

核磁気共鳴計測用の微小サンプル管の形状設計

Design of micro-sample tube for NMR spectroscopy

樋沢 拓真¹, 高橋雅人², 岩瀬英治¹ (¹早稲田大学, ²理化学研究所)Takuma Hizawa¹, Masato Takahashi², Eiji Iwase¹ (¹Waseda University, ²RIKEN)

Email: hizawa@iwaselab.amech.waseda.ac.jp

本研究の目的は、現行の核磁気共鳴 (NMR) 装置を用いて NMR 信号が取得可能であり、かつ試料室の容積が数 μL 程度の微量試料用サンプル管の形状設計を行うことである。NMR 信号の取得には、試料室内の磁場均一性が重要となる。現行の NMR 装置では、直径 5 mm、長さ数十 mm (容積数百 μL) の試料室内の磁場を均一にするために、磁場補正用コイルが設置されている。しかし、より小さな試料室の場合、サンプルと試料室の磁化率の差に起因する磁場不均一性が小さな試料室近傍で発生するため、現行の磁場補正用コイルでは補正できない。そのため、希少かつ微量な試料の測定を現行の NMR 装置で行う際には試料を薄めて計測しているが、NMR 信号が微弱となるため好ましくない。そこで、試料室内の磁場乱れが小さくなるような微小サンプル管の形状設計を行った。

微小サンプル管の試料室の容積は 1 μL 程度とし、測定の容易さのため直径 5 mm の標準的なサンプル管に入るように設計した (Fig.1(a)). 材料には外部磁場を大きく乱さないよう試料と同じオーダの磁化率をもち、水素原子を含まない素材である polytetrafluoroethylene (PTFE) を使用した。微小サンプル管のサイズは空気と PTFE の境界面での磁場乱れの影響を現行の補正用コイルで補正できるようにするため、現行の試料室のサイズ (直径 5 mm、長さ数十 mm) と同等とした。一般には、外部の磁場が一樣磁場であったとしても、サンプルの入った試料室内の磁場は均一とは限らない。しかし、外部が一樣磁場の場合、試料室が球形状、無限に長い円柱形状であると、内部磁場が均一となることが解析的に知られている^[1]。そのため、球形状、円柱形状をサンプル管形状の候補とした (Fig.1(b), (c)). また実際の円柱の長さは有限であり、円柱の端面の影響を小さくするために円柱の端を半球形状にしたカプセル形状を作成し (Fig.1(d)), 円柱形状と比較した。微小サンプル管の試料室を超純水 ($\chi = -9.05 \times 10^{-6}$) で満たし、磁束密度 11.74 T (500 MHz) の一樣磁場を印加した際の NMR スペクトルを実測した (Fig. 2)。試料室内の磁場が均一であるほど NMR スペクトルの半値幅は狭くなるが、実測の結果では、球形状が 30 ppb で最も狭く、以下カプセル形状、円柱形状の順であった。NMR 計測において求められる 2 ppb 程度の半値幅には至らなかったが、その理由としてはサンプルを注入するための注入口が磁場を乱していることが要因として考えられる。

[1] Simon C.-K. Chu *et al.*, Magnetic Resonance Medicine 13, pp. 239-262, 1990.

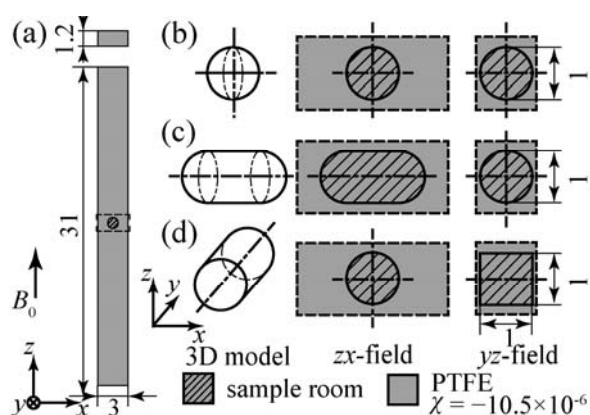


Fig. 1 微小サンプル管の形状 (a) サンプル管全体 (b) 球形状 (c) カプセル形状 (d) 円柱形状

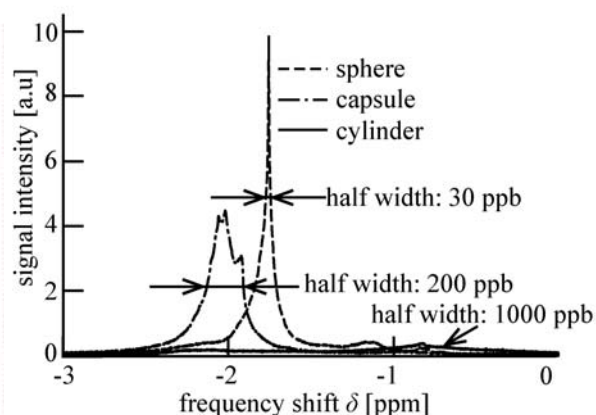


Fig. 2 微小サンプル管に超純水を封入した場合の様々な形状の NMR スペクトル