

施設だより

ヘリウム液化装置（山手地区）

機器センター 主任技術員 売市 幹大

2024年7月に山手地区のヘリウム液化装置が更新されました。各実験室から回収されたヘリウムガスを精製して、再び液体ヘリウムを製造利用する液化装置です。

装置の更新された主な仕様は下記のとおりです。

【ヘリウム液化装置（写真1）】

Linde社 L70、液化率64 L/hr（純ガス、液体窒素使用時）、消費電力 2 kW

【液化圧縮機及び油分離器（写真2）】

Kaeser社 CSD130、消費電力 75 kW

【バッファータンク（写真3）】

6m³より10m³に増量、さらに5m³のタンクを増設

機器センターでは低温寒剤である液体ヘリウム及び液体窒素を、研究所内の各研究グループと極端紫外光研究施設並びに機器センターにおける施設利用や研究グループとの協力研究を通して、多くの所外共同研究者のために供給してきました。山手地区に導入されたヘリウム液化装置は平成16年度に購入されたものですが、使用年数における経年劣化により故障する頻度が目立つようになり、新たな液化装置を導入する必要性に迫られました。2022年途中からは山手での運転を止めて、明大寺からの液体ヘリウムの供給に頼ってきました。明大寺と山手のヘリウム液化装置はお互いに緊急時に融通しあうことで寒剤の供給を滞らせないよう協力しあう関係

にあります。今後、逆に明大寺地区のヘリウム液化装置にトラブルが起きた際にはバックアップとしての役割も担うことが期待されております。

製造された液体ヘリウムは山手地区の共用設備である先端高磁場NMR装置の運転などに使われます。また、明大寺地区ではSQUID磁束計などの超伝導磁石を冷却する用途と極低温実験のためのクライオスタットに使用され、生体分子等の構造決定、化学反応機構の解明、機能性固体物質の物性解明に用いられるなど、先端的研究を支える重要な基盤設備です。

本装置は最新式の液化装置を導入することで、液体ヘリウムの安定供給を図るものです。昨今、輸入に頼るしかないヘリウムガスの入手が困難な状況が続いています。さらに円安の影響も大きく、この装置の入札が行われた2022年2月時点では115円/ドルだった為替が、翌2023年2月には130円/ドルに、納品計画が立てられた2024年2月には150円/ドルまで急



写真1 ヘリウム液化装置

上昇し、購入するヘリウムガスの価格の高騰が止まりません。また、液化運転するには電気が必要で、その電気代の大幅な増加も重なり、供給する際の価格が跳ね上がるのが避けられない状況となっております。この流れはしばらく続くと考えられます。ヘリウムガスの回収率を向上させることにより貴重な資源を守ることはもちろん、ガス損失を最小限に抑えることで中長期的に低温実験が持続可能となります。今後とも極低温業務へのご理解及びご協力のほど、よろしくお願い申し上げます。



写真2 液化圧縮機（奥、黄色）及び油分離器（手前、銀色）



写真3 バッファータンク 10m³（右）及び5m³（左）

施設だより

核磁気共鳴装置 (NMR), JNM-ECZL600G

機器センター 主任技術員 長尾 春代

機器センターでは、共同利用機器として日本電子株式会社製の核磁気共鳴装置 (NMR) ECZ Luminous™ (JNM-ECZL600G) を2023年に導入いたしました (図1)。本装置は、三重共鳴測定や低周波核種を含む多核測定に対応し、2024年より所内・所外の研究者の皆様に溶液試料の測定用として公開しております。

機器センターの溶液測定用NMRのラインナップ

機器センターで共同利用に供している溶液測定用NMRは、すべて山手地区に設置されており、以下の3台で構成



図1 ECZL600G

ECZL600Gの主な仕様

磁場：14.1 T

感度 (S/N) : Royal HFX

$^1\text{H} \geq 1050$ 、 $^{13}\text{C} \geq 340$

プローブ

・Royal HFX :

測定可能核種 ^1H , ^{19}F , $^{15}\text{N} \sim ^{31}\text{P}$ 、
温度範囲 $-100 \sim +150 \text{ }^\circ\text{C}$

・T10L :

測定可能核種 ^1H , $^{103}\text{Rh} \sim ^{15}\text{N}$ 、
温度範囲 $-50 \sim +120 \text{ }^\circ\text{C}$

分光計：2ch構成

FG電源：30 A (90 G/cm)

システム：Windows 10、delta 6.2

されています。

・400MHz NMR (ECS400) : 主に所内研究者による合成途中の物質確認のためのルーティン測定にご利用いただいています。

・600MHz NMR (ECA600) : これまで所内外の研究者により様々な2D測定や低周波核種を含む多核測定、低温測定などに幅広く利用されてきましたが、メーカーの部品サポートが終了しつつある状況です。

・新600MHz NMR (ECZL600G) : 今回導入した最新機種です。三重共鳴測定、時間短縮技術 (NUS、NOAH)、軽溶媒測定 (No-D NMR) といった新しい測定機能が加わり性能が向上しました。

三重共鳴測定

^1H , ^{19}F , X核の三重共鳴測定が可能となりました (図2)。含フッ素化合物

の $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\{^{19}\text{F}\}$ (^{13}C 1D測定時の ^1H , ^{19}F 同時デカップリング)、 $^1\text{H}\{^{19}\text{F}\}$ 測定や $^{19}\text{F}\{^1\text{H}\}$ 測定、2D測定でも利用可能です。ただし分光計が2ch構成であるため、 ^{19}F の観測幅等の設定に一部制限がある点にご留意ください。

アプリケーションのご紹介

1) NUS (Non Uniform Sampling)

時間短縮系のアプリケーションです。

2D測定ではy軸のデータ点を不均一にサンプリングし、スペクトルを再構成します。測定手法や試料によっては、測定時間が大幅に短縮されます。

特にCOSYのようなインターフェログラムがエコー型の測定手法はNUSとの相性が良く、通常とほぼ同じ測定時間で高分解能の測定結果を得ることが可能です (図3)。しかしながらNUSには得手不得手があり、NOESYのような相関信号の強度差が大きい測定手法

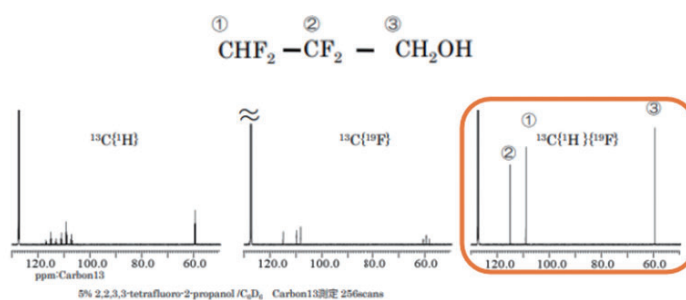


図2 $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}\{^{19}\text{F}\}$ 測定例^[1]

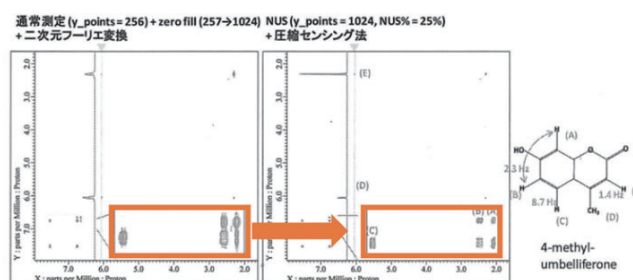


図3 COSYにおけるNUSの効果^[2]

には、NUSよりも線形予測法が適しています。

2) NOAH (NMR by Ordered Acquisition using ^1H -detection)

こちら時間短縮系アプリケーションです。HMBC, edited-HSQC, COSY若しくはedited-HSQC, COSYが1セットとなっています。一つのパルスシーケンスに纏めることでRecovery Delay (Relaxation Delay) を1回で済ませ、測定時間を短縮します。さらにNUSと併用することにより時間短縮効果が高まることが期待されます。緩和時間の長い、低分子試料に有効な測定手法です。

3) DOSY (Diffusion Orderd Spectroscopy)

混合試料のスペクトルを分離して単純化するアプリケーションです。複数の成分からなる混合試料を自己拡散係数の違いで分離し、各成分のスペクトルを取得します。FG (磁場勾配) 電源

には30 A (90 G/cm) を搭載したため、Royal HFXプローブで観測可能な拡散係数の最小検出限界は $10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$ 程度までとなります。

4) No-D NMR (Non-deuterium Proton NMR)

溶媒を重水素化溶媒で置換せずに通常の溶媒のまま測定する手法です。軽溶媒信号を利用した ^1H 選択FGシミングによる分解能調整、測定、軽溶媒信号の検出・消去、リファレンス機能が自動化され、以前よりも簡単に測定できるように改善されました。2D測定では磁場ドリフトの影響を軽減するために、NUSを利用して時間を短縮します。

その他の改善点

オートチューニングや自動分解能調整 (グラジエントシム) が高速化されました。またチューニング時のモニターが、グラフィカルに表示されるようになりました (図4)。これにより、低周波核のチューニングがより正確に行え

るようになり、感度向上につながることを期待されます。



図4 HAシャーシモニター

ご利用にあたってのお願い

測定・解析ソフトウェアはこれまでのECS400、ECA600と同じdeltaシリーズです。基本的な操作はこれまで通りに実施いただけます。上記で紹介した新しい測定機能にご興味をお持ちいただけましたら、パワーの制限やパラメータ設定、解析方法等に注意点がございますので、ご使用前に担当者まで一度ご連絡をいただけますようお願い申し上げます。

参考文献

- [1] 日本電子株式会社. (2017). ROYAL プローブ™ HFX 使用例 (1). [オンライン技術資料]. <https://www.jeol.co.jp/solutions/applications/details/NM170011.html>, (最終アクセス日: 2025年11月18日).
- [2] 小林邦子. (2016). NUS法の効果的な使い方について. 2016分析機器NMRユーザーズミーティング日本電子/ JEOL RESONANCE 講演予稿集

施設だより

「多地点統合カメラシステム」の開発

装置開発室 主任技術員 松尾 純一

装置開発室では、研究に必要な多様な実験装置の製作・開発を行っています。機械加工、電子回路工作、リソグラフィに関する機器や設備を備え、これらを行う高度な技術を持つ技術者が工場、クリーンルーム、回路工作室などの様々な所で作業をします。そのため、室員の所在や機器の状態を一元的に把握することが難しいという課題がありました。さらに、クリーンルームのような密閉空間では、安全衛生上の問題から室員の状況や環境情報を遠隔で把握できる仕組みが求められていました。

そこで装置開発室では、1画面に多地点のカメラ画像と環境情報を表示できる「多地点カメラシステム」を開発しました(図1)。カメラ端末はRaspberry Piに専用のカメラモジュールを搭載したものとなっており、設置場所に応じたセンサを組み合わせ配置しました。各端末にはWebサーバ機能を持たせることで、情報集約用の専用サーバを不要とする設計としています。ブラウザからアクセスすると、室員が作業する各所のカメラ画像に加え、クリーンルームの差圧やパーティクル量、温湿度などの環境データがグラフとして一画面に表示されます。さらに、室員が所持するBluetooth Beaconの電波を各端末で受信し、各画像に名前を表示することで、室員の所在を容易に把握できるようにしました。

現在、このシステムはクリーンルームを有する3研究室にも導入され、それぞれに合うような形にカスタマイズ

して稼働しています。例えば、ヒータを扱う研究室では図2に示すサーモカメラを搭載した端末を用い、通常画像と熱画像を同時に表示し(図3)、過熱を検知した際にはメールでアラートを送信する機能を追加しました。また、電力消費量の監視を希望する研究室には電力計を接続した端末を導入し、消費電力量の把握を可能にしています。

このシステムの導入により、人員の

所在把握や安全管理が容易になり、施設の稼働状況を効率的に把握できるようになりました。

研究者が安心して研究に専念できる環境を整えることは重要です。装置開発室は研究活動を支える存在として、新技術の習得と研鑽を重ね、研究所の発展に貢献していきます。



図1 多地点カメラシステム

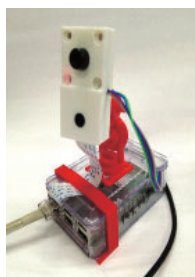


図2 サーモカメラ

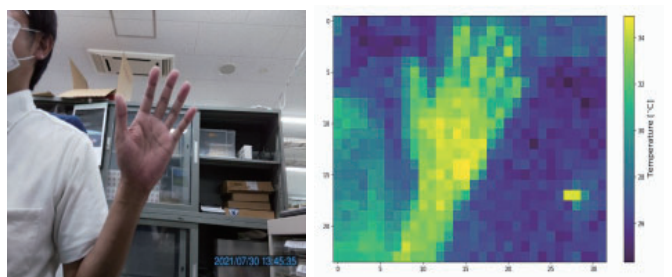


図3 通常画像(左)と熱画像(右)