



Timmy Schäfer (Autor)

Festkörper-NMR- und DNP-Untersuchungen an anorganisch-organischen Funktionsmaterialien

Timmy Schäfer

Festkörper-NMR- und
DNP-Untersuchungen an
anorganisch-organischen
Funktionsmaterialien



Cuvillier Verlag Göttingen
Internationaler wissenschaftlicher Fachverlag

<https://cuvillier.de/de/shop/publications/8427>

Copyright:

Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen, Germany
Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: info@cuvillier.de, Website: <https://cuvillier.de>

Inhaltsverzeichnis

1.....Einleitung	1
2.....Kernresonanzspektroskopie (NMR)	4
2.1. Grundprinzip der Magnetresonanzspektroskopie	4
2.2. Relaxation	7
2.3. Die chemische Verschiebung	8
2.4. Festkörper-Magnetresonanzspektroskopie	9
2.5. Drehung im „magischen Winkel“	10
2.6. Das Einzelimpulsexperiment	11
2.7. Dipolare Entkopplung	11
2.8. Das Kreuzpolarisationsexperiment	12
3.....Dynamische Kernpolarisation (DNP)	14
3.1. DNP-Transfer-Mechanismen	15
3.1.1. Solid Effect	15
3.1.2. Cross Effect	16
3.1.3. Thermal Mixing	18
3.1.4. Overhauser-Effekt	18
3.1.5. Polarisationstransfer über ^1H - ^1H -Spindiffusion	18
3.2. Biradikale	19
4.....Cellulose und funktionalisierte Papiermaterialien	20
4.1. Vorkommen und Gewinnung von Cellulose	20
4.2. Kristalline Formen von Cellulose	20
4.3. Anwendungen funktionalisierter Cellulose	21
4.4. Untersuchungen an Cellulosesystemen	22
5.....Kolloidale Kristalle	23
5.1. Sphärische Polymer-Kolloide	23
5.2. Suspensionspolymerisation	24
5.3. Dispersionspolymerisation	25
5.4. Emulsionspolymerisation	25
5.4.1. Teilchenbildungsphase	26
5.4.2. Wachstumsphase	26
5.4.3. Verarmungsphase	27
5.5. Synthese von Kern-Schale Partikeln mittels Emulsionspolymerisationen	27
6.....Epoxidharze	28
6.1. Synthese von DGEBA	30
6.2. Mechanismus der Aminhärtung	31
7.....Flammschutz von Kunststoffen	33
7.1. Verbrennungsprozesse von Kunststoffen	33
7.2. Wirkungsweise von Flammschutzmitteln	35

7.3.	Phosphorhaltige Flammschutzmittel	36
7.4.	Flammtest nach UL-94	38
8.....	Material und Methoden	39
8.1.	Durchführung von DNP-Experimenten	39
8.2.	Geräteaufbau der DNP in Darmstadt	39
8.3.	Messparameter der DNP-Experimente	41
8.4.	Messparameter der ssNMR-Experimente	41
8.5.	Signalzuordnung der beobachteten NMR Signale	42
8.6.	Probenpräparation für DNP-Untersuchungen an Hydroxypropylcellulose	42
8.7.	DNP-Untersuchungen von Calcofluor White an Celluloseträgermaterial	42
8.8.	ssNMR-Untersuchungen an Kern-Schale-Polymer hybrid Nanopartikeln	43
8.9.	DNP- und ssNMR-Untersuchungen an pre-keramischen Kern-Schale-Partikeln	44
8.10.	DNP- und ssNMR-Untersuchungen an vernetzten Epoxidharzen	45
8.11.	Durchführung des UL-94-Tests	49
9.....	Ergebnisse und Diskussion	50
9.1.	Hydroxypropylcellulose und dessen Reaktionsprodukte	50
9.1.1.	DNP-Untersuchungen in einer hydrophoben Matrix	51
9.1.2.	DNP-Untersuchungen in einer hydrophilen Matrix	56
9.2.	Interaktion von Calcofluor White mit einem Celluloseträgermaterial	62
9.3.	Kern-Schale Partikel	66
9.3.1.	Untersuchungen von Kern-Schale-Polymer hybrid Nanopartikeln	66
9.3.2.	Präkeramische Kern-Schale Partikel	75
9.4.	Epoxidharz-Analytik	89
9.4.1.	Zweikomponentensystemen	89
9.4.2.	Analyse flammgeschützter Epoxidharze	98
9.4.3.	Multikomponentensysteme	109
9.4.4.	DNP Untersuchungen an duroplastischen Epoxidharzen	111
9.4.5.	Charakterisierung von kommerziellen Zweikomponentensystemen	114
9.4.6.	Charakterisierung von kommerziellen Multikomponentensystemen	117
10....	Zusammenfassung/Ausblick	122
10.1.	Charakterisierung von funktionellen Cellulosematerialien	122
10.2.	Charakterisierung von Kern-Schale-Partikeln	122
10.3.	Charakterisierung von duroplastischen Epoxidharzen	123
11....	Anhang	125
A)	Abbildungsverzeichnis	125
B)	Tabellenverzeichnis	133
C)	Abkürzungsverzeichnis	134
D)	Zusätzliche Spektren	137

12....Literaturverzeichnis	150
Veröffentlichungen mit Bezug auf diese Arbeit	164
Sonstige Veröffentlichungen	164
Veröffentlichungen in Vorbereitung	164