# 研究助成研究成果報告書

令和 8 年 9 月 30 日

公益財団法人江野科学振興財団
理 事 長　江 野 眞 一 郎　殿

貴財団より助成のありました研究の成果について下記のとおり報告します。

申請者名
松井　公佑　印

記

1.研究課題名

| |
|---|
| 和 文<br>電気化学によるゴム－真鍮接着層の老化再生反応の開発 |
| 英 文<br>Development of aging recovery reaction of rubber-brass adhesion layer by electrochemical techniques |

2.申請者名(代表研究者)

| | |
|---|---|
| 氏 名<br>松井公佑 | ローマ字表記<br>Hirosuke Matsui |
| 所属大学・機関名<br>関西学院大学 | 英訳表記<br>Kwansei Gakuin University |
| 学部・部課名<br>理学部化学科 | 英訳表記<br>Department of Chemistry, School of Science |
| 役職名<br>准教授 | 英訳表記<br>Associate Professor |

3.共同研究者（下段　英訳表記）

| 氏　　名 | 所属機関名・学部名・役職 |
|---|---|
| (氏　名)<br>唯美津木<br>(英訳表記)<br>Mizuki Tada | 名古屋大学物質科学国際研究センター・教授<br>(英訳表記)<br>Research Center for Materials Science, Nagoya University |
| (氏　名)<br>(英訳表記) | (英訳表記) |
| (氏　名)<br>(英訳表記) | (英訳表記) |
| (氏　名)<br>(英訳表記) | (英訳表記) |

4.英文抄録（300 語以内）

Adhesion at buried interfaces plays a critical role in determining the mechanical performance and long-term durability of composite materials. In rubber–metal composites, such as those used in tires, interfacial layers are formed through chemical reactions during vulcanization and subsequently undergo chemical and structural changes under hygrothermal aging and repeated mechanical deformation. However, because these interfaces are deeply buried within bulk materials, conventional surface-sensitive or destructive analytical techniques cannot directly reveal how interfacial chemical reactions evolve and affect adhesion under realistic conditions.

This study aims to visualize and understand chemical reactions and mechanical responses at buried rubber–metal interfaces and, furthermore, to actively control these reactions to restore degraded adhesion. Using X-ray absorption fine structure (XAFS) imaging techniques developed in our previous studies, the three-dimensional distributions of elements, chemical states, and local structures at buried interfaces will be characterized non-destructively. Operando measurements under hygrothermal aging and mechanical loading will elucidate where and how interfacial reactions occur and how local chemical changes are correlated with mechanical deformation and degradation of adhesion.

Beyond visualization and mechanistic understanding, this study will develop an electrochemical approach to manipulate interfacial reactions. By applying an external electrochemical potential, redox reactions of metal species at degraded interfaces will be controlled to convert the interface toward chemical states favorable for adhesion. The recovery process will be directly monitored by XAFS imaging and correlated with changes in mechanical properties. Ultimately, this study seeks to establish a framework for visualizing, understanding, controlling, and restoring buried interfaces, providing fundamental principles for the design of durable and long-lived composite materials.

5.研究目的

本研究の目的は、材料内部に埋もれた界面で進行する化学反応と力学応答を、その場・非破壊で可視化し、界面の形成から劣化に至る過程を理解するとともに、得られた知見に基づいて界面反応を能動的に操作し、劣化した接着機能を回復させる新たな方法論を構築することである。タイヤをはじめとするゴム複合材料では、異種材料間に形成される接着界面が材料全体の強度や耐久性を大きく左右する。特にゴム—金属界面では、加硫時の化学反応によって接着層が形成される一方、長期使用に伴う湿熱環境や繰り返し変形によって界面の化学状態が変化し、最終的には接着性能の低下につながる。しかし、実用材料の接着界面はゴム内部に埋もれているため、従来の表面分析や破壊後の断面観察では、実際の界面で進行する反応をそのまま捉えることが困難であった。

そこで本研究では、これまでに開発してきたX線吸収微細構造（XAFS）イメージングを基盤として、ゴム内部に存在する金属接着界面の元素分布、化学状態および局所構造を三次元的に可視化する。加硫による界面形成、湿熱環境による劣化、さらに引張などの力学負荷を与えた状態で計測を行うことで、界面のどこで、どのような化学反応が進行し、それが局所的な変形や接着性能の変化とどのように結びつくのかを明らかにする。これにより、従来個別に評価されてきた「化学反応」と「力学応答」を、実材料内部の同一界面において直接結びつけることを目指す。

さらに、界面反応を観察・理解するだけでなく、その知見を利用して劣化反応そのものを制御する。具体的には、劣化に伴う金属元素の酸化還元状態や化学種の変化に着目し、外部から電位を印加することで界面に電気化学反応を誘起し、劣化した界面を接着に有利な化学状態へと変換する「電気化学的回復反応」の開発に取り組む。その反応過程についてもXAFSイメージングによってその場観察し、回復反応が生じる位置、化学状態の変化、さらに力学特性の回復との対応を明らかにする。以上により、埋もれた界面で起こる反応を「見る」だけでなく、反応と力学の関係を「理解」し、さらに外場によって反応を「操作・回復」するところまでを一貫して実証し、長寿命・高耐久な接着界面および複合材料の設計につながる学理の構築を目指す。

6.研究内容及び成果の本文

別紙に作成添付してください。（冒頭に所属、氏名、研究課題を記載ください）

7.今後の研究の見通し

本研究の実施により、これまで直接観察することが困難であった材料内部の埋没界面に対し、非侵襲的に化学状態を三次元可視化するXAFSイメージング技術を確立した。さらに、X線計測環境下で試料に応力を印加できる引張試験機を開発し、界面における変形や剥離と、その近傍に存在する化学種およびその分布との関係を直接捉えるオペランドイメージングへと発展させた。これにより、接着界面の形成・老化に伴う化学反応と、接着強度や破壊挙動などの力学特性との関係を、実材料内部で直接解析するための計測基盤を構築することに成功した。

現在、これらの計測によって得られた大規模な三次元・分光データは、情報科学研究者との連携によるデータ駆動解析へと展開している。実験データに内在する潜在的な特徴量の抽出や、異なるデータ間に存在する相関関係の探索に加え、実測データから未計測領域の状態を予測・生成する解析にも取り組んでいる。その結果、界面の接着強度低下と関連する化学種や、その特徴的な空間分布を抽出することにも成功しつつある。このように、本研究で開発した計測技術とデータ科学を融合することで、従来の分析手法ではアプローチすることのできなかった埋没界面について、その物理・化学的性質を支配する化学状態や反応を明らかにする新たな研究基盤が形成されつつある。

さらに現在は、界面反応を「観察・理解する」段階から「操作する」段階へと研究を発展させ、埋没界面に対する電気化学的な反応制御法の開発を進めている。これまでに、ゴム内部に埋没した真鍮接着界面に外部から電気化学的な刺激を与えることにより、界面における可逆的な電子移動を観察することに成功した。現時点では、この電子移動が目的とする界面化学反応に直接対応することを完全には実証できていないが、埋没した接着界面の化学状態を外部から操作できる可能性を示す重要な結果である。今秋からは、新たに開発した電気化学セルを用いたオペランドXAFS解析を実施し、電位印加に伴う界面化学種の変化を直接追跡することで、目的とする電気化学反応の進行を実証する予定である。

今後は、これらの研究をさらに発展させ、埋没界面で生じる反応を「可視化」し、データ科学によってその支配因子を「理解」し、さらに電気化学的な外場によって反応を「制御」する一連の研究体系を構築する。最終的には、劣化した界面の化学状態を能動的に変換し、低下した接着機能を回復させることを実証することで、従来の劣化抑制や長寿命化という考え方を超えた、機能回復可能な接着界面・複合材料の創出につなげることを目指す。

8.本助成金による主な発表論文、著書名

松井公佑, 唯美津木, "活性固体材料の三次元XAFS分光イメージング", 表面と真空, 68巻4号 p.232-238 (2025).
松井公佑, 唯美津木, ダムヒョウチ, "XAFS-CTイメージングと機械学習によるゴム—真鍮接着界面における銅硫化反応の三次元可視化", 接着学会誌, 62巻 (2026).

［注１］本報告書は、助成金を受けた翌年９月末までに必ず提出してください。
［注２］**(お願い)印刷物の郵送と電子媒体の添付ご提供をお願いします。インターネットメールでの送付を歓迎します。**<E-Mail:enozaidan@kokoku-intech.com>
［注３］**この報告書を当財団のホームページに掲載させていただきますので、予めご了承ください。**

※当財団へのご意見・ご要望がございましたら、下記へご記入ください。
お寄せいただいたご意見・ご要望は今後の参考にさせていただきます。

| |
|---|
| |

アンケートへのご協力ありがとうございました。

以 上