

2009年5月

第4号

固体NMRの開発者、技術者、利用者、指導者、修行者の集い

固体NMR・材料フォーラム通信

目次

- 研究室紹介 **野田 泰斗 (東北大・工)**
- 「その時」NMRが役立った(2) **移植臓器の評価**
- 事務局から

研究室紹介

野田 泰斗 (東北大・工)

こんにちは。東北大学工学部でポスドクをしている野田と申します。本年度でポスドク生活は3年目を迎え、入学以来10年間を東北大学工学部で過ごしてきました。これを機に、これまでの工学部での生活を振り返りつつ現在所属している研究室の紹介をしたいと思います。

東北大学

東北大学は仙台駅の西側に位置する5つのキャンパスから成り立っています。街中にあり金属材料研究所を擁する片平キャンパス、医学部と歯学部からなる星陵キャンパス、農学部の雨宮キャンパス、文系学部の川内キャンパス、そして工学部や理学部、薬学部のある青葉山キャンパスです。

この青葉山キャンパスは他のキャンパスとは違い山の上にあります。そのため、年に1回は「熊に注意」というアナウンスがあったり、仙台市街では雪が降ってなくても特異的に降っていたり、大学生協以外の店は数年前にやっとできたコンビニ1軒だけだったりします。唯一店らしい店といえる生協の学食のレベルは国立大の中では高い部類（らしい）です。雪で稀に帰れなかったり、生命線である学食が本年度から値上げされたりしましたが、豊かな自然に囲まれて研究ができるというすばらしい環境です。現在、地下鉄東西線の工事と雨宮キャンパスと片平キャンパスの一部の移転工事が行われています。

青葉山キャンパスの半分程度を占めるのが工学部です。大きく5つの学科（機械知能・航空工学科、情報知能システム総合学科、化学・バイオ工学科、材料科学総合学科、建築・社会環境工学科）からなり、更に各学科に設けられたコースに細分化されています。学生時代は情報知能システム総合学科の応用物理コースで過ごしました。

現在所属している研究室である先端材料解析学研究室（通称「先端研」）は、材料科学総合学科の金属フロンティア工学コースにあります。（次頁に続く）



図1 大橋から見た東北大学青葉山キャンパス。赤丸が青葉山キャンパス。山の上です。自然がいっぱいです。熊が出ます。



図2 青葉城址入り口。写真は4月上旬にやっと咲いた桜です。



図3 川内キャンパス正門。青葉山キャンパスに行く途中にあります。

固体NMR・材料フォーラム通信



図4 青葉山キャンパス入り口。この上にキャンパスがあります。



図5 登っている途中から見た川内キャンパスと仙台市街。けっこう登りましたが、青葉山キャンパスはまだこの先です。



図6 直進すると理学部、左に折れると工学部です。



図7 もう少しで工学部です。



図8 工学部です。この2kmに渡る直線道路の両脇に各学科が立ち並びます。



図9 材料科学総合学科です。先端材料解析学研究室は4階の裏にあります。

NMRとの出会い

応用物理コースは、所属するまで知りませんでした。演習が毎週2回、学生実験がやはり週2回あり、それが4年生の前期までであるという学生にとってきついコースの1つでした。今から振り返ってみると、この学生実験は真空装置を分解して組み立て直したり、熱電対の校正をしたり、電気回路を組んだりと基本的なことを広く取り扱った非常に貴重な講義でした。その学生実験で初めてパルスNMRに触れました。装置は電磁石とクロスコイルを組み合わせたもので、硫酸銅水溶液中のプロトンからの信号をオシロスコープの画面で観測し、また反転回復法とスピンエコーで縦・横緩和時間を測定し濃度による縦緩和時間の違いなどを考察したレポートを提出する、というものでした。最初は観測しているものが巨大磁化であることに気がつかずスピンの倒れるという説明や、格子と相互作用という参考書の説明に混乱していたりしたものです。このとき研究室配属をひかえた学部3年生で、まさか将来NMRに取り組むとは夢にも思っていなかった。応用物理コースにはNMRを専門に扱っている研究室が無いので尚更でした。

NMRとの再会

学部4年生から学際科学国際高等研究センター（学際センター）という研究所にあった、粕谷厚生先生の率いる研究室に所属し、構成原子数の揃った化合物半導体ナノ粒子の作製と評価というテーマで研究をしてきました。簡単に研究を紹介いたしますと、直径が2nm程度以上のナノ粒子の物性は粒径などのパラメータで予想できることが多いことがわかってきています。例えば、半導体ナノ粒子ですと大きさを変えるだけで発光色を変えることができます。これに対して直径が1nm台以下になると表面を構成する原子数が内部を構成する原子数を上回るようになり、バルクとは本質的に異なる構造や特異な物性が発現し、構成原子数が一つ変わるだけで顕著な変化を示すことが真空中の孤立ナノ粒子などの研究から判明しつつあります。原子数を揃えてナノ粒子を大量に作製し解析できれば、このような新規な機能性を有する材料として応用が期待できます。

学部と修士では化合物半導体ナノ粒子の大量合成と光学的評価を行ってきました。作製したナノ粒子は凝集を防ぐために界面活性剤で覆われています。大きさが1nm台と非常に小さいため回折現象を用いた構造解

（次頁に続く）

析は非常に難しいです。ラマン分光や赤外分光では界面活性剤の信号が強く出てしまい解析は困難でした。どうしようかと思案していたときにNMRに思い至りました。複雑な蛋白質の構造解析に使われているのなら、より簡単な構造であろうと予想されるナノ粒子の構造も分かるのではなかろうかという極めて単純な発想でした。

学際センターは様々な分野の研究者が活動している研究所で、現在所属している研究室のボスである前川英己先生も研究していました。構造解析の相談を持ちかけたところ、面白そうだということで共同研究が始まりました。NMRを用いた研究でドクターを取得後、その縁で現在ポスドクとして雇っていただいています。

先端材料解析学研究室

研究室は2006年4月に設立されたばかりの若い研究室です。前川英己准教授を中心に環境・エネルギー材料と解析装置・手法の開発をしています。構成メンバーは、准教授、秘書、技術職員、ポスドク、修士2年生と1年生、学部4年生が3人の合計9人と少ないですが、アットホームで小回りのきく研究室です (<http://chem.material.tohoku.ac.jp/>)。

先端研で行われている研究内容は、リチウムイオン二次電池の固体電解質と電極材料、NMR高度材料解析のための装置開発（京都大学竹腰先生、武田先生との共同研究）、燃料電池への応用を目指したイオン伝導体、NMR法による無機ガラス材料・鉄鋼プロセス材料評価、そして発光材料としての半導体ナノ粒子があり、NIMSの930MHz NMRも利用させていただいています。最近は特に爆発したり燃えたりすることのない安全な全固体リチウムイオン二次電池と固体酸化物燃料電池に力を入れています。

使用しているNMR分光器はJEOL社製ECA 600とChemagnetics社製CMX Infinity 300です。これらのマグネットに加え、CMXでは水素加圧雰囲気中で300°Cまで昇温可能なプローブや、前川先生お手製の1500°C程度まで昇温可能なプローブ、京大の武田先生が開発されたMicrocoilMASプローブ、拡散プローブといったプローブがあり、ECAでは低ガンマ比である⁸⁹Y専用の特殊なプローブもあります。（次頁に続く）



図10 先端研のメンバー集合写真。中列2番目が野田。前列左が前川先生。前列中央が技術職員の安東さん。



図11 ここからは先端研内部にある実験装置の一部を紹介します。写真はグローブボックスです。リチウムイオン二次電池の開発には必須です。



図12 種々の電気炉。下にはボールミルも見えます。



図13 吸光・発光分光計です。半導体ナノ粒子の研究では重宝しています。



図14 300MHz超伝導マグネットとCMX Infinity 300。奥には液体窒素製造機と自動供給機が見えます。



図15 600MHz超伝導マグネットとプローブ置き場。

固体NMR・材料フォーラム通信

この研究室に来るまでNMRについてはほとんど何も知らず、イオン伝導体の測定を通して固体NMRにより物質の局所的な構造のみならず原子の運動性といった動的な情報も得られることが分かりました。また、材料開発が実際にどのようなことに注意して行われているか体験できたのは、応用物理学科で基礎的な研究に従事していた身としては新鮮でした。最近は装置開発にも興味が向き始め、NMRを通して様々なことを学んでいます。

終わりに

ここまでお読みいただきありがとうございました。学会などでお会いできる日をお待ちしております。



図16 研究室のみんなにサプライズでやっていただいた野田の誕生会にて。

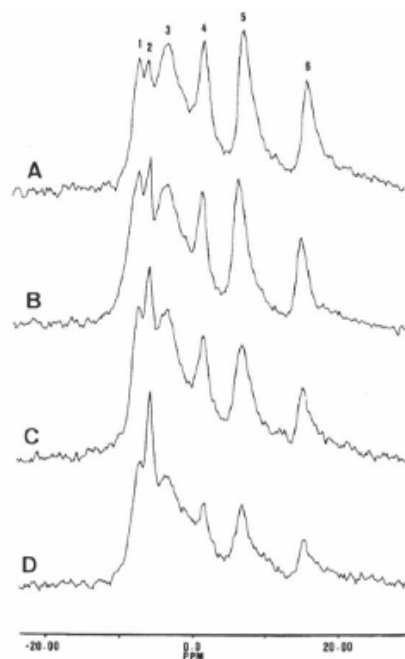
「その時」NMRが役立った(2) 移植臓器の評価

臓器移植手術後の臓器が機能不全に陥る主因として、臓器の保存中または手術中における温虚血障害（WID）がある。WIDに一旦陥った臓器が生体移植後に正常な状態まで回復できるかどうかの決め手は、移植臓器細胞におけるアデノシン三リン酸（ATP）の再合成能力によって評価できる。その再合成能力はATPと無機リン酸の細胞内比率を計測することによって評価できるが、それには臓器に含まれるリンの状態を直接計測できる ^{31}P -NMRが最適だった。

^{31}P -NMRは感度が良く迅速に測定が可能であり、非破壊的であること、ATPと無機リン酸が容易に判別・定量可能であることなど様々な利点を同時に有した理想的な評価方法だった。これにより、手術前の臓器の保管条件（温度、酸素濃度、各種イオン濃度など）を詳細に検討することが初めて可能になり、今日の臓器移植の高い成功率をもたらした。図より、45分間WIDを経験した肝臓（スペクトルD）では無機リン酸に対するATPの比率が回復しておらず、ATPの再合成力が既に大幅に失われていることが分かる。

図 ラット肝臓の ^{31}P -NMRスペクトル 2の信号が無機リン酸、4,5,6の信号がATPとADP由来

- A:コントロール、臓器摘出前(生体中の肝臓)
 - B:摘出後直ぐに体外で人工的に血流を復活させ1時間後に測定
 - C:摘出後25分間WID状態にし、Bと同じく血流を1時間復活させてから測定
 - D:摘出後45分間WID状態にし、Bと同じく血流を1時間復活させてから測定
- (出典)Gizo Nakagawa, Jpn J Surg (1995) 25: 711-716



事務局から

去る第44回／9回固体NMR・材料フォーラムの報告集の改訂版発行に際しては、皆様大変ご迷惑をおかけしました。皆様のご理解とご協力を賜り深く感謝いたします。

なお、第45回からは／による数字の2重表記を改め、単に第45回と表記することとなりました。

固体NMR・材料フォーラム通信 第4号

発行部数 160部 無料

発行日 2009年5月11日

発行 固体NMR・材料フォーラム

編集長 清水禎

電子メール SHIMIZU.Tadashi@nims.go.jp

FAX 029-863-5571