

大阪大学蛋白質研究所先端核磁気共鳴装置群利用報告書

(トリアルユース)・成果公開利用)

利用企業名	旭化成株式会社	
利用者部署、氏名	旭化成株式会社 基盤技術研究所 村上 公也	
連絡先 住所	〒416-8501 静岡県富士市鮫島 2-1	
連絡先 電話番号 Fax、E-Mail	Tel. (0545) 62-3187 Fax (0545) 62-3159 E-mail murakami.kcg@om.asahi-kasei.co.jp	
利用課題名	DNP NMR 法を用いたポリマーコートフィルム表面層の高感度測定	
概要	<p>近年、nm オーダーの表面コートを施した多層材料が多く開発されている。表面層の化学構造解析には XPS 等の表面分析法が用いられているが、得られる情報が NMR に比べ限られている。従来、多層材料の NMR 解析には 2 つの課題があった。1 つは表面層が微量に過ぎず、感度が不足していること。もう 1 つは基材層由来の信号が大きく、単なる長時間積算では表面層のみの情報取得が困難なことである。</p> <p>本研究では、DNP 法によりラジカル近傍に存在する表面層の信号について特に高感度で取得することで、将来的な表面分析法としての利用可能性について検証することを目的とする。本研究を通じ、多層材料の表面構造に関して従来に比べて多くの情報取得が可能となることが期待される。</p>	
利用実施時期及び期間	平成 27 年 4 月 1 日～平成 28 年 5 月 13 日 総利用日数 (DNP 固体 700MHz: 19 日, DNP 固体 600MHz: 1 日)	
利用 NMR 装置	DNP 固体 700MHz DNP 固体 600MHz	
成果の概要	目的	DNP 法によりラジカル近傍に存在する表面層の信号について特に高感度で取得することで、将来的な表面分析法としての利用可能性について検証すること

	実験内容	約 100 μ m の PET シートの両面に約 200nm の PVAc 層をコートした試料について、DNP-NMR 法を用いて測定を図った。
	結果及び考察	<p>DNP 固体 700MHz NMR 装置を使って、PVAc コート PET の試料をヘリウムガス流下、100K で測定したところ、NMR 測定に伴うラジオ波照射の繰り返しとともに激しいアーキングが ^1H, ^{13}C チャネルの両方に発生した。その結果、CP がかからず、取り込み中にアーキングノイズが入ったため、良好な感度での NMR 測定は不能になった。標準試料に戻るとヘリウム雰囲気下、室温でも 100K でもアーキングしないことが確認できた。それに対し、PVAc コート PET 試料では、固体 NMR600 装置を使って空気雰囲気下で測定をした場合にも、弱い ^1H デカップリングパワーで 10ms 程度に取り込み中に微弱なアーキングが観測できた。以上の結果から、アーキングの原因は PVAc コート PET 試料に由来すると考えられた。</p> <p>後日、試料の元素分析を実施した結果、基材として用いた PET シートに十数 ppm オーダーの Mn と数 ppm オーダーの Fe が含まれることが明らかとなった。今後、固体 NMR, DNP-NMR 測定を行うためには、アーキングを生じないような試料に関する要件を検討する必要があると考えられた。</p>
社会・経済への波及効果の見直し		
成果公開時期の希望	<input checked="" type="checkbox"/> 即時公開 <input type="checkbox"/> 論文・特許公開後（最大 2 年後まで）	
利用周辺環境に関する希望		
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。

スペクトルまたは図 の添付欄

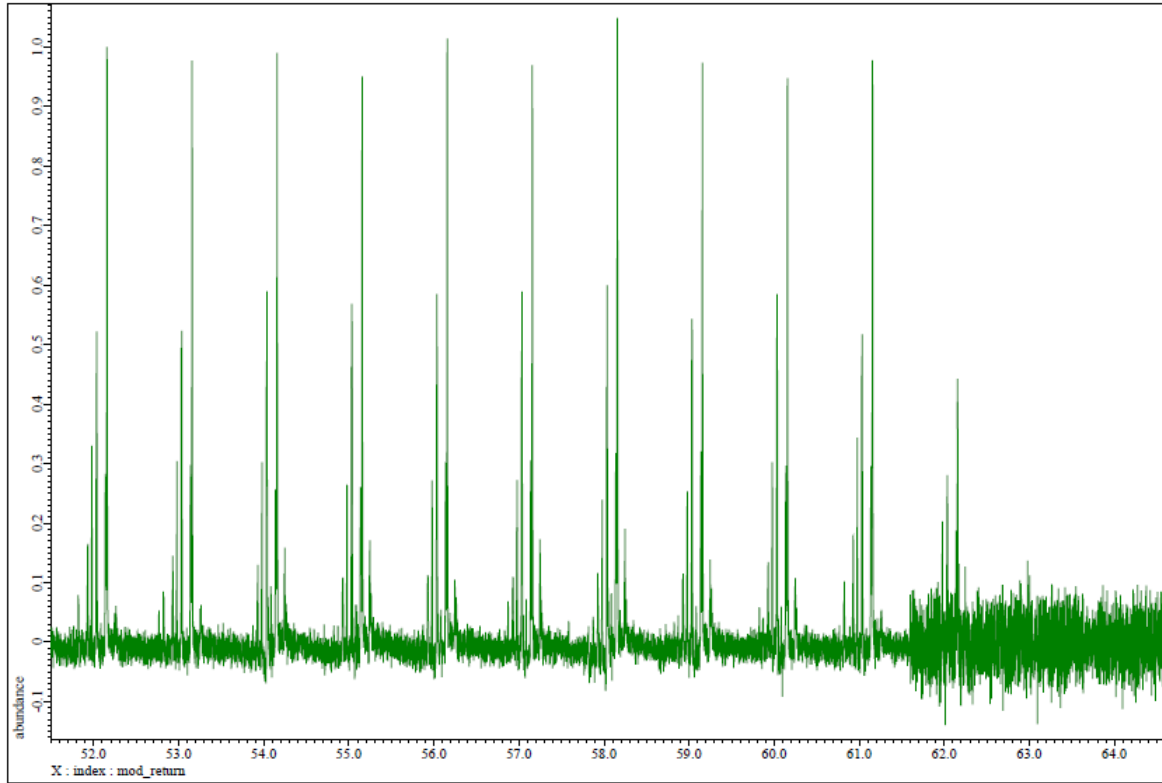


図. アーキングが生じた場合の NMR スペクトル例.