

## ハイスループット核磁気共鳴装置の紹介 (2009 年度購入)

物質生命理工学科 応用錯体化学研究室 坪村太郎

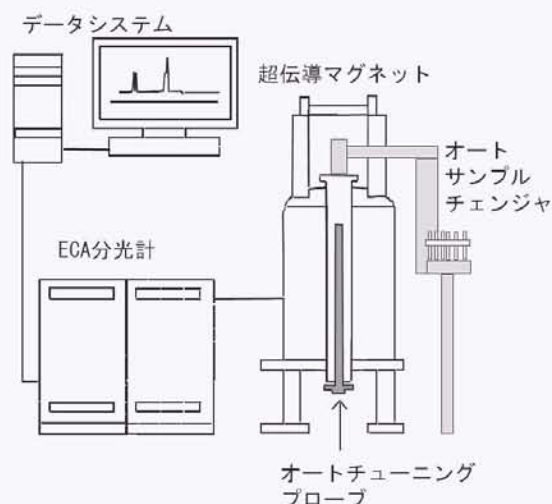
### 1. はじめに

核磁気共鳴装置(以下、NMRと略す)は、化合物中の水素や炭素などの原子核の状態を観測する装置であり、無機・有機・高分子化合物の構造を決定する上で最も強力な装置である。構造を直接「見る」ことのできない化合物を取り扱う化学領域の研究にとって、NMRは必須の汎用機器となっている。また、この半世紀の合成化学や天然物化学の目覚ましい発展は、NMR技術の進歩によって支えられてきたと言っても過言ではない。本学では、平成8年度に導入されたNMR装置がきわめて高頻度で利用されてきたが、装置の老朽化が進み維持や安全管理の面で装置の更新を強く望まれていた。また、ここ10年でNMRに使用される超伝導磁石の高性能化やデータ処理の高速化が進んだことに伴い、新たな測定手段が次々と開発され、生命科学分野へも応用範囲が急速に広がってきた。今回最新の高性能NMR装置が導入されたことで、物質生命理工学科におけるライフサイエンス分野の研究環境が格段に強化されることになった。

### 2. 本装置の原理

試料が強い磁場中に置かれると、試料中の原子核(水素、炭素など)のエネルギーが分裂し、ここに電波(水素の場合 500MHz)を照射すると一旦原子核により電波が吸収され、再度試料から放出される。この放出された電波を検知し、コンピュータ処理を行うことによって、NMRスペクトルと呼ばれるグラフを得ることができる。同じ水素原子でも化合物中のどの部分にある水素かによって、吸収あるいは放出される電波の周波数が微妙に異なることを利用し、構造解析を行う。様々な種類の測定法が開発されており、化合物の構造や、変化に関して多くの情報を得ることができる。なお、診断に用いられるMRIも基本原理は類似している。

### 3. 本装置の構成と仕様



本装置は、日本電子株式会社製のECA-500型分光計及びその周辺装置からなる。中心部分は11.7 Tの超伝導磁石であり、液体ヘリウムによって冷却された状態を保っている。以前の装置よりも強い磁場を有するものであるが、装置の外側への漏洩磁場はむしろかなり弱くなっており、安全性の高い装置である。ただ、この磁石は非常に大型のものであり、上部から試料導入を行う際の危険性を減ずる意味でもオートサンプルチェンジャ(16本)が付属しており、危険性の低減と自動連続測定への対応が図られている(図1)。

プローブはオートチューニングが可能なので、以前にも増して多核種の測定が容易になっている。また、低温(-100℃)から高温までの温度可変装置も付属しており、反応速度等の解析も可能である。

NMR測定で分解能の良いデータが得られるかどうかは、均一な磁場が試料に当てられるかどうかにかかっているが、本装置は磁場勾配SHIMとよばれる仕組みが備わっており、磁場強度が強くなっていることも合わせて以前の装置に比べると格段に高分解能のスペクトルを得ることができる。実際に本装置で測定した結果は満足すべきものである。

ECA分光計内には、分光計を制御するサーバが内蔵さ

れ、測定者はLANで接続されたデータシステムの高性能PCにあるソフトウェアによって、測定を開始し、また得られたデータの解析を行うようになっている。(図2)



図1 超伝導マグネットとオートサンプルチェンジャ

#### 4. 本装置の運用と現状

すでに導入時から一年以上が経過したが、震災時を含めて大きなトラブルもなく、非常に多くの大学院生や卒業生に毎日利用されている。通常の測定であれば、試料のセットから測定終了まで 20 分以内に完了する。NMR装置は登場以来数十年を経過して熟成期を迎え、経年劣化が見られるようになるまではほとんどトラブルなしに運用されることが期待されている。本装置を使用するには、年度初めに行う教員による講習会と試験に合格した上で、各研究室での実地教育を経て一人で利用できる許可を与えるというシステムを採用している。

NMR装置は、測定時のみならず、得られたデータの解析にも時間がかかるが、各研究室でデータ解析を行うケースも多く、それによって時間的にも機器のさらなる有効利用が図られている。



図2 分光計本体とデータシステム

#### 5. おわりに ー今後の展望ー

この装置は化合物を扱っている研究室なら、どの研究室でも有用なきわめて汎用性の高い装置である。すでに新規化合物の同定や、構造解析に本装置を用いた研究の成果はいくつか論文発表されているが、今後も多くの成果が出されることが期待される。

本装置は、最近開発された多くの二次元NMR測定に対応しており、例えば混合物を分離することなくそのまま測定し分離したスペクトルが得られるDOSY法や、三次元以上の多次元測定なども可能である。現在は比較的ポピュラーな測定法のみで測定が行われているが、今後そういった最新の手法を駆使することによって、以前は不可能であった生体高分子などの構造解析も可能なはずであり、そのような分野での利用を期待したい。液体ヘリウムを含め相当な維持費がかかる装置ではあるが、なんとか長期にわたって良いコンディションを維持できるようにしたい。

化学系の学生にとって最新のNMR分析法に触れ、その操作技術や解析法を習得することは、ものづくりのできる人材を社会に輩出する上で極めて教育効果が高いとも考えている。