Xe-129 NMR 法による PVC と PET の気体収着特性評価

(名工大院・工) 〇吉水 広明

【緒言】 我々はこれまでに、129Xe NMR スペクトルから得られる各種高分子材料に収着した Xe の様々な情報を解析し、Xe 収着特性と高次構造の相関関係などを評価してきた。本研究では、比較的気体透過性の低いポリエチレンテレフタレート(PET)を対象に、Xe を収着させて 129Xe NMR スペクトルを観測し、その特徴を調査した。また、その結果を既報のポリ塩化ビニル(PVC)の結果と比較検討した。

【実験】 東レ(株)の PET フィルム (ルミラー®) を購入しそのまま用いた。フィルム厚は $25~\mu m$ 。 PET 試料片を適切な大きさに切断し,テフロン製バルブキャップが付いた硬質ガラス製耐圧試料管に適量挿入した。 Xe 共存下での NMR 測定は,自作の気体導入器を用いて実行した。 129 Xe 存在比が約 81 %に濃縮されたエンリッチ Xe (高千穂商事より購入)を用いた。 129 Xe NMR スペクトルは, JEOL ECZ700 NMR 分光計を用いて約 194~MH z にて観測した。

【結果と考察】 25 ℃, 101 kPa における PET の Xe 収着量を定容法で確認した。しかし、129Xe NMR 測定を行った結果、収着 Xe に帰属されるピークは圧力を 8 atm まで高めても室温近傍では明瞭に観測されなかった。温度が 60, 80, 100, 120 ℃一定の下で、Xe 圧力が 507, 608, 709, 810 kPa の条件下で観測したスペクトルの収着 Xe に帰属されるピークが観測された化学シフト領域を図 1 に示す。なお、ピーク高の低いデータは適当に拡大してある。ピークの先鋭化が温度上昇とともに増している様子が見て取れる。ピーク線幅は着目 Xe の運動性の尺度といえ、先鋭化は運動性の向上を意味している。PET 中の Xe は、低温下では拡散性がとても低く、これに対応して線幅に反映される運動性も非常に低下しているため、結果として NMR ピーク線幅が著しく広がり見かけ上スペクトルにみえないと考察される。PET と同程度の気体透過性を示す PVC においては、室温下でも収着 Xe のピークが PET よりは明瞭に観測された。これらの違いは、拡散移動性の高低とピーク線幅に反映される局所的な運動性の相関を議論するうえで、興味深い結果である。

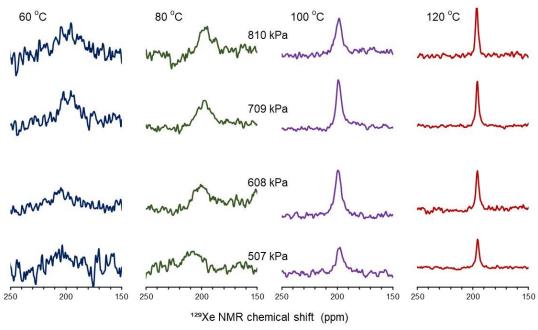


Figure 1 ¹²⁹Xe NMR spectra of the Xe in PET at various temperatures and pressures.

<u>Hiroaki YOSHIMIZU</u> (Graduate School of Engineering, Nagoya Institute of Technology, Gokiso-cho, Showa-ku Nagoya 466-8555, Japan) Tel&Fax: +81-52-735-5272, E-mail: yoshimizu.hiroaki@nitech.ac.jp