

XAFSを利用したポリマーの架橋構造解析

東洋ゴム工業(株)

利用者名 大江 裕彰

ビームライン BL05

利用者の所属

利用分野 材料分析

東洋ゴム工業株式会社

活用技術 軟X線吸収分光

利用者の業種 製造業

利用年度 2011年

利用成果の概要

主要なゴム材料のほとんどに使用される架橋剤である硫黄に着目して放射光XAFS測定を行い、ゴム中の架橋形態評価を実施した。

(1) 利用目的

架橋構造の制御はゴム材料の高性能化のための主要な要素である。汎用ゴム製品のほとんどに硫黄による架橋操作が施されており、他の架橋剤よりも機械的特性に優れている。しかし、その汎用の分析技術では架橋構造を評価するのに十分な情報が得られず、硫黄架橋形態を高度に制御する技術は未だ確立されていない。そこで放射光X線に着目し、硫黄をターゲットとしたXAFS測定を実施することで、架橋形態評価に対して有力なツールとなり得るかを検討した。

(2) 実験方法

イソプレンゴム/酸化亜鉛/硫黄系で架橋時間を調整し、ゴムサンプル①>②>③の順で架橋部のポリスルフィド成分が減少するようにサンプルを作成した。それぞれの冷凍粉碎品を全電子収量法、蛍光法によって測定した。またポリ、ジ、モノスルフィド成分の標準サンプルとして、それぞれ硫黄、テトラベンジルチウラムジスルフィド、N-シクロヘキシル-2-ベンゾチアゾールスルフェンアミドを選んで測定した。さらに架橋反応の副生成物としてZnSが生起するため、その標準サンプルとしてZnSを追加測定した。

(3) 実験結果

・全電子収量法

標準サンプルでは微細構造の差異が吸収端から確認できたが、ゴムサンプルからは考察にいたる詳細な情報が得られず、絶縁材料であるゴムの粉碎処理において粒径が十分細かいものではないことが原因と考えられた。

・蛍光法

絶縁材料でも評価可能な蛍光法では、図のようにS-K端のXAFSスペクトルを得ることができた。ポリスルフィド成分の異なるサンプルで吸収端の形状、強度、シフト量に差が現れた。

兵庫県立大学ニュースバル
先端研究施設共用促進事業トライアルユース成果公開

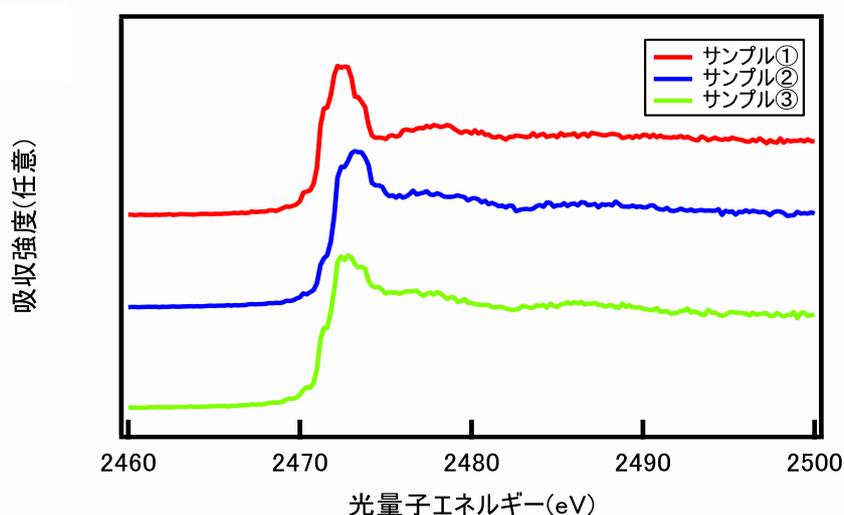
未反応試薬残渣や副生物の干渉を排除する必要があるので今回のデータ精度はまだ不十分であるが、ゴム中の架橋形態を追跡できる可能性を見いだした。

(4) 成果の波及効果、今後の見通し

放射光XAFS測定でゴム中の架橋形態を追跡できる可能性を今回のトライアルで示せた。今後、精度向上による定量評価、反応させながらの時分割測定などゴム架橋構造制御のための評価ツールとして放射光XAFSを活用していきたい。

図面等

S-K端評価のXAFSスペクトル



問い合わせ先 兵庫県立大学 高度産業科学技術研究所
ニュースバル放射光施設共用促進室
〒678-1205 兵庫県赤穂郡上郡町光都 1-1-2
TEL:0791-58-2543 FAX:0791-58-2504
E-mail : kyoyo@lasti.u-hyogo.ac.jp