

TSKgel SuperHによる液晶ポリマーの分子量測定

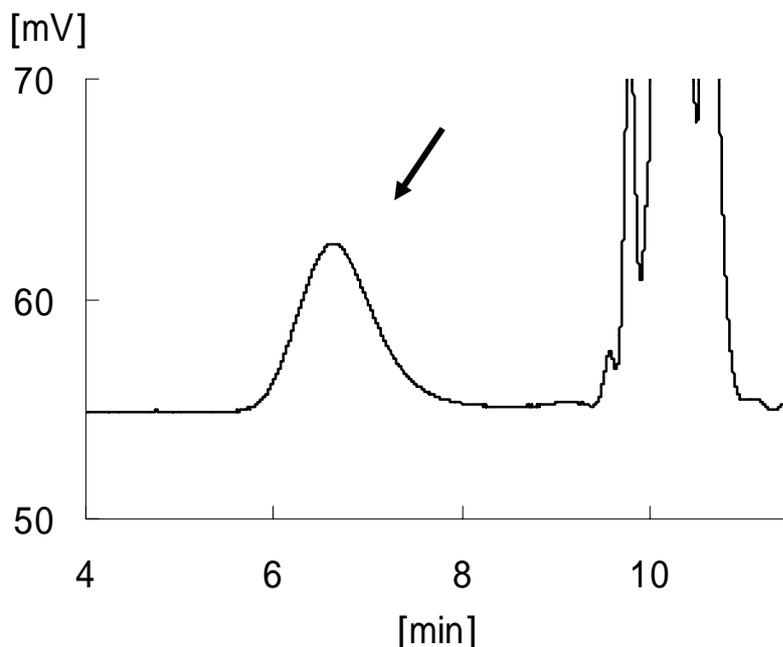
液晶は電卓や時計、最近ではパソコンのディスプレイにも使用され我々の生活の中で非常にポピュラーな存在となっています。これらに使用されているのは低分子液晶ですが、ポリマーの中にも液晶の状態を取り得るものがあり一般に液晶ポリマー（LCP）と呼ばれています。液晶ポリマーには大きく分けて溶液状態で液晶性を示す溶液型液晶（リトロピック液晶）と熔融状態で液晶性を示す熔融型液晶（サーモトロピック液晶）があり、それぞれアラミド繊維、芳香族ポリエステルに代表されます。現在実用化されているLCPは芳香族ポリエステル（液晶ポリエステル）で高耐熱性・高強度と成形しやすさという相反する性能を兼ね備えたエンジニアリングプラスチックとして関心を集めています。この液晶ポリエステルは耐薬品性にも優れており溶解する有機溶剤は非常に限られています。ペンタフルオロフェノール（PFPP）は液晶ポリエステルの溶解する溶媒として知られていますが融点が高い（35℃）上に高価（100gで約6万円）でSECの溶離液として適当ではありませんでした。このPFPPをクロロホルムに溶解し測定溶媒とすれば常温でのLCPのSEC測定が可能になります。絹川はPFPPとクロロホルムの混合溶媒でLCPがSEC測定可能なことを報告しております¹⁾。更に末岡らも同様にPFPPとクロロホルムの混合溶媒でLCPの測定方法を検討しています²⁾。今回、PFPP/クロロホルム混合溶媒を溶離液とし、カラムにはTSKgel SuperHを用いた短時間・省溶媒なLCPのSEC測定を行いました。クロマトグラムを以下に示します。

TSKgel SuperH カラムを使用する事により1試料の測定時間は12分、重ね打ちにより10分間隔での連続測定が可能です。通常の30cmカラムでの測定に比べ測定時間が1/2、溶媒消費量が1/3となりコスト削減に大きく寄与する事が分かります。

1) 高分子論文集 45、531 (1988)

2) 第20回中部化学関係学協会支部連合秋季大会予稿集 298 (1989)

図：液晶ポリエステルのクロマトグラム



) 試料溶液の調製

試料の調製は 2) の方法を参考にして行いました。

- ・ 秤量した試料に対し加温溶解した P F P を等量 (重量) 加え 100 、 2 時間で溶解する。
- ・ クロロホルムを P F P の 2 倍量 (重量) 加えた後、 0.45um のフィルターでろ過し注入試料とした。

) 試薬

- ・ クロロホルム ナカライテスク製 H P L C 用 (安定剤入り)
- ・ ペンタフルオロフェノール アルドリッチ製

) 測定条件

- ・ カラム : T S K g e l S u p e r H M - H (6.0mmI.D. × 15cm × 2)
リファレンスカラム使用
- ・ 溶媒 : クロロホルム / ペンタフルオロフェノール = 2 / 1 (重量比)
- ・ 流速 : 0.6 ml/min (リファレンス 0.2ml/min)
- ・ 温度 : カラム 40 装置・ R I 40
- ・ 圧力 : 62 kgf/cm²
- ・ 注入量 : 20 ul
- ・ 検出 : RI (HLC-8120GPC 内臓)
- ・ 装置 : H L C - 8 1 2 0 G P C 、 G P C - 8 0 2 0
- ・ 分子量標準 : 標準ポリスチレン (東ソー製)

* カラムの溶媒交換 ; T H F クロロホルム クロロホルム / P F P の順に溶媒交換しました。
溶媒交換は 0.2ml/min で行いました。

* 接液部の材質 ; チェック弁のスペーサー、ローターシールは全てポリイミド製に交換しました。

* 溶離液はオンラインデガッサを通さず、吸引脱気したものをそのまま使用しました。

* R I のベースラインをより安定化するためにリファレンスフローとしました。

(一般に混合溶媒は単一溶媒に比べ R I の安定性が良く有りません)