



SOLVAY
asking more from chemistry®

アクイヴィオン® PFSA ディスパーションからの キャスト製法による補強メンブレンの製造

アクイヴィオン® PFSA はキャスト法イオン交換メンブレンの製造に使用でき、繊維、ウェブ、織布、その他の材料で機械的に強化できます。特定のコーティング装置向けにカスタム配合した液体を使用し、ライン加工での熱処理を最適化することにより、フィルムの品質を向上させることができます。

アクイヴィオン® PFSA メンブレンの代表的な用途

- 固体高分子形燃料電池と水の電解槽
- レドックスフロー電池
- 浄水装置
- ガス／ガス、または液体／ガスの加湿システム

製品の選定

名前の末尾に S が付くアクイヴィオン® PFSA 製品は、燃料電池や電解槽向けのメンブレンの製造に適しています。これらの製品は化学的に安定なポリマーをベースにしているため、 $\bullet\text{OH}$ 、 $\bullet\text{OOH}$ （水酸基およびヒドロペルオキシラジカル）などのラジカル種が関与する系でより優れた耐久性を示します。

水系アクイヴィオン® PFSA の高濃度ディスパーション（末尾に B が付く製品）から直接キャストフィルムを製造することは現実的ではありません。これは、コーティング可能な配合には、特定のアルコール、ピロリドン、ジメチルスルホン、DMSO、その他の適切な物理特性を持つ一般的な溶剤も必要になるからです。

有機溶剤はアクイヴィオン® PFSA パウダーグレード（最初の文字が PW）から製造を開始するときにも使用され、パウダーをキャストプロセスの前に溶剤または混合液に直接分散させます。

図 1：メンブレン製造のクローズアップ



アクイヴィオン® D83-06A は、薄いキャストフィルム（50 μm 未満）の製造に適しています。このすぐに使用できるディスパーションはアルコールを配合済みであり、ポリマー濃度は 6%wt です。前提条件として、D83-06A の代表的なレオロジー挙動が、使用するコーティング装置に適合する必要があります。

アクイヴィオン® PFSA ディスパーションと溶剤の配合から得られた固形分の含有量が目的の値よりも低い場合、液体を攪拌しながら 60°C 以下で加熱すると、アクイヴィオン® PFSA の水系ディスパーションのポリマー濃度を 24~25%wt から最大 35%wt まで増加できます。この高濃度溶液の保管期間は短くなりますが、後述する配合手順を使用して、最終的な固形成分の含有量が高いコーティング配合が得られます。

配合の作成

コーティングラインの配合を調整するとき、次の主要パラメーターを最適化できます。

- レオロジー挙動
- 表面張力、およびその結果としての濡れ挙動
- 目的の厚さでのフィルム形成特性
- 目的の固形分含有量

有機溶剤を追加するとすぐに配合物の粘度が変化し、時間、温度、溶剤の種類、およびポリマー濃度の関数としてゆっくりと増加し続けることがあります。このため、コーティングで使用する直前に、コーティング配合バッチを準備することを製造業者にお勧めします。経時的な粘度の変化を制限するには、配合済みのディスパージョンを低温（例えば冷蔵庫で約 5℃）で保管します。

高粘度の配合を得るには、PFSA ポリマーの濃度、または水に対する溶剤の割合を高くします。例えば、イソプロピルアルコール (IPA) の濃度を高くすると、配合物の粘度が短時間で大幅に増加します。PFSA ポリマーマトリックスは、コーティングできないゲル化、膨潤、溶媒和の塊を形成しやすいことに注意してください。IPA の代わりに 1 プロパノールを使用すると、同じことがより広範囲で発生します。

通常、PFSA 固形分の含有量が高い場合は、ポリマーを膨潤する有機溶剤の割合を低くする必要があります。これにより、得られる配合物の粘度レベルを、次のフィルムコーティング手順に適する妥当な範囲に収めることができます。

コーティング

図 2 に、一般的なコーティング手順とその後の溶剤除去手順を示します。これらの手順は、キャストメンブレンの形成、および強固な構造体としての機械特性を向上するために使用されます。

1. 揮発性溶剤の沸点よりわずかに低い温度 (T1) から始めて、沸騰しないようにしながら低沸点溶剤を蒸発させます。

2. 温度を上昇 (T2>T1) させ、高沸点の残留分を含めて揮発性溶剤をすべて除去します。
3. 得られるフィルムの耐久性を向上させるために、温度 (T3>T2) を 190~210℃ に上昇させます。製造の最適化の出発点として、約 190℃ で 12 分以上加熱後、約 210℃ で 6 分以上加熱することを提案します。

特定の装置と製品要求に合わせて、この手順を最適化する必要があります。いずれの場合でも、アクイヴィオン® PFSA のガラス転移温度 (T_g) は 120~140℃ の範囲内であり、ポリマーは 230℃ まで熱的に安定です。

T3 での熱処理中にメンブレンが黒くなる場合、変色の主要原因として次のことが挙げられます。

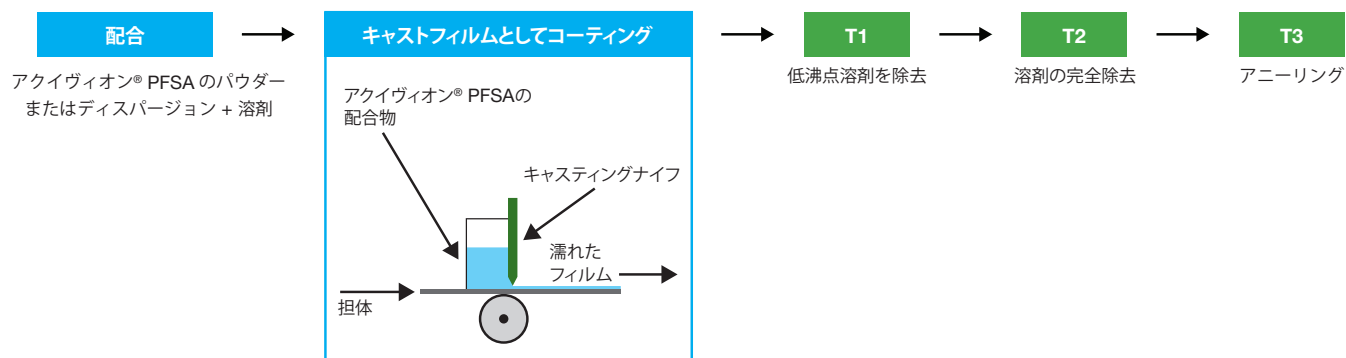
- 溶媒除去が不十分 (特に厚いメンブレンの製造時)
- オープンの換気が不十分 (気相が溶媒蒸気で飽和)

溶剤の分解がアクイヴィオン® の強酸性 SO₃H 成分による触媒作用を受ける可能性があります。実際にはいずれの場合でも、このようなメンブレンの変色により部品の電気化学的性能が低下することはありません。変色が気になる場合、希釈した過酸化水素または酸でメンブレンを後処理すると、多くの変色は除去できます。

メンブレンをはじめて使用するとき、残留溶剤がメンブレンから放散する調整期間が明らかになることがあります。これは特に、酸性の液体が存在しない状態で動作する PEM 燃料電池や電解槽などの電気化学用途に該当します。メンブレンの調整期間を短縮するには、次の方法があります。

- より揮発性が高い溶剤、または PFSA の官能基との化学反応性が低い溶剤を選択する
- 溶媒除去またはアニーリングの製造パラメーターを調製する
- アニーリングしてからメンブレンを使用するまでに、酸による洗浄手順を加える

図 2 : キャストメンブレンの製造



ウェブの含浸

溶剤除去手順を含む図 2 に示した手順を使用して、強化メンブレンを製造できます。ただし、この場合、コーティング手順がウェブ含浸プロセスになります。

補強 PFSA アイオノマーフィルムの製造は、その技術を持つすべての人にとって、基本的に単純で標準的なプロセスです。強化構造は、織布または不織布で、広い孔が開いているか、多孔質構造である場合もあります。はじめに、ウェブが十分に PFSA アイオノマーを吸収し、空隙部が完全に充填されなければなりません。このためには、いくつかの項目を検討する必要があります。

- 含浸基材中の PFSA の粒径分布が、充填するウェブの孔径分布と対応している必要がある

- 最終的な基材は、ウェブ構造の外側と内側の両方を濡らすことができなければならない(適度な表面張力が必要)
- 1 回または複数回の含浸ステップでウェブ内部のすべての空隙を完全に充填するように、基材中の PFSA 固形物の含有量が十分に高くなくてはならない

PFSA のコロイド粒子がウェブの多孔質構造内に入り込むためには、数秒の接触時間が必要な場合があります(特に、サブミクロンの空隙を充填する必要がある場合)。

さらにサポートが必要な場合、ソルベイにお問い合わせください。詳細な特性データについては、www.aquivion.com をご覧ください。

www.solvay.com

SpecialtyPolymers.EMEA@solvay.com | 欧州、中東、アフリカ

SpecialtyPolymers.Americas@solvay.com | 南北アメリカ

SpecialtyPolymers.Asia@solvay.com | アジアパシフィック

Solvay Specialty Polymers Japan K.K. | 03-5425-4320 (大代表) • 4300/4330 (営業代表)

SDS (安全データシート) をご希望のお客様は電子メールでご請求いただくか、または弊社の営業担当者へご連絡ください。弊社製品をご使用になられる場合は必ず事前に該当の SDS をお取り寄せの上、ご検討ください。弊社または関係会社は本製品および関連情報につき、明示または黙示を問わず、いかなる権利を許諾するものでもなく、またそれらの市場適応性および使用適合性を含め、いかなる責任も負いかねます。ソルベイグループの製品が、食用、水処理、医療用、薬用および介護等の用途に用いられる場合、かかる使用が関係法令もしくは国内外の基準またはソルベイグループの推奨に基づいて制限または禁止される可能性があることにご留意ください。埋め込み型医療機器としてお使いいただけるのは、Solviva® の生体材料群として指定された製品だけです。本情報および製品の使用につきましては、あくまでもお客様ご自身の判断と責任において、かかる情報および製品が特定の用途に適しており、関係法令に適合していることをご確認頂き、使用方法や知的財産権の侵害のリスクなどをご検討のうえ、ご使用くださるようお願い申し上げます。本情報および製品は専門家の慎重な判断および責任において利用すべきものであり、他の製品や工程と組み合わせて利用することを想定しておりません。本文書は特許権その他の財産権に基づく実施権をお客様に付与するものではありません。本情報はあくまでも標準的な特性を説明したものであり、仕様を述べるものではありません。すべての商標および登録商標は、ソルベイグループまたは他の該当する所有者に帰属します。

© 2016 Solvay Specialty Polymers. All rights reserved. D 08/2016 | Version 1.0

