

# 水酸化テトラメチルアンモニウムを用いる反応熱分解法における 試薬添加後の経過時間の分析への影響

**【背景】** 水酸化テトラメチルアンモニウム [TMAH, (CH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>NOH] に代表される有機アルカリ共存下での反応Py-GCは、縮合系ポリマーや油脂などの精密組成分析を簡便に行うことのできる実用分析法として、広く利用されている<sup>1)</sup>。この分析法によって得られる結果には、熱分解温度をはじめ試薬添加量や、試料形状および不純物の混入など様々な要因が影響する。本報では、試薬添加後から測定開始までの経過時間の分析への影響について報告する。

**【方法】** 測定試料には溶液法により合成されたポリカーボネート(PC)を用い、この9 μgを試料カップに採取後、TMAHのメタノール溶液(25 wt.%)を3 μl添加し、所定の時間室内に放置してから、400°Cにおいて反応Py-GC/MS測定に供した。

**【結果】** TMAHの添加から、測定開始までの経過時間を3分から5時間として得られたパイログラムを図1に示す。経過時間が3分のA. のパイログラム上には、PCの主鎖を構成するビスフェノールAのジメチルエステルと、末端基に由来する4-*t*-ブチルフェノールのメチルエステルが観測される他、反応試薬由来のメタノールおよびトリメチルアミンが観測される。一方、B.~D.のパイログラムでは、PC由来の2つのピークの生成量や生成比率には影響は認められないが、A. のパイログラムには観測されなかったPCに由来しないアミン類やメチルエステル類などのピークが観測され、これらの強度が経過時間の増加と共に増加し、分析の妨害となっている。この結果から、TMAHなどを用いる反応熱分解法においては、試薬の添加から測定開始までの経過時間は、試料の分解挙動への影響は小さいが、速やかに分析を開始することが必要であることが分かった。

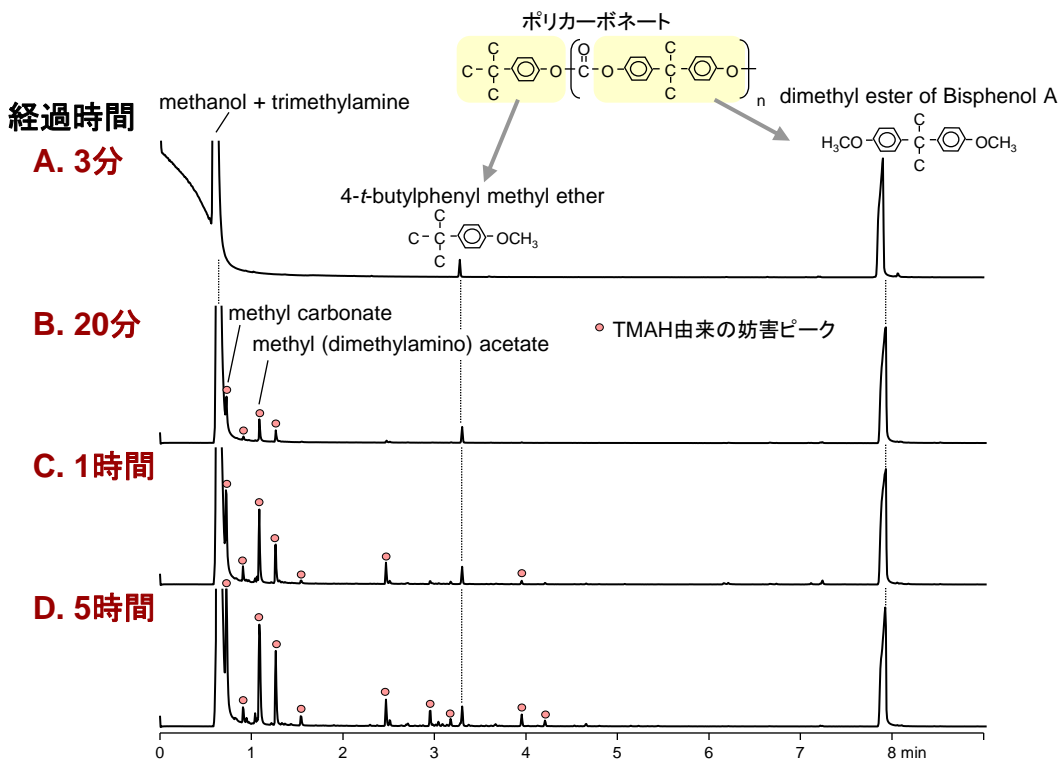


図1 試薬添加から測定開始までの各経過時間におけるパイログラム

熱分解温度: 400°C, GCオープン温度: 60 – 260°C (20°C/min), 分離カラム: Ultra ALLOY<sup>+</sup>-1 (ジメチルポリシロキサン)  
L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm, キャリヤーガス流量: 1 ml/min: He, スプリット比: 1/50, 試料量: 9 μg (溶液キャスティング法を使

1) Y. Ito, et al., *Polym. J.*, 28(1996), 1090

**Keywords:** 反応熱分解、TMAH、ポリカーボネート

**使用製品:** 多機能パイロライザー, Vent-free GC/MSアダプター, UA-15

**応用分野:** 高分子分析全般

**関連テクニカルノート:** PYA2-001、PYA2-015、PYA2-019

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/