 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. 2016B0030 実験課題名 Title of experiment モデルゴム材料における階層的な構造およびダイナミクスの研究: 表面改質フィラーがポリマーの不均一局所ダイナミクスに及ぼす影響 実験責任者名 Name of principal investigator 間下亮 所属 Affiliation 住友ゴム工業株式会社	装置責任者 Name of responsible person 中島健次 装置名 Name of Instrument/(BL No.) BL-14 実施日 Date of Experiment 2017/2/22 ~ 2017/3/1

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
<ul style="list-style-type: none"> ・Sample 1: ポリブタジエン/シリカ(化学修飾なし) ・Sample 2: ポリブタジエン/シリカ/シリル化剤(化学修飾あり) シリカ表面修飾がポリマーダイナミクスに及ぼす影響に関する研究を実施した。

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。)
Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.
上記試料をアルミニウムセルに封入し、準弾性散乱測定を実施した(エネルギー分解能 $\delta E = 0.35$ meV)。300K での動的散乱則 $S(Q, \omega)$ を Fig. 1 に示す($Q = 1.8 \text{ \AA}^{-1}$)。試料間の差は小さいが、シリカ表面修飾有無で $S(Q, \omega)$ に差が見られた。Fig. 1 の結果を詳細に理解るために、Kohlrusch-Williams-Watts (KWW) 式(式(1))を用いて $S(Q, \omega)$ を解析した。
$S(Q, \omega) = A \left((1 - EISF) \mathcal{F} \left\{ \exp \left[- (t/\tau)^\beta \right] \right\} + EISF \delta(\omega) \right) \otimes R(Q, \omega) \quad (1)$
A, EISF, τ および β はそれぞれ、緩和関数の強度、elastic incoherent structure factor、緩和時間、緩和時間の分布である。KWW 式は時間の関数であるため、フーリエ変換した KWW 式 (\mathcal{F} (KWW)) を用いた。 $R(Q, \omega)$ は装置の分解能関数である。Fig. 1 の実線が式(1)でフィットした結果であり、精度良くフィットできていると言える。フィッティングにより得られたパラメーターを Table 1 に示す。〈 τ 〉は式(2)より求めた[1]。 Γ はガンマ関数である。
$\langle \tau \rangle = \left(\frac{\tau}{\beta} \right) \Gamma \left(\frac{1}{\beta} \right) \quad (2)$

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

シリカ表面を化学修飾することにより、 $EISF$ が増大(つまり非運動成分が増大)し、緩和時間 $\langle\tau\rangle$ が減少する結果が得られた。よって、シリカ表面の化学修飾はポリマーダイナミクスに影響を及ぼすことが示唆されたが、その影響は僅かであるため、フィッティング誤差も含めて今後詳細な解析を進める。また、異なる時間領域における準弾性散乱測定結果(BL-02にて別途実施済み)と合わせて議論する予定である。

Reference

[1] F. Alvarez et al., *J. Phys. Rev. B* **44**, 7306 (1991).

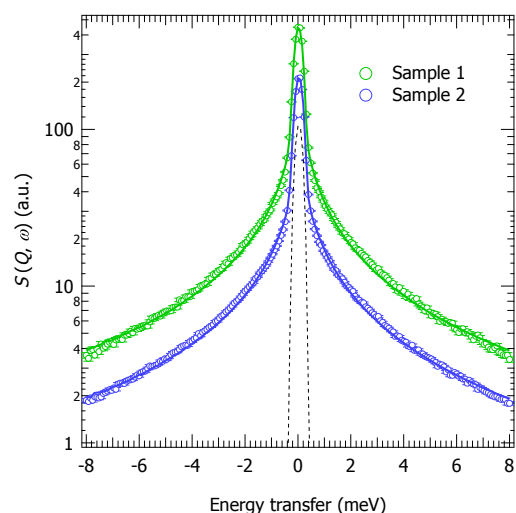


Fig. 1 Dynamic scattering laws $S(Q, \omega)$ normalized at the peak top at 300 K in the range $Q = 1.8 \text{ \AA}^{-1}$. Solid lines are the results of fittings with Eq. (1). The dashed line is the instrumental resolution function.

Table 1 Characteristic parameters calculated from the fitting analysis

	Sample 1	Sample 2
$EISF$	0.21	0.23
$\langle\tau\rangle / \text{ps}$	0.6	0.52
β	0.43	0.45