

M-4-3 付加型ポリイミドの熱・光安定性

大石研究室

鈴木理日(SUZUKI Rika)(199936530)

1.緒言 ポリイミドは分子内にイミド結合を有する高分子化合物であり、構成要素の違いによって種々のポリイミドが開発されている。熱硬化型ポリイミドである芳香族複素環ポリイミドは耐熱性、耐摩擦性、機械特性に優れていることから、航空機や産業用機器、そして電気、電子機器材料として使用されている。最近、熔融流動性・易成形性を付与した新しい付加型ポリイミドが開発され、新たに半導体製造装置内部や宇宙環境で用いられることが検討されていることから、光・熱条件下での安定性が求められている。本研究では付加型ポリイミドシートにつき促進劣化装置を用いて、熱・光に対する安定性を研究する。

2.方法 3,3',4,4'-ピフェニルテトラカルボン酸無水物(BPDA)と 4,4'-ジアミノジフェニルエーテル(ODA)からなる主鎖

構造(単位構造)に、末端基としてフェニルエチニルフタル酸無水物(PEPA)を反応させる。この PEPA のアセチレン

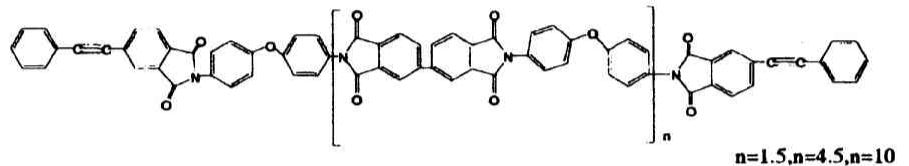


Fig.1 s-BPDA/4,4'-ODA/PEPA イミドオリゴマー

結合は直接架橋せずに鎖延長反応してオリゴマーを高分子量化し付加型ポリイミド(BPDA/ODA)を合成する。促進劣化装置として電気炉を用いて空気加熱(温度: 300°C, 350°C)、試作紫外線オゾン同時照射装置(UV+O₃法)、低温 O₂ プラズマ照射装置により光・酸化劣化を行った。(1)重量測定 (2)色差測定 (3)FT-IR 測定(ATR法)等により熱・光劣化を解析した。

3.結果と考察 (1)重量変化率より、UV+O₃・低温 O₂ プラズマ照射による光・酸化劣化では、重量の変化はほとんど見られなかった。300°C加熱では、大きな変化は見られなかったが 350°C加熱では、300 時間で約 20%の重量減少が見られ、試料が熱により分解したために重量減少傾向が見られた。(2)色差の結果より、

光・酸化劣化、300°C加熱の各条件では、大きな変化は見られなかったが、350°Cの 100 時間から 200 時間までに大きな色差変化があらわれ、この間に BPDA/ODA の表面に大きな変化があらわれた。(3)FT-IR 測定結果より、光・酸化劣化試料の吸収強度比に目立った変化は見られず、構造に大きな変化は起こっていないと推測される。

350°C加熱では試料の原料である ODA と同じ部分に同様のピークが見られたことにより、350°C加熱に

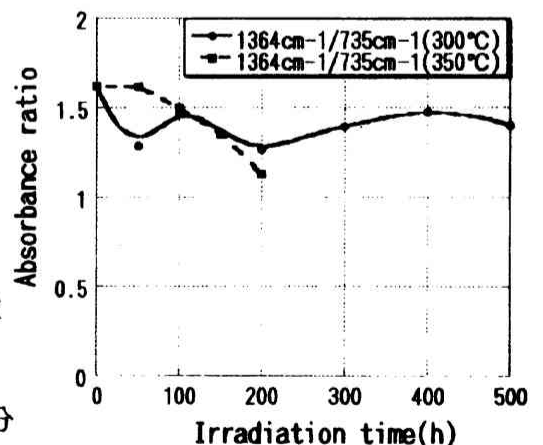


Fig.2 加熱前後の IR 吸収強度比

より原料(ODA)の一部に分解したと推測される。芳香族第三級アミンの C-N 伸縮振動の IR 吸収強度比を Fig.2 に示す。T_g が 350°Cであることからこの付近で分子内部の運動が激しくなり主鎖切断が起こり、BPDA/ODA が原料の一部に分解すると推察される。以上のことから付加型ポリイミド(BPDA/ODA)は熱(300°C)・光にかなり安定であることが明らかとなった。