

SCM のトラブルから NMR 停止に至るまで

○六本木 誠

宇都宮大学 機器分析センター

1. はじめに

宇都宮大学機器分析センターが保有する NMR (Varian NMR SYSTEM 500) は 2005 年に設置されてから 18 年目を超えるが、機器分析センターと同一キャンパス (陽東) の工学部 (化学系) から常に需要があるため高い稼働率を保っている。

2023 年 8 月中旬以降、液体窒素の蒸発量の明らかな上昇が確認された。SCM の真空度の低下が考えられるためメーカーへ調査と対策を依頼した。その結果 SCM からのリークが確認されたが、1) 年度後期に向けた利用見込み、2) SCM の消磁を伴う作業にかかる費用と期間、3) 装置のサポート状況、などの理由により、可能な対策を行いながら現状維持のままの運用を決断した。

表 1 NMR の利用実績 (2024 年度は 4 月から 6 月まで)

年度	2019	2020	2021	2022	2023	2024
利用件数 (件)	2,939	2,579	2,672	1,741	1,571	323
利用時間 (時間)	1,334	1,139	1,646	907	1,223	233

2. 真空引き作業とリーク対策

2023 年 9 月に 1 回目の真空引き作業を実施し、リークを確認したが場所の特定はできなかった。1 ヶ月後の追加作業でリーク箇所が SCM 底部付近であることが確認されリークへの対処が行われたが完全に防ぐことは出来なかった。さらに 2 回目の真空引きを実施した。2024 年 2 月末に 3 回目の真空引きを実施したがリーク状況が悪化しており十分な効果は得られなかった。



図 1 SCM の応急処置

3. 装置のサポート状況、トラブルの見解と提案

本件の作業は Varian 社から事業を引き継いだ Agilent 社の方により行われた。Agilent 社も 2014 年に NMR 事業を終了しているためベストエフォートでの対応である。

リーク箇所は SCM 底部にあり、原因はこの部位の O-リングの劣化によるものと推測された。確実な調査を行うには SCM の消磁が必要となるが、そうするとオーバーホール前提の作業となってしまう、高額な費用であるため機器分析センター独自で判断ができない事案であった。

また、年度後期は卒修論に向けた利用が増えるので装置を停止することは避けたいこともあり、現状のまま運用することになった。

4. 液化ガスの供給とコストについて

2023 年 4 月から 1 年間の液化ガスの蒸発量を図 2 に示した。真空引き直後の蒸発量は一時的に下がるが回復までには至らなかった。問題発生直後は急激な蒸発量の増大が見られたが、それ以降は微増状態で落ち着いている。

蒸発量の上昇に伴い、液化ガスの供給間隔の調整

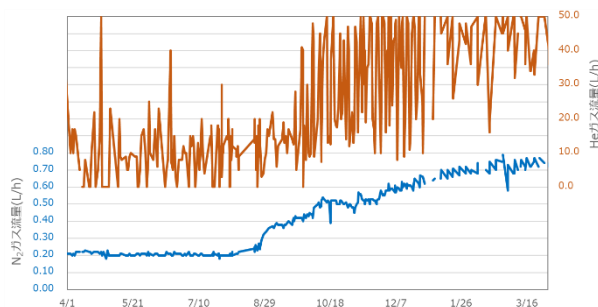


図 2 液化ガスの蒸発量

を行った。最終的に液体窒素は2~3日、液体ヘリウムは5~6週間隔で作業となり、供給量ならびに作業時間、そして維持費が増大した。特にヘリウム製品は価格上昇が続けてあり、液化ガスのコストは図3のように推移している。

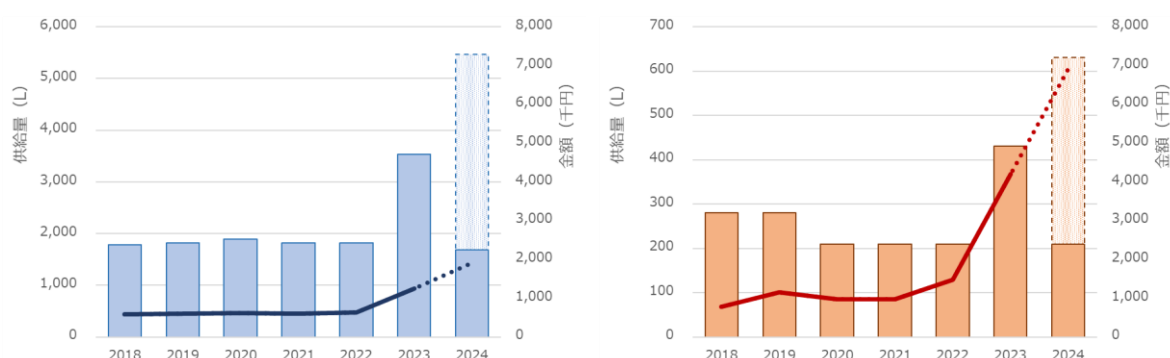


図3 液化ガスの供給量とコスト

左) 液体窒素、右) 液体ヘリウム。棒グラフは供給量、折れ線グラフはコスト。点線は見込み値

5. 宇都宮大学における NMR 事情

宇都宮大学は2つのキャンパス（峰、陽東）があり、各1台のSCM-NMRが設置されている。峰キャンパスの装置（日本電子JNM-ECS400）は共同教育学部の教員が中心となって同キャンパス内の利用者に対応してきた。教員の定年退職に伴い2022年度から管理を機器分析センターへ移し完全な学内共用化装置となった。

6. 運用終了と利用者の移行

装置維持にかかる費用や夏季休業時の液体窒素供給体制などを考慮し、2024年7月の液体ヘリウム充填時期をもって運用を終了することとした。（7月24日にクエンチ作業を実施）

大学の2つのキャンパス間は2kmほどで徒歩や自転車でも移動可能な距離であるため、陽東キャンパスの装置停止後は必然的に峰キャンパスの装置を利用することになる。しかし、反応確認のために一日に何度も測定を必要とする利用者にとっては移動時間が長くなることは実験の進行影響が出ることが予想される。また、キャンパス外にサンプルチューブを持ち出して移動することは安全面からも十分に注意を払うように指導する必要がある。

7. まとめ

SCM-NMRの老朽化により生じた問題の対応を行った。測定は可能だったので利用者への利便性から運用コストが高むことを承知の上で稼働させることを選択した。しかしながら、無期限で継続利用することは困難であるため、タイミングを見計らって停止することとなった。学内に代替装置があるため研究活動等への影響は最小限に留まりそうなのは幸いであった。

研究の重要な研究インフラの停止は大学の教育、研究活動に支障をきたす恐れがある。高額な設備の更新の予算化は数年を要するが、使用可能な状態ではその時期の見極めが難しい。円滑な設備更新ができるような仕組みができる事を切に願うばかりである。