

理研NMR施設利用報告書
(NMR 共用プラットフォーム トライアル利用)

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。

課題番号：18-1200-004

利用機関名	東京大学大学院工学系研究科	
実施部署名	熱流体工学研究室	
実施責任者管理職名・氏名	大学院生・ Seonwoo KIM (金 善右)	
利用課題名	高性能エレクトレットの構造解明	
背景と研究目的	エレクトレットとは、電荷を半永久的に保持できる誘電体であり、静電誘導により環境振動を電力に変換する環境発電への活用が期待されている。近年、著者らはフッ素アモルファスポリマーCYTOPの末端に官能基を反応させることによって高性能ポリマーエレクトレットを開発した。当研究では、NMR測定を用いてポリマーの末端構造を解明することを目標とする。	
利用装置	該当部分 に○	<p>・ () 溶液 600MHz、() 溶液 700MHz、() 溶液 800MHz、 () 溶液 900MHz、(○) 固体 700MHz、() 固体 900MHz</p> <p>利用日1：平成 30年 7月 17日 利用日2：平成 30年 8月 20日 利用日3：平成 31年 2月 25日</p>
本課題の概要	実施内容	<p>測定対象である CYTOP CTX-A/TAEA は、アミン/アミド官能基を持つように合成された。分子量約 15-30 万の主鎖に比べ、官能基は両末端にのみ存在する。また、主鎖は全フッ化しているのに比べ、末端のアミド基には水素原子が存在する。そのため、高感度なプロトン NMR 測定が必要である。さらに、合成後のポリマーは、溶媒に溶かすことが非常に難しい為、固体 NMR を用いて測定を行う。測定の結果、末端基の数が非常に少ないことから、サンプルの測定信号は非常に弱く、ジルコニアホルダー表面由来の-OH 信号と同じほどのオーダーである問題があることがわかった。空ホルダーの測定結果で後補正をすることで、試料由来のスペクトルを得ることができたが、測定目的のアミン、アミドのピークが広幅な裾としてしか観測されず、定量が困難であった。当初目標として構造の解明まで至らなかったが、合成条件を変えたサンプルの測定結果を比較することによって、ポリマー中に残留する溶液</p>

		がエレクトレット性能を低下させる原因であることを明らかにすることができた。
	今後の展開、課題	本課題の測定より、プロトンを持つ末端基の数が主鎖に比べ非常に少ないため、測定感度を上げるか、他の測定方法を用いる必要がある。前者においては、CYTOPのポリマーではなくオリゴマーを用いてサンプルを作成することが有効であると考えられる。また、後者においてはFT-IR、熱分解TG-MSなどの手法を用いた測定が有効であると思われる。
今後の利用形態の予定 (該当部分に○)		<input type="checkbox"/> 「成果占有利用」枠、「成果非占有利用」枠の申請を考えている。 <input type="checkbox"/> NMR 共用プラットフォームの「最先端利用開発」枠の申請を考えている。 <input type="checkbox"/> 共同研究を考えている。 具体的に：
施設利用における感想		利用者らはNMRについては非専門家であったが、施設利用前から専門の担当者と相談し、具体的な相談ができたのが心強かった
利用周辺環境に関する希望		測定室が環境の影響(湿度、温度、ホコリなど)を受けやすいため、改善することにより良い測定ができると考えた。また、測定に使うホルダーなどの部品が非常に小さいため、万が一落としても探しやすい環境にすると、さらに便利であると考えられる。
今後期待するその他のサービス (該当部分に○)		<input checked="" 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 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
その他		(上記の項目以外でご意見等お願いします。)