

理研NMR施設利用報告書  
(トライアルユース)

14-500-049

2016年01月21日

利用機関名	キヤノン株式会社
実施部署名	記録材料 22 開発室
実施責任者管理職名・氏名	総合R&D本部記録技術開発統括部門記録プロセス・材料開発C所長 / 後藤 正弘
実施部署所在地	東京都大田区下丸子 3-30-2
実施部署連絡先	
利用課題名	炭素系材料のNMR測定方法策定
利用目的・内容	利用目的：炭素系材料のNMR測定方法策定 利用内容：炭素材料のNMRサンプルメイク、測定条件、及び解析の検討
利用実施時期及び期間	平成 27 年 5 月 18 日 ~ 平成 27 年 11 月 13 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"> <li>・ ( )600MHz、( ○ )700MHz、( )800MHz、( )900MHz</li> <li>( )低温プローブ付 ( )固体プローブ付</li> <li>( )サンプルチェンジャー付</li> </ul> <p>利用期間1:平成 27年 5月 18日 ~平成 27年 5月 20日          利用期間2:平成 27年 6月 3日 ~平成 27年 6月 7日          利用期間3:平成 27年 7月 27日 ~平成 27年 7月 27日          利用期間4:平成 27年 7月 30日 ~平成 27年 8月 2日          利用期間5:平成 27年 8月 20日 ~平成 27年 8月 24日          利用期間6:平成 27年 9月 18日 ~平成 27年 9月 23日          利用期間7:平成 27年 11月 11日 ~平成 27年 11月 12日</p>
	立体構 造解析 パイプ ライン	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 発現確認 : 利用回数 回</li> <li>・ フォールド判定 : 利用回数 回</li> <li>・ 大量調製 : 利用回数 回</li> <li>・ 構造決定 : 利用回数 回</li> </ul>
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>① 開始当初、炭素材料測定時における異常昇温、放電現象が予想できたため、これら現象の制御を主眼に、サンプルメイクと装置設定の検討を行った</p> <p>② 次いで、抵抗調整を行った炭素材料を数種選択し、解析に関し検討を行い、固体NMR測定によりどの程度まで解析可能かを検討した。</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>※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>【成果】</p> <p>① サンプル調整、装置設定に関する成果：当初目標としていた、安全かつ確実に測定できるサンプル条件および測定条件の収集に関し、ほぼ満足のいく結果が得られた。具体的には以下</p> <p>＜異常昇温＞ 本検討に用いた炭素材料に関し、硝酸鉛を用いたサンプル内温度の測定をしたところ、測定時における異常昇温は発生しないことが判明した。</p> <p>＜放電現象＞ 放電現象は、サンプル調整及び測定条件である程度制御できることが解った。具体的には、測定サンプルは、炭素材料と塩を擦り合わせたものを用いることで放電現象は制御できる事、炭素材料と塩の比は、炭素材料の抵抗値により異なる事が判明した。しかしながら、低抵抗な炭素材料においては塩量を制御したとしても測定困難であることが判明した。</p> <p>また装置条件としては、デカップリングを行わないことで放電現象を制御できることが判明した。</p> <p>② 解析に関する成果：今回の検討では、炭素材料に対する微量成分の解析を目的として検討を行った。従って、検討に用いたサンプル上の問題で、当初目的としていた定量分析は困難であったものの、サンプル間の定性分析は可能であることが解った。具体的には、緩和時間を変えた、CP測定を行う事で微量成分の構成の違いをある程度明確化することができた。</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>今後の展開：今回の検討結果により、固体NMR測定により、炭素材料中の微量成分の訂正分析が可能であることが判明した。この結果を踏まえ、トライアルユースで測定を行わなかったサンプルについても解析を行い、研究開発に展開していく予定である。</p> <p>課題：定量分析に関しては課題が残った。今回目的としていた微量成分が少なすぎる事と、炭素材料のピークがブロード過ぎる事が原因であることが予想できる。</p>
<p>社会・経済への波及効果の見通し</p>	<p>一般的に、炭素材料の分析は困難であることから詳細な分析を行わず製品開発を行う事が多いのが実情である。今回のトライアルユースでは、従来予想していた以上のレベルで炭素材料の解析が可能である事が示された。この結果より、従来の経験では予想できなかった、社会的インパクトの強い新規な炭素材料開発が進むことが予想できる</p>	
<p>成果公開延期の希望の有無</p>	<p>( ) あり : (○) なし</p> <p>「あり」の場合理由：</p> <p>延長希望期間： (利用報告書提出日より最大2年)</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>弊社内では判断に困るような測定内容も、理研様では経験豊富な技術スタッフも充実しているため、迅速に実施できるため非常に助かりました。解析に関しても林先生の御指導のもと、従来以上の深度で議論でき、社員の技術力向上もできました。</p> <p>理研様のNMR施設利用に関し、非常に感謝しております。</p>
利用周辺環境に関する希望	特に無し
今後の利用形態の予定	<p><input type="checkbox"/> 再度本事業への申請を考えている。</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。</p> <p><input type="checkbox"/> 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><input type="checkbox"/> 未定</p>
今後期待するその他のサービス	<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)</p> <p><input type="radio"/> NMR 装置利用の技術的なサポート</p>

	( ) 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	( <a href="http://kyoyonavi.mext.go.jp/">http://kyoyonavi.mext.go.jp/</a> ) (○) 見た : ( ) 見ていない 感想等 : 使いやすく重宝しています
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。