



Title	New Approaches to Sensitivity Enhancement in Solid-State Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy
Author(s)	Weng, Kung Peng
Citation	大阪大学, 2008, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/49638
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

【10】	
氏 名	ウェン クン ベン Weng Kung Peng
博士の専攻分野の名称	博 士（理 学）
学 位 記 番 号	第 2 2 3 9 8 号
学 位 授 与 年 月 日	平 成 20 年 7 月 10 日
学 位 授 与 の 要 件	学位規則第4条第1項該当 基礎工学研究科システム創成専攻
学 位 論 文 名	New Approaches to Sensitivity Enhancement in Solid-State Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (固体核磁気共鳴分光法における新しい増感法)
論 文 審 査 委 員	(主査) 教 授 北川 勝浩 (副査) 教 授 糸崎 秀夫 教 授 北岡 良雄 講 師 武田 和行

論 文 内 容 の 要 旨

A work on sensitivity enhancement by means of cross polarization mediated by heteronuclear dipole-dipole coupling of nuclear spin-1/2, in both the solid-state NMR diamagnetic and paramagnetic systems are presented. Two novel schemes, Nuclear Integrated Cross Polarization (NICP) and Simultaneous Adiabatic Frequency Sweep Cross Polarization (SADIS CP) were proposed, analyzed and verified experimentally. We have shown in NICP that application of adiabatic spin-locking from far off-resonance to on-resonance on the source spins is particularly effective to spin-lock large spectral distribution of the source spins, which allows more active participation of the source spins in polarization transfer. SADIS CP provides a general framework for all current existing cross polarization schemes. We demonstrated the effect of gradually turning on the additional adiabatic frequency sweep spin-locking on the target spins, which corresponds to reducing the time-dependent Hartmann-Hahn mismatching factor, and as a result, polarization transfer is sped up, despite having a smaller time-dependent effective dipolar coupling. This scheme offers new solution to issue such as (i) wideband polarization transfer even in the presence of large bandwidth offset effect on both the source and target spins, and (ii) spins with fast relaxation on both the source and target spins. With demonstration of SADIS CP on paramagnetic sample, we have proven that essential and robust spin-locking on both channels did induced substantial polarization transfer, which has not been able with currently existing cross polarization schemes.

論 文 審 査 の 結 果 の 要 旨

本論文は、固体核磁気共鳴（NMR）分光法において、スピン1/2の異核間の双極子相互作用を用いて交差分極を行い感度を高める方法について論じており、新たにNuclear Integrated Cross Polarization (NICP) と Simultaneous Adiabatic Spin-locking Cross Polarization (SADIS CP) という2つの手法を提案し、偏極移動の機構を解析して、それらの効用を実験的に検証している。

通常の交差分極法が、偏極源と偏極対象のスピンに対してそれぞれ共鳴する連続波照射を行って偏極移動を行うのに対し、NICPでは偏極対象のスピンに共鳴する連続波照射を行いながら、偏極源スピンに対して非共鳴から共鳴

へと断熱的に周波数掃引した照射を行う。これによって、不均一に広がった偏極源スピンの個々のスピン波束を効果的にスピンロックし、Hartmann-Hahn整合条件をより広いスペクトル範囲にわたって満足でき、高磁場下で化学シフトの大きな偏極源スピンから効率的に偏極移動が可能となる。その効果を高磁場、高速試料回転下の粉末 L-Alanine の ^1H - ^{13}C で実験的に検証している。

さらに SADIS CP では、非共鳴から共鳴への断熱的な周波数掃引を伴う照射を、偏極源スピンと偏極対象スピンの両者に対して同時に行なう。これによって、時間に依存した Hartmann-Hahn 不整合を軽減し、広帯域の偏極移動をより高速に行えることを示し、その効果を粉末 L-Alanine の ^1H - ^{13}C で実験的に検証している。さらに、この手法を、高磁場、超高速試料回転下の固体常磁性試料 $\text{Cu(II) (D, L-Alanine)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ に適用し、従来の方法の 2 倍以上の信号利得を達成した。この手法は、偏極源スピンと偏極対象スピンの両方にスペクトル広がりや速い緩和がある場合や、強い照射が不可能な場合に有効であり、生化学試料への応用も期待される。

以上のとおり、本論文は博士（理学）の学位論文として価値のあるものと認める。