

## 固体 NMR 研修成果報告

○田沼 萌<sup>a)</sup>、戸所 泰人<sup>b)</sup>

<sup>a)</sup>岩手大学 理工学系技術部、<sup>b)</sup>大阪大学大学院 理学研究科 技術部

### 1. はじめに

岩手大学の第四期中期計画アクションプランには「技術部による機器分析の管理運営」、「汎用性の高い研究設備への専門スタッフの配置」の項目記載がある。当該項目の実現に向けて、本学技術部では、共同利用機器担当者を対象に、複数の分析装置においてトレーニングを実施し、測定技術力の向上を図った。令和 6 年度、筆者は固体 NMR 測定のトレーニングを受講し、講師には大阪大学の戸所泰人氏をお迎えした。また、講習会受講後には学内で測定依頼をいただき、固体サンプルにて測定を実施した。本稿では、研修内容および依頼測定の内容と結果について報告する。

### 2. 研修内容

研修は、2024 年 9 月 11 日～13 日および 2025 年 3 月 17 日～19 日の 2 回にわたり実施した。溶液および固体プローブ交換作業や、パラメータの設定、プローブの清掃方法等の基本的な操作や、多核測定について学んだ。また、第 1 回の研修には他機関の受講者も参加しており、各機関の情報交換を行う貴重な機会となった。

### 3. 本学内での測定（依頼元の研究目的）

ご依頼いただいた試料は、キラル有機分子であるリン酸水素-1,1'-ビナフチル-2,2'-ジイル (BNDHP) を、層状水酸化亜鉛 (LZH) の層間に取り込み合成したものである。BNDHP は不斉触媒として使用されており、LZH は陰イオン交換機能を有する無機層状化合物で、吸着除去剤や酸化亜鉛合成の前駆体として広く利用されている。LZH の陰イオン交換機能を利用し、BNDHP を層間に取り込んだ BNDHP/LZH の合成を行い、新たな無機キラル材料の創製を目的とした研究である。

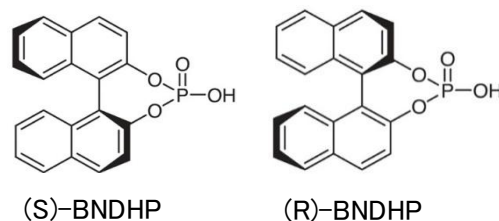


Fig.1 (R)および(S)-BNDHP の化学構造

### 4. 測定方法

NMR 装置は AVANCE III 500 (Bruker) を使い、C-13 NMR と P-31 NMR の固体 NMR 測定を実施した。試料量が少量であったことから、4 mm ジルコニアローター用の KEL-F ディスポーザブルインサート (容量: 30  $\mu$ L) を使用した。C-13 NMR の測定ではアダマンタンを化学シフトの標準として使い、P-31 NMR はリン酸二水素アンモニウムを標準として用いた。

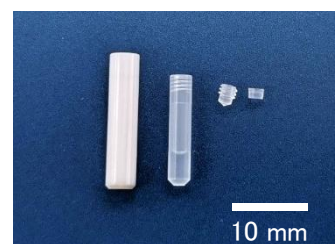


Fig.2 4mm ジルコニアローターとインサート

### 5. 結果

BNDHP 単体を測定したスペクトルデータを、BNDHP/LZH 合成物のスペクトルデータと比較すると、C-13 NMR も P-31 NMR もピークが低磁場側にシフトしていた。BNDHP が LZH 層間に取り込まれた際、リン酸基が LZH 基本層に結合しているため、電子密度が低下したと考えられる。

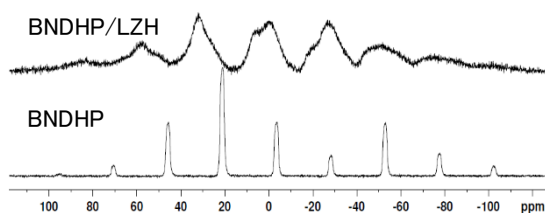


Fig.3 31P-NMR スペクトル

## 謝辞

本報告の作成にあたり、岩手大学工学部の會澤純雄先生より試料およびデータを提供していただきました。また、共同利用機器担当者技術力強化トレーニングの企画・運営に際しては、講師派遣をご快諾くださいました大阪大学大学院理学研究科技術部技術長の飯島憲一さま、岩手大学 研究・地域連携担当理事で統括技術部長の水野雅裕先生をはじめ、関係者の皆様に多大なご尽力を賜りました。ここに深く感謝の意を表します。

## 参考文献

「無機層状化合物を用いた無機キラル材料の合成に関する研究」

岩手大学大学院総合科学研究科 堀口奈湖