

# Application News

## No. A457

分光光度分析  
Spectrophotometric Analysis

### 通过快速扫描对紫外线固化树脂进行聚合反应追踪

High-Speed Monitoring of Curing Reaction in UV-Irradiated Resin by Rapid Scan

混合、加热和光照射可以使高分子材料的分子结构发生变化。这种变化可能在几秒内就结束，也可能缓慢地进行几小时。使用傅里叶变换红外光谱仪（FTIR）进行快速扫描，可以有效追踪高分子的化学反应及其变化。本文为您介绍使用岛津 FTIR “IRTracer-100” 的快速扫描功能，对紫外线固化树脂反应进行测定的方法。

#### ■ 紫外线固化反应和快速扫描

Curing Reaction of UV-Irradiated Resin and Rapid Scan

丙烯酸酯等紫外线固化树脂在照射紫外线后，通过自由基聚合，会在较短时间内固化。即使受到室内荧光灯的照射，树脂也会缓慢发生固化反应，如果采用市售的紫外线照射器对其照射强烈的紫外线，该固化反应则会在几秒内完成。为了追踪这种在较短时间内完成的反应，需要使用具备快速扫描功能的 FTIR。快速扫描可在 1 秒内获得 20 次红外光谱，因此对几秒内发生的固化反应过程可进行高灵敏度测定。

具备快速扫描功能的岛津 FTIR “IRTracer-100” 的外观照片如图 1 所示。



图 1 岛津红外光谱仪 IRTracer-100  
Shimadzu IRTracer-100 FTIR Spectrophotometer

#### ■ 测定

Measurement

将市售的丙烯酸酯等紫外线固化树脂薄薄涂在金属板上，采用镜反射法测定固化反应过程的红外光谱。虽然也可在溴化钾（KBr）等可透过红外线的窗片上涂上薄层试样，采用透过法进行测定，但是这种测定方法每次都需要更换窗片。

对金属板进行背景扫描，在峰为不饱和的状态下将试样涂在金属板上后开始快速扫描，每秒获得 20 个光谱，经过大约 5 秒后，开始照射紫外线（如图 2 所示）。

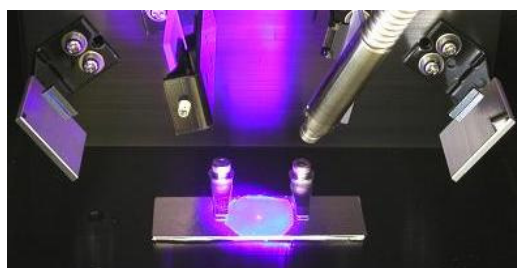


图 2 对试样照射紫外线  
UV-Irradiation for Sample

FTIR 的测定条件和紫外线灯的照射条件如表 1 所示。此外，将测定结果中每秒提取的红外光谱以 3D 图像显示在图 3 中。

表 1 FTIR 的测定条件和紫外线灯的照射条件  
FTIR Measurement Conditions and UV Irradiation Conditions

Instrument	: IRTracer-100
Resolution	: 16 cm <sup>-1</sup>
Accumulation	: 1
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: MCT
UV Lamp	: HAMAMATSU L9588 Power < 45 mW

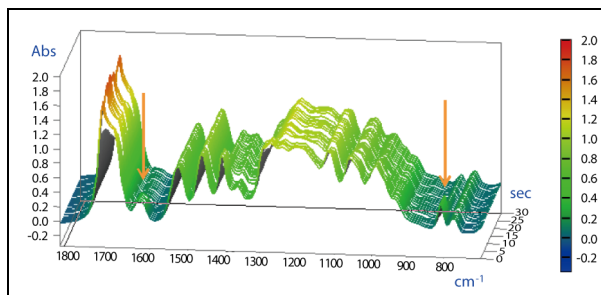


图 3 紫外线固化树脂的快速扫描结果 3D 图像  
3D Spectra of Rapid Scan Measurement Generated in Curing Reaction in UV-Irradiated Resin

关于图 3 中  $1635\text{ cm}^{-1}$  以及  $810\text{ cm}^{-1}$  附近的峰, 在照射紫外线后大约 2 秒内的放大图分别如图 4、5 所示。 $1635\text{ cm}^{-1}$  和  $810\text{ cm}^{-1}$  处的峰分别来自乙烯基的 C=C 伸缩振动和乙烯基的 CH 面外变角振动。由此可知, 在照射紫外线后的短时间内, 乙烯基急剧减少。该丙烯酸酯树脂的自由基聚合反应如图 6 所示。

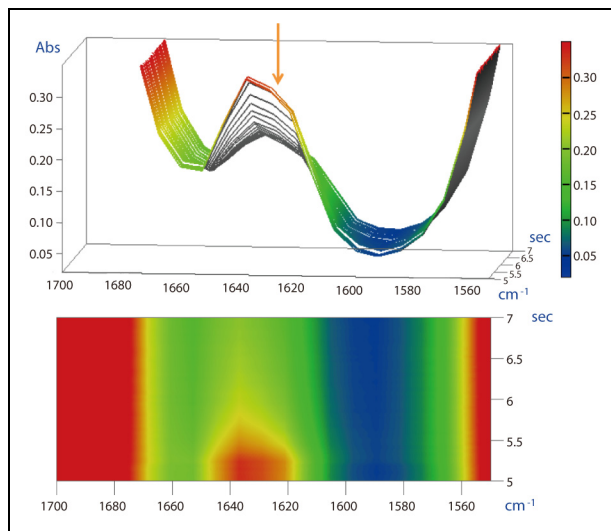


图 4 图 3 中  $1635\text{ cm}^{-1}$  附近的峰放大图  
上:3D 图像 下:2D 图像  
Expanded Spectra of Peak at  $1635\text{ cm}^{-1}$ , Upper:3D, Lower:2D

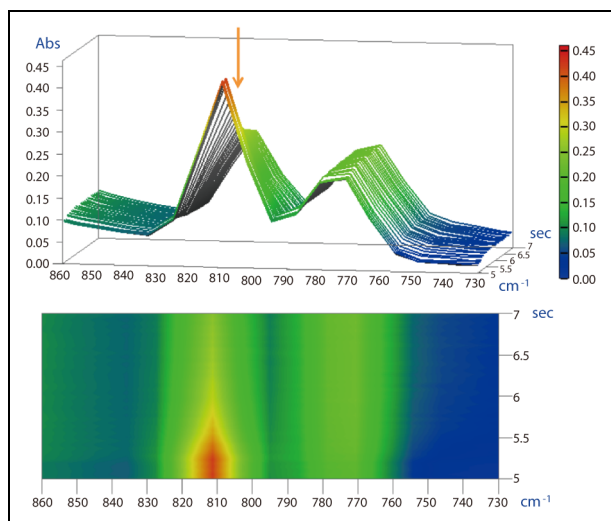


图 5 图 3 中  $810\text{ cm}^{-1}$  附近的峰放大图  
上:3D 图像 下:2D 图像  
Expanded Spectra of Peak at  $810\text{ cm}^{-1}$ , Upper:3D, Lower:2D

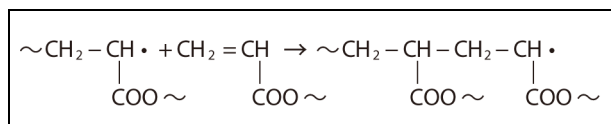


图 6 丙烯酸酯树脂的自由基聚合反应  
Radical Polymerization Reaction of Acrylate Resin

## ■ 峰值变化的时间程序图和反应率计算

Peak Time-Course Graph and Reaction Rate Calculation

$1635\text{ cm}^{-1}$  以及  $810\text{ cm}^{-1}$  处峰面积的时间程序图如图 7 所示。由图可知, 在照射紫外线后的几秒内, 这些峰急剧减少。通过时间程序可在测定预先指定多个目标波数, 从而在测定中实时获取聚合反应的信息。

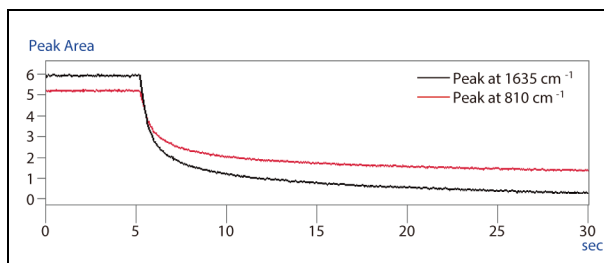


图 7  $1635\text{ cm}^{-1}$  以及  $810\text{ cm}^{-1}$  处峰面积的时间程序图  
Peak Area Time-Course Graph of Peaks at  $1635\text{ cm}^{-1}$  and  $810\text{ cm}^{-1}$

使用  $1635\text{ cm}^{-1}$  处的峰面积值, 将照射紫外线前的反应率设定为 0%, 将此峰消失时的反应率设定为 100%, 固化反应结束和反应率时间变化如图 8 所示。由图可知, 在照射紫外线后, 反应率在不足 1 秒内超过 50%, 在大约 5 秒内达到 80%, 之后缓慢进行反应。快速扫描软件具备包含此反应率计算在内的分析功能。

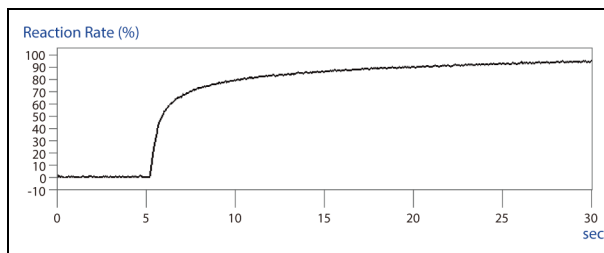


图 8 反应率的时间变化  
Time-Course Graph of Reaction Rate

## ■ 总结

Conclusion

本文为您介绍紫外线固化树脂的聚合反应追踪过程。由此可知, FTIR 作为追踪高分子短时间内发生的化学反应及其变化的测定仪器, 启用其快速扫描功能, 能够获得高精度的分析结果。