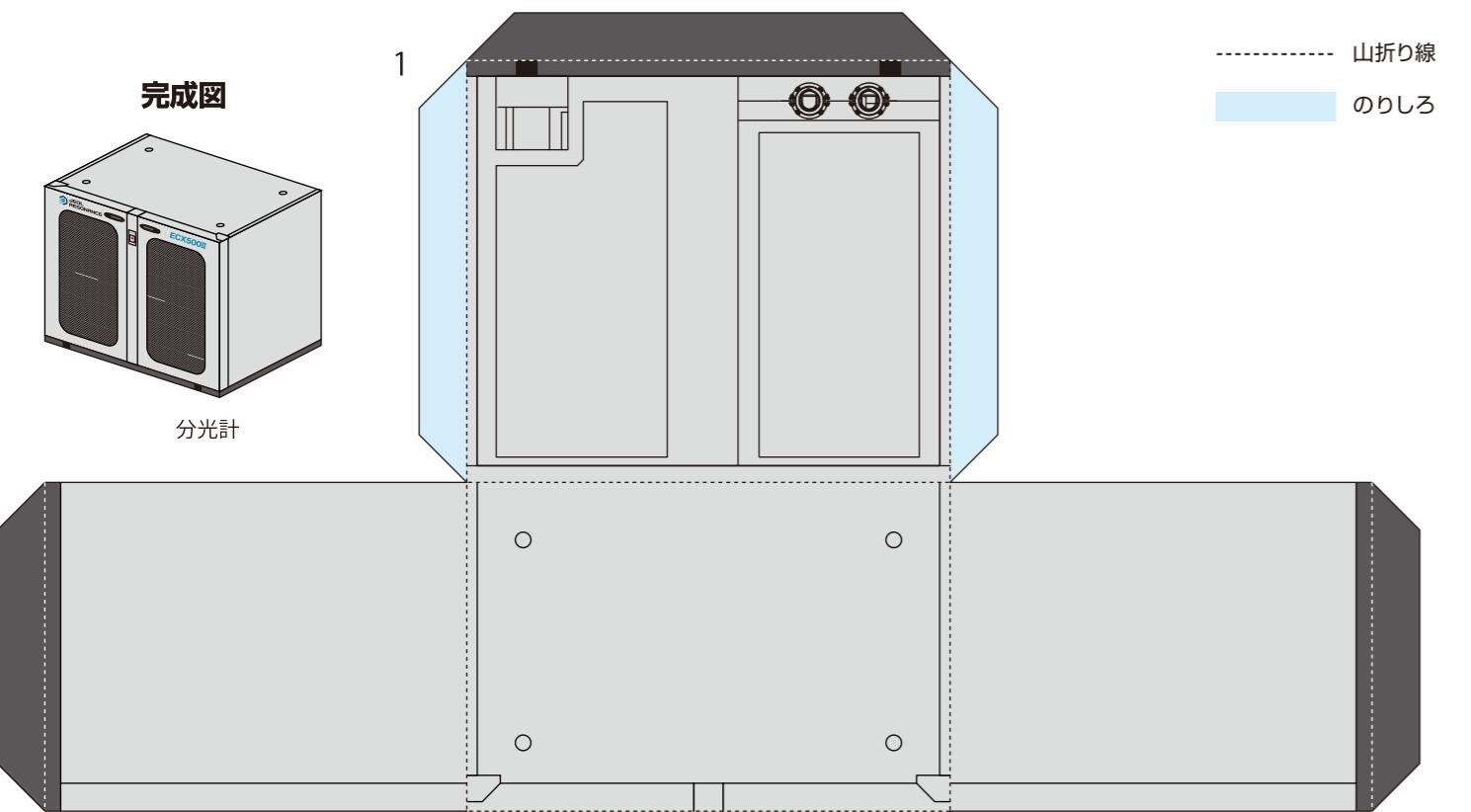
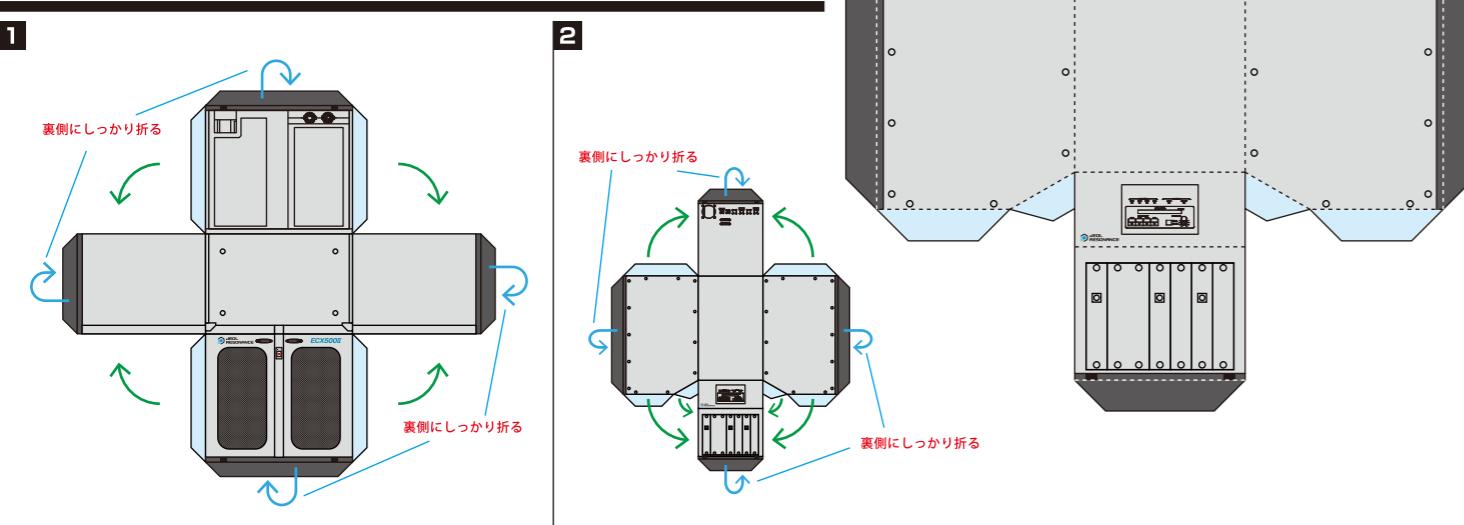


## ECX II 分光計・ヘッドアンプ ペーパークラフト

■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】



## キョウメイ

2013  
Spring  
Vol.004

新年度のご挨拶 「ALL JAPANで、技術革新にチャレンジ！」

研究室の紹介 「Hello! Labo」

名古屋大学  
物質科学国際研究センター 化学測定機器室

## Information

■ESR講習会をスタート

NMR講習会スケジュール

机に飾ろう！NMR装置ペーパークラフト「JNM-ECX500II 分光計・ヘッドアンプ」

## ■アプリケーションノート ■

●非常に高感度な極低温プローブ「UltraCOOL プローブ」

●半整数四極子核 NMR の感度向上法：DFS と RAPT

●放射線照射殺菌された食品の判定支援プログラム – ESR 法 –

## ALL JAPANで、技術革新にチャレンジ！



## 新年度のご挨拶

2011年4月にJEOL RESONANCEが設立され2年が経ちました。

この2年間、皆様からはJEOL時代と変わらぬご支援をいただきましたこと、この場を借り、厚くお礼申し上げます。JEOL RESONANCEはまだ船出したばかりではありますが、荒波にもまれ、天候の変化にもさらされながら前進を続けています。

昨年春に発表したNMR用110kHz超高速固体MASプローブは発表以来多くの方々から注目をいただいている。

NMRはサンプルの前処理なしにそのままの状態で物質の構造解析ができる分析機器です。しかしながら、もともと固体であつたり粉末であつたりする試料を溶液状態にし、高分解能で測定しようとすると試料を溶

媒に溶かす必要があります。そのような物質、測定においては“そのままの状態で測定する”というはある意味“偽り”があります。世の中には溶媒に溶けづらかったり、溶けなかつたりする物質はたくさんあります。なんとか試料を溶媒に溶かし、溶液NMRで測定しようと苦労されている研究者も多いのではないでしょうか。

固体のまま、粉末のまま水素核で分解能よくNMR測定をしたい、そういう期待に答えるのがこの超高速固体MASプローブです。NMRの世界に新たなソリューションを提供する可能性を持ったプローブです

この超高速固体MASプローブはまさに日本における物作りの精度、品質、技術の高さを証明している製品だと言えます。日本の総合力で作り上げた製品といつても過言ではないでしょう。0.75mm径のサンプル管を1秒間に11万回転させる技術です。

科学技術を支え、ナノテク・機能性化学などの先端産業分野の研究開発力強化に貢献することが我々の存在意義です。日本の新しい産業や既存産業での革新を作るベースとなる研究開発・製品開発を支援できる日本のNMRメーカーはJEOL RESONANCEだけです。

JEOL RESONANCEは従来の業種や企業の枠を超えた協力関係を築き、日本の総合力(ALL JAPAN)で技術革新にチャレンジし、今後も新しい製品やイノベーションを提供し続けていきます。

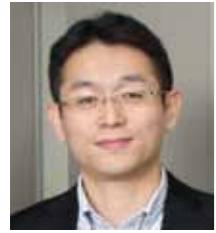
研究室の紹介

# Hello! Labo

名古屋大学  
物質科学国際研究センター 化学測定機器室

化学測定機器室は平成16年4月に名古屋大学 化学測定機器センターが組織替えされ、名古屋大学 物質科学国際研究センターの一部門として発足しました。

# 日本の若手有機化学学者を支える！



室長 山口 茂弘教授

弊社納入装置  
NMR 装置 : ECA-800など計 11 台  
ESR 装置 : JES-TE200  
MS 装置 : JMS-700など計 4 台  
など多数納入されています。

旧組織である化学測定機器センターは、化学測定機器による分析とその利用に関する教育研究を行なうとともに、化学測定機器を利用して教育・研究を行なう本学教官、学生およびその他これに準ずる者の共同利用に供することを目的として昭和 54 年に設立されました。全国の大学附属機器センターに先がけて名古屋大学に設置された、当時としては珍しい、学生が自由に使える学内共同研究施設でした。また最先端化学測定機器の導入と研究者への分析サービスに努め、本学の教育と化学研究活動を支えてきました。本センターと発展的に統合することによって、測定機器類の高水準化と導入管理の効率化がはかられます。迅速で精密な測定分析を行う体制が整備されることによって、適応範囲が広がる物質創製研究の展開が一層促進されることが期待されます。また、名古屋大学や周辺地域への分析サービス体制の充実にも努め連携を深めていきます。職員は、平成 25 年 3 月現在、室長(教授)1 名、助教 1 名、技術職員 2 名、事務補佐員 1 名で構成されています。

化学測定機器室には、核磁気共鳴装置(以下 NMR 装置)、質量分析装置、電子スピン共鳴装置(以下 ESR 装置)、円二色性分散計、赤外分光光度計、紫外可視分光光度計、旋光計、分光蛍光光度計、偏光ゼーマン原子吸光光度計、元素分析装置など今日ますます重要性が高まりつつある化学測定機器が設置され、学内で一番使われている施設となっています。NMR 装置はすべて JEOL RESONANCE 製で 270MHz から 800 MHz まで 11 機種を使用しています。1999 年、国内で初めて導入された 800 MHz の NMR 装置は、2001 年ノーベル化学賞を受賞された野依 良治(名古屋大学特任教授(独立法人理化学研究所理事長))のプロジェクトにより導入されました。

依頼測定をはじめ、測定利用者に対する講習、特殊測定の相談、測定機器の維持管理を通して、学内共同利用施設としてのサービスを提供し、また、名大グリーン自然科学国際教育研究プログラムの協力を得て化学情報オンライン検索サービス(SciFinder)の利用を提供しています。

## Information

### ESR 講習会をスタート

ご要望に応じた ESR 講習会を随時実施いたします。  
出張講習も可能です。測定相談もお受けしておりますので、ぜひお問い合わせください。お問い合わせは右記のアプリケーションサポートチームまで。



## 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、効率的に必要な知識・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](mailto:jri-training@j-resonance.com)

### 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)	5/14(火)
構造解析初級コース	(1日)	5/15(水)

#### 基本コース

溶液 NMR 基本 1st コース (Delta Ver.4)	(2日間)	4/10(水) ~ 4/11(木) 6/4(火) ~ 6/5(水) 8/20(火) ~ 8/21(水)
溶液 NMR 基本 1st コース (Delta Ver.5)	(2日間)	5/8(水) ~ 5/9(木) 7/2(火) ~ 7/3(水)
溶液 NMR 基本 2nd コース (Delta Ver.4)	(1日)	4/12(金)、6/6(木)、8/22(木)
溶液 NMR 基本 2nd コース (Delta Ver.5)	(1日)	5/10(金)、7/4(木)
固体 NMR 基本 コース (Delta Ver.4)	(2日間)	8/26(月) ~ 8/27(火)
固体 NMR 基本 コース (Delta Ver.5)	(2日間)	7/24(水) ~ 7/25(木)

#### 応用コース

TOCSY (1D & 2D) コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(1日)	5/28(火)
NOESY (1D & 2D) コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(1日)	6/12(水)
qNMR コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(1日)	4/19(金)、8/29(木)
多核 NMR 測定 コース (Delta Ver.4 & Ver.5)	(2日間)	5/30(木) ~ 5/31(金)
拡散係数測定& DOSY コース (Delta Ver.4)	(1日)	4/24(水)、7/11(木)
拡散係数測定& DOSY コース (Delta Ver.5)	(1日)	4/25(木)、7/9(火)
固体緩和時間測定& ROSY コース (Delta Ver.5)	(1日)	8/7(水)

#### メンテナンスコース

メンテナンス コース (Delta Ver.4)	(1日)	6/26(水)
メンテナンス コース (Delta Ver.5)	(1日)	6/28(金)

- \* 初級コースは座学のみの講習です。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・応用コース・固体コースは、溶液 NMR 基本 1st コースを受講されてからのご参加をお勧めします。
- \* コース名に (Delta Ver.4 & Ver.5) とあるものは、Ver.4 と Ver.5 の講習を合同で行います。
- \* 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」をご参照ください。

### 講習会の感想

拡散係数測定 & DOSY コース(V4)コースを受講

講習会がいかに重要かわかった

実測定で問題であった部分が解決できた。今まで、自己流で行っていたが講習会がいかに重要かわかった。

疑問点をその場で聞け、大変わかりやすかったです。

産業機器メーカー S・N 様

溶液 NMR 基本 1st (V5) コースを受講

多くの疑問点が解決

座学、実習ともに分かりやすかったです。質問する時間が十分あり、多くの疑問点が解決しました。

大学研究室 K・T 様

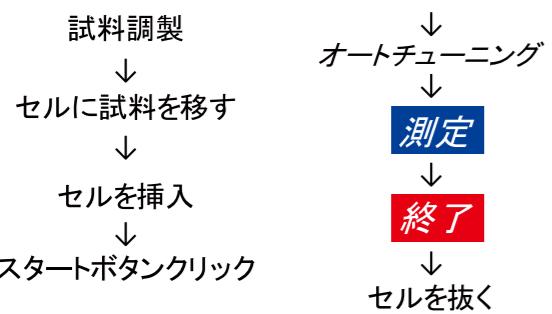
## 放射線照射殺菌された食品の判定支援プログラム－ESR法－

食品の放射線照射は有用な殺菌法として海外では認可されていますが、国内では馬鈴薯の芽止め以外は認可されていません。規制を実効性あるものとするため、国内ではこれまで2種類の照射食品検知法（2007年の熱ルミネッセンス法および2010年のアルキルシクロブタノン（ACB）法）が通知されてきましたが、昨年9月10日、3例目の検知法として厚生労働省から『ESRを用いた照射食品判定法』（対象は貝類および乾燥果実）※が通知されました。弊社では、本通知法に準拠した測定および解析支援プログラムを開発いたしました。

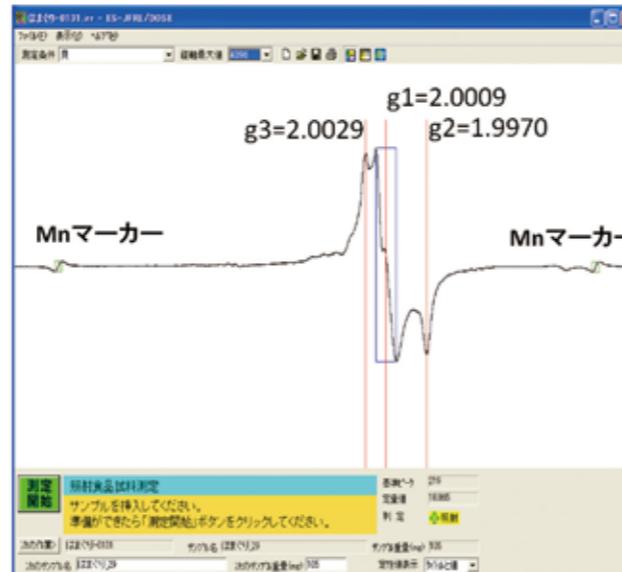
実際の測定では、各試料を規定の方法で処理し、一定量を専用のセルに入れてセルホルダーを装着、試料室に挿入します。スタートキーを押すと、自動的に測定を開始し判定結果をテーブルにまとめます。

**本ソフトウェアには、通知法に則った各試料の測定条件がインストールされています。**

### 測定の流れ



1kGy 照射ハマグリ貝殻で認められる信号



特有信号が検出されると  
判定マークを表示

判定結果テーブル（マンゴー）

判定結果テーブル（マンゴー）						
名前	重量(g)	基準号	定量値	△Hpp	△Hcc	判定
1	54	2424	20052	265	0.48	基準
マゴー1	500	62	0.008			
マゴー10	150	65	0.026			
マゴー12	135	65	0.029			
マゴー19	110	615	0.036			

試料ごとに照射判定の有無を表示しています。  
未照射試料では判定欄がブランクとなっています。

※食安発 0910 第 2 号（平成 24 年 9 月 10 日）



小型 ESR 装置  
**MA10**

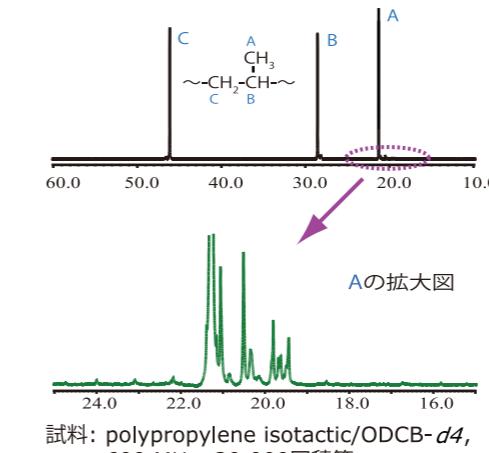
## 非常に高感度な極低温プローブ「UltraCOOL プローブ」

プローブ内部の検出コイルとプリアンプを極低温に保つことで、熱雑音を低減し非常に高感度に NMR 測定を行うことのできる UltraCOOL プローブを開発しました。このプローブで測定を行うと常温のプローブと比較し  $^{13}\text{C}$  NMR の測定時間を **1/25** まで短縮することが可能となります。

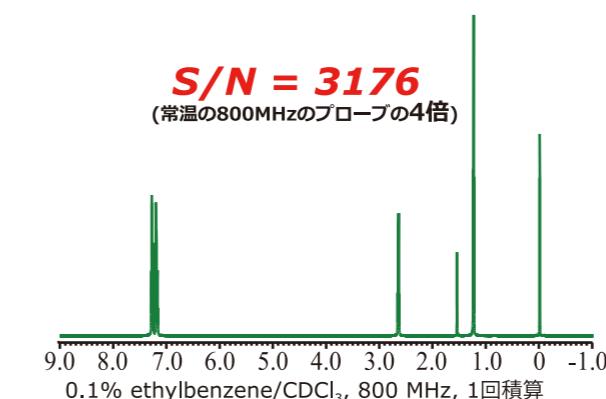
### 【UltraCOOL プローブの特長】

- ・常温プローブと比較し  $^1\text{H}$  の感度は 4 倍。 $^{13}\text{C}$  の感度でなんと 5 倍以上の高感度化を実現！
- ・オートチューニング対応、FG コイル内蔵で通常のプローブと同様に測定を行うことが可能！
- ・長時間の高温測定にも対応し、ポリマーの立体規則性の解析などに非常に有効！

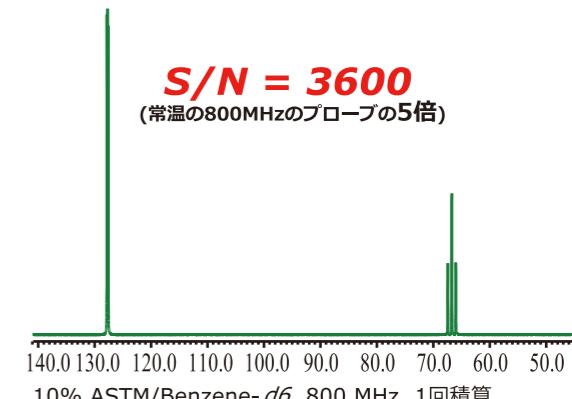
### 【150°Cの高温下での長時間測定】



### 【 $^1\text{H}$ 感度】



### 【 $^{13}\text{C}$ 感度】

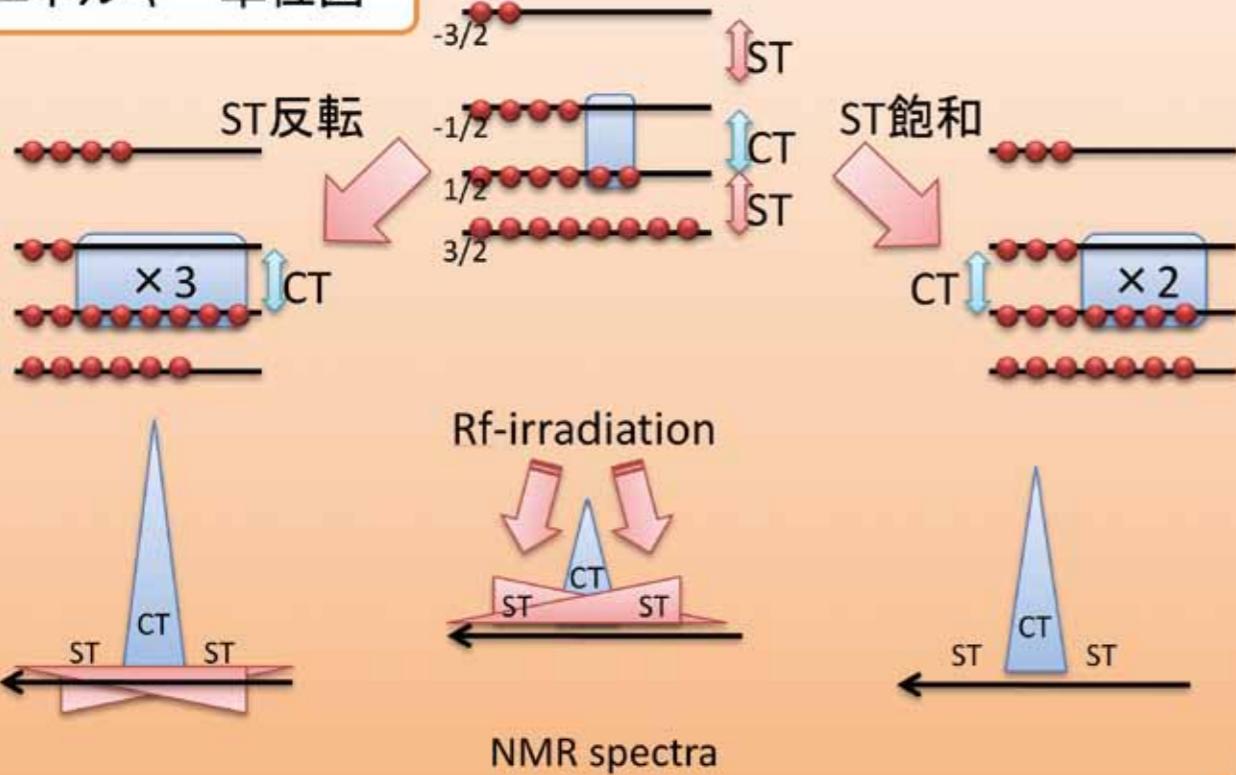


本開発の一部は、科学技術振興機構（JST）戦略的イノベーション創出推進プログラムの支援により進められました。

## 半整数四極子核 NMR の感度向上法：DFS と RAPT

半整数四極子核スピンの中心遷移(CT)の感度向上は、サテライト遷移(ST)を操作することにより実現します。許容される  $\Delta m = \pm 1$  の遷移は CT と ST に分類されますが、ST は一次の四極子相互作用によりブロードニングするのに対して CT はこのブロードニングを受けないことが知られています。このため、CT のオフレゾナンスに照射することにより、ST のみ操作することが可能になります。ST の飽和や反転は、ST の分極を CT に移動させ CT の分極増大につながります。

### エネルギー準位図



DFS: A.P.M. Kentgens, R. Verhagen, Chem. Phys. Lett. 300 (1999) 435-443.

RAPT: Z. Yao, H.T. Kwak, D. Sakellariou, L. Emsley, P.J. Grandinetti, Chem. Phys. Lett. 327 (2000) 85-90.

ST の反転はアディアバティックに周波数掃引することにより実現します。DFS (Dual Frequency Sweep) と呼ばれる周波数掃引強度変調 rf 磁場により、CT の両側の ST を同時に反転させることができます。静止試料  $\text{RbNO}_3$  の  $^{87}\text{Rb}$  ( $I = 3/2$ ) の NMR スペクトルの信号強度は DFS により 2 倍に増大しました。DFS は MAS のもとでも用いることができ、1.8 倍の感度向上が実現しました。MAS は ST 周波数に時間依存性を持たせるため、その他の ST 操作法が可能になります。この時間依存性のために RAPT (Rotor-Assisted Population Transfer) という単一周波数での強度変調パルスによる感度向上が実現し、1.6 倍の感度向上を記録しました。なお、MAS がなければ、RAPT はごく一部の ST を飽和させるだけとなり、静止試料ではほとんど感度向上の効果が得られないことに注意してください。RAPT は DFS と比べるとわずかに感度向上の効果が低いですが、調整するパラメーターが少ないので使いやすいシーケンスとなっています。

