

1P004

気相イオンの極低温冷却法の開発と気相NMR分光法への応用

豊田理研
○富宅喜代一

Preparation of Ultra-cold Ions and its Application to Gas-phase NMR Spectroscopy

○ Kiyokazu Fuke

Toyota Physical and Chemical Research Institute

【Abstract】 Mass spectroscopies are widely used for chemical analysis in various research fields including life and medical sciences. Since this method gives information only on the mass number, the molecular structures of the parent ions are speculated with an aid of the computer simulations for the fragment ions in the mass spectra. Under these circumstances, a new extension of NMR to the gas-phase ions, which enables us to obtain rich information on the structure, becomes increasingly important in both fundamental and applied sciences. We are developing a gas-phase NMR apparatus based on a Stern-Gerlach type experiment in a Penning trap. We also developed the experimental techniques for the formation and the manipulation of cold ions under a strong magnetic field, which are the key techniques to detect NMR. In this report, we present the experimental procedures for the RF magnetic-field excitation and discuss the latest progress on the apparatus under development.

【序】 質量分析技術を用いた化学分析法が生命科学や医療科学を含めた非常に広い分野で利用されるようになり、気相イオンの構造の情報を得る一般的な構造解析法の出現が希求されている。本研究ではこの要請に応え凝集相の NMR 分光法を気相イオンに拡張するため、磁場内に設置したイオントラップ内で Stern-Gerlach 型実験を行う新しい磁気共鳴検出法を提案し開発を進めている [1]。この方法では低速で速度の揃ったイオン束を用いて磁気共鳴を検出するため、イオンの極低温冷却と精密制御が基盤技術となる。ここでは低速イオン源とイオンの極低温冷却法を新たに開発すると共に、RF 磁場励起技術を開発して集約し、気相 NMR 法の原理検証実験を進めている。講演では低速イオンの RF 磁場励起法を紹介し、NMR 検出の技術的問題を議論する。

【実験】 図 1 A に最新の気相イオン NMR 分光装置の概略図を示す。試行装置としてイオン光学系はイオン源と NMR セルで構成され、イオンの発生はレーザー光イオン化を用いている。NMR セルは高磁場と低磁場側の捕捉電極と磁気共鳴用の RF コイルからなり、超電導磁石内の 9 T と 3 T の均一磁場部にコイルが位置するように設置している。磁気共鳴の検出は、捕捉したイオン束の往復運動に同期してセル両端で RF 磁場を照射して核スピンを繰り返し反転させ、イオン束に速度変調を加算的に加えて核スピンの分極を発生させ、飛行時間差として観測する [1]。この検出を可能にするイオン束の要件は、シミュレーション計算により初速度と速度分布幅は 100 m/s (数 meV) と

± 0.5 m/s (1 mK) 以下と予測され、イオンを極低温冷却する必要がある。このため Rabi ら [2] が克服した分子線の垂直速度成分の冷却とは別に新たに並進速度成分の冷却法

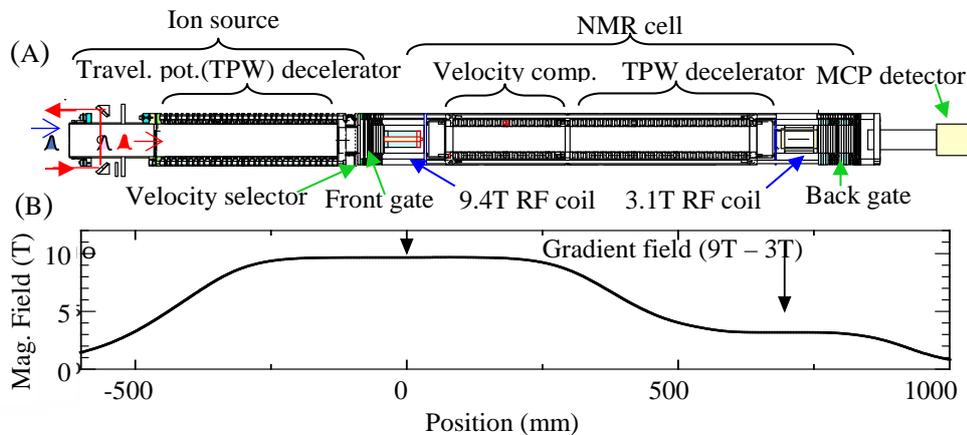


Fig. 1. Schematics of gas-phase NMR apparatus; (A) ion optics, (B) magnetic field

の開拓が重要となる。本研究ではこれまで極低温イオン束の発生法として図 1A の進行波型多段ポテンシャル (TPW) を用いた減速器やメッシュ電極を用いた速度選別器、速度分布圧縮用の速度分散補償器を考案し、減速したイオンの速度分布幅と時間幅の制御法を開発した。また測定原理の検証を行うため、次に述べる RF コイルと同調回路の最適化と磁場励起システムを構築した。

【結果と考察】 本方法では磁気共鳴の検出はスピン分極の観測により行うので、RF 磁

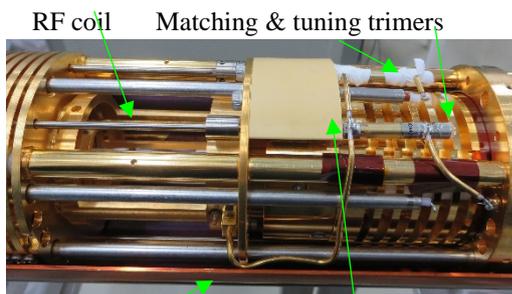


Fig 2. 3T-RF coil and tuning circuit

場励起によるスピン反転操作が要となる。このためセル内に捕捉したイオンの励起に最適なサドル型コイルを開発してきた。真空中での RF 磁場発生では、放電対策と同時に RF 回路の外部からの調整と安定動作を確保するために機械的振動の対策が重要となる。また浮遊電場の抑制のため、セル全体を銅チューブで覆いベーキングする必要がある。この際に浮遊容量が増え、RF 回路の同調が非常に困難

になる。これらの課題を克服した RF コイルと同調回路部を図 2 に示す。銅チューブの同調への影響は、トリマーに近接するチューブ壁の一部を切り取り窓を開けることにより除去した。コイルと同調回路の校正は水試料をコイル内に設置し、水の NMR スペクトル強度を測定して行った。核スピン分極を誘起するために、9.4T と 3.1T 用の RF コイルをイオンの往復運動と同期して駆動し共鳴磁場励起する。ここではコンピュータに繋いだ 2 台の信号発生器で発生した異なる周波数の RF 信号を、イオンの運動に同期した任意波形発生器で制御した電力増幅器によりパルス増幅しコイルに印加する。この RF 磁場励起システムを用いて、トリメチルアミンイオン等の標準イオンの核スピン分極の検証実験を進めている。

【参考文献】

- 【1】 Fuke, K. et al., Rev. Sci. Instrum., 83, 085106-1-8 (2012); Hyp. Interac., 236(1), 9-18 (2015).
- 【2】 Rabi, I. I. ,et al., Phys. Rev. 55 526 (1939).