

2液型エポキシ樹脂の硬化反応分析

Part 1: 発生ガス分析(EGA)-MS

[背景] 2液型エポキシ樹脂は主剤と硬化剤からなり、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る。しかし、不適正な混合や攪拌不足により、硬化不良が発生する場合がある。本報では、主剤と硬化剤を様々な混合比で硬化させた2液型エポキシ樹脂を発生ガス分析(EGA)-MSを用いて検討した。

[方法] 測定には、マルチショット・パイロライザーをGC/MSシステムのGC注入口に直結したものを使用した。GC注入口とMS検出器の接続には不活性化金属チューブ(UADTM-2.5N)とベントフリーGC/MSアダプターを用いた。室温硬化型の2液型エポキシ樹脂の主剤(主成分: Bisphenol A diglycidyl ether; BADGE)と硬化剤(主成分: Isophoronediamine; IPDA)を用意した。さらにそれぞれ主剤:硬化剤=3:1、1:1、1:3で混合し、紙に塗布して室温で2時間静置して硬化させた。2液の混合比が1:1と1:3では硬化したが、3:1では硬化せず、粘稠性の液体となった。カッターで各表面を削り取って、または掻きとって試料としたものをエコカップに採取した。その後、エコカップを加熱炉に導入しEGA-MSを行った。

[結果] 各試料のEGA曲線をFig. 1(a)に示す。主剤および主剤:硬化剤=3:1では250-350 °Cと350-450 °Cにふた山のピークが観測された。硬化剤および主剤:硬化剤=1:1、1:3では100 °Cと350-400 °Cに単一のピークが観測された。各EGA曲線においてポリマー成分由来のピークの立下り温度より、熱分解(Py)-GC/MSにおける加熱炉温度を600 °Cと決定した。次報(PYA1-159)では、Py-GC/MSにより各試料の分離分析を行った結果を報告する。

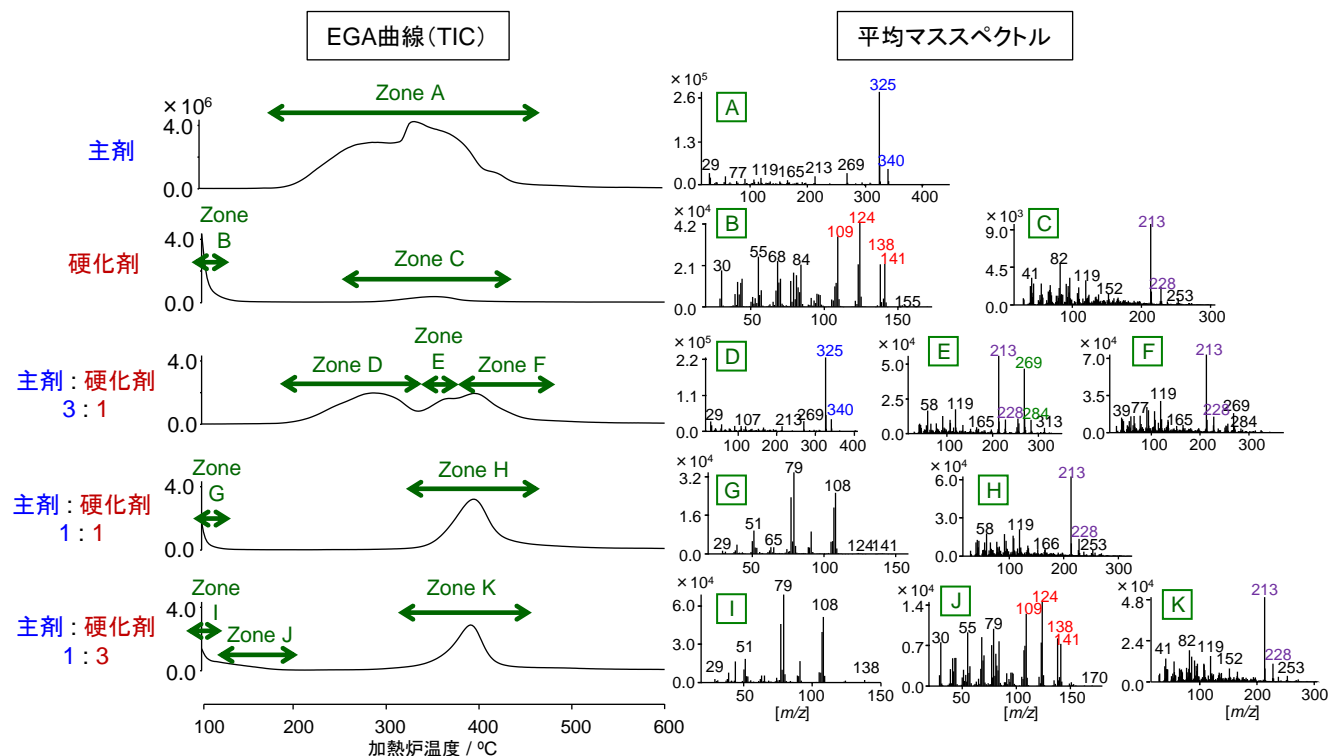


Fig. 1 2液型エポキシ樹脂の (a) EGA曲線(TIC) と (b) 平均マススペクトル。

加熱炉温度: 100 - 700 °C (20 °C/min), EGA チューブ: UADTM-2.5N (L=2.5 m, i.d.=0.15 mm), カラム流量: 1 mL/min (He), スプリット比: 1/50, GCオープン: 300 °C, MSスキャン範囲: m/z 29 - 600, MSスキャン速度: 約0.2 scan/s, 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, 発生ガス分析(EGA)-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, UADTM-2.5N, エコカップLF, F-Search, ベントフリーGC/MSアダプター

応用分野: 高分子分析全般, 品質管理, 材料分析, 不良品解析

関連テクニカルノート: PYA1-159 (Part 2), PYA3-041

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