強磁場固体NMRの技術開発と材料分析への貢献

Technical Development of High-Field Solid-State NMR and Contribution to Materials Analysis

NIMS-ARIM

優秀技術賞 / Best Technical Skill Award

受賞者：大木 忍（国立研究開発法人　物質・材料研究機構）
Awardee：Shinobu Ohki (National Institute for Materials Science)

KEY WORDS Solid-State NMR, Big Data, Materials Analysis

概 要 / Overview

核磁気共鳴（NMR）分析は、原子レベルでの局所環境を知る上で重要な分析技術であり、様々な材料の分析に貢献している。従来、NMR分析では有機化学分野を中心として「溶液NMR」が主流となってきたが、材料分野では固体状態の材料も多く、材料をそのままの状態で非破壊的測定が可能である「固体NMR測定」が不可欠である。しかし、固体NMR測定には溶液NMR測定と比較して多くの技術的な経験や装置開発が必要であることから、溶液NMRに比べて必ずしも広く利用されているとは言えない状態にあった。我々は、固体NMR技術の多くの課題を克服することで、固体NMR技術を使える技術に変革するとともに、開発した技術を用いて多くの材料の課題解決に努めてきた。現在、固体NMRは材料科学、化学、バイオサイエンスなど多様な分野において不可欠な分析技術となりつつある。

Nuclear magnetic resonance (NMR) is one of the essential analytical tools to investigate materials properties at the atomic level. While "solution NMR" has been widely used mainly in the field of organic chemistry, “solid-state NMR” is indispensable for solid materials as it allows non-destructive measurement of materials in their original states. Nevertheless, since solid-state NMR requires technical experience and equipment distinct from those used in solution NMR, it had not been as widely adopted. Hence, we have developed techniques and apparatus for solid-state NMR to make it more accessible and efficient, and utilized these advancements to solve many issues associated with materials science. Now, solid-state NMR has become an indispensable analytical tool not only for materials science but also for fields such as chemistry and bioscience.

固体NMR装置

Solid-state NMR systems

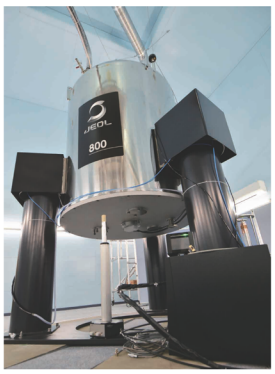
● 様々なユーザーのニーズに合わせた装置群

NIMSの固体NMR装置は共用装置として4台のNMR装置が稼働している。それぞれの装置は、材料の条件に応じて最適化されており、利用者のニーズに沿った測定を提供している。

500MHz固体汎用NMRシステム
磁場：11.75[T]
4mmHX,HXY,3.2mmHX,Staic
その他特殊プローブ
MAS:15～20kHz

500MHz固体高分解能NMRシステム
磁場：11.75[T]
4mmHX,HXY,3.2mmHX,Staic,
温度可変(-100～200℃)
MAS：15～20kHz

800MHzNB固体高分解能NMRシステム
磁場：18.79[T]
3.2mmHX, single, Low-γ, Static
MAS：20kHz



800MHzWB固体高分解能NMRシステム(内部専用)
磁場：18.79[T]
1mmHX, 2mmHX, 3.2mmHX,
single, Low-γ,Static
MAS：20～70kHz

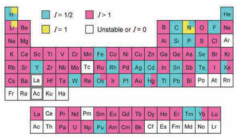
固体NMRの計測技術

Solid-state NMR measurement techniques

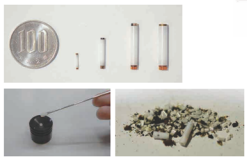
● 固体NMR測定で特筆すべき技術

NMR測定は試料の状態により「溶液NMR」と「固体NMR」に大きく分けることができる。このうち、有機化学で主に用いられる「溶液NMR」では、特殊な例を除いて測定装置・技術がほぼ標準化・自動化されている。これに対し、固体材料を対象とする「固体NMR」では以下のような特徴があり、その測定には特殊な検出器と熟練の技術を要する。

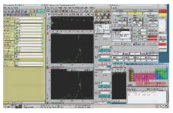
①多様な核種への対応
②試料の高速回転技術
③測定手法の選択



周期表の大部分の核種がNMRで観測可能だが、それぞれの核種の持つ物理的特性により検出器の最適化が必要



7万回転/1秒間に対応すべき高度なサンプリング技術



試料の構造決定に必要な測定条件の最適化には経験と知識が必要

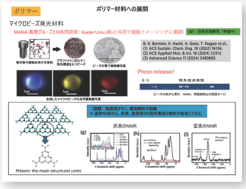
ユーザーのニーズに合わせた新規プローブの開発

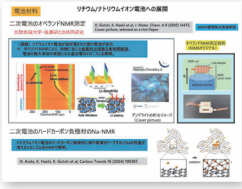
固体NMR計測による成果

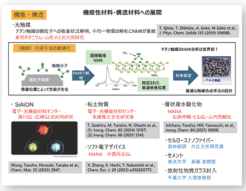
Results from solid-state NMR measurement

● 年間１００件超の測定に携わって

年間約１２０件余りの測定に関わり、ナノテクノロジープラットホームから現在までに１６０件超の論文に共著として名を連ねてきた。







◆特許出願件数：13件（現在１件出願検討中）

2024年　文部科学大臣賞技術支援賞
　　物質・材料研究機構　理事長賞
2018年　日本分析化学会　先端分析技術賞　JAIMA機器開発賞
2015年　物質・材料研究機構　理事長賞

CONTACT
大木　忍 / Shinobu Ohki
国立研究開発法人　物質・材料研究機構 / National Institute for Materials Science
URL：https://www.nims.go.jp/

ARIM Japan