

Laboratorium aplikacyjne sekcji Analizy Termicznej

Określenie zakresu stabilności termicznej na podstawie badań procesu dekompozycji oraz analizy wydzielanych gazów - powłoki KTX 07.



dr inż. Hilary Smogor
07.08.2018

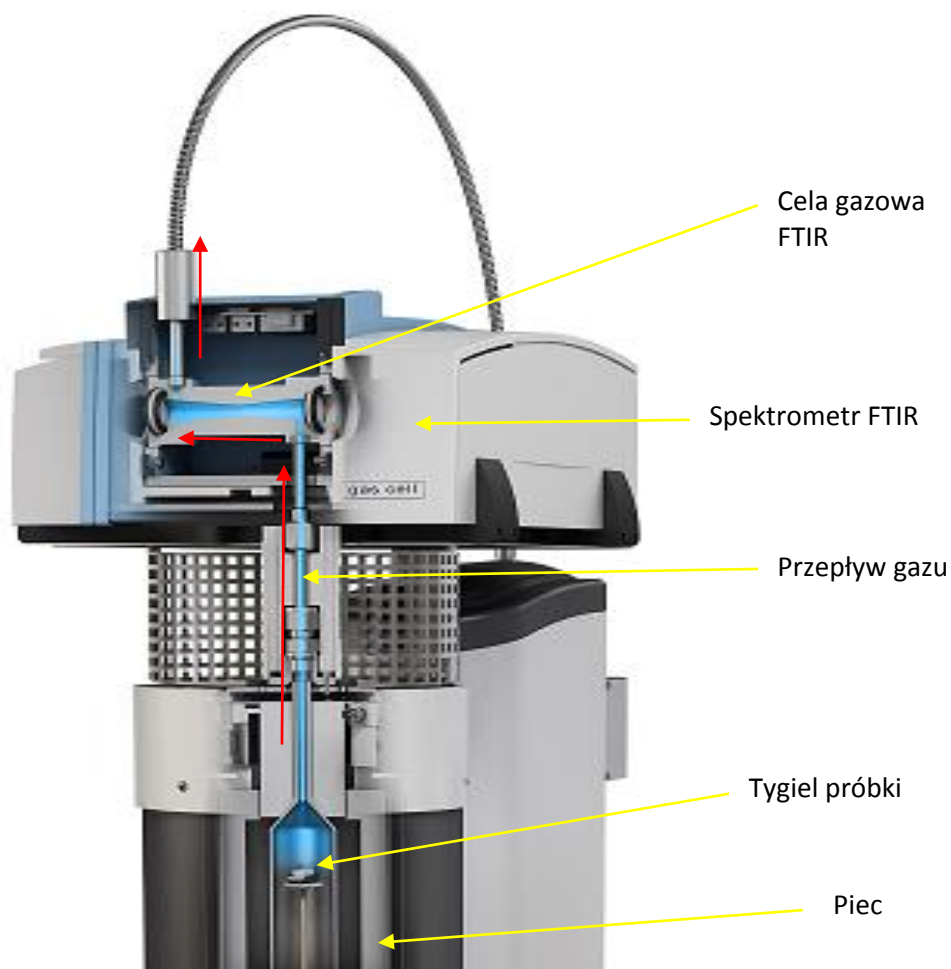
Laboratorium Aplikacyjne Netzsch Instrumenty Sp. z o.o.
31-036 Kraków, ul. Halicka 9
Tel. +48 12 4240931
Fax. +48 12 4240939
Mobile: +48 664 084 020
e-mail: Hilary.Smogor@netsch.com

Wstęp

Sekcja Analizy Termicznej, Laboratorium Aplikacyjnego, Netzsch Instrumenty Polska z siedzibą w Krakowie otrzymała próbkę produktu KTX 07 od firmy PHSC Chemicals Sp. z o.o. z Poznania w celu eksperymentalnego określenia jej zakresu stabilności termicznej na podstawie badań procesu dekompozycji oraz analizy wydzielanych gazów FTIR.

Model NETZSCH STA 449 F1 Jupiter® do równoczesnej Analizy Termicznej może służyć do pomiaru zmian masy i transformacji energetycznych szerokiego zakresu materiałów. Ładowany (próbka) z góry instrument STA może być wyposażony w różne łatwe do wymiany czujniki TG, TG-DTA lub czujniki TG-DSC również do pomiaru ciepła właściwego. Przyrząd pracuje z różnymi piecami pomiarowymi w celu dostosowania do różnych obszarów zastosowań - zakres temperatur od -150°C do 2400°C. System zastosowany do tej pracy został wyposażony w piec z węgla krzemu SiC zdolny do pracy w temperaturze od 25°C do 1600°C. System jest próżno szczelny, co pozwala na prowadzenie pomiarów w czystych, obojętnych, redukujących lub utleniających atmosferach gazowych. Można zastosować szybkości ogrzewania do 50K/min, a cyfrowa rozdzielczość układu wagowego wynosi 25 ng/cyfra. Pozyskiwanie i ocena danych, a także kontrola instrumentu odbywa się za pomocą pakietu oprogramowania Proteus Software® pracującego pod kontrolą MS-Windows. Oprogramowanie pozwala na obliczenie szybkości zmiany masy, etapów zmiany masy, temperatury początku i temperatury szczytowej, punktów przegięcia, integracji powierzchni piku itp.

Gazy wydzielane przez próbkę w czasie rozkładu są bezpośrednio wprowadzane do spektrometru FT-IR firmy Bruker Optics. Ogrzewana do temperatury 200°C cela gazowa, ma objętość 5,8 ml. Detektor DTGS spektrometru podczerwieni FT pokrywa zakres widmowy od 600 cm⁻¹ do 6000 cm⁻¹. Każde spektrum jest uśredniane z 16 skanów. Jeden skan trwa około jednej sekundy. Wymiana danych pomiędzy oprogramowaniem NETZSCH PROTEUS® i oprogramowaniem Bruker Optics OPUS® odbywa się online podczas pomiaru. To gwarantuje jednoczesny start i stop obu programów oraz łatwą wymianę danych między nimi.



NETZSCH *Perseus*: Schemat sprzężenia analizatora **NETZSCH STA 449 F1 Jupiter®** ze spektrometrem FT-IR firmy Bruker Optics.

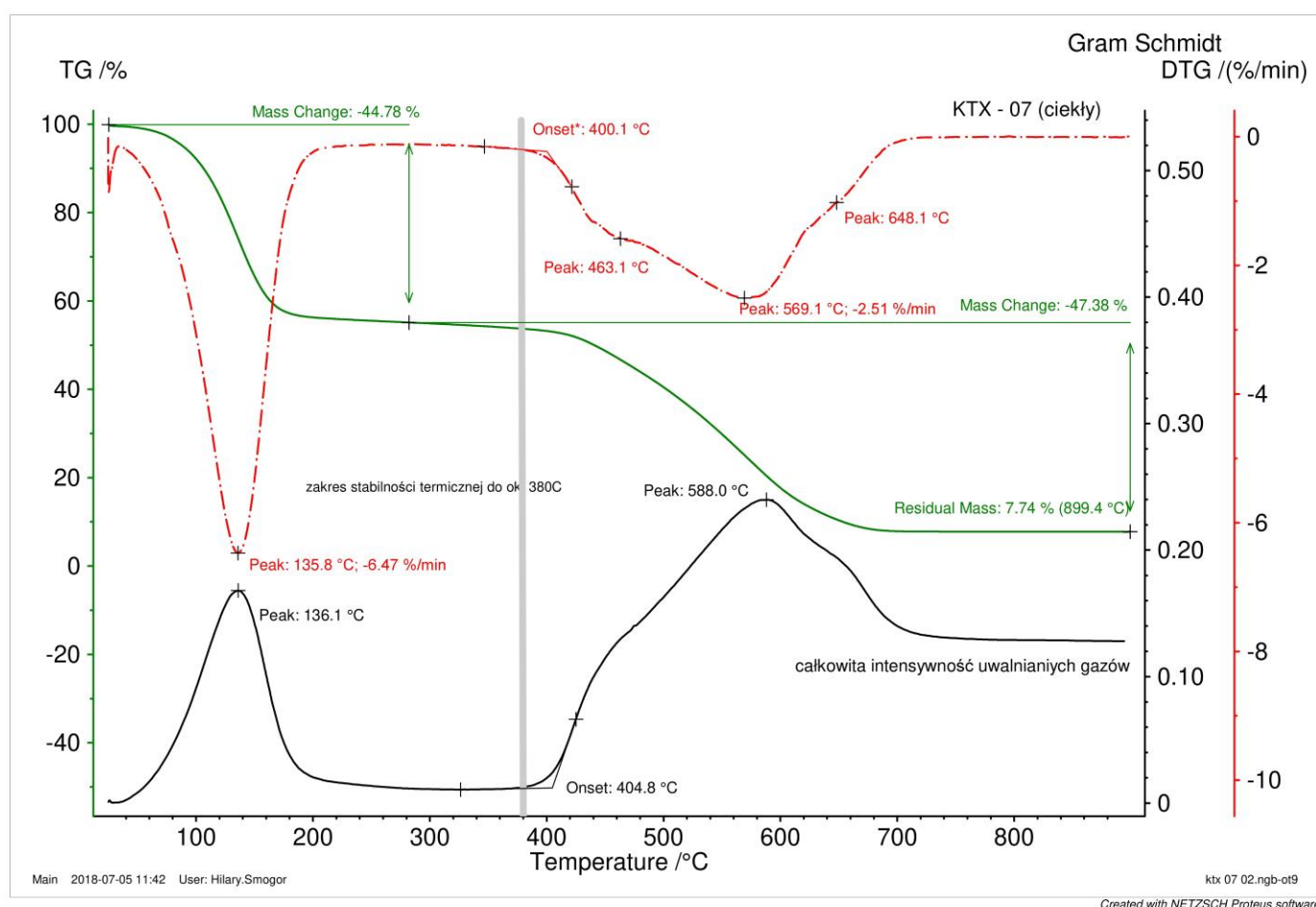
Warunki i parametry eksperymentu

Piec:	SiC (węgiel krzemu do 1600C)
Uchwyt próbki:	TG/DSC (1750C)
Tygiel pomiarowy:	ceramika Al ₂ O ₃ pojemność; 85 ul średnica 5,2 mm
Termopara uchwytu :	Type S
Gas płuczący:	powietrze syntetyczne (50 ml/min)
Gas ochronny:	powietrze syntetyczne (20 ml/min)
Program temperaturowy:	30°C – 850 °C
Szybkość grzania:	10 K/min
Masa próbki:	20,71mg oraz 8,82mg

Opis i wyniki

Przygotowanie próbki:

Ciekła powłoka KTX 07 została zakroplona w temperaturze pokojowej do czystego ceramicznego (Al_2O_3 tlenek glinu) tygla pomiarowego. Tak przygotowana próbka została poddana pomiarowi bez zwłoki. Masa początkowa próbki zawierającej części lotne w postaci rozpuszczalnika i samej powłoki, została określona przy pomocy precyzyjnej mikrowagi z dokładnością 0,01 mg. Następnie próbka została podana kontrolowanemu grzaniu w piecu jednoczesnego analizatora termicznego Netzsch STA 449 F1 z szybkością 10K/min w atmosferze utleniającej – powietrza syntetycznego.



Rys. 1 - zależność krzywych TG, DTG oraz całkowitej intensywności uwalnianych gazów od temperatury.

Rysunek 1 przedstawia zależność krzywej ubytku masy TG, krzywej szybkości ubytku masy DTG (pierwsza pochodna TG), oraz analizy całkowitej intensywności uwalnianych gazów zintegrowanego z pomiarów spektrometrem w zależności od

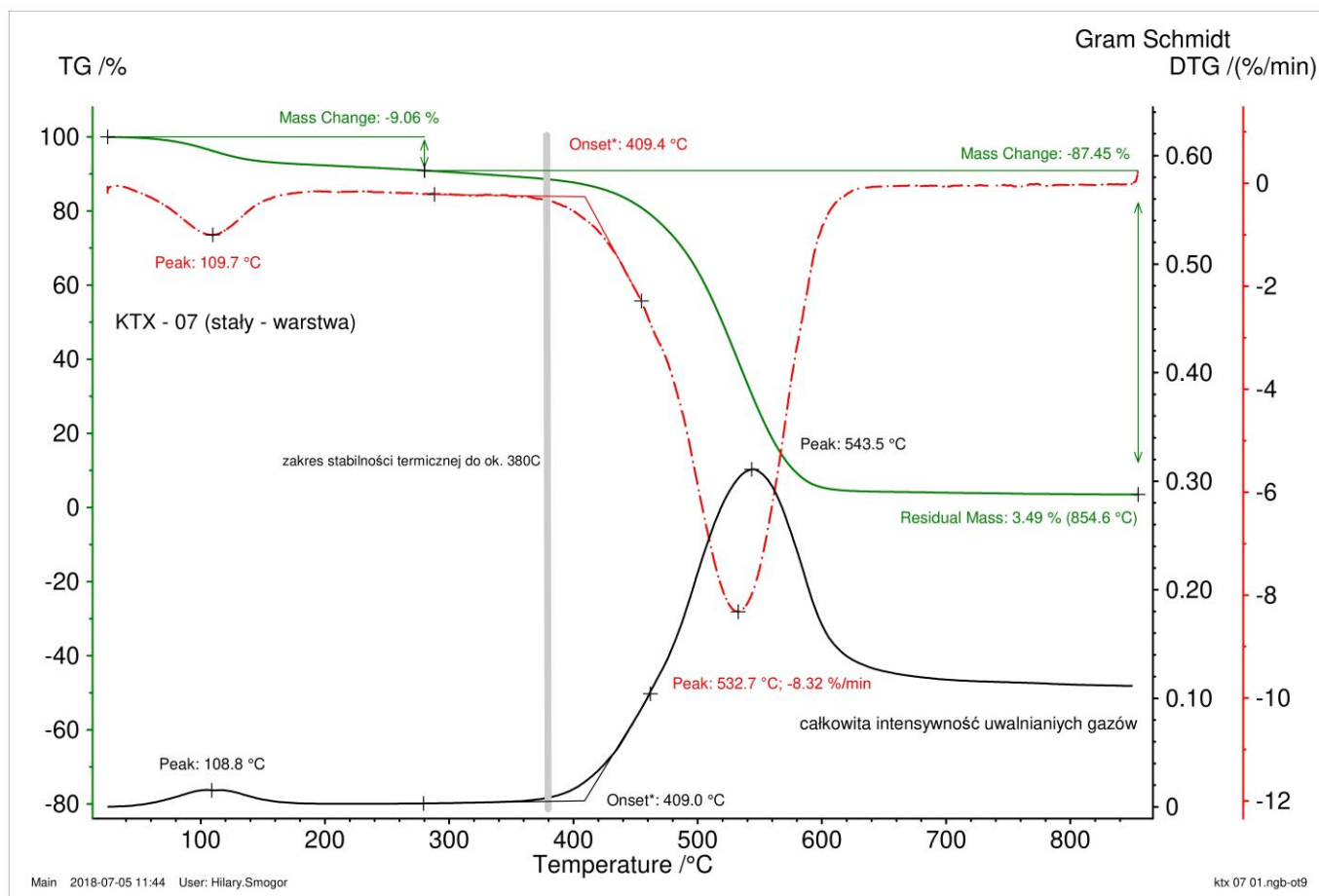
temperatury w skali stopni Celsjusza. **Krzywa TG** obrazuje proces dekompozycji próbki w postaci rejestracji jej ubytków masy w miarę wzrostu temperatury. Ogrzewana próbka zaczyna tracić masę w różnych zakresach temperatur, charakterystycznie dla danego procesu dekompozycji (produkt ciekły lub stały przechodzi do fazy gazowej). W wielu przypadkach proces taki może być wieloetapowy dokładnie tak, jak dla badanej próbki. Gazowe produkty rozkładu mogą być analizowane i identyfikowane przez metody spektroskopowe między innymi spektrometrię fourierowską w podczerwieni FT-IR. W przypadku badanej próbki możemy obserwować dwa wyrazie ubytki masy: -44,78% oraz ostatecznie -47,38%. Masa pozostała w temperaturze 900C wyniosła 7,74% masy początkowej próbki.

Krzywa DTG pokazuje szybkość zmiany masy dla danych stopni dekompozycji. Innymi słowy, jak szybko próbka traci masę w danym zakresie temperatur. Jak widać na początku szybkość ta rośnie, osiąga maksimum i ostatecznie maleje po zakończeniu danego etapu dekompozycji. W zakresach temperatur gdzie wartość **DTG** zbliża się do 0 (wykres jest płaski) próbka wykazuje stabilność termiczną – jej masa jest stała i jesteśmy przed, między lub po kolejnym procesie dekompozycji.

W naszym przypadku pierwszy ubytek masy -44,78% jest zapewne związany z odparowaniem rozpuszczalnika w każdym razie ciekłej potem lotnej część badanej powłoki. Temperatura minimum na **krzywej DTG** dla tego efektu wynosi około 136°C i w tej temperaturze proces odparowywania przebiega najszybciej. Można również zaobserwować, że blisko tej temperatury spektrometr FTIR rejestruje lokalnie największą intensywność powstałej fazy gazowej (krzywa o kolorze czarnym). Powyżej temperatury około 200°C powłoka wydaje się już pozbawiona części ciekłej wskazuje na to także krzywa przedstawiająca integrację sygnału podchodzącego od detekcji wydzielanych gazów – spektrometr FTIR nie rejestruje prawie żadnego wydzielającego się gazu oprócz gazu nośnego tworzącego atmosferę pomiarową. Powyżej wspomnianej temperatury stan próbki zaczyna być stabilny, aż do wystąpienia kolejnego efektu ubytku masy, który zaczyna się powyżej temperatury około 400°C. Powyżej tego zakresu możemy zaobserwować początek procesu dekompozycji właściwej stałej powłoki - pozostałej w tyglu pomiarowym. Proces ten obrazuje również dość wyraźnie **krzywa DTG** ze swoimi kolejnymi minimami. Innymi słowy uwzględniając pewien zapas można powiedzieć, że granica stabilności termicznej osadzonej powłoki w zadanych warunkach wynosi około 380°C. Reakcja dekompozycji powłoki postępuje najszybciej w temperaturze około 570°C –

ponownie krzywa DTG. Koniec procesu dekompozycji można przyjąć w temperaturze powyżej 740°C. Po całkowitej dekompozycji powłoki możemy zarejestrować niewielką pozostałość powyżej 7%. Nie dociekano w tym opracowaniu, z jakiego rodzaju pozostałością mamy tu do czynienia.

W toku badań wykonano dodatkowe badanie powłoki (dla pewności). Badanie to zostało przeprowadzone na innej próbce przygotowanej również w inny sposób. Ciekły produkt KTX 07 został zakroplony do czystego ceramicznego (Al₂O₃ tlenek glinu) tygla pomiarowego. Tygiel pozostawiono do wyschnięcia (odparowania części ciekłej – lotnej) w temperaturze pokojowej (około 25°C) przez czas około 3h. Po odparowaniu części lotnych pozostała masa osadzonej na ściankach tygla warstwy powłoki, została określona przy pomocy precyzyjnej mikrowagi z dokładnością 0,01 mg. Dodatkowo taki sposób przygotowania próbki symuluje proces osadzania i tworzenia warstwy stałej powłoki ma powierzchni – tak jak to się dzieje przy realnej aplikacji powłoki.

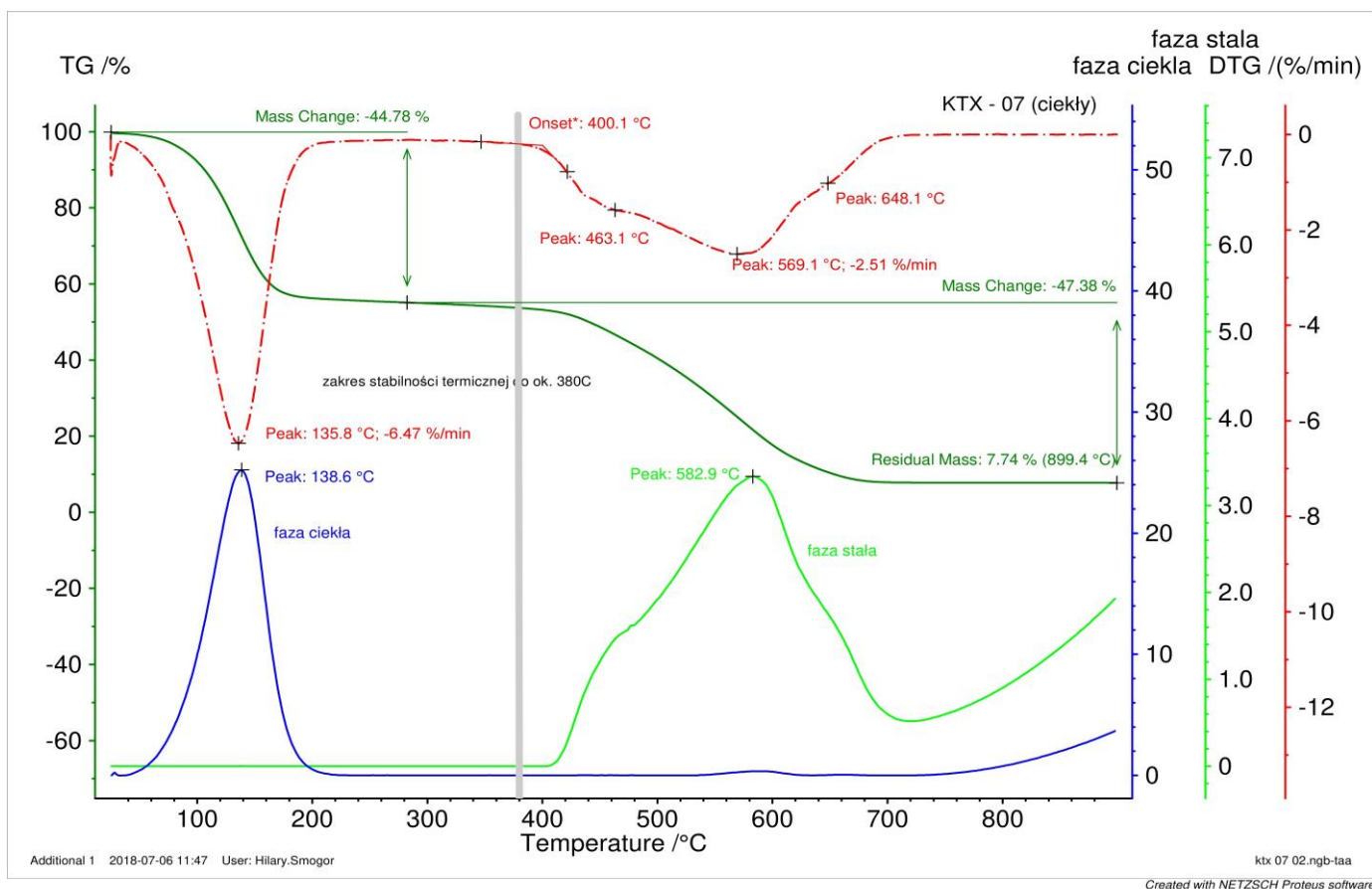


Rys. 2 - zależność krzywych TG, DTG oraz całkowitej intensywności uwalnianych gazów od temperatury.

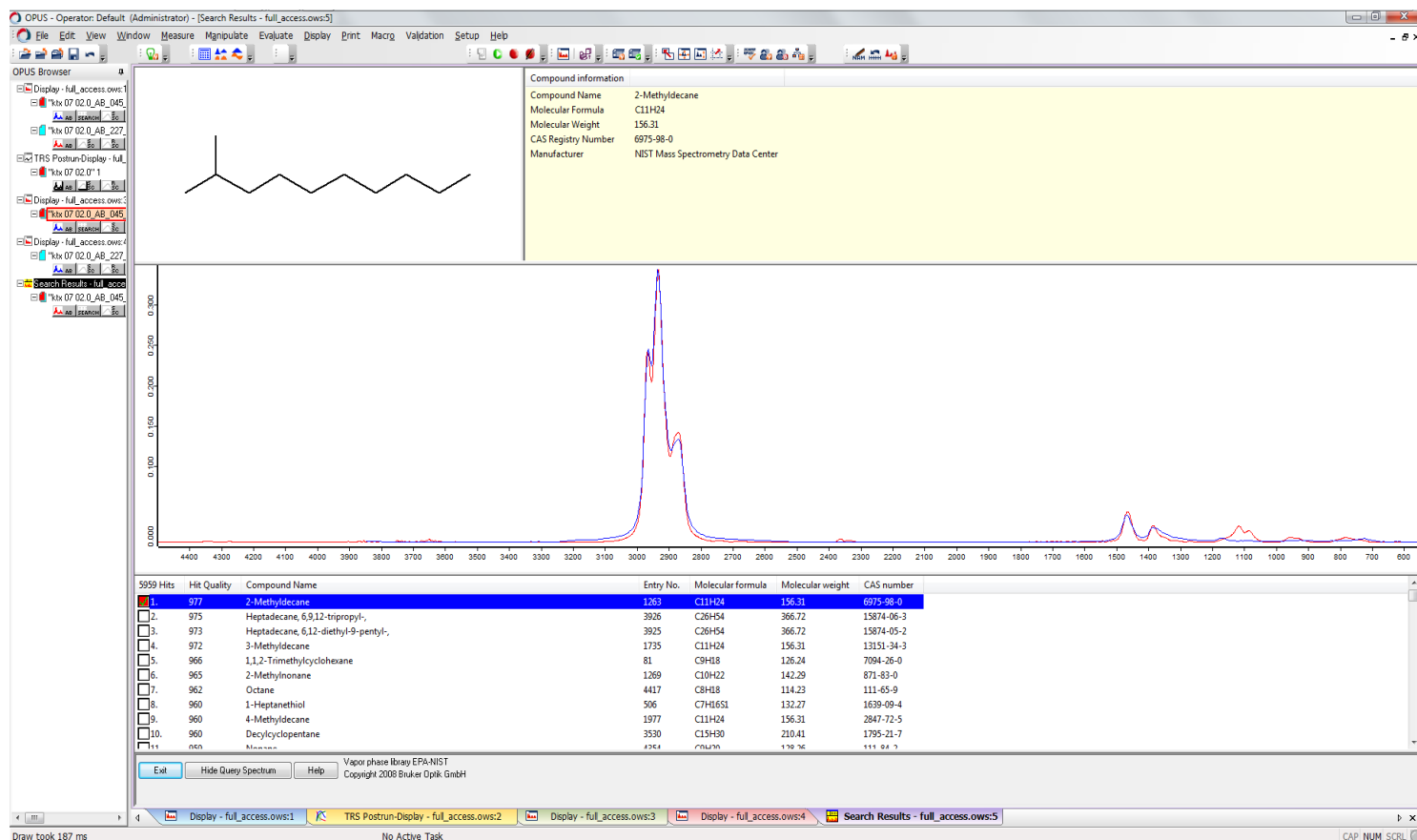
W takim ujęciu badaniu podlegała próbka pozbawiona wcześniej (większej części) swojej fazy ciekłej. Próbka, która miała szansę związać się z podłożem (osadzić) swoją właściwą stałą fazą powłoki. Celem takiego powtórnego testu było sprawdzenie czy ma to wpływ na stabilność termiczną osadzonej powłoki. Takie przygotowanie próbki symuluje w dobrym stopniu realną sytuację, w której aplikujemy badaną powłokę i czekamy na jej odparowanie i utwardzenie na danym podłożu.

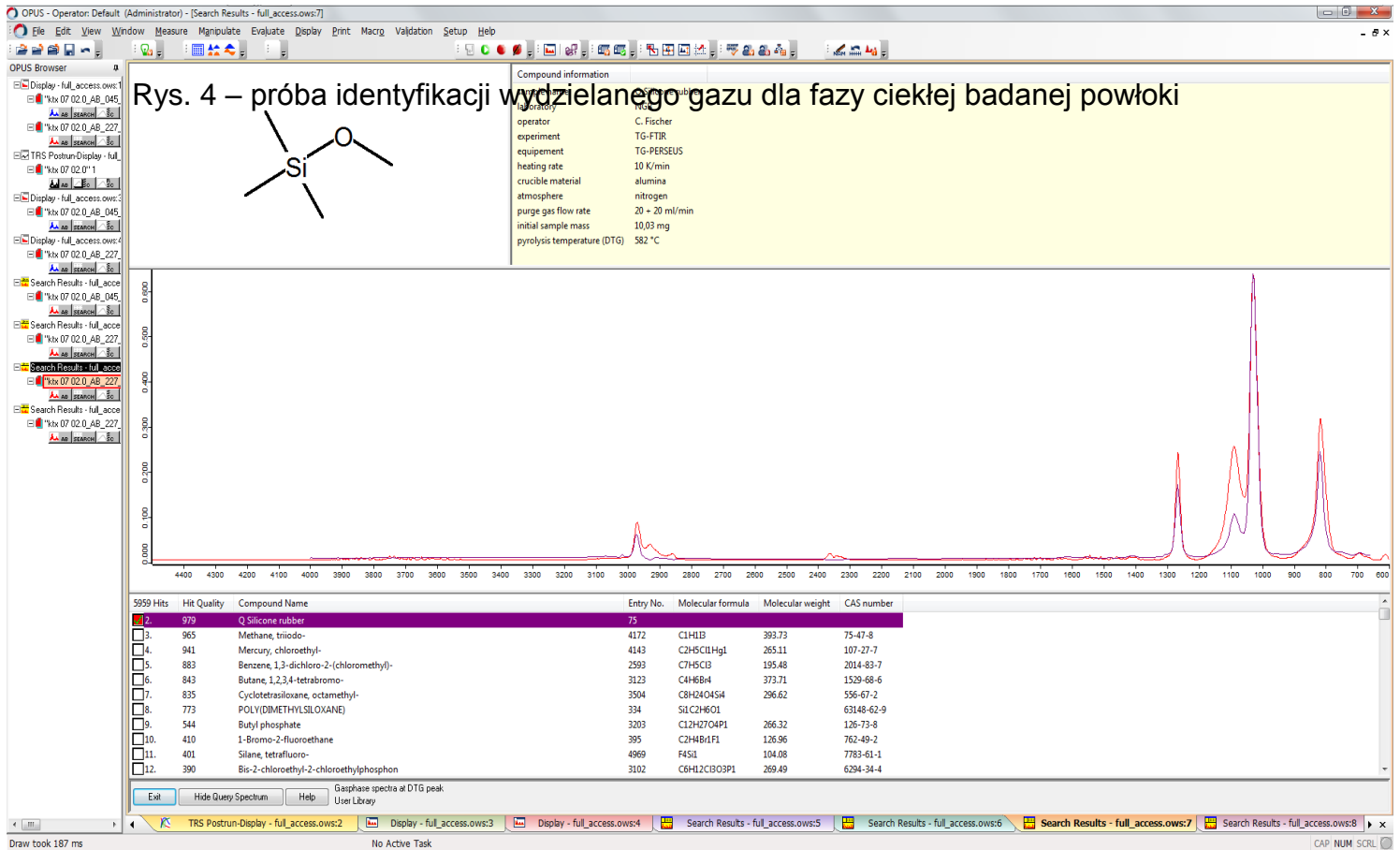
Jak widać na rysunku 2 podstawową różnicą jest zmiana stosunku pierwszego i drugiego ubytku masy. Nie jest to oczywiście zaskakujące w końcu próbka miała dość czasu, aby wstępnie pozbyć się swojej fazy ciekłej. Widzimy, że pierwszy ubytek masy wynosi teraz już tylko około 9% całkowitej początkowej masy próbki. Tyle też, mniej więcej możemy mieć nadal nieodparowanej fazy ciekłej w badanej powłoce. Jak widać przy dalszym wzroście temperatury zauważyć można, podobne jak w poprzednim badaniu, zachowanie stałej osadzonej powłoki. Właściwa (główna) dekompozycja, jak poprzednio rozpoczyna się dopiero powyżej około 400°C, a sama powłoka zachowuje, jak poprzednio stabilność termiczną do temperatury około 380°C. Takie zachowanie potwierdzają również dane z detektora uwalnianych gazów FTIR, gdzie znaczy wzrost intensywności rejestrowanych gazowych produktów dekompozycji możemy zaobserwować dopiero po przekroczeniu około 400°C. Maksimum szybkości procesu odparowywania resztek fazy ciekłej zarejestrowano w temperaturze około 110°C, natomiast maksymalną szybkość procesu dekompozycji fazy stałej powłoki zarejestrowano w temperaturze około 533°C - **krzywa DTG** rysunek 2.

Na rysunku 3 skoncentrowano się na rozseparowaniu sygnałów ze spektrometru FTIR, który rejestruje widma charakterystyczne dla różnych gazów wydzielanych przy kolejnych stopniach dekompozycji próbki mierzonej w stanie ciekłym. Innymi słowy w obserwowanej sytuacji intensywności widma FTIR charakterystycznego dla detekcji ciekłej fazy powłoki powinna rosnać i maleć w „niskim” zakresie temperatur natomiast intensywności widma charakterystycznego dla dekompozycji stałej - właściwej części powłoki powinna rosnać i maleć w zakresie „wyższych” temperatur. Dane ze spektrometru FTIR obrazują dokładnie taką sytuację – rys 3 krzywa niebieska i zielona. Widać, że część ciekła przestaje parować do około 200°C, natomiast część stała powłoki zaczyna dekomponować i przechodzić wyraźnie w gaz, dopiero nieco powyżej 400°C.



Rys. 3 - zależność krzywych TG, DTG oraz intensywności uwalnianych gazów dla części ciekłej i części stałej od temperatury.





Rys. 5 – próba identyfikacji wydzielanego gazu dla fazy stałej badanej powłoki

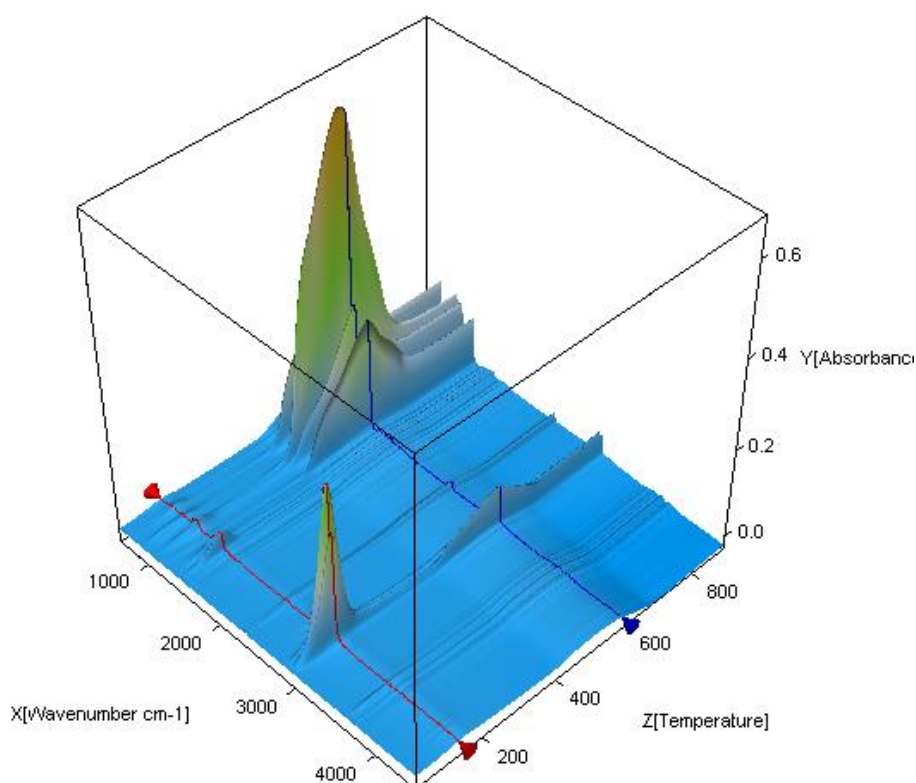
Rysunek 4 – przedstawia próbę dopasowania widma FTIR zarejestrowanego w temperaturze maksimum parowania części ciekłej powłoki – temperatura około 140°C. Rysunek 5 – przedstawia próbę dopasowania widma FTIR zarejestrowanego w temperaturze maksimum dekompozycji części stałej powłoki – temperatura około 585°C.

Program zawierający bazę danych widm FTIR stara się dopasować do zarejestrowanego w czasie eksperymentu widma, widmo najbardziej podobne pod względem charakterystycznych pasm składowych danego widma oraz ich poszczególnych intensywności. Oczywiście, jak każda baza danych ma ona pewne ograniczenia w postaci ilości różnych widm dla poszczególnych substancji oraz tego, że wiele z nich reprezentuje pomiary dla fazy stałej lub ciekłej danej substancji. W naszym przypadku zmierzone widma FTIR charakterystyczne są, ze względu na typ aparatury (spektrometr FTIR), tylko dla fazy gazowej danej substancji. Ze względu na przytoczone fakty identyfikacja danej substancji ma charakter raczej ogólny. Widma pochodzące z naszego eksperymentu na obu rysunkach mają kolor czerwony. Jeśli chodzi o fazę ciekłą jej widmo porównane jest z bazą na rysunku 4, a identyfikacja

ogólnie wskazuje na rozpuszczalniki oparte o węglowodory takie, jak dekan czy heptan, a najprawdopodobniej na ich mieszaninę.

Jeśli chodzi o widmo charakterystyczne dla dekompozycji stałej części powłoki, osadzonej po odparowaniu ciekłej części rozpuszczalników, porównanie z bazą danych pokazane jest na rysunku nr. 5. Najbardziej podobne widmo zachowane w bazie danych, należy do gazu wydzielanego w czasie pirolitycznej dekompozycji Q-gumy silikonowej, co może wskazywać na powłokę opartą na preparatach silikonowych.

Na ostatnim rysunku nr. 6 zaprezentowana jest bezpośrednia wizualizacją danych zebranych przez spektrometr FTIR w zależności od liczby falowej oraz temperatury. Przy takiej prezentacji 3D widać, jak ogólnie zmienia się charakter widm w podczerwieni wraz z rosnącą temperaturą i kolejnymi procesami rozkładu.



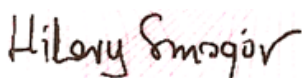
Rys. 6 wizualizacją danych zebranych przez spektrometr FTIR w zależności od liczby falowej oraz temperatury w zakresie od 30°C do 850°C.

Podsumowanie

Przeprowadzone badania technikami Analizy Termicznej oraz spektrometrii fourierowskiej w podczerwieni FTIR pokazały, że pozbawiona rozpuszczalnika warstwa powłoki KTX 07 zachowuje stabilność termiczną w powietrzu do temperatury około 380°C. Powyżej tej temperatury następuje wieloetapowa dekompozycja osadzonej stałej powłoki na bazie silikonowej, rozbieżności jej integralności, jako struktury polimerowej.

Dodatkowo ustalono, że w czasie podgrzewania ciekłej powłoki KTX 07 z szybkością 10 K/min, jej ciekła część rozpuszczalnikowa odparowuje do temperatury około 200°C całkowicie. Maksimum efektywności parowania części rozpuszczalnikowej ciekłej powłoki KTX 07 zarejestrowano, w zadanych warunkach, w temperaturze około 140°C, natomiast maksymalna szybkość dekompozycji osadzonej stałej powłoki silikonowej zarejestrowana została w temperaturze około 535°C.

Laboratorium Aplikacyjne Netzsch Instrumenty sp. z o.o.
31-036 Kraków, ul. Halicka 9


(dr inż. H. Smogór)

(<https://www.netzsch-thermal-analysis.com/pl/>)

Applications Laboratory Thermoanalytical Section

Thermal stability and decomposition behavior by mass changes and evolved gas analysis for KTX 07 coating.



by
Dr ing. Hilary Smogor
09.08.2018

Application Laboratory Netzsch Instruments Sp. z o.o.
31-036 Kraków POLAND , ul. Halicka 9
Tel. +48 12 4240931
Fax. +48 12 4240939
Mobile: +48 664 084 020
e-mail: Hilary.Smogor@netzsch.com

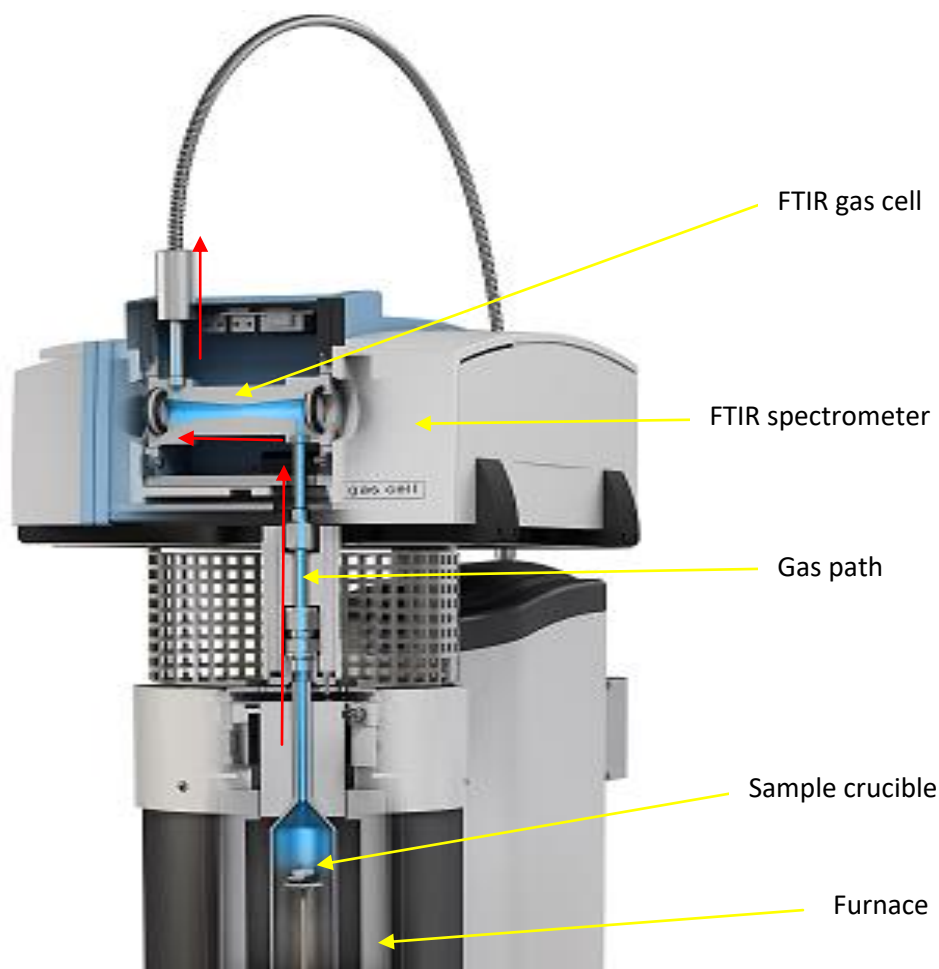
Introduction

The Thermoanalytical Section of the NETZSCH Applications Laboratory received KTX07 product sample from PHSC Chemicals Sp. z o.o. Poznań (Poland), for the measurement of the temperature dependent mass changes and evolved gas analysis.

The NETZSCH model STA 449 *F1 Jupiter*[®] simultaneous thermal analyzer can be used to measure the mass change and transformation energetics of a wide range of materials. The top-loading STA can be equipped with various easy exchangeable TG, TG-DTA or true TG-DSC sensors and with different furnaces to accommodate different application areas. The system employed for this work was equipped with a rhodium furnace capable of operation from 25 to 1650 °C. The system is vacuum tight, allowing measurements to be conducted under pure inert, reducing or oxidizing atmospheres. Heating rates of up to 50 K/min can be employed and the digital resolution of the balance is 25 ng/digit. Data acquisition and evaluation, as well as instrument control, are carried out using a MS-Windows[™] software package. The software allows the computation of the rate of mass change, mass change steps, onset and peak temperatures, inflection points, peak area integration, etc.

The gases evolved by thermal analysis are directly injected into the FT-IR spectrometer from Bruker Optics. The gas cell is heated to 200 °C and possesses a volume of 5.8 mL. The DTGS detector of the FT infrared spectrometer covers a range of 600 cm⁻¹ to 6000 cm⁻¹. Every spectrum is averaged from 16 scans. One scan takes around one second.

Data exchange between NETZSCH *PROTEUS*[®] software and Bruker *OPUS*[™] software is done online during the measurement. This guarantees simultaneous start and stop of the measurement as well as data exchange during the measurement.



NETZSCH *Perseus*: Coupling of the NETZSCH STA 449 *F1 Jupiter*[®] with the FT-IR spectrometer from Bruker Optics (scheme).

Experimental

Furnace:	SiC (1600C)
Sample Carrier:	TG/DSC (1750C)
Crucibles:	ceramic Al ₂ O ₃ crucible; 85ul 5,2 mm diameter
Sample Thermocouple:	Type S
Purge Gas:	oxidizing synthetics air (50 ml/min)
Protective Gas:	oxidizing synthetics air (20 ml/min)
Temperature Program:	30°C – 950 °C
Heating rate:	10 K/min
Sample Mass:	26,63 mg (after drying the solvent)

Results and Discussion

Sample preparation:

The KTX 07 coating sample in liquid state was instilled at room temperature into pure ceramic (Al₂O₃ aluminum oxide) measuring crucible. The sample prepared in this way was measured without any delay. The initial weight of the sample the volatiles in the form of a solvent and the coating itself was determined by means of a precision microbalance with an accuracy of 0.01 mg. Then, the sample was given to the controlled heating in the furnace of the simultaneous thermal analyzer Netzsch STA 449 F1 at a rate of 10K/min in an oxidizing atmosphere - synthetic air.

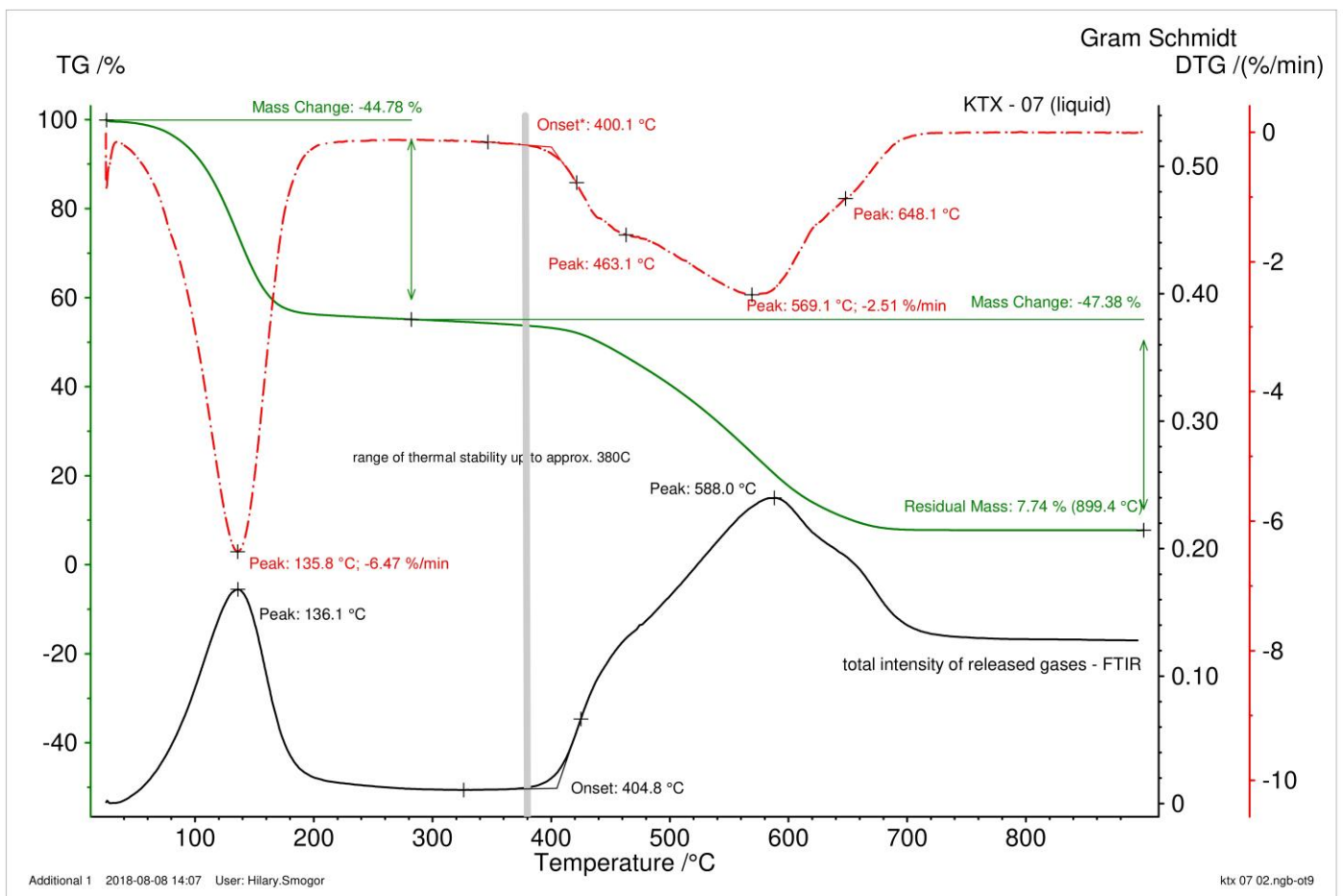


Fig. 1 - dependence of TG, DTG curves and total intensity of gases released from temperature.

Figure 1 shows the relationship of the TG mass loss curve, the DTG mass loss speed curve (first TG curve derivative), and the analysis of the total intensity of released gases integrated in the spectrometer measurements depending on the temperature in the Celsius degree scale. The TG curve illustrates the process of decomposing the sample in the form of registering its mass losses as the

temperature rises. The heated sample begins to lose mass in various temperature ranges, characteristic for a given decomposition process (liquid or solid phases goes to the gas phase). In many cases, such a process can be a multi-step process exactly as for the sample being tested. Gaseous decomposition products can be analyzed and identified by spectroscopic methods, inter alia FT-IR infrared spectrometry. In the case of the sample we can observe two expressions of weight loss: -44.78% and finally -47.38%. The mass remained at 900C was 7.74% of the initial weight of the sample see figure 1. **The DTG** curve shows the rate of mass change for given decomposition levels. In other words, how fast the sample loses mass in a given temperature range. As you can see at the beginning, this speed increases, reaches the maximum and eventually decreases after the completion of a given stage of decomposition. In the temperature ranges where the **DTG** value approaches 0 (the graph is flat), the sample shows thermal stability - its mass is constant and we are before, between, or after the next decomposition process. In our case, the first loss of mass -49.78% is probably related to the evaporation of the solvent in any case liquid, later volatile part of the test coating. The minimum temperature on the **DTG** curve for this effect is around 136°C and the evaporation process is the fastest at this temperature. It can also be observed that near this temperature the FTIR spectrometer locally registers the highest intensity of the resulting gas phase (black curve). Above the temperature of about 200°C, the coating seems to be devoid of a liquid part, this is also indicated by a curve showing the integration of the signal coming from the detection of the released gases - the FTIR spectrometer does not register almost any gas released in addition to the carrier gas creating the measurement atmosphere. The above-mentioned temperature of the sample begins to be stable until another mass loss effect, which starts above about 400°C. Above this range, we can observe the beginning of the process of decomposition of the proper solid coating - remaining in the measuring crucible. This process is also clearly illustrated by the **DTG curve** with its subsequent minima. In other words, taking into account a certain reserve, it can be said that the limit of thermal stability of deposited coating under given conditions is about 380°C. The coating decomposition reaction proceeds fastest at a temperature of about 570°C - again the **DTG curve**. The end of the decomposition process can be taken at temperatures above 740°C. After a complete decomposition of the measured

coating, we can register a small residue above 7%. We did not find out in this study what kind of residue we have here to do.

In the course of the tests, an additional coating test was carried out (to be sure). This test was carried out on another sample also prepared in a different way. The liquid product KTX 07 was instilled into a pure ceramic (Al₂O₃ aluminum oxide) measuring crucible. The crucible was allowed to dry (evaporation of the liquid portion - volatile) at room temperature (about 25°C) for a period of about 3 hours. After evaporation of the volatiles, the remaining mass of the coating layer deposited on the walls of the crucible was determined by means of a precision microbalance with an accuracy of 0.01 mg. In addition, this method of sample preparation simulates the process of deposition and creation of the solid layer of the coating has a surface - as it happens with the real application of the coating.

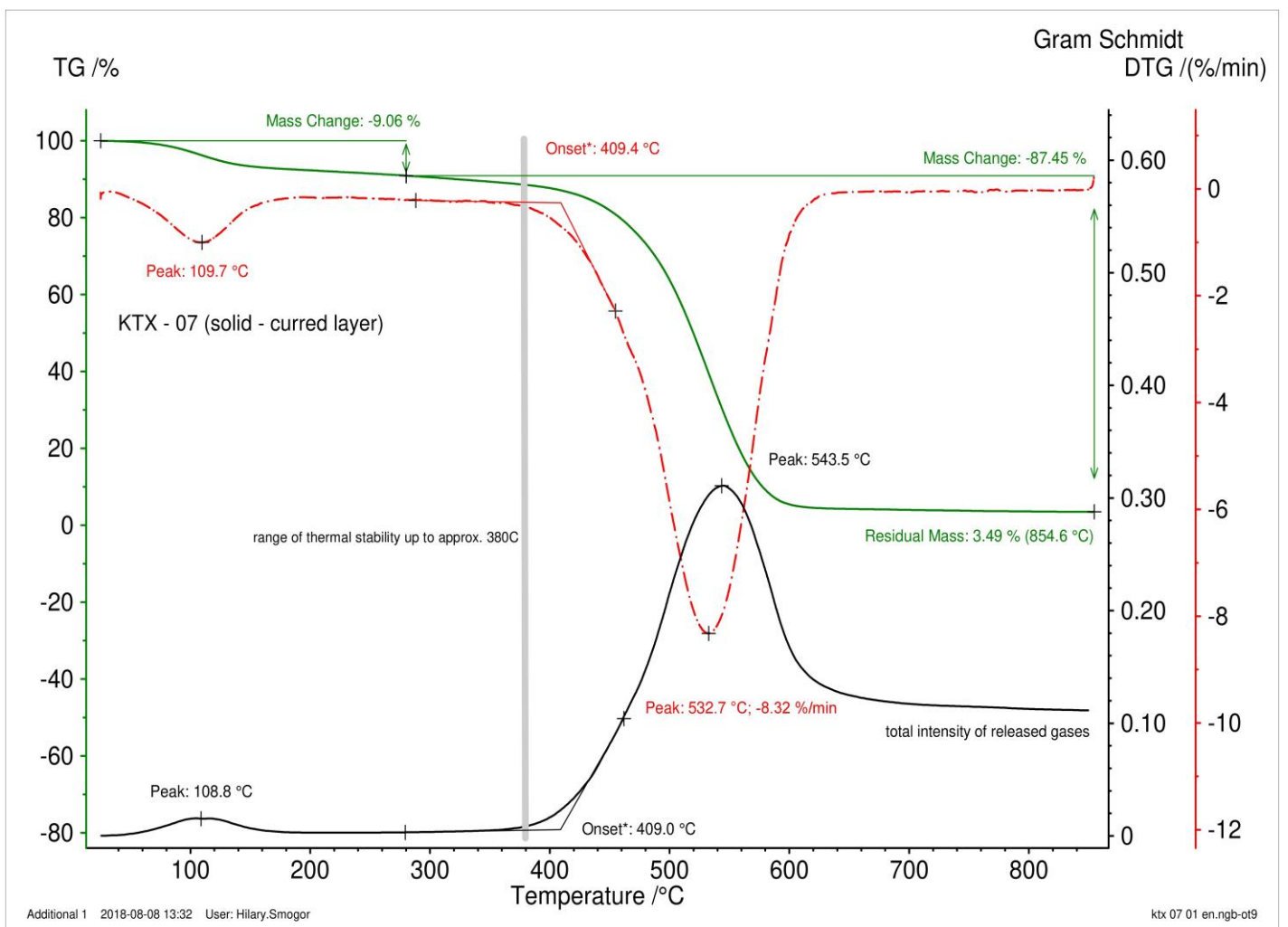


Fig. 2 - dependence of TG, DTG curves and total intensity of released gases on temperature

In this approach, the study was subjected to a sample devoid of the (most of) its liquid phase. A sample that had a chance to bond to the substrate (embed) with its proper solid phase of the coating. The purpose of such a second test was to check whether it affects the thermal stability of the deposited coating. Such sample preparation simulates to a good extent a real situation in which we apply the test coat and wait for its evaporation and hardening on a given substrate.

As can be seen in Figure 2, the basic difference is the change in the ratio of the first and second mass losses steps. Of course, this is not surprising at all, the sample has had enough time to initially get rid of its liquid phase. We see that the first weight loss is now only about 9% of the total initial weight of the sample. So much, more or less, we can still have an unevaporated liquid phase in the tested coating. As can be seen with the further increase in temperature, it can be noted, similar as in the previous study, the behavior of the solid deposited coating. The actual (main) decomposition, as previously starts above about 400°C, and the coating itself retains, as before, thermal stability to about 380°C.

This behavior is also confirmed by the data from the FTIR detector of released gases, where the increase in the intensity of recorded gas decomposition products can be observed only after exceeding about 400°C. The maximum speed of the evaporation process of the liquid phase residues was recorded at a temperature of about 110°C, while the maximum speed of the solid phase decomposition process was recorded at a temperature of approximately 533°C - DTG curve see figure 2.

Figure 3 focuses on the separation of signals from the FTIR spectrometer, which records the spectra characteristic for different gases emitted at subsequent stages of decomposition of the sample measured in the liquid state. In other words, in the observed situation, the intensity of the FTIR spectrum characteristic for the detection of the liquid phase of the shell should increase and decrease in the "low" temperature range while the intensity of the spectrum characteristic for solid phase decomposition - the proper part of the coating should grow and decrease in the "higher" temperature range. Data from the FTIR spectrometer illustrates exactly this situation - fig. 3 blue and green curve. It can be seen that the liquid part stops

evaporating to about 200°C, while the solid part of the coating begins to decompose and turn clearly into gas, only slightly above 400°C.

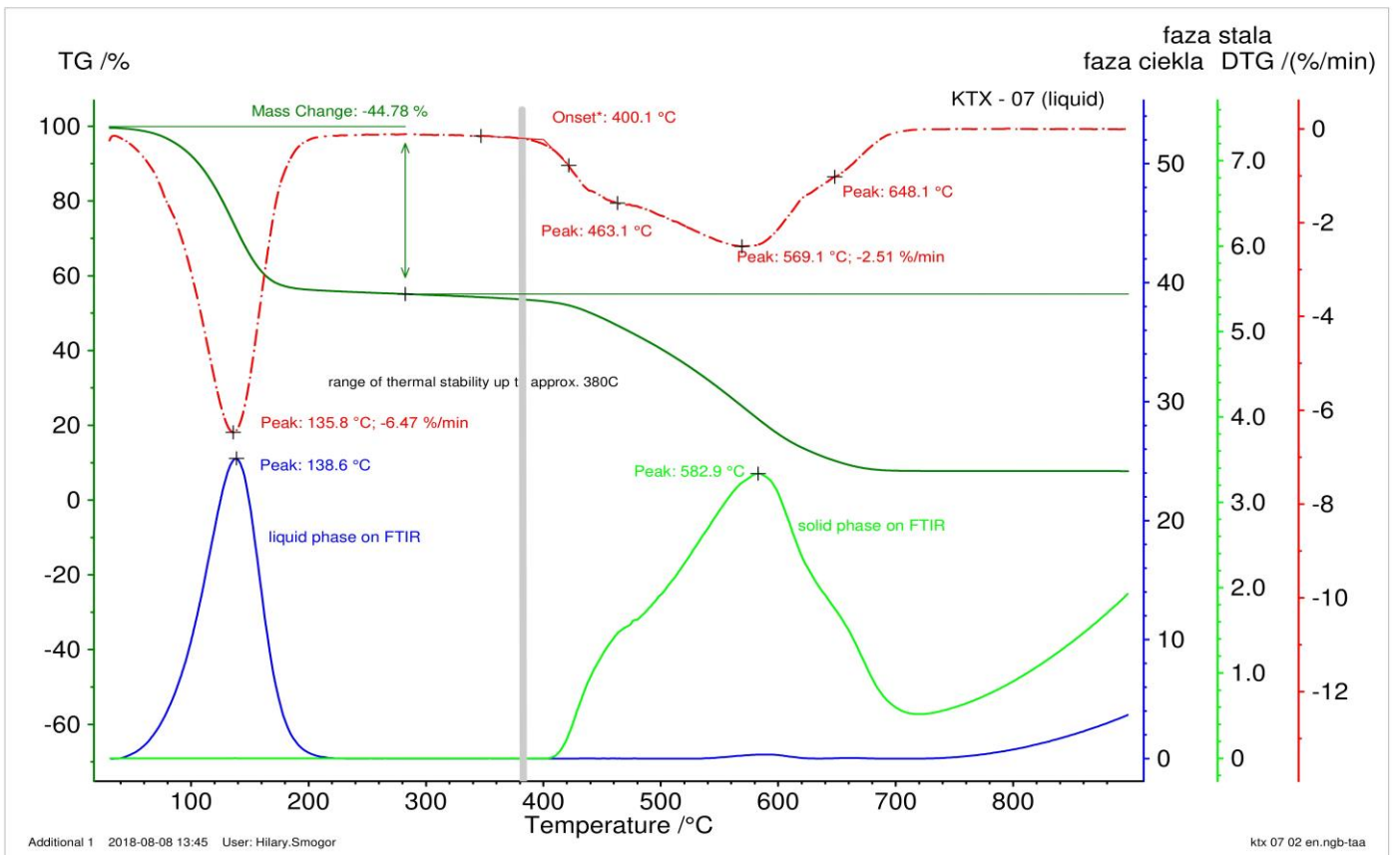
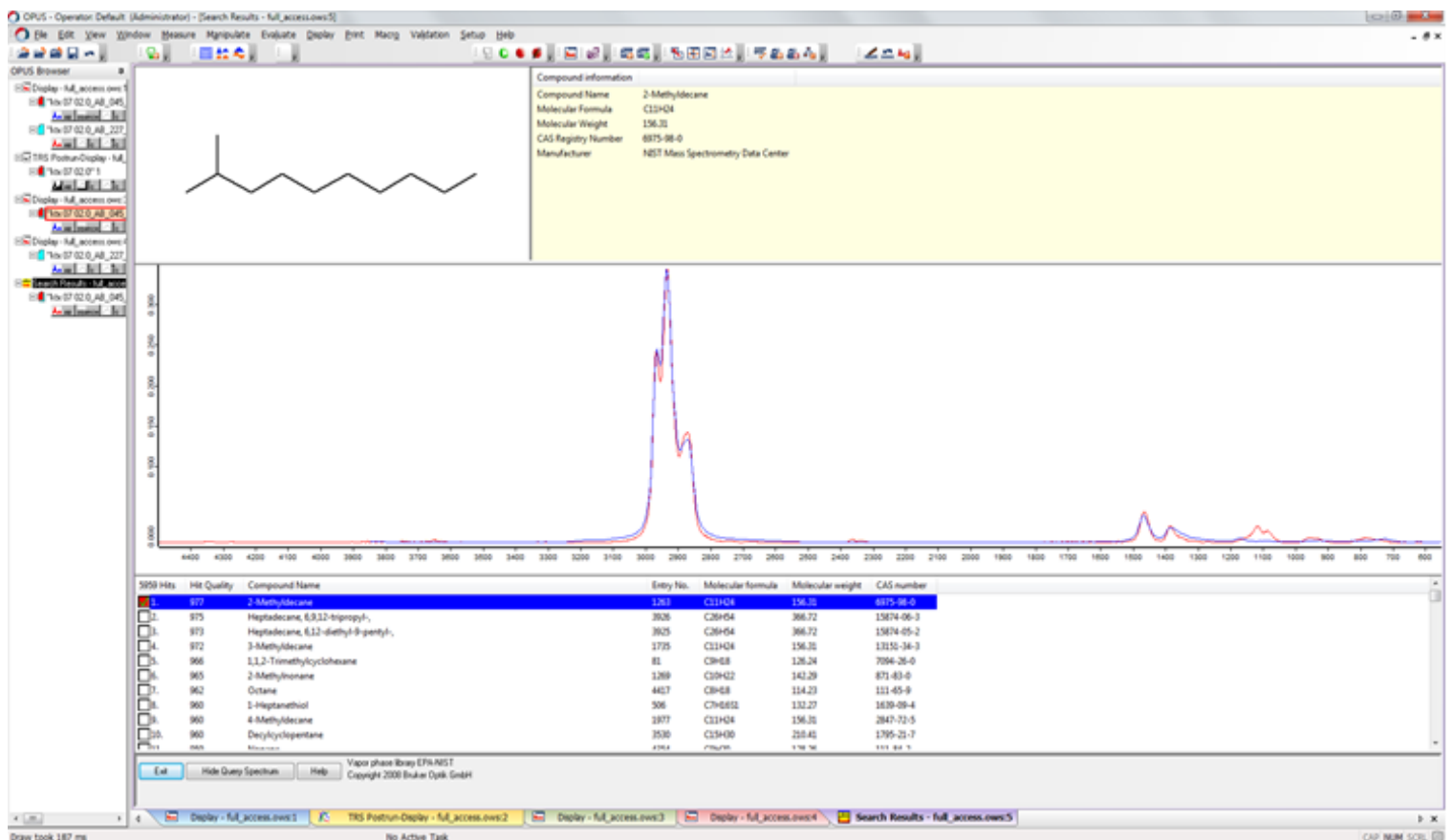


Fig. 3 - dependence of TG, DTG curves and intensity of released gases for the liquid part and solid part from the temperature.



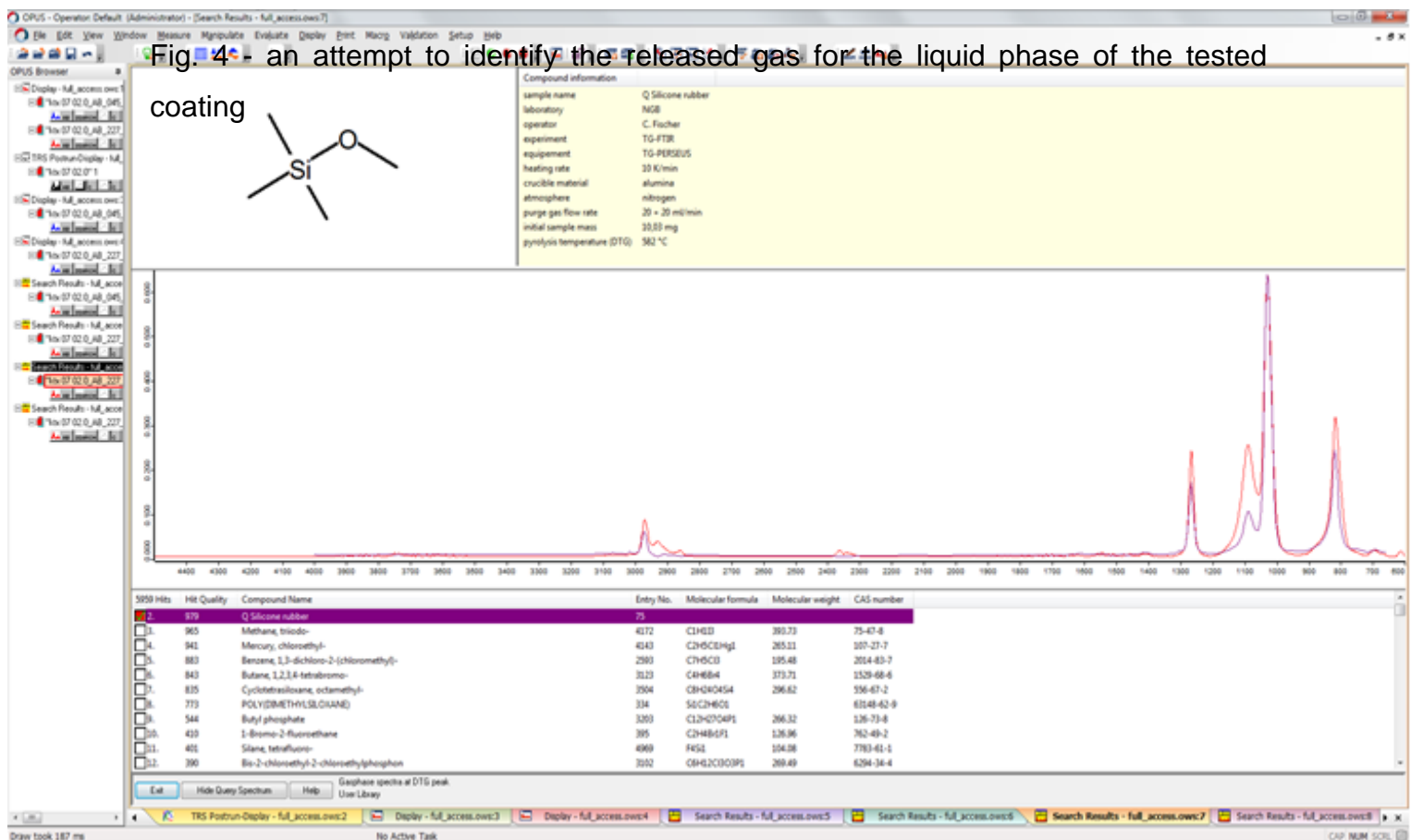


Fig. 5 - an attempt to identify the released gas for the solid phase of the tested coating

Figure 4 - shows an attempt to adjust the FTIR spectrum recorded at the maximum evaporation temperature of liquid part of the coating - temperature around 140°C. Figure 5 - shows an attempt to adjust the FTIR spectrum recorded at the maximum decomposition temperature of the solid part of the coating - temperature around 585°C.

The program containing the FTIR spectra database tries to match the spectra recorded during the experiment, the spectrum most similar in terms of the characteristic bands of a given spectrum and their individual intensities. Of course, like any database, it has some limitations in the form of the amount of different spectra for individual substances and that many of them represent measurements for a solid or liquid phase of a given substance. In our case, the measured FTIR spectra are characteristic, due to the type of apparatus (FTIR spectrometer), only for the gas phase of a given substance. Due to the facts cited, the identification of a given

substance is rather general. The spectra from our experiment in both drawings are red fig 4 and 5. As far as the liquid phase is concerned, its spectrum is compared to the base in Figure 4, and the identification generally indicates hydrocarbon-based solvents such as decane or heptane, and most likely their mixture.

As for the spectrum characteristic for the decomposition of the solid part of the coating deposited after evaporation of the liquid part of solvents, a comparison with the database is shown in Fig. 5. The most similar spectrum retained in the database belongs to the gas emitted during the pyrolytic decomposition of the silicone Q-gum, which may indicate a coating based on silicone preparations.

On the last drawing no. 6 is presented with the direct visualization of data collected by the FTIR spectrometer depending on the wave number and temperature. With such a 3D presentation you can see how the nature of infrared spectra changes in general with increasing temperature and subsequent decomposition processes.

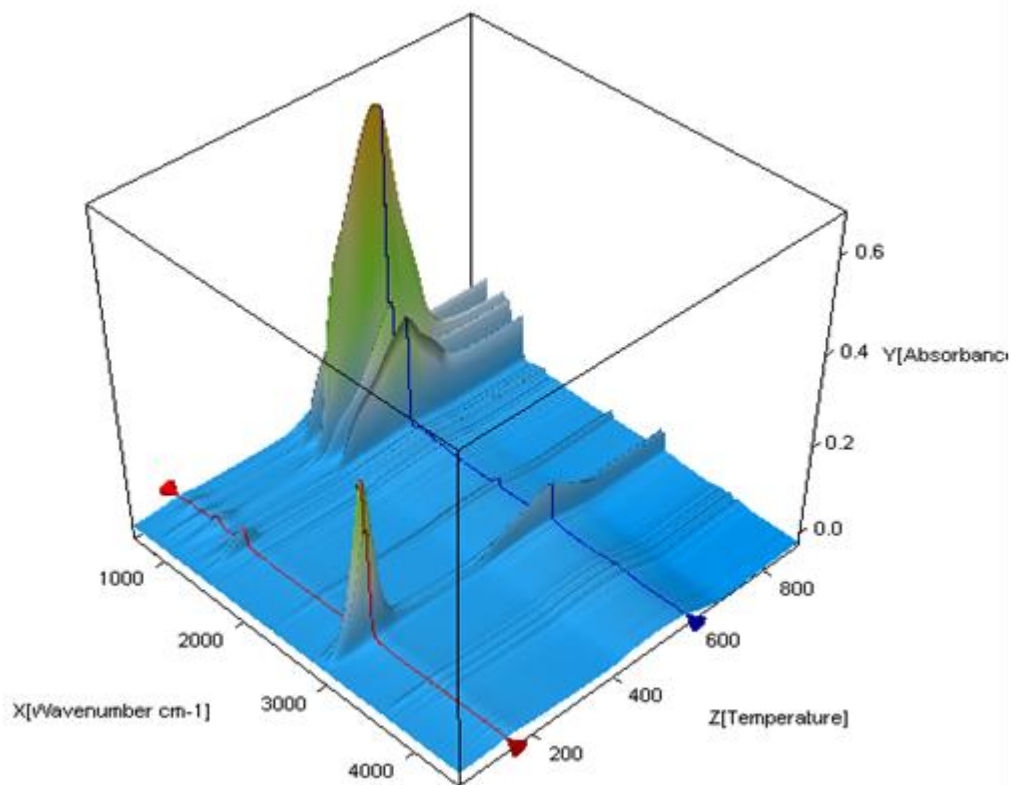


Fig. 6 visualization of data collected by the FTIR spectrometer depending on the wave number and temperature in the range from 30°C to 850°C.

SUMMARY

Conducted tests using Thermal Analysis and Fourier's FTIR infrared spectrometry techniques in showed that the solvent-free coating layer of KTX 07 remains thermally stable up to about 380°C in the air. Above this temperature, a multi-stage decomposition of the deposited silicone-based solid coating occurs, disrupting its integrity as a polymeric structure.

In addition, it was found that when the KTX 07 liquid coating is heated at a rate of 10 K/min, its liquid solvent part evaporates to a temperature of approximately 200°C completely. The maximum evaporation efficiency of the solvent part of the KTX 07 liquid coating was recorded, under given conditions, at a temperature of about 140°C, while the maximum rate of decomposition of the deposited solid silicone coating was recorded at a temperature of about 535°C.

Hilary Smogór
(Dr ing. H. Smogór)

(<https://www.netzsch-thermal-analysis.com/en/>)