

有機アルカリ共存下での反応Py-GCを利用する ポリカーボネートの平均分子量の決定

【背景】 Py-GCおよび反応Py-GCなどの熱分解分析法は、各種の合成高分子材料の末端基分析にも威力を発揮する計測法として利用されている。それらの手法により得られる末端基の定量結果から、当該ポリマー試料の平均分子量を精密に決定することがしばしば可能である。ここでは、有機アルカリの一種である水酸化テトラメチルアンモニウム (TMAH) 共存下での反応Py-GCを用いて、工業的に合成されたポリカーボネート(PC) 試料の数平均分子量を解析する方法を紹介する。

【実験】 試料には、溶液法により工業的に合成されたPCを用いた。このPC試料を凍結粉碎し、その約50µgに対して、TMAHの25wt%メタノール溶液を1µl添加した後に、400°Cにおいて反応Py-GC測定に供した。

【結果】 図1に、400°Cにおいて、PC試料をTMAH共存下で反応熱分解して得られた典型的なパイログラムを示す。このパイログラム上では、PC試料の末端基部および主鎖部に由来する、*p*-*tert*-ブチルアニソール(A)およびビスフェノールAのジメチルエーテル(B)のピークが、それぞれ明瞭に観測されている。ここで溶液型PCでは、分子鎖の両末端は、*p*-*tert*-ブチルフェノールによってエンドキャップされていると考えられる。従って、パイログラム上に観測されるピークAおよびBの強度から、このPC試料の数平均分子量 (M_n) の値を、次式に従って算出することができる。

$$DP = \frac{I_B / 15.4}{(I_A / 10.2) / 2} \quad (1)$$

$$\overline{M}_n = DP \times 254 + 326 \quad (2)$$

式(1)において、 DP は重合度であり、 I_A および I_B はそれぞれピークAおよびBの強度である。また、係数 10.2 および 15.4 はそれぞれ成分AとBの水素炎イオン化検出器に対する有効炭素数の値である。さらに、式(2)中の数値 254 および 326 は、当該PC試料のモノマー単位および2個の末端基の分子量である。

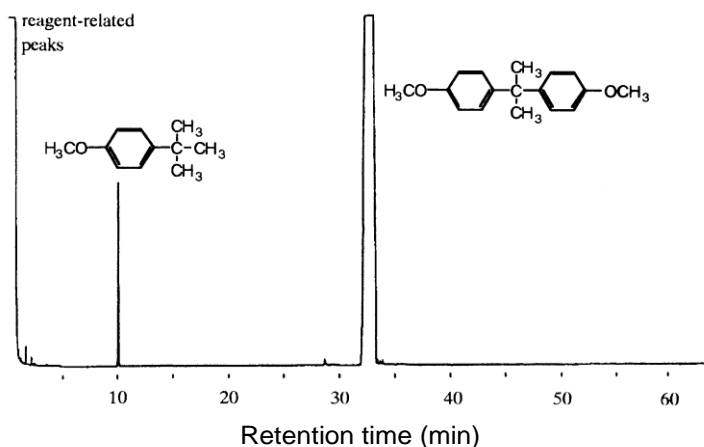


図 1. 溶液型ポリカーボネートを400°CにおいてTMAH共存下で反応熱分解して得られたパイログラム

熱分解炉温度: 400°C, GCオープン温度: 50°C-(4 °C/min)-300°C
分離カラム: Poly(dimethylsiloxane) 長さ 25 m 内径 0.25 mm 膜厚 0.25 µm
キャリアーガス流量: 50 ml/min, カラム流量: 1.3 ml/min, 検出器: FID

* Y. Ito, H. Ogasawara, Y. Ishida, H. Ohtani, S. Tsuge, *Polymer J.*, **1996**, 28, 1090-1095. より抜粋

Keywords : ポリカーボネート, 反応Py-GC, TMAH, 末端基, 数平均分子量

使用製品 : 多機能パイロライザー, UA-1

応用分野 : 縮合系ポリマー分析

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/