

示差走査熱量分析 (DSC) について

1. はじめに

示差走査熱量分析装置 (Differential Scanning Calorimeter) は、数mgの試料で融点、融解熱量、ガラス転移温度、結晶化温度などの熱特性や、エポキシ樹脂の硬化反応にともなう化学反応熱の測定を行うことができます。繊維の分野では、FTIR では化学構造が類似して分析困難なフェルトなどに使用される熱融着繊維の溶融温度測定や、低密度ポリエチレン (LDPE) と高密度ポリエチレン (HDPE) 芯鞘構造繊維、ナイロンの種類の鑑別などにも使用されます。

2. 測定例

ポリカプロラク톤の融解温度の評価

ポリカプロラク톤 (PCL) を定速で -100 から 180 まで昇温後、-100 まで降温し、再度 180 まで昇温した DSC 曲線を図1に示します。

DSC 曲線は最初の -100 から 180 までの昇温 (1st Run) で、69 付近に吸熱ピーク、ピーク、再び昇温 (2nd Run) すると、60 付近に吸熱ピークが観察されました。

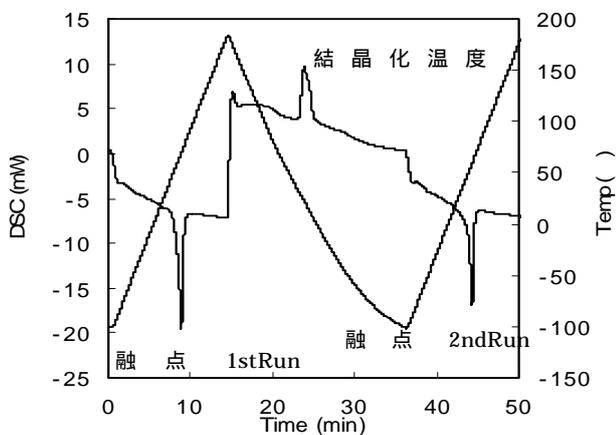


図1 PCLの融解温度評価

1st Run における 69 付近の吸熱ピークは融解温度、降温時の 23 の発熱ピークは溶融状態から結晶化する降温結晶化温度 (T_{mc}) です。測定例では 1st Run と 2nd Run のピーク温度は 9 異なりました。

一般的にポリマーの融解現象は熱履歴により変わるため、一度サンプルを完全に融解させた後、一定の降温速度で結晶化するまで下

げ、その後 2 回目の昇温を行います。このような測定を行うことにより、ロットやメーカーの異なるペレットの比較を行うことが可能です。1st Run データ間で異なっても、2nd Run データが一致するものは元々同じ材料と推定でき、2nd Run で違いがあるものは材料間の有意差があると判断できます。

高密度ポリエチレン繊維の測定

高密度ポリエチレン (HDPE) 樹脂から、モノフィラメントを製造し、延伸前後の DSC 曲線を評価しました。未延伸系と 6 倍延伸した HDPE モノフィラメントの測定結果を図2、表1に示します。

延伸により、吸熱ピーク温度は高温側へシフトしました。また、ピーク面積から算出される H (融解熱量) も増加しました。

完全結晶のポリエチレンの融解熱量は 286.7mJ/mg と報告されており、試料の融解熱量と完全結晶の融解熱量の比を結晶化度として算出することができます。

この結果、延伸により高分子の配向結晶化が起こり、融点と結晶化度が増加していることがわかります。

3. おわりに

DSC 測定から多くの熱的な情報を得ることができ、クレーム原因の解明や新商品開発に役立てることが可能です。皆様のご利用をお待ちしております。

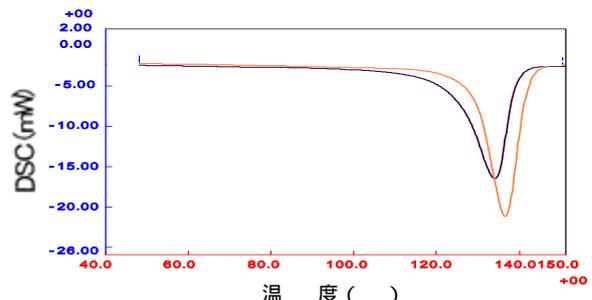


図2 HDPEモノフィラメントのDSC曲線

表1 HDPEモノフィラメントの測定結果

	未延伸系	延伸系
融点 (°C)	132.9	135.4
融解熱量 (mJ/mg)	126.5	136.5
結晶化度 (%)	44.1	47.6



三河繊維技術センター 産業資材開発室 佐藤 嘉洋 (0533-59-7146)
 研究テーマ：機能性繊維の開発
 担当分野：紡糸および繊維製品の評価