

2液型エポキシ樹脂の硬化反応分析

Part 2: 熱分解(Py)-GC/MS

[背景] 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、前報(PYA3-047)では発生ガス分析-MSによる検討を行い、熱分解温度を決定した。本報では、Py-GC/MSによる分離分析を行って検討した。

[方法] 前報と同様、マルチショット・パイロライザーをGC注入口に直結したPy-GC/MSシステムを用いた。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、それぞれの表面をカッターで削り取ったものを試料とした。エコカップに採取した試料を600℃に設定した加熱炉に導入し、熱分解生成物をマイクロジェット・クライオトラップにより冷却捕集した後、分離分析を行った。

[結果] 各試料のパイログラムをFig. 1に示す。全ての試料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はほとんど検出されなかったため、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が検出された。以上より、主剤や硬化剤に由来するピークの有無から、硬化の適否をPy-GC/MSにより判定可能であることが分かった。

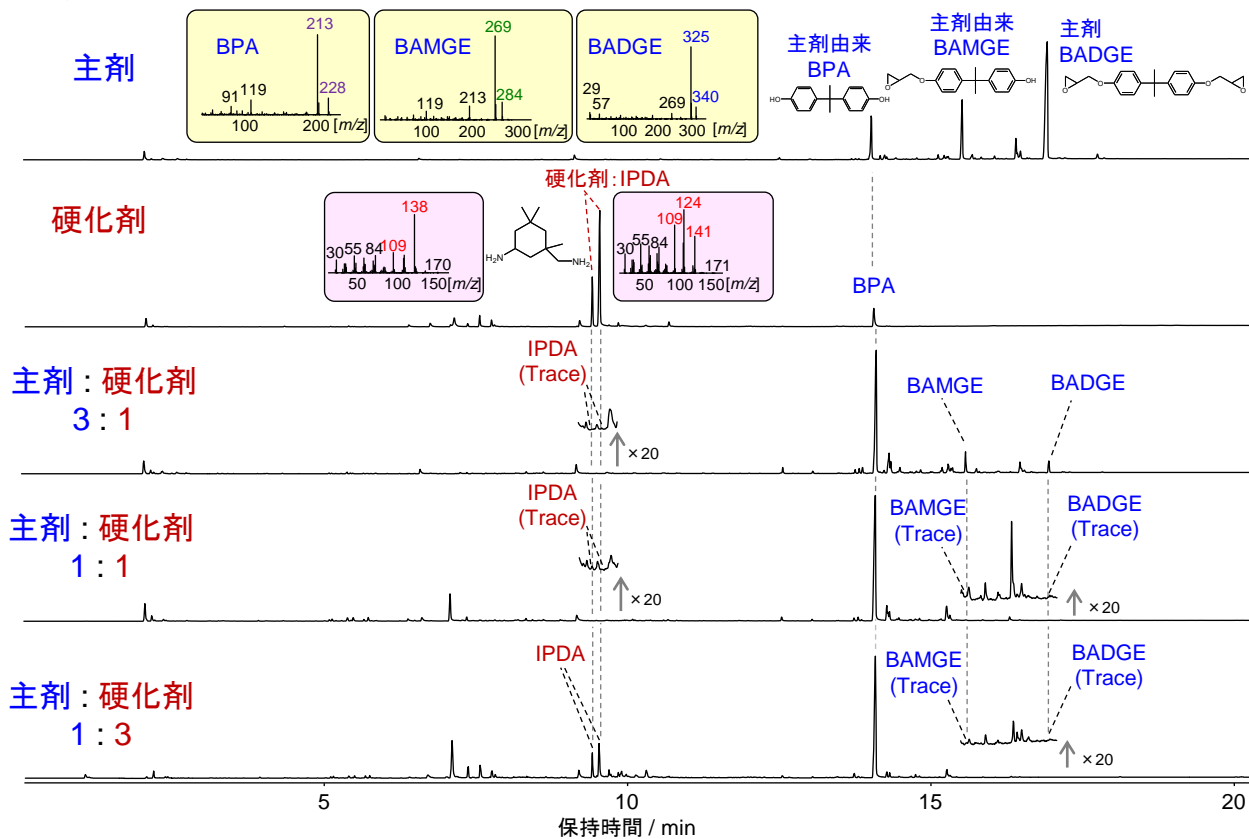


Fig. 1 各エポキシ樹脂のパイログラム。

加熱炉温度: 600℃, GCオープン: 40℃(2 min保持) - 320℃(20℃/min, 13 min保持), 分離カラム: UA⁺-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, 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, オートショット・サンプラー, 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 : 高分子分析全般, 品質管理, 材料分析, 不良品解析, 異同識別

関連テクニカルノート : PYA3-047 (Part 1), 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
 www.frontier-lab.com/jp