

两种组分环氧树脂固化不良的详细分析

Part 2: 热裂解(Py)-GC/MS

[背景] 前篇(PYA3-047C)中进行了主剂和固化剂, 以各种混合比例固化的两组分环氧树脂的固化不良相关的释放气体分析-MS的讨论, 并决定了热裂解温度。在本篇中, 通过Py-GC/MS 分离分析来进行讨论。

[方法] 与前篇相同, 环氧树脂主剂(主成分: 双酚A二缩水甘油醚; BADGE)和固化剂(主成分: 异佛尔酮二胺; IPDA)以体积比为3:1(主剂过量), 1:1(适当), 1:3(固化剂过量)充分混合, 并固化2小时来制备样品。测定使用多功能热裂解器直结GC/MS进样口的Py-GC/MS系统, 热裂解温度为600 °C。采样到样品杯的测量样品导入到加热炉, 通过微喷式冷阱冷却捕集热裂解产物后, 进行分离分析。

[结果] 各样品的热解图如图Fig. 1所示。全部样品作为环氧树脂的热解产物检测到Bisphenol A(BPA)。适当(1:1)混合时没有检测到BADGE以及IPDA, 可以认为反应完全。主剂过量的情况, 未反应的BADGE和它的热解产物Bisphenol A monoglycidyl ether (BAMGE)被检测到, 固化剂过量的情况检测到未反应的IPDA。由上可知, 通过Py-GC/MS观察是否有主剂或固化剂的峰, 可判断固化是否适当。

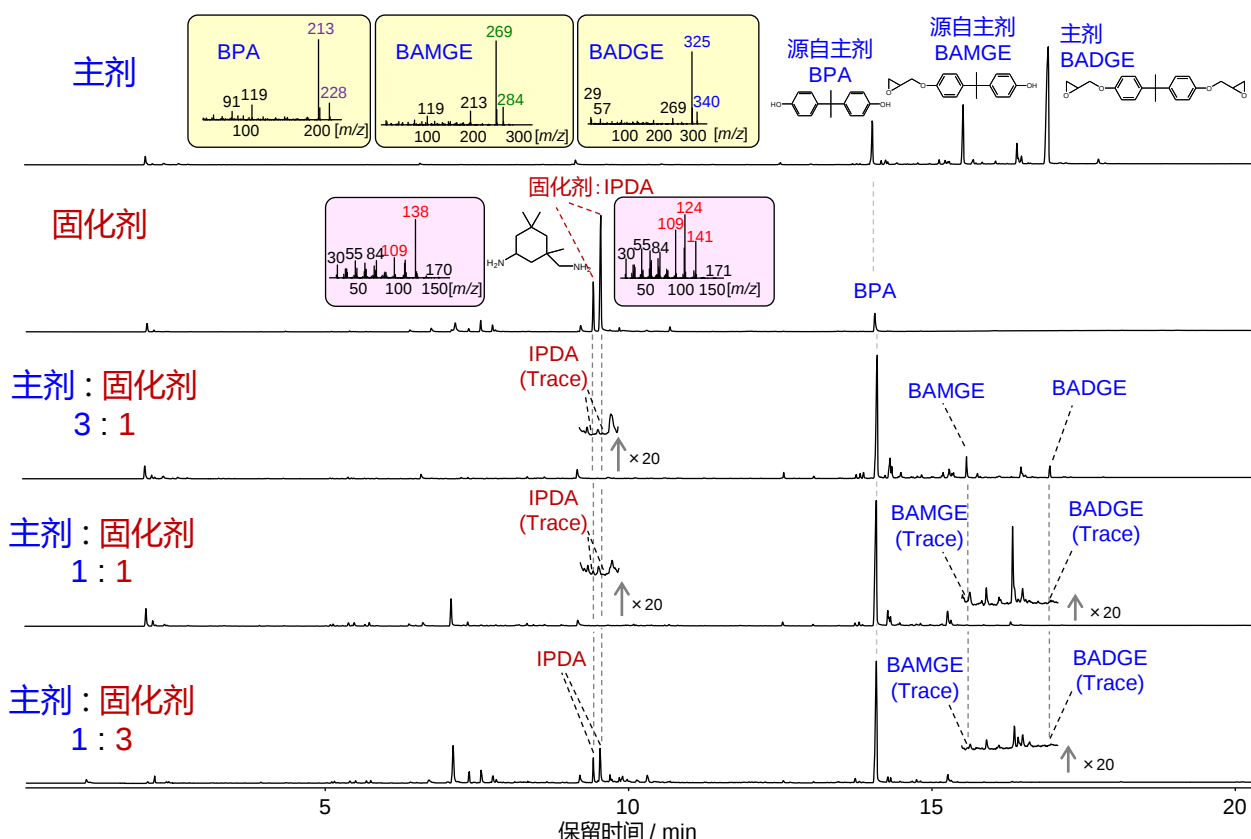


Fig. 1 各环氧树脂的热解图

加热炉温度: 600 °C, GC柱箱: 40 °C (保持2 min) - 320 °C (20 °C/min, 保持13 min), 分离色谱柱: UA+-5 (5 %二苯基95 %二甲基聚硅氧烷), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 µm, 柱流量: 1 mL/min, 分流比: 1/30, MS扫描范围: m/z 29 - 600, 样品量: 约 0.1 mg.

参考 郑 等, 第22回 高分子分析讨论会(2017), I-13.

Keywords: 环氧树脂, 品质管理, 瞬时热裂解 (Py)-GC/MS

使用产品: 多功能热裂解器, 自动进样器, UA+-5, 微喷式冷阱, 免放空GC/MS适配器

应用领域: 高分子分析, 品质管理, 材料分析, 瑕疵品解析, 异同鉴别

关联的技术笔记: PYA3-047C (Part 1), PYA1-034C, PYA1-035C, PYA1-088C

如有任何查询, 请通过传真或官网上的查询栏来进行查询。

研究开发 · 制造

Frontier Laboratories Ltd.

Tel: +81-24-935-5100 Fax: +81-24-935-5102

www.frontier-lab.com/cn