

AIST先端ナノ計測施設(ANCF) 固体NMR共同利用の成果事例

- 固体試料を高速回転(0~60kHz)させ高分解能でNMR測定する。
- 溶媒に溶かすと構造変化する物質でも、そのまま分析できる。
- 気体・固体・半固体試料の分子結合状態を解析できる。

研究のねらい

文部科学省ナノテクプラットフォーム微細構造解析プラットフォーム事業において固体NMR装置群の共同利用を実施しており、国内の大学や研究機関との計測事例について紹介する。固体NMR装置は、固体試料を対象とし、原子が持つ核スピンをプローブとして、局所構造およびダイナミクスを原子・分子レベルで測定し解析する装置です。



研究内容

1,1,2,2-tetramethyl-1-(4-dimethylaminophenyl)-2-(2-cyanophenyl)disilaneの化合物は、2つの結晶多形をとり、単結晶X線構造解析により両結晶構造が決定されている。メタノールから得られた単結晶は、非中心対称 P_a (C_c)をとり、SHG活性なパラレル配向を示す。ペンタンからの単結晶は、中心対称性の $P2_1/c$ をとり、SHG活性を失う。SHG活性な結晶を溶融し冷却すると、SHG不活性な結晶が得られる。粉末X線解析にて2種類の結晶相を同定した上で、それぞれに ^{13}C 固体NMR測定を行ったところ、CH-n相互作用などの分子間相互作用の違いが、スペクトルに反映される。

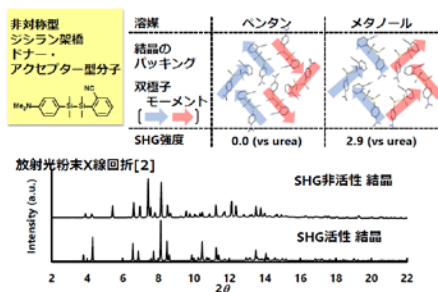
共同利用装置、技術

- 固体NMR装置(600MHz)：ワイドボア超伝導磁石タイプ、高分解能測定、多核種($^1H \sim ^{207}Pb$)対応
- 固体NMR装置(200MHz)：ワイドボア超伝導磁石タイプ、高分解能測定、広幅測定、多核種($^1H \sim ^{207}Pb$)対応
- 固体NMR装置(20MHz)：永久磁石卓上型、緩和時間、拡散係数、 1H 専用
- 固体NMRスペクトルデータベース
<https://ssnmr-sd.db.aist.go.jp/SSNMNR/Top.php>
(無料公開中)

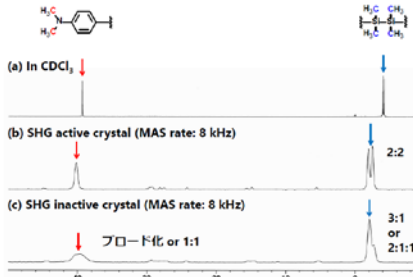
[成果事例] 結晶多形をとるジシラン化合物の固体NMRスペクトル[1]

東京大学・院理 西尾正樹, 尾本賢一郎, 島田真樹, 前田啓明, 宮地麻里子, 山野井慶徳, 西原寛

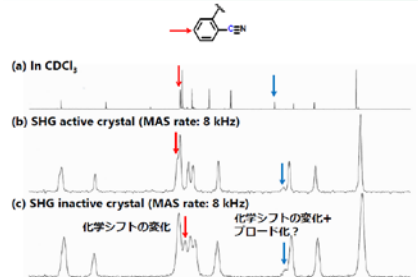
複数のパッキング構造を持つジシラン化合物



^{13}C NMRの比較：脂肪族領域



^{13}C NMRの比較：芳香族領域



[1] M. Nishio, et. al., J. Phys. Chem. C 2020, 124, 17450–8.

[2] M. Shimada, et. al., J. Am. Chem. Soc. 2015, 137, 1024–1027.

- 研究担当：服部峰之／林繁信／治村圭子／後藤義人
- 所属：物質計測標準研究部門 材料構造・物性研究グループ
- 連絡先：m-cpo-nmij-ml@aist.go.jp