

先端研究施設共用促進事業
立命館大学SRセンター「放射光軟X線を用いた材料解析」
利用成果報告書

無償トライアル利用

平成 23 年 3 月 14 日

所属 JSR株式会社四日市研究センター
職名 主任研究員
氏名 富永哲雄
所在地 〒510-8552 三重県四日市市川尻町100
Tel/Fax 059-345-8179/059-345-8112
E-mail address:tetsuo_tominaga@jsr.co.jp

課題番号	R1018
利用課題名	軟X線CTによるシリカ配合ゴムの3次元観察
ビームライン	BL-12
利用期間	H22年 12月 7日～ H22年 12月 8日
背景と利用目的	
<p>省燃費タイヤ用ゴム材料として末端変性SBR(スチレンブタジエンゴム)が開発されている。末端変性SBRでは、ポリマー末端の官能基が補強剤のシリカと結合することによりシリカの微分散性が向上し、エネルギーロスが低減すると考えられている。末端変性SBR中のシリカの構造についてはSpring-8の超小角X線散乱(USAXS)で評価され、従来の未変性SBRに比べ微分散していることが明らかになった。また、末端変性SBR中のシリカの分散状態の3次元観察には電子顕微鏡トモグラフィ(TEM)が有効で、末端変性SBR中のシリカの粒子径は未変性SBRに比べ小さいことが分った。一方、末端変性SBR中でシリカは階層構造を形成していることがUSAXSデータから示唆されるが、TEMでは試料の厚さに制限があるためシリカの高次構造を観察することは難しい。立命館大学SRセンターの軟X線CTはTEMより厚い試料による広範囲の観察が可能であることから、シリカの高次構造の3次元観察が可能になると期待される。</p> <p>今回の実験では、シリカ配合ゴムの3次元観察の予備実験として、TEM用試料を用いて軟X線顕微鏡できれいな画像を得るための条件検討を行った。</p>	

実験・解析方法

末端にシリカと反応する官能基を導入した末端変性 SBR および官能基を持たない未変性 SBR を、一般的なアニオン重合法により合成した。これら SBR にシリカ、硫黄、ゴム配合薬品を配合し、バンバリー型ミキサーにより混練りし、160°Cのプレス加硫成形機でシート状の加硫物を作成した。このゴムシートをウルトラマイクロトームで超薄片に切り出して電顕メッシュ上に乗せた試料を観察に用いた。

軟 X 線顕微鏡観察は、BL-12 で行った。今回は最適な波長条件について検討するため、2.4 nm, 2.0 nm, 1.75 nm で観察を行った。

成果の概要

今回検討した X 線波長 2.4 nm, 2.0 nm, 1.75 nm のうち、2.4 nm, 2.0 nm では X 線がほとんど透過せず軟 X 線顕微鏡像を得ることができなかったが、1.75 nm について軟 X 線顕微鏡像を得ることができた。図 1 に末端変性 SBR 試料、図 2 に未変性 SBR 試料の軟 X 線顕微鏡像を示す。視野は 1 辺 18 μm 、倍率は 670 倍である。末端変性 SBR 試料より濃淡の少ない画像、未変性 SBR 試料より濃淡の多い画像が得られた。末端変性 SBR 試料ではシリカが微分散しているのに対し、未変性 SBR 試料ではシリカが均一に分散していないためにこのような違いが現れたと考えられる。

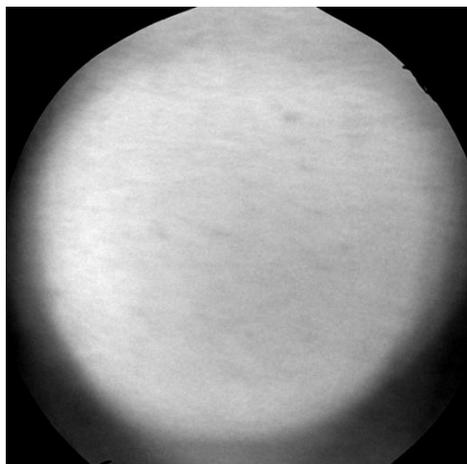


図 1 末端変性 SBR 試料の軟 X 線顕微鏡像

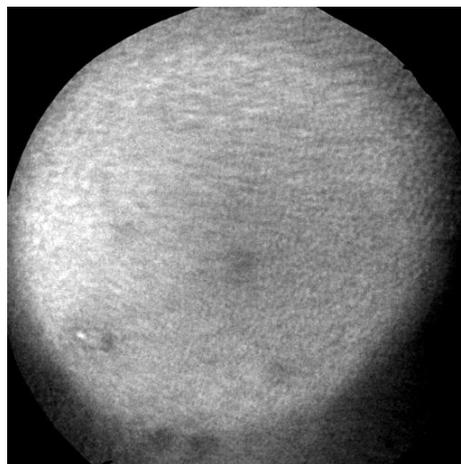


図 2 未変性 SBR 試料の軟 X 線顕微鏡像

社会、経済への波及効果の見通し

今回の実験によりシリカ配合ゴム試料の軟 X 線顕微鏡観察に適する波長条件に関する知見が得られた。さらに条件検討を進めることにより軟 X 線 CT による 3 次元観察が可能になると期待される。この技術により末端変性 SBR 試料中のシリカの階層構造に関する情報を得ることができれば、より高性能の省燃費タイヤ用ゴム材料の開発に寄与すると期待される。