

結晶弾性率法を用いたナノコンポジットの界面強度評価 Estimation of Interface Strength of Nano-composites by Measurements of Crystal Moduli

岸本 浩通^a, 金子 房恵^a, 中前 勝彦^b, 佐藤 眞直^c, 廣沢 一郎^c
Hiroyuki Kishimoto^a, Fusae Kaneko^a, Katsuhiko Nakamae^b, Masugu Sato^c, Ichiro Hirose^c

^a住友ゴム工業(株), ^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

天然ゴムの優れた破壊強度特性を調査するために、結晶弾性率法を用いて伸張結晶に加わる歪み解析を検討している。延伸過程における伸張結晶に加わる歪みを解析するために、SPring-8の高輝度X線の特徴を活かし、高角度分解能広角X線回折と引張物性との同時計測による時分割結晶弾性率測定法の検討を行った。その結果、イオウ架橋密度を変えた架橋天然ゴムにおいて、伸張結晶に加わる歪みの状態が異なる可能性が見いだされた。

キーワード：結晶弾性率、天然ゴム、伸張結晶

緒言：

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、強度が求められる材料に多く使われている。現在、環境保全および地球温暖化ガス低減に対しバイオマス材料である天然ゴムを上手く活用し特性をより向上させるための技術を開発することは重要なテーマである。天然ゴムの特性は、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成され、重要な知見が得られている[1, 2]。さらに詳細に解析し天然ゴムの特性を引き出すには、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べるのが重要となる。

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を行いポリマー/結晶界面相への応力集中を評価するために、SPring-8の高輝度・高平行X線を利用した高角度分解能広角X線回折と引張物性の同時計測を検討することを目的とした。

実験：

実験はSPring-8 BL46XU ビームラインにて行った。実験セットアップを Fig.1 に示す。X線のエネルギーは10 keVとした。天然ゴムの伸張結晶の格子面歪みを精度よく測定するためにHuber高精度回折計に小型の自動延伸機を取り付け、さらに時分割測定を行うために二次元固体半導体検出器PILATUS 100Kを用いた。カメラ長は約950 mmとし、天然ゴムの(004)面からの回折ピークを測定した。延伸速度は10 mm/minとし、5 sec毎に測定を行った。試料は、天然ゴムをイオウ加硫したものを用い、イオウ配合量を変えて架橋密度の異なる試料を作成した。試料厚みは約1mmとした。

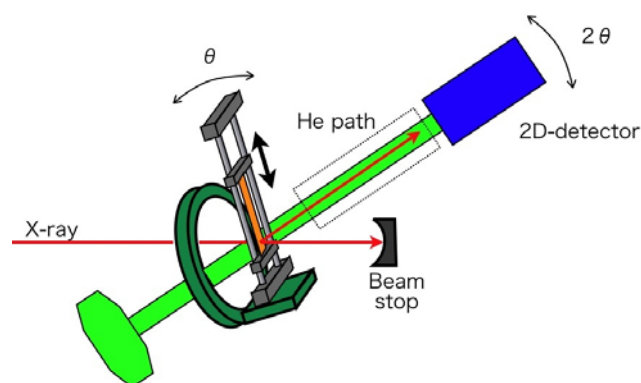


Fig.1 実験セットアップ

結果と考察：

実験結果を Fig.2 に示す。延伸とともにピークが出現しているが、これは天然ゴムの伸張結晶化による(004)面からの回折ピークである。架橋密度が低い試料では、伸張結晶の生成と共に低角側にシフトしていることが分かる。これは、延伸による応力によって天然ゴム結晶が歪んでいることを示している。架橋密度が中程度の試料は回折ピークのシフト量が若干少なくなる傾向がみられた。また、架橋密度が高い試料では、結晶化開始時から回折ピーク位置が架橋密度の低い試料よりも低角側であり、延伸しても殆どその位置を変えることはなかった。さらに、回折ピークの半値幅は架橋密度が高いほど広がる傾向を示した。これは、イオウ架橋の不均一性に伴う架橋の空間分布や架橋点間分子量が天然ゴム結晶の生成や歪みと関係し、天然ゴムの高強度特性と密接に関係していることが推察される。

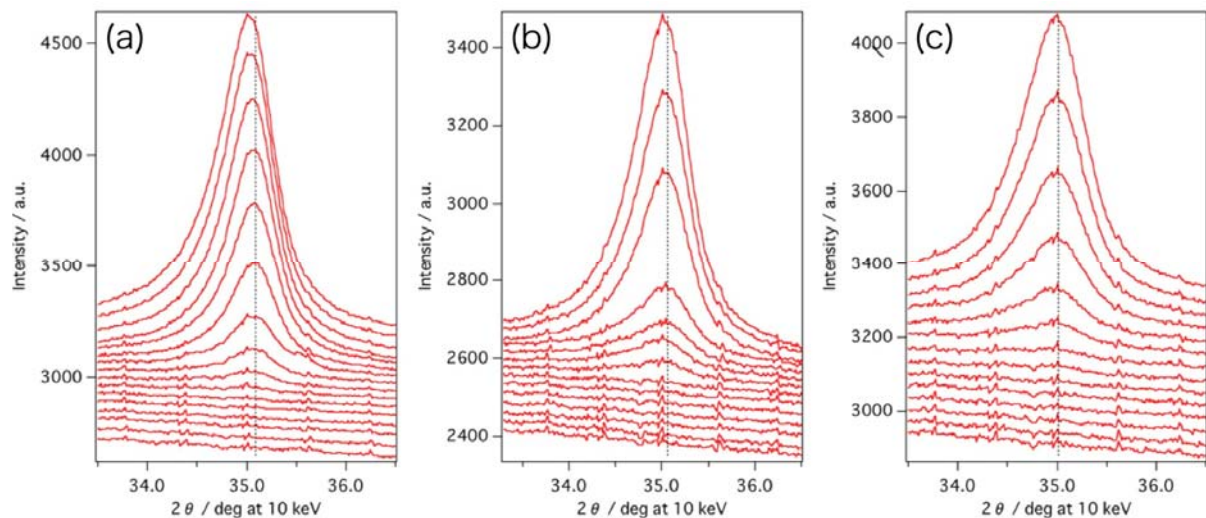


Fig.2 延伸過程における天然ゴム結晶(004)のピーク変化. (a)：架橋密度 低, (b)：架橋密度 中, (c)：架橋密度 高.

今後：

今回の実験によって、これまで静的な広角 X 線回折を用いた結晶弾性率測定では分からなかった伸張結晶化における挙動を、SPring-8 の高角度分解能広角 X 線回折による時分割結晶弾性率測定によって捉えられる可能性を見いだした。

今後さらに詳細な解析を進め、天然ゴムの伸張結晶が力学特性に与える影響を明らかにし、天然ゴムの特性をさらに向上させる技術に発展させたいと考えている。また、ゴム材料に結晶性材料を分散させたコンポジット材料についても同様の手法を用いて解析し、高機能化および高物性化を行うための知見を得ていきたいと考えている。

参考文献：

- [1] S. Toki, B. S. Hsiao, *Rubber Chem. Technol.* **79**, 460 (2006).
- [2] Y. Ikeda, *et al.*, *Rubber Chem. Technol.* **80**, 251 (2007).