

Py-GC/MS によるエポキシ樹脂の成分分析および架橋反応機構の考察
Analysis with Py-GC/MS of several ingredients that epoxy resin consists of
and consideration of crosslinking reaction mechanism

清野 智志

キーワード：エポキシ基、結合歪み、三員環、立体障害、架橋、反応機構、熱分解、GC/MS

1. はじめに

製品および各種部品には、多種多様の有機素材が使用されている。
中でもエポキシ樹脂は、耐熱性、耐薬品性、接着性など優れた特性を持ち、プリント基板、接着剤、塗料、封止材、繊維補強材（FRP、プリプレグ）など、多くの用途に採用されている。本技術レポートでは、弊社保有の Py-GC/MS により、手持ちのプリント基板を成分分析しそれぞれの成分の役割と架橋におけるその反応機構を考察した。

2. 分析

2. 1. 分析フロー

- ①280℃設定熱分解装置（写真1.）にて、低分子量物質の脱着
- ②①で得た物質を GC/MS（写真2.）へ導入しスペクトルデータを取得
- ③590℃設定熱分解装置にて、高分子量物質の熱分解
- ④③で得た物質を GC/MS へ導入しスペクトルデータを取得
- ⑤有機構造解析

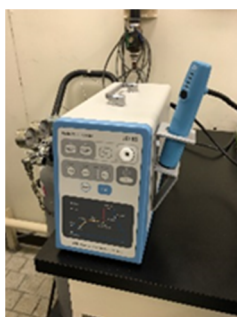


写真1. キュリーポイントパイロライザー（熱分解装置）



写真2. GC/MS

補足説明：キュリーポイントパイロライザー

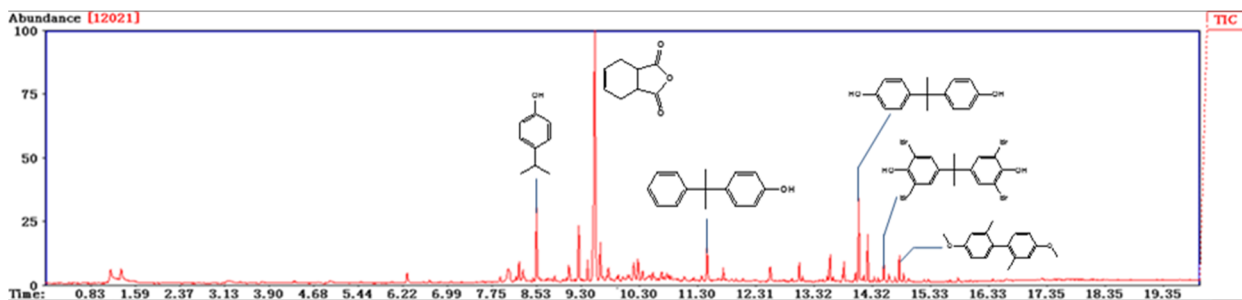
強磁性体は誘導加熱されると、急速に発熱して磁性転移点（キュリーポイント）で磁性を失い、一定温度になる。このキュリーポイントは金属の組成で一義的に決まっています。

この強い磁性体を熱源とし、試料をこの金属（パイロホイル）に密着させて熱分解する装置である。

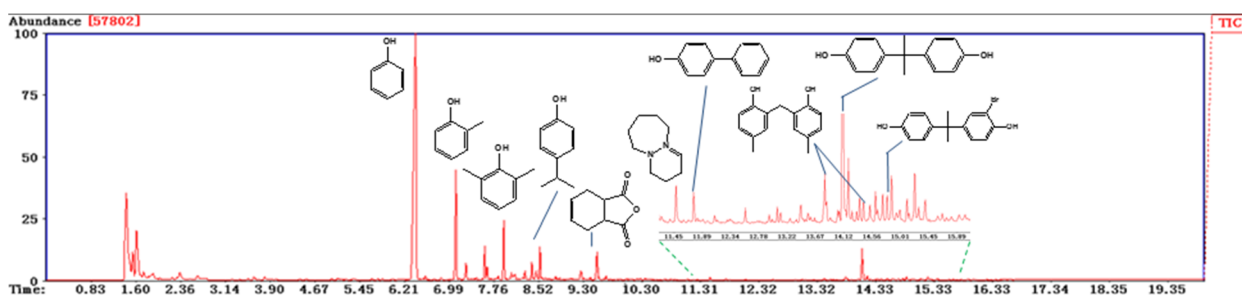
パイロホイル（金属の組成）をかえることにより、160℃～1040℃（全21種類）の温度で熱分解が可能である。

2. 2. 結果

熱脱着 (280°C) GC/MS スペクトルデータ 1

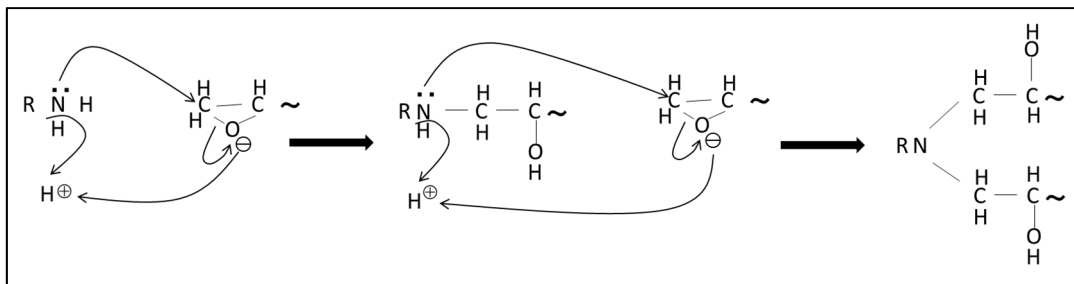


熱分解 (590°C) GC/MS スペクトルデータ 2

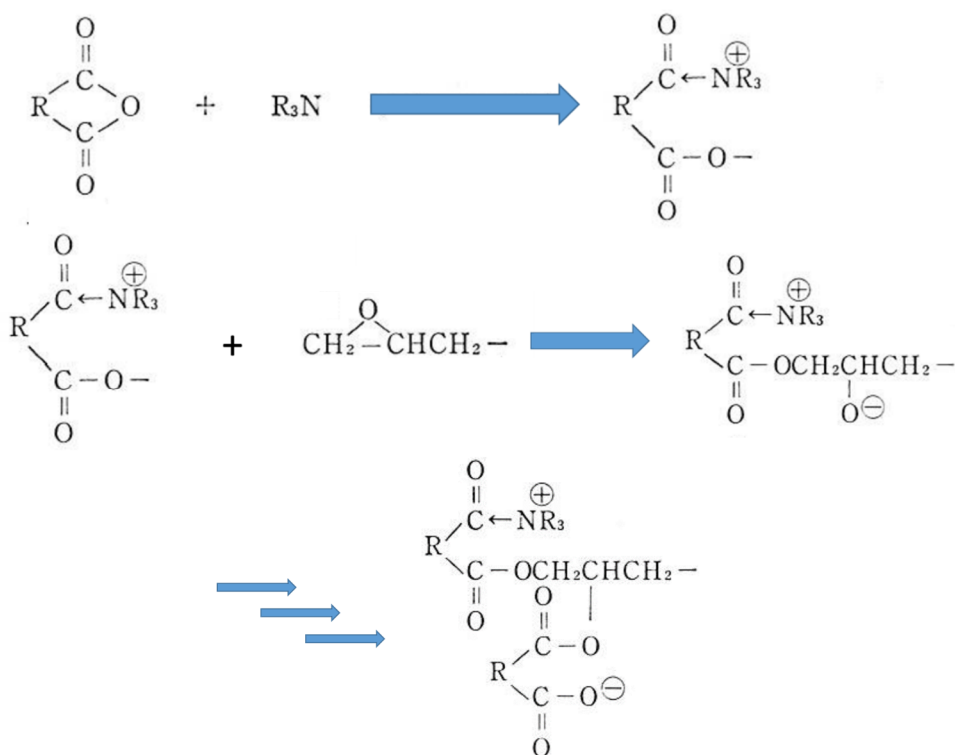


2. 3. スペクトルデータ 1, 2 による各成分の推定分子構造および各特性

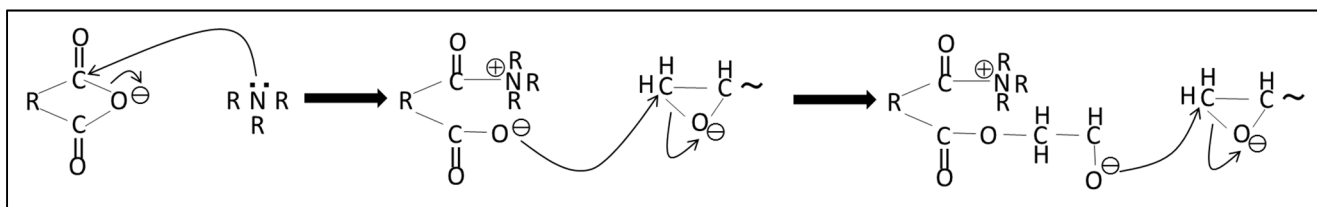
	種類	推定構造	配合物および硬化物の特徴と主な用途
主剤	臭素化 ビスフェ ノールA型		<ul style="list-style-type: none"> ・難燃性に優れる ・半導体封止材、積層板
	クレゾール ノボラック 型		<ul style="list-style-type: none"> ・耐熱性、耐薬品性、耐水性に優れる ・半導体封止材、耐熱積層板、粉体塗料
	ビフェニル 型		<ul style="list-style-type: none"> ・低熔融粘度、低吸湿性 ・半導体封止材
硬化剤	酸無水物	 テトラヒドロ無水フタル酸 (THPA)	<ul style="list-style-type: none"> ・電気特性に優れる
硬化促進剤	2級アミン	 1,8-ジアザビシクロ (5,4,0) -ウンデセン-7 (DBU)	<ul style="list-style-type: none"> ・酸無水物系硬化剤の硬化を促進させる



アミン求核反応機構



無水カルボン酸とアミン併用時の反応例



アミンによる無水カルボン酸への求核反応機構

3. おわりに

分析により得られた成分の特性と役割、そして各素反応の反応機構を理解することで、手にする材料の見方が変わる。

また、その過程で行う考察と理解の思考錯誤の繰り返しによる訓練が、違う材料の分析においても各成分の挙動の追求と原理把握に大いに役立つと考える。

材料の開発とその分析は、互いに逆のプロセスを辿ることとなるが、この可逆的プロセス思考が、起こっている現象とその原理を多面的に捉え、広い視野、そしてマトリックスな思考と発想へと誘うのである。

以上