

理研NMR施設利用報告書

(トリアルユース)

15-500-053

2015年12月17日

利用機関名	古河電気工業株式会社
実施部署名	研究開発本部 先端技術研究所 解析技術センター
実施責任者管理職名・氏名	マネージャー 盛島泰正
実施部署所在地	神奈川県横浜市西区岡野 2-4-3
実施部署連絡先	TEL : 0453111211 FAX : E-mail: mr940961@mr.furukawa.co.jp
利用課題名	ポリイミド系樹脂の劣化構造解析
利用目的・内容	ポリイミド系樹脂の劣化構造解析において、従来の方法では僅かな劣化に起因する構造の違いを見分けることが困難である事から、意図的に劣化させたポリイミド樹脂を作成し、固体高分解能 NMR 測定 (13C、1H、15N 測定など) により、劣化初期の構造変化を明らかにすることを目的とする。
利用実施時期及び期間	平成 27 年 5 月 7 日 ~ 平成 27 年 11 月 2 日 <p style="text-align: center;">(当初計画どおり) 当初計画変更 (変更理由)</p>

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27年 5月 7日～平成27年 5月 10日 利用期間2：平成27年 6月 1日～平成27年 6月 2日 利用期間3：平成27年 7月 28日～平成27年 7月 29日 利用期間4：平成27年 8月 25日～平成27年 8月 27日 利用期間5：平成27年 9月 17日～平成27年 9月 17日 利用期間6：平成27年 10月 30日～平成27年 11月 1日</p>
	立体構 造解析 パイプ ライン	<ul style="list-style-type: none"> ・ 発現確認 : 利用回数 回 ・ フォールド判定 : 利用回数 回 ・ 大量調製 : 利用回数 回 ・ 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>市販のポリイミド樹脂を意図的に促進劣化(熱劣化及びアルカリ劣化)させた試料を作成し、3.2mm プローブ及び1mm プローブを用いて13C、1H、15N等の測定を実施。</p> <p>劣化条件の違いによるポリイミド樹脂の構造変化の解析を行った。</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>当初、ポリイミドの劣化による構造変化はイミド結合部位に現われると予測し、¹³C、¹⁵N の CPMAS 測定を行ったが、¹⁵N 測定では有効なスペクトルを得ることが困難であった。</p> <p>しかし、¹³C-CPMAS 測定においては、アルカリ劣化品でイミド基が開裂していることを示唆するスペクトルの変化を確認することができ、劣化条件が過酷になるほど、スペクトル変化の度合いが大きくなることも確認できた。また、¹H 測定により求められた緩和時間 (T1) の値についても、樹脂の劣化状態との相関が認められる結果となった。</p> <p>一方、熱劣化品でも初期品とはスペクトルが変化することを確認できたが、そのスペクトル変化がどのような構造変化に由来するのかを特定するには至らなかった。</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>今回の利用において、当初の目的は完全には達成できていないが、アルカリ劣化条件におけるポリイミドの構造変化を解明できたことは大きな成果であると考えます。</p> <p>今後は、他の分析手法等も組み合わせて今回得られた結果の妥当性を検証することも検討していく。</p> <p>また、今回は明らかにできなかった熱劣化における構造変化や、さらに異なる劣化条件での構造変化の解析について、引き続き、本共用制度により理化学研究所の設備を活用して測定・解析を行っていきたいと考えている。</p> <p>その際、より高磁場の 900MHz の装置が利用可能であれば、その利用もお願いしたいと考えている。</p>

<p>社会・経済への波及効果の見通し</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： 延長希望期間： (利用報告書提出日より最大2年)</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>ご対応頂きました林先生には、サンプリング方法、条件設定の手順など親切にご指導頂き、大変感謝しております。この場をお借りして御礼申し上げます。</p> <p>今後とも、有償利用やトライアルユースなどを含む、NMR の公開利用制度が継続されることを希望いたします。</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>(○) 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</p>

<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>(<input checked="" type="radio"/>) 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>(http://kyoyonavi.mext.go.jp/)</p> <p>(<input checked="" type="radio"/>) 見た : () 見ていない</p> <p>感想等 : よくできていると思います。今後も維持更新してほしい。</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。