

Py-GC/MSによる環状ポリ(2-ビニルピリジン)のリング構造の立証

【背景】 末端基を持たない環状ポリマーは対応する直鎖構造のポリマーと性質が大きく異なることが予想される。従って、環状ポリマーの物理特性の研究は以前から興味を持たれていた。しかし、環状ポリマーのリング構造は化学構造の分析では直接には証明されていない。ここでは、サイクリックポリ(2-ビニルピリジン)(P2VP)のリング構造をPy-GC/MS法により確認したので報告する。

【方法】 2つのリビングエンドを有するP2VPは2VPのアニオン重合により合成した。環状化はリビングP2VPをジブromo-p-キシレンを開始剤として反応させた後、多量のP2VPの添加で停止させた。3種類の異なるジャンクション構造を持つP2VPリニアモデルポリマー(L-1~L-3)は比較のために合成した。分子量測定と分留はサイズ排除クロマトグラフィーで行った。分析はFIDを装着したGCに直結したマイクロ熱分解炉型のパイロライザーで行った。分離カラムにはジメチルシロキサンを塗布した高分解能溶融シリカキャピラリーカラムを使用した。GCオープン温度は50~290°C(5°C/min)でプログラム制御し、290°Cで保持した。ピーク分析はEIソース(70eV)にて四重極MSに直結したPy-GC(Py-GC/MS)によって行った。

【結果】 図1に分留したP2VPサンプルR-1を示す。P2VPモノマー、ダイマーおよびトリマーが観測された。トリマー領域が、サイクリックP2VPの結合体を反映する最小のフラグメントと考えられる。トリマー領域を拡大したパイログラムには多くのピークの他に強度の高い2VPトリマー(VVV)によるピークが観測された。図2はトリマー領域のパイログラムの一部でL-1, L-2, L-3およびR-1が観測される部分である。R-1のパイログラム全体はP2VPリニアモデルポリマーとほぼ完全に一致した。これは基本的に同様な分解パスであることを反映したものである。しかし、L-2のパイログラム中のトリマーはL-3のパイログラムにはないためVXVの候補となり得る。3つのモデルポリマー(L-1, L-2 および L-3)のパイログラムを比較すれば、L-2のパイログラム中のピーク1, 2, 3は明らかにVXVのキートリマーのピークに起因することが分かる。

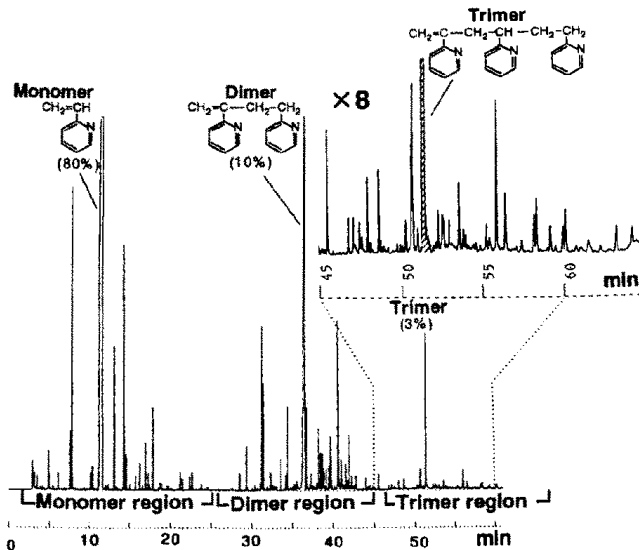


図 1. 650°Cで得られた環状ポリマー(sample R-1)を含むポリ(2-ビニルピリジン) [P2VP]のパイログラム

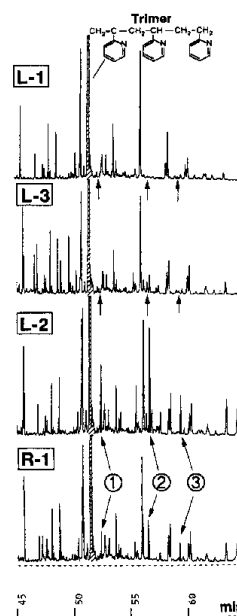


図 2. 環状ポリマーフラクション(サンプル R-1)を含むポリ(2-ビニルピリジン) [P2VP]のトリマー領域およびリニアモデルポリマー P2VP (L-1 to L-3)のパイログラム

*Contents excerpted from H. Ohtani, H. Kotsuji, H. Momose, Y. Matsushita, I. Noda, S. Tsuge, *Macromolecules*, 1999, 32, 6541-6544

Keywords : Py-GC/MS, 環状ポリ(2-ビニルピリジン), 環状構造の検出

使用製品 : 多機能パイロライザー

応用分野 : 高分子分析全般

関連テクニカルノート :

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 **フロンティア・ラボ株式会社**
 Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102
<http://www.frontier-lab.com/>