

禁水化合物におけるインナーセルを用いた固体 NMR 測定メソッドの確立

○稲角 直也^{a)}、藪田 豊^{b)}、大野 功司^{b)}

^{a)}大阪大学大学院理学研究科技術部、^{b)}大阪大学コアファシリティ機構工作支援部門

1. はじめに

固体 NMR はサンプルを高速回転させながら測定するため、回転で発生する摩擦熱や圧縮空気に含まれる酸素や水分などがサンプルに影響を及ぼすこと知られている。近年電池材料などに用いられている禁水性化合物について、測定相談が増加してきたことから水分に対する反応性が高いサンプルについて、固体 NMR で安全に測定出来る方法の確立を目指し検討を進めてきた。

2. 乾燥圧縮空気の供給

禁水性サンプルを測定するには、測定環境を窒素ガスもしくは乾燥空気で充填する必要がある。窒素ガスについては、窒素ガス発生器もしくは窒素ガスボンベを用いる方法が一般的であるが、固体 NMR でサンプルを高速回転するのに必要な流量と固体 NMR を測定する時間などを考慮すると非現実的であるため、乾燥圧縮空気を供給することにした。

以前に報告した「NMR 用低温ガス安定供給システムの改良整備」を検討した時に乾燥圧縮空気を供給する環境は出来ていたため、今回は環境が整っている JEOL 製 ECA400WB の装置で禁水化合物測定メソッドを検討することにした。

低露点ドライヤー導入



酸素分離膜導入

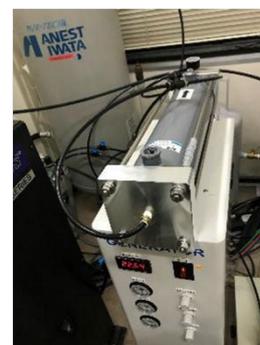


図 1. 乾燥圧縮空気を供給するのに必要なユニット

3. 固体 NMR 試料管用インナーセルの作成

固体 NMR 試料管にサンプルを充填させるためには専用の治具が必要であり、利用者毎に治具を用意して貰うのは利用のハードルが高くなることが予想された。また禁水性化合物などを扱う場合、グローブボックス内での作業となるため、出来るだけ簡便なサンプリングが求められていた。

筆者等は NMR 試料管にフィットするインナーセルを作成することで、ユーザーのサンプリングと固体 NMR 試料管への充填を簡便化する事にした。

4. 簡易グローブボックスの導入

ユーザーによるサンプリング後、サンプルが充填されたインナーセルは不活性ガスで置換されたラミネート袋に入れて輸送する。ラミネート袋から NMR 試料管へ移す時も乾燥空気下で行う必要があるため、簡易グローブボックスを導入した。このグローブボックス内についても、NMR で用いている乾燥圧縮空気を充填させて利用する事にした。

5. おわりに

当日の発表では、サンプリングから測定までの流れや失敗談についても詳細に紹介する予定である。