

フロンティアソフトマター開発専用ビームライン産学連合体

ポスター発表

F-01/P33 セルロースナノファイバー(CNF)強化ポリアミドの界面制御に関する解析

舟久保 翔太(旭化成(株))

セルロースナノファイバー(CNF)強化ポリアミドの界面制御に関する解析

旭化成株式会社¹・京都大学化学研究所² ○舟久保翔太¹、松下忠史¹、村上公也¹、坂本直紀¹、河原一文¹、馬場敦志¹、加藤颯太¹、小澤亮介¹、鈴木克明²、梶弘典²

【諸言】

コンポジット材料の物性向上にはフィラーと樹脂の界面制御が極めて重要であることが知られている。我々はセルロースナノファイバー(CNF)コンポジットの物性と界面の関係性を明らかにするべく、未修飾 CNF(B-CNF)または無水マレイン化 CNF(MA-CNF)と、ポリアミド 6(PA6)をコンポジット化した CNF 強化ポリアミド(B-CNF/PA, MA-CNF/PA)に対して詳細に解析を行った(Figure 1 参照)。本検討では、固体 NMR 測定により界面での化学結合状態を明らかにするとともに、延伸 *in situ* SAXS による破壊時の構造変化から CNF 強化ポリアミドの界面制御について考察した。

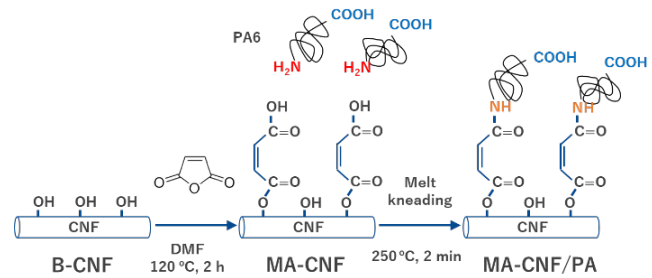


Figure 1. Synthetic scheme of MA-CNF and MA-CNF/PA.

【実験】

試料として B-CNF/PA、MA-CNF/PA を特殊ダンベル形状(延伸時 X 線照射部で破断するようにノッチを設けた)に成形したものをを用いた。引張試験での延伸破壊過程を追跡するためにリンク社延伸機(延伸温度: 室温、延伸速度: 100 $\mu\text{m/s}$)を使用し、応力-SAXS 同時測定を実施した。SAXS 測定条件は以下の通り(カメラ長: 8 m、X 線波長: 0.1 nm、減衰板: Au₂₀ μm 、検出器: PILATUS 1M、露光時間: 100 ms、休止: 50 ms)。測定は SPring-8、BL03XU、第 2 ハッチで実施した。

【結果と考察】

Figure 2 に引張試験における SS カーブ(赤)と USAXS 領域($q=0.015\text{ nm}^{-1}$)における散乱強度変化(青)を示す。MA-CNF/PA のみ破断前に降伏点が観察された。SAXS 解析では MA-CNF/PA は降伏後に $q=0.015\text{ nm}^{-1}$ の散乱強度が急激に増大し破断したのに対し、B-CNF/PA は散乱強度がほとんど変化せずに破断した。散乱強度変化はナノポイド生成に起因し、MA-CNF/PA は B-CNF/PA よりもナノポイドが多く生成したと考えられる。Figure 2 には破断後のサンプル像も示している。MA-CNF/PA の破断部は広い領域で白化しており、ポイドの存在を支持した。ポイド生成の多寡はダンベル破断面の SEM 観察からも確認され、さらに MA-CNF/PA のポイドは主に CNF 端部で発生することも観察された。また、¹³C DNP(Dynamic Nuclear Polarization)-NMR 測定により Figure 1 に示したようなマレイン酸と PA6 末端のアミノ基との間のアミド結合も確認された。当日は、これらの結果を総合的に考察し、CNF/PA6 の破壊メカニズムについて報告する。

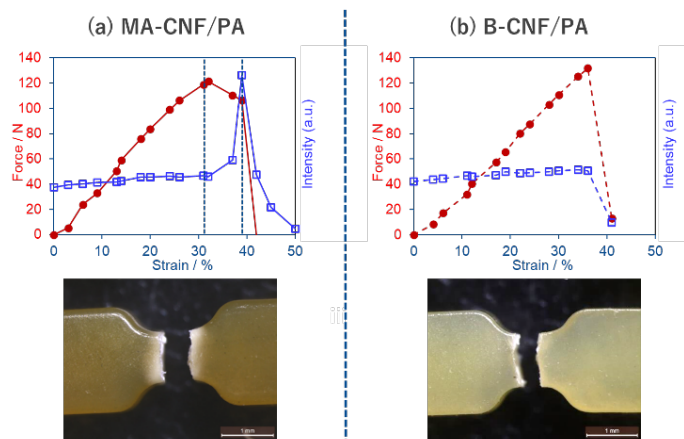


Figure 2. Stress-strain curves and scattering intensities at $q = 0.015\text{ nm}^{-1}$ of (a) MA-CNF/PA, and (b) B-CNF/PA with their images after break.