

「超伝導核磁気共鳴スペクトル測定装置 ECZ-400」

岡本 専太郎*

Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer Using a Superconducting Magnet: JEOL ECZ-400

Sentaro OKAMOTO*

1. 導入の経緯・装置の概要と特徴

核磁気共鳴 (NMR) スペクトル測定は、物質中の原子を共鳴磁場で励起しこれらの緩和過程で放出されるエネルギーを観測するものである。医療で使われる MIR と基本的には同じ原理を用いているが、本装置は有機化合物の構造決定、構造解析を行う目的の装置であり、現在の有機化合物(含高分子)の分析では必要不可欠な装置である。強力な磁場の発生の為に磁石は液体 He で冷却された超伝導磁石を用いている。

本装置は、それ以前に稼働していた 500MHz NMR 装置が四半世紀以上の役目を終え、その老朽化に伴い、後継機として導入した。400MHz の装置であるが、それまでの古い 500MHz の装置を超える S/N 比が確保され十分な性能を持つとともに、漏洩磁場を極力抑え、使用する冷却用液体 He 量を減じている点で安全性・安定性・低ランニングコストを実現した装置である。

装置は、通常は主に ^1H 、 ^{13}C 核測定用に設定されているが、他の各種の測定も可能である。また、各種二次元測定にも簡便に対応できる。400 MHz の NMR 分光計としては世界最小であり、漏洩磁場の小さい超伝導磁石 (SCM) との組み合わせで、より柔軟な設置レイアウトが可能である。本装置は、23 号館 B-115 の以前の装置の場所に設置されたが、実際、コンパクトになっている (図 1)。



図1 装置全体

この装置は、集積デジタル回路技術と最新高周波技術の融合により、新たに開発された送受信システム STS (Smart Transceiver System) を搭載している。8 チャンネルの周波数ソースを標準搭載している。ラジオ波発生回路や、NMR ロック回路など、デジタル化が有効な全ての回路をデジタル化し、高品質なスペクトルを得るために必要な高い安定度が保たれている。搭載されている ROYAL プローブは、従来のオートチューンプローブと比べて約 2 倍の ^1H 感度を達成し、これにより、従来通りの使い勝手でありながら、より短時間で測定結果を得ることができる。オートサンプルチェンジャー (図 2, 左) とオートチューニング、分光計制御/データ処理ソフトウェア「Delta」を装備している。分光計装置は、オペレーション端末と独立して動作し、ネットワーク上のどのコンピュータからもコントロールすることができる。



図2 オートサンプラー(左) NR-50(右)

前述のように超伝導磁石は液体 He で冷却されているが、液体 He はその外側を液体窒素で冷却している。本導入装置は、液体窒素の蒸発減少を最少限に抑えるための液体窒素抑制装置 (NR-50) をオプション装備した (図 2, 右)。これにより、メンテナンスの一部の労力が軽減される。

本装置設置場所には、他の NMR 装置も設置されており、この部屋全体が一定空調で管理され、また、酸素濃度・警報機を装備して

*教授 物質生命化学科
Professor, Dept. of Materials and Life Chemistry

安全確保を行っている。

2. 運用および教育・研究での活用

運用は、NMR 運営委員会（岡本，小野，岡田，横澤，金，引地）の管理のもと，諸対応は岡本および実対応を山田特別助教，貝掛教務技術職員が担当している。NMR 装置全体に渡り，各年度初めおよび必要に応じて測定ライセンス有資格者が利用希望研究室および学生に対して，使用講習会を開催し，修了者に使用ライセンスを出して利用を認めている。

利用時は，Web 予約システムによって，利用者が予約を入れ，スケジュール管理を行っている（図3）。実際，本装置を含め，NMR 装置全般にわたって，年度の季節を問わずほぼ1日中予約が途切れない利用状況である。

教育面での活用では，講義科目の対象として「機器分析 II」（2年後期）の後半部分で原理・スペクトル解析を学習させ，その上で，学生実験実習（3年前期・物質生命化学実験応用「Elimination Reaction of 2-bromo-2-methylbutane」「Horner-Wadsworth-Emmons オレフィン化反応」）のサンプル測定に利用している。

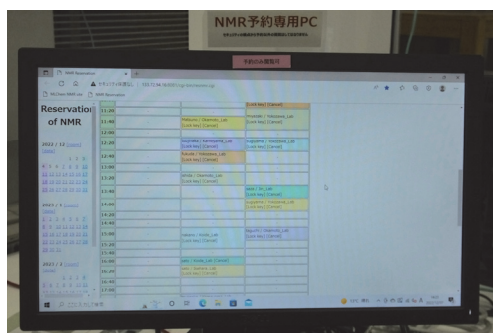


図3 Web 予約システム

研究面では，有機化学，有機合成化学，有機金属化学，触媒化学，高分子化学の分野では，研究遂行に於ける化合物の同定・構造決定・構造／配座解析では必須の分析法であり，論文作成時には必須データとして提出／記述が求められることもあって，使用例を上げるまでもなく本学科の上記分野の研究論文のほとんどがこれら NMR 測定装置を使用している状況である。

3. おわりに

以上述べてきたように，本核磁気共鳴スペクトル測定装置は，有機・高分子系分野では重要かつ必須の分析装置であり，実際，実働機器の使用率はほぼフル稼働に近く，極めて高い。本 400MHz NMR 装置も，現時点で導入1年程度であるが，既に，教育・研究の主力機器となっている。

今後に向けての問題点として，近年，世界的に液体 He の供給が逼迫しており，従って価格が急高騰した。5年ほど前の6倍以上の価格になっており，それ以上に我が国が調達できる総量が減じていて，不足に陥る状況となっている。これは，一時，He 生産工場のトラブル，その後の大手メーカーの縮小に重なって，近年，中国の需要が急増し（主に MIR の急激な普及による），さらに，コロナ渦やウクライナ紛争の影響による物流の停滞とコスト増など多くの

要因が絡んでいる。これらのことから，今後，He 不足と価格上昇は簡単には解消されないと思われ，NMR 装置の維持について困難が予想される。実際，この記事を書いている現在，次年度の予算について悩まされている状況である。

今回，旧装置（500MHz ECA-500）を廃棄し，この ECZ-400 の導入を行った大きな理由の1つに，液体 He の消費量の削減がある。ECZ-400 は旧機種に比べ，年間の液体 He の消費量が極めて少なくなっており，コスト面・調達面でこの装置の置き換えは，ある意味必須であった。

今後に向けて3つほど提言をさせて頂き，記事を終えたいと思います。1つは，関係省庁や大学に対して，機器購入のご援助を頂いているのは大変有り難いと感謝しているが，一方で導入した機器の保守・運用にかかる費用についても，何かしらご援助を頂ければ，幸いである。特に，大型装置の整備・保守・維持にはそれ相当の費用が掛かることが多く，当該部署で賄うには荷が重いものも少なくない。この NMR 装置も然りである。

もう1つは，液体 He 温度を必要としない次世代 NMR 装置の開発に期待したい。即ち，液体窒素温度やクライオ素子冷却温度下で稼働する超伝導（あるいは準超伝導）型 NMR 装置の開発である。この点については幾らか光が見えており，既に，理化学研究所と日本電子の共同開発で 200 MHz 程度のクライオ型 NMR のプロトタイプが開発されたと言う News がある。また，教育用では，永久磁石型 NMR で 125～150 MHz 程度のものがリバイバルで再製品化され，廉価に販売されることが望ましい。一部，米豪等では～125MHz の永久磁石型 NMR を供給するベンチャーも存在しており，大手メーカーも最新鋭のものだけでなく，汎用・廉価で十分な性能の機種を再評価してもらいたと思います。これらの新技術および技術再評価については国を挙げてメーカーなどを支援して欲しいものである。

最後に，国を挙げての液体 He の確保を提言したい。NMR のみならず（むしろ）医療に必須になってきた MIR が稼働できなくなる可能性があり，また，分析装置の開発や維持は，基礎科学を支えるものである点で，レアメタルの確保とおなじような意味で国力の1つで有ると思うからだ。