

【序論】

ポリプロピレン (PP) は多くの特長をもつ優れたプラスチックであり, 自動車部品や 用品など幅広い分野で利用されており, 生活に欠かせない材料である. 特徴として, 割れた際に尖らないこと, リサイクルのし易さがあり, 例えばガラスの代替品として期待される. しかし, PP は結晶性高分子であり, 内部の微結晶により不透明になるため, ガラスのような透明性を必要とする製品への利用が難しい. そこで, 透明結晶核剤を用いることで, PP の優れた物性を活かしつつ, 透明性を向上させることができる. 一方で, 透明結晶核剤を用いたときの結晶モルフォロジーについては解明されていない. そこで, 本研究ではこれらについて X 線散乱と顕微鏡を用いて明らかにすることを試みた.

【実験】

試料として, 出光ライオンコンポジット (株) 様より提供していただいたアイソタクチックポリプロピレン (MFR=32 g/10 min) に核剤を 0%~1.5% 加えたものを試料として用いた. また, これらの結晶モルフォロジーについて, 示差走査熱量 (DSC) 測定および偏光顕微鏡 (POM) 観察により評価した. さらに, 熔融状態 (200°C) からの結晶化プロセスを観測するために, In-situ 同時 X 線散乱 (SAXS・WAXS) 測定を行った. 装置は, Photon Factory の BL-6A 及び SPring-8 の BL05XU を用いた. なお, 散乱ベクトル q は $4\pi\sin\theta/\lambda$ (2θ : 散乱角, λ : 波長) である.

【結果・考察】

ナノメートルスケールのモルフォロジーにおける核剤の影響を調べるため, WAXS のプロファイルを図 1 に示す. 試料を 200°C で熔融後, 10°C/min で降温した際の 50°C での WAXS プロファイルである. いずれの濃度においても, α 晶由来のピークに加えて, $q=13.7\text{ nm}^{-1}$ 付近に γ 晶由来の (117) の反射に由来するピークが観測された. γ 晶の強度は核剤の濃度に応じて徐々に増大する傾向があることがわかった. そこで α 晶と γ 晶が観測され始める温度について評価すると, いずれの核剤の濃度においても α 晶が出現したあとさらに 10°C 程度過冷却された後に γ 晶が出現した. これは, γ 晶形成には α 晶の存在が必要であると示唆される. この結果より, 透明結晶核剤は一般的な核剤と同様に結晶核生成を促進することが分かった.

そこで, 降温時における結晶中の γ 晶の割合の温度依存性を図 2 に示す. 降温中の γ 晶の割合は温度によらずほぼ一定であった. これは, α 晶の成長に伴って γ 晶も成長していることを示している. 一方, 結晶核剤の濃度が高い条件において, 過冷却度が大きい条件で γ 晶の比率が減少していることがわかった. これは, 過冷却度が高い場合, γ 晶の成長が阻害され, α 晶の分率が増大するためと考えられる.

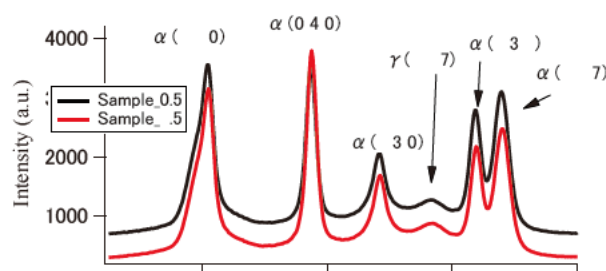


Fig. 1 WAXS profiles of PP sample with transparent nuclear agents of 0.5 / 1.5 wt%.

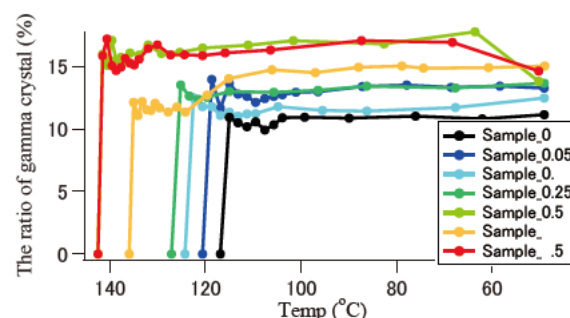


Fig. 2 Temperature dependence of the ratio of γ crystal in various nuclear agent concentration.