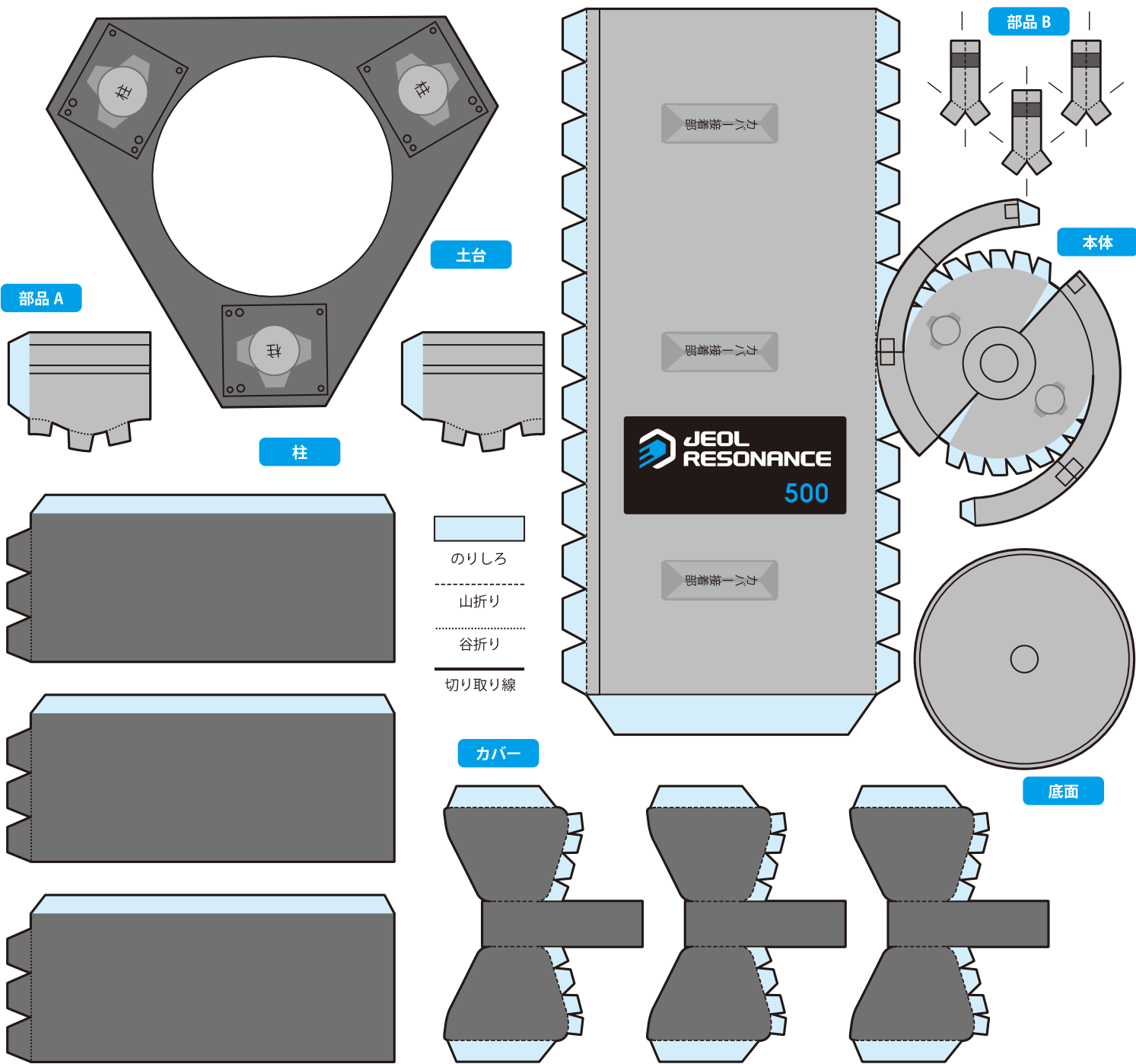
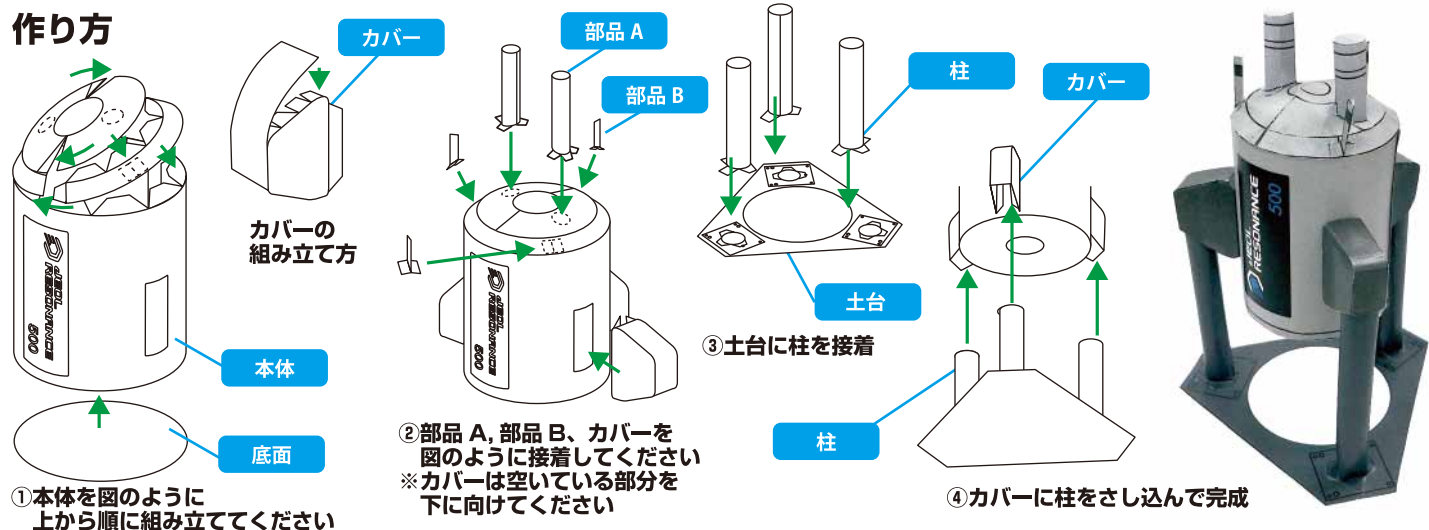


新型 500MHz マグネット

■ 用意する道具 ハサミ、カッターナイフ、接着剤（木工用推奨）、接着剤をのりしろに塗るための爪楊枝、ピンセット



作り方



キョウメイ

2013 Autumn Vol.006

JAIAN に相談だ！ 第3回 JAIAN ミーティング参加報告

研究室の紹介 「Hello! Labo」 和光純薬工業株式会社 試薬研究所

Information

NMR（核磁気共鳴装置）講習会スケジュール

机に飾ろう！ NMR 装置ペーパークラフト「新型 500MHz マグネット」

■ アプリケーションノート ■

- 10mm <sup>29</sup>Si 専用プローブの活用例
- タンパク質 - リガンド相互作用 (I) : STD 測定
- 高分子複合材料に ROSY 法を適用する
- 材料と ESR - 高分子の光分解 -



セールsteam 増田 慶彦

JAIAN に相談だ！

新入社員の増田 (2013 年 5 月中途入社) です。まだまだ出来ないこと山積みですが、信頼される営業マンを目指し、失敗を恐れずに毎日奮闘中です。今回は 8 月 23 日 (金)、24 日 (土) に開催されました第 3 回 JAIAN ミーティングに参加させて頂きましたご報告と、一会員として JAIAN を紹介させていただきます。

JAIAN (Japan Analytical Instruments Active users Network) は、NMR (核磁気共鳴装置) と ESR (電子スピン共鳴装置) 及び、MS (質量分析装置) のユーザーが、相互の交流と情報交換を通じて参加者のスキルアップを図り、同時に機器分析装置の発展を促すことを目的としたユーザーグループです。

活動内容は、春に開催される年 1 回のセミナー、夏に開催される年 1 回の合宿形式のセミナーが予定されております。

弊社は JAIAN へ参加させていただくことで、お客様との関係を深めていくと共に、新商品や新技術の説明、皆様からの貴重なご意見をお伺いし、より良い製品の開発やサービスの提供を行っていきたく考えております。

今回で 2 度目の開催となる合宿形式のミーティングは、避暑地として有名な山中湖の自然に囲まれ、のどかな雰囲気で行われました。今回は、新しい参加者の自己紹介から始まり、温泉、親睦会、落語興行、白熱の卓球大会、

NMR・MS 各技術説明、意見交換が実施されました。参加者の方々が直面されている問題や疑問についても、積極的な議論がなされました。昨年のミーティング内でのアドバイスにより問題が解決されたというご報告もあり、日頃の工作上的悩みを相談する場としても非常に有効であると感じました。(もちろん、個人的な悩みも、頼れる兄貴姉貴 JAIAN が懇切丁寧に解決してくれます。多分) 今後もこの会を通じ、様々な業種の方々と交流を深め、お役にたてることができればと思います。

最後に皆様のご発展と JAIAN への皆様の参加を願います。お名前とご所属を明記の上、管理者メールアドレス (jaian.member@gmail.com) にご連絡ください。入会金・年会費は無料です。

<https://sites.google.com/site/jaianmember/>



研究室の紹介

Hello! Labo

和光純薬工業株式会社  
試薬研究所（東京）

和光純薬工業株式会社は、大正11年(1922年)6月 武田長兵衛商店(現・武田薬品工業株式会社)の化学薬品部門を分離し、武田化学薬品株式会社として発足。昭和22年(1947年)社名を和光純薬工業株式会社に変更し現在に至ります。

## 次の科学の チカラでありたい

和光純薬工業株式会社(以下 和光純薬工業)は「科学技術の振興と学術研究の進展に寄与し、人々の豊かな暮らしに貢献する。」という創業以来ゆるがぬ経営理念のもと、企業活動を推進しています。社員はこの経営理念や行動指針を簡潔に記した名刺大のカードを常に携行し、日常業務の中でもこれらを参照しています。「試薬事業」をはじめ「化成品事業」「臨床検査事業」の三本柱を核とし、研究者・医療関係者並びに産業界の幅広い要請にえています。

試薬研究所は東京と大阪にあり、試薬の合成・精製・調液などの研究開発の東西体制を整え、お客様のニーズに的確かつ迅速にえています。長年培ってきた有機合成技術を基盤に、最先端技術を導入。環境分析分野、遺伝子・細胞生物分野、クロマト関連分野、有機試薬分野などの試薬開発を行っています。

NMR の使用は、試薬を保証するための精度の高い分析方法がないかということがスタートでした。特に標準品の整備は時間とコストがかかる一方で、近年、分析の信頼性を確保するために需要が増えています。このような中、NMR による純度試験(qNMR)や安定性試験を活用することで、低コストで世界にも通用する費用対効果の高い保証が可能になりました。

NMR 装置は担当者による管理を実施し、また使用に関しても社内教育の後、力量評価を行い、合格した者しかqNMR は使えないという体制を取っています。

東京の試薬研究所では JEOL RESONANCE 社製の 600MHz と 400MHz の NMR 装置を複数台導入しています。600MHz は研究開発に、400MHz は生産現場を中心にと、用途をわけて使用しています。600MHz は分解能が高く、感度も担保できるため、微量の試料で分析することが可能となり、より効率的に研究開発を行うことができますようになりました。



試薬研究所(東京工場内)

平成 25 年(2013 年)、東京工場が定量 NMR 試験方法について、日本で初めて試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項の国際標準規格である ISO/IEC 17025 に適合した試験所認定を取得しました。

和光純薬工業はqNMR をベースとした品質保証と海外での展開を拡大していきたいと考えています。そして研究開発型企業として、これからもお客様の期待を超えた付加価値を提供し、研究成果に感動していただけるような、お客様のイノベーションを支援していくパートナーを目指してまいります。

和光純薬工業株式会社  
試薬研究所  
所長 大野 桂二様

600MHz NMR 装置

## Information

### 核磁気共鳴装置 講習会スケジュール

弊社では製品をご導入いただいたお客様に装置の性能をフルに発揮していただけるよう定期的に講習会を行っております。お客様の多様なニーズに合うように豊富なコースが準備されており、効果的に必要な知識・技能を修得していただくことができます。

- 場所：日本電子株式会社  
本社・昭島製作所 開発館
- 時間：9：30～17：00

#### 講習会のお申込み

JEOL RESONANCE ホームページ内、NMR 講習会のページからお申込みください。

<https://www.j-resonance.com/support/nmr/schedule/>

#### JEOL RESONANCE

##### 販促チーム

TEL 0120-653-300

Email [jri-training@j-resonance.com](mailto:jri-training@j-resonance.com)

### NMR 定期講習 日程のお知らせ

初級コース			
NMR ビギナーズコース	(1日)	10/22(火)	
構造解析初級コース	(1日)	10/23(水)	

基本コース			
溶液 NMR 基本 1st コース (Delta Ver.4)	(2日間)	12/11(水)～12/12(木)	
		2/5(水)～2/6(木)	
溶液 NMR 基本 1st コース (Delta Ver.5)	(2日間)	11/6(水)～11/7(木)	
		1/21(火)～1/22(水)	
溶液 NMR 基本 2nd コース (Delta Ver.4)	(1日)	12/13(金)	2/7(金)
溶液 NMR 基本 2nd コース (Delta Ver.5)	(1日)	11/8(金)	1/23(木)
固体 NMR 基本 コース (Delta Ver.4)	(2日間)	11/25(月)～11/26(火)	
固体 NMR 基本 コース (Delta Ver.5)	(2日間)	11/28(木)～11/29(金)	
		2/19(水)～2/20(木)	

応用コース			
TOCSY (1D & 2D) コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(1日)	2/27(木)	
NOESY (1D & 2D) コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(1日)	10/10(木)	2/13(木)
qNMR コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(1日)	1/17(金)	
多核 NMR 測定 コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(2日間)	1/29(水)～1/30(木)	
拡散係数測定&DOSY コース (Delta Ver.4)	(1日)	1/15(水)	
拡散係数測定&DOSY コース (Delta Ver.5)	(1日)	12/4(水)	
固体緩和時間測定&ROSY コース (Delta Ver.5)	(1日)	2/21(金)	

メンテナンスコース			
メンテナンス コース (Delta Ver.4)	(1日)	12/17(火)	
メンテナンス コース (Delta Ver.5)	(1日)	12/19(木)	

- \* 初級コースは座学みの講習です。装置に依存しないので、JEOL 以外の装置のユーザーの方や、装置をお持ちでない方も、ご参加頂けます。
- \* 溶液 NMR 基本 1st コースでは、Delta の使い方の説明と実習を行います。
- \* 溶液 NMR 基本 2nd コース・応用コース・固体コースは、溶液 NMR 基本 1st コースを受講された後のご参加をお勧めします。
- \* コース名に (Delta Ver.4 & Ver.5) とあるものは、Ver.4 と Ver.5 の講習を合同で行います。
- \* 講習内容について詳しくは、弊社ホームページをご覧ください。

#### 講習会の感想

##### 溶液NMR基本1stコース(Delta Ver.4)を受講 実際に測定を行う助けになった

多次元 NMR に触れた経験がなく、一から独習するにも測定パラメータ決めに苦心していたところだったため、講習会は大変勉強になった。今後、実際に測定を行う助けとなると感じた。

材料メーカー K・M様

##### 溶液NMR基本1stコース(Delta Ver.5)を受講 実際に使用するレベルまで学べた

実際、使用するためのレベルまで、様々なことを教えていただき、大変勉強になりました。実際、実験をする中で、より詳しくなれる様、これからも自分なりに調べていこうと思います。ありがとうございました。

公的研究機関 D・T様



## 材料とESR - 高分子の光分解 -

高分子材料の特性は、物性と深くかかわっていますが、高分子中に存在するラジカルの同定などを通じて、その合成反応や反応機構を知ることができます。ESRを用いた高分子材料の評価は、次のように行うことができます。

### 放射線効果

電子線、X線、γ線などの放射線の照射により生成するラジカル

### 機械的(破壊)作用 - 延伸やせん断効果

高分子の機械的(破壊)作用 - 延伸やせん断によって生成するラジカル

### 分子運動

スピンラベル・スピンプローブ法を用いる

### 伝導機構

ESR強度・線形や伝導率に関わる不純物

### 劣化評価

試料に負荷を与えることによって生成するラジカル

### 高分子の重合過程

光重合、熱重合、アニオン重合、カチオン重合過程により生成するラジカル

劣化評価の一例として、光ファイバーに紫外線照射したときのESR信号の変化を図2に示します。図3は、図2のESR信号強度(A)の紫外線照射の時間による変化をプロットしました。

図2のESR信号の線形やg値から、紫外線照射により発生するラジカルの種類や構造に関する情報が得られます。また図3の時間変化から、光照射時間に応じて、どの程度の分子鎖の切断(ラジカルの発生)が生じるのかを定量的に把握できます。さらに色ガラスフィルターを併用すれば、特定の波長成分が劣化に及ぼす寄与を検討することも可能です。



図1. 光ファイバー (ポリメタクリル樹脂)

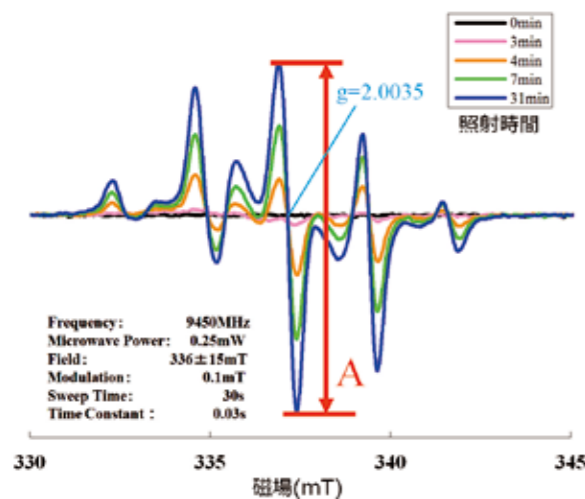


図2. ポリメタクリル樹脂のESR信号

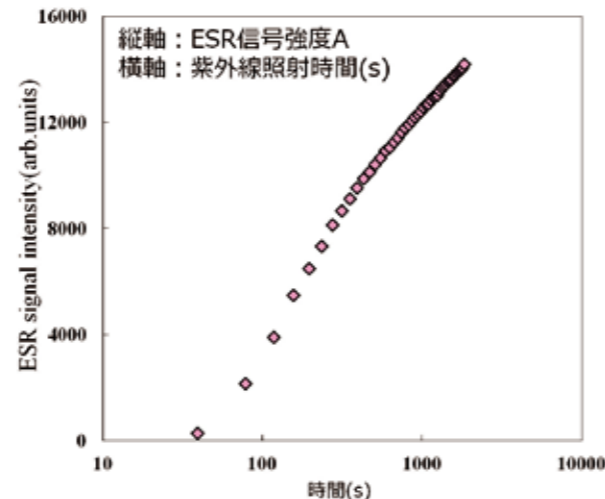


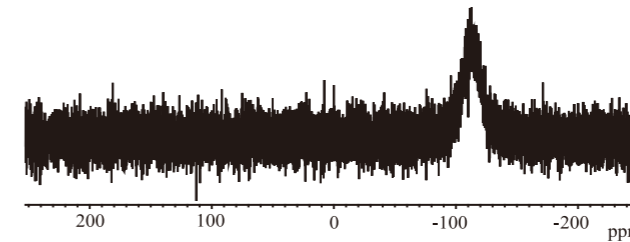
図3. ポリメタクリル樹脂のESR信号強度の紫外線照射時間

参考文献: 高分子学会編(1975): 高分子実験学 18 高分子の磁気共鳴, 共立出版株式会社, p564.

## 10mm <sup>29</sup>Si専用プローブの活用例

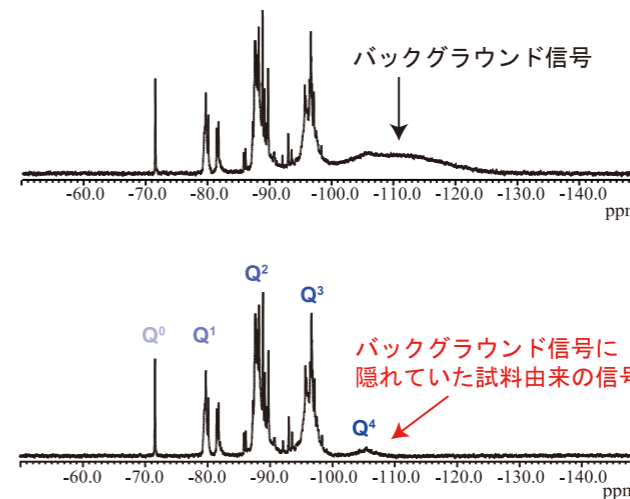
通常の溶液プローブで<sup>29</sup>Si測定を行うと、プローブに使われている素材と試料管由来のバックグラウンド信号が現れます。バックグラウンド信号はガラス試料を測定する際のQ<sup>3</sup>, Q<sup>4</sup>構造由来の信号の化学シフトに現れ、解析の妨げとなってしまいます。しかし使用する素材を<sup>29</sup>Si測定用に改良した<sup>29</sup>Si専用プローブとテフロン試料管を使用することで、バックグラウンド信号を完全になくすことが可能です。

### 【バックグラウンドデータ】



標準プローブ <sup>29</sup>Si スペクトル (サンプルなし)

### 【実際の測定データ】

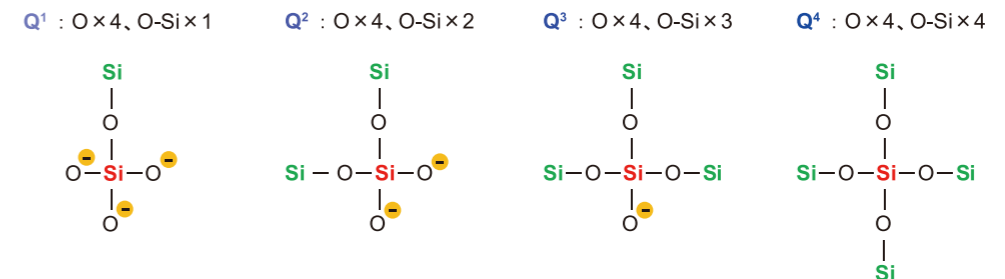


試料: ケイ酸ナトリウム水溶液/D<sub>2</sub>O  
測定装置: JNM-ECA II 600

上: 10mm チューナブルプローブとパイレックス試料管を使用

下: 10mm <sup>29</sup>Si専用プローブとテフロン試料管を使用

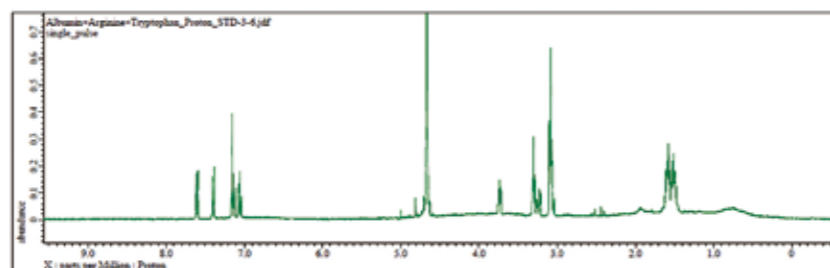
**S/Nが低く、ブロードな信号には特に有効です!**



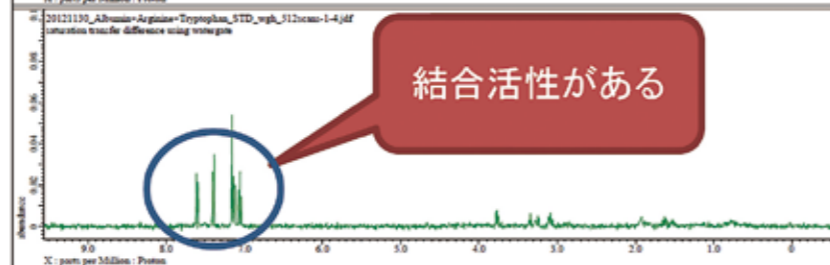
## タンパク質-リガンド相互作用 (I) : STD測定

Saturation Transfer Difference (STD) NMR 分光法は、タンパク質と結合するリガンド化合物を識別するためのスクリーニング手法として非常に有効な方法です<sup>1,2)</sup>。この方法では、タンパク質を選択的に RF 照射することで飽和させた磁化が、タンパク質-リガンド相互作用を持つ化合物のみに飽和移動されます。これによってタンパク質と結合したリガンド分子の信号強度が減衰します。したがって、飽和移動スペクトルと通常のスぺクトルとの差を取ることで、結合活性を持つ化合物を特定することができます。この手法の実測例として、アルブミン、L-(+)-アルギニン、L-トリプトファンを用いた例を示します。STD スペクトルには、アルブミンとの結合活性を有するトリプトファンの信号のみが現れ、結合活性を持たないアルギニンの信号は消失することがわかります。測定は JEOL RESONANCE 製 ECS400 で実施しました。以下は 1D および 2D の STD 測定の結果です。

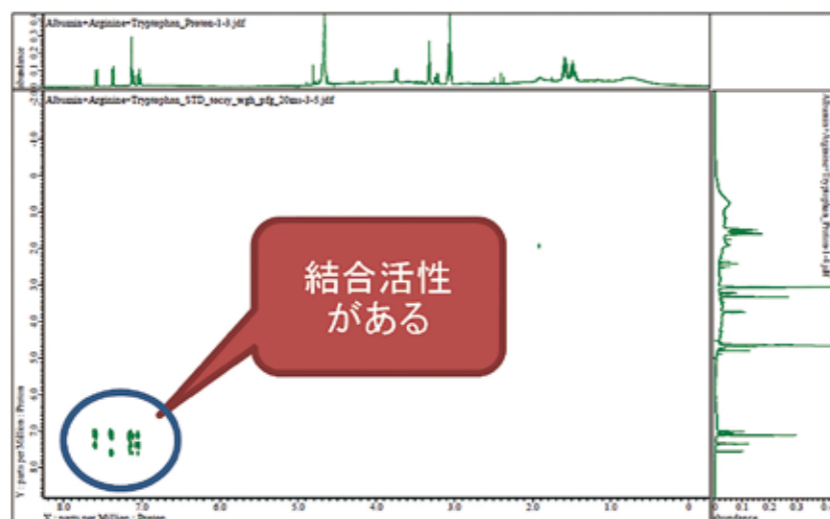
通常のスぺクトル



STD スペクトル



STD-TOCSY スペクトル



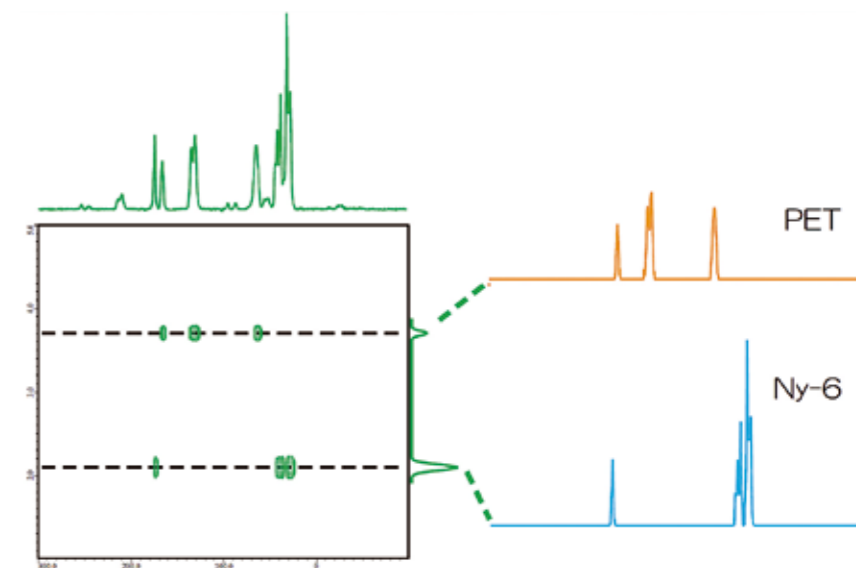
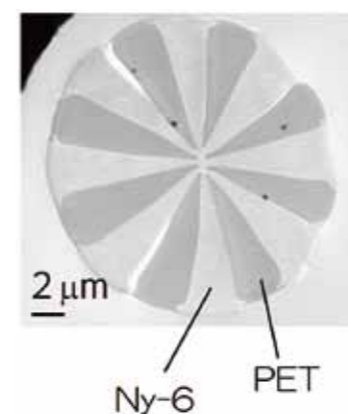
1). Moriz Mayer and Bernd Meyer, Angew. Chem. Int. Ed. 1999, 38, 1784-1787.

2). Moriz Mayer and Bernd Meyer, J. Am. Chem. Soc. 2001, 123, 6108-6117.

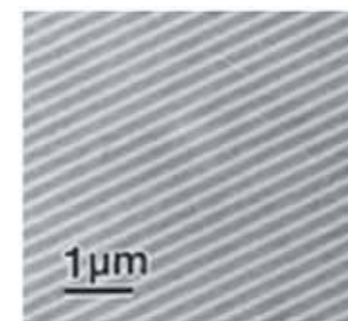
## 高分子複合材料にROSY法を適用する

複合繊維や多層フィルムといった高分子複合材料は、新奇な発色性を示す包装材料などへの利用が期待されています。これらの材料は複数の高分子から形成されており、それぞれの NMR スペクトルを分離測定することは、ROSY (Relaxation Ordered Spectroscopy) 法によって可能になります。ここでは、PET/Ny-6 複合繊維と PBT/PMMA 超多層フィルムの <sup>13</sup>C CPMAS スペクトルを分離した例を示します。

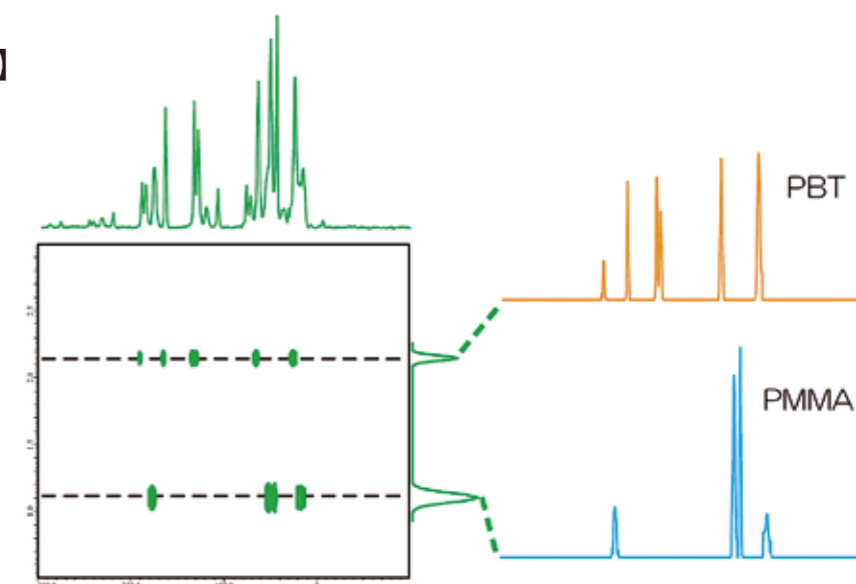
【PET/Ny-6 複合繊維】



【PBT/PMMA 超多層フィルム】



濃 : PBT  
薄 : PMMA



※ サンプルは帝人株式会社様より、ご提供頂きました。