

産業応用分野;タイヤ・ゴム、研究分野;ソフトマター、中性子手法;非弾性散乱
 利用BL; BL15 中性子小角・広角散乱装置 (TAIKAN); Small and Wide Angle Neutron Scattering Instrument
 Used Beam Time; 2.0日 / Allocated Beam Time; 2.0日 / Requested Beam Time; 2.0日
 課題番号;2014A0059

課題名	中性子散乱を利用した3次元架橋有機高分子の不均一性解析 Nonuniformity in cross-linked organic polymers studied by small angle-neutron scattering	
実験代表者;	富永哲雄	所属;JSR株式会社
		共同実験機関;茨城大学理工学研究科

背景; 低燃費タイヤに使用する材料の開発が材料メーカーに求められている。この一環として、タイヤに使用するゴム材料の高強度化によりその使用量を少なくしてタイヤを軽量化することを検討している。このような開発のためには、ナノスケールからミクロンスケールの階層構造を解明し、物性との関連性を理解することが不可欠である。

中性子実験の必要性; ゴム材料の破断強さに関連が深いナノメートルオーダーでの架橋構造を解析するための手法として小角散乱法が最も適している。X線小角散乱実験も愛知シンクロトロン等を利用して実施予定であるが、中性子小角散乱と併用することが有効である。さらに、架橋密度の不均一構造の解析には柴山らが提案している溶媒による膨潤状態の構造解析が有効である¹⁾。その際に、d-置換溶媒を用いた解析が可能な中性子小角散乱法が不可欠である。

試料; スチレンブタジエンゴム(SBR) 加硫物シート; 標準配合(SBR_1)および酸化亜鉛*配合無試料(SBR_2)
 ポリイソプレンゴム(IR)加硫物シート;標準配合(IR_1)および酸化亜鉛*配合無試料(IR_2) 合計2+2=4試料
実験; 重水素化(D)-トルエンで膨潤したゴムシート試料の小角中性子散乱(SANS)測定を行った。架橋ゴムにおける架橋の不均一構造を、溶媒による膨潤試料のSANSパターンにより解析する「膨潤可視化法」¹⁾による解析を試みた。

*注)酸化亜鉛;ゴムの加硫促進剤

実験結果; 図1にスチレンブタジエンゴム(SBR)試料2種(SBR_1, SBR_2)およびポリイソプレンゴム(IR)試料2 (IR_1, IR_2)のD-トルエン膨潤平衡状態におけるSANS プロファイルを示す。得られた散乱パターンは既報文献の結果に類似のパターンを示している。また、試料間で散乱パターンが異なっており、この結果は架橋の不均一構造に違いがあることを示唆している。

膨潤可視化法では、試料の散乱 $I(q)$ が式(1)のように網目散乱(OZ項)と不均一散乱(SL項)の和で与えられる。

$$I(q) = I_{oz}(0)/(1 + \xi^2 q^2) + I_{SL}(0)/(1 + \Xi^2 q^2)^2 \quad (1)$$

ここで、 ξ は架橋網目の相関長、 Ξ は不均一性の特徴長を表す。

図2にSBR_1の散乱プロファイルを式(1)でフィッティングした結果を示す。この試料は式(1)でよくフィッティングされた。フィッティングにより得られたSBR_1の相関長 ξ は6Å、不均一性の特徴長 Ξ は112Åとなった。SBR_2の散乱プロファイルはSBR_1の散乱プロファイルが小角側にシフトしているため、 ξ 、 Ξ ともSBR_1より大きな値になると予想される。天然ゴムにおける結果¹⁾と同様な酸化亜鉛の添加効果が確認された。SBR_2の小角側のデータでは不均一散乱における上に凸の形状が十分に得られていないため、定量的な解析が難しいと考えられる。IR_1、IR_2についても酸化亜鉛の効果についてSBRと同様の違いが見られるが、定量的な比較はできなかった。

小角側で上に凸の散乱プロファイルが測定された試料はSBR_1のみであり、他の試料については上に凸の散乱プロファイルが検出されなかったことから架橋の不均一構造を定量的に比較することはできなかった。「膨潤可視化法」で架橋の不均一構造を定量的に評価するためには、より小角側のデータが必要である。TAIKANの測定範囲の小角側への拡張が望まれる。

参考文献; 1) 柴山充弘;日本ゴム協会誌, 84, 24 (2011).

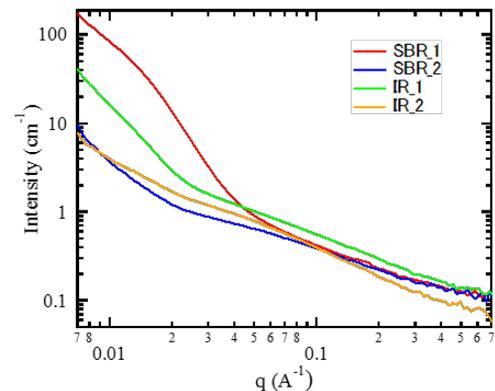


図1. スチレンブタジエンゴム、ポリイソプレンゴムのD-トルエン膨潤平衡状態におけるSANSプロファイル

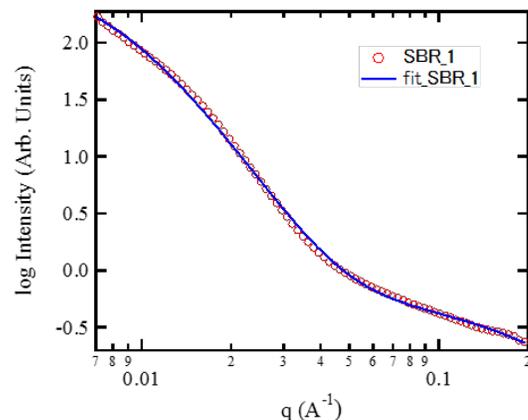


図2. SBR_1試料のSANSプロファイルに対する式(1)によるフィッティング結果