

アクリル系粘着剤のモノマー組成比の 熱分解GC/MSによる決定

【背景】 粘着剤用アクリル系共重合体のモノマー組成は、接着性や剥離性などの特性に大きく影響する。本報では、モノマー組成比の異なる3成分系粘着剤用アクリル系共重合体(ブチルアクリレート BA、2-エチルヘキシルアクリレート 2EHA、2-ヒドロキシエチルアクリレート 2HEA)の3成分アクリルモノマー)を熱分解GC/MSにより分析し、アクリルモノマーと内部標準(IS)のピークの相対強度からアクリル系粘着剤のモノマー組成比を決定できるかどうかを検討した。

【実験】 モノマー組成比が異なる5種類の3成分系アクリル共重合体を酢酸エチル溶媒中で溶液重合により合成し、検量線作成用の標準試料とした。分子量は30万から50万の範囲であった。20 mgのアクリル共重合体を1 mLのジクロロメタンに溶解した溶液と1 mgのエコサンを10 mLのヘキサンに溶解した IS溶液とを調製し、それぞれ5 µLずつを試料カップに入れた。その後、溶媒を蒸発させることにより、100 µgのアクリル共重合体と0.5 µgのエコサンを含む薄膜を試料カップ内壁に形成させた。この試料カップをパイロライザーに導入し、熱分解GC/MS測定を行い、パイログラム上のモノマーとISのピーク面積比から検量線を作成した。実試料として、BA、2-EHA、HEAをモノマーとする市販のアクリル共重合体を用いてそのモノマー組成比を決定した。

【結果】 モノマー組成の異なる3成分系共重合体(5種類の組成比)を用いて、Fig. 1に示すように良好な直線性を示す検量線が得られた(n=5)。これらの検量線を用いて、市販試料(粘着剤用アクリル系共重合体)のパイログラム(Fig. 2)からそのモノマー組成比を決定した。その組成比は、製造元より提供された配合比と良好な一致を示した(Table 1)。結論として、アクリル系粘着剤のパイログラム上のモノマーピーク強度を元に粘着剤のモノマー組成を決定できることが分かった。



Fig. 2 市販のアクリル共重合体試料のパイログラム

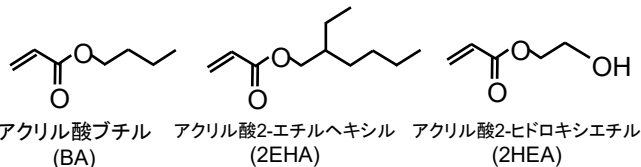


Table 1 市販試料のモノマー組成比

モノマー	質量組成比 (wt%)		
	アクリル酸ブチル (BA)	アクリル酸2-エチルヘキシル (2EHA)	アクリル酸2-ヒドロキシエチル (2HEA)
平均モノマー量 (n = 3)	2.00 ± 0.03	6.13 ± 0.02	0.49 ± 0.04
組成比 (正規化)	28.4 wt%	61.5 wt%	10.1 wt%
配合比	30.0 wt%	60.0 wt%	10.0 wt%

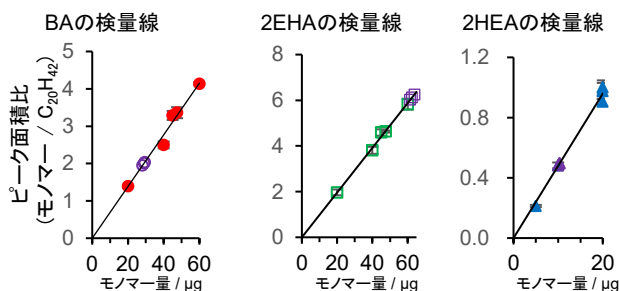


Fig. 1 モノマー3成分の検量線と市販試料の定量値

*日本法科学技術学会 第29回学術集会 講演番号C-16(2023年)

Keywords : アクリル共重合体, 接着剤, モノマー組成比, アクリルモノマーピーク

使用製品 : マルチショット・パイロライザー, UA+5, ベントフリーGC/MSアダプター

応用分野 : 法医学調査, 組成分析

関連テクニカルノート : PYA1-172

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
www.frontier-lab.com/jp