

ゴム中粒状物の赤外顕微分光マッピング測定 IR Micro Mapping Measurements of Particulates in Rubber

丸山 隆之^a, 池本 夕佳^b
Takayuki Maruyama^a, Yuka Ikemoto^b

^a(株)ブリヂストン, ^b(公財)高輝度光科学研究センター
^aBridgestone Co., ^bJASRI

汎用の顕微赤外分光装置では一般に評価が困難な成分滲出(ブリード)性ゴム中の有機系微小異物(平均直径が7 μm前後)が、放射光を用いた透過法配置のマッピング測定により極めて明瞭に検出できた。検出に用いた化合物の吸収ピークは温度履歴により消失したが粒子形態は変化しなかったことから、異物粒子は同化合物の含有有無によらず実体として存在する構造物と判り、異物の成因を示唆する重要な手掛かりが得られた。

キーワード： ゴム、赤外顕微分光、マッピング

背景と研究目的：

新興国を中心に急速に拡大したモータリゼーション化は今後も年率4-6%で着実・継続的な進展が予想される。自動車台数の増加に伴い消費されるタイヤの総量も増加を続けるため、生産原材料の持続的確保や省エネルギーの観点から長寿命・低損失なタイヤのニーズは益々高まるものと予想される。こうしたニーズにタイヤ材料面から応えるためには、これまで見過ごされてきたゴム中の各種配合物の不分散や不均一構造、意図しない反応生成物(異物粒子)などを、放射光を用いてより正確かつ定量的に把握することが重要となる。

特に有機系の異物粒子についてはこれまで汎用の顕微赤外分光装置による検出が中心だったが、一般的な透過法の測定配置では空間分解能として10 μm程度が限界で、直径が平均で7 μmと小さい有機系異物については正確な分布状況の把握が困難だった。一方全反射法(ATR法)の測定配置ではより高分解能(5 μm程度)の測定が可能だが、測定子をゴム表面に接触させる必要があるため、ゴム中からのブリードが生じて測定を妨害し検出できないケースが多かった。

前回の課題(2017B1583)では高強度の放射光を用いることでこうした小径異物の透過法によるマッピング検出を初めて試みた。その結果、透過法によりゴム表面に非接触な状態で測定できることが確認でき、油分やワックス量などの配合詳細に制限されずに広くゴム一般を評価できる可能性が示された。そこで今回の課題では小径異物の昇温による変化の有無を確認することで成因推定を試みた。

実験：

- ・試料名：カーボンブラックを充填し加硫されたタイヤ用イソブレン系ゴム
- ・実験方法

BL43IR ビームラインに装備の赤外顕微分光装置を用いてゴム薄膜(厚み1 μm程度)に含まれる有機系異物粒子のマッピング測定を種々の温度履歴(-100-150°C)を加えたのちに室温透過配置で実施し、温度履歴を加える前のマッピング測定データと比較した。測定では5×5 μm²のアーチャーで絞った放射光による高強度の赤外光を36倍の対物レンズを通し試料に照射した。

- ・使用装置：HYPERION(BL43IR)
- ・実験測定条件：分光分解能4 cm⁻¹、積算200 scan、X 2.0 μm 間隔/Y 2.1 μm 間隔でマッピング測定

結果および考察：

平均直径が7 μm前後の有機系の異物について、温度履歴を加える前には特徴的な赤外吸収ピーク(1522-1553 cm⁻¹)の積分強度で明瞭にマッピング検出されたが(図1)、温度履歴を加えた後には同ピークが消失し検出不能となった(図2)。温度履歴により同ピークを含む成分が漏出あるいは

他成分に化学変化したものと推定される。しかし同異物粒子の形態については温度履歴の前後で変化がなかった。このことから異物粒子は同ピークを含む化合物が直接構成してなる粒子ではなく、同化合物の含有有無によらず実体として存在する構造物であることが実証され、異物発生機構を示唆する重要な手掛かりが得られた。

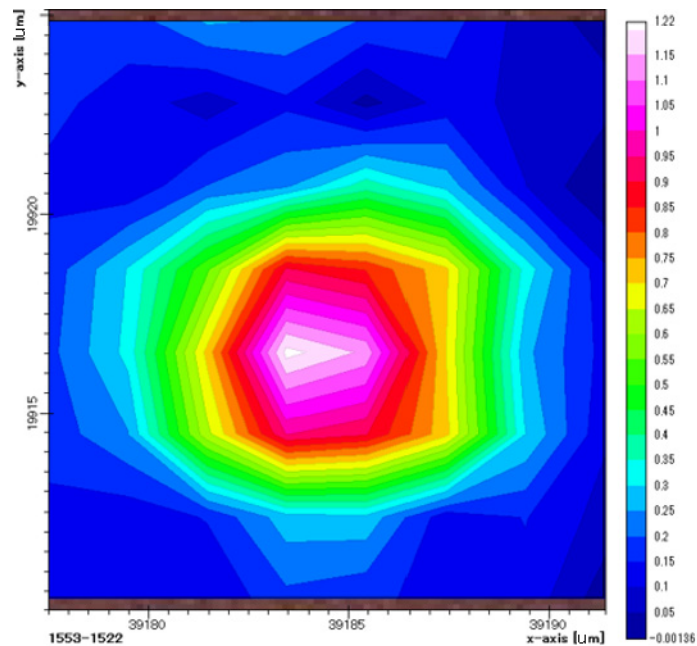


図 1. 温度履歴を加える前の異物粒子のマッピング像

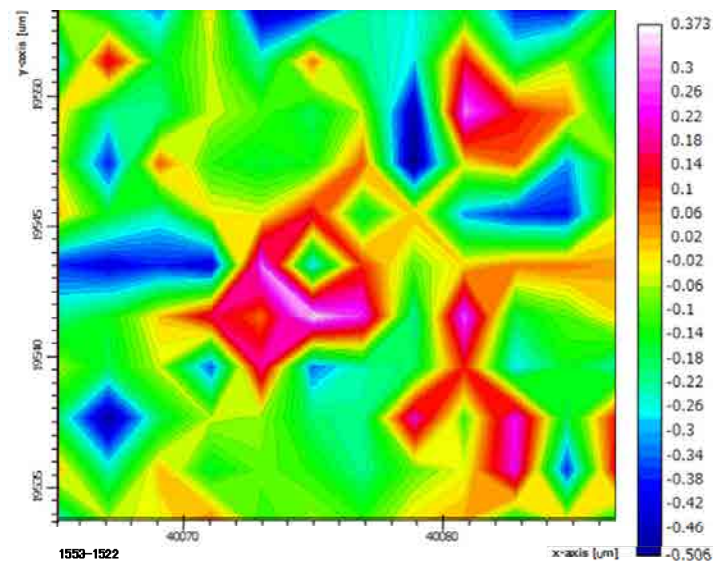


図 2. 温度履歴を加えた後の異物粒子のマッピング像

今後の課題：

今後は与える温度履歴と成分消失の関係をより詳細に解析し、ゴム性能への影響把握と最適化につなげていく予定。