

理研NMR施設利用報告書

(トライアルユース)

13-500-040

平成 26 年 3 月 31 日

利用機関名	(株) 三菱化学科学技術研究センター	
実施部署名	分析物性センター	
実施責任者管理職名・氏名	センター長 / 竹内久雄	
実施部署所在地	横浜市青葉区鴨志田町 1000	
実施部署連絡先		
利用課題名	高磁場固体NMRを用いた蛍光体の構造解析	
利用目的・内容	白色 LED の発光特性は使用する蛍光体そのものの発光特性に大きく依存することが知られており、蛍光体の特性改善にはその構造解析が非常に重要であるため、固体 NMR を用いた構造解析で原子間の相互作用の影響を詳細に反映した構造情報を得たいです。	
利用実施時期及び期間	平成 25 年 10 月 29 日～平成 26 年 2 月 13 日 当初計画どおり <input checked="" type="radio"/> 当初計画変更	
	(変更理由) 当初は3/Eまで利用予定でしたが、分光計の更新があったため2/Mまでとなりました。マシンタイムと弊社担当者のスケジュールがなかなか合わなかった事もあり、利用日数は当初の予定よりも少なくなっていました。	
利用施設	NMR 装置 (該当部分に○)	利用装置① ・ () 600MHz、(<input checked="" type="radio"/>) 700MHz、() 800MHz、() 900MHz 利用期間 1: 平成 25 年 10 月 29 日 ~ 平成 25 年 10 月 31 日 利用期間 2: 平成 26 年 1 月 14 日 ~ 平成 26 年 1 月 16 日 利用期間 3: 平成 26 年 2 月 10 日 ~ 平成 26 年 2 月 13 日
利用満足度 (複数選択不可)	() 大いに満足、(<input checked="" type="radio"/>) ほぼ満足、() やや不満、 () 大いに不満	

成果の概要	実施内容	<p><i>※実際に行った作業の概要について記載してください。</i></p> <p>当社所有の 400MHz 固体 NMR で蛍光体の固体 ^{27}Al-NMR 測定を行った場合、核四極子相互作用によるブロードニングの影響が大きいため求める構造情報を十分に得られていない可能性があります。核四極子相互作用は共鳴周波数に比例して小さくなるので、核四極子相互作用の低減が期待される理研 700MHz 固体 NMR にて各種蛍光体の固体 ^{27}Al-NMR 測定を実施しました。具体的には、DOTY 4mmφプローブを使用し、1次元測定(single pulse 法)及や2次元測定(MQMAS 法)を実施しました。</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><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>配位対称性が高く核四極子相互作用が元々小さい試料では目立った高分解能化効果は見られませんでした。蛍光体では顕著な高分解能化が見られました。その結果、1次元測定(single pulse 法)で従来の 400MHz 固体 NMR では重複してしまっていた複数のピークの分離が可能となりました。更に MQMAS 測定を行う事で、配位構造の歪に起因するブロードニングを抑制したスペクトルが得られ、常磁性種であるドーパントと相互作用している Al 構造が明らかとなりました。蛍光体の配位構造は複雑であり、配位対称性が低く核四極子相互作用が大きいため、高磁場化による高分解能化の効果は極めて高く、当初期待した以上の分離能が得られました。このように、蛍光体の構造解析において高磁場固体 NMR 測定が非常に有用である事が今回明らかとなりました。但し、各種測定条件検討に時間を要してしまった上に開放期間も短縮されてしまったため、本検討結果を開発へ十分にフィードバックするには時間が足りなかったと感じています。</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>一連の検討で本系に適した各種固体²⁷Al-NMR測定条件を見出す事は出来ましたが、上述の通り今回は時間が不十分でした。そもそも、蛍光体の構造解析を行うのは開発を加速すべく効果的に開発指針を提言するためですが、現時点では開発へのフィードバックはまだ不十分です。蛍光体の開発・改良を効果的に実施するためには、測定試料の点数や試料のラインナップを更に増やして知見を蓄えると共に、開発品の構造解析をタイムリーに実施していく必要があると考えられます。</p>
<p>社会・経済への波及効果の見通し</p>	<p>三菱ケミ HD では 16/3 期に蛍光体事業として数百億円規模の売り上げを目標にしており、経済への波及効果は非常に大きいと考えられます。固体²⁷Al-NMR 測定結果に基づいた蛍光体の特性改善により、弊社における蛍光体事業の売上高向上が期待されます。また、より高い品質の蛍光体を LED 照明市場へ供給する事によって、市場拡大を間接的にサポートするものと考えています。</p>	
<p>成果公開延期の希望の有無</p>	<p>() あり : (O) なし 「あり」の場合理由 :</p>	
<p>理研 NMR 施設利用における感想</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>ユーザーへ親身に対応して頂けて、非常に利用しやすい施設だと感じました。但し、固体 NMR 利用希望者が多いにも関わらず固体 NMR が 1 台しかなく、現在はマシンタイムの取り合いになってしまっている点、この点は是非改善して頂きたいです（現状、タイムリーに測定するのはほぼ不可能な状態）。また、出来れば 700MHz よりも高磁場の NMR でも固体測定を可能にして頂きたいです。</p>	

利用周辺環境に関する希望	(控室に行くのではなく)測定画面を確認しながら NMR の近くでデスクワークを行いたいケースがかなりありましたが、NMR 室にはコンセントが(殆ど)無いので、やや不便でした。一つでよいので、ユーザーが利用可能なコンセント(OA タップなど)が制御 PC の近くにあると便利だと感じました。
今後の利用形態の予定	(○)再度本事業への申請を考えている。 ()成果の非公開を前提とした「外部利用」(有料)を考えている。 (○)その他理研との共同研究等を考えている。 具体的に： ()未定
今後期待するその他のサービス	() 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) (○) NMR 装置利用の技術的なサポート () その他 具体的に
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 : () 見ていない 感想等： SPring-8 や SACLA のように NMR PLATFORM のバナーも共用ナビのトップページに置いて頂けると、利用者がより増えるのではないかと思います(固体 NMR がこれ以上混むのは困りますが…)
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。