

スルフェンアミド系加硫促進剤について (12)

ベンゾチアゾリルスルフェンアミド系加硫促進剤の加硫性能は、ベンゾチアゾール基に結合するアミノ基に大きく依存することが知られている。一般にスルフェンアミド系加硫促進剤の加硫遅効性及び加硫促進能力は、アミノ基の塩基性すなわち、N原子の電子密度、及び立体障害によって影響されるといわれている¹⁾。

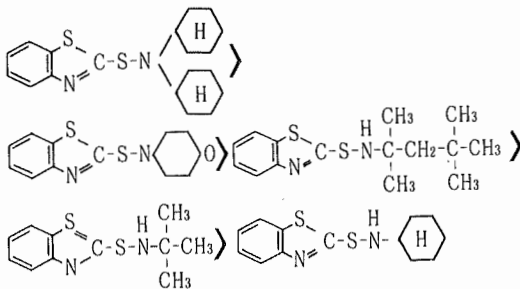
NOC 技術ノートにおいても、スルフェンアミド系加硫促進剤の特徴・性能については既に紹介してきており²⁾、その中で、ブチルアミンの構造(*n*-, *iso*-, *sec*-, *tert*-)によって、耐スコーチ性が異なることが認められ、立体障害の大きいターシャリーブチルアミンが結合したスルフェンアミド(略号 NS)が最もスコーチ安全性に優れ、しかも加硫の立ち上がりが速いことが認められた³⁾。

今回は、ターシャリーブチルアミンよりも更に立体障害の大きいターシャリーオクチルアミンの結合したスルフェンアミドを試作合成し⁴⁾(略号 TOBS)、モル配合でゴム配合(NR 配合)試験を行ったので紹介する。

ムーニススコーチ試験から、耐スコーチはノクセラール MSA > TOBS (略号) > NS (略号) > ノクセラール CZ > M-sec-BA (略号) の順に増大することが認められる。

また、レオメータ加硫試験から、TOBS (略号) はノクセラール MSA と NS (略号) の中間の加硫挙動を示すことが認められる。

TOBS (略号) については、A. Dibbo ら⁵⁾も検討しており、スルフェンアミド系加硫促進剤を配合した(phr 配合)ゴムが加工中(混練り・押出し)に熱履歴を受けた場合のスコーチ安全性を調べ、



の順にスコーチ安全性が大きいことを認めている。

引用文献

- 1) E. Morita: *Rubber chem. Technol.*, **153**, No. 3,

393(1980)

- 2) NOC 技術ノート No. 100~102, No. 111~118: 日ゴム協誌, **42**第4号~第7号(1969), **43**第3号~第10号(1970)
 3) NOC 技術ノート No. 112: 日ゴム協誌, **43**第4号(1970)
 4) U. S. 3038888(1962)
 5) A. Dibbo, et al.: *Rubber chem. Technol.*, **36**(4), 911(1963)

実 験

1. 配 合

NR (RSS#1)	100
ステアリン酸	3
酸化亜鉛	3
ISAFブラック	50
プロセス油	5
硫 黄	2
加硫促進剤試料	1/400 2/400モル

2. 試 料

加硫促進剤試料	化学名及び構造式
ノクセラール CZ	N-Cyclohexyl-2-benzothiazolylsulfenamide
ノクセラール MSA	N-Oxydiethylene-2-benzothiazolylsulfenamide
NS (略号)	N-tert-butyl-2-benzothiazolylsulfenamide
M-sec-BA (略号)	N-sec-butyl-2-benzothiazolylsulfenamide
TOBS (略号)	N-tert-octyl-2-benzothiazolylsulfenamide mp 100~101°C

3. ムーニースコーチ試験

JIS K 6300 に準拠, ML-1 (125°C)

試料	配合量モル ()内 phr	MV	t ₅	t ₄₈₀
CZ	1/400 (0.66)	31	17'58"	1'57"
	2/400 (1.32)	29	18'17"	1'19"
MSA	1/400 (0.64)	29	20'15"	3'42"
	2/400 (1.27)	28	24'45"	3'00"
NS	1/400 (0.60)	29	18'05"	2'15"
	2/400 (1.19)	28	19'30"	2'05"
M-sec-BA	1/400 (0.60)	31	15'30"	2'05"
	2/400 (1.19)	29	15'40"	1'28"
TOBS	1/400 (0.73)	28	21'40"	2'30"
	2/400 (1.47)	27	22'32"	2'21"

4. レオメータ試験

モンサント ODR-100, 振幅角1°,
振動数 100 cpm, 150°C

試料	配合量モル ()内 phr	M _{HR} (N·m)	t' _{c(10)}	t' _{c(60)}
CZ	1/400 (0.66)	3.6	4'10"	10'40"
	2/400 (1.32)	4.3	4'20"	7'20"
MSA	1/400 (0.64)	3.6	5'00"	13'10"
	2/400 (1.27)	4.3	5'50"	9'20"
NS	1/400 (0.60)	3.7	4'20"	12'00"
	2/400 (1.19)	4.4	4'40"	8'00"
M-sec-BA	1/400 (0.60)	3.6	4'00"	11'00"
	2/400 (1.19)	4.2	3'40"	7'30"
TOBS	1/400 (0.73)	3.7	4'50"	12'20"
	2/400 (1.47)	4.3	5'20"	9'00"

5. 引張試験

JIS K 6301-75に準拠, プレス加硫150°C

試料	配合量モル ()内 phr	加硫 時間(分)	T _B (MPa)	E _B (%)	M ₃₀₀ (MPa)	H _s (JIS A)
CZ	1/400 (0.66)	11	25.3	500	13.0	65
		15	24.2	490	13.1	65
	2/400 (1.32)	8	27.7	510	16.0	68
		15	27.3	460	15.7	69
MSA	1/400 (0.64)	13	25.6	500	13.0	65
		20	23.5	480	12.6	65
	2/400 (1.27)	10	26.7	490	15.4	68
		15	25.9	460	15.9	69
NS	1/400 (0.60)	12	25.6	520	12.8	65
		20	24.1	500	12.9	65
	2/400 (1.19)	8	27.2	490	16.0	69
		15	27.3	480	16.3	69
M-sec-BA	1/400 (0.60)	11	22.7	520	12.7	66
		15	24.6	500	12.7	66
	2/400 (1.19)	8	28.0	500	15.6	68
		15	27.3	470	16.0	68
TOBS	1/400 (0.73)	13	24.7	500	12.8	65
		15	23.8	480	13.0	65
	2/400 (1.47)	9	28.5	520	15.2	68
		15	27.2	450	16.1	69

SI単位 換算 1 kg f/cm²=0.0980665 MPa

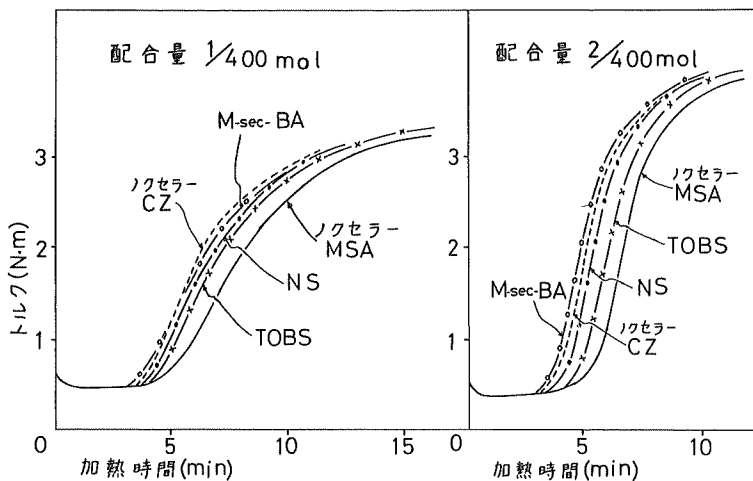


図1. レオメータ加硫曲線, モンサントODR-100, 150°C