

《新機種紹介》

超伝導フーリエ変換型核磁気共鳴装置

Bruker ARX 400

分析センター 佐藤 勝

核磁気共鳴(NMR)スペクトルが有機化合物をはじめとして、有機金属化合物や無機化合物さらには生体物質の構造決定に欠かすことのできない手段であることは、周知の事実である。そのため、当分析センターにはこれまで日本電子のFX90QとBruker製AM400が設置されていたが、その稼働状況は常時満杯であり、予約をとるのに苦労する状況が続いていて、早急に新しい装置の増設が望まれていた。この度、センターから出されていた要求が平成4年度の補正予算で認められ、新たにBruker製AC200とARX400およびCP/MAS装置が導入された。その概要を、使用感想と共に記してみたい。

AC200は、AM400と全くおなじコマンドで操作することができる装置で、磁場が200MHzであることと予算の関係で ^1H と ^{13}C 核の測定しかできないことを除けば、H、H-およびC、H-COSYスペクトルをはじめとする各種2D測定も可能であり、化学反応における中間体の同定には十分な性能を持っている。磁場の安定性、感度および分解能は、使用してみた限りでは問題なく優秀であり、目的とした用途には充分役立つと思われる。この装置は講習を受けた大学修士課程の院生に解放しているが、現在でもすでに予約をとるのに苦労する状況である。

ARX400は、AM400の後継機として開発されたBrukerの最新鋭機であり、様々な特徴を供えている。カタログから主な特徴を抜粋すると下記の通りである。(1)高分解能モニター、キーボード、マウス、AMOSパネル等をテーブル上に使いやすいように配置し、RFおよびデジタルエレクトロニクスは別のキャビネットに収められた。(2)スペクトロメータの制御は、ケーブルやプラグイン

等の差し替えなしにすべてキーボードとAMOSパネルにて行うことができる。すなわち、通常測定、インバース測定モード設定、自動分解能調整、ロック、プリアンプ、ゲイン選択、全出力範囲に渡ってのRFアンプデジタルコントロール等がキーボードとAMOSパネルから行うことができる。(3)広帯域化されたトランスミッタデザインにより ^{19}F 、 ^3H までも標準構成でカバーできる。また、レシーバは優れたダイナミックレンジを示し、完成されたRF部は卓越した安定性を示し、ルータ表示により実験状態(設定周波数の出力、RFパルスのモード等)をダイレクトにモニターできる。(4)分光計制御やデータの取込み、或はグラフィックディスプレイ上での図形処理といったリアルタイムであることが要求されるものは、独立して同時に処理される。(5)オペレーティングシステムとしてUNIXシステムVと理解し易いプログラムであるUXNMRを使用し、近代的なメニューによる操作をマウスによって行ない、NMRの応用面(データの取込み、自動測定、グラフィックディスプレイ上での対話形式による操作、一次元、二次元或いは多次元のスペクトルデータのデータ処理と書きだし等)を全てカバーしている。(6)UXNMRは100以上のマイクロプログラムを用意しており、QUICKNMRメニューで質問される実験パラメータ、例えば90度パルス幅、ミキシングタイム、カップリングコンスタント等を確認したり変更したりするだけで実行できる。(7)UXNMRでは、相互位相補正がマウスでリアルタイムで行なえる。また、2Dスペクトルでの高度なFT変換、多項式ベースライン補正および拡大ルーチン、リアルタイムでのカウンターレベル調整は、特に印象的である。(8)UXNMRでは、プロッ

トエディタを用いてのプロットパラメータの設定により、ディスプレイ上で自由にプロットレイアウトを行なうことができる。

以上、カタログにあるARX400の特徴を紹介したが、それだけで終わらないために、まだ使用体験も少なく適切なコメントをするにはおこがましいと思われるが、使用感想を述べさせていただく。確かに大きなディスプレイは見やすく、キーボードとAMSOキーボードがのるテーブルは広く操作性はよい。特徴に上げた(2)-(4)については、AM400と比べて論じられるだけの良い点をまだ実感できる能力がこちらにはないが、積算時間が積算開始直後にディスプレイ上に表示されるのは便利である。通常測定やHH-およびCH-COSY測定は、特にそのデータ処理が確かに楽になっている。また、上で述べた特徴(7)にあるリアルタイムの位相補正とスペクトルの拡大ルーチンはそのありがたい味が実感できた。使いこなして行けばすばらしい装置であることが順次判って行くのだろう。

固体の物性や機能性に注目が集まっている昨今、CP/MAS装置の設置は実にタイムリーであり、溶液状態だけでなく、固体状態でNMRスペクトルからの情報が得られることは、固体の物性や機能性の研究を進めて行く上で極めて有益であると考えられる。確かにプローブ交換はやや面倒であり、配線ミスが大きなトラブルに結び付くため慎重を期する必要がある。しかし、この装置ではそれが終わってしまえばサンプルの出し入れや回転数の設定などはCP/MASユニット上のパネルキーを操作するだけでよく、簡単に測定が可能である。考えていたよりもずっと簡単であり、拍子抜けする程であった。是非多くの研究者が測定にチャレンジすることをお勧めする。ただ、上にも述べたように、プローブ交換がちょっと大変な作業であるので、CP/MAS測定は定期的にある期間を限って行なうような処置が必要であろう。下図には、講習会の際に測定したビス(ジエチルアミノ)カルベニウムジチオカルボキシレートのスぺクトルを示した。

