

环氧系粘结剂的 DSC 测量

技术部 中村敏彦

1. 前言

环氧系粘结剂作为金属、玻璃、陶瓷、塑料等各种材料的粘结和填充剂被广泛使用。该粘结剂属于热固化型粘结剂，主要由环氧树脂和固化剂组成。固化时，环氧基发生聚合反应，然后交联进而固化。

通过用 DSC 进行环氧系粘结剂测量，可以弄清楚固化前及固化后的玻璃化转变温度及固化反应中的温度、反应热。

本节将介绍市售的二液混合型环氧系粘结剂的测量实例。

2. 测量

试样采用市售的二液混合型环氧系粘结剂，有“5分型”和“30分型”两种。两种粘结剂都含有主剂和固化剂两类液体，在 20°C 温度下，“5分型”粘结剂在混合 5 分钟后开始固化，“30分型”粘结剂在混合 30 分钟后开始固化。

测量仪器采用精工的台式 SSC5200H 热分析仪以及与之连接的 DSC220 高灵敏度差示扫描量热仪。

测量条件：试样用量为 10mg，试样容器选用铝质开放式容器，升温速率为 10°C/min，气体介质为氮气。

4

3. 测量结果

图 1 为 5 分型粘结剂的 DSC 测量结果。①是仅对主剂的测量结果，在 -17.5°C（外推玻璃化转变开始温度）时观察到了玻璃化转变。②是仅对固化剂的测量结果，则在 -43.4°C 时观察到了玻璃化转变。两种测量结果中都没有出现固化反应的放热峰，由此可知主剂和固化剂在单独状态下不会发生固化反应。

③是将主剂和固化剂混合并在室温下放置 5 分钟的测量结果。在 -23.8°C 时观察到了玻璃化转变，且 42°C 附近和 113°C 附近都出现了各自的固化反应放热峰。由此可知室温附近开始放热，且室温状态下固化反应仍在进行。

④是进行③的测量后在相同条件下再次升温的结果（二次运行）。结果，没有出现固化反应放热峰，但在 18.5°C 和 105.5°C 分别观察到了固化了的环氧树脂的玻璃化转变。从两处出现玻璃化转变可知，该环氧树脂由两种以上成分组成。

图 2 是对 5 分型粘结剂，将主剂和固化剂混合后改变室温下固化时间的测量结果。由测量结果可知，随着室温固化时间变长，玻璃化转变向高温侧偏移，同时固化反应放热峰的形状和温度随固化时间一起变化。这是因为室温下放置时间越长，固化反应越是在不断进行，从而聚合程度不同的缘故。此外，放置了 1 天的试样可以观察到固化反应放热峰，但没有完全固化。

图 3 为图 2 测试结果中的固化时间和玻璃化转变温度的关系曲线。由图 3 的结果可知，固化度越高，检测到的玻璃化转变温度越趋于向高温侧偏移。正如测试结果所示，根据固化

后的玻璃化转变温度可以对固化时间的合理性进行评价。

图 4 是对 30 分型粘结剂，将主剂和固化剂混合后改变室温下固化时间的测量结果。和图 2 的 5 分型粘结剂的测量结果相同，通过改变固化时间可以观察到玻璃化转变温度和固化反应的放热峰的不同。且可知与 5 分型粘结剂相比，30 分型粘结剂的室温固化需要更长的时间。

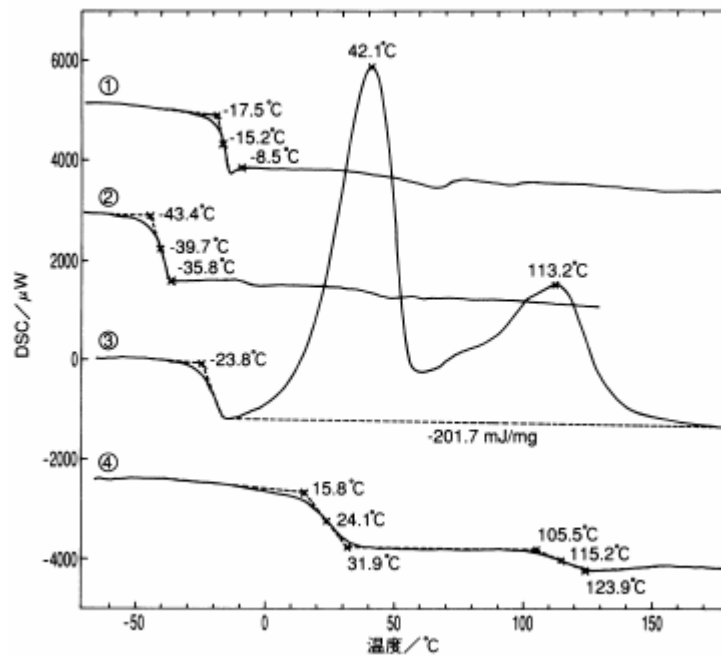


图 1 5 分型粘结剂的 DSC 测量结果 (1)

- ① 仅主剂
- ② 仅固化剂
- ③ 主剂和固化剂混合后放置 5 分钟
- ④ ③的第二次运行

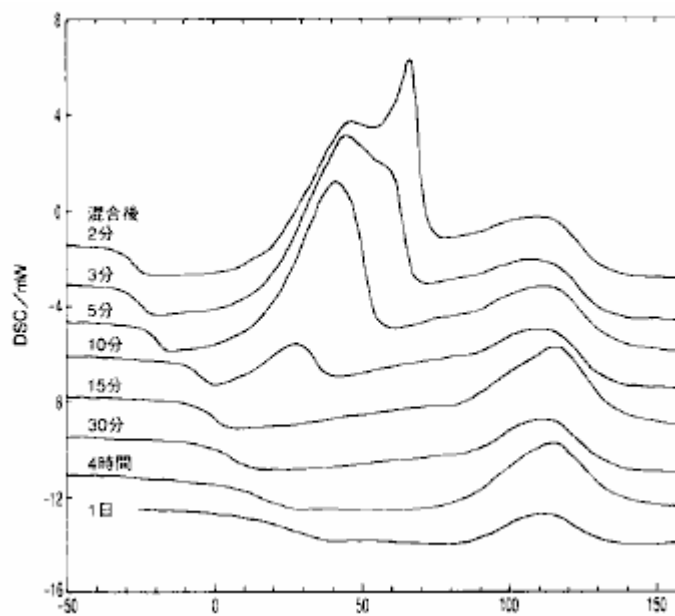


图 2 5 分型粘结剂的 DSC 测量结果 (2)

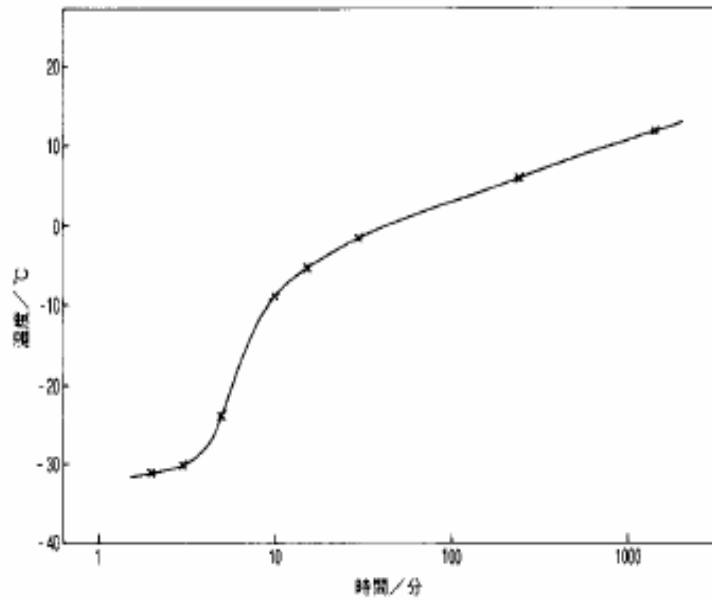


图3 5分型粘结剂的固化时间和玻璃化转变温度的关系

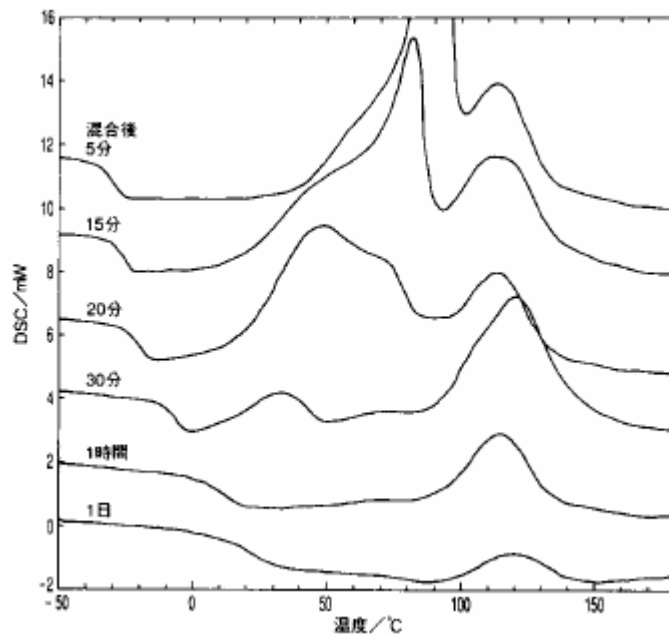


图4 30分型粘结剂的DSC测量结果

4. 结束语

本节介绍了用DSC测量环氧系粘结剂的实例。通过DSC测量可以实现对固化过程的分析 and 固化物的评价。这种方法可以应用于其他热固化型粘结剂和涂料等物质上。