

IPC 2016 のポスター発表 に関する報告書

羽 下 昌 徳

Masanori HAGA

物質化学専攻修士課程 2年

1. はじめに

2016年12月14日に福岡の国際会議場で開催された高分子学会の国際学会に参加した。「射出成型された Poly (butylene terephthalate) の表面と内部における結晶化と配向性の関係」という題目でポスター発表した。Poly (butylene terephthalate) (PBT) はポリエステル系のエンジニアリングプラスチックであり Poly (ethylene terephthalate) (PET) より結晶化速度が速いため射出成型に優れている。本研究では板状 PBT における試料表面から内部にかけての分子構造の解析および結晶化挙動、配向性の違いについて検討した。

2. 緒言

PBT はポリエステル系のエンジニアリングプラスチックであり PET より結晶化速度が速いため射出成型に優れている。これまで、PBT のスキーンコア構造のモルフォロジーについて報告されている。しかし、PBT の深さ方向に対しての結晶化挙動の報告はあまりされていない。本研究では板状 PBT における試料表面から内部にかけての分子構造の解析および結晶化挙動、配向性の違いについて検討した。

3. 実験操作

厚さ 2 mm, 射出成型速度 80 mm/s の板状 PBT を、大阪市工業研究所にある大型滑走式マイクロームを用いて薄くスライスし、それをスライス試料とした。この試料を DSC, Spring 8, FT-IR 測定を行った。偏光 ATR-IR 測定の測定は、通常の ATR 測定で偏光での測定の場合、偏光板を 0° にして赤外線

の偏光方向を水平にして入射すると、試料の垂直の振動成分が得られますが、偏光板を 90° 回転させて測定したものは入射光の偏光方向が上下になります。そのため入射光が試料表面で反射し配向の度合いを見ることができませんが、偏光方向を上下にした時に試料の深さ方向の配向の情報しか得られないため正確な赤外二色比を比べる事ができません。そこで今回行った測定は試料を 90° 回転させることで入射光の偏光方向を水平にし、試料の配向方向に対して平行の成分を得るようにしました。そうすることで入射光が試料の配向方向に対して平行と垂直になるため二色比を求めることができます。しかし ATR 法では試料とプリズムの間の接触の度合いによるエバネッセントの試料内への入り込む深さが異なります。従って、赤外二色比を求める際の、配向してもピークの強度が変わらない、内部標準となるピーク決める必要があります。また今回の測定で用いたプリズムは KRS-5 を使用しました。

4. 測定条件

- ・ PBT 射出成型プレート
厚さ 2 mm
射出成型速度 80 mm/s
- ・ DSC 測定 Rigaku DSC 8231
測定範囲 室温 - 300°C
昇温速度 10°C/min
- ・ X 線回折測定 (XRD)
SPring8 BL03 XU
(課題番号 2013A7214, 2013B7262)
測定ピッチ 10 μm
測定点数 200 点 / 1 試料
- ・ 赤外分光法 日本分光 FT-IR 660 Plus
分解能 2 cm⁻¹ 積算回数 16 回

5. 結果と考察

5.1 DSC と Spring 8 による融解挙動の比較

Fig. 3 は Fig. 1., Fig. 2. のそれぞれの測定から結晶化度を算出しプロットしたものである。DSC の

$$X_C = \frac{\Delta H_{obs}}{\Delta H_{100}} \times 100 \quad (1)$$

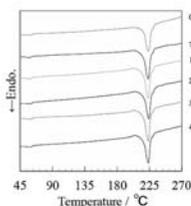


Fig. 1 Melting behavior of PBT samples. (neat)

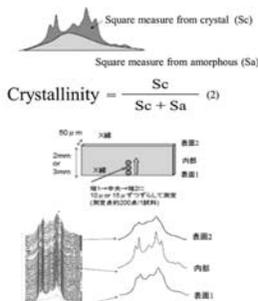


Fig. 2 X-ray diffraction pattern obtained by Spring 8.

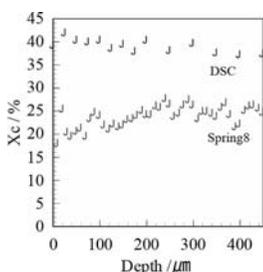


Fig. 3 Crystallinity of PBT depending on the depth from the surface.

場合は (1) 式, SPring 8 の場合は (2) 式を用いた。DSC 測定の場合は表面部分で結晶化度が約 40%であったが内部にいくにつれて結晶化度が低くなる傾向が見られた。一方で SPring 8 における測定の場合、表面の結晶化度は約 18%であったが内部にいくにつれて結晶化度が高くなる傾向が見られた。この2つの測定で結晶化度に差が見られたが、この差は延伸することによって得られる、メゾ相によるものだと考えられる。また、結晶化度を算出する際に、DSC の場合はメゾ相を含んで計算しているが XRD の場合は完全に結晶部分だけで計算しているためこのような差が生じたと考えられる。そのため ATR-IR によって配向性の関係を検討した。

5.2 ゲート部分における配向性の違い

Fig. 4, Fig. 5. を見ると表面では垂直方向にしたときのピークの強度が大きく配向しているが内部ではあまり配向していないことが分かる。このことを

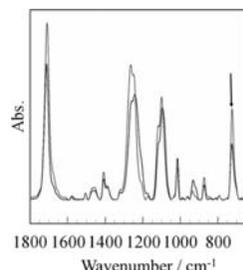


Fig. 4 Polarized ATR spectra of PBT at the surface. (gate 25-50 µm)

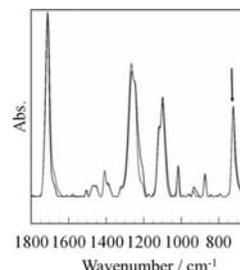


Fig. 5 Polarized ATR spectra of PBT at the inside. (gate 600-700 µm)

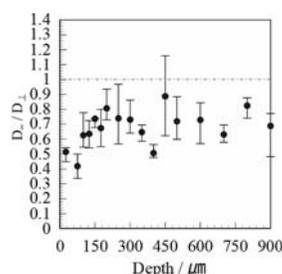


Fig. 6 IR dichroism of PBT depending on the depth from the surface. (725 cm^{-1})

プロットしたものが Fig. 6 である。表面では赤外二色比が約 0.5 で 1 以下なので配向しているが内部では約 0.7 であまり配向していない。これは表面ではサンプル表面と金型との間でシエアがかかるため配向すると考えられる。しかし内部ではかからないため配向しないと考えられる。このことから表面でより配向され、メゾ相が多く形成されたために結晶化度も表面で高くなったと考えられる。

6. 評価

今回の学会を通して、発表自体はこれまでも何回か学会に参加してきたので落ち着いて発表することができました。英語に関しては聞きに来ていただいた方が全員日本人だったということもあり、英語での発表はできませんでしたが、これからも英語の勉強は続け次回、発表する機会があればそれに活かしていきたいと考えています。