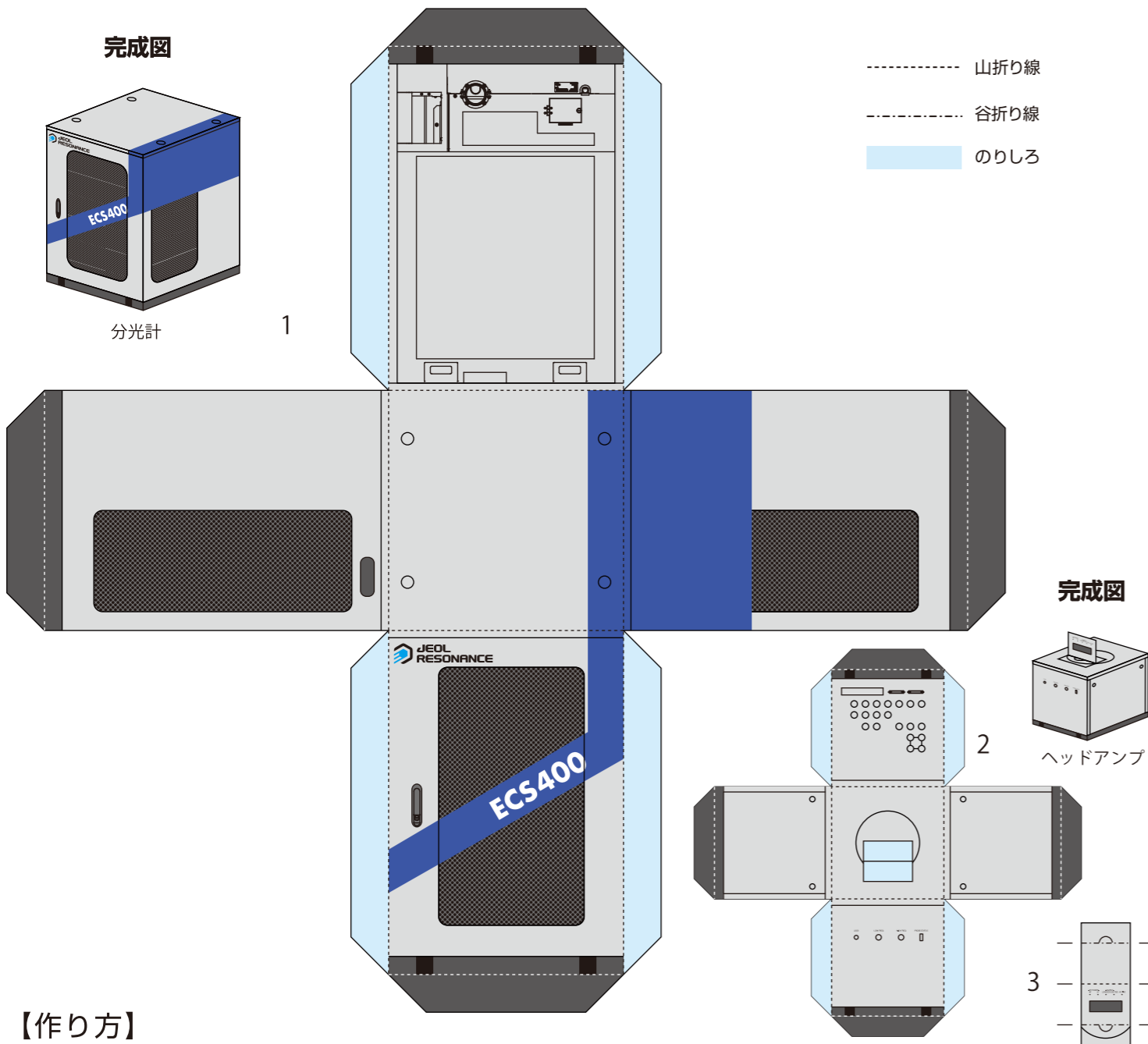


JNM-ECS 400 分光計・ヘッドアンプ

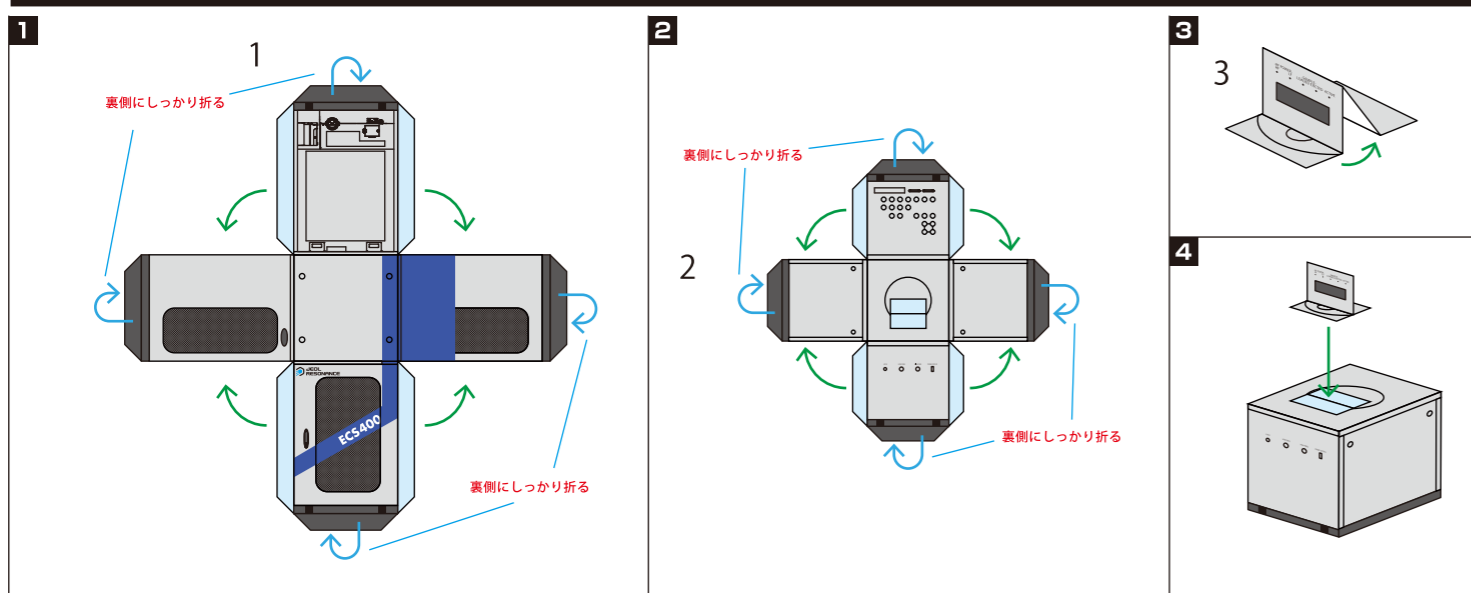
■ 用意する道具 ハサミ、カッターナイフ、接着剤（木工用推奨）、接着剤をのりしろに塗るための爪楊枝、ピンセット

キョウメイ

2013
Winter
Vol.003



【作り方】



JEOL RESONANCE 賞 受賞者インタビュー

最優秀若手ポスター賞I 日下部 寧氏 (京都大学大学院 理学研究科)

最優秀若手ポスター賞II 高橋 貴文氏 (新日鐵住金株式会社)

Information

■ キャンペーンのお知らせ

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「JNM-ECS 400 分光計・ヘッドアンプ」

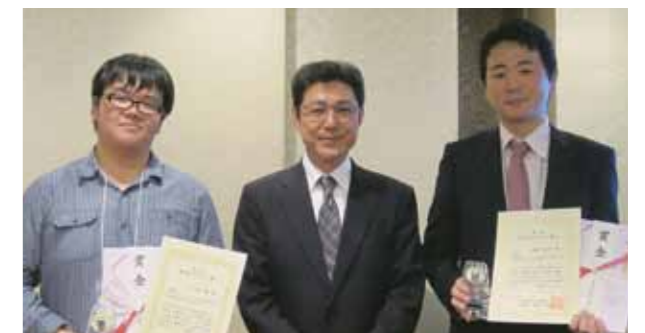
■ アプリケーションノート ■

- 定量 NMR Information 3 号
- 新型マグネットのご紹介
- 新しい温度可変装置 ES-DVT5

contents

JEOL RESONANCE 賞 受賞者インタビュー

JEOL RESONANCE は「第 51 回 NMR 討論会」で、大学や公的機関、企業で NMR を開発する若手を対象とした『若手ポスター賞 I』と今年から新たに企業で NMR を使用する若手を対象とした『若手ポスター賞 II』の『最優秀若手ポスター賞』の副賞『JEOL RESONANCE 賞』として 10 万円の賞金と楯を贈呈いたしました。今回、各最優秀賞を受賞されたお二人にインタビューにお答えいただきました。



左から、日下部 寧氏、穴井 孝弘 (弊社社長)、高橋 貴文氏
中面に続く ▶

Information

特別価格キャンペーンのお知らせ

NMRアタッチメント即納キャンペーン

液体窒素再凝縮装置、アルミ階段などNMRアタッチメントを特別価格で 即納させていただくキャンペーンを実施しています。

期間:2013年1月1日(火)~2月28日(木)

新型NMRプローブ紹介キャンペーン

固体、溶液NMR用の新型プローブ紹介キャンペーンを実施しています。5年リース総額が特別価格と同等の特別リースプログラムも実施中です。

期間:2013年1月1日(火)~3月31日(日)

詳細は、弊社ウェブサイトのTopics ページをご覧ください。
<http://www.j-resonance.com/topics/>



JEOL RESONANCE 賞 受賞者インタビュー



最優秀若手ポスター賞 I

「デュアルレシーバシステムを用いた同種核及び異種核間 2次元相関 covariance NMR」
日下部 寧氏 (京都大学大学院 理学研究科)

喜びより驚きでした

NMR 討論会のような大きな学会で発表をさせて頂くのは初めてのことでしたので、名古屋に着いた当初は自分が賞を頂けるとは思っていませんでした。「せっかく名古屋まで来たんだから、勉強するついでに観光して美味しいものを食べて帰ろう」くらいの気持ちでした。ですので、最初に受賞のお知らせを頂いた時は喜びというより驚きの方が強かったのを良く覚えています。

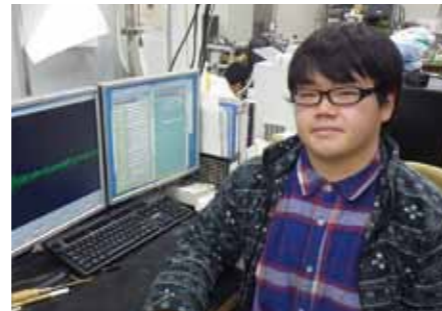
受賞内容について

2次元相関実験は NMR による構造解析では非常に強力な手法ですが、非常に長い実験時間を要するという欠点があります。

その欠点を克服するために考案されたデータ処理法の一つに共分散 (covariance) という統計量を用いた covariance NMR 法があるのですが、その数学的性質上これまで同種核相関 (HOMCOR) 型の実験にしか用いられてきませんでした。今回の研究では、この covariance NMR 法を異種核相関 (HETCOR) 型の実験に拡張し、実験時間を短縮する手法を確立しました。

モチベーションアップの宴会代に

賞金 10 万円の一部は NMR 業界の未来を担う方々のモチベーションを上げるための宴会代として使いました。残りは定まった収入の無い学生の身分ですので、細々と暮らす生活費として使わせていただいています。



最優秀若手ポスター賞 II

「固体 NMR によるセメント硬化体の化学構造および水和・硬化プロセスの解析」
高橋 貴文氏 (新日鐵住金株式会社)

受賞の気分は、安堵感

この度、最優秀若手ポスター賞 (副賞 JEOL RESONANCE 賞) の栄誉を賜り、非常に光栄に思います。共同研究者である千葉大の大窪先生、古瀬さんをはじめ、日頃サポート頂いている弊社の金橋博士、西浦さんにも改めて感謝申し上げます。実は NMR 討論会でのポスター賞受賞は、2 度目になります。(そのせいか、今回は賞金稼ぎなども擲輸されましたが…)

とは言え、今回の受賞で研究者個人としての充実感のもとより、会社のブランド力を損ねなくて良かったという安堵感があります。



受賞へと導いてくれた研究材料はセメント

ありふれた材料ですが、近年、製鐵プロセスではバインダーとして重要な役割を担っています。ところが、セメントを使いこなすうえで、水和・硬化機構に関する基礎的な知見が不足しています。今回、固体 NMR によりアルミニウム、シリコンの化学構造変化を明らかにし、更にプロトンの緩和時間分布解析から空隙構造の発達過程を明らかにしました。これらの観察結果を総合し、強度発現メカニズムに関わる重要な知見を得ることに成功しました。現在、これらの知見は、プロセス開発の現場においても、実際に活用されつつあります。セメントをはじめ実在する多くの物質は複数の化合物から成る混合物です。この研究を通じて、固体 NMR がこうした混合物の解析に極めて強力なツールであることを改めて実感しました。



賞金は愛する妻のために…

賞金 10 万に関しては、日頃お世話になっている方々との食事会に利用しました。残金は「愛する妻のために…」と言いたところですが、正直に書くと、入社時に譲り受けたヴィッツに代わる、新車購入資金の一部としました。

最後に、今回の受賞は確かに嬉しいことですが、全体から見れば通過点に過ぎません。研究目標を達成するまでには、まだ長く険しい道のりが予想されますが今回の受賞を励みに、決して奮ることなく挑戦を続けて参る所存です。



核磁気共鳴装置 講習会スケジュール

弊社では製品をご採用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

講習会のお申込みは

JEOL RESONANCE ホームページ内、講習会のページからお申込みください。
<http://www.j-resonance.com/training/>

JEOL RESONANCE

アプリケーションサポートチーム

TEL 042-542-2241

Email jri-training@j-resonance.com

2012 年度下期 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) 今年度分終了 (次回 5 月 開催予定)
構造解析初級コース	(1 日) 今年度分終了 (次回 5 月 開催予定)

基本コース

溶液 NMR 基本 1st コース (Delta Ver.4)	(2 日間)	2/5(火) ~ 2/6(水)
溶液 NMR 基本 1st コース (Delta Ver.5)	(2 日間)	1/16(水) ~ 1/17(木) 3/5(火) ~ 3/6(水)
溶液 NMR 基本 2nd コース (Delta Ver.4)	(1 日)	2/7(木)
溶液 NMR 基本 2nd コース (Delta Ver.5)	(1 日)	1/18(金)、3/7(木)
固体 NMR 基本 コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(2 日間)	2/27(水) ~ 2/28(木)

応用コース

TOCSY (1D & 2D) コース (Delta Ver.4)	(1 日)	今年度分終了 (次回 5 月 開催予定)
NOESY (1D & 2D) コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(1 日)	2/15(金)
qNMR コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(1 日)	今年度分終了
多核 NMR 測定 コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(2 日間)	1/29(火) ~ 1/30(水)
拡散係数測定&DOSY コース (Delta Ver.4)	(1 日)	今年度分終了
拡散係数測定&DOSY コース (Delta Ver.5)	(1 日)	今年度分終了
固体緩和時間測定&ROSY コース (Delta Ver.5)	(1 日)	3/19(火)

メンテナンスコース

メンテナンス コース (Delta Ver.4)	(1 日)	2/20(水)
メンテナンス コース (Delta Ver.5)	(1 日)	2/22(金)

- * 初級コースは座学のための講習です。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 コースや応用コースは、溶液 NMR 基本 1st コースを受講されてからのご参加をお勧めします。
- * 講習内容について詳しくは、別紙の「NMR 定期講習会のご案内」をご参照下さい。
- * 応用コースと固体 NMR 基本コースは、2013 年 1 月から Delta Ver.4 と Ver.5 の講習を合同で行います

講習会の感想

溶液 NMR 基本 1st コース + 溶液 NMR 基本 2nd コースを受講

「理解して測定する」にステップアップ

今回の講習会のおかげで「マニュアルがあるから測定できる」から「理解して測定する」に階段を上ることが出来ました。ありがとうございます。

製薬会社 M・S 様

拡散係数測定&DOSY + NOESY (1D&2D) コースを受講

改めての発見があった

実際に自分で測定及び解析しながらの講習だったので、分かり易かったです。また日頃、解析している時に便利なツールなども教えて頂くなど、改めての発見もあり、今回の講習を受けて良かったです。

公的研究機関 N・F 様



新しい温度可変装置 ES-DVT5

1. はじめに

JES-X3 型 ESR 装置の販売開始にともない、温度可変装置もリニューアルしました。JES-FA 型 ESR 装置のオプションとしてご利用いただいた ES-DVT4 温度可変装置をさらに発展させた ES-DVT5 では、実温度と設定温度の差異をリアルタイムに監視しながら、ヒーター応答性を高速化するとともに発熱量を最適化することで、従来より短時間で目的温度に到達できるだけでなく、設定温度近傍での温度安定性も格段に向上しました。分光計とのオンラインによるシーケンシャル制御機能もさらに強化され、より簡便に、さまざまな設定条件での自動動作が可能となりました。

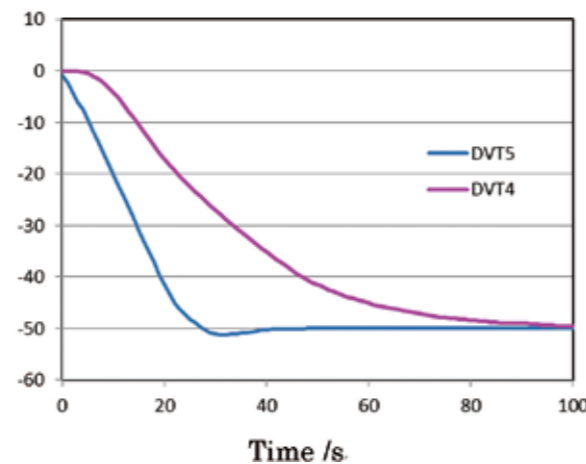
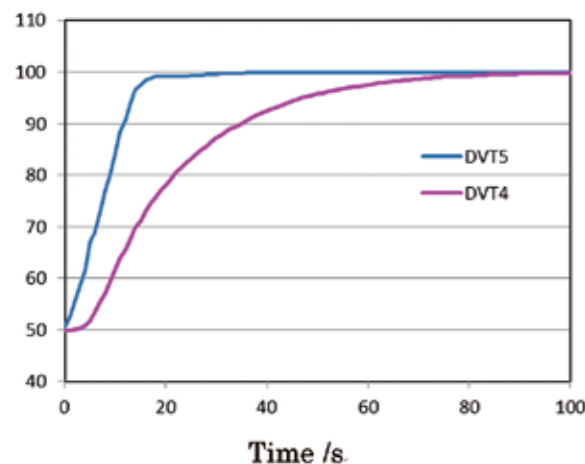
2. ES-DVT5 の特長

ES-DVT5 温度可変装置は、JES-X3 型 ESR 装置のホスト PC に USB 接続されます。ESR 本体の GUI メニュー上で温度を設定すると、自動的に液体窒素フラッシュ量やヒーター電力を調節して試料を目的温度に変化させます。ES-DVT5 では、ヒーターの応答性の高速化のため DC 電源とするとともに、従来の 2 倍の速度で温度サンプリングすることで、-170°C ~ +200°C の温度範囲内で任意の温度に、より短時間にオーバーシュート少なく到達することが可能となりました。



ES-DVT5 温度可変装置

下図に DVT4 型と DVT5 型での 50°C → 100°C への変化（左）と 0°C → -50°C への変化（右）の際の温度の時間依存性を示しました。どちらのケースでも設定温度への到達時間が 50% 以下になっていることがわかります。待ち時間が半減することで温度可変測定での総計測時間が短縮するほか、冷媒である液体窒素の節約も可能となります。このことは、スピラベル法など温度を逐次変化させながら測定する場合、特に顕著となります。設定温度到達後の安定性についても、DC 電源による発熱量の平均化により温度変動幅が従来比 50% 以下となりました。これにより、長時間にわたって安定した ESR 測定が可能です。



温度変化に要する時間の比較 (左) 50°C → 100°C、(右) 0°C → -50°C

定量 NMR が公定法に収載されました！



第 16 改正 日本薬局方 第一追補
(平成 24 年 9 月 27 日告示、10 月 1 日施行)

4. 生薬・漢方処方エキスの分析に用いる定量分析用標品への定量 NMR の応用

このような天然物に由来する試薬の純度の問題は、定量 NMR を用いることで解決することが可能である。すなわち、前述した原理に基づき、これらの試薬に対して定量 NMR を用いて正しい含量を値付けすることができれば、試薬を計量トレーサビリティが保証された分析用標品として利用することが可能となる。

現在、このような試薬に対する定量 NMR は、順次実施されており、試薬の定量値付けの際、考慮すべき点を考察した論文が公表²⁾されている。また、HPLC による定量分析用標品として使用される可能性の高い物質を使用して、定量 NMR のバリデーション実験も行われており、分子量 300 程度の測定対象化合物で、測定に 10 mg 程度使用すれば、使用機器間誤差を含めても通常の実験室レベルで、有効数字 2 桁を保証しながら値付けが可能であることが示されている³⁾。通常、生薬中の定量指標成分の含量は最大でも数%であり、規制値も 0.1% が最小単位であることから、天然物である生薬ごとのばらつきを考慮すれば、定量分析用標品の含量精度は有効数字 2 桁の保証で十分と考えられる。

これらのことを考慮すると、試薬を定量分析用標品として使用して得られた分析値の曖昧さは、定量 NMR によって値付けされた試薬を HPLC 等の定量分析用標品として使用し、値付けされた試薬の純度を定量値の算出に組み込むことで、現実的に回避することができる。例えば、局方「サンシシ」では、ゲニポシドの含量を HPLC 分析に基づき 3.0% 以上と規定しているが、定量分析用標品となる定量ゲニポシドとして使用可能な試薬について定量 NMR を実施すると、絶対純度は 92% 程度であることが前述した論文で示されている。したがって、この試薬の純度を 100% と仮定して定量分析用標品とし HPLC を実施した結果、定量値が 3.0% と導かれる場合、定量 NMR による絶対純度と計量トレーサビリティの確保を考慮した定量値は、2.8% であることになる。

参考情報 G5. 生薬関連に核磁気共鳴 (NMR) 法を利用した定量技術と日本薬局方試薬への応用を加える。
核磁気共鳴 (NMR) 法を利用した定量技術と日本薬局方試薬への応用

収載内容

- ・ 定量 NMR の原理
- ・ 定量分析における計量トレーサビリティの重要性
- ・ 生薬・漢方処方エキスの定量値を規定する際の定量指標成分の問題点
- ・ 解決法としての定量 NMR 法の提案

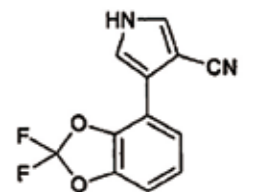
信頼性を高める、これからの
定量分析技術です！

参考：定量 NMR は食品添加物の規格基準にも使用されています。

フルジオキシニルは、平成 23 年 8 月 31 日に公布された食品衛生施行規則及び乳及び乳製品に関する省令の一部を改正する命令（平成 23 年内閣府・厚生労働省令第 5 号）並びに食品・添加物等の規格基準の一部を改正する件（平成 23 年厚生労働省令第 307 号）により、食品添加物に指定されました。フルジオキシニルの定量用標準の規格基準に使われています。

フルジオキシニル

Fludioxonil



NMRで定量（純度）分析を行うメリットは？



ポイント1 SIトレーサブルな純度評価が可能です。

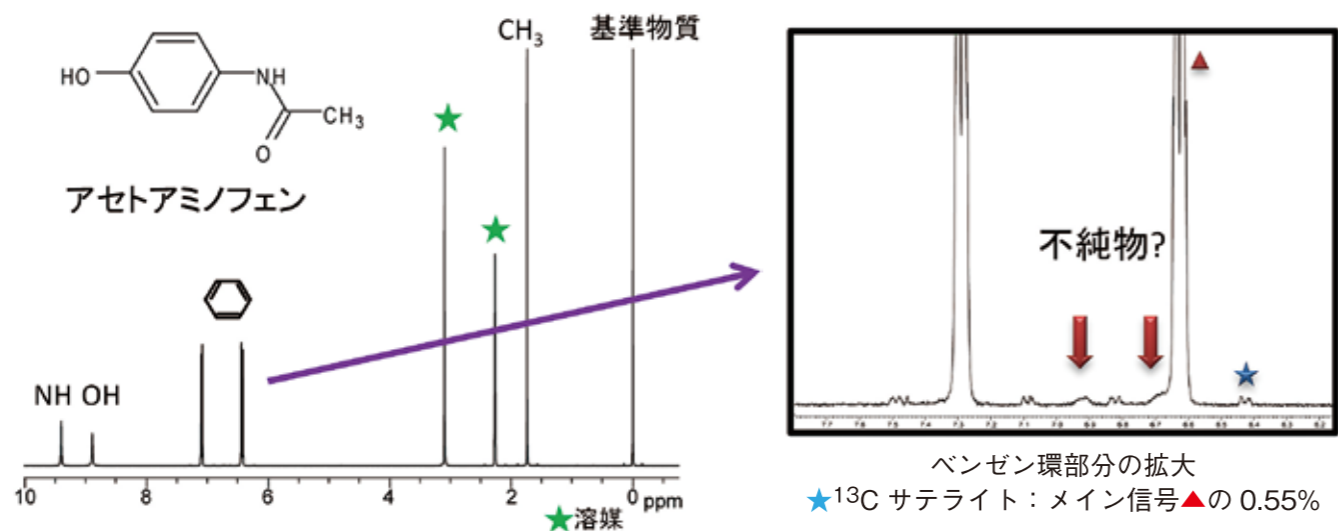
定量 NMR はスペクトル上に観測される測定対象物の信号と基準物質の信号面積（積分値）を比較することで定量分析を行います。測定対象物の信号と重ならない限り、1つの基準物質で様々な有機化合物の定量分析が可能であり、さらに計量トレーサビリティの確保された基準物質を用いるなど適確な分析操作を実現すれば、SIトレーサブルな純度評価が可能です。

物質の絶対値は国際単位系 (SI) にトレーサブルな測定によって得られます。このような測定法は一次標準測定法と呼ばれており、NMR もその資格を有すると言われています。参考文献：「食品・環境中の有害成分分析のための有機標準物質の拡充 - 定量 NMR 法による効率的な計量トレーサビリティの実現 -」井原俊英・齋藤剛・杉本直樹 Synthesiology, 2009; 2:13-24



～計量トレーサビリティ～
信頼性の高い分析値を得るには
重要なポイントです。

ポイント2 NMR スペクトル上で不純物などの信号も確認できます。



アセトアミノフェンの NMR スペクトル：測定時間 10 分 (HPLC 用：純度 100% LC assay)

アセトアミノフェン純度 98.4% (qNMR 法) (測定 3 回の SD=0.1%)

品質管理にも応用可能

ご興味ございましたら、お気軽にお問い合わせください。
ソリューションマーケティング部 末松 TEL.042-542-2241

新型マグネットのご紹介

超伝導マグネットの小型化により省スペースを実現！

漏洩磁場の小さな新型マグネットの組み合わせで、より柔軟な設置レイアウトが可能です。

装置の設置面積が小さく、必要な天井高さも低くなりました。

複数の NMR 装置を近傍に設置することも可能です。

液体ヘリウムの充填間隔が長くなりました。



装置	漏れ磁場 (0.5 mTの位置)		必要天井高さ ^{*1} (m)	液体ヘリウム ^{*2} 補充間隔 (日)
	水平方向 (m)	垂直方向 (m)		
500 MHz	0.6	1.15	2.51 ^{*3}	≥150
600 MHz	0.7	1.4	2.79 ^{*3}	≥200
700 MHz	0.8	1.6	3.11	≥150
800 MHz	1.5	2.5	3.54	≥150

*1 必要天井高さ=全高+電流リード長またはトランスファーチューブ長です。
*2 この値は補充容量と蒸発量からの計算値であり、実際の日数は使用環境により異なります。
*3 ロウシーリングキット使用時の値です。

外観・仕様は予告なく変更することがあります。