

上海盈诺热重分析仪密封性能实验研究报告

设备是否密封，对测试结果有什么影响？氮气是否起到保护作用？

我公司根据客户要求“热重法测试炭黑含量”，研发一款 TGA-C 系列热重分析仪，增加了密封系统、天平恒温系统，避免气体气体影响，使测试炭黑含量更加准确（热重法测试炭黑实验原理，在氮气保护条件下，升温至高温区某一温度，恒温 5 分钟后，通入氧气，继续恒温至重量不再损失）。

由于天平的称重时支架不能与其他物体接触，因此目前常规的热重分析仪炉体非密封状态。在实验中，通入氮气进行保护时，由于炉体非密封，导致有空气进入，进而样品与空气中氧气或其他气体反应，从而导致样品测试结果失真，氮气保护段重量损失偏大，氧气氧化段（即炭黑含量）重量损失偏小。

现在，**TGA-C** 系列热重分析仪、**ZH-C** 系列综合热分析仪研发后，弥补了炉体漏气的问题，在实验中通入氮气时，空气不能进入炉体，从而达到氮气保护的作用，避免炭黑提前氧化。

针对两种不同结构的设备，我们做了以下实验，探索密封系统对实验结果的影响（样品为 2016 年江阴某单位提供的色母粒）：

为什么使用该样品做本次实验探索的样品？因为该样品炭黑含量高，当炉体漏气时，炭黑与氧气反应，生成灰分，残渣中就会存在一部分灰白色残渣。可以根据灰白色残渣判断，炉体是否密封完好，是否有空气进入；也可以根据残渣中灰分的量，判断密封效果。

图 1，是色母粒颗粒未实验的原始状态；

图 2，是色母粒使用不同型号设备，实验后的残渣；

图 3，是常规热重分析(**TGA-A/B** 系列)没有通入任何气体的条件下实验数据报告图谱；

图 4，是常规热重分析仪(**TGA-A/B** 系列)在氮气保护的条件下实验数据报告图谱；

图 5，是加密封系统热重分析仪(**TGA-C** 系列)在氮气保护条件下实验数据报告图谱。

注：本次实验实验条件：开始温度室温，结束温度 6500℃，650℃恒温 30min（参照炭黑含量测试仪“垂直燃烧法”，热解实验条件进行）。



图 1：色母粒颗粒

INNULO

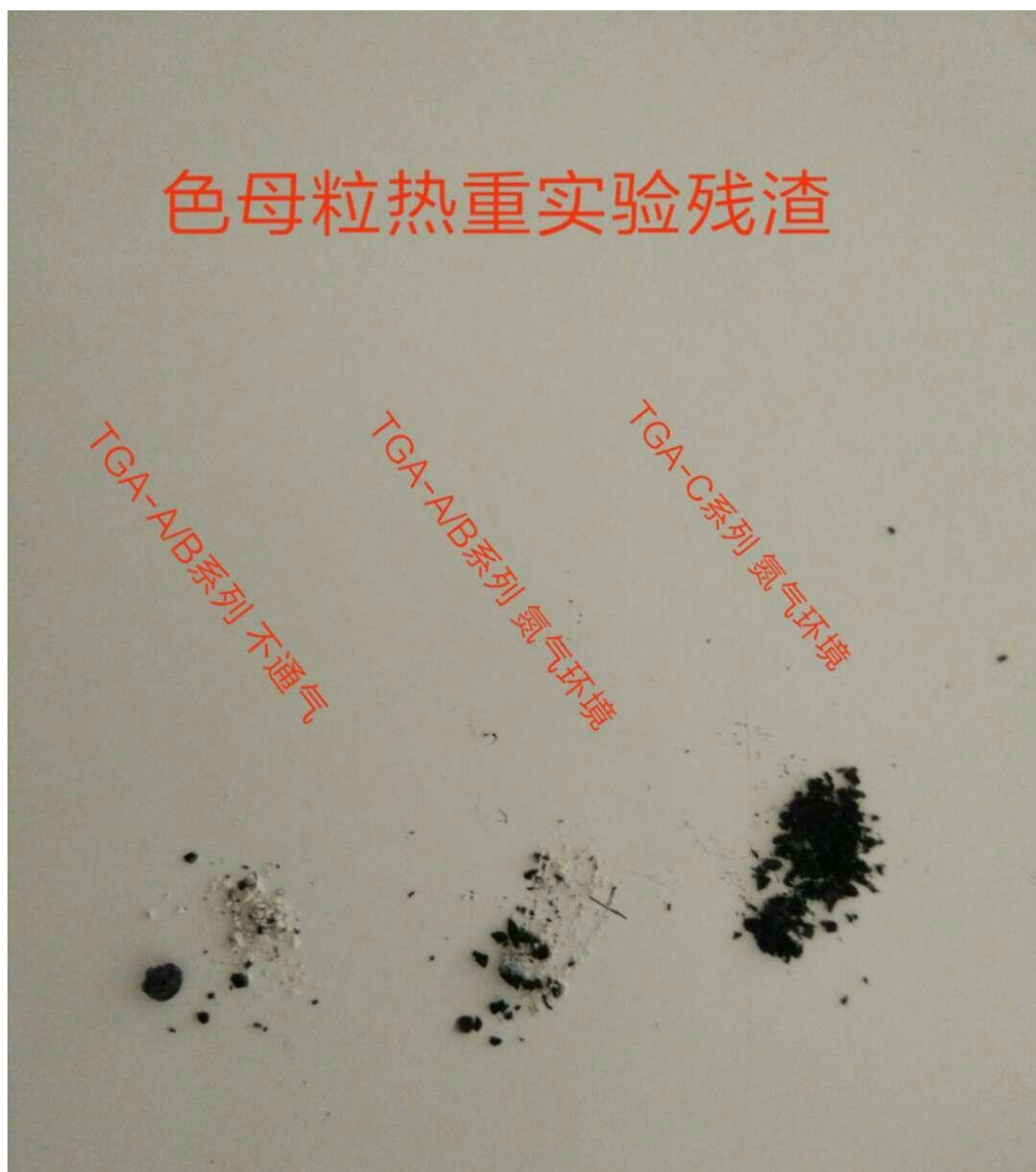


图 2：色母粒热重实验残渣

根据图 1 所示，两种型号的设备，三种实验，对比残渣中灰分的数量：

TGA-A/B，不通气时，残渣中有大量的灰分；

TGA-A/B 系列 通入氮气进行实验时，存在少量灰白色灰分，说明有部分样品被氧化，实验中有部分空气进入，与不通气时进行对比，灰分少了很多，进而可以证明该设备通入氮气时，起到一定的保护作用，但是并不能完全保护；

TGA-C 系列残渣均为黑色粉末，没有炭黑被氧化，进而证明该设备密封性良好，达到氮气保护的作用。

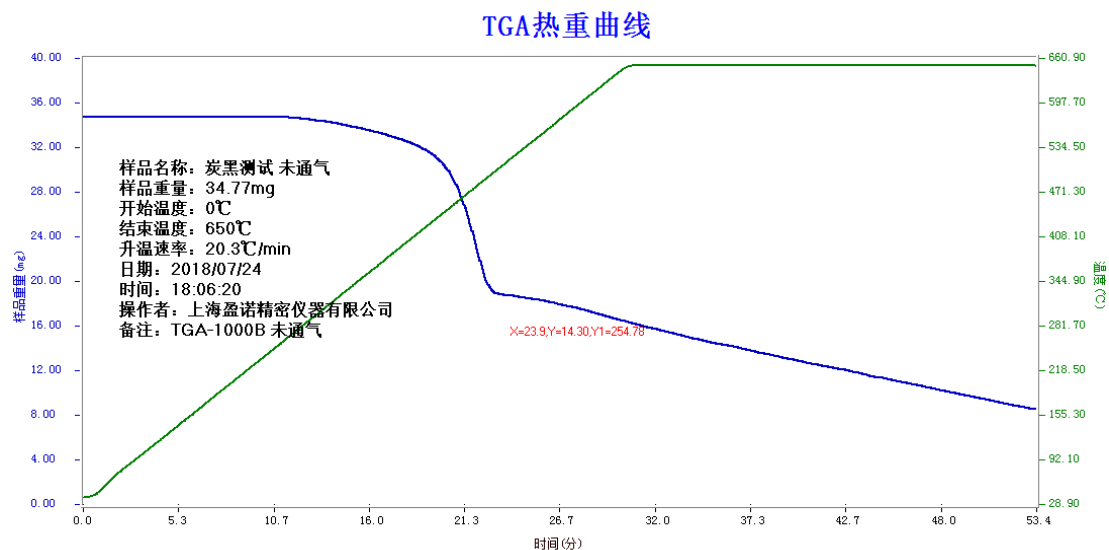


图 3: TGA—1000B 不通入气体实验

TGA-A/B 系列不通气时,重量一直在损失,结合图 2,可知一直在失重的部分是炭黑,炭黑与空气中氧气反应,生成 CO_2 ,进而一直处于重量损失状态。

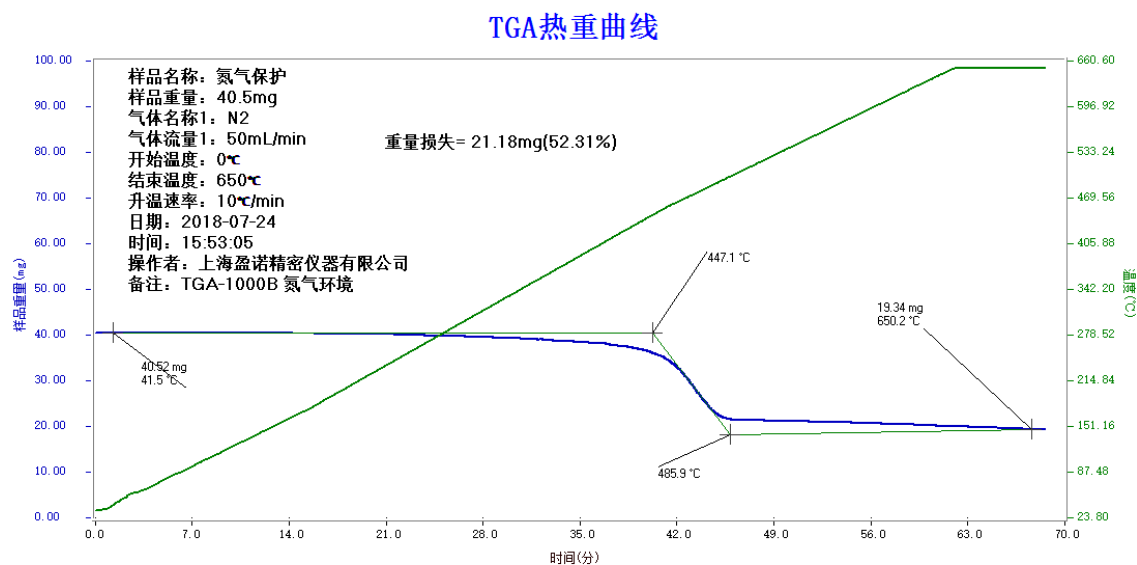


图 4: TGA—1000B 氮气保护实验

TGA-A/B 系列通气时,重量在缓慢损失,结合图 2 图 3,空气进入少,氮气氧化较慢。

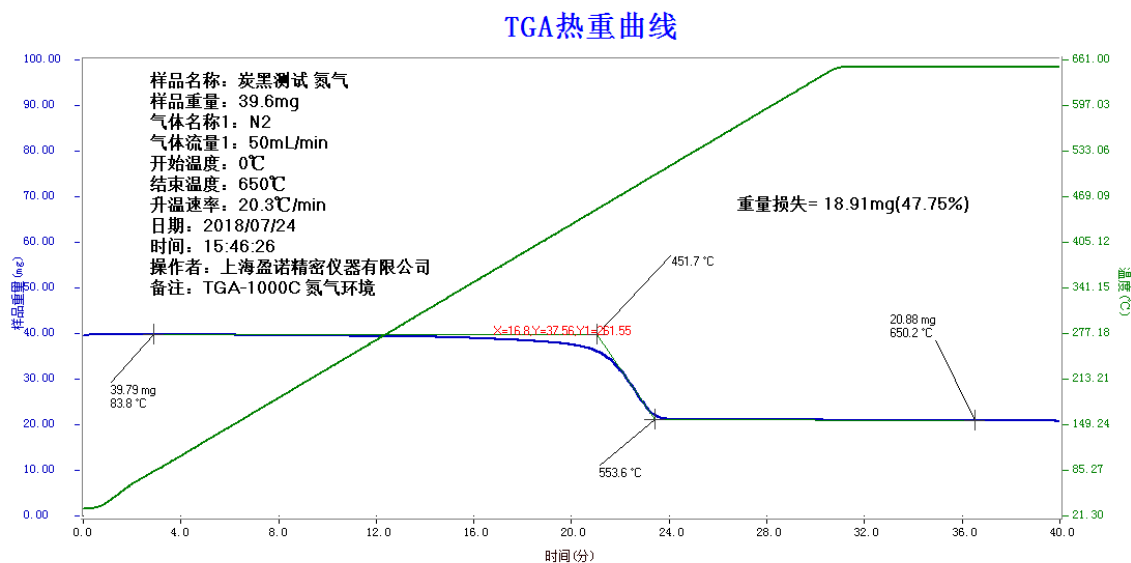


图 5: TGA—1000C 氮气保护实验

TGA-C 系列与上图对比, 重量稳定, 结合图 2 残渣反应, 没有炭黑被氧化, 进而证明该设备密封性良好, 达到氮气保护的作用。

结语: 根据以上信息说明, 如果样品中存在易氧化成分(或易与空气中, 某气体反应的成分), 实验条件要求氮气保护或通入其他非腐蚀性气体, 或实验中惰性气体与其他气体要求切换, 建议根据对实验结果的误差大小要求, 选择 **A/B** 或者 **C** 系列设备:

A 系列(国产普通天平, **0.1mg**) 型号包括 **TGA-1000A,TGA-1250A,TGA-1450A,TGA-1550A**

B 系列(国产优质天平, **0.01mg**) 型号包括 **TGA-1000B,TGA-1250B,TGA-1450B,TGA-1550B**

C 系列(国产优质天平, **0.01mg**) 型号包括 **TGA-1000C,TGA-1250C,TGA-1450C,TGA-1550C**

另外, 我公司 **TGA-Q** 系列热重分析仪、综合热分析, 采用德国进口赛多利斯十万分之一克天平, 数据更加稳定, 性价比更高, **5mg** 的微量样品即可测试数据, 包括 **TGA-QB** 系列, **TGA-QC** 系列。

ZH同步热分析采样曲线

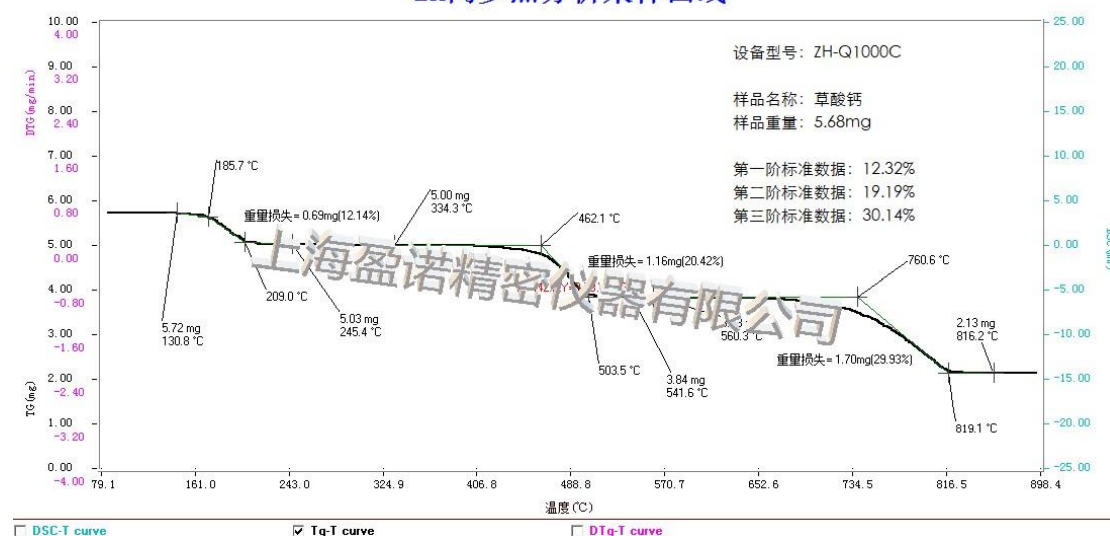


图 6: 德国进口赛多利斯天平重量曲线 (5mg)

如对上文数据和观点有何异议，欢迎与我们联系，进行实验对比与探讨，我们期待着各位科研人员的指正。

上海盈诺精密仪器有限公司-热分析实验室

2018-7-25