 <p style="text-align: center;">MLF Experimental Report</p>	提出日(Date of Report) 2023. 5. 12
課題番号(Project No.) 2022BM0006 実験課題名(Title of experiment) フッ素ゴムの架橋構造と物性の関係解明(トライアルユース) 実験責任者名(Name of principal investigator) 渡邊 哲也 所属(Affiliation) NOK 株式会社	装置責任者 (Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) 茨城県材料構造解析装置 (BL20/iMATERIA) 実施日(Date of Experiment) 2023. 1. 23 2023. 2. 25

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
<p>フッ素ゴムは化学的に安定であるため、耐熱性・耐油性・耐薬品性に優れている。そのため、弊社では自動車用のオイルシールをはじめとして様々なシール製品にフッ素ゴムを利用しており、この材料の重要性は極めて高い。シール製品は使用時に変形を伴うため、引張圧縮特性の把握が不可欠である。また、フッ素ゴムの架橋構造には、高分子鎖の末端を架橋したものと側鎖を架橋したものの2種類が存在し、両者の引張圧縮特性が異なることが知られているが、その理由は明らかにされていない。</p> <p>フッ素ゴムの引張圧縮特性のメカニズムを解明するため、架橋構造(末端架橋と側鎖架橋)と引張圧縮特性(応力)の関係解明を試みた。</p>
2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

2.1 試料 (sample(s))

末端架橋用および側鎖架橋用の架橋剤を配合したフッ素ゴムをプレスし、1mm 厚のシート状架橋物を得た。非変形での測定では非膨潤状態と膨潤状態、引っ張りながらの測定では非膨潤状態の試料を用いた。膨潤状態の測定では、アセトンに浸漬し平衡膨潤させた試料を専用のアルミ製密封セル(直径 20 mm、厚 2 mm)に入れた。

2.2 実験方法(Experimental procedure)

- ・測定設備 : J-PARC MLF BL20 iMATERIA
- ・測定手法 : パルス中性子小角散乱
- ・ビーム出力 : 700kW (Qレンジ: 0.003 ~ 0.6 Å⁻¹、露光時間: 約 15 分)
- ・測定温度 : 室温
- ・試料環境装置 : 引張試験機 及び 小角散乱試料交換機の大気容器利用
- ・持ち込み装置の MLF 装置利用: 小角散乱試料交換機の大気容器

3. 実験結果及び考察 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。)

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

非膨潤状態で測定して得られた SANS プロファイルを図 1 に示す。末端架橋ゴムでは $q < 0.03 \text{ \AA}^{-1}$ に散乱強度の急激な立ち上がりが現れた。側鎖架橋ゴムでは $q < 0.10 \text{ \AA}^{-1}$ に立ち上がりが現れた。また、 $0.10 \text{ \AA}^{-1} < q < 0.50 \text{ \AA}^{-1}$ の勾配は側鎖架橋ゴムの方が大きかった。さらに、両サンプルにおいて $q = 0.07 \text{ \AA}^{-1}$ 、 1.30 \AA^{-1} 付近にピークが現れた。

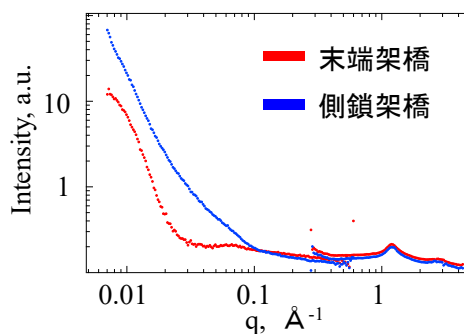


図 1. 非膨潤状態のフッ素ゴムの SANS プロファイル

膨潤平衡状態で測定して得られた SANS プロファイルを図 2 に示す。側鎖架橋ゴムでは散乱ベクトル $q < 0.03 \text{ \AA}^{-1}$ において散乱強度の立ち上がりが現れたのに対し、末端架橋ゴムでは明確な立ち上がりは確認できなかった。また、両サンプルにおいて $q = 0.07 \text{ \AA}^{-1}$ 、 1.30 \AA^{-1} 付近にピークが現れた。

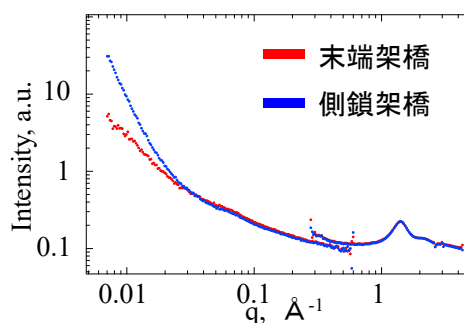
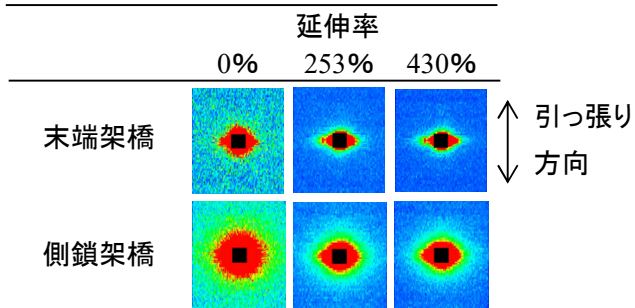


図 2. 膨潤状態のフッ素ゴムの SANS プロファイル

非膨潤状態で引っ張りながら SANS 測定して得られた散乱像を、表 1 に示す。末端架橋ゴムでは、引張方向に対し垂直な方向に散乱像の顕著なゆがみが現れた。側鎖架橋ゴムでも散乱像のゆがみは観測されたが、末端架橋に比べゆがみの度合いは低かった。

今後、以上の測定結果に関して詳細な解析を行い、架橋構造の網目サイズや不均一性の評価を試みる予定である。

表 1 引っ張り状態のフッ素ゴムの散乱像



4. 結論(Conclusions)

本トライアルユースで実施したフッ素ゴムの SANS 測定により、架橋構造の異なる試料の差をとらえることができた。さらに、引っ張り状態における構造変化の違いも観測できた。今後は、解析による架橋構造評価、および異なる手法での分析を推進し、ゴムの構造と物性の関係を調べていく。