот калориметр применим для определения удельной теплоёмкости самых различных материалов, теплоты растворения металлов (получение сплавов), теплоты растворения оксидов, расчета температурного баланса и т.д.

В сканирующем режиме - это метод ДСК для больших образцов.



DTA

Дифференциальный термический анализ



-150°C +2400°C

SETARAM предлагает вам приборы для самых различных условий проведения дифференциального термического анализа:

Низкотемпературный ДТА
(до -150°C)

Высокотемпературный ДТА
(до +2400°C)

Высокоточный ДТА
с использованием трёхтермопарного датчика

«Высокообъёмный» ДТА
для больших и составных образцов (до 500 мкл)

«Защищённый» ДТА
с использованием датчиков, выдерживающих разрушающее воздействие среды или паров от образца

ТГ-ДТА
одновременное проведение термогравиметрического анализа и ДТА при температурах от -150°C до +2400°C.



Трёхтермопарный детектор



Защищённый детектор



Высокотемпературный детектор



Labsys DTA
Разработан для нужд лабораторий, университетов и школ. Термоанализаторы серии Labsys просты в использовании и недороги в цене и обслуживании.



Setsys DTA
Ряд модульных термоанализаторов Setsys отличителен широким температурным диапазоном (от -150°C до 2400°C) и высокой чувствительностью. Предназначен для исследовательских центров и лабораторий, это прибор для высокоточных измерений при сложных условия эксперимента.



DTA96
Разработан для измерения термических характеристик больших и неоднородных образцов. Термоанализаторы этой серии работают в температурном диапазоне от темп. окруж. среды до 2100°C.

	Labsys DTA	Setsys DTA	DTA96
Температурный диапазон	окр. ср. - 1600°C	-150° – 2400°C	окр. ср. - 2100°C
Объём образца (мкл)	30/100	30/100	220/550
Условия испытания (атмосфера):			
контролируемая		+	+
инертная	+	+	+
окислительная	+	+	+
восстановительная	+	+	+
коррозионная			+
влажная		+	+
Модульный дизайн приборов	нет	да	да

DSC

Дифференциальная сканирующая калориметрия



-170°C +1600°C

SETARAM единственный производитель, который предлагает Вам все типы ДСК:

ДСК с плоским датчиком

- измерение теплового потока (прибор DSC131)

ДСК с «трёхмерным» датчиком (Кальве ДСК)

Это ДСК типа Кальве, при которой образец окружен датчиком со всех сторон. Эта методика измерения даёт намного лучшую чувствительность, чем ДСК с плоским датчиком. Измерения при этом не зависят от параметров эксперимента, таких как форма образца, заполнение тигля, свойств тигля и атмосферы. Более того, внутри тигля можно приложить внешнее давление.

Высокочувствительная ДСК (micro DSC)

Основана на принципе Кальве. Датчики micro DSC используют элементы Пельтье для измерения тепла. Это позволяет измерять такие тепловые эффекты, которые не в состоянии измерить традиционная ДСК, и работать с образцами большого объёма.

Высокотемпературная ДСК и квази Кальве ДСК

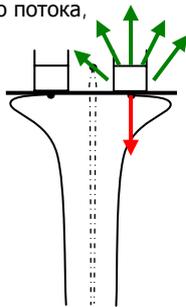
Измерения при температурах до 1600°C с использованием плоского датчика ДСК и датчика, построенного по принципу Кальве

Вдобавок, к различным моделям ДСК SETARAM предлагает уникальный набор принадлежностей:

- тигли высокого давления, тигли для исследования безопасности реакций (450 бар при 100°C);
- тигли большого объёма;
- принадлежности для проведения эксперимента в коррозионной атмосфере (Sensys);
- тигли, позволяющие непрерывное перемешивание;
- точная калибровка по «Джоуль эффекту»;
- специальное программное обеспечение для анализа результатов (кинетика, чистота, SFI, Ср и т.д.);
- одновременные измерения ТГ-ДСК в температурном диапазоне от -50°C до 1600°C;
- одновременные измерения ТГ-Кальве ДСК в температурном диапазоне от -120°C до 830°C.

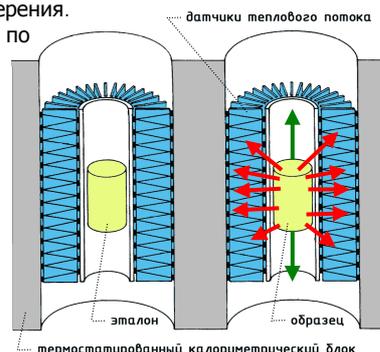
Традиционный ДСК

- Средняя удельная чувствительность и точность.
- Традиционный ДСК измеряет только 10-15% теплового потока через дно тигля.
- Калибровка сильно зависит от окружающей тигель среды, куда рассеивается 85-90% теплового потока, при смене газа или в зависимости от степени заполнения тигля образцом ошибка может достигать 50%.
- Калибровка по плавлению металлических стандартов.
- Не возможно прямое сопряжение с термогравиметрией.
- Требуется контакт теплового датчика с образцом.
- Не возможен контроль давления в тигле



«КАЛЬВЕ» ДСК

- Высокая удельная чувствительность и точность
- ДСК «КАЛЬВЕ» измеряет 90-95% всего теплового потока от тигля.
- Калибровка не зависит от окружающей тигель среды, смена окружающего газа, форма тигля или степень его заполнения образцом не влияет на точность измерения.
- Абсолютная калибровка по «Джоуль» эффекту.
- Возможно прямое сопряжение с термогравиметрией. Нет механического контакта теплового датчика с образцом.
- Возможен контроль давления в тигле



DSC

Дифференциальная сканирующая калориметрия



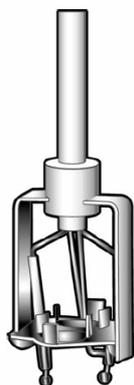
-50°C +1600°C

Высокотемпературная ДСК



Labsys DSC (от темп. окруж. среды до 1600°C)

Разработан для нужд лабораторий, университетов и школ. Термоанализаторы серии Labsys просты в использовании и недороги в цене и обслуживании.



плоский датчик ДСК



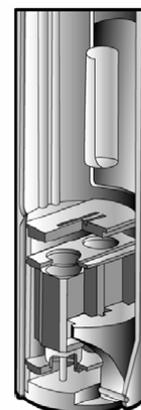
Setsys DSC (от -50°C до 1600°C)

Ряд модульных термоанализаторов Setsys отличителен широким температурным диапазоном и высокой чувствительностью. Предназначен для исследовательских центров и лабораторий, это прибор для высокоточных измерений при сложных условия эксперимента.



DSC96 и MHTC96 (от темп. окруж. среды до 1600°C)

Термоанализаторы линии 96 разработаны для измерения термических характеристик больших и неоднородных образцов.

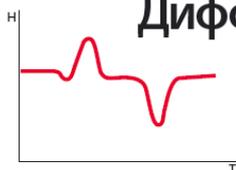


Датчик ДСК
MHTC 96

	Labsys DSC	Setsys DSC	DSC96	MHTC 96 hf-DSC	MHTC 96 drop
Температурный диапазон	окр. ср. - 1600°C	-150° – 1600°C	окр. ср. - 1600°C	окр. ср. - 1600°C	окр. ср. - 1500°C
Объём образца (мкл)	80/100	80/100	360/420	300/450	5000/5700
Разрешение (мкВт)	0.4	0.4	5	7	8
Шум RMS (мкВт)	16	16	66	83	330
Удельный шум RMS (мкВт/мкл)	0.16	0.16	0.16	0.18	0.05
Модульный дизайн приборов	нет	да	да	да	да

DSC

Дифференциальная сканирующая калориметрия



-20°C +120°C

Высокочувствительная ДСК



Micro DSC III



Micro DSC VII



Ячейка измерения теплоёмкости жидкостей



Ячейка с циркуляцией жидкости



Ячейка с перемешиванием жидкости



Составная ячейка



Составная ячейка смешивания



Ампульная ячейка

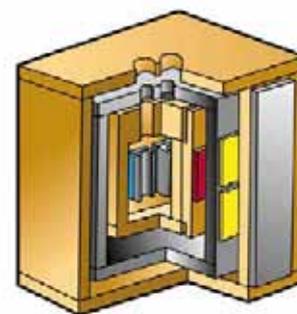


Ячейка «Джоуль эффекта»

Благодаря своей очень высокой чувствительности и возможности проводить эксперименты с образцами большого объёма, приборы micro DSC позволяют измерить очень слабые термические эффекты, которые не могут быть обнаружены с помощью традиционной ДСК.

Micro DSC III: от -20°C до +120°C

Micro DSC VII: от -45° до +120°C



Детектор Micro DSC VII

	Micro DSC III	Micro DSC VI
Температурный диапазон	от -20°C до +120°C	от -45° до +120°C
Объём образца (мкл)	850	850
Разрешение (мкВт)	0.03	0.04
Шум RMS (мкВт)	0.03	0.17
Удельный шум RMS (мкВт/мкл)	$4 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-4}$

DSC

Дифференциальная сканирующая калориметрия



-170°C +830°C

ДСК с плоским датчиком



DSC131 (-170 to 700°C)

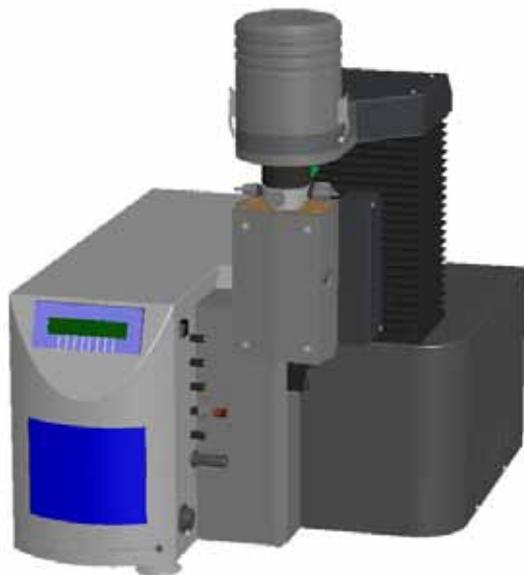
Основные достоинства этого прибора, это простота, высокая чувствительность и низкая цена.

DSC131 принадлежит к линии термоанализаторов Labsys, спроектирован для простого и быстрого выполнения экспериментов.



Плоский датчик DSC131

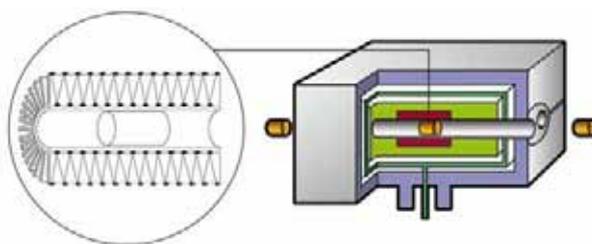
Кальве ДСК



SENSYS (раньше DSC111) (-120 to 830°C)

Этот анализатор основан на датчике принципа «Кальве», который окружает образец со всех сторон, и, таким образом, обеспечивает исключительную чувствительность измерений.

Большой выбор различных приспособлений и тиглей позволяют проводить многочисленные виды измерений.



Датчик типа Кальве, окружающий образец со всех сторон

	DSC131	SENSYS
Температурный диапазон	от -170°C до +700°C	от -120° до +830°C
Объём образца (мкл)	30/100	20/320
Разрешение (мкВт)	0.4	0.4
Шум RMS (мкВт)	0.8	2
Удельный шум RMS (мкВт/мкл)	0.008	0.006

TGA

Термогравиметрический анализ



-150°C +2400°C

Все весы SETARAM характеризуются высокой стабильностью, точностью воспроизведения и чувствительностью благодаря высококачественным оптическим компонентам и деталям, отвечающим за электронное детектирование. Весы построены по принципу нулевого уровня.

В зависимости от выполняемых задач, приборы SETARAM можно разделить на следующие категории:

Простой TGA

Образец прикрепляется к весам и помещается в печь (Labsys, Setsys, 96 Line)

Симметричный TGA

С одной стороны к весам прикрепляется образец, с другой – эталон. Оба они помещаются в печь, и, таким образом, удается ликвидировать эффект плавучести (SENSYS, TAG).

Термоанализаторы SETARAM дают возможность проводить различные виды измерений:

- Измерения тяжелых образцов (100 г):
Setsys, 96 Line;
- Измерение образцов большого объема:
до 18 см³ в анализаторах 96 Line;
- Одновременное подключение газоанализатора (MS, FTIR):
очень просто для Setsys, TGA96 и TAG;
- Измерения в коррозионной среде:
Setsys, 96 Line, TAG, SENSYS;
- Измерения во влажной среде
Setsys TGA, TAG;
- TGA с контролируемой скоростью
(известно как CRTA: controlled rate thermal analysis):
Setsys, 96 Line, TAG;
- Одновременные измерения TGA-ДТА:
Labsys, Setsys, 96 Line, TAG ;
- Одновременные измерения TGA-ДСК:
Labsys, Setsys, 96 Line, TAG, SENSYS.



TAG (-150 to 2,400°C)

Основанные на симметричном принципе измерений, анализаторы TAG рекомендуются для сложных и особо суровых условий эксперимента: подведение нескольких газов к камере анализа, продолжительное время работы в изотермическом режиме, измерение очень маленького изменения массы и т.д.

Одновременные измерения TGA-ДТА, TGA-ДСК при различных температурах. Хорошо приспособлен для подсоединения газоанализаторов (MS, FTIR и т.д.).

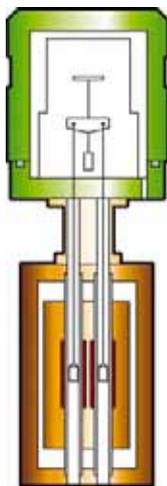


схема
симметричного TGA

SENSYS (-120 to 830°C)

SENSYS также основан на симметричном принципе измерений и является единственным термоанализатором на рынке, позволяющем проводить одновременно TGA-Кальве ДСК.

Это прибор – то, что надо при измерении адсорбции на катализаторах.

Для этого анализатора разработано большое количество всевозможных приспособлений, которые позволяют проводить различные типы измерений. К прибору можно подключить газоанализатор (MS, FTIR и т.д.).



TGA

Термогравиметрический анализ



-150°C  +2400°C



Labsys TGA (от темп. окруж. среды до 1600°C)

Разработан для нужд лабораторий, университетов и школ. Термоанализаторы серии Labsys просты в использовании и недороги в цене и обслуживании. Весовой модуль оптимизирован для надежной и эффективной работы, расположен снизу, образец удерживается с помощью датчиков TGA, DTA или DSC.



Setsys TGA (от -150°C до 2400°C)

Ряд модульных термоанализаторов Setsys отличителен широким температурным диапазоном и высокой чувствительностью. Предназначен для исследовательских центров и лабораторий, это прибор для высокоточных измерений при сложных условия эксперимента. Конструкция, при которой весы расположены сверху, а образец держится на подвесах, оптимальна для получения высокой чувствительности. Есть две версии Setsys TGA: с весами 20 г и весами 100 г.



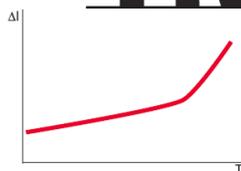
TGA96 (от темп. окруж. среды до 2100°C)

Термоанализаторы линии 96 разработаны для измерения термических характеристик больших и неоднородных образцов. В конструкции TGA96 весовой модуль расположен сверху.

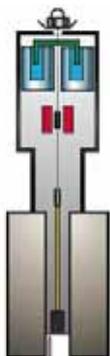
	TAG	SENSYS	Labsys TGA	Setsys TGA (весы 20 г)	Setsys TGA (весы 100 г)	TGA 96
Температурный диапазон	-150° – +2400°C	-120° – +830°C	окр. ср. - 1600°C	-150° – +2400°C	-150° - +2400°C	окр. ср. - 2100°C
Объем образца (мл)	1.4	0.15	0.5	1.4	1.4	18
Разрешение (мкг)	0.03	0.03	0.4	0.03	0.3	0.3
Шум RMS (мкг)	0.03	0.03	1.6	0.03	0.3	0.3
Удельный шум RMS (мкг/мл)	0.02	0.2	3.2	0.02	0.2	0.016
Объединение с газоанализатором	специально адаптировано	специально адаптировано	возможно	специально адаптировано	специально адаптировано	специально адаптировано
Модульный дизайн приборов	нет	нет	нет	да	да	да

TMA

Термомеханический анализ



-150°C +2400°C



У SETARAM есть три модели анализаторов для термомеханического анализа: Labsys TMA, Setsys TMA и TMA96.

Все они имеют вертикальную конструкцию, которая позволяет работать под очень маленькими нагрузками (от примерно 2 г). Среди большого количества преимуществ следует отметить следующие:

- Измерения как при очень низких температурах, так и при очень больших (от -150°C до 2400°C);
- Измерения больших образцов (до 50 мм на TMA96);
- Большой выбор датчиков, позволяющих проводить испытания на растяжение, сжатие, изгиб;
- Измерения в восстановительной атмосфере, например H₂ и CO (Setsys, 96 Line).



Labsys TMA

Разработан для нужд лабораторий, университетов и школ. Термоанализаторы серии Labsys просты в использовании и недороги в цене и обслуживании.



Setsys TMA

Ряд модульных термоанализаторов Setsys отличителен широким температурным диапазоном и высокой чувствительностью. Предназначен для исследовательских центров и лабораторий, это прибор для высокоточных измерений при сложных условия эксперимента.



TMA96

Разработан для измерения термических характеристик больших и неоднородных образцов. Термоанализаторы этой серии работают в температурном диапазоне от темп. окруж. среды до 2100°C.

	Labsys DTA	Setsys DTA	DTA96
Температурный диапазон	окр. ср. - 1000°C	-150° – 2400°C	окр. ср. - 2100°C
Максимальная длина образца, мм	10	20	50
Разрешение, нм	1.6	0.2	1.6
Диапазон измерений, мм	± 5	± 2	± 6
Шум RMS, нм	3.3	5	10
Удельный шум RMS ($\cdot 10^{-6}$)	0.33	0.25	0.2

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>

