

広帯域テラヘルツ時間領域分光法を用いたポリ乳酸薄膜の結晶化過程の観測

Observation of crystallization in poly(lactic acid) thin films

by broadband terahertz time-domain spectroscopy

防衛大学校 (M1) 須山 弘太, 加留部 涼、和田 篤、田中 哲、岡野 真人

National Defense Academy, K. Suyama, R. Karube, A. Wada, S. Tanaka, and M. Okano

E-mail: em61055@nda.ac.jp

高分子材料はガラス転移温度よりも高い温度で加熱するとアモルファス相から結晶相へと構造相転移する。高分子は結晶化度によって物性が大きく変化するため、結晶化過程を理解することは基礎・応用問わず極めて重要である。テラヘルツ周波数帯には高分子特有の分子間振動モードが多く存在するため、テラヘルツ分光を利用すれば分子間振動モードの変化を通じて結晶化過程を調べることができる[1]。本研究対象であるポリ乳酸は 3D プリンター の材料などに用いられる生分解性高分子であるが、ガラス転移温度が 70°C であるため室温でも緩やかに結晶化が進行することが知られている。近年、Ariyoshi らがポリ乳酸では 4 THz 近傍に結晶構造由来の吸収ピークが現れることを発見した[2]。そこで本研究では、加熱時間を変えたポリ乳酸結晶を作製し、4 THz の吸収ピークをプローブとしてポリ乳酸の結晶化過程について調べた。

本研究では試料として Ingeo Biopolymer 社製のポリ乳酸を用いた。ポリ乳酸を 230°C に加熱して 1 度融解させた後に、急冷することで非晶質薄膜試料を作製した。この非晶質試料を結晶化促進温度 130°C で加熱して結晶化させた。加熱時間は 0~120 分まで変化させながら 12 種類の試料を作製した。テラヘルツ分光測定は市販の装置 (ADVANTEST 社製 TAS7500 TS) を用いて行った。図 1 に未加熱、10 分加熱、120 分加熱したポリ乳酸薄膜の吸収スペクトルを示した。未加熱試料では 2 THz に緩やかなピークが観測された。このピークは加熱時間の増加にともなって徐々に先鋭化していく様子が見られた。また、加熱時間の増加、すなわち結晶化にともなって 4 THz 近傍に結晶構造由来の新しいピークが大きくなっていく様子が明瞭に観測された。講演では加熱時間依存性についてより詳細な議論を行う予定である。

本研究は、科研費 (22K03557) の支援を受けて行われた。

[1] M. Nakamura *et al.*, ACS Appl. Polym. Mater. **1**, 3008–3016 (2019).

[2] S. Ariyoshi *et al.*, Mater. Adv. **2**, 4630–4633 (2021).

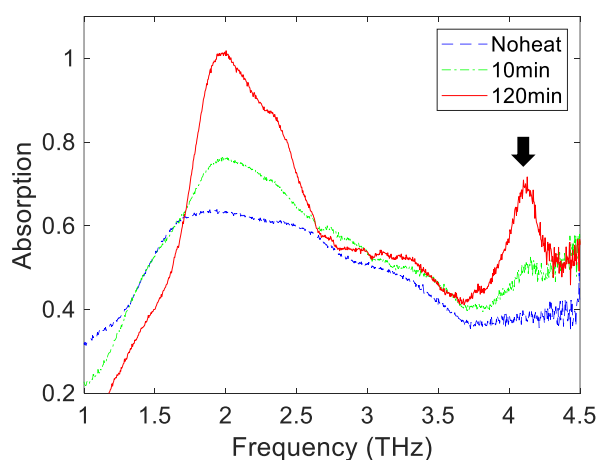


Fig.1. Absorption spectra of amorphous and crystalline PLA thin films for 10 and 120 min.