

SDBS-NMR ～信頼性の高いデータ構築への取り組み～

産業技術総合研究所 計測標準研究部門

○鍋島真美、山路俊樹、衣笠晋一、齋藤剛

SDBS-NMR Our activities on a high reliable data-construction

National Metrology Institute of Japan (NMIJ), AIST

Mami Nabeshima, Toshiki Yamaji, Shinichi Kinugasa, Takeshi Saito

We have been constructing a highly reliable NMR database of SDBS (Spectral Database for Organic Compounds, SDBS-NMR) open freely through AIST's web site. SDBS-NMR has following characteristics. We accumulate high quality NMR spectra, which are measured and evaluated by ourselves. Chemical structures for the spectra with their chemical shift assignments are also provided. We analyze DEPT, HMBC and other spectra for supporting accurate NMR assignments. We also take into account concentration of the solutions for keeping the best NMR measurement conditions. The number of accesses to SDBS-NMR is more than a half of all SDBS accesses, which exceeds a hundred thousand accesses a day.

【はじめに】

SDBS(有機化合物のスペクトルデータベース)は、産総研が Web を通して無料公開している、一つの化合物に対し 6 種類(MS、 ^1H NMR、 ^{13}C NMR、IR、Raman および ESR)のスペクトルを有するスペクトルデータベースである(SDBS-Web)。SDBS-Web は、2007 年度1日平均 10 万件以上のアクセスがあり、アクセス数は年々増加の傾向にある。SDBS-NMR は、この中の NMR のスペクトルデータベースである。多岐にわたる種類の有機化合物の ^1H NMR、 ^{13}C NMR の溶液NMRスペクトルを集積し、それらのスペクトル画像・ピーク及びシフトリスト・帰属情報を付与した構造式画像を公開している。

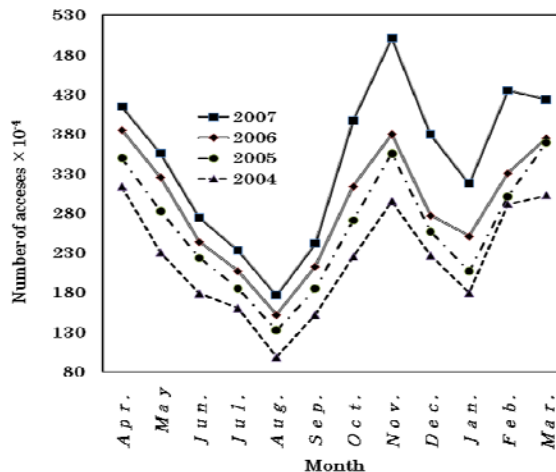


Figure1. Monthly accumulated accesses for SDBS-Web during the last four years.

キーワード: SDBS 溶液 NMR データベース構築 信頼性 Web

なべしま まみ、やまじ としき、きぬがさ しんいち、さいとう たけし

【SDBS-NMR の特徴】

ここに収録した一つ一つの NMR スペクトルの特徴は、

- ・ 正確な化学シフトと定量性を確保している点
- ・ 独自に測定した高分解能なデータから構築している点
- ・ 得られた測定データを精査選定している点
- ・ 構造式に帰属を付与している点

である。Web に公開する為のスペクトルは、化合物ごとに最適な調製を行った溶液で測定している。代表的な測定条件は表 1 に示した。この条件下では、磁場のシム条件がスペクトルの分解能に大きな影響を与えるので、良好な測定条件での測定を行っていることを常に確認している。公開する為のスペクトルは、以下の条件を満たすことを最低限の原則としている。すなわち ^1H NMR の TMS ピークが、窓関数無しでプロセスして半値幅 0.5 Hz 以下であり、かつ TMS の ^{29}Si サテライトのピーク高さの位置でピーク幅が 3 Hz 以下であることである。

Table 1. Typical conditions on SDBS-NMR measurements.

	^1H NMR	^{13}C NMR
Spectral Width	4000 Hz	20 253 Hz
Acquisition Time	16.38 s	3.23 s
Relaxation Delay	13.72 s	2.75 s
Scan Times	32	1000

【SDBS-NMR の取組み】

SDBS-NMR では、常に信頼性の高いスペクトルを公開するために、以下の点を配慮した作業を行っている。

- ①化学シフトの基準を TMS としている(重水溶媒の場合は TSP を TMS に換算)、
- ②測定温度を一定(30°C)にしている、
- ③必要に応じて表 1 で示した観測幅を広げる、
- ④調製濃度をなるべく一定にしている。

これらに加え、特に ^{13}C NMR では必要に応じて、積算回数を増したり、遅延時間を長くしたりすることで、感度の良くない信号もしっかりとピークとして認識ができるようにしている。

さらに Web には公開しないが、DEPT・HMQC・HMBC 等の測定及び解析を行い、帰属の正確さを確保している。以上のような、厳密な条件下で、調製・測定・解析を行い、スペクトルの精度と正確な帰属を維持し、その結果としての高い信頼性を得ている。

【終わりに】

上に述べたような、日々の努力の積み重ねが、SDBS-Web 全体のアクセスのうち半数以上に上る NMR を支えている。溶液 NMR スペクトルの利便性・有用性は周知のことである。それがさらに多くのユーザーから信頼支持され活用されるために、高品質のスペクトルを集積したデータベース構築を継続しなければならない。ユーザーの声に耳を傾けることで即応性を備え、時代のニーズを常に感じとりながら、世界に正確で適格な化合物スペクトル情報の発信が行えるよう、発展させていく計画である。