

論文名：ゴム混練における配合剤の混合分散過程と
加硫過程の *in - situ* 評価に関する研究

長崎大学大学院生産科学研究科

権藤 豊彦

密閉型二軸混合機によるゴムと副資材との混合過程の評価はほとんどなく、また、混練り後のゴムコンパウンドの評価は、主にゴム製品の寿命に係るカーボンブラック (C B) の分散・微細性について従来から行われてきたが、ゴム製品の品質に係るゴムコンパウンドの均一性の評価はほとんど行われていない。また、従来から加硫度測定に用いられている振動式加硫度測定試験法では、トルクー加硫時間曲線の測定によりリアルタイムで加硫反応を追跡できるが、装置が複雑になり実用成形機では不向きである。

本研究では、ゴム混練りに使用されている密閉型二軸混合機内の生の情報、すなわち、ゴム中に混入したトレーサーの黒色加硫ゴム粒子、テフロン粒子の個数や実用配合剤である加硫促進助剤の酸化亜鉛(ZnO)の濃度を実測し、粉体混合機に用いられている混合曲線を密閉型二軸混合機に初めて適用して混合評価を行い、実測した濃度分布をもとに併せてゴムコンパウンドの均一性を評価した。また、金型内に簡単に設置できる電極間にゴムコンパウンドを挟み、加硫時に交流電圧を印加した場合の電極間の電流を測定し、加硫反応をリアルタイムで追跡する電流ー加硫時間曲線を得てトルクー加硫時間曲線との比較により加硫度測定に十分使用できることを初めて見出した。また、電流曲線の電流値のバラツキがCBの分散状態を、電流曲線の極大値のバラツキが加硫促進助剤 ZnO の混合状態(均一性)を評価できることを見出した。

本論文の構成は、次の6章よりなっている。

第1章では、ゴム加工プロセスにおける混練りと加硫操作での問題点を明らかにし研究の背景と目的を述べた。

第2章では、「トレーサー粒子による配合剤の混合分散過程の可視化と定量化」について述べた。粉粒体混合において混合機や混合条件の比較、評価、選定に用いられている混合曲線を初めてゴム混練りに適用した。密閉型二軸混合機においてブタジエンゴム(BR)に黒色加硫ゴム粒子、テフロン粒子、ZnO をトレーサーとして混合し、トレーサーの個数と濃度から混合度を求めて混

合曲線を得た。混合曲線により、ローター形状や振り角度、振り方向、充てん率、回転数などを変えた場合の混合特性を比較評価した。

第3章では、「実用加硫促進助剤の酸化亜鉛をマーカーとした NBR コンパウンドの均一評価」について述べた。従来から密閉型二軸混合機で混練されたゴムコンパウンドの均一性評価については、ほとんどなされていなかった。本章では、CB 配合及び未配合でいずれも加硫系配合剤を混練りした実用配合のアクリルニトリルブタジエンゴム(NBR)コンパウンドの均一性を検討した。NBR コンパウンドに混合されたトレーサーである ZnO の混合機内の二次元や三次元の濃度分布から NBR コンパウンドの均一性評価を始めて行った。また、引張試験の力学的物性から均一性を確認した。

第4章では、「加硫過程における *in-situ* 電流測定によるゴムコンパウンドの混合分散性評価」について述べた。第3章で検討した NBR コンパウンドを上下二枚の電極内に入れて加温加圧して加硫を行い、電流—加硫時間曲線を得た。電流—加硫時間曲線において均一性評価に用いたトレーサーの ZnO 及びSの混合状態及びCBの混合分散状態と電流—加硫時間曲線のバラツキが対応していることから、NBR コンパウンドの均一性評価が行えることを初めて見出した。

第5章では、「実用配合 NBR コンパウンドへの *in-situ* 電流測定法の適用 —混合分散状態と加硫度の評価—」について述べた。第4章の結果をもとにCBとSの混合分散状態と電流—加硫時間曲線との関係を詳細に検討した。電流—加硫時間曲線とトルク—加硫時間曲線及び有効網目鎖濃度との比較から、本研究で見出した電流—加硫時間曲線はCBとSの混合分散状態及び加硫度測定法として十分使用できることが分かった。また、直流電流を印加し、イオンによる伝導が起こっていることを確認できた。実際の混練り現場で、混練中のゴムコンパウンドの電流—加硫時間曲線、あるいは、実用の加硫成形機に取付けてリアルタイムでゴムコンパウンドの電流—加硫時間曲線を測定することにより、ゴムコンパウンドのCBの混合分散状態や加硫系配合剤の混合状態、あるいは、ゴムコンパウンドの均一性を、即ち、ゴムコンパウンドの混練り状態を同時に評価できることを見出した。

第6章では、本研究の総括を行った。