

平成 25 年 5 月 31 日

超高磁場超高感度 NMR 装置利用による化合物のスクリーニング
利用成果報告書

公立大学法人横浜市立大学

機関名称	大塚アグリテクノ株式会社
部署名	研究開発部
代表者・印	木藤圭次郎 
所在地	徳島県鳴門市大麻町姫田字下久保 12-1
連絡先	TEL : 088-684-2282 FAX : 088-685-8185 E-mail keijiro-kitou@agritechno.jp
利用区分	() 成果非専有利用 (●) トライアルユース
研究題目 (利用課題名)	農薬不純物に対する LC-NMR 適用性の検討
研究目的及び内容 (課題の内容)	農薬の研究開発において、原体中に含有される不純物を含めた定性・定量分析は研究開発・品質管理いずれの面からも必須である。通常の手法においては、その不純物の構造解析は、膨大な量の試料の精製を経て得られた化合物に対して NMR 分析を始めとする各種分光学的手法を適用することで達成されるのであるが、その過程は多大な労力を要するものである。今回の利用において検討したい内容としては、それらの不純物の構造解析プロセスにおいて LC-NMR が適用可能かを判断するための基礎的知見を集積し、今後の弊社の企業活動における LC-NMR の有用性を検証したいと考えている。
利用した NMR	() 900MHz (●) 高感度フロー型クライオプローブ付 700MHz
研究 (利用) 期間	研究 (利用) 時期 : 平成 24 年 8 月 1 日 ~ 平成 25 年 3 月 31 日 研究 (利用) 期間 : 1 週 (総利用日数 日) ※ 当初計画から変更があった場合は、その理由を記入してください。

研究(利用)成果・実績の概要

今回、各種濃度に調整した農薬原体試料を作成し、そこに含まれる主成分に対して、 ^1H -NMR, ^{13}C -NMR, ^1H - ^1H COSY, HSQC, HMBCなどの低分子有機化合物の構造解析に不可欠なスペクトルの取得を進めた。

結果、 ^1H -NMR については、低濃度でも迅速に良好なスペクトルの取得が行えたのに対して、 ^{13}C -NMR については、かなりの高濃度でないと、積算回数を増やしても、十分な S/N 比を有するスペクトルの取得は困難であった。また、その他の 2D-NMR については、溶媒由来ピークの影響が、1D-NMR と比較して大きいため、実際の分析を進める際には、化合物由来シグナルと溶媒由来シグナルが重複しないよう、使用する溶媒種の検討が必須であると考えられる。また、効率的にデータ収集を進めるにおいては、分析対象化合物とその他夾雑成分との分離条件を精査することが事前に必要であると考えられる。

以上の結果より、本研究において目的とする不純物分析を達成するためには、LC 条件を含む各種条件検討に必要十分な量の試料の確保が第一に必要である。これをクリアーできる場合は、通常汎用されている LC-MS/MS 分析等によって導かれる微量成分構造解析よりも、LC-NMR 分析のほうが高い精度で構造情報が取得できる有用な分析法であると考えられる。

社会・経済への波及効果の見通し ※ 利用成果に基づくイノベーション創出性などについて記入してください。 また、「トライアルユース」については、利用成果に係る分野の発展性や新分野開拓の可能性などを記入してください。	農薬の不純物分析や植物体内をはじめとする代謝物分析においては、分析対象化合物の構造解析は必須のステップである。しかしながら、通常の手法においては、その不純物の構造解析は、膨大な量の試料の精製を経て得られた化合物に対して NMR 分析を始めとする各種分光学的手法を適用することで達成されるのであるが、その過程は多大な労力を要するものである。今回、利用した LC-NMR については、LC-MS/MS 分析よりは試料の量を必要とするものの、高精度な化合物の構造解析データの取得が可能である。このことから、これらの分析機器を有効に活用することで、研究開発の大幅な効率化が見込まれる。
公開延期の希望の有無 ※ 特許取得等の理由により公開の延期を希望する場合は、必ず事前に御相談ください。	() 有 (●) 無 ※ 「有」の場合、その理由を記入してください。
利用満足度（複数選択不可）	() 大いに満足 (●) ほぼ満足 () やや不満 () 大いに不満 ※ ユーザーサポート等で必要と考えられることがあれば記入してください。

施設利用に係る感想・改善等	NMR 装置の保守状況については、十分なコンディションであったが、HPLC 側についても、今以上のメンテナンス状況であれば尚使い勝手が良いと感じられた。
「文部科学省の共用ナビ」に対する感想・改善等	非常に高価な分析機器を、安価（今回はトライアルユースなので無償）に、かつ技術サポートを含めた形で利用できるのは、研究開発の効率化という面で非常に有用であり、またそのような機器に接することができるのは研究者としてのモチベーションの向上に繋がると感じた。
今後の利用希望等	私の関わっている農薬の研究開発は、登録取得が到達点であり、それまでに長いスパンの積み立てや様々な方面での基礎的知見の集積が必要である。今回の利用機器についても、それが役立つ局面が継続的にあるわけではないので、タイミングが合致する際に是非とも活用したい。
その他（上記項目以外での御意見等）	

※ 本報告書については、印刷または必要な編集・加工を行った上で公開します。

※ 別途開催予定の利用成果報告会やシンポジウム等で、本報告書の内容についての資料作成や発表をお願いする場合があります。