

ゴム混練中における加硫促進剤の熱履歴と その加硫挙動について(7)

現在、ゴムの混練りは生産性の向上から、オープンロールに代わってインターナルミキサーが主流になっている。インターナルミキサーによるゴムの混練りでは、ゴム温度は100~160°Cの高温になるため、加硫系薬剤(硫黄、加硫促進剤など)の配合は練りゴムをミキサーから一旦排出し、冷却した後に再び配合する方法(二段法)が一般に行なわれている。生産性を上げるために、一段法で加硫系薬剤をすべて配合することが望まれているが、スコッチの危険性から困難な場合が多い。

しかし、数種類の加硫促進剤を再練り時に配合するのは煩わしいため、加硫促進剤は一段の段階で配合しておく、冷却後硫黄だけを再練り時に配合する方法も行なわれている。この場合の問題点として、硫黄不在下でも加硫促進剤が熱履歴を受けるため、変質、分解などが起こり、スコッチの危険性、加硫性能の低下が起こる。特にスルフェンアミド系加硫促進剤の場合、スコッチタイムの著しい短縮が認められている(NOC 技術ノート No. 313)。また、加硫促進剤が硫黄不在下で熱履歴を受ける場合、酸化亜鉛の共存が加硫挙動の変化を小さく抑え、好ましいことがわかった(NOC 技術ノート No. 320)。

今回は、スルフェンアミド系加硫促進剤(ノクセラール MSA)がスコッチ防止剤の CTP (N-シクロヘキシルチオフタルイミド)と共存下で熱履歴を受けた場合の加硫挙動について紹介する。

表1の配合に基づき、表2の配合手順に従って、A~

J方法で指定した加硫系薬剤を正確に所定量配合し(冷ロール配合)、更にパンバリー高温練りで熱履歴を与え、その後冷ロールで残りの加硫系薬剤を配合し、加硫挙動の変化を調べた(ムーニースコッチ及びレオメータ加硫試験)。

今回の実験データ(表3、表4及び図1)から、スコッチ防止剤の CTP は、ゴム混練中に熱履歴を受けてもスコッチ防止効果の低下は認められず(A方法)、熱安定性は優れていることがわかる。

そして、加硫促進剤(特にスルフェンアミド系)がゴム混練中(硫黄不在下)に、熱履歴を受ける場合、酸化亜鉛の共存のほかに、更にスコッチ防止剤の CTP を共存させることによって、スコッチの安全性が改善される(F方法)。

実 験

1. 配合 表1

SBR (1712)	137.5	}	ロール配合
ステアリン酸	1		
HAF ブラック	60		
酸化亜鉛	5	}	加硫系薬剤 (配合手順は 表2に示す)
加硫促進剤*1	1		
硫黄	2		
CTP*2	0.5		

*1 ノクセラール MSA

*2 スコッチ防止剤(N-シクロヘキシルチオフタルイミド)

表2 加硫系薬剤の配合手順

配合方法	冷ロール配合 (40~50°C)		パンバリー高温練り (130→150°C, 6分間)		冷ロール配合 (40~50°C)	
A	CTP	→	熱履歴	→	促進剤+酸化亜鉛+硫黄	
B	CTP+酸化亜鉛	→	〃	→	促進剤+硫黄	
C	CTP+硫黄	→	〃	→	促進剤+酸化亜鉛	
D	CTP+硫黄+酸化亜鉛	→	〃	→	促進剤	
E	CTP+促進剤	→	〃	→	硫黄+酸化亜鉛	
F	CTP+促進剤+酸化亜鉛	→	〃	→	硫黄	
G	CTP+促進剤+酸化亜鉛+硫黄	→	〃			
H	CTP+促進剤+酸化亜鉛+硫黄	→	熱履歴なし			
I	促進剤	→	熱履歴	→	硫黄+酸化亜鉛	
J	促進剤+酸化亜鉛	→	〃	→	硫黄	

2. ムーニースコーチ試験

JIS K 6300 に準拠, ML-1 (135°C)

表 3

配合方法	V _m	t ₅	t ₃₅
A	31	39.4'	46.2'
B	31	36.0'	43.7'
C	32	31.9'	39.3'
D	32	22.6'	31.8'
E	30	22.8'	28.5'
F	30	32.1'	41.5'
G	33	19.1'	27.2'
H	32	39.4'	45.3'
I	33	13.7'	16.5'
J	32	19.5'	21.3'

3. レオメータ加硫試験

モンサント ODR-100, (160°C)

表 4

配合方法	M _{HF} (N·m)	t' _{c(10)}	t' _{c(90)}
A	2.8	9.5'	18.0'
B	2.9	9.0'	18.0'
C	2.9	8.3'	16.5'
D	2.9	6.0'	13.0'
E	2.6	6.8'	15.5'
F	2.9	7.5'	16.0'
G	2.9	5.5'	13.0'
H	2.8	9.7'	18.5'
I	2.6	4.5'	12.5'
J	2.9	6.0'	14.0'

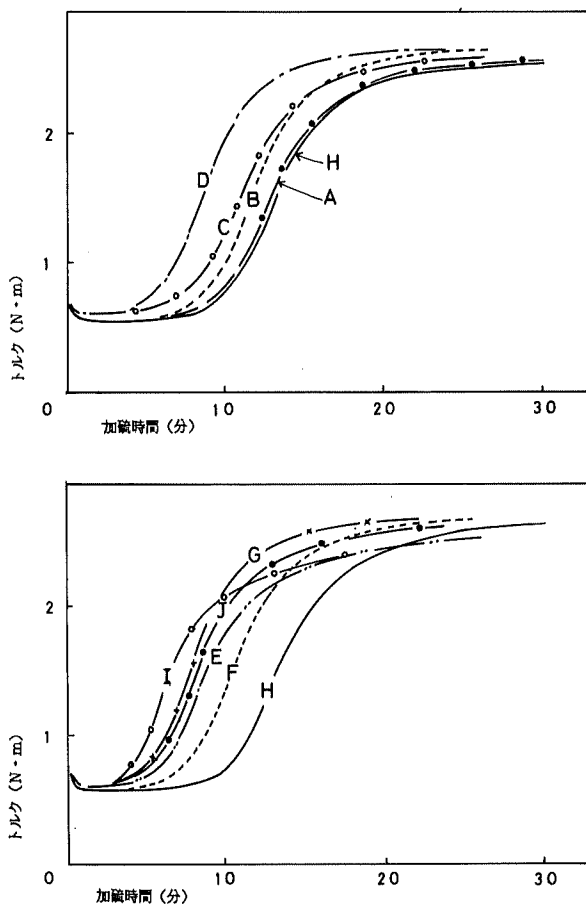


図 1 レオメータ加硫曲線図, モンサント ODR-100 (160°C)

大内新興化学工業株式会社