

## ジピリジルジスルフィド構造を有する架橋剤モノマーの合成 および光接着への応用

(福井高専) ○千京 律斗・古谷 昌大

Synthesis of Monomers as a Cross-linker Having a Dipyridyl Disulfide Moiety and Their Application to Photo-adhesion (*Department of Chemistry and Biology, National Institute of Technology, Fukui College*) ○Ritsuto Senkyo, Masahiro Furutani

With combining and applying various kinds of materials in manufacturing industrial products, it has been required to develop all-purpose adhesive materials that generate strong adhesive strength regardless of the type of adherend. Introducing catechol structures,<sup>1)</sup> 2-mercaptopyridyl groups,<sup>2)</sup> or 2,2'-dipyridyl disulfide (PySSPy) moieties<sup>3)</sup> into the adhesive layers has been proposed. In this work, we designed and synthesized a PySSPy cross-linker that could be purified through recrystallization process, adjusting length of the alkyl spacers.

The cross-linker was obtained as a yellow-green solid from 2-mercaptopyridine as a starting compound, after esterification followed by twice recrystallization in chloroform, in a 6.5% yield. Peak assignments were conducted in <sup>1</sup>H- and <sup>13</sup>C-NMR spectral measurements. The adhesive materials consisted of 2-hydroxyethyl acrylate, the cross-linker, radical photo-initiator, and THF (as solvent, the minimum amount). Photo-adhesion (365 nm-light, 3.7 mW/cm<sup>2</sup>, 1000 mJ/cm<sup>2</sup>) was accomplished *via* radical UV curing. It was found that the shear stress was up to 3.4 MPa, and that the strength was improved 2.4 times, comparing with that in the case without any cross-linker.

**Keywords :** *Dipyridyl Disulfide; Cross-linker; Photo-adhesion; Acrylate; Radical UV curing*

工業製品の複合材料化や素材の多様化に伴い、被着体の種類に依らず強く接着する万能型接着材料の開発が望まれている。接着層中の高分子側鎖にカテコール構造<sup>1)</sup>の他、2-メルカプトピリジル基<sup>2)</sup>やその酸化体である 2,2'-ジピリジルジスルフィド(PySSPy) 構造<sup>3)</sup>を導入したものなどが研究されている。本研究では PySSPy 構造に着目し、スペーサーであるアルキル鎖の長さを調整することで、再結晶によって精製可能な架橋剤を設計・合成した。

2-メルカプトニコチン酸を主原料とし、エステル化反応後、クロロホルム中で再結晶を2回行うことにより、収率6.5%で黄緑色固体として架橋剤が得られた。<sup>1</sup>Hおよび<sup>13</sup>C-NMR測定でピーク帰属を行った。2-ヒドロキシアクリレートに対し架橋剤、光ラジカル開始剤、およびTHF(必要最小量)をそれぞれ加えた材料で光接着(365nm光、3.7 mW/cm<sup>2</sup>、1000 mJ/cm<sup>2</sup>)を行ったところ最大3.4 MPaのせん断応力が得られ、架橋剤未添加時に比べ最大2.4倍だけ接着強度が向上した。

1) G. Westwood, T. N. Horton and J. J. Wilker, *Macromolecules* **2007**, 40, 3960. 2) M. Furutani, D. Fujihira and K. Arimitsu, *J. Photopolym. Sci. Technol.* **2020**, 33, 261. 3) M. Furutani, K. Nakayama, K. Okuma and K. Arimitsu, *J. Photopolym. Sci. Technol.* **2019**, 32, 619.

