資　料

加硫合成ゴムの熱分解生成物の IR スペクトル

関　川　義　明*，藤　田　桂　一**

1　目　　的

加硫合成ゴム製品は，多量の無機充填料等によりその性状から，ゴムかプラスチック製品かを判定するのには困難な場合もあり，その高分子成分より判定しなければならない。

一般に，加硫合成ゴム製品は有機溶剤に不溶，多量の無機充填料及び着色料が含有されているため，直接 IR スペクトルによる高分子成分の定性は殆んど不可能な場合が多い。これらの物については，熱分解生成物の IR スペクトル，熱分解ガスクロマトグラフィー等による方法が有用である。

そこで，各種合成ゴムに硫黄等の配合薬品を加え，加硫ゴムを作り，熱分解生成物の IR スペクトルを測定し，合成ゴムの種類の鑑別を試みたのでその結果について報告する。

今回は特に，簡便に合成ゴムの種類の鑑別が行えることを考慮し，試験管内でガスバーナーによる熱分解する方法により実験を行った。

2　実　　験

(1)　実験に用いた各種合成ゴムは，当所に分析依頼のあったもので，合成ゴムの物理試験に合格したもの。

(2)　薬品の配合及び加硫条件等は，当所の方法により行った。

(3)　熱分解は細かく裁断した加硫シートを試験管に入れ，ガスバーナーにより加熱分解させ，中程に凝集した液状又はペースト状の生成物を KBr 板に塗布し，IR スペクトルを測定した。

＊　大蔵省関税中央分析所　271　千葉県松戸市岩瀬 531
＊＊長崎税関輸入部　850　長崎市出島町 1 番 36 号

3　結　　果

３・１　各種加硫合成ゴムの熱分解生成物の IR スペクトル

Fig.1 から Fig.15 より，熱分解生成物の IR スペクトルを測定しても，各種合成ゴムの成分による特徴的な吸収ピークが認められ，合成ゴムの種類の鑑別が可能であると考えられる。

各種類の未加硫合成ゴムの熱分解生成物の IR スペクトルと，加硫合成ゴムの熱分解生成物のそれとを合せて比較検討したが大差は認められなかった。

3・1 の IR スペクトルにおいて，上図は合成ゴムの IR スペクトル，下図は加硫合成ゴムの熱分解生成物の IR スペクトルを示す。ただし，チオコール及びウレタンゴムの下図は，未加硫の熱分解生成物の IR スペクトルである。

３・２　多量の無機充填料による影響

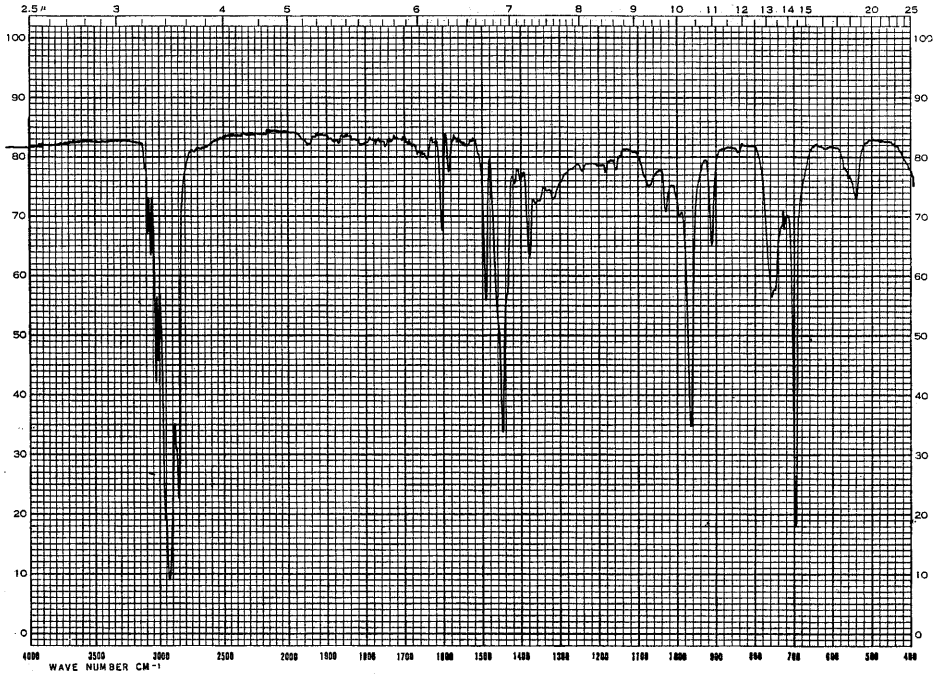
特にカーボンブラックについては，架橋作用があると報告されているので検討を行ったが，カーボンブラックによる影響は特に認められなかった。多量の無機充填料が配合されていても，熱分解生成物の IR スペクトルを測定することにより鑑別が行えると考えられる。

Fig.16 は，カーボンブラック 30 部を配合して実験を行った結果を示す。

３・３　熱分解の加熱加剰による影響

試料採取量が少量の場合は，熱分解の際に，加熱加剰になることが考えられ，加熱加剰による変化があらわれるかを検討したが，Fig.17，18 及び 19 より少量試料の場合でも，加熱加剰による変化は特に認められず，鑑別には支障がないと考えられる。

(1)　スチレン・ブタジエンゴム



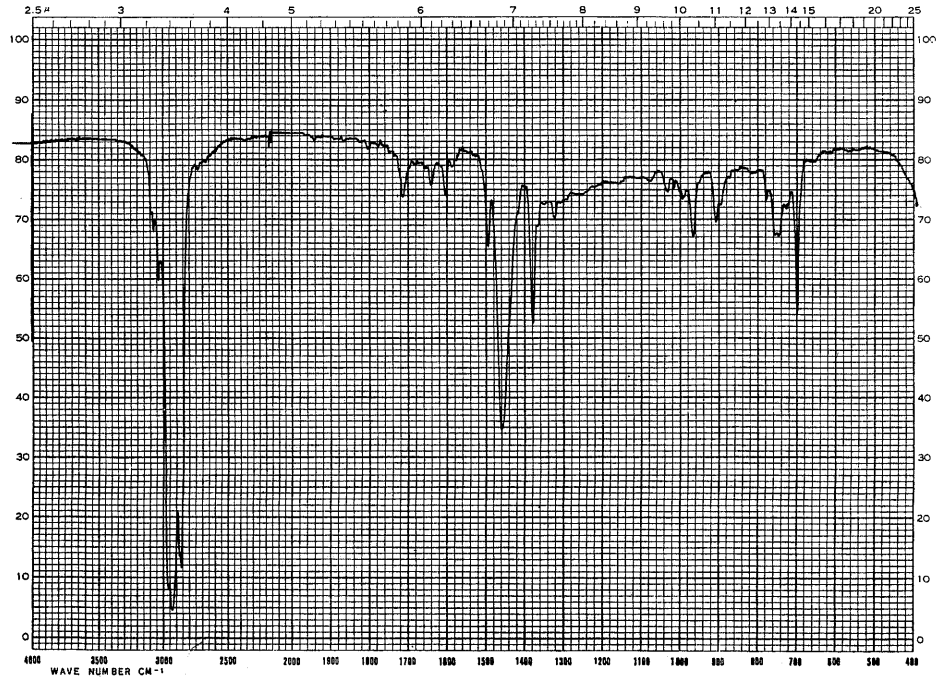
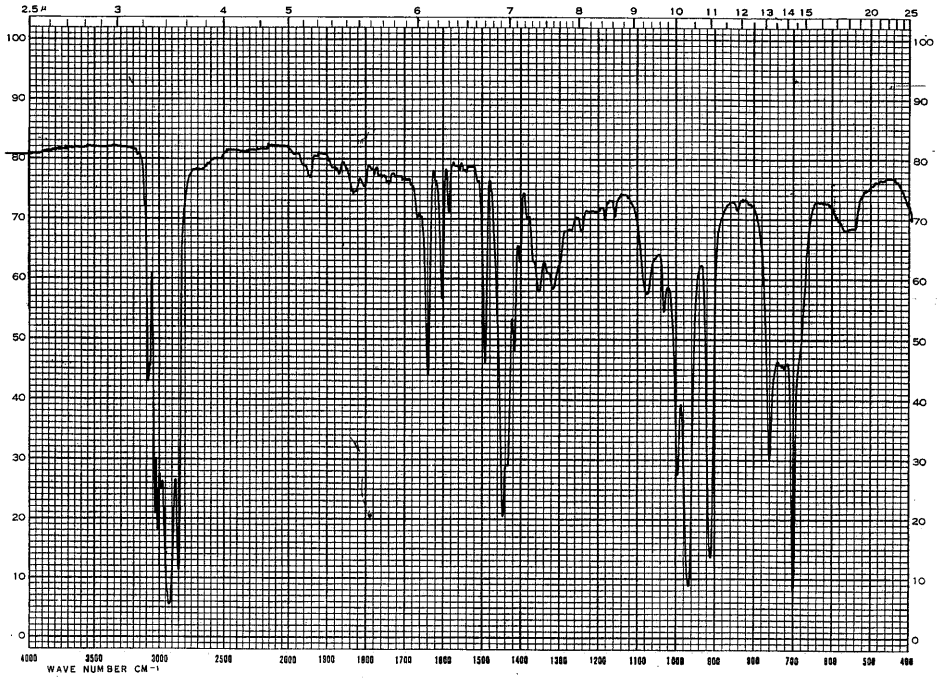


Fig.1　Styrene・Butadiene Rubber (block copolymer, styrene 45%)
(top) Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom) Pyrolyzate of vulcanized rubber

(2)　スチレン・ブタジエンゴム



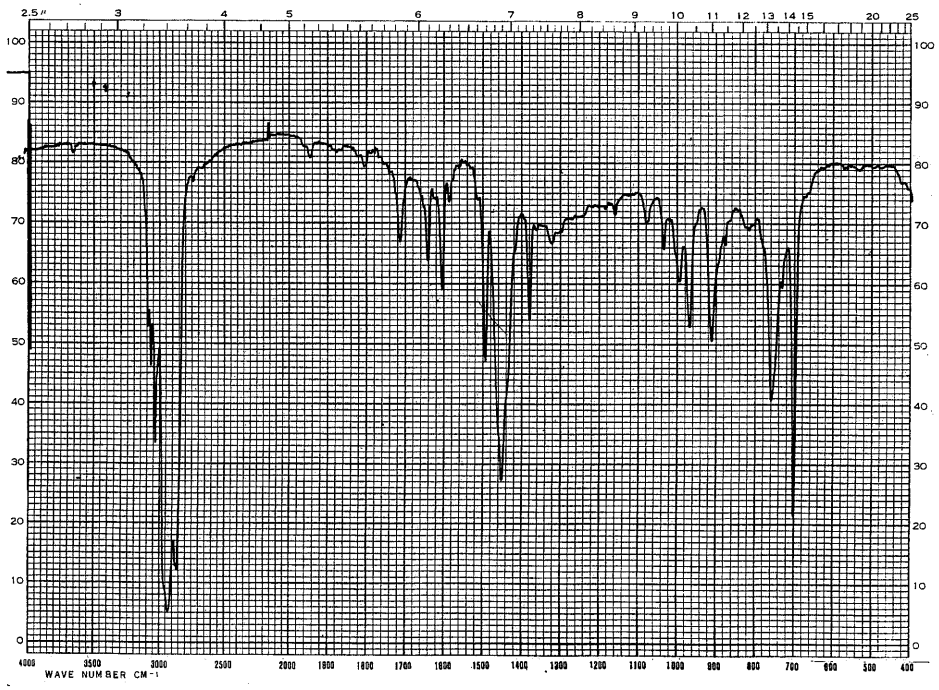
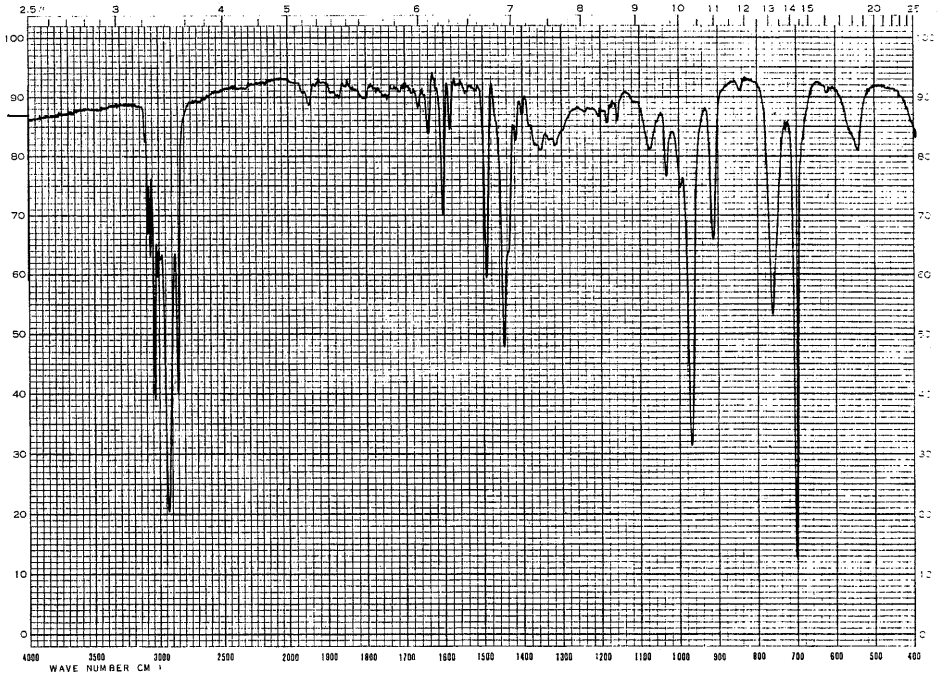


Fig.2　Styrene・Butadiene Rubber (random copolymer, styrene 25%)
(top) Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom) Pyrolyzate of vulcanized rubber

(3)　ハイスチレンゴム



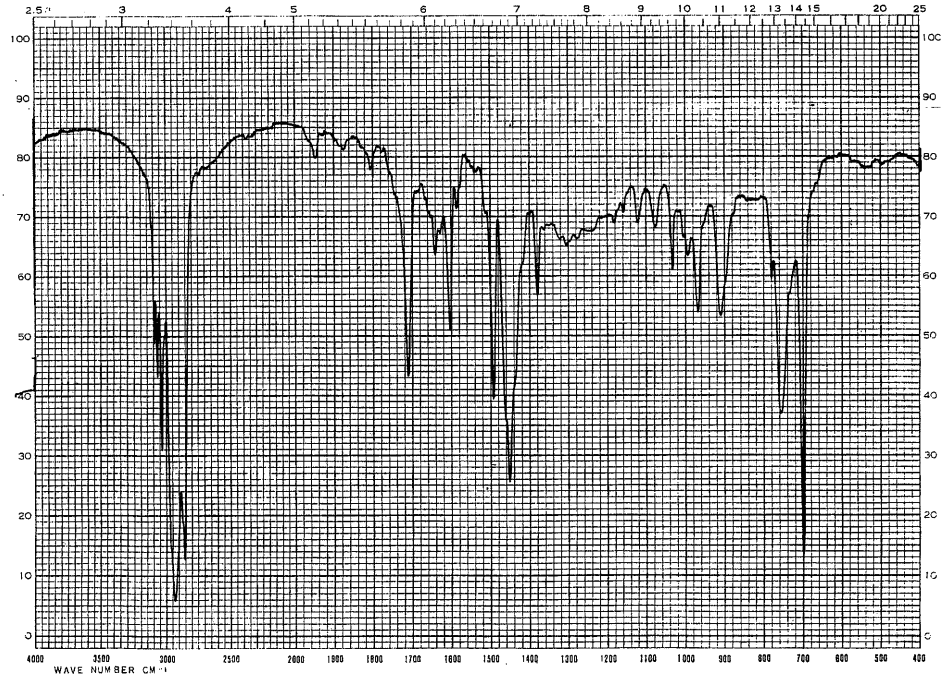


Fig.3　High Styrene Rubber (Polysar SS 250)
(top) Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom) Pyrolyzate of valcanized rubber

(4)　スチレン・水添ブタジエンゴム

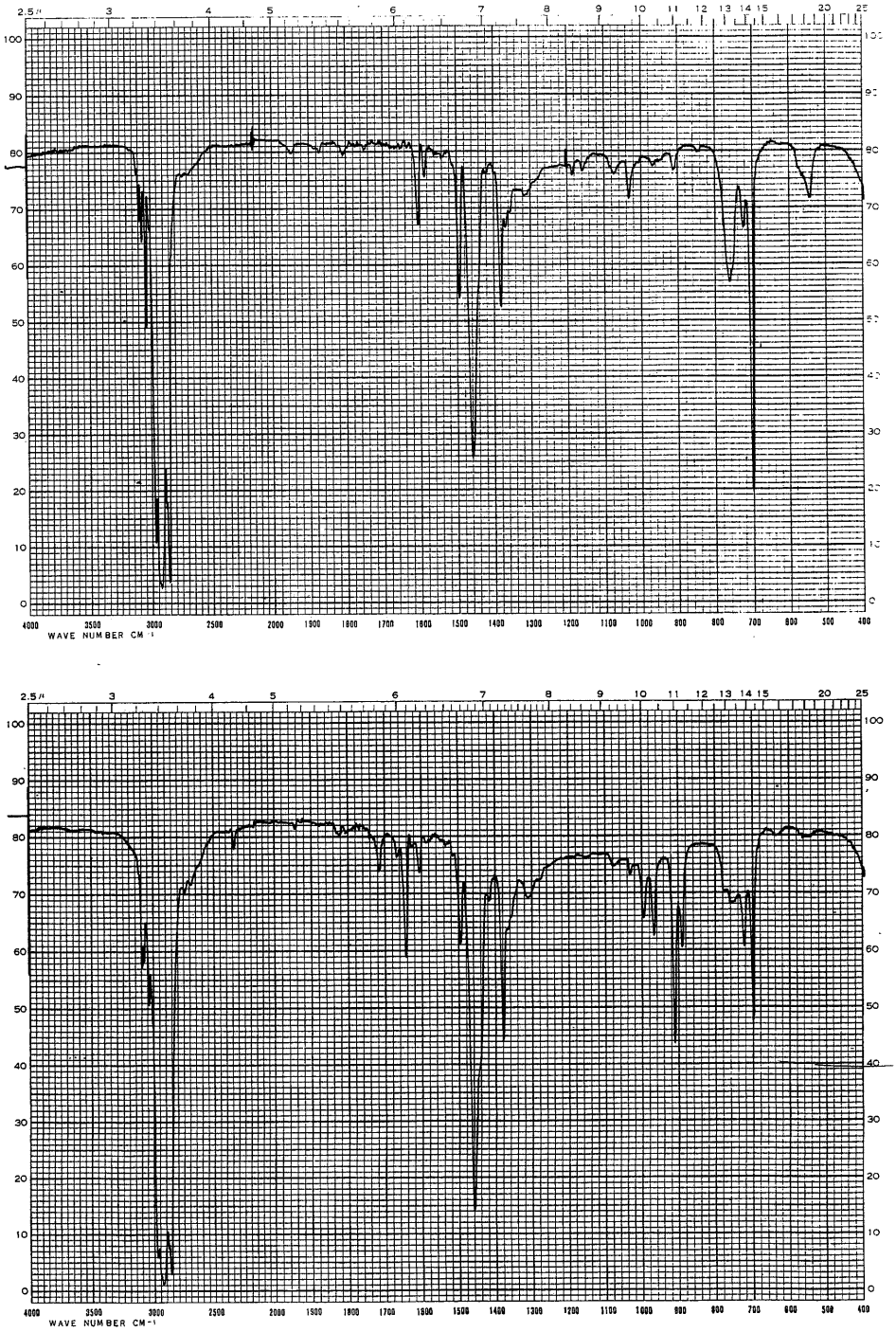


Fig.4　Styrene・Hydrogenated butadiene Rubber
(top) Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom) Pyrolyzate of vulcanized rubber

(5)　アクリロニトリル・ブタジエンゴム

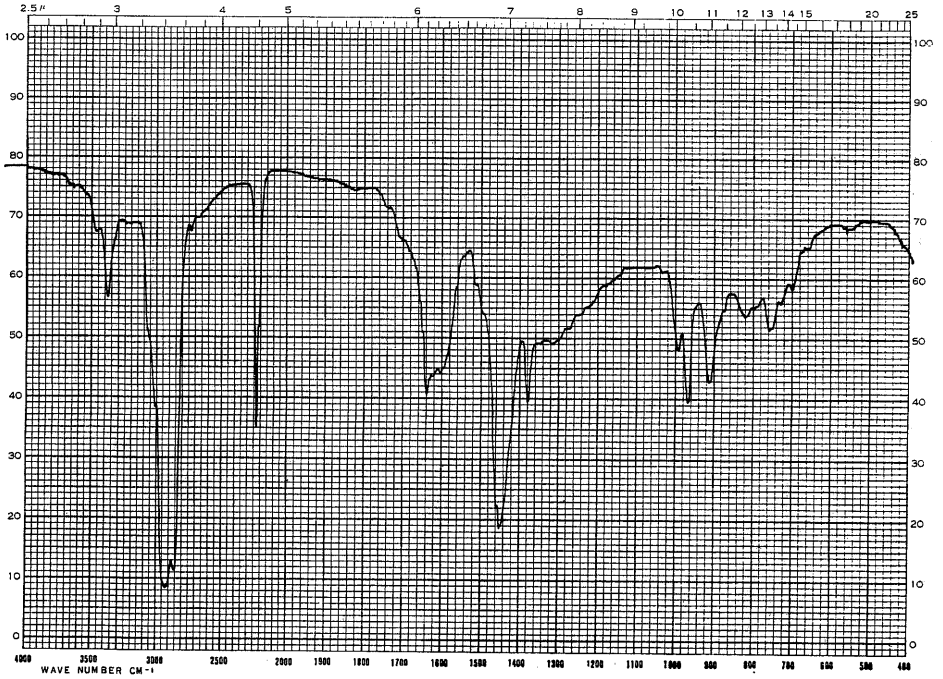
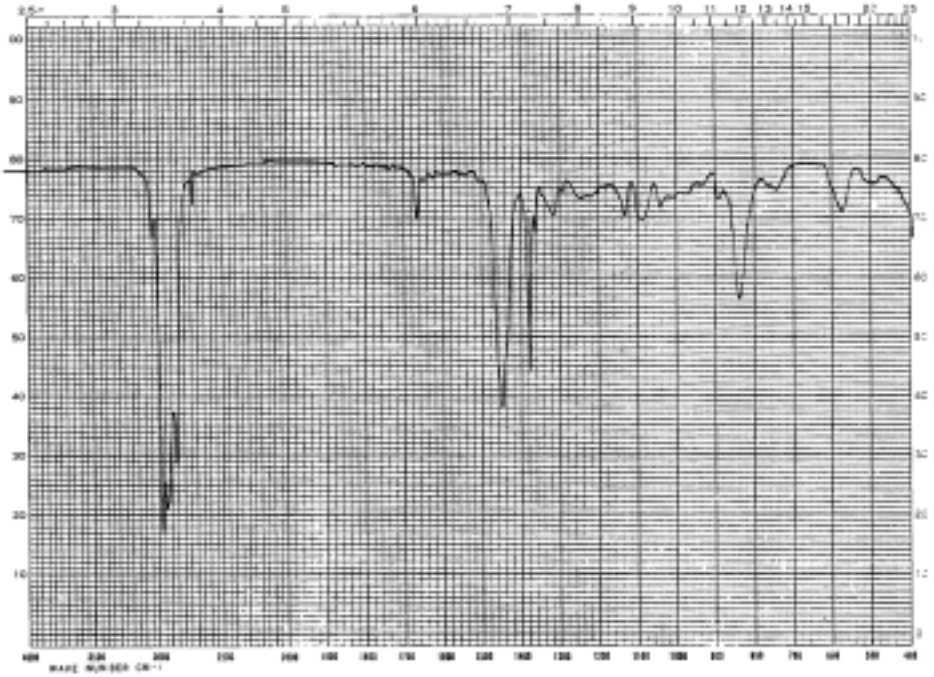


Fig.5　Butadiene・Acrylonitrile Rubber
(top)Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom)Pyrolyzate of vulcanized rubber

(6)　シスーポリイソプレンゴム



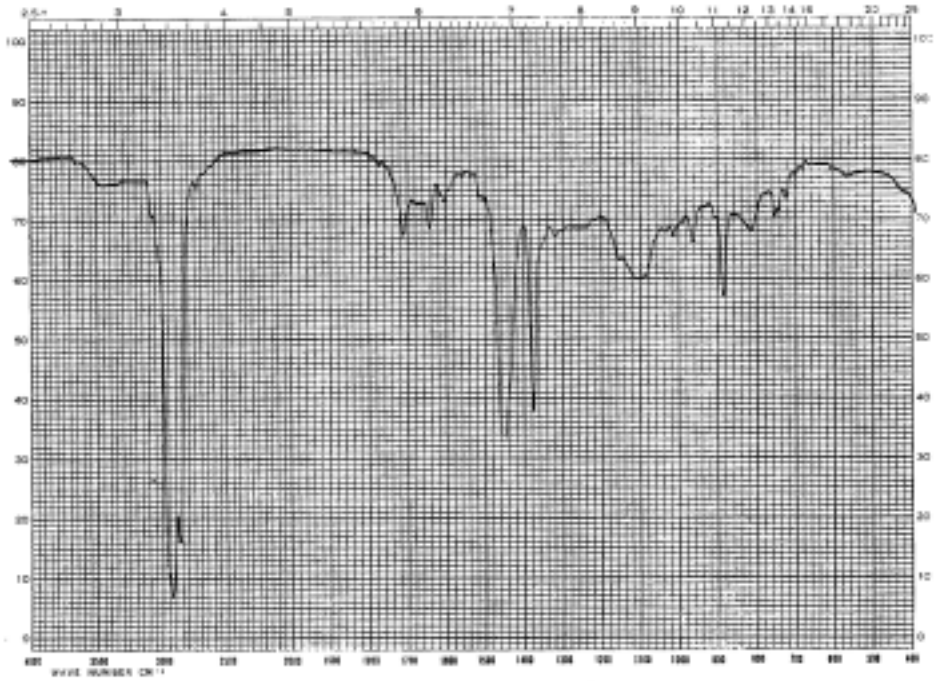
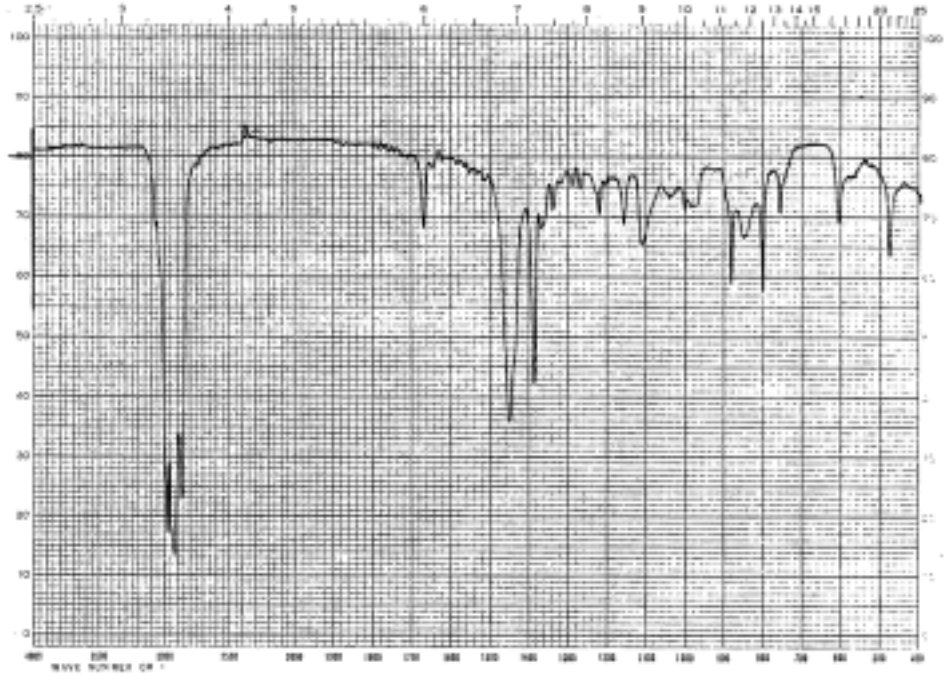


Fig.6　cis-Polyisoprene Rubber
(top) Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom) Pyrolyzate of vulcanized rubber

(7)　トランスーポリイソプレンゴム



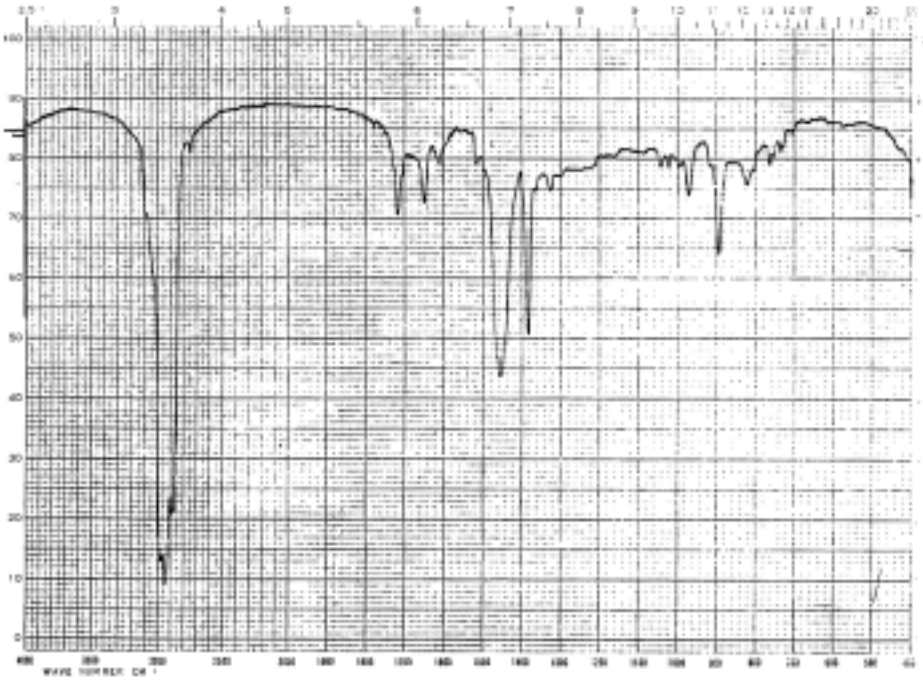
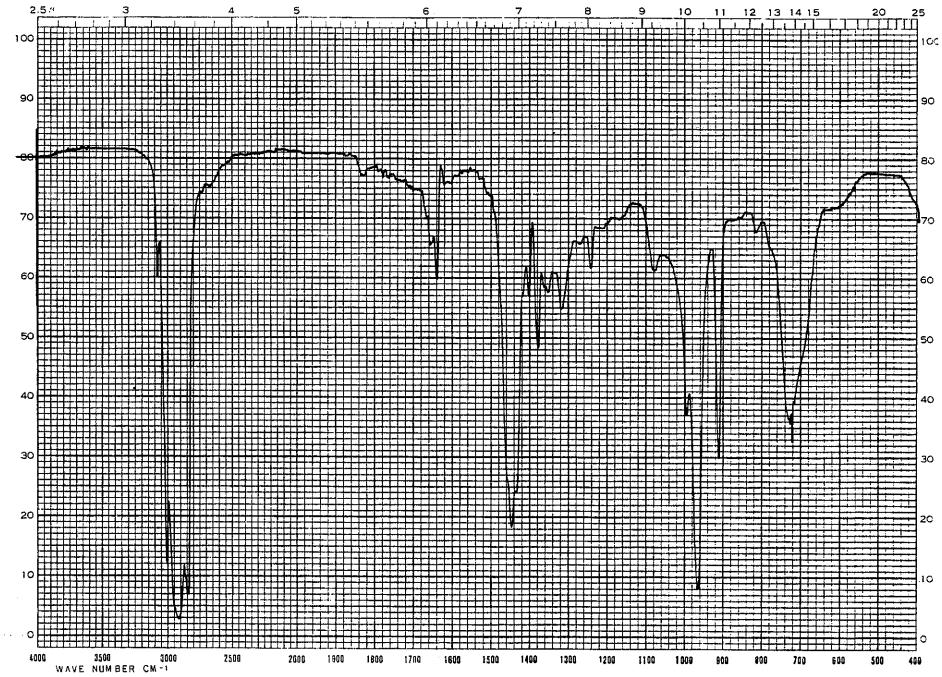


Fig.7　trans-Polyisoprene Rubber
(top) Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom) Pyrolyzate of vulcanized rubber

(8)　ブタジエンゴム



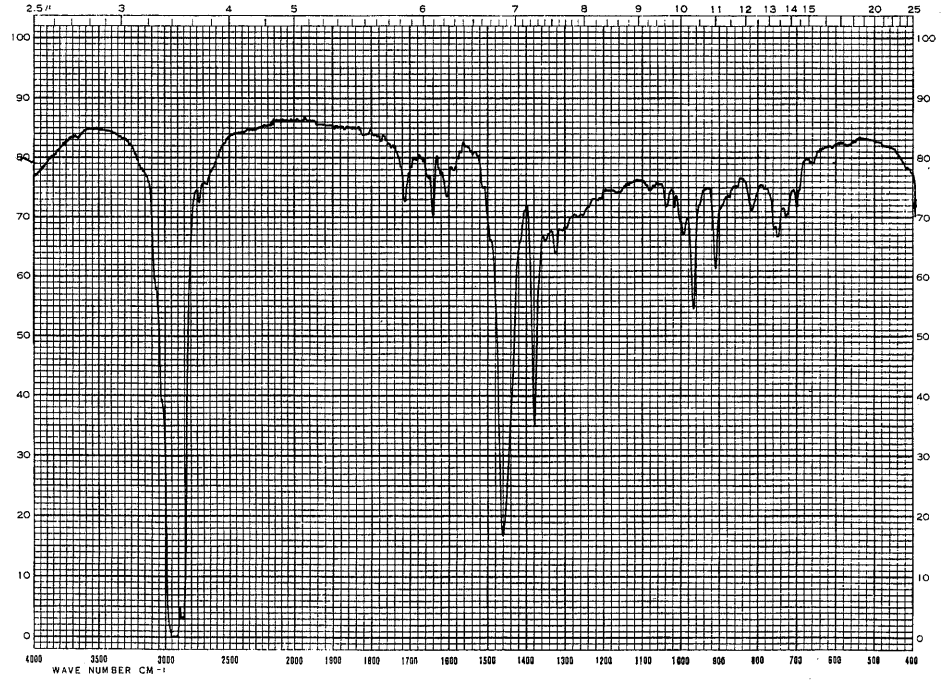


Fig.8　Butadiene Rubber
(top) Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom) Pyrolyzate of vulcanized rubber

(9)　ブチルゴム

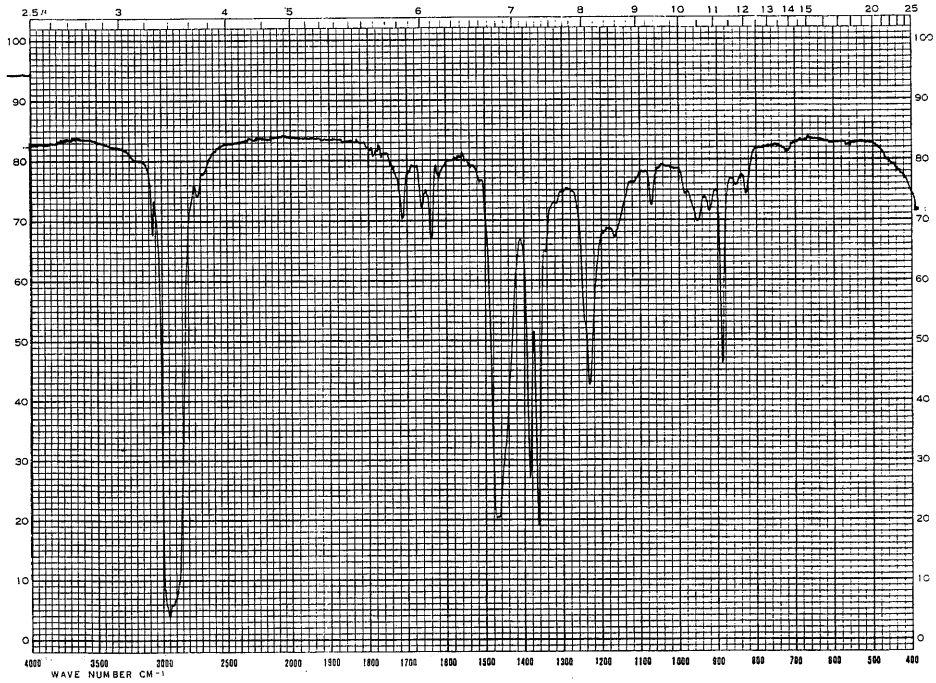
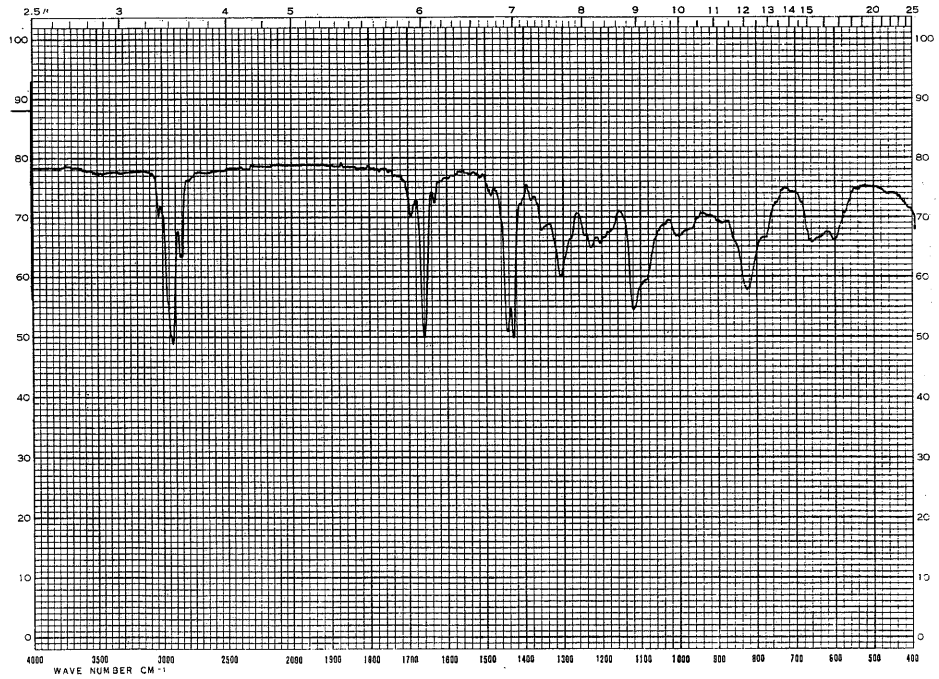


Fig.9　Butyl Rubber
(top) Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom) Pyrolyzate of vulcanized rubber

(10)　クロロプレンゴム



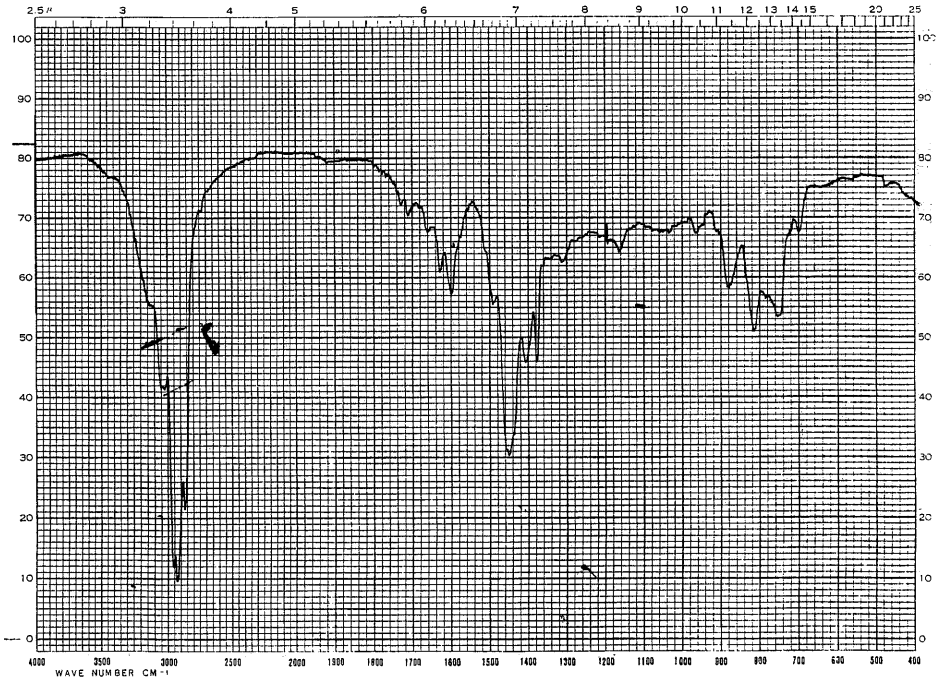
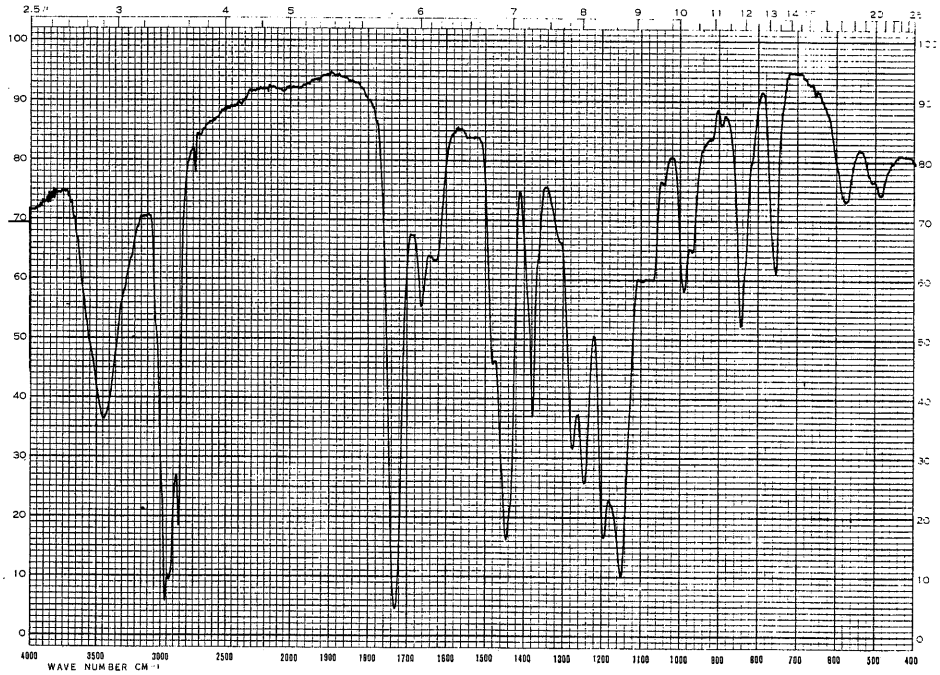


Fig.10 Chloroprene Rubber
(top) Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom) Pyolyzate of vulcanized rubber

(11)　天然ゴムーポリメチルメタアクリレートゴム



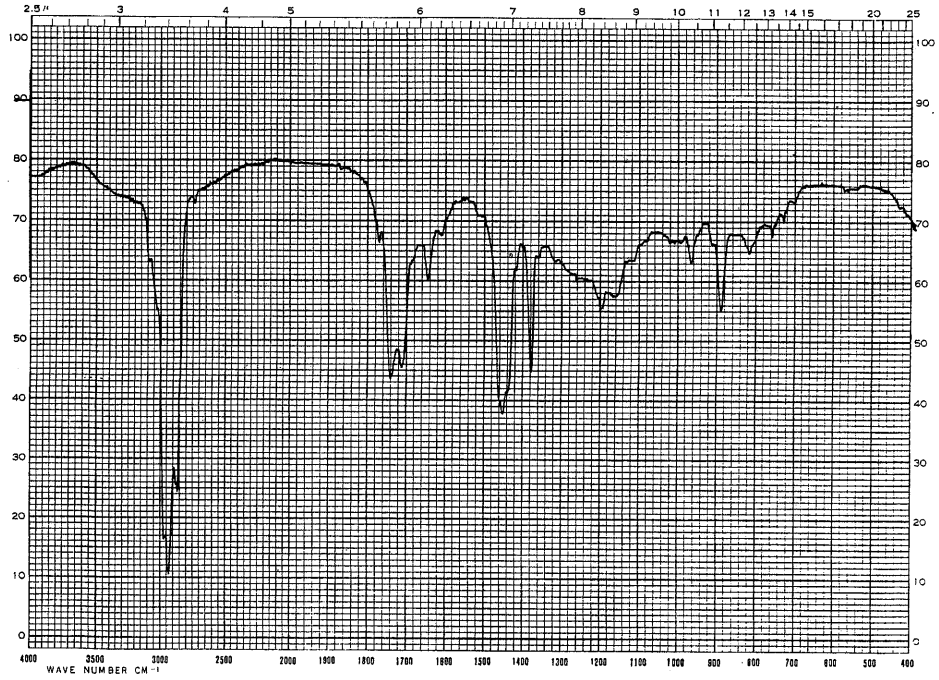


Fig.11　Natural Rubber-Polymethylmethacrylate Rubber
(top) Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom) Pyrolyzate of vulcanized rubber

(12)　エチレン・プロピレンゴム

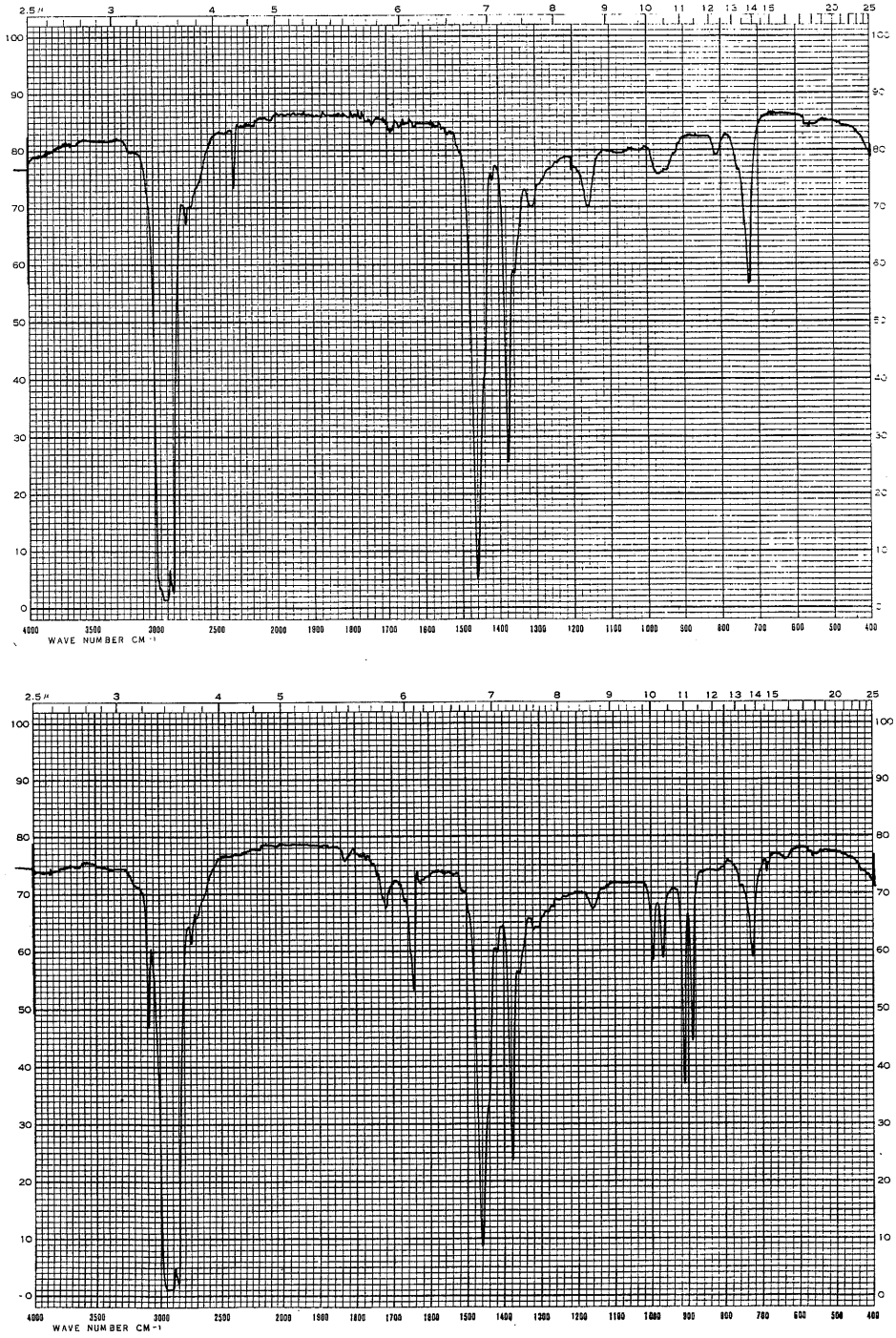


Fig.12　Ethylene・Propylene Rubber
(top) Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom) Pyrolyzate of vulcanized rubber

(13)　プロピレンオキサイドゴム

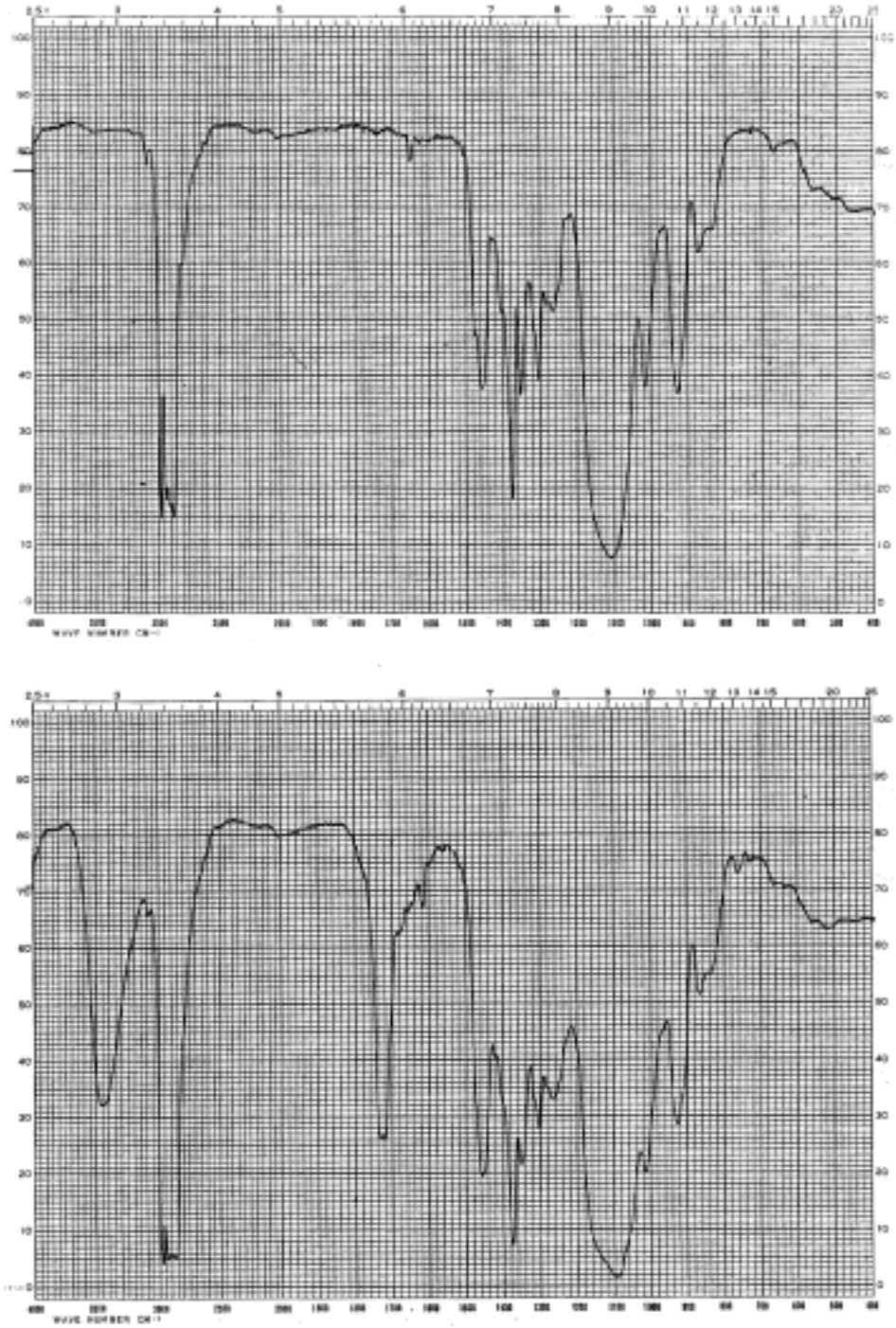


Fig.13　Propylene Oxide Rubber
(top) Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom) Pyrolyzate of vulcanized rubber

(14)　ポリスルフィドゴム

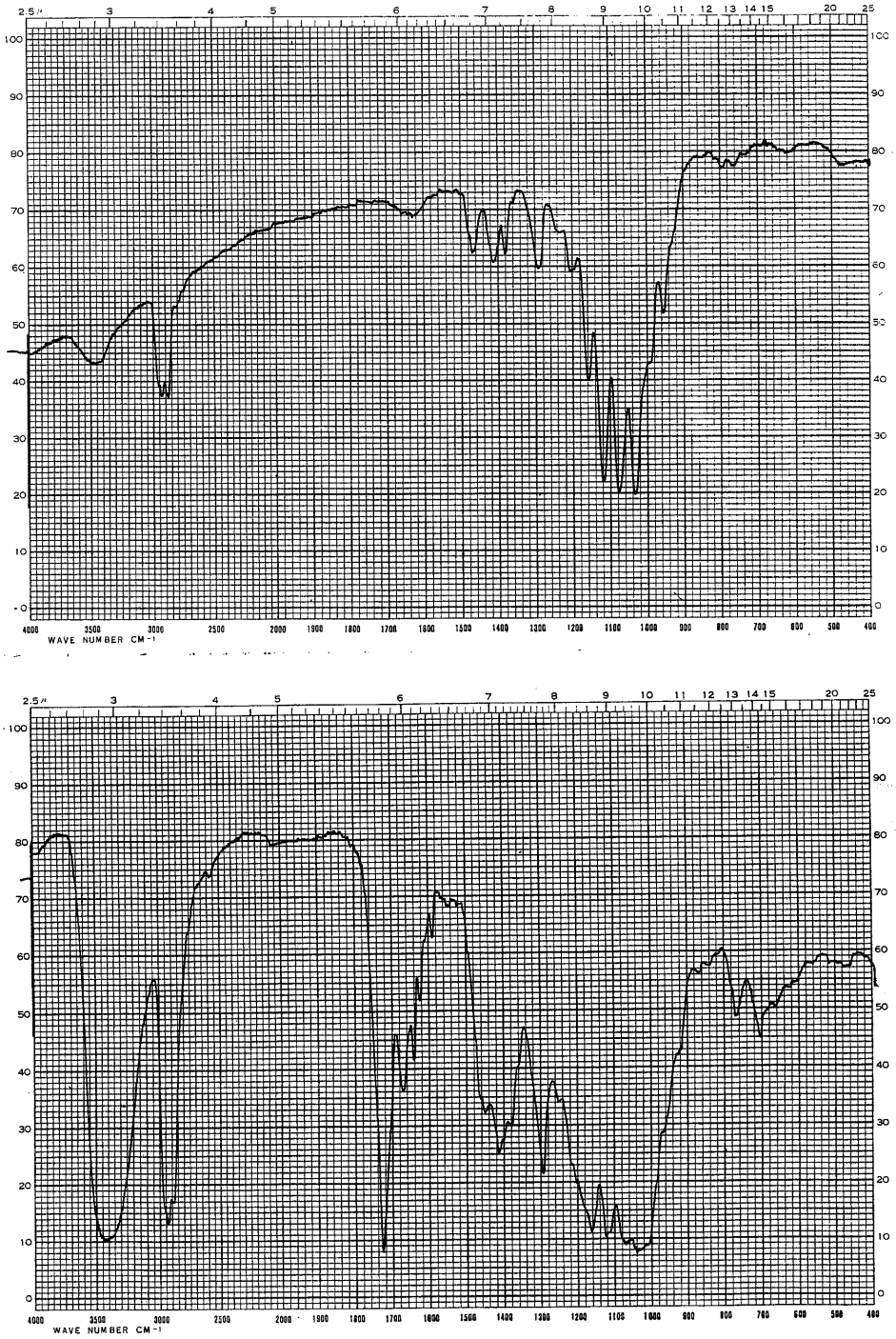


Fig.14　Polysulfide Rubber
(top) Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom) Pyrolyzate of synthetic rubber

(15)　ポリウレタンゴム

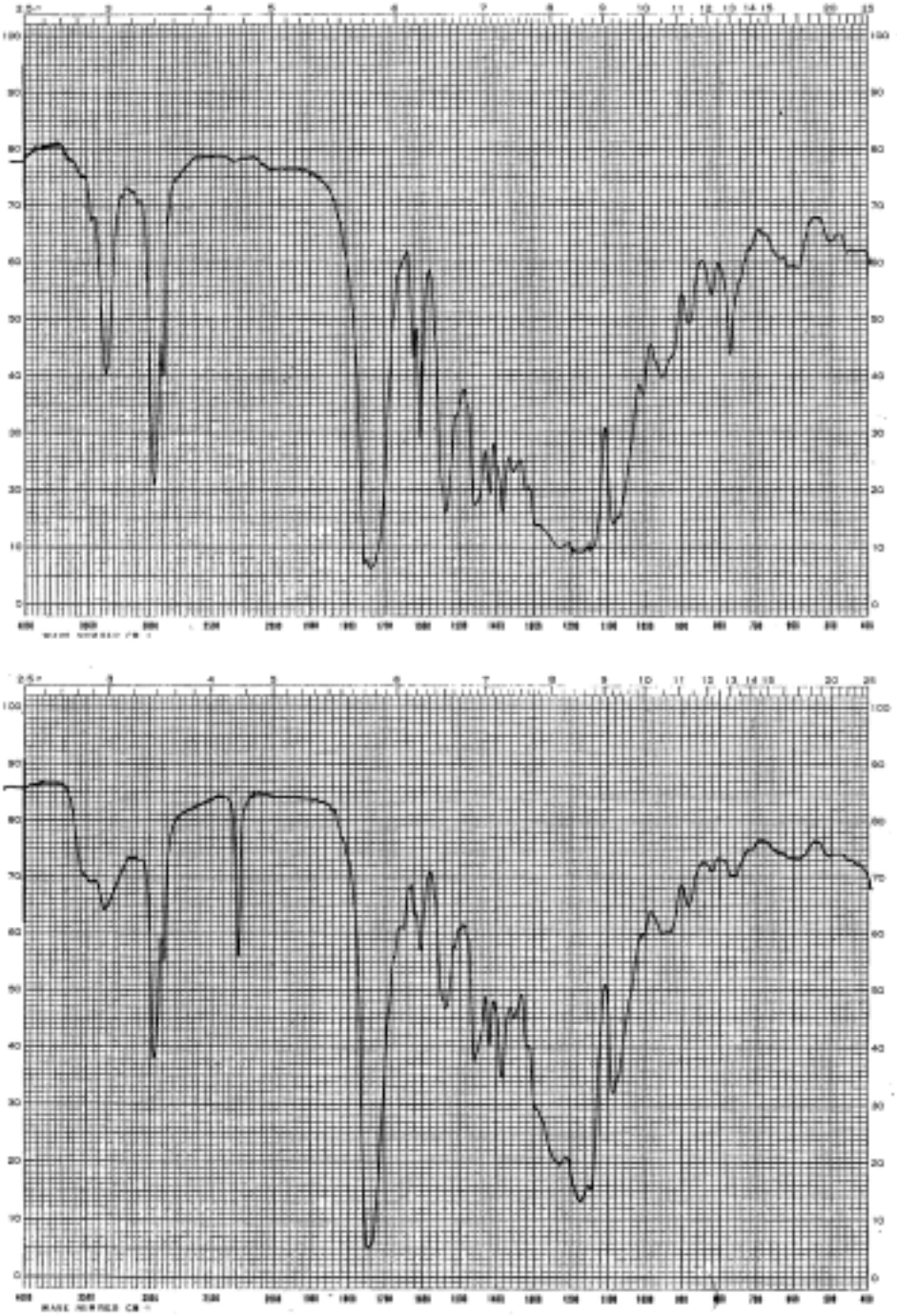
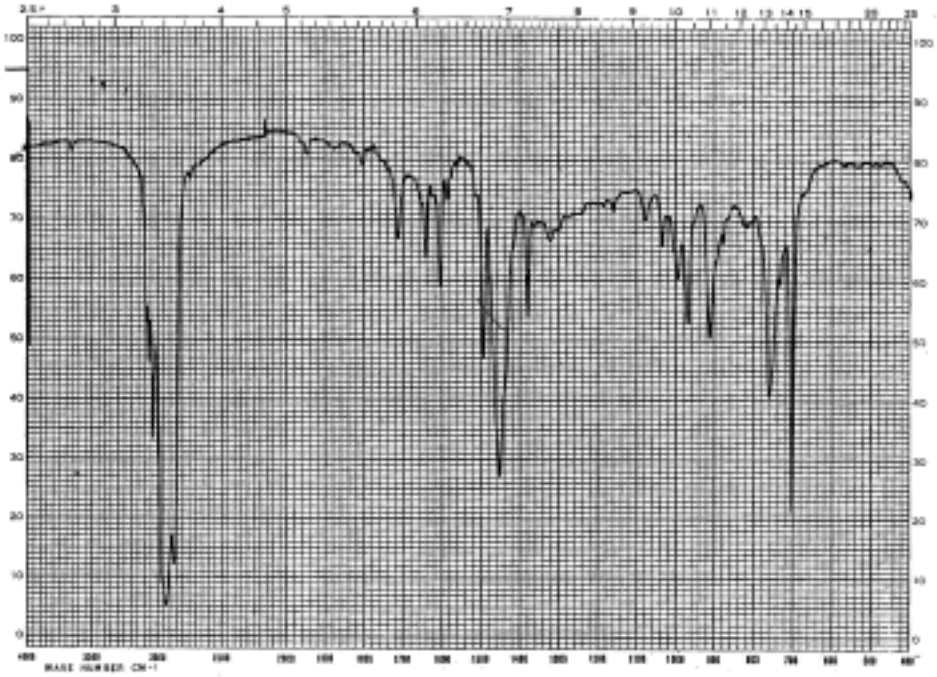


Fig.15　Polyurethane Rubber
(top) Infrared spectrum of synthetic rubber
(bottom) Pyrolyzate of synthetic rubber



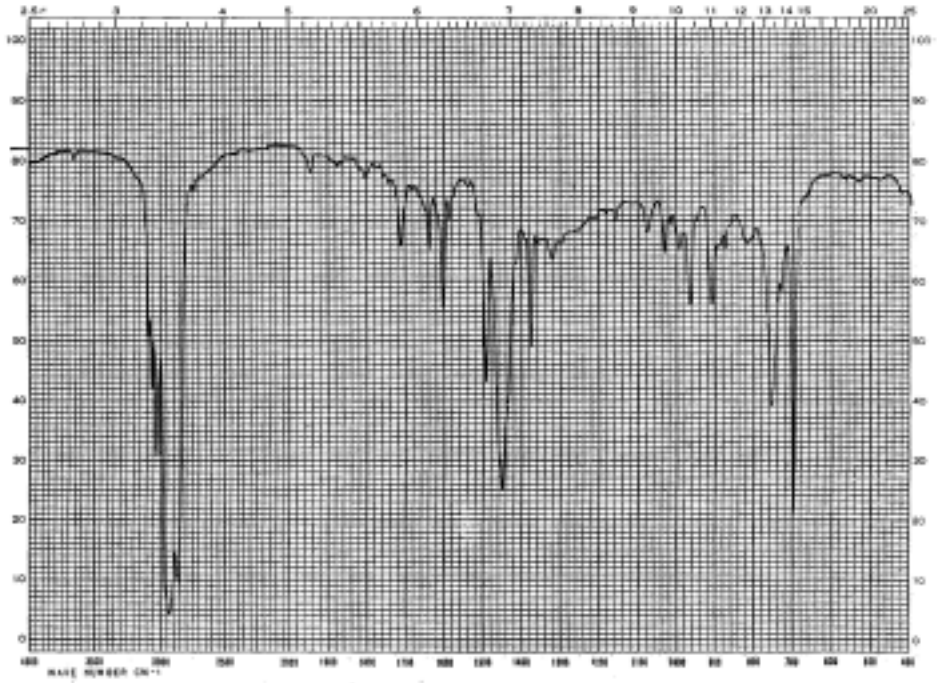


Fig.16　Pyrolyzate of vulcanized Styrene・Butadiene Rubber (random copolymer, styrene 25%)
(top) Not added carbon black
(bottom) Carbon black-filled

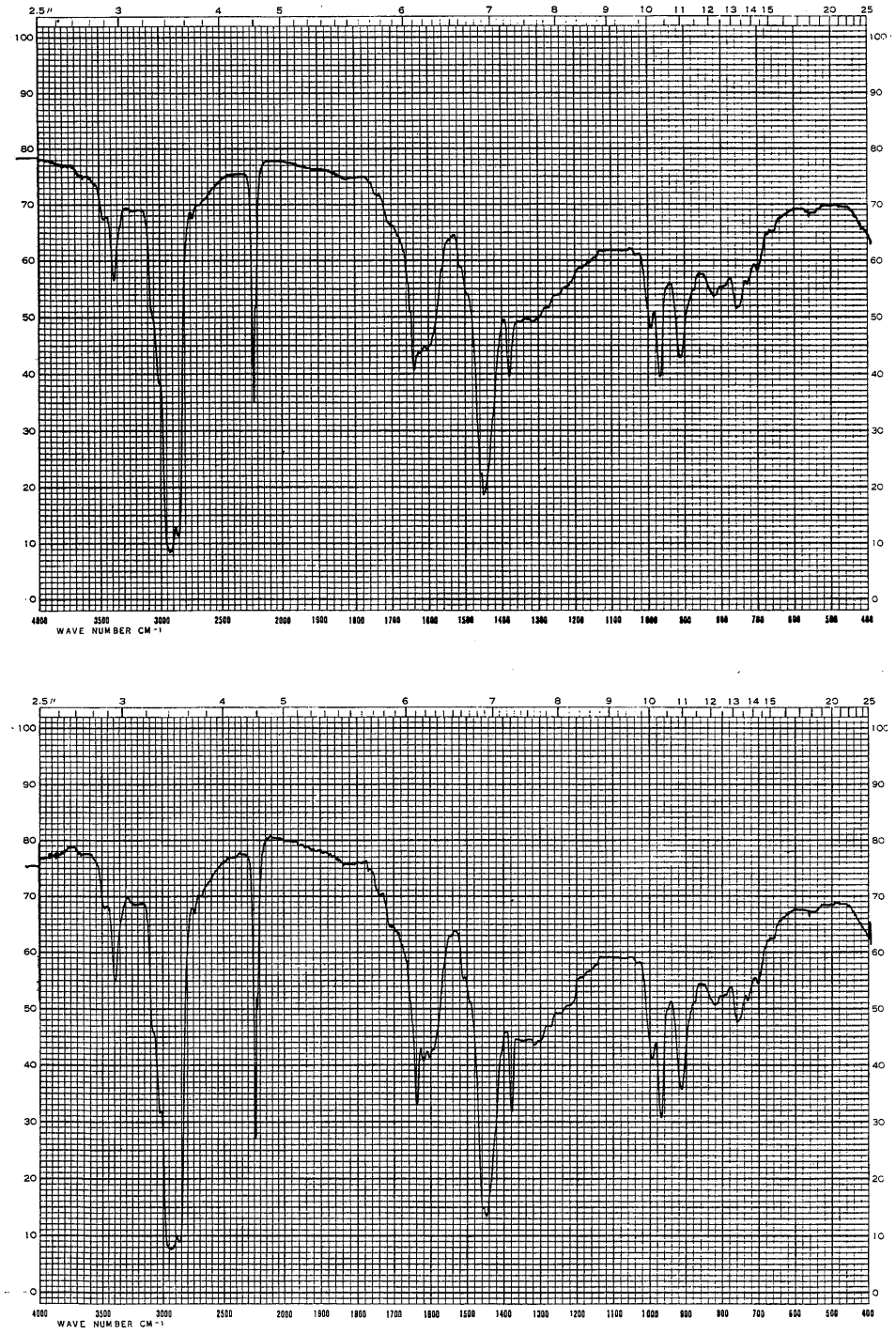


Fig.17　Pyrolyzate of vulcanized Butadiene・Acrylonitrile Rubber
(top) Comparative a large quantity of substance
(bottom) A small amount of substance

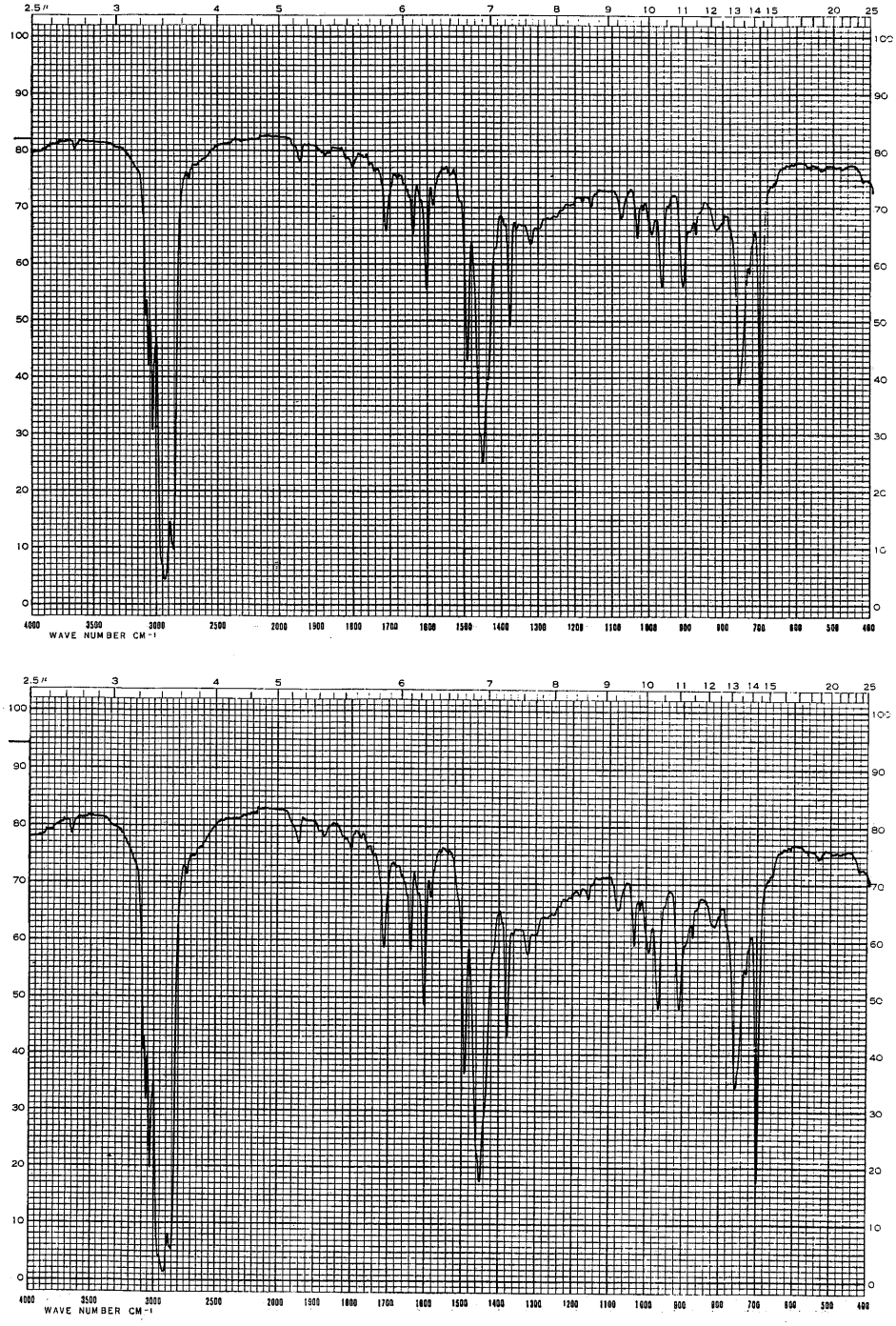
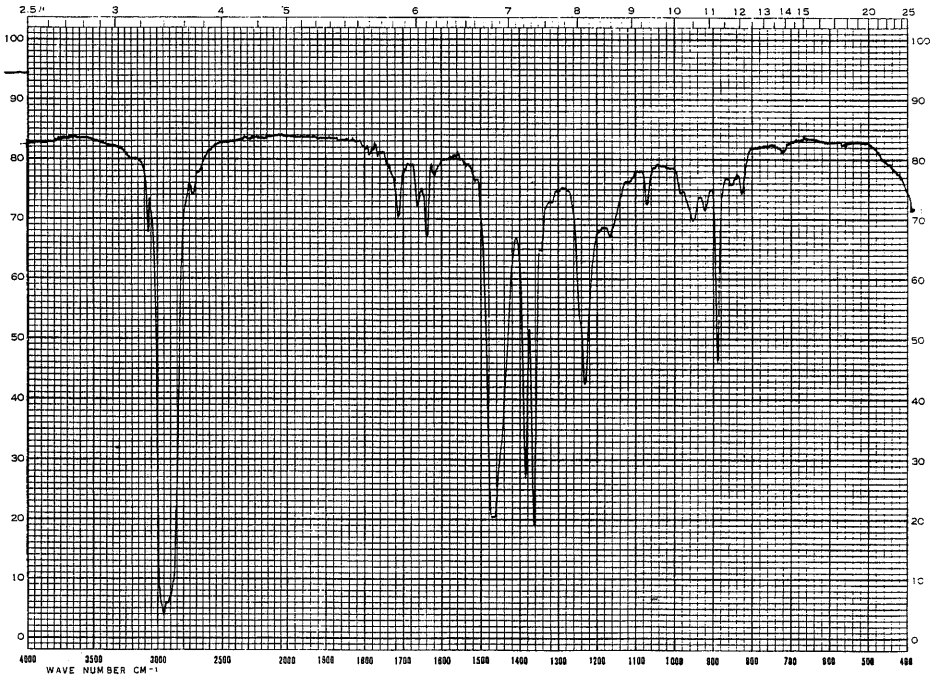


Fig.18　Pyrolyzate of Vulcanized Styrene・ Butadiene Rubber
(random copolymer, styrene 25%, carbon black-filled)
(top) Comparative a large quantity of substance
(bottom) A small amount of substance



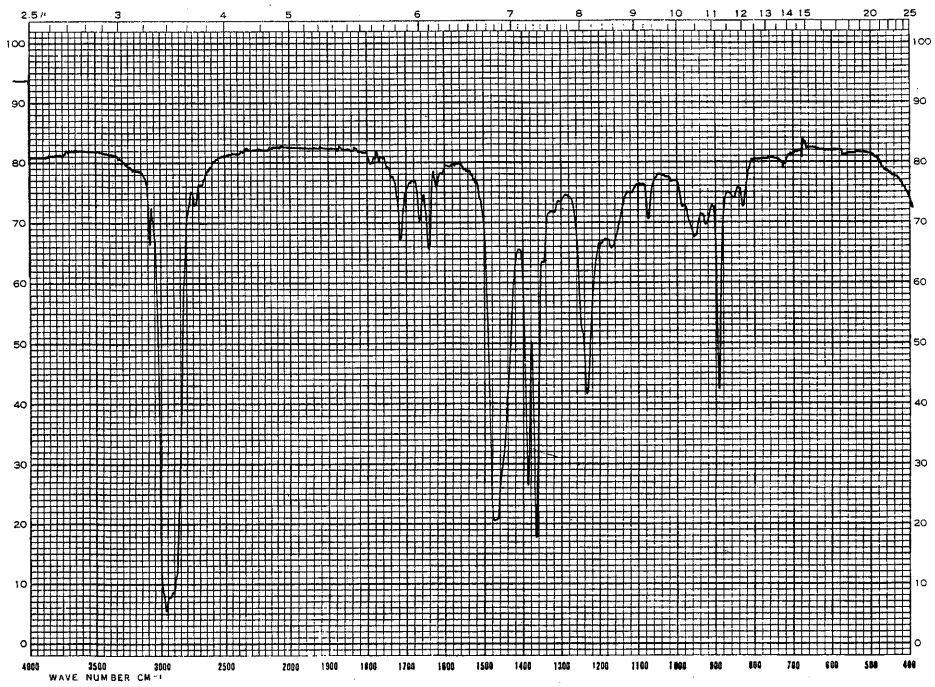


Fig.19　Pyrolyzate of Vulcanized Butyl Rubber
(top) Comparative a large quantity of substance
(bottom) A small amount of substance

4　考　　察

加硫合成ゴム製品の分析は非常に困難であるが，以上の実験結果により，熱分解生成物の IR スペクトルを測定し，元素定性試験を併用することにより，プラスチックか合成ゴム製品かの判定及び合成ゴムの種類の鑑別が，簡便に行うことが可能と考えられる。

当所に分析依頼のあった，はき物及びその他の製品について，上記の方法により実験を行った結果，容易に鑑別することができた。

今回は，IR スペクトルのパターンの比較に重点をおき，細かな吸収ピークの詳細な帰属を行わなかった。今後，その点を検討していきたい。

Infrared Spectra of Pyrolysis Products of Vulcanized Synthetic Rubbers

Yoshiaki SEKIKAWA*, Keiichi FUJITA**

* Central Customs Laboratry, Ministry of Finance, 531, Iwase, Matsudo-shi, Chiba-ken, 271 Japan

**Nagasaki Customs Import Division, 1-36, Dezima-cho, Nagasaki-shi, Nagasaki-ken, 850 Japan

—Received Sept. 30, 1977—