

R1308

## 加硫における硫黄結合様式の特異化(2)

Characterization on cross-linking segments  
in sulfur cross-linked rubber (2)池田 裕子, 安田 和敬  
Yuko Ikeda, Yoritaka Yasuda京都工芸繊維大学大学院 工芸科学研究科  
Graduate School of Science and Technology, Kyoto Institute of Technology

硫黄架橋イソプレングムの硫黄 K 殻 X 線吸収端近傍構造測定を行い、140℃に至る昇温速度によらず、ジスルフィド結合が形成されることを見出した。

Sulfur K-edge XANES measurement was conducted for sulfur cross-linked isoprene rubber in order to evaluate a kind of the sulfide linkage. A formation of disulfide linkage was detected in the vulcanization regardless of a heating rate to 140℃.

**Keywords:** S K-edge XANES, vulcanization, sulfur cross-linking

**背景と研究目的:** 加硫は現在もゴム製品製造における重要なプロセスである[1]。加硫ゴムは構造材料として使用されており、ゴムの加硫反応を制御して性能を改善することは、環境問題、防災問題、エネルギー問題に直結した重要な課題である。しかし、未だ、加硫の反応機構については十分には明らかにされていない。そこで本研究では、硫黄 K 殻 X 線吸収端近傍構造 (XANES) 測定によりイソプレングム (IR) の加硫反応で形成されるスルフィド結合の評価を行なった。

**実験:** 加硫 IR (S-IR) は、二本ロールを用いて IR に加硫試薬を混練した後、室温から 140℃まで昇温させた後、140℃一定で加熱して厚さ数百マイクロメートルの薄膜状試料である。硫黄 K 殻 XANES 測定は、立命館大学 SR センターの BL-10 で分光結晶 InSb(111) を用いて透過法で行った。エネルギー較正は  $K_2SO_4$  粉末測定の Sulfate のピークを 2481.7eV として行った。

**結果および考察:** Fig.1 に熱プレス時間を変量して得た S-IR の S-XANES スペクトルの吸収端ピークトップのエネルギーを加熱時間に対して示す。Disulfide および Polysulfide と示した点線は、それぞれモデル試料を用いて決定した各スルフィ

ド結合を示す。S-IR は加熱時間が長くなるほどポリスルフィドからジスルフィドに変化することが判った。これは、140℃の一定温度下で作製した S-IR の結果と一致し、硫黄連鎖形成には加硫開始時の昇温条件はほとんど影響しないことが判った。

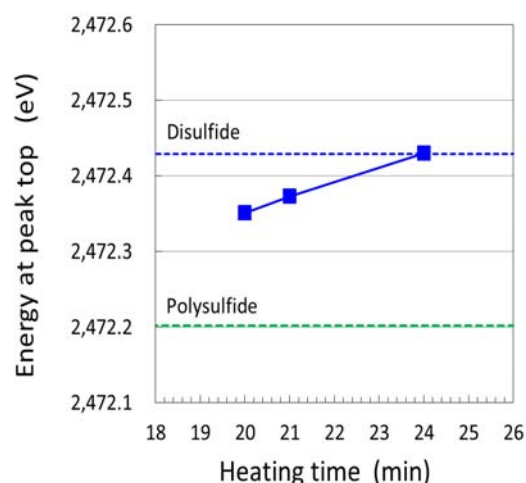


Fig.1 Variation of energy at peak top of Sulfur K-XANES spectra of S-IR in various heating time.

参考文献 : [1] A. Y. Coran, in *Science and Technology of Rubber, second edition*, J. E. Mark, B. Erman, F. R. Eirich, Eds. (Academic Press, San Diego, 1994), chap. 7, pp. 339-385.

論文・学会等発表（予定）

日本ゴム協会討論会にて発表予定。