

两种组分环氧树脂固化不良的详细分析

Part 1:释放气体分析(EGA)-MS

[背景] 由主剂和固化剂组成的两种组分环氧树脂由于高机械性能和耐化学性而被使用于各种用途。然而，由于在使用现场的混合不当或者搅拌不充分，导致主剂和固化剂无法获得适当的混合比例，因此可能发生固化不良。在本篇中讨论，通过释放气体分析(EGA)-MS,以各种混合比例固化的主剂和固化剂的两种组分环氧树脂的热脱附、热裂解反应。

[方法] 分析使用室温固化型的两组分环氧树脂的主剂(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3:1, 1:1, 1:3的比例充分混合,并涂在纸上室温静置2小时来进行固化。两组分的混合比为1:1和1:3通过静置后能固化,然而3:1不能固化，成为黏稠性的液体。用美工刀从各样品表面切，或者刮取样品采样至样品杯。分析使用多功能热裂解器直接连接GC进样口，GC进样口与MS检测器通过去活化金属管和免放空GC/MS适配器连接的系统。样品导入到加热炉进行EGA-MS分析。

[结果] 各样品的EGA曲线如图1(a)所示。主剂以及主剂:固化剂=3:1 中250-350 °C和350-450 °C期间观测到两个峰。虽两个峰的形状类似，但是平均质谱图有很大的差异，显示释放的气体成分有很大的差异。另外，固化剂以及主剂:固化剂=1:1, 1:3 中100 °C和350-400 °C检测到单一峰。通过各EGA曲线和各聚合物主成分峰的下降温度，决定热裂解(Py)-GC/MS中加热炉温度为600 °C。下一篇(PYA1-159C)中，将报告各样品通过Py-GC/MS的分离分析结果。

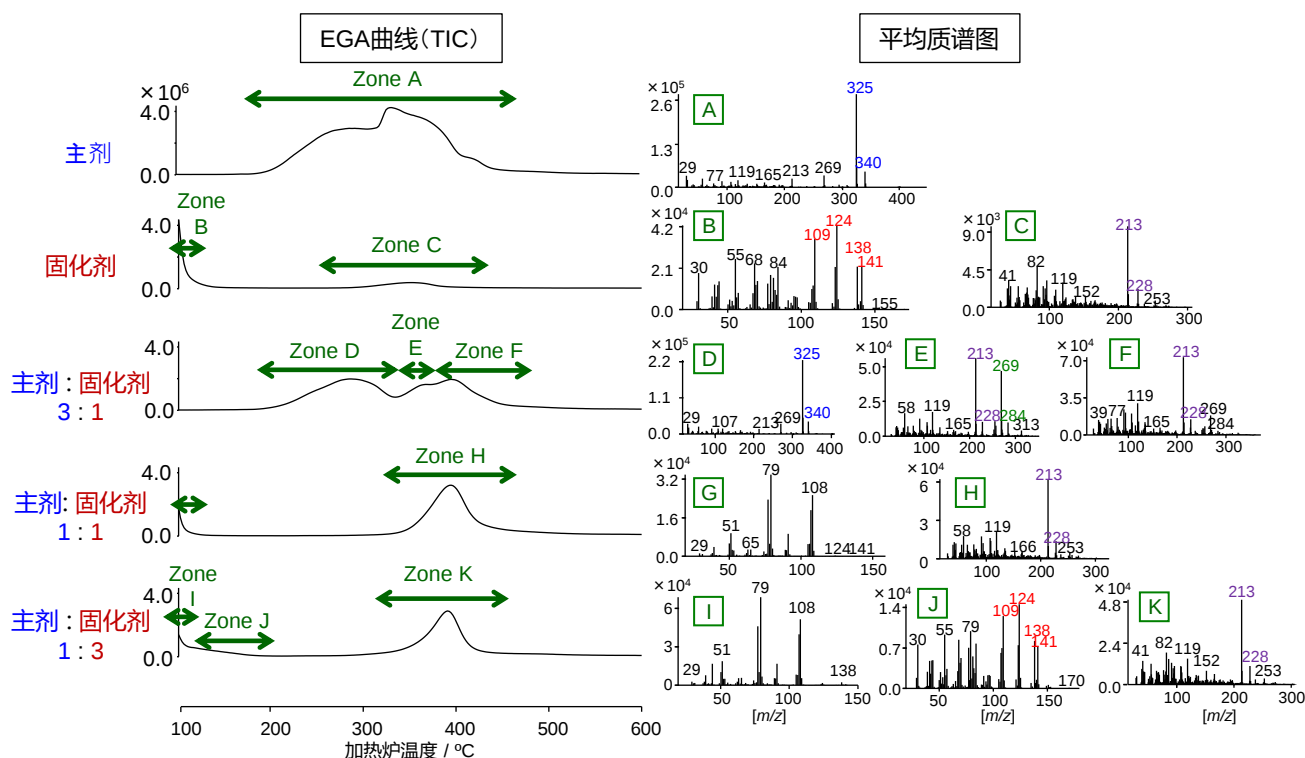


Fig. 1 两种组分环氧树脂的 (a) EGA曲线(TIC) 和 (b) 平均质谱图

加热炉温度: 100 - 700 °C (20 °C/min), EGA 管: UADTM-2.5N (L=2.5 m, i.d.=0.15 mm), 柱流量: 1 mL/min (He), 分流比: 1/50, GC柱箱: 300 °C, MS扫描范围: m/z 29 - 600, MS扫描速度: 约 0.2 scan/s, 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, 释放气体分析(EGA)-MS

使用产品: 多功能热裂解器, 自动进样器, UADTM-2.5N, 样品杯LF, F-Search 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, 瑕疵品分析

关联的技术笔记: PYA1-159C (Part 2), PYA3-041C

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