'85－S 422

(421) 電界脱離型質量分析法による塗料用エポキシ樹脂の焼付け時の分子構造変化の検討

新日本製鐵(株)　分析研究センター　○小池俊夫，藤岡裕二，松尾輝夫

1. 緒言

鋼板表面処理用樹脂の焼付け時の分子構造変化を把握することは塗装鋼板の密着性や加工性との関連から非常に重要であるが，樹脂自体が重合度や分子結合に幅があるため，赤外分光分析等を主体とした従来の手法では必ずしも十分な把握は成されていない。そこで演者らは有機物の分子構造解析法の1つとして近年開発され利用されだした，分子をそのままイオン化し試料を構成する大部分の成分の分子量を測定できる電界脱離型質量分析（ＦＤ－ＭＳ）法に着目し，その適用性を検討した。試料には実用に供されているビスフェノールＡ型エポキシ樹脂を使用した。

2. 試料

エポキシ樹脂をステンレス板上に約２μｍ厚で塗布し，１００℃（溶剤揮散を目的），２７０℃（標準焼付け温度）および２８５℃（オーバーベーキング温度）の３水準の加熱処理を行った。又，熱安定剤をエポキシ樹脂に２ｗｔ％ 添加したものについても同様の加熱処理を行った。

3. ＦＤ－ＭＳの測定結果

3.1 本エポキシ樹脂の分子構造

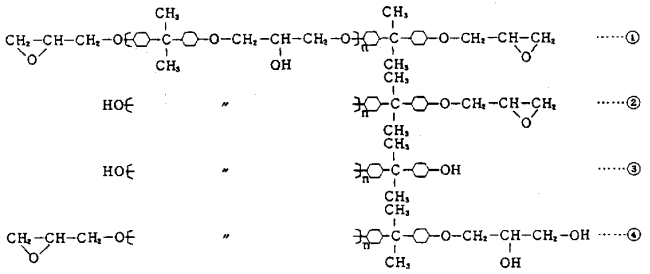
一般的なエポキシ樹脂エピコート１００１は下の①の分子式で示されるが，本エポキシ樹脂は図１から②の分子構造を持ち，重合数ｎは０～４と推定される。

3.2 本エポキシ樹脂の加熱に伴う分子構造変化

図２から，加熱温度の上昇に伴い，重合数の大きい成分が増加し，オーバーベーキングになると新たに分子構造③および④の成分の生成が顕著になる。

3.3 加熱に伴う構造変化に及ぼす熱安定剤の影響

熱安定剤は加熱に伴い急激に減少し，樹脂の加熱変化も無添加の場合と同一傾向を示すが，変化の度合いは小さく，熱変化の抑制効果が認められる。（図省略）



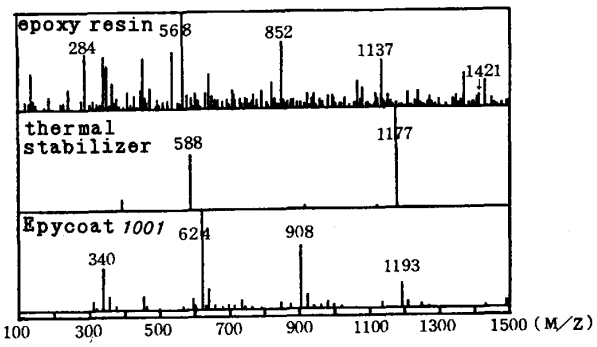


Fig. 1. Mass spectra of epoxy resin, thermal stabilizer and Epycoat 1001.

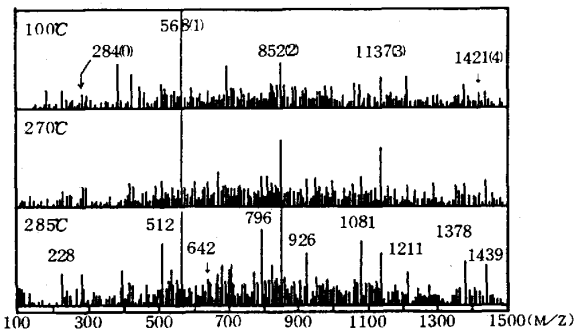


Fig. 2. Mass spectra of epoxy resins baked at various temperatures.

4. 結言

ＦＤ－ＭＳ法は樹脂の分子構造および焼付け時の構造変化の解析法として非常に有効であることを確認できた。今後，混合樹脂系に対しても他分析手法と組合せ，活用をはかるつもりである。