

## 理研NMR施設利用報告書

(産学連携無償利用)

13-700-006

平成 27 年 2 月 2 日

利用機関名	高知大学
実施部署名	総合科学系複合領域科学部門総合研究センター
実施責任者管理職名・氏名	特任講師 / 山田 和彦
実施部署所在地	〒783-8505 高知県南国市岡豊町小蓮
実施部署連絡先	
利用課題名	生体分子系半整数四極子核固体核磁気共鳴法の開発研究
利用目的・内容	<p>核磁気共鳴 (NMR) 法は生化学の研究分野において必要不可欠な分析機器と言える。主に <math>^1\text{H}</math>、<math>^{13}\text{C}</math>、および <math>^{15}\text{N}</math>NMR 法を用いて、例えば、タンパク質の三次元立体構造や機能解析研究において多大なる研究成果を生み出してきた。しかしながら、生物および生化学の分野において機能的に重要な元素である酸素、硫黄、カルシウム、亜鉛を対象とした NMR 法の研究事例は皆無に等しい。残念ながらこれら核種のスピンの数は半整数四極子核であり、従来の <math>^1\text{H}</math> や <math>^{13}\text{C}</math> NMR 法で確立された測定手法をそのまま適用できないことが大きな原因と思われる。そこで本研究では、理化学研究所横浜研究所の最新の NMR 施設を活用し、世界に先駆けて生体分子を対象とした酸素、硫黄、カルシウムおよび亜鉛 NMR 法の測定技術を確立すること、並びに、我が国の研究者へ測定技術を提供することを目的とし、これら核種の NMR 法の開発研究を実施する。</p>

利用実施時期及び期間	<p>平成 26 年 2 月 13 日 ~ 平成 26 年 10 月 14 日</p> <p>当初計画どおり・<u>当初計画変更</u> (どちらかを○で囲む) (変更理由) JEOL の NMR 装置の設備更新により、利用が2か月程度停止したため、 利用期間を延長。</p>	
利用施設	<p>NMR 装置 (該当 部分に ○)</p>	<p>利用装置①</p> <p>・ ( ) 溶液 600MHz、( ) 溶液 700MHz、( ) 溶液 800MHz、 ( ) 溶液 900MHz、( ○ ) 固体 700MHz</p> <p>利用期間 1 : 平成 26 年 2 月 13 日 ~ 平成 26 年 2 月 20 日          利用期間 2 : 平成 26 年 3 月 3 日 ~ 平成 26 年 3 月 7 日          利用期間 3 : 平成 26 年 5 月 19 日 ~ 平成 26 年 5 月 26 日          利用期間 4 : 平成 26 年 10 月 6 日 ~ 平成 26 年 10 月 14 日</p> <p>JEOL の NMR 装置の設備更新により、利用が2か月程度停止したため、 利用期間を延長。</p>
利用満足度 (複数選択不可)	<p>( ○ ) 大いに満足、( ) ほぼ満足、( ) やや不満、 ( ) 大いに不満</p>	
研究チームの構成 (連携機関先も含む)	<p>研究代表者 総合科学系複合領域科学部門総合研究センター 山田和彦 高知県南国市岡豊町小蓮</p> <p>連携企業代表者 株式会社 JEOL RESONANCE 下池田勇一 東京都昭島市武蔵野 3-1-2</p>	

成果の概要	実施内容	<p>本研究の具体的な目標は、種々の標識物低分子モデル化合物を対象とした方法論開発を行い、四極子核 NMR 信号を検出すること、および、得られたスペクトルをコンピュータで解析し正確な NMR パラメータを算出することである。</p> <p>本研究では 700MHz 磁石に対応可能な広幅測定可能な固体 NMR 用プローブを開発し、酸素、塩素、そして、硫黄を測定対象とした広幅半整数四極子核固体 NMR 測定を実施した。そして、得られた固体 NMR スペクトルに対して、当方が開発したシュミレーションプログラムを用いて、四極子 NMR パラメータを算出した。</p> <p>プローブは Q 値を落とさずに、励起範囲を 1MHz に設定することが可能となった。そのため、広幅な核種の測定に応用することができた。装置の不具合やマシンタイムは十分ではなかったが、当初予定していた NMR スペクトルの一部を測定することができ、今後の半整数四極子核固体 NMR 法の礎を築くことができたと確信をしている。</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>硫黄核の測定は残念ながら装置の不具合で測定することはできなかった。おそらくプリアンプが低周波数に対応していないか、故障しているのが原因と思われる。しかしながら、シュミレーションプログラムやプローブ開発は順調に進んだことを強調したい。</p> <p>本課題で得られた成果は、数 MHz 以上に広がる半整数四極子核 NMR スペクトルを実験的に測定すること、並びに、それらスペクトルを解析することができる可能性を示した点である。これは市販品では不可能なことであり、今後、産業的にも学術的にも飛躍的に発展することが期待される。</p>

	<p>今後の展開、課題</p>	<p>硫黄 NMR は残念な結果に終わったが、今後の課題として、主にハードウェアに関する低周波数帯の NMR 装置開発の重要性を提案したい。従来の NMR 装置では <math>^{15}\text{N}</math> よりも低い周波数帯の核種を測定することは想定していないため、開発がほとんど実施されていない。本研究課題で浮き彫りとなった問題は、そもそも市販の NMR 装置はフィルターの問題やノイズ対策を怠っているため低周波数帯を測定することが非常に困難なことである。ここで得られた貴重な経験と情報は、ぜひとも NMR 装置メーカーと共有をしたいと思っている。</p>
<p>社会・経済への波及効果の見通し</p>	<p>低周波数帯、かつ、広幅な半整数四極子核固体 NMR 測定が可能になれば、有機化学や生化学以外にも、例えば、材料開発や無機化学の研究分野にも応用できる可能性がある。</p>	
<p>成果公開延期の希望の有無</p>	<p>( ) なし : ( O ) あり  「あり」の場合理由：  本課題で得られた重要な知見は今後特許を取得する可能性があるため。  延期希望期間 : 二年 (利用報告書提出日より最大 2 年)</p>	

理研 NMR 施設利用における感想	本課題を終了するにあたり、林文晶ユニットリーダーのご協力に、心より感謝申し上げます。特に、連日の深夜に及ぶ林先生のご支援に厚く感謝申し上げます。また、固体 NMR や試料に関する大変貴重なアドバイスをいただき、研究に対する視野も広がった気がします。大変お世話になりました。
利用周辺環境に関する希望	周囲に食事をする場所がないため、深夜に及ぶ実験では食事に困ったことが度々あった。また、終電や終バスが早いため、実験時間に制約が生じたことがあった。それ以外は研究に集中できる良い環境だと思う。
今後の利用形態の予定	<input type="checkbox"/> 再度本事業への申請を考えている。 <input type="checkbox"/> 成果の非公開を前提とした「外部利用」(有料)を考えている。 <input checked="" type="checkbox"/> その他理研との共同研究等を考えている。
今後期待するその他のサービス	<input type="checkbox"/> 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) <input checked="" type="checkbox"/> NMR 装置利用の技術的なサポート <input type="checkbox"/> その他
文部科学省の共用ナビ(研究施設共用総合ナビゲーションサイト)に対する感想・改善について	<a href="http://kyoyonavi.mext.go.jp/">(http://kyoyonavi.mext.go.jp/)</a> <input checked="" type="checkbox"/> 見た : <input type="checkbox"/> 見ていない 感想等 : 非常に見やすく、使い易い印象を受けました。
その他	記載事項なし

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。