

## 動的粘弾性測定(DMA)によるタイヤコード用接着剤の評価 温度依存性と引張強度

(Dr. Horst Deckmann, Dr.-Ing. Herbert Mucha, Dr. Gabriele Kaiser)

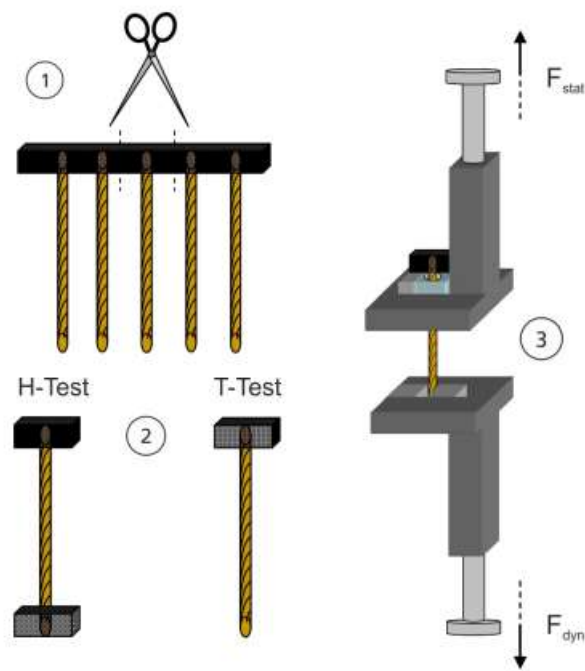


Fig1. タイヤコードの接着性を評価する H-Test, T-Test のサンプル例

### はじめに

コードやメッシュ材料などにより補強されるゴム製品として自動車用タイヤやコンベアベルト、V-ベルトなどが挙げられます。製品プロセスにおいてこれらの材料は加硫され、ゴム製品となります。

強化されたゴム製品、強化する材料の動的粘弾性特性のみを評価するのではなく、強化用コードとゴムの接着について

の情報も時として必要となります。この接着性は主に温度や材料の特性、機械的ストレスや使用されるタッキファイヤーに影響を受けます。

タッキファイヤーはタイヤコードの表面に塗布することでゴムコンパウンドとコードを強力に接着します。自動車用タイヤは走行時の回転やブレーキ、コーナリングなどで引張やせん断、圧縮方向の応力が発生します。

様々な応力が発生するタイヤにおいてタイヤマトリクス内にあるタイヤコードの接着性を理解することは信頼性と動的耐久性が求められる製品の開発に欠かせません。この接着性に影響を与えるタッキファイヤーの性能は NETZSCH GABO 社の EPLEXOR<sup>®</sup>500N 動的粘弾性装置により評価することができます。EPLEXOR<sup>®</sup>500N は ASTM D4776 に準拠したタイヤコードの接着強度を評価する引張試験に対応するだけでなく、動的振幅を与え、より詳細な材料物性を解明します。Fig1.は一般的に H-Test, T-Test (サンプル形状に由来) と呼ばれる試験のセットアップで、コンパウンド内に接着されたタイヤコードの動的特性を解明します。

### A) 温度の影響

Fig2.は同じ材料 (ゴムコンパウンドとタイヤコード) に異なる温度水準での疲労試験を行い、異なる温度での接着性の違いを比較したグラフです。

APPLICATION NOTE 動的粘弾性測定(DMA)によるタイヤコード用粘着剤の評価  
温度依存性と引張強度

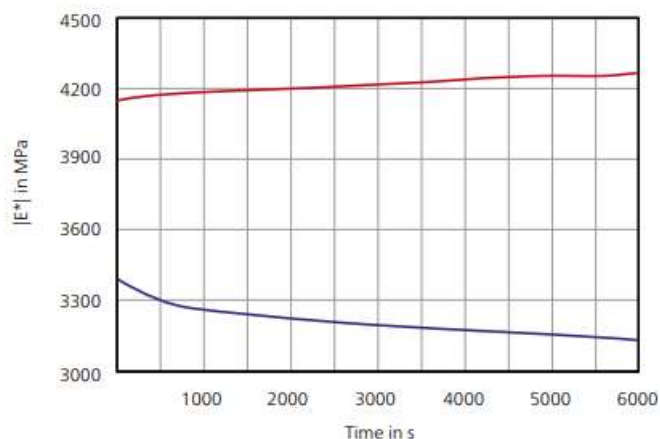


Fig2. 引張モード疲労試験の複素弾性率  $E^*$  . 100°C (赤色) 、150°C (青色)

サンプルの測定温度は赤色カーブが 100°C で、青色が 150°C になります。与える荷重が一定の定荷重モードで静荷重は 20N、動荷重は  $\pm 2N$  を与えます。周波数 60Hz で試験時間を 6000 秒に設定しており、サンプルには合計 360,000 回の動的振幅が与えられます。赤色のサンプルは時間の経過とともに弾性率が上昇しており、これは加硫プロセスが進行していることが理由と思われる。150°C では弾性率は減少しますが、これは熱による劣化が開始されたため

と思われる。

Fig3. は  $\tan\delta$  をプロットしたグラフで、物性の違いが見られません。

データの違いは前述の理由によるものと思われ、赤色のカーブは架橋（加硫）により  $\tan\delta$  が減少し、青色のカーブは劣化により  $\tan\delta$  が上昇することが確認頂けます。

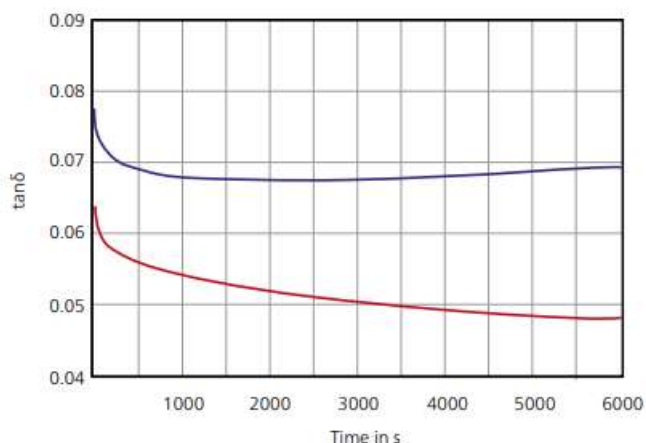


Fig3. 引張モード疲労試験の  $\tan\delta$  . 100°C (赤色) 、150°C (青色)

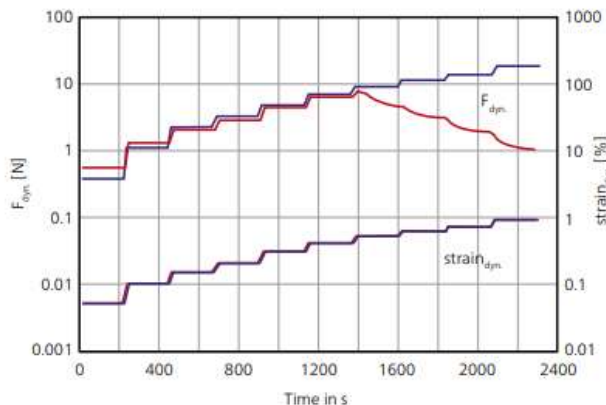


Fig4. 異なるタックファイヤーを使用した2つのサンプル。静荷重と動荷重をステップ状に変化させる測定。

## B) ストレス・リミット値の特定

Fig4.はゴムコンパウンドとタイヤコードは同じだが、タックファイヤーのみ異なる2つのサンプルを比較したグラフです。この測定はタックファイヤーが対応する最大動荷重値（ストレス）を特定するために行われました。

静ひずみと動ひずみをステップ状に変化させるひずみ分散測定を行いました。ひずみは以下の様に変化させます。  
静荷重 0.5%, 動荷重 $\pm 0.05\%$ の条件から開始、1% /  $\pm 0.1\%$ , 2% /  $\pm 0.2\%$  ... 9% /  $\pm 0.9\%$

周波数は 10Hz で固定し、ストレスのリミット値へ到達後に発生する荷重の低下を確認するため、各ステップで 20 データポイントが得られる測定を行います。

青色サンプルはゴムコンパウンドとタイヤコード界面のタックファイヤーによる接着強度が良好で、赤色サンプルは接着強度で劣ることがわかります。赤色カーブのタイヤコードは静ひずみ 6%, どうひずみ $\pm 0.6\%$ の条件でタイヤコードが抜け始めています。またこのひずみ条件はサンプルの非線形挙動も見られ始めます。

この測定で得られたストレスのリミット値を基に更なる試験を行い、より詳細な材料特性を得ます。Fig5.のグラフは先ほどと同じタックファイヤーのみ異なる2つのサンプルを使用した疲労試験のグラフです。

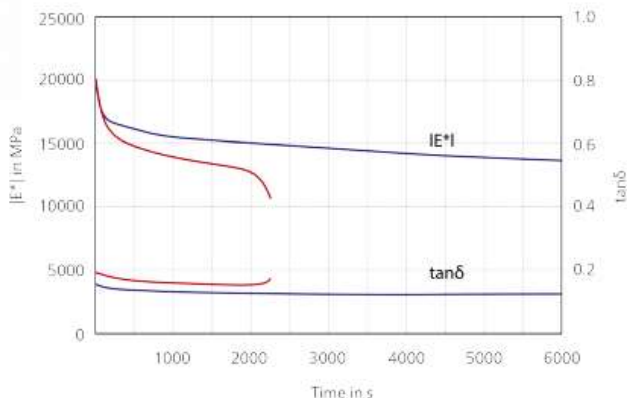


Fig5. 引張モードでの疲労試験データ、2つのサンプルを比較

## APPLICATION NOTE 動的粘弾性測定(DMA)によるタイヤコード用粘着剤の評価 温度依存性と引張強度

ひずみ制御モードでの疲労試験では静荷重 5%、動荷重 ±5%を周波数 50Hz で与えます。前述の試験で得られたタイヤコードが抜け始める静ひずみ 6%、動ひずみ±0.6% に値に近い条件を選択することでできる限り短い時間でタックファイヤーの劣化を評価するためです。試験は室温で行われました。

Fig5.では予想されたデータが得られています。赤色カーブは青色に比べ機械的な劣化が早く起こります。2300 秒経過後（115,000 回の動的振幅）に赤色サンプルのタイヤコードはコンパウンドから抜け始めることが複素弾性率  $E^*$  の減

少によりわかります。青色カーブの複素弾性率  $E^*$  は緩やかに減少します。

### 結論

連続の動的負荷を与える疲労試験はタイヤコード表面に塗布されたタックファイヤーの接着性を評価するのに適した試験法です。大きな動的振幅と高荷重が求められるこの試験には NETZSCH GABO Instruments 社の EPLEXOR<sup>®</sup>500N 動的粘弾性装置が適しており、数十万回に及ぶ高い動的振幅を繰り返し与えることができます。