

【技術資料】膨潤固体 NMR による架橋ニトリルゴムの組成分析

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連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測定できるため、溶媒に不溶な架橋ゴムの構造解析や組成分析が可能です。本資料では、膨潤固体 NMR による架橋ニトリルゴム(NBR)のモノマー組成分析事例をご紹介します。

試料及び分析内容

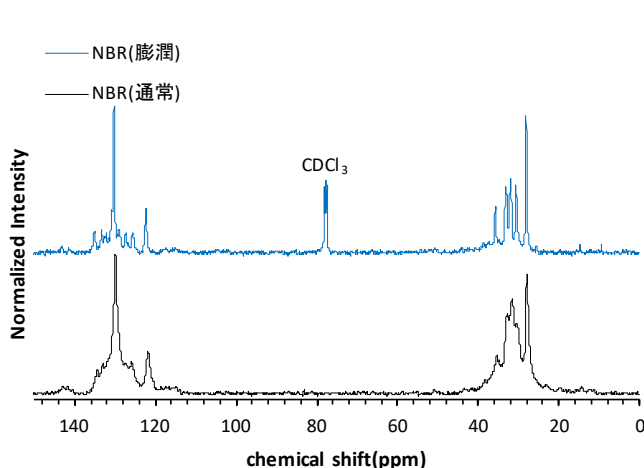
NBR は、アクリロニトリル(AN)とブタジエン(BD)とが共重合した合成ゴムで、モノマー組成の変化により耐油性、耐熱性、耐寒性等の物性が変化します。架橋 NBR のモノマー組成解析を行うため、定量的な評価が可能な ^{13}C DDMAS NMR 測定を行いました。また、 CDCl_3 で膨潤させた試料を測定に用いました。

分析方法・分析装置

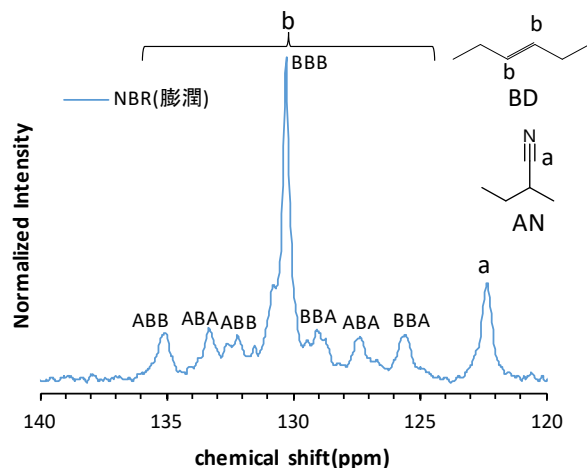
- ・分析方法： ^{13}C DDMAS NMR
- ・分析装置：400MHz NMR

結果

CDCl_3 で膨潤した架橋 NBR の ^{13}C DDMAS スペクトルを示します【図 1】。膨潤により分子運動性を向上させることで、通常の固体試料(黒)に比べ高分解能なスペクトルが得られました。120～140 ppm を拡大すると【図 2】、ピーク b では配列の異なる成分が分離して観測されました(A: AN、B: BD)。¹⁾ AN、BD のピーク積分比より、モノマー組成は AN:BD = 22:78 でした。



【図 1】架橋 NBR の ^{13}C DDMAS NMR スペクトル



【図 2】スペクトル拡大図(120～140 ppm)

まとめ

膨潤固体 NMR により、不溶なゴムやエラストマーの高分解能スペクトルを取得することが可能です。通常の固体 NMR では困難な、モノマー組成や配列解析等への応用が期待されます。

参考文献

- 1) B. G. Willoughby, *Polym. Test.*, **8**, 45(1989).

適用分野：高分子材料

キーワード：膨潤固体 NMR、モノマー組成、連鎖分布