

反応熱分解を利用したポリカーボネート(PC)の末端基の解析

高分子の末端基の構造や量は、その特性に大きな影響を与えるため、末端構造の定性及び定量分析が重要です。熱分解ガスクロマトグラフィー(Py-GC)は、迅速かつ高感度に高分子の末端基の解析を行える手法として注目されていますが、ポリエステルをはじめとする縮合系高分子などを通常のPy-GCで測定した場合、パイログラム上には極性化合物を主体とするピークが観測され、そのピークの大きさと形状により精度の高い解析を行うことは多くの場合困難です。このような試料に対しては、水酸化テトラメチルアンモニウム[TMAH:(CH₃)₄NOH]を用いた反応熱分解法が有効です。例として反応熱分解法によるPCのパイログラムを図1に示します。強アルカリのTMAHがPCのエステル結合を選択的に切断し、分解生成物を瞬時にメチルエステル化するため、主鎖に由来するビスフェノールAと末端基に由来するp-tert-ブチルフェノールのメチルエステルからなる単純なパイログラムが得られます。その結果として、表1に示すように、RSD値で0.61%と極めて高い再現性で末端基の定量分析ができることが分かります。

この分析を行うためには、試料を反応熱分解する直前まで室温に保持でき、試薬の揮散や分解の恐れが少ない縦型加熱炉型の熱分解装置が最適です。

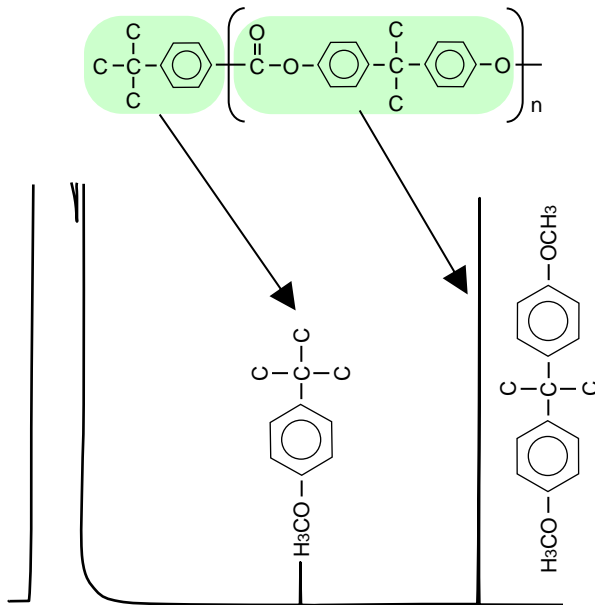


表1. 末端基の定量値とその再現性

n	メチルp-tert-ブチルフェノールの面積%
1	4.12%
2	4.12%
3	4.14%
4	4.14%
5	4.11%
6	4.18%
平均	4.135%
RSD	0.61%

図1. 反応熱分解によるPCの分解機構とパイログラム

熱分解炉温度: 400°C, キャリヤーガス: He 140kPa, 80ml/min, 分離カラム: 5%ジフェニルジメチルポリシロキサン
長さ 30m, 内径 0.25mm, 膜厚 0.25 μm (Ultra ALLOYTM-5, フロンティア・ラボ社製)
GCオープン温度: 40°C (1min) → 20°C/min → 320°C, GC注入口温度: 320°C, 試料量: 20 μg, TMAH: 3ul, 検出器: FID

Keywords : 反応熱分解, ポリカーボネート, 末端基, TMAH

使用製品 : 多機能パイロライザー, UA-5

応用分野 : 高分子分析一般

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/>