

# タイヤ用ゴム材料の精密構造解析 II

課題番号 2023AM0003, 実施日 2023/4/24

住友ゴム工業株式会社 研究開発本部 分析センター 増井 友美

## 1. Introduction

タイヤ用ゴムは主成分であるゴム（ポリマー）に、補強性を付与するカーボンブラックやシリカなどの充填剤（フィラー）、ゴム弾性を発現するイオウ架橋剤など数十種類の材料から作られている。これらの材料はゴム中に非常に不均一に分散し、非常に複雑な階層構造を形成している。このように複雑系であるゴムの内部構造をナノからサブマイクロメートルスケールで明らかにするためには、複数手法を相補的に活用することが不可欠であり、各種分析手法の開発を進めている。

動的水素核スピン偏極法小角中性子散乱法（DNP-SANS）法は、複数材料を含むゴムなどの内部構造解析に有用な方法である。原理としてはゴム中に常磁性ラジカルを導入し、さらに極低温・強磁場下でマイクロ波照射環境とすることで、常磁性ラジカル中の電子スピンの偏極をゴムに含まれる水素核スピンに偏極移動させてゴム中のポリマーの散乱長密度を変えることができる [1]。これまで、比較的単純な配合のゴム試料を対象として DNP-SANS 法を適用してきた。一方でタイヤそのものの解析に対する需要は高く、今回タイヤ用ゴムに対して DNP-SANS 法を適用し、課題を抽出することを目的とした。

## 2. Experiment

本実験では、タイヤ用ゴムそのものを実験試料とした。タイヤ用ゴムを良溶媒である重水素化トルエンと常磁性ラジカル TEMPO（2,2,6,6-テトラメチルピペリジン 1-オキシル）の混合溶液に浸漬し、TEMPO をゴム中に導入した。作製した試料を DNP 実験用の試料スティックへと取り付け、速やかに動的水素核スピン偏極装置の試料チャンバー内に設置した。試料チャンバーは液体ヘリウム（4.2K）で満たされており、減圧することで 1.2K の極低温環境とした。また、超電導マグネットにより 7T の磁場を印加した。この条件で、マイクロ波を照射することで、動的水素核スピン偏極を起こした。水素核スピン偏極度は NMR 計測によって決定した。マイクロ波周波数を調整することで、水素核スピン偏極度  $P_H$  を変えながら、中性子小角散乱を計測した。

## 3. Results

今回の実験では、水素核スピン偏極度の最大到達値は 28% に留まった。タイヤ用ゴムはゴム中にカーボンブラックを含む。これまでの基礎検討でカーボンブラックが水素核スピンの偏極度上昇を阻害することが分かっており、ゴム厚みの薄肉化により改善する。そこで本実験では、ゴムを薄くかつ細分化することで対策を実施したが、目標としていた偏極度 60% には至らなかった。この点に関しては、今後、中性子照射しない状態で試料調製条件を確立する。

一方で DNP-SANS の実験データとしては、最高正偏極度 28%、負偏極 21% のデータを含む 4 データを取得することができた。そこで、得られたデータセットに対して、どの程度の情報抽出が可能かを検討する予定であり、引き続き今中性子小角散乱プロファイルの解析を進め、課題抽出を行う。

## References

[1] Y. Noda, S. Koizumi, T. Masui, R. Mashita, H. Kizhimoto, D. Yamaguchi, T. Kumada, S. Takata, K. Ohishi, J. Suzuki, J. Appl. Cryst. (2016) 49, 2036-2045.