

# 天然ゴム複合材料

## — 架橋点、分子運動、相構造 —

### 固体多次元NMR法による 完全解明に向けて

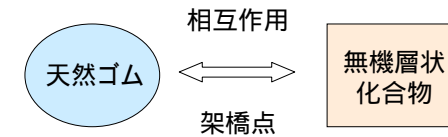
防衛大学校 応用科学群 応用化学科

浅野 敦志 asanoa@nda.ac.jp

<http://www.nda.ac.jp/cc/users/asanoa/>

## 【 Our Goal 】

天然ゴムに無機フィラー等をナノレベルで混合した複合材料の



- 分子運動変化
- 構造変化

を固体NMR法を用いて解明する

**Crystal Structure of Clay (Montmorillonite)**

- : Al, Fe, Mg
- : OH
- : Si (partially Al)
- : O

Side View

Exchangeable cations

Bottom View

層状化合物、無機物など

天然ゴム

混合

Intercalated

Exfoliated

S. Bourbigot, et al., polymer, 2004, 45, 7627

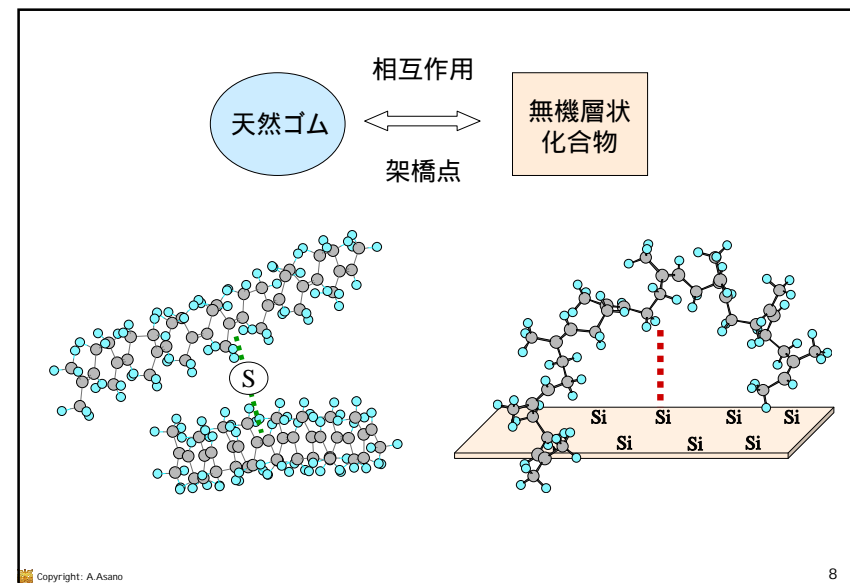
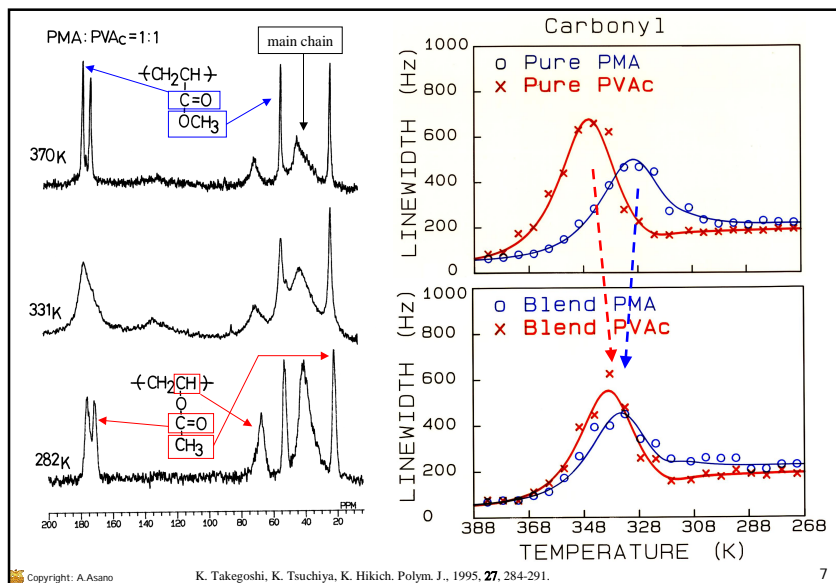
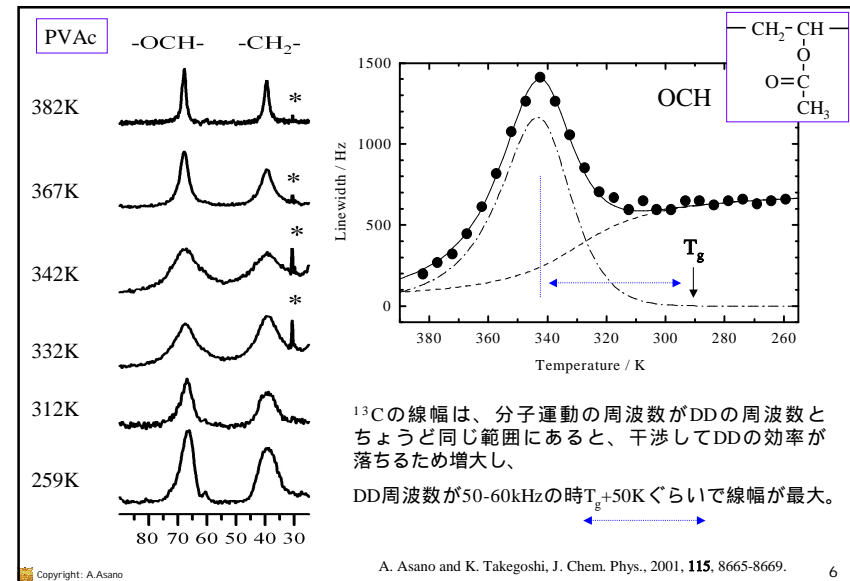
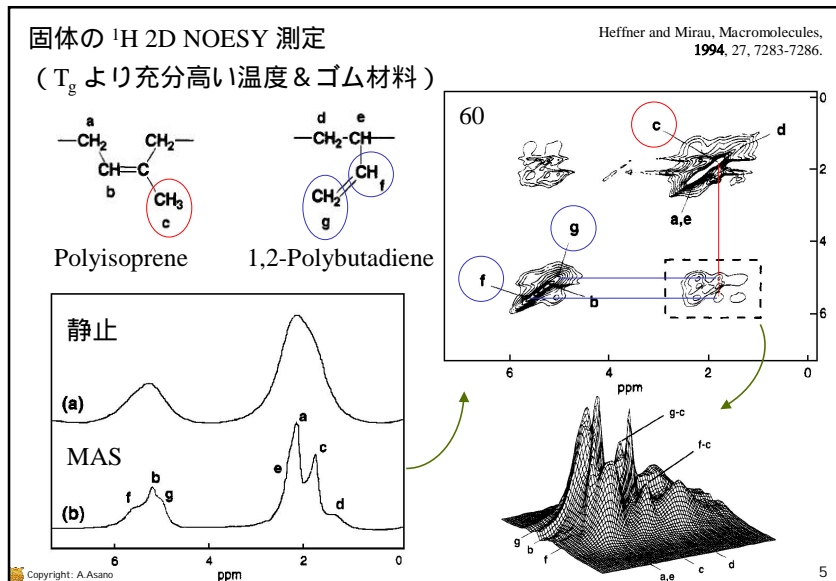
天然ゴム ( cis-1,4-polyisoprene )

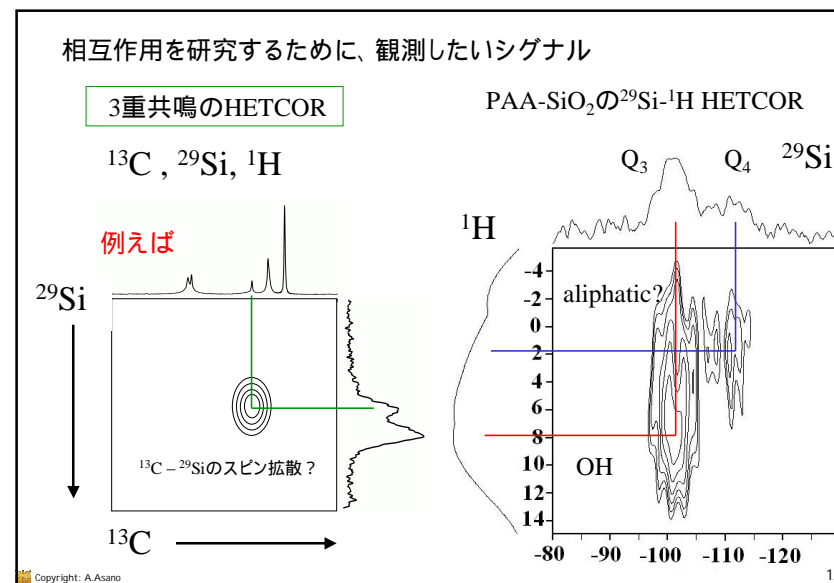
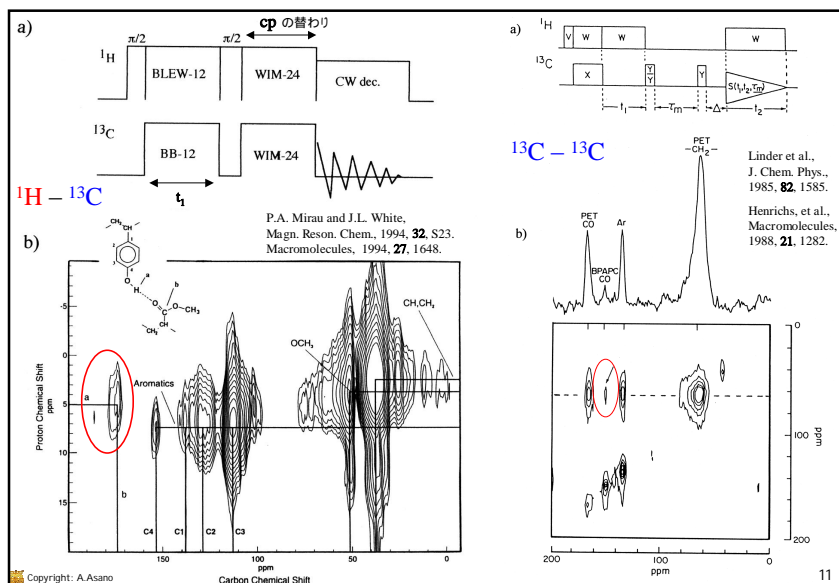
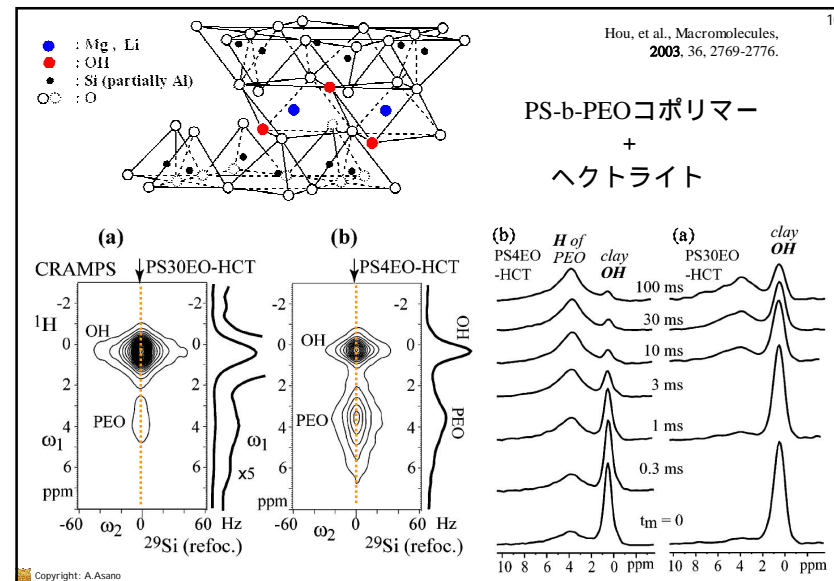
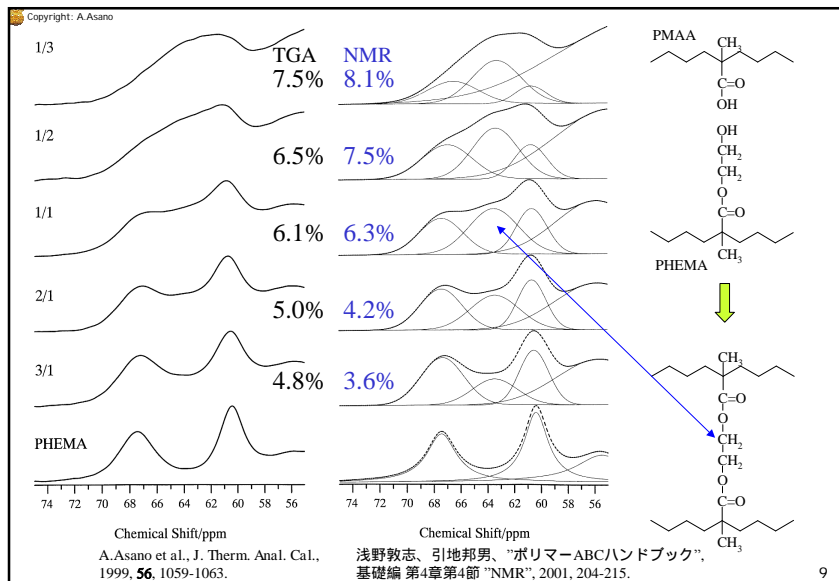
$T_g \sim 200K$

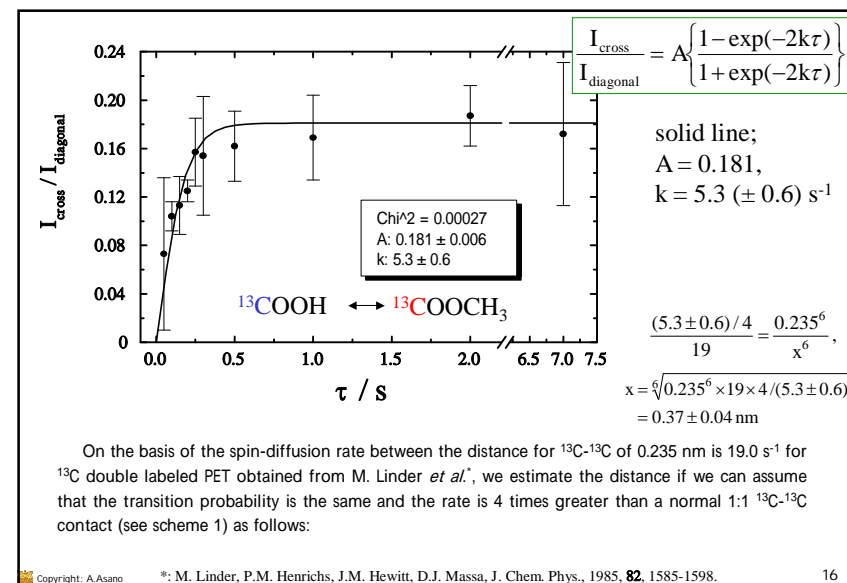
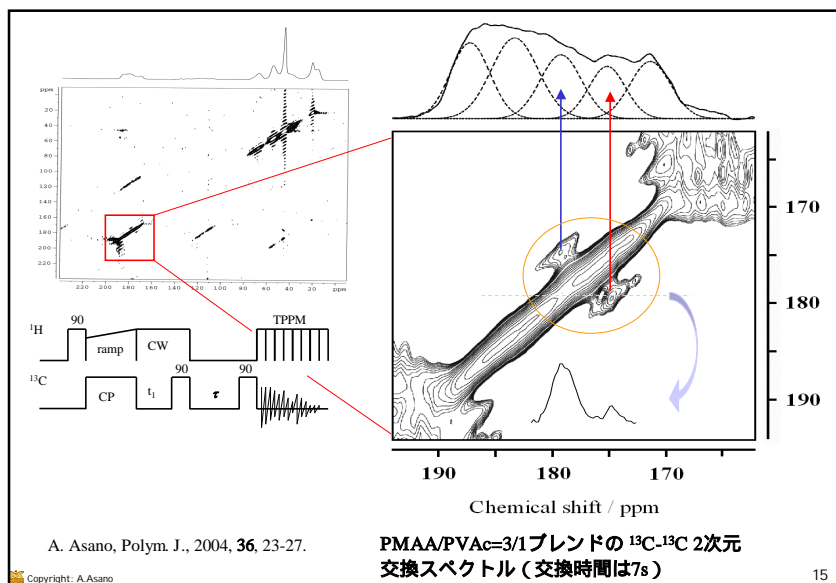
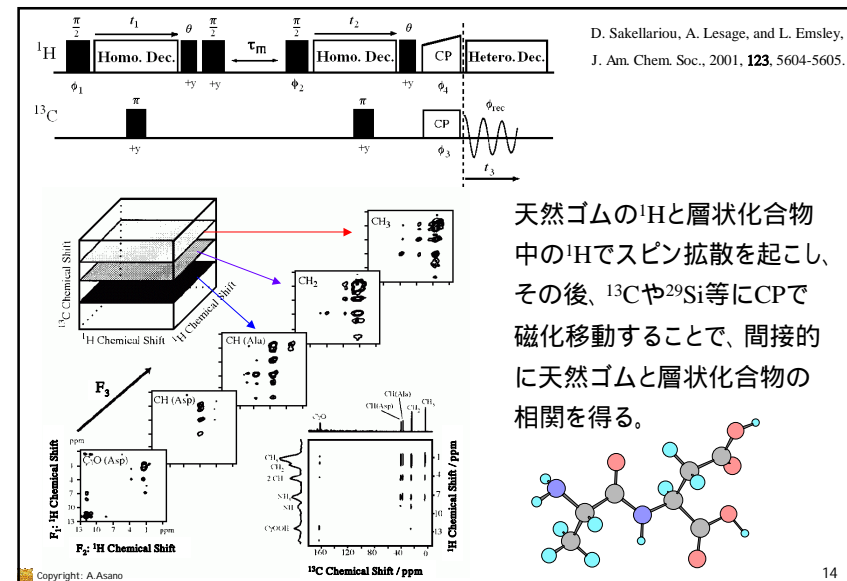
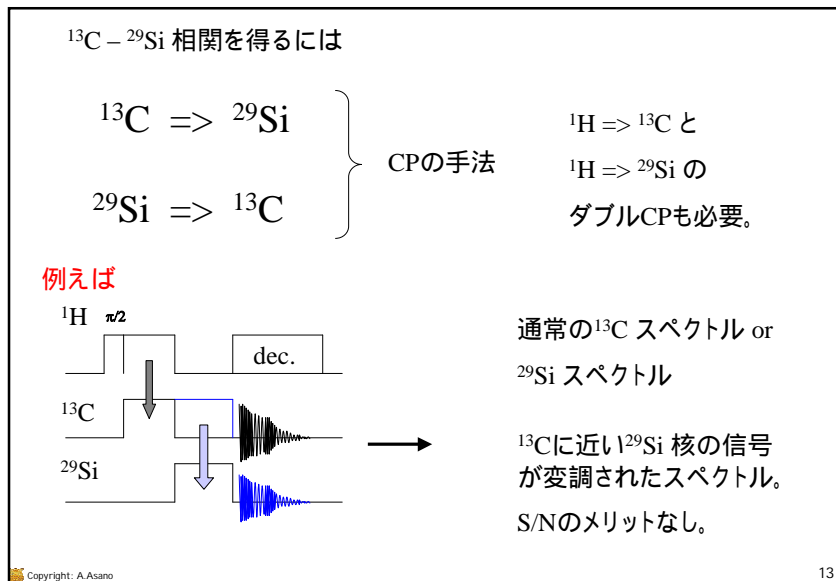
- 固体であるが、常温で非常に分子運動が速いのでCPが効かない。

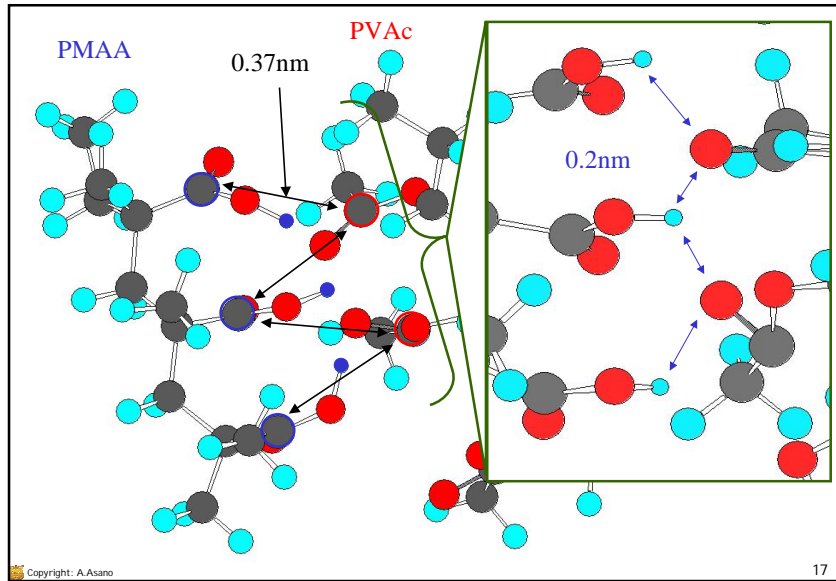
低温 ( - 50 ) 領域で固体状態の分子運動の解析が可能。  
双極子、スピン拡散

常温以上の温度域では、溶液のNMRと同じパルスシーケンスが利用できる可能性が高い。  
J結合、NOE









- 分子運動変化
- 構造変化

• 2D WISE 実験

<sup>1</sup>H核の線幅 (数千Hz ~ 数十kHz 程度の分子運動に敏感) を <sup>13</sup>C核から間接的に取得

• T<sub>1</sub><sup>C</sup> 実験

<sup>13</sup>C核から直接的に百MHz程度の分子運動の情報を取得

• CODEX 実験

分子の内部運動に起因する信号変化を取得

• <sup>1</sup>Hスピン拡散の利用: Goldman-Shen実験, T<sub>1</sub><sup>H</sup> 実験

ドメインの大きさを見積もる

Copyright: A.Asano 18

