

令和元年 11 月 14 日

## NMR 個別研修（九州大学）

- 【主 催】 自然科学研究機構 分子科学研究所（大学連携研究設備ネットワーク）  
【日 時】 令和元年 11 月 7 日（木）10：00 ～ 11 月 8 日（金）16：00  
【場 所】 九州大学 農学部（伊都キャンパス）  
（〒819-0395 福岡県西区元岡 744）  
【講 師】 北海道大学 木村 悟  
【講習機器】 JEOL JNM-ECS400  
【受 講 者】 1 名 鹿児嶋久美子（九州大学）

### 【開催目的】

NMR は非常に多くの情報を得ることができる測定法であり、多様な研究分野において、化合物の構造解析に利用される機会が多い。一般的には一次元 NMR 測定（<sup>1</sup>H、<sup>13</sup>C 測定）が最も利用されるが、複雑な構造を有する化合物の同定には二次元 NMR 測定が必要となる場合がある。しかし、二次元 NMR 測定の正確なスペクトル取得、解析のためには、サンプル調整、測定パラメータ設定を正しく実施するノウハウが必要となる。本講習会は、NMR を使い始めた方で、これから二次元 NMR 測定に挑戦しようと考えている方がこれらのノウハウを座学と日本電子製 NMR を利用した実習を通して習得することを目的として開催する。

### 【研修をリクエストした理由（鹿児嶋）】

平成 30 年度 10 月に九州大学農学部のキャンパス移転が完了し、本格的に農学部の技術職員が組織化され、研究機器及び研究施設の維持・管理・運用等の業務を行うこととなった。これを機に NMR も共用化されたが、NMR 所管研究室には技術職員がいなかったこと、化学系の研究室に配属されていた技術職員はすでに他の分析装置を担当していたことなどから、分析とは無縁の研究室に所属していた私が NMR を担当することとなった。

現在は農学部内で自主測定での利用に限って運用しており、学内外への公開および依頼測定の受け入れを目指して準備を進めているところである。しかしながら、NMR 共用化から 1 年、装置の維持管理面では所管研究室教員のサポートを受けているものの、研究室に属していない身では実際に測定・解析を行う機会はほとんど得られず、2 次元測定に至ってはまったく経験がない。依頼測定に対応するレベルには到底達しておらず、技術習得が急務である。

木村氏は、今年 8 月に参加した分子科学研究所・大学連携研究設備ネットワーク主催の NMR 基礎講習会で講師をされており、その講義は丁寧で、大変分かりやすかった。ま

た、その折に、NMR は技術職員に採用されてから行うようになったと伺った。NMR の経験がないところからスタートし経験を積まれた木村氏にぜひ講師をお願いしたいと思い、この度依頼させていただいた。

初心者向けの実習を主とした講習会は身近にはほとんどなく、装置の共用化という現場を知る技術職員から直接指導いただけることは大変貴重である。

### 【プログラム】

11月7日(木)

#### ・座学 編

10:00~12:00 2次元 NMR 測定の流れとパラメータ解説  
(HMQC,HSQC,HMBC,COSY について)

13:00~14:00 立体構造解析のための NMR  
(NOESY の概要)

#### ・実習 編

14:15~16:30 平面構造解析のための 2次元 NMR 測定操作説明  
(HMQC,HMBC,COSY)

16:45~17:30 日常メンテナンスの紹介  
(スピナロータ、プローブ、分光計フィルタの清掃など)

11月8日(金)

#### ・実習 編

10:00~12:30 立体構造解析のための 2次元 NMR 測定操作説明  
(T1 簡易測定, 差 NOE, 1D-NOESY,2D-NOESY)

13:30~16:00 2次元 NMR 測定データ処理

### 【研修報告】

11月7日(木) 10:00~14:00 (座学)

まず初めに、試料調整、装置調整(シム調整、試料温度調整、チューニングなど)について説明があった。正しく測定データを取得するためには、測定前の準備が何より重要であることを学んだ。

次に、2次元 NMR 測定の前準備としての  $^1\text{H}$  および  $^{13}\text{C}$  の 1次元 NMR、平面構造解析のための 2次元 NMR 測定として、 $^1\text{H}$  同士を帰属する HH-COSY、直接結合した  $^{13}\text{C}$  と  $^1\text{H}$  を帰属する HMQC、HSQC、2~3 結合離れた  $^{13}\text{C}$  と  $^1\text{H}$  を帰属する HMBC について測定方法やパラメータの原理、データ処理について説明があった。



さらに、立体構造解析のための2次元 NMR 測定として NOESY の原理および試料調整時の注意点についても説明があった。目安となる数値や図表、失敗例などを示して具体的に解説していただき、非常に理解しやすかった。

#### 11月7日(木) 14:15~17:30 (実習)

茶カテキンの1種であるエピガロカテキン(溶媒:アセトン- $d_6$ 、内標準物質:TMS)を測定に用いた。

まず初めに、測定前準備として試料温度調整、シム調整を行った。シム調整では軸がずれていることが分かり、手動での磁場補正も行った。定期的な確認の重要性を痛感した。

続いて $^1\text{H}$ および $^{13}\text{C}$ の1次元 NMR、次いで、平面構造解析のための2次元 NMR 測定として HH-COSY、HMQC、HSQC、HMBC を行った。パラメータなどはこれまで機械的に操作していた部分もあったが、意味や効果についても解説があり勉強になった。

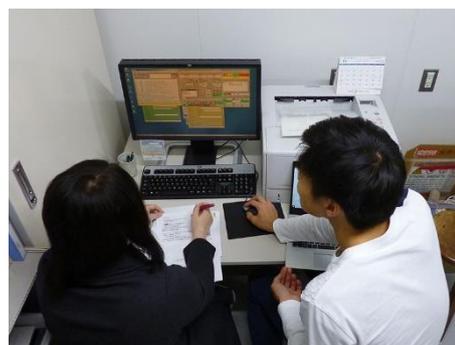


その後、日常に行えるメンテナンスとして、スピナロータ、プローブ、分光計フィルタの清掃について説明があった。スピナロータおよびプローブについては実際にエタノールで汚れを拭き取った。また、プローブの取り外し方法については取扱説明書にも記載がない事項なので、実際に拝見できたことは大変貴重で勉強になった。

#### 11月8日(金) 10:00~16:00 (実習)

まず初めに前準備として T1 簡易測定を行い、次いで、立体構造解析のための2次元 NMR 測定として差 NOE、1D-NOESY、2D-NOESY を行った。

その後、2日間で得られた測定データについて、ゼロフィリング補正、ウインドウ関数処理、位相補正、アレイ測定データ処理、高分解能1次元 NMR スペクトルの貼り付け、等高線表示レベルの調整等のデータ処理を実践した。データ処理それぞれの意義については理解したものの、特に2次元 NMR のデータ処理についてはこれで十分か、もっと調整が必要か、と疑問の連続であった。



本研修では、ほとんど経験のなかった2次元 NMR に重点を置いて学ぶことができた。測定・解析技術の向上のためには経験を積むしかなく、今回学んだことをもとに実践していこうと思う。また NMR の運用にあたっては、日頃より装置のメンテナンスを心がけ、より精度の高い測定データを得られる環境を利用者へ提供していきたい。