

ギ酸水溶液処理で収縮させたナイロン糸の広角 X 線回折測定

(東京家政学院大) ○花田朋美, 安藤穰

【緒言】

繊維の良／貧溶媒混合溶液を用いて分子鎖配列を変化させ布帛を収縮する加工法を混合溶媒法とし、汎用合成繊維に付加価値を付与する方法として研究を進めている。本報では、ギ酸水溶液で収縮させたナイロン糸の広角 X 線回折 (WAXD) 測定を行い、結晶配向性の変化について検討した。

【実験】

試料は、ナイロン 6 から成る 56 dtex fl t0 のモノフィラメント糸を用い、所定のモル分率に調整したギ酸水溶液に浸漬し、30 分経過後の長さ変化を測定し収縮率を算出した。WAXD 測定は、平行に配列させた繊維束 (束径約 0.5mm Φ) を、CuK α 線を用いた X 線散乱装置 T-WAXS (リガク株) にセットし、カメラ長 50mm、露光時間 30 秒で測定を行なった。検出器には HyPix-6000 (リガク株) を使用し、カメラ長の補正には、Si (シリコン) の 111 反射 ($d=3.1356 \text{ \AA}$) を用いた。解析は、二次元 WAXD パターン上の二つの赤道反射 ① 200, ② 002/202 反射について、それぞれ方位角プロファイルを抽出し、ピークの半値半幅から結晶配向度の評価を行った。更に Hermans 配向関数により結晶配向因子 (f) を求めた。

【結果及び考察】

Fig.1 にギ酸水溶液で処理したナイロン糸の収縮率の良溶媒モル分率依存性を示した。良溶媒モル分率 2.5% で収縮率 5.5% を示し、モル分率の増大に伴い収縮率が增大した。モル分率 43.8% で最大収縮率 66.2% を示し、それ以上のモル分率では試料が溶解した。

Fig.2 に収縮率 0% と 66.2% の試料に対する WAXD パターンおよび (200), (002)/(202) 面由来の赤道反射について評価した方位角方向の反射強度分布を示した。収縮率 0% 試料では 200, 002/202 反射共に反射強度は赤道方向に収束し鋭いピークを示すが、収縮率 66.2% では強度分布は顕著に広がり、結晶配向性が低くなっている。Fig.3 に反射強度の半値半幅の収縮率変化を示した。収縮率 0~30% 程度までは半値半幅の変化は小さく、収縮率 40% を超えると急激に半値半幅は増大する傾向を示し、結晶配向性の低下が著しくなることがわかる。収縮率 0% の試料の 200 反射ピークの半値半幅は 5.6° で、Hermans 配向関数から得られた結晶配向因子 (f) 値は 0.97 となり、ほぼ完全配向に近い値となる。収縮率 24.8% の試料での半値半幅は 8.3° で、得られた結晶配向因子 (f) 値は 0.93 となった。即ち、混合溶媒法を用いてナイロン糸を 25% 収縮させても繊維中の結晶配向性は未収縮試料と殆ど変化せず 4% 程度の減少に留まることが示された。従って、収縮率の比較的小さい領域においては収縮現象に関して結晶配向性の影響は小さく、配向非晶鎖の寄与が大きいことが改めて明らかとなった。

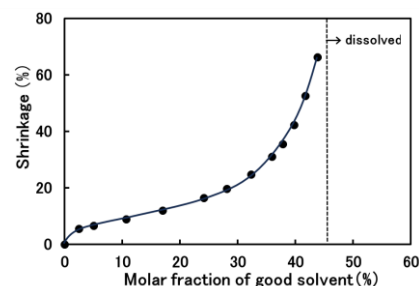


Figure1. The dependence of the degree of shrinkage of nylon thread on the good solvent mole fraction. (formic acid aqueous solution, 25°C, 30 min.)

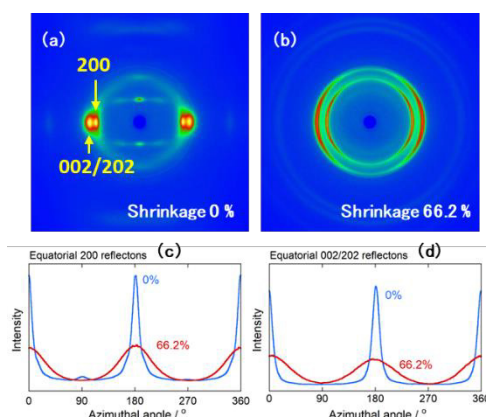


Figure2. (a)(b) WAXD patterns obtained from the nylon thread before and after 66.2% shrinkage, (c)(d) azimuthal angle profiles evaluated for the equatorial 200 (c) and 002/202 reflections (d) of the WAXD patterns.

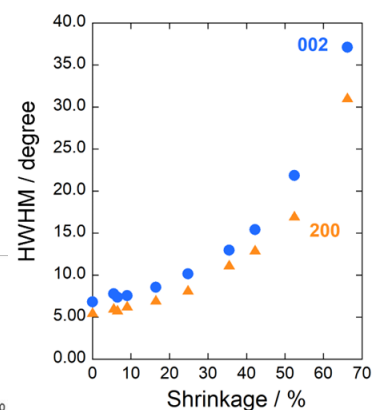


Figure3. The change in the peak width of equatorial 200 (▲) and 002 (●) reflections in the azimuthal angle profiles at each degree of shrinkage.