

X線小角および広角散乱と熱容量の同時測定： Poly (ethylene oxide)および polyoxymethylene の等温アニーリング

京工織大院高分子 ○南圭佑・小藪尚紀・榊原亮・八尾晴彦・猿山靖夫

緒言

高分子結晶は、融点近傍での等温アニーリングに伴い構造変化を起こし、熱容量の減少やX線パターンの変化を示すことが知られている。本研究では高分子結晶の融点近傍における等温アニーリングに伴う構造変化の時間依存性を、AC カロリメーターによる熱容量測定とシンクトロン放射光を用いたX線回折の同時測定により詳細に検討した。

実験

試料は、ポリオキシメチレン(Delrin®150N, DuPont)とポリエチレンオキシド(Aldrich Chemical Co.)を用いた。温度変調用のヒーターとして試料の両面にアルミニウム箔を張り付け、温度コントロール可能な試料セルに入れて、SPring8のビームラインBL40B2に設置して等温アニーリング測定およびアニーリング中の速い昇降温の測定を行った。

結果

Fig.1に53.4°Cで測定したポリエチレンオキシドの(a)熱容量、(b)長周期、(c)120面反射の積分強度の時間依存性を示す。ここでは、アニーリング全体の挙動について述べる。(a)より熱容量はアニーリング開始直前に大きく減少し、さらに長時間にわたって減少したことが分かった。長周期は昇温中に大きく上昇し、アニーリング初期も増加したが、50分程度でほぼ一定値に収束した。積分強度はアニーリング初期に大きく増加し、その後減少に転じた。以上のように熱容量とX線回折の結果は、アニーリングに伴い異なる変化を示した。従って熱容量の時間変化は、積層構造および結晶秩序の変化では十分な説明が出来ないことが明らかになった。

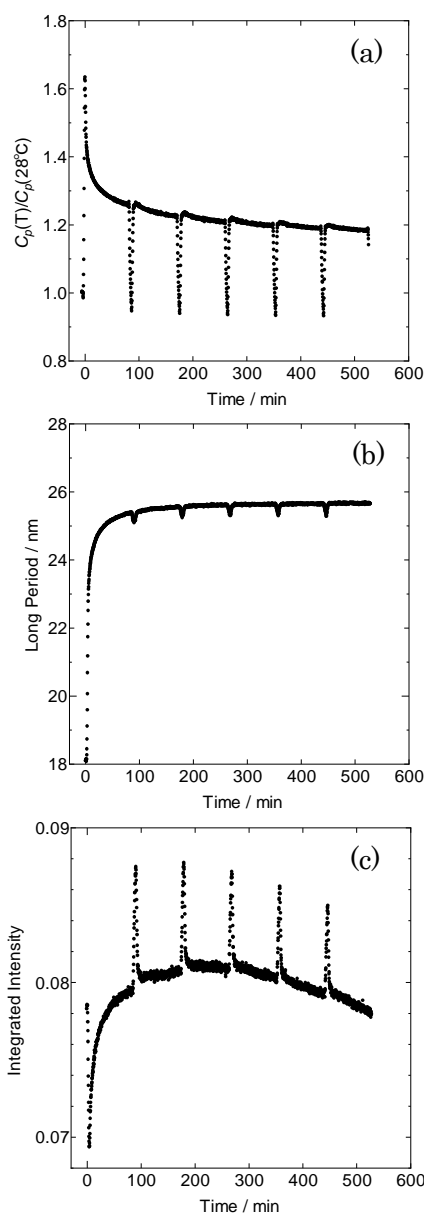


Fig.1 Time dependence of (a) heat capacity, (b) long period, and (c) integrated intensity of PEO at 53.4 °C.

Simultaneous Measurement of Small and Wide Angle X-ray Scattering and Heat Capacity: Isothermal Annealing of Poly (ethylene oxide) and Polyoxymethylene

Keisuke MINAMI, Naoki KOYABU, Ryo SAKAKIBARA, Haruhiko YAO and Yasuo SARUYAMA, (Kyoto Inst. Tech., Sakyo, Kyoto 606-8585) Tel/Fax: 075-724-7738, E-mail: saruyama@kit.ac.jp

Key Word: X-ray scattering / Heat capacity / Simultaneous measurement/ Poly (ethylene oxide) / Polyoxymethylene

Abstract: It is known the heat capacity and X-Ray diffraction of semi-crystalline polymers notably change with time during isothermal annealing just below the melting point. We carried out simultaneous measurement of heat capacity, small angle X-ray scattering (SAXS) and wide angle X-ray diffraction (WAXD). A model for structure change during the annealing is proposed.