

ポリフェニレンスルフィドのメソ構造におよぼす添加材の影響 Influence of Additives on Meso Structure of Poly(phenylene sulfide)

岡本 泰志^a, 青木 孝司^a, 加藤 和生^a, 高原 淳^b
Yasushi Okamoto^a, Takashi Aoki^a, Kazuo Kato^a, Atsushi Takahara^b

^a(株)デンソー, ^b九州大学
^aDENSO CORP., ^bKYUSHU UNIVERSITY

ポリフェニレンスルフィド(PPS)実用材料のメソ構造におよぼす添加材の影響を超小角 X 線散乱(USAXS)測定により検討した結果、PPS 実用材料では添加材由来と考えられる 35nm および 240nm の周期構造が観察された。

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、メソ構造、超小角 X 線散乱

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、耐摩耗性等を有し、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。実用樹脂材料は、強度や機能の付与を目的として種々の添加材が混合されており、これら添加材の分散性やベースポリマーとの密着性が強度や機能の発現に大きな影響を与えると考えられる。今回は実用樹脂材料の構造解析のために、樹脂純品および添加剤を 1 種または 2 種加えたサンプルの USAXS 測定を行い、散乱パターンを比較検討した。

実験：

樹脂材料には PPS を用いた。PPS 実用材料にはブレンドポリマー(BP)、ガラスファイバー(GF)、ガラスビーズ(GB)、炭酸カルシウム(KD)等の有機/無機添加材が混合されている。今回は PPS、PPS+BP、PPS+BP+GF、PPS+BP+GB、PPS+BP+KD のサンプルを調製して USAXS 測定を行った。サンプルは 40×40×2mm の板状に成形した後、半分(20×40×2mm)に切断して測定に供した。USAXS 測定は BL19B2 にて PILATUS 検出器を用いて、X 線のエネルギー 18keV(波長 0.6888 Å)、カメラ長 39.4m、常温で行った。サンプルおよび空気の散乱および透過率を測定し、得られた 2 次元データを解析ソフト fit2d を用いて 1 次元データに変換した。得られたデータに対して(1)式を用いて補正を行った。

$$\text{散乱強度(試料+空気)/透過率(試料+空気)} - \text{散乱強度(空気)} \quad (1)$$

結果および考察：

図 1. に各サンプルの散乱プロファイルを示した。a)は x 軸を対数目盛に、b)は通常メモリにとってプロットしたものである。a)の GF、GB を含むサンプルで $q=0.0265\text{nm}^{-1}$ に 240nm の周期構造が観察された。また、b)の GF、GB、KD を含むサンプルで $q=0.178\text{nm}^{-1}$ にピークが観察され、これより 35nm の周期構造が存在することが明らかになった。GF、GB、KD 等はいずれもミクロンオーダーの大きさでありこれらの周期構造には対応しない。3 つのサンプルで共通するのは PPS と BP である。以前 2009A1953 課題で BL40B2 において SAXS 測定を行い、PPS 純品でラメラの周期構造に由来すると考えられるピーク($q=0.58\text{nm}^{-1}$ 、 $d=11\text{nm}$)が確認されている(図 2. 参照)。今回観測された 35nm の周期構造はこれよりも大きいことから、BP に由来する(たとえば BP の粒径が 35nm、分散距離が 240nm で分散している)可能性が考えられる。しかしながら図 1. において PPS+BP ではこれらの周期構造に対応するピークは観察されていない。GF、GB、KD 等無機添加材と PPS、BP との界面の情報が得られている可能性も考えられるため今後も検討を続ける予定である。

今後の課題：

今後中性子散乱等の手法を合わせて本構造を含めて PPS 実用材料の高次構造をさらに検討する予定である。

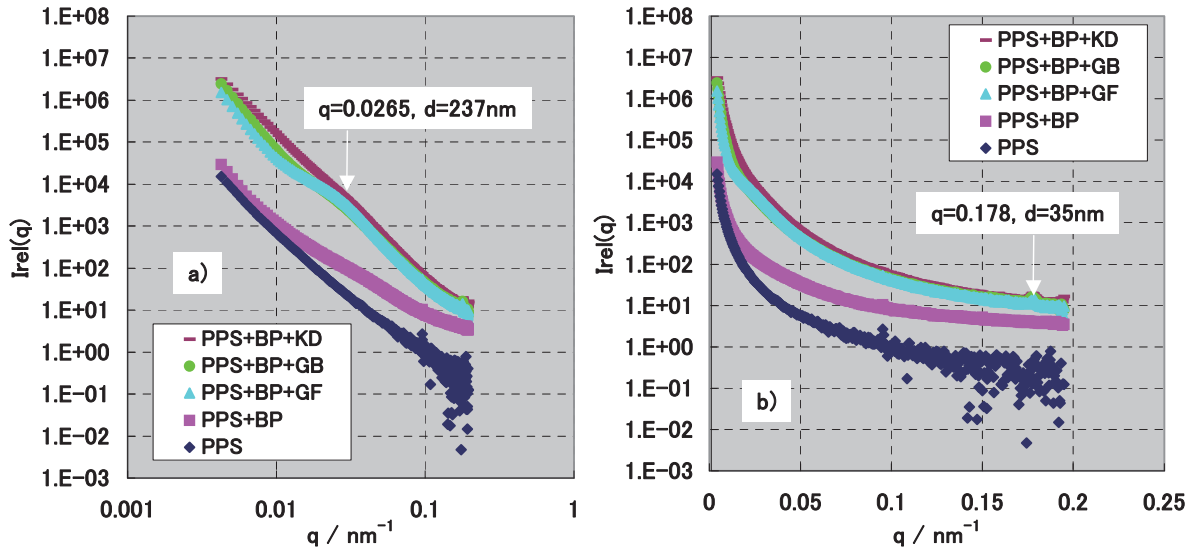


図 1. PPS 実用材料の USAAXS 測定結果

a) 両対数軸、b) 片対数軸

*BP：ブレンドポリマー、GF：ガラスファイバー

GB：ガラスビーズ、KD：炭酸カルシウム

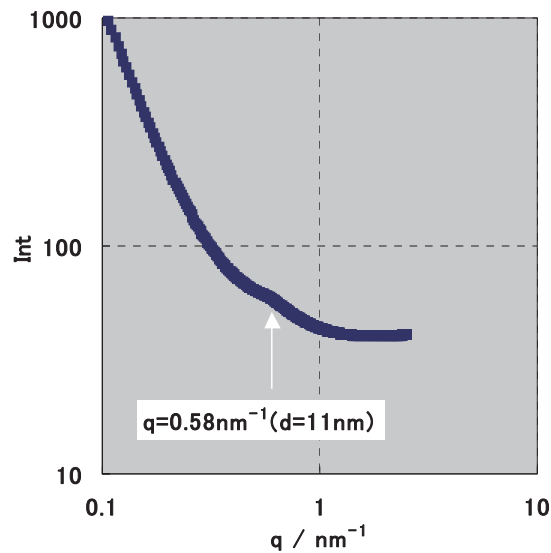


図 2. PPS 純品の SAXS プロファイル