

## 半固体 HR-MAS プローブを用いた 天然ゴム・実験用手袋の測定 ～NMR 技術職員として1年半で学んだこと 学び・自己研鑽・応用～

○加納 真衣 東海国立大学機構 名古屋大学 全学技術センター

### はじめに

本機関に採用され1年5ヶ月が経過し、主な業務として核磁気共鳴装置(NMR)の保守管理と依頼測定を行ってきた。本ポスター発表では今まで行ってきた業務の中で特に高分解能のマジック角試料回転が行える検出器 (HR-MAS プローブ) を用いた測定について報告する。HR-MAS プローブはマジック角にあわせて Z 勾配を持たせた構成がなされ、グラジエントを用いて向上した溶媒除去やアーディファクトのない二次元測定が可能となり、特に生体組織サンプルやジェルやゲル状のサンプルをそのまま測定できるのが特徴である。

今回 HR-MAS プローブを良く知るために、輪ゴムや素材の違う実験用手袋 (図 1) を測定したことについて報告する。また、周りの技術職員からのアドバイス等を含め、名古屋大学全学技術センターで所有する NMR500MHz(Bruker 社製 AVANCE NEO 500)の魅力についても、報告する。



図 1 : 実験用手袋

### HR-MAS プローブでの流体ポリイソプレン・ゴム体ポリイソプレンの測定

これまではゲル状物質を分析する NMR 法としては固体 NMR 法が用いられてきた。固体 NMR では、主に分解能の低い  $^{13}\text{C}$  のデータしか得られなかった。溶液 NMR 法でも同じく分解能の高いスペクトルを得られずにいた。しかし、HR-MAS プローブでは、固体 NMR の MAS (Magic Angle Spinning) と溶液 NMR の重溶媒によるロック・シムを併用することで、重溶媒でゲル化させた物質の分解能の高い  $^1\text{H}$ -NMR,  $^{13}\text{C}$ -NMR, 2D の NMR 測定が可能となった。本発表では溶液、固体、HR-MAS のそれぞれのプローブを用いて比較し考察した。図 2 には、輪ゴムの主成分であり、ゴム化前のポリイソプレン

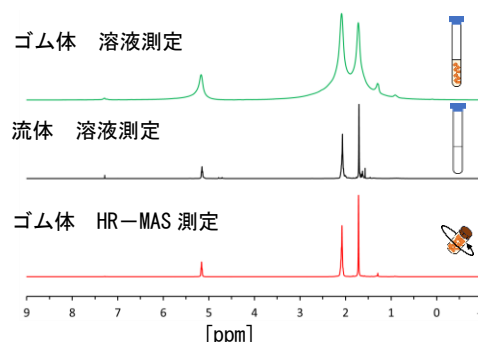


図 2 : 流体ポリイソプレンとゴム体ポリイソプレンの  $^1\text{H}$ -NMR 測定 (溶媒・膨潤溶媒  $\text{CDCl}_3$ )

(流体) を溶液プローブで測定したスペクトルと、輪ゴムになった後のポリイソプレン (ゴム体) を HR-MAS プローブで測定したスペクトルを比較している。化学シフトは一致し、原材料のポリイソプレンが有機溶媒に溶けないゴムの状態でも測定できることが分かった。

### 様々な素材の実験用手袋の HR-MAS NMR 測定

測定対象の実験用手袋には、ニトリル手袋・ラテックスゴム手袋を使用し、輪ゴム (成分:天然ゴム) と比較した。1 mm 角に刻んだ試料を、それぞれ重クロロホルムで膨潤させ  $^1\text{H}$ -NMR を測定した。結果、ゴム手袋は大半の材料が天然ゴムで作られているのに対して、ニトリル手袋はアクリルニトリルと 1,3-ブタジエンの共重合から作られており、素材が異なることがスペクトルから読み取れた (図 3)。手袋事態の見た目では、素材の判断が付かないものを HR-MAS での測定で、違いを表すことができた。今回の経験を生かし、今後の HR-MAS の測定を通してより理解を深めたいと考えている。

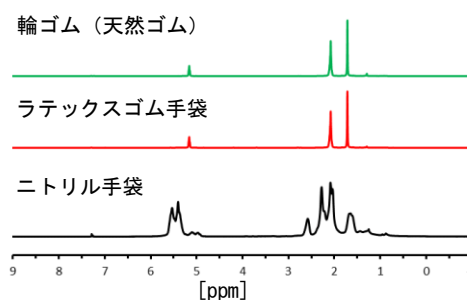


図 3: 輪ゴム, ラテックスゴム手袋, ニトリル手袋の HR-MAS  $^1\text{H}$ -NMR 測定 (MAS 回転数 5 kHz) (膨潤溶媒  $\text{CDCl}_3$ )