高分解能 NMR マグネットで世界最高磁場を達成

－930 MHz 高分解能 NMR マグネットの稼働開始－

平成１６年４月１３日
独立行政法人物質・材料研究機構

１．概要

独立行政法人物質・材料研究機構（略称ＮＩＭＳ、理事長：岸　輝雄）強磁場研究センター（センター長：吉原一紘）では、株式会社神戸製鋼所（社長：犬伏泰夫、神戸本社：神戸市中央区脇浜町、東京本社：品川区北品川）と共同で、世界最高磁場 21.9 T（水素の共鳴周波数 930 MHz）で動作する高分解能 NMR マグネットを開発した（図１）。これまでの最高は、ＮＩＭＳと神戸製鋼所で共同開発した 21.6 T（920 MHz）である。

今回は、最内層コイル用線材として 16%スズ濃度のブロンズ法 Nb_3Sn（ニオブ・三・スズ）線材を開発したことで、線材の均一性を保ちつつ、細い線材で同じ電流値を流すことが可能となったことから、世界最高磁場を達成した。

ＮＩＭＳでは世界第１位、第２位の NMR（核磁気共鳴：Nuclear Magnetic Resonance）マグネット[1)] が整備されたことで、タンパク質の構造・機能解析など、今後も NMR 研究を強力に進めていく予定である。

なお、今回の研究成果は、４月１８日から米国カリフォルニア州で開催される第４５回核磁気共鳴実験に関する国際会議（Experimental Nuclear Magnetic Resonance Conference)、５月２４日から横浜国立大学で開催される低温工学・超電導学会などで発表される予定である。

２．これまでの研究背景

ＮＩＭＳでは、神戸製鋼所と共同で 2001 年に世界で初めて 920 MHz（発生磁場 21.6 T）で動作する高分解能 NMR マグネットを開発した。このマグネットは、独立行政法人理化学研究所と日本電子株式会社との共同研究の結果、世界最高の 920 MHz 高分解能 NMR スペクトロメータとして稼働し、未知のタンパク質試料に関する立体構造の決定などに活用されている。

NMR スペクトロメータは、磁場の増加に伴い感度と分解能が大幅に向上するため、一層の強磁場化が望まれており、世界各国で強磁場 NMR スペクトロメータの開発が進められている。

NMR マグネットに使用される超伝導線材は、性能のほぼ限界付近で使用されているため、更なる強磁場化のためには新たな材料の開発が不可欠な状況である。特に、NMR マグネットでは強磁場で流せる電流の大きさのほかに、線材の均一性、形状、超伝導状態を保った状態での線材同士の接続といった条件を満足する必要がある。このため、ＮＩＭＳでは神戸製鋼所と共同で NMR マグネット用超伝導線材の開発・高性能化を進めてきた。

３．今回の研究成果

今回開発した 930 MHz 高分解能 NMR マグネットは、２年前から稼働している 920 MHz 高分解能 NMR マグネットを基本として、新たに開発した線材を最内層コイルへ適用している（図２）。

図３に示すように、Nb_3Sn 線材はブロンズ法という旧金属材料技術研究所（現ＮＩＭＳ）で開発された方法で作製されている。この方法は、ブロンズ中のスズ濃度を増加することにより、生成する Nb_3Sn が増加し、より多くの電流を流せるが、スズ濃度の増加とともに線材の加工中に亀（き）裂が生じ、断線に至ることが多いため 13 wt.%程度に抑えられていた。先に開発した 920 MHz 高分解能 NMR マグネットでは、ブロンズ中のスズ濃度を 15 wt.%まで増加して、世界最高磁場を達成した。

ブロンズ中のスズの固溶限は 15.8 wt.%であり、それ以上では最初からスズが析出した状態となる。今回の最高磁場の更新は、この固溶限を超えた 16 wt.%スズ濃度のブロンズを使用し、かつ極めて高い線材の均一性が要求される NMR マグネット用の線材を作製することにより達成された。線材の特性が向上したことで、より細い線材で同じ電流値を流すことが可能となることから、磁場の発生効率が向上した。

今回開発したマグネットは、昨年９月３０日に竣工した桜地区の第二 NMR 実験棟に設置され、これまでの記録を更新する 930.7 MHz（発生磁場 21.9 T）で永久電流モードの運転を本年３月２４日から開始した。発生磁場 21.9 T は、NMR マグネットだけでなく室温の試料空間を有する超伝導マグネット全体で世界最高の値である（図４）。

４．波及効果

ブロンズ中の固溶限を超えるスズ濃度でも NMR マグネットに使用できる線材を開発し、実際にマグネットとしてその性能を実証した。この成果を踏まえて、さらに高いスズ濃度の線材を開発し、より高い磁場を発生する見通しが得られた。

現在、先端計測分析技術・機器開発の重要性が認識されているが、国産の技術によって NMR という重要な計測機器の最上位機種が開発されたことは、極めて重要な意義を有している。先に開発された 920 MHz NMR スペクトロメータは、その優れた性能から分子科学研究所にも設置され、その導入について諸外国からも問い合わせがある。さらに上位の 930 MHz NMR 用マグネットが開発されたことは、わが国の NMR スペクトロメータの開発を一段と加速することになると期待される。

５．今後の展望

ＮＩＭＳ桜地区の第一 NMR 実験棟、第二 NMR 実験棟には、930 MHz 及び 920 MHz という世界第１位、第２位の最上位機種を含めて５台の NMR マグネットが設置され、国内有数の NMR 施設となっている（図５）。これらは共同利用施設として既に一部開放されており、以下の研究を通して NMR 研究を強力に推進していく予定である。

・タンパク質の構造・機能解析
（理化学研究所ゲノム科学総合研究センターとの共同研究）
・強磁場固体 NMR の開発と固体触媒など材料研究への適用
・超伝導線材の開発による NMR スペクトロメータの一層の強磁場化

＜用語説明＞

１）NMR マグネット及び NMR スペクトロメータ

NMR スペクトロメータは大きく外部磁場を発生するマグネット（NMR マグネット）とプローブを含む分光計システムから構成される（補足図１）。

NMR マグネットは MHz（メガヘルツ）という周波数の単位で呼ばれるため誤解されやすいが、発生する磁場は時間的に一定である。さらに、測定する試料全体に対して磁場は均一でなくてはならない。この一様な磁場に置かれた試料に対して、ある周波数の電磁場を加えると、特定の原子核との間で共鳴現象（核磁気共鳴：Nuclear Magnetic Resonance）が起こる。代表的な水素の原子核の場合、2.3487 T の磁場中で 100 MHz の周波数の電磁場に共鳴する。共鳴する周波数は磁場に比例することから、この９倍の 21.1 T の磁場を発生するマグネットを 900 MHz のマグネットと称する。

分子を構成する原子は、同じ核種でも分子中での位置が異なると、化学結合の違いなどによってそれぞれの原子核の感じる磁場が微妙に異なり、それが得られるスペクトルに反映される。これを観測してタンパク質などの構造を決定していく。

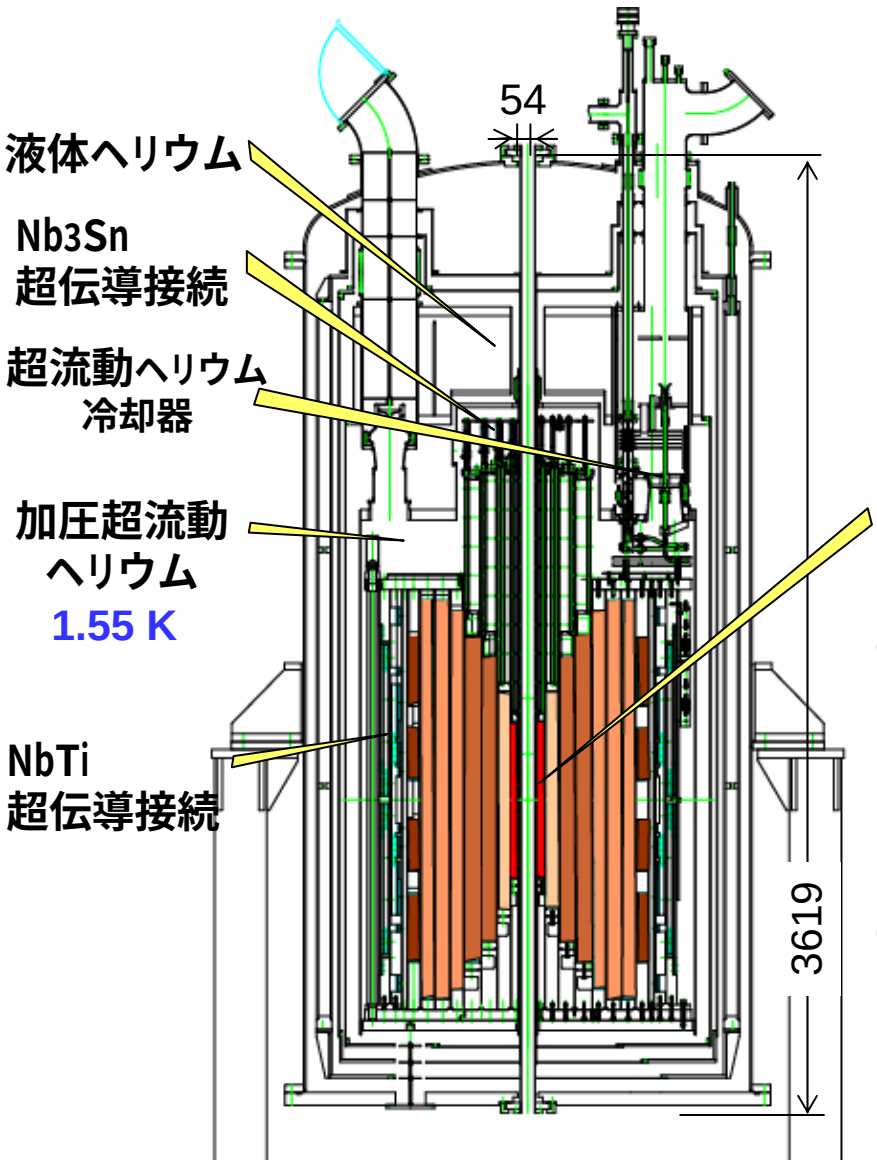
磁場が大きくなり、対応する共鳴周波数が増加すると感度と分解能が向上するため、より微細な構造の決定や微量試料の分析が可能となる。また分子量の大きなタンパク質は NMR による構造解析が困難であるという欠点があるが、これを克服する有力な手段が磁場の増加である。特に最近、解析可能な分子量を劇的に増加する新しい測定方法が提案された（TROSY 法）。本手法は磁場の増加とともに分解能を劇的に向上し、1.04 GHz（24.4 T）の辺りで最も有効とされているため、磁場の増加に大きな期待が寄せられている。

NMR マグネットは測定時間中に磁場が変化することが許されない（100 年間運転しても磁場変化が 1 %以下）。このため、電気抵抗ゼロで電流が減衰せず、磁場が変動しない超伝導の特長（永久電流）が利用される。従って、NMR マグネットでは、超伝導線材を接続する技術（接続箇所で抵抗が発生）が非常に重要である。また、分子内の化学結合などによる微少な磁場の変化を観測するため、外から試料に加える磁場は均一であることが要求される。

（問い合わせ先）
〒305-0047　茨城県つくば市千現１－２－１
独立行政法人物質・材料研究機構
広報室　　TEL：029-859-2026　FAX：029-859-2017

（研究内容に関すること）
独立行政法人物質・材料研究機構
強磁場研究センター　磁場発生技術グループ
グループリーダー　木吉　司　TEL：029-863-5526
研究員　　松本真治　TEL：029-863-5524

図1　930 MHz**高分解能**NMR**マグネット本体**



最内層コイル

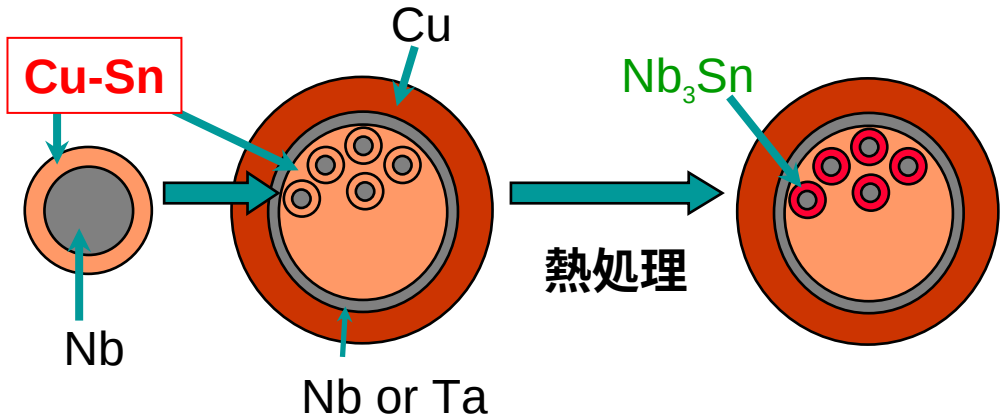
ブロンズ法(Nb,Ti)3Sn線材

920 MHz高分解能NMRマグネット
マトリクス: Cu-15wt%Sn-0.3wt%Ti
3.5 mm × 1.75 mm

930 MHz高分解能NMRマグネット
マトリクス: Cu-16wt%Sn-0.3wt%Ti
2.8 mm × 1.83 mm

図2　マグネット断面模式図と最内層コイル用線材

ブロンズ法による
Nb_3Sn線材の製造法



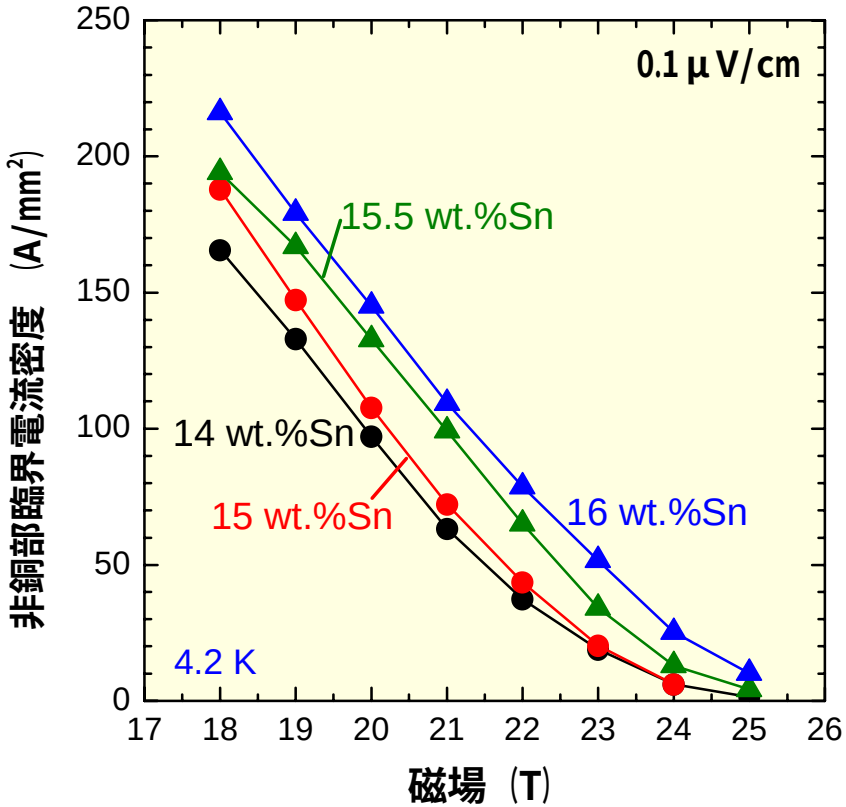


図3　ブロンズ法によるNb_3Snの製造法とスズ (Sn) 濃度の効果

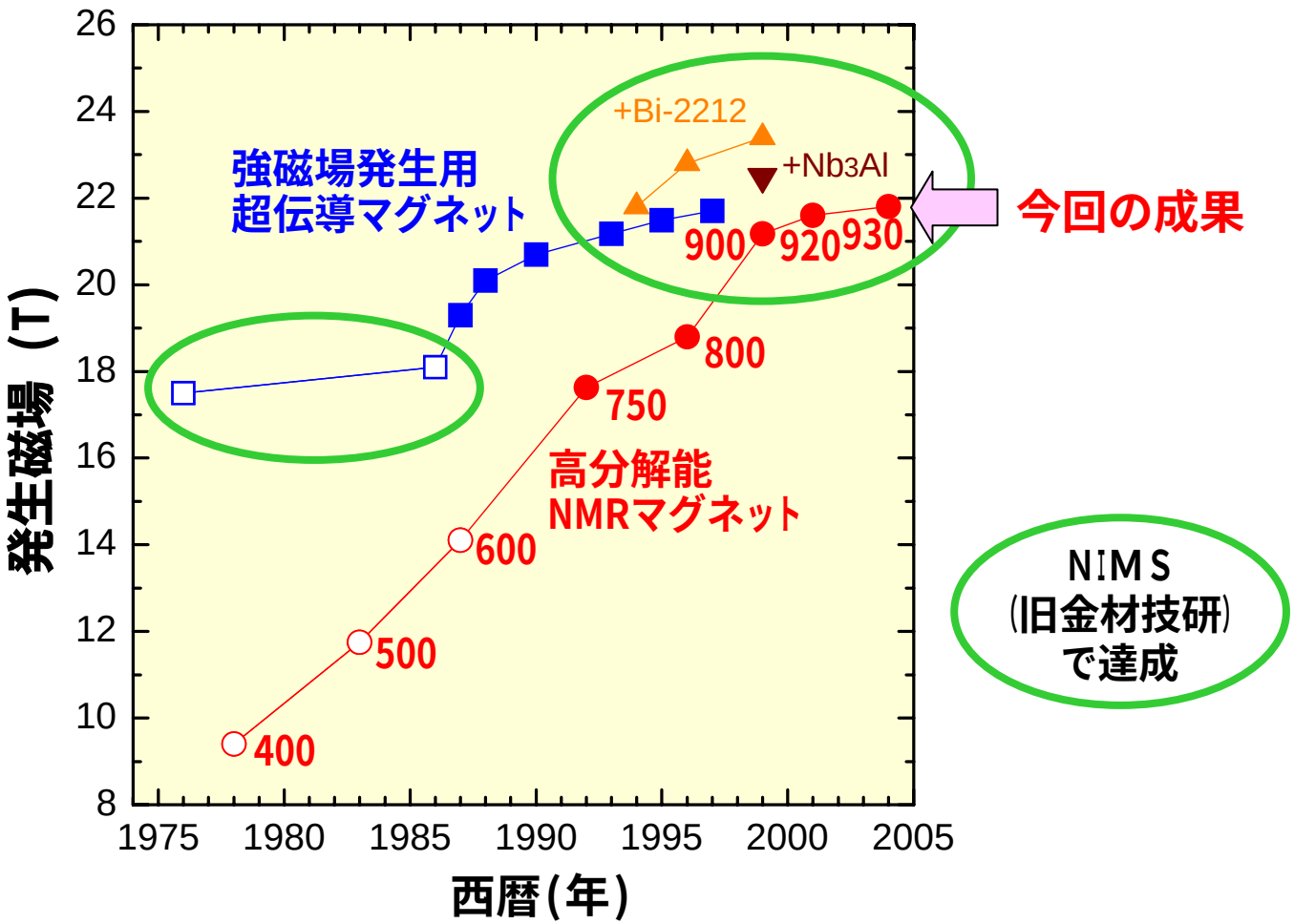


図4　NMRマグネットの発生磁場の推移

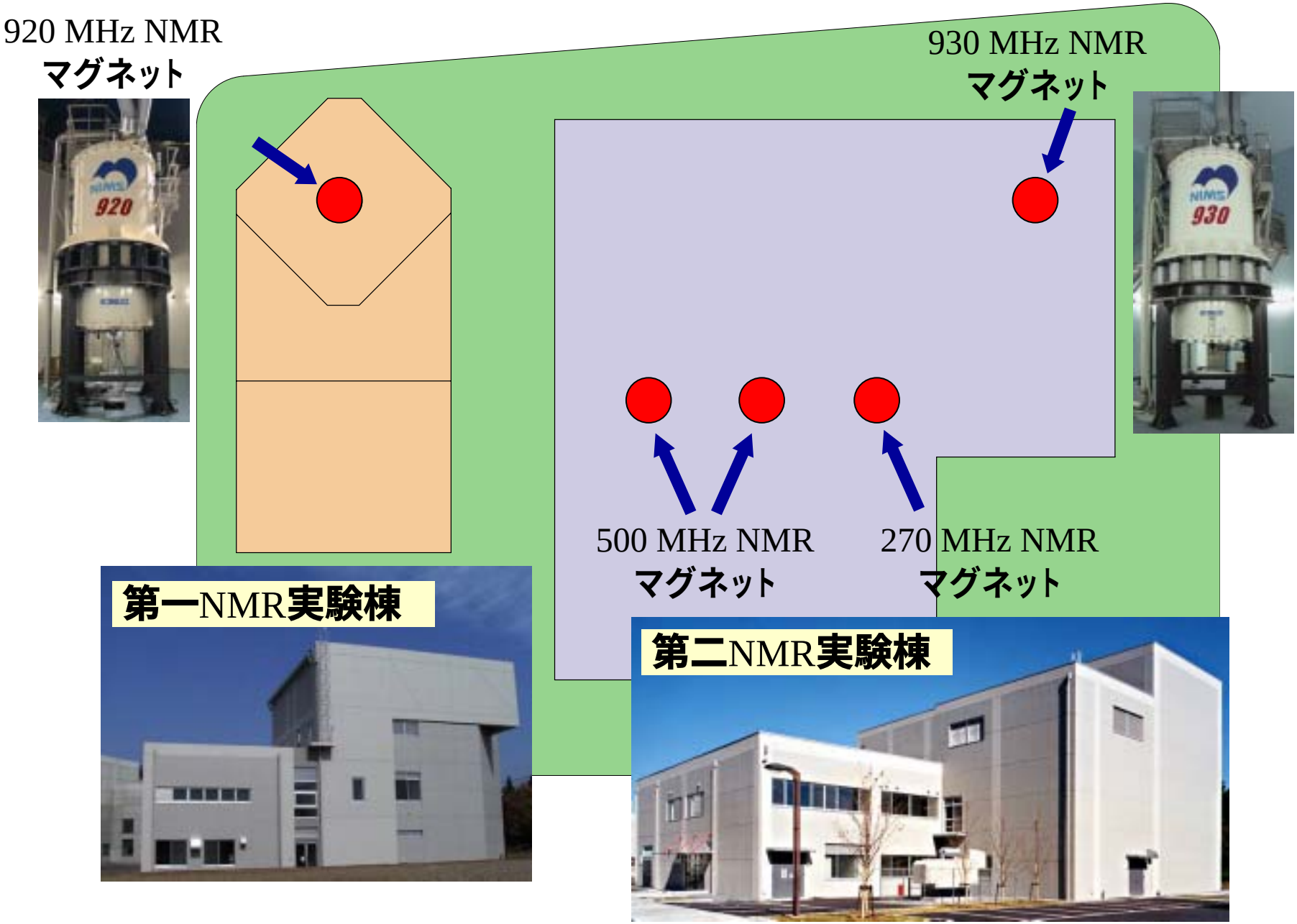
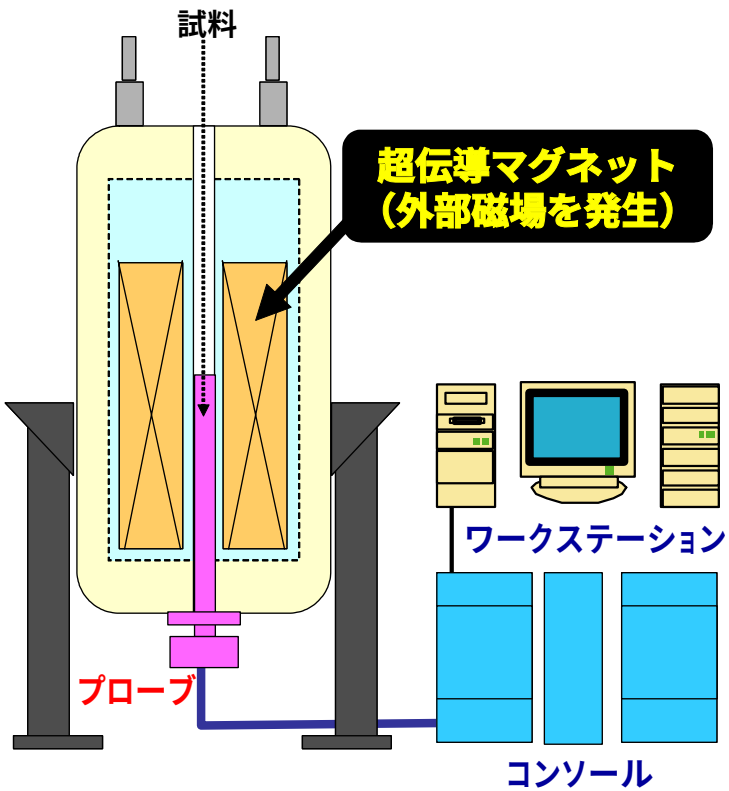
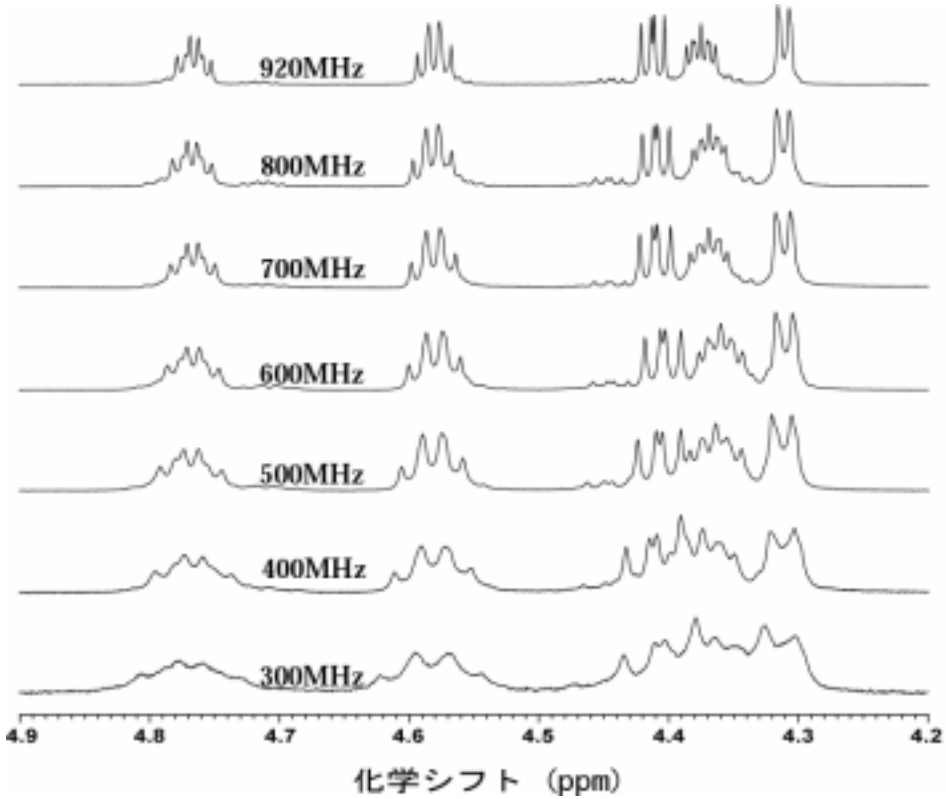


図5　桜地区のNMRマグネット



NMRスペクトロメータの構成



強磁場のメリット

- 測定時間の短縮
- 微少試料の測定
- 分子量の増加（特にタンパク質）
- 測定核種の増加（固体NMR）

補足図1　NMRスペクトロメータの構成と強磁場のメリット