

1. 課題番号 : 2006B0135

2. 課題名 : X線光子相関法によるゴム中のカーボンブラックダイナミクスの観察
Observation of Carbon black Dynamics in Rubber by XPCS

3. 実験者

Hiroyuki KISHIMOTO*¹ (0007299) , Yuya SHINOHARA² (0009185) , Takeo MAEJIMA² (0018632) ,
Hisashi NISHIKAWA² (0019463) , Naoto YAGI³ (0001129)
and Yoshiyuki AMEMIYA² (0003882)

¹ SRI Research and Development Ltd., ² The University of Tokyo, ³ SPring-8 / JASRI

4. 使用ビームライン : BL40XU

5. 実験結果

【目的】

ゴムにカーボンブラックやシリカなどのフィラーを添加すると、粘弾性特性や破断強度の向上などの補強効果を示すことが知られているが、その起源については未だに明らかではない。フィラー充填ゴムはタイヤで広く用いられているが、タイヤは走行中に様々な周波数の歪みを受け、その周波数応答がタイヤのグリップ力や燃費性能に大きく影響を及ぼす。フィラー充填ゴムの周波数応答には内部のフィラーのダイナミクスが大きな寄与を果たしていることが予想される。X-ray Photon Correlation Spectroscopy (XPCS) は、フィラー充填ゴムのように動的光散乱では測定が不可能な系における粒子のダイナミクスを観察するのに有用であると期待されるが、研究例はまだ少ない。我々は2006AにてXPCSをフィラー充填ゴムの系に応用して、ゴム中でのフィラーダイナミクスの測定に非常に有用であることを明らかにした。本課題では、カーボンブラックの充填量を変化させた際のカーボンブラックダイナミクス変化をXPCSにより測定した。

【利用方法】

実験はBL40XUにてマイクロビームSAXS実験のセットアップで行った。試料前に3ミクロン程度のピンホールを挿入することで、XPCS実験を行うのに十分な空間コヒーレンス長を、時分割測定に十分なX線強度を保ったまま得ることができた。BL40XUはモノクロメーターではなくhelical undulatorを用いて単色化しているため、ESRFやAPSで行われているXPCS実験よりも時間コヒーレンス長は短いですが、今回の測定では小角散乱領域 (60 – 1000 nm) を対象としているので、XPCS実験を行うことは問題なかった。検出器として両宮研所有の高分解能X線Image Intensifierと高速CCDカメラ (浜松ホトニクス、C4880-80) を組み合わせたものを用いた。露光時間は73 msであり、200 ms毎に画像を測定した。

【結果と考察】

Fig. 1, Fig. 2にてXPCSから求めたカーボンブラックダイナミクスの緩和時間を示す。この試料はFig. 3に示すように電気抵抗測定を行うとパーコレーションを示すことが知られており、その前後でネットワーク構造の形成が示唆されている。Fig. 1, Fig. 2はそれぞれフィラー体積分率が5%と30%の試料である。Fig. 1, Fig. 2

から明らかな通り、フィラー体積分率の違いによりダイナミクスが大きく異なっており、特に体積分率が高い試料ではフィラーの運動性が拘束されていることを示唆している。今後解析を進めることでゴム中におけるフィラーの運動性が明らかになることが期待される。

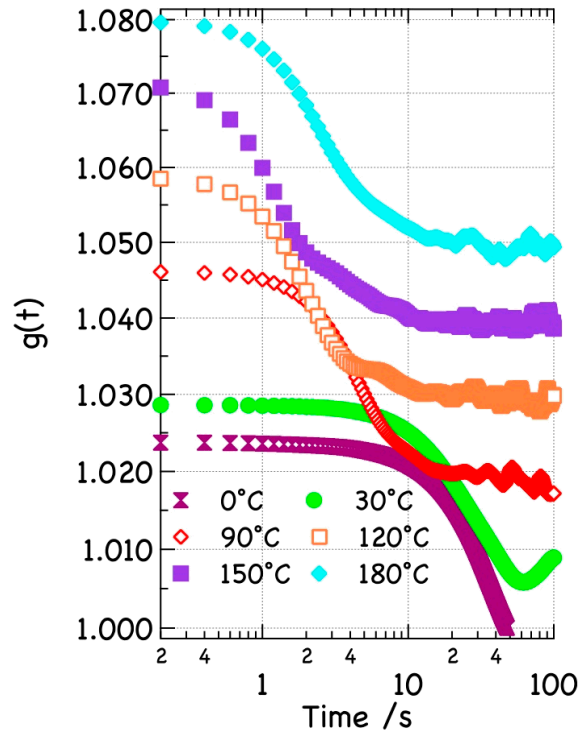


Figure 1 ゴム中のカーボンブラックダイナミクスの緩和時間（体積分率 5 %）

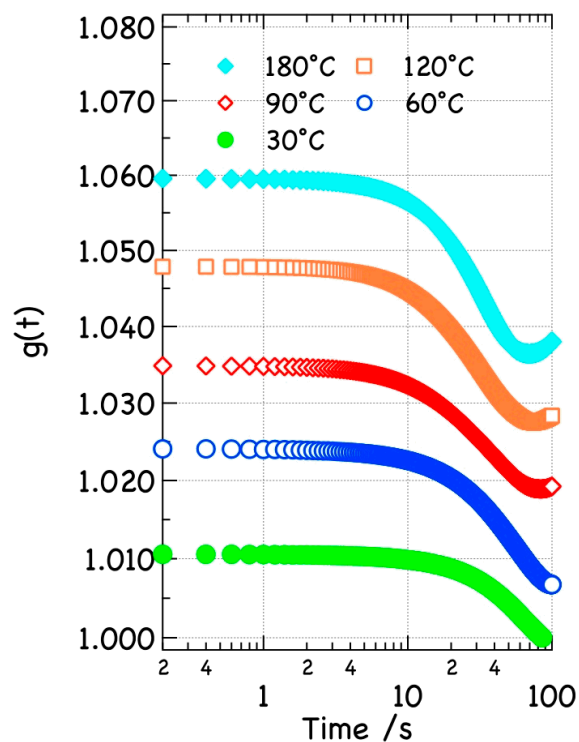


Figure 2 ゴム中のカーボンブラックダイナミクスの緩和時間（体積分率 30 %）

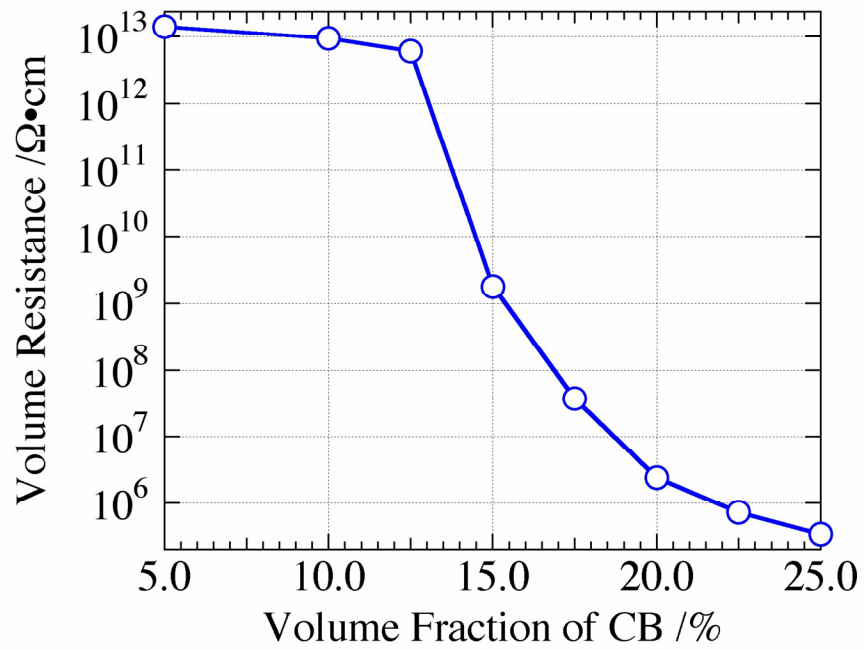


Figure 3 カーボン体積分率と体積抵抗率との関係