



Kopplung von Thermowaagen mit Gasanalysegeräten von Pfeiffer Vacuum

Pyrolyse von PVC

Die thermogravimetrische Analyse (TGA) ist eine analytische Methode, bei der die Massenänderung einer Probe in Abhängigkeit von der Temperatur und Zeit gemessen wird. Ziel der Analyse ist in den meisten Fällen die Bestimmung der Zusammensetzung eines Materials, unter anderem auf dem Gebiet der Gummi- und Kunststoffanalyse, der Analyse mineralischer Stoffe (Keramik), sowie in der chemischen und pharmazeutischen Industrie.

Geräte zur thermogravimetrischen Analyse können mit anderen Analysegeräten wie einem Massenspektrometer gekoppelt werden, um durch Feststellung des Masse-zu-Ladungsverhältnisses die Interpretation zu erleichtern. Man spricht dann von einer Emissionsgasanalyse (EGA; englisch: evolved gas analysis).

Das nun folgende Anwendungsbeispiel – die Pyrolyse von Polyvinylchlorid (PVC) – soll dies verdeutlichen.

Anwendung:

Polyvinylchlorid ist ein thermoplastischer Werkstoff, der in vielfältigen Anwendungen eingesetzt wird. Auf Grund seiner guten Witterungsbeständigkeit wird PVC insbesondere in der Bauindustrie, beispielsweise als Material für Rohre, Profile oder Kabel, eingesetzt. Diese Eigenschaft ist jedoch gleichzeitig auch einer der größten Nachteile bei der Entsorgung von PVC. So bleibt in vielen Fällen nur die energetische Verwertung – sprich die Müllverbrennung. Dabei bilden sich jedoch die gasförmige Säure Chlorwasserstoff und verschiedene Chlorbenzole, die teilweise im Verdacht stehen, krebserregend zu sein.

Die thermogravimetrische Analyse in Verbindung mit der Emissionsgasanalyse kann dabei helfen, diesen Verbrennungsprozess besser zu verstehen. Dabei wurde eine Thermowaage vom Typ TGA/DSC 3+ von Mettler-Toledo mit einem ThermoStar von Pfeiffer Vacuum verbunden. Die Probe bestand aus 21,971 mg pulverförmigen PVC und wurde mit 20 K/min von 100 °C auf 600 °C erhitzt. Das Ergebnis ist in Abbildung 1 dargestellt.

Die Messdaten zeigen, dass bei 308,0 °C etwas mehr als die Hälfte der Probe verdampft ist. Dabei wird hauptsächlich Chlorwasserstoff freigesetzt ($m/z = 36$). Es werden jedoch auch schon geringe Mengen an Benzol ($m/z = 78$) ausgelöst. Bei 466,6 °C gehen weitere knapp 21 % der Probe verloren. Mit Hilfe des Massenspektrometers lässt sich feststellen, dass dieser Gewichtsverlust durch das Verdampfen von Benzol sowie von Mono- und Dichlorbenzolen ($m/z = 112$ und 146) verursacht wird.

Lösung:

Im oben dargestellten Versuch wurde ein Benchtop-Massenspektrometer von Pfeiffer Vacuum verwendet. Die Konfiguration wird beispielhaft in Abbildung 2 dargestellt und in Abbildung 3 schematisch beschrieben.

Man erkennt, dass nur ca. 1 % oder 1-2 sccm des Gasflusses aus der Thermowaage in den ThermoStar geleitet werden. Die restliche Gasmenge wird abgesaugt. Dabei findet die thermische Analyse in der Regel bei Atmosphärendruck statt, während das Quadrupol-Massenspektrometer (QMS) im Vakuum bei einem Druck von ca. $1 \cdot 10^{-5}$ hPa arbeitet.

Der ThermoStar ist eine Speziallösung, die in erster Linie für die Kopplung mit Thermowaagen konzipiert wurde. Er verfügt über eine Kapillare aus Quarz, die mit einem Heizschlauch bis 200 °C (optional 350 °C) erhitzt werden kann. Dadurch wird die Kondensation von Dämpfen während der Prozessanalyse verhindert. Auch unbekannte Gase werden von dem Gerät mit Hilfe von Spektralbibliotheken zuverlässig identifiziert.

Das Gerät besteht aus einem beheizten und temperaturgeregelten Gaseinlasssystem mit Quarzglaskapillare und Platinblende, dem PrismaPro Quadrupol-Massenspektrometer, einer trockenen Membranvakuumpumpe MVP 010-3 und einer HiPace Turbopumpe.

Der ThermoStar eignet sich zur qualitativen und quantitativen Gasanalyse. Hierbei deckt das Gerät die Massenbereiche 1 bis 100 u, 1 bis 200 u oder 1 bis 300 u ab. Dank des zweistufigen Gaseinlasses ist eine nahezu entmischungsfreie Gaszuführung möglich.

Der ThermoStar überzeugt durch seine einfache Handhabung. Er ist direkt an Thermowaagen anschließbar und zum sofortigen Einsatz bereit. Dank seiner kompakten Abmessungen lässt sich der ThermoStar nahezu überall aufstellen und ist darüber hinaus leicht und transportabel. Die Bedienoberfläche ist benutzerfreundlich und über das farbige 7"-Touchdisplay oder über ein Web User Interface lassen sich alle gerätespezifischen Parameter ablesen.

Vorteile:

- Kompakte, einfach zu bedienende Analyseeinheit
- Inerter Einlass, keine Veränderung der Gaszusammensetzung
- Heizbarer Gaseinlass bis zu 200 °C (optional 350 °C)
- Multigasanalyse
- Niedrige Nachweisgrenze (<100 ppb) auch für kondensierbare Gase
- Niedriger Gasverbrauch (1-2 sccm)
- Massenbereiche 1 bis 100 u, 1 bis 200 u oder 1 bis 300 u

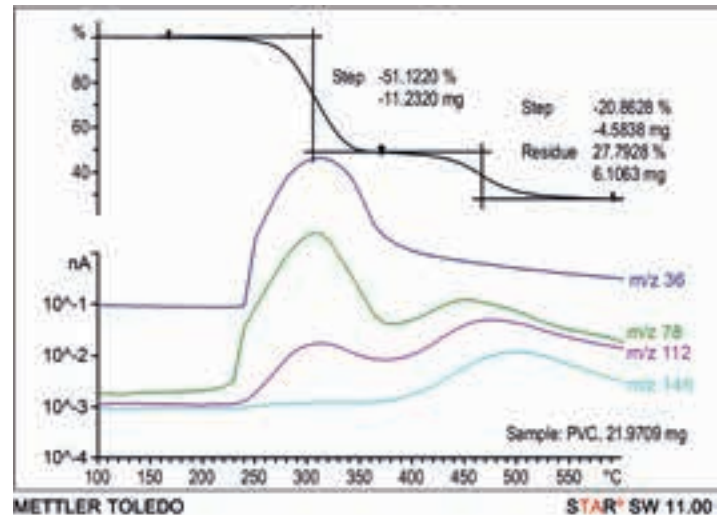


Abbildung 1: TGA-MS Messung der Pyrolyse von PVC



Abbildung 2: Kopplung einer Mettler-Toledo TGA/DSC 3+ mit einem Pfeiffer Vacuum ThermoStar GSD 350

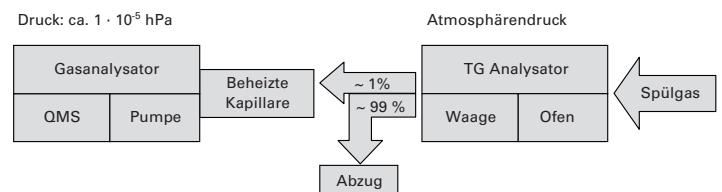


Abbildung 3: Schematische Darstellung der Kopplung

Sie suchen die perfekte Vakuumlösung? Sprechen Sie uns an:

Pfeiffer Vacuum GmbH
Headquarters · Germany
T +49 6441 802-0

www.pfeiffer-vacuum.com