

**TGA  
Instruments  
with  
Magnetic  
Suspension  
Balance**

**High  
Pressure**

**High  
Temperature**

**Corrosion  
Resistant**

# HIGH PRESSURE THERMOGRAVIMETRY | INTRODUCTION

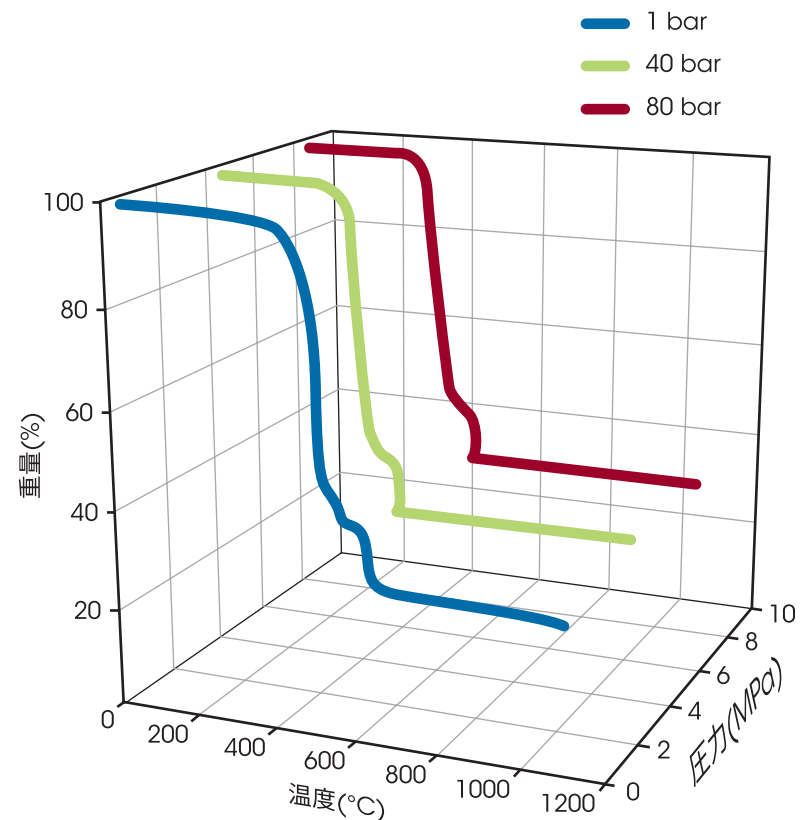
熱重量分析(TGA)は、温度の関数として材料の重量を測定する技術として確立され、頻繁に適用されています。TGA測定は、材料の安定性と分解速度に関する情報を提供し、多くの市販製品の寿命と安全性を向上させるのに役立ちます。しかし、多くの材料は、通常の使用において、高圧や反応性ガス雰囲気または蒸気存在などの極端な条件にさらされます。このような場合、標準的なTGAデータでは十分な情報が得られず、高圧TGAの方が優れたソリューションとなります。

## 熱重量分析に3次元を追加する

標準のTGA装置は、主に温度の関数として、材料の熱安定性と重量変化としての分解速度を測定します。加熱速度と - 場合によっては - 反応性雰囲気を変更して、質量変化に対する影響についての洞察を提供します。高圧TGAは熱重量分析に第三の次元を加えます：温度、加熱速度、雰囲気に加えて、材料の重量変化に対する圧力の影響を評価ができます。

TA インストルメントの高圧TGA装置は、アプリケーションに関連する条件で材料の熱安定性を評価できます。以下のような極端な条件でも正確な重量測定が可能です。：

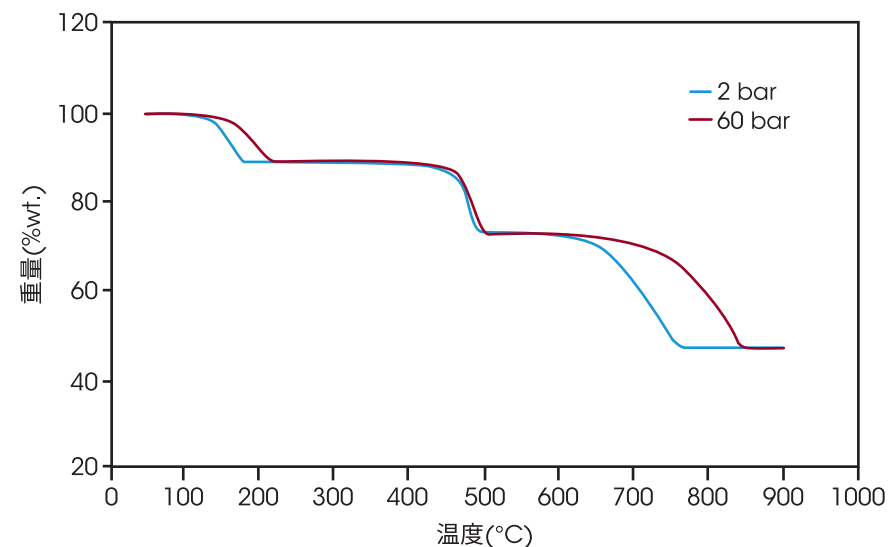
- 真空中
- 80 bar までの圧力
- 1700 °Cまでの温度
- 反応性ガス雰囲気
- 水蒸気反応性雰囲気



## 高圧が結果に影響を与えるTGA測定

シュウ酸カルシウム-水和物 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot (\text{H}_2\text{O})$ は、非常によく知られており、理解されている重量減少挙動を有する材料です。加熱すると3段階の重量変化で分解されます。このステップは、 $\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{CO}$ および $\text{CO}_2$ の損失によって引き起こされ、残留生成物として酸化カルシウム $\text{CaO}$ が生成されます。右の図では、2 barと60 barで測定した2つのシュウ酸カルシウム分解測定値が比較されています。各分解ステップにおける重量変化は同一であり予想される化学量論的变化と一致しています。しかし、ステップの分解温度は、高圧下では高温側にシフトしています。特に、ステップステップごとに圧力の影響は異なります。これはステップが異なる熱反応を表すため、驚くべきことではありません。しかし、低圧のTGAデータだけでは、圧力が分解温度および/またはキネティクスに与える影響を予測することは不可能です。

TGAデータに対する高圧の影響は、サンプルの解析特性に依存します。TAインストルメントの高圧TGAシステムは、圧力だけでなく、湿度や反応性ガス雰囲気を含むアプリケーションに関連した条件で解析データを提供することができます。



圧力によって分解温度や運動挙動が変化

60 barの圧力をかけたときのCa-OxalateシフトのTGAのステップ

The TA Instruments HIGH PRESSURE TGA  
are uniquely suited for challenging  
THERMOGRAVIMETRIC APPLICATIONS

# HIGH PRESSURE THERMOGRAVIMETRY | APPLICATIONS

高圧TGA装置は、現実的なアプリケーション条件下での熱重量測定実験を可能にします。このデータにより、より理解を深めることができます。

- 熱安定性、分解、寿命
- 腐食、酸化、還元
- 触媒の活性化と不活性化
- 高機能材料の溶解性と吸着プロセスは高圧下で対応
- 熱分解とガス化

## 熱安定性、分解、寿命

高性能ポリマーは、軽量で耐久性があり、耐食性に優れた材料です。これらの特性から、容器、反応器、配管、継手、シール、シーラント材として、化学工業、石油・ガス工業など、数え切れないほどの用途で使用されています。これらの用途では、高分子材料は高温高圧や反応性のある化学物質に定期的にさらされます。

材料の相溶性や安定性は、常圧テストでは評価できません。材料の従来のオートクレーブ圧力テストと比較される高圧熱重量測定ははるかに感度が高くなります。材料の適合性を決定することに加えて、圧力や反応性雰囲気分解速度に及ぼす影響も評価できます。TGAデータは、現実的なアプリケーション条件下でより短時間で測定でき、材料の挙動についてより多くの洞察を得ることができます。材料の寿命を理解し、予測することは、長くてコストのかかるオートクレーブテストよりもはるかに効率的です。

同様の寿命と安定性の実験は、他の材料にも適用することもできます。：困難な条件下で使用される金属、オイル、潤滑剤、またはその他の材料







## 触媒反応の最適化

触媒反応は商業的に非常に重要です。世界の化学品の90%以上は固体触媒を使って製造されています。高圧TGA装置では、現実的な作業条件で固体と気相の反応を調べることができます。触媒材料の活性化（例えば、還元による）および不活性化（酸化またはコーキングによる）は、HP-TGA中で測定可能な重量変化に関連しています。同時に、オンラインMSやFTIRなどを用いた進化したガス分析により、反応の収率や反応速度を監視できます。標準的な固定床反応器と比較して、高圧TGAの利点は、触媒材料のin-situ計量です。これは、反応条件の最適化や改良された触媒材料の開発に極めて有用です。

## 腐食・酸化・還元研究

航空機に使用される発電所やジェットエンジンの性能を向上させるためには、新しい金属合金が必要です。蒸気タービンやガスタービンの熱力学的効率は、その最高運転温度に直接関係しています。改良のポイントは、建築材料として使用できる耐腐食性、耐酸化性、耐還元性のある金属合金です。新しい金属合金のテストと最適化のための高温腐食研究は、HP TGA装置で実行できます。酸化的または還元的な腐食は、常に金属の重量変化と関連しています。TA Instrumentsの高圧TGA装置では、高温で現実的な環境で長い時間間隔で測定できます。



## 熱分解とガス化

ガス化は、10~40 barの圧力範囲で最もエネルギー効率が高い固体炭素質燃料から合成ガスを生成するための技術的プロセスです。高圧TGA装置は、ガス化プロセスの研究と最適化、ガス化用固体燃料としてのさまざまな材料のテストと比較に最適なツールです。固体材料は熱分解され、蒸気や二酸化炭素などのガス化剤と反応します。熱分解とガス化は、TA InstrumentsのHP-TGAシステムの助けを借りてのみ最適化できる圧力下での反応性雰囲気を持つ技術的なプロセスの追加の例です。

# HIGH PRESSURE THERMOGRAVIMETRY | MAGNETIC SUSPENSION BALANCE

## 独自の磁気サスペンションバランス技術

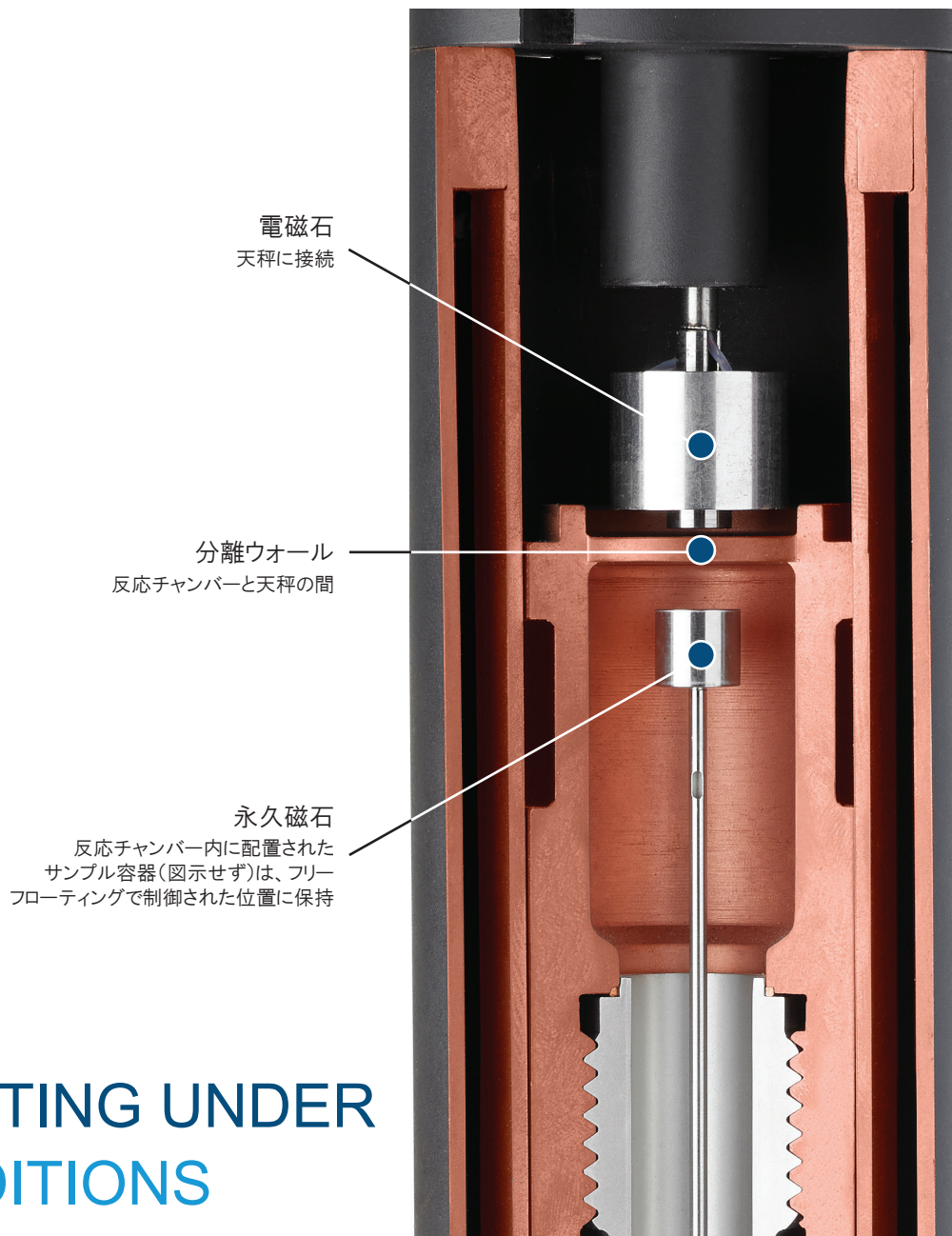
TA インストルメントの装置すべてに特許取得済みの磁気サスペンション天秤 (MSB) が採用されており、外部マイクロ天秤を使用して密閉型反応セル内のサンプルを計量します。これは、サンプルセル壁面を介して重量を伝達する磁気サスペンションカップリングによって実現しています。MSBは元々、現在のTAインストルメントの一部であるRubotherm社が開発・製品化したものです。

MSBは、反応性雰囲気の高圧高圧下で外部天秤とサンプルを完全に分離します。耐圧・耐熱反応チャンバー内に配置されたサンプルの重量は、磁気カップリングにより反応器の外側の天秤に非接触で伝達されます。

この技術を用いることで、反応チャンバー内のサンプルに反応性ガス雰囲気、高圧、高温などの極端な条件を外部バランスに影響を与えることなく適用することが可能となります。磁気サスペンション天秤は市販されているため、多くの研究分野で幅広い特殊用途に使用されています。MSBのアプリケーションには、多孔質材料のガス吸着分析やポリマー中のガス溶解度分析、真空や高圧、反応性雰囲気での熱重量測定などがあります。

そのため、高圧、真空、反応性ガス雰囲気、さらには蒸気を含む分析条件に特化したTGA装置を設計するためには、MSBは最適な分析技術です。すべてのTAインストルメント社製高圧TGA装置には、磁気サスペンション天秤が搭載されています。

磁気サスペンション天秤 - 過酷な条件下での計量に最適なツール



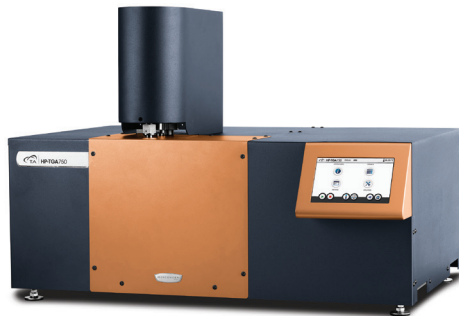
## THERMOGRAVIMETRIC TESTING UNDER REAL PROCESS CONDITIONS

\* 欧州特許番号: 1958323、米国特許番号: 2009/0, 160.279 A1, German Patent: DE 10 2009 009 204 B3

## Discovery HP-TGA RubothermSeries DynTHERM TGA

### あらゆるアプリケーションに適した高圧TGA

2種類の磁気サスペンション天秤を提供できるのは、TAインスツルメントだけです。Discovery HP-TGA に搭載された独自の新しい Discovery HP-TGA磁気浮上型天秤は、標準TGAのデザインと使いやすさに加えて、非常に広い仕様範囲を独自に組み合わせています。従来のRubothermシリーズMSBは、30年以上にわたって多くの研究分野、特に重量吸脱着分析や高圧TGAの分野で成功を収めてきました。堅牢、現場で実証済みの設計、大容量サンプルとモジュラーセットアップにより、DynTHERM TGAはカスタマイズされたソリューションを必要とするアプリケーションの第一選択肢となります。



### Discovery HP-TGA 75 / 750 / 7500

#### HP-TGAが業界初の卓上型高圧TGAシステムを発表

Discovery HP-TGAシリーズの装置は、高圧TGAの技術を新しいレベルへ進化させます。装置の中心となるのは、特許取得済みの全く新しい磁気浮上型天秤です。0.1  $\mu$ gを超える高い天秤分解能と組み合わせて、加圧反応器の容積の小型化が可能です。

Discovery HP-TGAは、市場で唯一のベンチトップ型高圧TGA装置です。最大温度1100 °C、最高圧力80 barという驚異的な仕様でありながら、TRIOSソフトウェアとタッチスクリーンディスプレイで制御されるTAインスツルメント Discovery TGA装置と同様に操作が簡単です。

ベンチトップ型TGA装置を使用したルーチン分析では、初めて高度な高圧データ取得が可能になりました。



### Rubotherm Series DynTHERM TGA

#### モジュール式の研究用グレード高圧TGA -

#### 最も要求の厳しいアプリケーション向けの優れた仕様

DynTHERM TGAは、従来の磁気サスペンション天秤を特徴とする高度な重量測定装置です。材料の重量変化は、様々なガス、蒸気、水蒸気、高圧下で、最高1700 °Cまでの温度と最高50 barまでの温度依存性の最高圧力で測定できます。

高い計量能力と大きなサンプル容量を備えた、DynTHERM TGAは不均一な材料または完全なアセンブリの代表的なサンプルやの測定に理想的です。

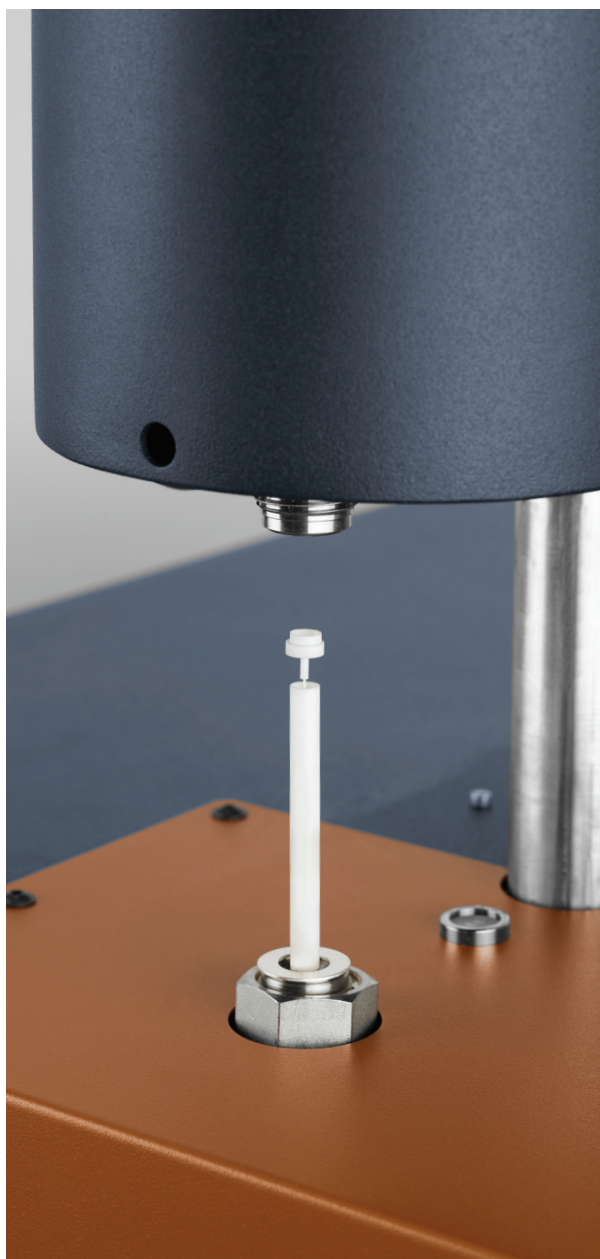
DynTHERM TGAは、従来のRubotherm MSB技術を使用してカスタマイズされた分析装置を必要とする、非常に困難なアプリケーション向けのハイエンドの研究機器です。



# KEY FEATURES | HP-TGA & DYN THERM



|                   | Discovery HP-TGA | DynTHERM TGA                      |
|-------------------|------------------|-----------------------------------|
| 温度範囲              | RT – 1100 °C     | RT – 1700 °C                      |
| 圧力範囲              | 真空 – 80 bar      | 真空 – 50 bar<br>(温度依存性)            |
| 最大昇温/冷却速度         | 200 K / min      | LP: 100 K / min<br>HP: 20 K / min |
| 試料質量/計量範囲         | 500 mg / 500 mg  | 25 g / 20 g                       |
| サンプルクルーシブル体積      | 90 µl            | 635 µl                            |
| 最大サンプル寸法<br>(直置き) | N/A              | H = 25 mm<br>W = 20 mm            |
| 最大混合ガス数           | 3                | 5                                 |
| 蒸気発生器とドーピング       | はい               | はい                                |



Discovery HP-TGAは、DynTHERM TGAの標準的なセラミック容器を備えた新しいトップローディングMSBを特徴としています。(左図) 右側のDynTHERM TGAは、従来のRubotherm MSBで大容量の容器を備えています。



# HIGH PRESSURE THERMOGRAVIMETRY | DISCOVERY HP-TGA

## Discovery HP-TGA 75 / 750 / 7500

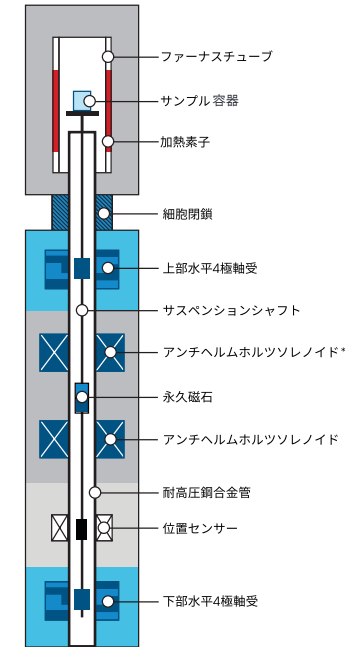
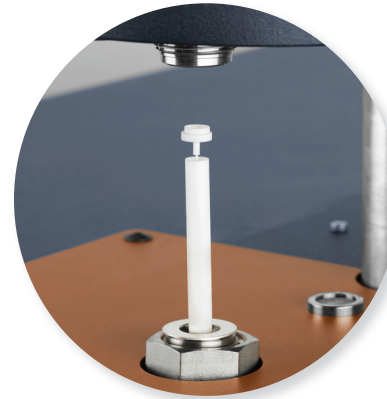
すべてのDiscovery HP-TGAの主要部には、磁気浮上型天秤が搭載されています。高圧・高温で作動できる高感度でコンパクトな天秤を実現するために、複数の特許技術が組み合わされています。

### 磁力浮上型天秤

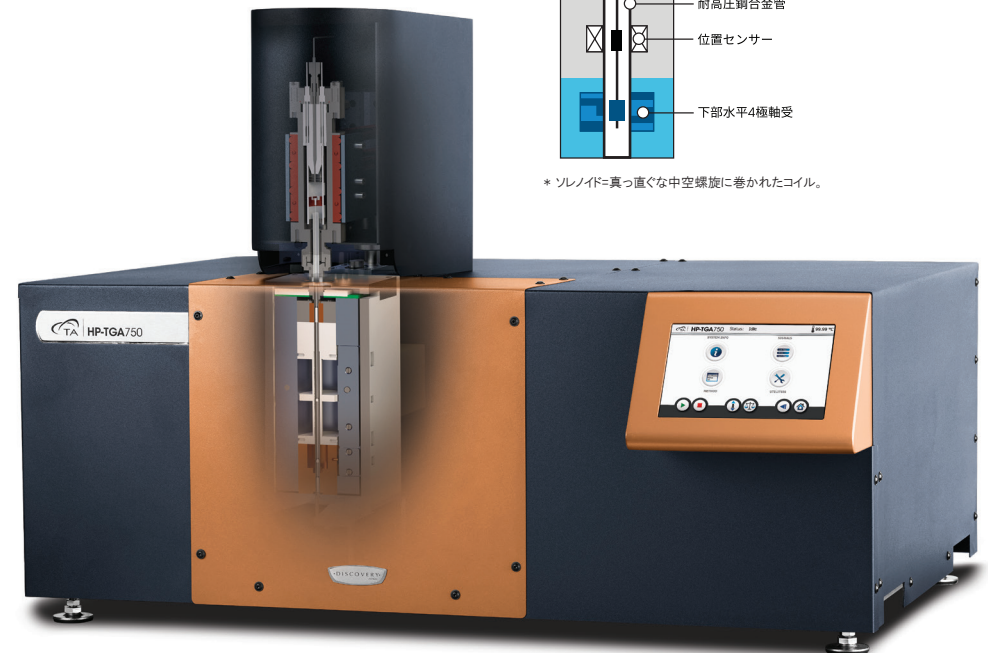
このユニークなトップローディング磁気浮上型天秤では、サンプル容器がセラミック製のサスペンションシャフトの上部に配置されています。サスペンションシャフトは永久磁石を備え小径耐圧スチールチューブ内に配置されています。浮上は、サンプル、クルーシブル、サスペンションシャフトの総重量と、永久磁石の磁気吸引力と、スチールチューブの外側に配置された反ヘルムホルツコイルの配列によって生成された磁場との間の平衡状態で達成されます。この洗練されたセットアップでは、これらのコイルに印加される電流は、サスペンションシャフトとサンプルの重量に直接比例しており、重量シグナルとしてキャリブレーションできます。

サスペンションシャフトの垂直位置はLVDT位置センサーで制御されており、サンプルの重量が変化すると、それに応じて電磁コイルの電流が調整されます。サスペンションシャフトの安定化は、上端と下端の2つの四重極軸受によって実現されています。電子部品、コイル、LVDT位置センサー、四重極軸受はすべてスチールチューブの外側に配置され、加圧された反応性雰囲気から分離され、一定の温度に保たれています。この新しい磁気浮上型天秤は非常に精密で、長期的な重量安定性に優れています。

新しい設計の主な利点は、MSB技術の小型化が可能なことです：初のベンチトップ型高圧TGAは、完全なガス・蒸気ドーピングと圧力制御を含めて利用可能です。このようにして、HP-TGAは、TRIOSソフトウェアの洗練された機能を利用して、ようやくルーチンのサンプルテストに利用できるようになりました。



\* ソレノイド=真っ直ぐな中空螺旋に巻かれたコイル。



**TOP LOADING MAGNETIC LEVITATION BALANCE** for highest weighing  
**RESOLUTION,PRECISION** and **STABILITY** in high pressure TGA



## 動的高圧反応ファーマス

あらゆる圧力とガス流条件下で最も正確で応答性のある温度制御を実現する、革新的な高圧反応ファーマスです

Discovery HP-TGA ファーマスは、堅牢な耐腐食性セラミックチューブに内蔵された発熱体が特徴で、1100 °Cまでのサンプル温度制御が可能です。コンパクトで低質量の設計により、このファーマスは最大 200 K / minの加熱/冷却速度を実現します。サンプル温度は、サンプルに直接隣接するヒーターチューブ内の熱電対によって測定されます。主な特徴は、あらゆる反応ガスですべての圧力と温度で実行できるキュリー点温度キャリブレーションで、高圧TGA装置で利用できる最も正確な温度制御を実現します。

耐圧天秤チューズとファーマスの低容積化は、精密な制御と反応ガス雰囲気の高速交換のために極めて重要であり、高圧での安全な操作のためのシステムの利点を提供します。

耐食性発熱体



**ADVANCED FURNACE DESIGN**  
for optimal **TEMPERATURE**  
and **PRESSURE** control



# HIGH PRESSURE THERMOGRAVIMETRY | DISCOVER HP-TGA

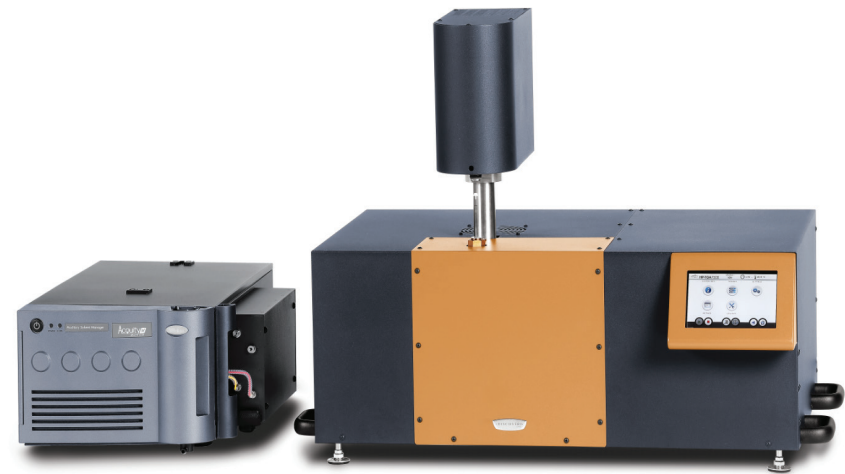
## 圧力制御を備えた、統合型ガス・蒸気ドージング・ブレンドシステム

高圧TGAでは、ガスの流れや圧力制御の信頼性や精度がデータの品質を左右する最も重要な要素となります。Discovery HP-TGAのすべてのモデルは、最高のデータ品質を保証する圧力制御を備えた統合型ガスドージング・ブレンドシステムを搭載しており、幅広いアプリケーションに柔軟に対応しています。圧力は、200 m~80 barの範囲で制御されるか、または最終的な真空まで完全に排気されます。Discovery HP-TGA装置のすべての構成は、天秤パージ用の不活性ガスに接続されたマスフローコントローラーを搭載しています。

Discovery HP-TGA 75は、単一の反応性ガスマスフローコントローラーおよび3つのガス接続部を備えています。連結された3つの反応性ガスから、1つの反応ガスを選択できます。測定中、ソフトウェアで反応性ガスを切り替えることができます。

Discovery HP-TGA 750は、3つの反応性ガス接続部と3つの独立した反応性ガスマスフローコントローラーを備え、反応性ガスを純粋なガスまたは最大3つのガスブレンドにすることができます。

Discovery HP-TGA 7500には蒸気発生器が追加で装備されています。正確なHPLCポンプが、液体の水が、蒸気が生成される蒸発器に流れ込むのを制御します。蒸気は、反応性ガスまたは反応性ガスマスフローコントローラーからのガスブレンドと混合されます。接続部の結露防止ヒーターにより、不要な凝結なしに、蒸気の高い濃度を高圧で測定できます。



TGA analysis under **CONTROLLED PROCESS ATMOSPHERES**  
with integrated **GAS AND STEAM DOSING SYSTEMS**  
and **PRESSURE CONTROLLER**

# HIGH PRESSURE THERMOGRAVIMETRY| “APP” STYLE TOUCHSCREEN

## 指先のタップひとつで実現できる優れたHP-TGAパフォーマンス

HP-TGA 装置は、最新のOne-Touch-Away™の「アプリ形式」のタッチスクリーンを備えており、指先のタップひとつで装置の主な機能を実行でき、利便性ははるかに改善されています。

### タッチスクリーンの特長とメリット:

- 見やすく、使いやすい人間工学に基づいた設計
- 操作の簡易化およびユーザーの使用感を向上させる機能を装備

アプリ形式のタッチスクリーンには以下のものがあります。

- スタート/ストップの実行
- リアルタイムシグナル
- アクティブメソッドビュー
- キュリー点温度キャリブレーション
- システム情報
- テストおよび計器の状態
- リアルタイムなプロット
- 高度なメソッドセグメント
- サンプルのロード/アンロード



One  
Touch  
Away™

IT'S NEVER BEEN EASIER TO GET  
GREAT HIGH PRESSURE DATA!

# TECHNOLOGY | TRIOS SOFTWARES

TRIOSソフトウェアは、装置の制御、データ分析、熱分析、レオロジーのためのレポート作成を組み合わせたパッケージで優れたユーザーエクスペリエンスを提供します。複数のキャリブレーションセット、リアルタイムのテスト方法の編集、ラボ間のデータおよびテスト方法の共有などの新しい機能が優れた柔軟性を提供する一方、ワンクリック分析およびカスタムレポートが生産性を新しいレベルへと引き上げます。



## TRIOSの特徴：

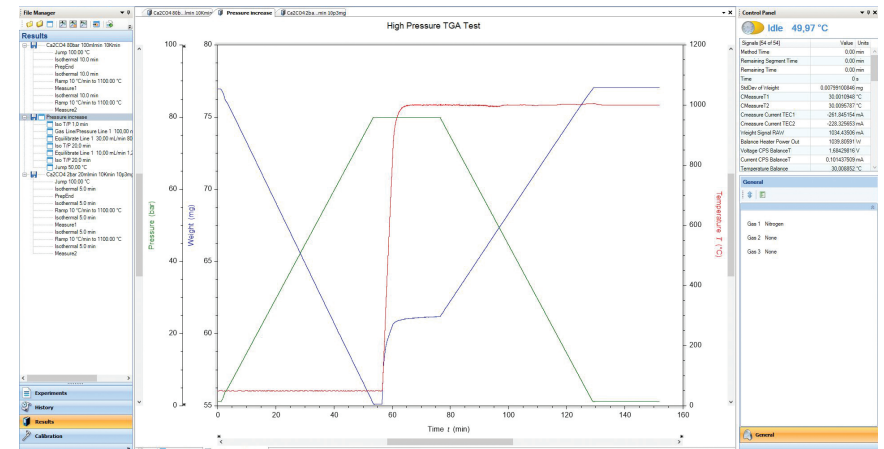
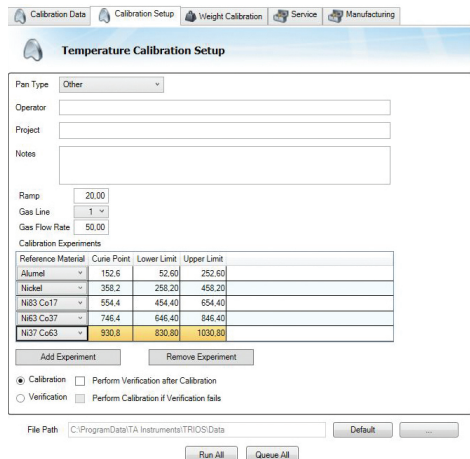
- 単一のPCとソフトウェアパッケージにより、複数の装置を制御
- DSC、TGA、DMA、SDT、レオメーターなどの技術をまたがった、データ結果のオーバーレイや比較を実現
- 生産性を高めるワンクリックの繰り返し解析
- 実験の詳細、データプロットと表、解析結果が記載されたカスタムレポートの自動生成
- プレーンテキスト、CSV、XML、Excel®、Word®、PowerPoint®、画像形式にデータをエクスポート
- 監査証跡とデータ保全性のための電子署名が付いたオプションのTRIOS Guardian

## 使いやすさ

TRIOSソフトウェアにより、熱重量分析装置の全ラインの較正および操作を容易に行うことができます。ユーザーは、様々な実験条件(異なる圧力またはガスの種類など)下でキュリー点温度較正データセットを容易に生成できます。こうしたデータセットは、サンプル試験に使用される実験条件に適合するように自動的に適用されます。リアルタイム信号および実験の進捗状況は、実験方法をオンザフライで変更する機能によって表示されます。TRIOSソフトウェアは、業界最高レベルの柔軟性を提供します。

## 完全なデータ記録

高度なデータ収集システムが関連するすべての信号、有効な較正、システム設定を自動で保存します。この包括的な情報は、手法開発、手順展開、データ確認に欠かせない要素です。





# The Most **VERSATILE CONTROL** and **ANALYSIS SOFTWARE!**

## 完全なデータ解析機能

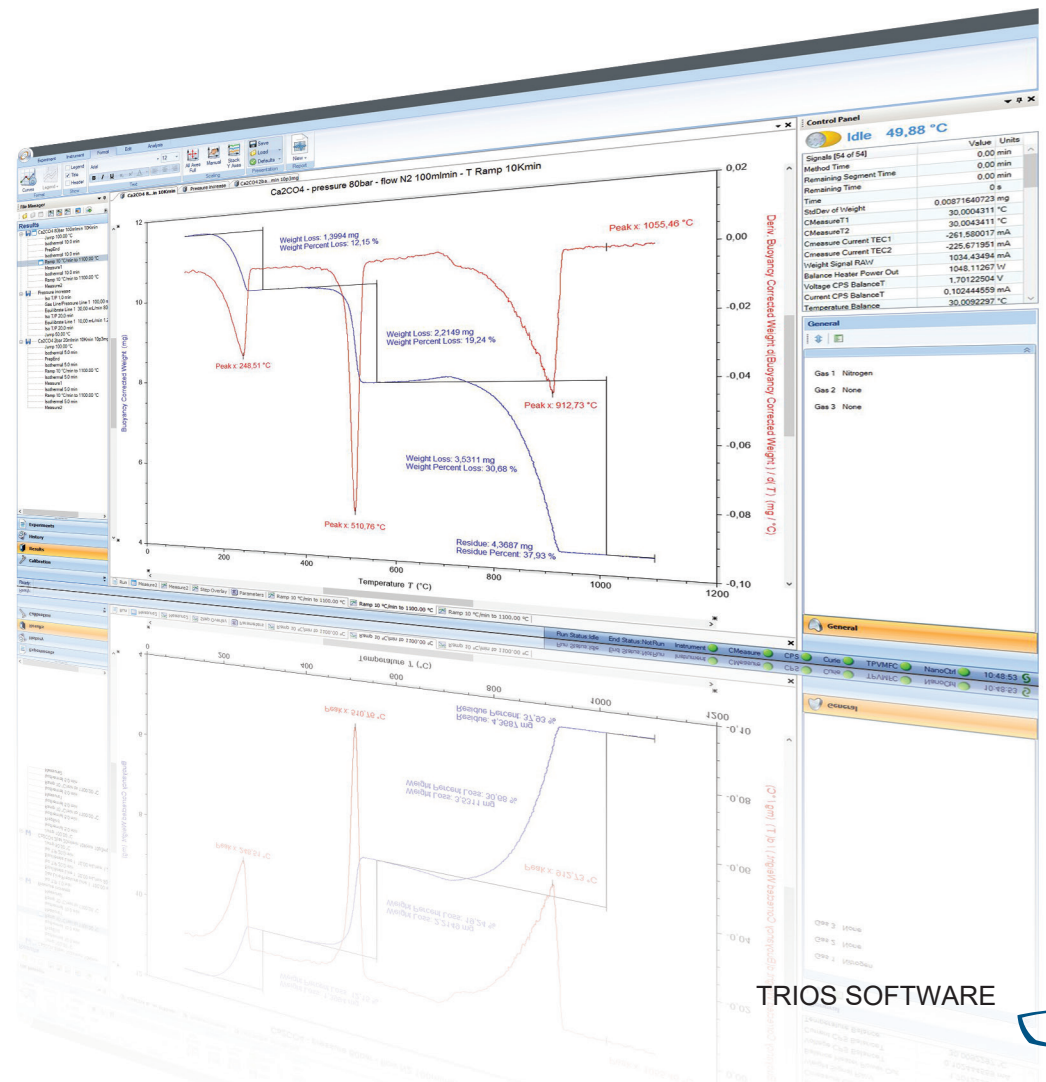
実験中でも実施できるリアルタイムのデータ解析のための、包括的な関連ツールを利用できます。TRIOSにシームレスに統合された優れた汎用性の高い機能によって、材料の挙動を実践的に把握できます。

### すべての標準的なTGA解析:

- 重量変化(絶対値およびパーセント)
- 残留含有量
- 一次導関数と二次導関数
- 指定された時間または温度の重量
- 指定された時間または温度の重量減少
- ピーク高さと領域
- ピーク最高温度
- 開始点・終了点分析
- ステップ転移解析
- TRIOSによるTGAデータの容易なインポートとエクスポート

### 高度な分析機能:

- 分析速度
- ユーザー指定の変数とモデルによる、高度なカスタム解析



# HIGH PRESSURE THERMOGRAVIMETRY | DYN THERM TGA

## Rubotherm Series DynTHERM TGA

Rubothermシリーズの装置すべてに特許取得済みの磁力サスペンション天秤(MSB)が採用されており、外部マイクロ天秤を使用して密閉型反応セル内のサンプルを計量します。これは、サンプルセル壁面を介して重量を伝達する磁力サスペンションカップリングによって実現しています。

この設計では、上側の内部サスペンションシャフトの上にサスペンション用の永久磁石が取り付けられています。下側の内部サスペンションシャフトはサンプル材料を保持している容器に接続されています。上下のサスペンションシャフトの間には、ロードカップリング機構があります。上下シャフトとサンプル容器は、サンプルセル内に封入されています。

外部の電磁石を制御して内部の永久磁石を引き寄せます。これによって内部のサスペンション磁石が持ち上げられ、ロードカップリングがかみ合い、その結果、サンプル容器持ち上げられます。電磁石制御装置はシステムが一定の高さの測定点に到達するまで引力を印加し続けます。

セル内のサンプルの重量は、電磁石が接続された外部マイクロ天秤を使用して高い解像度と精度を実現しながら測定されます。



**FIELD PROVEN MAGNETIC SUSPENSION  
BALANCE** provides **LARGE SAMPLE**  
weighing for high pressure TGA  
**IN CHALLENGING ATMOSPHERES**

# UNRIVALED LONG-TERM MEASUREMENT ACCURACY

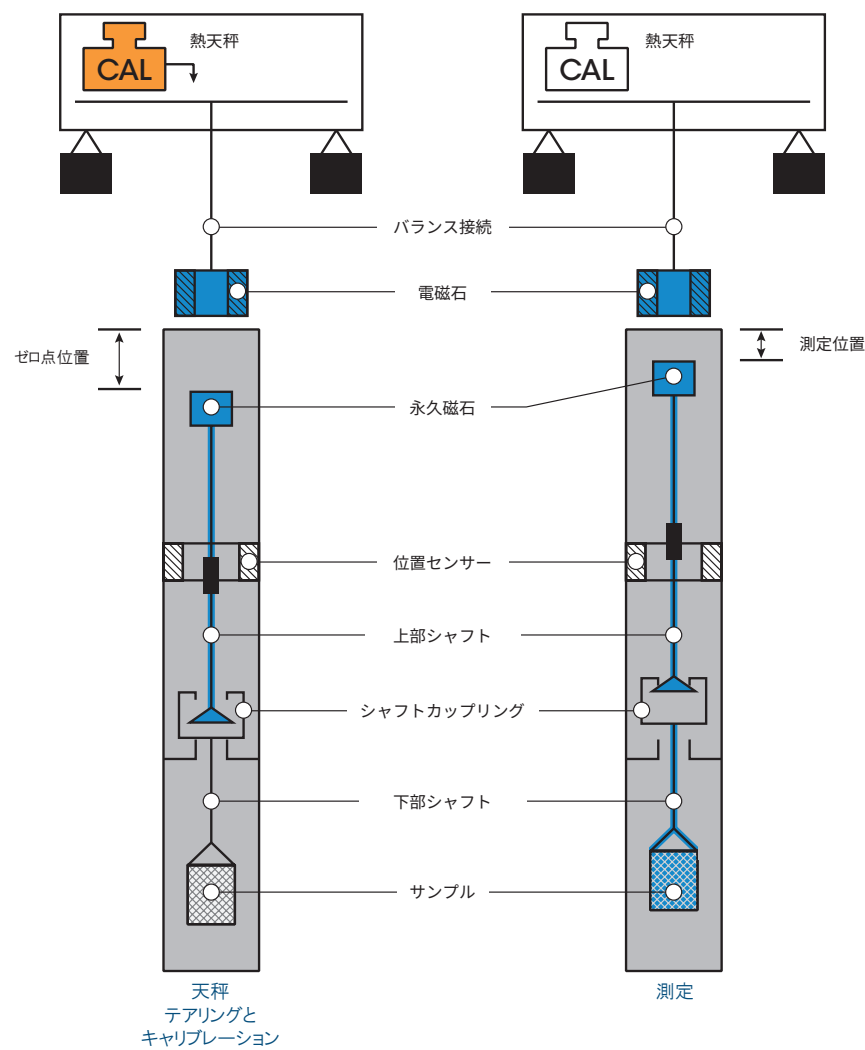
## 自動サンプル分断機能 (ASD)

重量分析実験開始時には、天秤が自動的に風袋引きされ、重量測定に備えてキャリブレーションが行われ、「ゼロ点」が決定されます。このゼロ点はその後すべての測定に使用される値です。しかしながら、実験期間には数時間から数週間のばらつきがあるため、長期間にわたって小さな重量変化を測定する場合ゼロ点のドリフトが生じることで正確に測定を行えない可能性があります。ドリフトは通常、実験室の温度や気圧、湿度の変動など外部要因によって発生します。

従来は信号精度を向上させるため、空のるつぼでベースライン測定を実行し、サンプル測定実行時にその結果を差し引いていました。この方法は実験時間が2倍になるうえ、2つの実験結果が必ずしも全く同一になるとは限らないため本質的に欠陥を抱えています。特許取得済みのMSB技術を持つTAのDynTHERM TGAはリアルタイムでのドリフト補正機能を備えた独自の自動サンプルデカップリング(ASD)機能を提供し、特に長期間における測定においてかつてないレベルでの重量精度の向上を実現しています。

## ASDの動作原理：

右の図で示すように、MSBの設計にはシャフトロードカップリングが含まれています。電磁石にエネルギーが印加されると、上側シャフトに接続された永久磁石が電磁石に引き寄せられます。上側シャフトが上昇し、カップリングを係合させ、容器が測定点まで引き上げられると重量測定が行われます。実験中はいつでも永久サスペンション磁石を下方方向に移動してサンプル容器から切り離すことができます。この下側への移動中、シャフトロードカップリングは支持部上に静止状態に置かれます。サスペンション磁石は浮遊状態のまま、その重量のみを天秤に伝達します。無負荷状態の天秤に対応する新しいゼロ点位置に移動することで、サンプルセル内がプロセス条件（圧力、温度）下であっても、測定中に風袋引きやキャリブレーションを実施できます。測定中にソフトウェアによって天秤の自動キャリブレーションを行うこのような独特の機能は、TAインストルメントDynTHERM TGA の独自の機能です。





# HIGH PRESSURE THERMOGRAVIMETRY | DYNATHERM TGA

## ガス＆蒸気ドージング、ブレンド、圧力制御システム

TGAの測定精度は、圧力制御の精度や反応雰囲気組成によって決まります。

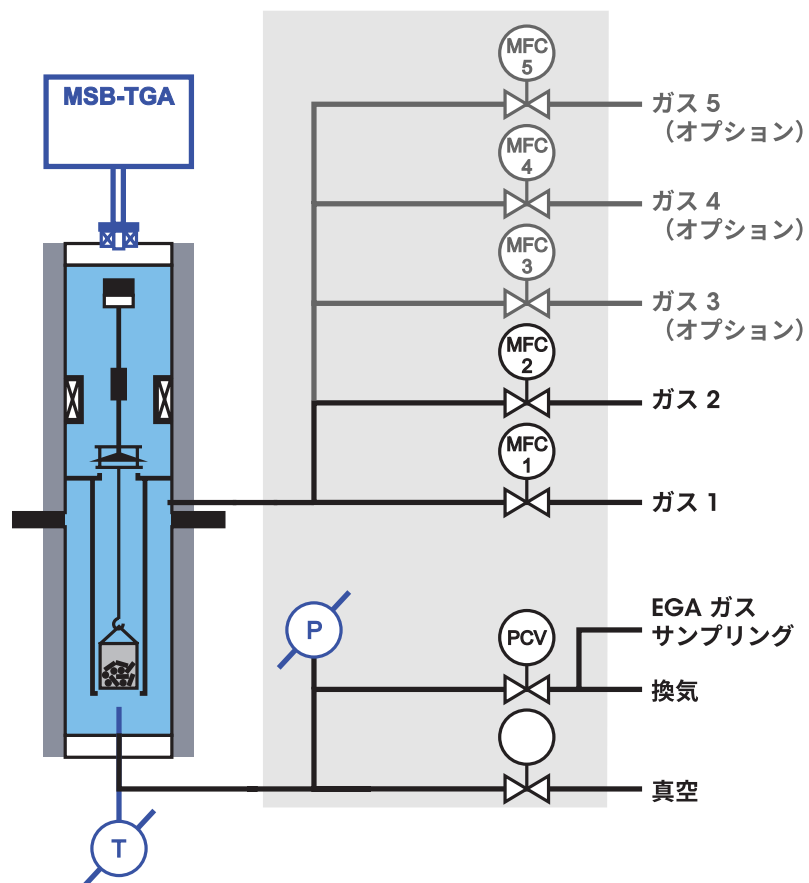
DynTHERM TGAは最高のデータ品質を保証する圧力コントローラーを備えた高度なガス＆蒸気ドージング・ブレンドシステムを搭載しており、幅広いアプリケーションに柔軟に対応しています。これらのシステムは純粋な反応ガス、ガス混合物、または制御された組成を持つガス・蒸気混合物をTGAのサンプル反応セルに連続的に流し込みます。排気部の動的背圧コントローラーにより、最高の安定性と精度で圧力を維持します。

各ドージングシステムには純ガスのドージングやガス混合物のブレンド、TGA反応器へのドージングを行う2つのマスフローコントローラー(MFC 1、MFC 2)、高精度圧力センサー(P)、PIDコントローラー、反応器出口気流内の圧力制御バルブ(PCV)、発生ガス分析(EGA)用のガスサンプリング連結部が含まれます。マスフローコントローラー付きのガスラインを必要に応じて追加することができます。

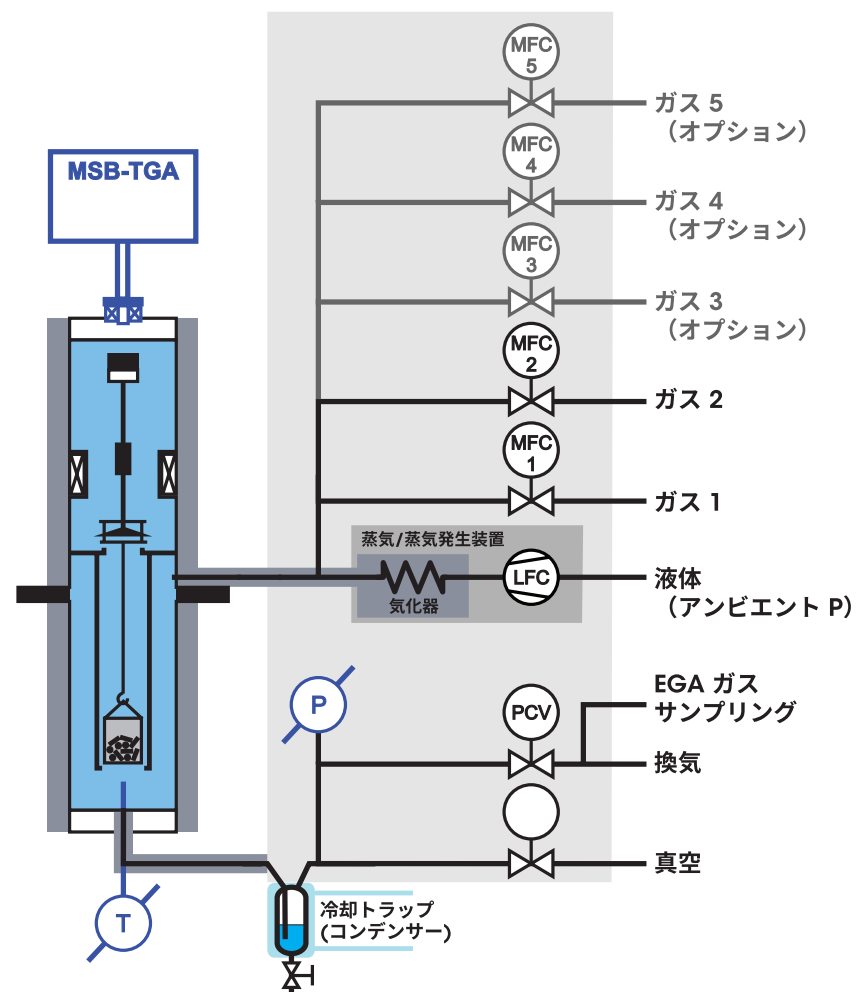
ガス・蒸気(水蒸気)ドージングシステムには、水蒸気生成用の気化器に液体を制御注入するための液体圧縮および流量制御ポンプ(LFC)からなる蒸気/水蒸気生成機能が追加装備されています。その後、水蒸気はMFCからの気流と混合され、加熱された移送ラインを通してTGA反応器に流れ込みます。



ガスドージングシステム  
圧力コントローラ付き



ガス・蒸気ドージングシステム  
圧力コントローラ付き



# HIGH PRESSURE THERMOGRAVIMETRY | DYNATHERM TGA

## 高圧ファーンラス反応器

DynTHERM TGA装置には、あらゆる圧力条件下や気流条件下で正確な温度制御を実現する電気ヒーター付きの低圧または高圧のサンプルセルが搭載されています。

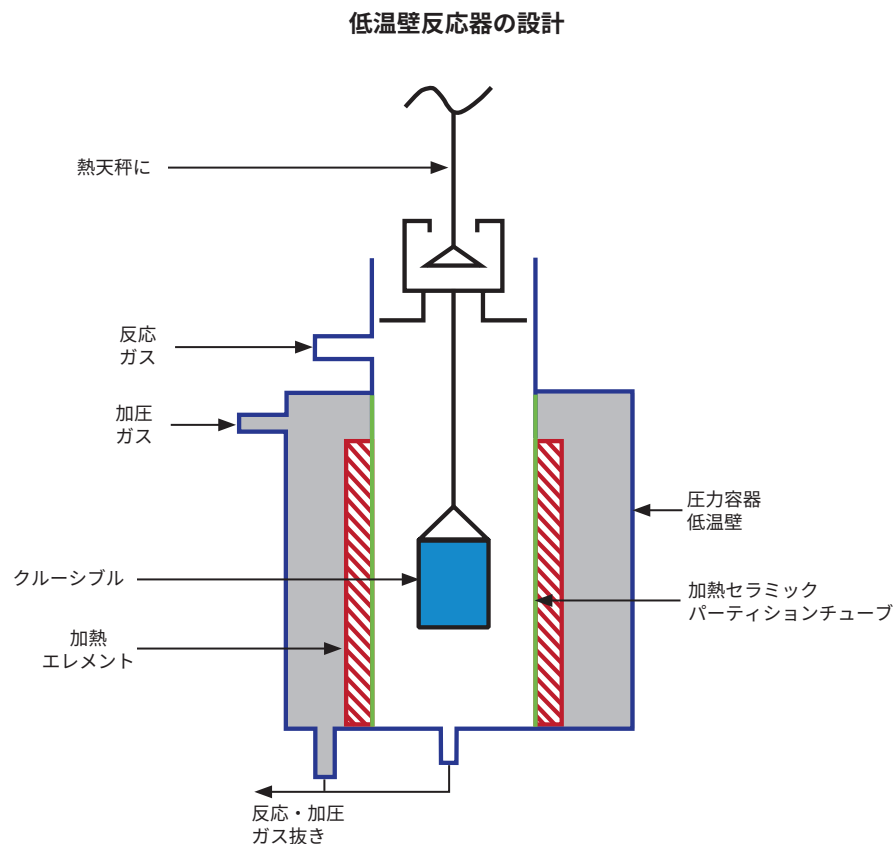
## 低温壁反応器の設計

圧力容器への電気ヒーターの導入、つまり低温壁反応器をセットアップすることで高温域での耐腐食性セラミック材料のみを使用できます。低温壁ヒーターは、最高温度1700 °C\*および最大圧力50 bar\*の範囲で非常に腐食性の高い反応性雰囲気を使用して利用できます。

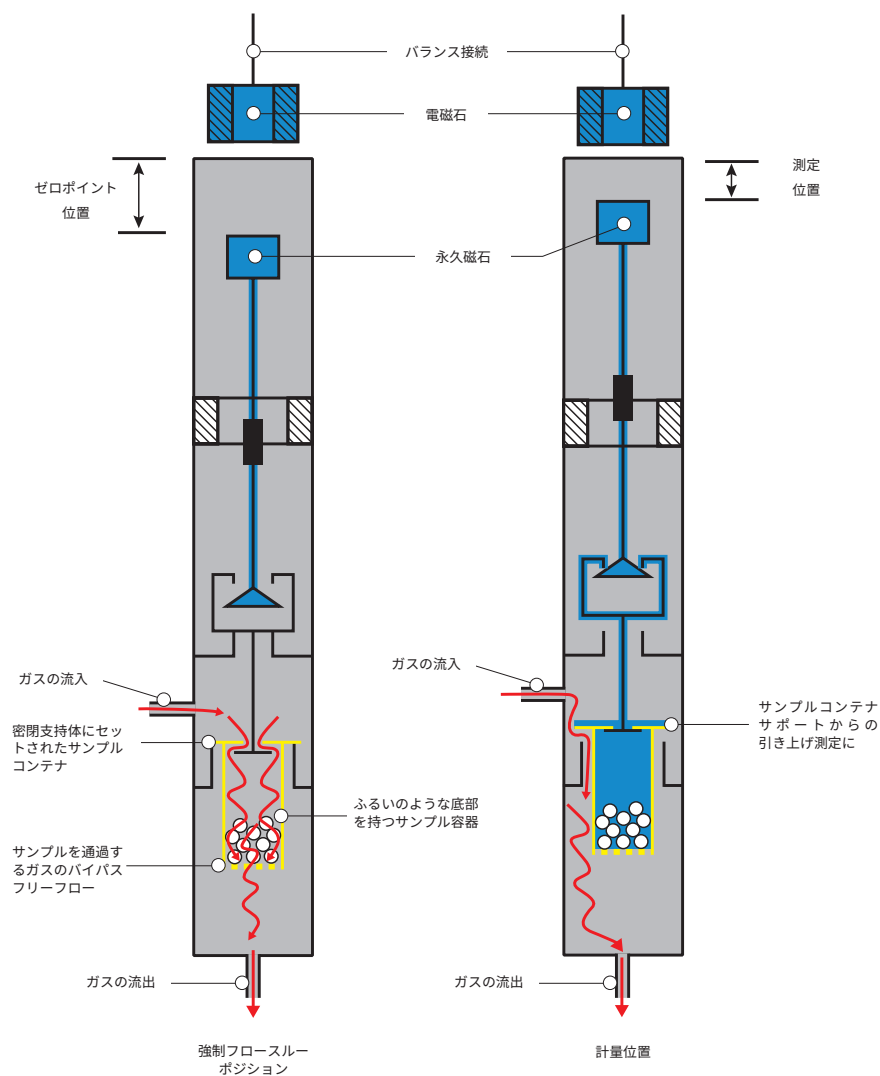
## 温度制御

サンプル温度は、反応ガス中のサンプルに直接隣接する熱電対によって測定されます。ファーンラス温度や反応器内の他の部分の温度は追加の熱電対によって測定されます。高速なPID温度コントローラーにより、あらゆる動作条件下で高精度な温度制御を実現します。

\* 仕様は機種により異なります。







## バルク材料ベッドを通じた強制ガスフロー

DynTHERM TGAは、サンプル材料を通る反応ガスの強制フローを必要とするアプリケーション向けに独自の強制ガスフローオプションを備えています。このバルク反応炉内の実際の材料処理条件を模倣できる機能は、左の概略図に示しています。

強制ガスフロー測定を実施するには、サンプルを「ふるい状の」底部と中央に開口部のあるフランジ付の蓋を持つ容器内に配置します。天秤がゼロ点の位置にあるときは、サンプル容器のフランジはバイパスのない支持体の上に静止位置にあります。サンプル容器が天秤から切り離され、反応ガスはコンテナ上部の開口部からコンテナの中へ強制的に流し込まれ、サンプルを通過してから最終的に「ふるい状」の底部から排出されます。

MSBを測定位置に引き上げ、サンプル容器を支持体から持ち上げることで、サンプルを所定の時間間隔で計量します。重量測定が完了すると、サンプルコンテナは再度処理を開始するために定位置に戻ります。



# HIGH PRESSURE THERMOGRAVIMETRY | SPECIFICATIONS

| 製品ライン            | モデル                              | 最大サンプル<br>温度 | 最大圧力    | 重量分解能  | 重量範囲・<br>サンプル質量 | 反応性雰囲気                                                       |
|------------------|----------------------------------|--------------|---------|--------|-----------------|--------------------------------------------------------------|
| Discovery HP-TGA | 75                               | 1100 °C      | 80 bar  | 0.1 µg | 500 mg / 500 mg | 純ガス<br>(3つのうち1つを選択して切り替える)                                   |
|                  | 750                              | 1100 °C      | 80 bar  | 0.1 µg | 500 mg / 500 mg | 純ガス/ガスブレンド<br>(3種のガス)                                        |
|                  | 7500                             | 1100 °C      | 80 bar  | 0.1 µg | 500 mg / 500 mg | 純ガスおよびガスブレンド、ガスと蒸気のブレンド<br>(3種のガス、1種の蒸気)                     |
| DynTHERM TGA     | 1100-1, LP-G<br>1100-1, LP-G+V   | 1100 °C      | 1 bar   | 10 µg  | 20 g / 25 g     | 純ガスおよびガスブレンド(5種のガス)<br>純ガス&ガスブレンド&ガスと蒸気のブレンド<br>(最大5種のガスと蒸気) |
|                  | 1700-1, LP-G<br>1700-1, LP-G+V   | 1700 °C      | 1 bar   | 10 µg  | 20 g / 25 g     | 純ガスおよびガスブレンド(5種のガス)<br>純ガス&ガスブレンド&ガスと蒸気のブレンド<br>(最大5種のガスと蒸気) |
|                  | 1100-50, HP-G<br>1100-50, HP-G+V | 1100 °C      | 50 bar* | 10 µg  | 20 g / 25 g     | 純ガスおよびガスブレンド(5種のガス)<br>純ガス&ガスブレンド&ガスと蒸気のブレンド<br>(5種のガスと蒸気)   |
|                  | 1500-50, HP-G<br>1500-50, HP-G+V | 1500 °C      | 50 bar* | 10 µg  | 20 g / 25 g     | 純ガスおよびガスブレンド(5種のガス)<br>純ガス&ガスブレンド&ガスと蒸気のブレンド<br>(5種のガスと蒸気)   |

\*最大圧力は温度に依存する

Broadest range of **HP-TGA MODELS** with the  
**RIGHT SPECIFICATIONS** for **EACH APPLICATION**

# DISCOVERY SERIES II QUADRUPOLE MASS SPECTROMETER

Discovery Series II Quadrupole Mass Spectrometerは、ベンチトップ型四重極質量分析計で、熱重量分析実験中にすべてのガス発生化学分析用に設計されています。この質量分析計はMKS Instrumentsにより、TAインストルメントとの熱重量分析装置とのインターフェースを確保できるよう設計されていて、これによりシームレスなハードウェアとソフトウェアの統合を実現しています。

分析計には、加熱ステンレススチールキャピラリーがあり、これによりTGAからMSへガス製品を効率よく移送します。クローズド型イオン源、トリプルマスフィルター、およびデュアル（ファラデーおよび二次電子増倍管）検出器システムを含む、最先端四重極検出システムにより、1～300 amuの質量範囲（ガスにより異なる）に対して10億分の1 (ppb) の感度が保証されています。この分析計構成は、感度および長期的に安定した性能を最適化するために選択されています。実験パラメータの制御および質量スペクトルデータの分析は、レシピを用いた使いやすいWindows®ソフトウェアインターフェースで行うことができます。データ収集はTGAソフトウェアから直接トリガーでき、結果のMSデータ（トレンドスキャン）は対応するTGA結果と組み合わせて、直接オーバーレイを行うことができます。



| パラメータ      | 性能                     |
|------------|------------------------|
| 質量範囲       | 1～300                  |
| 質量分解能      | >0.5 amu               |
| 感度         | < 100 ppb (気体によって異なる)  |
| イオン源       | 電子イオン化                 |
| 検出器システム    | デュアル (ファラデーおよび二次電子増倍管) |
| サンプル圧力     | 1 atm (公称)             |
| データ収集モード   | 棒グラフおよびピークジャンプ         |
| トランスファーライン | 2m、柔軟性あり               |
| フィラメント     | デュアル、ユーザー交換可能          |
| キャピラリー     | ステンレススチール、交換可能         |
| キャピラリー寸法   | I.D. = 0.22mm          |
| 入力         | TGAトリガー制御のデータ収集        |

# MATERIAL CHARACTERIZATION | APPLICATIONS

## ポリマー

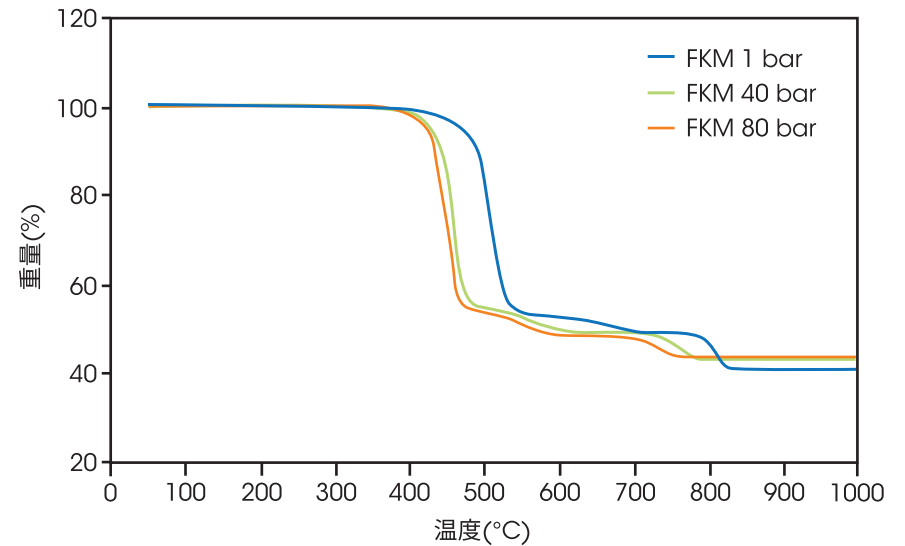
ポリマー製品は、射出成形や3D印刷のような多くの製造プロセスにおいて、すでに高温高圧にさらされています。さらに、数え切れないほどのアプリケーション分野で、高温の圧力、腐食性の強い媒体、蒸気にさらされています。高圧TGAを用いて、高分子材料のアプリケーションに応じた条件での安定性や分解性を研究できます。

## ポリマーシーリング材

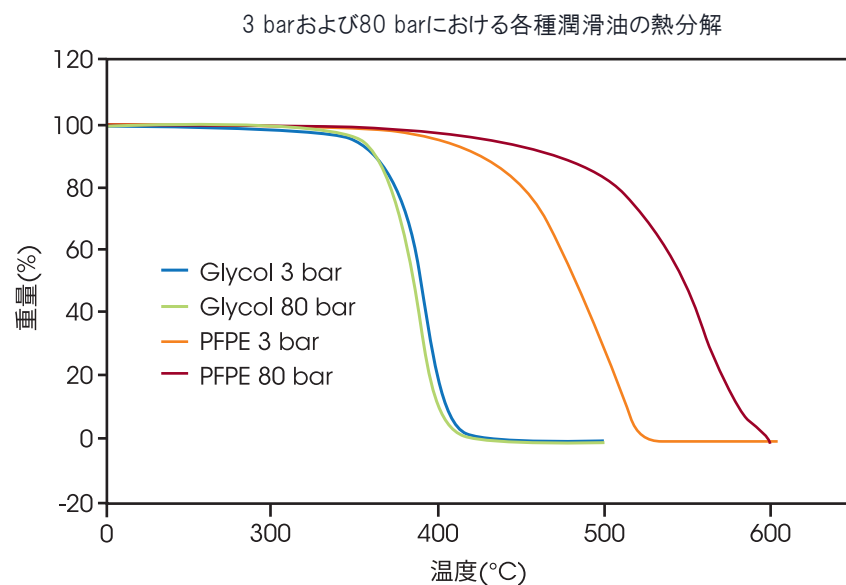
非常にデリケートなアプリケーション分野は、シーリング目的でのポリマー材料の使用であり、例えば、オートクレーブやチューブのシーラントやOリングタイプのシールとして使用されます。エレクトロニクス、自動車、化学、石油・ガスなどの産業界の多くのプロセスでは、高圧下でのガスや液体の取り扱いが必要となります。圧力が関係しているときはいつでも、シールの破損による漏れが危険であり、深刻な結果を招く可能性があります。

高圧TGAは、現実的な条件下でのポリマーシールの安定性を測定するのに最適なツールです。右の図は1、40、80 barでの高圧用FKMシールの熱分解の比較を示しています。高圧下での分解温度は60 °Cまで低下します。このことは、FKMシールが、圧力下での低温範囲でのみ、失敗することなく適用できることを証明しています。

異なる圧力下でのFKMシール材の分解







## 発泡剤

発泡剤は、ポリマーの製造プロセス中にガスが放出されて分解するように設計されたポリマー用の化学添加剤です。包装材料として、または多くの消費者製品の貴重な軟質で柔軟なポリマー材料として使用できるポリマーフォームが作成されます。この製造プロセスを最適化するためには、発泡剤からのガスの発生を温度と圧力の作用として理解することが重要です。HP-TGAは、このデータに関連する圧力範囲全体の熱分解プロファイルの形で提供することができます。

## 潤滑油

高品質のモーターオイルと潤滑油の信頼性の高い性能は、自動車エンジンや化学、石油・ガス、その他多くの産業での無数のアプリケーションにとって非常に重要です。質のモーターオイルと潤滑油の圧力下での信頼性の高い性能は、自動車エンジンや化学、石油・ガス、その他多くの産業での無数のアプリケーションにとって重要な鍵となります。

その一例として、自動車または金属産業で一般的に使用されている圧延機がありますが、建築製品や床材、家具などの製造にも使用されています。これらの圧延プロセスでは、50 bar以上の圧力下で利用できる潤滑剤が必要であり、加工条件での潤滑剤の寿命を理解しておくことが重要です。

左の図は、2つの市販潤滑油の3 barと80 barでの熱分解を示しています。グリコール系潤滑剤（ポリアルキレングリコールオイル）は、加えられる圧力に依存しない熱安定性を示しますが、PFPE系潤滑剤（パーフルオロポリエーテル油）は反応性が異なります。PFPE潤滑剤の熱安定性は、80 barで明らかに高くなっています。

# REACTION STUDIES | APPLICATIONS

## 石炭・バイオマス・廃棄物のガス化

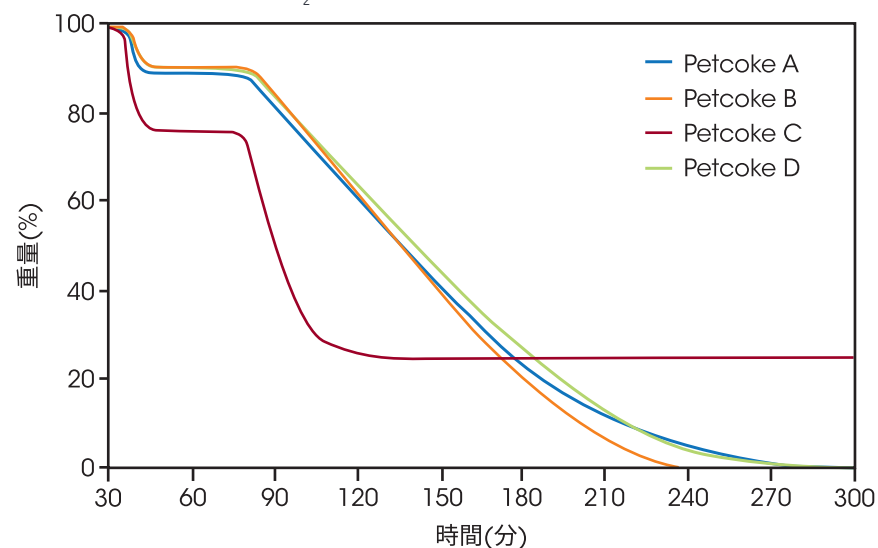
エネルギー分野の多くのプロセスでは、圧力下でのガス反応を伴います。石炭、バイオマス、または廃棄物を原料として合成ガスに変換するガス化は、省資源の循環型経済やポリマーや化学物質の生産における重要なステップです。これは長年、HP-TGAの重要なアプリケーションとして活用されてきました。ガス化プラントは通常、最もエネルギー効率の高い10〜30 barの圧力範囲で作動します。HP-TGAはガス化プロセスを最適化するための優れたツールです。HP-TGAでは、様々なフィードストックに対して最も経済的で生産性の高い反応条件を容易に特定できます。

右の図は、4種類の石油コークスサンプルを40 barでガス化したものです。石油コークスは原油精製所の廃棄物であり、単に燃やすだけではなく、貴重な炭化水素の含有量を利用するためにはガス化は唯一の方法です。最初に、サンプルを100K/minの加熱速度で1100 °Cまで熱分解した後、ガス化剤として30 %のCO<sub>2</sub>を導入しました。この反応はBoudouard反応 $\text{CO}_2 + \text{C} = 2 \text{CO}$ に続き、一酸化炭素を豊富に含むガスを発生させます。明らかに、サンプルCの反応は異なっています。重量曲線の最初の部分の重量減少が非常に大きいことは、熱分解中に放出される揮発性物質の含有量が多いことを示しています。また、残留重量は他のサンプルと比較して高く、これはサンプルCの灰分含有量が高いことに特徴的です。したがって、他のサンプルの主な重量変化ステップであるガス化プロセスは、サンプルCの方がはるかに小さくなっています。これは、サンプルCがサンプルA、B、およびDよりも実質的に少量の合成ガスを生成することを証明しています。

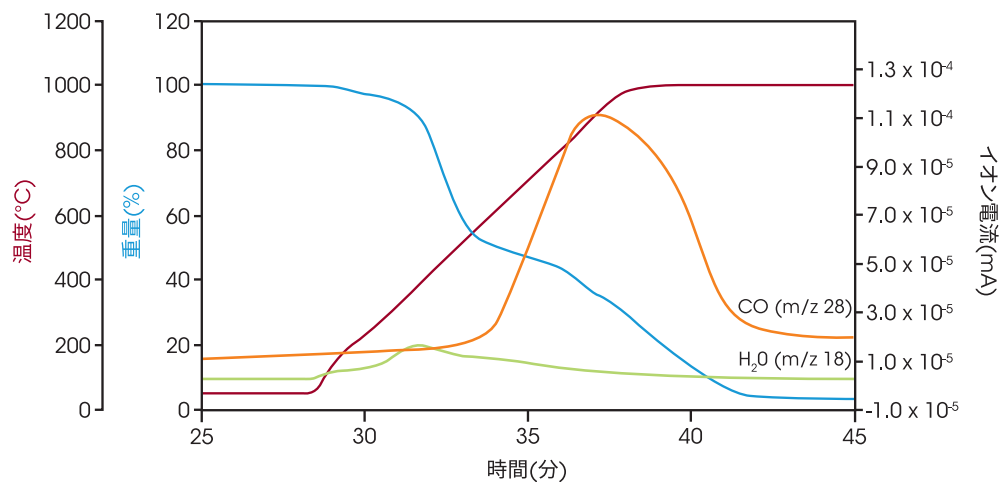
HP-TGA実験から得られた重量変化データは、気相中に移行した有機物の量に関する非常に貴重な情報を提供しており、合成ガスの生成量を定量化していますが、進化ガス分析も興味深い情報源の一つです。ガス化プロセスで発生する製品ガスの検出にはFTIR、GCまたはオンラインMSを使用することができます。右のグラフは、CO<sub>2</sub>を反応ガスとした亜炭トガス化実験にオンライン質量分析を適用したものです。

2つのMSTレースをここに示します。m/z 18は、温度勾配の最初のセクションでの亜炭サンプルの乾燥による水分の放出を示します。m/z 28の質量トレースは一酸化炭素の発生を表し、反応温度が1000 °Cの設定温度に達すると、シグナルが増加することがわかります。COガスの発生は、亜炭の炭素含有量が完全に消費された時点で終了しHP-TGA信号は、クルーシブル内に残留灰分だけが残っていることを示します。

CO<sub>2</sub>を用いた各種石油コークスサンプルのガス化



反応下での炭酸ガス雰囲気  
オンラインMSIによる進化した発生ガス分析

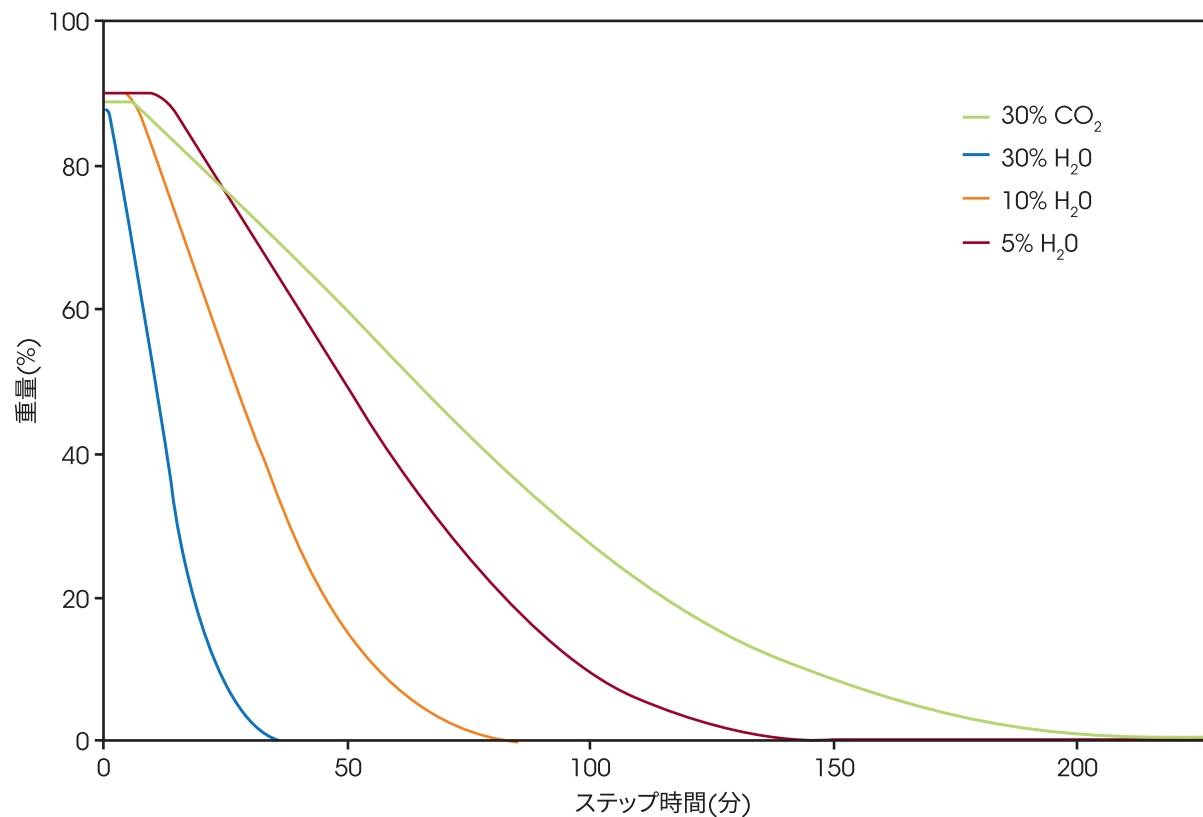


## 蒸気によるガス化

有用でよく適用されるガス化剤は蒸気です。高温の蒸気は、原料の炭素含有量と高速で反応し、一酸化炭素だけでなく、プロセス条件によっては水素や各種炭化水素ガスを含む生成ガスを発生させます。生成ガス中の水素や炭化水素は、ガス化中の水蒸気が水素源としての炭素と反応して初めて生成されます。

HP-TGA実験では、下のグラフのように様々なガス化プロセスの条件を比較することができます。石油コークスサンプルは、30 %の $\text{CO}_2$ と5、10、30 %の濃度の水蒸気を1100 °C、40 barで反応させました。明らかに、30 %の高い蒸気濃度は最速のガス化速度につながります。同一温度・同一圧力で反応ガス中の蒸気濃度を下げるとガス化の反応速度が遅くなります。 $\text{CO}_2$  30 %の乾式反応ガス中のガス化において、最も遅い速度が観測されました。

$\text{CO}_2$ と蒸気を用いた1100 °C 40 barでの石油コークスサンプルのガス化



# CATALYST REACTION STUDIES | APPLICATIONS

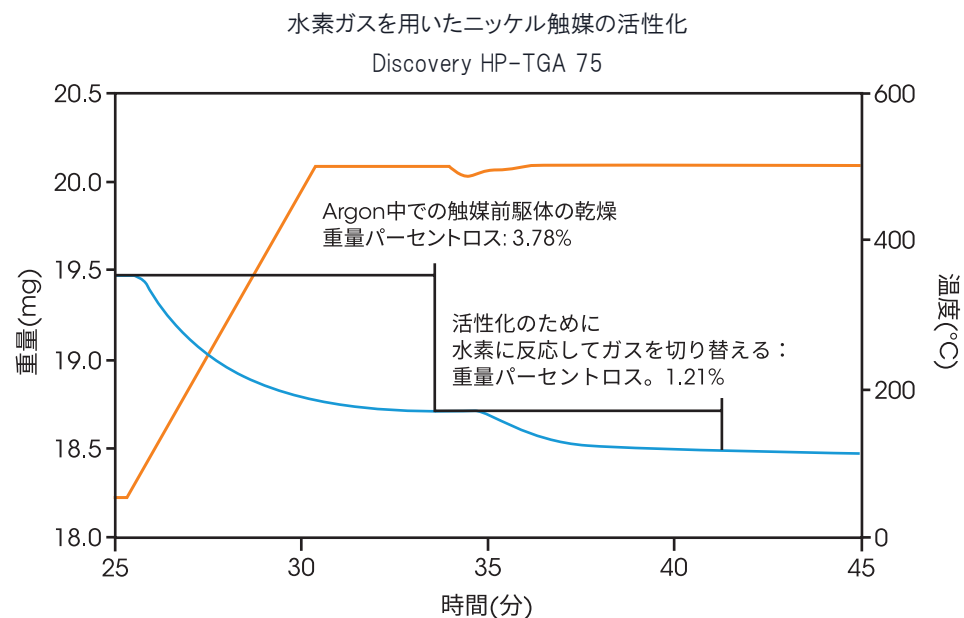
ガス/固体不均一触媒作用は、触媒処理の大部分を占めます：世界の化学物質の90 %以上が固体触媒を用いて製造されています。通常、ガス状反応物質は、高温で、多くの場合は高圧で触媒床を介して供給されます。世界では年間約80万トンの固体触媒が製造、使用されていますが、それがどのように機能するかを理解しているわけではありません。(※)

HP-TGAは、ガス/固体触媒反応を調べるための新しいツールです。HP-TGA装置のクルーシブル内に固体触媒をサンプルとして、反応物とガスの混合物を温度、圧力、ガス流量、反応物濃度などの条件を変化させて適用することができます。反応収率はEGA分析(オンラインMSがよく使われます)でモニターでき、触媒重量は触媒反応プロセスの重要な指標となります。

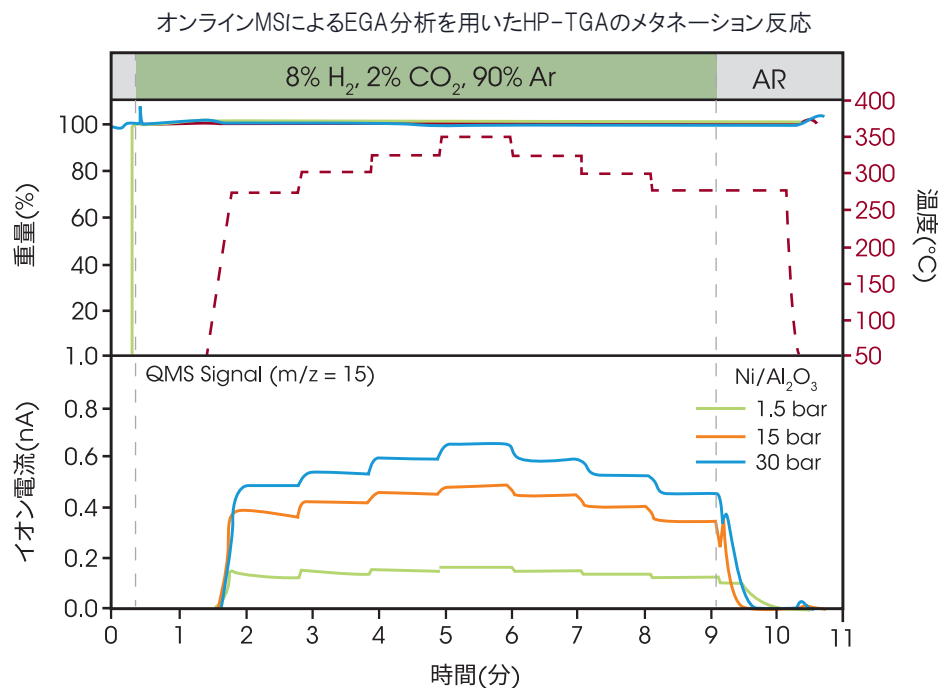
## 触媒活性化

触媒の重量は、様々な理由で実験中に変化することがあります。触媒前駆体は、通常、不活性担体材料および金属酸化物から生成されます。活性化プロセスでは、触媒前駆体を加熱により乾燥させた後、金属酸化物を還元して活性金属を生成させます。

右の図では、この2段階のプロセスがHP-TGA 75 装置で実行されています。9 %のニッケル酸化物含有量を持つ触媒前駆体材料を500 °Cで一定重量まで乾燥させました。その後水素ガスを還元を使用して活性ニッケル触媒を生成しました。観察された1.2 %の重量減少は、酸化ニッケルの割合とよく一致しており、完全な変換を示しています。



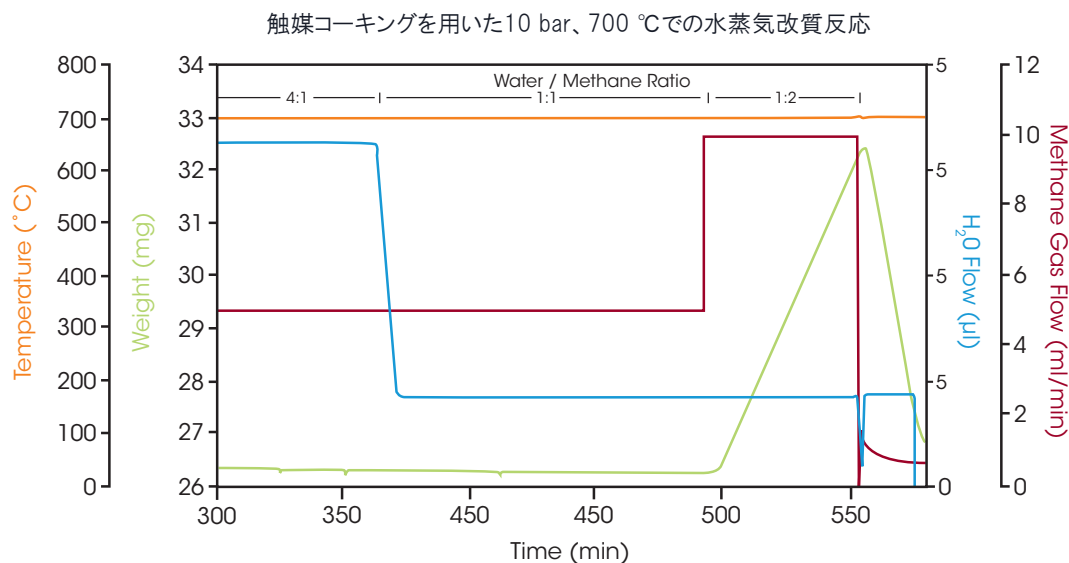




MSIにより $m/z = 15$ として検出されたメタンの反応収率は、275～350 °Cの温度と1.5, 15, 30 barの圧力で変化

## EGA分析による反応収率

その後、活性化された触媒をメタネーション反応に用いました。反応ガス中の8 %の水素と2 %のCO<sub>2</sub>は触媒反応で変換され、反応生成物としてメタンと水が生成されました。左の図の上段は、反応温度を275 °Cから350 °Cまで段階的に調整した様子を示しています。反応ターンオーバーは、1.5、15、30 barの3つの異なる圧力について、オンライン四重極質量分析により測定しました。図の下段に示す $m/z$ トレース15は、メタンの生成を示しています。このデータは、温度や圧力によって反応収率がどのように変化するかを示しています。触媒サンプルの重量をHP-TGAで記録し、図中上段に重量%として示されています。触媒重量は実験全体を通して安定したままでした。触媒が不活性化していないことを示しており、また、触媒上に炭素などの残留物が形成されていないことを示しています。

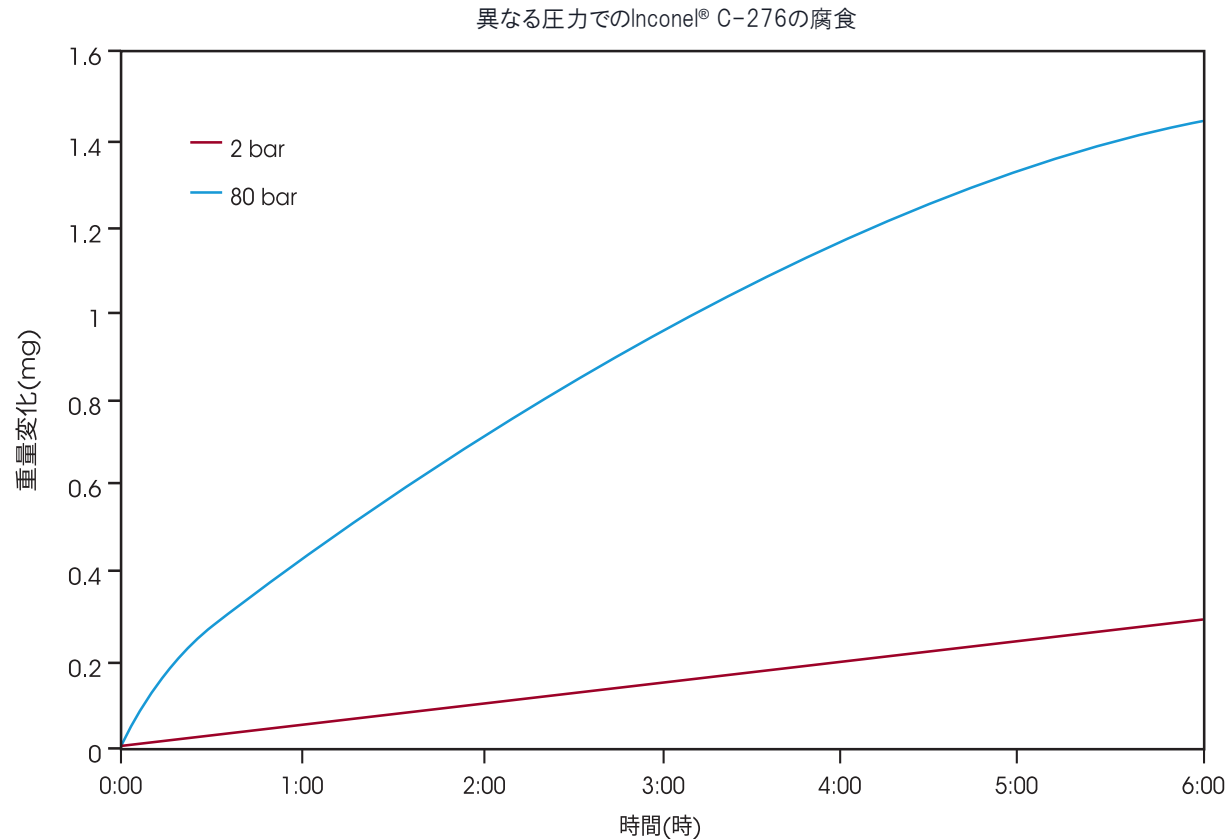


## 水蒸気と触媒コーキングとの反応

水蒸気改質反応では、メタンと蒸気から水素と一酸化炭素を生成するためにニッケル触媒が使用されました( $\text{CH}_4 + \text{H}_2\text{O} = 3\text{H}_2 + \text{CO}$ )。この実験では、圧力と温度を10 barと700 °Cで一定に保ち、蒸気とメタンの比率を最初に設定しました。蒸気とメタンの比率が4:1の段階では、触媒重量は一定値に近づいていました。蒸気流量を減らして比率を1:1に変更しても、重量は安定していました。メタン流量を増加させて比率を1:2に変更した場合のみ、触媒表面にコークが形成され、触媒重量が急激に増加しました。メタンの流れを止めると、コーキングプロセスは可逆的であることが証明されます。これは、触媒の重量が減少していることによって示されます。重量損失は、反応ガス中の蒸気により触媒上に形成されたコークスの酸化によって引き起こされます。

## 高温腐食

材料の耐食性を理解することは、技術的プロセスを改善し、効率を高めるために重要です。例えば、ガス・水蒸気タービンやジェットエンジンの効率は、最大作動温度に直接関係します。最高温度は、タービンのホットゾーンに使用されている金属やその他の材料の高温腐食により、制限されます。腐食によって引き起こされる金属または他の材料の質量変化は、一般的に非常に小さいです。また、高温での腐食は通常緩やかに進行します。Discovery HP-TGAは、非常に高い分解能と精度を備えているため、このような測定に最適です。これにより、サンプル質量の小さな変化を比較的短時間で測定できます。下の図は、空気中のInconel® C-276合金の1000 °C、3 barおよび80 barでの質量増加を比較しています。確認された重量増加は、合金の表面の酸化によって引き起こされます。ここでの総質量変化は、3 barで約287  $\mu\text{g}$ 、80 barで1444  $\mu\text{g}$ です。予想されるように、腐食性雰囲気中の圧力は、腐食の速度論と量に影響します。



\* INCONEL®は、Huntington Alloys Corporation, Huntington, WV 25705, United States of Americaの商標です

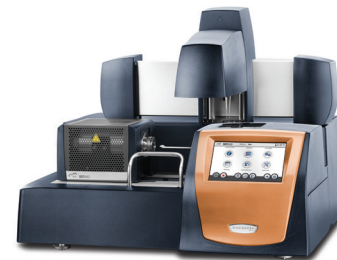
# TA INSTRUMENTS | COMPLEMENTARY ANALYTICAL INSTRUMENTS

## 高温分析装置

TAインスツルメントは、熱分析とレオロジーのマーケットリーダーであり、補完的な測定技術の幅広いポートフォリオを提供しています。特に高圧TGAに関連する装置のいくつかを紹介します。これらは、同じアプリケーションやワークフローで材料特性を測定するために適用できます。

### Discovery SDT 650 – 示差熱-熱重量同時測定装置

DSCとTGAを組み合わせた装置は、最高1500 °Cまでの温度でヒートフローと重量データを同時に提供します。ガラス転移や融解、反応や分解などの相変化を分析するのに最適なツールです。広範囲の温度範囲と制御された雰囲気、補完的な材料データを提供します。



### DLF 1600 – レーザーフラッシュ熱物性測定装置

Discovery Laser Flash DLF 1600は、室温から1600 °Cまでの材料の熱拡散率と比熱容量を測定するための高度な装置です。DLF 1600は、空気、不活性ガス、真空下など、さまざまな雰囲気条件で操作できるため、セラミックス、カーボン、複合材料、ガラス、金属など、さまざまな材料の特性評価が可能です。

### DIL – プッシュロッド熱膨張率測定装置

DIL800シリーズの熱膨張率測定装置は最大1700 °Cの範囲で温度の関数として材料の寸法変化を測定します。セラミック、ガラス、金属を含む幅広い材料のテストに使用できます。熱膨張、焼結、相転移、軟化点、ガラス転移温度など、さまざまな特性を測定できます。



### VIS 413高温粘度計

回転式粘度計VIS413は、最大1750 °Cまでの高温下で溶融物の粘度を測定します。真空、不活性ガス、反応性ガス雰囲気下での操作が可能な独自の機能により、酸素に敏感なサンプル材料の流動挙動を分析することができます。アプリケーションには、溶融ガラス、セラミックス、金属、石炭灰、スラグの粘度測定などがあります。