

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2018-90699

(P2018-90699A)

(43) 公開日 平成30年6月14日(2018.6.14)

(51) Int.Cl.			F I			テーマコード (参考)	
C08J	3/20	(2006.01)	C08J	3/20	CEQ	4F070	
B60C	1/00	(2006.01)	B60C	1/00	A	4F201	
B29B	7/28	(2006.01)	B29B	7/28			

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2016-234989 (P2016-234989)	(71) 出願人	000183233 住友ゴム工業株式会社 兵庫県神戸市中央区脇浜町3丁目6番9号
(22) 出願日	平成28年12月2日 (2016.12.2)	(74) 代理人	110000914 特許業務法人 安富国際特許事務所
		(72) 発明者	富崎 由佳理 兵庫県神戸市中央区脇浜町3丁目6番9号 住友ゴム工業株式会社内
		(72) 発明者	児島 良治 兵庫県神戸市中央区脇浜町3丁目6番9号 住友ゴム工業株式会社内
		(72) 発明者	土田 剛史 兵庫県神戸市中央区脇浜町3丁目6番9号 住友ゴム工業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 材料混練方法

(57) 【要約】

【課題】各材料の分散性を向上できる材料混練方法、これを用いて作製されるゴム組成物及び空気入りタイヤを提供する。

【解決手段】混練機を用いて2種以上のポリマーを混練する材料混練方法であって、各ポリマーの30における貯蔵弾性率(G'_{30})と、各ポリマーの貯蔵弾性率(G')の温度依存性とに基づいて、各ポリマーの投入順序を決定する材料混練方法。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

混練機を用いて 2 種以上のポリマーを混練する材料混練方法であって、各ポリマーの 30 における貯蔵弾性率 (G'_{30}) と、各ポリマーの貯蔵弾性率 (G') の温度依存性とに基づいて、各ポリマーの投入順序を決定する材料混練方法。

【請求項 2】

各ポリマーの貯蔵弾性率 (G') の温度依存性において、貯蔵弾性率 (G') の変化率が $-0.5 \sim 0.3 \text{ kPa/}$ の範囲内から -1.5 kPa/ 未満に変化する温度が存在する場合は該 -1.5 kPa/ 未満に変化する温度をそのポリマーの可塑化温度と、該 -1.5 kPa/ 未満に変化する温度が存在しない場合はそのポリマーは可塑化温度を有しないと、決定する請求項 1 記載の材料混練方法。

10

【請求項 3】

下記 (1) ~ (2) の順で決定される基準に基づいて、各ポリマーの投入順序を決定する請求項 2 記載の材料混練方法。

(1) 前記 30 における貯蔵弾性率 (G'_{30}) が異なる場合、 G'_{30} の大きい順に投入する。

(2) 前記 30 における貯蔵弾性率 (G'_{30}) が同一である場合、貯蔵弾性率 (G') の変化率が $-0.5 \sim 0.3 \text{ kPa/}$ の範囲内で高温まで持続される順に投入する。

【請求項 4】

請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の材料混練方法により得られるゴム組成物。

20

【請求項 5】

請求項 4 記載のゴム組成物を用いた空気入りタイヤ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、材料混練方法、材料混練方法により得られるゴム組成物及び空気入りタイヤに関する。

【背景技術】

【0002】

近年、各国でタイヤラベリング制度の随行により、各性能（転がり抵抗、摩耗性能、ウェットグリップ性能等）の高い次元での両立がゴムには求められている。

30

【0003】

各種素材のポテンシャルを引き出すには、各材料の分散、特に充填剤の分散向上が性能向上に寄与しているため、それに関する技術の提供が望まれている。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明は、前記課題を解決し、各材料の分散性を向上できる材料混練方法、これを用いて作製されるゴム組成物及び空気入りタイヤを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

40

【0005】

本発明は、混練機を用いて 2 種以上のポリマーを混練する材料混練方法であって、各ポリマーの 30 における貯蔵弾性率 (G'_{30}) と、各ポリマーの貯蔵弾性率 (G') の温度依存性とに基づいて、各ポリマーの投入順序を決定する材料混練方法に関する。

【0006】

前記材料混練方法は、各ポリマーの貯蔵弾性率 (G') の温度依存性において、貯蔵弾性率 (G') の変化率が $-0.5 \sim 0.3 \text{ kPa/}$ の範囲内から -1.5 kPa/ 未満に変化する温度が存在する場合は該 -1.5 kPa/ 未満に変化する温度をそのポリマーの可塑化温度と、該 -1.5 kPa/ 未満に変化する温度が存在しない場合はそのポリマーは可塑化温度を有しないと、決定するものであることが好ましい。

50

【0007】

前記材料混練方法は、下記(1)～(2)の順で決定される基準に基づいて、各ポリマーの投入順序を決定するものであることが好ましい。

(1) 前記30における貯蔵弾性率(G'_{30})が異なる場合、 G'_{30} の大きい順に投入する。

(2) 前記30における貯蔵弾性率(G'_{30})が同一である場合、貯蔵弾性率(G')の変化率が $-0.5 \sim 0.3 \text{ kPa/}$ の範囲内で高温まで持続される順に投入する。

【0008】

本発明は、前記材料混練方法により得られるゴム組成物に関する。

本発明はまた、前記ゴム組成物を用いた空気入りタイヤに関する。

10

【発明の効果】

【0009】

本発明は、混練機を用いて2種以上のポリマーを混練する材料混練方法であって、各ポリマーの30における貯蔵弾性率(G'_{30})と、各ポリマーの貯蔵弾性率(G')の温度依存性に基づいて、各ポリマーの投入順序を決定する材料混練方法であるので、各材料の分散性、特にポリマー中の充填剤の分散性を向上できる。

【図面の簡単な説明】

【0010】

【図1】各ポリマーの30における貯蔵弾性率(G'_{30})、更には各ポリマーの貯蔵弾性率(G')の温度依存性を示す図の一例である。

20

【図2】各ポリマーの G' の温度依存性を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0011】

〔材料混練方法〕

本発明は、混練機を用いて2種以上のポリマーを混練する材料混練方法であって、各ポリマーの30における貯蔵弾性率(G'_{30})と、各ポリマーの貯蔵弾性率(G')の温度依存性に基づいて、各ポリマーの投入順序を決定する材料混練方法である。

【0012】

充填剤の分散性向上が性能向上に重要であるが、充填剤をゴム(ポリマー)に分散させるには、まず、ポリマーを可塑化させて充填剤を取り込む状態にすることが必要であり、そのことを「可塑化」、「濡れ」と称することもある。本発明は、特に、ポリマーの可塑化のし易さというポリマー特性に着目し、素材の種類を変えず、投入順序を理論的に決定することにより、複数の投入ポリマーの可塑化点を同時とすることで、分散を良好させたものである。

30

【0013】

具体的には、可塑化し易いポリマー、可塑化し難いポリマーの複数のポリマーを同時に混練りすると、可塑化し難いポリマーに充填剤が入りにくくなり、結果としてゴム組成物としての充填剤の分散が悪化する。可塑化温度を持つポリマーは、可塑化させるまでに一定温度まで上げる必要があり、先に投入して練り始めることにより、該ポリマーの温度を先に上昇させ、複数の投入ポリマーの可塑化点を同時とできる。

40

【0014】

本発明は、各ポリマーの30における貯蔵弾性率(G'_{30})や、各ポリマーの貯蔵弾性率(G')の温度依存性に基づけば、複数のポリマーでも充填剤の分散性を高められるという知見を見出したもので、例えば、30における貯蔵弾性率(G'_{30})が大きいポリマーや、可塑化温度が高いポリマー、更には可塑化温度を有さない場合は G' が高温まで持続する(変化しない)ポリマーを、先に混練することにより、これらのポリマー温度が先に上昇して充填剤を取り込む状態になる。従って、本発明の方法によれば、充填剤を取り込む能力が異なる2種以上のポリマーであっても、良好に充填剤が分散され、各種物性に優れたゴム組成物を提供できる。

【0015】

50

混練機を用いて2種以上のポリマーを混練する本発明の材料混練方法は、各ポリマーの30における貯蔵弾性率(G'_{30})と、各ポリマーの貯蔵弾性率(G')の温度依存性に基づいて、各ポリマーの投入順序を決定する。

【0016】

例えば、以下の方法で各ポリマーの投入順序を決定する。

まず、ポリマーの貯蔵弾性率 G' の温度依存性を測定し、 G' が所定温度まで変わらず、ある点で急激に下がり始める点を有している場合、その温度をそのポリマーの可塑化温度と設定する。具体的には、各ポリマーの貯蔵弾性率(G')の温度依存性において、貯蔵弾性率(G')の変化率が $-0.5 \sim 0.3 \text{ kPa/}$ の範囲内から -1.5 kPa/ 未満に変化する温度が存在する場合は該 -1.5 kPa/ 未満に変化する温度をそのポリマーの可塑化温度と設定する(G' の温度依存性曲線に、 G' の変化率が $-0.5 \sim 0.3 \text{ kPa/}$ である箇所、 G' の変化率が -1.5 kPa/ 未満である箇所を有する場合に、該変化率が -1.5 kPa/ 未満になる最低温度を、ポリマーの可塑化温度と設定する)。

10

【0017】

一方、 G' が高温まで変化しない(最終温度まで変わらない)又は G' が直線的に下降を続ける場合は、そのポリマーは、可塑化温度を有しないと設定する。具体的には、上記変化する温度が存在しない場合は、そのポリマーは可塑化温度を有しないと設定する。

【0018】

そして、予め、各ポリマーについて、可塑化温度の有無、有する場合はその温度を測定した後、下記(1)~(2)の順で決定される基準に基づいて、各ポリマーの投入順序を決定する。

20

(1)前記30における貯蔵弾性率(G'_{30})が異なる場合、 G'_{30} の大きい順に投入する。

(2)前記30における貯蔵弾性率(G'_{30})が同一である場合、貯蔵弾性率(G')の変化率が $-0.5 \sim 0.3 \text{ kPa/}$ の範囲内で高温まで持続される順に投入する。

【0019】

具体的には(i)混練する複数の全ポリマーの G'_{30} が異なる場合は、 G'_{30} の大きい順に投入し、この場合、各ポリマーの可塑化温度の有無、その温度は、投入順序に影響しない。例えば、ポリマーA1の G'_{30} が 25 kPa/ 、ポリマーB1の G'_{30} が 20 kPa/ 、ポリマーC1の G'_{30} が 15 kPa/ の場合、 G'_{30} の大きい順として、ポリマーA1、B1、C1の順に投入する。

30

【0020】

(ii)混練する複数のポリマー中に同一の G'_{30} を有するものを含み、その同一 G'_{30} を持つポリマーが共に可塑化温度を有する場合は、まず、 G'_{30} の大きいポリマーを投入することを前提とし、同一 G'_{30} を持つ各ポリマーは、 G' の変化率が少ない範囲が高温まで持続する順、すなわち、その可塑化温度が高い順に投入する。例えば、ポリマーA2の G'_{30} が 25 kPa/ 、ポリマーB2の G'_{30} が 20 kPa/ 及び可塑化温度が70、ポリマーC2の G'_{30} が 20 kPa/ 及び可塑化温度が50の場合、まず、 G'_{30} の最も大きいポリマーA2を投入し、次いで、 G'_{30} が 20 kPa/ で可塑化温度が高いポリマーB2を、最後に可塑化温度が低いポリマーC2を投入する。

40

【0021】

(iii)混練する複数のポリマー中に同一の G'_{30} を有するものを含み、その同一 G'_{30} を持つ各ポリマーが、可塑化温度を有するもの、可塑化温度を有さず G' の変化率が少ない範囲が高温まで持続するもの、可塑化温度を有さず G' が直線的に下降するもの、を含む場合は、まず、 G'_{30} の大きいポリマーを投入することを前提とし、同一 G'_{30} を持つ各ポリマーは、 G' の変化率が少ない範囲で高温まで持続する順、すなわち、最も高温まで G' の変化率が少ないポリマー(可塑化温度を有さない)、高温側に可塑化温度を有するポリマー、 G' が直線的に下降を続けるポリマー(可塑化温度を有さない)

50

の順に投入する。例えば、ポリマー A 3 の G'_{30} が 25 kPa / 及び G' の変化率が少ない範囲が高温まで持続（可塑化温度なし）、ポリマー B 3 の G'_{30} が 25 kPa / 及び可塑化温度が 50 、ポリマー C 3 の G'_{30} が 25 kPa / 及び G' が直線的に下降（可塑化温度なし）の場合、先ず、 G' の変化率が少ない範囲が高温まで持続するポリマー A 3、次いで、可塑化温度 50 のポリマー B 3（ G' の変化率が少ない範囲が 50 まで持続）、最後に G' が直線的に下降するポリマー C 3（ G' の変化率が少ない範囲がない）を投入する。

【0022】

図 1 は、各ポリマーの 30 における貯蔵弾性率（ G'_{30} ）、更には各ポリマーの貯蔵弾性率（ G' ）の温度依存性を示す図の一例である。各ポリマー（ポリマー A ~ D）は、 G'_{30} が異なり、ポリマー A、B、C、D の順に G'_{30} が高い。従って、この順に混練機に投入し、ポリマーを混練することで、各ポリマー中に充填剤を良好に分散できる。

10

【0023】

〔ゴム組成物〕

次に、前記材料混練方法により得られるゴム組成物について説明する。

前記ゴム組成物は、例えば、前記材料混練方法により各ゴム成分（各ポリマー）の投入順序を決定する第一工程と、前記第一工程で決定した順に各ゴム成分の投入、混練を行う第二工程と、前記第二工程で得られた混練物 1 に充填剤を投入し混練する第三工程と、前記第三工程で得られた混練物 2 に加硫薬品を投入して混練し、未加硫ゴム組成物を得る第四工程とを含む製法、等により作製できる。

20

【0024】

（第一工程）

第一工程は、前述の材料混練方法により各ゴム成分（各ポリマー）の投入順序を決定する工程である。すなわち、前述のとおり、各ポリマーの 30 における貯蔵弾性率（ G'_{30} ）と、各ポリマーの貯蔵弾性率（ G' ）の温度依存性に基いて、各ポリマーの投入順序を決定すればよい。

【0025】

（第二工程）

第二工程は、第一工程で決定した投入順に、混練機に、最初のゴム成分の投入・混練、更に次のゴム成分の投入・混練を、最終のゴム成分まで繰り返し、2 種以上のゴム成分（ポリマー）が混練された混練物 1 を得る。

30

【0026】

第二工程で使用する混練機としては、密閉型のバンバリーミキサーが好ましい。バンバリーミキサーのローターの形状は、接線式、噛合式のいずれであってもよい。混練温度、混練時間は、適宜設定すればよい。

【0027】

ゴム成分としては、ジエン系ゴムを用いることが好ましい。ジエン系ゴムは、天然ゴム（NR）、ジエン系合成ゴムを使用でき、ジエン系合成ゴムとしては、例えば、イソプレンゴム（IR）、ブタジエンゴム（BR）、スチレンブタジエンゴム（SBR）、アクリロニトリルブタジエンゴム（NBR）、クロロプレンゴム（CR）、ブチルゴム（IIR）などが挙げられる。これらは、単独で用いてもよく、2 種以上を組み合わせてもよい。例えば、低燃費性、加工性等の観点からは、NR、BR、SBR を選択すればよい。

40

【0028】

（第三工程）

第三工程は、第二工程で得られた混練物 1（ゴム成分の混合物）に充填剤を投入し混練する。充填剤の投入、混練は、通常の方法で実施可能である。

【0029】

第三工程で使用する混練機としては、密閉型のバンバリーミキサーが好ましい。バンバリーミキサーのローターの形状は、接線式、噛合式のいずれであってもよい。混練温度、混練時間は、適宜設定すればよい。

50

【0030】

充填剤としては特に限定されず、カーボンブラック、シリカ等が挙げられる。カーボンブラックとしては、特に限定されないが、N134、N110、N220、N234、N219、N339、N330、N326、N351、N550、N762等が挙げられる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

【0031】

カーボンブラックの窒素吸着比表面積 ($N_2 S A$) は、 $5 m^2 / g$ 以上が好ましく、 $50 m^2 / g$ 以上がより好ましく、 $100 m^2 / g$ 以上が更に好ましい。下限以上にする事で、良好な破壊強度等が得られる傾向がある。また、上記 $N_2 S A$ は、 $200 m^2 / g$ 以下が好ましく、 $150 m^2 / g$ 以下がより好ましく、 $130 m^2 / g$ 以下が更に好ましい

10

。上限以下にする事で、カーボンブラックの良好な分散が得られやすい。なお、カーボンブラックの窒素吸着比表面積は、JIS K6217-2:2001によって求められる。

【0032】

シリカとしては特に限定されず、乾式法により調製されたシリカ(無水シリカ)や湿式法により調製されたシリカ(含水シリカ)などがあげられ、表面のシラノール基が多く、シランカップリング剤との反応点が多いという理由から、湿式法により調製されたシリカが好ましい。シリカは、1種のみを用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。シリカの市販品としては、エポニック社製のウルトラシルVN3などが挙げられる。

20

【0033】

シリカの窒素吸着比表面積 ($N_2 S A$) は、破壊特性の観点から、好ましくは $90 m^2 / g$ 以上、より好ましくは $95 m^2 / g$ 以上、更に好ましくは $100 m^2 / g$ 以上である。また、シリカの $N_2 S A$ は、シリカの分散性の観点から、好ましくは $300 m^2 / g$ 以下、より好ましくは $240 m^2 / g$ 以下である。

なお、シリカの窒素吸着比表面積は、ASTM D3037-81に準じてBET法で測定される値である。

【0034】

第三工程では、ゴム成分、充填剤以外に、他の成分を投入して混練してもよい。他の成分としては、加硫薬品以外の成分であれば特に限定されないが、例えば、シランカップリング剤、オイル、老化防止剤、ワックス、ステアリン酸、酸化亜鉛などが挙げられる。

30

【0035】

シランカップリング剤としては、第一工程における反応処理時の温度制御が容易であること、ゴム組成物の補強性改善効果に優れるなどの点から、ビス(3-トリエトキシシリルプロピル)ジスルフィド、ビス(3-トリエトキシシリルプロピル)テトラスルフィド、3-トリメトキシシリルプロピルベンゾチアゾリルテトラスルフィドなどのスルフィド系シランカップリング剤が好ましく、ビス(3-トリエトキシシリルプロピル)ジスルフィドがより好ましい。これらのシランカップリング剤は単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

【0036】

(第四工程)

第四工程は、第三工程で得られた混練物2に加硫薬品を投入して混練し、未加硫ゴム組成物を得る工程である。加硫薬品の投入、混練は、通常の方法を採用できる。混練温度、混練時間は、適宜設定すればよい。

40

【0037】

第四工程で使用する混練機は、密閉型のバンバリーミキサーであってもよいし、オープンロールであってもよい。

【0038】

加硫薬品としては、例えば、加硫剤、加硫促進剤などが挙げられ、加硫剤、加硫促進剤を併用することが好ましい。

【0039】

50

加硫剤としては、有機過酸化物、硫黄系加硫剤などを使用することができる。有機過酸化物としては、例えば、ベンゾイルパーオキサイド、ジクミルパーオキサイド、ジ-*t*-ブチルパーオキサイド、*t*-ブチルクミルパーオキサイド、メチルエチルケトンパーオキサイド、クメンハイドロパーオキサイド、2,5-ジメチル-2,5-ジ(*t*-ブチルパーオキシ)ヘキサン、2,5-ジメチル-2,5-ジ(ベンゾイルパーオキシ)ヘキサン、2,5-ジメチル-2,5-ジ(*t*-ブチルパーオキシ)ヘキシン-3、1,3-ビス(*t*-ブチルパーオキシプロピル)ベンゼンなどが挙げられる。また、硫黄系加硫剤としては、例えば、硫黄、モルホリンジスルフィドなどが挙げられる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせて用いてもよい。なかでも、本発明の効果が良好に得られるという理由から、硫黄系加硫剤が好ましく、硫黄がより好ましい。

10

【0040】

加硫促進剤としては、例えば、スルフェンアミド系、チアゾール系、チウラム系、チオウレア系、グアニジン系、ジチオカルバミン酸系、アルデヒド-アミン系、アルデヒド-アンモニア系、イミダゾリン系、キサンテート系加硫促進剤などが挙げられる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせて用いてもよい。なかでも、本発明の効果が良好に得られるという理由から、スルフェンアミド系、グアニジン系が好ましく、スルフェンアミド系、グアニジン系の併用がより好ましい。

【0041】

(その他の工程)

第四工程で得られた未加硫ゴム組成物を、各種タイヤ部材の形状に合わせて押し出し加工し、タイヤ成型機上にて通常の方法にて成形し、他のタイヤ部材とともに貼り合わせ、未加硫タイヤを形成した後、加硫機中で加熱加圧することで、タイヤを製造できる。

20

【0042】

低燃費性、加工性等の観点から、前記材料混練方法を用いて得られる本発明のゴム組成物において、ゴム成分100質量%中のBRの含有量は、好ましくは5質量%以上、より好ましくは15質量%以上であり、また、好ましくは70質量%以下、より好ましくは50質量%以下である。

【0043】

低燃費性、加工性等の観点から、前記材料混練方法を用いて得られる本発明のゴム組成物において、ゴム成分100質量%中のSBRの含有量は、好ましくは30質量%以上、より好ましくは50質量%以上であり、また、好ましくは95質量%以下、より好ましくは85質量%以下である。

30

【0044】

前記材料混練方法を用いて得られる本発明のゴム組成物において、カーボンブラックの含有量は、補強性の観点から、ゴム成分100質量部に対して、好ましくは1質量部以上、より好ましくは3質量部以上である。また、カーボンブラックの含有量は、低燃費性の観点から、好ましくは15質量部以下、より好ましくは10質量部以下、更に好ましくは8質量部以下である。

【0045】

前記材料混練方法を用いて得られる本発明のゴム組成物において、シリカの含有量は、補強性の観点から、ゴム成分100質量部に対して、好ましくは5質量部以上、より好ましくは30質量部以上、更に好ましくは50質量部以上である。また、シリカの含有量は、加工性の観点から、好ましくは200質量部以下、より好ましくは180質量部以下、更に好ましくは100質量部以下である。

40

【0046】

前記材料混練方法を用いて得られる本発明のゴム組成物において、シランカップリング剤の含有量は、補強性の観点から、シリカ100質量部に対して、好ましくは1質量部以上、より好ましくは2質量部以上である。また、シランカップリング剤の含有量は、費用対効果の観点から、好ましくは20質量部以下、より好ましくは15質量部以下である。

【0047】

50

低燃費性、加工性等の観点から、前記材料混練方法を用いて得られる本発明のゴム組成物において、加硫剤の含有量は、ゴム成分100質量部に対して、好ましくは0.1質量部以上、より好ましくは0.5質量部以上であり、また、好ましくは8質量部以下、より好ましくは5質量部以下である。

【0048】

低燃費性、加工性等の観点から、前記材料混練方法を用いて得られる本発明のゴム組成物において、加硫促進剤の含有量は、ゴム成分100質量部に対して、好ましくは0.5質量部以上、より好ましくは1.5質量部以上であり、また、好ましくは10質量部以下、より好ましくは8質量部以下である。

【0049】

前記方法等により製造した本発明の空気入りタイヤは、乗用車用タイヤ、大型乗用車用、大型SUV用タイヤ、トラック、バスなどの重荷重用タイヤ、ライトトラック用タイヤに好適に使用可能である。

【実施例】

【0050】

以下、実施例及び比較例で使用した各種薬品について、まとめて説明する。

ポリマーA：SBR（スチレン含有量25%）

ポリマーB：SBR（スチレン含有量25%）

ポリマーC：SBR（スチレン含有量39%）

カーボンブラック：N₂SA114 m²/g

シリカ：N₂SA175 m²/g

オイル：（株）ジャパンエナジー製のプロセスX-140

シランカップリング剤：ビス（3-トリエトキシシリルプロピル）ジスルフィド

老化防止剤：住友化学（株）製のアンチゲン6C（N-（1,3-ジメチルブチル）-N'-フェニル-p-フェニレンジアミン）

ワックス：大内新興化学工業（株）製のサンノックN

ステアリン酸：日油（株）製のステアリン酸「椿」

酸化亜鉛：三井金属鉱業（株）製の亜鉛華1号

硫黄：軽井沢硫黄（株）製の粉末硫黄

加硫促進剤1：大内新興化学工業（株）製のノクセラ-CZ（N-シクロヘキシル-2-ベンゾチアゾリルスルフェンアミド）

加硫促進剤2：大内新興化学工業（株）製のノクセラ-D（N,N'-ジフェニルグアニジン）

【0051】

<実施例及び比較例>

（第一工程）

各ポリマーについて、アルファテクノロジー社製のRPA2000型試験機を用い、以下の条件で貯蔵弾性率G'の温度依存性を測定した。

温度域：30～150

昇温条件：3 / min

周波数：10 Hz

歪：2%

図2は各ポリマーのG'の温度依存性であり、これに基づいて、各ポリマーの可塑化温度の有無、その温度、G'30を判定・測定し、結果を表1に示した。

（第二工程）

表3に示す順序で、ポリマーをバンバリーミキサーに投入し、下記条件で素練りを行い、ポリマーA、B及びCからなる混練物1を作製した。

1) ポリマーAの素練り（100 で5分混練り）

2) ポリマーBの素練り（100 で5分混練り）

3) ポリマーCの素練り（100 で5分混練り）

(第三工程)

表2に示す配合内容に従い、硫黄及び加硫促進剤以外の材料をバンバリーミキサーに投入して混練し、混練物2を得た(165 で10分混練り後排出)。

(第四工程)

得られた混練物2、硫黄及び加硫促進剤をオープンロールに投入して混練し、未加硫ゴム組成物を得た(80 で5分混練り)。

(加硫工程)

得られた未加硫ゴム組成物を170 で15分間加硫し、加硫ゴム組成物を得た。

【0052】

上記で得られた未加硫ゴム組成物、加硫ゴム組成物について、下記の評価を行った。結果を表3に示す。

10

【0053】

(ムーニー粘度)

JIS K6300に従い、130 で、未加硫ゴム組成物のムーニー粘度を測定した。実施例1を100として指数表示した。指数が大きいほど加工性に優れることを示す(加工性指数)。

【0054】

(フィラー分散性)

加硫ゴム組成物について、アルファテクノロジー社製のRPA2000型試験機を用いて100、1Hzの条件下にて、歪0.5、1、2、4、8、16、32、64%のG*

20

を測定し、G*の最大値とG*の最小値の差から、下記式によりペイン効果を求めた。

$$G^* = (G^* \text{の最大値} - G^* \text{の最小値}) / G^* \text{の最大値}$$

混練りが効果的に実施されるとフィラーの分散が進み、G*が小さい方がフィラーの分散性が良好である。実施例1を100として指数表示した。指数が大きいほど分散性に優れることを示す(フィラー分散性指数)。

【0055】

【表1】

	ポリマーA	ポリマーB	ポリマーC
30°Cの貯蔵弾性率(kPa)	490kPa	410kPa	280kPa
可塑化温度(°C)	無 (G'が直線的 に下降)	約68°C	約55°C

30

【0056】

【表 2】

配合

配合 (質量部)	ポリマーA	33.3
	ポリマーB	33.3
	ポリマーC	33.3
	カーボンブラック	5
	シリカ	80
	オイル	35
	シランカップリング剤	6.4
	老化防止剤	2
	ワックス	2
	ステアリン酸	1
	酸化亜鉛	2
	硫黄	2
	加硫促進剤1	1.5
	加硫促進剤2	0.5

10

20

【0057】

【表 3】

	実施例	比較例				
	1	1	2	3	4	5
ポリマー投入順序	A→B→C	B→A→C	A→C→B	B→C→A	C→A→B	C→B→A
加工性指数	100	95	75	61	57	53
フィラー分散性指数	100	88	76	72	69	64

30

【0058】

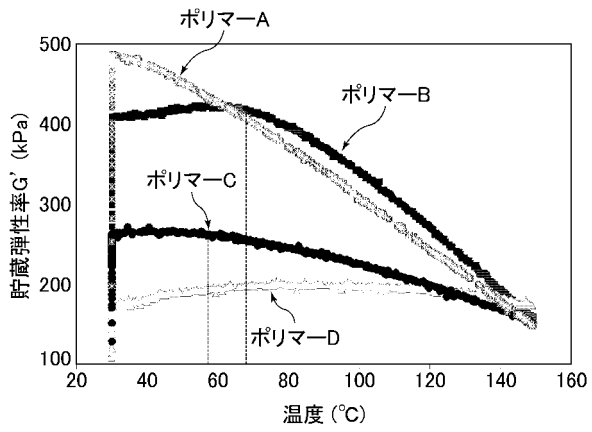
表 1 に基いて判定されたポリマー投入順序 (A B C : 30 における貯蔵弾性率 G'_{30} の大きい順) で投入した実施例 1 は、他の順序で投入した比較例に比べ、加工性、フィラー分散性に優れていた。従って、各ポリマーの 30 における貯蔵弾性率 (G'_{30}) と、各ポリマーの貯蔵弾性率 (G') の温度依存性とに基いて、各ポリマーの投入順序を決定する方法の有用性が確認された。

【0059】

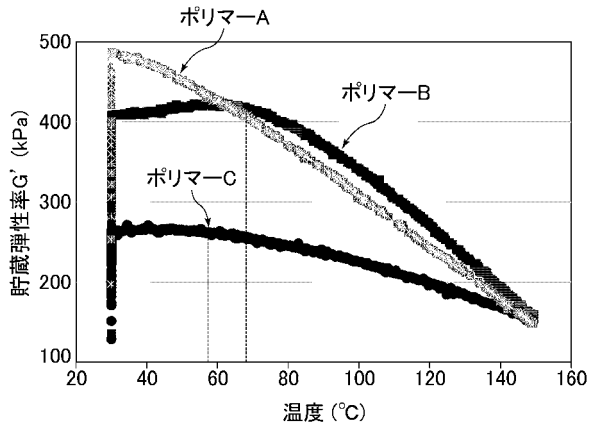
なお、実施例・比較例は、本発明の効果、原理が理解し易いように最低限の材料を用いた例を示したものであるが、タイヤ性能については、フィラーを投入した場合、フィラーの分散の性能への寄与度が大きいと、他の材料を更に投入しても、ほぼ同様の結果が得られる。

40

【 図 1 】



【 図 2 】



フロントページの続き

(72)発明者 北王 彩加

兵庫県神戸市中央区脇浜町3丁目6番9号 住友ゴム工業株式会社内

Fターム(参考) 4F070 AA05 AA07 AA08 AA09 AB11 AB23 AC04 AC05 AC14 AC23
AC32 AC40 AC45 AC46 AC47 AC52 AC94 AE01 AE03 AE04
AE08 AE09 EA04
4F201 AA45 AH20 AR17 AR18 BK01 BK14 BK26 BK73 BK74 BK75