

DNPを利用した高分子材料の二次元固体NMR解析

メタデータ	言語: Japanese 出版者: 公開日: 2012-11-22 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 前田, 史郎 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/10098/6922

DNP を利用した高分子材料の二次元固体 NMR 解析

福井大学大学院工学研究科生物応用化学専攻 前田 史郎

1. はじめに

微生物が産生するポリアミノ酸など ^{13}C エンリッチが難しい天然高分子では、INADEQUATE スペクトルの測定は通常の 2D 固体 NMR では感度が低く、事実上測定が不可能である。しかし、DNP を利用すれば INADEQUATE 測定が可能になり、炭素原子の連鎖を明らかにすることによって吸収線の正確な帰属ができるものと期待される。

2. 実験方法

2D 測定のための DNP/CP/MAS NMR システム (UFDNP-200) [1]を用いて通常の 2D 固体交換 NMR 測定が可能であることを実証する目的で、 ^{13}C エンリッチしていない低分子のモデル化合物としてトロポロン (図 1) を用いて、2D 固体交換 NMR 測定を行った。UFDNP-200 のベースである CMX200 型 NMR 装置標準の位相敏感型 2D 交換 NMR パルスシーケンスでは Real と Imaginary 部分を別々に測定しており、市販 NMR データ処理ソフトウェアとデータフォーマットの互換性がない。そこで、福井大学産学官連携本部所属の CMX300 を用いてトロポロンの 2D 交換 NMR 測定を行い、そのデータフォーマットを解析する。CMX200 の測定データのデータフォーマットを変換して市販ソフトウェアでデータ処理して正しく測定できているか検証を試みる。

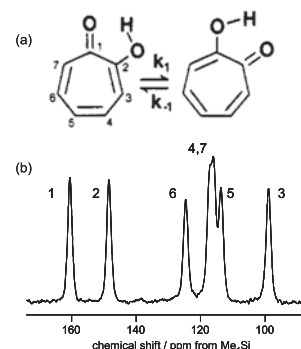


図 1. トロポロンの(a)互変異性、(b)1D CP/MAS ^{13}C NMR スペクトル

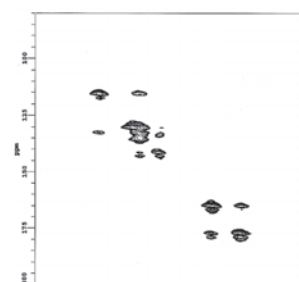


図 2. トロポロンの 2D 交換 ^{13}C NMR スペクトル

3. 結果と考察

図 2 に CMX300 で測定されたトロポロンの 2D 交換 NMR スペクトルを示す。今後、データフォーマットの解析を行い、UFDNP-200 で測定された 2D 交換 NMR データが正しく測定できているか検証する。その後、DNP を用いた INADEQUATE 等の 2D NMR 測定を試みる予定である。UFDNP-200 においては、長時間安定な低温 MAS を実現するため以下を行った。(1) MAS 用窒素ガス冷却のための熱交換器を 3 巻きコイルから 4 巻きコイルに変更し、安定な冷却力を向上させた。(2) (1)に伴い、低温における温度の自動制御ユニットを設置し、 -183 ± 0.5 °C の制御を実現した。(3) MAS ローターを薄壁タイプから厚壁タイプに変更し、ドライブおよびボトムキャップの固定を向上させた。

参考文献

[1] F. Horii, T. Idehara, Y. Fujii, I. Ogawa, A. Horii, G. Entzminger, F. D. Doty, *J. Infrared Milli. Terahz Waves*, DOI 10.1007/s10762-012-9874-1 (Online First Article).