

<http://doi.org/10.32864/polymmattech-2022-8-2-72-78>

УДК 678.7:543.5:536.54:543.4

## ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СИНХРОННОГО АНАЛИЗА ТЕРМОГРАВИМЕТРИЯ/ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНАЯ СКАНИРУЮЩАЯ КАЛОРИМЕТРИЯ/ИК-СПЕКТРОСКОПИЯ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ПИРОЛИЗА ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ

Е. Н. ВОЛНЯНКО<sup>1+</sup>, Е. В. ВОРОБЬЕВА<sup>2</sup>, О. А. МАКАРЕНКО<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт механики металлополимерных систем имени В. А. Белого НАН Беларуси, ул. Кирова, 32а, 246050, г. Гомель, Беларусь

<sup>2</sup>Гомельский государственный университет имени Ф. Скорины, ул. Советская, 104, 246019, г. Гомель, Беларусь

*В статье рассмотрены вопросы использования двух конфигураций синхронного термогравиметрия/дифференциальная сканирующая калориметрия/ИК-спектроскопия анализа полимерных композиционных материалов: 1 – совмещение реализуется через гибкую прогреваемую линию передачи; 2 – линия передачи отсутствует, т. е. приборы непосредственно сопряжены между собой. Выявлены основные преимущества прямого сопряжения: отсутствие линии передачи позволяет исключить задержку между выпуском и обнаружением выделившихся газов, исключить эффекты конденсации или химического взаимодействия.*

*Цель работы — исследовать образцы полимерных композиционных материалов, содержащие антиоксидант фенольного типа и наполнители оксидов металлов, совмещенными методами термогравиметрического анализа, дифференциальной сканирующей калориметрии и инфракрасной Фурье-спектроскопии.*

*Совместный анализ термогравиметрических кривых, кривых Грама-Шмидта, ИК-спектров позволил наблюдать пиролиз в режиме реального времени. В результате установлено, что нагрев образцов полимерных композитов, содержащих антиоксидант фенольного типа без наполнителя и с наполнителем Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> или ZnO, до 380 °С характеризуется лишь фазовыми изменениями, без потери массы, характерными для полимера, содержащего антиоксидант. Идентифицированы выделяющиеся в процессе пиролиза газы: CO, CO<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>. Температура термодеструкции полимерных композитов соответствует температуре деструкции ненаполненного полимера, содержащего антиоксидант.*

**Ключевые слова:** синхронный термический анализатор, ИК-спектрометр, полимерные композиты, антиоксидант, оксиды металлов, 3D-инфракрасные спектры.

## USE OF SYNCHRONOUS ANALYSIS THERMOGRAVIMETRY/DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY/IR SPECTROSCOPY TO STUDY THE PYROLYSIS OF POLYMER COMPOSITES

E. N. VOLNIANKO<sup>1+</sup>, E. V. VOROBYOVA<sup>2</sup>, O. A. MAKARENKO<sup>1</sup>

<sup>1</sup>V. A. Belyi Metal-Polymer Research Institute of National Academy of Sciences of Belarus, Kirov St., 32a, 246050, Gomel, Belarus

<sup>2</sup>Francisk Skorina Gomel State University, Sovetskaya St., 104, 246019, Gomel, Belarus

*The article discusses the use of two configurations of synchronous thermogravimetry/differential*

<sup>+</sup>Автор, с которым следует вести переписку. E-mail: volnianko@mail.ru

scanning calorimetry/IR spectroscopy analysis of polymer composite materials: 1 – the combination is realized with a flexible heated transmission line; 2 – there is no transmission line, i. e. the devices are directly interfaced. The main advantages of direct coupling are revealed: the absence of a transmission line eliminates the delay between the release and detection of released gases, eliminates the effects of condensation or chemical interaction.

The aim of the work is to investigate samples of polymer composite materials containing phenolic-type antioxidant and metal oxide fillers with synchronous methods of thermogravimetric analysis, differential scanning calorimetry and infrared Fourier spectroscopy.

A joint analysis of thermogravimetric curves, Gram-Schmidt curves, and IR spectra made it possible to observe pyrolysis in real time. As a result, it was found that the heating of samples of polymer composites containing a phenolic type antioxidant without a filler and with a filler  $Fe_3O_4$  or  $ZnO$  to 380 °C. The process is characterized only by phase changes without loss of mass. It characterizes a polymer composite containing antioxidants. Gases released during pyrolysis have been identified:  $CO$ ,  $CO_2$ ,  $CH_4$ ,  $C_2H_2$ ,  $C_2H_4$ . The temperature of thermal degradation of polymer composites corresponds to the temperature of destruction of an unfilled polymer containing an antioxidant.

**Keywords:** synchronous thermal analyzer, IR spectrometer, polymer composites, antioxidant, metal oxides, 3D infrared spectra.

Поступила в редакцию 01.06.2022

© Е. Н. Волнянко, Е. В. Воробьева, О. А. Макаренко, 2022

Для приобретения полного текста статьи, обращайтесь в [редакцию журнала](#)  
Full text of articles can be purchased from the editorial office

Адрес редакции: ул. Кирова, 32а, 246050, г. Гомель, Беларусь  
Телефон/факс: +375 (232) 34 06 36 / 34 17 11

Address: Kirov St., 32a, 246050, Gomel, Belarus  
Phone: +375 (232) 34 06 36. Fax: +375 (232) 34 17 11

E-mail: [polmattex@gmail.com](mailto:polmattex@gmail.com)  
Web: <http://mpri.org.by/izdaniya/pmt/>

### Образец цитирования:

Волнянко Е. Н., Воробьева Е. В., Макаренко О. А. Использование синхронного анализа термогравиметрия/дифференциальная сканирующая калориметрия/ИК-спектроскопия для изучения пиролиза полимерных композитов // Полимерные материалы и технологии. 2022. Т. 8, № 2. С. 72–78. <http://doi.org/10.32864/polymmattech-2022-8-2-72-78>

### Citation sample:

Volnyanko E. N., Vorob'eva E. V., Makarenko O. A. Ispol'zovanie sinkhronnogo analiza termogravimetriya/differentsial'naya skaniruyushchaya kalorimetriya/IK-spektroskopiya dlya izucheniya piroliza polimernykh kompozitov [Use of synchronous analysis thermogravimetry/differential scanning calorimetry/IR spectroscopy to study the pyrolysis of polymer composites]. *Polimernye materialy i tekhnologii* [Polymer Materials and Technologies], 2022, vol. 8, no. 2, pp. 72–78. <http://doi.org/10.32864/polymmattech-2022-8-2-72-78>

### Литература

1. Post E, Rahner S, Mohler A, Rager A. Study of recyclable polymer automobile undercoatings containing PVC using TG/FTIR // *Thermochemica Acta*, 1995, vol. 263, no. 1-2, pp. 1–6.
2. Каталог продукции BRUKER // Новые технологии [Электронный ресурс]. URL: <https://bruker.nt-rt.ru> (дата обращения: 27.05.2022).
3. Каталог продукции NETZSCH-Gerätebau GmbH [Электронный ресурс]. URL: <https://analyzing-testing.netzsch.com> (дата обращения: 27.05.2022).
4. Каталог продукции Thermo Fisher Scientific [Электронный ресурс]. URL: <https://www.thermofisher.com> (дата обращения: 27.05.2022).
5. Каталог продукции Lumex Instruments [Электронный ресурс]. URL: <https://www.lumexinstruments.com> (дата обращения: 27.05.2022).
6. Shimadzu Scientific Instruments [Электронный ресурс]. URL: <https://www.shimadzu.com> (дата обращения: 27.05.2022).

7. Рабек Я. Экспериментальные методы в химии полимеров: в 2 т. Т. 2. М. : Мир, 1983. 479 с.
8. Zou H., Yi C., Wang L., Liu H., Xu W. Thermal degradation of poly(lactic acid) measured by thermogravimetry coupled to Fourier transform infrared spectroscopy // *J. Therm. Anal. Calorim.*, 2009, vol. 97, pp. 929–935. doi: 10.1007/s10973-009-0121-5
9. Горюнов В. А., Чуйков А. М., Билалов К. М. Возможности применения инфракрасного фурье спектрометра TENSOR-27 для физико-химического анализа газообразных продуктов горения // *Современные технологии обеспечения гражданской обороны и ликвидации последствий чрезвычайных ситуаций*. 2016. № 1-2. С. 362–364.
10. Горюнов В. А., Чуйков А. М., Воробьев Е. А. Возможности применения прибора синхронного термического анализа STA 449 F5 JUPITER, совмещенного с ИК Фурье-спектрометром TENSOR 27, для анализа процесса термоокисления полимерных композиционных материалов // *Вестник Воронежского института ГПС МЧС России*. 2017. № 1 (22). С. 72–76.
11. Sanders J. P., Gallagher P. K. Kinetics of the oxidation of magnetite using simultaneous TG/DSC // *J. Therm. Anal. Calorim.*, 2003, vol. 72, pp. 777–789. doi: 10.1023/A:1025053828639
12. Приспособления и приставки к ФСМ [Электронный ресурс]. URL: [http://granat-e.ru/fsm\\_tga-100.htm](http://granat-e.ru/fsm_tga-100.htm) (дата обращения: 27.05.2022).

## References

1. Post E, Rahner S, Mohler A, Rager A. Study of recyclable poly-mer automobile undercoatings containing PVC using TG/FTIR. *Thermo-chemica Acta*, 1995, vol. 263, no. 1-2, pp. 1–6.
2. Katalog produktov BRUKER [BRUKER Product Catalog]. Available at: <https://bruker.nt-rt.ru> (accessed 27.05.2022).
3. Katalog produktov NETZSCH-Gerätebau GmbH [NETZSCH-Gerätebau GmbH Product Catalog]. Available at: <https://analyzing-testing.netzsch.com> (accessed 27.05.2022).
4. Katalog produktov Thermo Fisher Scientific [Thermo Fisher Scientific Product Catalog]. Available at: <https://www.thermofisher.com> (accessed 27.05.2022).
5. Katalog produktov Lumex Instruments [Lumex Instruments Product Catalog]. Available at: <https://www.lumexinstruments.com> (accessed 27.05.2022).
6. Shimadzu Scientific Instruments. Available at: <https://www.shimadzu.com> (accessed 27.05.2022).
7. Rabek Ya. *Ekspperimental'nye metody v khimii polimerov. T. 2* [Experimental Methods in Polymer Chemistry. Vol. 2]. Moscow : Mir publ., 1983. 479 p.
8. Zou H., Yi C., Wang L., Liu H., Xu W. Thermal degradation of poly(lactic acid) measured by thermogravimetry coupled to Fourier transform infrared spectroscopy. *J. Therm. Anal. Calorim.*, 2009, vol. 97, pp. 929–935. doi: 10.1007/s10973-009-0121-5
9. Goryunov V. A., Chuykov A. M., Bilalov K. M. Vozmozhnosti primeneniya infrakrasnogo fur'e spektrometra TENSOR-27 dlya fiziko-khimicheskogo analiza gazoobraznykh produktov goreniya [Possibilities of using the infrared Fourier spectrometer TENSOR-27 for the physical and chemical analysis of gaseous combustion products]. *Sovremennye tekhnologii obespecheniya grazhdanskoy oborony i likvidatsii posledstviy chrezvychaynykh situatsiy* [Modern technologies for civil defense and emergency response], 2016, no. 1-2, pp. 362–364.
10. Goryunov V. A., Chuykov A. M., Vorob'ev E. A. Vozmozhnosti primeneniya pribora sinkhronnogo termicheskogo analiza STA 449 F5 JUPITER, sovmeshchennogo s IK Fur'e-spektrometrom TENSOR 27, dlya analiza protsessov termookisleniya polimernykh kompozitsionnykh materialov [Possibilities of using the STA 449 F5 JUPITER synchronous thermal analysis device interfaced with the TENSOR 27 IR Fourier spectrometer for analyzing the process of thermal oxidation of polymer composite materials]. *Vestnik Voronezhskogo instituta GPS MChS Rossii* [Bulletin of the Voronezh Institute of the Ministry of Emergency Situations of Russia], 2017, no. 1 (22), pp. 72–76.
11. Sanders J. P., Gallagher P. K. Kinetics of the oxidation of magnetite using simultaneous TG/DSC. *J. Therm. Anal. Calorim.*, 2003, vol. 72, pp. 777–789. doi: 10.1023/A:1025053828639
12. Prispobleniya i pristavki k FSM [Aids and Appliances for IR Spectrometers]. Available at: [http://granat-e.ru/fsm\\_tga-100.htm](http://granat-e.ru/fsm_tga-100.htm) (accessed 27.05.2022).