

AFMフォースカーブマッピングによるゴム材料の表面弾性率の温度特性評価 Evaluation of temperature properties for surface elastic modulus of rubber materials by force curve mapping (FCV) with atomic force microscope (AFM)



(株)三井化学分析センター ○中島 智教 生井勝康

Mitsui Chemical Analysis & Consulting Service, Inc., 580-32, Nagaura, Sodegaura, Chiba 299-0265, Japan

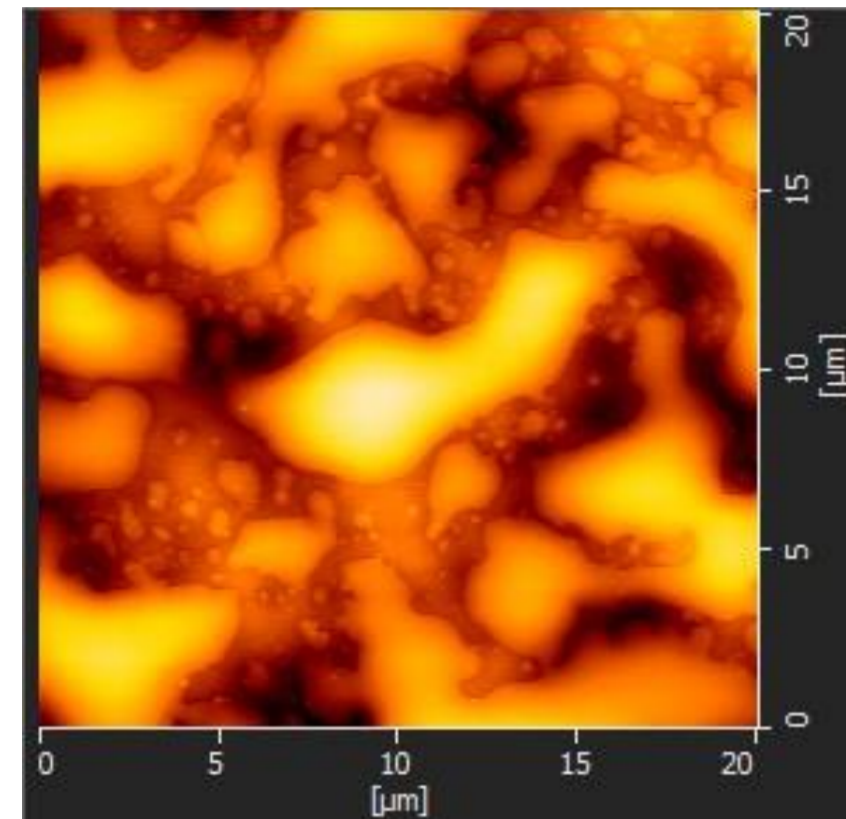
【Introduction】

ゴム材料は複合部材として、これまで技術開発が積極的に進められてきた。それに伴い物性評価の必要性も高まっている。特にナノメートルスケールでの物性評価はマクロの物性に影響するため、材料設計に役立つと期待される。しかしながら、これまでは室温以上での評価が多く、温度可変(特に低温域)における事例は少ない。そこで、AFM(原子間力顕微鏡)を使用し、フォースカーブ法により、モデルサンプルの温度可変における表面弾性率を測定し、その温度特性を評価した。

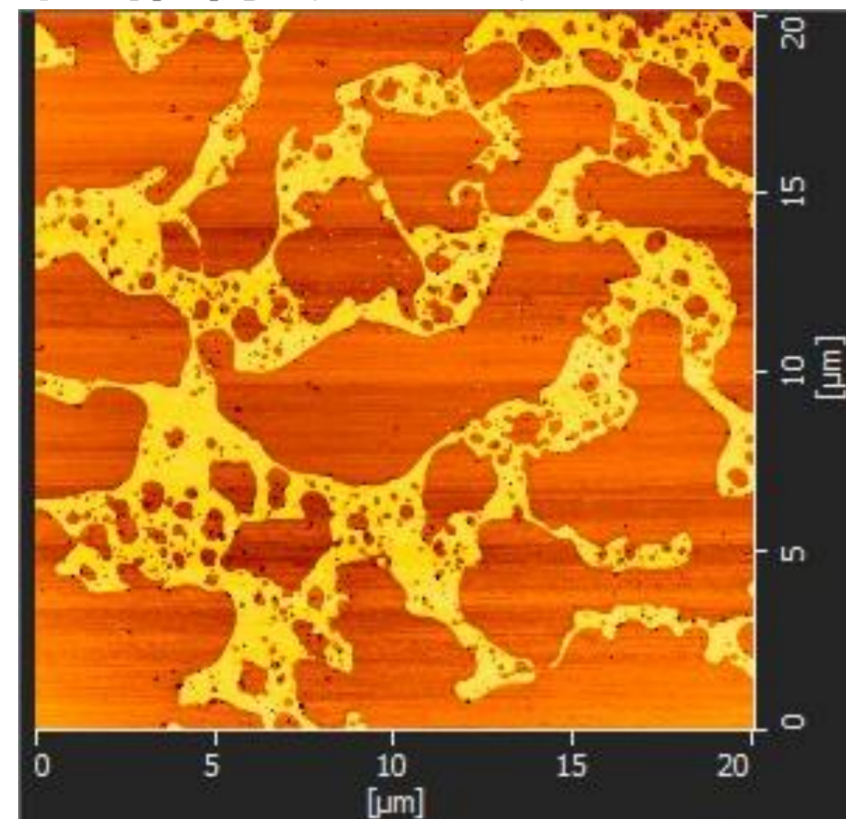
【Experiment】

試料: BR/EPR(※クライオマイクロームにより断面出し)

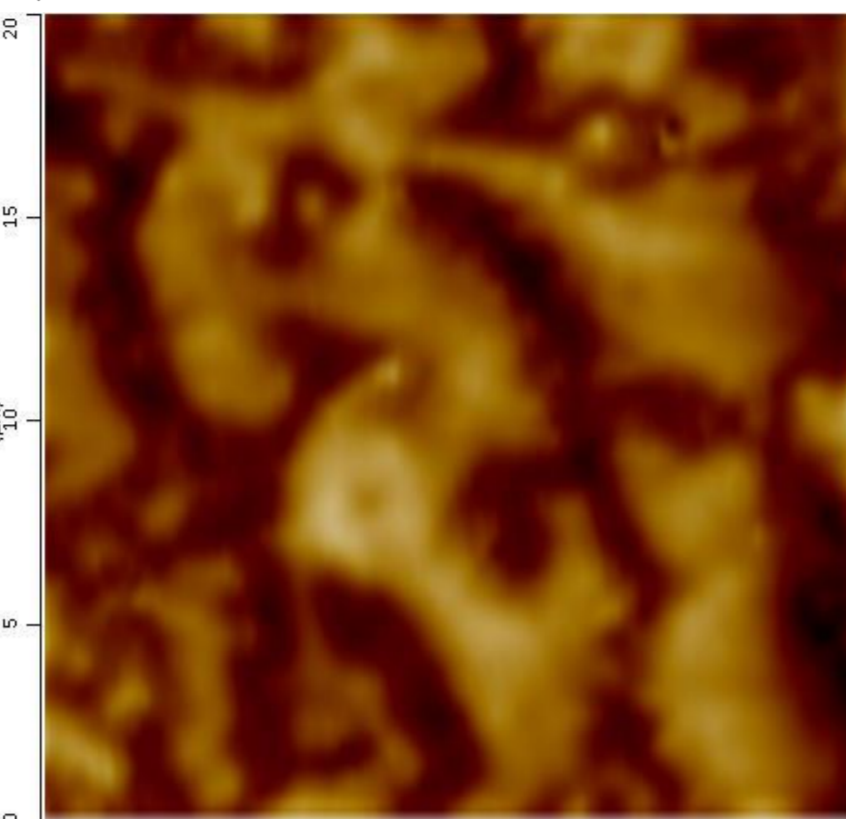
表面形状像(DFM)



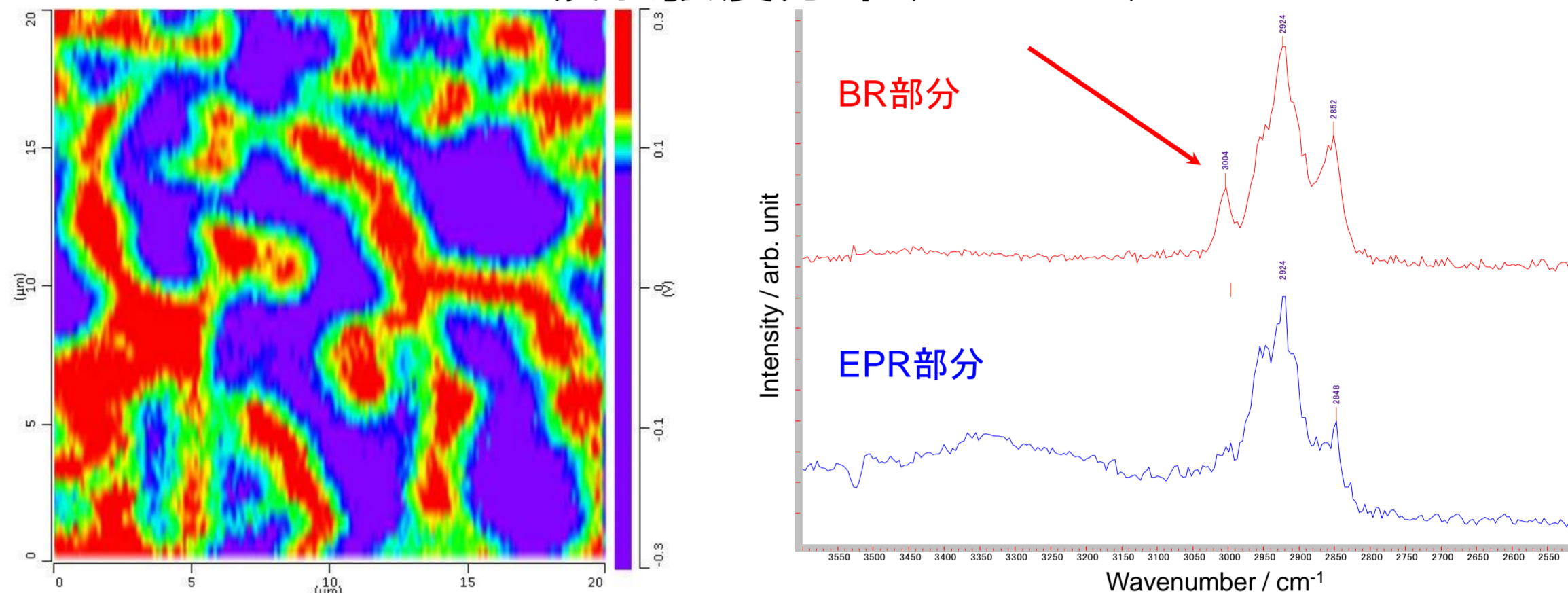
位相像(DFM)



表面形状像(AFM-IR)



3004 cm⁻¹吸収強度分布(AFM-IR)



DFM(位相差)測定

表面形状像: 明部分(凸部分)、暗部分(凹部分)

位相像: 明部分(軟らかい、吸着が強い)、暗部分(硬い、吸着が弱い)

DFM測定より、相分離構造の確認、T_gより明部分がBR、暗部分がEPRと考えられた。AFM-IRの結果より、DFM測定の結果を支持する結果となった。

【Method】

○測定条件

装置(SPM) : AFM5300E

(日立ハイテクサイエンス株式会社製)

測定モード : フォースカーブマッピングモード

測定温度 : 室温、-40 °C、-80 °C、-120 °C

測定環境 : 大気中、真空中(1.0 × 10⁻⁴ Pa以下)

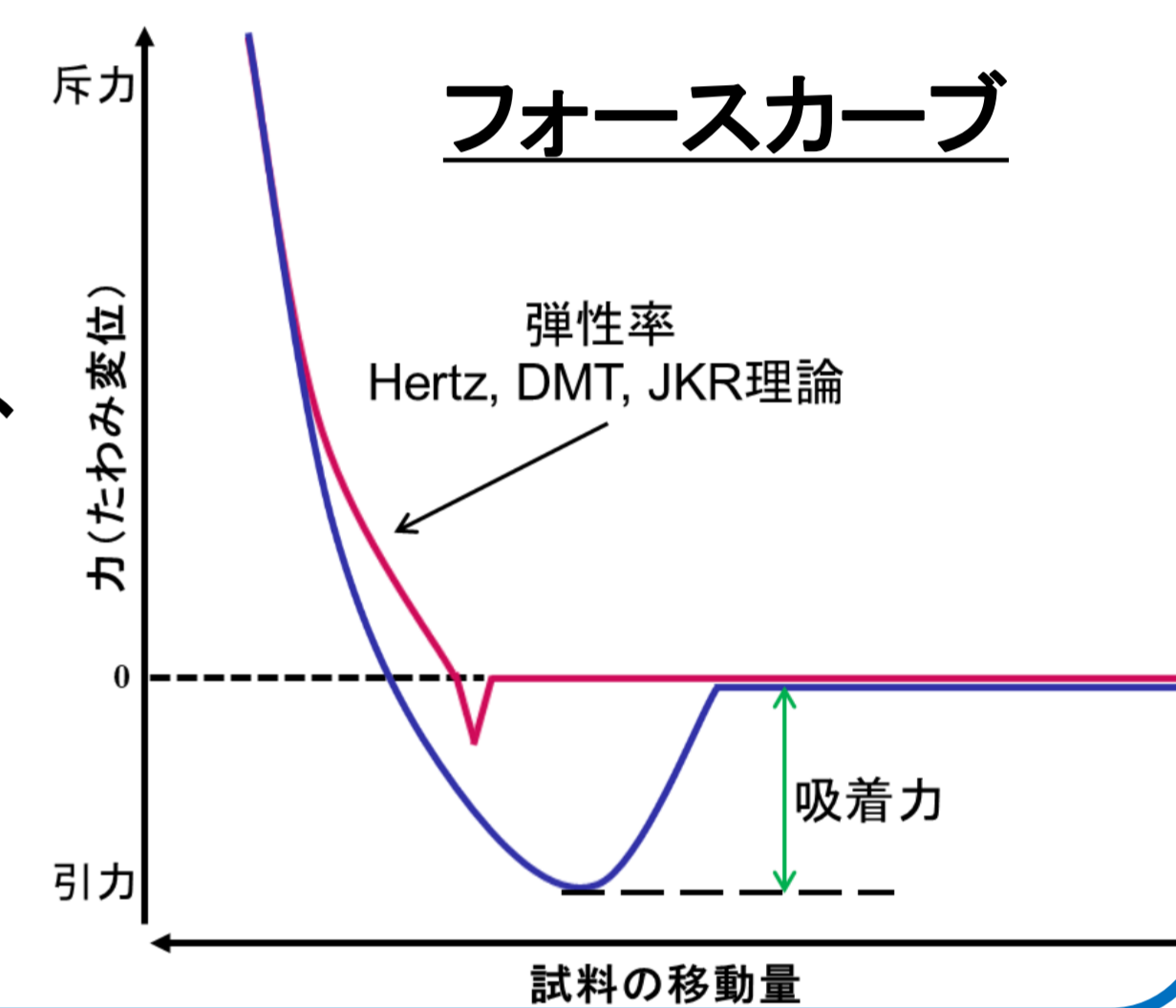
カンチレバー : Si製カンチレバー

○フォースカーブマッピングとは・・・

フォースカーブを1点ごとに測定、解析して、表面形状像、形状微分像、弾性率像、変形像、吸着像、散逸像などを取得することが出来る。

○フォースカーブとは・・・

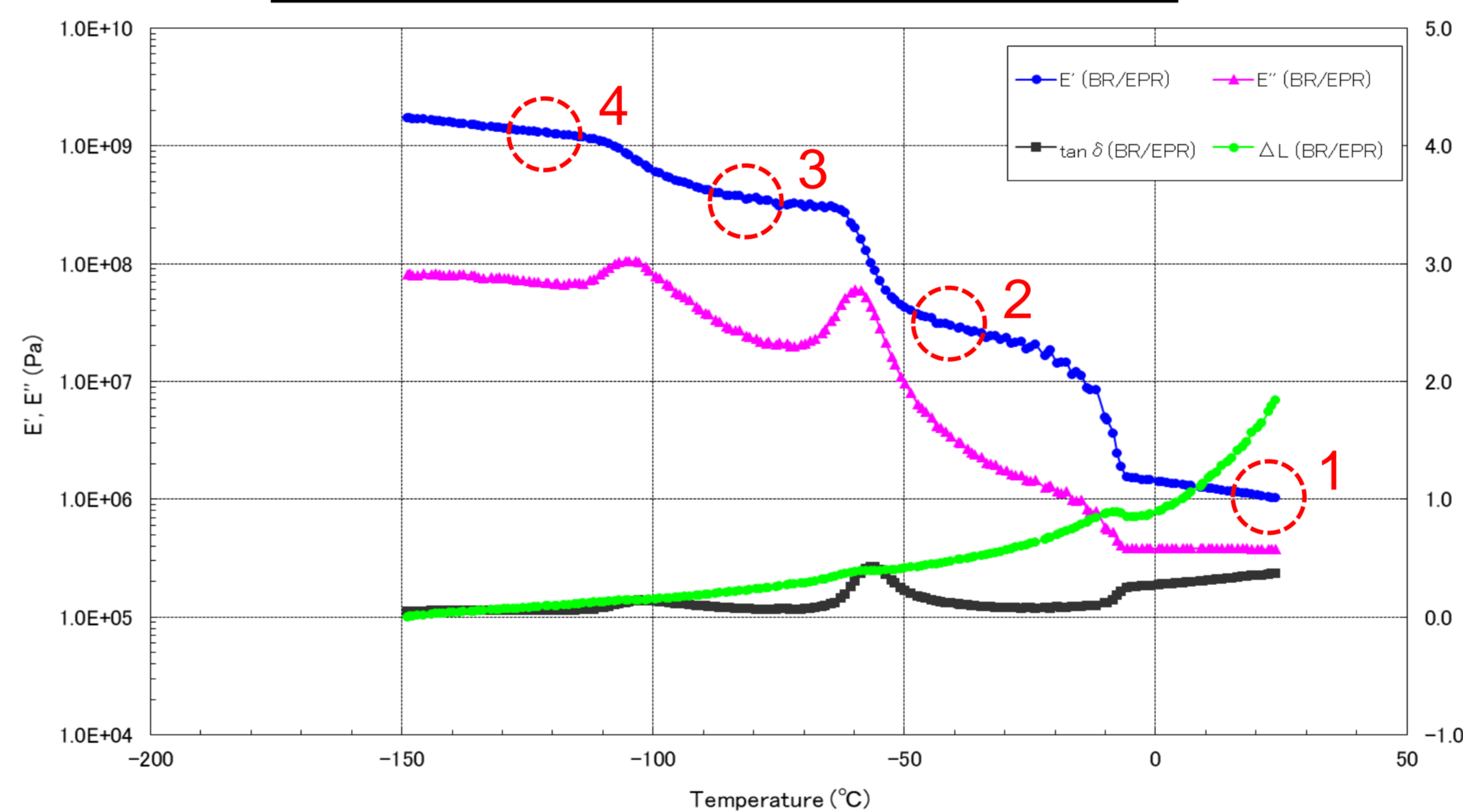
試料と試料間距離を制御して、カンチレバーに働く力(たわみ量)との関係をプロットした曲線。



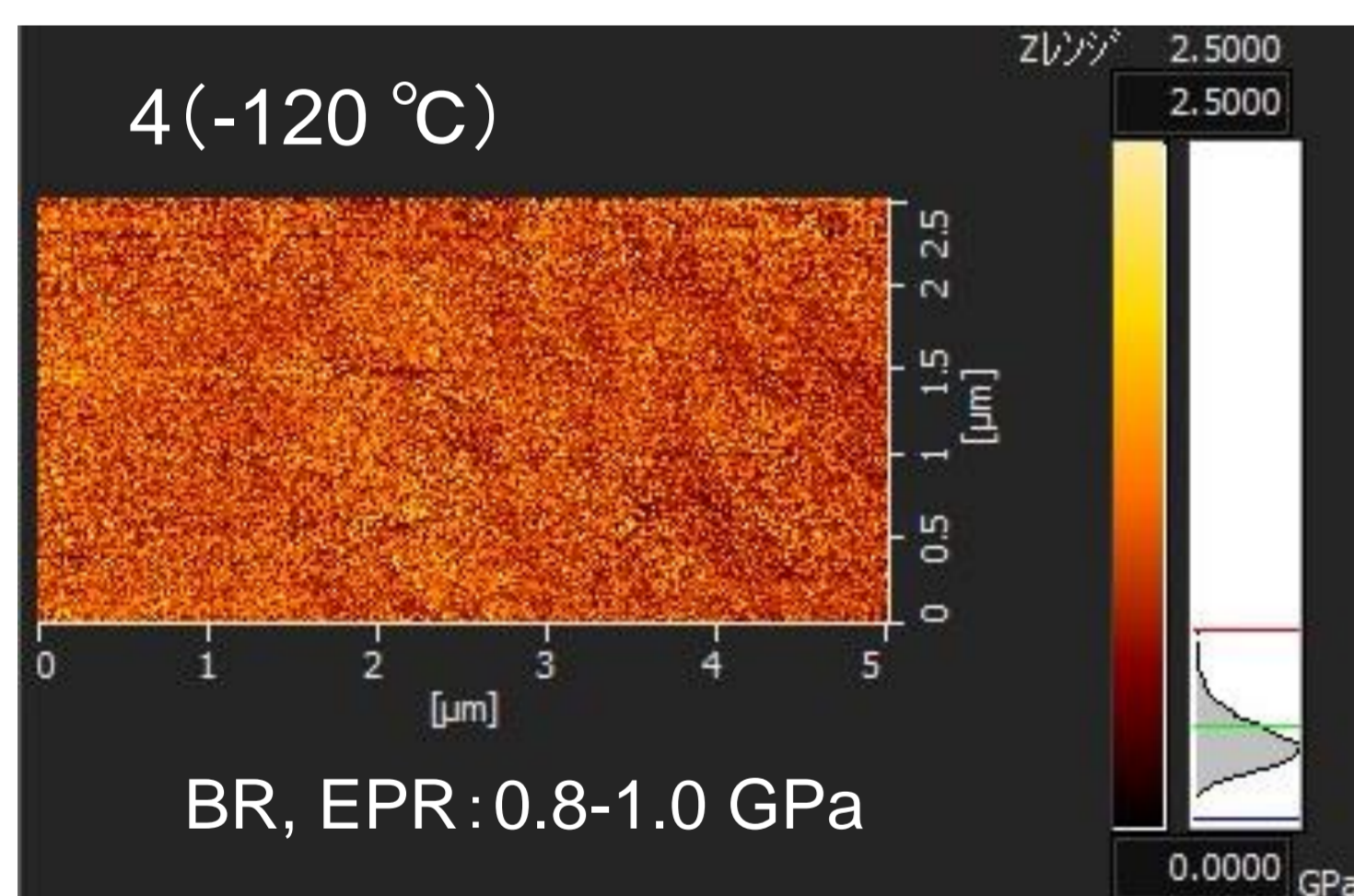
【Results】

○BR/EPRの温度変化による弾性率評価

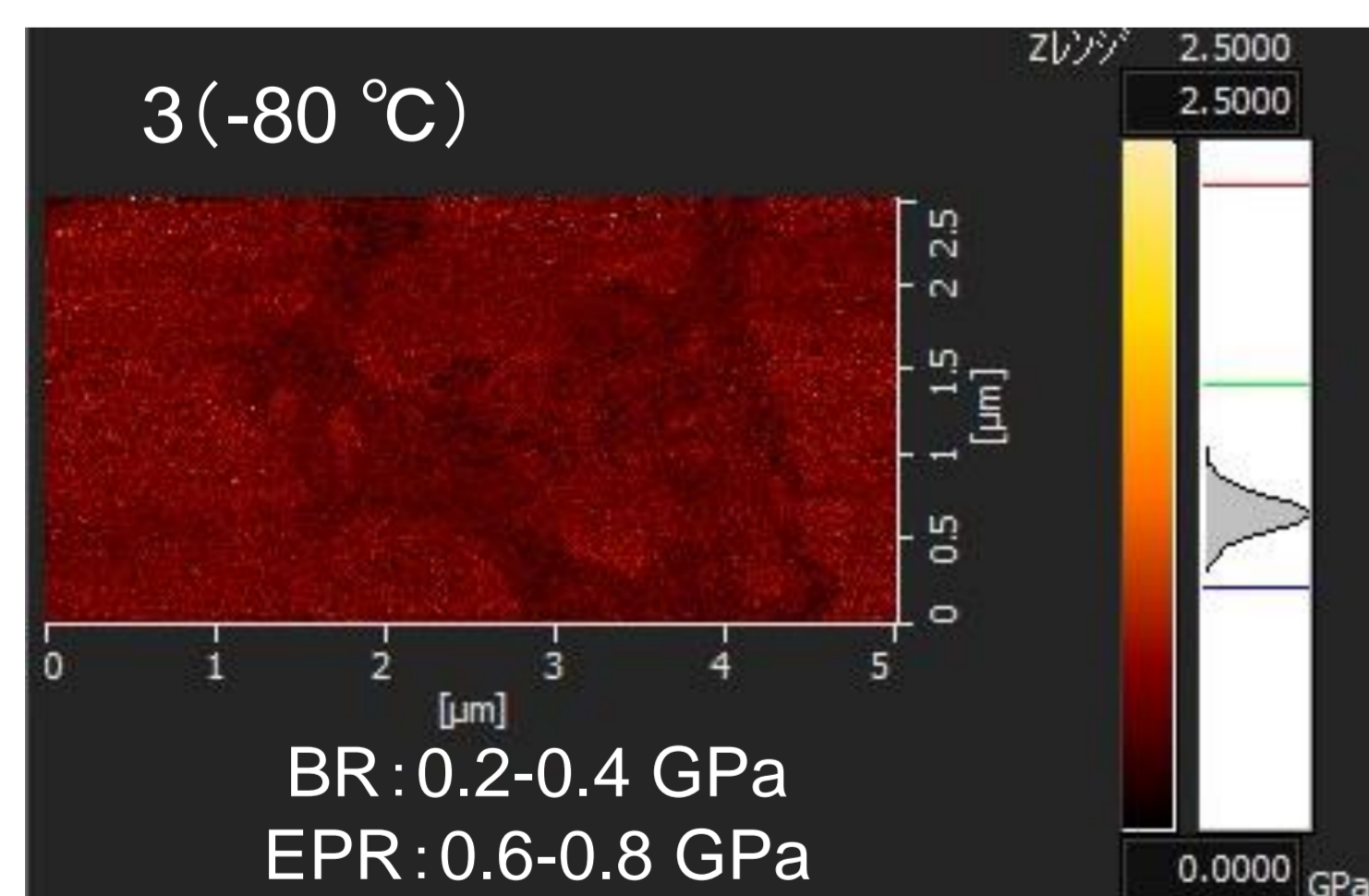
動的粘弾性測定結果(引張モード)



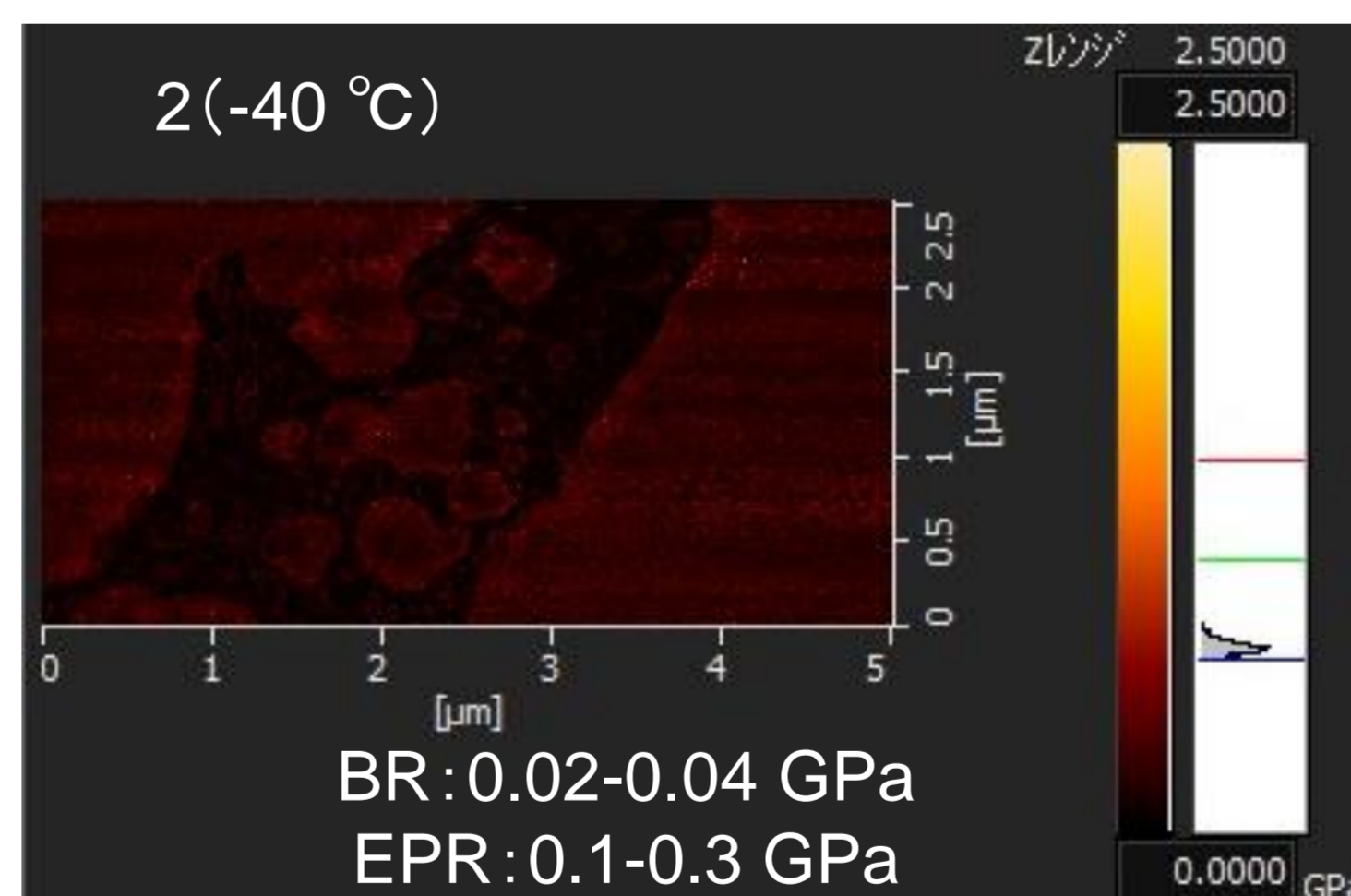
※弾性率の変化が大きい4箇所測定を実施



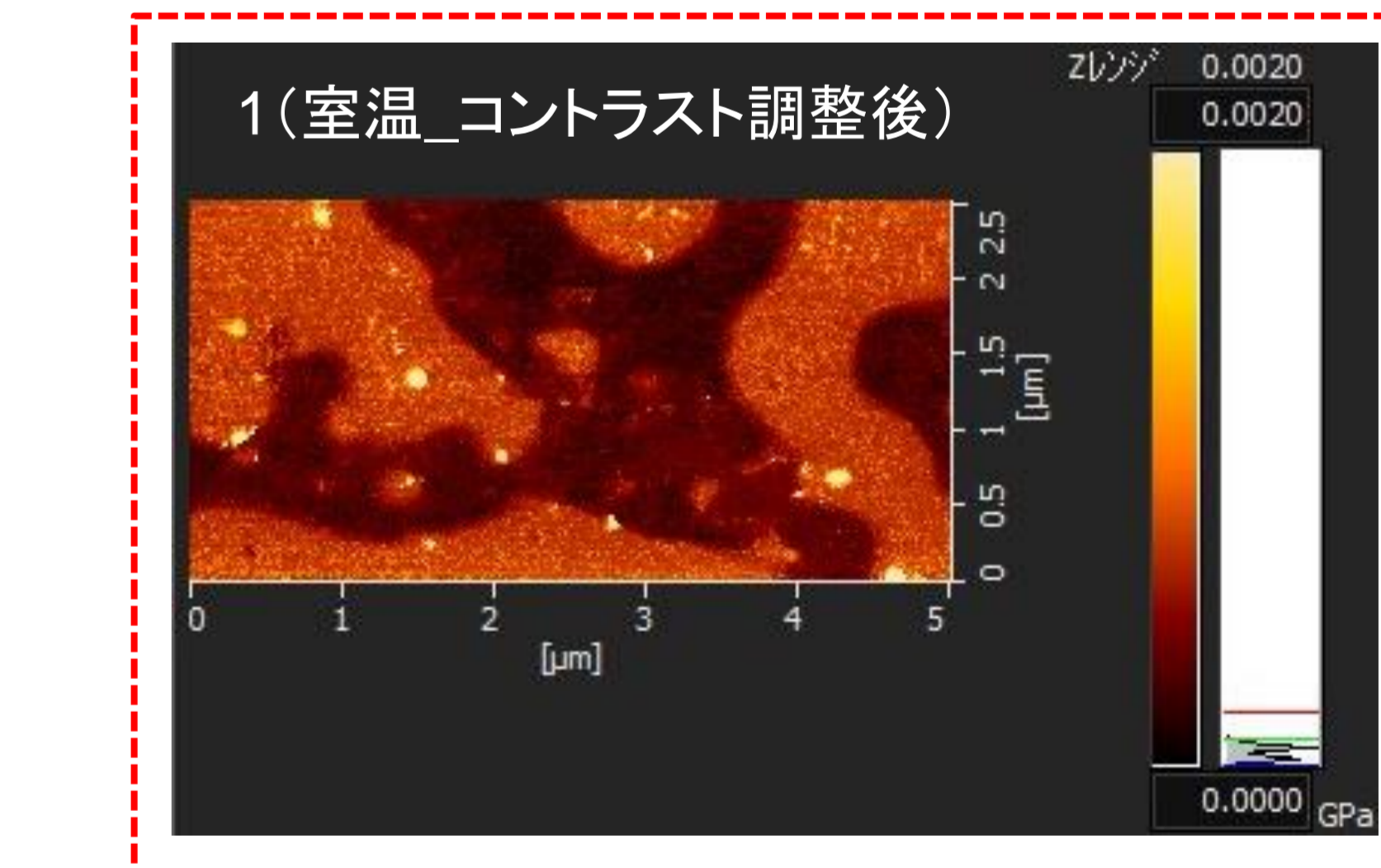
BR: ガラス状, EPR: ガラス状



BR: ゴム状, EPR: ガラス状



BR: ゴム状, EPR: ゴム状



BR: ゴム状, EPR: ゴム状

-120 °CではBR部、EPR部ともガラス状、-80 °CではEPR部がガラス状、BR部がゴム状、-40 °CではEPR部がゴム状ではあるが、室温より硬くなっていることが示唆された。フォースカーブマッピングにより、温度変化における表面弾性率の変化を可視化することが出来た。

○解析理論について

測定温度が-120 °Cのデータでは、Hertz理論を、測定温度が-80 °C、-40 °C、室温のデータでは、DMT理論を選択した。

・-120 °C条件においては、DMT理論、JKR2点法の場合、弾性率値が低くなる傾向であった。

・-80 °C条件、または、-40 °C条件においては、真空中測定のため、ベース(ジャンプイン)が不安定になり、JKR2点法では解析が困難であった。

・室温条件においても、今回使用した試料の凝着が強く、ベース(ジャンプイン)が不安定になり、JKR2点法では解析が出来なかった。

※-80 °C条件で見られる、中間状態(BR: ゴム状、EPR: ガラス状)のとき、どの理論を選択するかが今後の課題と考えている。

【Summary】

フォースカーブマッピングにより、ゴム材料の各測定温度における表面弾性率測定を実施し、その温度特性(低温領域)を評価することが出来た。また、動的粘弾性の結果と整合性のある結果を取得することが出来た。