理研NMR施設利用報告書
(トライアルユース)

10-500-011

利用機関名	住友化学株式会社 筑波研究所	
実施部署名	研究グループ (材料物性科学)	
実施責任者管理職名・氏名	上級研究員 / 岡田 明彦	
実施部署所在地	茨城県つくば市北原	
実施部署連絡先		
利用課題名	芳香族高分子の H-C TROSY 測定技術の高度化	
利用目的・内容	高磁場 NMR 装置と TROSY の手法を適用して芳香族系高分子の NMR スペクトルをより高分解能とする上で問題となったピークの分裂の原因を究明し、スペクトルをより高分解能化することを目的とする。	
利用実施時期及び期間	平成 22 年 11 月 29 日～平成 23 年 5 月 1 日 総利用日数：35 日 当初計画どおり・当初計画変更 (変更理由) 3/11 の震災の影響で装置が停止し、特別措置として停止期間分の測定時間を後日いただいた。	
利用施設	NMR 装置 (該当部分に○)	利用装置① ・ () 600MHz、() 700MHz、(○) 800MHz、() 900MHz (○) 低温プローブ付 () 固体プローブ付 () サンプルエンジェー付 利用期間 1：平成 22 年 11 月 29 日 ～ 平成 22 年 12 月 5 日 利用期間 2：平成 22 年 12 月 13 日 ～ 平成 22 年 12 月 19 日

		<p>利用期間 3 : 平成 23 年 1 月 11 日 ~ 平成 23 年 1 月 16 日 利用期間 4 : 平成 23 年 2 月 7 日 ~ 平成 23 年 2 月 13 日 利用期間 5 : 平成 23 年 3 月 7 日 ~ 平成 23 年 3 月 10 日 利用期間 6 : 平成 23 年 4 月 28 日 ~ 平成 23 年 5 月 1 日</p> <hr/> <p>利用装置②</p> <p>・ () 600MHz、() 700MHz、() 800MHz、() 900MHz () 低温プローブ付 () 固体プローブ付 () サンプルチェンジャー付</p> <p>利用期間 1 : 平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日 利用期間 2 : 平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日 利用期間 3 : 平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日</p> <hr/> <p>利用装置③</p> <p>・ () 600MHz、() 700MHz、() 800MHz、() 900MHz () 低温プローブ付 () 固体プローブ付 () サンプルチェンジャー付</p> <p>利用期間 1 : 平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日 利用期間 2 : 平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日 利用期間 3 : 平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日</p>
<p>立体構造解析 パイプライン</p>		<p>・ 発現確認 : 利用回数 回</p> <hr/> <p>・ フォールド判定 : 利用回数 回</p> <hr/> <p>・ 大量調製 : 利用回数 回</p> <hr/> <p>・ 構造決定 : 利用回数 回</p>
<p>利用満足度 (複数選択不可)</p>		<p>(○)大いに満足、()ほぼ満足、()やや不満、 ()大いに不満</p>

成果の概要	実施内容	<p>※実際に行った作業の概要について記載してください。</p> <p>芳香族高分子として ^{13}C エンリッチなしのポリマー（フルオレンー（4,4'-N-(p-ブチル-フェニル)ジフェニルアミン) 交互共重合体試料について重テトラヒドロフラン溶液とした上で、デカップリングなしの ^1H-^{13}C HSQC スペクトルを測定した。(800MHz)</p> <p>同試料に対し、^{13}C 1次元スペクトル(TCI プローブ利用時)、^1H-^{13}C TROSY スペクトル、F1 デカップル ^1H-^{13}C TROSY スペクトルを測定した。(800MHz)</p> <p>また、TROSY、anti-TROSY ピークの選択の確認等を行い、パルスシーケンスを完成させた。</p>
	本課題により得られた成果、当初目標と結果との比較	<p>※本課題実施の結果得られた成果および当初目標に対する達成度などについて記載してください。</p> <p>デカップリングなしの ^1H-^{13}C HSQC スペクトル、^{13}C 1次元スペクトルの結果から、当初問題視していた F1 方向のピークの分裂が ^1H-^{13}C のロングレンジ J カップリングに由来していることがわかった。そこで、t1 期の ^1H デカップリングの定法である t1 期中央に 180 度 (^{13}C) パルスを置くデカップリング方法を TROSY パルスシーケンスにおいて適用したところ、F1 方向のピーク分裂のないスペクトルを得ることができた。これによりピークの見かけの線幅が先鋭化し、さらに高分解能のスペクトルを得ることができた。</p>

	<p>今後の展開、課題</p>	<p>※本課題の結果を踏まえた今後の展開方針および目的達成に向けた今後の課題などについて記載してください。</p> <p>今回の検討で TROSY の F1 軸がデカップルされたことから、F2 方向もデカップルし、ピーク位置を通常の HSQC と同様に取り扱える TROSY 法に改良するほうが応用範囲が広いと考えられる。今後はクライオプローブ利用を前提に、低出力・広帯域のデカップリングパルスシーケンスを上記 F1 デカップルド TROSY に組み合わせて、TROSY の普及を図りたい。</p>
<p>社会・経済への波及効果の見通し</p>	<p>生体系、合成系高分子を問わず、高分子量の試料に対する NMR の適用範囲が拡大すると期待される。</p>	
<p>成果公開延期の希望の有無</p>	<p>() あり : (○) なし 「あり」の場合理由 :</p>	

理研 NMR 施設利用における感想	<p>※本施設を利用して良かった点、改善してほしい点、提案事項など、施設利用の感想を記載してください。</p> <p>今回、震災で理研にデータを取りにいけなかったので、データを電子的に送付していただき非常に助かった。</p>
利用周辺環境に関する希望	特になし。
今後の利用形態の予定	<p>☐ 再度本事業への申請を考えている。</p> <p>☐ 成果の非公開を前提とした「外部利用」(有料)を考えている。</p> <p>☒ その他理研との共同研究等を考えている。</p> <p>具体的に：</p> <p>600MHz用の31Pプローブ(Bruker製)を理研に持ち込んで1H-31Pの2次元測定を考えている。</p> <p>☐ 未定</p>
今後期待するその他のサービス	<p>☐ NMR装置利用の教育(これまでNMRを使用した経験の無い方に対する教育も含む)</p> <p>☒ NMR装置利用の技術的なサポート</p> <p>☐ その他</p> <p>具体的に</p>

文部科学省の共用ナビ （研究施設共用総合ナビゲーションサイト） に対する感想・改善について	(http://kyoyonavi.mext.go.jp/) () 見た : (O) 見ていない 感想等 :
その他	(上記の項目以外でご意見等お願いします。)

本報告書については、印刷または必要な編集・加工を行った上で公開します。また、別途開催予定の成果報告会・シンポジウムや委託事業報告書作成時において、本報告書の内容についての資料作成または発表をお願いする場合があります。