

## 高分解能核磁気共鳴装置 (平成8年度購入)

応用化学科 精密有機合成化学研究室 加藤 明 良

### 1. はじめに

高分解能核磁気共鳴 (以後NMRと略す) 装置は、①未知化合物の構造決定、②溶液状態・固相状態の構造解析、③立体配座・立体配置の解析、④種々の原子の結合様式の解明、⑤分子中の官能基の決定、⑥反応速度の測定、⑦光学純度・異性体比の決定などを行うことができる。したがって本NMR装置は、構造が未知な化合物を取り扱う化学の領域の研究にとって非常に利用価値が高く、また最も汎用性の高い装置である。ここ15年で超伝導磁石を含む測定装置の改良が急速に進み、しかも高性能ワークステーションの導入により、従来よりも格段に簡便な操作で高感度の測定が短時間で可能となった。本学においては「高機能性物質の精密合成と構造解析」を研究課題とし、その遂行のために本400MHz NMR装置を購入した。以下に機種選定の経緯や研究体制等について解説する。

### 2. 機種選定の経緯

当時すでに、NMR測定法は、新しいパルス技法の開発、固体測定 (CP/MAS装置) など目覚ましい進歩を遂げていた。また、装置の操作やデータ解析に不可欠なコンピュータも、ワークステーションの導入により格段に性能が向上しており、分光計の進歩とともに測定方法や操作性の向上に大きく寄与していた。このような状況下で、研究課題である「高機能性物質の精密合成と構造解析」においてNMR装置は不可欠な装置であるが、機種選定に当たっては、前記技術革新に基づいたより高性能な装置であることはもちろんのこと、研究

課題に限らず、多くの有機化合物の構造と機能に関する研究に幅広く利用される装置であり、また、本課題研究者以外に大学院生や卒業研究の学部生も使用することから、操作やメンテナンスが簡便である点にも留意しながら機種選定の必要条件を以下のように設定し、NMR装置を製造している日本の会社1社と海外の会社2社の計3社の製品を比較検討した。

- ① 感度・分解能が高く、コンピュータ制御 (特にインテリジェントコントローラによる制御) により観測・照射側ともにパルス位相・出力・周波数の微調整が可能であること。
- ② 温度可変範囲が広く、各種応用測定が可能であること。



図1 高分解能核磁気共鳴装置JEOL JNM-400D

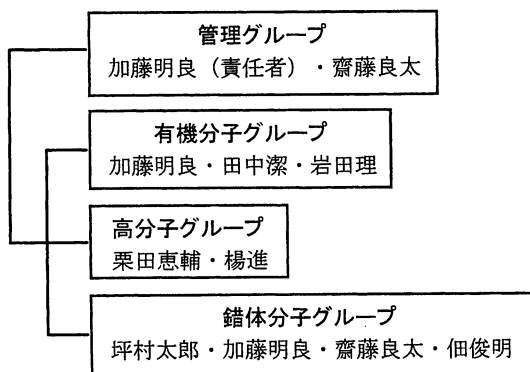
- ③ フーリエ変換・データ処理が高速で行えるワークステーションが設備されていること。
- ④ 液体室素自動供給装置が設備されており、

日々のメンテナンスが簡便であるだけでなく、余剰の液体窒素は、各研究室での実験に利用できること。

以上の性能比較により、機種選定の必要条件をすべて満たす装置である日本電子社製のJNM-LA400Dが最適であると判断した。

### 3. 研究装置の管理運営組織

本NMR装置の管理者は、使用経験豊富な加藤と齋藤助手が担当し、加藤が責任者となった。また、本NMR装置は、汎用性の高い装置であるので、この2名の他に下図に示したような3つの研究グループの教員・大学院生・学部学生が使用できるようにした。このように、複数の研究室が共同で使用するにより、各研究グループ当たりのランニングコストを軽減することもできた。



### 4. 研究概要

以下の研究課題に従って、3つのグループに分かれて研究活動を行っている。

**課題1 複素環を含む高機能性有機化合物の精密合成と構造解析:** (担当: 加藤・田中・岩田) 医薬品・農薬・色素・フォトクロミック材料・蛍光材料等の開発に関する研究を行っている。各種の新規化合物を精密合成し、その分子構造について $^1\text{H}$ ・ $^{13}\text{C}$ ・ $^{15}\text{N}$ ・ $^{19}\text{F}$ 等の多核NMRを用いて解析し、構造と機能の関係を評価する。

### 課題2 高機能性高分子の精密合成と構造解析:

(担当: 栗田・楊) キチンの機能化および高機能性高分子の開発に関する研究を行っている。カニやエビの甲羅から得られるキチンに種々の化学修飾を施し、構造と機能性の関係をNMRにより調べ高機能性材料としての可能性を探る。

### 課題3 高機能性錯体の精密合成と構造解析:

(担当: 加藤・坪村・齋藤・佃) 触媒・医薬品として注目されている金属錯体の機能開発に関する研究を行っている。新規な配位子を精密合成し、その構造を $^1\text{H}$ ・ $^{13}\text{C}$ NMRで解析する。さらに、金属錯体を合成し、 $^{31}\text{P}$ ・ $^{51}\text{V}$ ・ $^{195}\text{Pt}$ 等の多核NMRを利用した構造解析を行い、構造—活性相関を評価する。

### 5. おわりに

各グループでは、高分解能NMR装置を駆使し、数多くの研究成果をあげ、著名な学術雑誌に多くの論文を発表していることを付記したい。

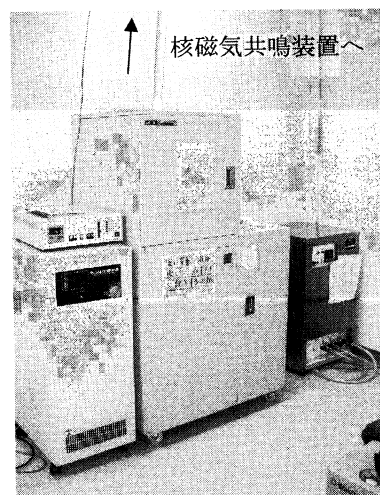


図2 液体窒素自動供給装置 JNM-NS100