

ユーザーベネフィット

- ◆ XRDにより、合成繊維などの高分子の結晶の配向度測定を非破壊で行えます。
- ◆ 回転試料ステージを使用することにより、配向度を調べるために必要な透過法での測定が可能になります。
- ◆ 繊維試料アタッチメント付属のソフトウェアで簡単に配向度を計算することができます。

■はじめに

高分子は、加熱、延伸、圧延といった加工処理を施すことで結晶が特定の方向に選択配向し、繊維構造を形成することが知られています。この結晶の配向性を調べることで高分子からなる合成繊維などの製品の強度やしなやかさを確認できます。また、樹脂やフィルムなどに新たな機能を付加するための開発にも役立ちます。天然の木材繊維などにおいても、結晶が選択配向をすることが知られています。

X線回折装置XRD-6100またはXRD-7000に回転試料ステージおよび繊維試料アタッチメントを組み合わせることで、配向度測定が可能です。ここでは、荷造り紐について透過法でX線を試料に入射させ、特定の角度のピークについて試料を面内回転させながら結晶の配向度を測定した例をご紹介します。

■定性分析

荷造り紐の定性分析を透過法でおこないました。X線回折装置XRD-6100に回転試料ステージを取り付け、繊維試料アタッチメントに荷造り紐を切り出したものを固定してセットしました。その様子を写真1に示します。XRD-6100に回転試料ステージおよび繊維試料アタッチメントを取り付けた様子（透過法）を写真2に示します。また、測定条件を表1に示します。



写真1 繊維試料アタッチメントに荷造り紐を固定した様子

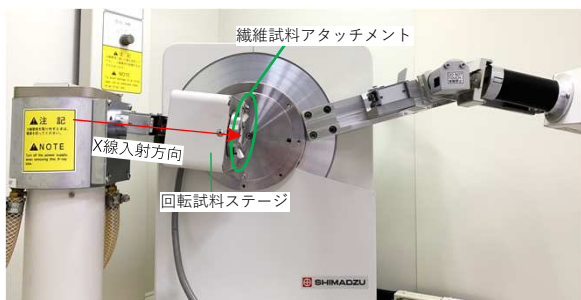


写真2 XRD-6100に各アタッチメントおよびサンプルを取り付けた様子（透過法）

表1 定性分析測定条件

装置	: XRD-6100
X線管球	: Cuターゲット
K β カット	: カウンターモノクロメーター
検出器	: シンチレーション検出器
アタッチメント	: 回転試料ステージ、繊維試料アタッチメント
電圧-電流	: 40kV-40mA
スリット条件	: DS=φ4mm, SS=1度, RS=0.3mm
測定モード	: 2 θ コンティニユアスキャン、 θ 固定（透過法）
測定スピード	: 1度/分
測定ステップ	: 0.02度
測定角度範囲	: 2 θ =10~50度 (θ =-90度固定、透過法)
回転	: 60回転/分

■定性分析結果

荷造り紐の回折パターンを図1に示します。また、ICDDのデータベースによるカード検索により、ポリプロピレンであることがわかりました。各ピークの結晶面のミラー指数を合わせて図内に示します。

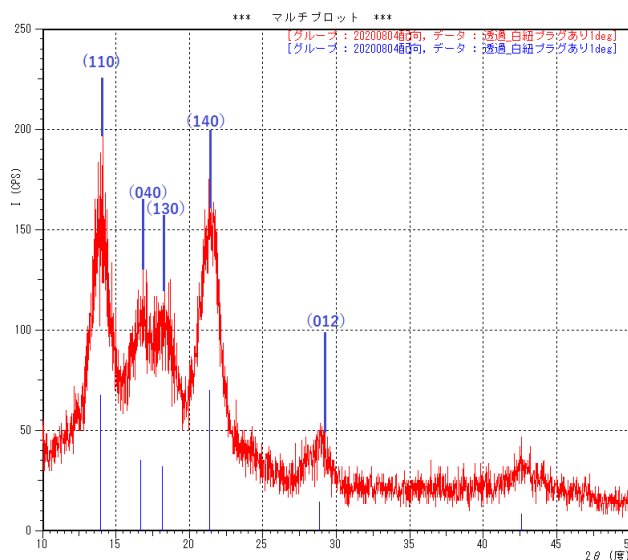


図1 荷造り紐の回折パターンと定性分析結果

■ 配向度の測定

荷造り紐の定性分析結果より、ポリプロピレンの主要な4本のピークについて、透過法で配向度測定を行いました。測定したピーク①～④については表2に示します。

定性分析と同じくX線回折装置XRD-6100に回転試料ステージを取り付け、繊維試料アタッチメントに荷造り紐を切り出したものを固定してセットしました。測定条件を表3に示します。また、装置における設定角度が90度設定の時、MD: Machine Direction (機械軸方向) が測定方向に一致します。そのため、配向度測定は試料面内回転 (β回転) において90度～450度までの360度で行いました。

表2 配向度測定したピーク

ピーク	2θ角度	ミラー指数
①	14.00度	(110)
②	16.70度	(040)
③	18.20度	(130)
④	21.36度	(140)

表3 配向度測定条件

装置	: XRD-6100
X線管球	: Cuターゲット
Kβカット	: カウンターモノクロメーター
検出器	: シンチレーション検出器
アタッチメント	: 回転試料ステージ, 繊維試料アタッチメント
電圧-電流	: 40kV-40mA
スリット条件	: DS=φ4mm, SS=1度, RS=0.3mm
測定モード	: β回転, 2θ固定(2θ=14度, 16.7度, 18.2度, 21.36度), θ固定(θ=-90度, 透過法)
測定スピード	: 20度/分
測定ステップ	: 1度ステップ
測定角度範囲	: β=90～450度 (β=90度の時、繊維軸が垂直方向)

■ 配向度測定結果 (プロファイル)

ポリプロピレンのピーク①～④について、透過法で配向度測定を行った結果を以下の図2に示します。

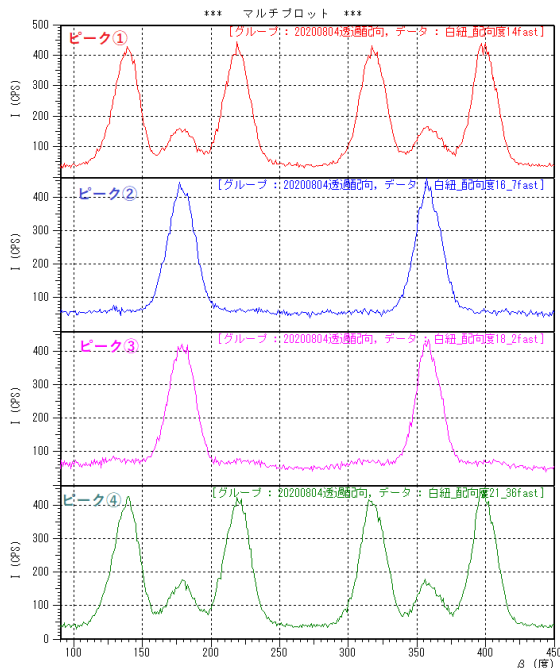


図2 配向度測定結果

■ 配向度計算結果

配向度O (%)は、以下の式で計算しました。

$$O = \frac{360^\circ - \sum W_i}{360^\circ} \times 100 (\%)$$

※W_iは各ピークの半価幅です。

ピーク①について、配向度計算ソフトウェアでの計算結果を図3に示します。同様に、ピーク①～④の配向度計算結果を表4に示します。

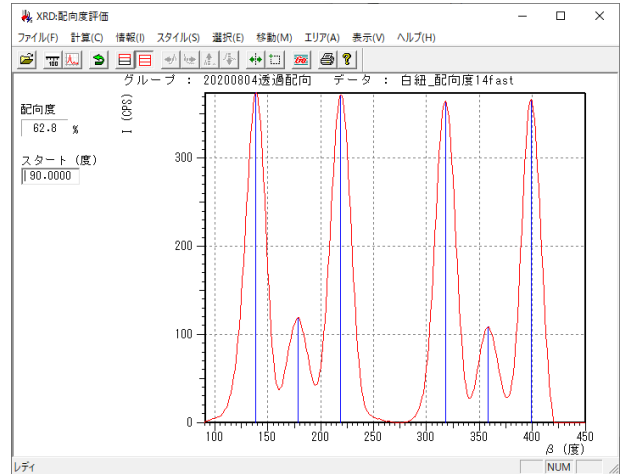


図3 配向度計算ソフトウェアによる配向度計算結果 (ピーク①)

表4 配向度計算結果

ピーク	配向度 (%)
①	62.8
②	87.2
③	87.4
④	63.9

■ まとめ

荷造り紐はポリプロピレン製であり、主要なピーク4本の配向度測定を透過法で行った結果、結晶面によって配向方向や配向度が異なることがわかりました。