

## EGAおよびEGA-GC/MSによるキチンを基材とした ポリマー・ハイブリッドの熱分解挙動の解析

**【背景】** キチンは甲殻類の殻や昆虫の外皮などに存在する多糖類で、その誘導体はポリ(2-アルキル-2-オキサゾリン)の側鎖を持ち、合成ポリマーに対して高い混和性を持つことから、PVAやPVCなどの一般ポリマーにブレンドして、新しい機能材料を生み出す努力がなされてきた。ここでは、EGA-MS、EGA-GC/MSおよびPy-GCなどの熱分解技術を、キチン-グラフト-ポリ(2-メチル-2-オキサゾリン)/PVAブレンドシステムの熱分解挙動の解析に応用したので報告する。

**【方法】** キチン-グラフト-ポリ(2-メチル-2-オキサゾリン)は、ポリ(2-メチル-2-オキサゾリン)の側鎖(重合度=19.6、Mw/Mn=1.1)のアミノ基を部分的に不活性化にしたキチン(アセチル度=52%)のフリーのアミノ基に、選択的にグラフトする一般的な方法で調製した。実験に使用したEGA-MSシステムは、GCの注入口に接続したパイロライザー(フロンティア・ラボ製)を不活性化処理したステンレス製のトランスファーキャピラリー(同社製)を介して、四重極MSに直接接続して使用した。

**【結果】** 図1にキチン誘導体やPVAと共にEGA-MSで測定した常温付近から600 °C までのキチン誘導体/PVAブレンドからの熱分解物の発生ガスプロファイルを示す。PVAのTICカーブは、分解が2段階であることを示している。ブレンドサンプルの熱分解もまた2段階で起こっていて、両方の構成ポリマーの熱分解を反映したものとなっている。熱分解物はEGA-GC/MSを使用して同定した。図2はB(60/40)のブレンドサンプルのTICクロマトグラムを示す。(a)は240~340 °Cでの第1段階の分解物をコールドトラップしたもので、(b)は340~480 °Cの第2段階のものである。図2aに示す水、種々の不飽和および芳香族アルデヒドなどの主要な生成物は、第1段階のPVA脱水反応に続いて、生成したポリエーテル鎖の分離で生じたものと考えられる。一方、図2bに示す様にキチン誘導体から生成した多くの分解物は第2段階の分解反応で生成したものである。これらには、キチン主鎖からのアセトアミド、およびポリオキサゾリン側鎖の分解や転位から生成したアセトンや窒素含有物などがある。

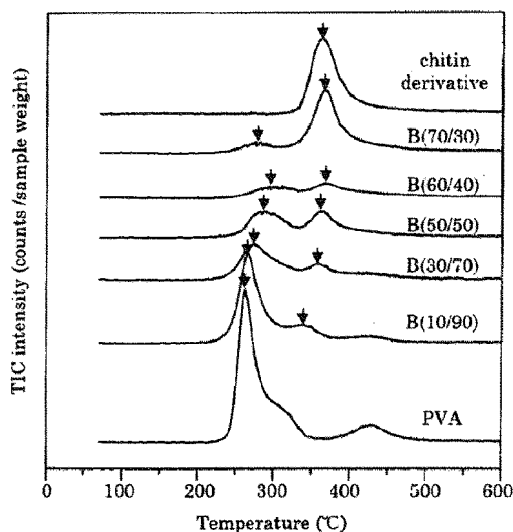


図 1. EGA-MSで観測されたキチン誘導体/PVAブレンドからの熱分解物のTIC発生ガスプロファイル

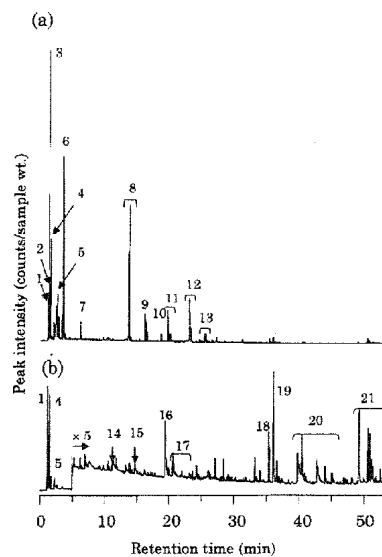


図 2. 加熱中のB(60/40)ブレンドから生成された分解物のTICクロマトグラム (a) 240~340 °C、(b) 340~480 °C

\*H. Sato, H. Ohtani, S. Tsuge, K. Aoi, A. Takasu, M. Okada, *Macromolecules* 2000, 33, 357-362より抜粋

**Keywords :** EGA-GC/MS, キチン, PVA, 熱分解, TIC

**使用製品 :** 多機能パイロライザー, Vent-free GC/MS アダプター, 不活性化金属キャピラリーチューブ

**応用分野 :** ポリマー分析全般

**関連テクニカルノート :** PYA3-009

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  
www.frontier-lab.com/jp