

軟・テnderX線を用いたポリオレフィン材料の構造解析

Structural Analyses of polyolefin materials using soft and tender X-rays

京大化研 中西 洋平

Kyoto Univ., Yohei Nakanishi

E-mail: yohei@scl.kyoto-u.ac.jp

【緒言】 近年、軟X線やテnderX線と呼ばれる、エネルギーの低いX線を用いた分析技術が発展してきた。軟・テnderX線のエネルギー領域は炭素や酸素、硫黄といった軽元素の吸収端をカバーしている。高分子材料は種々の空間スケールにて様々な階層構造を形成することが知られているが、軟・テnderX線を用いた解析手法を適用することでこれまで捉えられていなかった構造を見ることができると期待できる。

本発表では微小部蛍光X線分析(μ -XRF)マッピング法および走査型透過X線顕微鏡(STXM)を用いたポリオレフィン材料の構造解析例を紹介する。

【実験】 異なる混練法で調製した加硫エチレン-プロピレン-ジエン (EPDM) ゴム中の硫黄および亜鉛化合物の空間分布および相関を μ -XRF マッピング法で評価した。実験は SPring-8 の BL27SU にて実施した (課題番号 2019A1730、2019B1811、2020A1705)。入射X線エネルギーは 2.6 keV とした。また、伸張比 1.09 の高密度ポリエチレン (HDPE) 試料について STXM による観察を Photon Factory の BL-19A にて実施した (課題番号 2020G091、2020Y016)。入射X線エネルギーは C の K 殻吸収端近傍である 280~320 eV の範囲で、同視野で、偏光 (電場) 方向が延伸方向に対して平行方向および垂直方向となるように行った。

【結果】 加硫 EPDM ゴムのプレス成形品について、硫黄および亜鉛化合物の分散状態を μ -XRF マッピング法で評価した例を Figure 1 に示す。得られた結果を詳細に解析したところ、優れた破断強度や破断伸びが得られた混練法のほうが、硫黄と亜鉛化合物が同じ場所に存在する確率が高いことが分かった。

Figure 2(a)は 318 ± 2 eV で観測した HDPE の光学密度 (OD) 像を、Figure 2(b)は 292 ± 1 eV で観測した C-C 結合の配向パラメータ $\langle P_2 \rangle$ の空間分布図を示している。ここで MD は延伸方向を、PD はX線の偏光方向を示している。吸収端から十分離れた 318 ± 2 eV の OD 像は密度揺らぎを反映していると考えられる。また、密度と分子鎖の配向に相関関係が見られることが分かった。

[1] Nakanishi, Y. et al., *Polymer* **2021**, 218, 123486.

[2] Arakawa, M. et al., *Polym. J.* **2022**, in press.

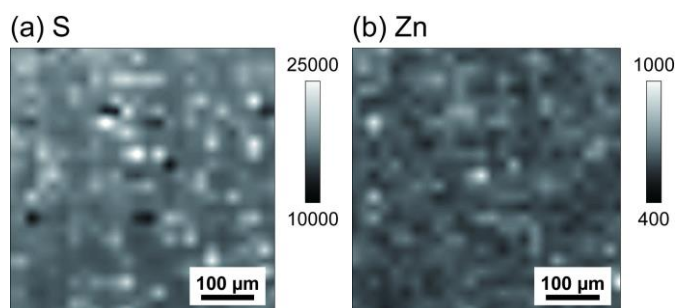


Figure 1. The examples of μ -XRF mapping images for (a) sulfur and (b) zinc of the vulcanized EPDM samples.

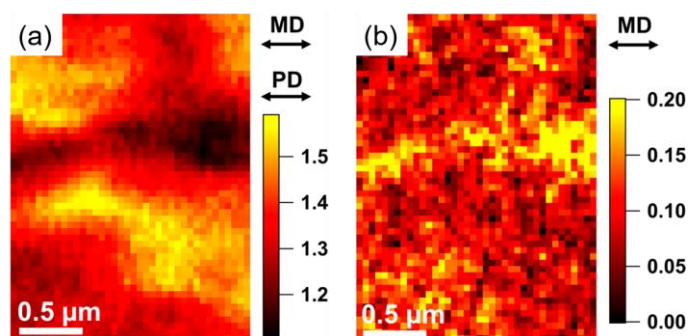


Figure 2. The spatial distributions of (a) OD (318 ± 2 eV), (b) $\langle P_2 \rangle$ of C-C chain (292 ± 1 eV).