

フィラーの均一分散技術の開発

倉知一正、大川香織、鈴木 寿、長屋喜八

1. はじめに

プラスチックへフィラーを添加すると、耐熱性、剛性、高弾性率、耐候性、ガスバリア性、電導性、耐スクラッチ性、透明性、帯電防止性など数多くの機能を与えることができる。しかし、プラスチック中のフィラーは凝集した状態で分散性が悪く、期待される機能の発現は難しい。フィラーを均一分散させることができれば、より少量の添加で効果を発現でき、軽量化や透明性の確保した上での機能向上が期待できる。

当センターでは、これまでに PET の熱重合に関する研究を行ってきた経験を基に、小型マイクロ波炉を用いて PET および PET / EG ベーマイト複合材料の合成に関する研究を行った。その結果、モノマーとフィラーであるベーマイトを in-situ 重合することにより、PET / EG ベーマイト複合材料中のベーマイトの層間に PET マトリックスが挿入していたが、ベーマイトの剥離は起こらなかった。そこで本年度は、PET へベーマイトを均一分散させるための条件検討を行った。

2. 結果及び考察

PETの重合は、反応容器にテレフタル酸ビスヒドロキシエチル(BHETP)50g と酸化アンチモン 2×10^{-4} mol を入れ、攪拌しながら 220 度まで加熱した。BHETP が溶解したところでエチレングリコールに分散させた EG ベーマイトを添加し、真空ポンプにて脱気・減圧した。さらに 280 度まで加熱し、3.5 時間重合した。反応終了後、酸化による着色を防止するために窒素ガスを流したあと、重合物を取り出した。EGベーマイトの微粒化処理は、(株)スギノマシンでスターバースト処理を行い、未処理のEGベーマイトとの比較を行った。EGベーマイトの粒度分析結果を図1に示す。未処理の物では約 70 μm の二次粒子が確認できる。微粒化処理を行うことで二次粒子が無くなり、1Pass では 0.7 μm 程度の粉碎された粒子と 5 μm の未粉碎の粒子が混在する。5Pass では、ほとんどの粒子が粉碎され平均粒径は 0.46 μm となった。

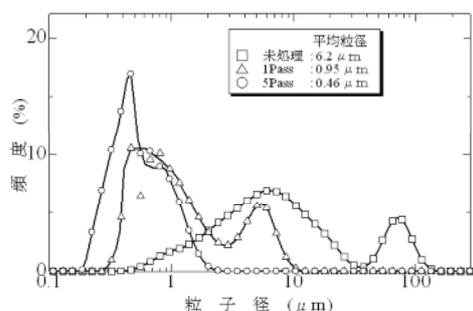


図1 EGベーマイトの粒度分析結果

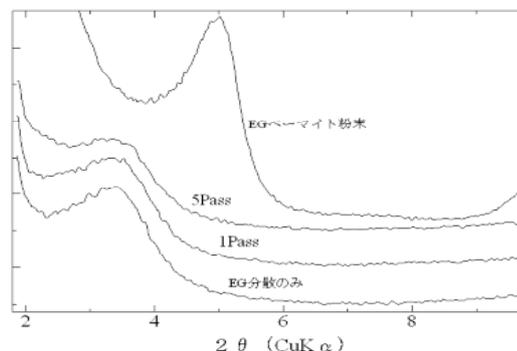


図2 ベーマイト、PET/EG ベーマイト複合材料の粉末 XRD プロファイル

表1 合成物の融点と $\lambda = 600\text{nm}$ の透過率

	融点()	透過率(%)
未処理 EG ベーマイト	253	55
1 P a s s	256	81
5 P a s s	255	82

図2にベーマイト、PET / EG ベーマイト複合材料の粉末 XRD プロファイルを示す。PET / ベーマイト複合材料ベーマイトの層間距離に相当する $2\theta : 5.16^\circ$ の回折ピークが、 $2\theta : 3.14^\circ$ へと低角側へシフトしており、PET マトリックスがベーマイトの層間へ挿入し、均一分散していることが確認された。また、微粒化処理することで、未処理の物に比べピークが小さくブロードになっていることから、PET マトリックスの挿入がさらに進んだと考えられる。表1に合成物の融点と $\lambda = 600\text{nm}$ の透過率を示す。融点はいずれも250 以上であり、標準 PET の融点 (258) に近い値であった。透過率はフィラーの入っていないPETで84%に対し、未処理 EG ベーマイトは透過率も低くベーマイトによる白い着色がある。微粒化処理した物はどちらも高い透過率を示した。1Pass の物ではわずかに白色が残っている。5Pass の物は触媒によると思われる茶を示した。この結果は XRD 結果とよくふごうし、微粒化が、PET 中へのベーマイトの分散に効果があることが示唆された。

3. 今後の方針

層間にエチレングリコールを貫入したベーマイトをフィラーとして用いて、PET マトリックスにベーマイトが均一分散した PET / EG ベーマイト複合材料が得られた。また、EG ベーマイトの微粒化処理が分散に効果的であることがわかった。これらを基にEGベーマイトの処理法について検討を進め、複合材料の機能評価を行い、性能向上を目指す。