

# 超高感度NMR導入により、微量成分の解析が変わります

## (微量成分、微量試料の600MHz NMR分析)

NMRは分子構造解析に不可欠な装置ですが、その他の分析装置(IRやMSなど)と比較して、原理的に低感度であるため、微量成分の分析については制約がありました。この度、超高感度プローブ(CryoProbe)を備えた600MHz NMR装置を用いることで、従来分析が困難であった微量成分、微量試料の解析が可能となりましたので、ご紹介します。

### 分析例1

#### アクリルポリマー中の微量官能性モノマーの分析

超高感度プローブは、検出コイルを13K(約-260℃)という極低温に冷却することで、ノイズが大幅に低減され、弊社の従来保有装置(400MHz NMR装置)の10倍以上の感度[S/N : 210/1 ⇒ 3000/1 (<sup>1</sup>H), 150/1 ⇒ 1900/1 (<sup>13</sup>C)]での測定が可能となります。これにより、特に低感度であるために微量成分の検出が困難であった<sup>13</sup>C核の測定に威力を発揮します。アクリル酸ブチルとアクリル酸-2-ヒドロキシエチルからなるアクリルポリマーの<sup>13</sup>C NMRスペクトルを図1に示します。従来の400MHz NMR装置で測定した場合(上段)では、16時間積算の結果、アクリル酸ブチルに由来するピークしか検出されませんでした。超高感度プローブで測定した場合(下段)には、4時間積算でアクリル酸-2-ヒドロキシエチルに由来するピークも検出されました。このように、高分子鎖中の微量官能性モノマーの詳細組成解析などに有効です。

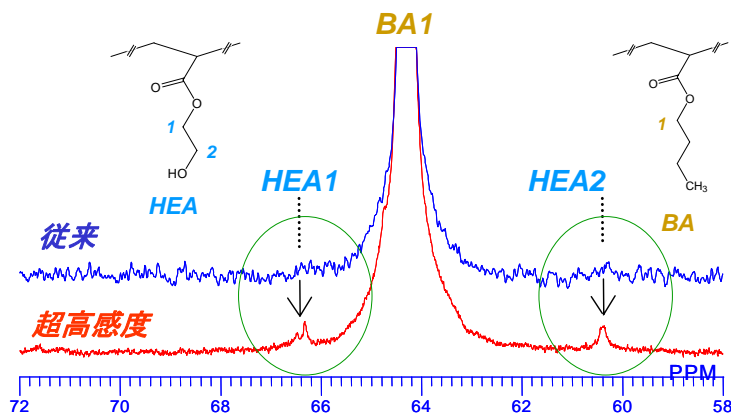


図1 アクリルポリマーの<sup>13</sup>C NMRスペクトル

### 分析例2

#### 微量試料(ポリイミド)の分析

10 μgのポリイミドの化学分解物の<sup>1</sup>H NMR測定結果を図2に示します。従来の400MHz NMR装置で測定した場合(上段)では、ポリイミドに由来するピークはほとんど検出されませんでした。超高感度プローブで測定した場合(下段)には、ポリイミドの構成モノマー成分であるDPEおよびBPDAに由来するピークが明確に検出され、さらにピーク積分強度比より含有量比の算出も可能となりました。このように、微量の不溶性高分子であっても、超高感度プローブと弊社の分解技術を併用することにより、詳細な組成解析が可能です。

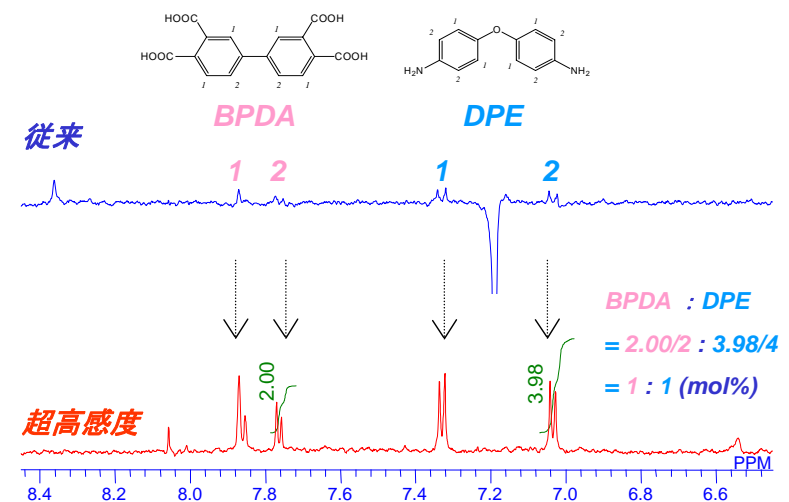


図2 ポリイミドフィルム分解液の<sup>1</sup>H NMRスペクトル