HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	職場・業務紹介 GC-MS・NMR測定室
Author(s)	渡部, 賢二; 福士, 江里
Citation	北海道大学農学部技術部研究・技術報告, 1, 70-71
Issue Date	1994-03
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/35277
Type	departmental bulletin paper
File Information	1_p70-71.pdf

Hokkaido University Collection of Scholarly and Academic Papers : HUSCAP

ＧＣ－ＭＳ・ＮＭＲ測定室　渡部　賢二・福士　江里
（技術部　作物・分析系　共同利用班）

◆職場紹介

農学部では昭和４５年度文部省科学研究費補助金により大型分析機器のガスクロマトグラフー質量分析計（日立製ＲＭＳ－４型ＧＣ－ＭＳ）の購入に続き、次年度同研究費補助金により核磁気共鳴装置（日立製Ｒ－２２型ＮＭＲ、９０ＭＨｚ）も購入され、農学部ＧＣ－ＭＳ及びＮＭＲ委員会が発足した。ＧＣ－ＭＳ・ＮＭＲ測定室は昭和６０年度の農学部増改築により設けられたが、その間６０ＭＨｚＮＭＲ、ＧＣ－ＭＳの２号機、３号機、高分解能質量分析装置が設置され、その後昭和６２年度には５００ＭＨｚＮＭＲ、平成３年度には２７０ＭＨｚＮＭＲが設置された。ＧＣ－ＭＳの１号機、２号機、６０ＭＨｚＮＭＲ，９０ＭＨｚＮＭＲは既にない。現在ＧＣ－ＭＳの３号機（ＪＥＯＬ　ＤＸ－３００）、高分解能質量分析装置（ＪＥＯＬ　０１ＳＧ－２）の２台の質量分析装置と、５００ＭＨｚ（ＢＲＵＫＥＲ　ＡＭ－５００）、２７０ＭＨｚ（ＪＥＯＬ　ＥＸ－２７０）の２台の核磁気共鳴装置の計４台が学部共通の分析装置として、農学部はもとより全学からの測定依頼に応じ、その役割を果たしてきた。

現在、技官は２名。

◆仕事内容

依頼測定

質量分析（ＭＳ）装置

測定方法

・ＥＩ－ＭＳ	Ｄｉｒｅｃｔ又はＩｎｄｉｒｅｃｔ。
・ＥＩ－ＨＲ－ＭＳ	ＥＩのミリマス測定。
・ＧＣ－ＭＳ	揮発性混合物の測定。
・ＧＣ－ＨＲ－ＭＳ	ＧＣのミリマス測定。
・ＦＤ／ＦＩ－ＭＳ	ＥＩで測定不可能な化合物の測定。
・ＦＩ－ＨＲ－ＭＳ	ＦＩのミリマス測定。
・ＦＡＢ－ＭＳ	ＦＡＢイオン化法による測定。
・マス・ライブラリー・サーチ	ＥＩ、ＧＣ－ＭＳにおいて、測定データーと類似度の高いデータをパブリックライブラリの中から検索。

核磁気共鳴（ＮＭＲ）装置

測定方法

・プロトン	通常測定	重水添加　デカップリング
・カーボン	ＣＯＭ	ＤＥＰＴ

・特殊測定

温度可変測定	：	高温および低温での測定。
ＨＧＤＥＣ	：	溶媒ピークの選択的除去。
ＮＯＥＤＳ	：	ＮＯＥ差スペクトル。核オーバーハウザー効果による空間的に近いプロトンの検出。

HH　COSY	：	$^{1}H-^{1}H$シフト相関二次元スペクトル。プロトンのネットワークの検出。
HMQC、CH　COSY	：	$^{1}H-^{13}C$シフト相関二次元スペクトル。直結したプロトンとカーボンの結合を検出。
HMBC、COLOC	：	同上。二、三結合を介したプロトンとカーボのロングレンジ相関を検出。
selective　INEPT	：	特定のプロトンと二、三結合を介したカーボンの検出。
INADEQUATE	：	$^{13}C-^{13}C$相関スペクトル。カーボンの結合ネットワークの検出。
NOESY、ROESY	：	NOE相関二次元スペクトル。NOEによるプロトンのネットワークを検出。
T_1測定	：	縦緩和時間の測定。
HOHAHA	：	プロトンのネットワークの検出

・多核（^{1}H、^{13}C以外の核）や上記以外の測定法は新しく発表されたものも含め、必要に応じてパルスプログラムの作成および条件検討を行い依頼測定を受け付けられるようにする。

◆施設、設備、面積等

２.５スパンの中に測定室、ヘリウム回収室、空調機器室がある。

測定室内には下記の三台の分析装置が設置されている。

質量分析装置２台　（ＪＥＯＬ　ＤＸ－３００、ＪＥＯＬ　０１ＳＧ－２）

核磁気共鳴装置１台（ＢＲＵＫＥＲ　ＡＭ－５００）

※ＪＥＯＬ　ＥＸ－２７０は別の部屋に設置されている。

◆悩みや困っていること

近年の分析機器の進歩発展はめざましく、購入された最先端の機種が数年で古いタイプになり、１０年と言わずメーカーの生産ラインからはずされる。交換部品の確保も難しくなり、中には、保守契約の対象からはずされるものもある。かといって、高価なものなので簡単に新機種には更新されない。従って、年数の経った機種は感度や分解能等の精度をベストに近い状態に保ち、信頼のおけるデーターを得るため、メンテナンスと新しい手法のサポートに苦心している。

◆今後の方向または希望

学部内はもとより全学からも利用されている共同利用施設として、今後益々その役割を担って発展させていくために、進歩の速い機器分析の専門知識や技術を修得していくことのみならず、機会があれば技術開発、発表も行っていきたい。