

红外光谱及其联用技术在阻燃研究中的应用

田娜娜 何清 邹少兰 靳凤民

(天津大学 化工学院, 天津 300350)

摘要: 介绍了傅里叶变换红外光谱及其联用技术在阻燃机理研究中的几个应用实例, 具体包括用来表征阻燃材料热降解过程中凝聚相的中间产物、终态产物和气相产物的组成, 进而揭示阻燃材料燃烧过程中的变化路径, 从而对深入研究阻燃机理提供更多有价值的信息。

关键词: 傅里叶变换红外光谱; 联用技术; 阻燃; 应用

Application of infrared spectroscopy and its coupled techniques in flame retardancy research

Tian Nana, He Qing, ZouU Shaolan, Jin Fengmin

(School of Chemical Engineering and Technology, Tianjin University, Tianjin 300072, China)

Abstract: Several application examples of Fourier transform infrared spectroscopy and its combination technology in the study of flame retardant mechanisms are introduced, including the characterization of intermediate and final products of condensed phases and composition of gas phase products in the thermal degradation process of flame retardant materials, and revealing the change paths during the combustion process of flame retardant materials, thereby providing more valuable information for in-depth research on flame retardant mechanisms.

Key words: Fourier transform infrared spectroscopy; combined technology; flame retardant; application

1 引言

阻燃剂^[1]又称难燃剂, 耐火剂或防火剂, 是指赋予易燃聚合物难燃性的功能性助剂。主要适用于有阻燃需求的塑料, 延迟或防止塑料尤其是高分子类塑料的燃烧。阻燃高分子材料能够有效抑制火焰传播, 可以防止小火发展成灾难性的大火, 大大降低火灾所造成的危害及损失, 有助于各种制品的安全使用。目前, 阻燃剂已成为高分子材料最重要的助剂之一。就用量而言, 它仅次于增塑剂而居于第二位, 仅 2022 年阻燃剂的年产量就为 114.52 万吨。

根据影响阻燃燃烧的主要区域, 可将阻燃机理分为凝聚相阻燃与气相阻燃^[2]。凝聚相阻燃是指阻燃剂燃烧过程中通过减少挥发性热降解产物的量从而改变可燃物质的反应平衡, 同时由于材料在高温裂解和热降解过程中产成气体, 致使材料流变性能发生变化, 最终在燃烧

边界形成导热性很低的炭层。气相阻燃是通过降低聚合物的气化程度和抑制聚合物降解产物的燃烧,同时由于增加炭层的生成量而降低火焰的释热量和增加辐射热损失。这是两种公认的主要阻燃模式。

傅里叶变换红外光谱技术(FT-IR)^[3]是确定分子组成和结构的有效手段,具有灵敏度高,速度快,重现性好等诸多优点被广泛应用于有机物、无机物、聚合物、配位化合物等的研究。借助 FT-IR 表征技术可以用于研究阻燃聚合物燃烧过程中高分子基体与阻燃剂的化学键或有机官能团的变化,以及最终炭层的结构,从而对凝聚相阻燃机理的研究提供有利证据^[4]。

傅里叶变换红外光谱技术和热分析技术的联用(TG-IR)^[5]可实时跟踪测定化合物在恒速受热条件下质量、吸放热情况以及热分解过程释放出的气体产物的红外吸收光谱,是分析材料的热分解机理及研究气相阻燃机理非常重要的测试手段。TG-IR 能够给出不同温度下气相分解产物的红外信息,进一步对材料整个热分解过程中的气相产物的有机官能团进行分析鉴定^[6-7]。

本文将作者的研究工作以及相关的文献报道为例,分别阐述傅里叶变换红外光谱及其联用技术在阻燃机理研究领域中的应用。

2 阻燃机理研究的具体应用案例

2.1 凝聚相阻燃研究中的应用

傅里叶变换红外光谱配合多种炭层样品制备方法,可以为凝聚相阻燃机理研究提供很多有价值的信息。通常会分析样品在热分解过程中不同温度下的凝聚相化学结构^[8],或者燃烧过程中不同时间点的凝聚相产物化学结构^[9]。用这种分析方法可以容易地跟踪脂肪族官能团断裂以及稠环芳烃结构的形成过程。

实例一:

本实例中所使用的阻燃剂为自制备的新型阻燃剂双螺环笼状磷酸酯(SBCPO)^[10],其分子结构如下图 1 所示。测试样品制备方法:将待测样品放入马弗炉中进行热氧化,设定升温速率为 10 °C/min,氧化时间为 10 min,设定不同的指示终点温度,然后取残留物进行红外表征分析。

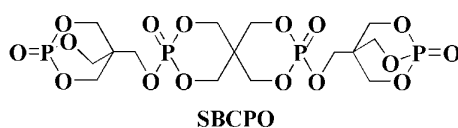


图 1 阻燃剂 SBCPO 的结构式