

## アイソタクチックポリプロピレン超薄膜における結晶成長 II

広大院総科 ○野田遥平・戸田昭彦・田口健

【緒言】結晶性高分子の超薄膜における結晶化において、バルクとは異なる結晶モルフォロジーや結晶成長速度の顕著な低下が報告されている<sup>1, 2)</sup>。本研究では、代表的な結晶性高分子であるアイソタクチックポリプロピレン(iPP)を用いて、結晶成長過程の膜厚依存性を明らかにし、超薄膜領域でのiPP結晶化メカニズムを実験的に解明することを目的とする。前回の報告では、p-xylene溶液からスピコート法で作製した試料において膜厚40~150nmでの結晶成長速度が、メルトプレスで作製したバルク試料の球晶成長速度より速いことが観測された。そこで、その原因を明らかにするため、融解温度、製膜条件が成長速度に与える影響について調べた結果を報告する。

【実験】試料はiPP( $M_w=362,000$ ,  $M_w/M_n=6.8$ ,  $[\text{mmmm}]=97.8$ )を用いた。薄膜試料は、p-xylene溶液(0.05wt%~2.0wt%)をガラス基板上でスピコートし、150°Cで揮発させることで作製した。作製した試料は、80°Cに設定した真空オープンに12時間置いた。膜厚1 $\mu\text{m}$ 以上の試料は、製膜条件の違いが結晶成長に与える影響を比較するために、メルトプレス膜とp-xylene溶液のキャスト膜の2種類を用意した。作製した試料は、170°Cまたは200°Cで1分間融解後、130°Cで等温結晶化させることで融解温度が結晶成長速度にあたる影響を調べた。膜厚・結晶成長速度・モルフォロジーの測定は光学顕微鏡、原子間力顕微鏡(AFM)を用いて行った。

【結果・考察】Fig. 1.に結晶化温度130°Cにおいて、製膜条件が異なる試料の結晶成長速度の膜厚依存性を示す。1 $\mu\text{m}$ 以上の膜では、p-xylene溶液のキャスト膜の結晶成長速度がメルトプレス膜よりも速いが、100nm付近のスピコート膜よりは依然としてやや遅い。Fig. 2.では、170°Cと200°Cで融解させた試料の結晶成長速度と膜厚の関係を示している。同じ膜厚においては、融解温度の違いより成長速度はあまり変化していない。このことから、融解温度は結晶成長速度にはあまり影響していないと考えられる。以上のことから、溶液をキャストして作製した試料には、p-xyleneが残留しており、それが結晶成長速度の増加因子として働いている可能性が考えられる。本発表では、これらの結晶成長速度の結果に加えて膜厚変化に伴うモルフォロジー変化の観察結果についても報告を行う予定である。

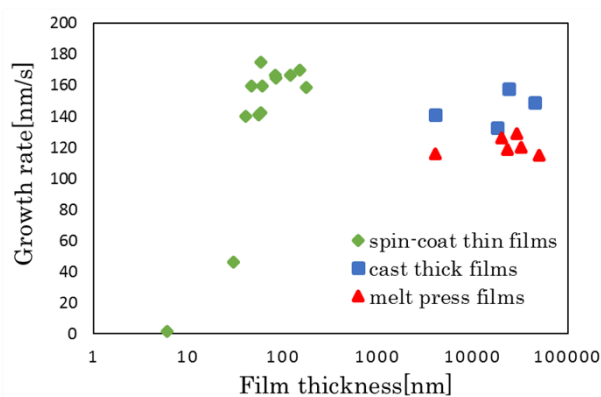


Fig. 1. Growth rate of iPP crystals vs. film thickness.

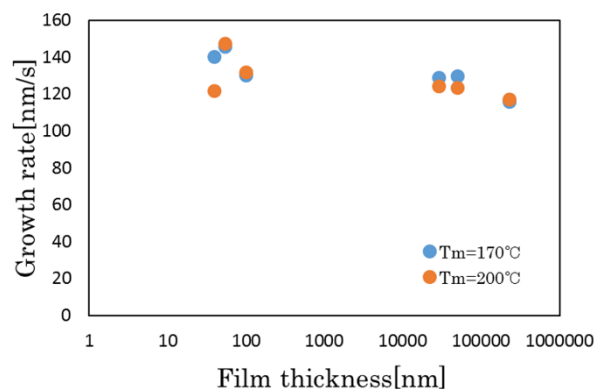


Fig. 2. Growth rate of iPP crystals grown at 130°C after melting at 170°C or 200°C.

(1)K. Taguchi, et al., J.Macro. Sci., Part B: Physics, 45:1141-1147(2006).

(2)Dalnoki-Veress, et al., J.Polym.Sci.,39,2615-2621(2001).