

FTIRによる時間変化追跡測定

FTIR Time-Course Analysis

高分子材料には、加熱したり、光を照射したり、あるいは混合することにより、時間経過に伴ってその分子構造が変化するものがあります。フーリエ変換赤外分光光度計（FTIR）は、その変化を追跡する有効な測定手段の一つで、同時に複数個の吸収ピークの変化を追跡できるところに特長があります。

FTIRによる時間変化追跡測定の応用例として、

エポキシ樹脂の硬化過程

Hardening Process of Epoxy Resin

エポキシ樹脂は、第一級アミンのような硬化剤と混合した場合、アミノ基とエポキシ基が反応して、エポキシ基が開環し、水酸基が生成されます。さ

らにアミノ基と別のエポキシ基が反応することにより、Fig.1に示したような橋かけ構造が形成され、硬化過程が進行してゆきます。

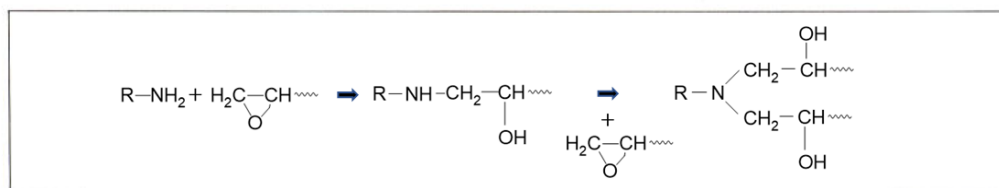


Fig.1 エポキシ樹脂の硬化過程
Hardening Process of Epoxy Resin

エポキシ系接着剤の測定

Analysis of Epoxy Adhesive

2液混合型エポキシ系接着剤を混合したのち、高温加熱セル（温度80℃）のKBr窓板に塗り透過法で60分間測定し、5分ごとの赤外スペクトルを重ね描きしたチャートをFig.2に示します。アルキル基、カルボニル基やベンゼン環特有の吸収は、時間が経過してもほとんどピーク変化がみられないのに対し、エポキシ基、アミノ基、水酸基のピークは徐々に変化しているのが確認できます。

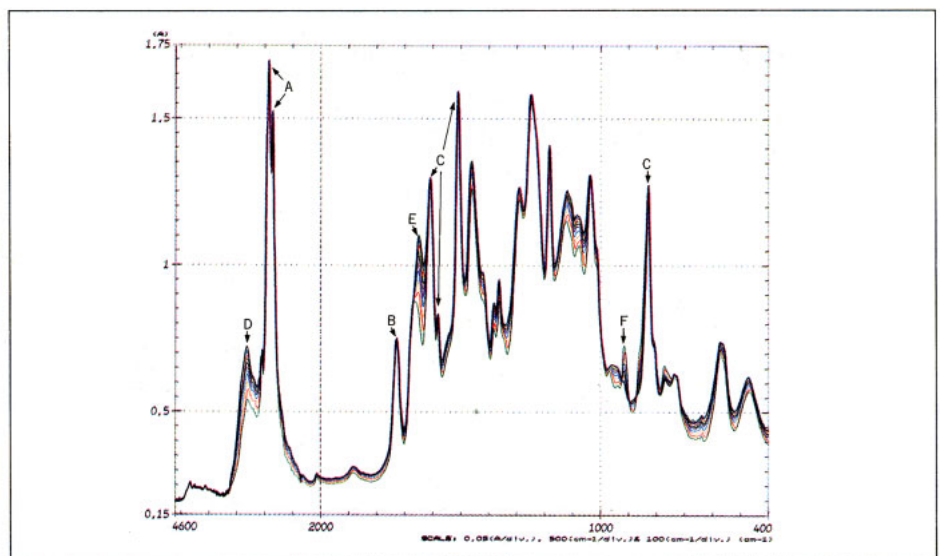


Fig.2 エポキシ系接着剤の赤外スペクトル
IR Spectrum of Epoxy Adhesive

〔A：アルキル基 B：カルボニル基 C：ベンゼン環 D：水酸基〕
〔E：アミノ基 F：エポキシ基〕

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Resolution	: 8 cm ⁻¹
Accumulation	: 1 min
Detector	: Pyroelectric Detector

エポキシ基，水酸基のピーク変化 Time Dependence of Epoxy and Hydroxy Groups

80 での硬化過程を測定した赤外スペクトル (Fig.2)の925 ~ 899cm⁻¹ (エポキシ基)と, 3650 ~ 3140cm⁻¹ (水酸基)の面積積分値の時間変化曲線をFig.3に示します。エポキシ基の減少に伴って, 水酸基が増加していることがわかります。また, それぞれの5分ごとのピークを重ね描きしたチャートを, Fig.4, 5に示します。

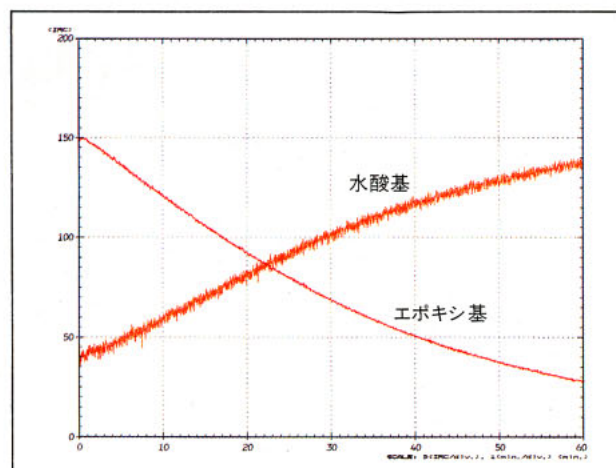


Fig.3 エポキシ基，水酸基の時間変化曲線
Time-Course Plots of Epoxy and Hydroxy Absorbance Maxima Using Peak Area Calculations

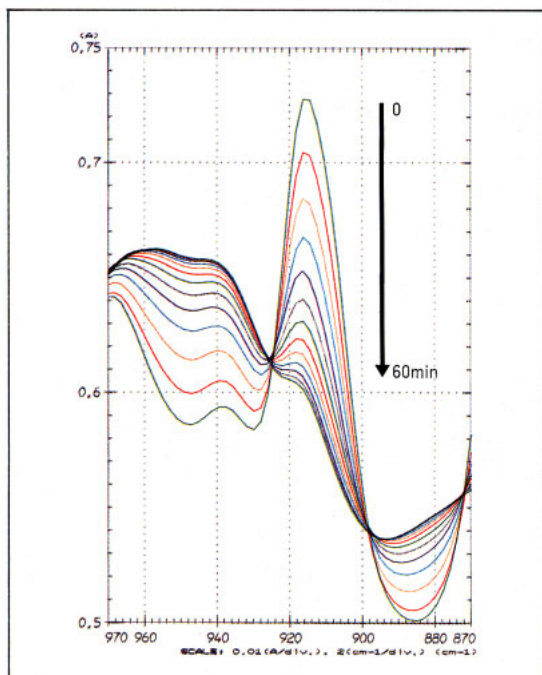


Fig.4 エポキシ基の赤外スペクトル
IR Spectrum of Epoxy Group

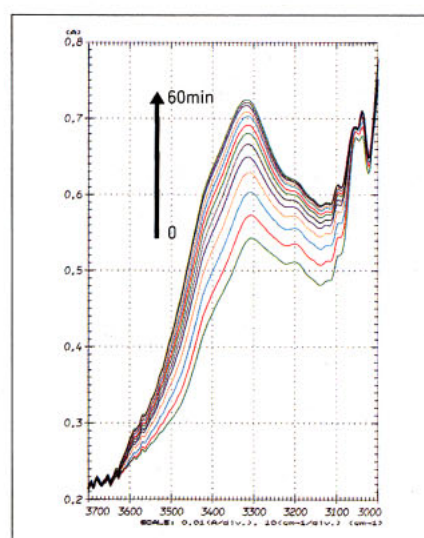


Fig.5 水酸基の赤外スペクトル
IR Spectrum of Hydroxy Group

硬化過程の温度依存性 Temperature Dependence of Hardening Process

高温加熱セルの温度を, 60, 80, 100 と条件を変えて, エポキシ基の時間変化曲線を求めました。結果をFig.6に示します。これより, 60, 80 では, 傾きは異なるものの徐々に硬化が進行しているのに対し, 100 では急激に硬化が進み, 20分ぐらいから硬化が完了するまでは, ゆっくり変化していくことがわかります。

高温加熱セルの温度を, 60, 80, 100 と条件を変えて, エポキシ基の時間変化曲線を求めました。結果をFig.6に示します。これより, 60, 80 では, 傾きは異なるものの徐々に硬化が進行しているのに対し, 100 では急激に硬化が進み, 20分ぐらいから硬化が完了するまでは, ゆっくり変化していくことがわかります。

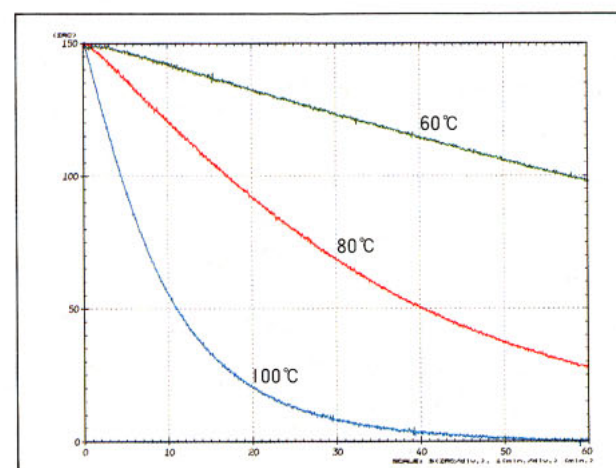


Fig.6 各温度におけるエポキシ基の時間変化曲線
Temperature Dependent Time-Course Plots of Epoxy Group

株式会社 島津製作所

初版発行：1992年5月
A改訂発行：2022年5月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。

<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>

会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただけますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。

新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 1992