



# Untersuchung der Verbrennungsgase von Teer mit Hilfe der TG-FT-IR-Technik

Fang Wang und Dr. Carolin Fischer, Applicationslabor Shanghai und Selb

## Einleitung

Teer, ein komplexes kohlenstoffhaltiges Material, das aus der Destillation organischer Stoffe wie Steinkohlenteer oder Erdöl gewonnen wird, findet in vielen Industriezweigen Anwendung – von der Metallurgie bis zur Herstellung von Kohlenstofffasern. Das Verständnis der thermischen Stabilität und des Zersetzungsverhaltens von Teer ist von entscheidender Bedeutung, da diese Eigenschaften einen direkten Einfluss auf seine Leistung bei Hochtemperaturanwendungen haben, z. B. bei der Herstellung von Materialien und Verbundwerkstoffen auf Kohlenstoffbasis.

## Messbedingungen

In dieser Application Note wird die thermische Stabilität von Teerproben untersucht und eine detaillierte Gasanalyse durchgeführt, um die Zersetzungswege und die Art der freigesetzten flüchtigen Stoffe besser zu verstehen. Diese Analyse soll das thermische Verhalten von Teer aufklären und wertvolle Daten bereitstellen, die sowohl für die Entwicklung neuer Materialien als auch für die Verbesserung bestehender industrieller Prozesse genutzt werden können.

Die Messung wurde mit dem NETZSCH PERSEUS® STA Jupiter® System durchgeführt. Die Messparameter sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

**Tabelle 1** Messparameter

Probenmodus	TG-FT-IR
Heizrate	10 K/min
Probenmasse	77,19 mg in einem 0,3 ml Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Tiegel
Temperaturprogramm	RT - 1000 °C
Spülgasatmosphäre	14 % Sauerstoff in Stickstoff
Spülgasmenge	70 ml/min
Spektraler Messbereich	4400 - 650 cm <sup>-1</sup>
Auflösung	4 cm <sup>-1</sup>

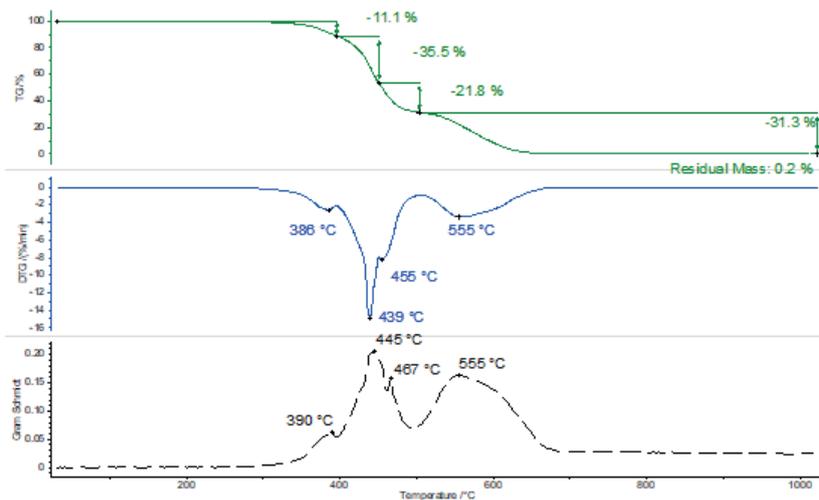
## APPLICATIONNOTE Untersuchung der Verbrennungsgase von Teer mit Hilfe der TG-FT-IR-Technik

### Messergebnisse und Diskussion

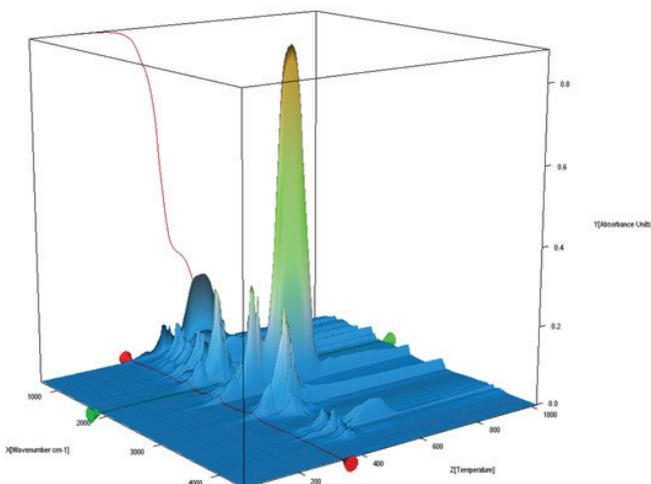
Aus den TG-Kurven geht hervor, dass die Teerprobe vier Massenverluststufen zeigt (siehe Abbildung 1). Die erste Masseverluststufe wurde zwischen RT und 400 °C mit einer Massenänderung von 11,1 % festgestellt. Der zweite Schritt erfolgte zwischen 400 und 450 °C mit einer Massenänderung von 35,5 %. Das dritte Massenverlustintervall zwischen 450 und 500 °C führte zu einer Massenveränderung von 21,8 %. Die vierte Stufe wurde zwischen 500 und 1000 °C mit einer Massenänderung von 31,3 % beobachtet. Die Restmasse der Probe betrug 0,2 %. Die DTG-Kurve ist die Ableitung erster Ordnung der TG-Kurve, die die Geschwindigkeit des Massenverlustes der Probe widerspiegelt, und die DTG-Peaktemperaturen für diese vier Massenänderungen betragen 386 °C, 439 °C, 455 °C bzw. 555 °C.

Die Gram-Schmidt-Kurve zeigt die gesamten IR-Intensitäten an und verhält sich wie ein Spiegelbild der Massenverlustrate (DTG), und sie zeigt auch maximale Intensitäten während der Massenverluststufen. Dies beweist die Wechselwirkung der freigesetzten Gase mit dem IR-Strahl.

Abbildung 2 zeigt ein 3D-Diagramm aller detektierten IR-Spektren während der TG-FT-IR-Kopplungsmessung an Teer unter Luftatmosphäre zwischen RT und 1000 °C. In der OPUS-Software kann diese Darstellung der Messung in alle Richtungen gedreht werden, um eine genaue Ansicht der aufgezeichneten freigesetzten Gase zu erhalten.



1 Temperaturabhängige Massenänderung (TG, grün), Massenänderungsrate (DTG, blau), Gram-Schmidt-Kurve (schwarz, gestrichelt)

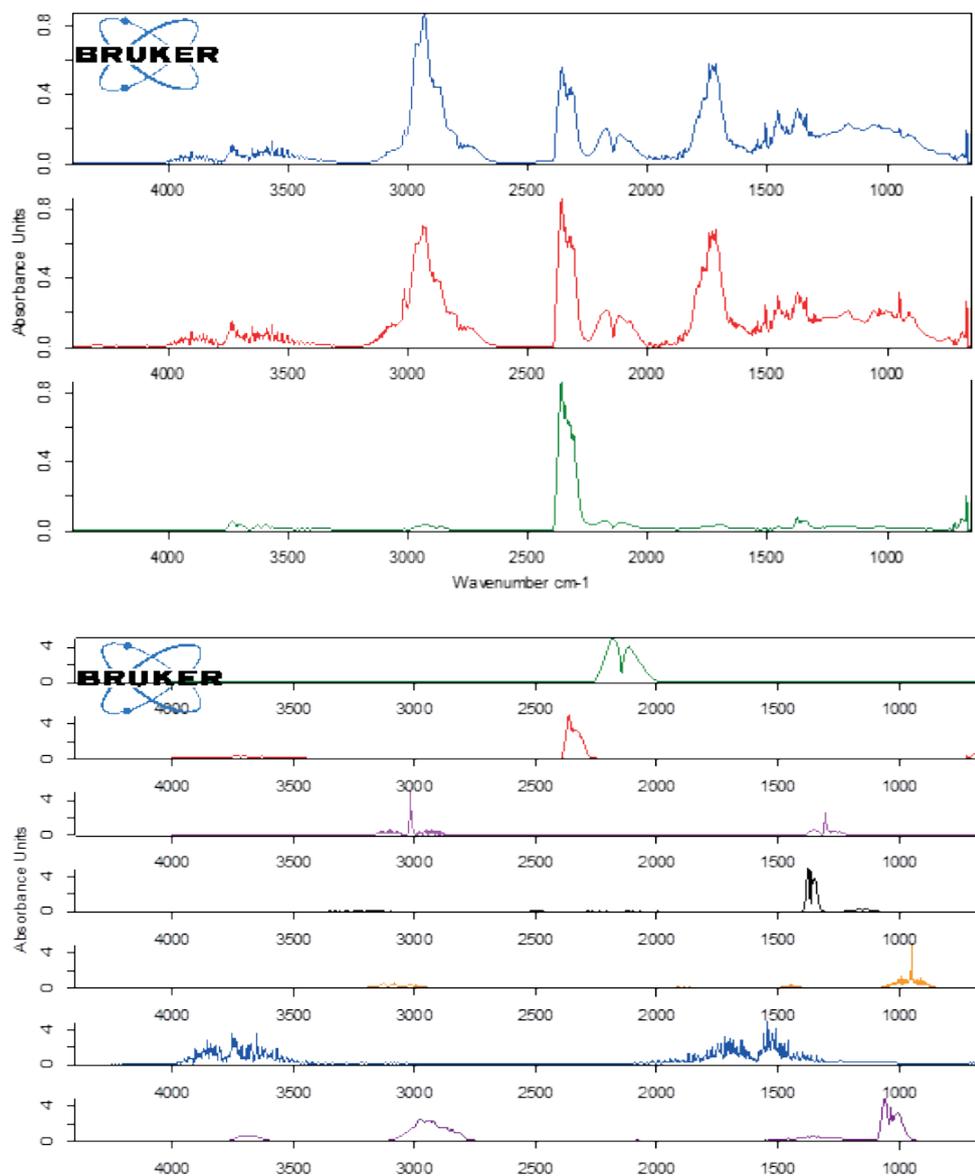


2 3D-Darstellung aller erfassten IR-Spektren der Teerprobe. TG-Kurve in Rot auf der Rückseite des Würfels.

## APPLICATIONNOTE Untersuchung der Verbrennungsgase von Teer mit Hilfe der TG-FT-IR-Technik

Aus den Infrarotspektren in Abbildung 3 lässt sich schließen, dass die Gasprodukte von Teer bei 400 bis 500 °C hauptsächlich die Freisetzung von  $\text{CH}_4$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ , Spuren von Methanol und Ethen, Aldehyden (signifikante IR-Schwingung zwischen  $1600\text{-}1800\text{ cm}^{-1}$ ) und Kohlenwasserstoffen (signifikante IR-Schwingung zwischen  $2700\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$ ) umfassen. Natürlich werden auch aromatische Verbindungen freigesetzt, die jedoch im Einzelnen hier nicht identifiziert werden können. Dies deutet darauf hin, dass viele aliphatische und aromatische Verbindungen gleichzeitig freigesetzt werden. Die Restprodukte werden wahrscheinlich dehydriert und zu langkettigen Makromolekülen polymerisiert, was zu der in der Literatur beschriebenen aeroben thermischen Crackphase von Asphaltbindern [1] gehört.

Bei 500 bis 700 °C wird in Verbindung mit den Ergebnissen der Infrarotspektroskopie in Abbildung 3 vermutet, dass es sich um die Verbrennungsstufe des Teers handelt. Im Vergleich zu 300 bis 500 °C ist festzustellen, dass die Freisetzung an anorganischen Gasen  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{SO}_2$  und  $\text{CO}$  deutlich zunimmt, während gleichzeitig die Emission an organischen Verbindungen wie  $\text{CH}_4$ , Aldehyden, die Verbindungen der Funktionalitäten wie C-C und C=C enthalten, deutlich abnimmt oder sogar verschwindet [2]. Dies beweist, dass mit steigender Temperatur die Oxidationsreaktion dominiert.

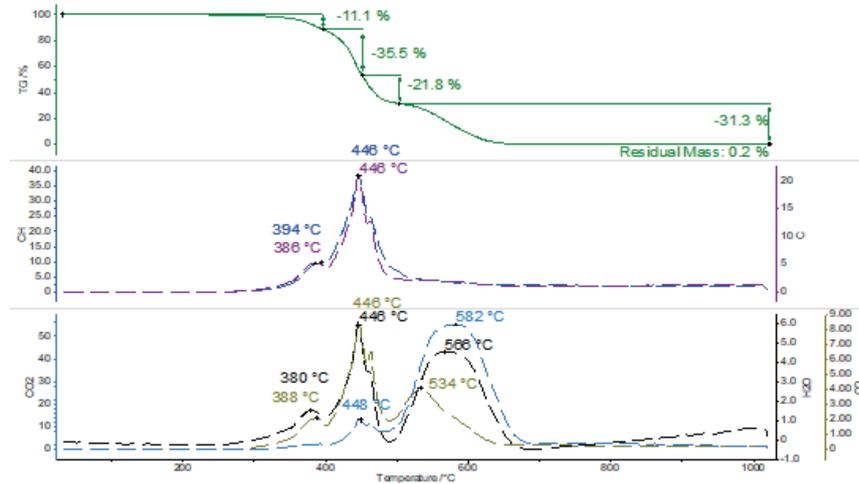


3 (a) oberer Teil: Infrarotspektren der Teerprobe bei 399 °C (blau), 455 °C (rot) und 575 °C (grün)  
(b) unterer Teil: Bibliotheksspektren von  $\text{CO}$  (grün),  $\text{CO}_2$  (rot), Methan (pink),  $\text{SO}_2$  (schwarz), Ethen (orange), Wasser (blau) und Methanol (lila)

## APPLICATIONNOTE Untersuchung der Verbrennungsgase von Teer mit Hilfe der TG-FT-IR-Technik

Durch die Integration der Wellenzahlen verschiedener Substanzen oder funktioneller Gruppen konnte eine temperaturabhängige Freisetzung der Substanz oder funktionellen Gruppe ermittelt werden. Abbildung 4 zeigt die TG-Kurven von Teer und die Wellenzahlintegrationskurven von drei Substanzen und zwei funktionellen

Gruppen (Tabelle 2). Es ist zu erkennen, dass Kohlenwasserstoffe und Aldehyde eher in den ersten drei Masseverluststufen freigesetzt werden, während CO und Wasser in allen vier Masseverluststufen freigesetzt werden, während CO<sub>2</sub> seine maximale Freisetzung in der vierten Masseverluststufe zeigt.



4 TG-Kurve und Temperaturabhängigkeit der verschiedenen Substanzen/Funktionsgruppenintegrale

Tabelle 2 Integralwellenzahlintervalle für verschiedene Stoffe/Funktionsgruppen

Substanzen/funktionelle Gruppen	Wellenzahlenbereich für Integration
C-H (dunkelblau)	3200 - 2600 cm <sup>-1</sup>
C=O (lila)	1900 - 1600 cm <sup>-1</sup>
CO <sub>2</sub> (hellblau)	2400 - 2250 cm <sup>-1</sup>
H <sub>2</sub> O (schwarz)	4000 - 3800 cm <sup>-1</sup>
CO (oliv)	2200 - 2000 cm <sup>-1</sup>

### Zusammenfassung

Die Anwendung von thermischen Analysetechniken in Kombination mit der Infrarotspektroskopie (FT-IR) in dieser Studie über Teermaterialien ist umfangfassend und detailliert. Die TG-Analyse ermöglicht die Messung der Massenänderung einer Probe unter kontrollierten Temperaturbedingungen, was Aufschluss über die thermische Zersetzungstemperatur und den Gehalt an flüchtigen Bestandteilen des Teers geben kann.

In Kombination mit der FT-IR-Analyse können Veränderungen in der Molekülstruktur des Teers bei verschiedenen Temperaturen, wie z. B. die Bildung oder der Bruch funktioneller Gruppen, bestimmt werden. Dies ermöglicht eine umfassende Bewertung der thermischen

Stabilität und des Alterungsmechanismus von Teer und bietet somit eine solide theoretische Grundlage und technische Unterstützung für die weitere Forschung und innovative Entwicklung von Werkstoffen auf Basis von Teer.

### Referenzen

- [1] Zhu K, Qin X, Wang Y, et al. Effect of the oxygen concentration on the combustion of asphalt binder[J]. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 2021, 160:105370-DOI:10.1016/j.jaap.2021.105370.
- [2] Xu T, Huang X. Study on combustion mechanism of asphalt binder by using TG-FTIR technique[J]. Fuel, 2010, 89(9): 2185-2190.