

三軸磁気配向した微結晶の固体高分解能 ^{14}N NMR

(京都大学大学院 理学研究科 化学専攻¹) ○上出 友哉¹・野田 泰斗¹・武田 和行¹
 High resolution ^{14}N NMR of three-dimensional magnetically oriented microcrystals
 (¹*Division of Chemistry, Graduate School of Science, Kyoto University*)○Tomoya Kamide,¹
 Yasuto Noda,¹ Kazuyuki Takeda¹

We report high-resolution solid-state ^{14}N NMR of magnetically and triaxially oriented microcrystals suspended in viscous liquid and applying a modulated rotating magnetic field, achieving high-sensitivity and high-resolution measurement of the quadrupolar nuclei, thereby overcoming the challenge in powder sample of line broadening and the low sensitivity caused by the quadrupolar interaction.

Keywords : Solid-state NMR; Nitrogen; Magnetic Orientation

固体 NMR スペクトルは異方的な核スピン相互作用を通じて構造情報を反映するが、粉末試料ではスペクトルの広幅化による感度低下や、複数サイトの共鳴線重なりが測定・解析の課題となる。微結晶を磁氣的に三軸配向させると、単結晶ライクな高分解能かつ高感度な NMR スペクトルが得られる。これまでに L-アラニンの三軸磁気配向微結晶の ^{13}C NMR が実証されている^[1]。我々はこの方策を ^{14}N NMR に拡張した^[2]。7 T の磁場下で磁気配向と ^{14}N NMR を行うための回転機構と NMR 共振回路を備えたプローブを自作し、粘性媒質に懸濁させた L アラニンの微結晶を磁気配向させ、単結晶ライクな ^{14}N NMR スペクトルの回転パターンを取得することに成功した(図)。

窒素は生化学や材料科学で重要な元素であり、 ^{14}N NMR は核周辺の電子状態や運動性についての知見が得られる。しかし、天然存在比の豊富な同位体である ^{14}N はスピン量子数が 1 であり四極子相互作用を有するため、異方性による共鳴線の広幅化は ^{13}C に比べて 2 桁以上の数 MHz に達する。粉末試料の ^{14}N NMR の直接観測はマジック角試料回転 (Magic Angle Spinning: MAS) 法でも難しく、 ^{14}N NMR はこれまで分析に十分活用されてこなかった。磁気配向微結晶を活用することで、高分解能・高感度な固体 ^{14}N NMR 測定が実現し、関連分野への応用拡大が期待される。

[1] R. Kusumi, H. Kadoma, M. Wada, K. Takeda, T. Kimura, *Journal of Magnetic Resonance*, 309 (2019) 106618.

[2] T. Kamide, Y. Noda, K. Takeda, *Solid State NMR*, **131** (2024) 101924.

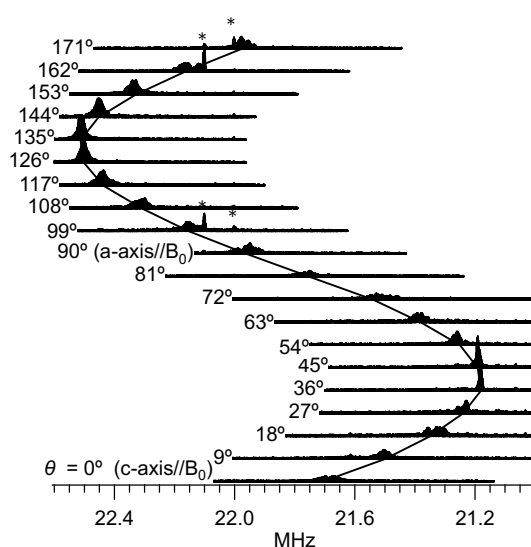


図. 磁場に対する傾き角 θ を変えて測定した L アラニン三軸磁気配向試料の ^{14}N NMR スペクトル。実線は各傾き角のピークの軌跡を示す。