

ポリフェニレンスルフィドの結晶構造におよぼす  
添加材および熱処理条件の影響  
**Influence of Additive and Annealing Treatment on  
Crystal Structure of Poly(phenylene sulfide)**

岡本 泰志<sup>a</sup>, 青木 孝司<sup>a</sup>, 加藤 和生<sup>a</sup>, 高原 淳<sup>b</sup>  
Yasushi Okamoto<sup>a</sup>, Takashi Aoki<sup>a</sup>, Kazuo Kato<sup>a</sup>, Atsushi Takahara<sup>b</sup>

<sup>a</sup>(株)デンソー, <sup>b</sup>九州大学  
<sup>a</sup>DENSO CORP., <sup>b</sup>KYUSHU UNIVERSITY

ポリフェニレンスルフィド(PPS)実用材料の結晶構造におよぼす熱処理の影響をすれすれ入射 X 線回折(GIXD)測定により検討した結果、PPS 実用材料では熱処理により結晶構造が変化するがその変化は添加材に影響されることが示唆された。

**キーワード：** ポリフェニレンスルフィド、添加材、ブレンドポリマー、ガラスファイバー、結晶構造、熱処理条件、すれすれ入射 X 線回折

**背景と研究目的：**

PPS 樹脂は成形性に優れ、かつバランスのとれた機械的性質、電気的性質、耐熱性、耐薬品性、耐磨耗性等を有し、代表的なエンジニアリング樹脂として自動車分野をはじめとする広汎な分野において利用されている。一方、自動車用途に使用される材料は高度の信頼性が要求される。実用材料では強度および必要な機能を発現させる目的で種々の添加材(ブレンドポリマー(BP)、ガラスファイバー(GF)等)を配合しており、その分散性やマトリックス樹脂の高次構造に与える影響を明らかにすることは強度や機能の発現のメカニズム解析に重要である。また実用樹脂材料では成形時や接着時あるいはその前後において種々の熱処理を行うことが通常であり材料の強度や機能に与える熱処理の影響は重要である。今回は、加熱下における PPS 実用材の GIXD 測定によりバルクの結晶構造の変化を検討した。

**実験：**

PPS サンプルは PPS 純品、PPS+BP、PPS+BP+GF の 3 種類を、0.3mm 厚のフィルムに成形して用いた。測定は SPring-8 の BL46XU ビームラインにて行った。20×20mm に切断したサンプルを Huber 回折計のヒーター付サンプル台に Al テープで固定した。サンプル表面に熱電対を貼付してサンプル温度をモニターしながら所定の温度に加熱冷却した。カプトンドーム中 He 雰囲気下、波長 0.124nm、 $2\theta$  : 6-26 度、0.1 度間隔、1 秒積算、入射角 0.16 度(バルク情報)で Out-of-plane 測定を行った。

**結果および考察：**

図 1 は PPS の in-plane GIXD の回折プロファイル(黒色)とその成分およびフィッティング曲線(黄色)である。図中には Gauss-Lorentz 混合関数を用いて最小二乗法により波形分離した結果を示している。このうち単一の回折面である(110)面由来の回折ピークに着目し、回折角より面間隔を求めた。図 2 に PPS サンプルの各温度における(110)面間隔をプロットしたグラフを示す。いずれのサンプルも高温で面間隔が大きくなっており、熱膨張により結晶間隔が広がったことを示している。高温(120°C以上)では 3 種とも同じ面間隔を示した。PPS 純品と PPS+ER は各温度でほぼ同じ面間隔を示したが、PPS+ER+GF では低温(120°C未満)で面間隔が小さくなる傾向を示した。すなわち PPS の結晶化がガラスファイバーに影響されたことが示唆された。

今後の課題：

今後は添加材の種類と量を変化した場合と温度を変化した場合のマイクロ構造の変化を WAXS で、またメソ構造の変化を SAXS で検討して実用樹脂材料の構造解析を進める予定である。

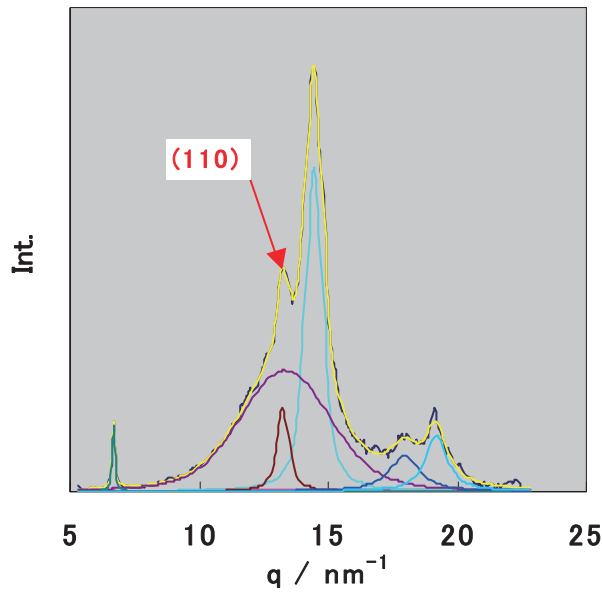


図 1. PPS の回折プロファイル(黒色)とその成分およびフィッティング曲線(黄色)

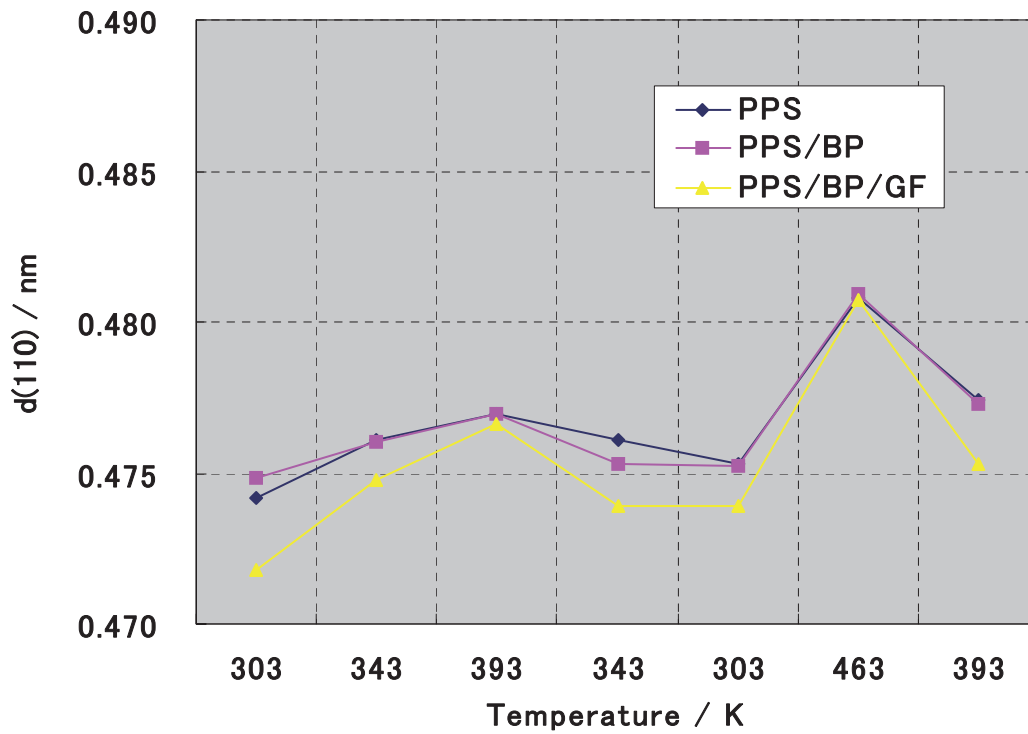


図 2. PPS(110)結晶格子間隔の温度依存性