

Application News

No. T154

热分析

通过 FTIR 和热分析分析树脂 — 偷换材料 —

我们将未经订货方事先批准，供应商私自改变产品部件和材料的结构等的行为称为偷换材料。最近越来越多产品事故是因此而起。本文将有关齿轮部件偷换材料事例进行介绍。

A. Naganishi

■ 电机树脂齿轮的测定

齿轮形状的照片如图 1 所示。虽然这两个齿轮由相同类型的树脂制成，但在使用一段时间后，正常产品与缺陷产品齿面的性状出现了差异。缺陷产品因磨损而导致齿轮顶部消失。为究其原因，我们使用 FTIR 和 TG/DTA 进行了分析。

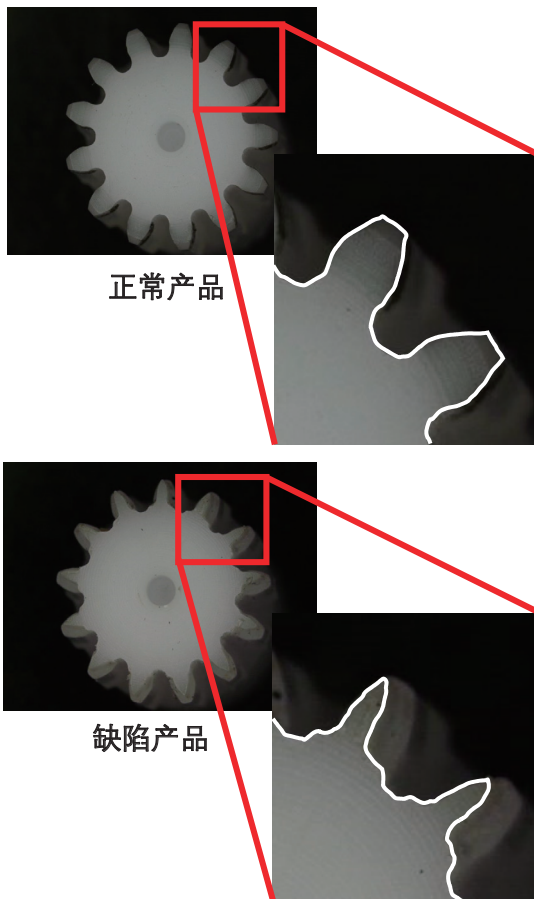


图 1 齿轮的正常产品与缺陷产品的照片

■ FTIR 的分析结果

傅里叶变换红外光谱仪广泛应用于测定树脂，首先我们测定并比较两者红外吸收光谱。FTIR 的测定结果如图 2 所示。两者均在 $1100\sim 800\text{ cm}^{-1}$ 附近出现的 C-O-C 伸缩振动而表现出极强的吸收，因此可以推测树脂的类型为聚缩醛 (POM)，但正常产品与缺陷产品的红外光谱未见显著差异。

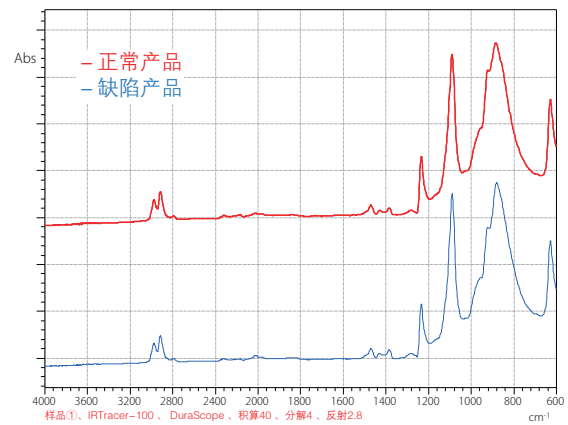


图 2 FTIR 的测定结果

■ TG/DTA 测定的分析结果

使用如下所示的差热 - 热重同时测定装置进行测定，并比较了各自的 TG 曲线和 DTA 曲线。TG/DTA 测定结果如图 3 所示。于 200°C 附近观察到的吸热峰相当于熔解。正常产品在 172.3°C 时，缺陷产品在 166.9°C 时熔解。我们认为正常产品之所以熔解温度较高，是因为结晶度较高。相较于正常产品，缺陷产品在更高的温度下开始分解，表明缺陷产品具有更高的耐热性。

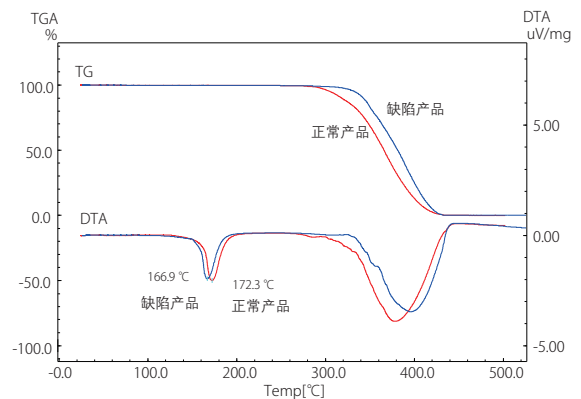
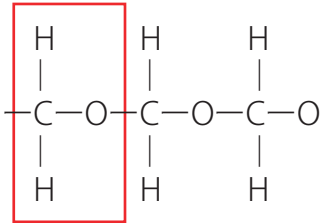


图 3 TG/DTA 的测定结果

■ 聚缩醛的类型

作为工程塑料之一的聚缩醛(POM)具有均聚物和共聚物两种类型。均聚物和共聚物的分子结构如图4所示。均聚物仅以氧亚甲基(-CH₂O-)链构成主链。由于是由相同分子形成,因此分子链集合得更为密集。因此其结晶度较高。而共聚物的主链中含有(C-C)键,致使其结晶度低于均聚物,但其长期热稳定性要优于均聚物。

均聚物



共聚物

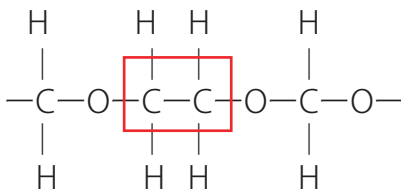


图4 均聚物和共聚物的分子结构

■ 结论

通过红外光谱法分析树脂是最为简单和可靠的方法。由于POMs中C-O-C结构的伸缩振动在1100~800 cm⁻¹附近出现极强的吸收,因此能很容易进行POM的定性。但是却难以识别均聚物和共聚物¹⁾。而分析熔点可以将二者进行有效的区分。熔点可以通过DSC或DTA来测定。在此,我们通过使用FTIR对树脂进行定性,并使用TG-DTA识别POM的类型,判明了正常产品为POM均聚物型、缺陷产品为POM共聚物型。因此我们得出了电机树脂齿轮的缺陷是因为将材料变为了机械强度较差的共聚物而引发的结论。

■ 聚缩醛的类型

我们使用傅里叶变换红外光谱仪测定了具有不同结晶度的聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)。PET的红外光谱中有结晶带和非晶带,用于测定结晶度。这些谱带是由-OCH₂CH₂O-的反式和旁式构象所引起的²⁾。比较各自的红外吸收光谱(图5)后,虽有在1400~1300 cm⁻¹、1100~800 cm⁻¹之间观察到差异,但该差异十分微小。然后使用差示扫描量热仪测定DSC曲线(图6)。结晶性PET在250.3 °C时溶解,非晶性PET在79.1 °C时出现明显的玻璃化转变,在159.6 °C时出现结晶,并在249.5 °C时溶解。结晶度很大程度取决于成型条件和热履历,由此我们可以借助DSC曲线进行有效区分

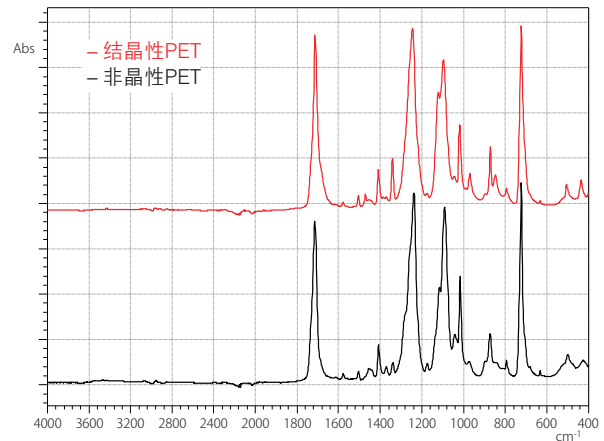


图5 FTIR 测定结果

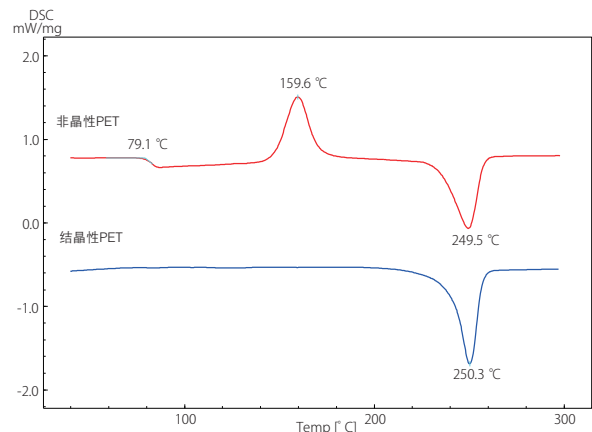


图6 DSC 测定结果

参考文献

- 1) 高分子分析手册 P481-482
- 2) 高分子分析手册 P903



岛津企业管理(中国)有限公司
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考,不予任何保证。
如有变动,恕不另行通知。

第一版发行日: 2018年3月