

大越豊・後藤康夫・奈倉正宣・浦川宏

目的別テーマ：ハイパフォーマンス/ハイブリッド繊維の開発

17年度研究テーマ

15-5-3：レーザー加熱延伸による繊維構造形成過程の解析

ABSTRACT

Fiber structure development in the poly(ethylene terephthalate) fiber drawing process was investigated by on-line measurement of wide-angle and small-angle x-ray scattering employing both a high-luminance x-ray source and a carbon dioxide laser-heated-drawing system. Intensity profile of transmitted x-ray confirmed the location of the neck-drawing point. Obtained diffraction images had a time-resolution of 300 microseconds, which still leaves a great capacity for improvement. Crystal diffraction appeared in the wide-angle x-ray images almost instantaneously about 2 ms after necking, and the (001'), (002'), and (003') diffractions that express the amount and state of fully extended molecular chains can be observed less than 2 ms after necking. The early stage of fiber structure development process can be analyzed by these patterns, and it can be applied to the property control of synthetic fibers, to produce the high-strength fiber for example.

研究目的

炭酸ガスレーザーを照射して繊維を急速かつ均一に繊維を加熱・延伸するシステムを使った On-line 測定システムにより、繊維構造形成過程を解析する。

一年間の研究内容と成果

本研究では、PET, PA9-T, PP, PE, VGCF コンポジットを対象素材とし、延伸時の変形・昇降温挙動をオンラインで計測することにより、延伸時における繊維構造形成機構を解析している。今年度は、この原理により時間分解能 300 マイクロ秒での in-situ 観察に成功した、on-line 広角/小角 X 線回折測定による繊維構造形成過程の解析結果を紹介する。

図 1 に測定装置の概略図を示す。繊維はレーザーの照射によって暖められ、照射領域内でネック延

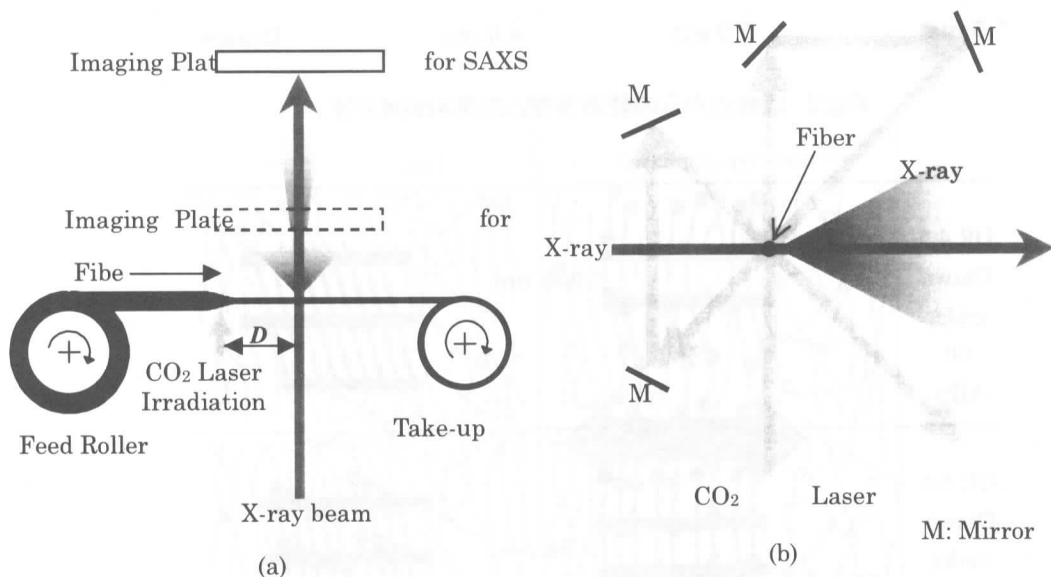


Fig. 1 Schematic diagram of in-situ x-ray scattering measuring system; top view of the system (a) and the CO₂ laser irradiation system (b). As shown in (b), CO₂ laser beam is irradiated three times from three different directions perpendicular to the running fiber. The CO₂ laser irradiation system can move along the running fiber. And the D noted in (a) indicates a distance between the laser beam irradiation point and the x-ray beam irradiation point.

伸される。延伸点位置の変動量とX線のビーム直径は ± 0.3 mm 以下であるため、レーザー照射位置からの距離から、 ± 300 マイクロ秒以下の時間分解能で延伸後の経過時間が推定できる。具体的には、図1(a)に示すようにレーザー照射位置を移動させることによって、ネック変形点から高輝度X線ビーム照射位置までの距離(D)を変化させ、ある変形後の経過時間に対するX線像を撮影する。カメラ長を変えることにより、広角像と小角像のどちらも測定可能。また、図1(b)に示すように、均一加熱のためレーザーは周囲3方向から照射した。試料には熔融紡糸して得たポリエチレンテレフタレート繊維を用い、巻取速度48 m/min、延伸倍率4.0-6.0倍で延伸した。

図2に、ネック変形からの各時間経過後のWAXD像を示す。ネック変形直後(0-2 ms)では赤道方向に非晶分子鎖の一部が配向したことを意味する集中した散乱が現れると共に、子午線上に伸びきった分子鎖からの散乱を表す(001'), (002'), (003')の鋭い回折が観察された。この回折像の広がりより、このフィブリル構造(おそらくマイクロフィブリル構造の母体)の直径は4-6nm、長さは20-30nmと推測される。経過時間1-2 msの間で、(001')等の回折が消失すると共に、結晶性回折が出現する。このことから、図3に示すような繊維構造形成モデルが提案できる。

展望

この測定手法は、たいへん高い時間分解能と高い測定精度を両立させるものであり、特にマイクロ秒オーダーの時間分解能による繊維構造形成過程を直接観測できた意義は大きい。すなわち、繊維構造の形成過程を解明できるという学術的価値のみならず、得られた繊維の構造に関してより多くの知見が得られるからである。例えば(001')等の回折からは、ラメラ晶の成長のため見えにくくなるシシ結晶(もしくは緊張タイ分子鎖の集中した部分からなるフィブリル構造)の量や状態を定量化することができるため、高強度・高弾性率繊維製造のための指標として有望である。

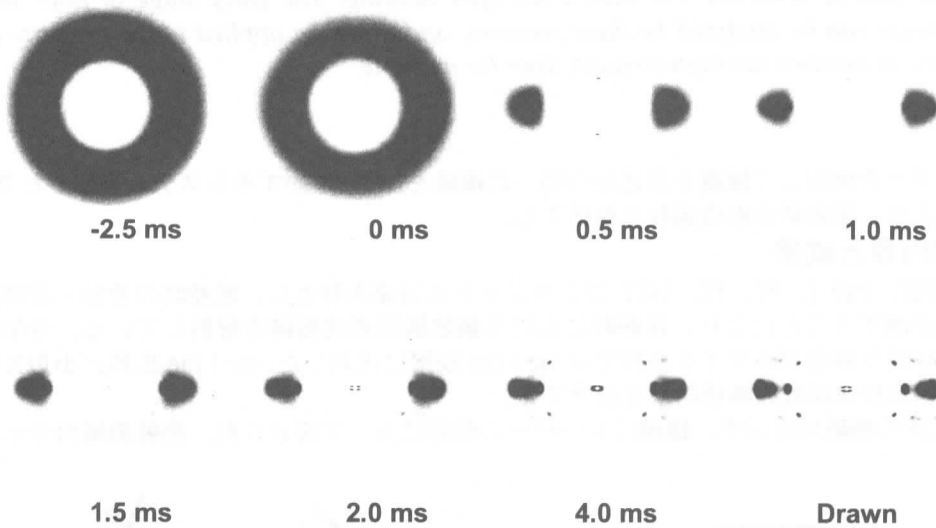


Fig.2 延伸点からの経過時間と広角X線回折像

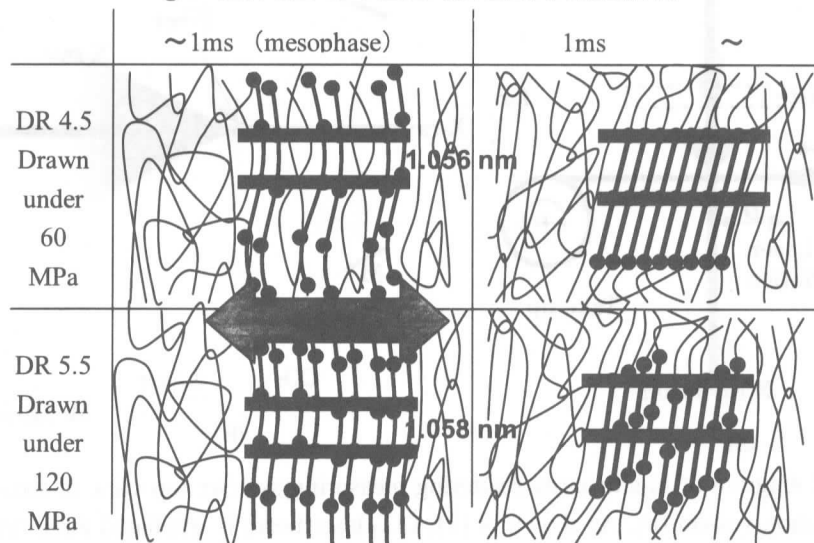


Fig.3 初期の繊維構造形成過程に関するモデル