

大阪大学蛋白質研究所先端核磁気共鳴装置群利用報告書
(トライアルユース)

利用企業名	株式会社 JEOL RESONANCE
利用者部署、氏名	ソリューション・マーケティング部 SLTG 大阪 SVCT 佐田 勝志
連絡先 住所	〒562-0011 大阪市淀川区西中島 5-14-5 ニッセイ新大阪南口ビル
連絡先 電話番号 Fax、E-Mail	Tel. 042-526-5142 Fax. 042-426-5778 E-mail. sata@jeol.co.jp
利用課題名	企業ユーザーのための固体 NMR アプリケーション開発
概要	蛋白質研究所では、DNP 固体 NMR 装置の開発を初めとした様々な最先端の成果を挙げており、かつ、NMR 装置を産業界に利用開放している経験から、企業ユーザーのニーズを把握している。そこで、本トライアルユースでは、蛋白質研究所 NMR 施設スタッフの協力の下、企業ユーザーのニーズに合った最先端のアプリケーション・パルス系列開発を行うことを目的とする。
利用実施時期及び期間	平成 26 年 3 月 1 日 ~ 平成 26 年 3 月 31 日 総利用日数 : 20 日 当初計画どおり・当初計画変更 (変更理由)
利用 NMR 装置	<input type="checkbox"/> 950 MHz (超低温プローブ、溶液) <input type="checkbox"/> 800 MHz (超低温プローブ、溶液) <input checked="" type="checkbox"/> 700 MHz (固体) <input checked="" type="checkbox"/> 600 MHz (超高感度固体 DNP) <input type="checkbox"/> 600 MHz (溶液) <input checked="" type="checkbox"/> 500 MHz (固体) <input type="checkbox"/> 500 MHz (溶液) <input type="checkbox"/> 400 MHz (溶液)

成果の概要	目的	材料や化学・製薬関連企業からの要望 1 つに、2 成分以上の固体混合物試料について同定したい、という依頼がある。試料を同位体標識することができれば、2 次元スペクトルから双極子結合にそって連続帰属をすることが可能だが、企業が取り扱う試料は同位体標識できないものも多い。そこで、 ¹³ C CPMAS スペクトルを混合物に含まれる各成分の ¹ H の縦磁化緩和時間 T1 の違いで分離して観測する ROSY (Relaxation Ordered Spectroscopy) 法を使った実験を試みる。
	実験内容	ヘキサメチルベンゼンとアダマンタンを 1 対 1 に混合した試料を 3.2 mm 試料管に詰め、最初に ¹ H 緩和時間の測定を行い、混合試料の T1 時間を算出した。次に ROSY 法の測定を行った。CP 接触時間: 6ms、飽和時間: 100ms、回復時間: 0.1[s], 0.16033[s], 0.25705[s], 0.41213[s], 0.66076[s], 1.05939[s], 1.6985[s], 2.72318[s], 4.36603[s], 7[s]。逆ラプラス変換処理は JEOL 社製 Delta5.3 のソフトウェアを使った。
	結果及び考察	ヘキサメチルベンゼンとアダマンタンの 1 対 1 混合物試料の CP 測定条件を決めた。1D CP スペクトルでは、4 本の信号が観測された。次に飽和回復法を使って測定した結果、緩和時間は 1.3[s] だった。その結果をもとに、ROSY 法による測定を行った。得られた FID は、X 軸はフーリエ変換処理、Y 軸は SPLMOD 法による逆ラプラス変換処理を行った。SPLMOD 法のパラメーターは緩和時間範囲 0.1-7.0 [s]、成分数 2。逆ラプラス変換処理の結果、緩和時間 1.1[s] と 1.4[s] にそれぞれ 2 本の信号が観測された。緩和時間 1.1[s] にはヘキサメチルベンゼン由来の信号 (19.6 ppm と 134.4 ppm)、緩和時間 1.4[s] にはアダマンタン由来の信号 (31.5ppm と 40.7ppm) が観測された (図添付)。今回の ROSY 法による測定で、固体混合物を緩和時間の違いによって信号を観測し、帰属ができることを確認した。両物質は完全には混合せず、試料中で 10nm 以上程度離れたドメイン構造を取っていることがわかった。このような有機物のナノスケールの構造については、 ¹ H スピン拡散を利用する固体 NMR によって初めて得られるだろう。
社会・経済への波及効果の見通し	固体試料に含まれる代謝物など分離困難な微量成分の同定に ROSY 法は適用できる。今後、企業 (特に材料や化学・製薬関係) のニーズに応えられると期待する。	
成果公開時期の希望	<input type="checkbox"/> 即時公開 <input type="checkbox"/> 論文・特許公開後 (最大 2 年後まで)	
利用周辺環境に関する希望		
その他	(上記の項目以外でご意見等お願いします。)	

本報告書については、印刷または必要な編集・加工を行った上で公開します。また、別途開催予定の成果報告会・シンポジウムや委託事業報告書作成時において、本報告書の内容についての資料作成または発表をお願いする場合があります。

スペクトルまたは図 の添付欄

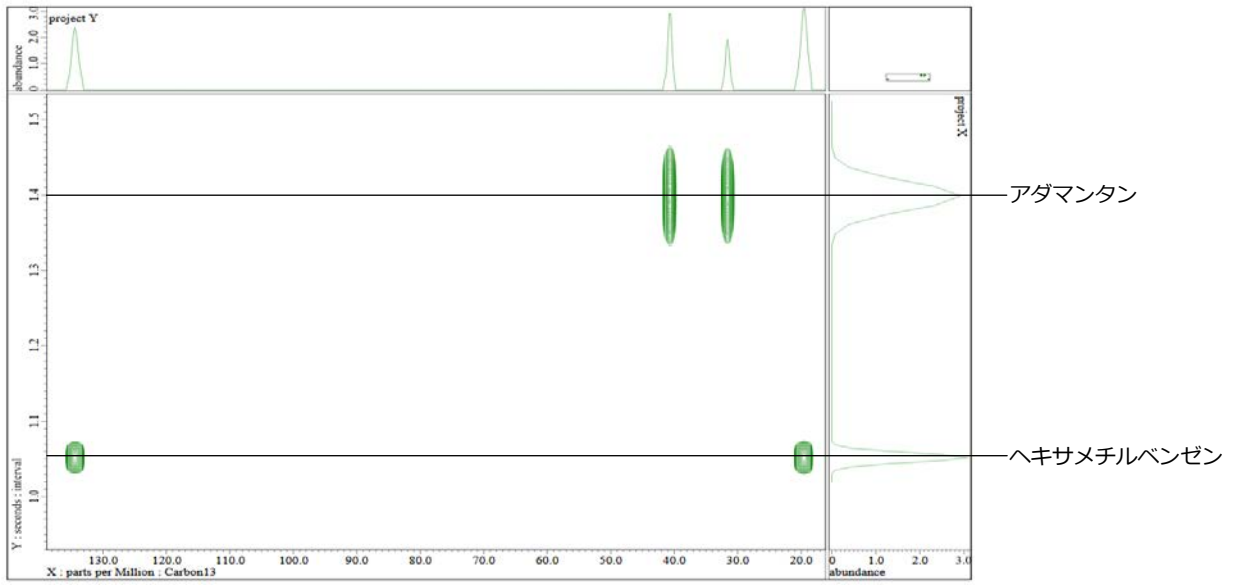


図. アダマンタンとヘキサメチルベンゼン混合物の ROSY スペクトル