2017B1583 BL43IR

ゴム中粒状物の赤外顕微分光マッピング測定
IR Micro-Mapping Measurements of Particulates in Rubber

丸山 隆之 [a], 池本 夕佳 [b]
Takayuki Maruyama[a], Yuka Ikemoto[b]

[a] 株式会社ブリヂストン, [b] 高輝度光科学研究センター
[a]Bridgestone Corporation, [b]Japan Synchrotron Radiation Research Institute

長寿命・低損失なタイヤのニーズに材料面から応えるため、汎用の顕微赤外分光装置では一般に評価が困難な成分滲出（ブリード）性ゴム中の有機系微小異物について、高強度の放射光を用いることにより正確かつ定量的な把握が可能となるか検討した。その結果、透過法配置のマッピング測定によりゴム表面に非接触な状態でも平均直径が 7 μm 前後の微小異物について極めて明瞭に検出できることが確認された。

キーワード： ゴム、赤外顕微分光、マッピング

背景と研究目的：

新興国を中心に急速に拡大したモータリゼーション化は今後も年率４－６％で着実・継続的な進展が予想される。自動車台数の増加に伴い消費されるタイヤの総量も増加を続けるため、生産原材料の持続的確保や省エネルギーの観点から長寿命・低損失なタイヤのニーズは益々高まるものと予想される。こうしたニーズにタイヤ材料面から応えるためには、これまで見過ごされてきたゴム中の各種配合物の不分散や不均一構造、意図しない反応生成物（異物粒子）などを、放射光を用いてより正確かつ定量的に把握することが重要となる。

特に有機系の異物粒子についてはこれまで汎用の顕微赤外分光装置による検出が中心だったが、一般的な透過法の測定配置では空間分解能として 10 μm 程度が限界で、直径が平均で 7 μm と小さい有機系異物については正確な分布状況の把握が困難だった。一方全反射法（ATR 法）の測定配置ではより高分解能（5 μm 程度）の測定が可能だが、測定子をゴム表面に接触させる必要があるため、ゴム中からのブリードが生じて測定を妨害し検出できないケースが多かった。

そこで今回の課題では高強度の放射光を用いることでこうした小径異物を透過法でマッピング検出できるか検討した。透過法による検出が可能になればゴム表面に非接触な状態で測定できるため、油分やワックス量などの配合詳細に制限されずに広くゴム一般の評価が可能になる。

実験：

試料はカーボンブラックを充填し加硫されたタイヤ用イソプレン系ゴムの薄膜（厚み 1 μm 程度）を用いた。実験装置は BL43IR の HYPERION を用いた。試料配置は透過配置で、5×5 μm^2 のアパーチャーで絞った放射光による高強度の赤外光を 36 倍の対物レンズを通し試料に照射した。装置の測定条件は分光分解能 4 cm^{-1}、積算 200 scan で、X 2.0 μm 間隔／Y 2.1 μm 間隔でマッピング測定を行った。

結果および考察：

有機系の異物に特徴的な赤外吸収ピーク（1522-1553 cm^{-1}）の積分強度でマッピング測定することにより平均直径が 7 μm 前後の異物については透過配置においても極めて明瞭に検出できることが確認できた。特に異物内部に図 1 に示されるような中心対称の濃度分布が存在することが初めて判明し、異物発生機構を示唆する重要な手掛かりが得られたものと考える。

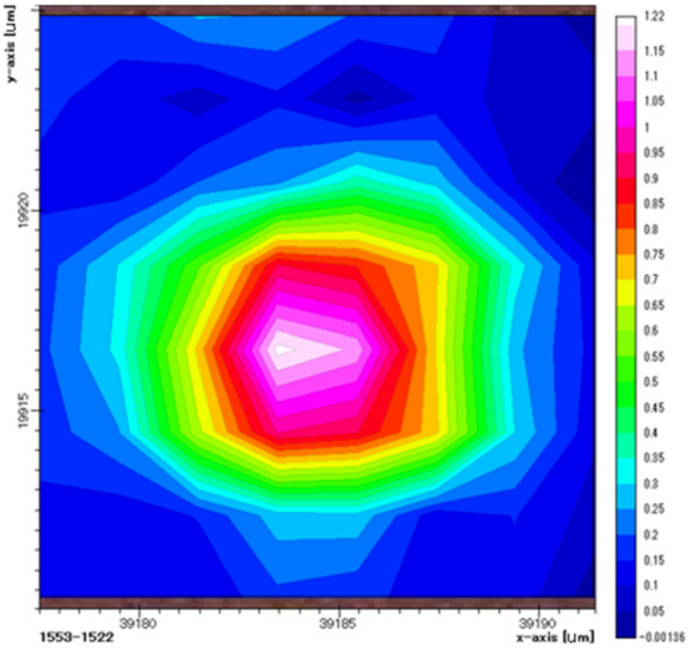

図 1.　異物粒子のマッピング像

まとめ：

汎用の顕微赤外分光装置では一般に評価が困難な成分滲出（ブリード）性ゴム中の有機系微小異物について、高強度の放射光を用いることにより正確かつ定量的な把握が可能となるか検討した。その結果、透過法配置のマッピング測定によりゴム表面に非接触な状態でも平均直径が 7 μm 前後の微小異物について極めて明瞭に検出できることが確認された。今後はゴム中に混在する無機系粒子との位置的相関や環境温度の影響などをより詳細に解析することで異物粒子の発生機構を明らかにし、ゴム性能への影響把握と併せて構造最適化を進めたい。

(Received: March 24, 2023; Accepted: April 4, 2023; Published: August 31, 2023)