

令和元年 9 月 20 日

NMR 講習 (Bruker 編)

- 【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)
【開 催 日】：令和元年 9 月 11 日 (水) 13:00~9 月 13 日 (金) 15:00
【開 催 場 所】：岩手大学 地域連携推進センター棟 106 室
【講 師】：名古屋工業大学 瀧 雅人氏

【プログラム】

- 9 月 11 日(水)
13:00~17:00 二次元測定の実習 1
- 9 月 12 日(木)
10:00~12:00 二次元測定の実習 2
13:00~17:00 二次元測定の実習 3
- 9 月 13 日(金)
10:00~12:00 二次元測定の実習 4
13:00~15:00 二次元測定の実習 5

【報告】

すでに 9 月 4 日(水)~6 日(金)に開催された「NMR 講習 (Jeol 編)」を受講しているため、NMR の二次元測定に関する基礎知識はあるものとして、さっそく実際の測定実習に入った。Bruker 製 NMR の制御ソフトウェア「TopSpin」では、多くの操作を「マウスによるアイコンクリック」の他に「キーボードから直接コマンド入力」で実行できる。熟練すると操作効率の向上が見込めるため、本講習は基本的にすべて、キーボード操作で行われた。

講習中に逐次、二次元測定に共通する測定上の注意点を再確認していただいた。サンプルのスピンは止めること、測定結果が装置室温の変動に影響されやすいので+5~+10℃程度のサンプル加温が望ましいこと(今回は装置の不調により、室温のままでの講習となった)、また依頼測定の際、未加工の生データだけを提示するのは、一次元 NMR の場合にも増してさらに避けなければならない旨、ご指摘いただいた。

9 月 11 日(水) 13:00~17:00

測定試料として、調製済みのストリキニーネ CDCl_3 溶液を用い、二次元測定法のうち COSY、HMQC、HSQC、HMBC の測定およびデータ処理について学んだ。

9月12日(木) 10:00~12:00

引き続き、90° パルス幅および T₁ 緩和時間の測定、二次元測定法のうち差 NOE、1D NOESY、2D NOESY の測定およびデータ処理を学んだ。また、測定試料を標準試料のエチルベンゼン CDCl₃ 溶液に替え、同様の測定を試みた。

9月12日(木) 13:00~17:00

測定試料を調製済みのパロモイシン D₂O 溶液に替え、二次元測定法のうち TOCSY、ROESY の測定およびデータ処理を学んだ。

9月13日(金) 10:00~12:00

測定試料を再び調製済みのストリキニーネ CDCl₃ 溶液に替え、二次元測定法のうち DQF-COSY および edited-HSQC の測定およびデータ処理について学んだ。また、初日とは異なる旧式の測定プログラムを用いて、HMQC および HMBC の測定を行った。今回の測定結果には、初日の結果には出ていなかった「解析が困難化するようなノイズ」が現れたため、適切な測定プログラムを用いる必要性を実感した。

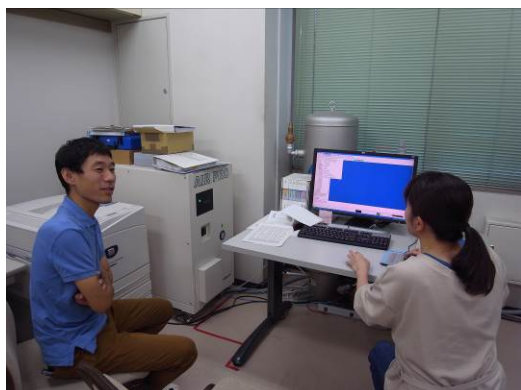
9月13日(金) 13:00~15:00

引き続き、二次元測定法のうち DOSY の測定およびデータ処理について学んだ。拡散係数の差を利用して、各混合物に由来するピークを分離できることが判った。

そのほか、実習の合間に NMR 装置を管理する上でのさまざまな助言をいただいた。装置本体のメンテナンスもさることながら、補機のエアコンプレッサー維持管理が非常に重要であること、サンプル管の測定前清掃にメガネ拭きを用いるとトータルコストの削減につながるなど、など。

これまでは二次元 NMR の測定を学ぶ機会に恵まれておらず、今回の講習会は貴重な機会となった。対応可能な依頼測定の種類が大幅に増加し、操作効率の向上にもつながった。新規ユーザーに装置説明を行う際にも、これまで以上に自信をもって対応できる。非常に勉強になった。

研修風景：



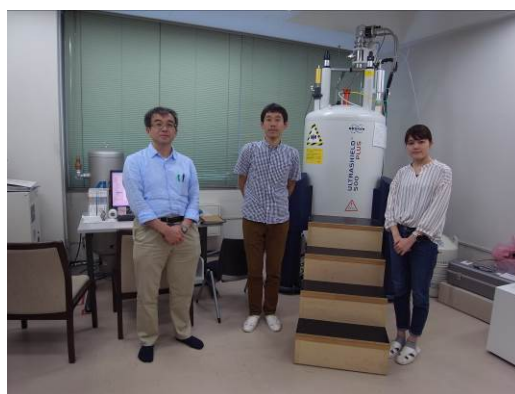
開始前の打ち合わせ



研修開始



岩手大学生ユーザーとも交流



研修後の集合写真