

結晶弾性率測定法を用いたナノコンポジットの界面強度評価 2 Estimation of Interface Strength of Nano-composites by measurements of Crystal Modulus Method, part II

岸本 浩通^a, 中前 勝彦^b, 佐藤 眞直^c
Hiroyuki Kishimoto^a, Katsuhiko Nakamae^b, Masugu Sato^c

^a住友ゴム工業株式会社, ^bひょうご科学技術協会, ^c(財) 高輝度光科学研究センター
^aSumitomo Rubber Industries, Ltd., ^bCAST, ^cJASRI

天然ゴムの優れた特性を解析するために、結晶弾性率測定による結晶に加わる歪みの測定を実施した。これまで 2θ - θ 配置での測定を行ってきたが、結晶の変形挙動も同時に解析を行う必要があった。今回、WAXS (Wide-angle X-ray Scattering) および SAXS (Small-angle X-ray Scattering) の同時計測の可能性について検討した。同時計測を行うために、WAXS 測定は透過配置にし、天然ゴム伸長結晶の (202) 面を用いた層線のシフト量から算出できないか検討を実施した。

キーワード： 天然ゴム、結晶弾性率

背景と研究目的：

天然ゴムは合成ゴムに比べ破壊強度など優れた特性を示し、タイヤなどの強度が求められるゴム材料に多く使われている。天然ゴムのこのような特性は、ゴムを延伸させた時の伸長結晶の生成挙動と密接に関係していると考えられてきた。近年、放射光を用いた天然ゴムの伸長結晶に関する研究が多くなされ重要な知見が得られている。現状以上に天然ゴムの特性を引き出すためには、ゴムの変形時に生成する伸長結晶に加わる歪みを正確に測定し、強度や破壊との関係について調査することが重要となる。さらに重要な点として、ゴム材料には補強材としてカーボンブラックやシリカなどのフィラー（ナノ粒子）が配合されるが、フィラーが何故ゴムの特性を向上させるのかについては未だ謎が多く存在する。

我々は、天然ゴムの伸長結晶に加わる応力や歪みを解析するために、2009A 期より BL46XU の高精度回折計 Huber と二次元個体半導体検出器 (PILATUS) を 2θ - θ 配置に設置し、ゴム伸長時における結晶弾性率のリアルタイム計測の技術開発および解析を実施してきた (Fig.1)。その結果、架橋密度が高いほど伸長結晶の (004) 面におけるピークシフトが小さいことが分かった。しかし、詳細な解析を行うためには、結晶弾性率測定に加え SAXS (Small-angle X-ray Scattering) の同時計測を行う必要があると考えた。

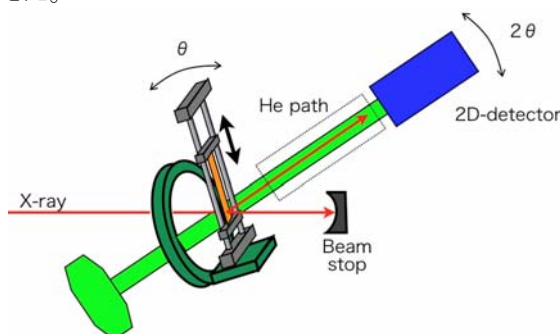


Figure 1. 2θ - θ 配置での結晶弾性率測定セットアップ図

本研究では、天然ゴムの伸長結晶化における結晶弾性率測定に加え、SAXS 同時計測を行うための基礎検討を行うことを目的とし実験を行った。

実験：

実験は BL46XU ビームラインにて実施した。小型延伸装置は Fig.1 に示すように Huber 高精度回折計に設置し、X 線エネルギーは 10 keV を用いた。二次元固体半導体検出器は PILATUS 100K を使用した。試料は架橋密度を変えた厚み約 1 mm のイオウ架橋天然ゴムシートを作成し用いた。2009B 期は、Fig.1 に示すように 2θ - θ 配置で天然ゴム結晶の (004) 面のピークシフトを検出したが、この配置では SAXS 測定との同時計測が困難である。

そこで、結晶弾性率測定は通常の透過配置の状態での測定し、天然ゴム伸長結晶の (202) 面の層線のシフトから算出する方法を試みた。

結果および考察：

これまでの実験では、ゴムを延伸させると (004) 面のピークシフトが見られたが、今回の透過配置における (202) 面の層線間隔の顕著なシフトが見られなかった (Fig.2)。二次元検出器のピクセルサイズが大きいため検出できていない可能性も考えられるが、以前の結果からの予想では十分にピークシフトを検出できるレベルである。現在、詳細に解析するためのプログラムを作成している段階であり、今回の実験配置で結晶弾性率評価ができるようであれば、次回 SAXS との同時計測を検討したいと考えている。

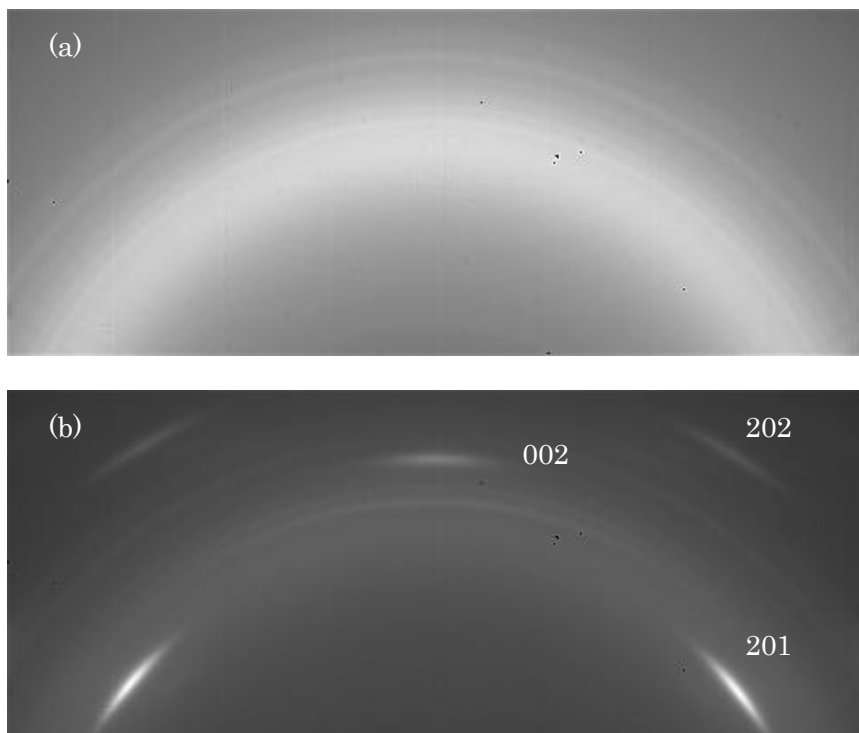


Figure 2. 天然ゴム伸長過程における WAXS 測定結果. (a)伸長前, (b)伸長後