

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

16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 several milliseconds, which still leaves a great capacity for improvement. Crystal diffraction appeared in the wide-angle x-ray images almost instantaneously about 20 ms after necking, whereas a four-point SAXS pattern appeared immediately after necking. With the elapse of time after necking, the four-point scattering pattern changed to a meridional two-point shape.

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 on-line 広角/小角 X線回折測定による繊維構造形成過程の in-situ 観察に成功したので、その原理と実測例を紹介する。

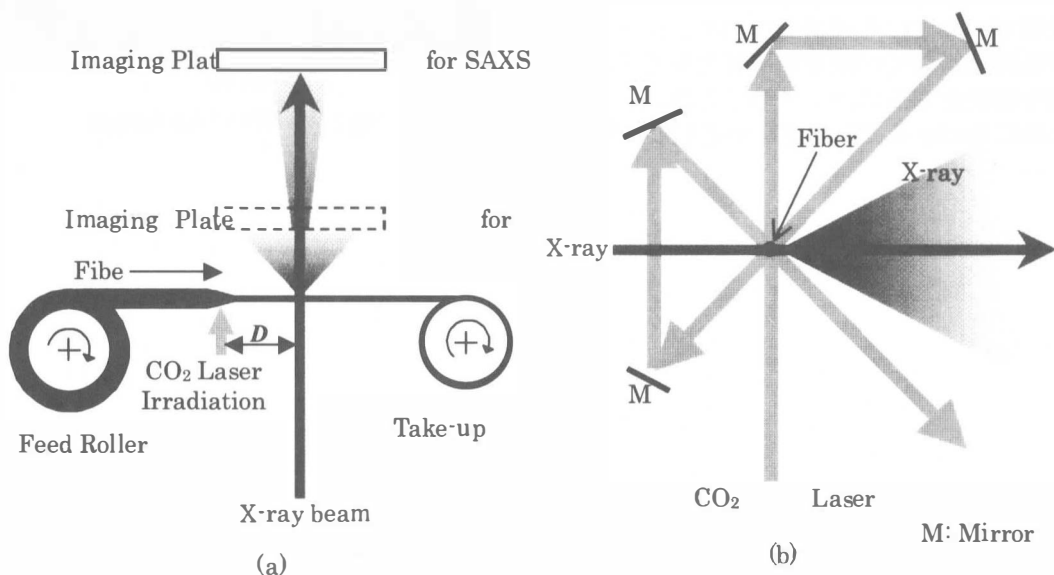


Fig. 1 Schematic diagram of in-situ x-ray scattering measuring system; top view of the system (a) and the CO₂ laser irradiation system (b). As shown in (b), CO₂ laser beam is irradiated three times from three different directions perpendicular to the running fiber. The CO₂ laser irradiation system can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

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伸される。延伸点位置の変動量はX線のビーム直径(0.8 mm)程度以下であるため、レーザー照射位置からの距離から、時間分解能8 ms以下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、供給速度1 m/min、延伸倍率4.5倍、レーザー出力5 Wで延伸した。

図2に、ネック変形からの各時間経過後のWAXD/SAXS像を示す。WAXD像では、ネック変形直後(0 - 17 ms)には赤道方向に集中した散乱が現れた。これは、非晶分子鎖の一部が配向したことを意味すると思う。また、経過時間17 - 20 msの間で、ほぼ瞬間的に明瞭な結晶性回折が出現する。一方、SAXS像には、WAXD像で結晶ピークが現れる20 msより前に赤道ストリークの強度が増加し、4点散乱像が現れ始める。散乱像は、時間経過とともに4点像から2点像に近づいていく傾向が見られる。

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、特にミリ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。例えば構造成長後にはラメラ晶の成長のために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)の量や状態を定量するための手段として用いれば、高強度・高弾性率繊維製造のための指標として有望であろう。さらに、より速い速度での測定にも成功しており、マイクロ秒オーダーの時間分解能での測定も可能であろう。来年度は、時間分解能をさらに向上させると共に、測定制度向上のためにSprig-8での測定を予定している。

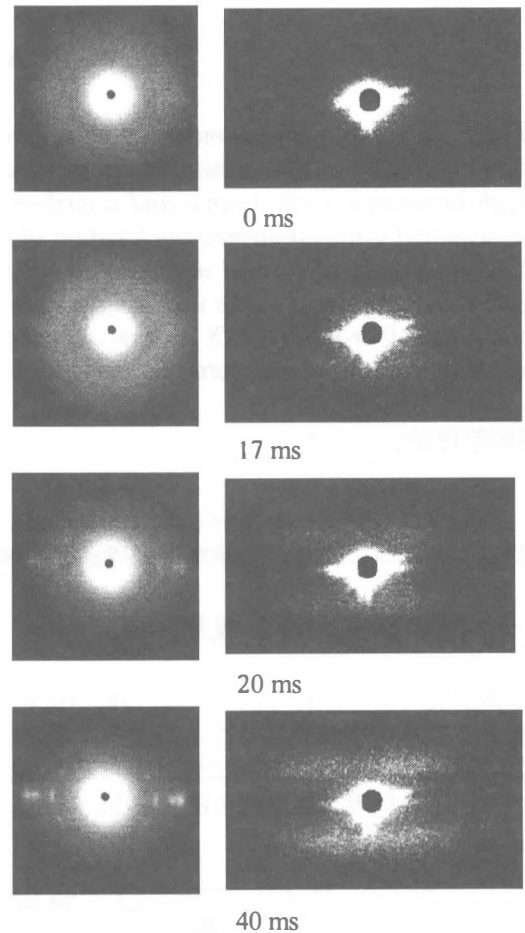


Fig.2 WAXD/SAXS Images