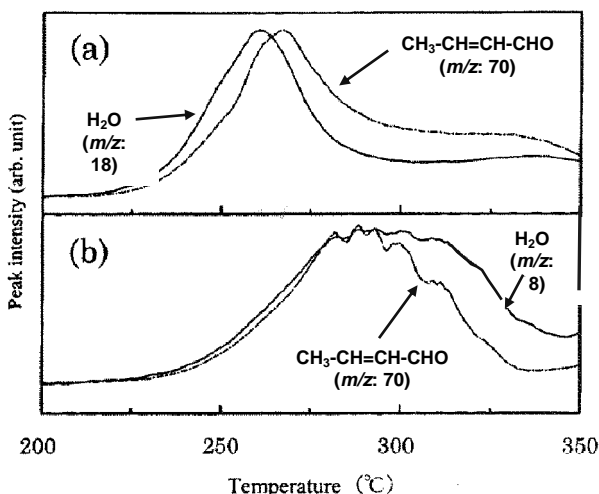


## EGAおよびEGA-GC/MSによるキチンを基材とした ポリマー・ハイブリッドの相溶性の評価

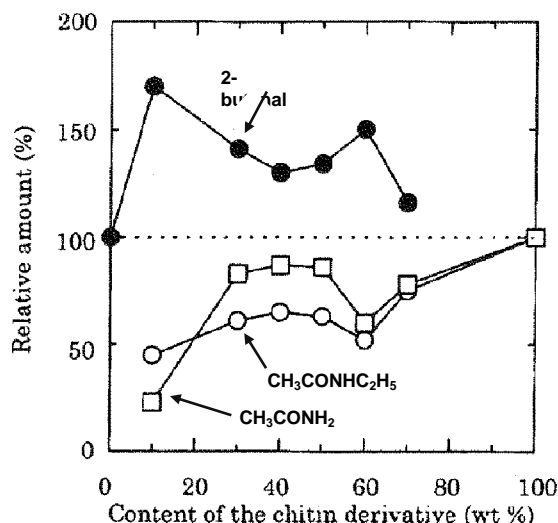
**[背景]** キチンは甲殻類の殻や昆虫の外皮などに存在する多糖類で、その誘導体はポリ(2-アルキル-2-オキサゾリン)の側鎖を持ち、合成ポリマーに対して高い混和性を持つことから、PVAやPVCなどの一般ポリマーにブレンドして新しい機能材料を生み出す努力がなされてきた。ここでは、EGA-MS、EGA-GC/MSおよびPy-GCなどの熱分解技術を、キチン-グラフト-ポリ(2-メチル-2-オキサゾリン)/PVAブレンドシステムの相溶性評価に応用したので報告する。

**[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N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]** ブレンドシステムのPVA部分の熱分解挙動に関して、ブレンド比がどのように影響するかをEGA-MSを使用してSIMモードで観測した。図1(a)に示すように、水が260°Cでの脱水反応から生成した後、270°Cで2-ブテナールが生成される。一方、図1(b)に示すようにPVAだけの場合と比較すると、B(60/40)のブレンドサンプルから生成した水と2-ブテナールの両方の発生ガスプロファイルは50°C高温側にシフトした。290°C以下の領域でも同様な発生ガスプロファイルが観測されたことは、脱水やブレンド中のPVAの主鎖の切断が同時に起こっていることを示唆している。図2にPy-GCを使用して600°Cで得られた、代表的な熱分解物の相対量とキチン誘導体の関係を示す。PVAから生成した2-ブテナールの相対収率は、キチン誘導体のブレンド量の増加と共に増大することが観測された。これはブレンドシステム中のPVAの結晶性が低下して分子間相互作用が増大し、PVA主鎖の開裂へと進んだものと考えられる。PVAのブレンドによってアセトアミドとN-エチルアセトアミドの相対量が減少した。これはブレンドシステム中のPVA分子がキチン誘導体の分子全体と作用して、熱分解に影響したことを示唆している。



**図 1.** EGA-MSで観測された熱分解第1段階での水 (m/z=18) および 2-ブテナール (m/z=70)のSIMカーブ (a) PVA、(b) B(60/40) ブレンドサンプルピーク高は標準化してあります。



**図 2.** Py-GCによって得られた2-ブテナール、アセトアミドおよびN-エチルアセトアミドの相対量とブレンドの成分の関係。破線は分子間の相互作用がないと仮定したときに仮定発生量を示す。

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

**Keywords :** EGA-MS, Py-GC, キチン, PVA, 熱分解, SIM, 2-ブテナール, アセトアミド

**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 :** 高分子分析全般

**関連テクニカルノート :** PYA3-008

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/>