

末端ジアセチレン誘導体の結晶形状の制御と加熱による重合

(北大院総化¹・北大院理²) ○家常 太暉¹・松岡 慶太郎^{1,2}・佐田 和己^{1,2}

Control of crystal shape and thermal polymerization of terminal diacetylene derivatives. (¹*Grad. Sch. of Chem. Sci. and Eng., Hokkaido Univ.*, ²*Fac. of Sci., Hokkaido Univ.*) ○Taiki Ietsune,¹ Keitaro Matsuoka,^{1,2} Kazuki Sada^{1,2}

The diacetylene compounds have the small number of hydrogen atoms with respect to the carbon atoms in the slender structure. In addition, it is easily polymerized by light or heat to form conductive polymers. In this study, we investigated the control of the crystal shape and the particle size of 1,3,5-tris(buta-1,3-diynyl)benzene (**1,3,5-TBDYB**) by reprecipitation, we further examined their thermal polymerizations. In the case of solvent cast, needle-like crystals were formed. Reprecipitation was performed by injecting a solution of **1,3,5-TBDYB** into water using a syringe. When the solution was injected at room temperature, a caged spherical product that retained its needle-like crystal structure and ball-like finer crystals were obtained. XRD patterns of these products were similar to those obtained by solvent cast. When the solution was injected into hot water, the spherical product with smoother surface was obtained. The disappearance of characteristic absorption in XRD patterns and FT-IR measurements suggested the progress of polymerization. Further studies of the temperature and amount of water, stirring conditions, and injection speed were conducted to investigate the size of the products and the progress of the polymerization.

Keywords : diacetylene, solid-state polymerization, reprecipitation, thermal polymerization

ジアセチレン基は、 C_4H_2 と炭素に対して水素が少なく細長い基本構造である。また光や熱によって容易に重合し導電性高分子となる。本研究では1,3,5-tris(buta-1,3-diynyl)benzene (**1,3,5-TBDYB**) を溶媒留去、または再沈殿を行うことで結晶の形状や粒子のサイズを制御することを試みた。また、本操作を加熱した条件下で行うことで結晶形状が制御されたジアセチレンの重合を検討した。**1,3,5-TBDYB** のジオキサン溶液をシリンジを用いて水中に注入することで再沈殿を行った。室温の水へ注入した場合、生成物は針状結晶が籠のようになった球状生成物と、より細かい結晶が集まった球状生成物が得られた。これに対し溶媒をゆっくり蒸発させた場合は長い針状結晶が生成していた。両社は類似した XRD パターンであることから、構成する結晶はほぼ同一であることが示唆された。また温水へ注入した場合、表面が滑らかな球状生成物が得られた。XRD パターンや FT-IR 測定での特性吸収の消失から重合の進行が示唆された。さらに水の温度や量、攪拌条件、注入速度等の検討を行い、生成物のサイズや重合の進行について調査した。

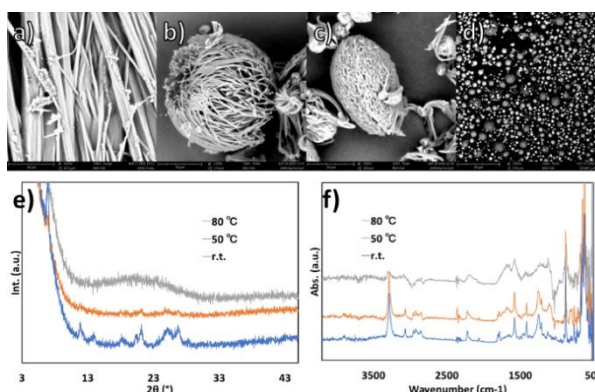
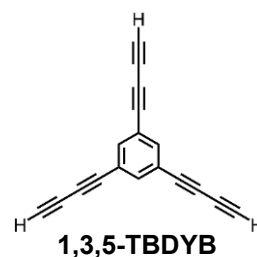


Figure 1. a-c : SEM image of product of **1,3,5-TBDYB** by solvent cast(a), reprecipitation(b, c : r.t., c : 80 °C). e, f : PXRD patterns(e) and FT-IR spectra(f) of product by reprecipitation.