

熔融電界紡糸法により調整された不溶性硫黄の構造と特性評価

三新化学工業株式会社 ○寺田直樹・高下勝滋，
横浜国立大学大学院 上野和英，山口大学大学院 堤宏守

<緒言>

不溶性硫黄は、普通硫黄(S_8)と異なり、鎖状に硫黄原子が連なったポリマー構造を有する。そのため、通常の S_8 と異なり、二硫化炭素に不溶で、ゴム状炭化水素にも溶解しない。その性質から、ラジアルタイヤ生産において、ゴムとスチールコードとの接着配合における硫黄のブルーミングを防止する特徴を有するため、タイヤの生産に欠かせない原料として位置付けられている。不溶性硫黄は S_8 を原料として生成されるものの、 S_8 から不溶性硫黄への転換率は40~65%程度と低い。また、不溶性硫黄は50℃以上の温度域で徐々に S_8 に戻り、これによってブルーミングが発生することから、熱安定性が重要な品質となっている。本研究では、高分子化合物の改質方法として知られている熔融電界紡糸法を利用して、不溶性硫黄の調製を行い、紡糸時の諸条件を種々変えた際の、 S_8 から不溶性硫黄への転換率と、得られた不溶性硫黄の熱安定性を評価した。

<実験>

S_8 を130℃に加温した状態で、ヨウ素を所定量添加、混合した後、これを室温まで冷却して、粉碎、篩別したものを熔融電界紡糸用の試料とした。調製した繊維状硫黄は、恒温乾燥器を用いて大気下で60℃、90分間熱処理を行った後、二硫化炭素による S_8 の抽出処理(25℃、10分間)を行い、不溶性硫黄への転換率を算出した。DSC測定により、抽出後の不溶性硫黄の熱安定性の評価を行った。

<結果・考察>

Fig. 1に、熔融電界紡糸時の硫黄熔融温度と不溶性硫黄への転換率の関係を示す。硫黄熔融温度を高くすることにより、硫黄から不溶性硫黄への転換率が高くなる傾向が確認された。Fig. 2に、原料に用いた硫黄へのヨウ素添加量と不溶性硫黄の熱安定性の関係を示す。熔融温度240℃あるいは260℃において調製した結果に注目すると、ヨウ素添加量を増すことで、不溶性硫黄の熱安定性が高くなる傾向が確認された。

以上の結果から、硫黄の熔融電界紡糸時の諸条件が不溶性硫黄の性質に影響を与えることが確認された。さらに、熔融電界紡糸法で得られた硫黄状繊維に対して、後から熱処理を行った際の転換率と熱安定性の変化については、当日、詳細に報告する。

てらだ なおき・こうげ かつしげ，うえの かずひで，つつみ ひろもり

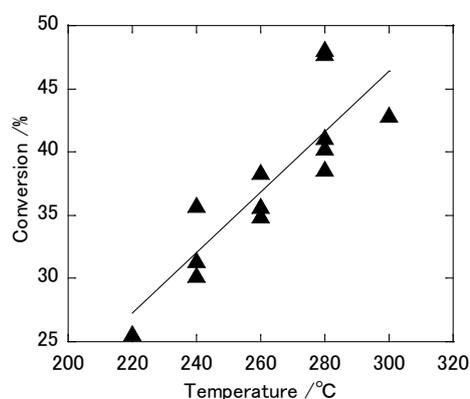


Fig.1 Effect of molten temperature of sulfur on conversion of insoluble sulfur.

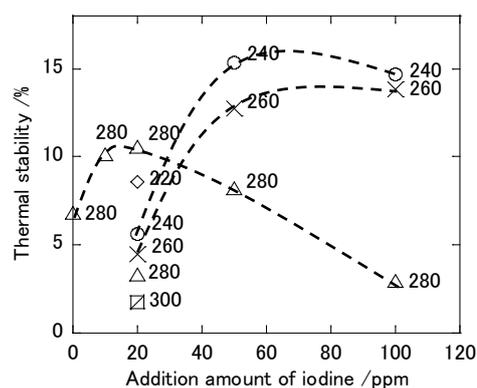


Fig.2 Effects of addition amount of iodine and molten temperature of sulfur on thermal stability of insoluble sulfur. The numbers in the figure indicate the molten temperature of sulfur in degree C.