ノート

アルミナ粉を分散させたエラストマーの機械的特性

石井　治彦*　本田　崇*　大川原　真*　永井　智裕*

Study of the mechanical properties of elastomer with alumina powder

ISHII Haruhiko*, HONDA Takashi*, OKAWARA Makoto* and NAGAI Tomohiro*

1. 緒　言

柔軟性や粘弾性特性を持つエラストマー材料は，自動車を始めとする工業分野や医療分野などに幅広く用いられている[1-3]。そして，企業，大学や公設試など多くの機関で，材料改質を目的に，エラストマーに粒子状もしくは針状のフィラーを分散させる多くの取り組みが進められている[2-4]。一例として，緩衝材として用いる場合，エラストマーは圧縮の荷重を受けるため，圧縮強度や応力緩和，クリープ特性などが評価項目となる。このような特性の評価にあたって，一般的な応力緩和の測定方法が日本工業規格（JIS）[5]に規定されている。一方，フィラーの有無や試験片の形状等により，規格に則さない試験片も多く，試験方法や条件を都度調整する必要がある。そこで本研究では，フィラーを分散させたエラストマーサンプルの圧縮特性評価方法の検討を目的に調査を行った。

2. 供試材料

本研究の供試材として，分散媒であるエラストマーには信越化学工業（株）製 2 液硬化型シリコーンゴム（KE-106，密度 1.02g/cm^3）を，フィラーには昭和電工（株）製のアルミナ粒子（AL-160SG-3，中心径 0.52μm，真密度 3.92g/cm^3）を用いた。アルミナ粒子の分散割合については 5.6，19.1，31.4vol%に加えシリコーンゴムのみの計 4 種のサンプルを作製した。アルミナ粒子の分散手順を以下に示す。なお撹拌には，（株）シンキー製自転公転ミキサーAR-100 を用いた。

①シリコーンゴムの主剤とアルミナ粒子を指定の割合で手混和する。
②ミキサーの自転公転モードで 20 分間撹拌する。
③硬化剤を指定の割合で追加し，さらに 10 分間撹拌する。
④脱泡のため公転モードで 10 分間撹拌する。

作製した分散液を，80℃の恒温槽で一晩静置して加熱硬化させ，35mm×250mm×4mm の板状のサンプルを作製した。この板状サンプルから円形抜型を用いて，直径 3.5mm，厚さ 4mm の試験片を作製した。

3. 試験方法

試験機は（株）島津製作所製万能材料試験機 AG-250kN を用い，ロードセルは 1kN の容量とした。試験機付属の圧縮円盤を上下に取り付け，試験機のクロスヘッドの稼働により試験片に圧縮変位を加えた。試験の模式図を図 1 に示す。試験は，予荷重 0.2N を負荷した状態から，変位を 1mm 与えた後に，30 秒停止させた。クロスヘッド変位速度（以降，試験速度）は，1mm/min，10mm/min，100mm/min とした。

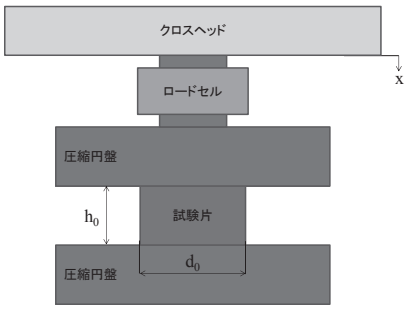

図 1　試験の模式図

*　下越技術支援センター

4. 試験結果

試験結果の一例を図 2 に示す。クロスヘッド位置を固定後，時間の経過により応力が減少することがわかる。クロスヘッドが変位している過程を圧縮過程，クロスヘッド位置を固定した後荷重が低下する過程を緩和過程と呼称する。

圧縮過程における変位および荷重から算出した公称ひずみ ε_t と公称応力 σ_t の一例を図 3 に示す。

図 3 から，ひずみの小さい範囲で応力が比較的直線的に増加することがわかった。よって，圧縮過程の変形抵抗および速度依存性を把握するため，本研究では $0.1 \leqq \varepsilon \leqq 0.2$ の範囲の応力勾配からヤング率 E を求め，評価を行った。

ヤング率をアルミナ粒子の分散割合で整理した結果を図 4 に示す。分散割合の増加により，ヤング率の上昇，すなわち材料の剛性が大きくなる傾向がわかる。一方で，試験速度による影響は小さいことから，本研究で用いた圧縮条件では，今回用いた材料の速度依存性を把握することは難しい。そこで，図 2 で示された応力緩和過程における応力値の変化とその緩和時間に着目して，材料の速度依存性の把握を試みた。

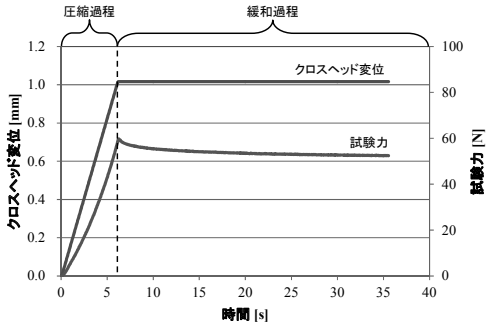

図 2　試験結果の一例

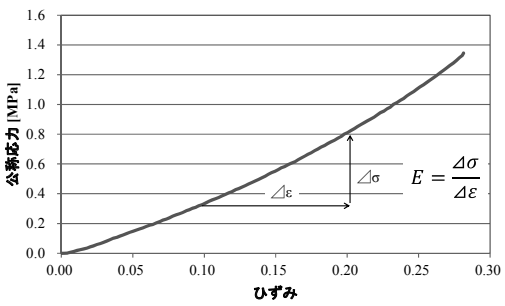

図 3　圧縮過程

緩和過程における時間と公称応力の推移の一例を図 5 に示す。応力緩和の度合いを評価するため，応力が急激に減少する領域（0.5～1 秒）と，緩やかな減少を示す領域（28～29 秒）をそれぞれ一次近似し，2 直線の交点を見かけ上の緩和時間 T，緩和応力 σ_T とした。緩和時間が小さいほど短時間で急激な緩和であること，また緩和応力と最大応力との差が大きいほど応力緩和が大きいことをそれぞれ示している。

まず，試験速度が緩和時間に与える影響について確認した（図 6）。アルミナ粒子の分散割合により，試験速度が緩和時間に与える影響は大きく変化しており，分散割合が小さいほど速度依存性は大きいことがわかった。

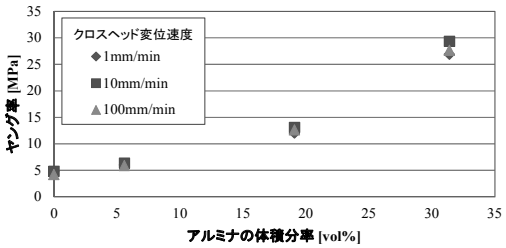

図 4　ヤング率

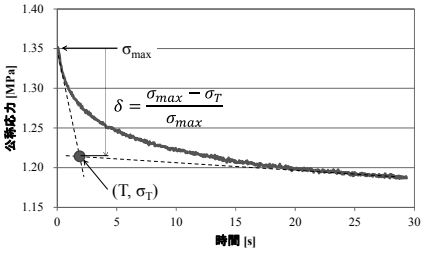

図 5　緩和過程

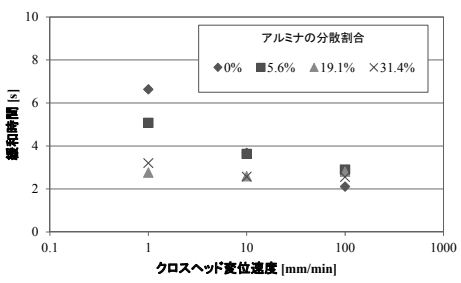

図 6　緩和時間

次に，試験速度が応力緩和に与える影響について確認した。ここで，応力の低下を量ではなく割合にて評価できるよう，緩和応力 σ_T，最大応力 σ_{max} を用いて式(1)のように応力緩和率を算出して評価した。

$$\delta = \frac{\sigma_{max}-\sigma_T}{\sigma_{max}} = 1 - \frac{\sigma_T}{\sigma_{max}} \quad \cdots(1)$$

試験速度と応力緩和率の関係を図 7 に示す。この結果から，応力緩和率も試験速度の影響を受けることがわかる。また，アルミナ粒子の分散割合が増加することにより，応力緩和率は上昇することがわかる。

これらの結果から，緩和時間および応力緩和率ともに試験速度の影響が大きいことが確認できた。そこで，緩和時間と応力緩和率の双方から速度依存性を評価するため，緩和時間と応力緩和率の関係から考察を行った。

緩和時間と応力緩和率の関係を図 8 に示す。アルミナ粒子が分散されていない試験片は，試験速度により，緩和時間が大きく変化するのに対して，応力緩和率の変化は小さい。一方，アルミナ粒子の分散割合を増加させるにつれて，緩和時間の変化は小さくなり，応力緩和率の変化は大きくなる傾向が見られる。このことから，シリコーンゴムにアルミナ粒子を分散させることにより，材料の剛性は高まるものの，急激に応力緩和することがわかった。

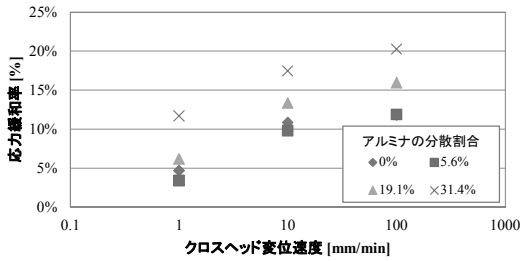

図 7　試験速度と応力緩和率の関係

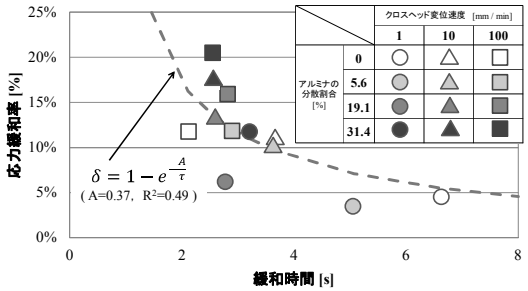

図 8　緩和時間と応力緩和率

以上の結果をもとに，フィラーであるアルミナ粒子の有無や配合量に依らず，エラストマーの応力緩和の傾向を表せる構成式の検討を行った。検討した構成式を式(2)に示す。ここでの A は，任意定数である。

$$\delta = 1 - e^{-\frac{A}{\tau}} \quad \cdots(2)$$

図 8 の破線で表した式(2)の構成式には，一部曲線上にプロットされない値も見られるものの，全体的に実測値の傾向を示していることがわかる。このことから，検討した式(2)によって，サンプルの緩和時間と応力緩和の関係を概ね表現できているとともに，これらの間に指数関数的な関係があることが推察できた。

本研究で得られた知見に加え，他の測定方法による結果との比較など，さらに詳細な検討を進めることで，フィラーが分散されたエラストマーの機械的特性についての詳細な評価につながるものと考えられる。

5.　結　　言

本研究では，フィラーを分散させたエラストマーサンプル圧縮特性評価方法の検討を目的に，シリコーンゴム中のアルミナ粒子の分散割合と圧縮速度を変化させた試験を行い，以下の結果が得られた。

(1) 圧縮試験により，ヤング率がアルミナ粒子の分散割合により変化することを確認できた。
(2) 応力緩和の測定により，応力緩和割合と緩和時間の関係を把握した。

参考文献

1) 福森健三，“自動車用エラストマー部品”，日本ゴム協会誌，68(6)，1995，pp357-367.
2) 西脇剛史ほか，“スポーツシューズの要求機能と使用素材”，繊維学会誌，65(5)，2009，pp150-153.
3) 藤本邦彦ほか，”粒子複合加硫物の粒子分散構造と弾性及び破壊特性に関する研究”，日本ゴ

ム協会誌，61(4)，1988，pp284-294
4）日笠茂樹ほか, “PP/エラストマー/フィラー複合材料の力学特性に関するエラストマーおよびフィラーの影響”, 高分子論文集, 67(11), 2010, pp615-625.
5）日本工業規格，“JIS K6263 加硫ゴム及び熱可塑性ゴムー応力緩和の求め方”，日本規格協会，2017，pp1233-1248.
6）村上謙吉，“レオロジー基礎論”，産業図書，1991，pp75-80.