

熱可塑性ポリイミド AURUM 及び ISAS の射出成形に関する研究

伊与久 義武¹, 史 暁東¹, 柿本 雅明², 渡邊 高紹³

¹ ケーイーエフ 株式会社, 〒285-0812、千葉県佐倉市六崎 1607

E-mail: direct149@kef.co.jp, shi-x@kef.co.jp

² 東京工業大学 理工学研究科 有機・高分子物質専攻

〒152-8552、東京都目黒区大岡山 2-12-1 S8-26 (メールボックス) 南 8 号館 803 号室

E-mail: mkakimot@o.cc.titech.ac.jp

³ 大統株式会社 〒471-0042 愛知県豊田市宮口町 3 - 34 - 1

E-mail: daito@hm8.aitai.ne.jp

要旨

われわれは熱可塑性ポリイミドの射出成形性を検討するため、AURUM 及び ISAS-TPI を用いて、射出成形でテストピースを作製し、熱的性質及び機械的性質を測定しました。また、ペレット化により、射出成形にかなり難しいと言われている ISAS-TPI の射出成形に成功しました。

1. 緒言

ポリイミドは数々の優れた特性により、近年注目されている一つの合成高分子材料です。一般的な有機材料より遥かに高い熔融温度を有するため、従来は一般プラスチックのような射出成形が困難なことから、成膜工程を経てフィルムを作成したり、ブロックを削り出して加工したりすることで利用されており、その用途は限られています。近年、熱可塑性ポリイミド (ブランド名 AURUM) が三井化学より開発され、初めて射出成形が可能となったことにより、ポリイミド材料の応用は更に広がりつつあります。我々はこの AURUM の各グレードを用い、射出成形でテストピースを作製し、熱的性質及び機械的性質を測定した上で、AURUM より更に耐熱性の優れた、宇宙科学研究所の横田力男先生により開発されたポリイミド ISAS-TPI を用いて射出成形を試み、サンプルの粉をペレット化に成功し、ISAS-TPI の射出成形に成功しました。

2. 実験

2.1 材料

今回の研究において、AURUM (PL450C、JCN3030、JGN3030、JCL3030、JNF3020) は市販品を使用しました。ISAS-TPI は日本宇宙科学研究所の横田力男先生より提供されたサンプルを使用しました。

2.2 射出実験

AURUM、及び ISAS-TPI の粉をペレット化し、ドイツ アーブルグ社製の 15T 射出成形機を用い、試験片金型を取り付け、長さ 215mm、幅 12.70mm、厚み 3.0mm のダンベル状試験片を作製しました。Fig.1 に成形したダンベル状試験片の写真を示しました。

2.3 熱的性質及び機械的性質の測定方法

2.3.1 熱的性質の測定

射出成形したサンプルを細かく切断し、東京工業大学理工学研究科柿本研究室にて、SII EXSTAR TG/DTA 7300 を用いて、スタート 30°C、リミット 800°C、レート 20cel/min、ガス流量 100ml/min の条件下で窒素ガス中及び空気中での熱分析を行いました。



Length: 215mm, width: 12.7mm, thickness: 3.0mm

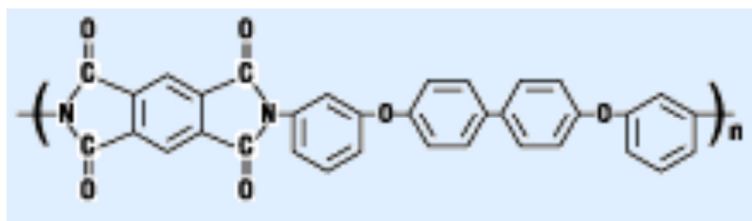
Fig1. Dumbbell-shaped test specimens of AURUM by injection molding

2.3.2 機械的性質の測定

射出成形したダンベル状試験片を使用し、千葉県産業技術支援研究所にてテンシロン万能試験機 UTM-10T を用いて、引張速度 2mm/min で引張試験を行いました。INSTRON 社製の万能試験機（インストロン型）5567 を用いて、圧縮速度 2mm/min で曲げ試験を行いました。

3. 結果と考察

3.1 AURUM の射出成形



Scheme1. Structure of thermal plastic polyimide AURUM

AURUM の構造式は Scheme1 に示しています。射出温度、射出速度、ハイ圧、保持圧などは、射出製品に大きな影響を与える重要な影響因子です。本研究では、各種条件を振れ、成形したサンプルを評価したことにより、最適射出条件が存在することがわかりました。

Table1 及び Table2 に示した測定結果より、炭素繊維、ガラス繊維等の強化フィラーの併用で（何れも 30w t %のフィラー添加）、非強化と比べ、窒素ガス中の 5%及び 10% 重量減少温度は少し高めとなり、PTFE の併用で（20w t %）、逆に低めとなったことがわかりました。空気中もほぼ同様な傾向が見られました。

Table3 に示した測定結果より、強化フィラー炭素繊維及びガラス繊維を添加すること

で、非強化より引張強度、曲げ強度及び曲げ弾性率が大きく増大し、引張破断伸びが著しく減少したことがわかりました。射出成形性を損なわず強化効果が認められました。また、熱分析及び機械的性質の測定結果はカタログ値とほぼ同様であることがわかりました。

Table1. Thermal properties of AURUM(under nitrogen atmosphere)

Grade name	PL450C	JCN3030	JGN3030	JCL3030	JNF3020
Filler type(wt%)	Unreinforced	Carbon fiber 30%	Glass fiber 30%	Sliding carbon fiber 30%	PTFE 20%
Melting point (°C)	388	388	388	388	388
catalog value	388	388	388	388	388
Glass transition point (°C)	250	250	250	250	unclear
catalog value	250	250	250	250	250
Thermolysis start temperature (°C)	553	553	553	547	544
5% weight loss temperature (°C)	570	575	572	562	554
catalog value	570	nothing	nothing	nothing	nothing
10% weight loss temperature (°C)	577	585	580	580	562

Table2. Thermal properties of AURUM(under air atmosphere)

Grade name	PL450C	JCN3030	JGN3030	JCL3030	JNF3020
Filler type(wt%)	Unreinforced	Carbon fiber 30%	Glass fiber 30%	Sliding carbon fiber 30%	PTFE 20%
Melting point (°C)	388	388	388	388	388
Glass transition point (°C)	250	250	250	250	unclear
Thermolysis start temperature (°C)	554	550	549	549	527
5% weight loss temperature (°C)	560	557	565	557	535
10% weight loss temperature (°C)	580	585	580	587	549

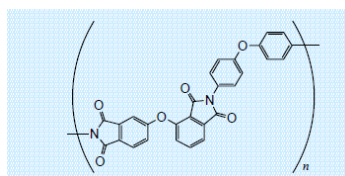
Measured using TG/DTA 7300 from 30°C to 800°C at a heating rate of 20cel/min. under either nitrogen or air atmosphere.

Table3. Mechanical properties of AURUM

Grade name	PL450C	JCN3030	JGN3030
Filler type (wt%)	Unreinforced	Carbon fiber 30%	Glass fiber 30%
Tensile strength (MPa.)	89	225	141
catalog value	92	228	165
Tensile elongation (%)	90	2	2
catalog value	90	2	3
Flexural strength (MPa.)	81	345	205
catalog value	137	320	241
Flexural modulus (GPa.)	2	22	9
catalog value	3	19	10

Measured using Tensilon universal tester UTM-10T and Universal tester (Instron5567) respectively for pulling and bending test at the pulling or bending speed of 2mm/min.

3.2 ISAS - TPI の射出成形



Scheme2. Structure of thermal plastic polyimide ISAS-TPI

ISAS-TPI の構造式は Scheme2 に示しています。分子鎖の硬直で高温熔融流動性の乏しい ISAS-TPI の射出成形は難点です。様々な試行錯誤の結果見出した射出条件下において、ISAS-TPI 粉をペレット化することによって、射出成形が可能となりました。射出成形したダンベル試験片を用い、熱的性質及び機械的性質の測定結果を Table4 及び Table5 に示しました。

Table4. Thermal properties of ISAS-TPI

	in nitrogen	in air
Melting point (°C)	366	unclear
Glass transition point (°C)	250	250
Thermolysis start temperature (°C)	528	548
5% weight loss temperature (°C)	555	563
10% weight loss temperature (°C)	573	578

Measured using TG/DTA 7300 from 30°C to 800°C at heating rate of 20cel/min. under either nitrogen or air atmosphere.

Table5. Mechanical properties of ISAS-TPI

	ISAS-TPI
Tensile strength (MPa.)	89
Tensile elongation (%)	2

Measured using Tensilon universal tester “UTM-10T” at pulling speed of 2mm/min.

4. まとめ

ポリイミド AURUM の射出成形において、各種成形条件を検討し、成形したサンプルを用い、熱分析及び機械的性質の測定結果はカタログ値とほぼ同様であることがわかりました。

AURUM を利用して確立された射出成型手法によって、ISAS-TPI をペレット化することで、見事に ISAS-TPI の射出成形が成功しました。われわれはこれから各種のポリイミドの射出成形を研究し、ポリイミド材料の用途を更に広げることができると思います。