

理研NMR施設利用報告書
(トライアルユース)

09-500-003

利用機関名	住友化学株式会社	
実施部署名	筑波研究所	
実施責任者管理職名・氏名	主席研究員・ 岡田 明彦	
実施部署所在地	茨城県つくば市北原	
実施部署連絡先		
利用課題名	高分子への H-C TROSY の応用	
利用目的・内容	高磁場 NMR 装置と TROSY の手法を適用、あるいは TROSY のアイデアを応用し、芳香族系高分子の NMR スペクトルをより高分解能とし、今までピークの重なりが多く困難であった構造解析をより容易にすることを目的とする。	
利用実施時期及び期間	平成 21 年 9 月 7 日 ~ 平成 22 年 8 月 31 日 総利用日数：43 日 当初計画どおり・当初計画変更 (変更理由) トライアルユース利用期間が 1 年に延長され、試料の分子量依存性の検討を実施することができた。	
利用施設	NMR 装置 (該当部分に)	利用装置 ・ ()600MHz、()700MHz、()800MHz、()900MHz ()低温プローブ付 ()固体プローブ付 ()サンプルエンジェー付 利用期間 1：平成 21 年 11 月 30 日 ~ 平成 21 年 12 月 7 日 利用期間 2：平成 22 年 2 月 15 日 ~ 平成 22 年 2 月 22 日 利用期間 3：平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日

		<p>利用装置</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ ()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>利用期間1：平成 21年 9月 7日～平成 21年 9月 14日 利用期間2：平成 22年 1月 18日～平成 22年 1月 25日 利用期間3：平成 22年 3月 1日～平成 22年 3月 8日</p>
		<p>利用装置</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ ()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>利用期間1：平成 21年 10月 19日～平成 21年 10月 29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</p>
	立体構造解析 パイプ ライン	<p>・発現確認 : 利用回数 回</p> <p>・フォールド判定 : 利用回数 回</p> <p>・大量調製 : 利用回数 回</p> <p>・構造決定 : 利用回数 回</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>
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>芳香族高分子として¹³Cエンリッチなしのポリフルオレン試料(ポリスチレン換算 Mw : 1.5×10⁴、1.3×10⁵、3.1×10⁵の3種類)について重トルエン溶液とした上で、デカップリングなしの¹H-¹³C HSQC スペクトルを測定した。(700MHz、800MHz、900MHz)</p> <p>同試料に対し、¹H-¹³C TROSY スペクトルを測定した。(700MHz、800MHz、900MHz)</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>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。</p> <p>デカップルなしの HSQC スペクトルにおいて J(^1H - ^{13}C) で分裂した芳香族領域の個々のピークを比較すると、^1H 側のスライス (F2 方向) ではピークの線幅に違いが見られ、^{13}C 側のスライス (F1 方向) ではピークの強度に違いが見られた。このことは、ポリフルオレンの芳香族 H-C には交差相関緩和 (cross-correlated relaxation) 現象が見られることを示している。交差相関緩和による線形の違いは高磁場ほど顕著であったが、今回測定した範囲では分子量依存性は小さかった。</p> <p>線幅最小、強度最大となるピークのみを選択するため TROSY 法を適用したが、^{12}C に結合した ^1H ピークのサプレッションは十分であることがわかった。</p> <p>今回の検討に用いた試料は H-H 間の同種核カップリングが現れない系であったが、一部末端で同種核カップリングの見られるピークにおいては、ピークの複雑な分裂が見られ、同種核カップリングの取り扱いにパルスシーケンス改良の余地があることがわかった。</p>
<p>今後の展開、課題</p>	<p>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。</p> <p>芳香族化合物としてさらに複雑な試料を測定対象として選び、同種核カップリングによるピーク分裂を最小限にするようなパルスシーケンスの改良を実施することが課題である。</p>
<p>社会・経済への波及効果の見通し</p>	<p>生体系、合成系高分子を問わず、高分子量の試料に対する NMR の適用範囲が拡大すると期待される。</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>理研 NMR 施設利用における感想</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>800MHz 以上の高磁場の装置については当研究所で所有している 600MHz の装置と比較して著しく分解能が向上しており、高磁場の利点を明確にすることができた。一方、感度についてはクライオプローブの効果が絶大であり、800MHz & クライオプローブの組み合わせが本検討には有効であることが実際に装置を利用してわかった。</p> <p>磁場調整に時間を要すると貴重なマシンタイムを有効に活用できないので、軽水（重水）以外の溶媒に関して D 核を用いたグラジエントシミングが有効に活用できる環境を完備してほしい。</p>
<p>利用周辺環境に関する希望</p>	<p>同一ユーザーが理研の他の装置で取得したデータを装置のディスプレイ上で重ねて表示させることが難しかった（アクセス権の問題か？ 一旦テクニカルスタッフの方をお願いしてデータを移動させなければならなかった）。データのセキュリティーには配慮しながらも、複数の装置にまたがってデータを比較検討する場合の利便性を考慮してほしい。</p>
<p>今後の利用形態の予定</p>	<p><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 type="checkbox"/> その他理研との共同研究等を考えている。 具体的に： <input type="checkbox"/> 未定</p>
<p>今後期待するその他のサービス</p>	<p><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 type="checkbox"/> NMR 装置利用の技術的なサポート <input type="checkbox"/> その他 具体的に</p>

<p>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</p>	<p>（http://kyoyonavi.mext.go.jp/） （ ）見た ： （ ）見ていない 感想等：</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。） 生体系だけでなく、高磁場のNMRの測定技術を深化・普及させるようよろしくお願いいたします。</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。