

合成ゴムの分析法

この分析法は、不飽和の合成物質で、関税定率法別表第 40 類注 4 (a) に規定される、「硫黄による加硫により不可逆的に非熱可塑性物質とすることができ」の確認が必要なものについて適用する。

この分析法の適用対象となる不飽和の合成物質は次のとおり。

- ・ポリブタジエン
- ・アクリロニトリル-ブタジエン共重合体
- ・ポリイソプレン
- ・スチレン-ブタジエン共重合体
- ・水素化アクリロニトリル-ブタジエン共重合体
- ・エチレン-プロピレン-非共役ジエン共重合体
- ・イソブテン-イソプレン共重合体
- ・臭素化イソブテン-イソプレン共重合体
- ・エピクロロヒドリン-エチレンオキサイド-アリルグリシジルエーテル共重合体
- ・スチレン-ブタジエン-スチレンブロック共重合体
- ・スチレン-イソブレン-スチレンブロック共重合体
- ・水添スチレン-ブタジエン共重合体

1. 試験法の概略 試料の加硫前後の溶解性を比較することにより、硫黄による架橋の確認をする（加硫前は可溶、加硫後は不溶または難溶）もので、以下の手順により行う。

- ① 試験片の作成
- ② 有機溶媒中に浸漬後の試験片形状の確認

2. 試薬及び器具

- (1) クロロホルム
- (2) オルトジクロロベンゼン（クロロホルムの溶解性試験では硫黄による加硫の確認ができない場合に使用）
- (3) ガラス製薬品びん「JIS R 3522 に規定する PS4、PS5 又は PS6 規格のもの（容量：35～55 mL）」（容量：30～50 mL）

3. 装置

- (1) プレス成型機及びシート作成用金型（内寸が約 150 mm×150 mm×1.9～2 mm のもの）
- (2) ガラス薬品びんの加温装置（オルトジクロロベンゼン使用時）：例 ドライブロックバス

4. 測定操作

4.1 試験片の作製

- (1) 未加硫ゴム試験片
完成したシートの厚さが 2.0～3.0 mm になるように試料を金型に入れ⁽¹⁾、プレス成型機で、下記(2)の加硫ゴム試験片作成で用いた加硫条件と同じ時間、温度、圧力によりシートを成型し、縦 1.0 cm×横 2.0 cm の試験片を切り出す。
注 1) 試料が低密度で粉体に近い性状である場合は、密閉式混練機等を用いて、塊状にするとシートを作成しやすい。
- (2) 加硫ゴム試験片
JIS 等を参考に、硫黄、加硫助剤、加硫促進剤等（関税定率法第 40 類注 4 (a) で許容されているものに限る）を加えて混練りし、得られた配合試料を、上記(1)と同様に、完成したシートの厚さが 2～3 mm になるように金型に入れ、一定時間、加熱、加圧することにより、加硫を行う。得られたシートから縦 1 cm×横 2 cm の試験片を切り出す。

4.2 溶解性試験（クロロホルム使用） クロロホルムをガラス製薬品びん 2 本に入れ、その中に上記 4.1 (1) の未加硫ゴム試験片、(2) の加硫ゴム試験片をそれぞれ浸漬させ、室温で静置する。ガラス製薬品びんに蓋をする等により、静置中にクロロホルムが揮発しないようにする。6～24 時間程度経過後の各試験片の状態の変化（溶解、膨潤等）を確認する。

クロロホルムの溶解性試験では硫黄による加硫の確認ができない場合に限り、下記 4.3 のオルトジクロロベンゼンによる溶解性試験を行う。

4.3 溶解性試験（オルトジクロロベンゼン使用） オルトジクロロベンゼンをガラス製薬品びん 2 本に入れ、その中に上記 4.1 (1) の未加硫ゴム試験片、(2) の加硫ゴム試験片、をそれぞれ浸漬させ、ドライブロックバス等を用いて 140 ℃に加熱し、保温する。ガラス製薬品びんに蓋をする等により、保温中にオルトジクロロベンゼンが揮発しないようにする。加熱開始から 2 時間、4 時間、6 時間の各時間経過後、試験片の状態の変化（溶解、膨潤等）を確認する。重合体の種類により、加硫ゴム試験片が 6 時間以内に分散してしまうものもある。その場合は、6 時間経過を待たずに、2 時間経過後、あるいは 4 時間経過後の未加硫ゴム試験片と加硫ゴム試験片の状態の変化（溶解、膨潤等）を確認する。

5. 参考文献

- (1) 都築まどか，家田繭子，村瀬佑一，渡邊裕之：関税中央分析所報，**62**，69（2022）
- (2) JIS K 6299:2012 ゴム—試験用試料の作製方法