

2017B1605

BL47XU

ゴム中不均一構造の X 線位相差 CT 観察 X-ray Phase Contrast Imaging of Inhomogeneous Morphology in Rubber

丸山 隆之^a, 竹内 晃久^b
Takayuki Maruyama^a, Akihisa Takeuchi^b

^a株式会社ブリヂストン, ^b高輝度光科学研究センター
^aBridgestone Corporation, ^bJapan Synchrotron Radiation Research Institute

長寿命・低損失タイヤのニーズに応えるため、汎用 X 線 CT 装置では一般に検出困難な有機成分主体の異物について、放射光の高輝度・高コヒーレンスを利用した位相コントラスト結像型 X 線 CT を用いることで正確かつ詳細な把握が可能となるか検討した。その結果、フィラーを充填した実用ゴムにおいても実際に吸収 CT 像ではほとんどコントラストの得られない有機系の異物が位相 CT 像により鮮明に非破壊観察可能なことが確認された。

キーワード： ゴム、X 線 CT、X 線顕微鏡

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。

我々はこれまでゴム中配合物である脂肪酸の特異な微細構造を光学的手法で観察し[1]、ゴム亀裂先端の伸長結晶構造を放射光 μ -WAXD でマッピング観察したのに続き[2]、汎用の X 線 CT 装置による上記微細構造の検出に取組んできた。試料内部に埋没する上述のような微細構造を電子顕微鏡で観察する場合、薄片試料や表面平坦な試料を作製する際の試料加工やクライオサイクルによる構造破壊(界面構造を含む 3 次元形状の変化)を回避することは一般に困難であるが、X 線を用いることで電子顕微鏡による表面観察では難しい微細構造の 3 次元形状の正確な把握が広域かつ非破壊で可能になる。しかし低強度で平行性に乏しい実験室 X 線源では空間分解能に限界があり、高分解能でコントラストを得る手法も吸収法に限られる。破壊検査である電子顕微鏡によればゴム中構造物として実際には 1 μm に満たない微細な構造物も多数認められるが、非破壊検査として汎用の CT 装置を用いる限りでは 3 μm 程度を下回る構造物をノイズと判別することは実質的に困難だった。また観察対象もゴムと吸収が大きく異なる無機系添加物に限定され、ゴムそのものに内在する密度不均一構造などは吸収法ではコントラストが乏しく全く観察できなかった。

そこで今回の課題では放射光の高輝度・高コヒーレンスを利用した位相コントラスト結像型 X 線 CT を実用ゴムの観察に適用することで、こうした不均一微細構造の正確詳細な非破壊観察を初めて試みる。これまで難しかったミクロン領域でこのように実用ゴムの不均一・不均質な 3 次元構造を正確に把握できれば、その最適化を通してこれまでにない開発次元でゴム性能の最大化を図ることが技術的に可能となることから、各種試料・観察像を比較することで不均一構造の実体解明を目指す。

実験：

試料はフィラーを充填し加硫された各種タイヤ用イソプレン系ゴムの細片を用いた。取得した 3 次元 CT 像のコントラストを解釈するため配合詳細を変えた 7 試料を撮影し比較した。実験装置は BL47XU の結像型 X 線顕微 CT 装置を用いた[3]。X 線対物素子にはフレネルゾーンプレートを用いた。測定条件として X 線エネルギー 8 keV、空間分解能 200 nm で試料の CT 撮影を実施した。同装置は計測オプションとして従来の吸収コントラスト法と高感度計測法であるゼルニケ位

相コントラスト法が選択でき、比較のため同じ試料について両方の測定モードを実施した。三次元再構成など撮影データの処理は全て BL47XU にて実施した。その他実験装置・条件の詳細については以下列記する。

- ・実際に使用した検出器（可視光変換型 CMOS カメラ）の構成：可視光変換部（蛍光体:P43(Gd₂O₂S:Tb))、リレーレンズ、CMOS カメラ（浜松ホトニクス Orca-Flash 4.0)
- ・実効画素サイズ：39.6 nm/pixel
- ・露光時間：150 ms
- ・一回の CT 測定で取得した透過 X 線像の枚数：900 枚/180 度

結果および考察：

撮影した 7 試料を比較した結果、ゴムマトリックスやフィラーを変更した配合試料においては吸収 CT 像と位相 CT 像で大きな違いが見られなかった一方、有機系の異物を含む配合試料におい

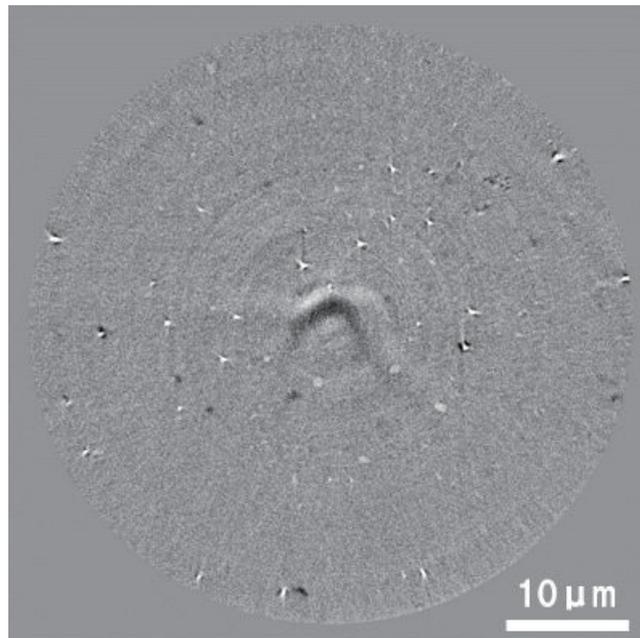


図 1. 有機系異物を含むゴムの吸収 CT 像

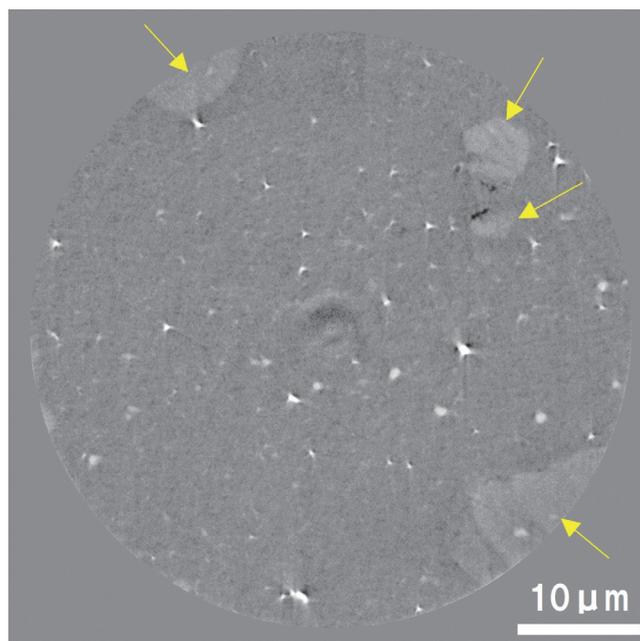


図 2. 図 1 と同じ場所の位相 CT 像

ては、フィラーを充填した実用ゴムにおいても実際に吸収 CT 像(図 1)ではほとんどコントラストの得られない有機系の異物が位相 CT 像(図 2 の黄色矢印部分)により鮮明に非破壊観察可能なことが検証された。なお吸収像でも強いコントラストが得られている多数の輝点については、この試料特有の無機系配合物である。どれも 3 方向に強いストリークが見えるが、これは CT 測定中のドリフトによるムービングアーティファクトによるものである。

まとめ：

フィラーを充填した実用ゴムにおいても実際に吸収 CT 像ではほとんどコントラストの得られない有機系の異物が位相 CT 像により鮮明に非破壊観察可能なことが確認された。今後はこの異物の同定を進めるとともにゴム中に混在する各種有機系・無機系粒子の位置的相関などをより詳細に解析し、ゴム性能への影響を把握することでゴム構造の最適化へとつなげていく。

参考文献

- [1] T. Maruyama *et al.*, *Science*, **274**, 233 (1996).
- [2] 登阪雅聡、丸山隆之、日本ゴム協会誌, **90**, 359 (2017).
- [3] A. Takeuchi, K. Uesugi, and Y. Suzuki, *J. Phys. Conf. Ser.*, **186**, 012020 (2009).

(Received: March 24, 2023; Accepted: August 8, 2023; Published: December 28, 2023)