

NMRに関する業務、解析ソフトの導入と講習会の開催について ～新人研修についての報告～

大石智博

工学部 技術部 応用分析技術系（機器分析・化学WG）

1 はじめに

平成24年12月の入職以来、機器分析・化学WGに所属し、主に学生実験の指導やNMR (Nuclear Magnetic Resonance、核磁気共鳴) 装置の保守管理、研究室支援等の業務を行っている。NMRに関しては保守管理業務の他に、希望者への操作講習、測定マニュアル改訂作業、DEPTや二次元NMRといった特殊測定への立ち会い・指導、他学科からの依頼分析、オープンキャンパスでのNMRの装置や原理等の説明を行っている。かねてより、NMRのデータ解析が制御PCでしか行えずに不都合が生じていたこと、利用者からNMR解析ソフトの新規導入等に関する質問が受けていた事などから、新たにNMRデータ解析ソフトを導入したので、今回はNMR装置に関する業務及び新たに導入したNMRデータ解析ソフトについて報告する。

2 NMRとは

2-1 NMRの原理

^1H や ^{13}C のように、中性子と陽子の数の少なくともどちらか一方が奇数の原子核は核磁気を持っていて、小さな棒磁石に例えることができる(図1(a))。これらの小さな磁石は磁場の中で棒磁石のように振る舞う。または磁場の中でコンパスの針のように磁場と同じ向きに配向するといってもよい。だが、普通の棒磁石や磁針は外部の磁場と平行な方向に配列してしまうだけだが、 ^1H や ^{13}C 等の原子核の場合には磁場と平行な向きと逆平行な向きの2種類の向きをとり得る(図1(b))。この2種類の配向状態をとった原子核間にはエネルギー差が生まれ、磁場と平行な向きの方がエネルギーが低く、逆平行の方が高くなる(図1(c))。NMRではこのエネルギー差(ΔE)を検出することで構造解析を行う。

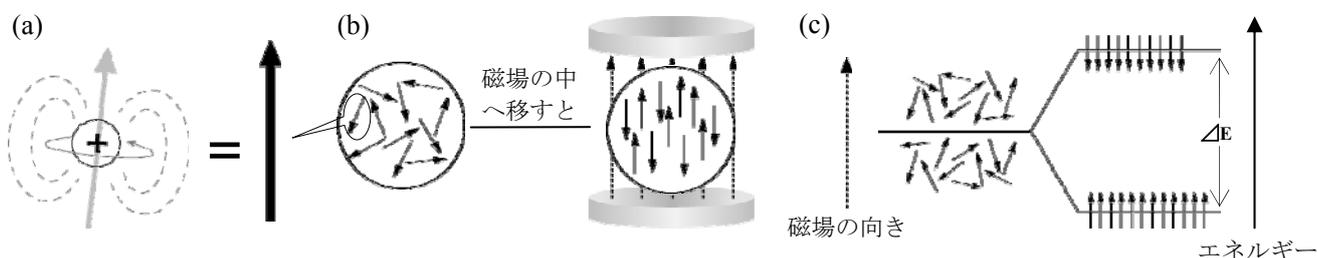


図1 核の磁石としての挙動

(a)核の磁石（核磁気）を矢印で表す (b)磁場の有無と核磁気の向き (c)核磁気の向きとエネルギー

2-2 NMRでわかること

NMR測定では分子内の ^1H や ^{13}C を測定する ^1H -NMRや ^{13}C -NMR測定が最も一般的である。 ^1H -NMRではシグナルの現われる位置（化学シフト）や積分比、形から、それぞれ水素核の化学的な環境や個数、隣り合う水素核同士の情報が得られる。 ^{13}C -NMRでは化学シフトから炭素核の化学的な環境がわかるため分子構造の解析にあたってとても有用な測定方法である。

上記の他、特殊な測定であるが、分子内に存在する炭素の級数を判定できる DEPT や、二次元 NMR 測定法として、分子内に結合する水素同士の相関関係がわかる COSY、直接結合している水素核と炭素核を検出する HMQC、2 または 3 結合離れた水素核と炭素核を検出する HMBC、結合に関係なく空間的に近い水素核どうしの関係がわかる NOESY などが挙げられる。これらの測定法により得られたデータを組み合わせることで、化学構造に関するより確実な情報を得ることができる。

また、通常の測定で試料を重水素溶媒に溶かした試料溶液 ($^1\text{H-NMR}$: 数 mg~数十 mg/mL、 $^{13}\text{C-NMR}$: 20~30 mg/mL) を約 1 mL 要するが、試料量が少ない場合等には約 40 μL の試料溶液が調製できればナノプローブ測定を行うことも可能である。さらに近年、固体試料のための機器や測定法の進歩により、固体のまま NMR の測定が可能となっており、NMR 測定の幅がますます広がり、構造解析に、より欠かせない存在となっている。

3 NMR に関する業務

3-1 NMR 装置の紹介と利用状況

工学部技術部では、物質生命化学科が所有する JEOL 製 (図 2 左) 及び Varian(現 Agilent)製 (図 2 右) の NMR を管理している。1 台は物質生命化学科棟に、もう 1 台はベンチャービジネスラボラトリー(以下、VBL-NMR)に設置している。物質生命化学科 NMR ではルーチンワーク測定一次元 NMR(^1H , ^{13}C)を、VBL-NMR では一次元 NMR(^1H , ^{13}C)測定及び二次元 NMR・ナノプローブ測定・固体 NMR 測定といった特殊な測定を行っている。

物質生命化学科 NMR における測定は、PC (OS : Windows XP) 上で制御用ソフトを起動し、溶媒・測定法・測定回数を選択、測定開始という簡易な操作で、試料の測定装置への導入・各種測定条件の調整から測定までオートで実行されるため、測定自体は難しくない。測定終了後は、データ解析をそのまま制御 PC 上で行う。そのため管理者による操作講習を行った後は学生自身が機器の利用・測定を行う。一方、VBL-NMR に関しては、装置制御用の端末にワークステーション(Solaris)用いており、物質生命化学科 NMR での測定ではオートで行われていた各種測定条件の調整を自らコマンドを打ち込みながら行わなければならない。また、特殊な測定を行う頻度は $^1\text{H-NMR}$ ・ $^{13}\text{C-NMR}$ と比べて低く、ナノプローブ測定・固体 NMR 測定では測定毎に各測定用のプローブへ交換を行わなければならない。頻度も少なく操作も難しい特殊測定は、操作講習を行うよりも随時立ち会っての指導の方が適当であるとの判断から、管理者の立ち会いのもと測定を行っている。



図 2 NMR 外観(左：物生棟 NMR 装置、右：VBL-NMR 装置)

3-2 NMR データ解析ソフト導入の背景

現在、物質生命化学科 NMR では、機器制御用の PC に導入されている一つのソフトで機器の制御及び測定データの解析を行っている。そのため測定者の多い時期は、測定を終えた者が解析のためにそのまま PC を使用し続け、次の測定希望者が測定できない状況がみられた。そこで今回、NMR のデータ解析ソフトの導入を検討することとした。

3-3 NMR データ解析ソフトの検討

今回候補として、現在物質生命化学科で使用している NMR 装置のメーカーである日本電子株式会社が提供するソフト『Delta NMR Software』を検討した。このソフトはライセンス（無料）を取得することで NMR データの処理・解析ができるソフトを無料で入手できる。このソフトウェアは Windows OS、Mac OS いずれにも対応しているので、学生が各自の PC に解析ソフトを導入できるようになる。これにより測定希望者と解析希望者のバッティングの回避や、解析のみを行うために測定室に足を運ばなくて済むようになるなど上記の問題の解決が期待できる。また、ソフト上での解析結果をカットアンドペーストの操作で PowerPoint などのプレゼンテーションソフトに容易に転載できることから、ゼミでの発表の際の資料作製の負担を軽減すること等により研究活動の促進にも効果が期待できる。また、物質生命化学科棟 NMR の他、VBL-NMR で測定されたデータに関しても大部分解析が可能であった。そこで JEOL RESONANCE 社の講師を招き NMR データ解析ソフトに関する講習会を開催することにした。

3-4 Delta NMR Software について

『Delta NMR Software』は、現行の全ての日本電子製 NMR 装置で標準に使用されている、NMR 測定/データ処理の統合ソフトである。NMR 装置購入時の付属ソフトと同一のデータ処理機能・処理関数・多次元処理・各種解析ツール搭載、マルチプラットフォーム対応（Windows, Mac OS）、各種データフォーマット対応、多言語インターフェイス（日本語・英語・他）、WEB サポート（FAQ・日本語対応掲示板）といった特徴を持つ。導入には購入と無料試用の 2 形態があり、無料試用版は展示会や学会等で配布される CD-ROM を用いるか、JEOL NMR サポートサイトからソフトウェアをダウンロードして利用することができる。インストール直後は、起動するごとに 15 分間の利用時間制限が設けられているが、ユーザー登録とライセンス発行（ともに無料）を行い、ライセンスキーを取得するとこの制限を解除することができる。無料試用版では分光計制御はできないが、データ処理に関する簡易電子マニュアルが付属し、データ処理に関するソフトウェアの内容は販売版と全く同じものである。

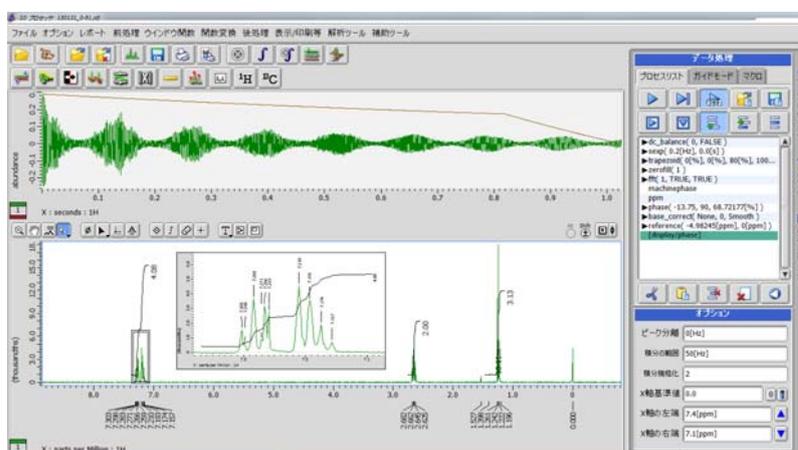


図 3 Delta NMR Software による ^1H -NMR の解析画面

3-5 講習会の開催

講師：株式会社 JEOL RESONANCE 副主幹研究員

受講者：工学部 47名、理学部 13名、職員 2名、合計 62名

全学に向けて講習会の開催を周知したところ、事前申し込み・当日参加を合わせて工学部・理学部等から60名以上の参加があった。当日参加者が予想以上に多く、講習会に参加できなかった人が多数いた。講習会の内容は、ソフトのダウンロード・ユーザ登録のためのインターネットサイトの紹介、インストール・使用制限解除の手順、一次元 NMR 測定データの基本的な解析法が主だった。

講習会に参加できなかった人も多数おり、講習会内容も簡単な解析方法の紹介であったため、講習会の後、測定者から解析を行う段階での操作法等についての問い合わせを度々受けた。そのため、希望者に操作講習等を随時行っている。

3-6 NMR に関するその他習得技術

2013年3月に長崎大学で開催された第7回長崎大学大学院工学研究科教育研究支援部技術報告会に参加した際、長崎大学の NMR 装置管理者から測定技術についてお話を伺うことができた。

NMR 測定は通常、試料を重溶媒に溶解させないといけないが、発表されたものは測定サンプルが重溶媒と反応するため、溶解できないというケースであった。この方は、サンプル管への加工により測定を可能にしていた。この手法は本学所有の NMR 装置での測定にも使用できるため、同様なケースに遭遇した際にはこれらの手法を検討する。

4 まとめ

入職以来、NMR の保守・管理中心に業務を行っており、学生への指導や依頼サンプルの測定等のため、基本的・特殊な測定法や、今回報告した解析ソフトの習得を行い、依頼測定もスムーズに行えるようになった。日々の業務で改善の余地を感じた点についても対応を随時おこなっている。また、保守・管理業務の他、研修・研究支援の一環として、ある研究室から NMR に関する研究テーマをいただいて研究を行い、さらなる知識習得・技術向上を図っている。

また、物質生命化学科・マテリアル工学科の学生実験指導や、宮崎大学で開催された平成 25 年度九州地区国立大学法人等技術職員スキルアップ研修などで化学・化学以外の技術職員と交流をはかり、情報交換を行ってきた。

今後はより発展的な知識・技術を身につけ、それらを活かせる場面に積極的に参加していきたい。