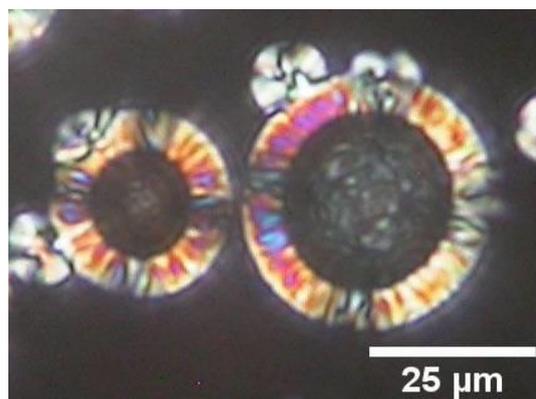


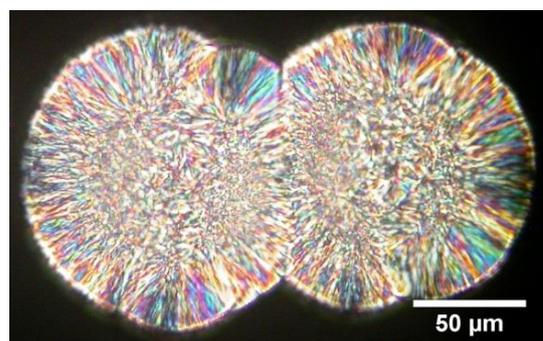
## cavity 等から成長した高分子球晶の構造

京工織大院工芸科学 小野祥一、○橋本雅人、藤原 進、伊藤 孝

**【諸言】** Cavitation は負の圧力によって液体中に泡が発生する現象である。我々が得た方法で cavity を、ガラス転移温度を挟む急冷急加熱によって結晶性高分子中に作成し、それが消滅する前に融液全体を結晶化条件においてやると、その cavity を一次核として球晶（のような構造）を形成する(**Fig.1**)。また、融解記憶効果を用いて、たくさんの球晶を作製したときも、似たような球晶（のような構造）が形成される(**Fig.2**)。こういった複数の一次核、点でない一次核から成る多核球晶の構造を調べることは、球晶構造の成長のメカニズムを議論するうえで重要である。本来なら時間経過とともに消えてしまう cavity を結晶化で固定する事は cavity の構造を探る手がかりとなる。cavity の周りにはなぜ選択的に一次核が形成されるのかという核形成の面からも興味深い。そこで本研究では、結晶性高分子としてイソタクチックポリスチレン(iPS)を用いて、cavity を核とした球晶、融解記憶を利用した多核球晶を作成し、光学顕微鏡(OM)、走査型顕微鏡(SEM)、光散乱(SALS)などを用いて一つの一次核から成る球晶との違いを議論し、明らかにすることを目的とする。



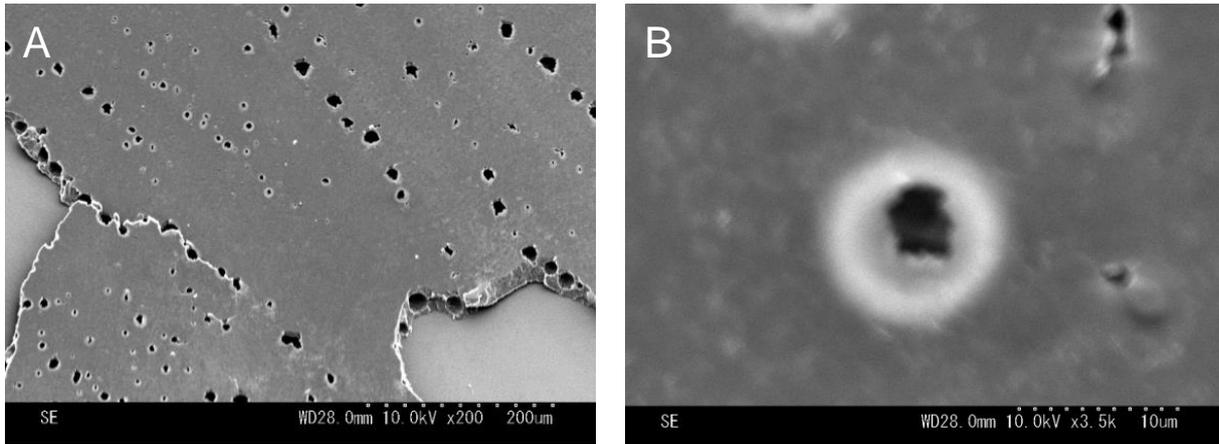
**Fig.1.** Polarized micrograph of iPS spherulite from cavity crystallized for 10 minutes at 180°C



**Fig.2.** Polarized micrograph of iPS spherulite after crystallized for 120 minutes at 180°C from remelting at 240°C

**【実験】** iPS をスライドガラス 2 枚に挟み 280°C で溶かしガラス転移温度 (90°C) 以下に急冷、180°C で cavity 発生後、30 分結晶化した試料。もうひとつは iPS をカバーガラスにはさみ、一旦 180°C 1 時間結晶化した球晶を 240°C で融解、融解記憶で核形成して 15 分、30 分結晶化した試料。この二つの試料をまずこの構造を OM で観察した。その後、スライド (カバー) グラスをはがして形状の詳細を SEM で観察した。また、この試料からの Hv 光散乱も測定した。

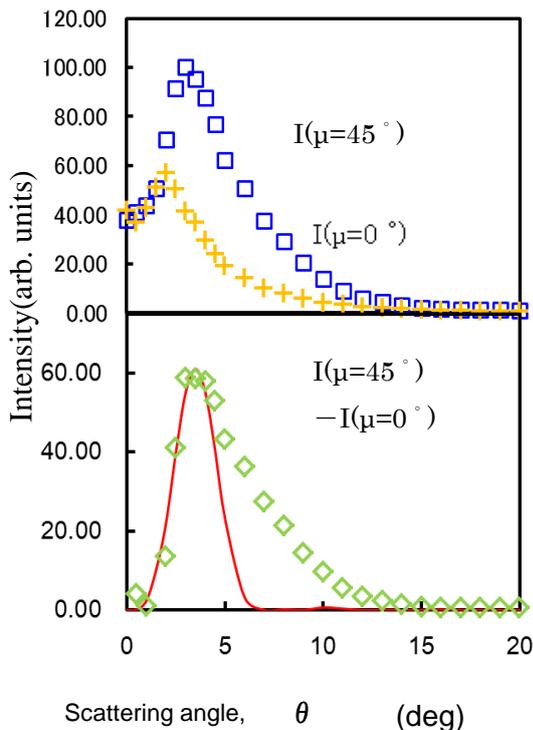
**【結果・考察】** Fig.1 に cavity から成長した球晶を示す。マルターゼクロスもしっかり見える。Fig.3.A に cavity を核とした球晶の SEM 写真を示す。穴の開いているのが cavity であり、基板の大きく割れた部分で丸い形 (真円) となっているのがわかる。Fig.3.A の拡大図を Fig.3.B に示す。周りの丸く白いのが cavity の部分が膨らんで白くなったものであり、cavity とガラスとの界面が同心円でなく、ガラス界面がへしゃげた形で接している。これはスライドガラスをはがす時にこうなったと考えられる。このことは cavity の形状を議論するうえで重要な手掛かりとなると考えられる。Fig.4 に cavity を核とした球晶の Hv 光散乱の散乱角依存性を示す。方位角  $\mu$  が 45°、0°、その差をとったものである。



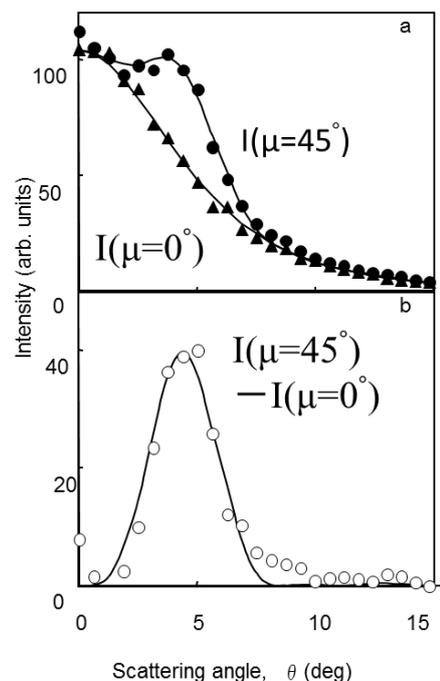
**Fig.3** SEM images of iPS spherulite from cavity crystallized for 15 minutes at 180°C

**Fig5** に iPS 球晶から  $H_v$  の光散乱を比較のために示す。まず  $\mu = 0^\circ$  での値が普通の球晶の散乱と比べて小さい。それと下に書かれた曲線は理想球晶を仮定した理論曲線であるが、差をとったものがその曲線から広角側に向かって外れている。これは、ピークは cavitation を核とした球晶に起因するものであり、広角側のずれは cavitation による球からはずれた部分の構造因子が反映されていると考えられる。

発表では、融解記憶効果で作られた球晶の構造も含めて、一つの核から成長したのではない球晶のような構造について議論する予定である。



**Fig.4.**  $H_v$  light scattered intensity from spherulites of iPS crystallized at 180°C nucleated on cavities versus  $\theta$ : (a) at  $\mu = 45^\circ$  ( $\square$ ),  $\mu = 0^\circ$  ( $\times$ ); (b) comparison between the theoretical scattering at  $\mu = 45^\circ$  (—) and the experimental values of  $I(\mu = 45^\circ) - I(\mu = 0^\circ)$  ( $\diamond$ ).



**Fig.5**  $H_v$  scattered intensity from spherulites of iPS crystallized at 180°C for 10 min versus  $\theta$ : (a) at  $\mu = 45^\circ$  ( $\bullet$ ),  $\mu = 0^\circ$  ( $\blacktriangle$ ) and fitting curve(—); (b) comparison between the theoretical scattering at  $\mu = 45^\circ$  (—) and the experimental values of  $I(\mu = 45^\circ) - I(\mu = 0^\circ)$  ( $\circ$ ).