

E219

超臨界二酸化炭素放電プラズマ中での窒素を含有する ポリマーの合成に関する研究

(熊大院自)○(学)永渕 功一・(正)ワユディオノ・(学)三樹 将史・(学)渡辺 弘・
(正)喜屋武 純・(学)宮地 一聰・(学)猪原 武士・(熊大工)(学)亀田 卓・
(熊大バ イオレクトリクス) (正)秋山 秀典・(熊大院自) (正)佐々木 満・(熊大バ イオレクトリクス) (正)後藤 元信*

1. 緒言

分子内に窒素元素を含有したポリカルバゾールやポリピロールは共役系の広がりを持つ導電性高分子の一つである。ポリカルバゾールやポリピロールは銅や銀に比べて導電性は小さいが加工性や軽量性に優れているため、ディスプレイなどの分野で重宝されており、今後様々な用途での応用が期待されている。しかし、そのポリカルバゾールの合成法に関する報告は非常に少なく、報告されている合成法に関しても、三フッ化ホウ素ジエチルエチラート(BFFE)+CHCl₃電解質を用いる電解重合のもので、使用する溶媒が非常に有害である。

一般的に、媒質中でプラズマ放電を印加すると、その状態をイオン化し、多数の高エネルギー電子やフリーラジカル等を生成することが知られている。本研究ではそれら高反応性活性種およびプラズマ放電の反応制御性に着目し、当該反応場を重合度制御性・高分離能に特化した重合反応場として応用することを目的とし研究を行った。

2. 実験

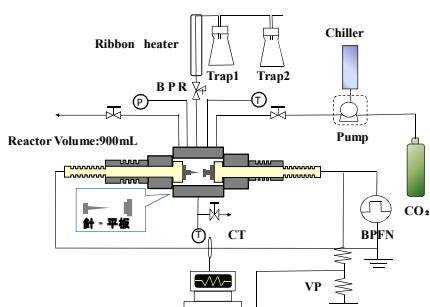


Fig. 1 実験装置図

Fig. 1 に実験装置の概略図を示す。実験装置は中央にタンクステン製の針とステンレス製の平板の電極を約1 mmの電極間距離で設置してある約900 mLのステンレス製の反応器を使用した。また、プラズマ発生装置にはブルームライン型パルスネットワーク(BPFN)と昇圧トランスで構成されたパルス電源を用いた。まず、反応器の内部を二酸化炭素によって置換し、アセトン20 mLに溶かしたカルバゾール約0.3 g またはピロール20 mLを加え、温度323 K、圧力10

MPa (または12 MPa)まで昇温・昇圧を行った。放電は放電光を確認した場合に1回とカウントし、約10000回または約2200回放電を行った。反応後のサンプルはアセトンまたはエタノールにトラップして捕集した。また、反応器内に残った固体を回収した。回収したサンプルは、FT-IR、NMR、MALDI-TOF-MS またはHPLCを用いて分析した。

3. 結果と考察

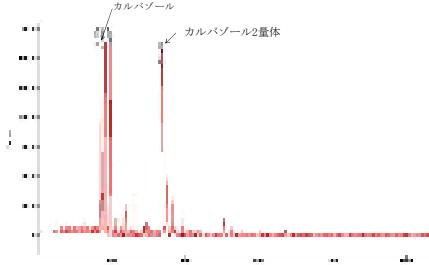


Fig. 2 実験サンプルの MALDI-TOF-MS スペクトル(カルバゾール, 323 K, 10 MPa, 10000 回放電)

Fig. 2 に MALDI-TOF-MS による分析結果を示す。分析結果を見ると試料であるカルバゾールのピークの他に、分子量334のピークが検出された。この分子量334のピークはカルバゾール二量体の分子量に近いためカルバゾールの二量体ではないかと考えている。また、FT-IR およびNMR による分析結果からは、生成物のピークは確認できなかった。ピロールのHPLC の分析結果からは、ピロールのピークの他に新しい生成物の小さなピークが検出されたものの、構造決定には至っていない。現在、さらなる実験および分析を継続中である。

謝辞

本研究は熊本大学 G-COE プログラム「衝撃エネルギー工学グローバル先導拠点」の協力を得て遂行しました。ここに感謝の意を表します。

*連絡先:

TEL:096-342-3664, FAX:096-342-3665,
E-mail: mgoto@kumamoto-u.ac.jp