

AIST先端ナノ計測施設(ANCF) 固体NMR共同利用の成果事例

- 固体試料の局所構造およびダイナミクスを測定する装置
- 試料管を高速回転(0~60kHz)させて高分解能NMRを測定する
- 溶媒に溶かすと構造変化する試料でも、そのまま分析できる

研究の概要

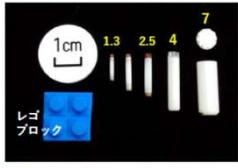
文部科学省マテリアル先端リサーチインフラ(ARIM)事業において固体NMR装置群の共同利用を実施しており、国内の大学や研究機関との計測事例について紹介する。固体NMR装置は、固体試料を対象とし、原子が持つ核スピンをプローブとして、局所構造およびダイナミクスを原子・分子レベルで測定し解析する装置です。(AT-505-1~3)

600MHz	Bruker Avance IIIHD 600WB 導入 2014年 磁場 14.1テスラ	200MHz	Bruker Avance 200WB 導入 2002年 磁場 4.7テスラ	20MHz	Bruker minispec mq20 導入 2003年 磁場 0.47テスラ													
 <p>様々な固体高分解能測定が可能なワイドボアタイプ。二次元スペクトル測定可能。</p> <p>プローブの一例</p> <table border="1"> <tr><td>固体</td><td>1.3mm HX MAS</td></tr> <tr><td>固体</td><td>4mm HXY MAS</td></tr> <tr><td>固体</td><td>5mm Board-line-H/F/X (-120~200°C)</td></tr> <tr><td>ゲル</td><td>4mm HX HR-MAS</td></tr> <tr><td>拡散</td><td>5mm diff50</td></tr> </table>	固体	1.3mm HX MAS	固体	4mm HXY MAS	固体	5mm Board-line-H/F/X (-120~200°C)	ゲル	4mm HX HR-MAS	拡散	5mm diff50	 <p>様々な固体高分解能測定が可能なワイドボアタイプ。二次元スペクトル測定可能。</p> <p>プローブの一例</p> <table border="1"> <tr><td>固体</td><td>4mm HX MAS</td></tr> <tr><td>固体</td><td>7mm HX MAS</td></tr> <tr><td>固体</td><td>5mm Broad-line-H/F/X (-120~200°C)</td></tr> </table>	固体	4mm HX MAS	固体	7mm HX MAS	固体	5mm Broad-line-H/F/X (-120~200°C)	 <p>冷媒不要の卓上型タイプ。 研究目的の他に、 化粧品・食品工場の品質管理等でも幅広く使われている。</p> <p>試料 固体/液体/ゲル プローブ 10mm 1H (-120~200°C) 測定対象例 緩和時間、拡散係数 Solid Fat Content(SFC)分析</p>
固体	1.3mm HX MAS																	
固体	4mm HXY MAS																	
固体	5mm Board-line-H/F/X (-120~200°C)																	
ゲル	4mm HX HR-MAS																	
拡散	5mm diff50																	
固体	4mm HX MAS																	
固体	7mm HX MAS																	
固体	5mm Broad-line-H/F/X (-120~200°C)																	

原理・特徴

- ・核スピンをもつ物質に磁場中でラジオ波を照射すると、ラジオ波の吸収が起こる。この現象を利用して固体中における原子や分子の構造や運動を調べることができる。測定核スピン周辺の平均的エネルギー（化学シフト）を測定して、分子・原子周辺の結合状態を解析する。また、スペクトルの形や緩和時間測定から、物質のダイナミクスを評価する。
- ・固体のまま測定して材料のナノレベルの構造を評価できる。固体内の原子、イオン、分子の運動を非破壊・非接触で観察する。

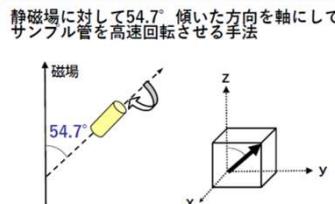
固体MAS-NMR測定用サンプル管

	1cm	1.3	2.5	4	7
外径 (mm)	1.3	1.9	2.5	4	7

最高回転速度(kHz) 67 42 35 15 7

高分解能固体NMRの実験では、専用の小さなジルコニア製の試料管を使用する。最大回転数は、試料管の外径によって決まる。

マジック角回転法：MAS (Magic Angle Spinning)



マジック角での回転により、双極子-双極子相互作用などの、核が固定されていることによるNMR共鳴線の広幅化の原因が取り除かれ、先鋭なスペクトルを得られる。

Nuclides

公開中の固体NMRデータ

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
H																	He
Li	Be																
Na	Mg																
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn

I=1/2 *I>1/2*

固体NMRスペクトルデータベース
公開中の核種一覧

産総研で測定した、固体試料の多核NMRスペクトルを収録しています。

<https://ssnmr-sd.db.aist.go.jp/SSNMR/Top.php>

■研究担当：服部峰之／大沼恵美子／佐藤景一

■所 属：分析計測標準研究部門 ナノ材料計測研究グループ

■連絡先：mineyuki.hattori@aist.go.jp