

ゲルタイマーとラマン分光光度計を用いた 接着剤硬化モニタリング

電気製品や接着剤、塗料など幅広い分野で用いられるエポキシ樹脂は、硬化剤の配合条件によって硬化後の特性や硬化挙動が変化する特徴を持つ。そのため、硬化時間が数10分のものから数日かかるものまで、幅広い用途に応じた製品が開発されている。

今回、ゲルタイマーとラマン分光光度計を同時に用いてエポキシ樹脂接着剤の硬化過程のモニタリングを試みた。ゲルタイマーでは粘度変化を、ラマン分光光度計では構造の変化を観測した。

粘度変化はガラス棒で試料を攪拌した際のトルクの変化により測定できる。日本分光製パームトップラマン分光光度計は超小型であり焦点調整機能が付いているため、狭い隙間に設置し、ガラス瓶越しにラマンスペクトルを取得できる。

【測定概要】

試料	: 常温硬化型 二液性エポキシ樹脂接着剤 主剤 : エポキシ樹脂 硬化剤 : ポリチオール
試料量	: 5 g
測定容器	: 5 mL褐色ビン
測定温度	: 室温 (23°C)
測定時間	: 1800 s (30分)

【装置情報】

＜ゲルタイマー＞	
装置	: GT-300 PRODIG (特注システム)
スピンドル	: ガラス棒、ガラス棒用アダプター (特注)
制御	: RheoTex v2.55 (PCソフトウェア)

＜ラマン分光光度計＞

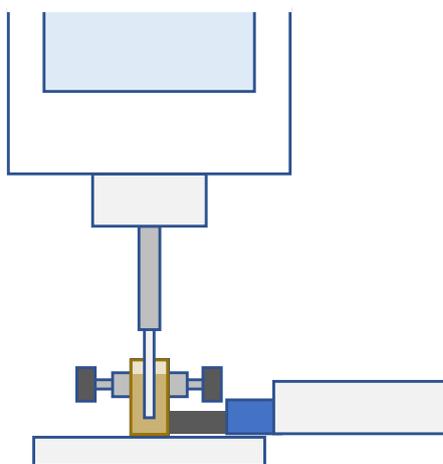
装置	: PR-1w パームトップラマン分光光度計 (日本分光製)
制御	: スペクトルマネージャー Ver. 2.5 (PCソフトウェア)
プログラム	: PR-ITS-1W インターバル測定プログラム

【測定】

混和用の容器に主剤3.5 gと硬化剤3.5 gを順に計量し、へらで約1分混和した後、5 mL褐色ビンに5 g量り取り測定に用いた。ゲルタイマーとパームトップラマン分光光度計それぞれの測定開始ボタンをおおよそ同時に押して測定を行った。



GT-300 PRODIG
ゲルタイマー
(特注システム)



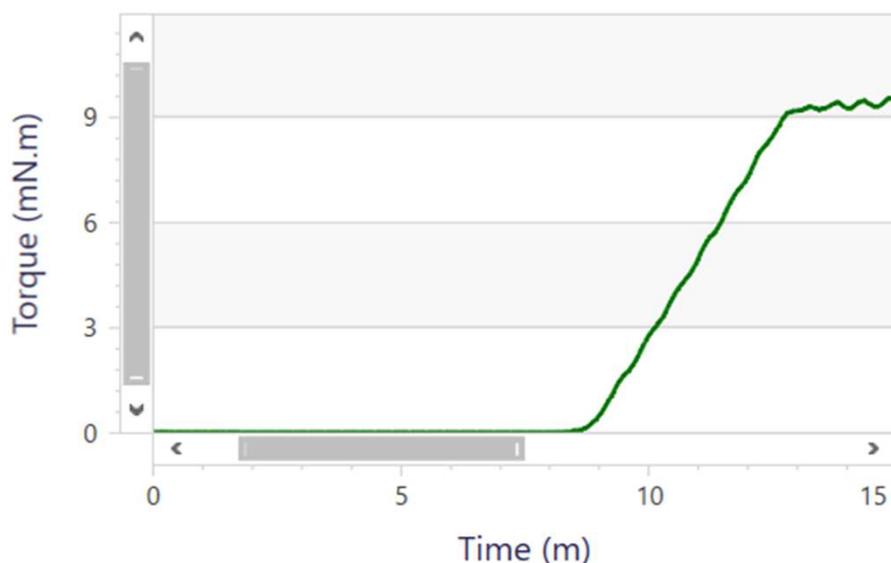
測定の模式図



PR-1w
パームトップラマン
分光光度計

【結果】

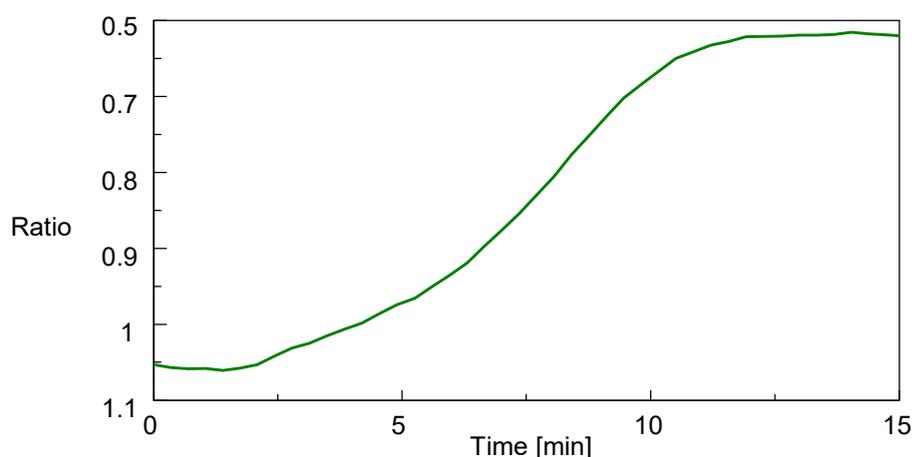
硬化前後において、化学的特性(スペクトル変化)と物理的特性(トルク変化)を同時に確認できた。取得したラマンスペクトルに対し、反応前後で増減しないベンゼン環のピークに対するエポキシ基のピーク高さ比(1255/1609 cm^{-1})を算出した(図2)。ピーク高さ比は約2分経過時から12分経過時にかけて減少し、トルク値は約8分半経過時から急激に上昇した。



測定モード：粘度測定
回転速度：2 rpm

※安全のため、ガラス棒に一定以上のトルクがかかると空回りするアダプターを使用しました。約9 mN・m以上の測定値は実試料の状態とは異なります。

図1 測定トルクの経時変化(ゲルタイマー)



励起波長：785 nm
露光時間：4 s
積算回数：4回
測定間隔：18 s
測定点数：100点(30分間測定)

※スムージング処理済

図2 ベンゼン環(1609 cm^{-1})のピークに対するエポキシ基(1255 cm^{-1})のピーク高さ比(ラマン分光光度計)

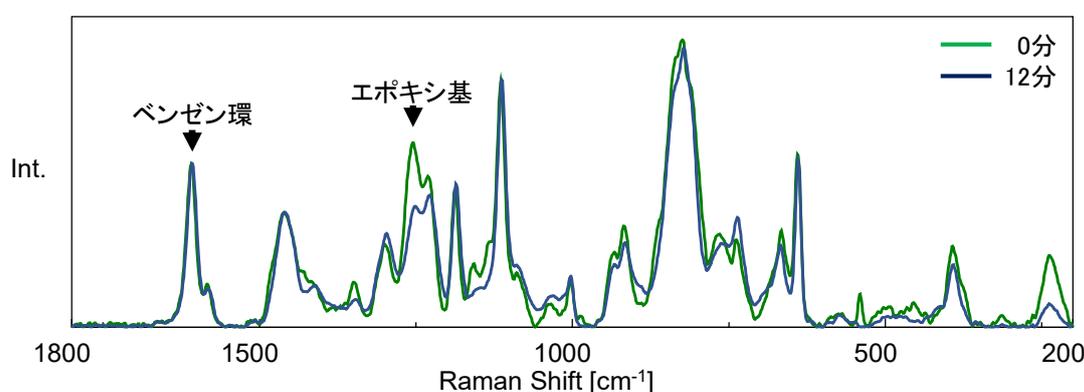


図3 0分と12分時点のラマンスペクトル(ラマン分光光度計)

Keywords: ゲルタイマー, GT-300 PRODIG, RheoTex, パームトップラマン分光光度計, PR-1w, 接着剤, 常温硬化型, 二液性エポキシ樹脂接着剤, 速硬化, モニタリング, 時間変化, 経時変化, インターバル測定, 少量測定