

分子機能研究部門

西村 勝之（准教授）（2006 年 4 月 1 日着任）

横田 光代（事務支援員）

A-1) 専門領域：固体核磁気共鳴，構造生命科学

A-2) 研究課題：

- a) 有機分子の ^{13}C 信号帰属に資する新規固体 NMR 測定法の開発
- b) 新規 ^1H 同種核間磁気双極子相互作用デカップリング法の開発
- c) マジック角試料回転下での新規異種核間磁気双極子相互作用リカップリング法の開発
- d) 固体 NMR による有機分子材料の解析
- e) 独自固体 NMR プローブのための要素技術の開発

A-3) 研究活動の概略と主な成果

- a) 有機分子の ^{13}C 信号帰属に資する新規固体 NMR 測定法の開発を試みた。炭素核に化学結合した水素核数に応じて高度に ^{13}C 核を区別する新規スペクトル編集固体 NMR 測定法を 2 種類に関して理論的検討を完了した。
- b) 高分解能 ^1H スペクトルを得るための新規 ^1H 同種核間磁気双極子相互作用デカップリング法の開発を行った。考案した複数種の内、1 種について国際共同研究先の施設を用いてテスト測定まで行った。さらに、同手法に観測 window を追加した際の化学シフトのスケールリングファクター変化について、理論的な検討を行った
- c) マジック角試料回転下で ^1H -X（希薄核），および，X（希薄核）-Y（希薄核）異種核間磁気双極子相互作用をリカップリングしながら照射核の同種核間磁気双極子相互作用をデカップリングする新規法の開発を各々の場合に関して行った。理論的計算まで完了した。
- d) 分子科学研究所の瀬川泰知准教授のグループで独自に合成された有機分子の状態解析を固体 NMR を用いて行ってきた。 ^1H 核が少ないことから天然存在比同位体観測による構造同定は有効な手法が限られていたが、残留不純物の同定，および ^{13}C 核信号帰属を達成した。当該分子 2 種に関して信号帰属を完了し，学術論文として発表した。
- e) 現在使用している Bruker 社製分光器，および周辺機器と完全互換性を有する独自の固体 NMR プローブの開発を行ってきた。この目的の為，4mm 試料管を対象とした自作のスピニングモジュールを開発してきた。第 4 世代の同モジュールは，メーカー純正の最高回転周波数を大幅に超越する回転周波数を達成した。しかし，そのような回転周波数ではメーカー製ジルコニア試料管では強度不足であることが判明した。このため，市販品と互換であるが独自構造の試料管を窒化ケイ素を用いて製作することに成功した。Bruker 社製プローブに設置可能な互換型モジュールの第 5 世代版を開発した。エアータービン完成し，ベアリング部の最適化のみが残っている状態であり，モジュールとしては完成した。また，2.5mm 試料管用独自スピニングモジュールの開発も開始した。本モジュールもエアータービンは完成し，ベアリング部の最適化のみが残っている状態であり，モジュールとしては完成した。これらモジュールに最適化した独自の 600 MHz 固体 NMR プローブを開発している。

B-1) 学術論文

K. WATANABE, J. USUBA, Y. HIJIKATA, T. TOYA, Y. TOYOTA, Y. KOBAYASHI, R. MATSUDA, K. NISHIMURA, H. SUGIYAMA and Y. SEGAWA, “Synthesis of Fully Fused Tetrapyrazinoporphyrazine Polymers Bearing Three-Dimensional Structures Controlled by Steric Repulsion,” *Chem. Commun.* **61**, 2822–2825 (2025). DOI: 10.1039/d4cc06293k

B-8) 大学等での講義, 客員

総合研究大学院大学先端学術院, 講義「機能物性科学」, 2024年6月.

総合研究大学院大学先端学術院, 講義「機能生体分子科学」, 2025年1月–2月.

C) 研究活動の課題と展望

独自開発プローブのための要素開発として、最難関のスピンングモジュールの開発を行ってきたが、4mm 試料管用モジュールで市販品を超えた最高回転周波数を独自条件で達成できた。現状の設計で、同一試料管外径で世界最高速を達成している。同研究分野ではより高速回転可能な 1 mm 以下の外径の試料管用モジュール開発が最もホットな領域である。これまでの 4mm 試料管用モジュールの開発で得られた知見を用いて、bruker 社製試料管と互換性のある 2.5mm, 1.9mm, 1.3mm の回転モジュールの開発を予定している。

一方、固体NMR 測定では、これまで分光器のエア配管の鋭利な刃物による連日の切断などのセキュリティ問題があったため、監視カメラを設置しており、物理的な被害はその後確認されていない。しかし、測定では、パルスプログラムと異なる強度、位相でのパルス照射が観測され、制御ワークステーションの不可思議な挙動が観測されており、制御ワークステーションへのサイバー攻撃が強く示唆される状況にあるため、測定を停止していた。これらの問題に対処するため、2024年2月に中国へ渡航し、同国の University of Science and Technology of China の研究者と国際共同研究を開始した。しかし、2024年4月末頃国際共同研究代表者の他機関への転出が確定し、国際共同研究の継続が困難になった。2024年中に安全な測定が可能な国際共同研究先を検討したが、困難であることが判明した。

また、私のPC 使用時にもネットワーク、およびPC の不可思議なトラブルが多発し、ネットワーク管理室に連絡すると共に所長へも報告してきたが、多くの事象について問題解決には至らず、日々深刻化している。これらもワークステーション同様のサイバー攻撃が強く示唆されるが、所からの十分な対応は得られていない。以上の状況から、研究継続を実現するために来年度ではこのサイバー攻撃に用いられている無線電波を遮断するシールドボックス、およびシールドルームの導入を計画している。