

## ノート

## ハイスチレンラバーの純ゴム配合におけるゴム試験

藤田桂一，黒岩 清

## 緒 言

合成ゴムの物理試験結果はその試験条件に大きく影響される。輸入税表上合成ゴムが合成樹脂かの商品分類において、一定の物理的な試験値（純ゴム配合における永久伸びが50%以下、伸びが200%以上を合成ゴムとする）を規定して分類を行なおうとする場合、両者の限界にあるハイスチレン、スチレン ブタジェン共重合物のようなものについては、その試験条件如何によって商品分類上異なった結果が得られる場合もある。これ等の理由から我々は純ゴム配合をしたハイスチレンラバーについて、その試験条件のうち、永久伸びと保持時間、永久伸びと収縮時間、伸びと試料ダンベルの厚さ、亜鉛華配合量と伸び、永久伸び、引張応力等の関係について検討し、更に結合スチレン含量と永久伸び、伸び、引張強さについても検討したので報告する。

## 試 験 条 件

## 装 置

加硫剤配合のためのロールには6×15"1,電熱ヒーター加熱式、回転数16:20rpmの試験ロール機を使用した。加硫機は40ton 電熱ヒーター加熱式、150×150<sup>mm</sup>1枚取り試験プレス機を使用し、温度調節はバイメタル式自動温度調節5 目盛を使用した。引張試験には、ブレーキモーター付ショッパー形引張試験機 容量0~25 kg 0~100 kg, を使用した。永久伸び試験機はASTM D - 412 に規定されたものを使用した。

## 配合各件

配合は1回200g単位で行なった。ロール温度70~75 にて素練5分、その後5分毎にステアリン酸、亜鉛華、硫黄、促進剤の順に添加し、配合時間は総てを含み30分とした。ロール間隙は素練0.4 mm, 配合0.8~1.0 mmで行なった。配合割合は通常下記のいずれかとし、亜鉛添加量について検討する場合は、亜鉛添加量のみ

変化させた。

	A 配合	B 配合
合成ゴム	100	100
亜鉛華	5	5
ステアリン酸	1	1
硫 黄	1.5	2
促進剤 DM	1.5	-
" TT	0.3	-
" CZ	-	1.5

## 加硫条件

加硫温度 150 , 加硫圧力 70 kg/cm<sup>2</sup>, 加硫時間 30 分を標準としているが、特に条件の異なる場合は注記する。加硫条件については合成ゴムメーカーの最適条件を基にしている。そのうち加硫時間については 15 分, 20 分, 30 分, 40 分夫々について検討してみた。その結果 15 分加硫では成形用モールドに試料が附着して十分な加硫が行なえなかった。また 40 分加硫では加硫オーバーで物性の低下を認めた。従って加硫最適温度は 20~30 分と考えた。(Table 1)

Table 1 Testing Results of Vulcanization

Time of Vulcanization(min)	15	20	30	40
Elongation(%)	Non Vulcanize	286	294	235
Tentile Stress(kg/cm <sup>2</sup> )		164	152	147
Tention Set(%)		53.0	66.0	69.1

## 試験操作

伸び、引張強さ、永久伸びいずれも原則として、JIS 試験規格に依っているが、特に試験条件を異にする場合は、その都度記載する。測定は 20° ±0.1 の恒温室で行なった。

## 測定値の計算

試験ダンベルは通常一つの測定値に対し、5~10 枚を使用し、試験値の特にずれたものを除いて、JIS 試験法により算出した。これに依らなかった場合は別記する。

## 結 果

### 永久伸びと収縮時間との関係

試料ダンベルを 2 倍, 3 倍に引き伸ばし, 1 分保持後荷重を取り去り収縮させた。その収縮の時間的变化を求めたのが Fig 1, 2 である。この結果から, 収縮

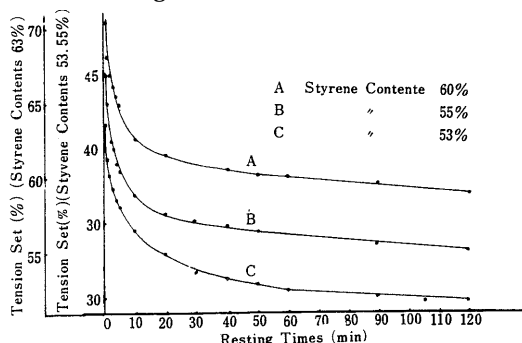


Fig.1 Relation of Tension Set (extended to twice) and Resting Times .

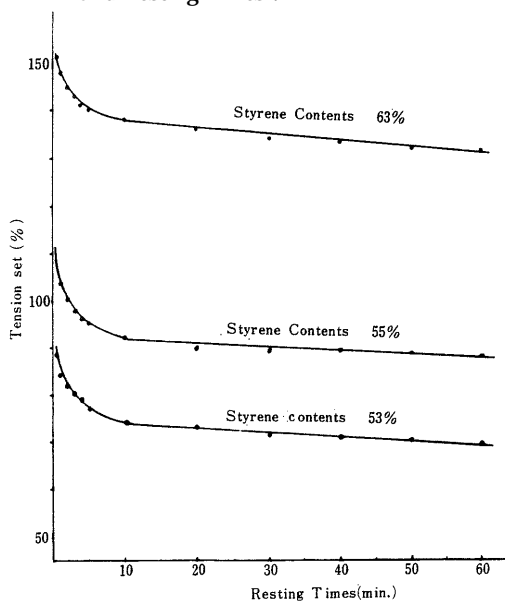


Fig.2 Relation of Tension Set (extended to three times) and Resting time)

5 分前後は急速な永久伸びの変化がみられ, 20 分前後では少しゆるやかな変化をなし, 30 分前後からは極めて徐々に減少する。輸入税表においては, 現在 2 時間後の永久伸びを測定しているが, 2 時間後では変化率が少なく安定した測定を行ない得るが, 測定に長時間を要する。然し新しく合成ゴムの分類規準として考慮された 1 分後の永久伸びの測定は, 測定時間は短くて便利であるが, 永久伸びの変化率が大きく測定誤差の原因になることが心配される。これ等のことから考えると, JIS に規定されている 10 分後の永久伸び測

定は, ゴム試験における相対誤差から考え, その変化率もそれ程影響なく, 比較的安定して居り, 測定時間も短かく最適と考えられる。測定は 1 試料ダンベル毎に追跡した。

また得られた永久伸びは, 3 倍に伸ばした場合には 2 時間後において, いずれのスチレン含量のものも 50% 以上であった。また 2 倍に引き伸ばしたものについては, スチレン含量 63% のもののみ 50% 以上の永久伸びを示し, スチレン含量 53%, 55% のものは 50% 以下であった。但しスチレン含量はメーカー側によって確認された値であり, 配合割合は B 配合によったものである。

### 永久伸びと保持時間との関係

試料ダンベルを 20 秒間に 2 倍に引き伸ばし, その保持時間を変化して, 10 分収縮後の永久伸びを測定した。(Fig 3)。勿論保持時間の増加と共に永久伸び

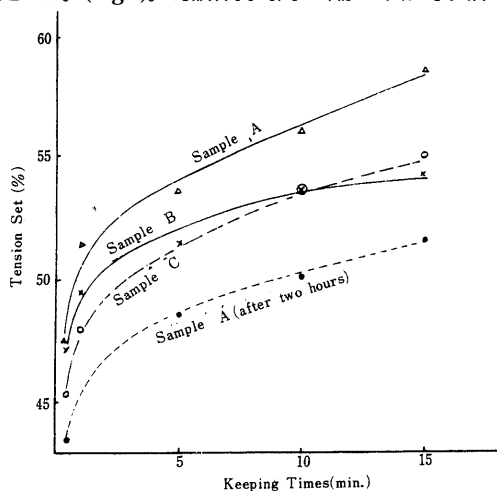


Fig.3 Tension Set at Various Keeping Times (extended to twice)

は大きくなるが, 保持時間 1 分の場合に永久伸びが 50% 以下であったものも, 保持時間 5 分以上では 50% を越えた。使用した試料は Fig 1~2 のものと品種, メーカー共に異なっている。配合は A 配合により, スチレン含量は 55~60% のものである。この結果から永久伸び 50% を限界として合成ゴム, 合成樹脂を区分しようとする場合には, この保持時間のとり方で, その結果の異なってくるのがわかった。

### 永久伸び, 伸び, 引張強さ, 引張応力とスチレン含量との関係

同一メーカーのスチレン量の異なる同種製品を使用して上記の関係をみてみた。試料は永久伸びの収縮時間との関係を求めたものと同じである。

永久伸びは、スチレン含量が多くなるほど増加率が大きいようである。(Fig 4~5)

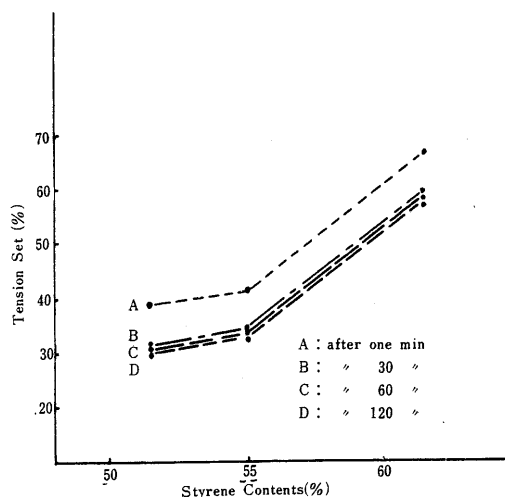


Fig.4 Relation of Tension Set(extended to twice) and Styrene Contents .

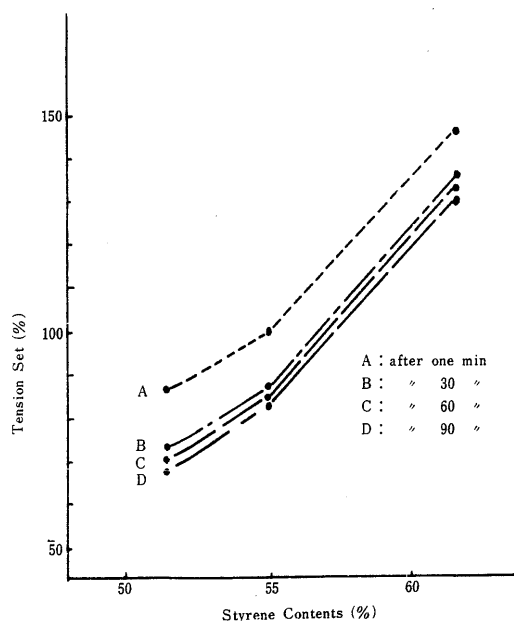


Fig.5 Relation of Tension Set(extended to Three times) Styrene Contents

伸びはスチレン量の増加と共に幾分急に減少している。従って引張強さはスチレン量の増加と共に増加率が減少している。(Fig 6)

引張応力もスチレン量の多くなるに従いがい増加率が大きくなることが認められた。(Fig 7)

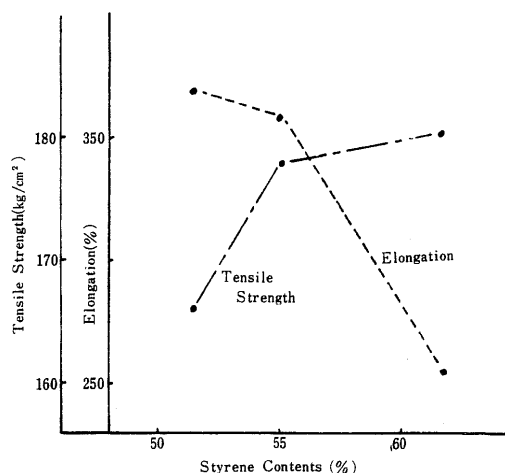


Fig.6 Relation of Elongation or Tensile Strength and Styrene Contents

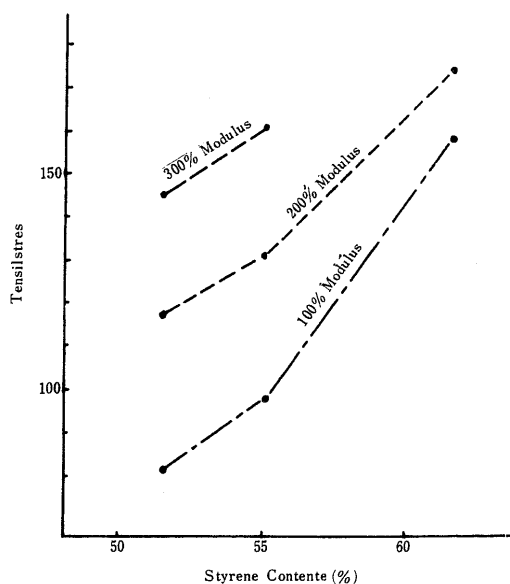


Fig.7 Relation of Tensile Stress and Styrene Contents .

#### 試料ダンベルの厚さと伸びの関係

試料ダンベルの厚さを 0.2, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 3.0 mm と変えて、伸びを測定した。試料は A 配合によったスチレン含量 55 ~ 60% のものである。試料ダンベルの厚さは、使用したモールドの厚さで、サンプル自身の厚さはそれより 0.2 ~ 0.3 mm 厚い。0.2 mm の厚さのものはスパーサーなしで熱板の間で加硫したもので 0.19 ~ 0.22 mm の厚さである。いずれにおいても厚さ 0.5 mm 以下の場合に最高の伸び率を示し、一般にダンベルの厚

くなる程伸びの減少が認められた。(Table 2)。これ

Table 2 Elongation of Various Thicknesses

Thickness (mm)	Elongation(%)			
	Hightstyrene Rubber			S B R
	※150℃ 30min.	※150℃ 25mm		※150℃ 30 min
	JISNO.3 Dumb-bell	NO.3 Dumb-bell	NO.1 Dumb-bell	NO.3 Dumb-bell
3.0	270	—	—	—
2.0	262	254	290	474
1.5	226	—	—	506
1.0	259	289	325	514
0.5	312	300	—	559
0.2	292	332	378	564

※ Condition of Vulcanization

はダンベルの薄くなる程加硫時における“きず”が少なく均一な加硫の行なわれることを示している。殊にその傾向が 05.mm以下において顕著に認められることがわかった。最初の欄で 2.0 mm, 3.0 mmの肉厚な場合に伸びの増加が認められているが、これは場合によっては肉の厚さが伸びにプラスし、試料ダンベルの「きず」による伸びの減少を償っているのではないかと考えている。

スチレン量の少ない通常の SBR についても同様な試験を行なってみたが、末欄に示す如くハイスチレンラバーと同様な傾向を示した。

亜鉛華添加量と伸び、永久伸び、引張強さとの関係  
亜鉛華は合成ゴムの重要な加硫助剤とされているが、この亜鉛華の添加量を合成ゴム 100 部に対し 0, 1, 2, 3, 5 部と変えて、伸び、永久伸び引張強さを測定した(Table 3)。

Table 3 The Influence of ZnO

	Zno (%)				
	0	1	2	3	5
Elongation(%)	270	262	247	202	155
TentileStrength(kg/cm <sup>2</sup> )	131	198	211	214	217
Tention Set(%)	42.5	69	77.2	78.2	80.6

この結果亜鉛華添加量の減少と共に永久伸び、引張強さは減少し、伸びは増加するが、永久伸び：引張強さは、1 %附近から急激に減少するのがみられる。

## 結 論

以上の結果純ゴム配合における、ハイスチレンラバの物理的な性質は、試料ダンベルの厚さ、永久伸びの保持時間、収縮時間、亜鉛華添加量等によって相当な差があることが認められ、ゴム試験の結果から合成ゴム、合成樹脂を区別する場合には、これ等の条件をよく考慮して、試験データーを纏める必要があるものと考えられる。

## 文 献

ゴ ム 試 験 法：日本ゴム協会  
合成ゴムハンドブック：神原，川崎，北島，古谷  
ゴ ム エ 業 便 覧：日本ゴム協会  
大 有 機 化 学：22 巻 485P

## Rubber Tests of Hgh Styrene Rubbers

Keichi FUZITA, Kiyoshi KUROIWA

Central Customs Laboratory  
531 Iwase Matsudo City, chiba Pref

Received Feb. 10, 1969