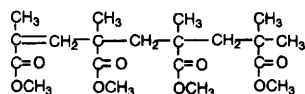
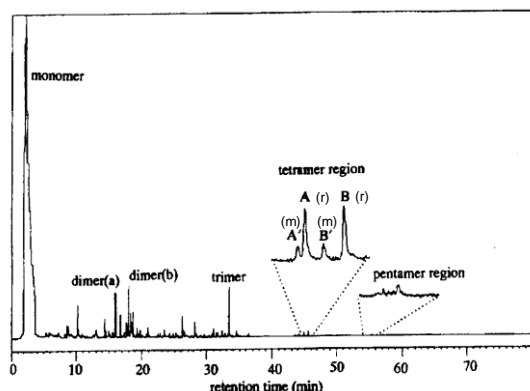


Py-GC/MSによるポリメタクリル酸メチルの立体規則性の解析

【背景】 Py-GCは、各種ビニルポリマーの立体規則性の実用的な解析手法として利用されてきた。この方法では、一連の熱分解生成物のうち、二つ以上の光学活性中心を有するジアステレオアイソマーの存在しうる、テトラマー以上の連鎖を持つ分解物に注目して、立体規則性の解析が行われる。さらに近年、内壁を不活性化したステンレス製キャピラリー分離カラムを用い、GCオープン温度を300°C超の高温まで昇温することを通じて、当該手法による立体規則性の解析対象は、分子サイズの比較的大きなモノマー単位からなる、ポリメタクリル酸メチル(PMMA)やポリスチレン(PS)にまで拡張された。ここでは、PMMAの立体規則性を解析した例を紹介する。

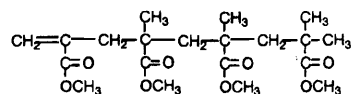
【実験】 試料には、平均分子量や¹H-NMRによるタクチシティーの値が既知である、一連のPMMAを用いた。このPMMA試料の約400μgを、500°CにおいてPy-GC測定した。なお、分離カラムには、内壁を不活性化したステンレス製キャピラリーカラムを用い、カラム温度は、初期温度50°Cから4°C/minで340°Cまで昇温した。

【結果】 図1に、PMMA試料(m : r = 24.0 : 76.0)の典型的なパイログラムを示す。このクロマトグラム上には、主成分であるMMAモノマーに加えて、ダイマー、トリマー、テトラマー(0.1%)およびペンタマー(0.03%)などのピーク群が、微小ながら明瞭に観測された。これらのうち、4量体領域に観測される2本の強いピーク(AおよびB)は、図中にその構造を示したMMAテトラマーであることが質量スペクトルから確認された。また、それらのピークより若干早く溶出する微弱な衛星ピーク群(A'およびB')は、それぞれAおよびBに対応するジアステレオアイソマーであると帰属された。それらのジアステレオアイソマー類の強度比(A : A'あるいは B : B')から求めたタクチシティーの値は、¹H-NMRによる参照値とかなり良く一致した。



tetramer A

(ラセモ; r)



tetramer B (ラセモ; r)

図1. ポリメタクリル酸メチル試料(m : r = 24.0 : 76.0)の典型的なパイログラム

熱分解炉温度: 500°C, GCオープン温度: 50°C-(4°C/min)-340°C
分離カラム: Poly(dimethylsiloxane) 長さ 50 m 内径 0.25 mm 膜厚 0.15 μm
キャリアーガス流量: 50 ml/min, カラム流量: 1.0 ml/min, 検出器: FID

* T. Nonobe, S. Tsuge, H. Ohtani, T. Kitayama, K. Hatada, *Macromolecules* **1997**, 30, 4891-4896.より抜粋

Keywords: 立体規則性、ポリメタクリル酸メチル、ステンレス製キャピラリー分離カラム

使用製品: 多機能パイロライザー, UA-1

応用分野: ビニルポリマー分析

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/