

# トリアルユース課題実施報告書

実施課題番号： 2003A0830-RI-nP  
実施課題名： 湿式紡糸過程の動的X線解析  
実施責任者： 高輝度光科学研究センター 中前勝彦  
使用ビームライン： BL19B2 IP  
実験結果

## 湿式紡糸過程の動的X線解析

(高輝度光科学研究センター、\*ユニチカ株式会社)

中前勝彦、広沢一郎、佐藤真直、小寺 賢、飯野 潔、上田一恵\*

### 1. 目的

現在紡糸の主流は生産性の高い熔融紡糸であり、熔融紡糸では繊維の形成過程、結晶過程が紡糸速度、温度変化などのパラメータで制御されている。この過程についてはX線解析によるその場観察が行われ、紡糸メカニズムの解明がなされている。一方、湿式紡糸では、溶媒濃度、組成、温度、紡糸速度等、制御パラメータが多く、熔融紡糸とは異なり、高機能な繊維を得ることができる可能性が高いが、熔融紡糸に比べ、紡糸速度が遅く、その生産性の劣る点から動的X線回折法を利用した紡糸技術の開発や現象解明の取り組みは必ずしも活発とはいえない。

本研究は熔融紡糸では生産できない特異な高機能な繊維形成が可能である湿式紡糸での繊維形成過程を動的X線回折法により解明し、高機能な繊維を生産性高く紡糸する技術開発への指針を得ることを目的としている。

### 2. 方法

湿式紡糸とは凝固浴中に紡糸原液である高分子濃厚溶液を細孔から押しだし、凝固、微結晶化させると共に、延伸ドラフトにより配向結晶化させて繊維化させることである。紡糸原液が、周りを取り巻く凝固液（硫酸ソーダの濃厚水溶液）と常に接触しているために、X線コリメータの直前に凝固液槽を配置しその中に紡糸ノズルをセットしなければならない。そのために新しい紡糸浴セルを制作した。セルは凝固液の液層厚みを可変にし、窓材料としては硫酸ソーダ水溶液からのX線散乱と窓材からの散乱が重ならない用に 0.5 mm 厚さの BN 板を用いた。入射X線エネルギーは諸々の条件を考え、11 KeV とした。

### 3. 結果及び考察

今回の実験において、第一目的は硫酸ソーダの濃厚水溶液である凝固浴からのX線散乱が凝固ポリビニルアルコール（PVA：今回湿式紡糸に用いた高分子材料）からのX線散乱とどの程度干渉するか、あるいは、回折位置として、避け得られるかを明らかにすることであった。第二は凝固過程のPVAからのX線回折図形を得ることである。図1には本実験用に設計した凝固浴セルを示す。

図2には BN 板窓のセルに硫酸ソーダ水溶液を満たして得られたX線回折図形を示した。図3には凝固浴終端におけるPVA 繊維のX線繊維図形を示す。

図2、図3から明らかな様に、PVA からの基本的な101 反射はBN からの散乱、凝固液からの散乱とは重なっておらず、今後ノズル孔から距離の関数としての凝固 PVA 繊維のX線回折図形を撮ることが可能であることが分かった。更に、アルカリ凝固浴紡糸過程では凝固浴長さが100 cm 程度の装置が必要であることも明らかとなり、次回実験における有益なデータが得られた。

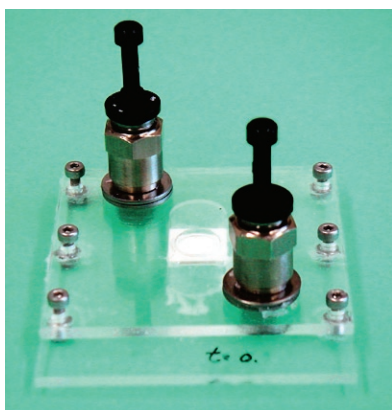


図1 凝固浴セル

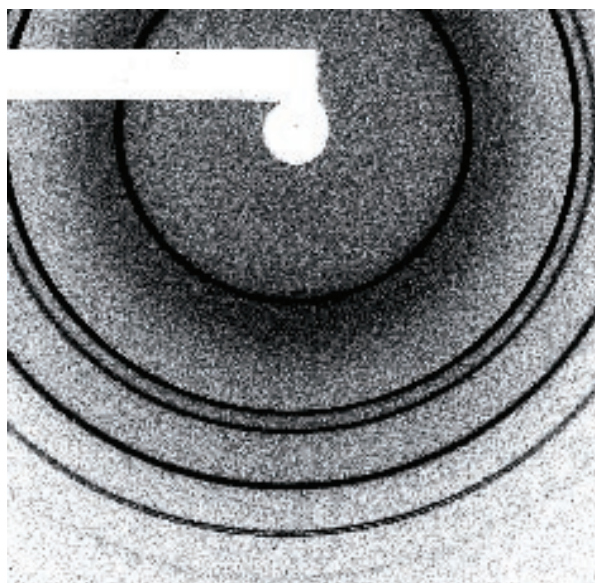


図2 凝固浴からの散乱

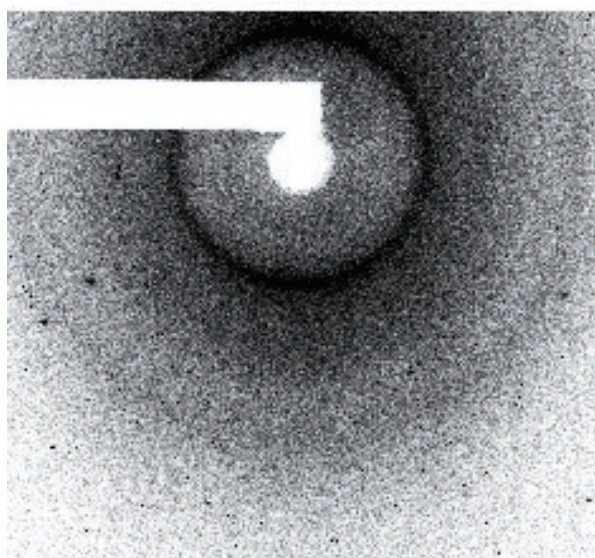


図3 紡糸浴終端でのPVA 繊維図形