

**タイヤ用ゴムの内部構造解析手法の開発**  
課題番号 2024AM0007, 実施日 2024/5/13  
住友ゴム工業株式会社 研究開発本部 分析センター 塩沢 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不均一に分散し、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タイヤ性能向上のために材料設計指針を得るためには、ナノからサブマイクロメートルスケールでのゴムの内部構造を明らかにすることが重要である。

ゴム中の補強材であるシリカやカーボンブラック微粒子の分散状態を評価するには電子顕微鏡や小角 X 線散乱法が有用であるが、電子顕微鏡では視野サイズが小さくなることによる統計量不足、小角 X 線散乱法では、シリカやカーボンブラックなど複数の材料が混在するとその情報分離が困難であるという課題がある。一方で、動的水素核スピン偏極法小角中性子散乱法（DNP-SANS 法）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ため [1]、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。これまで、手法確立のために単純な配合のゴム試料を対象として DNP-SANS 法を適用してきたが、タイヤそのものの解析手法確立のため、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 7 T 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を約 90%にまで増大させることに成功した。異なる 2 種類のタイヤ用ゴムについて実験を行った結果、両ゴムに対して偏極度によって散乱曲線の変化を得ることができた。一方、今回の測定では重水素化トルエンを用いた膨潤状態での実験としたため、水素核スピン偏極度に対して小角側の強度変化が小さいことが確かめられた。この原因として、重水素化トルエンによる膨潤によってゴム中のポリマーに由来する水素核の絶対量が減少したため、コントラスト差が小さくなったと考えられる。小角側については主にゴム中のシリカやカーボンブラックの散乱強度に寄与しており、小角 X 線散乱の結果も併せて解析を行う予定である。

## 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.