

X-ray DSC を用いた高分子膜の評価

はじめに

脱水反応や融点、結晶化などの温度を把握するには熱重量測定 (TG-DTA) や示差走査熱量測定 (DSC) を用いるのが一般的です。しかし、DSC 単独の測定では吸発熱前後の結晶構造の変化がわかりません。また、膜や繊維試料は加工により配向することが多く、0次元、1次元検出器では配向に関する知見を得ることができません。そこで、2次元検出器を用いたX線回折とDSCの同時測定により、高分子膜の吸発熱前後での結晶構造や配向の変化を調べました。

測定・解析例

2次元検出器を用いたXRDにDSCアタッチメントを組み合わせることで、熱的变化と結晶構造 (特に配向) の変化を同時に知ることができます。ここではPET膜の測定を行いました。図1にPET膜のDSCチャートと、特定の温度で得られた2次元回折像を示します。

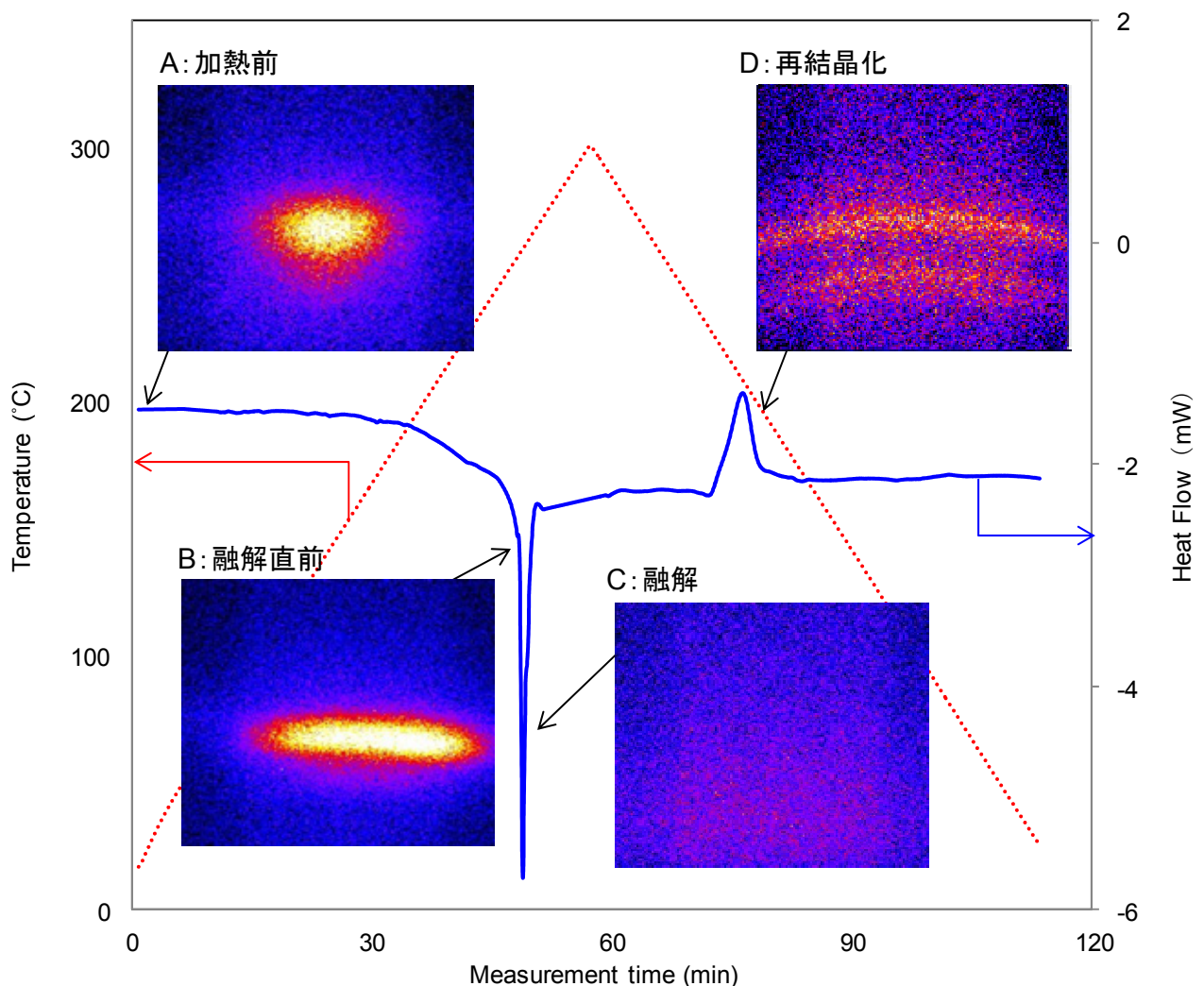


図1 PET膜のXRD・DSC同時測定結果と各温度での2次元回折像

図1から、PET膜は融解前にその配向が緩和され、再結晶化後は無配向になることが明らかになりました。このように、2次元検出器を搭載したXRDとDSCの同時測定を行うことで融解前後の結晶構造や配向の様子を容易に知ることができます。

推奨装置

▶ 全自動水平型多目的X線回折装置 SmartLab + X-ray DSC + 高速2次元X線検出器 PILATUS100K/R

(K0210ja)