



普发真空气体分析仪连接到热天平上

聚氯乙烯 (PVC) 热解

热重分析 (TGA) 是一种分析法, 该分析法可以根据温度和时间的测量来反应试样发生的变化。大多数情况下, 该分析旨在确定物质的成分, 包括橡胶和塑料分析、矿物质 (制陶业) 分析领域以及化学和制药行业。

热重分析仪可与质谱仪等其它分析仪配合使用, 通过确定质荷比来更简易地分析结果。这种情况下, 它通常被称为逸出气分析 (EGA)。可以通过如下聚氯乙烯(PVC)热解实际案例进行演示。

应用:

聚氯乙烯是一种热塑材料, 其应用广泛。由于其拥有完美的耐候性, PVC 特别适用于建筑业, 如用作管道、型材或电缆材料。但在处理PVC时, 这一特性同时也成为其最大缺点之一。在许多情况下, 除了焚烧产生的热量以外, 就没有其他可以回收了。同时, 在这一工艺过程中会产生氯化氢酸气及各种氯苯, 其中有一些为可疑致癌物。

热重分析连同逸出气分析可以帮助我们了解这一燃烧过程。将梅特勒(Mettler Toledo)的TGA/DSC 3+热天平连接到普发真空的ThermoStar质谱仪上。试样由 21.971 mg PVC 粉末组成, 以 20 K/min 的速率从 100 °C 加热至 600 °C。结果如图 1 所示。

测量数据显示，在 308.0 °C 时，有超过一半的试样已经蒸发。释放的物质主要是氯化氢($m/z = 36$)。此外，也有少量的苯在该阶段排放出来($m/z = 78$)。在 466.6 °C 时，又有将近 21 % 的试样被消耗。在质谱仪的帮助下，可以看到这一重量减轻主要是源于苯以及一氯苯和二氯苯的蒸发($m/z = 112$ and 146)。

解决方案：

上述试验中使用了普发真空的台式质谱仪。图 2 显示了样本配置，图 3 以示意图形式描述了配置情况。

从中可以看出，仅有 1 % 或 1-2 sccm 来自热天平的气流被导入 ThermoStar，剩余的气体被吸走。通常情况下，该热分析在大气压下进行，而真空中的四极质谱仪(QMS)则在压力小于约 $1 \cdot 10^{-5}$ hPa 下作业。

ThermoStar 提供了一种特殊解决方案，它经过特殊设计，用以配合与热天平的结合使用。它拥有一根毛细石英管，使用加热软管可以将其加热至 200 °C (另提供 350 °C 的选择)。这可以防止气体在过程分析期间发生冷凝。在波谱库的帮助下，分析仪也可以可靠地确定出未知气体。

分析仪有一个带石英玻璃毛细管和铂网的加热和温控进气口系统组成，配备了PrismaPro四极质谱仪、一个干式 MVP 010-3 隔膜真空泵以及一个 HiPace 涡轮泵。

ThermoStar被设计用于定性和定量气体分析。分析仪可以使用的质量范围为 1-100 u、1-200 u 或 1-300 u。两级进样可以直接从大气进样。

ThermoStar 操作极其方便。可以直接连接到热天平，立即进行使用。其结构紧凑，几乎可以用于任何场所，并且具有轻巧便携的优点。用户友好型界面及背光液晶显示器便于用户读取所有的仪器特定参数。用户友好的人机交互界面通过7英寸显示屏或者Web页面进行显示，并且可以读取和设定仪器的参数。

产品优势：

- 结构紧凑、方便用户使用
- 惰性进样系统，没有样品歧视
- 进气口可加热至 200 °C (另有 350 °C 的选择)
- 多种气体分析
- 检测下限值低(< 100 ppb)，甚至可用于可凝性气体
- 气量消耗少 (1-2 sccm)
- 质量范围为 1-100 u、1-200 u 或 1-300 u

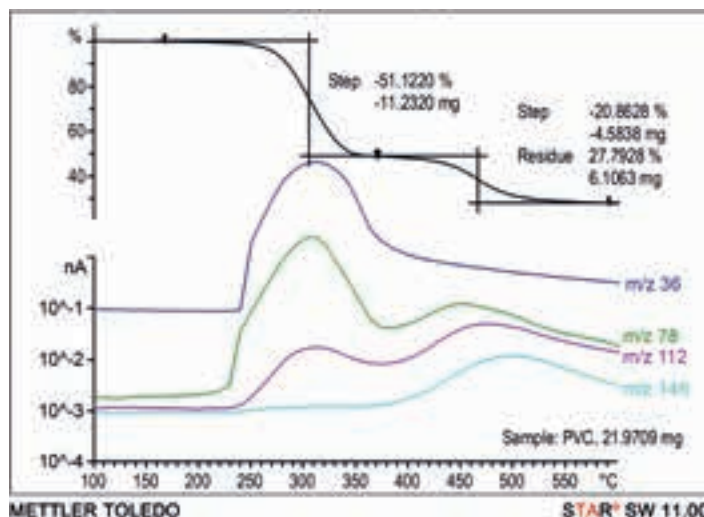


图 1：聚氯乙烯热解的TGA-MS 测量



图 2：Mettler-Toledo TGA/DSC 3+ 连接到普发真空的 ThermoStar GSD 350

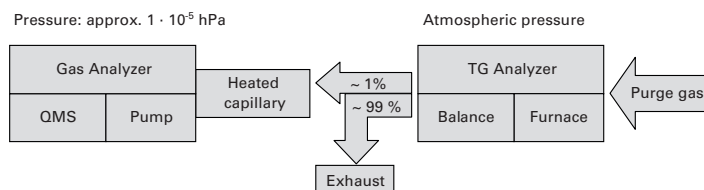


图 3：连接示意图

您是否正在寻找
完美的真空解决方案？
请联系我们：

普发真空技术 (上海) 有限公司
Pfeiffer Vacuum
(Shanghai) Co., Ltd.
T +86 (21) 3393 3940
info@pfeiffer-vacuum.cn