

無色透明ポリアミドイミドインクの開発

ニッポン高度紙工業株式会社デバイス本部

○ 北岡 卓也、吉永 真也、武田 素明、麻田 俊浩

1. 要旨

無色透明、且つ有機溶剤に可溶なポリアミドイミド樹脂の開発を目的として、種々のトリカルボン酸誘導体及び、ジアミンを組み合わせ合成、評価を繰り返した。その結果、25 μm 厚みで 400nm における透過率 85% を特長とする樹脂、及び同条件での透過率が 6% とやや着色しているものの、UV 領域を完全にカットし、可視光を最大限に透過する特長を持つ樹脂を開発した。さらに、これらは、Nメチルピロリドン (NMP) に加え、 γ ブチロラクトン、シクロペンタノン、トリグリム、ジクライムにも可溶性を持つ事が分かった。

2. 緒言

ポリアミドは優れた耐熱性、電気絶縁性を有し、一般的にフィルムとして、フレキシブルプリント基板を中心に多く使用されている。弊社では約 30 年前より可溶性ポリアミドイミド樹脂 (商品名 SOXR-O) を製造している。可溶性を付与することにより、インクを作製する事が可能になる。その結果、コーティング、印刷プロセスが活用でき、膜厚の自由な調整、必要部分にのみ成膜するという加工上のメリットを生かすことができた。

また、様々な物理・電気特性を付与する為に、特性に見合うフィラーの混合が容易に行う事が出来る。例えば、特性の要求も様々で硬くしたい、熱伝導性を高くしたい、誘電率を調整したいなどのニーズに対し、この手法を用いてきた。

しかしながら、ガラス代替、LED 関連部材、光学レンズ関連のニーズに対しては、ポリアミドイミドの色が阻害要因になる為、分子構造を改良する必要がある、新規な無色透明ポリアミドイミドを開発するに至った。

3. 実験・結果

種々のトリカルボン酸誘導体及び、ジアミンを組み合わせポリアミドイミドの合成、評価を繰り返した結果、 $t=25 \mu\text{m}$ のフィルムで 400nm における透過率 85% を特長とする弊社商品名『SOXR-U』、同条件での透過率が 6% とやや着色しているものの、UV 領域を完全にカットし、可視光を最大限に透過する特長を持つ『SOXR-M』を開発した。それぞれ、有機溶媒に溶解させたインク、塗料の状態サンプルワークを展開している。

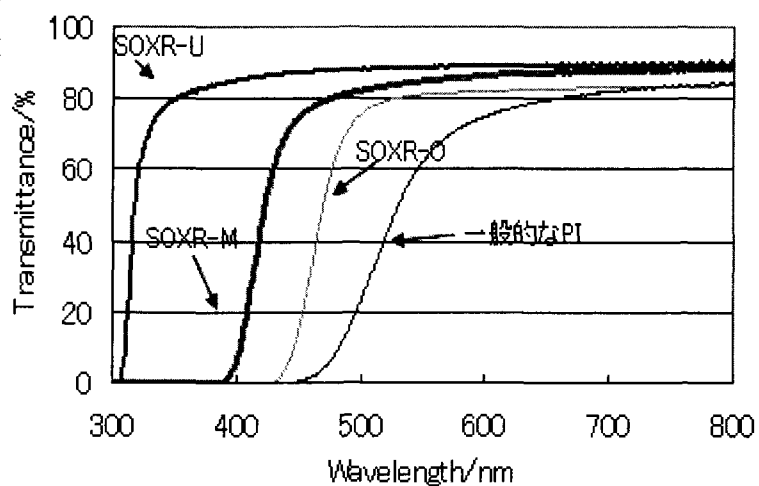


Fig.1 透過率測定結果 ($t=25 \mu\text{m}$)

以下、それぞれの開発品に関する物性について、実験結果を報告する。

3-1.透過率測定結果

一般的なポリイミドフィルム、弊社従来品のポリアミドイミドインク『SOXR-O』及び、開発品のポリアミドイミドを有機溶剤に溶解したインクから、ブレードコーターを使用して厚み 25 μm のフィルムを作製し、透過率の測定を行った結果を Fig.1 に示す。

一般的なポリイミドフィルム、弊社従来品のポリアミドイミドインク『SOXR-O』と比較して、可視光の透過率が飛躍的にアップし、無色透明が達成されている事が確認できた。

また、SOXR-M は、 $t=25\mu\text{m}$ におけるカットオフ波長が 420nm であり、UV カット塗料としても期待できる。

3-2.溶解性

固形分濃度が 20% となるように各種有機溶剤と混合し、溶解性を確認した。結果を Table.1 に示す。従来の SOXR-O が NMP にしか溶解しなかったのに対し、SOXR-U は、 γ ブチロラクトン、シクロペンタノンに対し溶解し、さらに、SOXR-M は、上記に加え、ジグリム、トリグリムにも溶解性を示す。

NMP を使用したインクでは、NMP が非常に吸湿しやすい特性を持つため、低湿度環境 (40%以下) での作業が必須である。インクが吸湿すると、粘度が上昇、白濁化し、最終的には、流動性がなくなり、作業不能の状態となる。

しかし、今回開発のポリアミドイミド樹脂では、NMP よりも吸湿性が低い有機溶剤を使用できるため、これらの課題解決にもつながる。

Table.1 各種有機溶剤に対する溶解性

	SOXR-U	SOXR-M	SOXR-O
NMP	○	○	○
γ ブチロラクトン	○	○	×
トリグリム	×	○	×
ジグリム	×	○	×
シクロペンタノン	○	○	×

3-3.フィルム物性の測定

開発したポリアミドイミド樹脂を有機溶剤に溶解したインクから、ブレードコーターを使用して作製したフィルムの物性値を Table2 に示す。

Table.2 塗膜の物性値

項目	SOXR-U	SOXR-M	SOXR-O	備考
引張強度/MPa	102	117	149	t = 25 μm 引張速度 10mm/分
弾性率/GPa	2.6	2.7	3.5	
伸び率/%	67	56	66	
Tg/°C	262	227	267	TMA 方式 昇温速度 10°C/分
熱膨張係数/ppm (r. t~200°C)	30	44	20	
体積抵抗率/ Ωcm^{-1}	3.5×10^{16}	5.5×10^{16}	1.1×10^{16}	t=25 μm 、DC100V、1分

SOXR-U、M 共に、SOXR-O 同様、ポリアミドイミドの持つ高い耐熱性を有していることが確認できた。

4. まとめ

25 μm 厚みで 400nm における透過率 85% を特長とする『SOXR-U』、同条件での透過率が 6% とやや着色しているものの、UV 領域を完全にカットし、可視光を最大限に透過する特性を持つ『SOXR-M』を開発した。

今回開発した SOXR-U、SOXR-M を利用し、太陽電池関連、LED 部材関連、光学用途向けに耐熱コーティング材として、また、弊社の持つ技術である、導体の両面にスクリーン印刷にてポリアミドイミド膜を形成するフレキシブルプリント基板の製造方法を活用し、透明フレキシブルプリント基板への適応を目指す。

また、応用例として、これらの透明ポリアミドイミドインクへ顔料などを混ぜ、従来のポリアミドイミドでは達成できなかった耐熱白色インクも開発をし、LED 実装基板への展開を行っている。

今後も、ユーザーのニーズに応えるべく、ポリアミドイミドの研究を進めていく。

(問い合わせ先)

〒781-0395 高知県高知市春野町弘岡上 648

TEL 088-894-2321

ニッポン高度紙工業株式会社 デバイス本部

URL : <http://www.kodoshi.co.jp> (製品情報→機能性樹脂)

e-mail : device-HP@kodoshi.co.jp