NETZSCH Group



Technology fascinates -

TG-FTIR 联用技术

徐梁 耐驰科学仪器商贸(上海)有限公司 应用实验室



联用技术概述

材料的热分解产物研究



■ TG:定量计算各失重阶段比例,推算成分含量

■ EGA:获取各失重阶段释放气态产物的具体成分信息







结合使用逸出气体分析,能够获取关于失重过程中逸出气体的组分的额外信息, 对材料特性与反应机理进行更深入的研究。

联用方式:







FTIR 联用:

- 通过检测有机物官能团对物质进行定性/定量分析。
- 无法检测 H₂, O₂, N₂ 等双原子对称分子。

QMS 联用:

- 通过检测不同离子的质荷比信息对气体产物进行定性/定量分析。
- 可以轻松检测 H₂O, CO₂, H₂, O₂, CH₄ 等小分子气态产物。
- Skimmer 联用,可检测沸点较高的大分子物质,及无机、金属挥发物。
- 对多种复杂有机组分混合的图谱解析较为困难。

GC-MS 联用:

- 通过 GC 将混合的气体产物进行预分离,再由质谱按时间顺序依次测试分离 后产物的离子碎片峰谱图,并在谱库中进行检索匹配,获取产物成分信息。
- 在检测复杂的混合有机气态产物方面有明显优势。

联用设计的关键因素







立式顶部装样结构:

- 载气和样品气方向一致,均顺着热空气的自然向上流向,结合炉管设计的烟囱效应,确保产物气顺畅流出。
- 气流为层流,无死体积与混流问题,确 保信号可靠性。
- 由于出气顺畅,所需载气流速小,由此
 样品气浓度高,检测信号强。
- 接口和管线均加热至高温(最高温度 300℃),减少气体分子冷凝,确保产物 能到达 EGA端得到及时有效的检测。



热红联用

- 原理与仪器





水分子受红外光波照射:



吸收一定波长的红外光后,产生振动能级跃迁。

红外吸收的选择性:不同的物质、不同的官能团,其吸收的波长分布 (红外光谱)不同

H₂O 的中红外吸收光谱

Ę





CO₂的中红外吸收光谱



红外光谱的指纹区





三种聚丁二烯的红外光谱图

- 4000~1330 cm⁻¹: 官能团区
- 1330 ~ 400 cm⁻¹:指纹区。该区域吸收峰特征性强,可用于区别不同化合物结构上的微小差异。

傅立叶变换红外光谱仪 (FT-IR)

Ē







Perseus 联用

从 TG / STA 出口释放出的产物气体, 通过连接段进入 FTIR 的气体测量单元。

通过测量红外吸收光谱,能够分析 得到逸出气体的成分或结构信息。

传输管线联用

TENSOR 27

TGA-M

-

Perseus 联用 - 结构示意图









Proteus – TG-DTG-Gram Schmidt 图谱





Gram Schmidt:全部波数的信号总积分随时间/温度的变化曲线。从总体上表征产物释放过程。一般与DTG有对应性。

Bruker Opus -- FTIR 图谱解析



STA/TGA-FTIR 联用:从红外特征吸收峰,获取关于逸出气体组分(官能团)的信息。

⇒无需碎片化,即可轻松获取有机官能团的相关信息。广泛应用于有机领域。

⇒ 无机气体也有特征的吸收光谱。

⇒ 不能检测没有偶极矩变化的气体 (如惰性气体,与双分子气体如 H₂, O₂, N₂ 等)



热红联用

- 典型应用实例

1. 软 PVC 的热降解

Ē











软 PVC - 320℃ FTIR 图谱

Ē





2. EVA 的热降解

Ē





NETZSCH Analyzing & Testing



EVA: 355℃ 分解产物检索



EVA: 473℃ 分解产物检索



EVA: TG-DTG-GS-产物轨迹图



NETZSCH

NETZSCH Analyzing & Testing

_	_	

3. 硅橡胶











硅橡胶 - 426℃ 分解产物的 FTIR 匹配结果



NETZSCH TG-FT-IR 聚合物数据库

ABS LCP PPSU PA612 SAN TPV PA66 AMMA ASA PBT TPU AEM SB PET TPC PPTA PS PC TPA COC PE-LD PMMA TPS ACM PE-LLD BR POM (homo) IIR PE-HD POM (copo) CM FKM PE-UHMW PPS CR PAN PSU EPDM PPA EVA 19 % VA PP PTFE HNBR TPO . PB PVDF NBR PP-HC PIB FEP NR PP-R PVC-P ETFE Q PP-C PVC-U PVF SBR EVA 28 % VA EVA 39 % VA PVDC PA6/3T EP PVAL PA6/6T MF EVA 40 % VA PF PLA PEI EVA 60 % VA PA11 PES PUR **PEG** methyl **PA12** PEEK UF ether **PA46** PEKEKK UP PCTFE PA6 PFA PEK PA610 PMP (HBA/HNA)-

NETZSCH Analyzing & Testing

TG-FTIR 高分子数据库





NETZSCH 聚合物 TG-FTIR 谱图海报



NETZSCH

NETZSCH Analyzing & Testing

4. 石墨填充 PTFE 的 STA-FT-IR 测试

Ē



594 ℃ 气态产物鉴定



886 ℃ 气态产物鉴定





石墨填充 PTFE: C₂F₄, CO₂轨迹曲线



5. 全氟弹性体 – 增塑剂成分鉴定









370℃ 红外谱图



NETZSCH

● 在标准谱库中无法找到满意的匹配结果

全氟聚醚增塑剂 Fomblin Y-06 的 TG-FTIR 测试 NETZ5CH









鉴定结果:该弹性体中所含增塑剂为全氟聚醚增塑剂 Fomblin。





Natiopidil Tablets

25mg × 10)5

NETZSCH

萘哌地尔:适用于良性前列腺增生症引起的 排尿障碍。(片剂、胶囊)

样品: 晶体粉末

测量条件:

仪器: DSC 204, TG 209-FTIR

样品重量: 0.5 to 16

坩埚:

温度范围

升温速率:

气氛:

DSC 204, TG 2
0.5 to 16 mg
Al crucible
20 °C160 °C
10 K min ⁻¹
N ₂



Sincere

萘哌地尔 - 127 ℃的微量失重





萘哌地尔 - 杂质鉴定



7. 一水合乳糖 – DSC/TG

Ē





156, 252, 311℃ 的红外谱图





一水合乳糖 – TG-FTIR 轨迹图

Ē



8. 生物质秸秆的分解与燃烧



301 ℃ 谱图匹配

Ę





536 ℃ 谱图匹配





各气态产物轨迹图





9. 水泥原料: TG-DSC-IR



水泥原料: CO₂, SO₂, H₂O 轨迹曲线





Thank you for your attention!

NETZSCH

德国耐驰热分析 上海应用实验室

NETZSCH Scientific Instrument Shanghai Tel.: +86 21 51089255 - 6333 Fax: +86 21 58663150 nsi-lab@netzsch.com www.ngb-netzsch.com.cn www.netzsch-thermal-analysis.com

