

# 塩モノマー法によるポリイミド-カーボンブラック導電性複合体の作製

東工大工 今井淑夫・○笛木隆史・井上達雄・柿本雅明

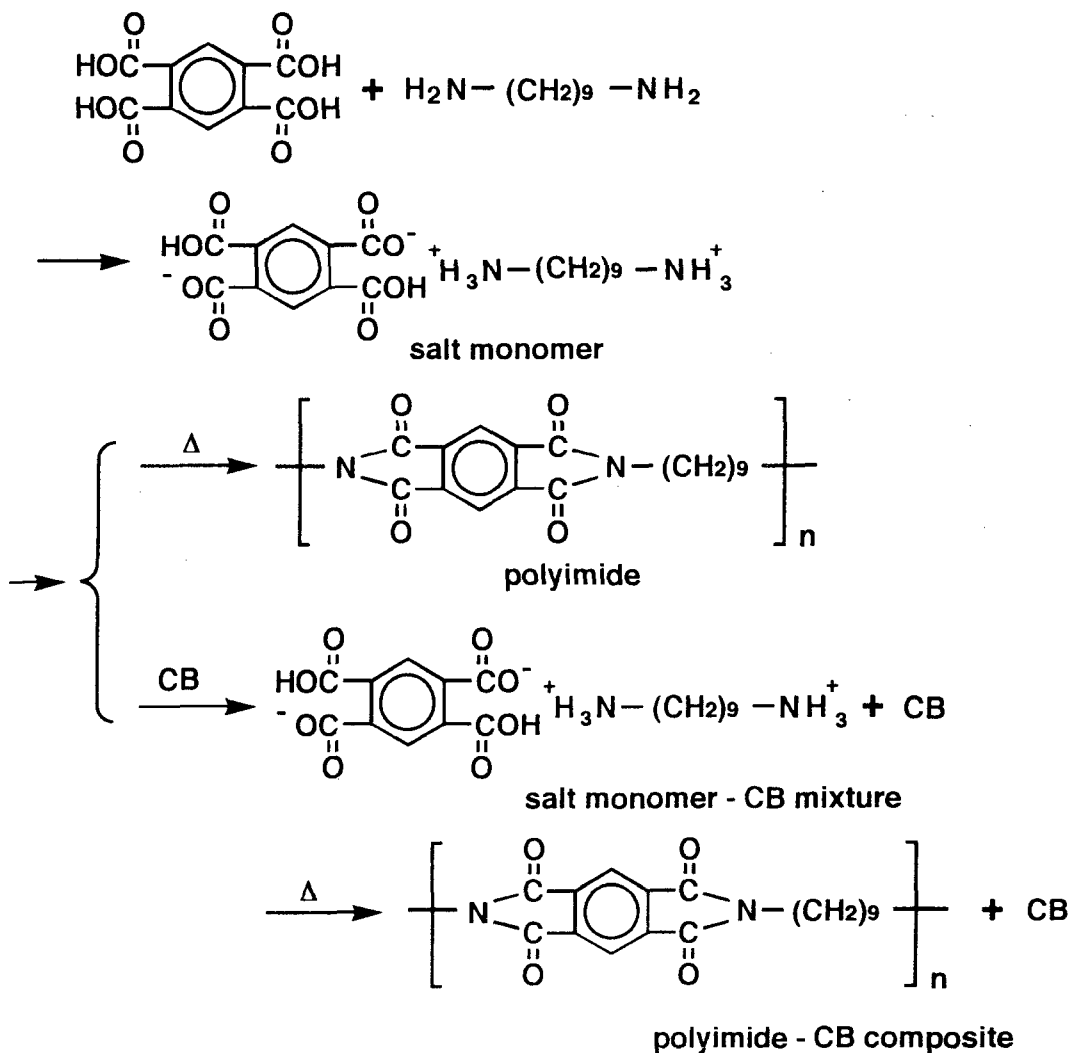
## ・緒言

ピロメリト酸と脂肪族ジアミンからなる塩モノマーについて常圧における重合反応性について検討し、さらに本法を応用して導電物質であるカーボンブラック(CB)とポリイミドの複合化を試み、その複合体の導電性を調べた。

## ・実験

脂肪族ジアミンとピロメリト酸をエタノール中で混合し、析出した沈澱をろ別、減圧乾燥することにより、塩モノマーを得た。この塩モノマーを窒素下常圧で加熱することによって半芳香族ポリイミドを合成した。

次に、所定量の塩モノマーを水に溶解させ、所定量のカーボンブラックを加え、均一に分散させた後、減圧下で濃縮し、さらに減圧乾燥し塩モノマー-カーボンブラック混合物を得た。この混合物を小円板状に成形した後、窒素下常圧で加熱することによってポリイミド-カーボンブラック導電性複合体を作製した。



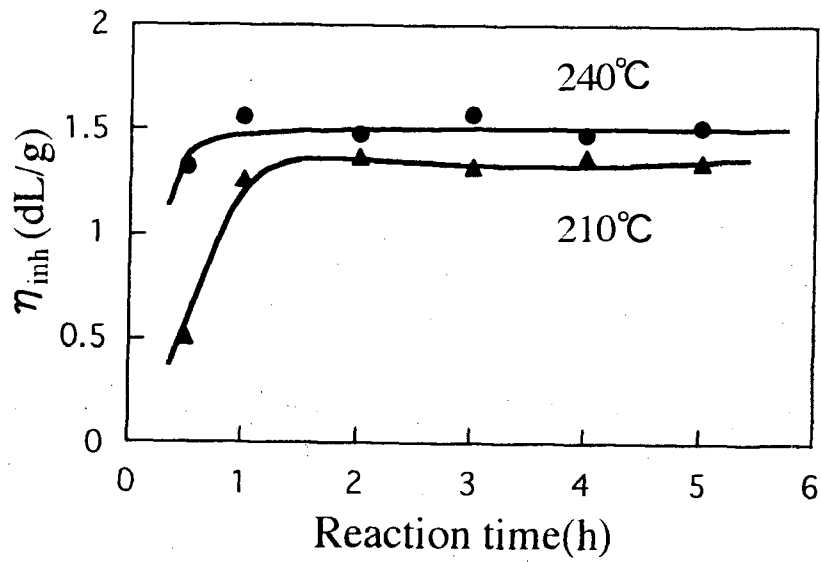


Fig.1 Time dependence of inherent viscosity of polyimide from salt monomer

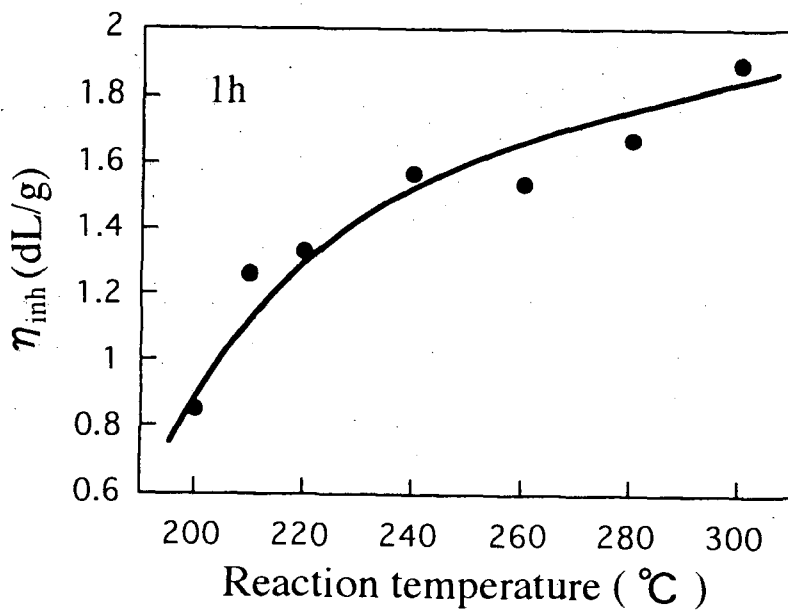


Fig.2 Temperature dependence of inherent viscosity of polyimide from salt monomer

$T_m = 315^\circ\text{C}$

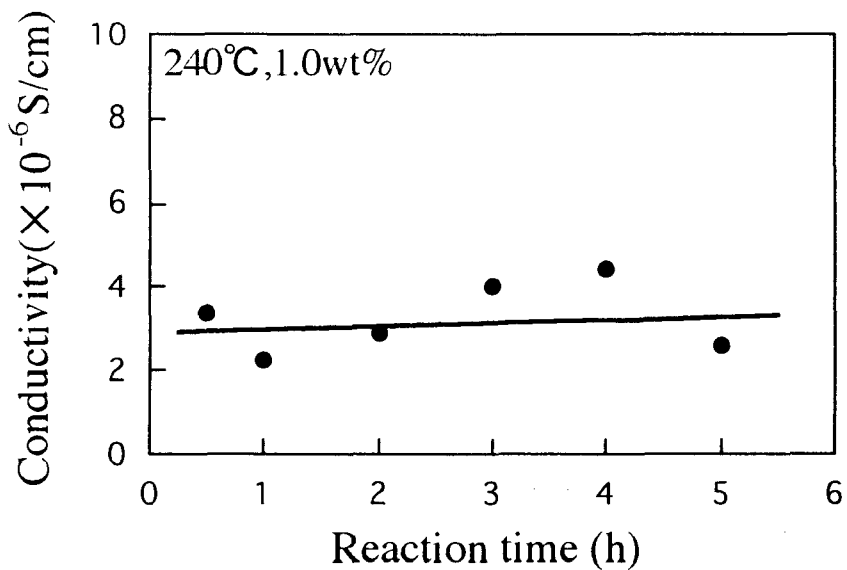


Fig.3 Reaction time dependence of conductivity of polyimide-carbon black composite

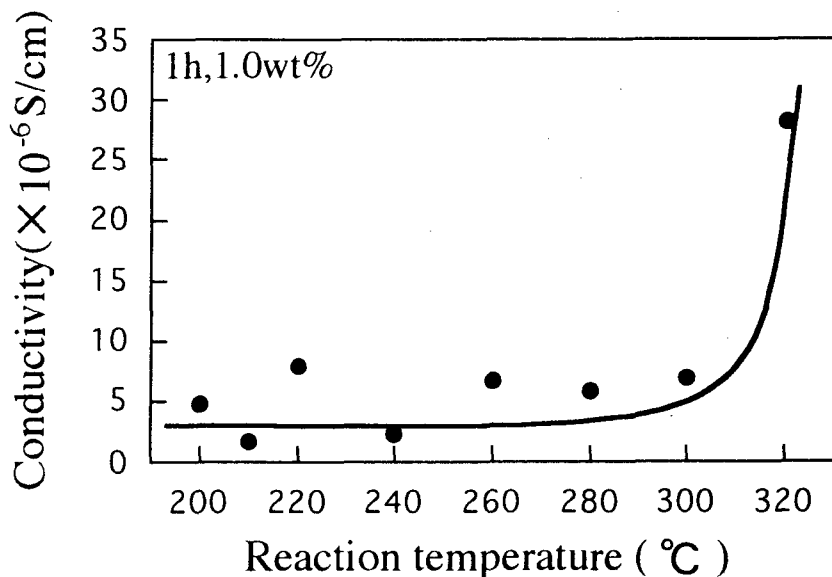


Fig.4 Reaction temperature dependence of conductivity of polyimide-carbon black composite

$T_m = 315^\circ\text{C}$

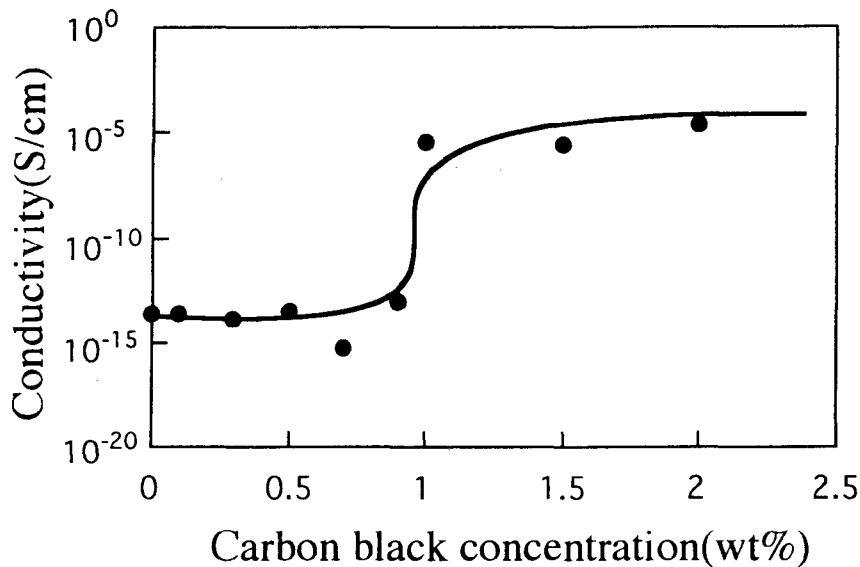


Fig.5 Carbon black concentration dependence of conductivity of polyimide-carbon black composites

#### ・結果と考察

まず、ポリイミド単体について固有粘度の重合時間依存性について調べたところ、反応温度210℃あるいは240℃の場合、反応時間1時間で粘度1dL/g以上のポリイミドが生成した(Fig.1)。また、重合温度依存性については反応時間1時間のとき、反応温度200℃から300℃で粘度は0.8dL/gから1.8dL/gに単調に増加した(Fig.2)。

次に、ポリイミド-カーボンブラック複合体の特性を調べた。ポリイミド単体の導電率は $10^{-14}$ S/cmであり絶縁体である。徐々にCBの濃度を上げていったところ1.0wt% (塩モノマーに対して) 前後で急激な導電率の上昇 ( $10^{-14} \rightarrow 10^{-6}$ S/cm) が見られた(Fig.5)。

また、特にCB濃度1.0wt%の複合体の重合時間依存性について調べたところ、反応温度240℃のとき、導電率はほぼ $3 \times 10^{-6}$ S/cmで一定であった(Fig.3)。重合温度依存性については、反応時間1時間のとき、ポリマーの融点(316℃)以下では導電率は同様に一定であったが、融点以上に加熱した場合に導電率が約10倍に向上した(Fig.4)。これは融解が起こったことによって、CB粒子が凝集したからであると思われる。CBをそれ以上加えた場合、融点以上に加熱しても導電率の変化は認められなかった(Fig.5)。