

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 : 2025.06.10] [Update : 2025.04.15]

課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	24AT5009
利用課題名 Title	希土類錯体の固体NMRによる構造確認
利用した実施機関 Support Institute	産業技術総合研究所 / AIST
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 物質・材料合成プロセス/Molecule & Material Synthesis
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)	山野井 慶徳
所属名 Affiliation	東京大学大学院理学系研究科化学専攻
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	服部峰之,大沼恵美子,佐藤景一
利用形態 Support Type	共同研究/Joint Research

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

利用した主な設備 Equipment ID & Name	AT-505 : 固体NMR装置 (SSNMR)
---------------------------------	--------------------------

報告書データ / Report

概要 (目的・用途・実施内容) Abstract (Aim, Use Applications and Contents)	<p>本研究の目的は、希土類元素を含む錯体の構造を固体状態で明確に把握するために、固体NMR（核磁気共鳴）分光法を用いて詳細な構造解析を行うことである。希土類錯体は有機EL材料や磁性材料、触媒などへの応用が期待されており、その精密構造の解明は物性の理解および材料設計において極めて重要である。本研究では、¹³C、¹⁵N、²⁹Siなどの観測核を用いた固体高分解能NMR測定を通じて、配位子の構造、金属中心との結合状態、および立体配置の情報を得ることを目的とする。</p>
実験 Experimental	<p>まず、希土類金属（例：Eu、Yb、La）と設計した有機配位子との錯形成反応により目的とする錯体を合成した。得られた錯体をろ過・洗浄・乾燥した後、固体試料としてパッキングし、クロス・ポーラリゼーションマジックアングルスピンング（CP/MAS）NMR法により測定を行った。観測核としては、配位子の種類に応じて¹³C、¹⁵N、²⁹Si、³¹Pなどを選択した。また、比較のために、未錯形成状態の配位子単体についても同様の測定を行った。</p>
結果と考察 Results and Discussion	<p>固体NMRスペクトルより、配位子の特定の核種におけるシフトの変化やピークの広がり観測され、希土類金属との錯形成が化学シフトに大きく影響を及ぼしていることが確認された。特に、¹³C-NMRにおいてカルボキシル基や芳香環上の炭素原子の化学シフトが金属との配位により明確に変化しており、配位様式の同定に有効であった。また、¹⁵N-NMRでは配位子の窒素原子が金属に対して強く結合していることを示すダウンフィールドシフトが確認された。これらのデータはX線構造解析結果とも良く一致し、固体NMRによる構造評価の有効性が示された。加えて、NMRスペクトルの異方性解析により、分子内の立体配置に関する情報も得られた。以上の結果より、固体NMRは希土類錯体の構造解析において極めて有力な手法であることが示された。</p>
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