

【技術資料】NMR 応用例 ～溶液 NMR 測定法紹介 ③緩和・拡散フィルター

概要

核磁気共鳴(Nuclear Magnetic Resonance: NMR)法は、分子の化学構造や運動性、相互作用などを調べる手法で、有機化学をはじめとして高分子化学、生物化学、医学等の広い分野で活用されています。

本資料では緩和(T2)フィルターまたは拡散フィルターを用いた 1 次元 NMR 測定により、混合物中の低分子あるいは高分子成分を強調したスペクトルを取得する方法を紹介します。混合試料中の高分子と低分子の識別や定性分析に有用な測定法です。

分析方法・分析装置

分析方法：1 次元 NMR 緩和(T2)フィルター、拡散フィルター

分析装置：500MHz NMR

試料

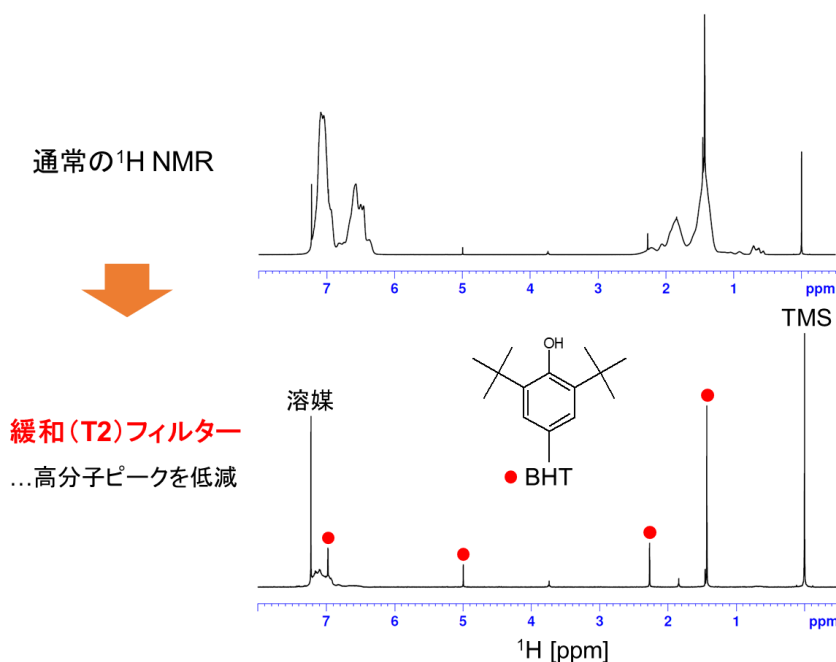
ポリスチレン(1%BHT 添加)重クロロホルム溶液

結果

①緩和(T2)フィルター

緩和(T2)フィルター測定は、NMR 信号を任意の時間だけ T2 緩和(スピン-スピン緩和)させた後にデータを取得する測定法で、T2 緩和時間が短い成分ほどピーク強度が低下したスペクトルが得られます。一般的に分子量が大きくなるほど T2 緩和時間は短くなるため、低分子を強調した NMR スペクトルを取得可能です。

ポリスチレン(1%BHT 添加)の通常の ^1H NMR と緩和フィルター測定結果を図 1 に示します。図 1 より、緩和フィルター測定では、ポリスチレンに埋もれていた BHT 由来ピークが検出され同定可能となりました。

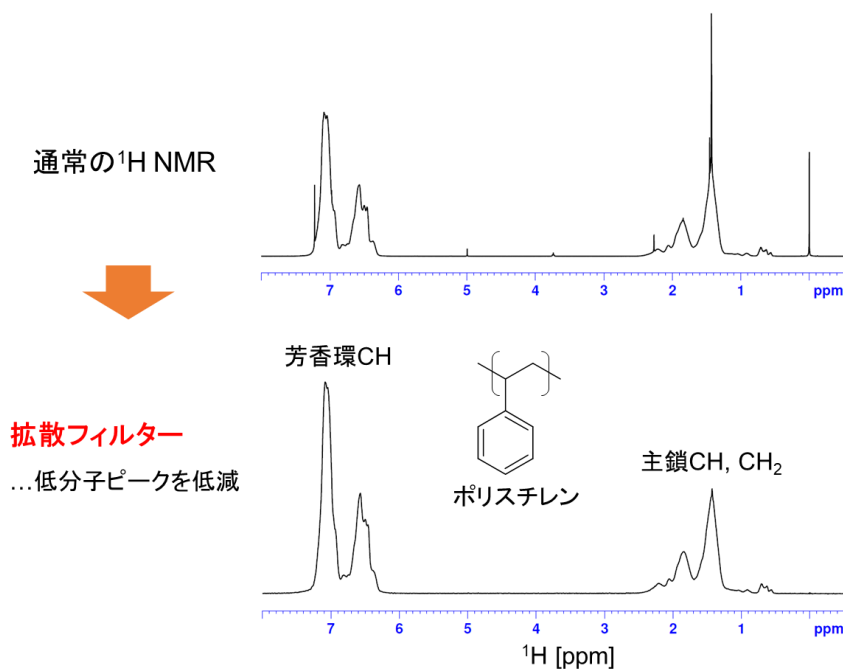


【図 1】ポリスチレン(1%BHT 添加)の通常の ^1H NMR(上段)と緩和(T2)フィルター(下段)測定結果

②拡散フィルター

拡散フィルター測定は、1次元の DOSY(Diffusion Ordered SpectroscopY)測定であり、拡散係数の大きい成分ほどピーク強度が低下したスペクトルが得られます。一般的に分子量が小さいほど拡散係数は大きいため、高分子を強調した NMR スペクトルが取得可能です。

ポリスチレン(1%BHT 添加)の通常の ^1H NMR と拡散フィルター測定結果を図 2 に示します。図 2 より、拡散フィルター測定では、BHT や溶媒由来のピークが除かれたポリスチレンのみのスペクトルが得られました。



【図 2】ポリスチレン(1%BHT 添加)の通常の ^1H NMR(上段)と拡散フィルター(下段)測定結果

まとめ

緩和(T_2)フィルター測定は低分子を強調した NMR スペクトルが得られる測定法であり、ポリマーピークと重複した低分子添加剤の解析等に有効です。一方、拡散フィルター測定は高分子を強調した NMR スペクトルが得られる測定法であり、ポリマー中の低分子不純物の影響を排除したい場合等に有効です。これらのフィルター測定を活用することで混合物試料の複雑な NMR スペクトルが単純化され、解析に有用な情報が得られる場合があります。

適用分野：高分子材料、有機材料

キーワード：溶液 NMR、緩和時間、拡散係数、分子構造解析、分子運動性