

Bruker DPX400,200 紹介

大学院理工学研究科物質科学部門 藤原 隆司
科学分析支援センター 設楽 浩明

昭和 63 年にセンターに設置され、長年にわたって数多くのユーザーの研究を支えてきた Bruker 社の AM400 と平成 5 年に導入された AC200 核磁気共鳴分光装置は、平成 18 年 3 月に分光計やコントロール用のコンピュータ・プローブなどを更新して新たに DPX400,200 として生まれ変わった。本稿はその DPX400, 200 の特徴などについて簡単に紹介する。

今回の更新で大きく変更された点は分光計のデジタル化である。測定をするためのパルスの制御や信号の取り込みなどを行う分光計は従来の AM, AC 系 にくらべて大幅にデジタル化された。デジタル化によって発生するパルスを高速・高精度に制御することが可能になり、複雑なパルスプログラムを実行できるようになった。また従来のアナログ回路に比べてパルスの位相・周波数・強度の変調などはデジタル回路中での数値演算で行われているため、電気回路素子の誤差や温度の影響を受けない。このような最新の電気回路技術によってスペクトルの精度、感度は AM, AC 系よりも向上することが期待される。実際に、DPX200 において ^{13}C NMR スペクトルを測定したところ、AC200 と比べて格段に S/N 比のよいスペクトルが得られた。

現在は DPX400 には標準でグラジエントプローブ(試料管外径は 5 mm)がマグネットに装着されている(DPX200 は従来の CH 専用プローブのままである)。このプローブによってグラジエントパルスを用いることが可能となる。このグラジエントパルスを用いることで、通常のコシY 測定では原理上積算回数は最低 4 回必要で 4 の倍数回が必要となるが、グラジエントパルスを使うコシY 測定では位相回しは不要となり、積算回数 1 回の測定が可能となるため従来法に比べて飛躍的に測定時間が短縮される。また、パルス磁場勾配スピンエコー法はこのグラジエントプローブを用いることで可能となる測定法であり、拡散係数(簡単に言えば分子の拡散していく速さ)の測定に大きな威力を発揮する。このプローブはすでに DRX400 に設置されており、分子の溶存状態を解析するような研究の強力なツールとして利用されており、2 機種で同様の測定が可能となったことは多様なユーザーのニーズに対応しやすくなった。また、このプローブのもう一つの特徴は数十種類の核種がプローブ交換をすることなく測定することが可能なことである。共鳴周波数のチューニングもかなり自動化されており、多核種測定が非常に容易になる。測定可能なすべての核種についての標準パラメータの設定はなされていないが、ユーザーが実際に測定する核種、測定法について徐々に標準パラメータ設定を行っているところである。

一方、AM400 で使用されていた従来のプローブも利用可能であり、特にフッ素核を測定する場合はプローブ交換が必



要となる。この場合は管理者に申し出ていただくことで、交換手順などの講習を受けることが可能となる。

装置構成仕様

項目	DPX400	DPX200
^1H 共鳴周波数	400.13 MHz, 20 W	200.13 MHz, 20 W
X 核 観測及びデカップリング	100 W	100 W
測定核種	^1H , ^{19}F , ^{15}N ~ ^{31}P	^1H , ^{13}C
グラジエント	Z 軸 50 G / cm	-

測定・解析プログラムは XWINNMR であり、すでにデジタル化されている DRX400 とほぼ同じバージョンである。加えて、データ処理用のコンピュータの OS が Microsoft Windows XP となり、操作感では従来のコンソールからのコマンド入力に比べて格段に向上した。DPX, DRX 系がほぼ同じ操作感覚で扱えるため、機種間の違いを意識することなく気軽に操作できるようになったことは、ユーザーにとっても朗報である。

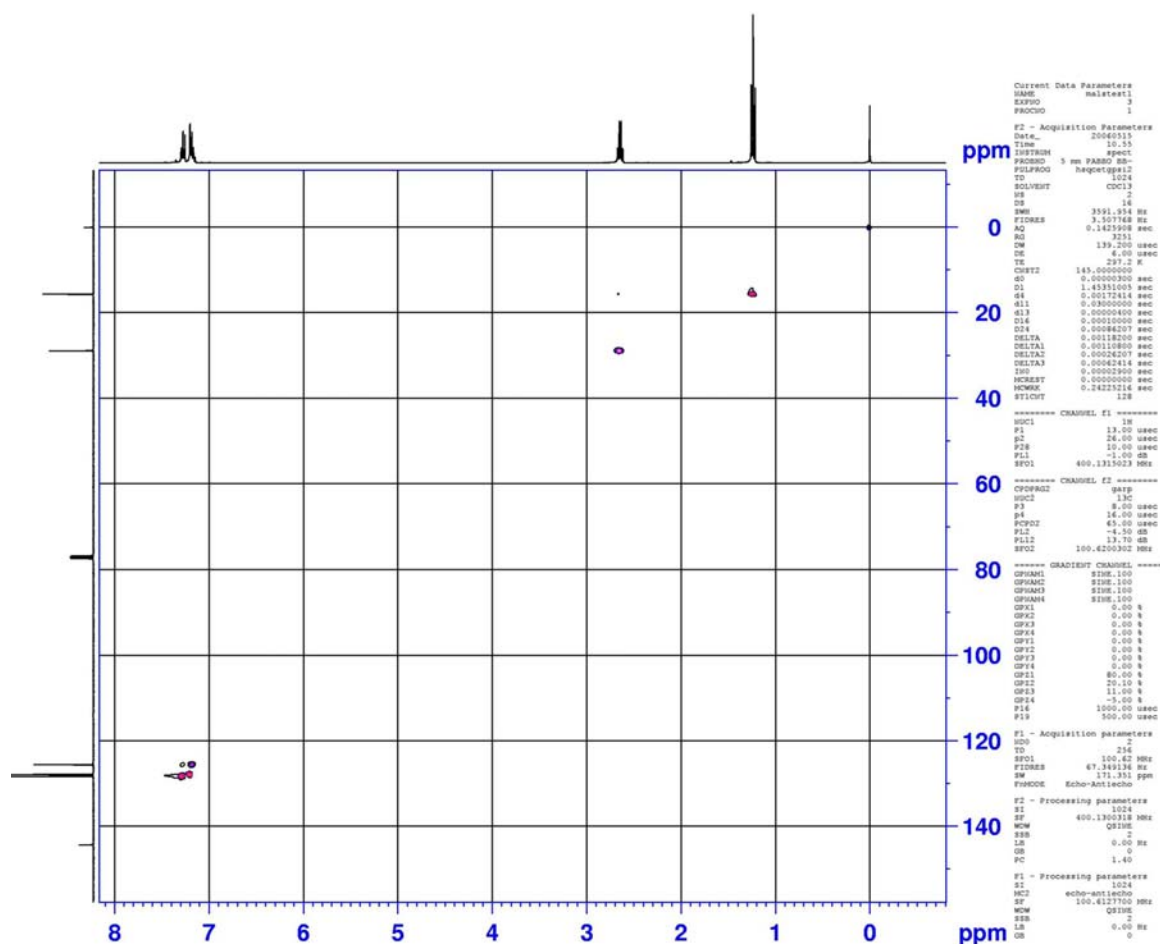


図 エチルベンゼンのインパース CH 相関スペクトル