

理研NMR施設成果非占有利用報告書

11-200-042

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	上席研究員/岡田 明彦	
実施部署所在地		
実施部署連絡先		
利用課題名 (利用目的)	H-C TROSY に用いる低出力広帯域デカップリングパルスの開発	
利用実施時期及び期間	平成 23 年 5 月 23 日～平成 23 年 6 月 26 日 総利用日数：14 日 当初計画どおり・当初計画変更 (変更理由)	
利用施設	NMR 装置 (該当部分に○)	<p>利用装置①</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ ()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>利用期間 1：平成 23 年 5 月 23 日～平成 23 年 5 月 29 日 利用期間 2：平成 23 年 6 月 20 日～平成 23 年 6 月 26 日 利用期間 3：平成 年 月 日～平成 年 月 日</p> <hr style="border-top: 1px dashed black;"/> <p>利用装置②</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ ()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>利用期間 1：平成 年 月 日～平成 年 月 日</p>

		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 <hr/> 利用装置③ ・ () 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 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
	立体構造解析 パイプ ライン	・ 発現確認 : 利用回数 回 <hr/> ・ フォールド判定 : 利用回数 回 <hr/> ・ 大量調製 : 利用回数 回 <hr/> ・ 構造決定 : 利用回数 回
利用満足度 (複数選択不可)		() 大いに満足、() ほぼ満足、(○) やや不満、 () 大いに不満
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フルオレン試料(ポリスチレン換算 $M_w: 1.5 \times 10^4$) について重トルエン溶液とした上で、^1H-^{13}C TROSY スペクトルを測定した (800MHz)。その際、F1 軸に関しデカップリングした ^1H-^{13}C TROSY スペクトル、および、F1/F2 軸に関しデカップリングした ^1H-^{13}C TROSY スペクトルを測定し、線幅や F2 軸側のデカップリングの完全性 (①ピーク位置・形状の変化、②ベースラインの変動の有無、③サイドバンドの有無) について比較した。</p>

<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>	<p><i>※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。</i></p> <p>デカップリングの完全性について、上記観点①については Adiabatic pulse を用いたデカップリングシーケンスのいずれにおいても ^1H-^{13}C TROSY スペクトルにおいてピークがカップリングの中点に移動し、ピークの線幅が約 20Hz から 10Hz に先鋭化した。ピークの先鋭化は ^1H-^{13}C のロングレンジカップリングがデカップリングされたと考えられるので、デカップリング自体は TROSY においても有効に動作することが確認された。</p> <p>観点②については E. Kupce らの bilevel デカップリング法を用いた場合にブロードなベースライン変動が見られ、何らかの原因でアーティファクトが発生していることがわかった。</p> <p>観点③については上記 bilevel デカップリング法ではサイドバンドが見られなかった。一方、従来法の adiabatic デカップリング法、今回試した 2 種類の adiabatic pulse をランダムに用いる方法共にサイドバンドが発生し測定上問題があることが確認された。</p>
<p>今後の展開、課題</p>	<p><i>※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。</i></p> <p>上記観点②および③について、今回の検討では満足な結果が得られなかったため、今後は adiabatic pulse の種類、あるいはパワーをさらに TROSY に適した条件に変更することを検討する。今回の検討で、Bruker のプログラムではデカップルリングシーケンスにおいて 1 度しかパワーを変更できないことがわかったので、その範囲においてパワーの可変の可能性についても検討する。</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>

<p>利用における感想 (改善要望等を含む)</p>	<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>Bruker のプログラムではデカップリングシーケンスにおいて1度しかパワーを変更できないことがわかったので、測定の自由度を高める意味から、測定中にパワー変更がもっと簡便にできるようプログラムの改善を要望する。</p>
<p>利用周辺環境に関する希望</p>	
<p>今後の利用形態の予定</p>	<p><input type="radio"/> 成果の非公開を前提とした「外部利用」(有料)を考えている。 <input type="checkbox"/> その他理研との共同研究等 具体的に</p>
<p>今後期待するその他のサービス</p>	<p><input type="checkbox"/> 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) <input type="radio"/> NMR 装置利用の技術的なサポート <input type="checkbox"/> その他 具体的に</p>

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。

特許取得等の理由により公開の延期を希望する場合は必ず事前にご相談ください。