

Py-GCによるメタクリル・コポリマーの立体規則性の評価

【背景】 メタクリルポリマーおよびその架橋ポリマーは熱可塑性プラスチックとして広く工業的に利用されている。これらメタクリル・ポリマーの立体規則性に影響されるガラス転位温度 (Tg) などの必要な物性を得るためには、ポリマーの立体規則性の制御が必要となる。ここでは、Py-GC技術を利用して、他の方法では立体規則性分析が難しい架橋ポリマーを含む種々のPMMAコポリマーの立体規則性の測定に応用した結果を報告する。

【方法】 0.1%の開始剤を使用して、メチルメタクリレート(MMA) のラジカル重合を行った。直鎖ポリマーの立体規則性は α -メチルブロンを使用して¹H-NMRで測定した。Py-GCによる分析は、FIDと縦型炉パイロライザー(フロンティア・ラボ製)を接続したGCによって行った。約0.2mgのポリマーサンプルをHeキャリアガス中、500°Cで熱分解した。

【結果】 図1に500°CでのPMMAのパイログラムを示す。テトラマー領域を拡大表示したのもも同時に表示してある。PMMAテトラマーは2個の異性体(AとB)からなり、各々2つのジアステレオマー(それぞれ、AmとAr、およびBmとBr)を持つ。ここでmとrはそれぞれメソとラセミの異性体を示す。MMA-MAコポリマー中のMMA連鎖の立体規則性は、Py-GCによって観測されたコポリマーのパイログラム中のMMAジアステレオマーの強度から得た。MMAジアステレオマーの相対強度から得られたMMA-MAコポリマーの立体規則性と¹H-NMRで得られたものを表1にまとめて比較してある。Py-GCと¹H-NMRで観測された立体規則性は、高いMA含有量(30%)を持つS-10を除くとよい一致が得られた。¹H-NMRでは正確な測定が出来ない理由は、MA連鎖から強い影響を受けてスペクトルの分解能が低下するためである。一方、Py-GCでは、コポリマー成分が存在することでは影響を受けない。従って、ポリマー中のMMA連鎖はPy-GCを利用することによって選択的に分析が可能となり、コポリマーの位置に影響されずに高い精度で立体規則性が得られる。

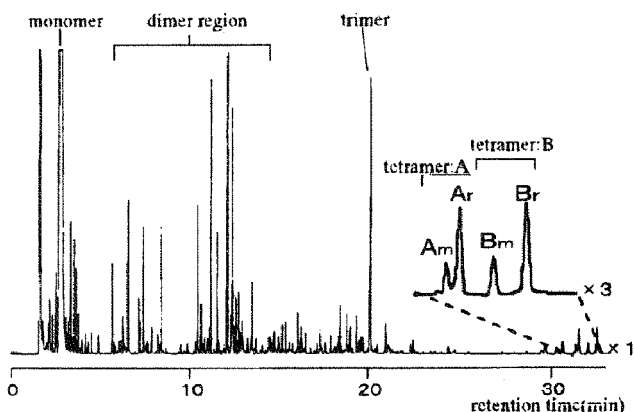


図 1. FIDで観測されたPMMAのパイログラム (500°C)

| サンプル | 2分子立体規則性 (m%) | | |
|------|---------------|-----------|--------------------|
| | Py-GC | MA含有量 (%) | ¹ H NMR |
| S-6 | 20.5 | 0.5 | 20.5 |
| S-7 | 21.8 | 0.5 | 22.0 |
| S-8 | 23.7 | 4 | 23.4 |
| S-9 | 24.4 | 15 | 24.5 |
| S-10 | 24.6 | 30 | 28.6 |
| S-11 | 25.1 | 6 | 25.0 |
| S-12 | 25.8 | 6 | 25.7 |
| S-13 | 28.6 | 1 | 28.6 |

表 1. Py-GCおよび¹H-NMRによるMMA-MAコポリマー中のMMA連鎖の2分子立体規則性 (m%)の比較

*M. Kiura, J. Atarashi, K. Ichimura, H. Ito, H. Ohtani, S. Tsuge, *J. App. Polym. Sci.* Vol. 78, 2140-2144 (2000)から抜粋

Keywords : 立体規則性, Py-GC, NMR, PMMA, ジアステレオマー, コポリマー, コモノマー

使用製品 : 多機能パイロライザー

応用分野 : ポリマー分析全般

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/>