

NMR プローブの修理

角山 圭介

京都大学化学研究所

1. 緒言

令和 7 年 10 月 1 日をもって、京都大学総合技術部は、京都大学総合研究推進本部技術部へと移行した。これは、単純な組織の名称変更ではなく、従来職員の所属先は部局とされていたが、今回の組織改組により職員は総合研究推進本部技術部所属となり、そこから各部局へと配置される形式となった。これにより、これまでは皆無に等しかった職員の部署異動が行われるようになり、発表者自身はこの組織改組のタイミングで農学研究科食品生物科学専攻から、化学研究所へと異動となり、現在に至る。

京都大学化学研究所では、Bruker 製の Avance III 800 及び 600 の 2 台で依頼測定に対応している。このうち、Avance III 800 については通常の溶液測定に加え、固体、Diffusion 測定にも対応しているが、Avance III は装置の導入から 10 年以上経過していることもあって経年劣化が進んでおり、特にこの固体、Diffusion についてはプローブへの負担が大きく、故障が発生してしまった。内容としては、固体プローブはマジックアングル調整不良、Diffusion についてはインサートガラス破損によるシム及び温調不良である。前者については、開示されている情報からは交換部品の特定が困難であり、もし海外修理となると多額の費用が発生し、かつ測定できない期間が長くなってしまう。また、後者については目的とする測定核種によって検出コイルを交換するタイプであり、コイルは新規に購入すると 100 万円以上の出費は避けられないため、可能な限り回避したい。そこで、依頼測定に対応できない時間と出費を最小限にするべく、これらのプローブのトラブルに対応したので報告する。

2. 固体プローブのマジックアングル調整機構の修理

固体 4 mm プローブ(PH MAS DVT 800S4 BL4 N-P/H)の筒を外し、マジックアングル調整機構の動作確認を行ったところ、調整ネジを回してもステーターの角度を調整する棒の露出量が変わらなかったため、ネジによって上下する部品が固着していると判断した(図 1)。そこで、プローブ内の回路や、その他構造物にかからないように、KURE 5-56 DX を複数回噴霧した。KURE 5-56 は、潤滑剤として見た場合は揮発性が高すぎるため不適格であるが、その揮発性の高さから噴霧箇所へ余計な残留成分が残りにくい点は利点であると判断し選定した。結果、噴霧箇所周辺にあるマジックアングル調整機構を固定していた樹脂に浸潤して固定が外れてしまったものの、マジックアングル調整機構の部品全体が動けるようになったことで、マジックアングル調整ネジの操作に反応するようになった。エタノールでプローブ内部を清掃後に再度プローブを組み上げ、KBr を用いて動作確認を行った結果、問題なくマジックアングルの調整が可能なことを確認した。



図 1. マジックアングル調整機構の固着箇所

3. Diffusion プローブの $^1\text{H}/^{13}\text{C}$ 検出コイル

Diffusion プローブ用の交換コイルとして、今回ガラスが破損した $^1\text{H}/^{13}\text{C}$ コイルの他に、 ^7Li 、 ^{19}F 、 ^{27}Al 、 ^{31}P 、 ^{35}Cl を所有している(図 2)。このうち、これまで測定



図 2. ガラスが破損した $^1\text{H}/^{13}\text{C}$ コイル(左)と正常な ^{35}Cl コイル(右)

の要望がなく、かつ使用しているガラスが破損したものの規格と一致することから、 ^{35}Cl のコイルからインサートガラスを移植することにした。ガラスの固定には接着剤が使用されていたので、まずは熱により接着剤が軟化、除去できないかと考え加熱した。結果、コイル上部のサンプルを挿入する側の接着剤はドライヤーの熱で外せたが、コイル下部の接着剤は、ヒートガンを用いても外れなかった。その後、種々の有機溶媒につけ置きしてみたが、最終的にアセトンに浸けて超音波洗浄機にかけることで、無事接着剤が外れた。取り外したガラスを洗浄後、 $^1\text{H}/^{13}\text{C}$ コイルに移植した。ガラスの固定には、エポキシ系接着剤を用いた。また、動作確認時プローブのパラメータにて Gradient コイルの設定が抜けていたためパラメータを追記することで、修理前は利用できなかった topshim が利用可能になった。動作確認の結果、温調は安定し、得られたデータの質は修理前よりも向上した。

4. 結言

今回の修理により、固体及び Diffusion 測定の受付停止期間を最小限にすることができた。装置が故障した場合、どこまで自分で触っても問題ないのかの判断が非常に難しく、また、悪化させてさらに修理費用が嵩む懸念もあるが、既に壊れているならば、これ以上悪化したとしても、いずれにせよ測定できないのならばやってみようと思い立ちトライした結果、無事に修理が完了し、かつプローブの内部構造を知ることができた。今回の修理は、非常に有意義な時間であったと言える。