



# 从组成到性能 从宏观到微观

## 珀金埃尔默聚合物综合解决方案样本

- 材料确认
- 性质表征
- 剩余单体含量测定
- 失效分析
- 添加剂测定
- 释放物分析
- 微塑料分析
- 回收分析



当今社会是一个完全不同的、相互依存的世界，聚合物是其中一个很大的组成部分，而且其重要性还在不断增长。

- 聚合物是我们购买的消费品，以及保护它们的包装
- 聚合物驱动我们的交通工具的进步，从汽车到飞机，再到航天飞机
- 聚合物是我们依赖的电子产品的重要组成部分
- 当今许多建筑用材料，包括油漆和树脂，都是完全基于聚合物

聚合物市场由众多不同的工业生产商组成，他们经营着许多不同的工艺，面临着同样的总体挑战——为了在竞争中保持领先地位，需要提供高质量产品，并尽可能降低成本。为了在竞争中处于领先地位，开发具有先进性能特征的新产品是不够的，产品需要设计为可回收和/或再利用。在满足严格标准和密切关注成本的同时，工业制造商一直面临着确保有效的质量控制和简化流程的挑战。

珀金埃尔默的全面产品线和聚合物专业知识可以帮助您节省资金，确保有效的质量控制和优化您的流程，以获得卓越的运营效率。此外，他们还可以通过逆向工程实施经济有效的解决方案，甚至确保您的产品满足欧洲和其他国家标准的要求。

80多年来，我们一直在为多样化和不断变化的制造业提供强大、易于使用的测试解决方案。随着循环经济的到来，我们的技术和专业知识比以往任何时候都更加重要。凭借数十年来为全球企业和小型企业提供支持和服务、帮助改进工作流程、提高吞吐量和为客户增值方面的经验，我们随时准备为您提供帮助。

#### **我们的聚合物高级应用方案涉及以下领域的应用：**

- 包装
- 建筑和施工
- 汽车、航空、航天和国防
- 电子设备
- 轮胎和橡胶
- 塑料制品和部件
- 油漆和树脂



# 主要分析仪器



红外光谱仪

## 红外光谱仪

对包装、建筑和汽车等行业中使用的聚合物及其混合物的特性、质量和组成进行准确的验证，对于开发新产品和确保成品质量至关重要。我们提供基于红外光谱仪的聚合物分析解决方案，旨在简化和加速您的聚合物分析。您可以快速而自信地识别未知聚合物样品，确定混合物的组成，并验证质量。



Spotlight红外显微图像系统

## 红外显微图像系统

我们全面的多波段FT-IR解决方案操作直观，从光谱采集到处理和报告，一切都简单明了。全部FT-IR仪器中使用的相同干涉仪平台也为我们的成像和显微镜技术提供了动力。显微镜系统采用全反射三卡赛格林镜系统，提供理想的灵敏度。高度自动化，无需耗时的手动调整焦距、光阑和寻找感兴趣区域。



差式扫描量热仪

## 差示扫描量热仪DSC

我们全面的高性能DSC仪器和服务，加上我们在材料表征方面的专业知识，帮助您深入研究，提供更深入的见解和理想的用户体验。DSC应用包括熔点、玻璃化转变和结晶的测定。它也用于区分聚合物的类型或分析混合物。不同的冷却设备保证了分析在广泛的温度范围内，自动进样器选项有助于提高生产率。



热重分析仪

## 热重分析仪TGA

TGA解决方案提供有价值的信息，可用于选择特定用途的材料，预测产品性能，提高产品质量。这项技术根据温度、气氛和时间来量化样品的重量变化。它用于实验室进行热稳定性测试；了解阻燃剂、填料或挥发性成分的影响；以及用于产品失效和氧化稳定性分析。为了识别逸出气体，TGA系统可与IR或GC-MS仪器联用。



# 主要分析仪器



动态热机械分析仪

## 动态热机械分析仪DMA

DMA系统的创新设计、高性能性和灵活操作使其成为聚合物和复合材料进行高级研究和常规质量测试的理想选择。它测量动态条件下流变行为的变化，如温度、时间、频率、应力和气氛，或这些条件的组合。DMA使用超高效的冷却系统来覆盖很宽的温度范围。可选择流体浴测试研究或控制样品环境的相对湿度。



气相顶空系统GC-HS

## 气相色谱系统

无论您的应用项目、行业要求或法规如何，我们都提供了一系列GC解决方案，旨在解决您的分离和检测难题。

我们的色谱解决方案包括：

- 多种分离和检测选项，包括先进的质谱技术
- 带顶空、热脱附、液体自动进样和SPME选项的样品处理技术
- 消耗品配件、方法开发支持和优化实验室的服务



TG-IR-GCMS

## 热分析联用系统

将热重分析仪，红外光谱仪，气相色谱仪，质谱仪串接联用，可充分发挥各自设备的优势，对一个样品进行多维度的定性定量分析，一次进样就全面掌握样品信息。热重分析仪高灵敏度测定样品随温度的失重含量；红外光谱仪能够反映出逸出气体与温度的关系；后续的GC/MS分析可以检测出逸出气体中红外无法识别的微量成分以及分子量信息。

- 独家提供全套产品线的供应商
- 统一的售后服务和技术支持
- 传输线可加热到350°C
- 高效地平衡载气系统
- 应用于广泛的客户群体,国内成功应用用户多



# 应用方向 材料确认

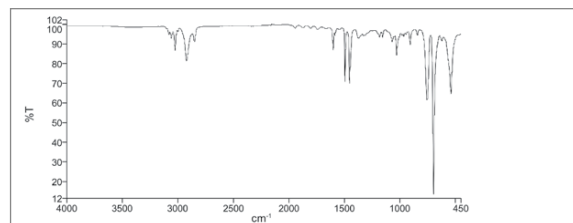
## 红外光谱法

红外光谱 (IR) 可靠、快速、成本低廉，非常适用于高分子原材料及其产品的定性分析、高分子混合物的成分定量分析以及中间产品分析。结构紧凑、坚实耐用的Spectrum Two™ FT-IR光谱仪支持

多种适用于高分子材料分析的ATR、透射和反射采样附件，配置的高分子资源包 (Polymer Resource Pack) 更可以提供全面的样品信息和使用建议，从而协助您以简便的方式获得高品质的光谱并提取全面有效的信息。

### ■ 衰减全反射法ATR

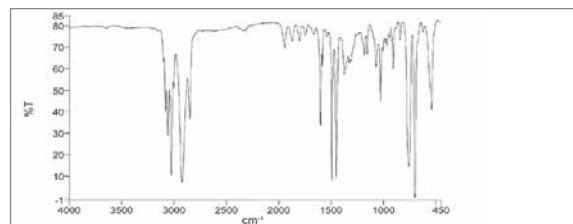
高分子红外光谱测试中常用的采样方法是衰减全反射 ATR。该技术基本无需样品预处理，将样品按压在金刚石或硒化锌或锗等材质晶体上，即可测量其红外光谱，且光谱质量高。但ATR是表面分析技术，如果样品不均匀，则光谱无法代表内部信息。



塑料样品的ATR光谱

### ■ 薄膜法

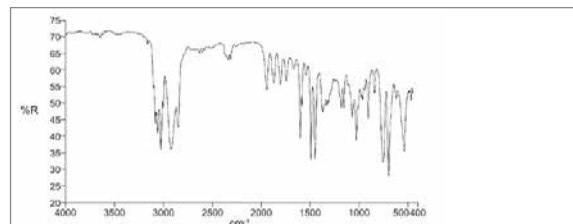
对于可溶性的聚合物，可以溶解在对应的溶剂里，然后滴在红外盐片上，等溶剂挥发完毕后，即可进行透射法的测试。



制成薄膜的塑料样品的透射光谱

### ■ 漫反射法DRIFT

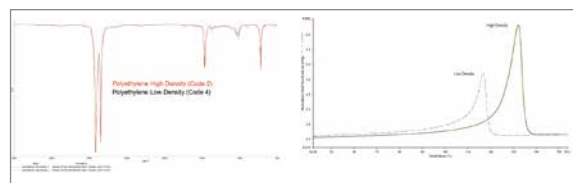
对于尺寸太大无法进行ATR测试的样品，可以使用摩擦采样的方式，使用SiC采样棒采集样品粉末，进行漫反射测定。



塑料样品的DRIFT光谱

## 差示扫描量热法

对于同一类聚合物，由于其官能团相同，红外光谱的差异性很小，难以有效区别，这时可以结合差示扫描量热法进行分析。如下图高密度聚乙烯HDPE和低密度聚乙烯LDPE的红外光谱很相似，但DSC通过分析其熔点的差异，可以很明显的进行区分。



HDPE和LDPE的ATR红外图 (左) 和DSC曲线 (右)

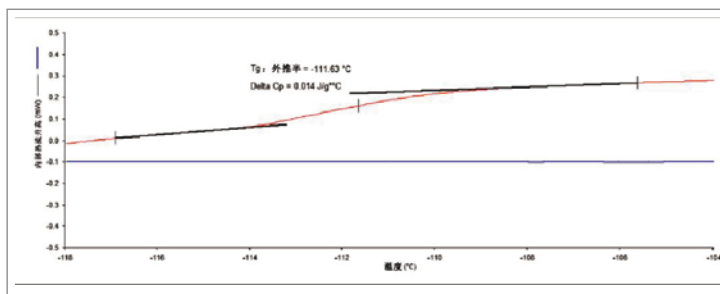
# 应用方向 性质表征



## 差示扫描量热法

差示扫描量热法测量样品在温度变化过程中和热量有关的特性，除了熔点以外，玻璃化转变温度 $T_g$ 也是非常常见的测试项目。由于只有非晶质部分才会发生玻璃化转变，所以对于高度结晶化的聚合物来说，玻璃化转变可能会非常微弱，例如高密度聚乙烯 (HDPE)。

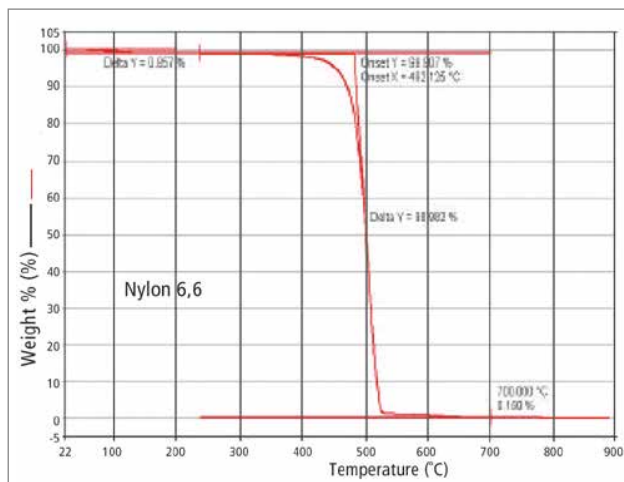
功率补偿型DSC 8000/8500，双炉体结构，采用了HyperDSC技术，通过快速升降温提升灵敏度，可检测到非常微弱的玻璃化转变过程。而且由于炉体质量小，热平衡时间只需要10s，而单炉体的热流型DSC热平衡时间1min左右，这会影响到实验的起始温度。因此热流型DSC对制冷设备的需求相对更高。



HDPE的功率补偿型DSC曲线（红色）和热流型DSC曲线（蓝色）

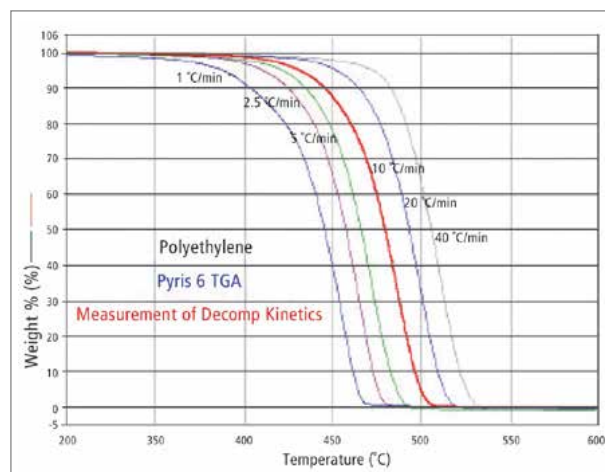
## 热重分析法

热重分析法测量样品在一定气氛中，随温度变化的重量变化情况。主要用于以下分析场景：多组分样品的组成分析、热稳定性、氧化稳定性、评估寿命、分解动力学、气氛对样品的影响、样品的填料含量、水分和挥发分含量等。



Nylon 6,6的热重曲线

上图是Nylon 6,6在氮气条件下，20 °C/min的失重曲线。有两个失重过程，100 °C附近失重0.86%，为样品吸附的水汽。在482 °C附近失重约99%，为样品本身的热降解过程。剩下0.15%的惰性成分。



不同升温速率时，聚乙烯的失重曲线，可用来估算其使用寿命

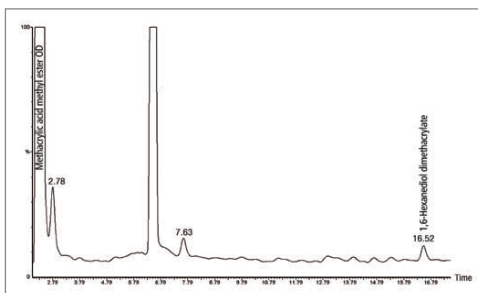
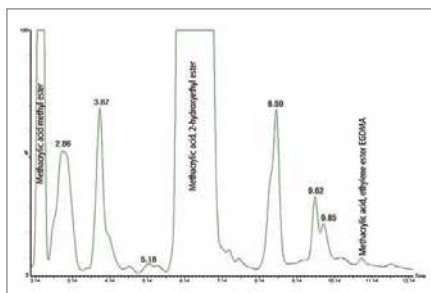
TGA分解信息可用于预测某些聚合物材料的有效产品寿命，如电缆的涂层。实验中，样品以三种或三种以上不同的加热速率加热。加热速率越快，分解温度越高。这种方法建立了聚合物分解的时间和温度之间的联系，并且这些信息可以用来模拟分解动力学。

# 应用方向

## 剩余单体含量和失效分析

### 剩余单体含量

在聚合物的生产过程中，产品含有的剩余单体含量，是QC检测的一个重要部分。这个项目很适用于顶空采样法，无需样品溶解等前处理操作。多顶空萃取（Multiple headspace extraction, MHE）是一种通过与外标物进行比较，彻底提取样品并计算分析物含量的技术，可代替校准标准品的复杂基体匹配工作。同气相色谱质谱联用，通过质谱特征识别每种分析物。

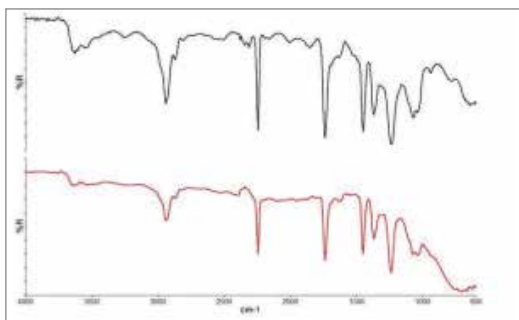
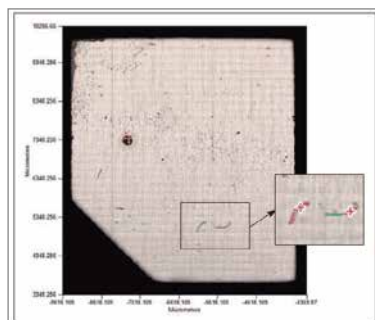


使用珀金埃尔默TurboMatrix™ HS-40和Clarus®系列GC/MS系统，测试了两种近视眼镜用聚合物材料，发现样品1（左图）含有甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸-2-羟乙基酯、甲基丙烯酸乙酯；样品2（右图）含有甲基丙烯酸甲酯和1,6-己二醇二甲基丙烯酸酯。

多顶空萃取技术是分析高分子材料中残留单体的有效方法。顶空进样可将样品制备降至很低的限度，并可省去溶剂的使用。用自动多顶空萃取技术代替了校准标准的复杂基质匹配。

### 失效分析

制造过程旨在制造只包含所需组件的产品。有时，异物会出现在产品中，成为影响产品质量甚至导致产品失效的意外污染。需要进行调查以确定污染是什么以及污染源在哪里。红外光谱是材料鉴定的主要分析技术之一。如果污染物大到肉眼可见，通常可以对样品进行简单（宏观）红外测量。在许多行业，如电子和聚合物，即使是微量污染物也会导致产品问题。红外显微镜可以对小到几微米的样品进行分析和鉴定，是解决这类问题的理想方法。一系列红外显微镜采样模式（透射、镜面反射和衰减总反射率）允许测量各种样品基质中污染物的光谱。



使用Spotlight 200i红外显微镜的可见光显微镜功能，发现电子器件上有红色和绿色的异物（左图）；然后对这两个微米级异物进行红外扫描，获得红外光谱（右图）。经光谱库检索，得知分别为丙烯腈-甲基丙烯酸丁酯共聚物和缠在了TiO<sub>2</sub>的丙烯腈-甲基丙烯酸丁酯共聚物。

Spotlight红外显微镜，可针对样品情况不同，采用透射、反射、ATR等模式采集异物光谱。确定异物组成后，可进一步分析异物来源，改进生产流程。



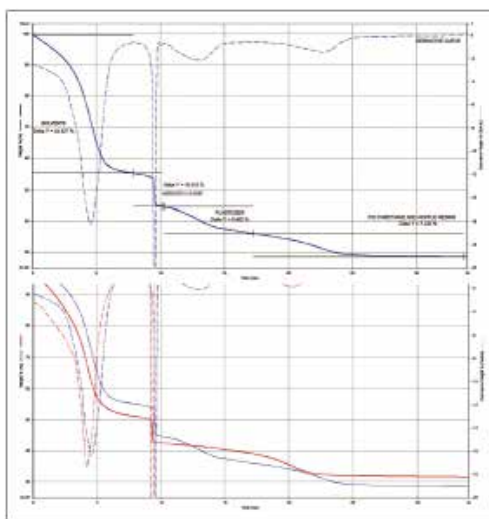
# 应用方向

## 添加剂分析

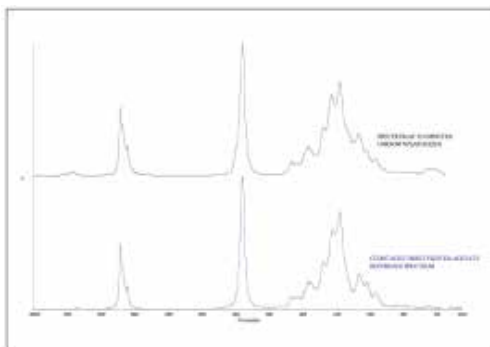
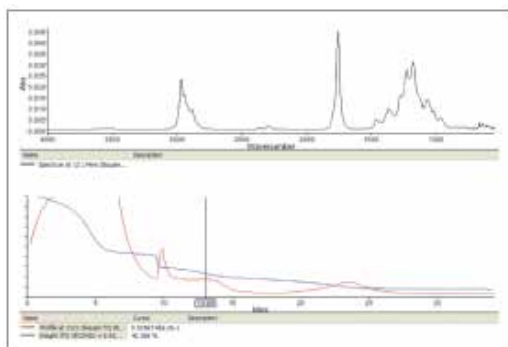


在聚合物进行成型加工时，为改善其加工性能或为改善本身性能所不足，通常需要加入添加剂。增塑剂是一种添加剂，添加到高聚物材料中增加材料的弹性。例如，邻苯二甲酸盐被加入到坚硬的PVC中使其柔软。添加了增塑剂后高聚物的许多特性将改变，如T<sub>g</sub>、硬度、强度等。但增塑剂往往是小分子组成，使用一段时间后会从聚合物中逸出，对环境和健康产生影响。因此，了解添加到高分子产品的增塑剂及其含量是非常重要的。

热重分析（TGA）可以被用于研究加热过程中试样的重量损失，能定量、准确地告诉我们试样的失重百分比，但不能告诉我们释放出的气体的化学组分。TGA和FT-IR联用可以检定TG分析中的逸出气体，并给出一个较为完整的材料特征照片。



两个样品的TGA曲线，红色曲线样品不含增塑剂，蓝色曲线含8%增塑剂。两者第一个失重均为溶剂，第二个失重均为硝化高聚物，最后失重均为聚氨酯+聚丙烯酸酯高聚物，但蓝色曲线多了第三个失重过程，在13min附近，失重8.48%。



实时红外软件可连续跟踪逸出产物的光谱图，对13min处的红外谱图（上图）进行分析可知，蓝色样品添加的增塑剂为柠檬酸，硼酸三正丁酯和醋酸

TG-IR联用技术，广泛地应用于聚合物工业中鉴别涂料中的增塑剂。联用技术融合了TGA和FT-IR的分析力量，并且可提供更加全面的材料特性。带有TL 8000传输线的珀金埃尔默TG-IR系统已被证明是理想的分析手段。易于操作，与它的设计特点为该仪器提供高质量和可信结果提供了保证。





# 应用方向 释放物分析

在许多新车中，人们公认的、令人垂涎的“新车气味”一直被视为车辆使用年限和清洁度的指标。这种气味的来源，是车辆中皮革、塑料和其他纺织品中挥发性有机化合物（VOC）释放气体的结果。VOC通常对人体健康有危害，因此对其的测定非常必要。德国汽车工业协会发布指导文件，规定VDA278，一种气相色谱/质谱（GC/MS）热脱附法，用于量化车辆内部部件的VOC排放水平。

在预先确定的条件下，在解吸管中加热少量材料，并使用惰性气体流将释放的挥发性物质低温聚焦到温度可编程蒸发器的冷凝阱中。加热阶段完成后，冷凝阱迅速加热至280°C，导致聚焦物质蒸发。然后在气相色谱分离柱中分离，然后用质谱法检测。

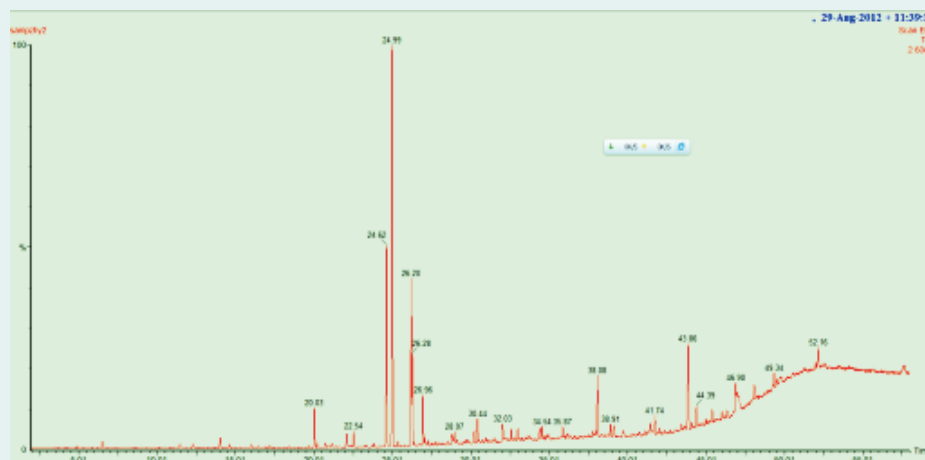
## ■ VOC值

根据VDA 278，VOC值是易挥发到中等挥发性的物质的总和，按甲苯当量计算。记录并评估沸腾或洗脱范围内高达正戊烷（C25）的物质。在对车辆内部空气进行分析时，可以检测到这些物质。分析时，样品在90°C下加热30分钟。VOC值分两次测定，取较高值作为结果。

## ■ 雾化值

雾化值表示从正十四烷的保留时间开始洗脱的低挥发性物质的总和，按十六烷当量计算。对C14~C32正构烷烃沸点范围内的物质进行了检测和评价。这些物质在室温下很容易凝结，在挡风玻璃上起雾。

为了确定雾化值，第二个样品在VOC分析后留在解吸管中，并在120°C下再次加热60分钟。



某汽车VOC的质谱离子流图，可计算得到苯、甲苯、乙酸乙酯、乙苯、苯乙烯、二甲苯等的含量

热脱附自动进样器是进行挥发性有机物分析重要的前处理装置和进样装置，气相色谱质谱联用仪与热脱附的联用，可以完全满足聚合物材料中挥发性有机物的高灵敏度的定性定量分析。

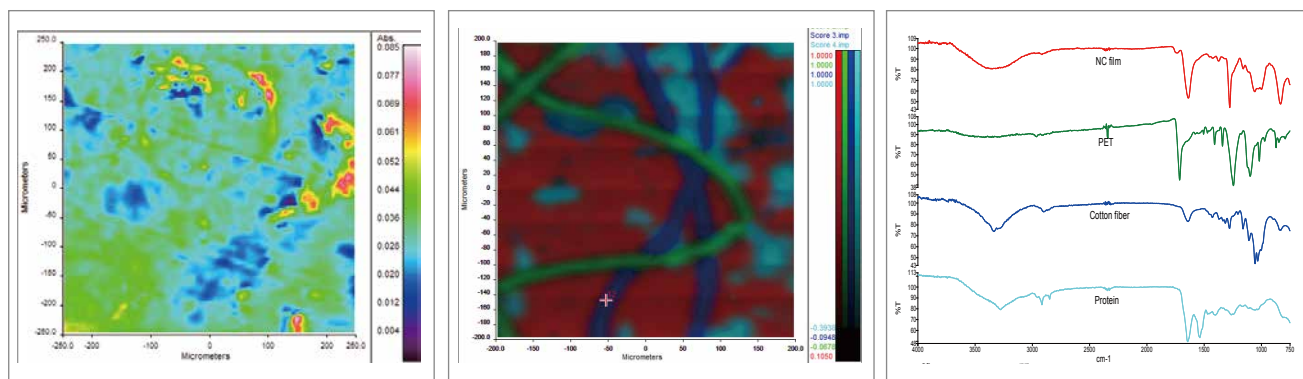
# 热点

## 微塑料分析



微塑料，通常认为是粒径小于5毫米的塑料颗粒，其污染已经成为全世界关注的重要问题。微塑料已经在环境中被广泛发现，包括海水、河流、土壤，甚至南极的冰盖和人迹罕至的海沟。我们日常食品中也陆续发现了微塑料，如饮用水、食盐、海产品等。准确的定性和定量这些微小的塑料样品，及其可能附着的有机物和细菌等，都是一个迫在眉睫的研究课题。

红外光谱是鉴别塑料类别的首要方法，红外显微图像系统可以将红外光聚焦，分析微米级别的微塑料颗粒。相比于拉曼显微镜方法，不受荧光干扰，对前处理的要求相对较低，可分析所有种类的微塑料。



使用Spotlight 400红外显微图像系统和ATR图像附件，可直接原位分析滤纸上的微塑料。扫描得到的原始红外图像（左图），经过软件自动的主成分分析后，可得到不同颜色显示的不同成分的分布图（中图），每个颜色代表相同的物质，红外谱图经过检索即可确认样品的微塑料种类（右图）

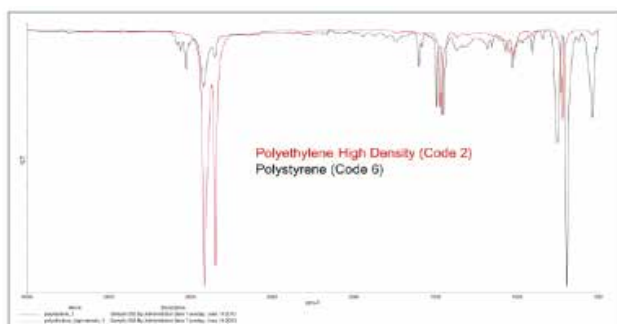
透射法和反射法，是常规的显微图像测试方式。这两种方式，需要将滤纸上的微塑料，通过镊子夹取或者酒精洗脱（24小时），转移到高透射率的附件（如金刚石池）或高反射率的附件（镀金/银的载片），再进行透射或反射光谱扫描。透射法通常受限于可操作的难度，无法测试小于20 $\mu\text{m}$ 的微塑料，且每次操作只能测试一颗或者少量颗粒，效率很慢。反射法样品前处理时间长，也存在丢失微塑料颗粒的可能。且反射光谱同透射法和ATR法相比，质量较差，对后续光谱的分析造成一定困难。

Spotlight红外显微图像系统，搭配了ATR图像附件后，无需再进行微塑料挑出或者洗脱等转移操作。可直接在滤纸上原位分析微塑料颗粒，节省了操作时间，减少了微塑料损失的风险。而且红外光波长在Ge材质的ATR晶体中，是空气中的1/4，因此大大提升了空间分辨率，可达到1.56 $\mu\text{m}$ 。

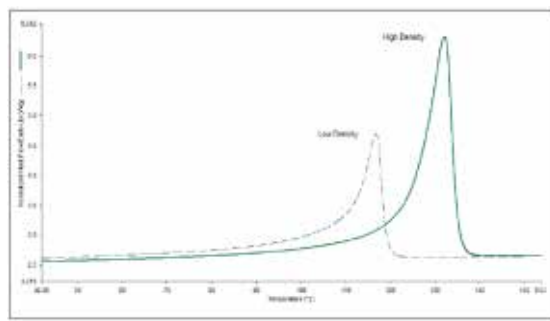
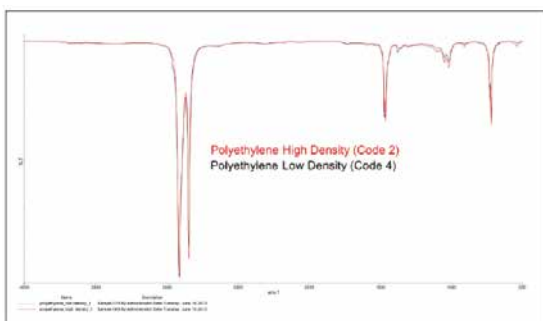


# 热点 回收分析

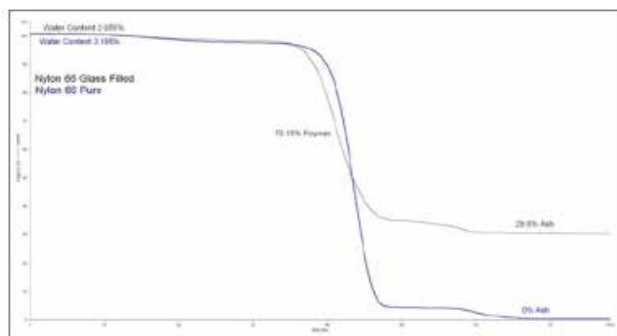
垃圾分类回收是我国倡导的新的生活方式，从政府到大学校园再到我们的个人家庭和企业，回收利用是我们都面临的挑战。废弃物对环境的影响在全球陆地和海洋中日益严重的塑料污染中显而易见。为了应对这一挑战，聚合物回收已经成为一个不断发展的行业。塑料曾经注定垃圾填埋场现在正在被回收成新产品。塑料曾经被运往垃圾填埋场，现在正被回收成新产品。但是为了获得更好的再生聚合物质量，对塑料进行预分类是很重要的，因此准确的识别导致正确的分离对回收过程至关重要。另外，对产品进行质量检查也很重要。



红外光谱是一种探测聚合物化学差异的快速准确方法。聚合物的化学鉴别可通过使用Spectrum Two傅里叶变换红外光谱仪与通用全反射（UATR）附件很容易实现。高密度聚乙烯和聚苯乙烯的ATR红外谱图，差异明显。



在确定同一类聚合物样品时，单纯的光谱化学鉴别通常是不足够的。等级2和4是化学结构相同的聚合物，聚乙烯，因此它们具有相似的红外光谱（左图）。低密度与高密度聚乙烯的差示扫描量热（DSC）测试，清晰地表明了聚烯烃等级之间的差异（右图）。



聚合物材料中填料的数量，如玻璃纤维、碳酸钙、滑石粉等，可使用热重分析（TGA）检测。





欲了解更多信息，  
请扫描二维码关注我们的  
微信公众账号

## 珀金埃尔默企业管理（上海）有限公司

### 中国技术中心

#### 上海总公司

地址：上海张江高科技园区  
张衡路1670号  
电话：021-60645888  
传真：021-60645999 邮编：201203

#### 北京分公司

地址：北京朝阳区酒仙桥路14号  
兆维工业园甲2号楼1楼东  
电话：010-84348999  
传真：010-84348988 邮编：100015

#### 成都分公司

地址：成都市高新西区西芯大道5号  
汇都总部园6栋3楼  
电话：028-87857220  
传真：028-87857221 邮编：611730

#### 武汉分公司

地址：武汉武昌临江大道96号  
武汉万达中心1808室  
电话：027-88913055  
传真：027-88913380 邮编：430062

#### 广州分公司

地址：广州市荔湾区芳村大道白鹅潭  
下市直街1号信义会馆12号  
电话：020-37891888  
传真：020-37891899 邮编：510370

#### 沈阳分公司

地址：沈阳市沈河区青年大街167号  
北方国际传媒中心 2803 - 2805室  
电话：024-22566158  
传真：024-22566153 邮编：110014

#### 南京分公司

地址：南京市鼓楼区中山北路2号  
紫峰大厦17楼1701室  
电话：025-51875680  
传真：025-51875689 邮编：210008

#### 济南分公司

地址：山东省济南市历下区冻源大街102号  
祥恒广场701室  
电话：0531-86936692  
传真：0531-86936682 邮编：250014

#### 昆明分公司

地址：云南省昆明市五华区三市街  
柏联广场6号写字楼12层1203室  
电话：0871-65878921  
传真：0871-65878579 邮编：650021



要获取我们位于全球的各个办公室的完整列表，请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs/>

版权所有©2019, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer®是PerkinElmer, Inc.的注册商标。其它所有商标均为其各自所有者或所有者的财产。

本资料中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

100095\_CHN\_01

2020年8月