

## E 5-4 温度制御されたマイクロ波加熱による機能物質の創製

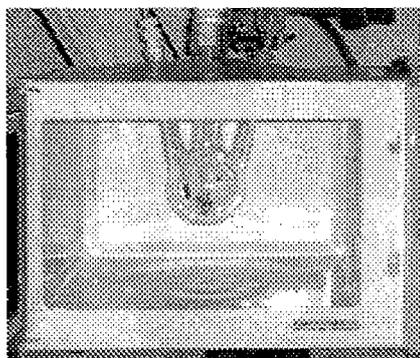
松瀬丈浩、太田和親\*、内藤勝之、滝沢辰洋、山浦逸雄\*\*

信州大学繊維学部精密素材工学科、機能高分子学科\*、機能機械学科\*\*

【緒言】 セラミックス焼結や有機合成などに関しての種々のマイクロ波加熱を再現性のあるものにし科学的なものにするためには、制御されたマイクロ波加熱を可能にすることであり、そのためには被加熱物質の温度測定を可能にすることが基本的なことであると考えている。

マイクロ波照射中に被加熱物質の温度を測定するには Fiber Optics Thermometer や Infra-red Pyrometer 等があるが、本研究では安価に購入でき、測定可能な温度範囲が広いアルメルクロメル熱電対や低温度領域では温度計を用いてのマイクロ波加熱装置の開発を試みた。

### 【マイクロ波加熱装置】



本研究で開発したマイクロ波加熱装置の一例を上図に示しておく。電子レンジの天井に首長の三ツ口フラスコが設置出来るように3つの小口を開けマイクロ波の漏れを最低限に留めるようにステンレススチール網を用いて外天井を補強した。3口うち中央口からはメカニカルスターラーを他の二つ口には玉入り冷却管、アルコール温度計をそれぞれ取り付け付けた。また、出力の調整は、時間分解によるコントローラーを作成しそれによって制御した。この装置は通常の化学反応装置をそっくりそのままマイクロ波加熱に転用出来ることが最大の特徴である。温度計で測定された温度は実際の温度とは少し差が

あるので、一度検定をしてから用いている。

【実験】 一例として、フタロシアニン系ディスコティック液晶の合成の試みを示す。4等量のジドデシルチオジシアノベンゼンと1等量の金属塩を混合し、反応溶媒としてエチレングリコール(50ml, b.p.195℃)を使用した。エチレングリコールが室温から180℃になるまでを出力50%で、180℃から沸点までを出力30%で加熱し、そのまま出力30%で沸点を維持させた。トータルの反応時間は、5分、10分、20分、30分の四つで行った。金属塩は、Cu(II)O, Cu(I)<sub>2</sub>O, CuCl<sub>2</sub>, CuSO<sub>4</sub>, NiCl<sub>2</sub>, NiCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O の6種類で合成を試みた。

【結果と考察】 Cu(II)O, Cu(I)<sub>2</sub>O, NiCl<sub>2</sub>, NiCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O での反応においては、フタロシアニン誘導体の生成に成功した。反応時間に対する収率の変化を比較したところ、最適な反応時間は、5~10分間である事が分かった。また、従来法によるフタロシアニン誘導体の収率は、50%から80%であるが、本研究においては約10%前後であった。しかしこれは、出発物質であるジドデシルチオジシアノベンゼン(0.1g, 1.8mmol)をエチレングリコール(50ml)という多量の溶媒中において反応を行った事による希薄な濃度の影響であると考えられる。

CuCl<sub>2</sub>とCuSO<sub>4</sub>による反応では、所望の緑色のフタロシアニン誘導体は生成されず、赤紫色の物質が生成した。従来法や工業用のフタロシアニン誘導体の合成において使用される金属塩は、これらCuCl<sub>2</sub>, CuSO<sub>4</sub>であるので、本研究において目的物質のフタロシアニン誘導体の生成に至らなかった理由は、マイクロ波の効果であると考えられる。また興味深いことに、この赤紫色の物質を300℃まで加熱すると、目的としているフタロシアニン誘導体が生成するということが分かった。今後、マイクロ波加熱と従来の合成法による方法との相違を解明していく予定である。