

スルホニウム塩を用いたエポキシドのカチオン重合の制御方法に関する検討

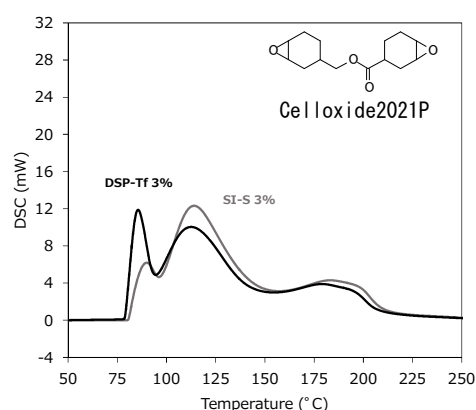
三新化学工業株式会社 ○岡本智美, 中所亮輔, 寺田直樹, 立島達夫, 高下勝滋
滋賀医科大学 分子工学研究所 遠藤 剛

【緒言】

スルホニウム塩によるエポキシドのカチオン重合は、高い硬化性を持ち、その硬化物の物性が優れていることから、電子材料分野での接着や封止・コーティングなどで利用が進んでいる。その中で、生産における効率化への要求も顕著となり、用途によっては基材の耐熱性の観点から低温・迅速硬化の要求が多く、使用される樹脂も反応性の高い脂環式エポキシ樹脂に移行しつつある。その要求に応える一方で、保存安定性が悪くなる傾向がみられ、大きな課題となっている。これまで安定剤として4-ヒドロキシフェニル(ジメチル)スルホニウム＝メチルスルフェート(SI-S)を添加することで、エポキシ樹脂との一液化中において安定性が確保できることを報告してきた¹⁾⁻³⁾。しかし、溶剤や樹脂への溶解性が乏しく、その使用が限定されていた。今回SI-S骨格、特にアニオン部位を見直し、溶解性を改善した4-ヒドロキシフェニル(ジメチル)スルホニウム＝トリフルオロメタン sulfonate (DSP-Tf)を新たに開発し、スルホニウム塩(サンエイドSI-B3A)によるエポキシドのカチオン硬化系での反応性および保存安定性の評価を行った。

【方法・結果】

スルホニウム塩によるカチオン硬化性評価において、反応性の高い脂環式エポキシ(Celloxide2021P: ダイセル株式会社)を用い、新たに開発したDSP-Tfによる影響について従来の安定剤であるSI-Sとの比較評価を行った。スルホニウム塩としてサンエイドSI-B3Aを用いて比較評価を行ったところ、最大ピークトップ温度が低温化し、100°Cでのエポキシ転化率も向上することがわかった(Figure 1)。また一液化保存安定性においても、保管温度5°Cおよび25°Cの環境下での評価を行ったところ、DSP-Tf添加により保存安定性が向上していることが確認できた。当日は保存安定性評価を含め、溶媒や樹脂への溶解性があるサンエイドSI-B3A及びDSP-Tfを用いて添加方法の変更による影響も評価結果についても報告する。



安定剤の種類		SI-S	DSP-Tf
発熱開始温度(°C)		80.2	79.0
最大ピーク	トップ温度(°C)	114.0	85.6
	強度(mW)	12.3	11.7
発熱量(mJ/mg)		751.66	767.40
100°C転化率		66.1	73.7

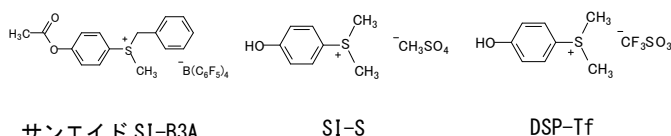


Figure 1. DSC 測定結果および転化率
配合: Celloxide2021P / SI-B3A / 安定剤 / 溶媒
= 100 / 0.1 / 0.003 / 0.1

【参考文献】

- 1) 板本吉弘, 河岡良明, 高下勝滋, 遠藤剛 ネットワークポリマー講演討論会 講演要旨集, 77 (2016)
- 2) 河岡良明, 高下勝滋, 遠藤剛 ネットワークポリマー講演討論会 講演要旨集, 85 (2017)
- 3) Y. Kawaoka, K. Kouge, A. Sudo, T. Endo, *J. Polym. Sci. Part A: Polym. Chem.* 2018, 56, 2096.