

芳香族ポリアミド微粒子の作製

キーワード：微粒子、芳香族ポリアミド、沈澱重合

はじめに

ポリアミドは、耐熱性、耐薬品性、力学的特性等に優れていることから、日用品から工業品にわたる幅広い分野で用いられている。特に、防弾チョッキなどにも用いられているケブラー（商品名）などで代表される芳香族ポリアミドは、脂肪族ポリアミド（例えば、ナイロン）よりもさらに優れた耐熱性や力学的特性を有している。しかし一方で、これらの特性が故、成形加工が困難であるという欠点も持ち合わせている。例えば、優れた耐熱性を示すため熔融成形が困難であることや、優れた耐薬品性を有するため濃硫酸や一部のアミド系有機溶媒などにしか溶解しないことなどが挙げられる。このため、市販および研究されている芳香族ポリアミドの形態としては、繊維やフィルムなどに限られ、微粒子や粉体に関する報告は殆ど見られない。ここでは、我々が開発した作製手法を用いることにより得られた芳香族ポリアミド微粒子について、その形状や特性を紹介する。

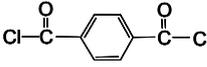
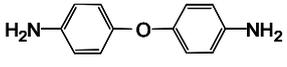
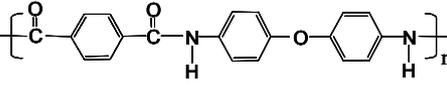
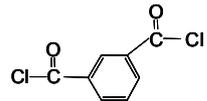
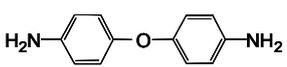
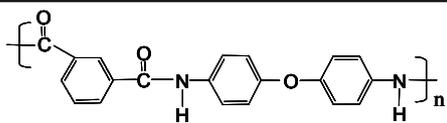
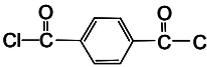
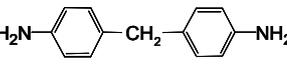
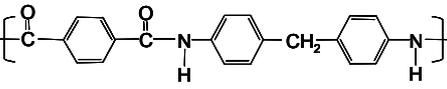
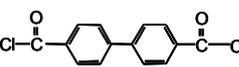
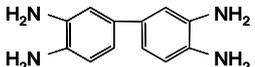
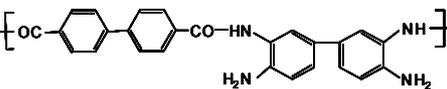
微粒子の作製方法

表1には、原料として用いた酸クロライド、アミンおよび得られたポリアミドの化学構造（Type I～IV）を示す。一定量の酸クロライドとアミンを水やピリジンなどを含むアセトン中などで、超音波照射下沈澱重合を行った。得られた微粒子については、遠心分離と洗浄を繰り返すことにより精製を行った。また、その形状や特性については、走査型電子顕微鏡（SEM）観察、熱分析、赤外分光分析およびX線回折などにより評価した。

作製した微粒子の形態および特性

今回紹介する芳香族ポリアミド微粒子は、大きく2つに分類できる。すなわち、1) 官能基を持たない芳香族ポリアミド微粒子（Type I～III）と、2) アミノ基を有する芳香族ポリアミド微粒子（Type IV）である。作製したポリアミド微粒子のSEM写真を図1(a)～(d)に示す。

表1 作製したポリアミド微粒子の化学構造

	酸クロライド	アミン	ポリアミド
Type I			
Type II			
Type III			
Type IV			

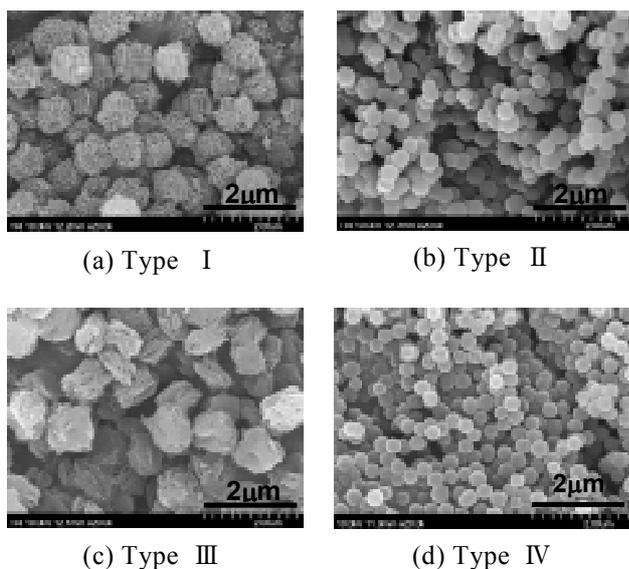


図1 ポリアミド微粒子のSEM写真

1) 官能基を持たない芳香族ポリアミド微粒子 (Type I～III)

Type Iでは表面の凹凸が顕著な球状粒子(平均粒径: 875nm / 変動係数: 11%)が、Type IIでは表面がフラットな球状粒子(273nm / 26%)が、Type IIIではパイ状粒子(1.16μm(長軸方向) / 8%)が得られた。次にこれら微粒子の比表面積を窒素ガスを用いBet法により測定したところ、Type I～IIIはそれぞれ101.3m²/g、13.5m²/gおよび47.3m²/gという値を示し、表面のモルフォロジーと密接な相関が認められた。また、X線回折により得られた回折パターンから、これら粒子の結晶化度も大きく異なることが分かった。すなわち、これら3者を比較すると、Type Iの結晶化度は最も高く、Type IIIはType Iより低かった。また、Type IIはほぼ非晶であった。このように、原料として用いる化合物および反応溶媒の組み合わせを変えることにより、様々な形状および特性を示す微粒子を作製することが出来た。また、熱分析(TG/DTA測定)から、これら微粒子の熱分解温度(5wt%loss)はすべて450℃以上を示し、優れた耐熱性を示した。このとき、融点は示さなかった。

2) アミノ基を有する芳香族ポリアミド微粒子 (Type IV)

Type IVでは、表面がフラットな球状粒子(292nm / 15%)が得られた(図1(d))。また、比表面積は14.6m²/gを示し、結晶状態は非晶であった。一方、Type IV微粒子の赤外スペクトルでは、3240cm⁻¹にアミド結合に対応するバンドが、3340cm⁻¹にフリーのアミノ基に対応するバンドが確認された。このようなことから、これらの微粒子はアミノ基を有する芳香族ポリアミド微粒子であると考えられる。アミノ基は反応性に富むことから、他の化合物による様々な表面修飾や高機能化も可能である。例えば、これら微粒子を①アルキル鎖などで表面修飾することにより、様々な溶媒における分散安定性が制御できることや、②シランカップリング剤により表面修飾を行い、さらに無機材料と複合化することにより、新たな機能が付与できることなどもこれまでの研究において確認している。

また、本作製手法と同様の手法で、アミノ基以外にも、カルボキシル基や水酸基などを有する芳香族ポリアミド微粒子も作製可能である。

用途

作製した微粒子は優れた単分散性、耐熱性、耐薬品性を有するナノ・サブミクロンサイズの芳香族ポリアミド微粒子であることから、塗料、充填剤、改質剤、炭素材料などとしての多様な展開が期待できる。更に、官能基を有する微粒子についてはこれらを他の機能性材料で表面修飾することにより新たな機能の付与も可能であることから、医療用担体、クロマトグラフ用担体や触媒担体などへの応用も可能である。このようなことから、芳香族ポリアミド微粒子は優れた耐熱性や耐薬品性を有する微粒子としてだけでなく、様々な用途に対応できる機能性微粒子としても、利用が期待できる。