

# 紫外線照射/熱分解-GC/MS法を用いた ポリカーボネートの光・熱・酸化劣化に関する検討

**【緒言】** ポリカーボネート(PC)は、その優れた物性から幅広い分野で使用されているが、その劣化機構はまだ解明されていない部分も多い。一方、紫外線照射/熱分解(UV/Py)-GC/MS法は、迅速なポリマーの劣化評価の新しい手法として有望である。そこで本報では、UV/Py-GC/MS法<sup>1)</sup>をPCの光・熱・酸化劣化機構の解析に適用し、その有効性を検討した<sup>2)</sup>。

**【方法】** UV照射装置には、重水素ランプを光源とするUV-1045Eを用いた。UV照射中の試料温度は、熱による劣化の影響が少ない条件で、できるだけ光劣化を促進させることを考慮して100 °Cとし、空気雰囲気中において1時間にわたりUV照射を行った。UV照射後には、試料中に吸蔵されていると考えられる、高沸点の劣化生成物を分離カラムへ導入するために、雰囲気ガスをヘリウムに切替えた後に、100 °Cから350 °Cまで20 °C/minで試料を昇温加熱する、熱脱着操作を行ってからGC/MS分析を開始した。また、変性ポリマーの構造変化の測定には、ポリエステル系ポリマーの構造解析に有用な、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た。

**【結果】** 予測されるPCの劣化反応をFig. 1に示す。PCの劣化反応としては、主としてカーボネート結合におけるポリマー主鎖の開裂反応および転位反応に伴う分岐構造の形成反応が報告されている<sup>3)</sup>。このことから、揮発性の劣化生成物としては、モノマーであるビスフェノールA(ビスA)が観測されることが予測され、変性ポリマーの分析では、分岐構造を反映した化合物が観測されることが予測される。UVを照射しない場合と、UVを照射した場合の揮発性劣化生成物のクロマトグラムをFig. 2に示す。ビスAの強度が、UV照射なしに対してUV照射ありでは約10倍に増加した。これは、ポリマー鎖中のカーボネート結合の開裂が繰返し起きることによって生成したものと考えられる。また、引き続き行った、試料カップに残留している変性ポリマーの分析結果をFig. 3に示す。UVを照射しない場合では、ほとんど観測されなかった分岐構造を反映するピークAが、UV照射ありでは明確に観測された。以上のように、UV/Py-GC/MS法により、従来報告されているPCの劣化反応を裏付ける化合物を、短時間で明確に観測することができた。

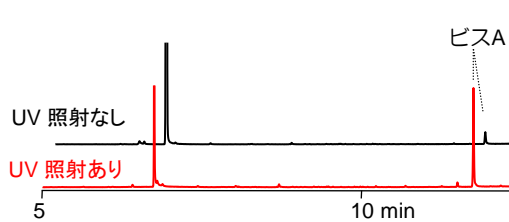
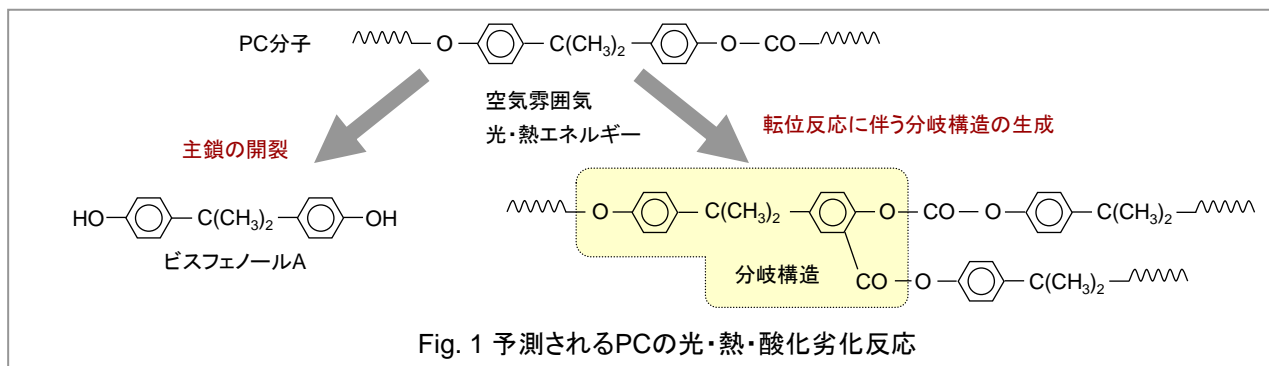


Fig. 2 PCの揮発性劣化生成物のクロマトグラム

分離カラム: UA-1 (ジメチルポリシロキサン, L=30 m, id.=0.25 mm, df=0.25 μm)  
カラム流量: 1 mL/min, スプリット比: 1/10, 試料量(形状): 約15 μg(薄膜)  
GCオープン温度: 40 → 300 °C (20 °C/min)  
熱脱着温度: 100 → 350 °C (20 °C/min)

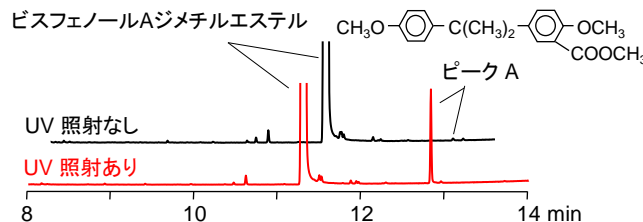


Fig. 3 変性したPCの反応熱分解法によるパイログラム

熱分解炉温度: 400 °C, 反応試薬: TMAH (25 wt.%メタノール溶液, 3 μL)  
スプリット比: 1/50, その他の条件はFig. 2と同じ

- 1) C. Watanabe et al., *Polymer Degradation and Stability*, 94, 1467-1472, 2009
- 2) 穂坂ら, 日本分析化学会第56年会(2007), 11008
- 3) K. Oba et al., *Macromolecules*, 33, 8173-8183, 2000

**Keywords :** ポリカーボネート, 光・熱・酸化劣化, ビスフェノールA, 耐候性試験

**使用製品 :** 多機能パイロライザー, UV照射装置, Vent-free GC/MSアダプター, UA-1

**応用分野 :** 光・熱・酸化劣化評価

**関連テクニカルノート :** PYA2-001, PYA5-001

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/