

反応熱分解GC/MSによる架橋ポリカーボネート中の架橋剤の定量

[背景] 高分子材料の中には成形加工特性を改善したり、再生品の分子量を増加させて使用するために、熔融粘度を増加することがしばしば求められる。例えば、ポリカーボネート(PC)では、1,1,1-トリス(パラ-ヒドロキシフェニル)エタン(THPE)を架橋剤に用いて、直鎖PCに微量の分岐構造を導入して、熔融粘度の調整をすることがある。このPC中に導入された架橋剤濃度は、ポリマーの物性に大きく影響する重要な因子であるため、導入したTHPEの定量分析が求められるが、従来の手法では、加水分解に引き続く、溶媒抽出などの煩雑な前処理を必要とするため、簡便な分析法の開発が求められている。そこで、本報では、水酸化テトラメチルアンモニウム(TMAH)共存下における反応熱分解法を用いて、簡便で、より迅速な新しい定量分析法を開発した。

[方法] ダブルショット・パイロライザー をGCのスプリット/スプリットレス注入口に直結し、分離カラム を介してFIDに接続した。THPEで架橋したPCを、20 mg/mLのジクロロメタン溶液とし、その5 μ L(100 μ gのPCに相当)を不活性化試料カップに採取・乾燥後、TMAHの25%メタノール溶液を10 μ L加え、400°Cに設定した加熱炉に導入して、反応熱分解を行った。

[結果] TMAH存在下における、架橋PCの反応熱分解で得られる、2つの反応生成物を図1に示し、そのパイログラムを図2に示す。図1に示すように架橋PCからはPCの主成分由来のビスフェノールAのジメチル誘導体(Me-BisA)と架橋剤由来のTHPEのトリメチル誘導体(Me-THPE)が観測され、これらのピーク面積から、架橋剤の定量分析を行うことが可能である。その結果、ここで用いた架橋剤PCでは、THPEの定量結果は約0.4 wt%であり、その再現性はRSD値1.2%(n=5)と良好な結果が得られた。

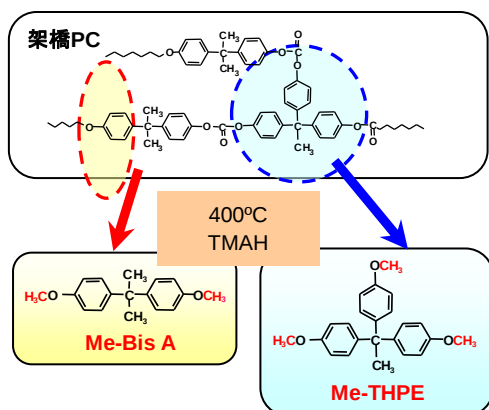


図1 架橋PCからの反応熱分解による生成物

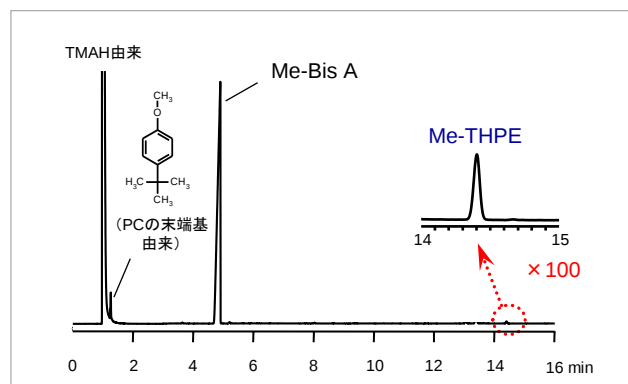


図2 架橋PCの反応熱分解によるパイログラム

<分析条件>

検出器:FID, 分離カラム:Ultra ALLOY®-5(5%ジフェニルジメチルポリシロキサン)
長さ30 m, 内径 0.25 mm, 膜厚 0.25 μ m, 反応熱分解温度:400°C,
GCオープン温度:200-320°C(5°C/min), GC注入口温度:300°C,
キャリアーガス:He, スプリット比:1/200, カラム流量:1.0 mL/min

Ref : 小田桐ら, 第12回 高分子分析討論会(2007), IV-15

Keywords : 反応熱分解, ポリカーボネート, PC, TMAH, THPE, 架橋剤

使用製品 : 多機能パイロライザー, Vent-free GC/MSアダプター, 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/