

課題番号	: F-16-TT-0029
利用形態	: 機器利用
利用課題名(日本語)	: Poly(butylene adipate)のβ-α結晶相転移の再検討
Program Title (English)	: Reinvestigation of the β-to-α Crystal Phase Transition of Poly(butylene adipate)
利用者名(日本語)	: 王夢梵, 尾崎幸洋
Username (English)	: Mengfan Wang, <u>Yukihiro Ozaki</u>
所属名(日本語)	: 関西学院大学理工学部化学科
Affiliation (English)	: Department of Chemistry, School of Science and Technology, Kwansai Gakuin University

1. 概要(Summary)

The poly(butylene adipate) (PBA)は試料調整の条件に依存して、2つの結晶型 α および β 型を示すことが知られている。β 型は、高温を加熱することによって α 型への固相から固相への相転移をすることが報告されている。しかしながら我々は時間依存性 FTIR 測定を用いて実施された温度ジャンプ実験に基づいて、この遷移が固相から固相へとなるのではなく溶融再結晶化プロセスであることを見出した。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

多目的 X 線回折装置

【実験方法】

液体窒素冷却 Hg-Cd-Te (MCT) 検出器を備えた Varian FTS7000 高速走査 FTIR 分光計を時間依存 FTIR 測定に使用した。キャストされたままのフィルムを温度ジャンプ測定のために自家製光学セルにセットした。温度は室温から 55 °Cまで約 180 °C/分の速度でジャンプさせた。FTIR スペクトルは、2 cm⁻¹の分解能で2秒ごとに収集した。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

Fig. 1は、温度ジャンプ中のPBAおよびその後の等温プロセスの IR スペクトルを示す。目標温度は 55 °Cであり、温度が 26.5 ~ 55 °Cから 180 °C/分に上昇すると、β 型の IR バンド(735 cm⁻¹)は、Fig. 1(a)に示すように加熱プロセスでほとんど消失した。しかし、重要な点は、β 型消失中に非晶質バンド(755 および 747 cm⁻¹)の強度が増加し、55 °Cに達した後でも α 型の IR バンドが現れないことである。Fig. 1(b)に示すように、α 型バンド(734

cm⁻¹)は、温度ジャンプの長い時間後に非常にゆっくりと現れることが分かった。このプロセスをより明確にするために、β、α、およびアモルファス相の IR バンドについて推定された積分吸収強度の時間依存性を調べた(Fig. 2)。非晶質(745および760 cm⁻¹)、β 型(735 cm⁻¹)および α 型(734 cm⁻¹)のバンドの積分吸収強度は、770 ~ 720 cm⁻¹の領域の IR スペクトルの分解によって得られた。Fig. 2 は、55 °Cまでの温度ジャンプ後に最初に β 型バンド(930 および 735 cm⁻¹)が消失すると同時に、アモルファス相のバンドの積分強度が顕著に増加することを明確に示しているが、α 型バンドは 40 分後に現れる。

時間依存性 FTIR の測定結果は、PBA の相転移プロセスが溶融再結晶化プロセスであることを明確に示した。

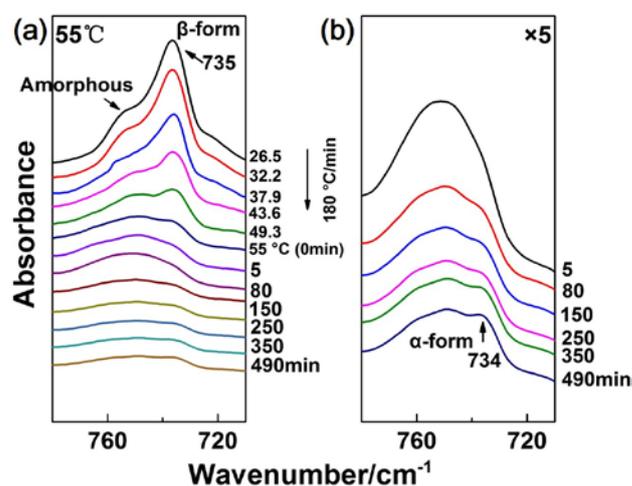


Fig. 1 Temperature-jump time-dependent FTIR spectra in the region of 790–700 cm⁻¹

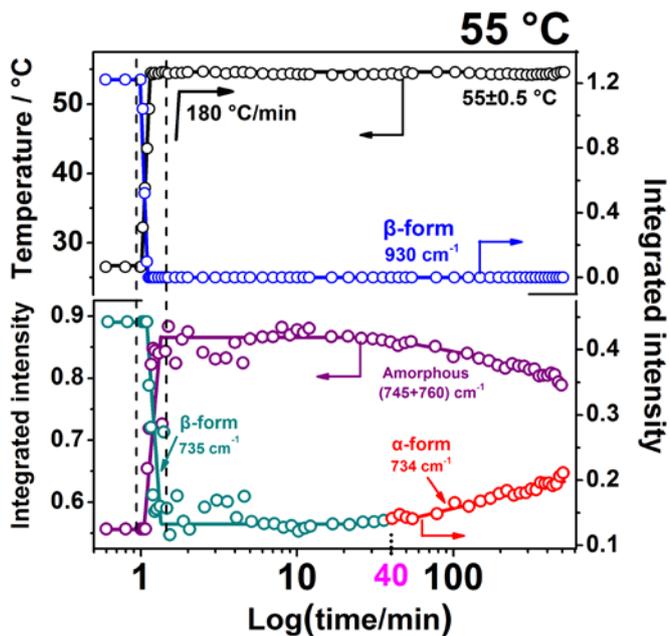


Fig. 2 Temperature-jump time-dependent FTIR absorbance for PBA as cast film at 55 °C estimated for the IR bands of the β , α , and amorphous phases.

4. その他・特記事項 (Others)

なし。

5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

(1) Mengfan WANG, Kohji TASHIRO, Yokihiro OZAKI, Crystal Structure Evolution Behavior of Poly (butylene adipate) during Heat Treatment Based on in-situ WAXD Measurement, 第65回高分子討論会, 2016年9月14日~16日 (神奈川大学)

6. 関連特許 (Patent)

なし。