

【技術紹介】 GPC-FTIR(溶媒蒸発型)による 共重合体の組成分布解析(1)

1. 概要

GPC(もしくは SEC;サイズ排除クロマトグラフィー)に FT-IR 検出器を併用することで、共重合体の組成分布解析が可能になります。ここでは、溶媒蒸発型の GPC-FTIR を用いて、スチレン-メタクリル酸メチル(St-MMA)共重合体の組成分布解析を行った例を紹介します。

2. GPC-FTIR 装置

溶媒蒸発型 GPC-FTIR 装置は、カラムから溶出した溶液をネブライザーから噴霧して溶離液を除去し、残った試料を回転するゲルマニウム(Ge)板に連続的に吹き付けていきます。次に、この Ge 板を FT-IR の試料室の専用ユニットにセットし、Ge 板を回転させながら、固着した溶出成分の IR 測定を連続的に行います。これにより、溶出成分の組成を連続的に分析することが可能となります。

3. 分析例のご紹介

【測定条件】

カラム	: TSKgel GMH _{HR} -H (7.8mmφ×30cm)	2本 (東ソー製)
溶離液	: THF	
カラム温度	: 40°C	
流速	: 1mL/min	
試料濃度	: 2mg/mL	
注入量	: 100μL	

【試料】

スチレン-メタクリル酸メチル(St-MMA)共重合体 (Polymer Source Inc.製)

- (1) ランダム共重合体, スチレン含有量=12mol%
- (2) ブロック共重合体, スチレン含有量=27mol%

【結果】

P(St-MMA)ランダム共重合体(試料(1))の組成分布分析結果を図1に示します。ここでは、RI 検出器(示差屈折率計)を用いて得られた微分分子量分布曲線と、FT-IR によって得られた吸光度比(A_{3084}/A_{2924})の重ね書きを示しました。吸光度比の縦軸(A_{3084}/A_{2924})は、スチレン中ベンゼン環の伸縮振動に起因する 3084cm^{-1} の吸収と、主鎖のメチレン基の伸縮振動に起因する 2924cm^{-1} の吸光度比を示しており、値が大きいほど、スチレン含有量が多くなることを示しています。今回の試料では、高分子量ほどスチレン量が増加することが確認できました。

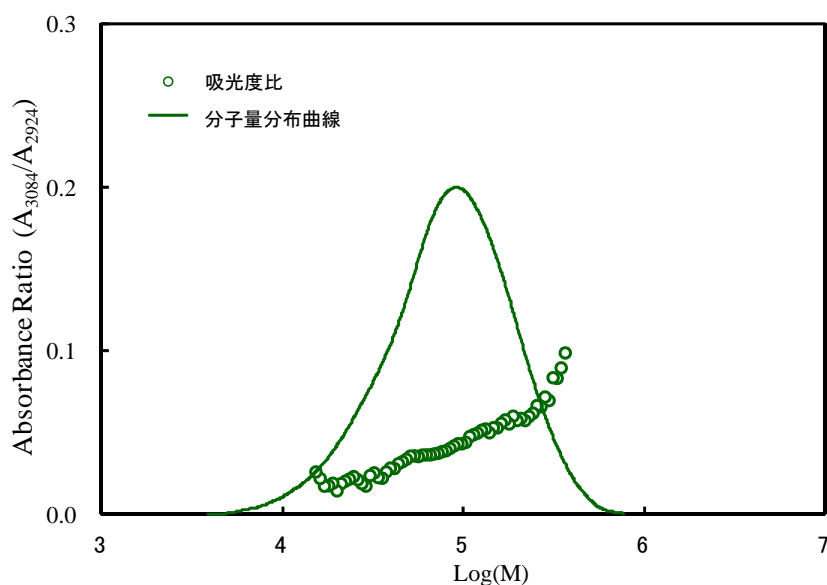


図1 P(St-MMA)ランダム共重合体の組成分布測定結果

P(St-MMA)ブロック共重合体(試料(2))の組成分布分析結果を図2に示します。このブロック共重合体では、低分子量側でスチレン含有量が高く、高分子量側では、ほぼ一定の組成であることが確認できました。

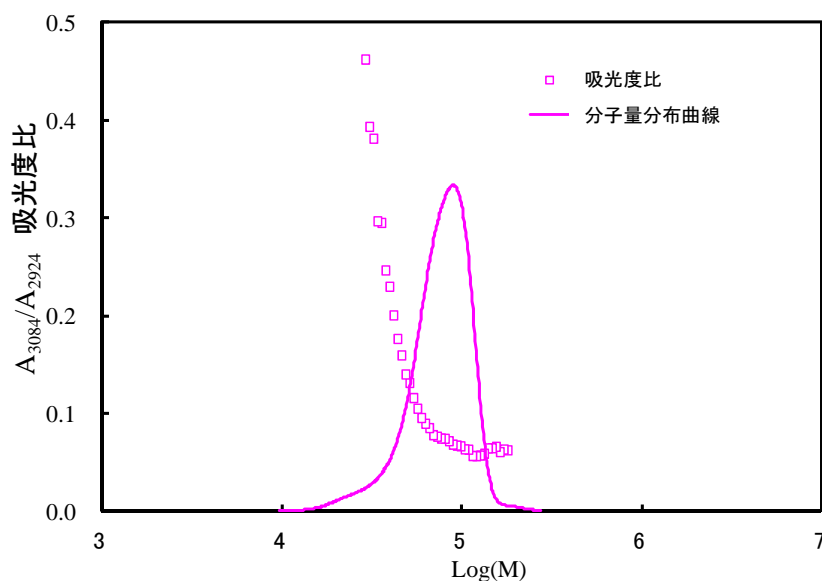


図2 P(St-MMA)ブロック共重合体の組成分布測定結果

4. まとめ

溶媒蒸発型の GPC-FTIR を用いることで、各種共重合体の組成分布分析を行うことができ、ポリマーの重合制御や特性解析などに、非常に有用な情報をご提供することが可能となります。

適用分野 : 分子量測定、組成分析 材料キーワード : PSt-MMA 共重合体