



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：非等温結晶化，時間分解測定，ポリプロピレン

1. 背景と研究目的

プラスチック発泡成形は，微細な気泡を大量に含むプラスチック発泡体を成形する方法であり，通常のプラスチックに断熱性，耐衝撃性，防音性，低比誘電率性などの特性を与えることができる優れた成形方法である。プラスチック発泡成形に使用されるプラスチックの一つにポリプロピレンがある。ポリプロピレンは結晶性高分子であり，発泡成形の際は熔融状態から急速に冷却されながら結晶化を伴いつつ発泡することが知られている。我々はこれまで可視化発泡実験装置を使用して，高压窒素ガスを含浸させたポリプロピレンメルトを一定速度で冷却しながら，窒素ガスの圧力を開放することでポリプロピレン中で溶存窒素ガスの過飽和状態を誘起させて気泡が生成する様子を観察してきた。その際に，結晶化も同時進行するため，結晶化過程の定量的な評価が課題であった。そこで，時間分解 SAXS を利用して，熔融状態から冷却する過程でラメラ厚さに相当するピーク位置のピーク強度を測定し，その冷却速度依存性を調べた。

2. 実験内容

アイソタクチックポリプロピレンの厚さ 0.5 mm のシートを直径 5 mm に打ち抜き，専用の治具に固定したのち，BL8S3 に備え付けの LINKAM に設置した。これを 200℃まで加熱し，その後，一定速度で冷却した。冷却速度は 24, 40, 52 °C/min，X 線の露光時間は 1 s として，2 s に 1 回の測定を繰り返した。

3. 結果および考察

図 1 左に冷却速度 52 °C/min における SAXS プロファイルの時間変化を示す。試料温度が 113 °C 付近で 0.33 nm^{-1} のピークが立ち上がることから，ポリプロピレンのラメラ相が形成されていることがわかる。その後 99 °C にかけて SAXS 強度が急激に増加していることから，結晶化が進行していることがわかる。それぞれの冷却速度で 0.33 nm^{-1} の SAXS 強度を時間に対して図 1 右にプロットした。SAXS 強度が立ち上がる温度は，冷却速度が大きくなるほど低い温度になることがわかる。これは結晶化がより低温度で開始していることを示しており，示差走査熱量測定の結果とも一致する。

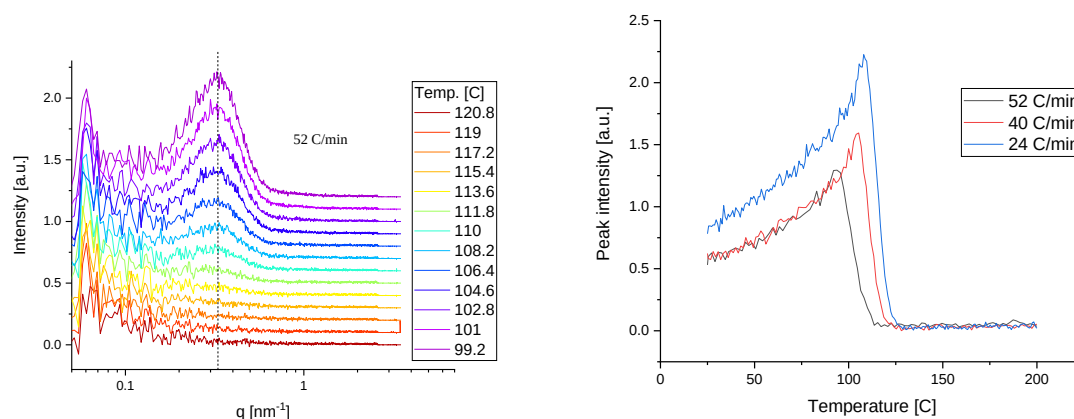


図 1 SAXS プロファイルの測定結果（左）54 °C/min，（右） 0.33 nm^{-1} の SAXS 強度の時間変化