

【技術資料】高磁場 NMR による高分子材料(天然ゴム)の組成分析

概要

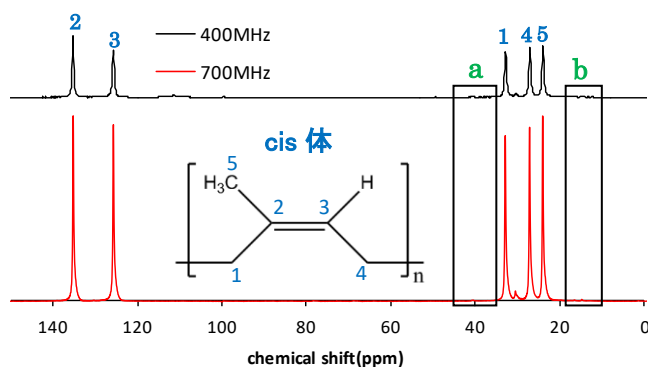
高機能・高性能なゴム関連製品の開発において、ゴムの分子構造と物性との関係性を把握することが重要です。固体 NMR では材料をそのままの状態での測定ができるため、溶媒に不溶な架橋ゴムの架橋構造解析や組成分析が可能となります。

NMR は磁場強度が向上すると感度、分解能共に向上します。そのため、高磁場の固体 NMR ではこれまで観測が困難であった微量成分の分析が可能となり、定量性の向上が期待できます。

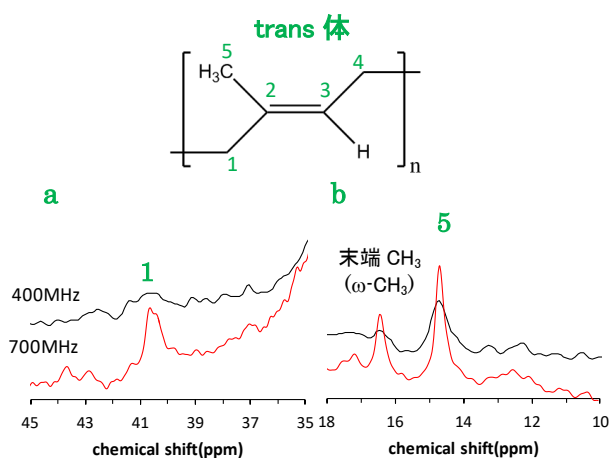
本技術資料では、高磁場固体 NMR による解析事例として、天然ゴムの cis-trans 比率解析をご紹介します。

分析事例の紹介

磁場強度の異なる NMR(400MHz、700MHz)を用いて天然ゴムの固体 ^{13}C NMR 測定を行った結果を示します【図 1】。天然ゴムはイソプレンの cis 体が繰り返し結合したポリイソプレンが主成分ですが、微量の trans 体が存在することが知られています。¹⁾700MHz NMR では 1%未満の trans 体ピーク(1、5)が明確に検出され【図 2】、cis-trans 比の算出が可能です【表 1】。



【図 1】天然ゴムの ^{13}C DDMAS NMR スペクトル
(全体図)



【図 2】天然ゴムの ^{13}C DDMAS NMR スペクトル
(図 1 の a、b 拡大図)

【表 1】 cis-trans 比率計算結果

| 構造 | 比率(mol%) |
|---------|----------|
| cis 体 | 99.3 |
| trans 体 | 0.7 |

【参考文献】

1) 河原成元、田中康之 日本ゴム協会誌 82, 417-423 (2009)

適用分野 : 高分子材料(天然ゴム等)

材料キーワード : 高磁場 NMR、固体 NMR、組成分析、微量分析