



高分子化合物的热裂解分析装置



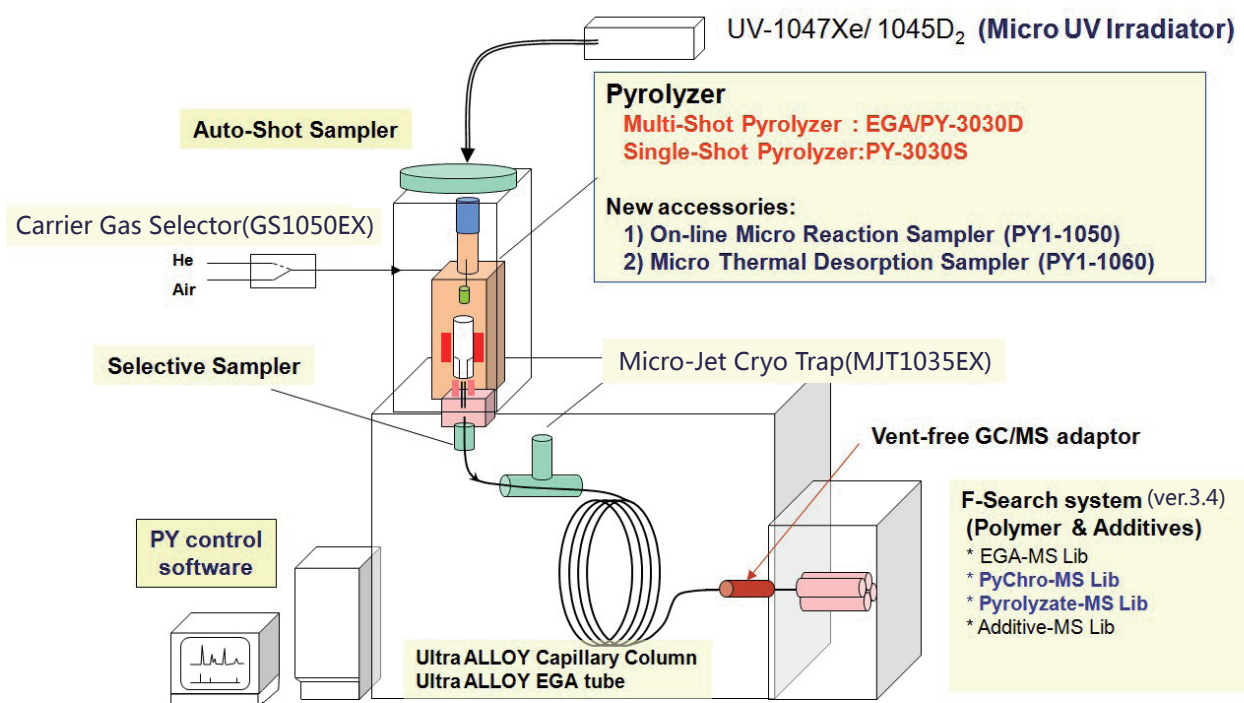
* 多功能性 * 灵活性 * 保证重复性

高效/可靠的纵型微型炉裂解系列

满足多种需求的多功能热裂解器3030系列



Frontier Lab公司是专业研发生产热裂解装置的公司，其产品采用微炉式设计，实时测定样品温度，裂解结果重现性好，比其他同类产品重现性高10倍以上。可用色谱/质谱图检索分析结果，并提供专业的F-Search裂解谱库软件。其独特的设计克服了热丝式裂解器，居里点式裂解器重现性差，高沸点物质易损失的缺陷。独有的F-Search高分子裂解谱库可帮助化学家快速的获得正确的分析结果。作为配套色谱一起使用的前处理装置，它结合GC/MS，成为高分子成分分析的强有力工具。因此，该装置在粘合剂、涂料、包装材料、特种高分子材料等新产品的研发、质检、配方剖析方面有广泛的应用前景。



- Frontier 多功能热裂解3030系列由Multi-shot热裂解器EGA/PY-3030D和各种配件组成。
- 该系统能够快速对高分子聚合物进行定性定量化学表征分析。用户可根据不同需要选择不同的分析模式和配件。



Single-Shot Pyrolyzer
(PY-3030S)
单击式热裂解器



Multi-Shot Pyrolyzer
(EGA/PY-3030D)
多功能热裂解器



Auto-Shot Sampler
(AS-1020E)
48位自动进样器
(裂解器安装在其内部)

多功能热裂解器 Multi-Shot Pyrolyzer(EGA/PY-3030D)

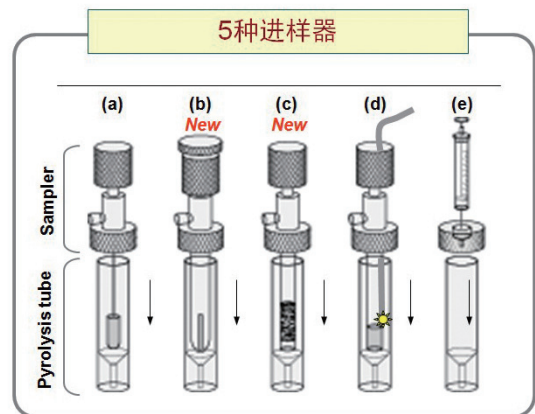
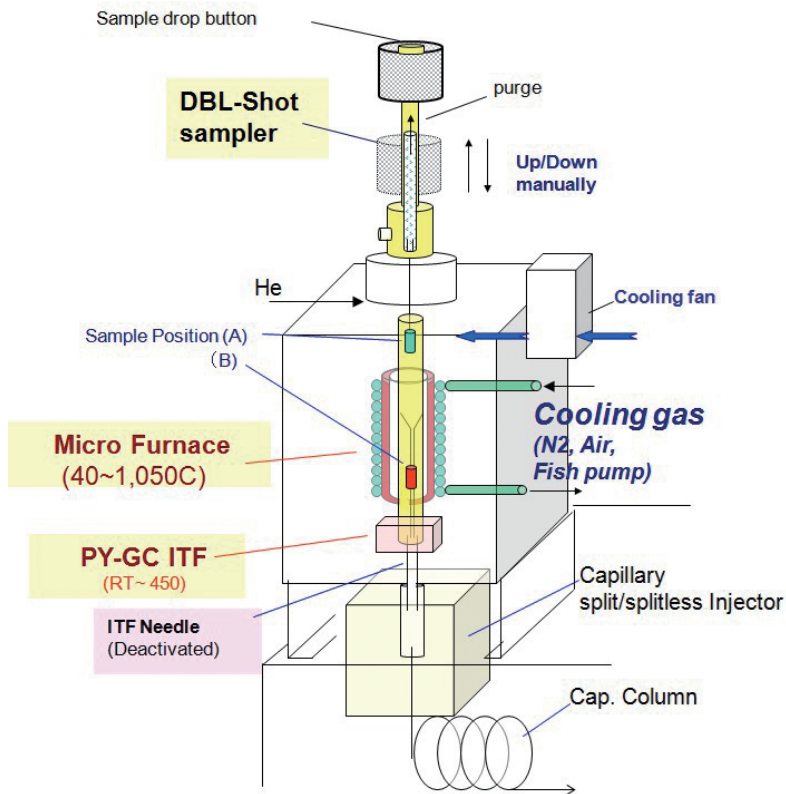


四种分析模式

- 单纯瞬间裂解 (Single-Shot Py)
- 热解吸/瞬间裂解组合 (Double Shot Analysis)
- 释放气体分析 (EGA)
- 切割 - 释放气体分析 (Heart-Cut EGA)

优异的性能保证

- 纵型微型炉
- 特有的PY-GC接口
- 精确的控温性
- 无可比拟的重现性



- (a) Double-Shot Sampler 双击式进样器
- (b) On-line Micro Reaction Sampler 在线衍生化进样器
- (c) Micro Thermal Desorption Sampler 热脱附进样器
- (d) UV Irradiator Sampler UV照射进样器
- (e) Liquid Sampler 液体进样器

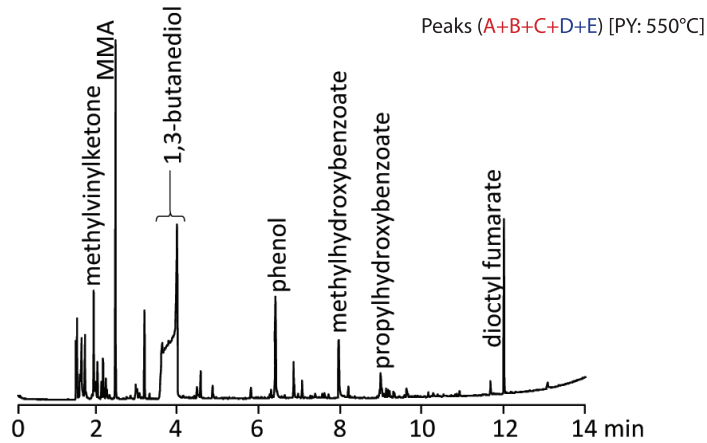
Structure of Multi Shot Pyrolyzer
多功能热裂解器EGA/PY-3030D的结构图

- 在热解吸、EGA分析时样品杯能任意进入或移出裂解炉
- 瞬间裂解时，样品杯仅需几毫秒即可落至炉心。这保证了裂解谱图优异的重现性，避免了裂解以外的变性反应

热裂解分析模式

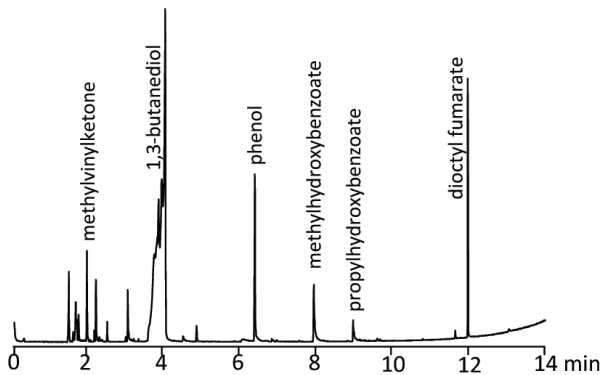
■ 单纯瞬间裂解模式 (Single-Shot PY)

样品的瞬间裂解将为您提供极高的重现性，通过GC-MS，您可以分析任何高分子化合物、共聚物的组成及端基结构等



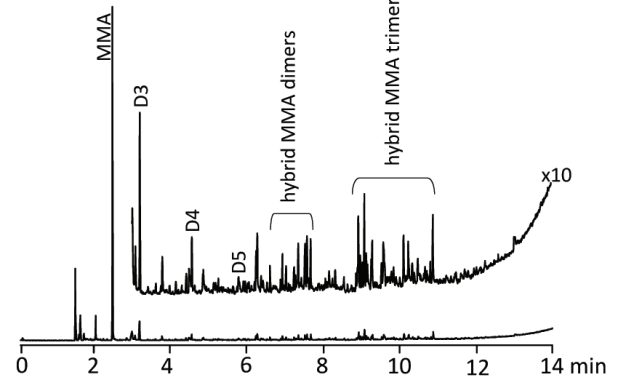
■ 热解吸/瞬间裂解组合模式 (Double-Shot Analysis)

Peaks (A+B+C) [TD: 100 - 300°C]



(A)

Peaks (D+E) [PY: 600°C]



(B)

眉笔的热解吸图(A)和瞬间裂解图(B)

(A) 热解吸 (Temp : 100°C - 300°C)

以20°C/min的速率升温，使眉笔中挥发性物质在微炉中渐渐释放出，并在40°C的毛细管柱头冷凝，然后进行气相色谱分析

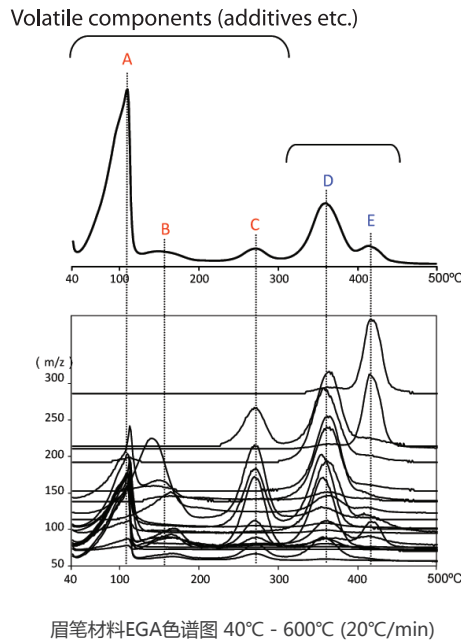
(B) 瞬间裂解 (Temp : 600°C)

先将经热解吸后的样品杯重新移回裂解器的室温区，然后调节炉温至600°C，最后将经热解吸后的样品瞬间落入微型炉内进行聚合物的裂解分析

热裂解分析模式

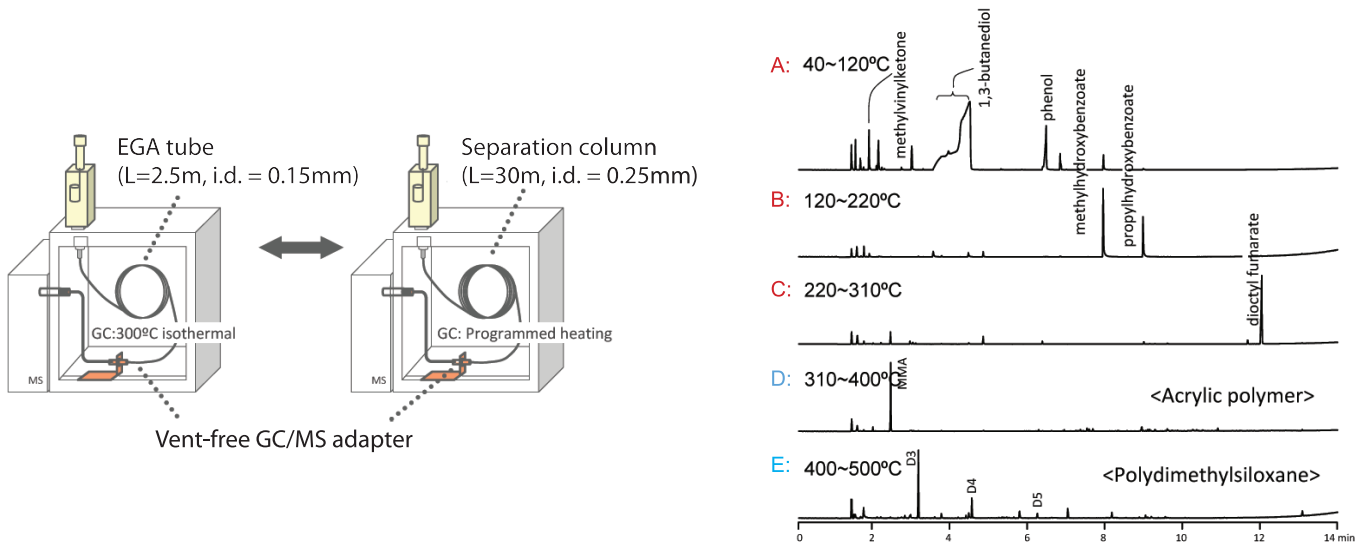
■ 释放气体分析模式 (Evolved gas analysis ,EGA)

简易快速、高灵敏度的EGA分析模式是确定未知样品的最佳分析方案。独有的EGA - MS谱库与快捷的搜索功能将迅速地优化您的裂解分析方法



■ 切割 - 释放气体分析模式(Heart-cut EGA)

无论是首先逸出的任何添加剂，如抗氧化剂、增塑剂等，还是渐渐释放出的低分子链物质，或是最后裂解的高聚物，您都可以详细的分析其中任何部分



48位自动进样器AS-1020E (Auto-Shot Sampler AS-1020E)



专为双击式裂解器而设计的自动进样器

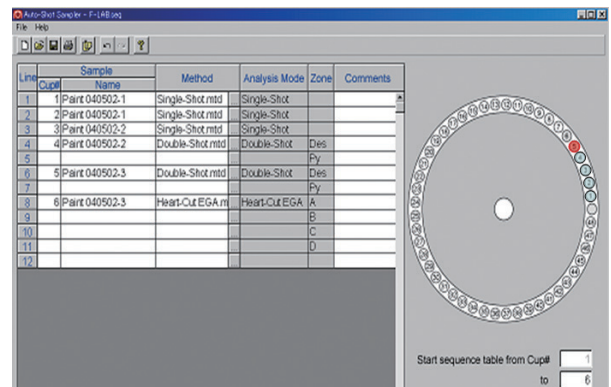
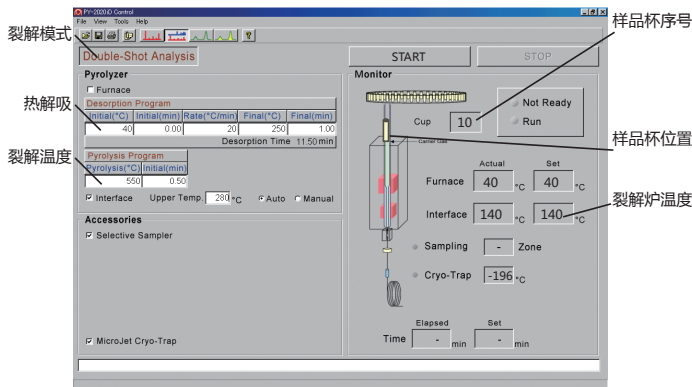
聚合物自动重复分析的强大工具，节省费用并提高了分析的可靠性

- * 减少工作量，大大降低成本，可连续处理多达48个样品，每个样品可用四种分析模式的任何一种分析
- * 分析结果可靠性的重大改进，减少了操作误差例如取样误差重现性好



48位自动进样器和多功能裂解器相结合保证了所有分析模式的重现性

- * 去活不锈钢样品杯：外径4mm，高8mm，厚度0.1mm，容积80μL，最多可容纳样品50mg
- * 样品杯的回收：通过加负载气，将其从微炉中吹出



- * 样品按照序列进行分析
- * 所有样品的分析方法都由Frontier软件控制
- * 控制界面有状态显示

控制界面显示:

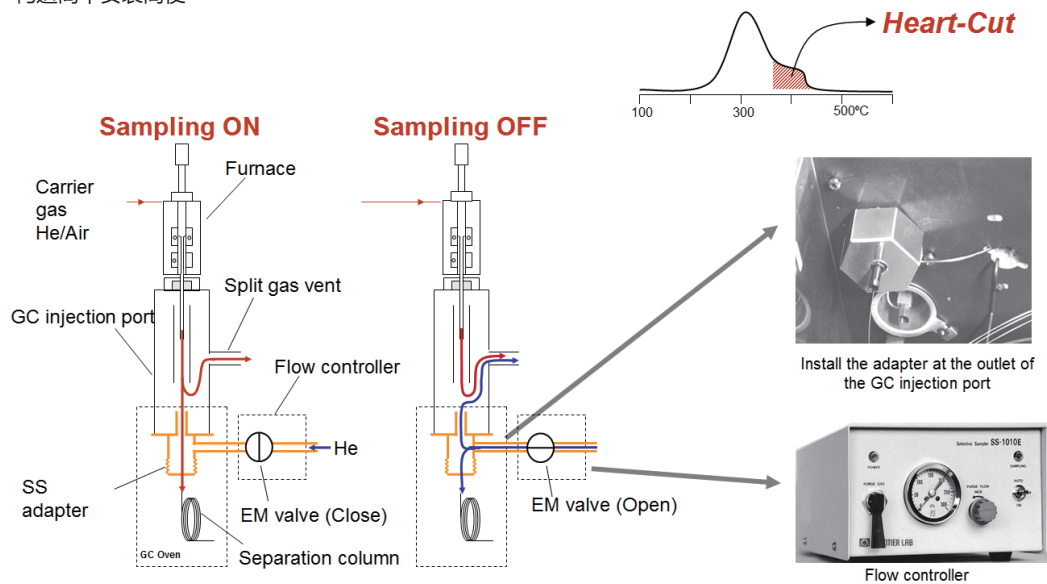
- * 样品分析的模式
- * 进样口状态
- * 样品号
- * 样品所在杯号
- * 实时载气流速
- * 进样针和炉温等

选择性进样器SS-1010E (SELECTIVE SAMPLER SS-1010E)

利用气体压力的不同进行流路切换的系统



- 中心切割获得感兴趣的峰
通过释放气体分析模式获得的峰，都能被中心切割，并将感兴趣的组分引入色谱柱，从而实现特殊需要的分析，极大缩短了分析时间
- 流路切换系统
 - a. 新型流路切换系统
进样口适配器，可利用载气压力的不同进行流路切换
整个流路为超合金毛细管无死体积，无冷点
 - b. 自动调整吹扫气压力
根据色谱柱长度和内径自动调整吹扫载气的压力
 - c. 手动或自动流路切换
流路切换的时间可依据双击式裂解温度控制器来编程，也可手动实现
 - d. 多种载气可选 (He, Ar等)
以空气作为样品裂解氛围气，在有氧裂解中给出样品热裂解信息
- 构造简单安装简便

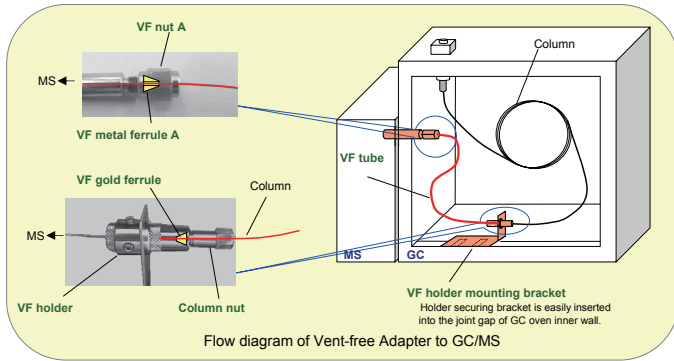


详细说明

1. 通过自动压力控制流路切换
2. 最高温度: 420°C (入口适配器)
3. 电源: AC 100/115V, 1A
4. 适用的GC: Agilent, Shimadzu, Thermo

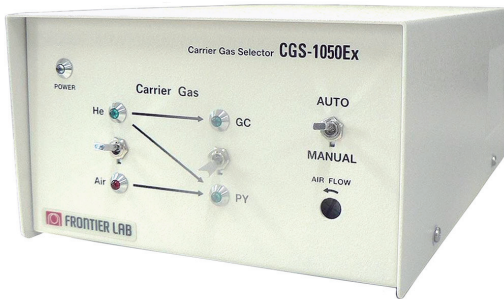
GC/MS免放空接口 (Vent-free GC/MS Adaptor) 和载气选择器 (CGS-1050E)

GC/MS免放空接口-- 一种设计简洁、使用方便的传输线, 专用于更换GC/MS色谱柱



- * 高度去活的毛细管(id 0.15mm, length 50cm)
- * 在GC/MS不放真空时更换毛细管柱和EGA管, 节省时间
- * EGA管不会被破坏, 在使用时也不会吸附极性物质
- * GC/MS免放空接口安装简便.
- * 支持的 GC/MS
Agilent (5975, 5973)
Shimadzu (QP2010)
JEOL (K9, etc.)
其它四级杆 GC/MS
- * 最高温度: 400°C
- * 色谱柱
超合金柱: (id 0.25mm)
熔融石英柱: (id 0.25 / 0.32 mm)

载气选择器 (CGS-1050-EX)



适用于需要空气氧化或燃烧的裂解反应和EGA分析

- * 与裂解色谱仪相结合, 在程序升温过程中支持不同的载气切换
- * 允许随时进行载气切换, 电磁阀控制, 流路死体积小
- * 设有故障保护
- * 载气使用时 有开/关灯显示
- * 安装使用方便

详细说明:

1. 装有两个载气连接端口
2. 载气: Air, O₂, H₂和CH₄中的任何一种可做为反应气, 另外一种气体必须是He或N₂, 并且必须接于He入口端
3. 电源: AC100/115V, 0.5A
4. 适用的GC: Agilent 6890, HP5890, Shimadzu GC17A
5. 载气使用情况显示: 红灯 (空气或其它反应气), 绿灯 (He或N₂)
6. 载气切换: 通过电磁阀进行流路切换

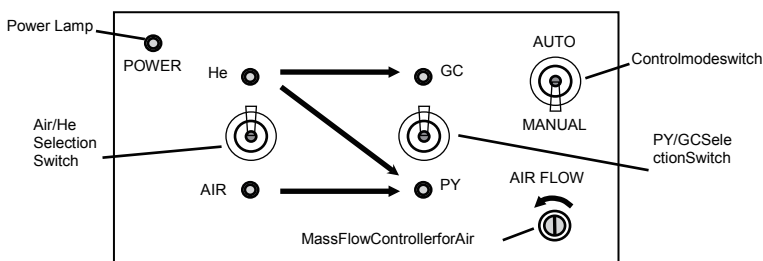
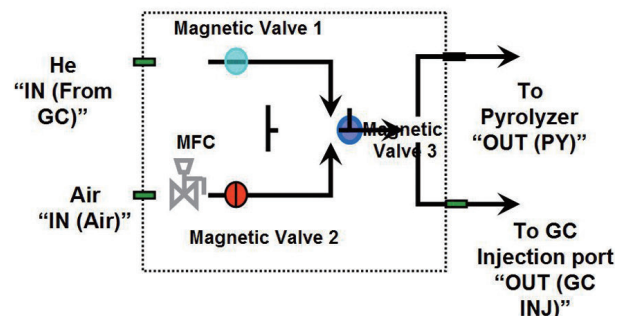
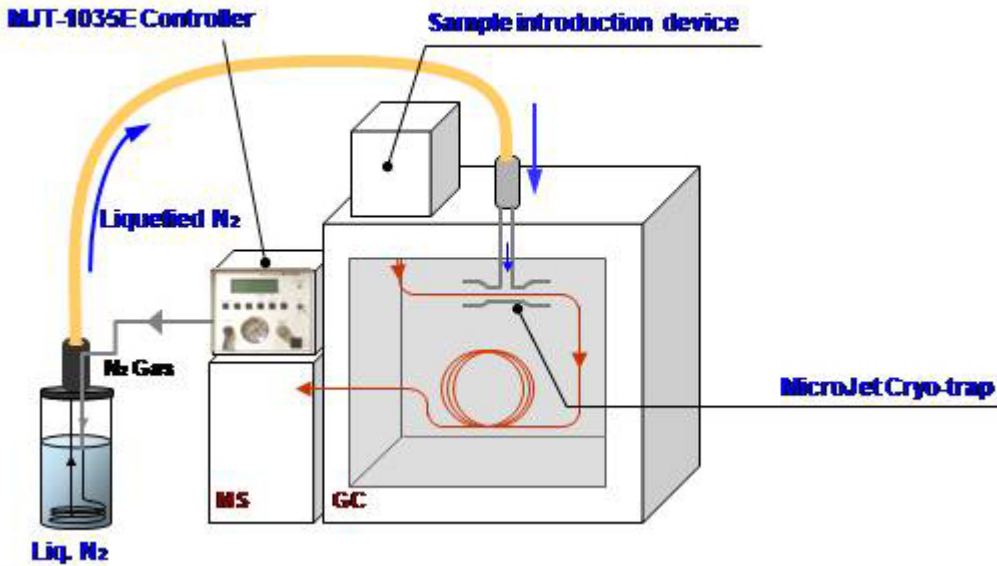


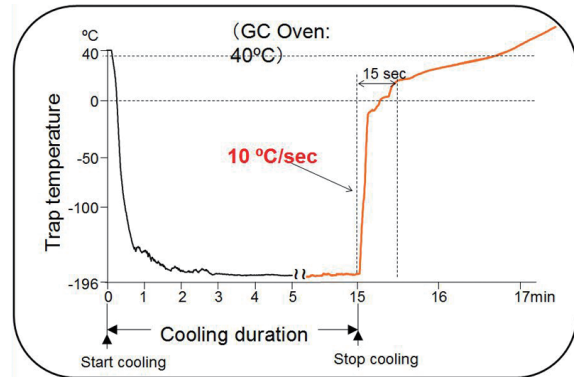
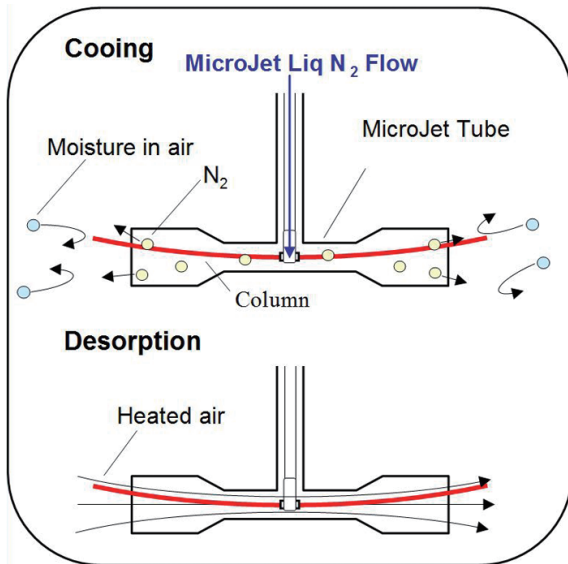
Fig.1.2 Front View of the Device



喷射式微型冷阱捕集器 (MJT - 1035E)



- * 捕集低沸点物质的卓越性能
- * GC柱温箱中快速热解吸
- * 喷射式微型冷阱捕集器的设计防止了管内色谱柱结冰
- * 通过Frontier双击式热裂解器自动进行EGA分析
- * 定量分析的重现性更好



- * 喷射液N₂在-196°C下将所有的成分捕集在柱头
- 冷却速度: 在2min中内快速降温至-196°C
- * 仅通过GC的空气流即可加热冷凝部位
- 解吸速度: 10°C/sec

微型紫外照射器 UV-1047Xe

用于高分子材料快速光氧化/热氧化的降解分析, 是设计和开发新型高分子材料的强有力工具



- 分析光氧化/热氧化降解过程中产生的挥发物
在空气的氛围下, UV照射器产生的紫外光, 直接照射处于加热状态下的高分子材料, 生成的降解产物被冷聚焦在分析色谱柱头, 随后经过色谱分析, 得到其定性及定量数据。
- 分析在光氧化/热氧化降解后的高分子材料
利用EGA-MS或Py-GC/MS方法, 分析降解后的高分子材料, 评估降解前后高分子材料成分及结构的变化。

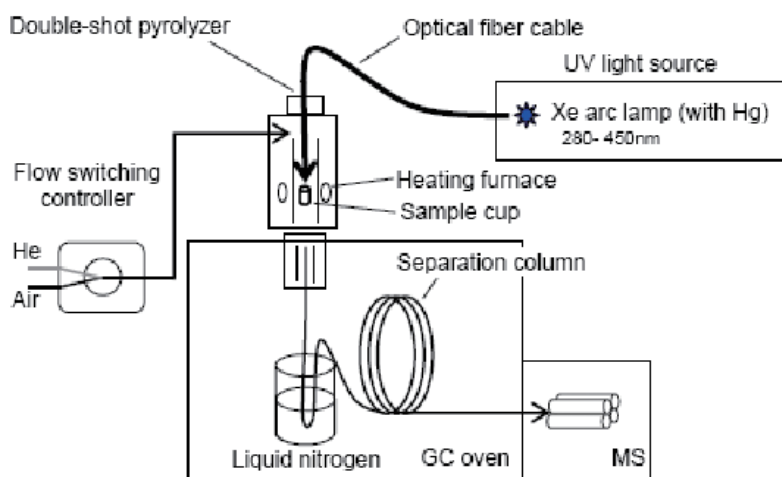


Fig. 1 UV/Py-GC/MS system configuration

UV/Py-GC/MS系统配置

通过一根光导纤维电缆, 将氙弧灯发射出的紫外光传送到裂解炉的中心处, 直接照射样品杯中的样品; 在UV照射过程中, 处于载气(如空气)中的样品可被加热到任意指定温度(40 - 800°C), 同时把分析色谱柱头浸入液N₂容器中(也可使用MJT-1030E), 这样光氧化/热氧化降解生成的挥发物就可被冷聚焦在色谱柱头; UV照射完成后, 移除液氮容器, 利用TD-GC/MS方法分析冷聚焦的挥发产物。最后, 还可通过EGA-MS或Py-GC/MS方法分析残留在样品杯中的聚合物材料。

UV-1047Xe 技术参数:

- 光波长范围: 250 - 450nm (氙弧灯)
- 光强度: >60mW/cm²(365nm), >700mW/cm²(250-450nm)
- 光强度控制: 0 - 100%(1% step), 照射时间: 1min - 999hr(1min step), PC使用RS - 232C接口控制
- 需要仪器系统: 必须有EGA/PY-3030D的Py-GC/MS系统

RoHS指令--废弃电子电器设备中的阻燃剂检测

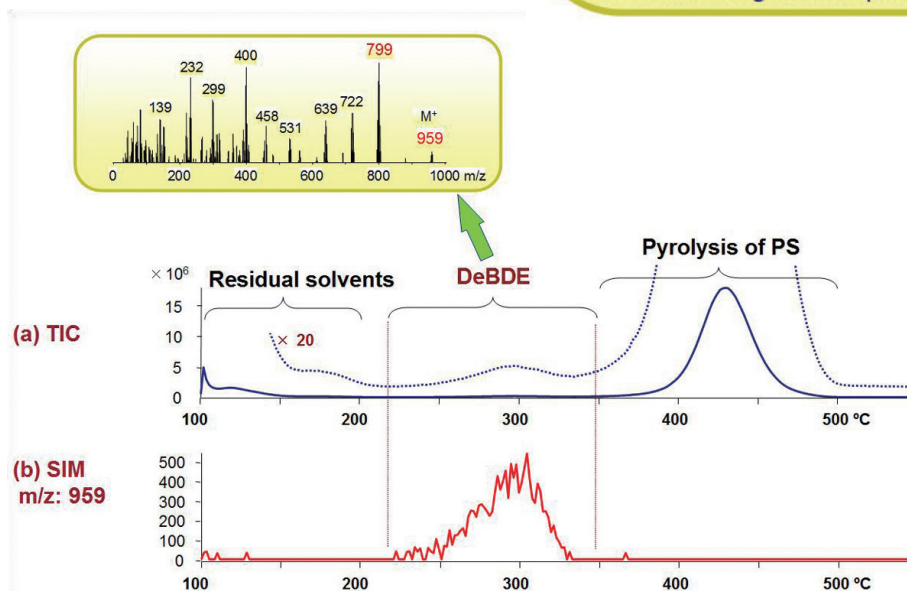
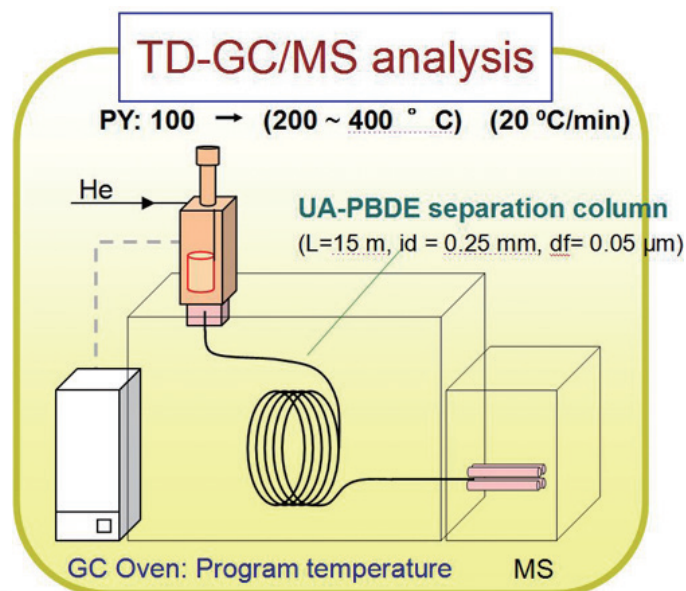
通过多功能热裂解器EGA/PY-3030D的TD - GC/MS对PBDEs进行快速分析

传统方法在分析PBDEs中存在的问题

- PBDEs 萃取和净化过程耗时、消耗大量溶剂
- GC/MS 分析--组成分析困难
 - a. 歧视--微量进样针在热的分流/不分流出口
 - b. 在高温下容易发生降解和脱溴
 - c. 在整个流路中,GC/MS传输线和离子源中会发生冷凝
- 峰形和重现性差

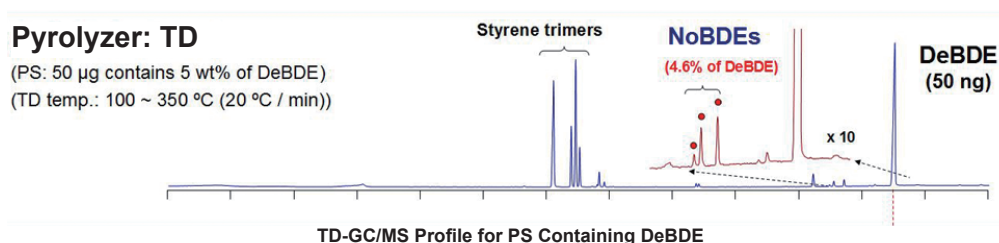
使用Frontier PY-GC/MS的TD-GC/MS功能能够解决以上问题

- 快速、简便、无需溶剂
- 新型的超合金柱 (15 m × 0.25 mm × 0.05 μm) 专为PBDEs而设计, 高惰性、低流失, 即使在高温下也不会发生降解和脱溴
- 重现性好



EGA Profile for a PS model Sample containing 5 % of DeBDE

Sample: 5 % DeBDE in PS (50 μg), Py:100 ~ 550 °C (20 °C/min), Py-GC ITF: 320 °C, Column: EGA tube (2.5m, 0.15mm i.d.) at 300 °C, Column flow: 1 ml/min, Split ratio: 1/50, Scan range: 29 ---1000 m/z, Scan speed: 0.2 scans/sec



Column: PBDE, 15 m (0.25 mm i.d.), 0.05 μm, GC Oven: 100 ~ 300 °C (20 °C/min)
 He: 1 ml/min, Split ratio: 1/40, Py-GC and GC INJ.: 320 °C, GC/MS ITF & Ion source: 300 °C

Frontier多功能热裂解器EGA/PY-3030D技术参数及应用领域

技术参数

项目	技术参数
重复性(裂解图)	聚苯乙烯样品, 在550°C裂解得到的三聚体(SSS)和硬脂酸甲酯(内标)峰面积比值的RSD<2%
EGA 重现性	聚苯乙烯EGA峰最高点温度 RSD≤0.3%
分析方法	*双击式(热脱附和裂解) *EGA *中心初期EGA-GC/MS
裂解技术	垂直微炉式(采用高温陶瓷加热)
裂解温度	室温+10°C—1050°C (1°C step)/±0.1°C
裂解温度程序	4阶段(1-600°C/min; 1°C/min step)
裂解时间	0.1-999.9min(0.1 min step)
保持时间	0.1-999.9min(0.1 min step)
裂解炉冷却	冷却剂液氮或液空, 在10分钟内从800°C冷却至50°C
裂解器-GC接口(ITF)	多层处理的去活超合金针
ITF温度控制范围	40-450°C (1°C step)/±0.1°C
ITF温度程序	自动或手动模式
进样器	热脱附和裂解时样品杯上下移动或自由落体
样品杯	去活不锈钢杯50μL和80μL
过热保护	PY:1100°C, Interface (ITF):500°C
电源	100-120VAC or 200-240 VAC, 50/60 Hz, 400W(MAX)
适配的GC	Agilent, Shimadzu, Thermo, PE
选配	自动进样器、载气选择器、选择性进样器、微型-喷射式冷井、免放空接口、聚合物检索

应用领域

聚合物化学: 组分分析, 分子结构表征, 质量控制, 热稳定性及热降解研究
相关科学领域: 法证科学, 生物化学, 木材科学, 环境化学, 食品化学, 地球化学, 能源科学等
添加剂: 表面活性剂, 增塑剂, 残留单体, 残留溶剂, 挥发性催化剂, 杂质等
塑料: 树脂, 可塑剂, UV抗氧化剂, 塑料膜, 泡沫塑料, 凝胶体等
涂料: 颜料, 溶剂, 干燥剂, 薄膜生成剂
纤维: 混合物, 天然原料, 非纺织品
橡胶: 硫化物, 天然橡胶, 合成材料, 硅树脂
粘合剂: 热塑性塑料, 丙烯酸树脂
油墨: 色素, 树脂, 溶剂, 消泡剂, 蜡, 影印调色剂
纸张: 木材, 纸浆, 胶料, 涂层
法证科学: 塑料, 橡胶, 纺织品, 涂料, 粘合剂, 头发, 纸浆等分析
烟草: 香烟烟气分析
食品: 熏制食品致癌物的分析
包装材料: 塑料, 木材
生物化学: 蛋白质和多糖的化学结构鉴定, 细菌区别, 癌细胞鉴定
环境化学: 城市废弃物的燃烧过程, 二恶英的来源途径