

理研NMR施設利用報告書  
(トライアルユース)

14-500-043

平成 27 年 4 月 1 日

|              |   |  |
|--------------|---|--|
| 利用機関名        | 株式会社MCHC R&Dシナジーセンター  |  |
| 実施部署名        | 分析物性研究室   |  |
| 実施責任者管理職名・氏名 | 室長 赤井 俊雄  |  |
| 実施部署所在地      | 横浜市青葉区鴨志田町 1000   |  |
| 利用課題名        | 高磁場超高速 MAS 固体 NMR を用いた難溶性ポリマーの構造解析  |  |
| 利用目的・内容      | <p>ポリマー材料の応用範囲は広いが、近年特に電子部品等、高耐久性が要求される用途への展開が急速に進んでいる。溶液 NMR 測定による精密構造解析は最も強力なポリマー構造解析手法の一つであるが、高耐久性のポリマー材料は架橋性樹脂等あらゆる溶媒に不溶な場合が多いため、溶液 NMR 測定が出来ず問題となっている。この問題を解決するため、溶媒不要なポリマーに対して超高速 MAS 固体 NMR 測定を行い、溶液 NMR に肉薄した精密構造解析が可能であるかどうかを把握したい。</p>                                |  |
| 利用実施時期及び期間   | <p>平成 26 年 5 月 7 日 ~ 平成 26 年 6 月 24 日</p> <p style="text-align: center;">当初計画どおり <input checked="" type="radio"/> 当初計画変更 (どちらかを○で囲む)<br/>(変更理由)</p> <p>超高速 MAS 用 1 mmφ 固体 NMR 試料管は非常に高価であるため、トライアルユースでその有用性を実証して社内導入を検討したかったが、トライアルユース開始後に試料管の貸与が不可となってしまう、検討を中断せざるを得なくなった。</p> |  |
| 利用施設         | NMR 装置<br>(該当部分に○)  | <p>利用装置①</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ ( ) 溶液 600MHz、( ) 溶液 700MHz、( ) 溶液 800MHz、</li> <li>( ) 溶液 900MHz、( ○ ) 固体 700MHz</li> </ul> <p>利用期間 1：平成 26 年 5 月 7 日～平成 26 年 5 月 11 日<br/>利用期間 2：平成 26 年 6 月 19 日～平成 26 年 6 月 23 日</p> |

|                   |   |  |
|-------------------|---|--|
| 利用満足度<br>(複数選択不可) | ( )大いに満足、( )ほぼ満足、( ○ )やや不満、<br>( )大いに不満 |  |
| 成果の概要             | 実施内容                                    | <p>弊社所有の汎用的な固体 NMR プローブによる低速 MAS 下では <math>^1\text{H}</math>-<math>^1\text{H}</math> 同種核間双極子相互作用によってピークが非常にブロードニングするため、固体 <math>^1\text{H}</math>-NMR によるポリマーの構造解析は実質不可能である。これに対して、超高速 MAS 下では MAS により双極子相互作用がほぼ除去されるため、理想的には溶液 NMR のような 1 次元 <math>^1\text{H}</math>-NMR 測定や 2 次元 HSQC 測定などが可能であると考えられる。これを確認すべく、UV 硬化アクリル系樹脂について 700MHz 固体 NMR で超高速固体 <math>^1\text{H}</math>-MAS-NMR 測定を実施した。</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>1 mmφ プローブは 100kHz までの超高速 MAS が可能であるとされているが、今回は安全が担保されている 70kHz までの超高速 MAS 測定を行った。その結果、MAS 回転数に応じて各ピークが徐々にシャープになっていく様子が確認出来た。今回測定に供した試料の場合、70kHz の高速 MAS 下において 7 種類のピークが視認できるようになったが、各ピークの分離には至らなかった。UV 硬化樹脂のように固い試料の場合、溶液 NMR のようなスペクトルを得るには更なる高速 MAS や測定温度の変更が必要であることが分かった。これ以降試料管をお借りできなくなってしまったため、2 次元測定検討は実施出来なかった。</p>  |
|                   | 今後の展開、課題                                | <p>検討を継続するには試料管一式の購入が不可避であるが、有用性が実証できていない段階で 100 万円以上する試料管を購入するのは非常に難しく、本トライアルユース枠での実証は断念することとした。</p>  |

|                 |   |
|-----------------|---|
| 社会・経済への波及効果の見通し | (現時点では)特になし   |
| 成果公開延期の希望の有無    | <input type="radio"/> なし : <input type="radio"/> あり<br>「あり」の場合理由：<br><br>延期希望期間 : (利用報告書提出日より最大 2 年)  |
| 理研NMR施設利用における感想 | 1 mmφ 試料管の耐用性の低さは想定外であり、施設運用上、期中でユーザーが準備する形に変更せざるを得なかったのだと思いますが、1 組織 2 回までの貴重なトライアルユースをこのような形で中断することになってしまったのは極めて残念です。今後のためにも、現時点では予算確保が難しい案件であるからこそトライアルユースを利用しているというユーザー側の事情にもご配慮頂いた上で、運用ルールの変更をお願いしたいです。 |
| 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      | <input type="radio"/> 再度本事業への申請を考えている。<br><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。<br><input type="radio"/> その他理研との共同研究等を考えている。<br>具体的に：<br><br><input type="radio"/> 未定                         |

|  |   |
|--|---|
| <p>今後期待するその他のサービス</p>                              | <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>   |
| <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</p> | <p>(<a href="http://kyoyonavi.mext.go.jp/">http://kyoyonavi.mext.go.jp/</a>)</p> <p>( <input type="radio"/> ) 見た : ( <input type="radio"/> ) 見ていない</p> <p>感想等 :</p> |
| <p>その他</p>   | <p>(上記の項目以外でご意見等お願いします。)</p>  |

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。