



Title	蛋白研の360MHz核磁気共鳴装置
Author(s)	小林, 祐次
Citation	大阪大学低温センターだより. 1981, 33, p. 14-16
Version Type	VoR
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/4992">https://hdl.handle.net/11094/4992</a>
rights	
Note	

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

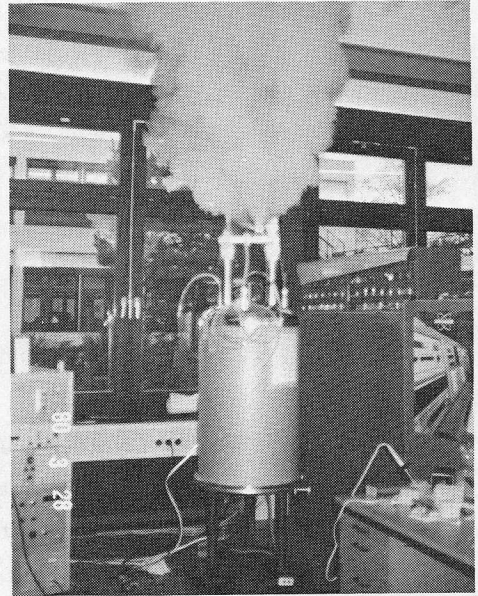
The University of Osaka

## 蛋白研の360MHz核磁気共鳴装置

蛋白質研究所 小林 祐次 (吹田 3827)

蛋白質研究所に超伝導磁石核磁気共鳴装置 (SCM-NMR) が導入され順調に稼動し始めている。蛋白研には 1967 年に電磁石を用いた 100MHz の高分解能 NMR が設置され生体関連の可成り複雑な物質の  $^1\text{H}$  NMR を全国に先駆けて測定し始めた。現在はパルス法を採用した二代目と三代目の 100MHz の装置が働いている。しかし比較的小さい 1 万程度の分子量をもつ蛋白質でも約 700 個の  $^1\text{H}$  核を持っている。従ってこれらの共鳴ピークを分離して観測しようとするだけで強力かつ均一な磁場を用いたいと言いう要請が生れてくる。また天然存在比の低い核種 (主に  $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ ,  $^{17}\text{O}$  等) を測定する場合の感度の問題から考えても超伝導磁石は不可欠となってくる。

高分子解能 NMR に関する現状を見ると、世界的には 600MHz の装置が米国のカーネギーメロン大学に存在する。これはコイルに電流を閉じ込めてパーシステントにするのではなく、電源も常時つないだ状態で使用していて、ヘリウムの消費量から考えても極く特異的な例で、少なくとも日本においては今のところ非現実的な装置である。一般に使用可能なものとしては昨年 500MHz の装置が商品として登場し、ドイツの Bruker 社のデモルームで稼動しデータを出し初めている。開発中の他社のものも含めてすでに世界中で 20 台以上の 500MHz の装置がオーダーされていると聞いている。欧米諸国では 300~400MHz 級が常識的となりつつあり、200MHz 級では価格的にも電磁石を用いた 100MHz のものと余り違わなくなって来ている。何故か一昨年までは SCM-NMR に関して日本は全く後進国であった。1970年に京大に 220MHz が、1976年に東大に 270MHz が設置されただけであった。京大の装置は CW 法を用いていたものを後にパルス用に改良したものであるが、現在でも 2-3 日に一度の割に液体ヘリウムを、また毎日液体窒素を補給しなければならない。(蛋白研のものは今のところ、ヘリウムは月一回、窒素は週一度と比較にならないほど楽ではあるが自分達でやってみて、古い型のお守りをなさっている森島先生はじめ京大の石油化学教室の人々に改めて敬意を表する次第である。) 昨年度から事態は一変し、阪大においても全学共用の設備として蛋白研に大型の SCM-NMR の予算が認められ、また医学部には 200MHz が導入された。すでに



超伝導電磁石のクエンチした瞬間  
スペクトロスピン社の工場にて筆者撮影

移動しているもの、および近日中に稼動するものを含めると、全国で200MHz 級が25台を越え、300MHz 以上のものも10台に達しようとしている。一年余りでこれだけ多量の装置が導入されたのは驚異といわざるを得ない。

SCM-NMRが阪大に導入される可能性が出て来たとき、まず考えたことは液体ヘリウムの供給である。幸い吹田地区の低温センターの御好意により供給を受けることになった。蛋白質の構造と機能の関係を研究すると言った方面の仕事をしていて、周りには生体試料を扱う場合ドライアイス・アセトンで充分に間に合う系に、便利だからと液体窒素を用いている人がいる程度の環境にいる者が、急に見たことも触ったこともない液体ヘリウムを2-300lも扱わねばならなくなったときの慌てぶりはさぞ滑稽に見えたことであろう。

予算が認められ、機種決定と建物および周辺設備の設計を開始した。当時はBruker, Nicolet, Varian の三社がSCM-NMRを市販しており、日本電子はまだ開発途上であった。我々が望んだ300MHz級の磁石は英国のOxford社のみで生産されていて、各社ともこれを購入し自社の検出器を取り付けるといった状況で選択の余地はなかった。360MHzの線材はNbTiで、400MHzはNbTiのコイルとNb<sub>3</sub>Snのコイルの併用であったが信頼のおける360MHzを選んだ。NMR装置としては同じサンプルを各機種で測定し、種々検討した結果、Bruker社の360MHz ワイドボアに決定した。これは8.46 Tで液体ヘリウムのデュワー容量が75 l、液体窒素が50 lの磁石を持ち、試料部の口径は89 mm 試料管外径は25 mm まで可能である。また磁場の均一性は0.1 Hz 以下である。(分光計については他の機会に述べることにする。)回収装置については高圧ガス取締りの関係法規や人員を考慮して蛋白研では低圧ガスのみを扱うこととし、600m離れた低温センターへはパイプで送ることとした。これらの設計段階ではセンターや業者と珍問答を繰り返し、今になって考えても赤面物である。

今後あらたに設置される人々の参考のために、励磁の際に生じたトラブルを記しておく。予冷のためだけで150 lの液体ヘリウムが必要なため、クエンチングも考えて400 l準備した。8.46 Tのためには65.3 Aの電流を閉じ込める必要があった。最初45 Aまで順調に上がったが突然クエンチが起り、液体ヘリウムは全て気化してしまった。すぐにもう一度トライしたが60 Aに達したのが夜の10時すぎ、ここからは特に慎重に上げねばならないが、皆が疲れて来たので明朝まで待つことにした。その方がコイルにトレーニング効果が働くことになる。そこでスイッチヒーターを用いてパーシステントモードにし、励磁電源からのコネクターをはずそうとした瞬間に何故かスイッチが開いて、コイル内の大電流が電源部に流れ込むといった事故が発生した。本来ならこのコネクターを抜いた後、ダイオードの入った安全回路をつなく訳だがその時間もない瞬間の事故であった。励磁電源はBruker社の技師により現場で修理出来たか、超伝導コイルに取り付けたスイッチはデュワー内部の溶接もはずす必要があり、完全に点検修理するためには磁石を製作したOxford社の直接送り返すことが最良の方法だろうという結論に達した。これがまた一大事で、免税手続を踏んで輸入した物を一旦送り返してまた輸入することになる。関税込率法に基づく“用途外使用に該当しない用途の使用届”という書類を総長印を付けて提出しなければと言った事務的な問題も生じた。不幸中の幸としては、蛋白研ならびに本部の事務の人々の御協力とOxford社も最優先で修理してくれたため、予想より随分早く返送されてきた。残念なことは今もってスイッチの開いた原因が分らないことである。次は極く順調にクエンチングもなく励磁

でき、今後は余分に準備したヘリウムを引き取りの交渉に一苦勞するはめに陥った。

その後、稼動初期のマイナートラブルはあり可成り捱摺りはしたが序々に問題点を克服し、12月13日には結晶解析センターとともに関係者に披露する機会を持つに至っている。

ここに至るまでに全学SCM-NMR設置準備委員会、低温センター運営委員会の方々、事務関係の方々からよせられた暖かい御援助に深く感謝の意を表します。