

2液型エポキシ樹脂の硬化不良分析

【背景】 主剤と硬化剤からなる2液型エポキシ樹脂は、機械的特性や耐薬品性の高さから様々な用途に使用されている。しかし、使用現場での不適正な混合や攪拌不足により、主剤と硬化剤の適正な混合比が得られずに硬化不良が発生する場合がある。そこで瞬間熱分解(Py)-GC/MS法を用い、主剤と硬化剤を様々な混合比で硬化させた2液型エポキシ樹脂の硬化不良について検討した。

【方法】 エポキシ主剤(主成分: Bisphenol A diglycidyl ether; BADGE)と硬化剤(主成分: Isophoronediamine; IPDA)を体積比3:1(主剤過剰)、1:1(適正)、1:3(硬化剤過剰)でよく混ぜ、2時間硬化させたものを試料とした。測定にはマルチショット・パイロライザーをGC/MS注入口に直結したPy-GC/MSシステムを用い、熱分解温度は600°Cとした。マイクロジェット・クライオトラップにより揮発性成分を冷却捕集した後、分離分析を行った。

【結果】 2液の混合比が適正と硬化剤過剰混合では硬化したが、主剤過剰では硬化せず、粘稠性の液体となった。各試料のパイログラムをFig.1に示す。全ての混合比でエポキシ樹脂の熱分解生成物であるBisphenol A (BPA)が観測された。適正な混合の場合にはBADGEおよびIPDAはほとんど観測されなかったため、全て反応していると考えられる。主剤過剰の場合、未反応のBADGEとその熱分解生成物のBisphenol A monoglycidyl ether (BAMGE)が観測され、硬化剤過剰の場合は未反応のIPDAが観測された。以上から、主剤や硬化剤に由来する成分の検出により硬化の適否をPy-GC/MS法により判定可能であることが分かった。

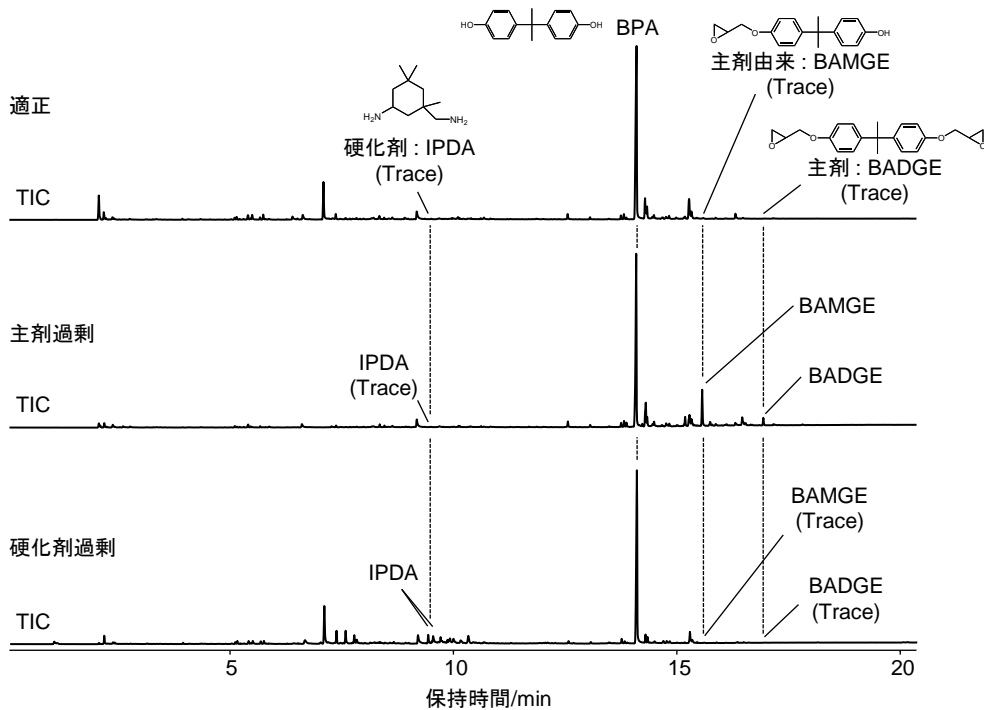


Fig. 1 各エポキシ樹脂のパイログラム

熱分解温度: 600°C, GCオープン: 40°C (2 min保持) - 320°C (20 °C/min, 13 min保持)

分離カラム: Ultra ALLOY+5 (5%ジフェニル95%ジメチルポリシロキサン), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm, カラム流量: 1 mL/min, , スプリット比: 1/30

MSスキャン範囲: m/z 29 - 600, 試料量: 約0.1 mg

参考 鄭ら, 第22回 高分子分析討論会(2017), I-13

Keywords: エポキシ樹脂, 品質管理, 異同識別, 瞬間熱分解(Py)-GC/MS

使用製品: マルチショット・パイロライザー, UA+5, ベントフリーGC/MSアダプター, マイクロジェット・クライオトラップ

応用分野: 高分子分析, 不良品解析

関連テクニカルノート: [PYA1-034](#), [PYA1-035](#), [PYA1-088](#)

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 **フロンティア・ラボ株式会社**
Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102
<http://www.frontier-lab.com/>