

ポリアミド酸及びポリイミドの合成の安定化及びその評価

ものづくり基盤技術課 山崎茂一 寺田堂彦*1

北陸電気工業株式会社 今村徹治 古越亮平 山口善紀

1. 緒言

ポリイミドは通常の高分子に比べ高い強度と耐熱性を有しており、電気絶縁性も優れているため、電子回路の絶縁材料として用いられている。ポリイミドの前駆体であるポリアミド酸は、酸二無水物とジアミン化合物の2種類のモノマーを極性溶媒中に溶かし混ぜ合わせることで合成されるが、大気下での合成では大気中や溶媒中の水分の影響で酸二無水物が加水分解して重合せずに残留し、ポリイミドの品質が低下してしまう。高品質のポリイミドを合成するには、未重合物が残留しないようにポリアミド酸を合成する必要があり、その方法の確立を目的に研究を行った。また合成したポリアミド酸およびポリイミドの評価方法についても検討した。

2. 結果と考察

一般的なポリイミドの合成経路を図1に示す。酸二無水物とジアミンは、図に示したものの以外に多種多様なものが利用されている。テトラカルボン酸二無水物とジアミンを、溶媒中室温で混ぜ合わせ反応させると、ポリアミド酸が生成する。このとき、反応系中に水分が存在するとテトラカルボン酸二無水物の一部が加水分解を起こしテトラカルボン酸を生成する。テトラカルボン酸はジアミンとは室温では反応しないため、モノマーの状態での反応混合物中に残留するが、このことによりポリアミド酸、ひいてはポリアミ

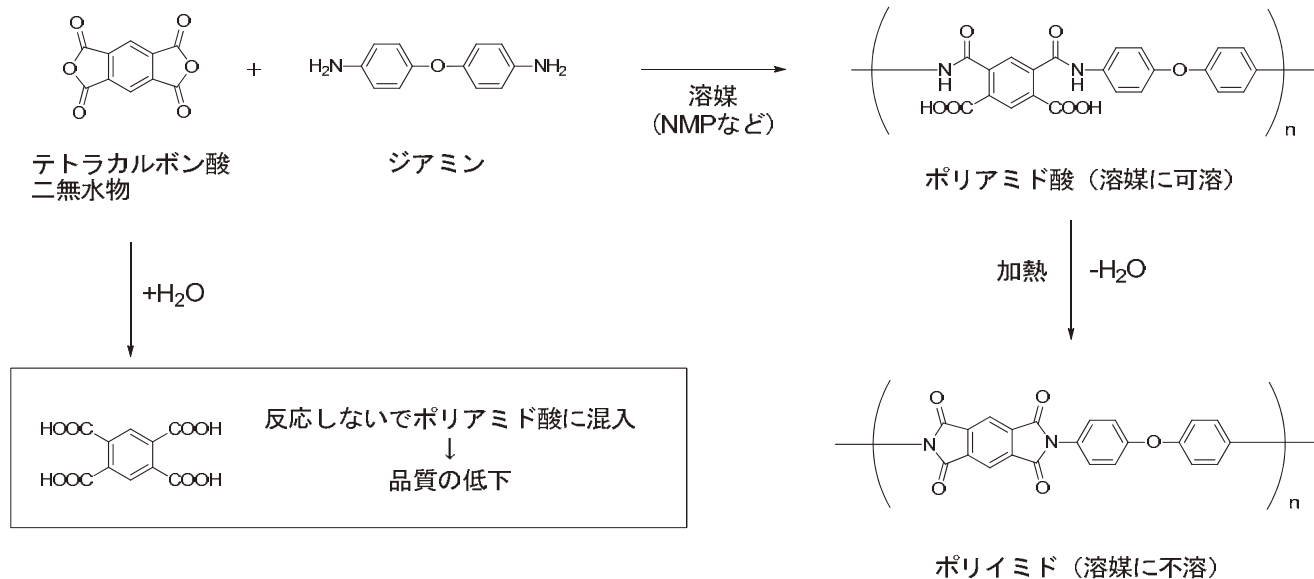
ドの品質が低下してしまう。すなわち、品質の安定したポリアミド酸を合成するには、反応に影響を及ぼさない程度に湿度を低くした適切な条件下で反応を行う必要がある。

本研究では、グローブボックスを用いて反応操作環境における湿度の制御を行い、ポリアミド酸の品質の安定化について検討した。グローブボックス内を窒素ガスで置換し、湿度をある水準以下に抑え、グローブボックス内で、試薬の秤量からフラスコでの反応までの一連の操作を、条件を様々に変えて実験を行い、ポリアミド酸の品質の安定化を図った。その結果、品質の安定したポリアミド酸を合成する方法を確立することができた。

また、合成したポリアミド酸やポリイミドの特性の評価は、赤外分光分析や熱分析により行ったが、詳細は割愛する。

3. まとめ

反応条件を詳細に検討した結果、品質の安定したポリアミド酸を合成する方法を確立できた。また、赤外分光分析や熱分析によってポリアミド酸及びポリイミドの特性を評価することができた。



*1 現 生活工学研究所