

K03

有機溶媒を利用したポリマー中へのナノ粒子分散

(広大工)○柳 楽 愛・(広大院工)岡本 真明・
(広大院工)(正)春木 将司・(正)木原 伸一・(正)滝瀧 繁樹*

1. 緒言

現在、ポリマー材料は我々の生活を支える基幹材料の一つになっており、材料の高品質化とともに従来にない高機能性材料が求められている。従来このようなポリマー開発は合成技術の発達に支えられてきたが開発サイクルが長いため、既存の材料を組み合わせたブレンド・アロイ・コンポジットによる機能性材料の開発が求められている。その中で有機・無機ナノ粒子を分散させたポリマー系ナノコンポジットの開発が最近注目されている。しかしながら一般にナノ粒子は凝集しやすくポリマー中への分散方法とともにナノコンポジット材料の特性を発現させる方法は明らかでない。

一方で一般に絡み合い系高分子は絡み合いにより遅い緩和を示すため、分散したナノ粒子の凝集を抑え、ナノ粒子の分散状態を安定化できナノ粒子の特性を発現させることができると考えられる。そこで本研究ではポリマーの絡み合い空間にナノ粒子を内包する方法として急速共沈法(rapid precipitation; RP 法)と溶媒蒸発法(solvent evaporation; SE 法)を用いて試料を作製し、レオロジー特性から両方法の相違についての検討した。

2. 材料調整

ナノ粒子に C_{60} (98 %, Sigma Aldrich)、ポリマーに a-PS (G9504, PS Japan corp., $M_w = 329$ kg/mol)を用い、Fig. 1 に示す RP 法と SE 法にて材料調整を行った。

(a) RP 法による試料調整法: Toluene (Sigma Aldrich)に濃度 1.5 wt%で PS を溶解させ、 C_{60} は Toluene に飽和溶解させて後、両者を混合した。混合溶液を PS, C_{60} 共に貧溶媒である Methanol に滴下し、共沈した試料を PTFE フィルター (3.0 μ m pore, Advantec corp.)を用いて濾過後、真空下で十分乾燥した。

(b) SE 法による試料調整法: RP 法に示した方法で作成した PS/ C_{60} /Toluene 溶液を一定温度で 3 日間自然乾燥し、さらに真空下で十分乾燥した。

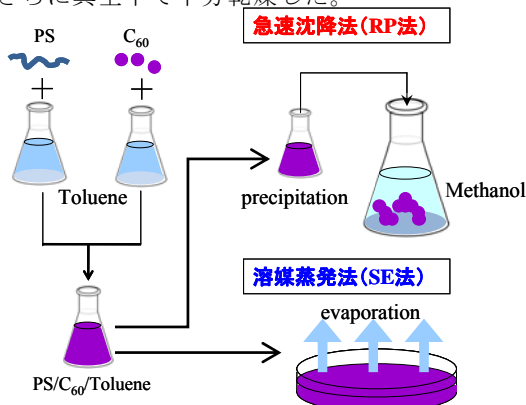


Fig. 1 Sample preparations by the RP and the SE methods.

3. 実験結果と考察

PS/ C_{60} /Toluene 混合溶液の共沈時の温度を 20, 30, 40 $^{\circ}$ C として RP 法を用いて試料を作成し (PS 中の C_{60} の濃度 $w_{C60} = 5$ wt%), 線形粘弾性を測定した (Anton Paar UDS200)。それを Cox-Mertz 則によりせん断粘度に換算した結果を Fig. 2 に示す。Pure PS の粘度と比較して、共沈時の温度 20 $^{\circ}$ C の値が増加し、30, 40 $^{\circ}$ C の値は低下するという結果になった。温度に対するポリマー鎖の広がり C_{60} の分散に強い影響を与えている

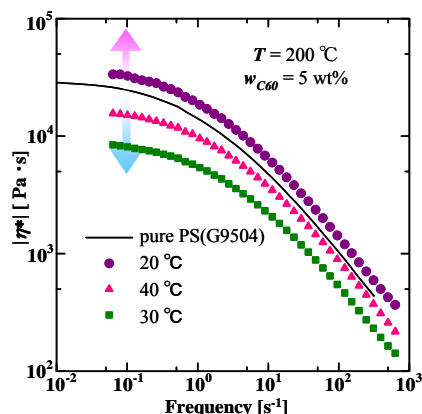


Fig. 2 Comparison of the shear viscosity by the samples precipitation temperature.

と考えられるが、 C_{60} の分散状態の直接的な比較は現在のところ十分にはできていない。

次に RP 法および SE 法で作成したサンプル ($w_{C60} = 0.5, 3.0, 5.0$ wt%) の換算粘度と C_{60} 濃度の関係を Fig. 3 に示す。RP 法で作成したサンプルは上記の結果を踏まえ、共沈時の混合溶液の温度を 30 $^{\circ}$ C にして調整した。RP 法, SE 法ともに粘度は低下し、 C_{60} ナノ粒子が可塑化効果を示すことがわかる。また RP 法のほうがナノ粒子が 0.5 wt%の少量でも可塑化効果は大きい結果となった。光学顕微鏡で観察したところ SE 法では C_{60} 凝集体 (結晶) が確認されたが RP 法では同様のものは見られなかった。一方類似のサンプルで報告されている SE 法で作成した $w_{C60} = 10$ wt%のサンプルは粘度が増加することが示されており¹⁾, C_{60} 添加量によりナノ粒子の分散性が大きく変化する可能性も考えられる。

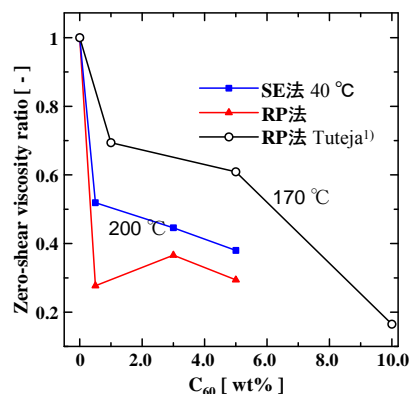


Fig. 3 Influence of C_{60} weight fraction on the zero-shear viscosity.

4. 結言及び今後の予定

RP 法と SE 法を用いてポリマーナノコンポジットを作製した。RP 法で共沈時の混合溶液の温度は粘度特性に大きな影響を与えることが分かった。また、 C_{60} の濃度と換算粘度との関係を試料調整方法を変えて比較した結果、RP 法, SE 法ともに pure PS と比較して粘度が低下し、特に RP 法では少量の C_{60} で粘度低下はほぼ一定となった。一方、既往の報告では SE 法で作成した試料の粘度は増加傾向を示しており、今後はより高い C_{60} 濃度での検討を行っていく予定である。

参考文献 1) A. Tuteja et al., *Macromolecules*, **40**, 9427-9434 (2007)

*Tel:082-424-7713 E-mail: r736735@hiroshima-u.ac.jp