

固体NMRによる固体材料の構造解析技術

新規材料・繊維の開発

(1) シーズ概要

[構造解析とは] 主として固体高分解能核磁気共鳴分析(NMR)を用いた繊維やフィルム等の固体状態における分子構造解析、相構造解、不溶・不融な固体物質も測定可能。

[これまでの解析例] ①ポリウレタン、②ポリエチレン、③ゴム(ブレーキシュー、ローラー)、
④フェノール樹脂、⑤導電性高分子ポリアセチレン、⑥生分解性高分子など。

[独自技術] 対象とする試料、知りたい情報に合わせてオーダーメードの測定法(パルスシーケンス)を開発したり、種々の測定方法を適宜組み合わせて解析を進める。

(2) これまでの研究成果

・新規測定方法の開発 一新規パルスシーケンスの開発および帰属方法の開発一

脱分極時定数の測定による重なった吸収線の帰属

固体NMRスペクトルは溶液での測定と比べると、線幅が広く、シグナルが重なるために
帰属が困難であるが、脱分極時定数を測定することによって帰属を容易にした。

・結晶性高分子の構造解析

ポリビニルアルコールPVAの¹³Cスペクトルにおけるメチン炭素シグナルの分裂の発見。

PVAゲルやPVAポリマーブレンドの構造解析の指標として広く使われている。

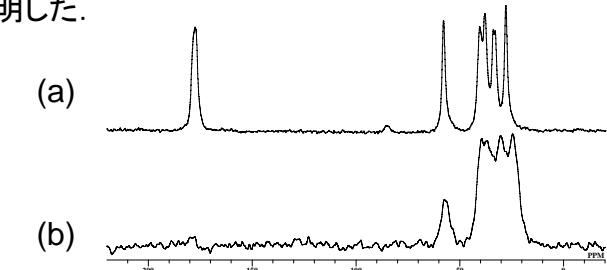
微生物産生生分解性高分子ポリ(ϵ -リジン)の結晶化度、固体におけるコンフォーメーション、
相構造を明らかにした。

・現物サンプルの構造解析 一実際に販売されている商品など一

ブレーキシューゴム: 製造工場が異なる同一商品の物性の違いが二次加硫工程の有無に起因する分子構造の変化が原因であることを解明した。

右図(a)と(b)はそれぞれポリ(ϵ -リジン)の結晶相 (a)
と非晶相を選択的に測定したスペクトルである。

結晶相と非晶相でコンフォーメーションが異なることが明白に分かる。



(3) 新規性・優位性、適用分野

・新規パルスシーケンスの開発により他では得られない詳細な知見が得られる。

・不溶・不融な固体物質も構造解析の対象。

・単なるスペクトル測定だけでなく、各種磁気緩和時間の測定・解析によって相構造に関する知見が得られる。

【適用分野】

・繊維・プラスチックなどの有機・無機固体物質。

・主な測定核種は、¹³C, ¹⁵N, ²⁹Si, ³¹P等。

特許出願: なし

関係論文: S. Maeda, et al., J. Mol. Struct., 655, 149-155(2003), Characterization of Microbial Poly(ϵ -L-lysine) by FT-IR, Raman and Solid State ¹³C NMR Spectroscopies

関係企業等: