

Title	均一溶液からの相分離誘起を利用したポリプロピレン 微粒子の調製とナノコンポジット材料への応用
Author(s)	池田, 浩気
Citation	
Issue Date	2013-03
Type	Thesis or Dissertation
Text version	none
URL	http://hdl.handle.net/10119/11249
Rights	
Description	Supervisor:寺野稔, マテリアルサイエンス研究科, 修 士

【緒言】

ポリマー微粒子は塗料・接着剤などの工業分野において広く利用されている。ポリプロピレン (PP) は高い耐熱性や耐薬品性、優れた力学的特性を持ち、軽量、安価といった特長を持ち、環境に優しいことから有用な材料といえる。ポリマー微粒子の一般的な調製法として乳化重合があるが、プロピレン重合には適用できず代替法が検討されてきた。最近、熱誘起相分離法 (thermally induced phase separation method) による新たな PP 微粒子調製法が報告され、10 μm 弱の PP 微粒子が調製された[1]。しかし、これまでサブミクロンサイズの PP 微粒子の調製例の報告はない。本研究では、急冷だけではなく貧溶媒と組み合わせることで相分離を引き起こし、サブミクロンサイズの PP 微粒子をつくることを目指した。ナノコンポジットは少量のフィラーの添加で物性の向上が期待できるが、PP は非極性、フィラーは極性であることから相容性が悪く、フィラー同士が凝集してしまうという問題があった。そこで PP 微粒子を用いた粒子同士の混合による新規調製法で、フィラーが高分散したナノコンポジット調製を試みた。

【実験】

50 ml のデカリンに PP ($M_w = 3.2 \times 10^5$, $MWD = 4.2$, $MFR = 1.5 \text{ g}/10 \text{ min}$) を溶解させ、300 ml のエタノールにキャスト後、 -20°C まで急冷し 1 時間その状態を保った。その後室温に戻し、遠心分離により沈殿物を析出させ、上澄み液を除いた後エタノールに分散させた。得られた PP 微粒子の形状と粒径を走査型電子顕微鏡 (SEM) で、粒度分布と平均粒径をレーザー光回折散乱式粒度分布測定装置で測定した。調製した PP 微粒子の分散系に SiO_2 (粒径 7 nm, AEROSIL[®]300) と熱酸化防止剤として AO-50 (ADEKA) を加え、エタノールを揮発後、3 時間真空乾燥を行ない PP/ SiO_2 ナノコンポジットを調製した。その後、 230°C のホットプレスによりフィルム化 (厚さ 100 μm) し、透過型電子顕微鏡 (TEM) で SiO_2 の分散状態を観察した。

【結果と考察】

調製した PP 微粒子を SEM によって観察したところ、全てのサンプルにおいて真球状の微粒子の生成が確認できた (Figure 1)。キャスト時のエタノール温度を変えて調製した PP 微粒子では、エタノール温度が低い程、粒径が小さくなることを確認できた (Table 1)。エタノール温度が 30°C 以下の条件では、サブミクロンサイズの PP 微粒子が調製できることが平均粒径から明らかとなった。同様に、デカリンに対する PP 量を変えて調製した PP 微粒子では、PP 量が少ない程、粒径が小さくなることを確認できた。エタノール温度が 50°C であっても PP 量を少なくすることによってサブミクロンサイズの PP 微粒子を得ることができた。また、多分散度指数 (polydispersity index, PDI) は平均粒径が小さい程大きくなることが示された (Table 1)。

サブミクロンサイズの PP 微粒子を用いて調製した PP/ SiO_2 ナノコンポジットを TEM によって観察したところ、高分散した SiO_2 を見る事ができた (Figure 2)。このような高分散した SiO_2 は約 2 μm の PP 微粒子を用いたナノコンポジットでは見る事ができなかった。このことからより微小な PP 微粒子を用いる方が SiO_2 の分散に有効であると考えられる。

Table 1. Preparation conditions and particle

PP amount (g)	Temperature of ethanol ($^\circ\text{C}$)	Average particle size (nm)	PDI
0.125	50	2150	1.4
0.021	50	680	2.1
0.125	30	564	2.9
0.125	-20	510	3.2

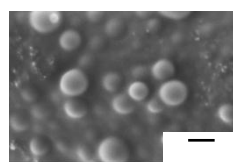
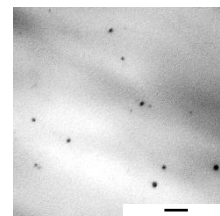


Figure 1. SEM image of PP fine particles

Figure 2. TEM image of PP/ SiO_2 nanocomposite

[1] 特開 2011-74345 号公報 魚住俊也, 小森研太郎

Keywords : ポリプロピレン、ポリマー微粒子、相分離誘起法、ナノコンポジット