

【技術資料】 特殊溶媒系 GPC によるポリマーの分子量分布測定 ～ 芳香族ポリケトン分子量測定 ～

概要

ポリエーテルエーテルケトン(PEEK)に代表される芳香族ポリケトンは、スーパーエンブラに分類され、極めて高い機械強度、耐衝撃性、耐薬品性等を示します。一方、このポリマーは非常に高い耐薬品性のため、溶解できる溶媒がほとんどなく、分子量測定は、一部の特許に記載された塩素系混合溶媒を用いた GPC 法などに限定されています。

今回、ペンタフルオロフェノール(PFP)を用いた GPC により、各種ポリケトンの分子量測定を行いました。

分析事例

PFP は常温では固体($mp=34^{\circ}C$)であることから、そのまま常温 GPC で用いることが困難な他、GPC の接液部の樹脂部品さえも溶解してしまうほど溶解性が高いという課題がありました。このため、GPC 装置を耐 PFP 仕様に改造した上で、PFP にクロロホルムを加えた混合溶媒を溶離液として用い、GPC による分子量測定を行いました。なお本法は、液晶ポリマー(LCP)の分子量測定に用いられている方法¹⁾を応用しました。

1. 主な分析条件

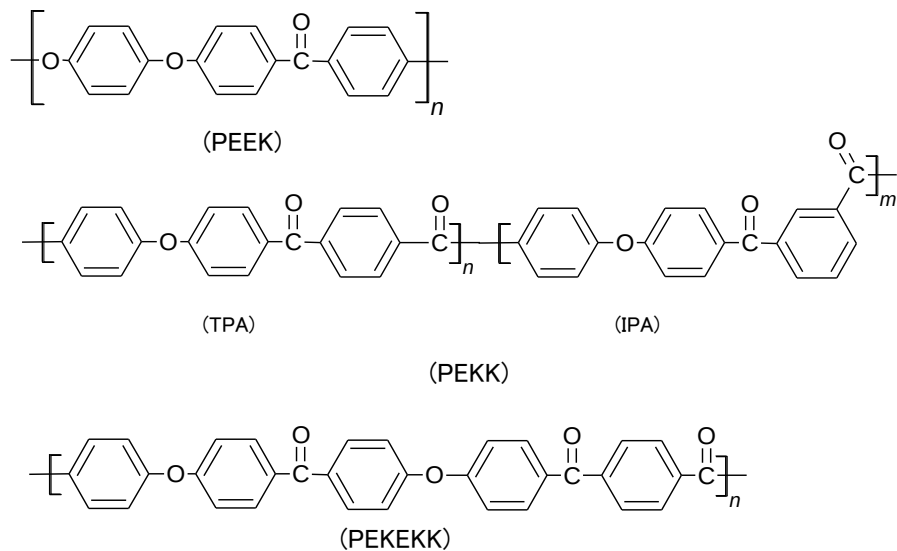
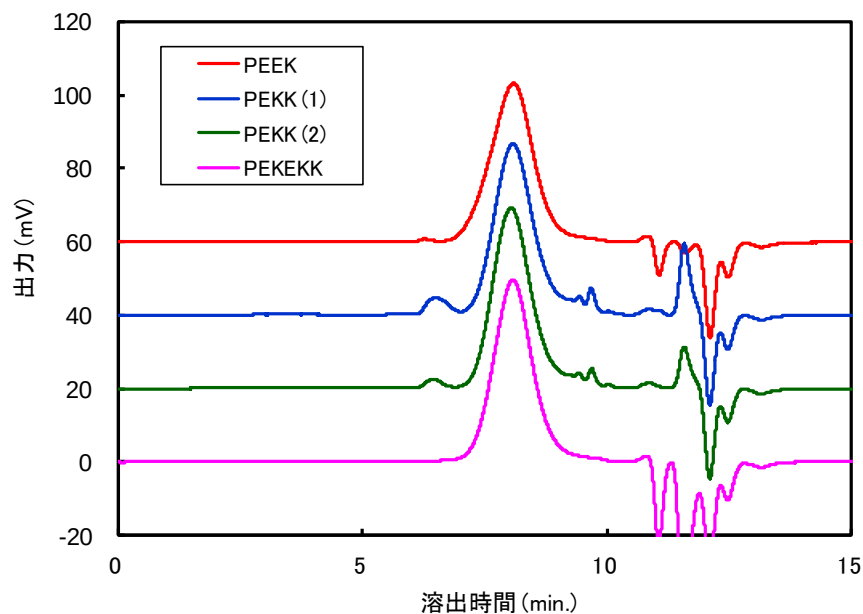
- ・ 装置 : HLC-8320 (東ソー製)
- ・ カラム : TSKgel SuperHM-H × 2 本 (東ソー製)
- ・ 溶離液 : PFP/クロロホルム = 1/2(wt/wt)
- ・ 流速 : 0.6mL/min.
- ・ 温度 : 40℃
- ・ 試料濃度 : 0.1%
- ・ 注入量 : 20 μ L
- ・ 分子量標準 : ポリスチレン (東ソー製)

2. 試料

- ・ ポリエーテルエーテルケトン (PEEK)
- ・ ポリエーテルケトンケトン (PEKK) (1) : TPA/IPA=60/40
- ・ ポリエーテルケトンケトン (PEKK) (2) : TPA/IPA=80/20
- ・ ポリエーテルケトンエーテルケトンケトン (PEKEKK)

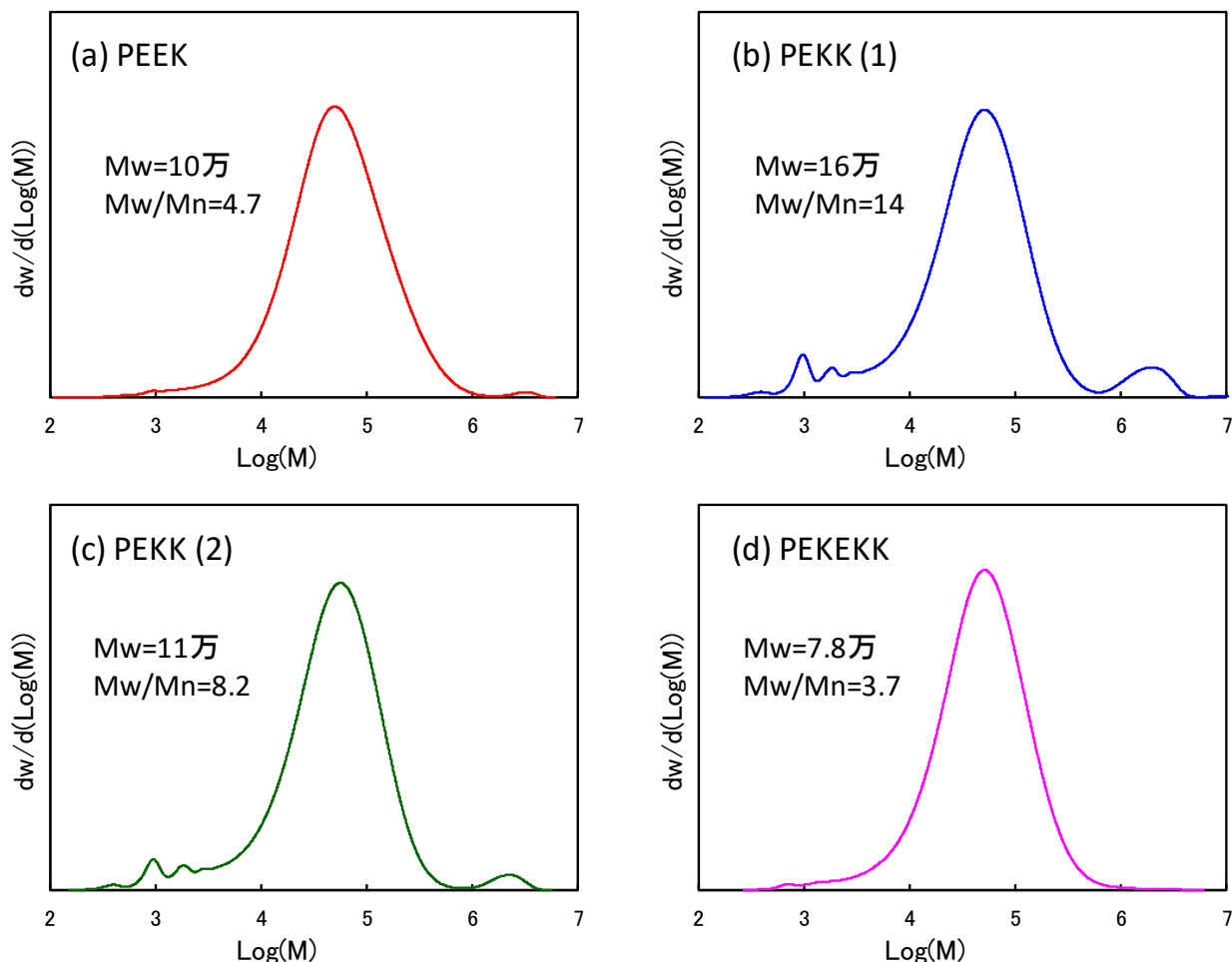
3. 分析結果

各試料の GPC クロマトグラムを図1に示します。いずれの試料についても、良好なクロマトグラムが得られています。



【図 1】 ポリケトンの構造式と PFP/クロロホルム系 GPC によるクロマトグラム

図 1 より得られた微分分子量分布曲線を図 2 に示します。



【図 2】 ポリケトンの微分分子量分布曲線

以上の結果から、PFP/クロロホルム系 GPC を用いると、芳香族ポリケトンの分子量測定が可能なことが確認できました。

参考文献：テクニカルインフォメーション No.107. 東ソー株式会社

適用分野：GPC、SEC

材料キーワード：芳香族ポリケトン、PEEK