

千葉大学の日本電子製 NMR 装置の管理体制について ～ ルーチン溶液 NMR でのスペクトルの質を最大化 ～

○光元 大貴^{a)}、大坂 一主^{b)}

^{a)}千葉大学 研究基盤管理機構 技術部門、^{b)}千葉大学 研究基盤管理機構

1.はじめに

千葉大学では、大型分析機器等を集中管理する組織として昭和 52 年に分析センターを発足して以来、独自の利用ライセンス制度などを活用して、組織改編を加えつつも現在に至るまで学部を超えた共用システムを運用してきた。現在は、高磁場 NMR 装置については、西千葉キャンパスに JEOL 製 4 台と Bruker 製 2 台、亥鼻キャンパスに JEOL 製 2 台と Bruker 製 1 台が稼働している。発表者は、そのうち JEOL 製の装置の管理を主に担当しており、計 200 人以上が利用するルーチン的な溶液自動測定において不具合による測定の中断や再測定の頻度を最小化する管理方法を模索し続けている。本発表では現時点での管理・メンテナンスのプロセスを紹介する。

2.利用者への講習

発表者が管理者である西千葉の装置においては、利用ライセンス発効のために**実技試験**と**筆記試験**を実施し、基本的な操作・利用ルール・トラブル対応の方法について講習している。講習や試験は各学部の**管理者の教員**と各研究室の**管理補助者の M1 の学生**に実施してもらい、それ以外の学内外の利用者については**技術系職員**が実施。また、ライセンス保持者に向けて毎年 6~7 月ごろに**再講習会**を moodle で実施し、注意点をまとめた 20 分程度の動画を視聴することを**ライセンス更新の条件**としている。

3.定期メンテナンス

1 か月に 1 度、各装置 1 時間半程度かけてメンテナンスを実施している。主な項目は、

- ・「Delete Job Files」にチェックを入れてバグを消しつつ分光計の再起動
- ・プローブステータ部の清掃、エアダスターを使って回転用エアの流路をブロー
- ・AGE 標準試料 (in CDCl₃) を用いて分解能調整：

400, 500 MHz --- Z1-Z4, 自動収束、4 scans で GS → Z1-Z6、自動収束、16 scans で GS

600 MHz --- Z1-Z6、自動収束、4 scans で GS

- GS 後の高速シミングでシム値が変動して分解能が悪化した場合、元に戻して Lock 位相最適化。

- 逆に高速シミングの後のほうが良い場合は、GS の Range の変更またはプローブの清掃

- ・スピナーローターに番号を書きおき、回転不良の報告や O リングの交換日の記録に用いることで、適切なタイミングで O リングを交換する。

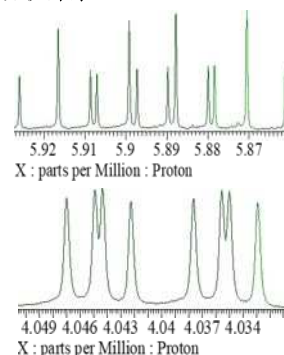


図 1. AGE 標準試料の最高分解能

4.実績

回転不良や分解能の悪化については利用者が対応可能なレベルに概ね落とし込むことができおり、体感として管理者が不具合対応に出動する頻度は減少し、それを 3 年間維持している。