

270 MHz 核磁気共鳴測定装置

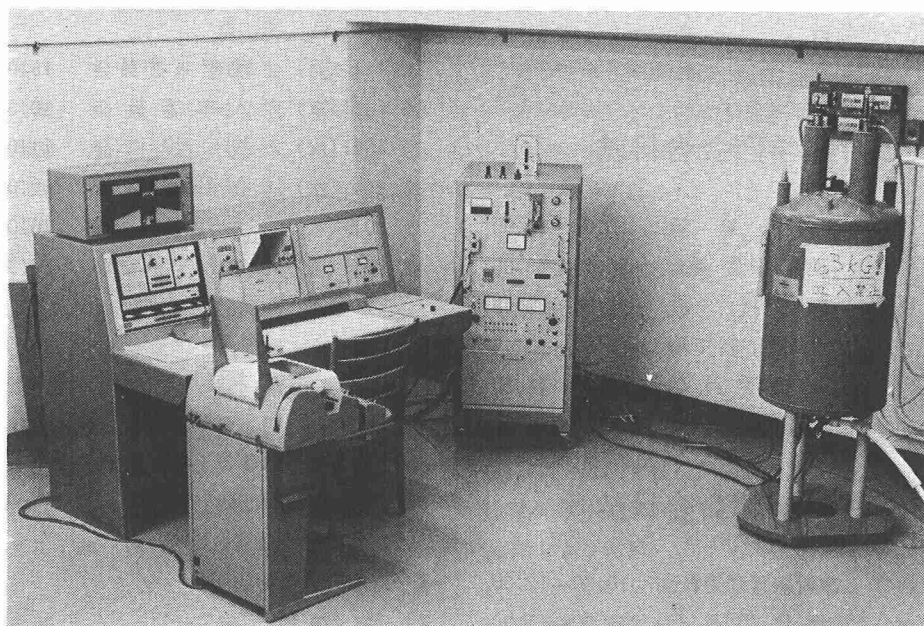
宮 沢 辰 雄 （生 化）

さきに、「溶液における生体分子の構造」と題した小文（理学部広報，49年11月）を寄せ，核磁気共鳴（NMR）が生体分子の構造研究に特に重要であることを述べた。幸いにその後，理学部から要望していた特別設備費がようやくして認められ，昭和51，52年度にわたり，超伝導磁石を用いた NMR 測定装置（学内共用）が生物化学教室に設置されることに決まった。昨年10月，ブルッカー社の WH270 型の装置が入荷し，数日後には，所定の規格よりよい性能で NMR 測定ができるようになった。

WH 270 型装置は，写真で示すように，いくつかの部分からなっている。右端に置いてあるのは，63.5 キロガウスの超伝導磁石である。超伝導ソレノイドは，内側デュワーの液体ヘリウムに浸っている。ふつう一週間に一回，液体ヘリウムを補給し，外側デュワーには液体窒素を二回補給する。気化したヘリウムは，補集したあと，ヘリウムタンクに圧入する。一週間で，ヘリウムタンク内の圧力が数 kg/

cm²になったところで，パイプラインにより，ヘリウム気体を低温センターへ回収する。もう一年近くになるが，幸いに異常はなく，磁場もきわめて安定している。これは，低温センターよりの御援助によるところが大きく，感謝している。

この磁石には，直径 5 cm の中空部分が中心に通っている。共鳴吸収測定用のプローブは下側からとりつけ，試料管は上側から出し入れする。51年度では ¹H 核フーリエ変換方式のプローブを購入して使用しているが，52年度では，¹³C 核フーリエ変換方式，¹H 核周波数掃引・相関方式のプローブなどを追加する予定である。これらのプローブではいずれも，試料管の温度を変えて制御できる。コンソール（写真で左寄り）の上部は三つの部分に分かれている。左側には Nicolet の 1180 型コンピューター（ディスク装置は52年度に追加），中央には磁場の調整制御装置，右側にはパルス発生装置とデカップリング装置が収められている。テーブル中央に XY レ



WH 270 型装置（撮影は老田哲也）

コーダー、その左側にテレタイプを置いてある。

このNMR装置ではテレタイプを用いて(二文字をタイプインして)、シグナルの取り込みと積算(GO)、フーリエ変換(FT)、スペクトルの記録(PX)、デカップリング(HG, HD)、クオドレイチャー方式への切換え(QN)などを行なう。縦緩和時間の測定、溶媒信号の除去などは、マイクロプログラムを編集して、それによって実行する。このように、たいへん使いやすくできているが、やはり高性能の装置であるので、注意を要することがらは多く、慎重な操作が必要とされる。

270 MHz の装置を保守する業務内容として、空調室と気化ヘリウム回収装置の整備、液体ヘリウムと液体窒素の補給などのほかに、定期的な性能チェックも重要である。分解能の規格は、シグナルの線幅にして 0.2 Hz 以内であるが、十分な磁場調整によって、線幅を 0.05 Hz まで狭くできたことがあり、そのときは 0.055 Hz の間隔の二本のシグナルがはっきり分かれた。周波数は 270 MHz であるので、分解能は 50 億となる。また、270 MHz の装置の感度(S/N比)は、100 MHz 級装置の数倍であるので、かなり低い濃度の試料をとり扱うことができる。生物材料から抽出精製される試料は、微量にしか得

られないことがふつうであるので、低濃度でNMRを測定できることは重要である。

タンパク質、核酸などの生体分子の多くは、かなり複雑な大きい分子であるので、100 MHz 級の装置では、共鳴シグナルの多くは重なりあい、有用な情報をとりだしにくい。そのため、生物化学、生物物理、天然物化学の分野では 270 MHz のNMRスペクトルが必要である。現在のところ、生物化学教室に設置のものが、わが国で唯一の 270 MHz 級装置であるので、依頼測定はむしろ優先的に行なうように努めている。この装置の維持保守と依頼測定は、稲垣助手とわたくしとで行なっているが、二重共鳴によるスペクトル解析、pH 滴定、温度変化などでかなりの長時間測定を必要とすることがよくある。そのような依頼測定にも速かに応じて共同利用の実をあげていくためには、それなりの体制を整えることが望ましいと考える。

270 MHz 核磁気共鳴測定装置の設置については、学部長はじめ関係各位の御配慮と御支援をいただいた。田隅助教授(当時)は設置計画の当初から協力をされた。ここに記して、深甚な謝意を表する次第である。