

真空热重分析仪混合气体低气压精密控制技术改造

Technical Transformation of Low Pressure Precision Control of Mixed Gas in Vacuum Thermogravimetric Analyzer

摘要：针对目前国内外各种真空热重分析仪普遍不具备低压压力精密控制能力，无法进行不同真空气氛环境下材料热重分析的问题，并根据用户提出的热重分析真空度精密控制技术改造要求，本文提出了技术改造解决方案。解决方案基于动态平衡法采用了上游和下游控制方式，通过配备的多路进气混合装置、高精度电容真空计、电控针阀和双通道PID真空压力控制器，可实现热重分析仪在10Pa~100kPa范围内多种气体气氛下的真空度精密控制。

1. 项目背景

热重分析 (Thermogravimetric Analysis, TG或TGA) 是指在程序控制温度下测量待测样品的质量与温度变化关系的一种热分析技术，用来研究材料的热稳定性和组分。而真空热重分析 (Vac-TGA) 则是在普通热重分析中增加了真空变量，允许在低至1Pa的绝对压力条件下对样品进行分析，适用于在使用中需要减压条件的客户应用。真空热重分析技术用于解决在工作中遇到低气压的专业化检测分析，Vac-TGA还可以实现更准确地观察薄膜、复合材料、环氧树脂等材料的挥发物、降解和排气等情况。

真空热重分析仪一般都配备真空密闭的炉体和精确控制保护气和吹扫气流量的气体质量流量控制器 (MFC)，为TG与FTIR或GC-MS等联用提供了便利。密闭系统的真空度最高可达1Pa (绝对压力)，一般都包括两路吹扫气和一路保护气，由此可进行各种气氛环境下的热重分析，如惰性、氧化性、还原性、静态和动态气氛环境。

目前常见的真空热重分析仪只能实现抽真空功能，普遍无法对密闭炉体内的气体压力进行准确控制，只有最先进的磁悬浮热重分析仪具有压力控制功能，但也仅适用于大于一个大气压的高压控制，其结构如图1所示，还是无法对低于一个大气压的低压环境进行调节控制，无法提供低压环境的模拟。

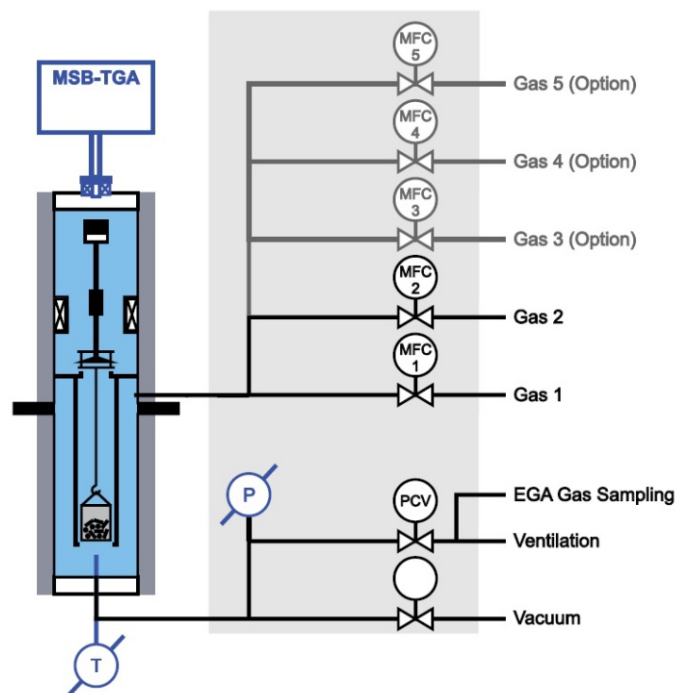


图1 国外磁悬浮热重分析仪气体流量和压力控制系统结构示意图

由于现有真空热重分析仪无法提供低压环境的真空控制，客户希望能对现有V-TGA进行技术改造，增加真空度控制功能，以对高原地区低氧、低气压条件下的煤燃烧过程开展研究。

为了彻底真空热重分析仪的真空压力精密控制问题，基于真空压力控制的动态平衡法，即通过自动调节热重分析仪的进气和排气流量，使内部气压快速达到动态平衡状态而恒定在设定真空度上，为热重分析仪提供可任意设定低气压值的精密控制，本文将提出以下技术改造实施方案。

2. 解决方案

首先，根据客户要求以及今后真空热重分析仪的低压应用，本解决方案拟达到的指标如下：

- (1) 真空度控制范围：10Pa~100kPa（绝对压力）。
- (2) 真空度控制精度：±1%（读数）。
- (3) 气氛：真空、单一气体和多种气体混合。

为达到上述技术指标，解决方案设计的热重分析仪真空压力控制系统结构如图2所示。

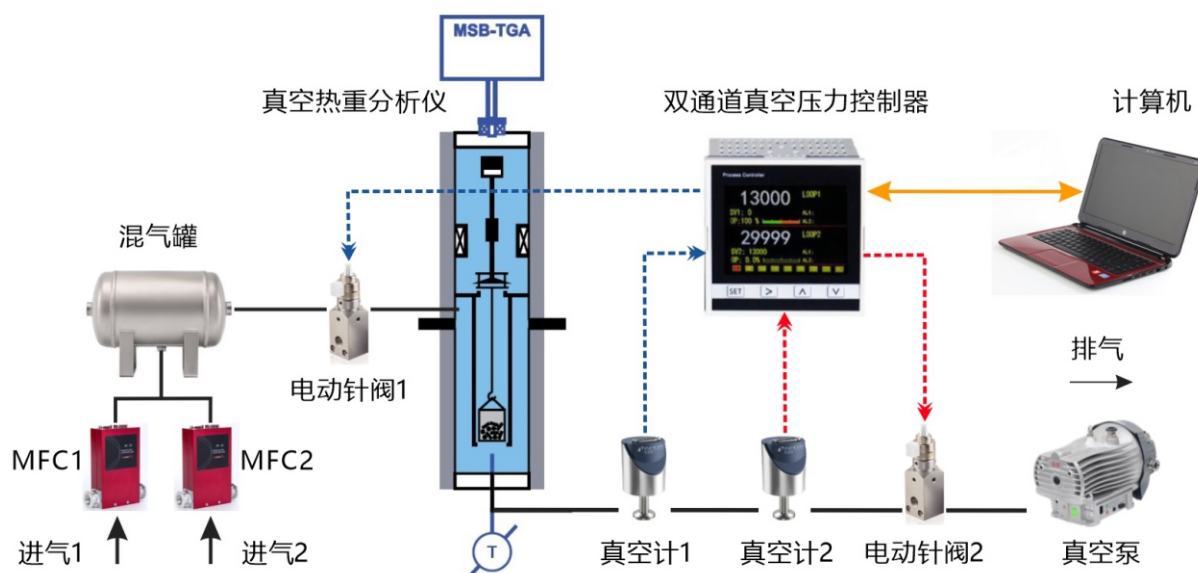


图2 真空热重分析仪低气压精密控制系统结构示意图

如图2所示，为了实现10Pa~100kPa全量程内的真空度控制，控制系统的具体内容如下：

- (1) 配备了两只电容真空计，量程分别是10Torr和1000Torr，精度都为读数的±0.2%。
- (2) 采用了动态平衡法进行控制，其中在真空度10Pa~1kPa范围内采用上游（进气端）控制模式，而在1kPa~100kPa真空度范围内采用下游（排气端）控制模式。
- (3) 上游控制模式：上游控制模式是固定排气流量（真空泵全开，电动针阀2固定某一开度），通过自动调节电动针阀1开度来改变进气流量，使进气流量与排气流量达到动态平衡而实现某一真空度设定值的恒定控制。实施上游控制模式的闭环控制回路包括10Torr真空计1、电动针阀1和真空压力控制器的第一通道，如图2中的蓝色虚线所示。
- (4) 下游控制模式：下游控制模式是固定进气流量（电动针阀1固定某一开度），通过自动调节电动针阀2开度来改变排气流量，使进气流量与排气流量达到动态平衡而实现某一真空度设定值的恒定控制。实施下游控制模式的闭环控制回路包括1000Torr真空计2、电动针阀2和真空压力控制器的第二通道，如图2中的红色虚线所示。

(5) 双通道真空压力控制器：所配备的VPC2021-2真空压力控制器具有两路独立的PID控制通道，与相应的真空计和电动针阀配合可组成上游和下游控制回路。在进行上游自动控制过程中，上游控制回路进行自动PID控制，而下游控制回路设置为手动控制并设定固定输出值以使得电控针阀2的开度固定。在进行下游自动控制过程中，下游控制回路进行自动PID控制，而上游控制回路设置为手动控制并设定固定输出值以使得电控针阀1的开度固定。

(6) 电动针阀：所配备的NCNV系列电动针阀是一种步进电机驱动的高速针型阀，可在一秒时间内完成从关到开的高速线性变化，具有很好的线性度和重复性精度，具有极低的磁滞，可采用模拟信号（0-10V、4-20mA）和RS485进行控制，可对小流量气体流量进行精密调节。

(7) 进气装置：图2所示的控制系统进气装置可实现多种气体的精密配比混合，每种气体的流量通过气体质量流量控制器进行调节和控制，多路气体在混气罐内进行混合，混合后的气体作为进入真空热重分析仪的进气。

(8) 控制精度：由于整个控制系统采用了高精度的真空计、电动针阀和PID控制器，可实现全量程的真空度精密控制，考核试验结果证明控制可轻松达到 $\pm 1\%$ 读数的高精度。

(9) 控制软件：双通道真空压力控制器配备有计算机控制软件，通过控制器上的RS485通讯接口，计算机可远程操作真空压力控制器实现控制运行、参数设置和过程参数的采集、存储和曲线显示。

3. 总结

本解决方案彻底解决了真空热重分析仪中存在的真空度精密控制问题，在满足用户所提的真空热重分析仪技术改造要求之外，本解决方案还具有以下优势和特点：

(1) 本解决方案具有很强的实用性，并经过了试验考核和大量应用，按照解决方案可很快完成真空热重分析仪高精度真空压力控制系统的搭建和技术改造，无需对热重分析仪进行改动。

(2) 本解决方案具有很强的适用性，通过改变其中的相关部件参数指标就可适用于不同范围和不同规格型号真空热重分析仪的真空压力控制，可满足各种真空热重分析仪的多种低气压控制需求。

(3) 本解决方案可以通过增减高压气源来实现不同气体气氛环境的低压控制，也可进行多种气体混合后的低压控制，具有很大的灵活性。

(4) 本解决方案还为后续的热重分析仪与其他热分析联用留有接口，如可以通过在排气端增加微小流量可变泄漏阀实现与质谱仪的联用。