



# SAXS によるポリマーメルトのメソスケール構造の測定と解析

瀧 健太郎  
金沢大学

キーワード：ポリプロピレン, 温度履歴, SAXS

## 1. 背景と研究目的

アイソタクチックポリプロピレン (iPP) は結晶性高分子であり、その結晶化過程についてこれまでさまざまな研究がおこなわれてきた。これらの研究では主として、熔融状態から結晶化開始温度以下に急冷し、一定温度に保持する過程で結晶化現象を研究している。一方で、例えば  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  の iPP の融点  $165^{\circ}\text{C}$  よりも高温での構造形成についてはこれまでほとんど研究されていない。我々は、最近、iPP を室温から  $180^{\circ}\text{C}$  まで加熱して保持するとラメラ構造に由来するピークよりも低角側の  $0.1\text{ nm}^{-1}$  付近に何かしらのメソ構造に由来するショルダーが現れることを偶然発見した。本研究では、このメソ構造の形成に関して、 $180^{\circ}\text{C}$  では高分子鎖が結晶であったことをまだ覚えていたためにメソ構造が形成されたのではないかと考えた。そこで、iPP を  $200^{\circ}\text{C}$  まで加熱し、高分子鎖の記憶をおおよそ消し去った上で、 $180^{\circ}\text{C}$  に保持するとメソ構造が形成されるかについて、*in situ* SAXS 測定により調べた。

## 2. 実験内容

試料はアイソタクチックホモポリプロピレン (FY6H, JPP 製) を使用した。試料を室温から  $6^{\circ}\text{C}/\text{min}$  で所定の温度まで加熱し、その後、60 min 間は一定に保持した。1 min 毎に SAXS (小角 X 線散乱) を測定した。加熱方法は、直接  $180^{\circ}\text{C}$  まで昇温する直接昇温と、一旦  $200^{\circ}\text{C}$  まで昇温し、 $180^{\circ}\text{C}$  まで冷却し保持する間接昇温の二通りの熱履歴とした。加熱には透過加熱ステージ (10033L, LINKAM) を使用した。

## 3. 結果および考察

Fig. 1 に  $180^{\circ}\text{C}$  で 60 min 間保持中の 1 min 毎の *in situ* SAXS 測定結果を示す。Fig. 1 (a) の間接昇温 (Indirect temp. raise) では、SAXS プロファイルはほとんど変化しておらず、メソ構造は形成されていない。Fig. 1 (b) の直接昇温では、 $0.1\text{ nm}^{-1}$  付近にショルダーが現れており、メソ構造が形成されていることをうかがわせる。今回の一連の測定により、 $200^{\circ}\text{C}$  まで加熱すると、メソ構造は形成されなくなり、試料の熱履歴がメソ構造形成に影響を及ぼしていることが明らかになった。

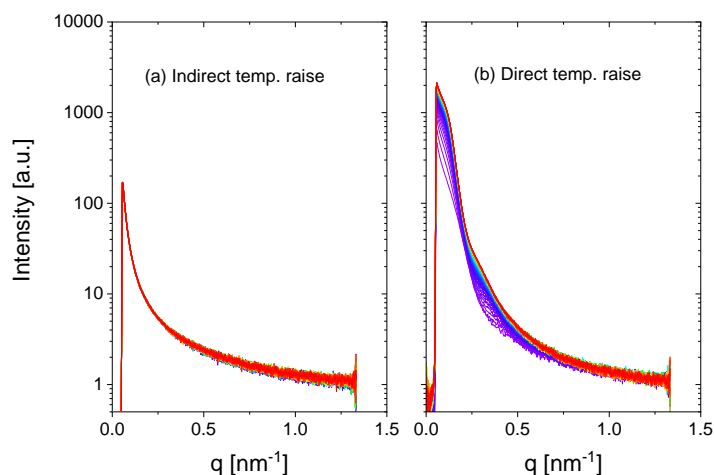


Fig. 1 Effect of thermal history of evolution of microstructure in the molten iPP at  $180^{\circ}\text{C}$ .

## 4. 参考文献

1. Tashiro K, Yamamoto H. Structural Evolution Mechanism of Crystalline Polymers in the Isothermal Melt-Crystallization Process: A Proposition Based on Simultaneous WAXD/SAXS/FTIR Measurements. *Polymers* (Basel). 2019 Aug 6;11(8):1316. doi: 10.3390/polym11081316.