

紹介

NOC 技術ノート No. 41

有機ゴム薬品の熱安定性について

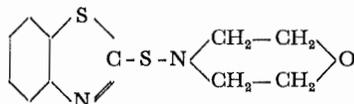
(2) ノクセラー MSA の熱分解温度

前回のノクセラー CZ に引き続き、今回も同じくスルフェンアミド系の運動性加硫促進剤ノクセラー MSA について御報告します。

ノクセラー MSA の紹介

化学名

N-Oxydiethylene-2-benzothiazole sulfenamide



性状

- ・外 観 淡黄褐色粉末
- ・融 点 85.0°C以上
- ・水 分 0.50%以下
- ・灰 分 0.50%以下

実験データ

(2) ノクセラー MSA の熱分解温度

2.1 試料

ノクセラー MSA

2.2 方法

定温加熱試験、昇温加熱試験とも前回ノクセラー CZ の場合と同様な方法で行なった。

2.3 試験結果

2.3.1 定温加熱試験

ノクセラー MSA の定温加熱による重量減および融点降下のおよび図 3 に示す。加熱試料は 122°C、2 時間頃から淡紅色を帯び始め、152°C では次第に褐色となる。融点降下は 122°C、5 時間から始まり、加熱減量の速度は比較的小さいので、ノクセラー CZ にくらべて安定性が大きいとみられる。

2.3.2 昇温加熱試験

ノクセラー MSA の昇温加熱試験による重量減および融点降下のおよび図 4 に示す。重量減は 150°C 以上から始まり、180°C 以上になると急に激しくなり、270°C

では90%以上減量する。減量の始まる 150°C 附近から徐々に試料は黄変し、融点降下が起る。210°C を過ぎると急激な沸騰現象がみられ残留物はレジン化する。

2.4 ノクセラー MSA の熱分解に関する考察

試料が約 2%減量した点、すなわち定温加熱試験では 122°C、4~5 時間、昇温加熱試験では 160°C (図 4 D₁) から融点降下・変色が始まる。この点は熱分解開始点と推定される。昇温加熱試験では 180°C (図 4 D₂) から融点降下・変色が顕著となる。この温度は熱分解反応活性化温度と推定される。定温加熱試験では 152°C、5 時間以後で融点降下・変色が顕著となる。210°C (図 4 D₃) でノクセラー MSA の熱分解の第 1 段階は終るものと推定される。

図 3 ノクセラー MSA の定温加熱変化

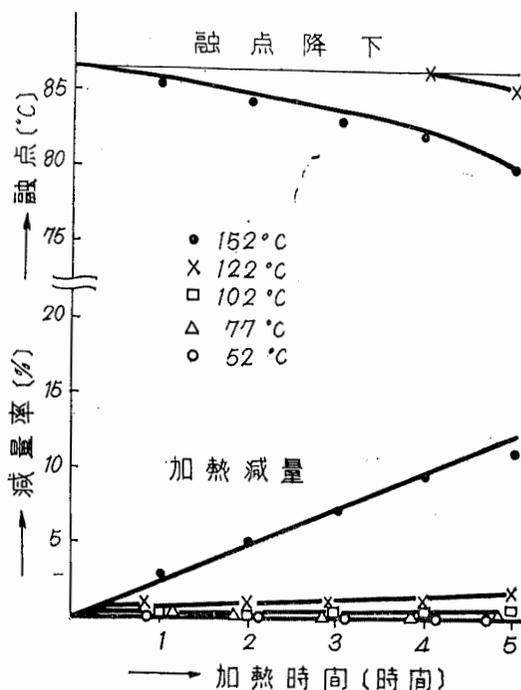
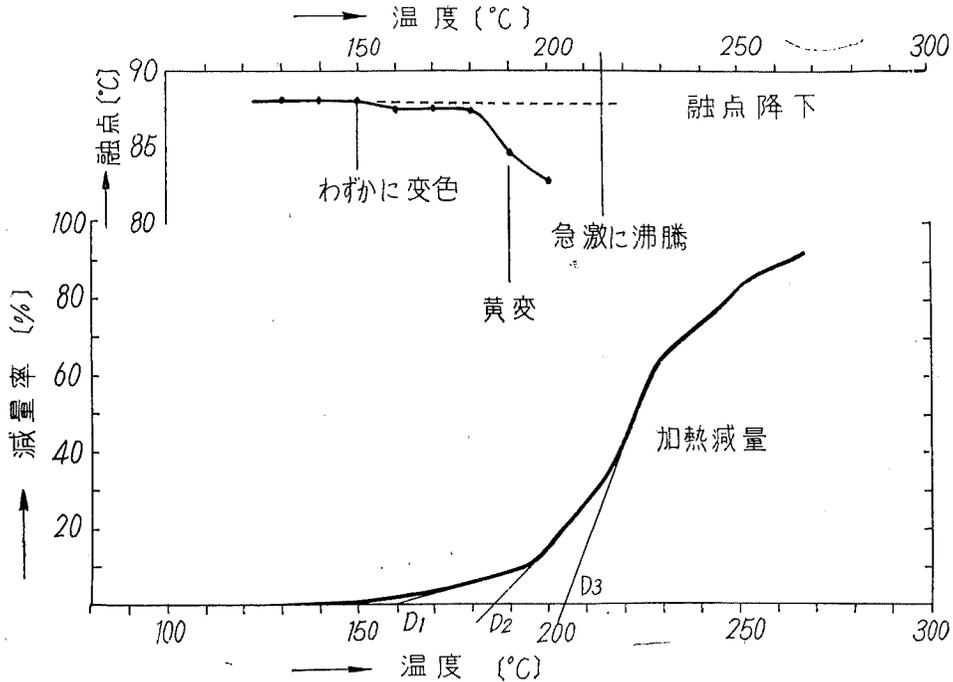


図4 ノクセラー MSA の昇温加熱変化



以上がスルフェンアミド系の遅効性加硫促進剤ノクセラー CZ・ノクセラー MSA の熱分解に関する特性ですが、これらのほかにスルフェンアミド系の遅効加硫促進剤としてはノクセラー PSA (N,N-Di-isopropyl-2-benzothiazole sulfenamide) があります。

ノクセラー PSA の熱分解に関して簡単に述べると次のようになります。

ノクセラー PSA では融点降下と変色がみられるのは定温加熱試験においても昇温加熱試験においても重量減が3~4%に達する点からであり、定温加熱試験では122°C、2~3時間、昇温加熱試験は160°Cである。加熱試料の融点は、融け始めでは温度の変化は少ないが、融点附近から融け終りの温度が次第に高くなることから熱分解は徐々に起り始めるものと推定される。急激な分解は195°C位から起る。

最後にスルフェンアミド系の遅効性加硫促進剤ノクセラー CZ・ノクセラー MSA・ノクセラー PSA の熱分解温度についてまとめると次のようになります。

昇温加熱試験ではノクセラー CZ は145°C位から熱分解が始まり、170°Cで分解が活発になり、200°Cでその第

1段階が終る。ノクセラー MSA は160°C位から熱分解が始まり、180°C位からその速度が増し、210°C位で急激な分解を起す。ノクセラー PSA は140°C位から熱分解が始まり、次第に分解がはやくなって195°Cで急激な分解を起し、短時間でその第1段階を終る。

定温加熱試験ではノクセラー CZ は102°C、2~3時間で、ノクセラー MSA は122°C、4~5時間で、ノクセラー PSA は122°C、2~3時間で熱分解が始まる。

なお、ノクセラー CZ およびノクセラー PSA の152°C、3~4時間熱分解物からは mercaptobenzothiazole (M) が、ノクセラー MSA の同温度・同時間熱分解物からは 2,2'-dithio-dis-benzothiazole (DM) がそれぞれ分離されたことから、これら三物質の熱分解の第1段階は、mercaptobenzothiazole 部と、アミン部の結合が切断されるものと思われる。