

理研NMR施設利用報告書
(トライアルユース)

14-500-045

平成 27 年 5 月 27 日

利用機関名	(株)三井化学分析センター	
実施部署名	構造解析研究部	
実施責任者管理職名・氏名	構造解析研究部 部長 / 脇 浩	
実施部署所在地	千葉県袖ヶ浦市長浦 580-32	
利用課題名	ポリマーの詳細な一次構造解析	
利用目的・内容	<p>モノマーが多元系になると NMR シグナルの重なりや異種結合の存在により、構造解析の難易度が高くなる。また、モノマー成分や末端基等が微量な場合も多い。既存のポリマー(ポリオレフィン系試料およびポリエステル樹脂等)を測定対象とし、構造解析における高磁場 NMR や高感度プローブの有用性を確認するため、一次元および 2 次元 NMR スペクトルを測定し、微小構造や末端構造等の詳細な一次構造解析を行う。</p>	
利用実施時期及び期間	<p>平成 26 年 9 月 30 日 ~ 平成 27 年 3 月 30 日</p> <p style="text-align: center;">(当初計画どおり)・当初計画変更(どちらかを○で囲む) (変更理由)</p>	
利用施設	NMR 装置 (該当部分に○)	<p>利用装置①</p> <p>・ (○) 溶液 600MHz、() 溶液 700MHz、() 溶液 800MHz、 () 溶液 900MHz、() 固体 700MHz</p> <p>利用期間 1 : 平成 26 年 10 月 16 日 ~ 平成 26 年 10 月 17 日 利用期間 2 : 平成 26 年 12 月 8 日 ~ 平成 26 年 12 月 24 日 利用期間 3 : 平成 27 年 2 月 16 日 ~ 平成 27 年 2 月 22 日 利用期間 4 : 平成 27 年 3 月 16 日 ~ 平成 27 年 3 月 22 日</p> <p>利用装置②</p> <p>・ () 溶液 600MHz、() 溶液 700MHz、() 溶液 800MHz、 (○) 溶液 900MHz、() 固体 700MHz</p> <p>利用期間 1 : 平成 26 年 9 月 30 日 ~ 平成 26 年 10 月 5 日</p>

		<p>利用期間 2 : 平成 26 年 10 月 20 日～平成 26 年 10 月 27 日</p> <p>利用期間 3 : 平成 26 年 11 月 18 日～平成 26 年 11 月 24 日</p> <p>利用期間 4 : 平成 27 年 1 月 26 日～平成 27 年 2 月 1 日</p> <p>利用期間 5 : 平成 27 年 3 月 16 日～平成 27 年 3 月 22 日</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> <p>700MHz、800MHz でも測定予定であったが、装置に空きがなかったため測定できなかった。</p>
<p>成果の概要</p>	<p>実施内容</p>	<p>種々PP およびエチレン/環状オレフィン コポリマーについて、600MHz (DCHプローブ)により¹³C-NMRスペクトルを取得した。また、微量構造の検出時に問題となるデカップルノイズの確認のため、¹³C デカップル条件について検討した。</p> <p>エチレン/環状オレフィン コポリマーについては INADEQUATE 等の 2D-NMR スペクトルを取得した。</p> <p>PET(ポリエチレンテレフタレート)について、主に 900MHz で種々の測定を行い、WET 法により末端基や微小構造由来のシグナルを感度よく検出する方法について検討した。</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>種々試料について、複数のパルスプログラムによる測定を実施、スペクトル比較を行った。</p> <p>¹³C-NMR 測定時に発生するデカップルノイズを低減する測定条件について、PP を試料として検討した。その結果、¹CPDPRG : bi_waltz65_256、PCPD2:62usec において、最もデカップルノイズが小さいと判断された。プロトンのデカップル中心(O2P)は 1.2ppm～4ppm の間では、スペクトルに大きな変化は見られなかった。</p> <p>DEPT 法においても、同様の条件が使用できるが、O2P は 1.2ppm 付近である必要がある。</p> <p>PET については、WET 法によりポリマー主鎖を消去することで、末端基や微小構造由来のシグナルを感度よく検出することができた。</p>
	<p>今後の展開、課題</p>	<p>2015 年度特定課題として、今回得られた結果を発展させ、高分子の末端基や微小構造由来のシグナルを感度よく検出する、2次元・3次元などのNMR測定法を開発予定である。また、この測定法を利用した高分子の詳細な構造解析手法の確立を目指す。</p> <p>また、成果占有での利用を考えている。</p>

社会・経済への波及効果の見通し	
成果公開延期の希望の有無	<input type="checkbox"/> なし : <input type="checkbox"/> あり 「あり」の場合理由： 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	測定に関して技術的なサポートをしていただけたのは、非常に良かった。
利用周辺環境に関する希望	測定室でのWi-Fi環境が整備されると非常にありがたい。
今後の利用形態の予定	<input type="checkbox"/> 再度本事業への申請を考えている。 <input checked="" type="checkbox"/> 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を考えている。 具体的に： 2015年度特定課題利用 <input type="checkbox"/> 未定
今後期待するその他のサービス	<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 checked="" type="checkbox"/> NMR装置利用の技術的なサポート <input type="checkbox"/> 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/) <input checked="" type="checkbox"/> 見た : <input type="checkbox"/> 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。