

## TG/GCMSによる分析(I) Analysis of Epoxy Resin by TG/GCMS system(I) -エポキシ樹脂-

熱重量測定 (TG) 装置は熱分解による試料の質量変化を定量するための装置です。一方、発生ガスを分析する手段としてGC, IR, MSなどが考えられますが感度定性能力を考慮するとGCMSが最もすぐれています。この2種類の分析機器を組合せたのがTG/GCMS結合装置です。このシステムを用いて、エポキシ樹脂の硬化反応時に発生するガスを測定しました。一般に、エポキシ樹脂の硬化

反応は縮合反応と異なり、質量変化は伴わないはずですが、定速加熱という条件下では、TG曲線にわずかな変化が検出されます。この変化は、どのようなガスの発生によるものかを検討しました。さらに硬化後のエポキシは、比較的低い温度で分解しますが、どのような結合部から分解するかも合わせて検討しました。

エポキシ樹脂はシェル社製のエピコート828を、硬化剤には複素環状ジアミンの市販品 (エポメート) を使用して測定したのが図.1です。45 から175 に発熱ピークが見られます。TGによる測定では、50 から240 にわたって約1%の減量を検出しました。また、D-TG曲線も125 と180 に頂点をもちブロードなピークを示しています。さらに加熱すると240 付近から分解が開始しています。

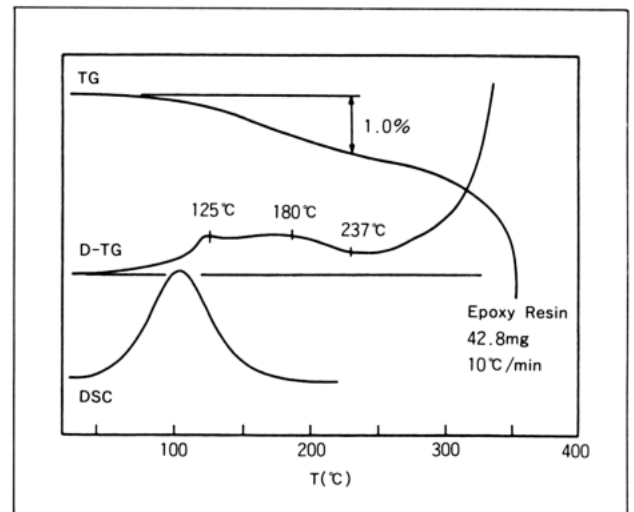


図1 エポキシ樹脂の硬化、分解反応のDSC, TG, D-TG曲線  
DSC, TG and D-TG curves for cured and decomposition reactions of an epoxy resin

図.2にD-TG曲線だけを取り出し180 (1), 300 (2), 330 (3), 350 (4)の温度で発生するガスのマススペクトルを示しました。

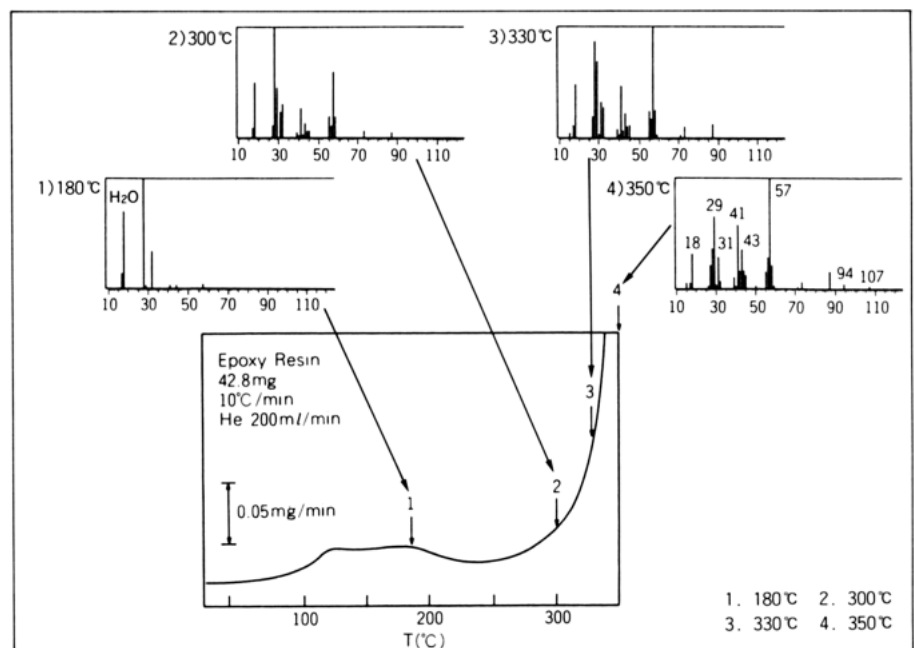


図2 エポキシ樹脂のD-TG曲線

図.3に測定されたマススペクトルに見られたイオン (m/z) のマスクロマトグラムを示しました。m/z18 (H<sub>2</sub>O) のマスクロマトグラムはFig.1のD-TG曲線の二つの頂点をもつブロードなピークと一致しています。

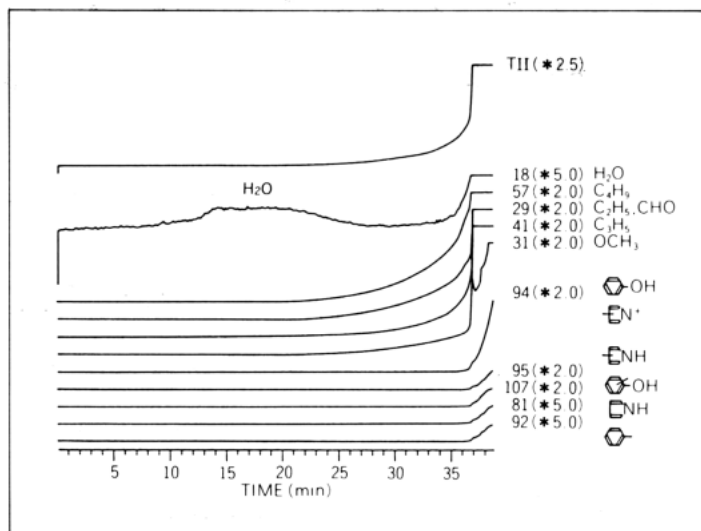


図3 エポキシ樹脂から発生したガスのマスクロマトグラム  
Masschromatograms of evolved gases from an epoxy resin

図.4に発生した全ガス成分をGC/MSによるマスクロマトグラムで測定したものです。ここで検出された化合物について使用したエポキシ樹脂に対応する成分を推定したのが図.5です。

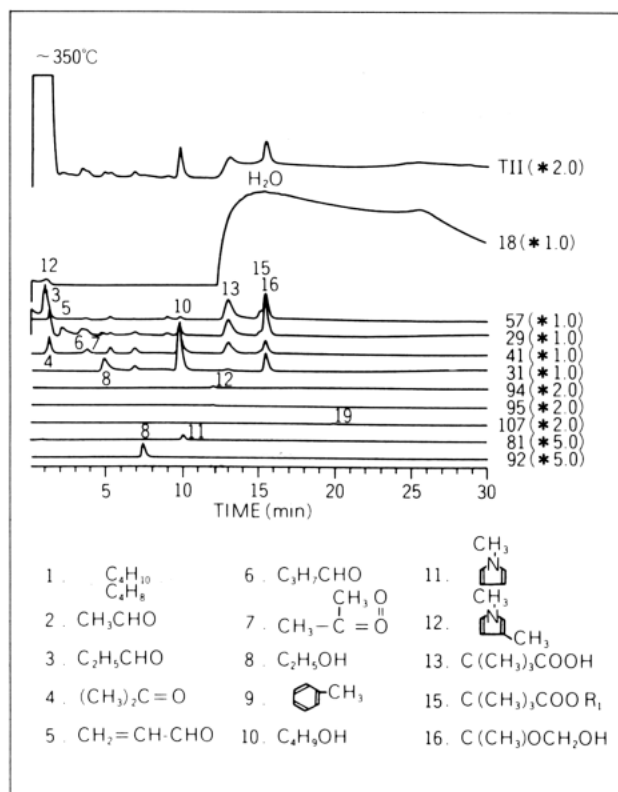


図4 エポキシ樹脂の熱分解GCによるGC/MSクロマトグラム  
Chromatograms of pyrolysis GC products from an epoxy resin

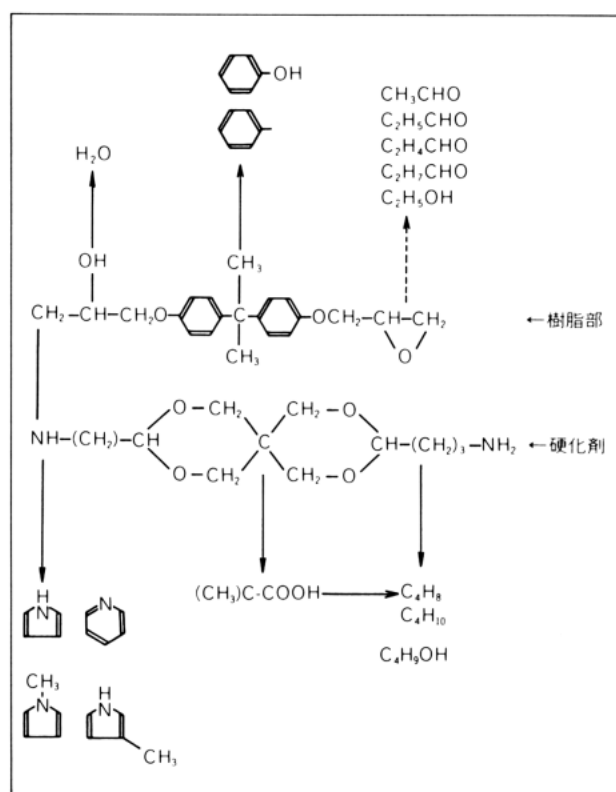


図5 エポキシ樹脂の構造式  
The structural formula of an epoxy resin

■分析条件

- カラ ム : 25% PEG-1000
- カラ ム 温度 : 80°C
- He 流 量 : 40ml/min
- セパレータ温度 : 250°C
- イオン源温度 : 250°C
- イオン化電圧 : 70eV