

Nota de aplicação

Caracterização de polímeros por Pirólise-GC/MS

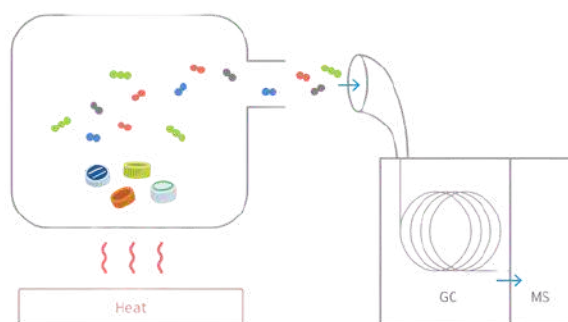


Tennessine Instrumentação Analítica
Distribuidor autorizado Frontier Laboratories

Conhecendo a técnica de pirólise-GC/MS

A pirólise é a decomposição de um polímero em moléculas menores por aquecimento a alta temperatura, geralmente em atmosfera inerte (sem oxigênio).

Nessa condição ocorrem cisões de ligações covalentes e mudanças físicas irreversíveis, formando moléculas menores chamadas pirolisados.



A técnica de **pirólise acoplada à cromatografia gasosa e espectrometria de massas (Py-GC/MS)** utiliza um pirolisador como injetor de temperatura programada: o material é aquecido uniformemente em atmosfera inerte e os compostos liberados em diferentes faixas de temperatura são separados por GC e identificados por MS.

O pirolisador é conectado diretamente ao injetor do GC, eliminando linhas de transferência e garantindo perfis térmicos idênticos, evitando evaporação ou degradação antes da análise.

Comparada a técnicas convencionais como GC ou HPLC, a Py-GC/MS permite analisar plásticos, resinas, borrachas, tintas, fibras, compósitos de madeira e outros polímeros sem preparo de amostra, além de fornecer informações sobre estabilidade térmica, composição, microestrutura, mecanismos de decomposição, identificação de polímeros e análise de aditivos.

Essa versatilidade torna a técnica aplicável em áreas como química de polímeros, alimentos, ciência forense, meio ambiente e energia.



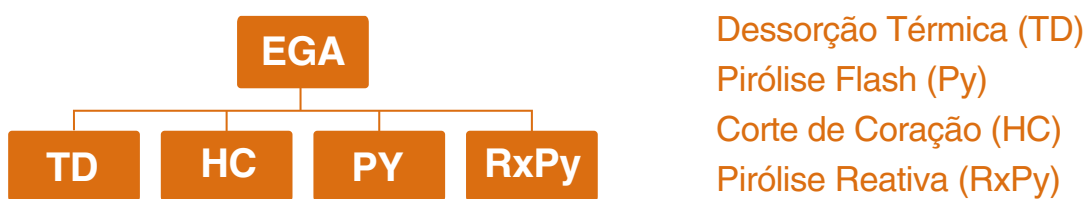
Principais características do sistema Multi-Shot Pyrolyzer EGA/PY-3030D



- **Multi-funcionalidade:** suporta EGA, pirólise flash, pirólise reativa, dessorção térmica, double-shot e heart-cut. Essas técnicas podem ser combinadas de maneira sequencial graças à construção modular.
- **Reprodutibilidade e precisão:** faixa de controle de temperatura do forno de temperatura ambiente +10 °C até 1050 °C, com incrementos de 1 °C e estabilidade de $\pm 0,1$ °C. Taxa máxima de aquecimento do forno de até 600 °C/min (ajustável a cada 1 °C/min). Todas as superfícies em contato com a amostra são de quartzo, com aquecimento e resfriamento rápidos para maior produtividade.
- **Versatilidade:** análise de vapores C_2 a sólidos C_{100} . Virtualmente qualquer matriz (gasosa, líquida ou sólida) pode ser caracterizada.
- **Acessórios e samplers:** liquid sampler, double-shot sampler, micro TD sampler, micro reaction sampler e UV-irradiator, permitindo injeções de líquidos, dessorção de tubos adsorventes, reações sob alta pressão e exposições a UV. Além de adaptador vent-free, micro-jet cryo-trap e selective sampler que possibilitam trocar colunas sem ventilar o MS e realizar cortes de zonas térmicas.

Principais características do sistema Multi-Shot Pyrolyzer EGA/PY-3030D

- **Preparo simplificado:** análise de 0,1–1 mg sem extração por solvente. Isto diminui variabilidade e contaminação e permite repetir diferentes análises em um mesmo material.
- **Software F-Search:** Bibliotecas de pirolizados e aditivos desenvolvidas pela F-Search possibilitam identificar centenas de polímeros e seus produtos de degradação. O motor de busca reúne íons característicos de polímeros, pirolizados e aditivos, superando as limitações de bibliotecas de MS gerais.
- **“Method Map”:** Para caracterizar materiais desconhecidos, a Frontier propôs um mapa de métodos em dois passos:
 - 1 Realizar EGA para obter o termograma e identificar zonas térmicas;
 - 2 Aplicar técnicas apropriadas, como dessorção térmica, pirólise flash, heart-cut ou pirólise reativa nas zonas de interesse.



Essa abordagem sequencial orienta o analista a maximizar a informação em menor tempo.

Vantagens e integração com GC/MS



A Py-GC/MS combina rapidez, versatilidade e profundidade de análise, permitindo a caracterização de materiais complexos com mínima preparação de amostras. **Fornecer dados complementares em um único experimento, como estabilidade térmica, composição, mecanismos de degradação e presença de aditivos.**

Compatibilidade com GCs

O EGA/PY-3030D é compatível com os principais sistemas de GC e GC/MS, permitindo integração direta sem alterações significativas. **O adaptador Vent-Free possibilita trocar entre tubo EGA e coluna analítica sem ventilar o MS, garantindo flexibilidade e aproveitamento de equipamentos existentes.**

Pirolisador Multi-Shot EGA-PY-3030D e Pirolisador de Etapa Única PY-3030S são compatíveis com os GC's:

Agilent	8890/7890 GC	✓
	8860/7820 GC	✓
PerkinElmer	GC 2400 Clarus 690/680	✓
SCION/Bruker	SCION 456	✓
	SCION 436	✓
Shimadzu	GC-2030/2050	✓
	GC-2010/2014	✓
Thermo Fisher	TRACE 1610/1600 1310/1300	✓

Exemplo de aplicação: polilactídeo (PLA) em impressão 3D

Contexto: O PLA é um poliéster termoplástico de origem renovável (amido de milho, mandioca, cana-de-açúcar, etc.), variando de amorfo a altamente cristalino.

Possui temperatura de transição vítrea (T_g) de $\sim 60^\circ\text{C}$ e ponto de fusão entre $130\text{--}180^\circ\text{C}$, com propriedades mecânicas entre as do poliestireno e PET.

Misturas com PDLA aumentam o temperatura de fusão (T_m) em $40\text{--}50^\circ\text{C}$ e a resistência térmica até 190°C . Graças à alta energia superficial, é amplamente utilizado como filamento de impressão 3D.

Problema: Filamentos comerciais de PLA podem conter PDLA, aditivos ou modificadores não declarados. Técnicas como FT-IR não permitem confirmar composição ou diferenciar misturas de poliéster.

Solução: Aplicar Evolved Gas Analysis (EGA) para avaliar o perfil térmico e, em seguida, pirólise single-shot (flash) para confirmar a presença de PLA e verificar ausência de aditivos.

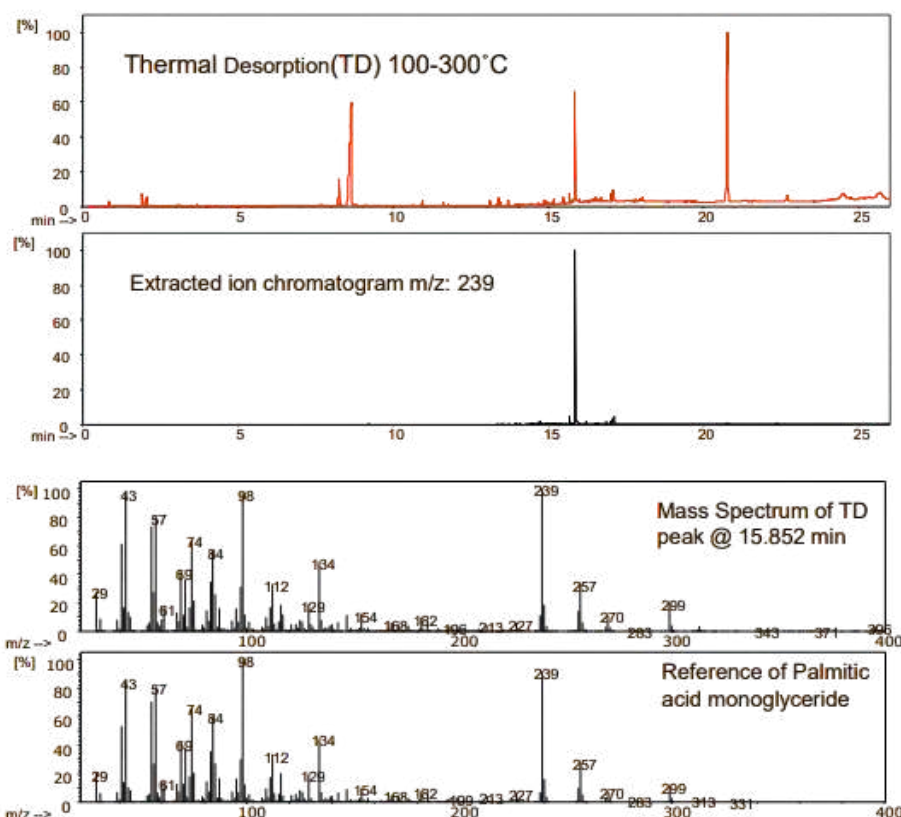


Exemplo de aplicação: polilactídeo (PLA) em impressão 3D

Procedimento experimental: Aproximadamente 100 µg de amostra foram cortados de uma peça impressa, colocados em Eco-Cup e aquecidos de 100 a 700 °C (20 °C/min) no micro-forno, com o GC isotérmico a 320 °C.

A EGA mostrou degradação inicial a 300 °C e completa a 400 °C. A biblioteca EGA-MS do F-Search confirmou a composição como PLA. Em seguida, a pirólise flash a 500 °C revelou monômeros e fragmentos típicos.

Para detectar aditivos em baixa concentração, foi aplicado aumento de massa e técnicas complementares como TD ou heart-cut. A TD, operando abaixo de 300 °C, isolou compostos como monoglicerídeo de ácido palmítico, identificados por comparação espectral.



Conclusão



Pirolisador Multi-Shot EGA-PY-3030D

Nosso sistema de pirólise multifuncional, transforma a pirólise-GC/MS numa ferramenta versátil para caracterizar polímeros e materiais complexos.

A combinação de forno vertical de alta precisão, acessórios modulares e bibliotecas F-Search oferece informação rica com preparo mínimo.

No caso do PLA para impressão 3D, o método sequencial (EGA + pirólise) identificou o polímero e confirmou a ausência de aditivos não declarados. Essas capacidades tornam a Py-GC/MS indispensável para desenvolvimento de produtos, resolução de problemas e controle de qualidade em laboratórios de polímeros.

Entre em contato com nossos especialistas para conhecer a solução ideal para o seu laboratório.

 tennessine.com.br