

# iPP/溶融型核剤の伸長結晶化によるナノ配向結晶生成と高性能化

広大院先進理工<sup>1</sup>・サンアロマー<sup>2</sup>・JASRI<sup>3</sup>

彦坂正道<sup>1</sup>・岡田聖香<sup>1</sup>・丸山真範<sup>2</sup>・田頭克春<sup>2</sup>・坂井和彦<sup>2</sup>・増永啓康<sup>3</sup>

【はじめに】岡田らはiPPやポリアミド、ポリエステル、フッ素樹脂等を伸長結晶化し、伸長ひずみ速度( $\dot{\epsilon}$ )がある臨界値( $\dot{\epsilon}^*$ )以上で、融液が配向融液(oriented melt, om)に変わり”ナノ配向結晶(nano-oriented crystals, NOC)”が生成し、高性能化することを発見した[1-6]。しかし、iPPのNOCの引張強度は、伸長方向(machine direction, MD)では折りたたみ鎖結晶(folded chain crystals, FCC)からなる従来成形物よりも大きい、MDに垂直なtransverse direction(TD)では従来成形物と同程度で異方性が大きい、という問題点があった[1]。本研究の目的は、iPPにゲル化剤型の溶融型核剤を添加した伸長結晶化により、異方性が小さいNOCを得て問題点を解決し、その結晶化や構造・高性能発現メカニズムを解明し、環境適合型の新規高性能材料を開発することである。

【実験】試料にはiPP( $M_w=32.6 \times 10^4$ 、 $M_w/M_n=11.4$ 、[mmmm]=98%)に溶融型核剤(1,2,3-Trideoxi-4,6:5,7-bis-O-((4-propylphenyl)methylene)-nonitol, TBPMN)を1wt%添加して用いた。試料を210°Cで融解後201°Cでロール成形機により $\dot{\epsilon}=73 \text{ s}^{-1}$ で伸長結晶化した。成形物は室温で、偏光顕微鏡と放射光のSAXS、WAXSによりthrough(normal direction; ND)、edge(TD)、end(MD)の三方向から観察した。引張強さ( $\sigma_M$ )と引張弾性率( $E_t$ )は、引張試験機(株島津製作所製、AG-1kNIS)で測定した。

【結果と考察】(i) POM: 高分子鎖は乱れたMD配向を示した(Fig.1)。(ii) SAXS: MDに配向した2点像と楕円状patternを示した(Fig.2a,c&e)。(iii) WAXS: MDとc軸配向したfiber patternとarc patternを示した(Fig.2b,d&f)。(iv) 引張試験: MDが $\sigma_M=95 \text{ MPa}$ 、 $E_t=4.0 \text{ GPa}$ (1)、TDが $\sigma_M=38 \text{ MPa}$ 、 $E_t=2.6 \text{ GPa}$ (2)で、従来成形物の $\sigma_M=34 \text{ MPa}$ 、 $E_t=1.2 \text{ GPa}$ (3)[7]より高強度を示した(Fig.3)。よって、異方性が改善できた。改善した理由は、核剤の3次元網目状結晶[8]によりナノ結晶が全方向にも生成したためであろう。

【結論】iPP/溶融型核剤(ゲル化剤)を伸長結晶化して、異方性が小さく高性能なナノ配向結晶(NOC)を得た。

【謝辞】放射光実験はSPring-8のBL03XUで行った。

【参考文献】[1] Okada, K. *et al. Polymer J.*, **42**, 464 (2010). [2] Okada, K. *et al. Polymer Preprints, Japan* **67(1)**, 1Pe009 (2018). [3] Okada, K. *et al. Polymer Preprints, Japan* **66(2)**, 3I08 (2017). [4] Okada, K. *et al. Polymer Preprints, Japan* **63(1)**, 1331 (2014). [5] Hikosaka, M. *et al. Polymer Preprints, Japan* **66(1)**, 2C05 (2017). [6] Okada, K. *et al. Polymer J.*, **50**, 167 (2018). [7] in *Plastic processing databook*, 39 (Nikkan Kogyo Shinbun, Tokyo, 2002). [8] Kobayashi, T. *et al. Kobunshi Ronbunshu*, **55**, 613 (1998).

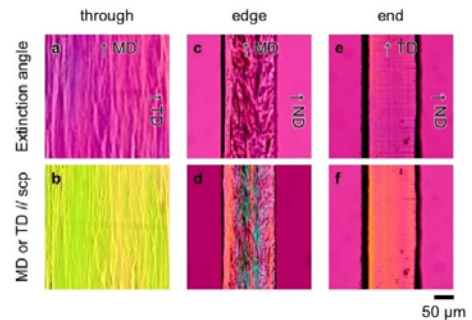


Fig.1 Optical micrographs of NOCs. a&b. Through-view. c&d. Edge-view. e&f. End-view. a,c&e. extinction angle (0 or  $\pi/2$ ). b,d&f. MD or TD // sensitive color plate (scp).

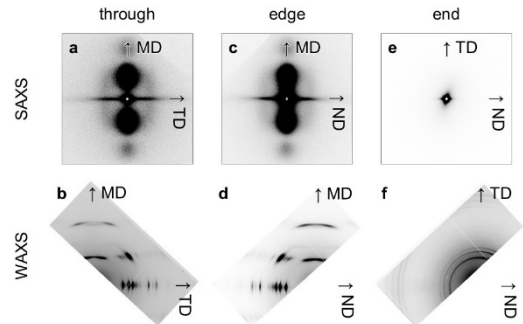


Fig.2 X-ray images of NOCs. a&b. Through-view. c&d. Edge-view. e&f. End-view. a,c&e. SAXS images. b,d&f. WAXS images.

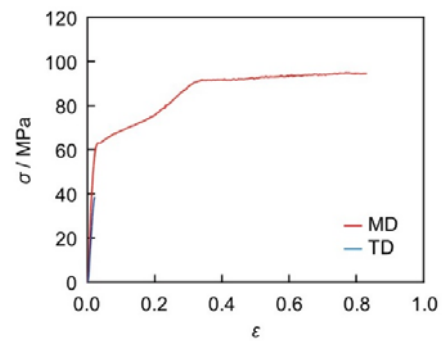


Fig.3 Stress ( $\sigma$ ) - strain ( $\epsilon$ ) curves of NOCs for MD and TD.

## Elongational crystallization of iPP with meltable nucleating agent results in formation of nano oriented crystals (NOCs). NOCs showed high tensile stress.

Masamichi HIKOSAKA<sup>1</sup>, Kiyoka OKADA<sup>1</sup>, Masanori Maruyama<sup>2</sup>, Katsuharu TAGASHIRA<sup>2</sup>, Kazuhiko SAKAI<sup>2</sup>, Hiroyasu MASUNAGA<sup>2</sup> (<sup>1</sup> Graduate School of Advance Science and Technology, Hiroshima University, 1-7-1 Kagamiyama, Higashi-hiroshima city, Hiroshima 739-8521, Japan, <sup>2</sup> SunAllomer Ltd., 2-3-2 Yako, Kawasaki-ku, Kawasaki 210-0863, Japan, <sup>3</sup> Japan Synchrotron Radiation Research Institute (JASRI), 1-1-1 Kouto, Sayo-cho, Sayo-gun, Hyogo 679-5198, Japan)

<sup>1</sup>Tel: +81-090-6113-3481, Fax: +81-82-424-0758, E-mail: hikosaka@hiroshima-u.ac.jp