理研NMR施設成果非占有利用報告書

10-200-033 (1)

利用機関名	東京大学	
実施部署名	大学院理学系研究科化学専攻	
実施責任者管理職名・氏名	准教授 佐竹真幸	
実施部署所在地		
実施部署連絡先		
利用課題名 (利用目的)	巨大ポリ環状エーテル化合物の構造決定	
利用実施時期及び期間	平成 22 年 10 月 19 日 ~ 平成 22 年 12 月 1 日 総利用日数 : (当初計画どおり) ・ 当初計画変更 (変更理由)	
利用施設	NMR 装置 (該当 部分に)	<p>利用装置</p> <p>・ ()600MHz、()700MHz、()800MHz、()900MHz ()低温プローブ付 ()固体プローブ付 ()サンプルチェンジャー付</p> <p>利用期間 1 : 平成 22 年 10 月 19 日 ~ 平成 22 年 10 月 20 日 利用期間 2 : 平成 22 年 11 月 30 日 ~ 平成 22 年 12 月 1 日 利用期間 3 : 平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日</p> <hr/> <p>利用装置</p> <p>・ ()600MHz、()700MHz、()800MHz、()900MHz ()低温プローブ付 ()固体プローブ付 ()サンプルチェンジャー付</p> <p>利用期間 1 : 平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日 利用期間 2 : 平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日</p>

		利用期間 3 : 平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日
		利用装置 ・ () 600MHz、 () 700MHz、 () 800MHz、 () 900MHz () 低温プローブ付 () 固体プローブ付 () サンプルエンジヤ-付 利用期間 1 : 平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日 利用期間 2 : 平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日 利用期間 3 : 平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日
	立体構造解析 パイプ ライン	・ 発現確認 : 利用回数 回
		・ フォールド判定 : 利用回数 回
		・ 大量調製 : 利用回数 回
・ 構造決定 : 利用回数 回		
利用満足度 (複数選択不可)		() 大いに満足、 () ほぼ満足、 () やや不満、 () 大いに不満
成果の概要	実施内容	<p><i>実際に行った作業の概要について記載してください。</i></p> <p>日本電子社製 800MHz 装置を用いて測定した。試料は、予め東京大学において、シゲミ社製特殊チューブにサンプリングを行い、持参した。試料は、重ピリジンに溶解した。理化学研究所 NMR 施設において、¹H-¹H COSY、TOCSY、NOESY、HSQC、HSQC-TOCSY、HMBC、HETLOC を測定した。</p>

<p>本課題により得られた成果、当初目標と結果との比較</p>	<p><i>本課題実施の結果得られた成果および当初目標に対する達成度などについて記載してください。</i></p> <p>測定試料が分子量 2000 を超える巨大ポリ環状エーテル化合物であったため、¹H、¹³C とともにシグナルのオーバーラップが激しく、かつ、試料量が 2mg 程度と少なく、構造決定には、高感度かつ高分解能スペクトルの測定が必須であった。本研究課題により、特に感度の悪い HMBC 測定において、良好なスペクトルを得ることが出来た。この測定により、4 級炭素に結合したメチル基周辺の帰属を正確に行なうことが可能となり、研究対象化合物 KBT の構造決定に成功した。</p> <p>また、鎖状化合物の立体構造解析を目指して測定した HETLOC スペクトルにより、これまで解析不能であった箇所の立体構造を明らかとすることに成功した。</p> <p>以上のことから、当初目標をほぼ達成することができた。</p>
<p>今後の展開、課題</p>	<p><i>本課題の結果を踏まえた今後の展開方針および目的達成に向けた今後の課題などについて記載してください。</i></p> <p>主要成分 2 成分の平面構造決定には成功したが、一部立体構造不明な箇所が存在する。今後、さらに NMR 解析を行い、全ての立体構造決定が必要である。</p> <p>また、主要成分以外に 10 成分近い微量成分が存在する。これらの成分の構造決定を行なうためには、さらに高感度な測定が必要になる可能性がある。そのためには、900MHz または、クライオ（コールド）プローブなどの使用により解決を図ることを検討する必要があると考えられる。</p>
<p>成果公開延期の希望の有無</p>	<p>() あり : () なし</p> <p>「あり」の場合理由：</p>

<p>利用における感想 (改善要望等を含む)</p>	<p><i>本施設を利用して良かった点、改善してほしい点、提案事項など、施設利用の感想を記載してください。</i></p> <p>装置の感度、分解能とも予想していた以上に良かった。その結果、構造解析に適したスペクトルを得ることが出来た。これらのスペクトルの解析により、研究対象化合物の構造決定に成功し、大きな成果を上げることが出来た。</p> <p>また、所員の方にも丁寧に対応していただけた。</p>
<p>利用周辺環境に関する希望</p>	<p>入館証が人数分だけない時があり、多人数で行くと不便な時があった。</p>
<p>今後の利用形態の予定</p>	<p>() 成果の非公開を前提とした「外部利用」(有料)を考えている。</p> <p>() その他理研との共同研究等</p> <p>具体的に 今回同様に成果非占有による利用を考えている。</p>
<p>今後期待するその他のサービス</p>	<p>() NMR 装置利用の教育(これまで NMR を使用した経験の無い方に対する教育も含む)</p> <p>() NMR 装置利用の技術的なサポート</p> <p>() その他</p> <p>具体的に</p>
<p>その他</p>	<p>(上記の項目以外でご意見等お願いします。)</p>

--	--

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。

特許取得等の理由により公開の延期を希望する場合は必ず事前にご相談ください。