

＜新機種紹介＞

フーリエ変換核磁気共鳴装置 FX-90Q

分析センター 佐藤 勝

核磁気共鳴(NMR)は、それが化学の分野で利用されるようになってからすでに約35年を経ているが、それから得られる情報の豊富さとその多様性のために、その分析手段としての重要性はますます高くなっている。NMRはその誕生以来、その測定装置と応用方法は年々進歩しており、有機化学はもとより、高分子化学、天然物化学、石油化学、発酵化学、薬学、生物化学など、化学のあらゆる分野において利用されている。特にフーリエ変換核磁気共鳴法(FTNMR)の出現により、その検出感度は飛躍的に向上した。

その結果、いままで測定が不可能であった極微量の ^1H -NMRが容易に測定できるようになった。それ以上に重要なことは、自然存在比が小さいため、これまでは測定不能であった核種の測定が可能になったことである。特に、有機化合物の骨核を構成する炭素原子(^{13}C :自然存在比1.1%)から得られる種々の情報の価値は極めて高い。この他、今までの装置でも測定可能であった ^{19}F や ^{31}P などの測定は勿論のこと、 ^{15}N 、 D 、 ^{29}Si 、 ^{195}Pt 、…など多種の元素の測定が可能である。また、パルスコントロールすることにより、様々なパルスモードでの測定が可能になり、各種のデカップリングができるため、NMRスペクトルから得られる情報は倍加した。最近では、二次元NMRスペクトルの手法も一般に行なわれるようになり、複雑な化合物のスペクトルの同定も一層容易になってきている。

このようにNMR装置の分析手段としての地位は極めて高い。分析センターでは、今までのバリアンA-60Dの老朽化にともない、前年度に日本電子PMX-60siを購入したが、今回、理学部化学科の御好意により、昭和56年度概算要求で購入

された日本電子製FTNMR FX-90Qが、分析センターの新建屋竣工を機に、分析センターに移管された。このFTNMRはすでに関連学科間で共同利用されてきた装置ではあるが、これを機会にますます多方面で利用されることを願ってやまない。私見になるが、本装置を使っていままで行なった測定経験によれば、約5割の試料があれば ^1H -NMRばかりでなく ^{13}C -NMRも完全デカップリングスペクトルが得られる。このことは、これまでの実験のスケールを約1/5にすることを可能にし、これまでは十分な試料量が得られないためにできなかった実験を可能にすることになることを意味しており、その合成化学上の価値は極めて高いと思う。

FX-90Qの仕様をメーカーのカatalogより転載しておく。なお、この装置に付属するオプションは以下の通りであり、各種の測定ができるように装備されている。

- 多核種観測エクステンションキット(チューナブルモジュール)
- C/Hデュアル観測エクステンションキット(C/Hデュアルモジュール)
- 各種インサート
 - 5%管用C/Hデュアルインサート
 - 5%管用 ^1H インサート
 - 10%管用C/Hデュアルインサート
 - 10%管用チューナブルインサート
 - 低周波領域観測用インサート
- 温度可変装置(+180 ~ -102℃)
- 拡張メモリ(現在32K)
- D外部ロックユニット(今年度装着予定)
- FG/BGシステム

仕 様

	C/Hデュアル観測システム	多核種観測システム
基準磁場	21100 Gauss	
分解能	$^{13}\text{C} \leq 0.3 \text{ Hz}$ (10mm試料管) $^1\text{H} \leq 0.2 \text{ Hz}$ (5mm試料管)	
測定核種	^{13}C および ^1H	6.5 MHz ~ 36.2 MHz の間で共鳴する全ての核および84 MHz ~ 90 MHz において, ^{19}F , ^1H 核。
観測周波数	^1H 89.55 MHz ~ 89.65 MHz ^{13}C 22.50 MHz ~ 22.60 MHz	6.5 MHz ~ 36.2 MHz および 84 MHz ~ 90 MHz
感 度	10mm ϕ デュアルインサート ^{13}C 160:1 (90%エチルベンゼン) 5mm ϕ デュアルインサート (オプション) ^{13}C 40:1 (90%エチルベンゼン) マイクロデュアルインサート (オプション) ^{13}C 16:1 (50%ベンゼン) ^1H 60:1 (5%エチルベンゼン) 5mm ϕ ^1H インサート (オプション) ^1H 75:1 (1%エチルベンゼン)	10mm ϕ チューナブルインサート ^{13}C 145:1 (90%エチルベンゼン) ^{31}P 70:1 (10%リン酸トリメチル) ^{17}O 25:1 (25%重水) 5mm ϕ チューナブルインサート (オプション) ^{13}C 35:1 (90%エチルベンゼン)
安定度	0.1 Hz / 1 hr (^{13}C 観測時 ^2D Int. Lock) 0.8 Hz / 12hr (^{13}C 観測時 ^2D Int. Lock)	
温度可変範囲	- 100 °C ~ + 180 °C	
NMR Lock	^2D Int. Lock	^2D Int. Lock ^2D Ext. Lock (オプション) Li Ext. Lock (オプション)
照射周波数	^1H に対して 89.55 ~ 89.65 MHz 0.1 Hz ステップにて設定	
ヘテロ照射パワー	$\frac{\gamma \text{Hz}}{2\pi} \geq 5 \text{ KHz}$	$\frac{\gamma \text{Hz}}{2\pi} \geq 4 \text{ KHz}$
ヘテロスピ デカップラ	$^{13}\text{C} - \{ ^1\text{H} \}$ 広域ノイズ, CWおよびゲーティッドデカップリング	
プロトンホモスピ デカップラ	タイムシェアリング方式 ゲーティッドデカップリング	
パルスシーケンス	コンピュータコントロール方式 単一パルス, $180^\circ - t - 90^\circ$; $90^\circ - t - 90^\circ$ 複合パルス ホモスポイルユニット 1 msec, 0.6 gauss 90°パルス巾: $^{13}\text{C} \leq 40 \mu\text{sec}$ (10mm ϕ インサート)	
FA100 データシステム	コンピュータ JEC-980B 内蔵 メモリ容量: 16K語, 最大65K語まで本体内存可 ADコンバータ: 12ビット, 2チャンネル DAコンバータ: 12ビット, 2チャンネル	
記録計	X-Yレコーダ	
記録紙	445 × 285 mm 標準チャート	