

# 樹脂成形における成形条件とモルフォロジーと 力学的物性に関する研究

製品科学課

高松周一\*

## 1. 緒言

高分子材料の物性は、高分子材料の微細構造（モルフォロジー）に大きく依存するため、高分子材料のモルフォロジー観察は、物性を解析・研究する上で重要な解析手法となっている。

高分子材料のモルフォロジー観察は、透過電子顕微鏡 (TEM) 観察により行うが、電子染色剤 (四酸化オスミウム  $\text{OsO}_4^{1,2}$ )、四酸化ルテニウム  $\text{RuO}_4^{3,4}$  等) によって電子密度を高め、超薄切片を調製することで、TEM 観察を行うのが一般的な手法である。

本報では、代表的な非晶性樹脂を用い、成形条件が成型品のモルフォロジーにどのような影響を与えるかを検討した。

## 2. 実験

### 2. 1 試料

試料は、標準及び透明グレードのアクリロニトリル-ブタジエン-スチレン (ABS) 樹脂である。

### 2. 2 成形

樹脂成形は、ソディック社製スクリュープリプランジャー式射出成形機 TR-150S を用い、保圧圧力を 10 及び 50MPa にて、長さ 200mm、幅 40mm、厚さ 2mm の試料を成形した

### 2. 3 包埋、電子染色

厚さ 2mm に成形されたシートの表層部、中心部、及びその中間部から樹脂充填方向に対し垂直方向に糸状に樹脂を切り出し、オスミウム酸 4% 水溶液の気相中において、60°C、3 時間染色した。

この試料をエポキシ樹脂包埋後、トリミング、面出しを行った。面出しした薄切面に対して、オスミウム酸 4% 水溶液の気相中において、60°C、3 時間、次いで、 $\text{RuO}_4$  水溶液の気相中において、60°C、3 時間染色を行った。

### 2. 4 透過電子顕微鏡 (TEM) 試料作製

Reichert 社製 ULTRACUT UCT ミクロトームでダイヤモンドナイフを使用し、室温にて上記エポキシ樹脂包埋試料を厚さ 50nm 以下の超薄切片に切り出した。この切片を、カーボン膜の張られた TEM 観察用銅グリッド上に捕集し、TEM 観察用試料とした。

## 3. 結果と考察

図 1 は、低保圧成形した平板成形品の中心部から得られた TEM 像である。

オスミウムは不飽和ポリマー (ブタジエン:PB) を染色し、またルテニウムは選択的にラメラの非晶部を染色するために、TEM 像内では ABS 樹脂の PB 粒子、非晶部が黒く観察される。

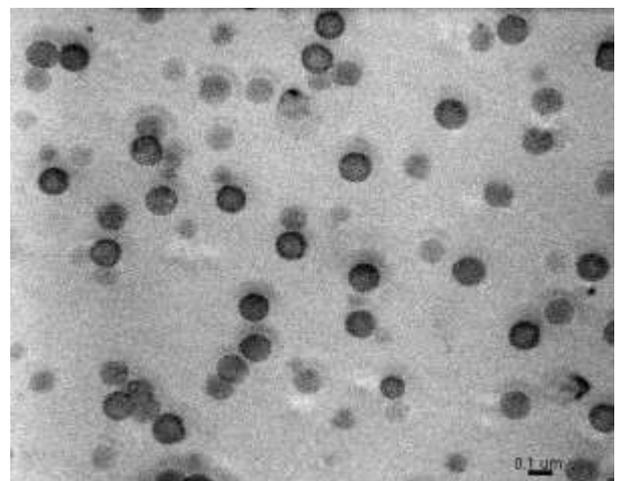


図 1 ABS 樹脂の TEM 像 (中心部/低保圧)

PB 粒子は、平均粒径約 100nm で、かつ、ほぼ真円状で均一に分散しているのが確認できる。

図 2 は、高保圧成形した平板成形品の中心部から得られた TEM 像である。図 1 の TEM 像と比較して、PB 粒子が若干変形した状態で分散しているのが確認できる。

\*現 企画管理部

TEM 観察試料とした ABS 樹脂は、射出成形により成形されていることから、低保圧の場合、充填方向への PB 粒子の変形が起こることなく分散・固化し、高保圧の場合は、TEM 像から充填方向は判断できないものの、保圧により充填方向への変形が起こったためと推察する。

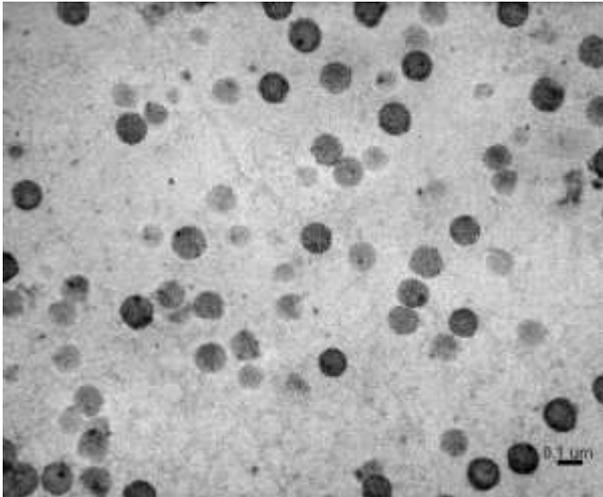


図2 ABS樹脂のTEM像(中心部/高保圧)

しかしながら、樹脂充填時に PB 粒子が変形する剪断力を受けるものの、PB 粒子が配向するまでの剪断力を受けていないと判断できる。

また、高保圧による分散粒子の平均粒径の低下が確認できなかったことは、今後の検討課題である。

図3は、低保圧成形した透明グレードABS樹脂平板成形品の中心部から得られたTEM像である。

PB 粒子が確認されるものの、標準グレードのABS樹脂に比して粒径も小さいことと、粒子中に

アクリロニトリル、スチレンを含むためか、TEM像としては低コントラスト像の様に観察される。

これは、透明性を持たせるために添加された成分によるものと推察される。

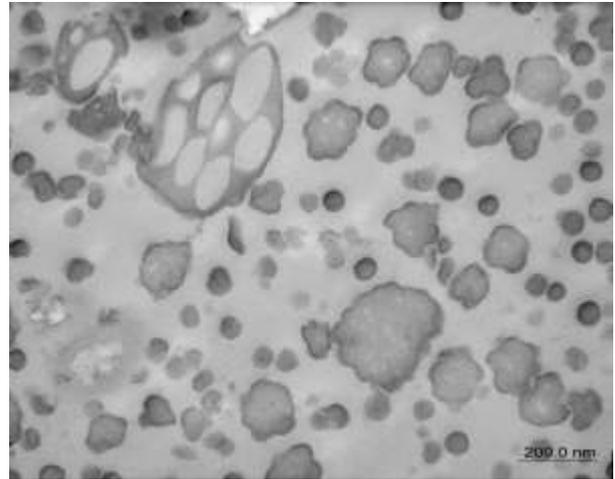


図3 透明グレードABS樹脂のTEM像(中心部/高保圧)

#### 謝辞

本研究の推進にあたり樹脂成形にご協力頂いた、三光合成株式会社 技術本部(当時) 亀田隆夫氏に御礼申し上げます。

#### 参考文献

- 1) E.H.Andrews and J.M.Stubbs, *J.R.Microsc. Soc.*, **82**, 221(1964)
- 2) K.Kato, *Polym. Eng. Sci.*, **7**, 38(1967)
- 3) J.S.Trent, J.I.Scheinbeim, and P.R.Couchman, *Macromolecules*, **16**, 589(1983)
- 4) J.S.Trent, *Macromolecules*, **17**, 2930(1984)

キーワード：モルフォロジー、TEM、電子染色、超薄切片法

Effect of Resin Molding Condition on Morphology and Properties of ABS

Shuichi TAKAMATSU

In order to investigate the effect of resin molding condition on morphology, TEM observations were made. As a result, it was clearly that the shape of the PB particles differed in the difference of packing pressure. It was also noted that TEM image contrast of transparent resin was low, and that the particle size was small compared to standard resin.