

ケミルミネッセンスによる接着剤の硬化挙動の測定

August, 1994

エポキシ樹脂系接着剤（2液混合タイプ）は重合反応が起こり経時的・熱硬化的に硬化・接着すると言われている。重合反応時には各種ラジカル生成が推測され、微弱な発光を呈すると推測されたことからケミルミネッセンス（CL）による接着剤の硬化挙動のモニターを試みた。

試料にはエポキシ樹脂系2液混合タイプ接着剤 ①ボンド超速エポキシ 1分硬化タイプ、②ボンドクイック 5分硬化タイプを用いた。実際の接着剤の状態での測定を行うため、2枚のカバーガラスでサンプルを挟み、サンドイッチ状態にし、硬化過程での発光をガラスを通して検出した。

主剤 20mg + 硬化剤 20mg をカバーガラス（18mm×18mm）の上に秤量し、混合し上からカバーガラスで押さえ、すばやくカバーガラス一面に広がる様セットした後、測定を行った。測定温度は室温（25℃）、及び50℃で(A)発光量の経時変化、および(B)発光量がピークに達した後のスペクトル測定（2回連続）を行った。

使用機器：CLD-100FC（現CLA-FS4）、CLS-ST3

(A) 発光量の経時変化

<1> 室温測定（Fig. 1）

両試料共、混合後しばらく置いてから発光ピークが現れた。1分硬化タイプはカタログによると1分で硬化し始め5分でほぼ硬化と記載されているが、その条件と一致して5分で発光のピークが現れた。

<2> 50℃測定（Fig. 2）

両試料共、温度を上げると発光ピークの現れる時間が早まった。温度上昇により硬化が促進された為と思われる。

(B) スペクトル測定（常温）（Fig. 3, 4）

25℃測定で発光量がピークに達した後、スペクトルを測定した。どちらも400-500nm領域に発光ピークが見られ、励起カルボニル由来の発光と推測された。発光スペクトルから発光種の推測や構造の変化を追跡できる可能性が示唆された。

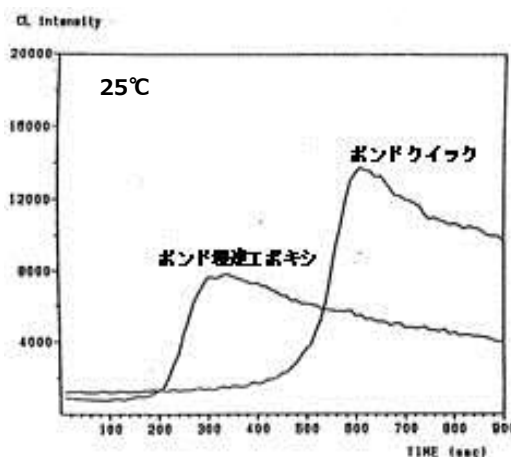


Fig. 1 25℃での発光経時変化

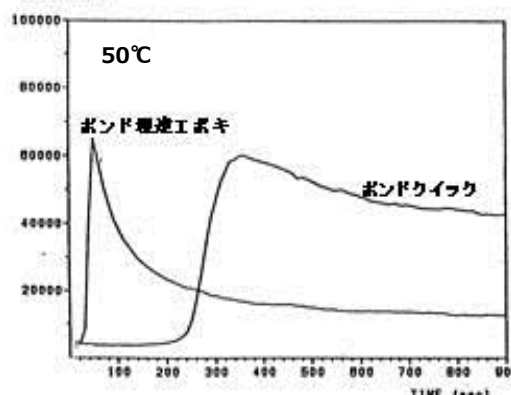


Fig. 2 50℃での発光経時変化

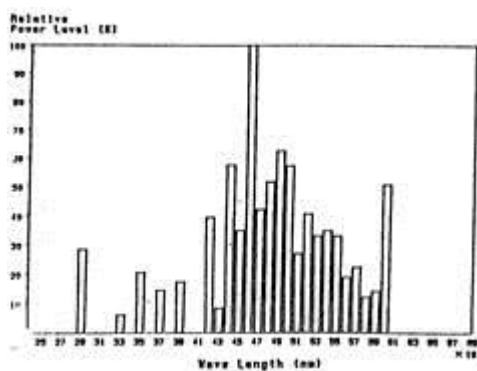


Fig. 3 ボンド超速エポキシの発光スペクトル

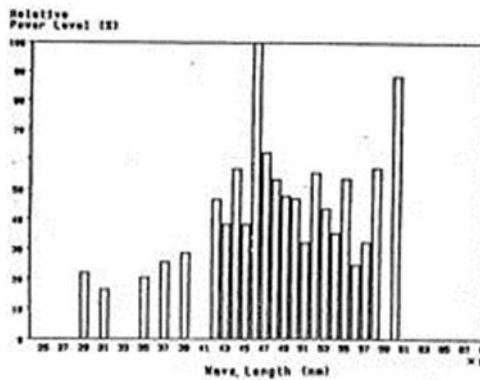


Fig. 4 ボンドクイックの発光スペクトル

ケミルミネッセンスアナライザーへのお問い合わせは

東京支店：044-411-1263
 京都支店：075-353-4366
 利府事業所：022-356-6111

TECHOKU 東北電子産業株式会社

本社：仙台市太白区向山 2-14-1 TEL022-266-1611
 web <http://www.tei-c.com> mail sales@tei-c.com