

# 芳香族ポリアミドで被覆したアルミナ微粒子の作製と高機能化

(大阪技術研) ○吉岡弥生

## ＜緒言＞

優れた耐熱性や熱伝導性を有するアルミナ微粒子を高性能高分子である芳香族ポリアミドに分散させた複合材料は、電子部品などとして用いられている。このような複合材料の作製および高性能化においては、無機微粒子の分散状態の制御や高分子と無機微粒子間の界面接着性の向上などが求められる。また、製品の長寿命化を実現するには、マトリックスである高分子の劣化を抑制する必要がある。劣化抑制には幾つかの手段があるが、添加剤（酸化防止剤や紫外線防止剤など）の使用は高分子製品の実用において必要不可欠である。そこで、本研究においては、サブマイクロメートルサイズのアリミナ微粒子に芳香族ポリアミドを被覆した複合微粒子を作製するとともに、これら複合微粒子への紫外線防止剤や酸化防止剤の担持を試みた。

## ＜実験＞

アルミナ微粒子（TM-DAR：大明化学工業（株））存在下、1,3,5-benzenetricarbonyl trichloride および 3,5-diaminobenzoic acid をそれぞれ溶かした反応溶液（acetone と *N,N*-dimethylacetamide の混合溶媒）を混合し、室温下で芳香族ポリアミドを合成した。生成物は、精製後真空乾燥させた。次に、得られた複合粒子を、紫外線防止剤である 2-(2H-benzotriazol-2-yl)-4-methyl (Tinuvin P) や酸化防止剤である pentaerythritol tetrakis(3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionate) (Irganox1010) をそれぞれ溶解させた溶液に一定時間浸漬後、遠心分離により再度分離した。

## ＜結果と考察＞

赤外分光分析や SEM 観察より、反応溶媒組成比（acetone：*N,N*-dimethylacetamide）＝（8：2）で作製した生成物は、アルミナ微粒子が芳香族ポリアミドで被覆された複合微粒子であり、かつ COOH 基と COCl 基を有していることが確認できた。芳香族ポリアミドの被覆量は、空気雰囲気下 TG 測定で得られた 1000 °C における重量減少率を用い算出したところ、複合微粒子の全重量に対して 3 wt% であった。また、動的光散乱測定より、複合微粒子の粒子径（D50：190 nm）は、未被覆のアルミナ微粒子（150 nm）と比較して、粒子径の増加が確認できたほか、水中での粒子間の凝集や結合も見られなかった。

次に、これら複合微粒子を、Tinuvin P を溶かした acetone 中に浸漬した後、未処理および溶媒（acetone や ethanol）洗浄を行った試料を作製し、その乾燥物の評価を行った。TG 測定の結果を Fig.1 に示す。浸漬後未処理の試料 [CP-ut] (Fig.1(c)) は、浸漬前の複合微粒子 [CP] (Fig.1(b)) と比較して、顕著な違いが見られた。Tinuvin P [TP] (Fig.1(d)) は 200°C 付近で熱分解することから、この違いは Tinuvin P の担持量に基づくものと考えられる。一方、溶媒洗浄を行った試料（例えば、acetone 洗浄した試料 [CP-ac] (Fig.1(a)) では、Tinuvin P の担持は確認できなかった。また、赤外分光分析においても、浸漬後未処理の試料にのみ、Tinuvin P に基づくバンドが確認された。一方、Irganox1010 を用いた場合も、同様の結果が得られた。これらの結果より、複合微粒子への添加剤の担持および担持微粒子からの溶媒による添加剤放出が可能であることが分かった。このようなことから、本研究で得られた複合微粒子は、官能基を有しかつ表面改質された無機微粒子であり、さらに添加剤担持も可能であることから高機能性フィラーとしての利用が期待できる。

（本研究の一部は、日本板硝子材料工学助成会の研究助成を受けて行ったものである。）

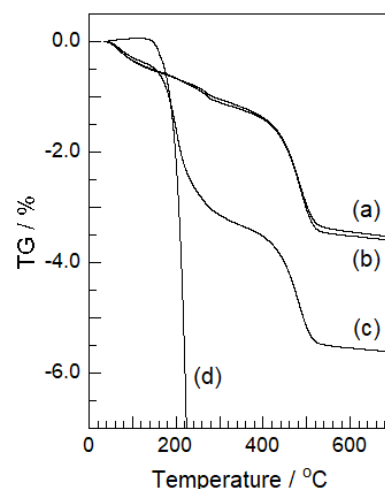


Fig.1 TG curves: (a) CP-ac (b) CP (c) CP-ut (d) TP.

## Preparation and Functionalization of Alumina Particles Coated with Aromatic Polyamide

Yayoi YOSHIOKA, Osaka Research Institute of Industrial Science and Technology, 2-7-1 Ayumino Izumi Osaka 594-1157, Japan, Tel: 0725-51-2681, Fax: 0725-51-2699, E-mail: yoshioka@orist.jp