

高分子討論会のポスター発表 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

今回は2017年9月20日～22日に愛媛大学で開催された高分子討論会に参加した。発表形式はポスター発表で、題目としては「成型条件の異なる Poly (butylene terephthalate) 射出成型プレートの表面と内部における結晶化挙動と配向性」について発表した。発表の概要としては Poly (butylene terephthalate) (PBT) はエンジニアリングプラスチックの1つであり、成型性、物性などのバランスが取れており、自動車部品などに幅広く利用されています。本研究では成型条件の異なる PBT 射出成型プレートの表面から内部にかけての結晶化と配向性について検討した。発表内容に関しては下記に記す。

2. 緒言

Poly (butylene terephthalate) (PBT) はエンジニアリングプラスチックの1つであり、成型性、物性などのバランスが取れており、自動車部品などに幅広く利用されています。これまでに射出成型した PBT のスキン-コア構造の結晶モルフォロジーについての報告はされているが、射出成型された試料の深さ方向に対しての結晶化挙動や配向性の報告はあまり行われていない。そこで本研究では成型条件の異なる PBT 射出成型プレートの表面から内部にかけての結晶化と配向性について検討した。

3. 実験操作

厚さ 2 mm, 射出成型速度が 20, 40, 60, 80 mm/s と成型速度が異なる板状 PBT を、大阪市工業研究所にある大型滑走式ミクロト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, SPring8, 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° にして赤外線のパolarization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た。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 20, 40, 60, 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 BL03XU
(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 Spring8 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 の場合は (1) 式, SPring8 の場合は (2) 式を用いた。

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

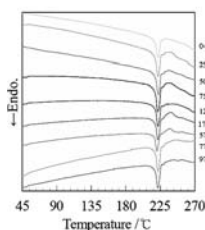


Fig. 1 Melting behavior of PBT samples.

$$\text{Crystallinity} = \frac{S_c}{S_c + S_a} \quad (2)$$

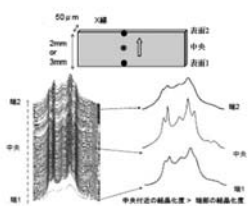


Fig. 2 X-ray diffraction pattern obtained by SPring8.

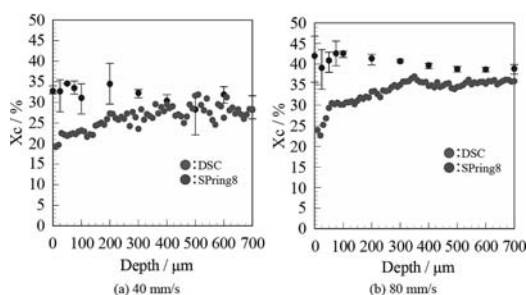


Fig. 3 Crystallinity of PBT depending on the depth from the surface.

DSC 測定の場合は表面部分で結晶化度が約高か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 SPring8 における測定の場合、表面の結晶化度は低か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形成される、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 によって配向度の関係を検討した。

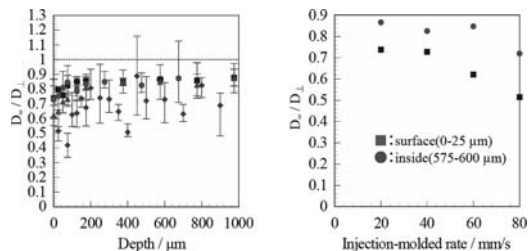


Fig. 4 IR dichroism of PBT depending on the depth from the surface. Injection-molded rate.

■ : 20 mm/s ● : 40 mm/s ▲ : 60 mm/s ◆ : 80 mm/s

$$X_c = \frac{\Delta H_{obs}}{\Delta H_{100}} \times 100$$

5.2 ゲート部分における配向性の違い

Fig. 4. は深さ方向に対して二色比をプロットしたものである。この図からわかるように、どの成型速度においても表面では赤外二色比が1以下なので配向しているが内部では1に近い値のため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。また Fig. 5 は成型速度に対して二色比をプロットしたものである。この図から成型速度が速くなるにつれて配向も大きくなったことから成型速度が速い分シエアが大きくなったと考えられる。

6. 評価

今回の学会はこれまでで一番聞きに来てくださった方が多く、興味を持っていただき大変嬉しかったです。多くの質問があり、中にはこれからさらに検討していく必要がありそうな指摘もいただきました。今後もそのような指摘もふまえ、より深く考察していきたいと思っています。