

## TG-FTIR: Der Einfluss der Druck- und Strömungsvariablen



*Albrecht Rager<sup>1</sup>, Richard S. Jackson<sup>2</sup>*

*<sup>1</sup>Bruker Optik GmbH, Rudolf-Plank-Str.23, D-76275 Ettlingen, Germany*

*<sup>2</sup>Bruker Optics Inc., 19 Fortune Drive, Billerica, MA 01821, USA*

Die Vorteile der Kopplung eines Fourier Transform Infrarot (FTIR) Spektrometers mit einer Thermogravimetriwaage (TG) sind seit langem bekannt. Die FTIR Spektroskopie liefert Informationen zur Natur der freigesetzten Gase, die zu einem besseren Verständnis des thermischen Abbauverhaltens der Probe führen. Die Kombination beider Methoden lässt dabei sowohl qualitative, wie auch quantitative Aussagen zur thermischen Zersetzung und zum Abbaumechanismus zu.

Diese kombinierte Methode stößt an Grenzen, was die Temperatur der Transferleitung und der IR-Gaszelle angeht; sowohl die Transferleitung als auch die IR-Gaszelle können nicht bei gleicher Temperatur wie der Ofen der Thermowaage betrieben werden. Dies kann dazu führen, dass in Transferleitung und IR-Gaszelle höher kondensierende Komponenten, die im Ofen freigesetzt wurden, sich wieder niederschlagen und damit auch nicht im FTIR detektiert werden können.

Im folgenden wird der Betrieb einer Thermo-Mikrowaage TG 209C Iris mit FTIR Detektion unter reduziertem Druck beschrieben. Durch die vakuumdichte Konstruktion der Thermo-Mikrowaage TG 209C Iris und der Gaszelle können beide Systeme gemeinsam evakuiert werden. Der störende Einfluss von Restgasen auf den Verlauf der Zersetzung und auf die freiwerdenden Gase kann somit zum einen minimiert werden, zum anderen erlaubt dies auch den Betrieb der TG-FTIR Methode unter reduziertem Druck. Reduzierter Druck erlaubt den Betrieb unter idealen Strömungsbedingungen, durch den aktiven Pumpvorgang am Gasaustritt der IR-Messzelle findet ein sehr schneller Gastransport von der Probe zur Detektion statt. Damit ergeben sich bestmögliche Voraussetzungen für die Messung hochsiedender Komponenten, die Kondensationsmöglichkeiten von Substanzen in der Transferleitung werden stark reduziert.

Die Variation des Druckes erlaubt, zusätzliche Informationen über die Struktur und das thermische Verhalten der Probe zu gewinnen, da bei reduziertem Druck eine ganze Reihe von hochsiedenden Substanzen unzersetzt in die Gasphase gebracht werden können, während man bei höheren Drücken lediglich Probenfragmente erhält. Bindungsbruchstellen lassen sich somit gut zuordnen.

#### Literatur:

1. R.S. Jackson, A. Rager, *Thermochim. Acta* 367-368 (2001) 415.
2. W.-D. Emmerich, E. Kaisersberger, *J. Thermal Anal.* 17 (1979) 197.
3. E. Kaisersberger, W.-D. Emmerich, *Thermochim. Acta* 85 (1985) 275
4. J.A.J. Jansen, J.H. Van Der Maas, A. Posthuma De Boer, *Appl. Spectrosc.* 46 (1992) 88.
5. E. Post, S. Rahner, H. Möhler, A. Rager, *Thermochim. Acta* 263(1995) 1.
6. Željko Mrklić, Tonka Kovačić, *Thermochim. Acta* 322 (1998) 129.
7. D.M. Price, in Kathryn R. Williams and Keith Kociba (Eds.), *Proc. 27th Conference of the North American Thermal Analysis Society, Savannah, GA., Sept. 1999, p. 524 (Submitted to Thermochim. Acta)*