

## 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<sup>a</sup>, 竹内 晃久<sup>b</sup>, 上相 真之<sup>b</sup>  
Takayuki Maruyama<sup>a</sup>, Akihisa Takeuchi<sup>b</sup>, Masayuki Uesugi<sup>b</sup>

<sup>a</sup>(株)ブリヂストン, <sup>b</sup>(公財)高輝度光科学研究センター  
<sup>a</sup>Bridgestone Co., <sup>b</sup>JASRI

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も正確かつ詳細な把握が可能となる。そこで同手法を用いてゴム中に混在する異物粒子とゴムの界面構造を詳細に観察した結果、界面近傍に異物やゴム（マトリクス）とは異なる密度を持つ層構造の存在が初めて見出され、界面構造の最適化を通じた今後のゴム性能改善に重要な手掛かりが得られた。

**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。

著者はこれまで汎用の X 線 CT 装置による上記微細構造の検出に取り組んできたが、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識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。

前回の課題（2017B1605）では放射光の大強度・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に取り組み、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を初めて実証できた。そこで今回は同観察手法を用いてゴム中に混在する異物粒子を詳細に観察し、その 3 次元不均一構造の実体解明を目指した。

### 実験：

- ・試料：フィラーを充填し加硫されたタイヤ用イソプレン系ゴムの細片（1 mm 角 3 mm 長程度の小片から一端を錐形にしながら作製、先端直径 100 μm 程度）。
- ・実験条件：実施ビームライン BL47XU
  - ・使用装置：位相コントラスト結像型 X 線顕微 CT 装置
  - ・測定条件：位相コントラスト法、X 線エネルギー 8 keV、空間分解能 200 nm
- ・その他：実際の観察ではゴム中の異物の位置を把握するため顕微 CT に先立ちマクロ投影観察も適宜実施した。

### 結果および考察：

異物粒子とゴムの界面構造を詳細に観察した結果、界面近傍に異物やゴム（マトリクス）とは

異なる密度を持つ層構造の存在が初めて見出された（図1）。現時点でこの界面構造の組成は不明であるが、従来の吸収 CT 像では見出されていないことから、位相 CT 像でのみ鮮明な観察が可能となる有機系の構造物である可能性が高い。ゴムに内在するこうした界面構造は一般にゴムの破壊現象に影響が大きいことから、界面構造の最適化を通じたゴム性能改善に重要な手掛かりが得られたと考えている。

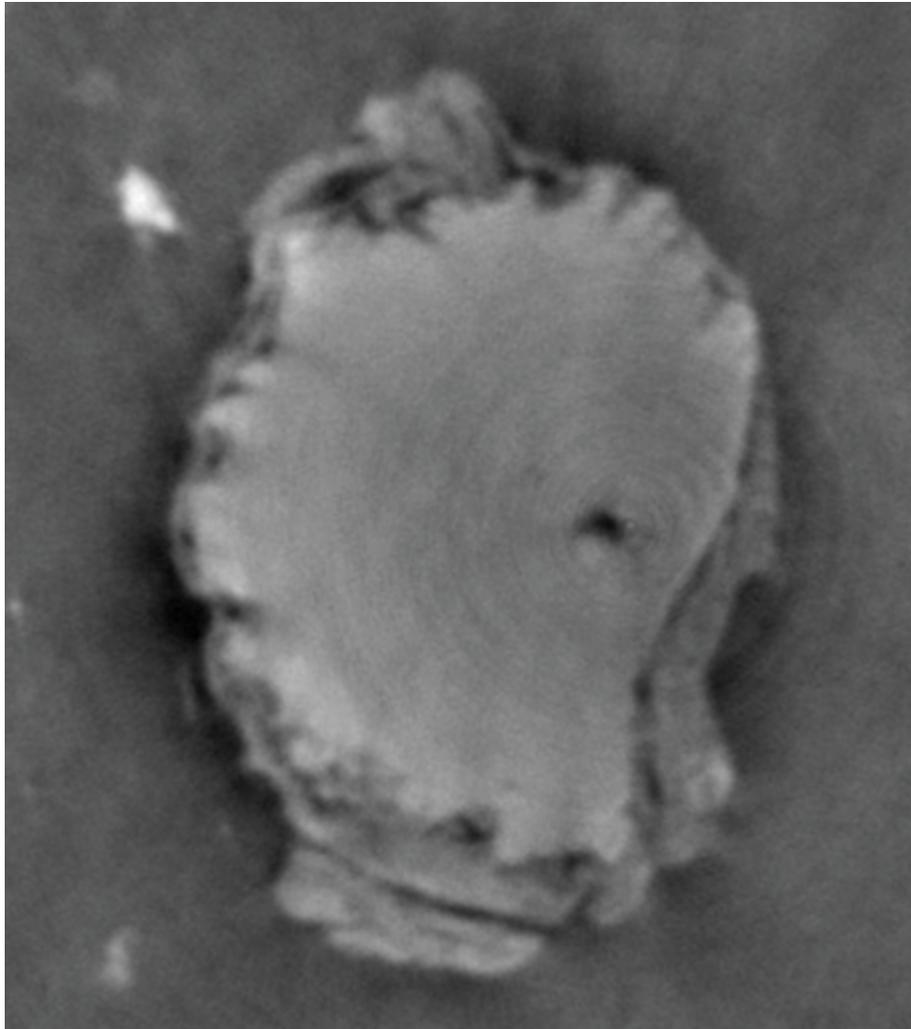


図1. 異物粒子と界面層構造

**今後の課題：**

今後はこの層構造の構成成分を調べて生成要因やゴム中での異物分散性との関わりを明らかにすることで、ゴム性能への影響把握と最適化を進めたい。