

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2007-187544  
(P2007-187544A)

(43) 公開日 平成19年7月26日(2007.7.26)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>GO 1 R 33/30 (2006.01)</b>	GO 1 N 24/02 5 1 O E	
<b>GO 1 R 33/32 (2006.01)</b>	GO 1 N 24/04 5 1 O F	
<b>GO 1 R 33/3875 (2006.01)</b>	GO 1 N 24/06 5 2 O J	

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2006-5651 (P2006-5651)	(71) 出願人	000005108 株式会社日立製作所 東京都千代田区丸の内一丁目6番6号
(22) 出願日	平成18年1月13日 (2006.1.13)	(74) 代理人	110000350 ポレール特許業務法人
(出願人による申告) 平成17年度文部科学省、新方式NMR分析技術の開発(新方式NMRシステム技術の開発)委託研究、産業再生法第30条の適用を受けるもの		(72) 発明者	土屋 貢俊 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内
		(72) 発明者	岡田 道哉 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内
		(72) 発明者	飯田 文雄 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内

最終頁に続く

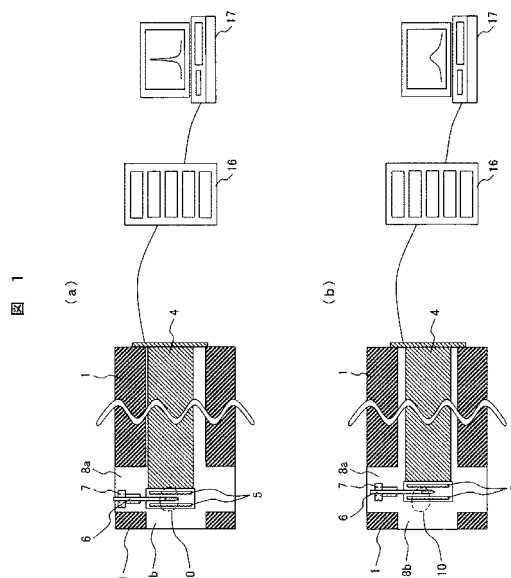
(54) 【発明の名称】 NMR装置およびその位置決め方法

(57) 【要約】

【課題】 スプリット型マグネットを備えるNMR装置の均一磁場空間が狭く、プローブの高精度の位置決めが困難がある。

【解決手段】 プローブコイル5の中心の位置決めは、まず、NMRプローブ4を水平ポア8bから挿入して適当な位置に設置する。この位置においてサンプル管6を垂直ポア8aから挿入し、プローブコイル5からNMR信号を測定する。NMR信号測定装置16はプローブコイル5からのNMR信号を増幅し、A/D変換してNMRスペクトル信号を求め、NMR信号解析装置17はNMRスペクトル信号を比較する。これを繰り返し、最もスペクトルの先鋭度の大きい、つまり磁場均一度の高い位置にプローブを設定する。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

スプリット型マグネットに設けられた一方のボアに NMR プローブ、他方のボアにサンプル管を挿入する NMR 装置の位置決め方法において、

NMR 信号から得られる周波数スペクトルの先鋭度に基づいて NMR プローブの位置を決定することを特徴とする NMR 装置の位置決め方法。

## 【請求項 2】

請求項 1 において、前記 NMR プローブの先端であるプローブコイルの位置を変更し、前記プローブコイルから受信した NMR 信号の周波数スペクトルの先鋭度が高く、前記プローブコイルが配置されている位置の磁場均一度が最適となるように NMR プローブの位置を決定することを特徴とする NMR 装置の位置決め方法。 10

## 【請求項 3】

請求項 1 において、前記サンプル管に装着されるサンプルは NMR スペクトル形状が既知である模擬サンプルであることを特徴とする NMR 装置の位置決め方法。

## 【請求項 4】

請求項 1 において、前記 NMR プローブを挿入するボアにシムコイルが配置されており、前記決定された NMR プローブの位置において、前記シムコイルによる磁場均一度の調整を行うことを特徴とする NMR 装置の位置決め方法。

## 【請求項 5】

スプリット型マグネットと、該マグネットに設けられた一方のボアに NMR プローブ、他方のボアにサンプル管を備える NMR 装置において、 20

前記 NMR プローブの先端であるプローブコイルから受信した NMR 信号の周波数スペクトルの先鋭度が高く、前記プローブコイルの配置位置の磁場均一度が最適となるように決定された前記配置位置に NMR プローブを設定するように構成されたことを特徴とする NMR 装置。

## 【請求項 6】

請求項 5 において、前記サンプル管は予め前記 NMR プローブに設置しておくことを特徴とする NMR 装置。

## 【請求項 7】

請求項 5 において、前記 NMR プローブの回転方向と軸方向の位置を調整するために、クライオスタットに 2 枚のフランジを組み合わせ、外側フランジは軸方向の移動を可能とするように取り付け、内側フランジは前記 NMR プローブと固定され、かつ外側フランジと軸方向の相対位置を変えずに任意の角度に固定できる、プローブ位置調整機構を備えていることを特徴とする NMR 装置。 30

## 【請求項 8】

請求項 5 において、前記スプリット型マグネットに巻かれて互いに対向するコイルは、超電導コイルであることを特徴とする NMR 装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、スプリット型マグネットと多軸ボアを有する NMR 装置に関し、特に NMR プローブの位置決め方法に関する。 40

## 【背景技術】

## 【0002】

NMR 装置は測定試料を均一磁場空間に設置し、ラジオ波を照射して生じる核磁気共鳴現象を試料を取り巻くコイルで測定する装置であり、固体物理、化学、生物などの広い分野で応用されている。近年では、測定試料が複雑な分子構造を持つタンパク質のようなものでも、NMR 信号によって構造解析ができるように高感度化が図られている。

## 【0003】

高感度化の方法として、測定試料を設置する均一磁場空間の磁場強度を強くする方法と 50

プローブコイルの形状を変更する方法が知られている。前者は磁場を発生するマグネットに超電導線材を使用し、その特性を向上させることによって高感度化を実現させるものであり、後者は従来の鞍型や鳥籠型からソレノイド型に変更し、形状効果によりNMR信号の検出効率を高めるものである。

【0004】

ソレノイド型プローブコイルを用いてNMR信号を測定するためには、プローブコイルの軸方向と均一磁場空間の方向が垂直でなければならない。プローブコイルの中にサンプル管を挿入することを考えると、従来のソレノイド型マグネットを用いたNMR装置では、均一磁場の方向とサンプル管挿入方向が同軸であるため実現は困難である。

【0005】

そこで、超電導マグネット構成としたスプリット型マグネットを用いたNMR装置が検討されている。スプリット型マグネットはプローブなどを挿入する空間(ボア)を複数の軸方向に設置することができる。スプリットマグネットの中心軸に開けられた水平ボアからプローブコイルを挿入し、スプリットギャップ部に上下方向に開けられた垂直ボアからサンプル管を挿入し、これらをボア中心周辺の均一磁場空間に設置する。これによって、ソレノイド型コイル中にサンプル管を設け、NMR信号を測定することが可能になる。

【0006】

また、NMR信号を高感度で測定するためには、均一磁場空間にプローブコイルとサンプル管を精度良く設置する必要がある。これはスプリット型マグネットに限らずソレノイド型マグネットを備えたNMR装置においても同様であり、サンプル管に取り付けるスピナの形状や装置治具によって軸方向に正確に位置決めする方法が、特許文献1などに提案されている。

【0007】

【特許文献1】特開2002-311118号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

スプリット型マグネットを備えたNMR装置においても、狭い均一磁場空間にプローブコイルとサンプル管を精度良く設置することが必要である。一般的には図3のように、NMRプローブ4を挿入する水平ボア8bの軸とサンプル管6を挿入する垂直ボア8aの軸の交点をボア中心9と定め、このボア中心9でNMR測定を行う。そのため、ボア中心9とプローブコイルの中心が一致するようにプローブが設計され、一致した中心とサンプル測定領域の中心12もほぼ一致するように設計される。さらに、均一磁場空間10もこの中心位置を基準に設計される。

【0009】

しかしながら、実際にはプローブやサンプル管挿入機構自体の製作精度、ならびに水平ボアおよび垂直ボアの製作精度から、ボア中心とサンプル中心を一致させることが難しい。また、スプリットマグネットはコイル端部が磁場中心位置に近い位置に設置されるため、コイル製作時あるいは据付時の公差による不整磁場がソレノイド型マグネットに比べて大きく、均一磁場空間をサンプル測定領域に比べて大きく取ることができない。そのため、ボア中心とプローブコイル中心とサンプル中心を狭い均一磁場空間内で一致させるように設計しても、その実現は非常に困難を極めるという課題がある。

【0010】

本発明の目的は上記課題を解決し、位置精度が高く容易にNMR信号を測定できる、スプリット型マグネットを備えるNMR装置及びその位置決め方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0011】

上記目的を達成するために本発明は、スプリット型マグネットに設けられた一方のボアにNMRプローブ、他方のボアにサンプル管を挿入するNMR装置の位置決め方法において、NMR信号から得られる周波数スペクトルの先鋭度に基づいてNMRプローブの位置

10

20

30

40

50

を決定することを特徴とする。

【0012】

また、前記NMRプローブの先端であるプローブコイルの位置を変更し、前記プローブコイルから受信したNMR信号の周波数スペクトルの先鋭度が高く、前記プローブコイルが配置されている位置の磁場均一度が最適となるようにNMRプローブの位置を決定することを特徴とする。

【0013】

本発明のNMR装置は、スプリット型マグネットと、該マグネットに設けられた一方のボアにNMRプローブ、他方のボアにサンプル管を備えるものであって、前記NMRプローブの先端であるプローブコイルから受信したNMR信号の周波数スペクトルの先鋭度が高

10

【0014】

前記サンプル管は予め前記NMRプローブに設置しておくことを特徴とする。

【0015】

また、前記NMRプローブの回転方向と軸方向の位置を調整するために、クライオスタットに2枚のフランジを組み合わせ、外側フランジは軸方向の移動を可能とするように取り付け、内側フランジは前記NMRプローブと固定され、かつ外側フランジと軸方向の相対位置を変えることなく任意の角度に固定できる、プローブ位置調整機構を備えているこ

20

【0016】

前記スプリット型マグネットに巻かれて互いに対向するコイルは、超電導コイルであることを特徴とする。

【0017】

磁場均一度の優れた空間にて測定されたNMR信号は、周波数スペクトルに変換するとそのピークの部分が非常に急峻になる。そのため、周波数スペクトルの先鋭度に基づいてNMRプローブの位置を決定する本発明により、ボア中心とプローブコイルの中心あるいはサンプル中心とが一致している必要がなく、製作精度に起因する位置決め

30

【0018】

さらに、スプリット型マグネットの製作公差あるいは据付公差によって均一磁場空間が非常に狭く複雑な形状をしていたり、当初設計した位置からずれていた

【発明の効果】

【0019】

本発明によれば、NMR装置の測定位置が多軸ボアの物理的中心位置に固定されず、最適位置に設定できるので、必要とする均一磁場発生空間内での測定が容易に実現できる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0020】

以下、本発明の複数の実施形態について図面を参照しながら詳細に説明する。

40

【実施例1】

【0021】

図2は本発明を適用するNMR装置のスプリット型マグネットとその近傍の構成図である。スプリット型マグネット1は共通の中心軸上に巻かれた超電導コイル1、1が対抗して配置され、プローブ4などを挿入する空間(ボア)を複数の軸方向に設置することができる。スプリットマグネット1の中心軸に開けられた水平ボア8bからプローブコイル5bを挿入し、スプリットギャップ部に上下方向に開けられた垂直ボア8aからスピナを取り付けたサンプル管6を挿入し、これらをボア中心9周辺の均一磁場空間10に設置する。これによって、ソレノイド型コイル中にサンプル管を設け、NMR信号を測定することが可能になる。NMR信号を高感度で測定するためには、均一磁場空間内にプローブコイ

50

ル 5 とサンプル管 6 を設置することが重要である。

【 0 0 2 2 】

図 1 は、本発明の一実施例によるプローブコイルの位置決め方法を示す概略の構成図である。スプリットマグネット 1 とその水平中心軸に開けられた水平ボア 8 b、スプリットマグネット 1, 1 間のスプリットギャップ部に上下方向に開けられた垂直ボア 8 a からなる十字ボアを備えた NMR 装置のボア中心 10 の周辺を示している。NMR プローブ 4 はコイルは水平ボア 8 b に対し、またサンプル管 6 は垂直ボア 8 a に対し、それぞれ挿入位置を調整できるように構成されている。

【 0 0 2 3 】

プローブコイル 5 の中心の位置決めは、まず ( a ) のように、NMR プローブ 4 を水平ボア 8 b から挿入して適当な位置に設置する。このプローブ位置において NMR 信号が測定できるように、サンプル管 6 を垂直ボア 8 a から挿入し、プローブコイル 5 が NMR 信号を測定する。NMR 信号測定装置 16 はプローブコイル 5 からの NMR 信号を増幅し、A/D 変換して NMR スペクトル信号を求め、NMR 信号解析装置 17 に渡す。PC や表示装置を備える NMR 信号解析装置 17 は、NMR スペクトル信号を比較し、最もスペクトルの先鋭度の大きいプローブコイル中心位置を探索する。( b ) のように、NMR プローブ 4 の位置を動かして、その位置においてサンプル管 6 を設置して NMR 信号を測定し、これを繰り返し行なって、各プローブ位置における NMR スペクトル信号を比較し、最も先鋭度の大きい、つまり磁場均一度の高い位置にプローブを設定する。

10

【 0 0 2 4 】

サンプル測定領域での磁場均一度が優れているほど、高感度の NMR 信号の測定が可能になる。このため、各プローブ位置における測定結果 ( NMR スペクトル信号 ) を比較することで、各プローブ位置における磁場均一度、すなわち測定に必要な磁場均一度が満たされている空間位置が明らかになる。そこで、磁場均一度の最も高い位置に NMR プローブコイル 5 の中心位置を設置することで、高感度の NMR 装置が実現できる。

20

【 0 0 2 5 】

具体的に NMR スペクトル信号を比較する方法としては、磁場均一度の優れた空間に設置したサンプルから測定した NMR スペクトルは、図 1 ( a ) に示すように、ピークが急峻になる。一方、磁場均一度の劣る空間に設置したサンプルから測定した NMR スペクトルは、図 1 ( b ) に示すように、ピークが低く傾斜がなだらかになる。

30

【 0 0 2 6 】

本実施例では、NMR 信号の測定が可能な水平ボアと垂直ボアが交わる空間内において、NMR 信号解析装置 17 が同一のサンプルによる周波数スペクトルのマッピングを取る。そして、ピーク高さ、あるいは半値幅や 10 分の 1 幅など線幅を示す値を比較する。この結果、ピーク高さが最大、あるいはスペクトル線幅を示す値が最小になる位置に、NMR プローブを設置すれば高感度の NMR 信号を測定することができる。

【 0 0 2 7 】

ただし、高感度を必ずしも必要としない測定では、NMR スペクトル形状が最も優れた位置に NMR プローブを設置することは必要ない。ある程度の磁場均一度が期待できる領域内において、ピーク高さが最大値のおおよそ 90% 以上であったり、スペクトル線幅が最小値のおおよそ 2 倍以内の位置に設置すればよい。

40

【 0 0 2 8 】

また、NMR 装置を設計する場合は均一磁場空間の中心、プローブコイル中心、サンプル中心がほぼ同位置になるように定め、その中心位置を基にして設計を行う。その中心位置は、プローブやサンプル管設置機構の作りやすさの点から、ボア中心 10 とすることが多い。そのため、このボア中心 10 周辺で均一磁場が発生するようにスプリットマグネット 1 が設計されている。

【 0 0 2 9 】

図 4 はスプリットマグネットによる均一磁場空間の例を示す。図 4 ( a ) は半径、高さともに 0.2 m 程度のコイル群が対向したスプリットマグネット 1 において、均一磁場空

50

間の中心がボア中心 9 となるように設計したもので、ずれのない理想的な磁場空間を示している。図 5 ( b ) は、製作時に片側のコイル群のみが全体的に径方向におよそ 0 . 2 m m、軸方向におよそ 0 . 2 m m ずれた場合の均一磁場空間を示している。( a ) と ( b ) の均一磁場空間は、いずれも同じ磁場均一度の空間を示している。しかし ( b ) では、僅か 0 . 2 m m 程度のずれによって、ボア中心周辺での均一磁場空間が大きく変形していて、設計値との間に大きなずれを生じている。

#### 【 0 0 3 0 】

しかし、本実施例によれば、均一磁場空間 1 0 がボア中心 9 の周辺である必要はない。実際に発生している均一磁場空間 1 0 内に、N M R プローブ 4 とサンプル管 6 を設置し、N M R 信号が適当となる位置をプローブ中心位置とすればよい。このため、設計値と実装位置とのずれによる問題が回避される。

10

#### 【 0 0 3 1 】

図 1 の構成において N M R 信号を測定できない場合がある。かかる場合、実際の測定サンプルを用いると、測定不能の原因が磁場均一度にあるのか、サンプルから得られる N M R 信号が小さいことにあるのか判別できない。そこで、プローブの位置決めには、予め N M R スペクトル形状が既知である模擬サンプルに代えて行うのがよい。これによって、位置決めにおける N M R 信号の測定不能の原因が磁場均一度が悪い位置のためであり、より磁場均一度のよい位置を探すことになる。

#### 【 実施例 2 】

#### 【 0 0 3 2 】

図 5 は水平ボア空間にシムコイルを配置した構成図である。水平ボア 8 b に、N M R プローブ 4 を挿入すると反対方向から室温シムコイル 1 1 を挿入している。室温シムコイル 1 1 は、その磁場補正能力を有効に利用するために、スプリットマグネット 1 から発生する均一磁場の優れた空間内に設置することが望ましい。本実施例では、室温シムコイル 1 1 に N M R プローブ 4 を固定し、この状態でサンプル管 6 を挿入する。その時の磁場均一度の情報から室温シムコイルの位置を決める。具体的な調整方法は、プローブコイルの場合と同様に行われる。

20

#### 【 0 0 3 3 】

本実施例においては室温シムコイル 1 1 を N M R プローブ 4 の反対側から挿入しているが、同じ方向から挿入する構成でも構わない。さらに室温シムコイル 1 1 と N M R プローブ 4 を別々のものとして挿入するのではなく、両者が一体化したものを挿入する構成でも構わない。

30

#### 【 実施例 3 】

#### 【 0 0 3 4 】

図 6 は予めサンプル管を N M R プローブに取り付けた構成を示す。本実施例では、図 1 のようにサンプル管 6 を挿入するのに代えて、N M R プローブ 4 に予めサンプル管 6 を取り付けてある。このように、サンプル管 6 を予め N M R プローブのコイル 5 に取り付けておくことで、プローブコイル中心とサンプル中心をより精度良く位置決めすることができるので、磁場均一度の情報源となる N M R 信号の測定感度が向上する。

#### 【 実施例 4 】

#### 【 0 0 3 5 】

上記実施例では N M R プローブの位置調整は独自に行われている。N M R プローブの位置調整は N M R 装置 ( クライオスタット ) と全く独立した機構によってもよいが、クライオスタットと N M R プローブの取り合いを設けて、その取り合い位置において位置調整を行っても構わない。

40

#### 【 0 0 3 6 】

図 7 は、プローブの位置調整機構をクライオスタットとの取り合い位置に設けた構成図である。N M R プローブ 4 の位置調整する機構をクライオスタット 3 との取り合いであるフランジ部 1 3 に備えたものである。

#### 【 0 0 3 7 】

50

NMRプローブ4の回転方向と軸方向の位置を調整するために、クライオスタットに2枚のフランジを組み合わせ、外側フランジは軸方向の移動を可能とするように取り付ける。また、内側フランジはNMRプローブ4と固定され、かつ外側フランジと軸方向の相対位置を変えることなく任意の角度に固定できる機構を備えている。

【0038】

すなわち、フランジ部13は2枚のフランジ13a、13bを組み合わせる構成にし、外側フランジ13aに数mm程度の軸方向の移動を可能とする袋ナット14を取り付けている。内側フランジ13bはNMRプローブ4本体に固定されており、外側フランジ13aと軸方向の相対位置を変えることなく、任意の角度を持って固定できる。

【0039】

また、袋ナット14はクライオスタット3に固定されている。袋ナット14と外側フランジ13aの取り付け位置を調整することで、プローブ4の軸方向の位置調整および固定が可能になる。内側フランジ13bは外側フランジ13aの取り付け位置を調整することで、回転方向の位置合わせを可能にしている。

【0040】

図7の実施例では回転方向と軸方向の位置を調整する機構を示しているが、位置調整はこれらに限ったものではない。内側フランジ13bの調整ネジ穴の方向を変化させて、NMRプローブ4の挿入方向に対して水平方向や垂直方向への位置調整を行うことも可能である。

【0041】

これらの位置調整は、 piezo素子やモータなどを用いて自動的に行う機構の構成が可能である。この自動位置調整機構と、実施例1に示したPC17上のプログラミングによって、NMRスペクトルのマッピング結果からピーク高さが最大、あるいはスペクトル線幅の最小になる位置を求め、その位置へのNMRプローブの自動調整を行うシステムの構成も可能である。

【0042】

以上述べたように、本発明はスプリットマグネットと多軸ボアを備えるNMR装置において、磁場均一空間内でのNMR信号測定を実現するものである。同様に、マグネットによる均一磁場空間の中でNMR信号を測定するMRI装置にも適用できる。

【図面の簡単な説明】

【0043】

【図1】本発明の一実施例によるNMR測定位置の調整方法を示す構成図。

【図2】スプリットマグネットと多軸ボアを備えたNMR装置の断面図。

【図3】スプリットマグネットを備えたNMR装置の一般的な測定位置を示す概念図。

【図4】スプリットマグネットの磁場均一度を示す特性図。

【図5】室温シムコイルの位置決めを示す構成図。

【図6】プローブコイルにサンプルを取り付けたNMR測定装置の断面図。

【図7】本発明の他の実施例による位置調整機構を示す構成図。

【符号の説明】

【0044】

1...スプリットマグネット、3...クライオスタット、4...NMRプローブ、5...プローブコイル、6...サンプル管、7...スピナ、8a...垂直ボア、8b...水平ボア、9...ボア中心、10...均一磁場空間、11...室温シムコイル、12...サンプル中心、13a...外側フランジ、13b...内側フランジ、14...袋ナット、15...磁場中心位置、16...NMR計測装置、17...NMR信号解析装置(PC)。

10

20

30

40

【 図 1 】

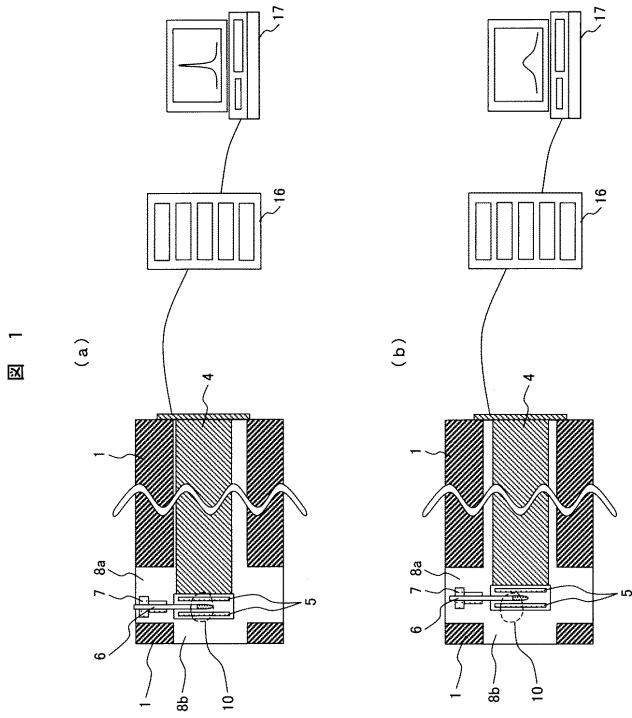


図 1

【 図 2 】

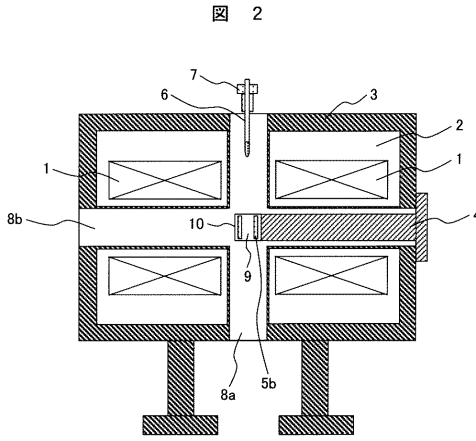


図 2

【 図 3 】

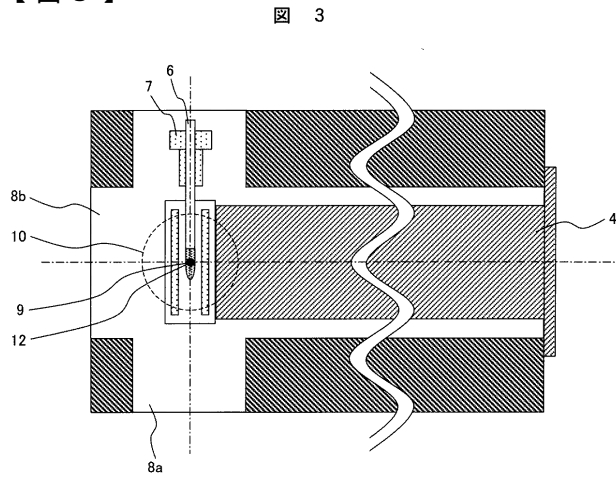


図 3

【 図 4 】

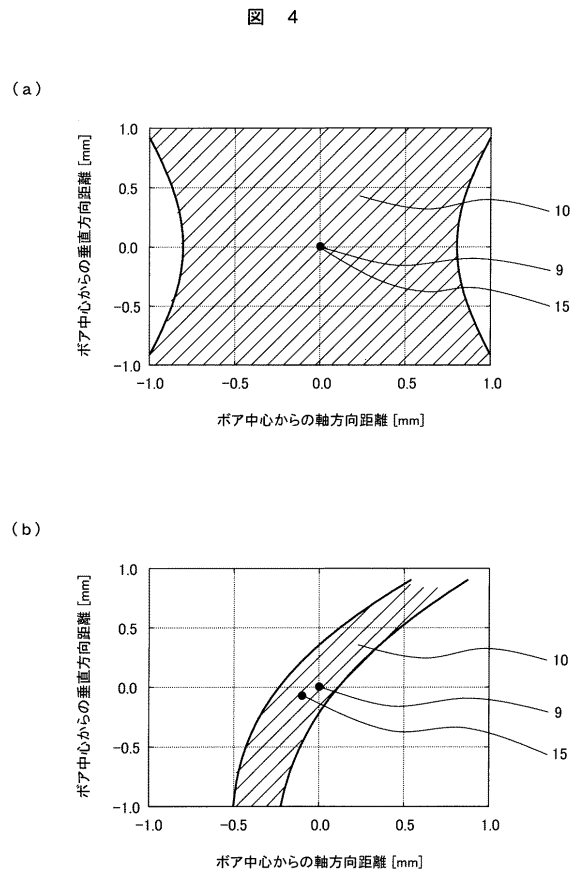
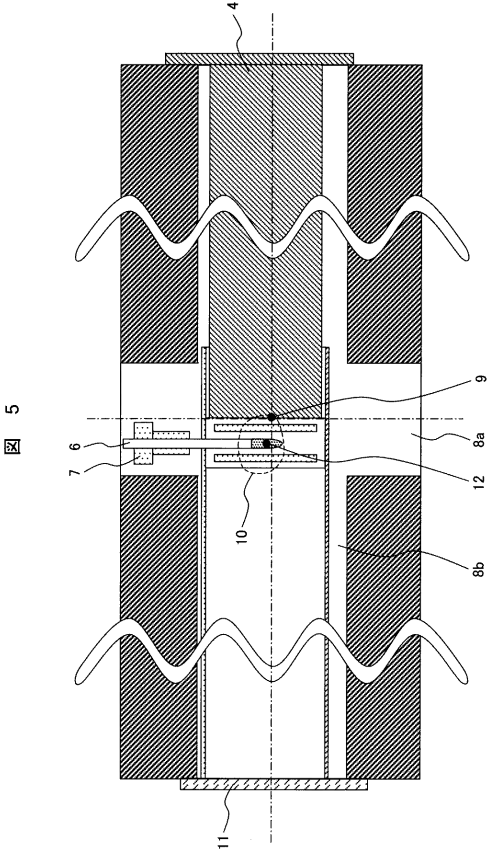


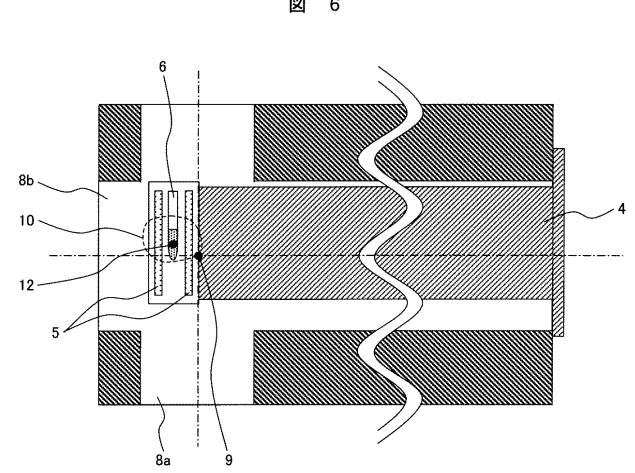
図 4



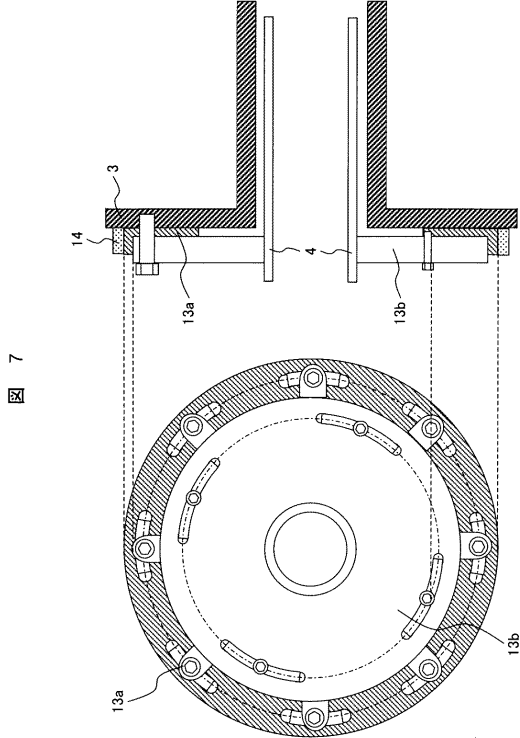
【 図 5 】



【 図 6 】



【 図 7 】



フロントページの続き

(72)発明者 清野 博光

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内