

広角 X 線散乱測定による加硫天然ゴムのひずみ誘起結晶化によって  
生じた結晶の昇温にともなう構造変化の解析

Wide-Angle X-ray Scattering Study on Structural Changes Upon Heating of  
Crystallites Obtained by Strain-Induced Crystallization of Vulcanized Natural Rubber

櫻井伸一<sup>1,\*</sup>, 安威友裕<sup>1</sup>, 田中壘登<sup>1</sup>, 高木秀彰<sup>2</sup>, 清水伸隆<sup>2</sup>, 五十嵐教之<sup>2</sup>, 浦山健治<sup>3</sup>

<sup>1</sup> 京都工芸繊維大学バイオベースマテリアル学専攻, 〒606-8585 京都市左京区松ヶ崎橋上町

<sup>2</sup> 高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所 放射光

〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1

<sup>3</sup> 京都大学大学院工学研究科, 〒615-8530 京都市西京区京都大学桂

Shinichi SAKURAI<sup>1,\*</sup>, Tomohiro YASUI<sup>1</sup>, Ruito TANAKA<sup>1</sup>, Hideaki TAKAGI<sup>2</sup>, Nobutaka SHIMIZU<sup>2</sup>, Noriyuki IGARASHI<sup>2</sup>, Kenji URAYAMA<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Department of Biobased Materials Science,

Kyoto Institute of Technology, Matsugasaki, Sakyo-ku, Kyoto, Japan

<sup>2</sup>Photon Factory, Institute of Materials Structure Science,

High Energy Accelerator Research Organization,

1-1 Oho, Tsukuba, Ibaraki 305-0801, Japan

<sup>3</sup>Kyoto University, Kyotodaigaku Katsura, Nishikyo-ku, Kyoto 615-8530, Japan

### 1 はじめに

天然ゴム (NR) はゴムの性質に加えて、大変形時や瞬間的な応力が印加された場合でも破壊しない性質を合わせ持つ。両方の性質を持つ要因としてひずみ誘起結晶化 (SIC) の寄与が指摘されており、加硫 NR について SIC による結晶化と融解の挙動についての研究が多くなされている。結晶化と融解の挙動についての報告は、一定の温度で試料の伸長、収縮を行い考察しているものが多い。そこで本研究では、室温で伸長して SIC 結晶を生成させた状態で固定し、昇温させながらの広角 X 線回折 (WAXD) の時分割測定を行うことにより、SIC 結晶格子構造の変化を考察した。

### 2 実験

試料は加硫 NR (硫黄 1.4 phr 配合 ; 厚み 0.251 mm, 幅 4 mm) を用いた。温調が可能な特注の伸長試験機を高エネ研 PF の BL-15A2 に設置し、実験を行った。初期長 10 mm の試料を 7 倍まで一軸伸長し、その状態で一定に保ち、室温から 2 °C/min で昇温させながら WAXD の時分割測定を行った。波長は 0.0923 nm、カメラ長は 0.25 m であった。

### 3 結果と考察

7 倍伸長試料の二次元 WAXD パターンに室温で現れていた SIC 結晶由来の (200), (201), (120), (002) 回折ピークが、昇温により徐々に弱くなっていく傾向が見られた。これは昇温による SIC 結晶の融解のためである。図 1 に、それぞれの結晶の回折ピーク位置

から算出した格子定数の温度依存性を示した。図 1 から温度上昇にともなって a, b 軸長は増大するのに対して、c 軸長は減少した。温度が高くなり、ゴム弾性 (エントロピー弾性) の寄与により c 軸が縮んだためと考えられる。

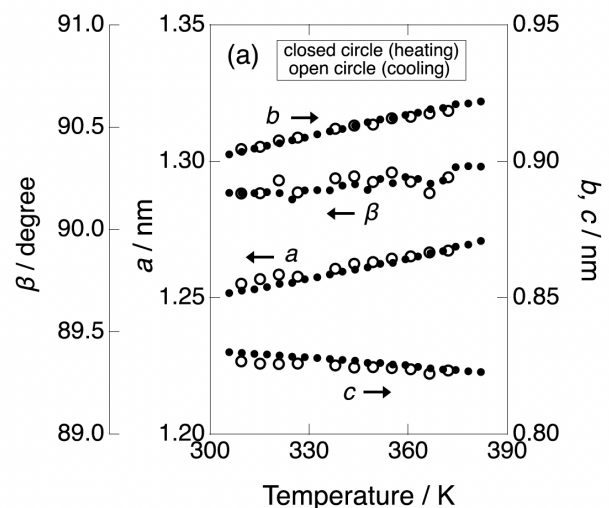


図 1 : 加硫天然ゴムの SIC 結晶の格子定数の昇温時の温度変化。

\* shin@kit.ac.jp