

# NMRユーザーーズセミナー

安全講習と機器使用における注意事項

岡山大学大学院NMRユーザーーズセミナー  
自然生命科学研究支援センター  
技術職員 松本 恵

# 超伝導FT-NMR装置



入口から正面に  
400MHzと600MHz



左側に300MHz

# 岡山大学 自然生命科学研究支援センター

## 超伝導FT-NMR装置

- 300MHz (Oxford Varian Mercury300)  
 $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{31}\text{P}$ の測定が可能  
ルーチン測定用
- 400MHz (Varian 400-MR)  
 $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{31}\text{P}$ の測定が可能
- 600MHz (Varian NMR System 600)  
**多核測定可能**  
 $^1\text{H}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{15}\text{N}$ – $^{31}\text{P}$ 周波数帯にある核, 重水素観測  
( $^2\text{H}$ ) のパルスシーケンスを完備



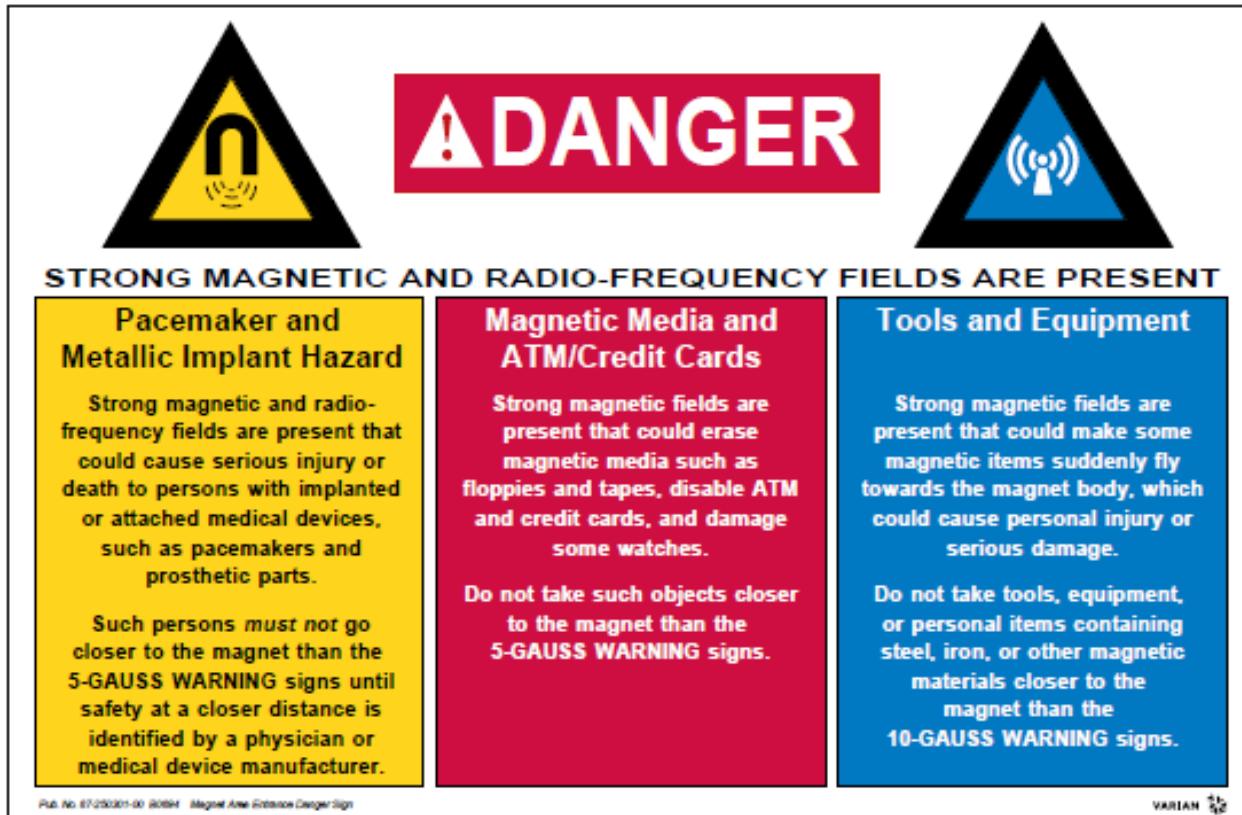
# NMR安全講習

- 測定者の保護
  - ① 強い磁場
  - ② 冷媒による危険
- NMR装置の保護
  - ① 磁性体混入による故障
  - ② 外部からの衝撃によるクエンチ

# NMR安全講習

- 測定者の保護

① 強い磁場



# NMR安全講習

## • 測定者の保護

### ① 強い磁場

	1-Gauss	5-Gauss	10-Gauss	25-Gauss	Magnet Systems
<b>Oxford Varian 300 MHz</b>	2.9 m	1.7 m	1.3 m	1.0 m	300MHz/54mm 7.04T
<b>Varian 400-MR Premium Sheilded Magnet</b>	<1.7 m*	<1.0 m*	<0.8 m*	<0.6 m*	400MHz/54mm 9.39T
<b>Varian NMR System 600 Premium Sheilded Magnet</b>	1.1 m	1.0 m	0.9 m	0.8 m	600MHz/54mm 14.09T

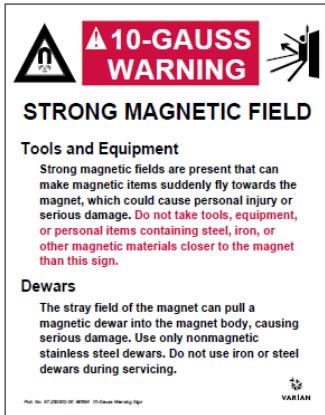
\*400MHz Shielded Magnetの値(本分析センターではPremium Shielded Magnetを用いている)

$$10G = 1\text{ mT}$$

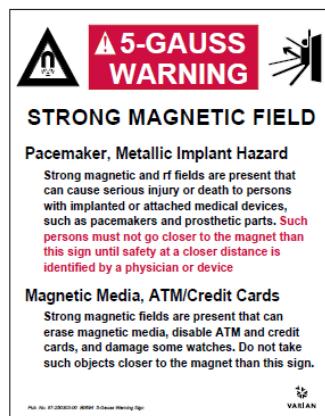
$$10000G = 1\text{ T}$$

参考値: エレキバン 800G~2000G

# NMR安全講習



	深刻な影響（破損、動作不良等）を受ける機器
15 Gauss Lineよりも 内側	心臓ペースメーカー、強磁性インプラント、強磁性体の工具、鍵、電子機器、アナログ時計、磁気データ記憶媒体、及びクレジットカード。
5~15Gauss	心臓ペースメーカー、シールドされたCRT、コンピュータ、画像増強管（イメージインテンシファイア）、光電子増倍管等の電子機器。
1~5 Gauss	シールドされていない画像増強管（イメージインテンシファイア）、光電子増倍管、線形加速器、電子顕微鏡、ブラウン管の精密電子機器。



MRI(人体用NMR?)の安全教育の参考になるサイト  
<http://www.simplyphysics.com/>

MRI Safty Issuesの項目に画像が多数掲載されている

# NMR安全講習

- 測定者の保護

冷媒による危険

振動や衝撃によるSCMのクエンチ

クエンチとは. . .

超伝導状態が消失する現象

→熱の発生, 液体ヘリウムの急激な沸騰蒸発



# NMR安全講習

- 測定者の保護

①強い磁場

②冷媒による危険

	気体／液体 体積比	気体密度 $\text{g L}^{-1}$	沸点 $^{\circ}\text{C}$
液体窒素	700倍	1. 25	-196
液体ヘリウム	770倍	0. 18	-269
空気		1. 29	
酸素		1. 43	-183

## 窒息による危険

空気の成分: 78.08%窒素 20.95%酸素 (国際標準大気1975)  
酸素濃度18%未満→酸素欠乏状態

# NMR安全講習

## ・測定者の保護

①強い磁場

②冷媒による危険

酸素濃度	症状
18%	息苦しい、安全限界だが連續換気が必要
16%	呼吸・脈拍の増加、頭痛・恶心・吐き気、集中力の低下
12%	めまい・吐き気、筋力低下・体温上昇
10%	顔面蒼白・意識不明、皮膚や粘膜が青紫色になる、嘔吐
8%	失神昏倒・昏睡、7~8分以内に死亡
6%	瞬時に昏倒、呼吸停止、けいれん、1分で死亡

# NMR安全講習

## ・測定者の保護

どのような時にクエンチは起きるのか？

超伝導コイルが液体ヘリウム液面より露出することで超伝導状態が破れる

重量のある磁性体（ボンベ、台車等）の暴走による衝突  
衝撃によりコイルが激しく動く→磁場の大きなずれ

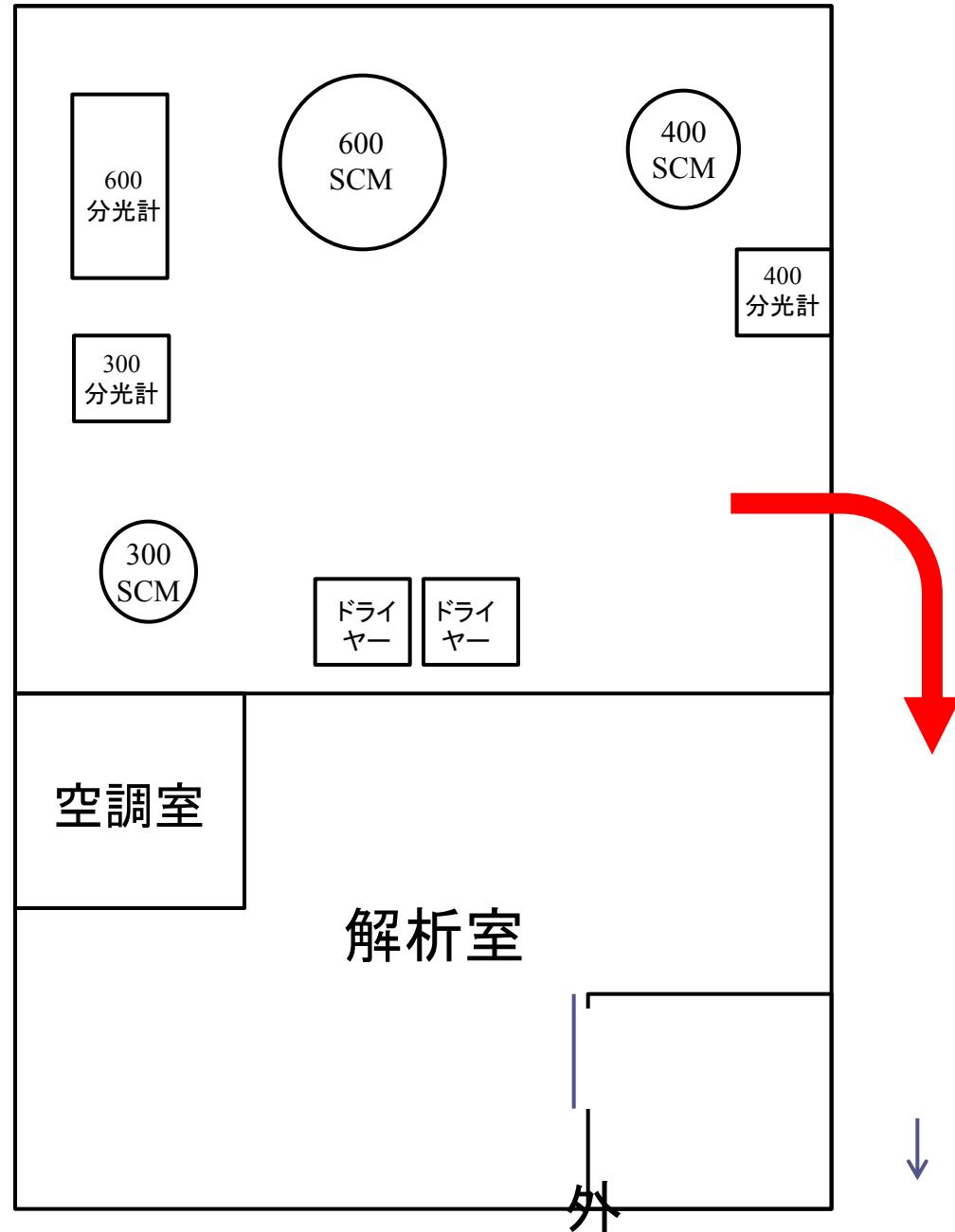
地震による振動

→地震による倒壊の危険もある

# NMR安全講習

地震等が起きてマグネットが  
クエンチしたら  
→地震によるマグネット転倒  
の危険も…

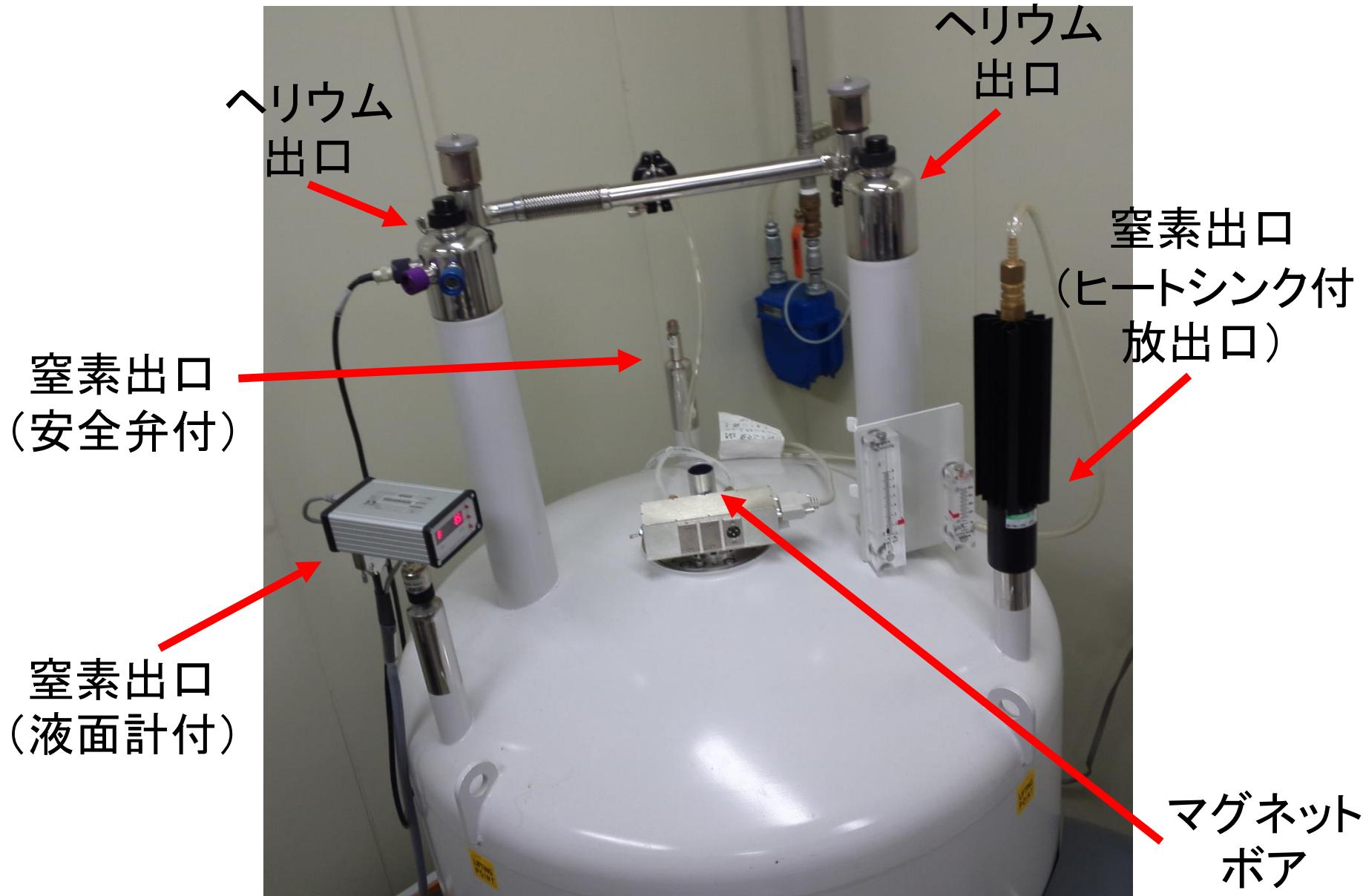
すぐに測定室から避難



# NMR安全講習

- ガス放出口の閉塞による破裂の可能性…  
**可能性はかなり低い**
- 窒素およびヘリウム出口が凍結していた場合は注意が必要

# NMR安全講習



# NMR安全講習

- 測定者の保護

- ① 強い磁場
- ② 冷媒による危険

- NMR装置の保護

- ① 磁性体混入による故障

外部からゴミ（鉄粉）を持ち込まない。

NMR室は**土足厳禁**（スリッパに履き替える）

# NMR安全講習

- 測定者の保護
  - ①強い磁場
  - ②冷媒による危険

- NMR装置の保護
  - 手垢等からの汚染によるプローブの故障

NMRのサンプルはコンプレッサーからのエアで出し入れ、回転を行っている。

# 試料管

- 外径5mmの良質なもの、傷、割れ、歪みは不可

マグネット内でサンプル管は10~20回/sで回転するため、精度の高い管形が求められる。

サンプル管がプローブ内で破損する可能性も…

→プローブの汚染、破損. . . . 修理費 ¥1,000,000

- 溶液NMRでは固体物を混入しない

SHIMが合わない、もしくは大きくずれる。

(サンプルに溶け残りがある場合は必ず綿栓ろ過、もしくはシリジフィルターろ過をする事)

- 蓋はしっかりする

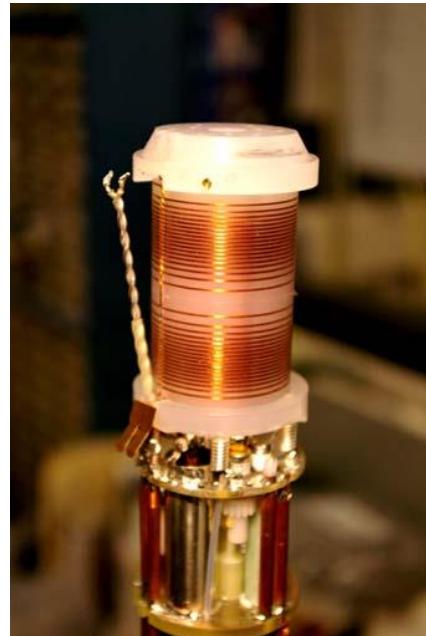
プローブを汚染、破損する可能性がある。

傷んだ蓋は使用しない。

# NMR安全講習

- NMR装置の保護

手垢等からの汚染によるプローブの故障



PGFプローブ

E: Sample Tube and Spinner

D: Shim Stack

C: Bottom of the Probe



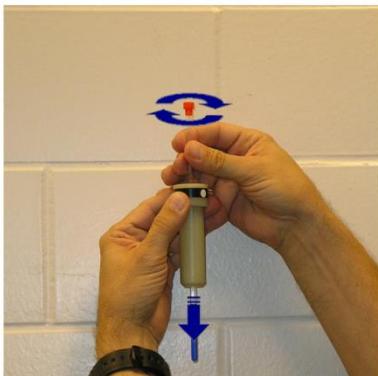
スピナーの足の部分  
には触れないこと

スピナーは精密部品  
横に寝かした状態で放置は厳禁

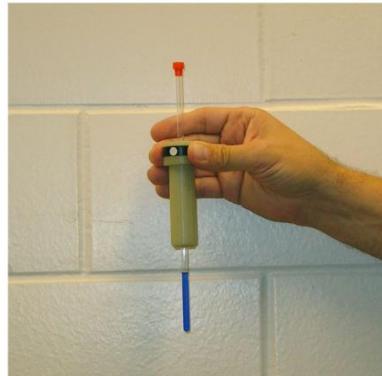
# NMR安全講習

## • NMR装置の保護

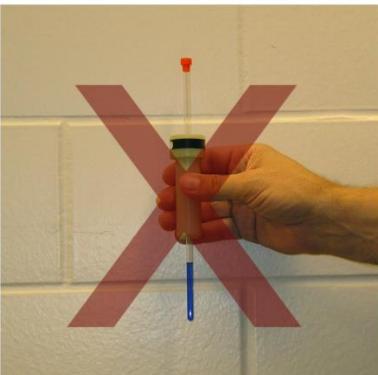
### 適切なサンプルの扱いを習得する



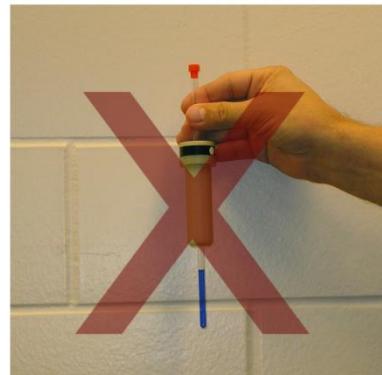
Insert the tube in the spinner by pushing it gently along the hole while rotating it back and forth.



Hold the spinner from the top rim.



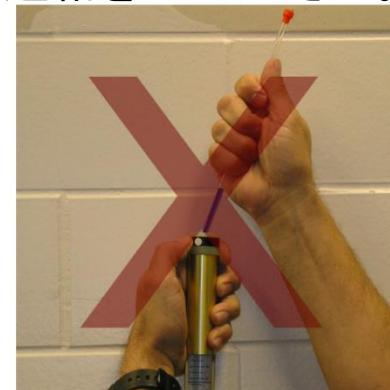
Do not hold or touch the spinner on the shaft



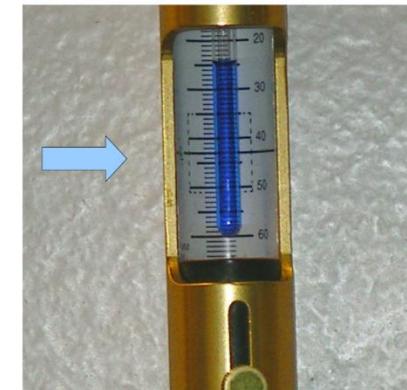
Do not hold the spinner from the NMR tube.

- ・スピナーは手垢を付けないように扱う
- ・力任せの扱いは絶対にしない
- ・スピナーに装着した場合、サンプル位置は正しく調製を行う

- ・スピナーが汚損していた場合は監守者に連絡をしてください。



Do not insert the tube by forcing it in the spinner's hole, or when the spinner is mounted in the depth gauge.



If less than the recommended volume is used, center the solution's column with the center black line on the gauge's meter.

# NMR安全講習

## 適切なサンプルの扱いを習得する

- ・マグネットに触れない。
- ・サンプルの挿入は丁寧に行う。
- ・マグネットボアからエアが出ている事を確認する。
- ・必ずサンプルが浮上することを確認してから手を離す。

・エアが出ている事を確認  
・サンプルの浮上を確認



アルミ製脚立があるので有効に使ってください

# NMR安全講習

- 600MHzNMR オートチューニングユニット使用時の注意事項
- 600MHzNMRではCDCl<sub>3</sub>以外の溶媒で測定をする際にはプローブのチューニングが必要。
- ただし、CDCl<sub>3</sub>のルーチン測定の際にはチューニングを取る必要はない。
- 機械的にプローブのダイヤルを調整するため、消耗品が多い。
  - 不必要的チューニングをするとチューニングユニット部品（クラッチ等）の交換頻度が多くなる。
  - プローブダイヤルのネジも消耗品のため、修理費は高額



# 故障かな！？．．． と思ったら

① まず研究室の先生もしくは先輩  
(NMRに熟練している人) に聞いてみ  
る

② それでもダメなら・・・  
月～金 8:30～17:00  
分析計測分野・松本 (内線8747)



時間外【休日・夜間・上記以外の時間】  
なら学部監守者の先生に連絡し復旧する

# NMR監守者 (内線番号)

分析計測分野

月～金 8:30～17:00

砂月幸成(7833) もしくは 松本 恵(8747)

時間外(夜間・土日祝日)  
は所属学部の監守者の  
先生に連絡をして下さい

## 理学部

花谷 正(7838)  
岡本秀毅(7840)

## 農学部

仁戸田照彦  
(8291)

## 環境理工学部

田嶋智之  
(8898)

## 工学部

光藤耕一(8082)  
工藤孝幸(8211)  
前田千尋(8092)  
片桐利真(8605)

## 薬学部

松野研司(7971)  
谷口抄子(7937 もしくは 7998)  
西岡弘美(7965)

# トラブルの際に伝えてほしいこと

- ・ 所属, 名前
- ・ 装置名, 不具合箇所 (できるだけ詳しく) , どのような操作をしたのか
- ・ 試みたトラブルシューティングの詳細

# 次章

NMR予約システムと利用記録  
利用料金 (¥50/10min)

解析ソフトの紹介

次のスライドへ

# 外注価格

- 核磁気共鳴分析 (NMR)

## 400MHz (<sup>1</sup>H) 装置

• (1) <sup>1</sup> H, <sup>17</sup> O, <sup>19</sup> F : 通常測定	1 測定につき	31,500	
• (2) <sup>13</sup> C : 通常測定	"	42,000	
• (3) その他核種	"		別途お見積り
• (4) 特殊測定 (長時間, 2次元, デカップリング等)	"		別途お見積り
• (5) 解析	1 スペクトルにつき	10,500	

## 500MHz (<sup>1</sup>H) 装置

• (1) <sup>1</sup> H, <sup>17</sup> O, <sup>19</sup> F : 通常測定	1 測定につき	36,750	
• (2) <sup>13</sup> C : 通常測定	"	47,250	
• (3) その他核種	"		別途お見積り
• (4) 特殊測定 (長時間, 2次元, デカップリング等)	"		別途お見積り
• (5) 解析	1 スペクトルにつき	10,500	

日立パワーソリューションズ (旧 日立協和エンジニアリング)

<http://www.hitachi-kyowa.co.jp/bunseki/kiki/22-nmr-info.html>

# 他大学のNMR利用料金（鳥取大学）

## 設備リスト

### 利用可能研究設備詳細

設備名	400MHz核磁気共鳴分光装置 (JEOL・JNM-LA400)
設備コード	S-CG-TTU-RCBT-2
カテゴリ	400MHz NMR装置
仕様	JEOL JNM-Lambda400 400MHz NMR 1H, 13C
設備の所属	鳥取大学 生命機能研究支援センター

### 利用料金

相互利用料金	400MHz
	統一料金 200円 /15分

他大学では1時間当たり600円～800円  
本センターでは300円！

# NMR予約システムと利用記録

## ALBATROSS予約システム

①以下のアドレスにアクセス

<http://pheasant.pharm.okayama-u.ac.jp/system/rsnmr/>



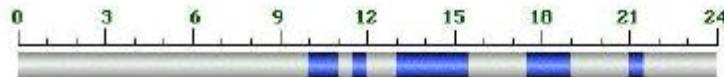
②NEWSから新着情報を確認

③予約状況から空き時間を確認

# ALBATROSS予約システム

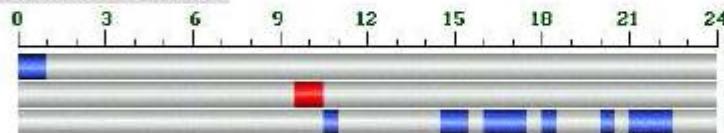
## 予約状況

14-05-21 / 300\_MHz



1:10:00-11:00 1H,13C\_ dsawada@ph 14/05/21@08:25:46 SAWADA Daisuke (7931)  
2:11:00-11:25 1H(miyoshi) kudoh@cc.o 14/05/20@19:00:46 Takayuki Kudoh (8211)  
3:11:30-11:40 1H\_(chen) ynishiha@c 14/05/21@09:48:01 Yasushi Nishihara (7855)  
4:11:40-12:00 1H\_(chen) ynishiha@c 14/05/21@10:59:18 Yasushi Nishihara (7855)  
5:13:00-15:00 1H,13C\_(Baba) kudoh@cc.o 14/05/20@21:46:43 Takayuki Kudoh (8211)  
6:15:20-15:40 1H\_(fujii) hokamoto@c 14/05/21@10:52:49 Hideki Okamoto (7840)  
7:17:30-19:00 1H,13C\_(nishihara) kudoh@cc.o 14/05/21@12:12:29 Takayuki Kudoh (8211)  
8:20:00-20:20 1H,13C\_(michihiro) ynishiha@c 14/05/21@18:27:47 Yasushi Nishihara (7855)  
9:21:00-21:10 1H\_(chen) ynishiha@c 14/05/21@20:46:47 Yasushi Nishihara (7855)  
10:21:20-21:40 1H,13C\_(hyodo) ynishiha@c 14/05/21@21:06:36 Yasushi Nishihara (7855)

14-05-21 / 400\_MHz



水曜日の9:00～10:00は液体窒素の充填作業  
があります（水曜が無理な場合は木曜日）

1:00:00-01:00 1H,13C\_(okuda) ynishiha@c 14/05/20@23:29:06 Yasushi Nishihara (7855)  
2:09:30-10:30 official keimatsu@ 14/05/16#08:55:51 MATSUMOTO Kei (8747)  
3:10:30-11:00 1H\_(kajiura) hanaya@cc. 14/05/21@09:18:33 Tadashi Hanaya (7838)  
4:14:30-15:00 1H,13C\_(okuda) ynishiha@c 14/05/21@02:02:38 Yasushi Nishihara (7855)  
5:15:00-15:30 1H\_(shimonishi) ema@cc.oka 14/05/21@13:26:25 Tadashi Ema (8091)  
6:16:00-17:00 1H\_(shigemori) tono@okaya 14/05/21@08:27:18 Tsutomu Ono (8083)  
7:17:00-17:30 1H,13C\_(okuda) ynishiha@c 14/05/21@02:02:50 Yasushi Nishihara (7855)  
8:18:00-18:30 1H\_(watanabe) ema@cc.oka 14/05/20@22:55:56 Tadashi Ema (8091)  
9:18:30-18:50 1H,13C\_(nishinaga) ynishiha@c 14/05/21@18:17:42 Yasushi Nishihara (7855)  
10:20:00-20:30 1H\_itsuki\_Yamamoto miyachi@h 14/05/21@14:20:35 Hiroyuki Miyachi (7920)  
11:20:35-20:55 1H,13C\_(michihiro) ynishiha@c 14/05/21@20:24:48 Yasushi Nishihara (7855)  
12:21:00-22:00 1H,13C\_(okuda) ynishiha@c 14/05/21@19:50:51 Yasushi Nishihara (7855)  
13:22:20-22:50 1H(kaneshika) ynishiha@c 14/05/21@19:49:11 Yasushi Nishihara (7855)

青帯は一般ユーザー

赤帯は管理者（監守者）

## 窒素充填の時間帯

（ずれることがあります）

300MHz 9:00～9:30

600MHz 9:30～10:00

400MHz 9:30～10:00

# ALBATROSS予約システム予約登録の方法

予約登録

パスワード:

電子メールアドレス:

機種:  300 MHz  400 MHz  600 MHz

日付: 2014 - 12 - 31 時間: 00 : 00 - 00 : 30

コメント:  (学生利用者は名前を入力すること)

管理・運営作業:  official (監守者のみ有効)

Enterキーで入力確定を行ってください。  
 特殊文字の入力は禁忌です。普通に使ってください。  
 同じ内容を再送信すれば、「予約削除」になります。

- ① Albatrossトップページから **予約登録** をクリック
- ② 電子メールアドレス, 機種, 日付, 時間 (1:30は01:30と入力する), コメントを設定する. パスワード[sc-nmr]を入力しEnterキーで登録終了

## 注意事項 :

長時間測定 (2時間以上) は夜間 (21:00~9:00) もしくは休日に測定をしてください

予約をすることは予約時間内のマシンタイムを占有することです. 他の方の使用も考えて, 最小限で予約をお願いします.

# 使用記録のつけ方

4月

(300・400・**600** MHz装置 NMR使用記録

学部:

研究室名: **分析計測分野**

複数予算がある場合の予算識別番号[ ](脚注参照)

測定者	試料提出者	測定モード	検体数	開始日時	終了日時	使用時間(hh:mm)		分析計測分野使用欄
						測定ごと	月別累計	
機器 太郎	機器 太郎	1H	1	4月 1日(火) 9時00分	4月 1日(火) 9時10分	0:10	0:10	
機器 太郎	機器 太郎	1H	3	4月 1日(火) 15時55分	4月 1日(火) 16時15分	0:20	0:30	
機器 太郎	機器 太郎	1H,13C	5	4月 1日(火) 21時00分	4月 2日(水) 8時00分	11:00	11:30	

a)使用時間は、10分単位でご記入下さい b)毎月初めに前月分記録を回収しますので、月替わりには新しい記録用紙にご記入ください

注意)複数予算での支払いを希望する可能性がある場合には、予算別に使用記録簿シートを作成してください

利用料金は次の期間毎の利用分を、終了翌月に請求します:4月1日～6月30日、7月1日～9月30日、10月1日～12月31日、1月1日～2月末日、3月1日～3月31

使用料金 (学内自己測定) : ¥50 / 10分

記録は集計に使用します

人に読んでもらえるように丁寧に記入すること

# 使用記録のつけ方

SC-NMR 測定 測定後必ず記入してください

(平成26年)

測定機器 ( 600MHz )

月	曜日	6:00-	7:00-	8:00-	9:00-	10:00-	11:00-	12:00-	13:00-	14:00-	15:00-	16:00-	17:00-	18:00-	19:00-	20:00-	21:00-	22:00-	23:00-	24:00 → 6:00	
時間帯		C時間帯				A時間帯						B時間帯						C時間帯			
3/31	月																				
4/1	火																				
4/2	水																				
4/3	木																				
4/4	金																				
4/5	土																				
4/6	日																				

注意1: 学生測定者は原則として月～土の9:00～18:00の時間帯を利用すること

注意2: 退出時のシム調整を徹底すること

注意3: 温度が25°Cを越えた場合、監守者に連絡すること

注意4: 監守者がプローブ交換をしたときは、交換時間帯箇所に赤線を引き、名前とPFG→BB、BB→PFG等の記載をする

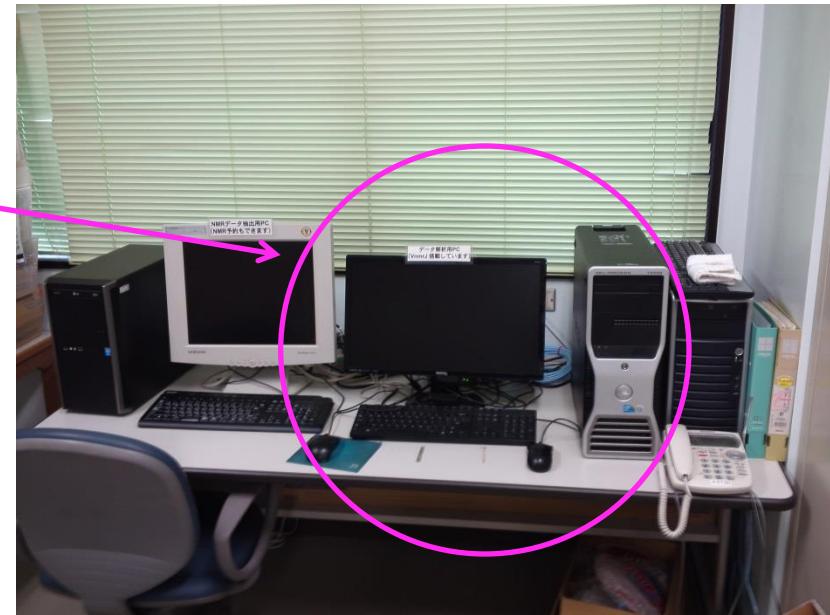
測定時間帯を矢印で記入

測定各種( $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$ 等), 2D測定の場合は測定モード,  
測定者名, 指導教官の名前, 温度を記入

# 解析ソフト

vnmrJによるデータ解析

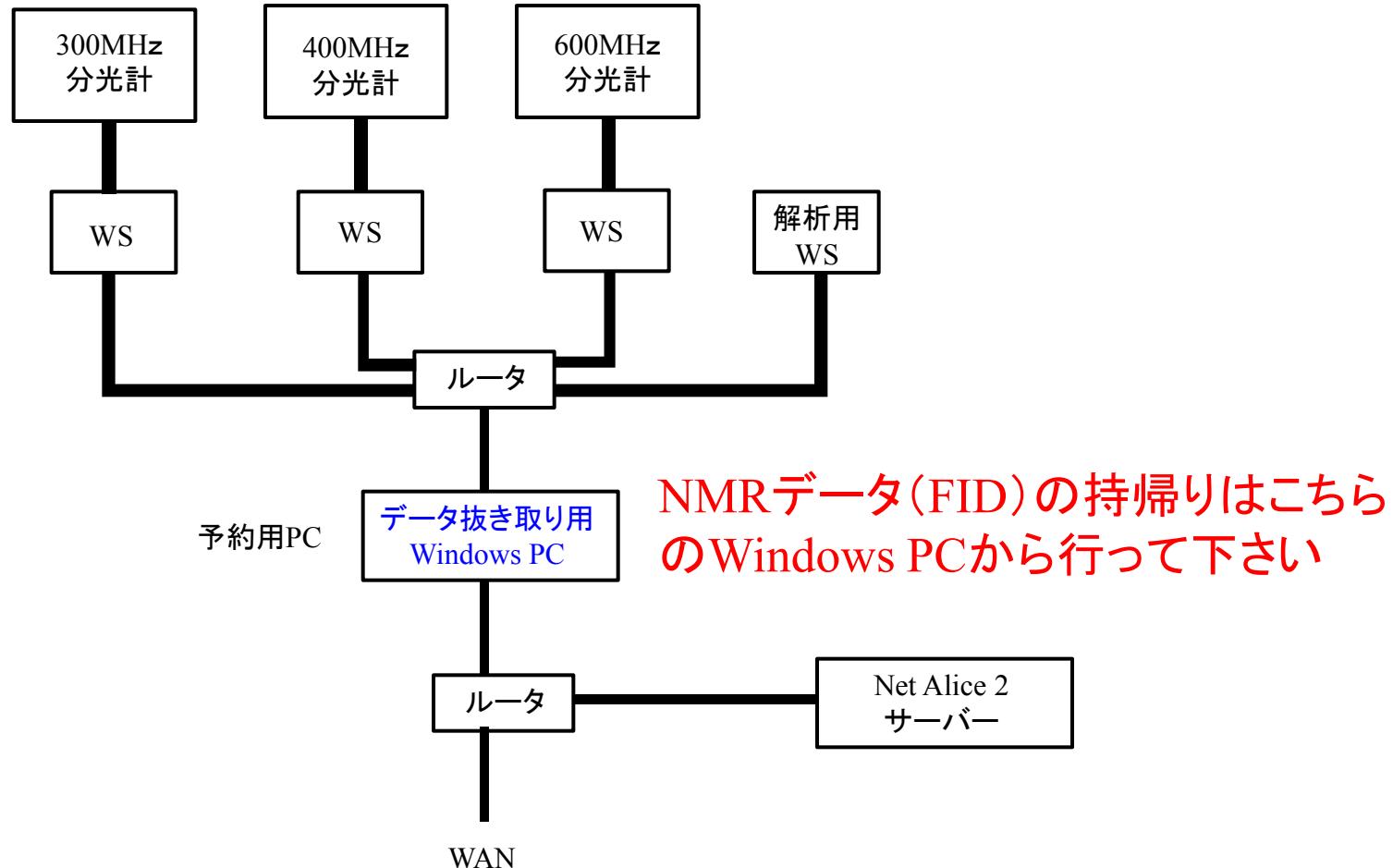
SC-NMR室にて場所を占有する必要がある。  
(場合によりマシンタイムも占有)



- Net Alice 2
- 中村博 著 「FT-NMRのデータ処理」付属の  
解析ソフト

データを持ち帰って研究室にてデータ処理が可能  
論文用データのまとめ, 編集も可能

# NMR室ネットワーク構成



コンピューターウィルス対策:

分光計用のWS(PC)にはUSB等の外部から持ち込んだ記憶媒体は接続しないで下さい

# ライセンス試験

9/29(月) ユーザーズセミナー (講習会)

10/2(木) ユーザーズセミナー (予備)

10/6(月)～10/17(金) ユーザー試験 (予定)

持参して頂きたいもの :

- ・試験項目、誓約書
- ・練習で測定したチャート3枚 (別の日付の)

# 大学院SC-NMR使用上の注意

- 装置はデリケートだから丁寧に扱う  
小さな異常でも看過しない  
室温に注意
- 異常を発見したらすぐに教員→監守者へ連絡
- 指定のサンプルチューブ以外の使用禁止
- トラブルは放置しない（一人で解決しようとしない）  
さらに悪い方向へ転落する可能性大
- 部屋の整理整頓、ゴミは残さない

# 大学院SC-NMR使用上の注意

- 責任がもてない時間の使用禁止

担当教員帰宅後の修士学生は原則使用禁止

夜中に監守者を呼びださない！

- 終夜測定の開始は19時以降

できれば21時以降

- NMRは使用率の非常に多い装置です

→マシンタイムの長時間占拠は迷惑

- 予約は必要十分な時間

(30分利用するのに1時間予約は取らないこと)

使い終わったら次の人に連絡！

# 大学院SC-NMR使用上の注意

- ・ 使った後は次の使用者に異常なく測定が可能なことを示す  
必ず標準サンプル (ethylbenzene) を測定する

測定後、現状復帰できない使用者には利用を停止していただきます

- ・ 同様に部屋を乱雑に使う者は警告3回で剥奪

アルバトロス予約は正しい手順で

- ・ (同研究室が3回/年飛ばしたらアク禁)

# 大学院SC-NMR使用上の注意

- 使った後は復帰  
(復帰できない者は使用禁止、資格剥奪)

同様に部屋を乱雑に使う者は警告3回で剥奪

必ず標準サンプルの測定！

教員は、熟知していることが大前提

装置をルーチンで使わない。操作の目的の理解を試験では求める。

それが理解できていないものは不合格

# 大学院SC-NMR使用上の注意

- 装置の操作が簡単になったので、  
マナーが主な試験の不合格理由！
- 数年前にあった実例  
試験中にコンピューターがフリーズ！  
受験者「すいません、コンピューターの故障です」  
試験官「で、どうする？」  
受験者「試験続行できないから、先生、直して下さい。」  
試験官『OUT!』  
受験者「え、なにそれ？」「やってられないよー」

# 試験に落ちる原因

- この講習会の内容を憶えていない  
(試験時に口頭試問があります)
- 試験中の装置のフリーズで試験官にヘルプを求める
- 退出時にスリッパを片付けない
- 操作は完璧でもマナー違反は資格を与えません。
- マナー違反警告3回で資格剥奪です。

# Must!

- 測定終了後は標準サンプルを測定し、Shimなどがあることを確認する。
- 「時間がない」は許されない！
- これが守られていない場合は、資格剥奪します！