

＜新機種紹介＞

超伝導フーリエ変換型核磁気共鳴装置

SCFT-NMR BRUKER AM400

分析センター 佐藤 勝

核磁気共鳴 (NMR) 装置が、有機化学を始めとする多くの化学の分野で圧倒的に重要な役割を演じていることは、今さら言うまでもないところである。最近のNMR技術の進歩は眼を見張るものがあり、特に超伝導磁石を用いたNMR装置におけるスペクトルの改質についてはすばらしいものがある。特に、パルスを自在に駆使した2D-NMRから得られる情報は、有機化合物その他の構造解析に革命をもたらしたといっても過言ではないだろう。微量しか採取できず、分子量も大きく、しかも複雑な構造を有することが普通である有機天然物や生体生理活性物質の構造解析には、欠くことのできない手段となっている。超伝導NMRの特徴とその応用については、CACS FORUM No.5に、既に戸井田良晴氏の詳しい総説があるので参照して欲しい。

昭和52年度の概算要求(特別設備)予算によって、当分析センターにも400MHz SCFT-NMR装置、BRUKER AM400が設置された。当分析センターには、昭和56年に90MHz FT-NMR装置、FX-90Qが設置され稼働し、多くの教職員・学生の教育、研究に役立ってきたが、すでに7年を経過し、その間のNMR技術の進歩を考えれば、NMR情報における量及び質の面で、本大学は劣勢を強いられていたと言わざるを得ない。その点でも、今回のAM400の設置は有機化学を始め、NMR装置を使う分野の教職員にとっては、暫し待ち望まれたものであったと思われる。AM400装置の優れた性能を紹介するために、仕様に載っている数字をいちいち挙げてみても、そのすばらしい効能を理解してはもらえないのではないかとと思われる。それよりも、実際に同じサンプルをFX-90QとAM400で測定し

てみて、そのスペクトルに於ける質の違いを実感されることをお奨めしたい。すでに多くの教職員の方が実際に測定を行っているので、十分にお解りいただけるのではないと思われる。

これまで測定してきた短かい経験から本装置の特色をいくつか挙げてみたい。オートロック、オートシム、オートRG調整、オート位相補正などは、測定の操作性を高めると同時にスペクトルの質の向上にも結び付いている。実際に、サンプルによっては、手動である程度のところまでシムを調整しておき、その後でオートシムを働かせ磁場調整を十分行わせた後測定したほうが、手動だけで行ったときよりずっと良いスペクトルが得られた。サンプルの量は当然少なくてもよく、 ^1H スペクトルの測定には2mgもあれば十分で、2D H, H-COSYスペクトルも短時間で測定できる。 ^{13}C スペクトルの測定も10mgもあれば200回程度の積算で十分S/N比のよいスペクトルが得られ、終夜測定を行えば2D C, H-COSYスペクトルも得ることができる。そのほか、各種のデカップリング測定や2Dスペクトル測定の自動測定プログラムが用意されているし、必要なら自分でパルスプログラムを組んで測定することもできるという。操作法を熟知するようになれば、より少ないサンプルで、より精緻な測定が可能になるだろう。

当センターのAM400における特徴を2つ挙げておきたい。その1つは、キーボードからコマンドを入力するだけで、 ^1H , ^{13}C , ^{31}P , 及び ^{19}F 核の測定が自動切り替えできる4核プローブを備えていることである(^{19}F 核については多少マニュアル操作が必要)。 ^1H と ^{13}C の自動切り替えは、通常どのAM400にも設置されているが、 ^{31}P と ^{19}F につ

いても行える装置は少ない。実際、 ^{31}P の測定は驚くほど簡単に、しかも感度良く行える。プローブ交換はかなり面倒な操作であるので、この4核プローブの設置のメリットは大きいと思われる。もう一つの特徴は、FX-90Qのときと同じように、NMR測定にかかる全ての核が測定できるように、

低周波領域測定用プローブも備えてあることである。これからは、どのように研究が進展しく行くか解らない時代であるので、研究の幅を広げる上で役に立つ装備になるだろう。

最後に、参考例としてコレステロールアセテートの2D H, H-COSYスペクトルを載せておく。

