

マテリアル先端リサーチインフラ利用報告書

ARIM User's Report

[Release : 2025.06.16] [Update : 2025.06.26]

課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	22NM0048
利用課題名 Title	高磁場装置による四極子核固体NMR測定法の開発
利用した実施機関 Support Institute	物質・材料研究機構 / NIMS
機関外・機関内の利用 External or Internal Use	外部利用/External Use
ARIM半導体基盤PF 関連課題 Related to ARIM-SETI	指定なし / No Designation
横断技術領域 Cross-Technology Area	計測・分析/Advanced Characterization
重要技術領域 Important Technology Area	量子・電子制御により革新的な機能を発現するマテリアル/Materials using quantum and electronic control to perform innovative functions マテリアルの高度循環のための技術/Advanced materials recycling technologies
キーワード Keywords	核磁気共鳴/Nuclear magnetic resonance

利用者と利用形態 / User and Support Type

利用者名（課題申請者） User Name (Project Applicant)	山田 和彦
所属名 Affiliation	高知大学教育研究部総合科学系複合領域科学部門
共同利用者氏名 Names of Collaborators Excluding Supporters in the Hub and Spoke Institutes	
ARIM実施機関支援担当者 Names of Supporters in the Hub and Spoke Institutes	大木忍
利用形態 Support Type	機器利用/Equipment Utilization

利用した主な設備 / Equipment Used in This Project

利用した主な設備 Equipment ID & Name	NM-101 : 500MHz固体汎用NMRシステム NM-102 : 500MHz固体高分解能NMRシステム NM-103 : 800MHzナローボア固体高分解能NMRシステム
---------------------------------	---

報告書データ / Report

概要（目的・用途・実施内容） Abstract (Aim, Use Applications and Contents)	高磁場NMR装置を活用して、従来法では観測が不可能であった四極子核を対象とする新規固体NMR法を開発した。四極子相互作用が大きいため、硫黄を測定対象とする固体NMR法の研究報告は皆無である。本研究では、硫黄33安定同位体標識を施した硫黄原子における固体硫黄33NMRスペクトルを観測し、Relaxation-Assited-Separation（RAS）法を用いてサイト分離に挑戦した。
実験 Experimental	硫黄33安定同位体標識を施した硫黄原子を使用した。4ミリの試料管に約10ミリグラムの試料を封入した。固体NMR測定は、信号検出時にプロトンデカップリングをしたOldfieldエコー法とQCPMG法を使用した。QCPMG法では、エコー数を400、繰り返し時間を1秒、パルス長を3 μ 秒に設定した。実験で得られたNMRスペクトルの線形解析は申請者が用意したプログラム（MATLAB）を使用した。
結果と考察 Results and Discussion	Oldfield法を用いて硫黄原子の硫黄33固体NMRスペクトルを観測した。4つの硫黄サイトが重なり複雑な線形を示した。次に、QCPMG法を用いて同様の測定を実施した。得られたQCPMGのFIDデータを400のサブFIDに分割し、それぞれのFIDに対してフーリエ変換を行った。そのデータセットに対してRAS法を適用し、三個のサイトに分離することができた。四個のサイト分離を予想していたが、二個の硫黄サイトにおける緩和時間の差異が小さいため分離が不十分になったと考えている。しかしながら、サイト分離を実証できた意義は大きい。
図・表・数式 Figures, Tables and Equations	
その他・特記事項（参考文献・謝辞等） Remarks(References and Acknowledgements)	

成果発表・成果利用 / Publication and Patents

DOI（論文・プロシーディング） DOI (Publication and Proceedings)	
口頭発表、ポスター発表 おおよび、その他の論文 Oral Presentations etc.	
特許出願件数 Number of Patent Applications	0件
特許登録件数 Number of Registered Patents	0件