

Многофункциональный пиролизер Frontier Laboratories

EGA/PY-3030D



Многофункциональный пиролизер Frontier Laboratories

EGA/PY-3030D



Многофункциональный пиролизер позволяет проводить эффективный и точный термический анализ

Значительно улучшены аналитические возможности

Высокая эффективность и надежность

Анализ образцов любого вида



Автоматический пробоотборник
AS-1020E



Система для проведения термического анализа на базе
газового хроматомасс-спектрометра
GCMS-QP2010 Ultra

От двухступенчатого до многофункционального пиролизера

Многофункциональный пиролизер EGA/PY-3030D в основе своей конструкции имеет вертикальную микропечь. Данное решение базируется на более чем 30-летнем исследовании пиролитической газовой хроматографии (Py-GC) господином Shin Tsuge, почетным профессором университета Нагойя. В серии многофункциональных пиролизеров, созданных компанией Frontier Lab, EGA/PY-3030D является моделью высшего класса. Основанный на технологиях, разработанных и модернизированных при создании двухступенчатого пиролизера, модель EGA/PY-3030D отличается превосходной эффективностью и простотой использования, начиная конструкцией и заканчивая программным обеспечением.

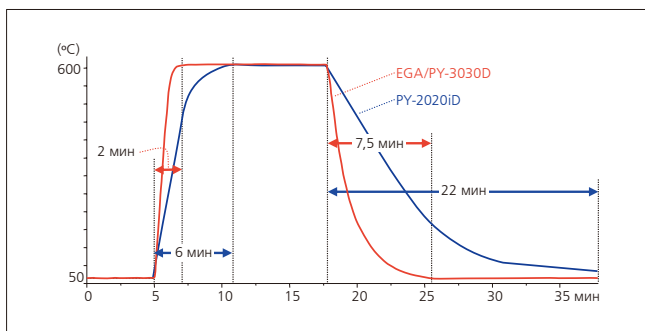
Благодаря пиролитической газовой хроматографии (Py-GC) можно проводить анализ практически любых образцов, включая нерастворимые соединения и материалы, а также определять полимерные соединения без проведения пробоподготовки. Т.к. пиролитическая хроматография предоставляет информацию, которую сложно получить другими методами, она является мощным инструментом анализа полимерных материалов.

Три отличительных свойства пиролизера EGA/PY-3030D

1. Значительно улучшенные аналитические возможности

(высокие скорости нагрева и охлаждения в широком диапазоне температур)

Теплоемкость стойкого к высоким температурам полового керамического нагревателя снижена до одной шестой теплоемкости нагревателя предыдущей модели, позволяя проводить быстрое нагревание и охлаждение в широком диапазоне температур от комнатной до 1050 °С.



Сравнение скоростей нагрева и охлаждения новой и предыдущей моделей пиролизера в температурном диапазоне от 50 °С до 600 °С

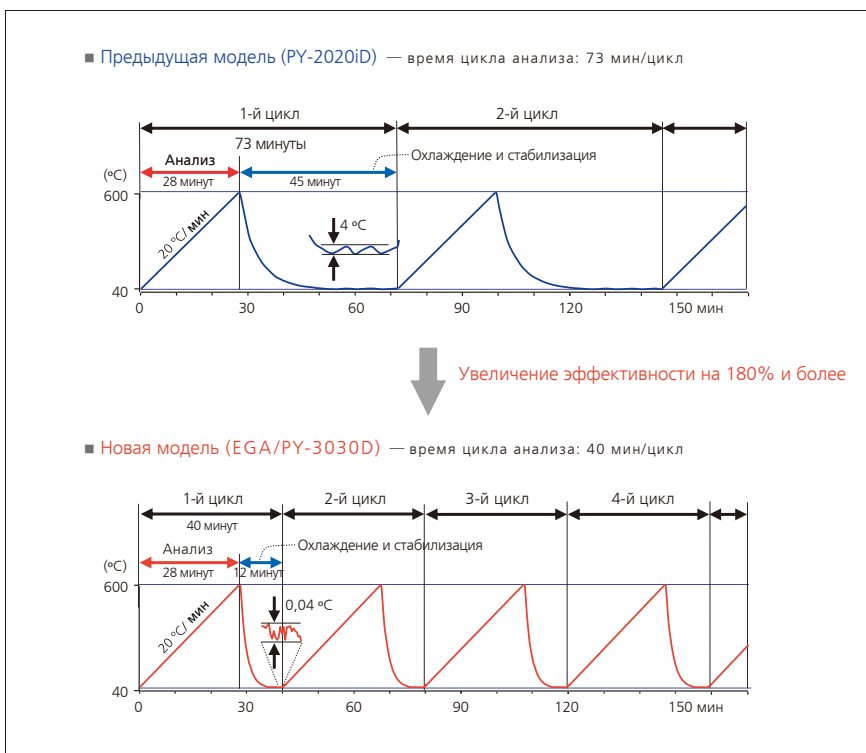
■ Быстрое нагревание и охлаждение

Высокие скорости нагрева и охлаждения, составляющие 600 °С/мин (в 10 раз выше по сравнению с предыдущей моделью) и 100 °С/мин соответственно, позволяют быстро достигать заданной температуры.

Предыдущей модели пиролизера PY-2020iD требовалось 6 минут для установления температуры в 600 °С, в то время как модель EGA/PY-3030D достигает данное значение всего за 2 минуты. Время охлаждения с 600 °С до 50 °С также значительно снизилось: с 22 до 7,5 минут.

■ Высокоэффективный анализ

Для анализа выделяющегося газа (EGA — evolved gas analysis) печь несколько раз повторяет циклы нагревания и охлаждения. С помощью пиролизера PY-2020iD возможно было проводить анализ до 20 образцов в день, в то время как с помощью новой модели EGA/PY-3030D — до 36 образцов в день, что увеличило эффективность работы на 180%.

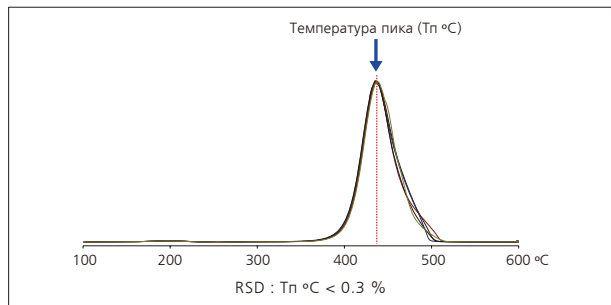


Сравнение циклов анализа выделяющегося газа с помощью новой и предыдущей моделей пиролизера
<Температурная программа печи: нагревание с 40 °С до 600 °С со скоростью 20 °С/мин>

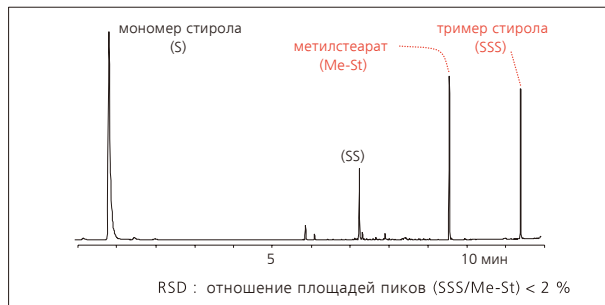
2. Высокая эффективность и надежность

Воспроизводимость EGA-термограмм и пирограмм

Результаты расчета воспроизводимости температуры пика полистирола на EGA-термограммах и воспроизводимости отношения площадей пиков тримера стирола и метилстеарата на пирограммах, полученных при проведении однократного пиролиза, поставляются вместе с прибором.



Воспроизводимость термограмм



Воспроизводимость пирограмм

3. Анализ образцов любого вида

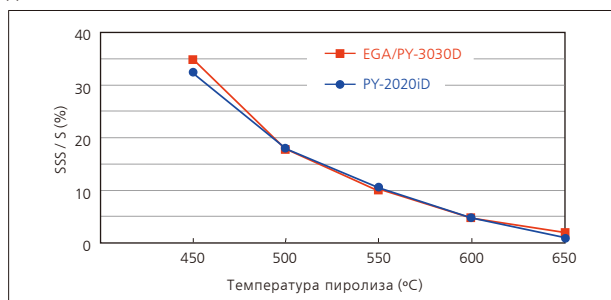
Просто выберите оптимальный метод анализа, наиболее подходящий для Вашего образца и цели анализа, из следующих четырех методов.

Четыре различных аналитических метода (более подробная информация приведена ниже)

- (1) Анализ выделяющегося газа (EGA-MS)
- (2) Однократный пиролиз (Py-GC/MS)
- (3) Термическая десорбция с последующим пиролизом (TD/Py-GC/MS)
- (4) Анализ выделяющегося газа с «вырезанием» пиков (Heart-Cut EGA-GC/MS)

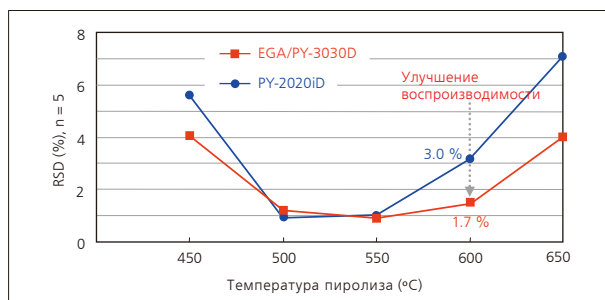
Сравнение с предыдущей моделью

Многофункциональный пиролизер EGA/PY-3030D имеет высокое качество исполнения, при этом поддерживает корреляцию результатов анализа с результатами обычного двухступенчатого пиролизера. Для него можно использовать те же библиотеки данных.



Корреляция отношения площадей пиков (SSS/S)

Измерения, выполненные с помощью пиролизера EGA/PY-3030D и предыдущей модели PY-2020iD, дают схожие значения температурной зависимости соотношения площадей пиков тримерастирола к его мономеру (SSS и S соответственно), образованных при термическом разложении полистирола (PS).



Корреляция воспроизводимости отношения площадей пиков (SSS/S)

Пиролизер EGA/PY-3030D, обладая широким диапазоном гомогенности температуры печи и точным температурным контролем, улучшает воспроизводимость пирограмм при температуре выше 600 °C.

Получение характеристик материалов с использованием различных аналитических методов (Множественный анализ неизвестных образцов)

При работе со сложными образцами, такими, как, например, грифель косметического карандаша, на первом этапе необходимо охарактеризовать пробу методом анализа выделяющегося газа (EGA-MS). Анализ полученных термограмм предоставляет информацию об изменении свойств материалов под воздействием температуры, природе полимера, а также о наличии в пробе интересующих соединений. EGA помогает аналитику определиться с дальнейшим этапом анализа.

Хорошим примером того, как метод EGA помогает получить наиболее полезную информацию об образце, является проведение анализа грифеля косметического карандаша.



Размещение образца грифеля в чашке для проб

Состав грифеля карандаша, как и множества других косметических средств, представляет собой сложную смесь от летучих соединений до полимеров.

Образец грифеля карандаша помещается непосредственно в чашку для проб и анализируется без пробоподготовки.

Анализ выделяющегося газа (EGA-MS)

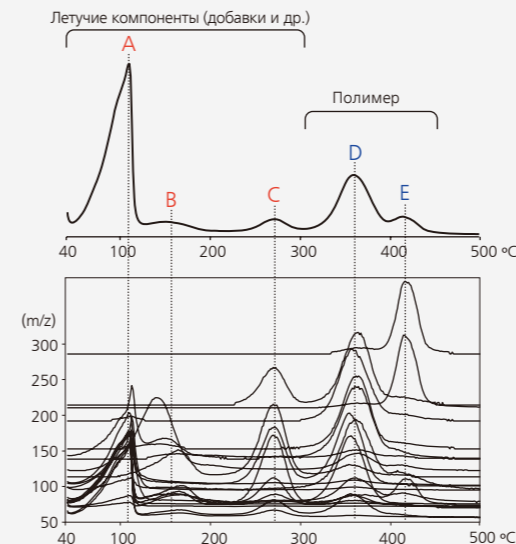
Метод EGA-MS требует прямого соединения между инжектором и детектором, для чего используется деактивированная капиллярная трубка внутренним диаметром 0,15 мм. При нагревании образца выделяющийся газ поступает напрямую в детектор.

EGA-термограмма отражает термические свойства всего образца

EGA-термограмма образца грифеля косметического карандаша (справа) имеет три пика (A, B и C) летучих соединений и два пика (D, E) полимерных компонентов.

Программное обеспечение F-Search отображает двумерные масс-хроматограммы

Представленные масс-хроматограммы показывают, что пики A и B включают в себя несколько компонентов. Пики D и E могут быть предварительно идентифицированы с использованием программного обеспечения F-Search и библиотеки EGA-MS.

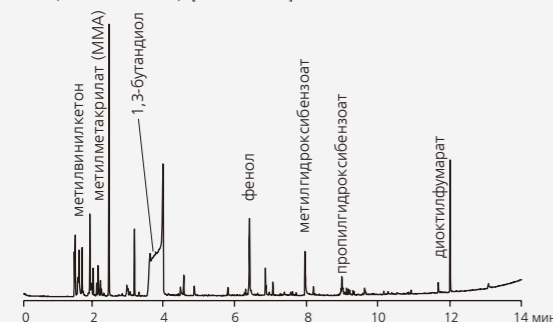


Однократный пиролиз (Single-Shot PY-GC/MS)

Чашка для образцов свободно падает в печь пиролизера. Температура образца повышается от комнатной до температуры пиролиза менее чем за 20 мс. Пиролиз происходит мгновенно, и образуемые продукты термодеструкции поступают в колонку газового хроматографа.

Пирограмма образца грифеля косметического карандаша, изображенная ниже, была получена при 550 °C, что на 50 °C выше температуры, обозначенной на EGA-термограмме. Метод однократного пиролиза является достаточно простым, однако пирограмма отображает продукты разложения всех органических компонентов пробы, что иногда затрудняет ее интерпретацию.

■ Пики (A+B+C+D+E) [PY: 550 °C]



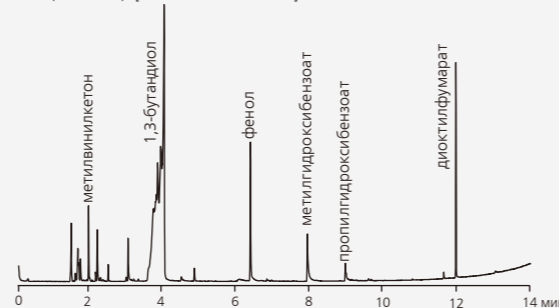
Термическая десорбция с последующим пиролизом (Double-Shot TD/PY-GC/MS)

Двухступенчатый анализ позволяет получать информацию о содержании летучих и полимерных компонентов в образце. Анализ грифеля косметического карандаша включает в себя два этапа.

ЭТАП 1 Метод TD-GC/MS

Хроматограмма полного ионного тока, изображенная ниже, содержит пики соединений (A, B и C), выделенных при температуре от 100 до 300 °C. Микропроточная криогенная ловушка используется для фокусирования отдельных соединений в процессе десорбции в начале колонки. Благодаря этому поддерживается хорошее разрешение пиков и точность анализа.

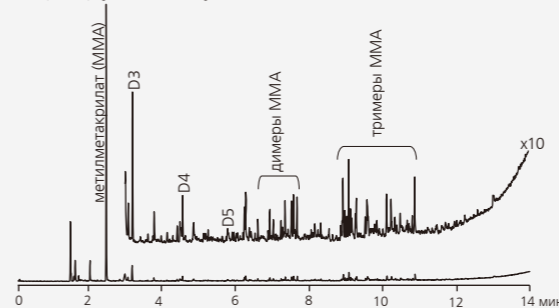
■ Пики (A+B+C) [TD: 100 → 300 °C]



ЭТАП 2 Метод PY-GC/MS

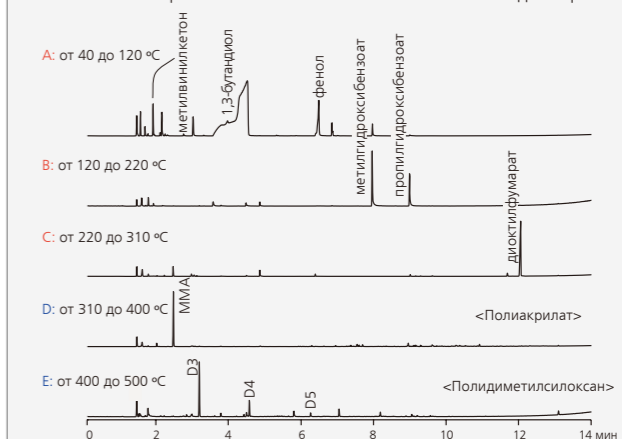
Ниже изображена пирограмма пиков D и E. Поскольку фракции пиков A-C уже были выделены из образца, пики на пирограмме относятся к продуктам пиролиза полимера. Полимер, входящий в состав грифеля косметического карандаша, содержит акриловую смолу и диметилполисилоксан.

■ Пики (D+E) [PY: 600 °C]



Анализ выделяющегося газа с вырезанием пиков (Heart-Cut EGA-GC/MS)

Пары, выделяющиеся в каждой температурной зоне EGA анализа, селективно направляются в хроматографическую колонку и анализируются методом ГХМС. С использованием селективного дозатора и микропроточной криогенной ловушки может быть выделено и проанализировано до восьми температурных зон. Ниже изображены хроматограммы, полученные при проведении последовательных анализов каждой из температурных зон EGA (A-E). Метод может быть проведен полностью в автоматическом режиме с использованием автоматического дозатора.



Качественный и количественный анализ на основе данных различных источников, включая программное обеспечение F-Search и другие аналитические методы

- Определение летучих соединений (A, B, C): F-Search (EGA и приложения) / библиотеки NIST, Wiley
- Определение летучих соединений, полученных из полимерной составляющей образца (D, E): F-Search (библиотеки полимеров и продуктов термодеструкции)

Совершенство в работе, простота в деталях

Дозаторы для образцов всех видов, жидких или твердых

Дозатор для двухступенчатого анализа термодесорбция/пиролиз.

Простота обслуживания

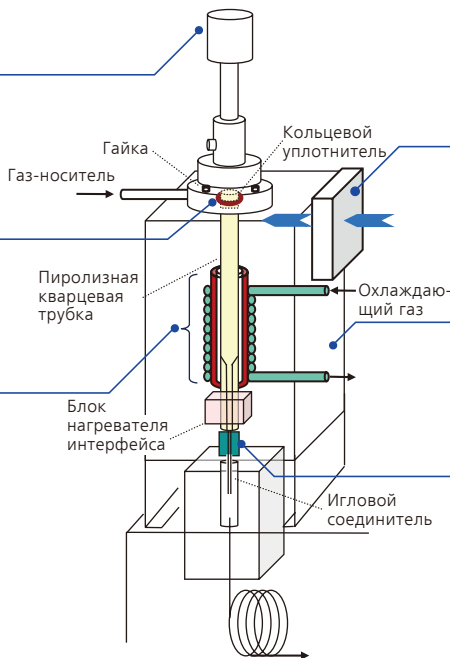
Уплотнением для пиролизной кварцевой трубки служит обычное графитовое кольцо, затянутое тремя гайками.

Усовершенствованный керамический нагреватель печи



Новый керамический нагреватель имеет высокие скорости нагрева и охлаждения в широком диапазоне температур — от комнатной до 1050 °С. Скорость нагрева печи, достигающая 600 °С/мин, в 10 раз превышает соответствующую скорость предыдущей модели, а скорость охлаждения, равная 100 °С/мин, в 3 раза выше скорости охлаждения предыдущей модели.

Усовершенствованный керамический нагреватель печи



Охлаждающий вентилятор поддерживает комнатную температуру образца в процессе режима ожидания

Даже если печь находится при температуре 600 °С, вентилятор может поддерживать комнатную температуру образца, находящегося в позиции ожидания.

Специальный термический изолятор имеет превосходную термостабильность

Даже если температура печи достигает 1000 °С, термический изолятор поддерживает температуру внешней панели на уровне не выше 60 °С.

Адаптер теплоотвода уменьшает температурные провалы

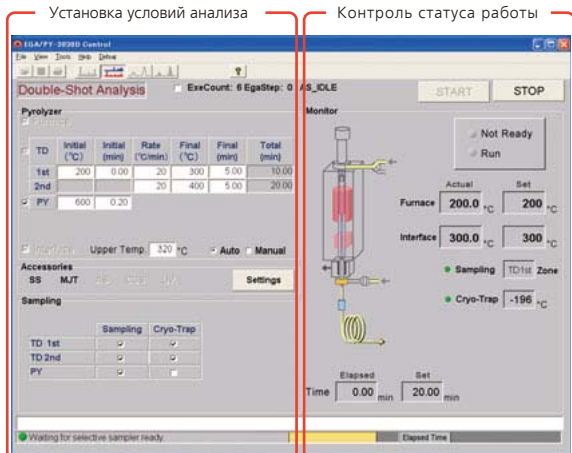
Комбинирование септы с адаптером теплоотвода уменьшают скачок температуры между пиролизером и газовым хроматографом, благодаря чему становится возможным проводить анализ высококипящих соединений.



Простое и удобное в использовании программное обеспечение

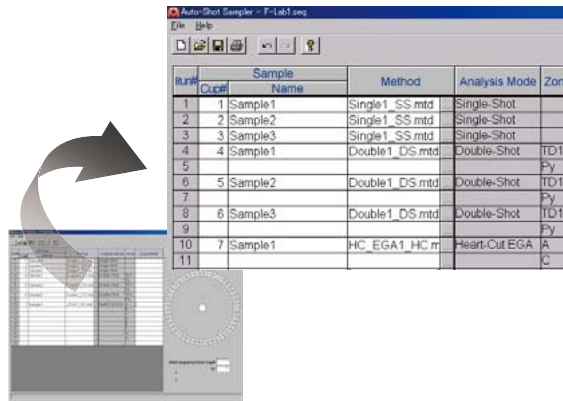
Установка условий анализа и контроль статуса работы

Температурная программа печи и периферических устройств устанавливается в левой половине окна программы. Установка является достаточно простой даже для анализов с использованием нескольких периферических устройств. В правой половине окна программы можно наблюдать за статусом работы всех приборов.



Автоматический анализ серий образцов

Для проведения последовательного анализа множества образцов с использованием автоматического пробоотборника различные аналитические режимы могут быть установлены поочередно. Это позволяет проводить измерения ряда данных, выполняя одну последовательность. (Так как для проведения анализа выделенного газа вместо разделительной колонки используется трубка, данный анализ должен выполняться с использованием отдельной последовательности.)



Окно создания последовательности анализов

Дополнительные устройства

1 Автоматический пробоотборник (AS-1020E)

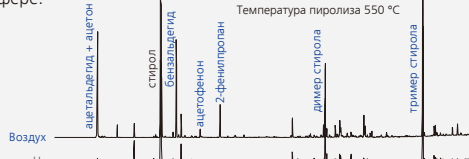
Позволяет проводить автоматический анализ до 48 образцов, увеличивает достоверность результатов, значительно уменьшает трудозатраты лаборатории.



Пиролизер устанавливается внутри автоматического пробоотборника

3 Переключатель газа-носителя (CGS-1050Ex)

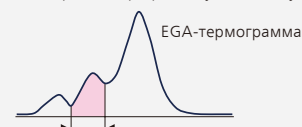
Применяется для анализа с термическим разложением в воздушной атмосфере.



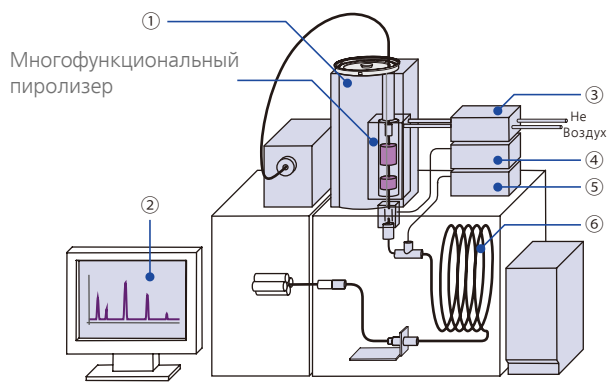
Сравнение пирогрмм полистирола, полученных при разложении в воздушной атмосфере и атмосфере гелия (He)

4 Селективный дозатор (SS-1010E)

Позволяет проводить автоматически или вручную «вырезание» требуемых температурных фракций и вводить их в хроматографическую колонку.



Хроматомасс-спектрометрический анализ с «вырезанием» требуемых температурных фракций



Система Py-GC/MS (Многофункциональный пиролизер и дополнительные устройства)

2 Система поиска F-Search (библиотеки и программное обеспечение)

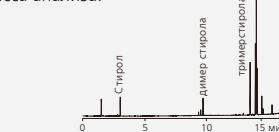
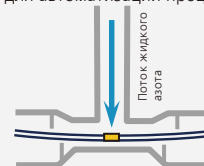
Данное программное обеспечение поддерживает анализ полимеров и добавок с использованием режимов анализа выделенного газа, термодесорбции, а также мгновенного пиролиза с последующим масс-спектрометрическим детектированием.



Примеры хроматограмм и результата поиска по библиотеке масс-спектров

5 Микропроточная криогенная ловушка (MJT-1030Ex)

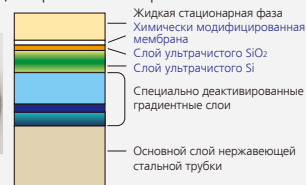
Криогенная ловушка для летучих соединений распыляет струю жидкого азота на входе хроматографической колонки, что является эффективным для автоматизации процесса анализа.



Анализ остаточных олигомеров в полистироле методом термической десорбции с использованием криоловушки MJT-1030Ex

6 Металлические капиллярные колонки Ultra Alloy

Данные колонки подвергнуты многослойной градиентной деактивирующей обработке для улучшения их гибкости, инертности и сопротивления нагреванию и загрязнению.



Изображение внутренней поверхности нержавеющей стальной трубки, деактивированной, полученное с помощью электронного сканирующего микроскопа

Комбинации методов анализа и дополнительных устройств

		Используемое дополнительное устройство				
		1	2 *1	3	4	5
Четыре метода анализа	Анализ выделяющегося газа (EGA)	○	а, г	—	—	—
	Однократный пиролиз	○	б, в, г	—	○	○
	Термическая десорбция с последующим пиролизом	○	б, в, г	—	○	○
	Анализ выделяющегося газа с вырезанием пиков	○	б, в, г	—	⊙	⊙
Другие методы анализа	Методы анализа в воздушной атмосфере (кроме метода EGA)	○	б, в	⊙	⊙	⊙

⊙: Требуется; ○: Требуется в некоторых методах анализа; —: Не требуется

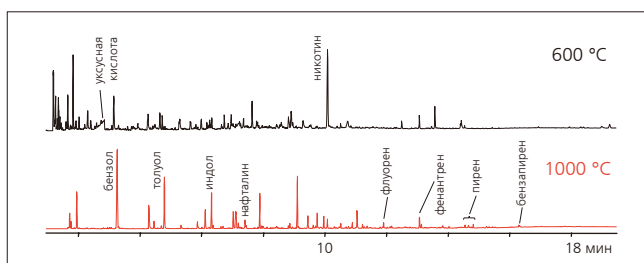
*1 Рекомендуемые библиотеки: (а) Библиотека полимеров для анализа выделенного газа (EGA), (б) Библиотека полимеров для пирогрмм, (в) Библиотека продуктов термодеструкции, (г) Библиотека добавок.

Пример проведения анализа при 1000 °С

Пирограммы табака, полученные при 600 °С и 1000 °С в атмосферах гелия и воздуха

Атмосфера гелия (He)

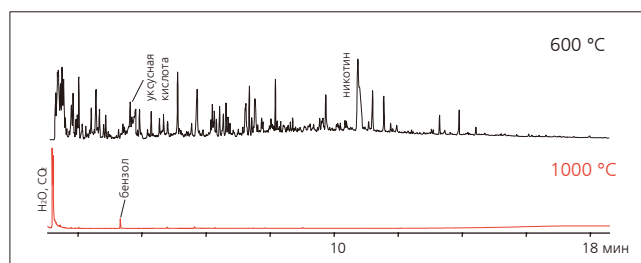
При 600 °С получены пики уксусной кислоты и никотина, однако пики канцерогенных полициклических ароматических углеводородов образуются только при 1000 °С.



Атмосфера гелия (He)

Атмосфера воздуха

В дополнение к пикам уксусной кислоты и никотина на пирограмме, полученной при 600 °С в атмосфере гелия, наблюдается большое количество пиков различных оксидов. Очевидно, что при 1000 °С основными продуктами термодеструкции являются вода и диоксид углерода.



Атмосфера воздуха

Характеристики многофункционального пиролизера EGA/PY-3030D

1. Воспроизводимость (с использованием МС-детектора)

- Воспроизводимость EGA-термограмм
 - Воспроизводимость пирограмм
- Температура пика полистирола: $RSD \leq 0,3\%$
 Отношение площадей пиков продуктов термодеструкции полистирола: $RSD \leq 2\%$

2. Печь и блок дозирования

- Вертикальная микрочашка
 - Диапазон контроля температуры: От (комн. темп. +10 °С) до 1050 °С (шаг 1 °С)
 - Температурная стабильность: $\pm 0,1$ °С макс.
 - Скорость нагрева: 600 °С/мин. макс. (с шагом 1 °С/мин) от 50 °С до 500 °С
 - Метод охлаждения/ время охлаждения: Охлаждение азотом или скатым воздухом; 10 минут макс. (от 800 °С до 50 °С, давление охлаждающего газа: 500 кПа)
- Блок интерфейса
 - Диапазон контроля температуры/ стабильность: от 40 °С до 450 °С (шаг 1 °С) / $\pm 0,1$ °С макс.
- Дозаторы
 - Дозатор для проведения термической десорбции с последующим пиролизом
 - Дозатор жидких проб
 - SF (50 мкл), LF (80 мкл)
- Инертные чашки для образцов (макс. вместимость)

3. Температурный контроллер (контроль с помощью ПК)

- Защита от перегрева
- Пиролизер: 1100 °С, блок интерфейса: 500 °С

4. Стандартные аксессуары

- Капиллярная колонка Ultra Alloy, капиллярная трубка для проведения анализа выделенного газа, чашки для образцов, контролирующее программное обеспечение, стандартные образцы для проверки работы пиролизера и др.

5. Другое

- Требования по электропитанию: 100–120 или 200–240 В, частота 50/60 Гц (400 Вт макс.)
- Пиролизная печь: 76 (Ш) x 143 (Г) x 215 (В) мм/ 1,6 кг
- Температурный контроллер: 120 (Ш) x 310 (Г) x 310 (В) мм/ 5,4 кг
- Оборудование, подготовленное пользователем:
 1. Газовый хроматограф: с инжектором для дозирования с делением/без деления потока
 2. Газ для охлаждения печи пиролизера: азот или воздух
 3. Персональный компьютер: может использоваться компьютер, контролирующий работу газового хроматографа (ОС: Windows 7, Vista; один USB порт)

 **FRONTIER LABORATORIES LTD.**

1-8-14 Saikon, Koriyama, Fukushima, 963-8862 Japan
 Phone: +81-24-935-5100 Fax: +81-24-935-5102
<http://www.frontier-lab.com/>

 **SHIMADZU**

Shimadzu Corporation

www.shimadzu.ru

E-mail: smo@shimadzu.ru

Тел.: +7 495 989-13-17 / 989-13-18

Наименования компаний, продуктов/услуг и логотипы, используемые в настоящей публикации, являются товарными знаками и наименованиями Корпорации Шимадзу или ее дочерних компаний вне зависимости от использования знаков «TM» или «®» с наименованием. Сторонние товарные знаки и товарные наименования могут использоваться в данной публикации для обозначения третьих лиц или их товаров/услуг. ШИМАДЗУ не предьявляет права собственности на какие-либо товарные марки и названия, кроме своих собственных.

Только для исследовательских целей. Не использовать для диагностических целей. Содержание данной публикации предоставляется без гарантий любого рода и может быть изменено без предварительного уведомления. ШИМАДЗУ не несет никакой ответственности за любой ущерб, будь то прямой или косвенный, связанный с использованием этой публикации.