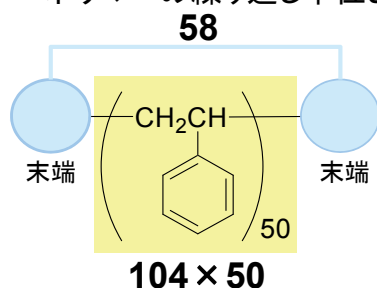


高感度NMRとMALDI-MSを用いた 高分子量ポリマーの末端解析

高感度NMRとMALDI-MSを用いてポリマー末端基の構造解析を行った。MALDI-MS測定からは末端基ユニットの分子量情報が得られ、高感度NMR測定からは末端構造を推定することが可能である。本資料では、高分子量ポリスチレンの末端の構造推定を行った結果、末端は*n*-ブチル基と推定され、さらにピーク面積比から平均分子量まで概算ができた。

MALDI-MS測定による分析

ポリマーの繰り返し単位と末端基に関する分子量情報が得られる



例えば繰り返し数 (n)=50のとき
 $58 + 104 \times 50 + 107 = 5368$
 Ag⁺

両末端基の式量の合計は
58 Daと推定

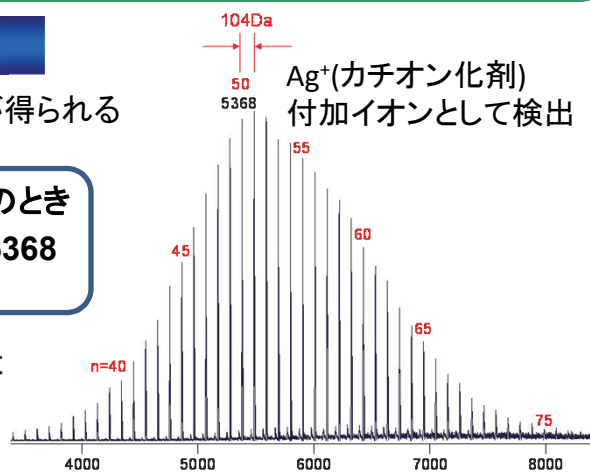


Fig. 1 ポリスチレンのMALDI-MSスペクトル

末端基の分子量情報を得ることが可能

高感度NMR測定による分析

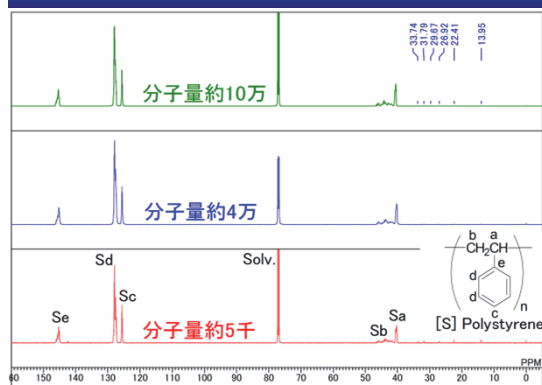


Fig. 2 ポリスチレンの¹³C NMRスペクトル

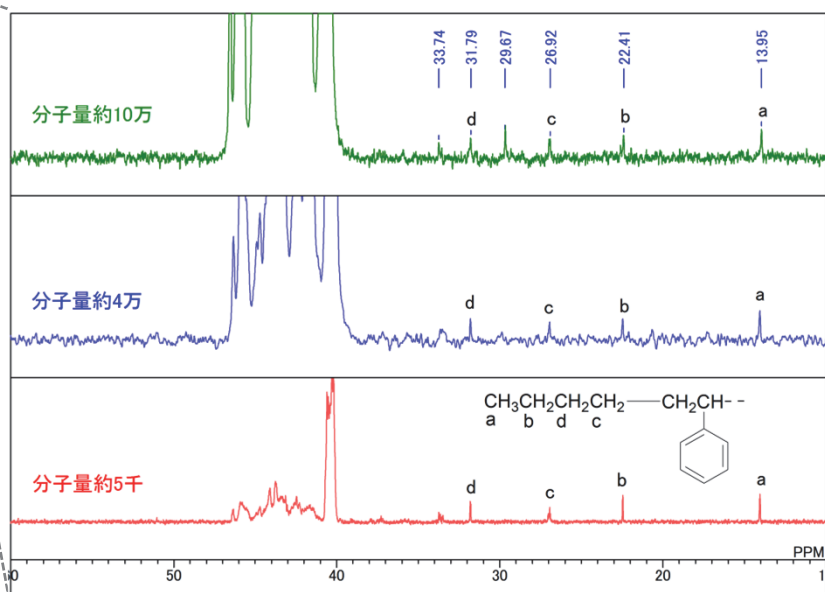


Fig. 3 ポリスチレンの¹³C NMRスペクトル(高磁場側拡大図)

片末端は*n*-ブチル基であることが判明
 さらにピーク面積比の計算から分子量を概算した結果、GPC測定にて算出した値と一致

末端基の構造解析が可能
 さらに分子量約10万の高分子量ポリマーの
 平均分子量の概算も可能

高感度NMRを用いることより、分子量約10万の高分子量ポリマーの末端構造解析が可能である