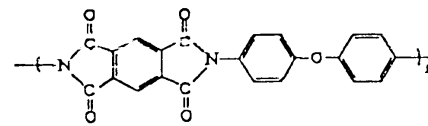
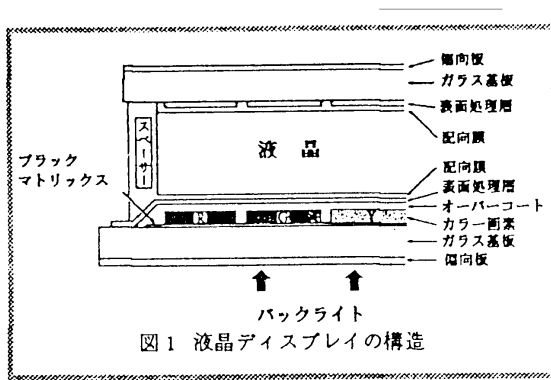


## 液晶配向膜中の残存溶媒測定

液晶ディスプレイなどに使用される配向膜用材料としては、ポリイミド樹脂が使用されている。この樹脂は、約 500 オングストロームの程度の薄い膜厚で使用されることから、樹脂を希釈した溶媒（ブチルセロソルブ、エチルセロソルブアセート、N - メチル - 2 - ピロリドン、エトキシプロパノール等）は予備加熱及び焼成の段階で除去されるものときれている。ところが、これらの溶媒は極性が高いことから強固なポリイミド薄膜に取り込まれていることが判明したので報告する。

### 液晶配向膜

図 1 にバックライト型ディスプレイの断面図を示す。液晶を中心にして 2 枚の平行な配向膜が存在する。この配向膜は、市販の液晶配向膜材料をそのまま表面処理を行ったガラス基板の上に滴下して、予備加熱の後、焼成してフィルム化したものである。この段階で脱水による閉環反応が起きて、たとえ式 1 に示すポリイミド被膜が形成されるものときれている。



式 1 代表的な液晶配向膜の化学構造

### 分析条件

有機溶媒に溶解させた市販の液晶配向膜材料を、ガラス板上にキャストフィルムを作り予備乾燥させた後 200 ~ 250 で 10 分間焼成させた被膜をナイフでかき集め、パイロヒールに包み込み熱分解を行い GC / MS で測定を行った。

熱分解装置：キューリーポイントパイロライザ JHP 3S 型

熱分解温度：445 ~ 740                      オープン及びニードルヒーター温度：250

GC / MS：島津 QP 2000

カラム：DB - 5ms, 0.25mm X 30m    カラム温度：40 (3min) ~ 300 , 10 /min

イオン化方式：EI, 70e                      イオン化室温度：250

## 分析結果

### 熱分解温度の検討

配向膜が熱分解を起こさない温度、例えば 445 では配向膜中に取り込まれている残存溶媒をまったく検出することができなかつた。590 では配向膜は一部分解されるが残存溶媒のピーク面積の再現性が良くなく、逆に 740 より高い温度では残存溶媒も一部分解され再現性が劣ることが分かった。このことから 670 が最もこの分析に適した温度であることが判明した。

### 配向膜焼成温度の検討

配向膜材料を常法によってガラス板上に滴下し、50 で予備加熱を行なった後、焼成時間を 10 分間として焼成温度を変化させたところ、250 では配向膜中には溶媒が残存しないことが判明した。

### 分析例

市販の配向膜材料を 200 で焼成したものを 650 で 5 秒間熱分解して得られたパイログラムを図 2 に示す。

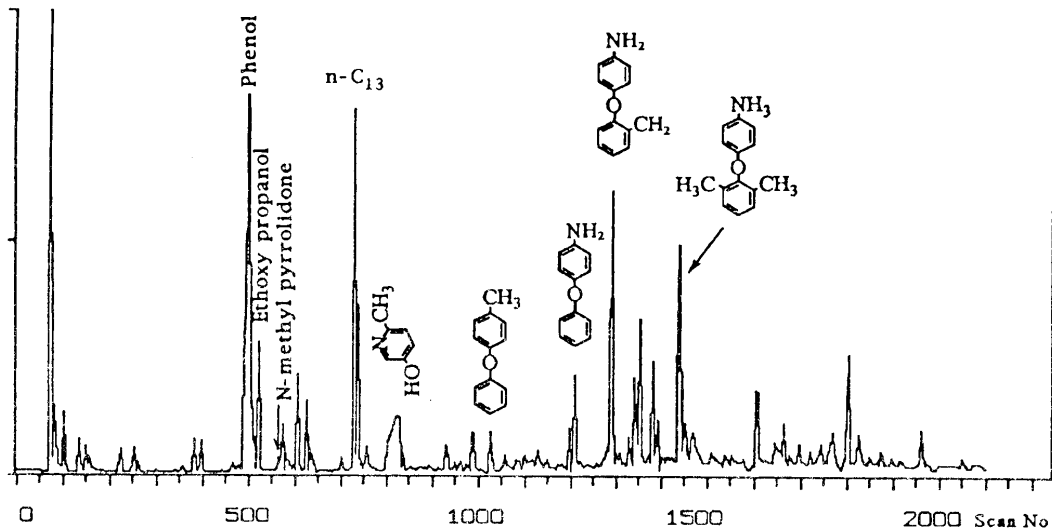
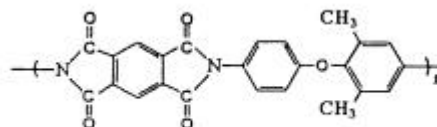


図 2 配向膜のパイログラム

このパイログラムに現われている大多数のピークは、配向膜が熱分解され生成したものであるが、Scan No 500 ~ 600 の間に誘電率を変化させる原因となる Ethoxy propanol および N-methyl-2-pyrrolidone ピークが観察される。このことは配向膜中にそれらが残存していたことを示すもので、この分析法によって残存溶媒の定量分析ができることが判明した。

### 配向膜材料の基本構造

scanNo.730 に流出した n-C<sub>13</sub>(トリデカン)の帰属が不明であるが、これは溶媒として添加されたものではなく化学結合していたものが、熱分解によって生成したものであると考えられる。このパイログラム及び IR 測定の結果から推定されるこの配向膜材料の基本構造を式 2 に示す。



式 2 配向膜材料の推定される基本構造