

産業応用分野;自動車部品、研究対象;接着剤、中性子手法;小角散乱  
 利用BL; BL15大強度型中性子小中角散乱装置 (TAIKAN);Small and Wide Angle neutron Scattering Instrument  
 Used Beam Time; 1.0日 / Allocated Beam Time 1.0日 / Requested Beam Time; 2.0 日  
 課題番号;2012B0257

課題名	エポキシ樹脂の架橋構造解析 Cross-linked structure analysis of the epoxy resin	
実験代表者;岡本 泰志	所属;株式会社デンソー	

**背景;**近年の自動車では、燃費向上のための軽量化等の目的で樹脂材料の割合が増加している。これに伴い接合方法も従来の金属接合から接着が多用されるようになってきた。自動車用途では高度な信頼性が要求され、樹脂材料および接着接合でもばらつきを低減して強度を向上し、かつ長寿命化を達成する必要がある。

接着剤として使用されるエポキシ樹脂は主剤と硬化剤からなり、主剤や硬化剤の分子構造に加えて硬化条件により強度や物性が変化する。これは材料組成や硬化条件で架橋点間距離や架橋密度が変わるためといわれているが詳細は不明である。エポキシ樹脂の構造解析により、強度および物性との相関を明らかにすることは、接着接合および樹脂材料の信頼性向上のために不可欠である。

**中性子実験の必要性;**これまでの小角/広角X線散乱では架橋点間距離に相当するピークは確認できておらず、広角および小角散乱X線散乱のみでは、必要な構造情報は抽出されていない。これらSPring-8の結果に中性子散乱結果を加えて解析することにより、より明確な構造モデルが得られることが期待される。

**試料;**図1に示したn=0,2,4,9の4種の分子量の異なるビスA型エポキシ主剤(H体)と重水素化ジアミン硬化剤とで得られた硬化物(120°C 1h+180°C5h硬化、20×20×1mmに成形)

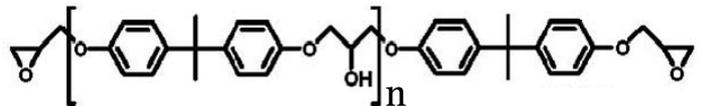


図1. ビスA型エポキシ主剤

**実験;** 試料は試料セルにセットした後、セル内を重水素化トルエン(d-Toluene)で満たした。サンプル4種およびd-Tolueneの散乱を測定し、試料のd-Toluene 溶液の散乱からd-Tolueneの散乱を差し引いて解析を試みた。

**実験結果;** 測定結果を図2に示す。図2a)は溶媒を含むサンプルの散乱、b)は溶媒の散乱を除いたサンプルの散乱を示す。図2a)に示した小角散乱プロファイルの $q > 0.1 \text{ nm}^{-1}$ 以上の急激な立ち上がりは装置バックグラウンドである。エポキシ成分を溶解した試料の小角散乱プロファイルは全Q領域でトルエン(d-Toluene)よりも高い散乱になっており、主剤の分子量の差による差異は観測されなかった。また、エポキシを溶解した試料の散乱から溶媒の散乱を差し引いた図2b)に示したプロファイルにおいても主剤の分子量の違いによらず、全Q領域でフラットなパターンを示した。図2a)におけるd-Tolueneからの散乱と他の試料の散乱結果の差は、主剤の軽水素からの非干渉性散乱によると考えられる。

本実験では主剤の分子量を変えても中性子小角散乱結果に差異が観測されなかった。今後は、重水素化した主剤やD/H比等の異なる溶媒による実験が必要である。

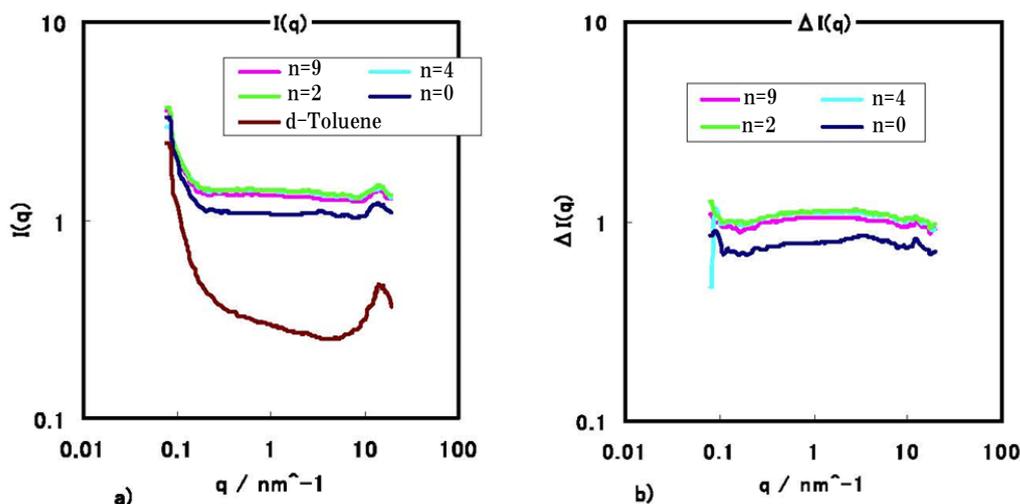


図2. エポキシ硬化物の散乱パターン  
 a) サンプル(含溶媒)、b) サンプル-溶媒