

R1342

## 加硫反応中の硫黄結合形式の形態変化観察

### Study on variation of sulfide linkages during vulcanization

池田 裕子<sup>a</sup>, 安田 和敬<sup>a</sup>, 小川 雅裕<sup>b</sup>, 太田 俊明<sup>b</sup>  
 Yuko Ikeda<sup>a</sup>, Yoritaka Yasuda<sup>a</sup>, Masahiro Ogawa<sup>b</sup>, Toshiaki Ohta<sup>b</sup>

<sup>a</sup>京都工芸繊維大学大学院 工芸科学研究科, <sup>b</sup>立命館大学 SR センター  
<sup>a</sup>Graduate School of Science and Technology, Kyoto Institute of Technology,  
<sup>b</sup>The SR Center, Ritsumeikan University

120°Cで in situ に硫黄架橋イソプレンゴムの硫黄 K 殻 X 線吸収端近傍構造測定を行うために測定条件の検討を行い、適切な実験系を見出すことができた。

Experimental conditions for in situ sulfur K-edge XANES measurement at 120 °C were examined for evaluation of sulfur cross-linking of isoprene rubber, and a few important points were obtained for the time-resolved analysis.

**Keywords:** Sulfur K-edge XANES, sulfur cross-linking, in situ measurement

**背景と研究目的:** 加硫は現在もゴム製品製造に必須の反応プロセスである[1]。その加硫機構を明らかにして高性能ゴム創生の指針を得ることは、環境問題や防災問題、エネルギー問題から重要な課題となっている。そこで本研究では、120°Cで時分割硫黄 K 殻 X 線吸収端近傍構造 (XANES) 測定を行うために必要な実験条件の検討を行ったので報告する。

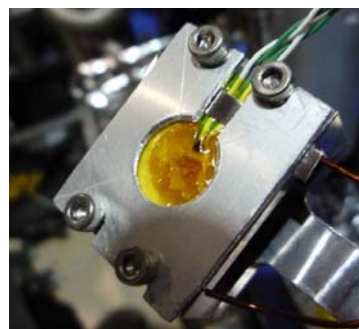


Fig.1 Photograph for the setting of sample on heater plate.

**実験:** イソプレンゴム (IR) 配合物は、二本ロールを用いて加硫試薬を混練し作製した。硫黄 K-edge XANES測定は、立命館大学SRセンターのBL-10にて行った。分光結晶はGe(111)を用い、測定モードは蛍光X線収量法で、エネルギー軸較正にK<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>粉末を用いて行った。

**結果および考察:** 試料固定は、Fig.1に示すように試料を抑える窓材としてX線の高透過率・試料の形態変化と熱に対する強度を考え 7.5 μm厚のカプトン膜を採用し、その上からアルミ板で固定することで高真空下での試料の形状変化も問題無く測定を行うことができた。120°Cでの時分割測定で急速昇温した後、120°C一定で約 6 分ごとのインターバルで連続的にスペクトルが得られることが判った。一例として、Fig.2 に時分割 S-XANESスペクトルを示す。全スペクトル

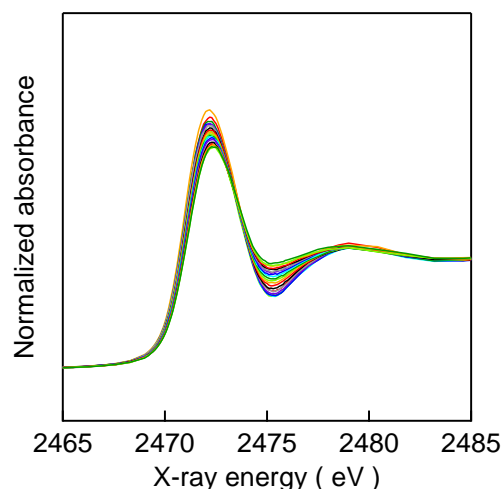


Fig.2 In situ S-XANES spectra of IR compound during vulcanization.

が明確に吸収端を示した。本結果は蛍光法によるゴムの加硫に関する初めての in situ S-XANES測定結果である。

**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）**

2014年度国際雑誌投稿予定。