

関連製品：キュリーポイントインジェクター JCI-77、熱分解分析、エポキシ樹脂系接着剤、GC/MS測定

エポキシ系接着剤(市販品)の熱分解分析

Keyword: ポータブルタイプキュリーポイントインジェクター GC/MS 測定

パイロヒール(厚さ 50 μ m 幅 9mm 長さ 20mm)の金属箔に目的のゴムを包み込み、装置にセットし、GC/MSのインジェクションポート挿入することで樹脂の熱分解生成物を注入します。

緒言

市販品のエポキシ系接着剤(本剤:エポキシ樹脂、硬化剤:ポリチオール)の2液混合型を硬化させた後、キュリーポイントインジェクター JCI-77(ポータブル熱分解装置) + GC/MS測定し、得られたクロマトグラムを比較した。

試料

- ・ 2液混合型エポキシ接着剤 A
- ・ 2液混合型エポキシ接着剤 B
- ・ エポキシ樹脂標準品



キュリーポイントインジェクター JCI-77

■プローブ各所の説明



■試料のセット方法

熱分解導入

合成高分子や加硫ゴムの組成分析ができます。誘導体化導入、発生ガス導入も可能です。



試料管に入れ JCI-77にセット

■GC/MSへ熱分解試料導入



ポータブルタイプ、据付不必要。

■パイロヒール

加熱(熱分解)温度(℃)		
1040℃	500℃	315℃
920℃	485℃	280℃
764℃	445℃	255℃
740℃	423℃	235℃
670℃	386℃	220℃
650℃	358℃	170℃
590℃	333℃	160℃

160℃~1040℃まで、21種類のパイロヒールを準備しております。加熱(熱分解)温度は、パイロヒールを交換するだけなので、加熱炉型の様に時間を要しません。

■POINT

ニードルと試料管は毎度洗浄して交換して使用しますので、いつも清浄な状態で熱分解導入が可能です。

分析条件

■ 熱分解装置

キュリーポイントインジェクター JCI-77

Heater : ON、Purge : ON、熱分解温度 : 590 °C (5 秒)、パイロヒール : F590

■ GC 及び GC/MS

ガスクロマトグラフ : GC-2010 Plus

カラム昇温条件 : 40 °C (3 min) ~ (20 °C/min) ~ 320 °C (13 min)、分析時間 : 30 min 注入口温度 : 320 °C、

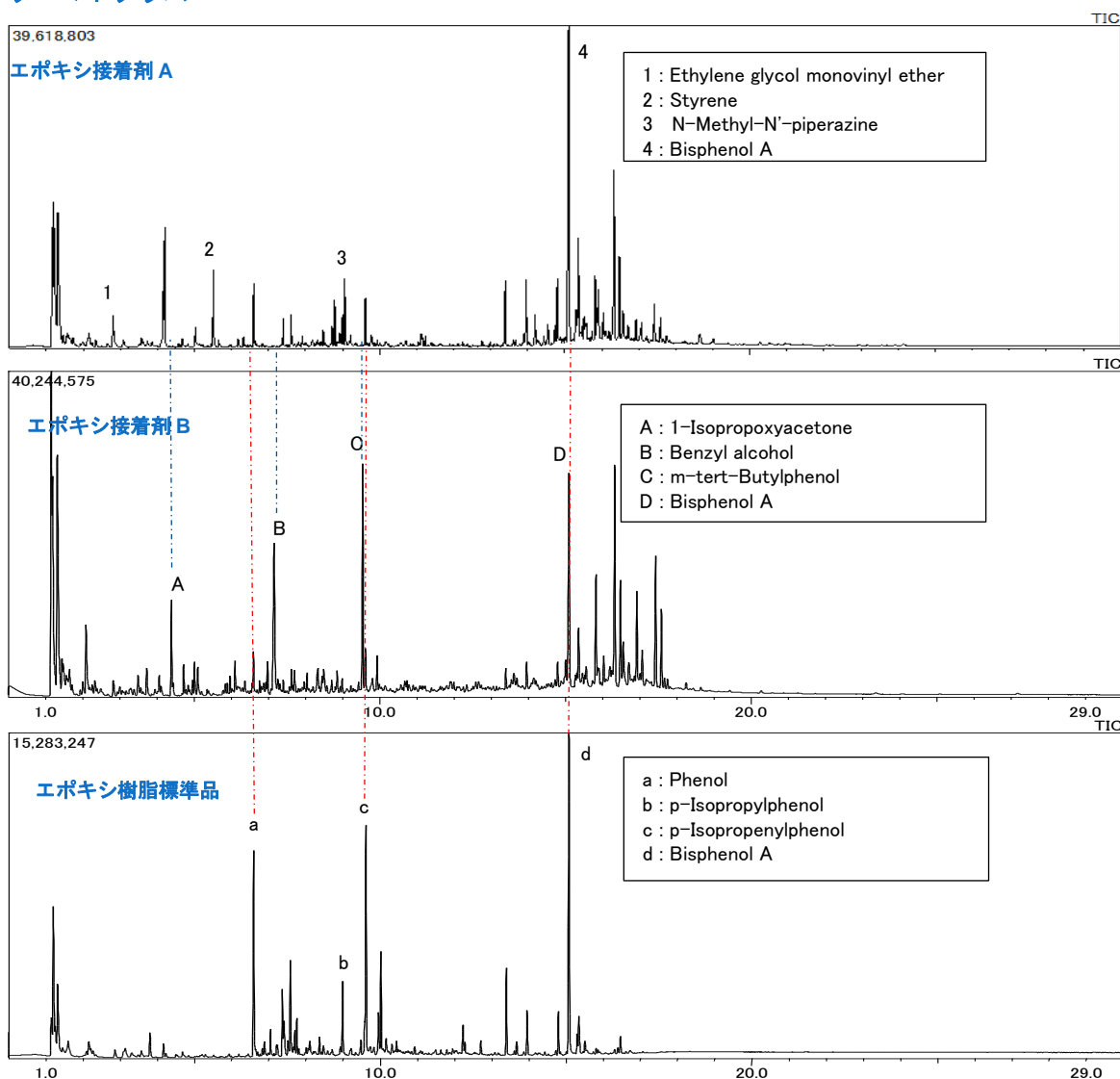
カラム流量 : 1.0 mL/min、キャリアガス : He

スプリット法 : スプリット 1 : 100 カラム : キャピラリーカラム DB-5MS (内径 0.25 mm、長さ 25 m、膜厚 0.25 µm)

マススペクトロメトリー : QP-2010 Ultra

インターフェース温度 : 320 °C、イオン源温度 : 250 °C、マスレンジ : 29 ~ 500

クロマトグラム



結論

標準品のエポキシ樹脂と市販品である硬化後のエポキシ系接着剤を590°Cで熱分解を行い、クロマトグラムを得た。エポキシ樹脂標準品の熱分解生成物であるフェノール、ビスフェノール A (共に本剤由来) は接着剤 A、B 共に生成されておりエポキシ樹脂の特徴が見て取れる。しかしながら、接着剤 A、B ではその他の分解生成物に明らかな違いがあった。接着剤 A は「アミン系」の分解生成物がみられたが、接着剤 B からは「アミン系」の分解生成物が検出されなかった。代わりにフェノール系生成物が見られ、ノボラック系の硬化促進剤が使われていたと推測した。接着剤 A、B とでは異なる種類の「硬化剤」が用いられていたと推定される。