

北大コアファシリティ REBORN による設備更新と高度化事例 ～ニーズが高い共用機器 (NMR) の利用促進～

○木村 悟、中川 直也、矢崎大介
北海道大学 大学院工学研究院 工学系技術センター 技術部

1. フロンティア化学教育研究センター

フロンティア化学教育研究センター(以下:FCC)では令和2年度に機器分析・管理支援室^[1]を設置し、北大内外へ共用分析機器を利用開放している。共用分析機器の日常保守管理、初回講習や測定相談等の利用者支援は工学系技術センターより派遣されている3名の技術職員が行っている。表1は共用機器一覧であり、図1は利用時間と利用者の成果である。

表1 FCC 共用機器一覧

装置名	機種・数量
400MHzNMR(溶液)	JNM-ECS(3台) JNM-ECZS(1台)
500MHz NMR(固体)	AVANCE NEO(1台)
600MHz NMR(溶液)	JNM-ECZ(1台)
GDOES	JY5000RF(1台)
AFM	SPA400(1台)
SEM	SU1510(1台)
ICP-OES	ICPE9000(1台)
FT-IR	FTIR4600(2台)
Raman Microscope	XploRA(1台)
CD	J-1500-HKS(1台)
XRD	UltimaIV(1台)
GC-MS	JMS-Q1050(1台)

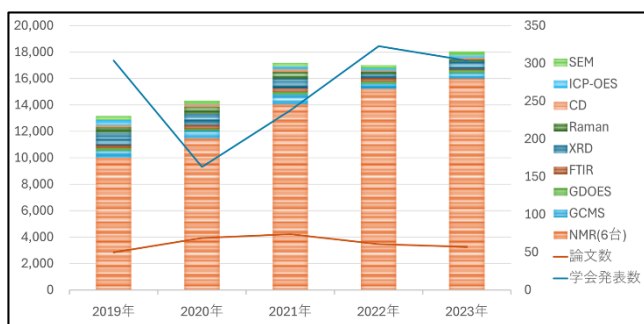


図1 FCC 共用機器の利用時間と成果

2. 北大コアファシリティ REBORN

北海道大学は令和2年度「先端研究基盤共用促進事業(コアファシリティ構築支援プログラム)」に採択され、北大コアファシリティ構想における活動の一環として学内公募型の共用拠点の強化及び新規構築を支援する「共用拠点形成プロジェクト: REBORN(Research Equipment Boosting and Reusing Network project)^[2]」を実施している。FCCでは利用者のニーズが非常に高いNMRを長期的かつ安定的に利用するための設備更新とより高い水準で研究活動が行える環境整備を目的とした高度化の案をREBORNへ申請し、令和2~4年度までに延べ3件採択された。また、令和5年度REBORNでは利用者の利便性向上と管理者の作業効率向上を目的として、部局内に点在する分析機器を一か所に集約する案が採択された。本発表では上記の設備更新と高度化、設備移設の概要について紹介する。

3. REBORN による設備更新と高度化

3.1 液体窒素蒸発抑制装置(NR50)の設置

令和3年度まで液体窒素自動供給装置2台(NS300、NS100)を利用してNMRの超伝導マグネットへの液体窒素補充を行ってきた。液体窒素自動供給装置を長期的に利用するためにはコンプレッサー配管等の部品を年1回交換する必要があったが、NS300はメーカー製造終了品であるため、交換部品の単価や交換手数料に非常に高額となっていた。そこで、REBORNへNS300をNR50へ更新する案を申請したところ採択された。NS50への更新により年間保守費70万程度を削減することができた。また、NS300はチラーの室外機の経年劣化による冷却能力の低下と地球温暖化に伴う札幌市の外気温上昇の影響で、6~8月は液体窒素を製造できない状態となり、管理者が液体窒素の補充を行っていたが、NS50の設置により、補充作業が不要となり、補充作業時間2時間×12週と液体窒素購入費5万円/月を削減できた。

3.2 NMR_周波数発信機とPC更新

JNM-ECS series (JEOL) の分光計に内蔵されていた周波数発信機(型式:ND-D 500/500)を後継機である型式:DFS-Gへ更新した(図2)。ND-D 500/500は令和3年の段階でメーカー製造が終了しており、DFS-Gもメーカー製造終了が決定したため、今後周波数発信機が破損した場合、入手が困難となることが予想された。周波数発信機はNMR現象に必要な不可欠であるラジオ波を発生させるための機器であり、装置利用が多いと劣化を早めることとなるが平成21年の購入以降、オーバーホールを行っていないため、設備更新により今後の安定稼働が可能となった。この際、操作用PCをサポートが終了しているWindows XPからサポート期限が2029年1月9日であるWindows10 Embeddedへ更新した。これにより情報セキュリティの強化とメモリ拡張(2GB→8GB)によるPCフリーズ防止による作業効率向上を実現した。

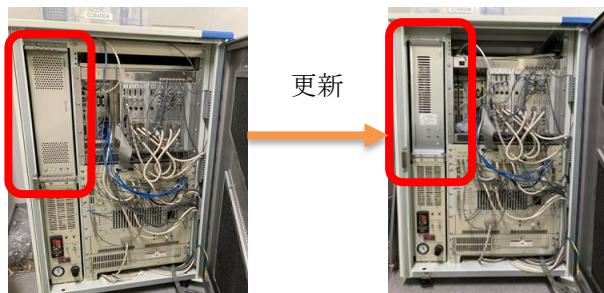


図2. 周波数発信機の更新

3.3 NMR_probe更新とASC24設置

令和2年度第3次補正予算「先端研究設備整備事業」でJNM-ECX (JEOL)をJNM-ECZseries (400MHz)へ更新した際、NMR Probe(検出器)を予算の都合で更新できなかったため、Tunable Probe (JNM-ECX標準搭載)からROYAL Probeへ更新した。標準試料 Allyl Glycidyl Ether を積算回数8回で測定した¹H NMR

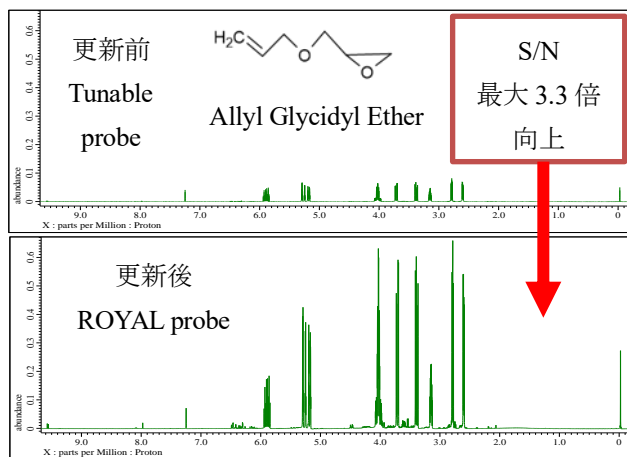


図3. 各プローブの¹H NMR (積算回数8)

を図3に示す。S/N(Signal to Noise ratio)は最大3.3倍向上したことを確認した。またAuto Sample Changer24も新設し、サンプル交換の自動化によるシームレスな連続測定を行えるようになったことで利用時間が年間300時間増加した。ASC設置前はサンプル交換をスムーズに行うために装置から離れることができなかったが、ASC設置によりサンプルセット後は装置から離れることが可能となり、利用者の研究活動の効率化に大きく貢献した。

3.4 共用機器の移設による一か所集約

令和5年度の時点でFCC共用機器は工学部フロンティア科学研究棟の1階(8台)と5階(6台)に点在しており、利用効率、日常保守作業等を効率的に実施することが大変な環境であった。1階の共用機器室には空きスペースがあったため、5階の共用機器を移設する案をREBORNへ申請したところ採択された。メーカーが異なる分析機器の移設であったため、移設対象となる分析機器を取り扱っている販社に仲介を依頼した。施設側のインフラに関する情報(電源の規格と配置、給水や排水の配置、ガス配管の種類と配置)を適切に伝え依頼したことで正確な移設費用を算出でき、利用者へは早期に移設作業日程を提示できたので、追加費用は発生せず、利用者に混乱を与えることなく、移設を実施できた。

移設後は、1階と5階の移動時間を利用者は120分以上/日、管理者は40分/日を削減でき、利用者の研究活動と管理者の日常業務の効率化を実現した。

また、管理する共用機器を設置する部屋が4室から1室となったことで「日常安全チェック」「空調のフィルター清掃」等の施設管理に関する業務を年間20時間程度削減することができた。共用機器の管理を担当する技術職員は「機器不具合の対応」「測定・分析・解析に関する相談」を利用者から求められる機会が多いので、より充実した環境を整備できた。

4. 今後の運用を考える～卓上NMRの性能評価～

4.1 ヘリウム価格高騰による維持費増加

NMRは大量の液体ヘリウムを利用して金属線材(Nb系合金等)を冷却して超伝導状態を再現しているが、タンク内の液体ヘリウムは揮発により減少するため、定期的に補充しなければならない。ヘリウムはNMR、医療用のMRI、半導体製造等、様々な用途に利用されるため世界的な需要の高まりにより、市場価格の急激な上昇が近年続いている。このため、NMRの維持費は年々高額となる傾向となり、維持が

困難な状態が続いている。そこで、今後の運用計画の見直しのため、本学で開催された magritek 社製の卓上 NMR (Spinsolve 60MHz Multi-x Ultra) のデモ機試用会に参加し、当施設の 400MHz NMR との性能と設備維持費の比較を行うこととした。

4.2 卓上 NMR の特徴

卓上 NMR (Spinsolve) の特徴は以下の通りである。

- 永久磁石を利用するため、液体窒素、液体ヘリウム等の寒剤は不要
- エアコンプレッサーも不要
- ランニングコストは電気代金のみ
- 100V 電源で使用可能
- 80cm×80cm のスペースで設置可能
- 標準仕様では ^1H 、 ^{19}F のみ観測可能
- ^1H NMR は数十 mmol/L で測定可能
- 検出器追加で ^{13}C ~ ^{31}P が検出可能
- 装置内部の重水を使用して自動シム調整 (調整時間: 5 分以内)
- 装置操作には専用ソフトを使用。
測定データは Mnova, Topspin, Delta 等の NMR 用解析ソフトで解析可能
- 「Ultra」は溶媒抑制機能により、軽水素溶媒でも測定可能

4.3 超伝導磁石 NMR との比較評価

デモ機試用会の前に、当施設の 400MHz NMR (JNM-ECZ400S, JEOL) を利用して、Santonin (分子量 246.30162) を CDCl_3 に溶解し、5mm 試料管を使用し、濃度を 20mmol/L に調整したサンプルの ^1H NMR を測定した。サンプル濃度は事前にメーカー担当者から数十 mmol/L 以上であると測定可能であると連絡をもらっていたので、検出下限における性能を評価するため、20mmol/L とした。測定結果を図 5 に示す。

JNM-ECZ400S、卓上 NMR とともに自動シム調整と測定 (積算 8 回) としたためデータ抽出までに要した時間は 5 分程度であった。信号強度は JNM-ECZ400S の 1/2 以下であるため、2.4ppm のマルチプレットのように信号強度が低いピークの確認が難しいことを確認した。続いて、分解能を確認したが JNM-ECZ400S では分裂しているピークが卓上 NMR ではブロードになっている箇所が 1.0~2.4ppm 付近で確認できた。6.2ppm、6.7ppm 付近のピークのように JNM-ECZ400S でもピーク間の距離があるピークであると問題無く確認できると言える。上記の結果より、超伝導磁石の NMR と同等の分解能、感度を求めないような用

途 (合成の確認作業等) では卓上 NMR は研究現場で活用できると考える。卓上 NMR は仕様によっては 400MHz NMR と同等の装置購入費が必要となるが、液体ヘリウムの購入、エアコンプレッサーのオーバーホール等の高額なランニングコストが発生しないので、長期的に運用できればトータルコストは抑えることができることも確認できた。今回の調査内容を今後の予算申請案作成時に活用したいと考える。



図 4. spinsolve 60MHz Multi-x Ultra

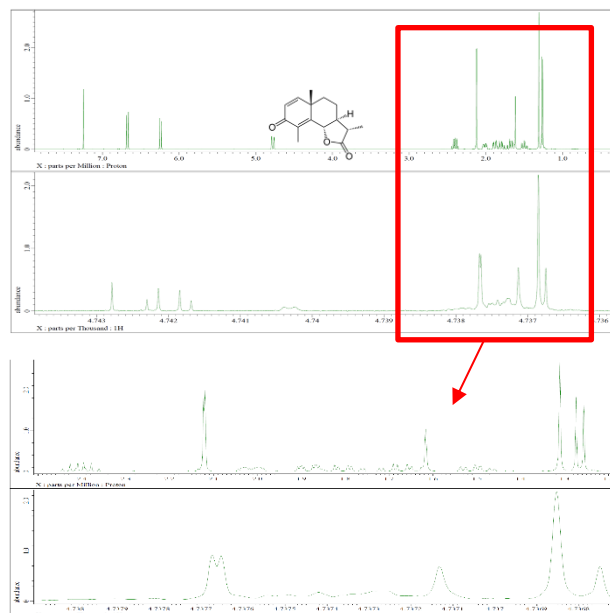


図 5. ^1H NMR スペクトル (サンプル: Santonin)

上: JNM-ECZ400S 下: 卓上 NMR

参考文献

- [1] <https://fcc.eng.hokudai.ac.jp/>
- [2] <https://cosmos.gfc.hokudai.ac.jp/pj-reborn9pt>

謝辞

REBORN による共用設備高度化等の費用支援や各種手続きで技術支援・設備コアステーション CoSMOS に多大な支援を賜りました。また FCC センター長 大熊毅教授に REBORN への申請にあたり、様々な助言をいただきました。この場を借りてお礼を申し上げます。