

高分子 DOSY コンソーシアムへの業務支援の取り組み

○井本 朗暢^{a)}、桑原 知彦^{a)}、右手 浩一^{b)}

^{a)} 徳島大学技術支援部常三島技術部門、^{b)} 徳島大学大学院社会産業理工学研究部理工学域

1. はじめに

DOSY (Diffusion-ordered NMR spectroscopy) は、パルス磁場勾配 (MRI と同じ原理) を利用した一種の 2 次元 NMR である¹⁾。複雑な混合物の溶液 NMR スペクトルを、化学種ごとの拡散係数の大小によって分離できる。この技術を高分子材料の研究開発に応用することを目的として、民間企業 7 社と徳島大学が参画する「高分子 DOSY コンソーシアム」が 2020 年度に発足した。講演者らは、同じ年度に運用が始まった学内制度 (教員からの申請により、産学連携に対する技術職員の支援を認める制度) の適用を受けて、この事業に携わっている。

2. DOSY コンソーシアムの概要

DOSY コンソーシアムは目的達成のため、(1)最先端の DOSY 研究に適した核磁気共鳴分析計 (NMR) の購入および共同利用 (2)高分子溶液の DOSY 測定およびデータ解析に関する技術・ノウハウの蓄積とその共有 (3)徳島大学スタッフによる会員への DOSY 技術の移転並びに情報提供 (4)クラウド型ツールを利用した情報共有 (5)研修会の開催 (6)DOSY 技術の発展と普及に係る NMR 装置メーカーへの要望・提言 (7)その他本会の目的を達成するために必要な事項、の全 7 項目の活動を実施している。

その一環として、最先端設備である Bruker (株) が 2018 年に発表をし、日本国内での導入が報告されていなかったインバース型プローブ (最大磁場勾配 1700 G/cm) を共同設備として徳島大学へ設置された。

3. 運用状況

活動の一環として、DOSY 技術の進歩をふまえ、高分子量で実用条件に近いポリマー混合試料を共同測定試料として決定した。その後 2021 年の高分子分析討論会にて、試料溶液の共同測定を行った結果の概要が報告された²⁾。試料溶液は標準 PMMA 2 種 (M_w 1,690、 M_w/M_n 1.15 および M_w 48,400、 M_w/M_n 1.02) とラジカル重合 PS (M_w 14,000、 M_w/M_n 1.57) を 1:1:2 の重量比で混合し、2 % $C_2D_2Cl_4$ 溶液が使用された。図 1 に SEC 曲線、図 2 に CONTIN 法の等高線プロットを示す。

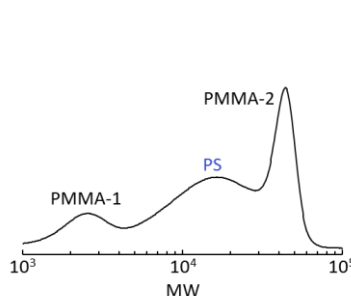


図 1 共通測定試料の SEC 曲線 (分子量分布)

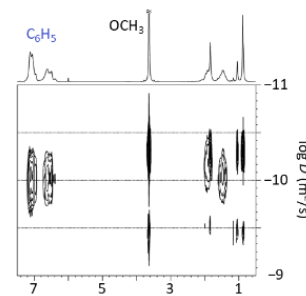


図 2 共通測定試料の DOSY スペクトルの例

4. 今後の展望

去年度までは職員として、装置管理および基礎測定並びにデータ解析補助を実行し、コンソーシアムの需要を満たすことに従事した。本年度中には、共同利用設備のリース料金の支払いが完了し、徳島大学の設備となる。そのため、今後は DOSY コンソーシアム以外の大学内の装置需要を満たしつつ、コンソーシアムで参加していただいた企業との関係維持も目標とする。

1) K. F. Morris, C. S. Johnson, Jr., *J. Am. Chem. Soc.* **1992**, *114*, 3139.

2) 右手浩一、秋元隆史、石田明子、井本朗暢、漆原紅、大磯佑介、桑原知彦、古賀慎一郎、芝谷治美、原優月、平野朋広、高松京祐、牧野麗子、松川隆幸、松下宏幸、吉田健、第26回高分子分析討論会 IV -08 (2021).