

# 連続延伸・熱処理した ポリフェニレンサルファイド繊維の動的粘弾性

奥村航\* 長谷部裕之\*\* 木水貢\* 神谷淳\*\*

## 緒言

ポリフェニレンサルファイド(以下、PPSとする。)繊維は耐熱性や耐薬品性に優れており、主に高温ガス集塵用のバグフィルターとして利用されている。耐熱性の発現は、PPS樹脂固有の性質のみならず、熔融紡糸、延伸、熱処理等のPPS繊維の成形加工条件にも依存する。したがって、成形加工条件と得られた繊維の物性の相関関係を評価することは、製品開発の上で欠かせない。

一方、繊維やフィルム等の高分子固体の分子鎖熱運動評価の一つとして、動的粘弾性測定がある。この測定法は、弾性率の温度変化を解析することで、繊維やフィルム等の軟化現象を観察できる。

本研究では、高温下におけるPPS繊維の弾性率の知見を得ることを目的とし、動的粘弾性測定を行った。また、PPS繊維の連続延伸・熱処理条件による弾性率の挙動の変化を評価することで、連続延伸・熱処理条件と耐熱性の発現について検討した。

## PPS繊維の作製

原料ペレットにはポリプラスチック(株)製PPS(フォートロン0220C9)を用いた。ペレットを粗く粉砕後、160°Cで約8時間真空乾燥を行った。この樹脂について東測精密工業(株)製の熔融紡糸機を用い、孔径0.6 mm、L/D=2、12 holeのノズルから、340°C、10.5 g/minで吐出した樹脂を、200 m/minで巻き取り、未延伸繊維を得た。

得られた未延伸繊維を連続的に延伸・熱処理した。延伸試料として、未延伸繊維(No. 1)を延伸温度90°Cで3および4倍に延伸した試料(No.2, 3)、100°Cで3および4倍に延伸した試料(No.4, 5)を作製した。また、熱処理試料として、No.3の試料を熱処理温度200°Cで熱処理倍率が1.05倍および1.1倍の試料(No.6, 7)を作製した。表1に延伸・熱処理条件をまとめ、複屈折と結晶化度 $X_c$ を併記した。

表1 PPS繊維の連続延伸・熱処理条件.

Sample No.	Draw Ratio	Drawing Temp. /°C	Annealing Ratio	Annealing Temp. /°C	Birefringence $\times 10^3$	$X_c$ %
1	as-spun	-	-	-	1.8	1
2	3	90	-	-	148	6
3	4	90	-	-	160	15
4	3	100	-	-	102	3
5	4	100	-	-	150	16
6	4	90	1.05	200	214	27
7	4	90	1.1	200	249	27

## PPS繊維の動的粘弾性測定

エスアイアイ・ナノテクノロジー(株)製粘弾性スペクトロメータEXSTAR DMS6100を用い、昇温速度0.5 K/min、温度範囲50 - 100°C、試料長10 mm、振幅10  $\mu$ m、初期荷重10 mN、周波数0.1, 0.2, 0.5, 1 Hzで測定を行った。但し、一回の昇温で4周波数分の測定を行った。

## 貯蔵弾性率 $E'$ の挙動

図1 (a)に結晶化度が10%以下の非晶の試料(No.1, 2, 4: 以下, 非晶試料), および, 図1 (b)に結晶化度が10%以上の結晶化した試料(No.3, 5 - 7: 以下, 結晶化試料)の貯蔵弾性率 $E'$ を示す。

非晶試料の $E'$ は, いずれも80°Cから急激に減少し, 110°C付近から増加する。ここで, PPS繊維のガラス転移温度は80°C, 結晶化温度は110°Cである。従って, 前者の $E'$ の急激な減少はガラス転移, 後者の $E'$ の増加は結晶化に起因する変化と考えることができる。特に未延伸繊維のNo.1は80°C近傍で3桁ほど $E'$ が減少するのに対し, 延伸すると $E'$ の減少は1~2桁に留めることができる。これは, 延伸することで分子鎖の構造が安定していき, 熱に対する力学的性質の低下を抑制できるためと考えることができる。

一方, 結晶化試料は非晶試料とは異なり, 結晶化による $E'$ 増加は観察されず,  $E'$ は単調に減少した。また, 非晶試料と比較して温度上昇に伴う $E'$ の減少は著しく抑制され, 200°Cにおいても10 cN/dtexの $E'$ を保持した。

## 損失正接( $\tan \delta$ )の挙動

図2に全ての試料の損失正接( $\tan \delta$ )を示す。 $\tan \delta$ は $E'$ の変化率と対応する。従って,  $\tan \delta$ のピーク温度は $E'$ の最大減少を示した温度と対応しており, PPS繊維の軟化温度の指標として用いることができる。また,  $\tan \delta$ の値が低いほど $E'$ の減少が低いことを示す。

非晶試料における $\tan \delta$ の最大値を示す温度は95 - 98°Cに現れるのに対し, 結晶化試料は140 - 150°Cに現れた。また, 非晶試料の $\tan \delta$ の最大値は約0.2 - 1に分布しているのに対し, 配向結晶化試料は約0.02 - 0.04に分布しており, 非晶試料と比較して一桁低い値となる。

以上の動的粘弾性の測定結果と表1の複屈折と結晶化度の結果より, 延伸・熱処理することによりPPS繊維は分子鎖の配向とそれに伴う配向結晶化により, 構造が安定化することで, 力学的性質の耐熱性が向上したと考えることができる。

## 結言

連続延伸・熱処理したPPS繊維の動的粘弾性を測定した結果, 分子鎖の配向と配向結晶化により構造が安定化することで力学的性質の耐熱性が向上し,  $\tan \delta$ の最大値を示す温度は140 - 150°Cとなり, 200°Cにおいても10 cN/dtexの $E'$ を保持するようになった。

## 論文投稿

繊維学会誌 2012, vol. 68, no. 12, p. 319-322.

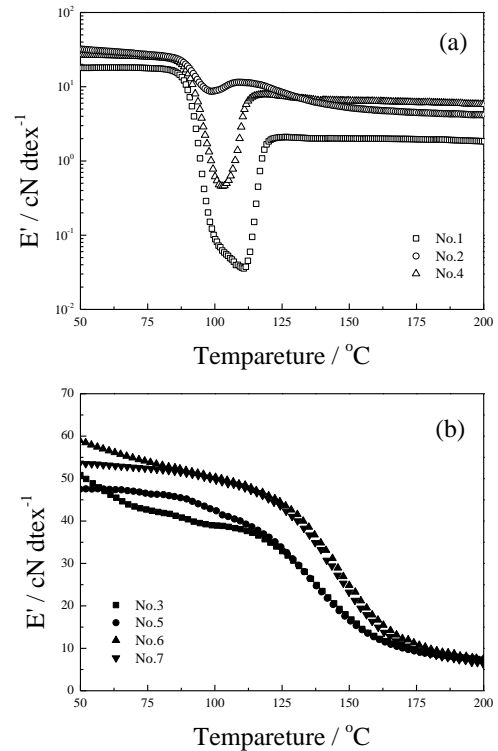


図1 貯蔵弾性率( $E'$ )の温度変化:(a)非晶試料 (b)結晶化試料;測定周波数 0.5 Hz

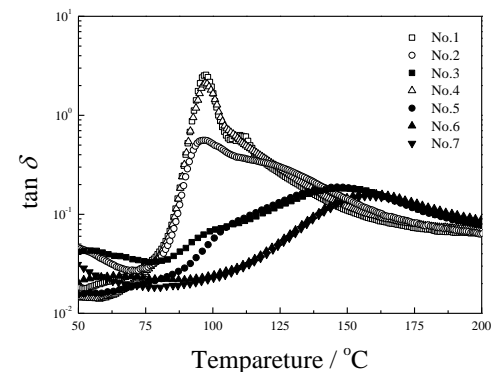


図2 損失正接( $\tan \delta$ )の温度変化;測定周波数 0.5 Hz