 茨城県 IBARAKI Prefectural Government	MLF Experimental Report	提出日(Date of Report) 2021年12月17日
課題番号(Project No.) 2017AM0020 実験課題名(Title of experiment) コントラスト変調小角中性子散乱法を用いた加硫したカーボンブラック充填イソブレンゴムの構造解析 実験責任者名(Name of principal investigator) 伊藤 孝憲 所属(Affiliation) 株式会社 日産アーク		装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) BL20 iMATERIA 実施日(Date of Experiment) 2018年1月21日

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)

10年以上に亘る我々の研究を含めた現在までの研究から、ファイラー充填加硫ゴムの物性はダブルネットワーク(化学的ネットワークとファイラーネットワーク)に起因すると考えられる。しかし、化学的ネットワークに関しては、最近、S32で加硫したゴムの膨潤させた後、中性子散乱測定を行うことにより、ようやく、その不均一構造の存在が見出された。また、後者に関しては、近年、3D-TEMや放射光により、その不均一構造の存在が明らかにされた。残念ながら、現時点では、両ネットワークを同時測定することは成功していない。もし、この同時測定が可能になれば、変形時のファイラー充填加硫ゴムの物性を従来よりも正確に計算予測できると考えられる。その応用先としては、タイヤを含めた実ゴム部品である。さらに、S33含むモノマーから重合したPPSを用いれば、その中性子散乱から、PPSの成形挙動、溶着現象、破壊挙動の解明が可能になる。なお、本技術開発を発端にして、重水素、S33以外の同位体の利用の道も開拓されることが考えられる。

本研究では化学的ネットワークの不均一構造と、変形時における両ネットワークの変形形態の観察、また定量的な解析を行うことを目的とする。

2. 試料及び実験方法

Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

2.1 試料 (sample(s))

- S32 で加硫したカーボンブラック(CB)充填イソプレンゴム
- S33 で加硫した CB 充填イソプレンゴム
- S32 と S33 の比率が違う CB 充填イソプレンゴム(3 種類)

2.2 実験方法(Experimental procedure)

ゴムを引張りながら SANS 測定。ただし、本実験では引張り力は測定していない。一度、ゴムを引張り、切れない状態を確認し、SANS 測定を実施した。図 1 に測定時のセッティングを示す。

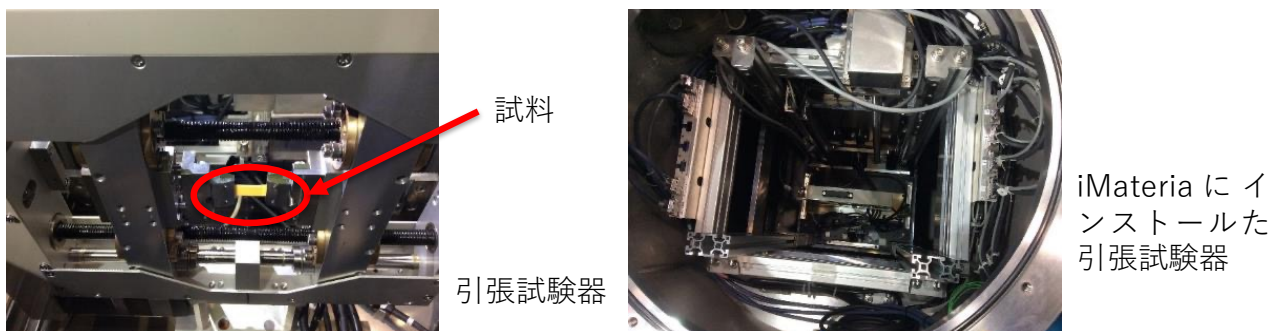


図 1 実験のセッティング

3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

図2にS32で加硫したカーボンブラック(CB)充填イソプレンゴムを引張りながら SAXS 測定した結果を示す。 $Q=2.5\text{\AA}^{-1}$ までは強度が Q^4 に比例するために球状であることが分かり、形状は引張っても球状は変化しないことが分かった。一方、引張っていない状態では、 $Q=6\text{\AA}^{-1}(107\text{\AA})$ の周期構造を有することが観測された。また、引張ることで $Q=7\text{\AA}^{-1}(94\text{\AA})$ の周期構造へと変化する。更に引張ると、周期構造は短く、またピーク強度は小さくなっていくことが分かった。この結果から引張ることによって架橋ネットワークの分断現象が観測されていることが示唆される。

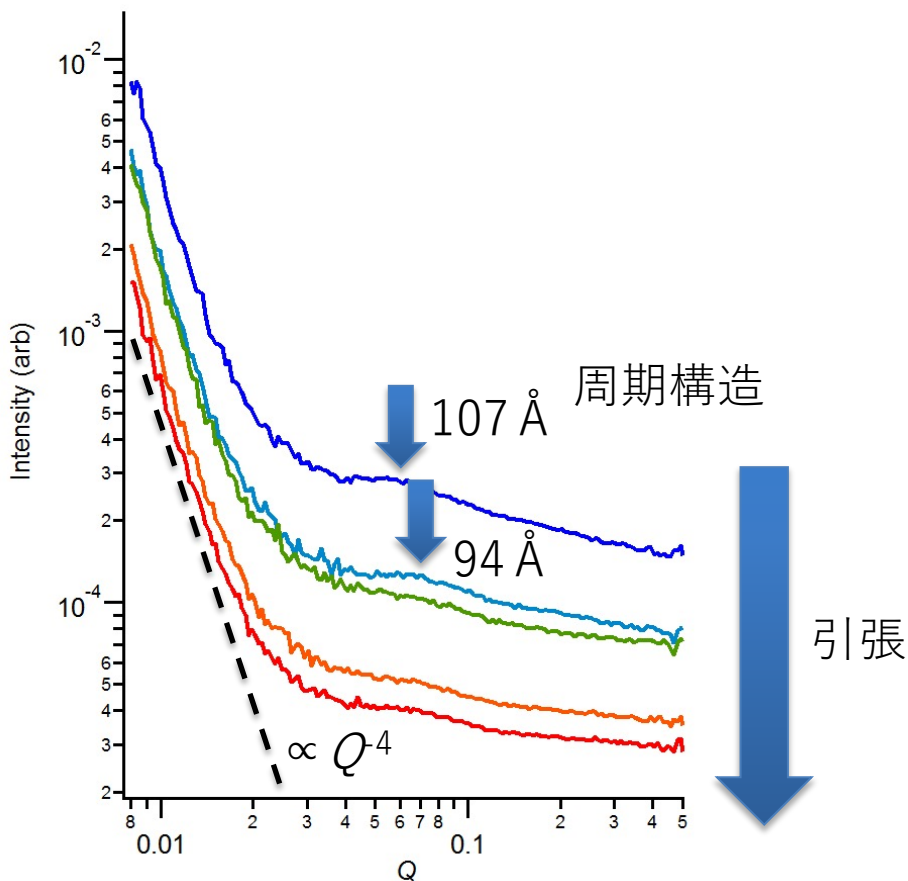


図2 加硫したカーボンブラック(CB)充填イソプレンゴムの引張り時の SAXS の結果

4. 結論(Conclusions)

加硫したカーボンブラック(CB)充填イソプレンゴムを引張りながら SAXS 測定した。低い Q 領域でピーク強度が Q^4 に比例することから球状であることが分かった。また、引張らない状態では 107\AA 程度の周期構造が確認され、引張ることでこの周期構造が短くなり、ピーク強度が小さくなった。よって、引張ることによって架橋ネットワークの分断現象が観測されていることが示唆される。