

酢酸セルロースのアセチル基置換度分析

NMRを用いることでセルロース誘導体の化学構造評価が可能です。

測定法 : NMR

製品分野 : バイオマス・高分子材料・化粧品・日用品

分析目的 : 構造評価・製品調査

概要

木材構成成分として知られるセルロースのアセチル化により得られる酢酸セルロースは、高い生分解性を有しており合成樹脂や繊維、フィルムとして幅広く利用されています。アセチル化の度合い(アセチル基置換度)によって溶解性等の物性が大きく変化することが知られており、産業利用においてアセチル基置換度の評価はとても重要です。

本資料では¹³C-NMR分析で酢酸セルロース市販品のアセチル基置換度を評価した事例を示します。

酢酸セルロースの構造と¹³C-NMR分析データ

セルロース及び酢酸セルロースの構造を図1に示しました。セルロース分子中に含まれるヒドロキシ基(-OH)を部分的あるいは完全にアセチル化することで酢酸セルロースとなります。セルロース中のグルコース単位中に3つ存在するヒドロキシ基のうち、アセチル化(COCH₃)されたものの数をアセチル基置換度と呼びます。

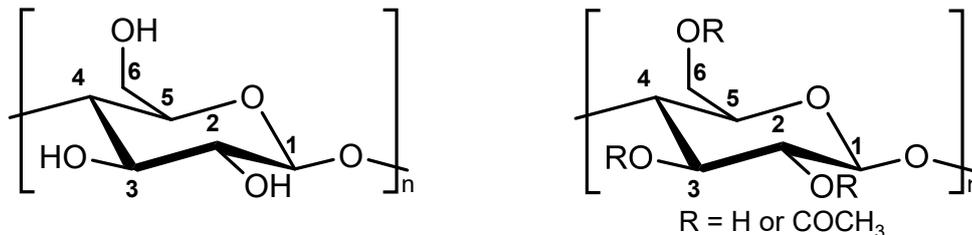


図1. セルロース(左図)と酢酸セルロース(右図)の化学構造

酢酸セルロース市販品を重水素化ジメチルスルホキシド(DMSO-d₆)に溶解し、NOE(*)による定量性低下を避けるために逆ゲート付きデカップリング法で測定しました。得られた¹³C-NMRスペクトルを図2に示します。(※)NOE : nuclear Overhauser effect (核オーバーハウザー効果)の略。空間的に近接した原子核間に生じる相互作用のこと。

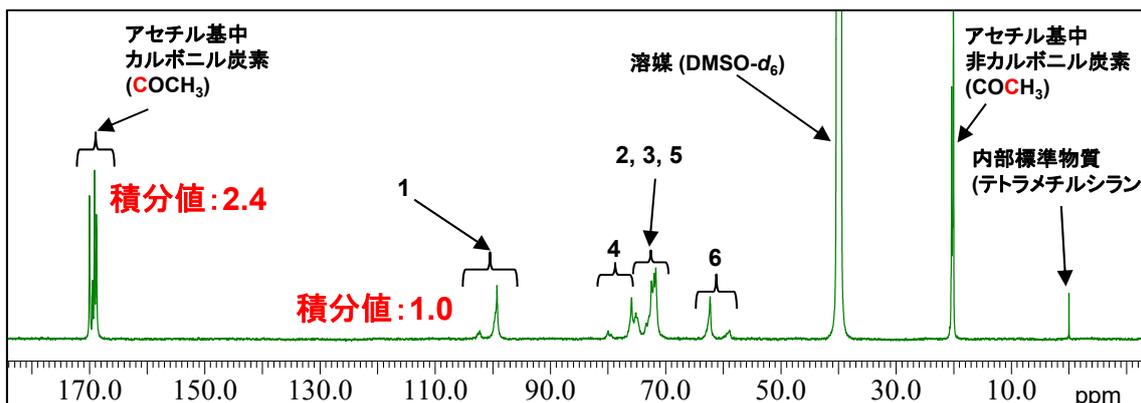


図2. 酢酸セルロース(市販品)の¹³C-NMRスペクトル(逆ゲート付きデカップリング法)

図2から酢酸セルロースの1~6位及びアセチル基に由来するピークが確認できました。また、ピークの積分値からアセチル基はアノマー炭素(1位の炭素)の2.4倍存在することが分かりました。アノマー炭素は各グルコース単位中に一つずつ存在しているため、**分析した酢酸セルロースの置換度は2.4**となりました。



Point

NMRを用いることで、セルロース誘導体の置換度評価が可能です。

分析サービスで、あなたの研究開発を強力サポート!