

反応熱分解を利用したPy-GC法による全芳香族 ポリエステル組成分析

ポリエステルをはじめとする縮合系高分子をPy-GCで分析する際には、水酸化テトラメチルアンモニウム(TMAH)共存下での反応熱分解法が有効であります。特に全芳香族ポリエステルは、この方法によりほぼ全てのエステル結合がアルカリ加水分解されるために、定量的にモノマー成分のメチルエステルが生成します。例としてp-ヒドロキシ安息香酸(PHB)、テレフタル酸(TA)および4,4-ビスフェノール(BP)を原料とする全芳香族ポリエステルの反応熱分解法によるパイログラムを図1に示します。各原料のメチル化誘導体のピークのみが観測され、ほぼ全量がモノマーに分解していることが分かります。また、各原料の仕込み比率が異なる試料の組成分析を行った結果を図2に示しますが、その定量結果は仕込み比率と良く一致することが分かります。以上の結果から、反応熱分解を利用したPy-GC法は全芳香族ポリエステルの組成分析に極めて有効な手法であることが分かります。

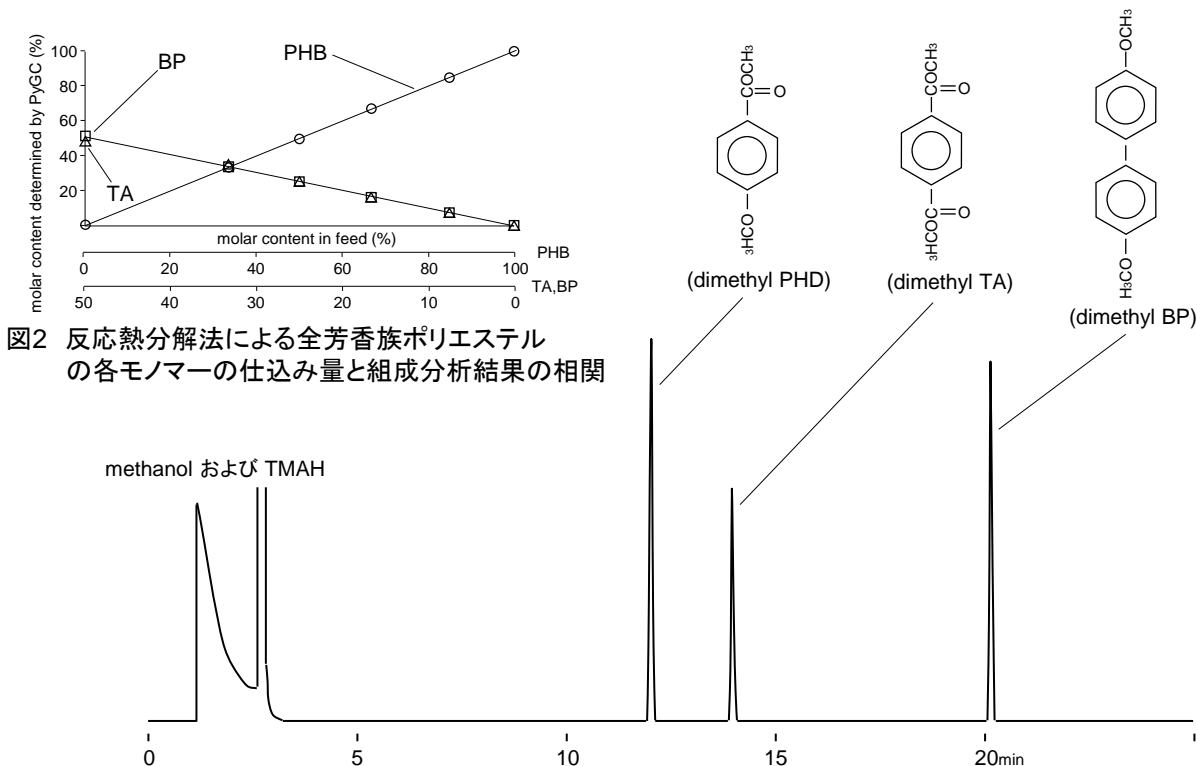
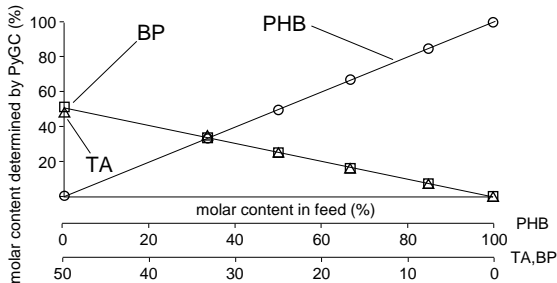


図1 全芳香族ポリエステルのパイログラムの例

熱分解炉温度: 400°C, キャリヤーガス: N₂, カラム流量: 0.6ml/min, スプリット比: 1/80
分離カラム: 液相: 5%ジフェニルポリシロキサン, 長さ 30m, 内径 0.25mm, 膜厚 0.25µm
GCオープン温度: 80°C→8°C/min→280°C, 試料量: 50µg, TMAH: 1µL (25 wt.%メタノール溶液), 検出器: FID

H.Ohtani, R.Fujii, S.Tsuge: *J.High Res. Chromatogr.*, 14, 388 (1991)より抜粋

図2 反応熱分解法による全芳香族ポリエステルの各モノマーの仕込み量と組成分析結果の相関



Keywords : 芳香族ポリエステル, 組成分析, 反応熱分解, 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/>