

poly(ethylene terephthalate)繊維が引張破壊に至るまでの階層構造変化

(信州大・繊維) ○布施遼平、大谷颯生、富澤錬、金慶孝、大越豊
(東レリサーチセンター) 岡田一幸 (東レ繊維研) 前川茂俊、勝田大士

【緒言】 Poly(ethylene terephthalate) (以下 PET) 繊維は優れた機械的特性を持つことから幅広い用途で用いられている。機械的特性は繊維製造時に形成される階層構造に強く依存する。そのため引張変形中の結晶、長周期構造変化に関する研究が多く行われてきた。本研究では PET モノフィラメントが引張破断に至るまでの構造変化を USAXS、SAXS、WAXD 測定を用いて解析し、特にフィブリル構造変化と長周期・結晶構造変化との対応について考察した。

【実験】 Pellet IV : 0.70 dL/g の PET 樹脂を 290 °C で押し出し、93 °C の温水浴中にて、延伸倍率 3.50 倍で 1 段延伸後、280 °C で定長熱処理して繊維を作製した。得られた繊維を歪速度 8 %/min で引張変形させながら X 線を照射することで On-line X 線撮像を行った。USAXS, SAXS 測定はカメラ距離 41, 3.1 m、波長 0.07 nm、X 線ビーム径 600 μ m、露光時間 10 s、検出器 PILATUS2M の条件で行った (SPRing-8 BL19B2)。同引張条件の繊維について WAXD による結晶回折のモニタリングも行った (SPRing-8 BL03XU)。得られた散乱像から空気散乱を減算した。

【結果・考察】 Fig. 1 には USAXS 測定時に得られた S-S 曲線と、各歪で撮像した USAXS 像、SAXS 像、および WAXD 像を示した。モノフィラメントは引張歪約 2% で降伏し、40% 以上の歪で応力の増加が緩やかになり、約 120 % の歪で破断した。繊維の降伏に伴って、SAXS の長周期散乱が 4 点像から 2 点像に変化することが報告されている¹。本実験でも、降伏後の歪 5% で撮像した SAXS 像に、4 点像と 2 点像が混在していた。またこの歪の USAXS 像には赤道方向に弱く配向した散乱、WAXD 像には弱く配向した (010) 面回折が観察された。歪 5 - 42 % の区間では、USAXS の層線状散乱が目立つ様になり、SAXS の長周期散乱の 4 点像成分が減少しながらピークの回折角が減少し、WAXD の (010) 面回折は方位角方向の広がり狭くなった。一方応力増加が緩やかになる歪 42 - 73 % では USAXS の層線状散乱が赤道方向に広がりながら層線ピークの回折角が減少し、SAXS では長周期散乱の強度が減少していった。さらに SAXS 像がほとんど消失する歪 73 % 以上では、USAXS の層線状散乱と WAXD の (010) 面回折の強度も低下していく一方で、USAXS の子午線と赤道に沿った十字状のストリークが出現した。

歪 42 % までは、歪増加に伴って結晶と長周期構造の配向、長周期、および層線状散乱の強度が増加することから、まだ結晶間のインターロックが有効に作用しているようだが、それ以上の歪では長周期散乱が消失するとともに層線状散乱が赤道方向に広がることから、インターロックが破壊され、これに伴ってフィブリルの細分化が進むと考えられる。さらに歪 73 % 以上で層線状散乱が消え、十字状の散乱が出現することは、サブミクロンスケールの積層構造が破壊されると共にフィブリル化が進むことを意味し、これによって形成されたボイドやクラックが繊維破断の起点となると考えられる。

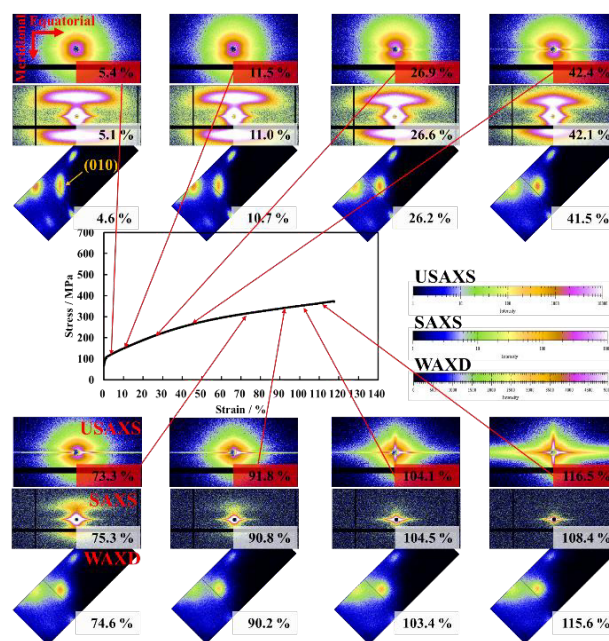


Fig.1 S-S curve and some USAXS, SAXS and WAXD patterns taken on tensile test. Strain ranges are shown in the figure.

Reference 1. Shioya et al, *Macromolecules*, **2008**, 41, 4758 – 4765

Hierarchical structure changes reaching to tensile fracture of poly(ethylene terephthalate) fiber.
Ryohei FUSE, Satsuki OTANI, Ren TOMISAWA, KyoungHou KIM, Yutaka OHKOSHI, Kazuyuki OKADA, Shigetoshi MAEKAWA, Hiroo KATSUTA, Faculty of Textile Science and Technology, Shinshu University, 3-15-1 Tokida, Ueda-City, Nagano 386-8567 Japan, Tel: +81 268-21-5523, E-mail: rtomisawa@shinshu-u.ac.jp