

~ Application Note for DART ~

樹脂、接着剤の迅速分析

DARTによる高分子ポリマー、樹脂、接着剤などに対する分析は、Heガス温度を450-550 に設定することで熱分解を生じさせることで行なうことができる。この方法は、エポキシ樹脂、ポリイミド樹脂やシアノアクリレートなどに応用することができる。ここでは、未硬化および硬化エポキシ樹脂とシアノアクリレートの例を示す。

DARTによる測定はHeガスをを用いたポジティブモードで行なった。ガスヒーター温度は475 に設定した。樹脂については測定前の数時間オープン内で硬化させた。ただし、いくつかの樹脂試料は月あるいは年の単位で硬化したものをを用いた。得られたスペクトル中に観測されたイオンピークに対する元素組成は精密質量とその同位体比から同定した。また、未知成分の同定を容易にするため、整数表示にしたマススペクトルをNISTライブラリデータベースに転送した。

一般的な2成分系速硬化性エポキシの黒色成分からはビスフェノール A ジグリシジルエーテル(DGEPA)が検出(図1)され、また白色成分からは硬化剤 DMP30 が検出(図2)された。硬化エポキシ樹脂を測定した結果では混合前の2成分それぞれに共通のイオンピークが観測されるほかに、ポリマー化した樹脂に由来する新しいイオンも観測(図3)された。

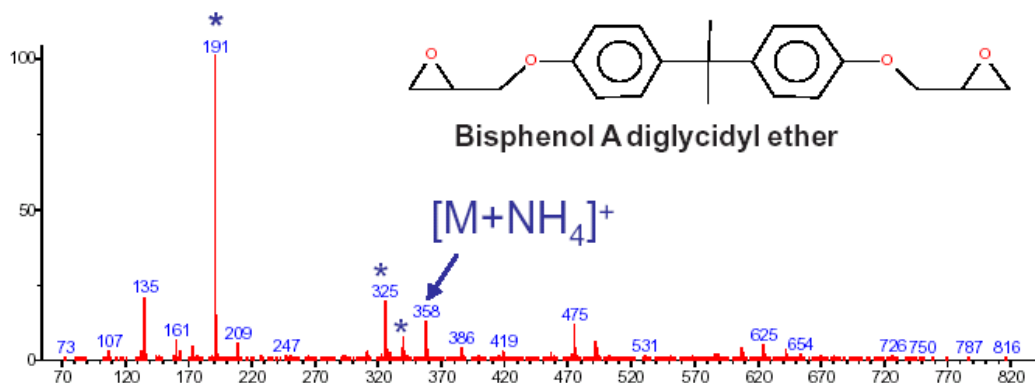


図1 未硬化エポキシ樹脂(黒色成分)

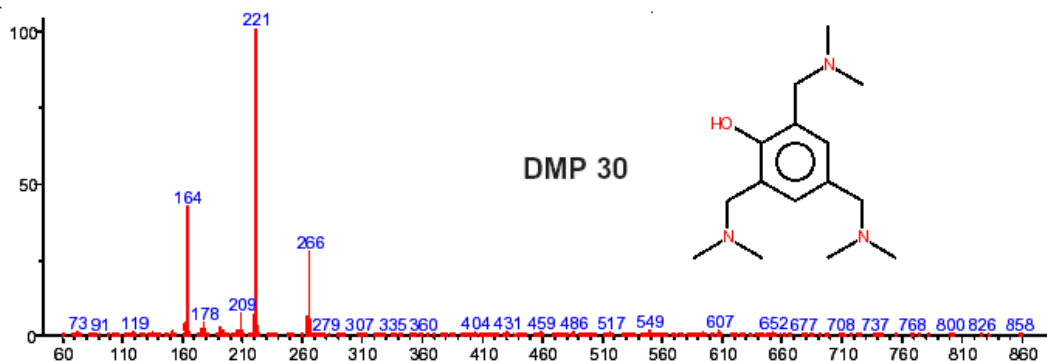


図2 未硬化エポキシ樹脂(白色成分)

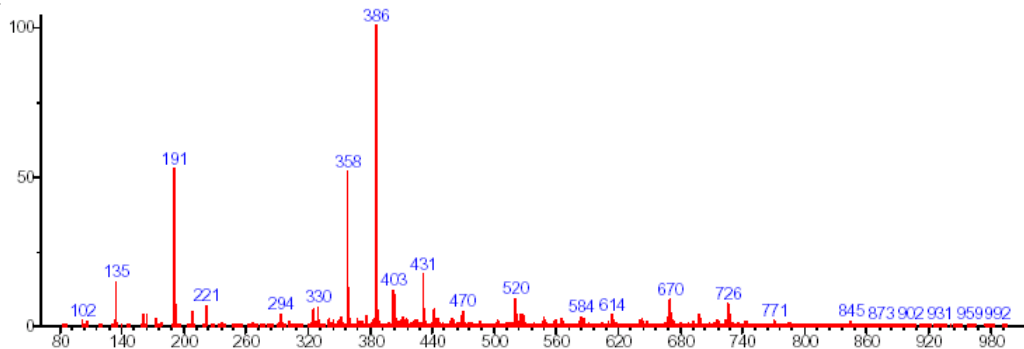


図3 金属表面の硬化エポキシ樹脂

また、別の例として 2 種類の異なるシアノアクリレートの分析を行なった。ふたつの試料ともにエチル シアノアクリレートに由来する $[M+H]^+$ (m/z 126)とそのフラグメントイオンである $C_4H_2NO^+$ (m/z 80)と $C_4H_4NO_2^+$ (m/z 98)が観測された。さらに、製品1ではアリルメタクリレートとエチレンオキシド(EO)ユニットを含んだポリマー成分が観測され、また製品2では一般的な可塑剤であるトリブチルスイトレートとトリブチル アセチルスイトレートが観測された。

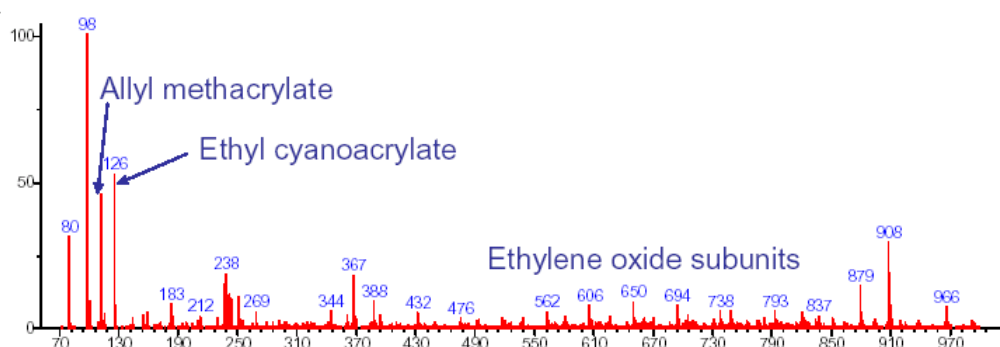


図4 硬化シアノアクリレート接着剤(製品1)

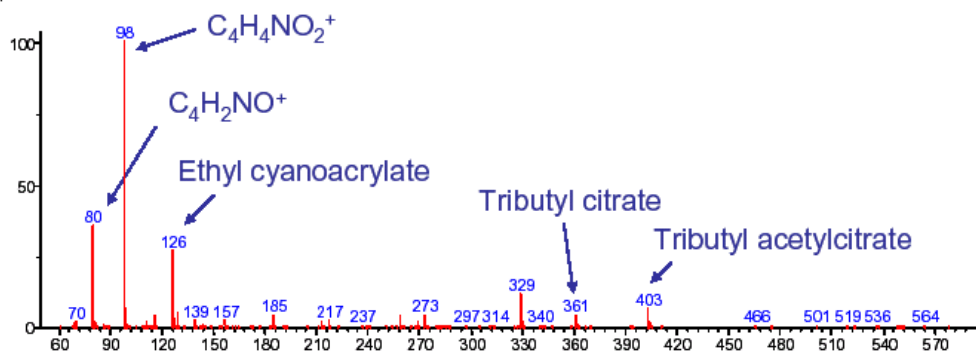


図5 硬化シアノアクリレート接着剤(製品2)

<まとめ>

DART を用いて接着剤や樹脂の分析を行なうことができた。マススペクトルに検出される主要なイオンにより樹脂や接着剤の種類を特定するようなデータが得られ、精密質量測定により確認することが可能であった。