

JES-X320 マグネット

■ 用意する道具 ハサミ、カッターナイフ、接着剤（木工用推奨）、接着剤をのりしろに塗るための爪楊枝、ピンセット

■ 作り方

- 1: 切り取り線に沿って切り離し、のりしろA(ブルー)にのみ接着し各パーツを組み立てる。天板は二つ折りにし、裏面を接着する。
- 2: ポールピース→メインコイル→本体→天板→ユニット→土台 の順で各パーツののりしろB(グリーン)を接着して完成。

キョウメイ



JAIAN 始動!

研究室の紹介 「Hello! Labo」 東北大学 巨大分子解析研究センター

Information

■ キャンペーンのお知らせ

NMR (核磁気共鳴装置) 講習会スケジュール

机に飾ろう！ ESR 装置ペーパークラフト「JES-X320 マグネット」

■ アプリケーションノート ■

- MAGIC SHIMMING : 固体 NMR 自動シミング法
- qNMR の活用例 2 ~コチニール色素中のカルミン酸定量~
- 低露点高分子分離膜式エアドライア
- 新しい ESR 装置 JES-X3 シリーズ

JAIAN 始動!



セールsteam 村田 裕樹

新入社員の村田 (2012年4月入社) です。日々学ぶことも多く、毎日楽しく奮闘しております。お客様との関係を大切に、少しでも力になれる、そして頼って頂ける営業マンを目指しております。今回 JAIAN の第 1 回目の合宿に参加させていただきましたので、その報告と合わせて一会員として JAIAN を紹介させていただきます。

JAIAN は 2012 年 6 月 29 日に発足したばかりのユーザー会です。正式名称は Japan Analytical Instruments Active users Network (通称: JAIAN) であり、「NMR と ESR および MS のユーザー相互の交流を図り、情報交換を通じて参加者のスキルアップを目指し、同時に機器分析装置の発展を促すことを目的とする」ことを趣旨として発足しました。多くの方に参加して頂きたいという願いを含め、6 月 29 日の友引を発足日としたそうです。

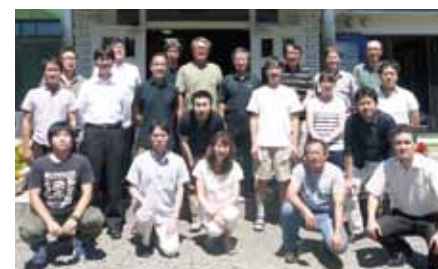
活動内容は毎年、夏に開催される年 1 回の合宿形式のセミナーと春に行われる年 1 回のセミナーが予定されています。弊社は

このユーザー会への参加を通してお客様との関係を深めていくと共に、新商品や新技術の説明や皆様からの貴重なご意見をお伺いし、より良い製品の開発やサービスの提供をしていきたいと考えています。

8 月 24 日 (金)、25 日 (土) に第一回目の合宿セミナーが山中湖にて行われました。皆様が想像されている研究会とは異なり、ほとんどの方が私服で参加される点や、時間を気にせず行われる夜の親睦会があるなど、親しみやすいセミナーでした。第一回目である今回は自己紹介から始まり、温泉、親睦会、カラオケ大会、NMR・ESR・MS 各技術説明、意見交換会が行

われました。今回参加させて頂き、お客様との良い関係を作ることができたと感じています。今後もこの会を通じて、普段お会いすることが出来ない方々と良い関係を築くことができると願っております。

最後に皆様のご発展と JAIAN への皆様の参加を願うことで一曲、「ポエーツ」入会をご希望の方は、お名前とご所属を明記の上、管理者メールアドレス (jaian.member@gmail.com) にご連絡ください。入会金・年会費は無料です。
<https://sites.google.com/site/jaianmember/>



完成写真

研究室の紹介

Hello! Labo

東北大学 巨大分子解析研究センター

東北大学 巨大分子解析研究センターは、創設から34年間大型分析機器を用いた各種物性データの測定・構造解析を行い、物質科学に関する研究と教育の発展に貢献してきました。



センター長 寺田 眞浩様

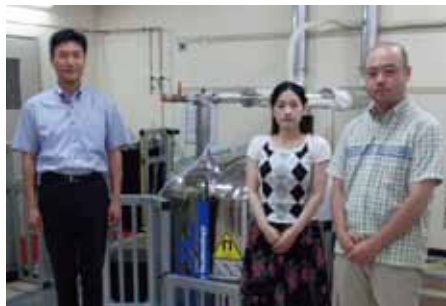
真理探究を支える縁の下の力持ち！



800 MHz NMR 装置が設置されている建屋



800 MHz NMR 装置 (JNM-ECA800)



権先生とスタッフの皆様 (700 MHz 装置をバックに)

本センターは、2004年4月に組織改編され、現在の理学研究科附属巨大分子解析研究センターへと移行し、解析研究部門と実験研究部門の二つの部門から構成されています。解析研究部門には、核磁気共鳴(NMR)装置や質量分析装置、X線構造解析装置など、最新鋭の各種測定機器を揃え、理学部・理学研究科内にとどまらず、他研究科や他大学に対しても研究支援業務を行っています。

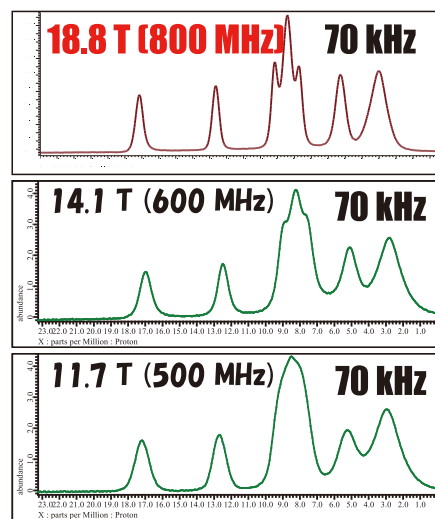
2002年からは21世紀COEプログラム「大分子複雑系未踏化学」やグローバルCOEプログラム「分子系高次構造体化学国際教育研究拠点」が採択され、その後の国際化拠点整備事業「グローバル30」と「キャンパス・アジア」を含む様々なプロジェクト型教育・研究活動の支援を行う役割を担ってきました。さらに、2007年度より開始された、文部科学省先端研究施設共用イノベーション創出事業プロジェクトに携わっており、ナノテクノロジー研究を行っている産学官の利用者に対して機器分析支援を行っています。

2011年には本学の設備整備マスタープランに基づく大型特別機器整備費により、800 MHz NMR装置が理学研究科に導入され、JEOL RESONANCEと連携して本センターがその管理・運用を行っています。この設備は東北地区最大で唯一

の大型NMR装置であり、同ブロックに開放し、連携共同利用設備として活用されています。特に本装置には世界に先駆けて80kHzでMagic angle spinningを実現する試料管外径1mmの固体NMRシステムを導入しており、超高感度で極微量(試料の有効体積:0.8μL)サンプルの測定が可能です。

このように本センターは最先端分析機器を備えて、学内外の教育・研究の発展に寄与しています。

弊社の納入装置 JNM-ECA800/JNM-ECA700

異なる磁場強度の¹H核 1mm MAS スペクトル
サンプル: L-histidine · HCl

核磁気共鳴装置 講習会スケジュール

弊社では製品をご採用いただいたお客様に装置の性能をフルに発揮していただけるよう定期的に講習を行っております。お客様の多様なニーズに合うように豊富なコースが準備されており、効果的に必要な知識・技能を修得していただくことができます。

■ 場所：日本電子株式会社
本社・昭島製作所 開発館

■ 時間：9：30～17：00

講習会のお申込みは

JEOL RESONANCE ホームページ内、講習会のページからお申込みください。
<http://www.j-resonance.com/training/>

JEOL RESONANCE

アプリケーションサポートチーム

TEL 042-542-2241

Email jri-training@j-resonance.com

- * 初級コースは座学のための講習です。装置に依存しないので、JEOL以外の装置のユーザの方や、装置をお持ちでない方も、ご参加頂けます。
- * 溶液 NMR 基本 1st コースでは、Delta の使い方の説明と実習を行います。
- * 溶液 NMR 基本 2nd コースや応用コースは、溶液 NMR 基本 1st コースを受講されたからのご参加をお勧めします。
- * 講習内容について詳しくは、別紙の「NMR 定期講習会のご案内」をご参照下さい。
- * 応用コースと固体 NMR 基本コースは、2013年1月からDelta Ver.4とVer.5の講習を合同で行います

NMR 定期講習日程のお知らせ

初級コース

NMR ビギナーズコース	(1日)	10/16(火)
構造解析初級コース	(1日)	10/17(水)

基本コース

溶液 NMR 基本 1st コース (Delta Ver.4)	(2日間)	10/2(火)～10/3(水) 12/5(水)～12/6(木) 2/5(火)～2/6(水)
溶液 NMR 基本 1st コース (Delta Ver.5)	(2日間)	11/13(火)～11/14(水) 1/16(水)～1/17(木) 3/5(火)～3/6(水)
溶液 NMR 基本 2nd コース (Delta Ver.4)	(1日)	10/4(木)、12/7(金)、2/7(木)
溶液 NMR 基本 2nd コース (Delta Ver.5)	(1日)	11/15(木)、1/18(金)、3/7(木)
固体 NMR 基本 コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(2日間)	2/27(水)～2/28(木)

応用コース

TOCSY (1D & 2D) コース (Delta Ver.4)	(1日)	9/20(木)
TOCSY (1D & 2D) コース (Delta Ver.5)	(1日)	9/21(金)
NOESY (1D & 2D) コース (Delta Ver.4)	(1日)	10/24(水)
NOESY (1D & 2D) コース (Delta Ver.5)	(1日)	10/23(火)
NOESY (1D & 2D) コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(1日)	2/15(金)
qNMR コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(1日)	11/28(水)
多核 NMR 測定 コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(2日間)	1/29(火)～1/30(水)
拡散係数測定&DOSY コース (Delta Ver.4)	(1日)	12/19(水)
拡散係数測定&DOSY コース (Delta Ver.5)	(1日)	12/20(木)
固体緩和時間測定&ROSY コース (Delta Ver.5)	(1日)	3/19(火)

メンテナンスコース

メンテナンス コース (Delta Ver.4)	(1日)	2/20(水)
メンテナンス コース (Delta Ver.5)	(1日)	2/22(金)

講習会の感想

固体NMR基本(Delta Ver.4)コースを受講

「疑問点が聞きやすかった」

少人数での講習で、アットホームな雰囲気だったので、疑問点などをその場で聞きやすく、また、その多くの疑問に対して、一つ一つ親切に教えていただき、1人ではなかなか入りにくい固体NMRの世界への導きとして、非常に有意義なものであった。これを機に、普段の表面的な測定にとどまらず、深いところまでいけたらと思う。2日間、ありがとうございました。

大塚製薬株式会社 横瀬 俊幸様

拡散係数測定&DOSY(Delta Ver.4)コースを受講

「導入教育として今後も参加したい」

一回の講習会でDOSY、拡散係数測定の一連の流れが掴めた。今後、研究で活用しつつ理解を深めていきたい。初めて行う測定の導入教育として今後も講習会に参加させてほしい。

素材メーカー K・H様

Information

特別価格キャンペーンのお知らせ

弊社ではNMR装置をご使用のお客様を対象にNMR試料管とNMR測定用溶媒を特別価格にてご提供するキャンペーンを実施いたします。この機会にぜひお買い求めください。お申し込み方法や値引き率など詳細は、下記URLからダウンロードしてご確認ください。

期間:2012年9月24日～2012年11月16日

NMR試料管 特別価格キャンペーン

<http://www.j-resonance.com/pdf/2012campaign01.pdf>

NMR測定用溶媒 特別価格キャンペーン

<http://www.j-resonance.com/pdf/2012campaign02.pdf>

新しい ESR 装置 JES-X3 シリーズ

1. はじめに

JES-FA シリーズ ESR 装置は、多くのお客様のご好評に支えられ 10 年余の期間販売して参りました。この間、さまざまなアプリケーション分野に亘りお客様の多様なニーズをお聞かせ頂きました。そうしたご要望を受け、弊社ではこのたび後継機となる JES-X3 シリーズ ESR 装置の販売を開始しました。またこの機会に種々のアタッチメント類もあわせてリニューアルしました。

2. X3 シリーズの特長

弊社の ESR 装置では、いち早く高感度・低雑音のガン発振器を採用してきましたが、このたび雑音レベルの一層の低減に成功し測定感度を 30% アップすることができました。(従来品 JES-FA シリーズとの比較)

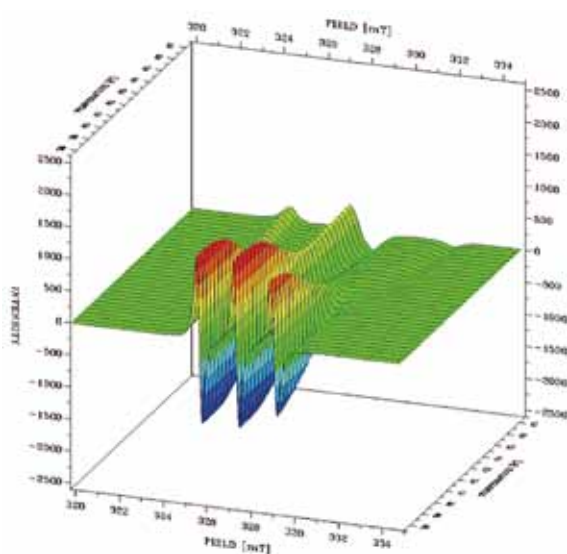
オートチューニング機構にも改良を加え、より短時間で、より高精度のチューニングが可能になりました。どなたでも試料に応じた最適なマイクロ波条件で、感度よく再現性の高い ESR 測定が可能です。またフットスイッチによる測定開始にも対応しました。活性酸素ラジカルの検出など反応時間の管理を要する多くのルーチンワークにより簡便に対応可能となりました。



JES-X320 ESR 装置

OS として Windows7 を採用し、直感的で使いやすいユーザーインターフェースを用意するとともに、測定条件の自動連続可変を可能とするシーケンシャル測定モードを充実させ、簡便に効率の良い 2 次元測定が可能となりました。スピンラベル法での温度依存性、光照射に伴うラジカル量の経時変化、単結晶の角度依存性など、幅広い 2 次元測定で測定からデータ処理まで、よりシンプルかつフレキシブルに扱うことが可能となりました。

ESR の応用範囲は、ますます広がりを見せています。特に、次々と開発される新たな機能を持つ新素材の研究領域では、物性を支配している電子スピンの役割を調べるうえで ESR の有用性が見直されてきました。弊社では、今後とも、技術革新のツールとしてお客様にご愛用いただける ESR 装置を提供して参ります。

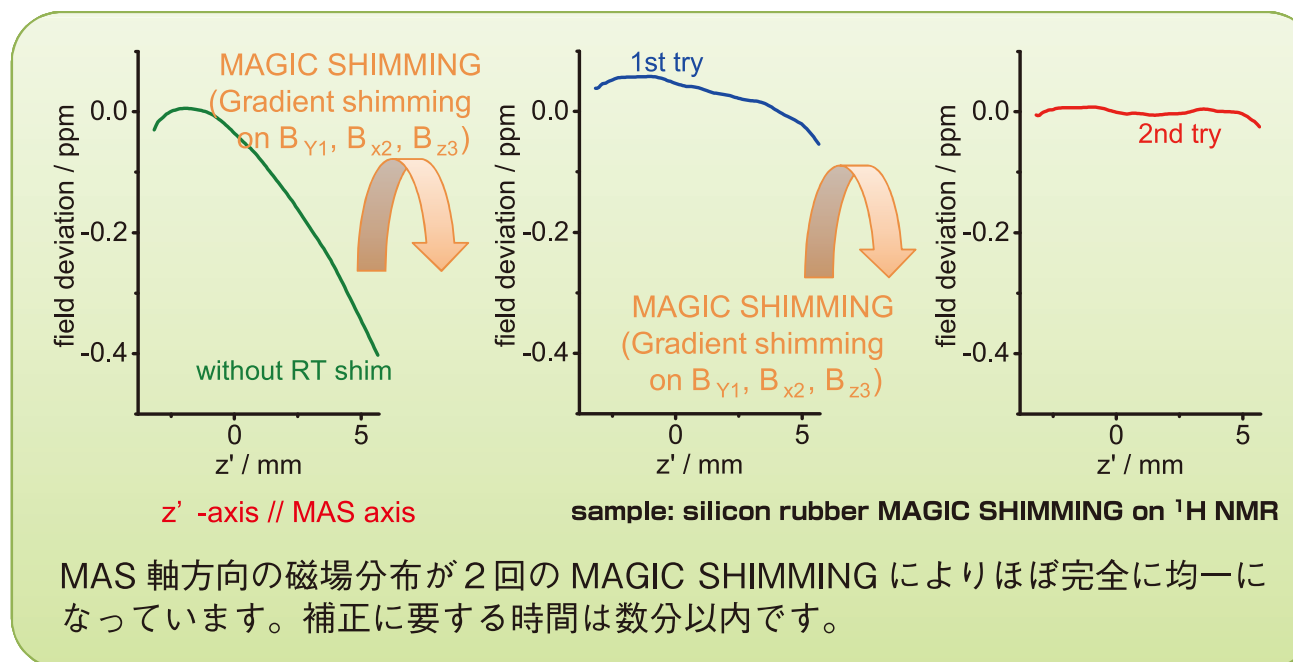
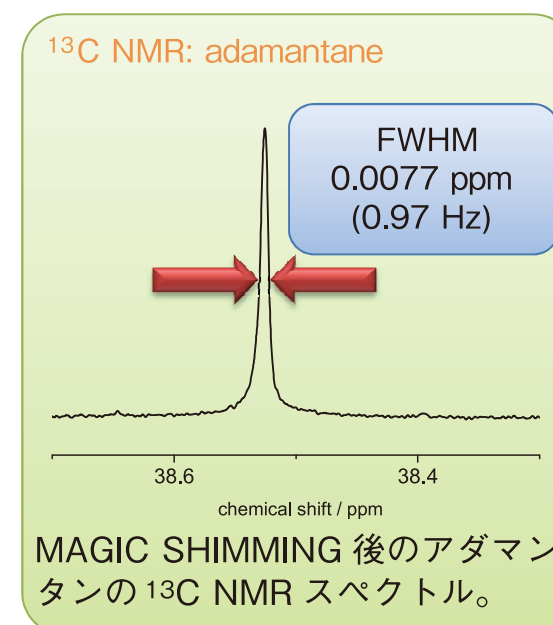


シーケンシャルモードによる連続温度可変測定 (TEMPOL / Glycerol)

MAGIC SHIMMING: 固体 NMR 自動シミング法 特別なハードウェアは一切不要です！

固体 MAS NMR において、自動的にシミングを行い均一な B_0 磁場を調整する MAGIC SHIMMING 法をご紹介します。

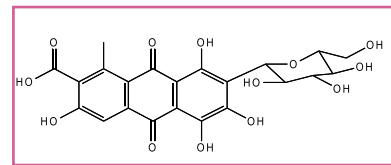
特別なハードウェアを使うことなく通常の MAS プロブと通常の常温シムを用いて、数分程度で 0.0077 ppm もの分解能を得ることができます(右図)。MAGIC SHIMMING は、溶液 NMR で日常的に用いられている gradient shimming 法を MAS NMR に展開した手法です。通常の常温シムにより得られる homospoil gradient と常温シム項の適切な組み合わせ (Y, X2, Z3) により、MAS 軸方向の磁場分布を測定し自動的に補正します(下図)。



Y. Nishiyama, Y. Tsutsumi, and H. Utsumi, J. Magn. Reson. 216 (2012) 197-200.

qNMRの活用例2 ～コチニール色素中のカルミン酸定量～

NMRは分子を構成する原子の数をスペクトルから読み取ることができます。従って、基準物質と測定対象物質の信号の積分強度比より定量することが可能です。
 定量NMR(quantitative NMR:qNMR)では測定対象物質そのものの標準品を必要とせずに定量分析を行うことが可能ですので、他の定量分析よりも測定対象物質の範囲や応用が広がります。
 このアプリケーションノートでは標準品が入手困難なコチニール色素中のカルミン酸の絶対定量をqNMRで行った例をご紹介します。



カルミン酸

コチニール色素 (Cochineal extract)はカイガラムシ科の昆虫を乾燥させ、エタノールまたは水で抽出して得られる赤色素。カルミン酸を主成分とする。

研究方法:食品添加物である天然色素カルミン酸の市販品(複数メーカー)及びコチニール色素中のカルミン酸についてqNMRで純度を調べる

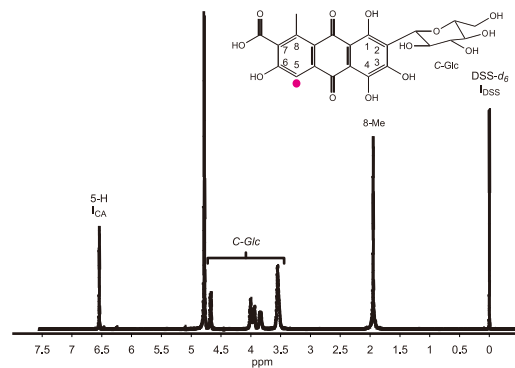


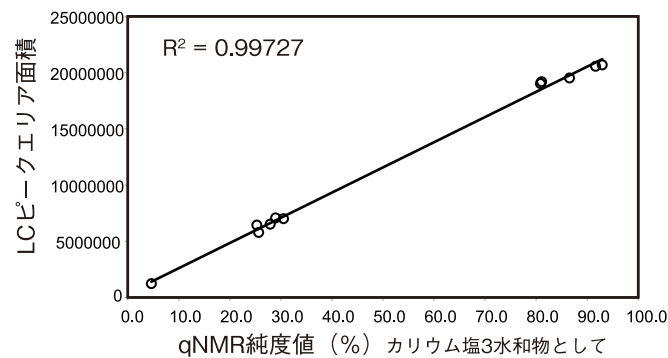
図1 カルミン酸のqNMRスペクトル JNM-ECA600

図2-1 試薬情報とカルミン酸分析結果まとめ

サンプル	カタログ純度 (%)	LCピークエリア* (UV 490nm)	qNMR純度値 (%)**	qNMR純度値 (%)** カリウム塩3水和物として***
カルミン酸				
1 (高純度品)	-	20682647	81.8	97.1
2 (試薬)	>70%(HPLC)	6439525	21.3	25.3
3 (試薬)	>95%(Spectrophotometric)	19189340	78.3	92.9
4 (試薬)	-	21172301	68.3	81.1
5 (試薬)	-	19028131	68.1	80.8
6 (試薬)	95%	20561664	77.2	91.6
7 (試薬)	70~90%	19521465	72.9	86.5
8 (試薬:食品添加物分析用)	-	7079698	24.4	29.0
コチニール色素製品				
9 (食品添加物粉末状)	-	5785440	21.6	25.6
10 (食品添加物粉末状:低アレルギー)	-	6519563	23.5	27.9
11 (食品添加物粉末状)	-	7006552	25.7	30.5
12 (食品添加物液体状)	-	1232696	3.9	4.6

* HPLC分析により保持時間18.2分のピーク ** カルミン酸5H ●の信号により算出 *** X線結晶構造解析により

図2-2 LCピークとカルミン酸純度 (qNMR純度値) の関係



まとめ

- qNMRによりカルミン酸及び、コチニール色素中のカルミン酸の純度を測定することができた。
- LCによりピークエリアを求め、得られたqNMR純度値との関係は高い相関性を確認した。

定量用標準品がほとんど流通していない天然由来の色素や着色料の化合物に対してqNMRが有効な定量分析法として活用できることを確認した。

文献:N.Sugimoto, A.Tada, T. Suematsu et al. Food Hyg.Saf.Sci.,2010, 51,19-27

低露点高分子分離膜式エアドライア

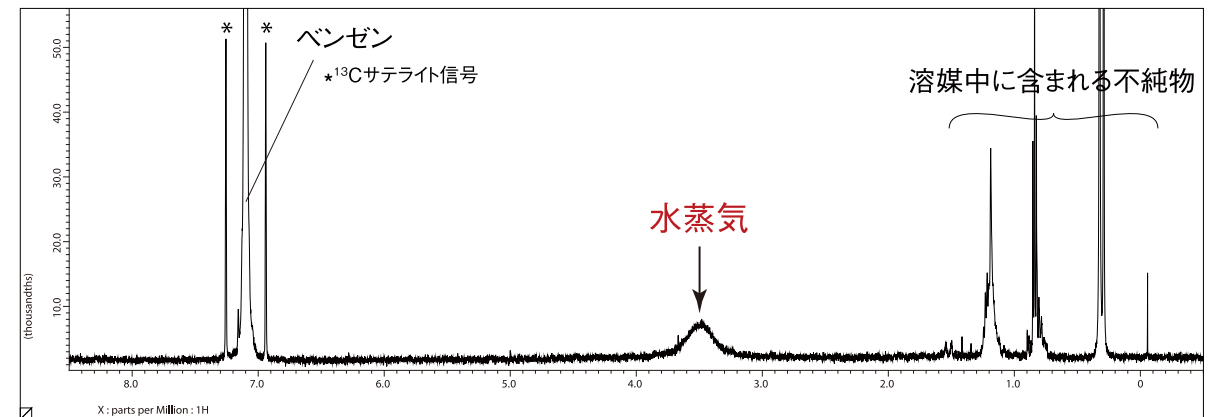


図1 標準構成の従来型エアドライア内蔵コンプレッサ(固体NMR対応高压タイプ)使用時

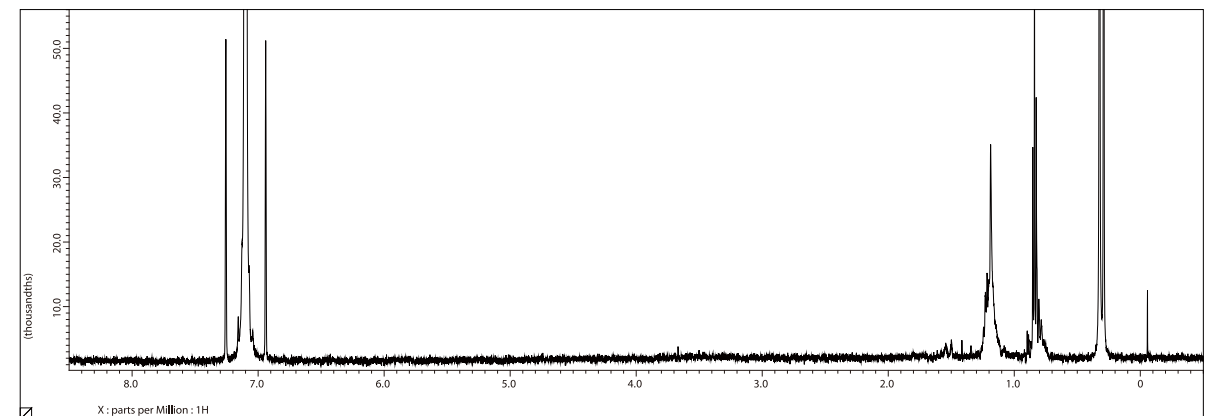


図2 高分子膜式低露点エアドライア(露点-40℃タイプ)使用時
 ※従来型エアドライア内蔵コンプレッサを併用

試料:重ベンゼン
 測定装置:JNM-ECA500
 プローブ:TH5AT/FG2
 積算回数:512回

NMR装置で温度可変やサンプルの回転、LOAD/EJECTなどに使用するガスには、通常乾燥空気を利用しています。この乾燥空気を作り出すために、エアドライアが使用されていますが、エアドライアの脱水性能に応じて、ある程度の水分が残留します。特に温度可変では、試料管の周囲を温度コントロールされた乾燥空気が通り抜けるため、含まれる水蒸気はNMRの検出にかかり、不要信号としてスペクトル中に現れてしまいます。標準装置構成に含まれるエアドライアは、通常測定に十分な性能を有しており、図1に見られるように市販重溶媒中に微量含まれる軽溶媒(2%以下)の¹³Cサテライト信号や不純物の信号と同程度以下にまで抑えられています。しかしながら、図1でも明らかなように依然として信号は存在するため、重複する領域の微小信号を定量する場合などに障害となる事は否めません。そこで、より脱水能力の高い高分子分離膜を利用した低露点ドライアを使用する事により、水蒸気信号を検出不能なレベルまで低減する事ができます(図2)。

※高分子膜式エアドライアを利用するには、エア流量の増加を伴うため、高压コンプレッサが別途必要となる場合があります。