

多成分系アクリル酸エステル共重合体の多量体熱分解生成物

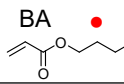
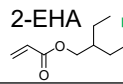
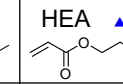
Part 1: TOFMSと構造解析ソフトウェアによる多量体の定性分析

【背景】 熱分解(Py-)GC/MSは高分子材料の組成分析に有効な手法である。多成分系ポリマーにおいて多量体として得られる熱分解生成物はモノマー組成を反映しているため、その構造解析はポリマーを定性する上で重要であるが、熱分解生成物の中でも多量体の構造解析は困難だった。そこで本報では飛行時間型質量分析計(TOFMS)と構造解析ソフトウェアを用いて、多成分系アクリル酸エステル共重合体の多量体熱分解生成物の化学構造決定を試みた。

【方法】 測定にはマルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGC注入口に直結し、TOFMS(日本電子社製)を検出器とするPy-GC/MSシステムを用いた。分離カラムにはUA⁺-5を用いた。試料には三成分のアクリルモノマー(ブチルアクリレート(BA) / 2-エチルヘキシルアクリレート(2-EHA) / 2-ヒドロキシエチルアクリレート(HEA))からなる三元アクリル共重合体を用いた。Table 1に三元アクリル共重合体のモノマー組成を示す。アクリル共重合体を試料カップに採取した後、600 °Cの加熱炉に導入して発生した熱分解生成物をソフトイオン化法である Field Ionization (FI) 法とハードイオン化法である Electron Ionization (EI) 法でイオン化してTOFMSにより検出した。未知ピークの構造解析には未知物質構造解析ソフトウェア(日本電子社製)を用いた。

【結果】 EI法を用いたTOFMSにより得られたアクリル共重合体のパイログラム中に未同定の多量体ピーク a, b, c が観測された(Fig.1)。これらのピークのうち、ピーク群b中の各ピークはFI法でほぼ同一のマススペクトルを示した。その構造推定過程をFig.2に示す。まず、FI-TOFMSで得られた分子イオンの精密質量から組成式を推定し、次にEI-TOFMSで得られたフラグメントイオンが生じる構造について未知物質構造解析ソフトウェアを併用して推定した。その結果、Fig. 1におけるピーク群bはBA、BA、2-EHAからなる三量体と定性でき、その一例をFig. 2に示す。同様に、ピークaはBA、BA、HEAからなる三量体、ピーク群cはBA、2-EHA、HEAからなる三量体と定性できた。

Table 1 三元アクリル共重合体の組成

| 質量組成比 (wt%) | | |
|---|--|---|
| BA ●  45.0 | 2-EHA ■  45.0 | HEA ▲  10.0 |

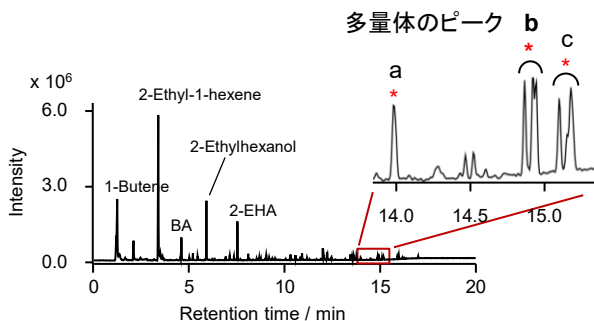


Fig. 1 三元アクリル共重合体のTOFMSで得られたパイログラム(EI)

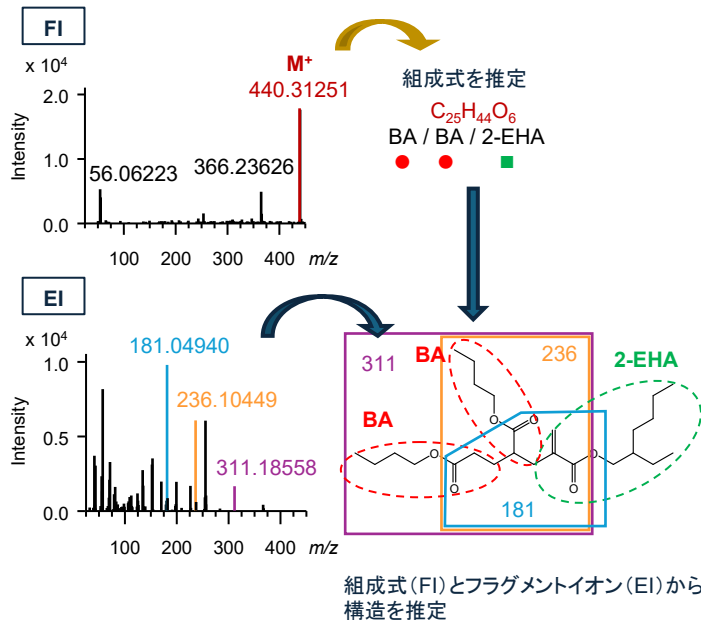


Fig. 2 未同定ピーク群bの構造推定

熱分解炉温度: 600 °C, 分離カラム: UA⁺-5 (5 %ジフェニル95 %ジメチルポリシロキサン, L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm), GC注入口温度: 300 °C, カラム流量: 1.0 mL/min, スプリット比: 1/100, GCオープン温度: 40 °C (2 min保持) - 320 °C(20 °C/min, 14 min保持), 検出器: TOFMS, 試料量: 0.1 mg

Keywords : 粘着剤, 飛行時間型質量分析計, 構造解析

使用製品 : 多機能パイロライザー, オートショット・サンプラー, UA⁺-5, Vent-free GC/MS アダプター, F-Search

応用分野 : 材料分析, 品質管理

関連テクニカルノート : [PYA1-180](#)

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