NMR メンテナンス講習会@北海道大学

【開催日】: 令和 2 年 1 月 24 日

【会場】: 北海道大学大学院工学研究院 フロンティア応用科学研究棟 1 階 NMR 室

【講師】:日本電子(株) 金子 大介 氏

【受講者】:山形大学(1)、東北大学(1)、大阪大学(3)、名古屋工業大学(1)、

鳥取大学(1)、岩手大学(1)、千葉大学(1)、北海道大学(1)

【主催】: 自然科学研究機構 分子科学研究所 (大学連携研究設備ネットワーク)

【プログラム】

1月24日(金)

座学編 10:00 ~ 12:00 NMR システム構成について、トラブル事例と対処法

実習編 13:00 ~ 17:30 NMR プローブ、分光計分解清掃(実習)

【報告】

◆1 月 24 日(金)

予定を変更し、座学編も装置(JNM-ECS シリーズ)を利用しながら講習することとなった。

◆午前の部(10:00 - 12:00)

装置構成(超伝導磁石、分光計、データシステム、コンプレッサー)、NMR 装置維持に利用する液体窒素自動供給装置 NS シリーズの概要説明があった。超伝導磁石については、液体へリウム、液体窒素の残量を定期的に確認することが安全面において最重要であり、残量の経時変化を DELTA ソフトウェアで確認できることが紹介された。その他、超伝導マグネットの液体窒素充填口が氷結してしまった場合の対処方法として、装置納品時に利用する L 字型パイプを利用して静かに突くことで氷が除去できるとの説明があった。続いて、日本電子株式会社の推奨保守点検リストの各項目について説明があった。分光計では、コンソール内部デバイスのアラームランプについてとエアフィルターの定期清掃方法について取り上げ、エアフィルターをこまめに掃除機でホコリを取り除くこと、劣化したフィルターはすぐに交換することが装置延命に大事と説明された。

コンプレッサーは廃棄ラインの装置利用時の役割と、スナップドレンの手動コックを定期的に開き、水が溜まっていないか確認する方法について説明された。その他に液体窒素自動供給装置 NS シリーズについては、装置本体のフィルター清掃方法、チラー内部のチェックを日常チェック項目、利用する水は蒸留水が推奨、ということが説明された。

◆午後の部(13:30-17:30)

プローブ保守方法、ボアハウジングを利用した超伝導磁石内部の保守方法、グラジエントシム のキャリブレーション、パルス幅チェックについて説明があった。

プローブ保守方法では、プローブステータ部、内部ギアの日常保守について紹介された。プローブステータ部の清掃方法(綿棒等にエタノールを染み込ませ、エアー吹き出し口に汚れを落とさないように清掃する)、プローブステータ内部のエアー吹き出し口と導通している穴からエアダスタ

一等で空気を送り込むことで、内部に詰まったごみを取り出す方法について紹介された。またプローブステータ部の汚れは、スピナロータのこまめな清掃で防止できるため、スピナロータの清掃方法、Oリングの交換方法についても紹介された。

プローブには、オートチューンユニットのウォームシャフトの取り付け部分があり、ウォームシャフトを回転させて、プローブチューニングを行う。利用頻度によるがギアも定期的なグリスアップが必要であり、エアダスターを利用して、ギア部分の汚れを飛ばして、腕時計用機械油等を利用してグリスアップする方法が紹介された。

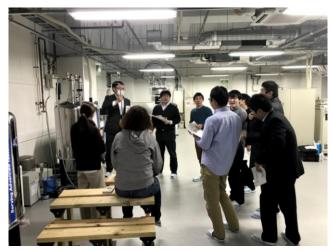
次に、ボアハウジングを利用して超伝導磁石内部の保守方法が説明された。稼働中の装置から、ボア内部ハウジングは取り外し不可であるが、北海道大学 工学研究院では 11 月に装置更新があり、更新前の装置のボアハウジングを廃棄せず本講習会のために残しており、これを利用してボア内部の清掃方法が紹介された。ボア内部には、スピナロータの回転数検知部があり、回転数検知部が汚れると測定中の回転数を測定できないので、ディップスティックにガーゼ等を取り付け内部清掃が必要との説明があった。注意点として、ガーゼに有機溶媒を多量に付着させて掃除すると回転検知部の塗料が剥げてしまうこと、プローブを取り外してから実施しないとボア内部の汚れがプローブ内部に落ちてしまいプローブ内部汚染を引き起こすことが説明された。

続いてグラジエントシムのキャリブレーションの方法が紹介された。推奨サンプル(2H 用は 3%CHCl3/acetone-d6)、ソフトウェアの操作方法、調整完了を判断するピークに関して説明された。 パルス幅のチェックは利用するパルスシーケンス(single_pulse)のパラメータ変更点(x_angle: 90[deg]、x_90_width:アレイ 20 点など)について説明された。アレイ測定の結果より、シグナル強度が 0 になる場所が 360° となる点であり、その点の 1/4 の値が x_90_width の数値となるとの説明があった。x_90_width を求めた後のプローブファイルでの x_90_width の変更方法も紹介された。

以上の説明終了後、参加者 1 名より「使用可否の判断ができないスピナロータを持参したので、使用可否について確認してほしい」との要望があり、講師と参加者全員が持ってきて頂いたスピナロータを見ながら使用可否の判断方法を共有した。使用不可のスピナロータを複数持ってきて頂いたおかげで、参加者全員が使用可否の判断方法について共有できた。

◆今後の展望

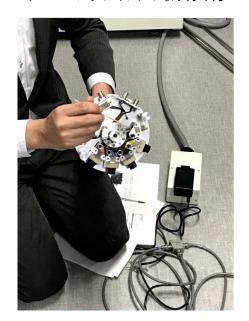
NMR 管理歴が長い方であっても日常メンテナンス方法について「推奨の方法ではない」と講師より指摘されている場面があった。メンテナンスを正しい方法で実践することが装置延命に必要不可欠であることは当然であるので、管理歴の長い方にとっても有意義な講習会になったものと考える。また、NMR に限ったことでは無いが、分析機器の技術は日進月歩であり、メンテナンスに必要な知識を都度学んでいく必要があるので、今後も継続的に開催する必要がある。



超伝導磁石についての説明



チューニングシャフトの取り付け方



プローブギアのメンテナンス方法

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書 (個人用)

参加講習会名: NMR メンテナンス講習 @ 北海道大学 日時: 1/24(金)

(1) 研修会の満足度を教えてください。 大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

これまで長い年月をかけて機器トラブル時に解決してきた数々のメンテナンス方法が 正しいのかをメーカーのエンジニアによる説明を聞いて見直したい為

(3) 研修会で得たものを教えてください。

NMR マグネット内の汚れを除去する方法としてエタノールを用いて拭き取っていた。 今回の講習会では、各部品の内部を確認して NMR 構造を説明していただいたことで、内部 に塗料が塗ってあることが判り、溶剤を使わずに乾拭きしなければいけないという事が判 った。またよく起こるトラブルとしてサンプルのスピン不良がある。このメンテナンスにつ いても、エアー経路の清掃とフィルター交換の方法が判った。

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えて下さい。

安定的に機器の運用が可能になり、機器が稼働している期間が増加する。これにより、 より多くのユーザーによる利用が見込まれる。

- (5) 今後どのような講習会があれば参加したいですか。(企画したいですか)
 - ・NMR 測定シーケンスを読み解く講習会
 - ・多核固体 NMR 測定を行うときに注意が必要なパラメーター設定講習会
- (6) ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

今回の講習会では、更新によるマグネットの一部を分解して取りおいて頂いたので、普段 見ることが出来ない部品の中身を確認しながら清掃作業などの実習が出来た。このような 機会は非常に貴重な体験であり、今後の講習会でも参考にしたいと思います。 参加講習会名:NMR メンテナンス講習 日時:2020年1月24日 10:00~17:00

(1) 研修会の満足度を教えてください。 大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

不特定多数が利用する核磁気共鳴装置の管理を担当しており、常日頃からメンテナンスは重要だと考えていました。特に今回のメンテナンス講習は事前に普段見れないような箇所を見せていただくことができるという情報があり、より装置の理解を深め、メンテナンスに役立てようという動機から参加しました。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

プローブやその周辺の清掃に関する内容がとても役に立ちました。漠然と清掃をしていましたが、どのあたりにセンサーがあるかなど、重点的に清掃すべき場所を理解することができました。また汚れていたら基本的にアルコールを使って拭いていましたが、場所によってはアルコールを使うことでシールがはがれる、劣化してしまうところがあると聞き、今後は気を付けていきたいと思います。

(4)この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えて下さい。

メンテナンス講習なのであまり機器共用・外部連携等と結び付けて考えるのが難しい のですが、今後考えていきたいと思います。

- (5) 今後どのような講習会があれば参加したいですか。(企画したいですか) ソフトウェアの講習があれば参加したいと思います。データ処理の方法が Delta 上に は多くあるのですが大半が理解できておりません。もちろん普通の測定では使わない ものが多いとは思うのですが、大雑把でもいいので知りたいのでそういった講習があ れば参加したいと思います。
- (6) ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。 特になし

参加講習会名:NMR メンテナンス講習会 日時:2020年1月24日 10時~17時

(1) 研修会の満足度を教えてください。 大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

装置トラブル時の対応は毎度サービスセンターに問い合わせて、その指示に従って対応することが多い。そもそものトラブルの原因は何なのか、事前に管理者側で防ぐことはできるのかなど不明な点が多くあったが学ぶ機会が乏しかった。

また、トラブルなく利用者(学生)に使っていただけるよう改善に努めたいと思ったから。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

測定トラブルの中でも「エアー不良」の対応に関して気になっていた。特にプローブ内の小さい穴の理由や念入りに清掃する必要性を理解することができ、これまでの独自の清掃では汚れが取りきれていないことに気付かされた。

また、分光計や SCM 本体(プローブ取り外し後)の清掃に関しては無知であったため、早速対応したい。今回のようなメンテナンス事項はマニュアルでもしっかりと明記されていなかった気がするので非常にためになった。

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えて下さい。

本学の卒業生から「就職先で NMR 担当になったが ・管理の仕方が分からない,・トラブル時の対応はどうされているのか??」といった問い合わせが時々ある。外部連携や利益にすぐに繋がるわけではないものの、他企業でも NMR で活躍する教え子が増えることに意義があると思う。(この研修会で得た情報も、卒業生から問い合わせがあれば分かる範囲で答えていきたいと思う。)

(5) 今後どのような講習会があれば参加したいですか。(企画したいですか)

測定アラート(測定画面で Alert 表示)のメッセージからどのように対応すれば解決するのか不明な点が少しあるので、「 \bigcirc の類の Alert は \triangle すれば解決」のようなトラブル対応に特化した講習会があれば参加したい。

※測定アラートの表示は jpg ファイルで適宜残しているので、Alert をプレゼンなどで掲示して各担当者から『□□のように対応したら?? or 装置の××を確認した??』などのご意見を貰えるような座学会でも OK かなと思っている。

(6) ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

参加講習会名:NMR メンテナンス講習会 日時:2020年1月24日10時~17時

(1) 研修会の満足度を教えてください。

やや不満

8月に名大で実施されたブルカーの NMR メンテナンス講習会に参加して、通常の講習会では教えてくれないようなことを教えていただき非常に勉強になった。それを期待して今回も参加させていただいたが、JEOL ではちょっと込み入ったメンテナンスや修理対応は、基本的に「メーカーに連絡してください」というスタンスだったので少し残念でした。

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

上述した通り、8月に名大で実施されたブルカーの NMR メンテナンス講習会で非常に勉強になったので、今回もそれを期待して参加しました。同じ NMR でもメーカーが違うと、ハード・ソフトの設計思想が違うので、それに合ったメンテナンス・修理のノウハウを学びたかった。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

JEOL の NMR はブルカーに比べるとグラジエントシムが合いにくい、と思っていたが、今回、グラジエントシムが普段から合いにくい場合の対処法(Lock のパルス幅のキャリブレーション)を教えていただくことができた。まずはこれを試してみて改善するか確認したい。また、スピナーゲージ、ハウジングの清掃、コンプレッサドレインフィルタの交換等、納品時の説明では教えてもらうことはなく、マニュアルにも記載していなかったため、納品後、一度も実施したことがなかったメンテナンス方法を教えてもらうことができたのは、よかった。

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えて下さい。

この研修会から直接的に機器共用等が促進されることはありませんが、 適切なメンテナンスを日々実施することで装置トラブルが減り利用者が使いたいときに使えない、という事態を避けることができ、間接的に機器共用が進むと考えられる。

(5) 今後どのような講習会があれば参加したいですか。(企画したいですか)

これまで NMR に関する様々な講習会に参加させていただきました。ありがとうございます。 NMR の運用方法、測定技術、メンテナンス技術などは常に勉強が必要で、多くの管理者が日々、頭を悩ませていることだと思います。今後もまた困ったことがあったらそれをみんなで共有できるように講習会を企画したいです。(今は具体的な内容は 思いつきませんが。)

- (6) ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。
- (1)で「やや 不満」としましたが、あくまでメンテナンス講習会の内容のみのことで、今回講習会をアレンジしていただいた北大 木村さんには装置見学会や懇親会もご計画いただき、トータルでとても充実した時間が過ごせました。なので全体としては「大変満足」でした。ありがとうございました。

大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書 (個人用)

参加講習会名:NMR メンテナンス講習会@北海道大学

日時:2020年1月24日10-17時

(1) 研修会の満足度を教えてください。 大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

メンテナンスは機器の状態を維持するために大事である一方,これまでしっかり習う機会がなく,不具合が起こる度に対策を考え対応してきた。今回しっかりした手法や対応頻度について学びたいと思い,参加を希望した。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

プローブやコンプレッサー,分光計,マグネットと幅広いユニットについて,それぞれの 構造について理解しメンテナンス方法について学ぶことができた。

これまで行なっていなかったこと、行なっていたがやり方が間違っていたもの、より効率 的な方法など大変勉強になるものが多かった。特に溶液プローブのエアーの機構について は普段見ることのできない箇所なども詳細まで説明いただき勉強になった。

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えて下さい。

適切な整備により安定した装置状態を保つことができ, (トラブルの頻度が下がることで,) より多くの時間を共同利用設備としての提供が可能となる。また測定相談や受託分析に費 やせる時間が増える。

担当機器の同じ各大学の技術職員と日常業務や測定技術に関する有益な情報を交換することで、それぞれのサービスの向上にも繋がると思う。

- (5) 今後どのような講習会があれば参加したいですか。(企画したいですか)
- ・固体 NMR (多核測定やメンテンスなど)
- ・運用方法や測定支援(学生指導など)の紹介
- (6) ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

今回参加させていただき有難うございました。講習の内容はもちろんですが、色々な大学の同じ担当機器の方のお話を聞かせていただき大変勉強になりました。有難うございました。

参加講習会名:NMR メンテナンス講習会

日時:1月24日

(1) 研修会の満足度を教えてください。 大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

固体のプローブメンテナンスは日常的に行いますが、溶液のプローブのメンテナンスは行ったことがなく、コイル部分まで見たこともありませんでした。通常の講習会では細かいハードウェアの部分まで扱う事は珍しい中、今回の研修会では、メーカー側にも技術職員が専門的な知識を持つ重要性を理解いただき、実現できた研修だと思います。このような機会はなかなかないと思い、参加を希望しました。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

溶液用プローブのメンテナンスについて、プローブへッドのメンテナンス方法を教えて頂きました。近くから見ないと分からないようなエアーの吹き出し口があり、それを講習会参加者一人一人に講師の金子さんが見せてくれました。エアーの吹き出しにも向きがあるとのことで、その吹き出し向きに沿うようにプローブへッドを拭かなければならないことを学びました。プローブを拭くときには窒素レベルを確認するときに使う棒を使うと良いとのことで、その先にガーゼを装着し、エタノールを塗布して洗浄を行いました。すべて測定室にあるものなので、大学に帰ってから簡単にできると感じました。

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えて下さい。

メンテナンスの方法を技術職員が知ることで、各大学でのメンテナンス費用が安くなるのが一番の効果だと思います。さらに、同じ講習会を受講した者同士での情報交換も進み、装置の状態も良くなることで、精度の高いデータを提供できることが出来ます。

- (5) 今後どのような講習会があれば参加したいですか。(企画したいですか) 可能かどうか分かりませんが、固体プローブのメンテナンス講習会もあれば参加したいで す。今、行っている方法が自己流だと思うので、きちんとメーカーから教わってみたいと感 じています。
- (6) ご意見・ご感想・ご要望等**ありましたら**、ご自由にお書きください。 特にありません。いつもお世話になっております。

参加講習会名:NMR メンテナンス講習

日時:2020年1月24日(金)

(1) 研修会の満足度を教えてください。 大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

管理している NMR 装置がメンテナンス不足であること、また、正しいメンテナンスの方法を学びたかったことから参加を決めました。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

装置からプローブを取り出すということ自体に抵抗があったため(触ってはいけないものだと思っていました)、今回実際にプローブのメンテナンス方法をメーカーの方から直接教えていただき、大変勉強になった。He 充填の際には、その時の対応だけではなく、充填後のねじの点検も必要だということを知ることができた。

また、測定中のトラブルが起きた際の対処法についても聞くことができたので、今後の対応 に活かしていく。

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えて下さい。

機器共用・外部連携等につながるかは分かりませんが、装置を長く維持していくために必要な技術を身につけることができたと思う。

- (5) 今後どのような講習会があれば参加したいですか。(企画したいですか) さまざまな装置トラブルに対応できるように、他大学の方のトラブル事例とメーカーによ るその時のトラブル対処法の講習会があれば参加したいです。
- (6) ご意見・ご感想・ご要望等**ありましたら**、ご自由にお書きください。 基本的な部分が何も分かっていなかったので、今回の講習内容すべてが大変勉強になりま した。ありがとうございました。

参加講習会名:NMR メンテナンス講習

日時:2020年1月24日(金)

(1) 研修会の満足度を教えてください。 大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

普段行っている装置メンテナンスについて、前任者の方から教えていただいた内容が多く、メーカーの方からメンテナンス方法を伺いたかったため。また、他大学において、どのように装置メンテナンスを行っているか知りたかったため。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

ハウジングの清掃方法について、これまで非磁性のスティックにガーゼをつけた後にイソプロピルアルコールを浸し清掃を行っていましたが、エタノールなどの溶媒を使わないほうがよいことが分かり、今後は乾燥した状態で清掃を行おうと思いました。チューニング用のシャフトを刺した時に動きが硬いことがあるので、ダイヤルの裏側のギアに油をさすなど、実践したいと思いました。また、プローブ内のエアーの出る小さな穴についても確認することができ、エアーダスターを用いた掃除方法についても勉強になりました。

(4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えて下さい。

各大学の装置が適切にメンテナンスされることにより、装置稼働率があがり、様々な機器共用のニーズに対応できると思われます。また、大学間の交流が進むことにより、自身の大学で測定できないサンプルを他大学にお願い機会が増え、外部利用が促進すると思われます。

- (5) 今後どのような講習会があれば参加したいですか。(企画したいですか)
- 二次元測定では測定時にパラメーターをいじることが多いので、測定用ファイル内に記述されている内容(PulseProg)の読み方についてなど。
 - (6) ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

これまで見たことのなかったプローブの内部まで見ることができ勉強になりました。メーカーの方が教えてくれる限界のラインまで講習を行うことにより、技術職員のスキルの向上につながると思います。今後もこのような講習に参加したいと思いました。

参加講習会名:NMRメンテナンス講習@北海道大学

日時:2020年1月24日(金)

(1) 研修会の満足度を教えてください。 大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

大学で管理する NMR 装置はメンテナンス方法を、「前担当者(もしくは装置に関する知見を持っている現在籍教員)より引き継ぐ」もしくは「メーカー配布のメンテナンスマニュアルにて確認する」となります。このため、作業内容の詳細なノウハウの部分を確認せず、自己判断で作業内容を確立させることが多いかと思います。私の所属先も同様で、メンテナンスマニュアルのみで作業内容を確認していますが、自身のメンテナンス方法が正しい方法であるか検証したことはありませんでした。今回の講習会ではこの点を確認しようと思い参加しました。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

メーカーのメンテナンスマニュアルには記載されていない以下の内容について、作業方法、 完了基準、作業頻度を確認できました。これらの項目は、NMR 装置の安全かつ健全な運用 に必要不可欠な情報なので、非常に役立つ情報を得ることができました。

- ・超伝導磁石内部ハウジングの清掃方法
- ・プローブのシャフト接続部分のギアの清掃方法
- ・端子復活材を利用したケーブルの再生方法
- (4) この研修会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むかを教えて下さい。

装置不具合による稼働停止が減少するので、装置稼働率向上に繋がると思います。 また装置スペックを落とすことなく利用できるため、より良い測定データの取得が可能に なると思います。

- (5) 今後どのような講習会があれば参加したいですか。(企画したいですか)
- ·固体 NMR 初心者講習
- ・装置利用効率向上に役立つ IoT テクニック講習(NMR に限らず、他の分析機器にも言えると思います。)
- (6) ご意見・ご感想・ご要望等ありましたら、ご自由にお書きください。

他大学の技術職員の皆様と交流する機会は多くないので、他大学の皆様の取り組みを聞くことができる良い機会だと思いました。講習会ということで、参加人数に制限もあるので、

少人数での交流でしたので、非常に密度の濃い交流をできたと思います。このような機会を 与えて頂き、誠にありがとうございます。