

L124

マイクロリアクターを用いたエマルジョンからの再沈澱によるポリイミドナノ粒子の作製

(産総研) ○(正) 石坂 孝之*・石垣厚・(正) 佐藤 正大・(正)川波 肇・

横山 敏郎・鈴木 敏重・鈴木 明

(ワイエムシィ) 中川 俊哉・大西 宏昇・前澤 真

1. 緒言

ポリイミド (PI) は、高強度、高弾性、高耐熱性、耐溶剤性等の優れた特性を有する高分子の一種で、現在、過酷な条件下で使用される材料として使用されている。これまでのPIの使用形態は、成型体やフィルムであった。微粒子という形態においても様々な分野で利用できると考えられが、微粒子の製造に関する研究¹⁾は少ない。

登壇者はこれまで、PIの前駆体ポリマーであるポリアミック酸 (PAA) の溶液をPAAの貧溶媒であるシクロヘキサンへ注入、再沈澱させてPAAナノ粒子分散液を作製した後、脱水環化試薬により分散液状態でPIへ転化させる手法によりPIナノ粒子の作製を行ってきた²⁾。しかしながら、基本的にはバッチ法であり、実用化を見据えると連続合成は必須である。前記手法に倣い、マイクロミキサーにより再沈澱・微粒子化を行ったが、バッチ法の1/10程度の濃度で作製しないと閉塞が起き、連続製造は困難であった。そこで、本研究では、PAA溶液を分散体としたエマルジョンを一旦、マイクロミキサーにより作製した後に、エマルジョンから再沈澱させるという手法によりPIナノ粒子の連続合成を検討した。

2. 実験

Fig. 1 に作製プロセスの概略図を示す。PIは一般的に有機溶媒に溶解しないため、前駆体ポリマーであるPAAの*N,N*-ジメチルアセトアミド (DMAc) 溶液 (0.5, 1, 2, 3 wt%) を使用した。使用したPAAの構造をScheme 1に示す。PAAの貧溶媒としてヘキサンを用いた。DMAcとヘキサンは、室温では完全に混合せずに35°C以上では任意の割合で混合するため、室温でエマルジョンを作製した後に、高温にすることで微粒子が生成すると予想される。PAAの粒子作製をワイエムシィのマイクロリアクターシステム

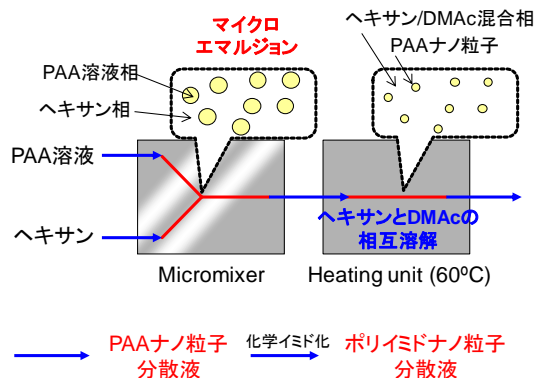
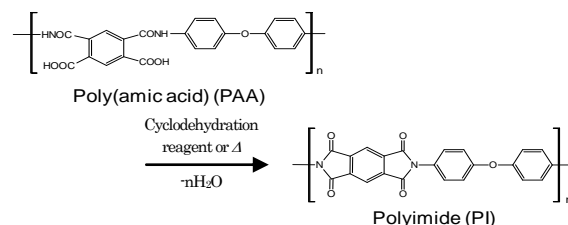


Fig. 1 Schematic representation of preparation of PI nanoparticles.



Scheme 1

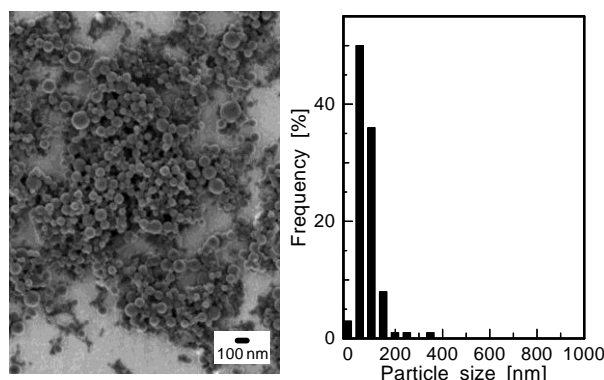


Fig. 2 SEM image and size-distribution of PI nanoparticles.

μ KeyChem-L (Y字ミキサー: 25°C、内径 500 μm、滞留時間ユニット: 60°C、2 mm) を用いて行い、その後直ちに、化学イミド化処理を行った。

3. 結果・考察

PAA溶液 (0.5 wt%) の流量 8 ml/min に対してヘキサンの流量 20 ml/min で混合したところ、白濁したエマルジョンが生成していることが確認された。加熱後では半透明の液体が得られ、PAAナノ粒子の生成が示唆された。イミド化後のSEM像と粒子サイズ分布をFig. 2に示す。平均粒径 103 nmの球状の粒子が得られた。

種々の濃度のPAA溶液を用いて作製したところ、0.5 wt% ~ 2 wt% までは、濃度の3乗根に比例して平均粒子サイズが増大した。このことよりエマルジョン一つから一つの粒子が生成していることが示唆される。また、3 wt% ではより大きな粒子が得られた。粘度測定の結果によると、2.5 wt% あたりから急激な粘度増大が認められるため、粒子サイズの増大は、粘度の影響により、より大きなエマルジョンが生成したためと考えられる。

参考文献

- 1) Z. Chai *et al.*, *J. Polym. Sci. Part B: Polym. Phys.*, **41** (2003) 159
- 2) M. Suzuki *et al.*, *J. Nanosci. Nanotechnol.*, **7** (2007) 2748.

*石坂孝之 Tel:022-237-2098, Fax :022-237-5388,

t-ishizaka@asit.go.jp