



Title	ヘリウム回収ラインの改良について
Author(s)	稲角, 直也; 戸所, 泰人
Citation	大阪大学低温センターだより. 2014, 161, p. 32-35
Version Type	VoR
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/27385">https://hdl.handle.net/11094/27385</a>
rights	
Note	

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

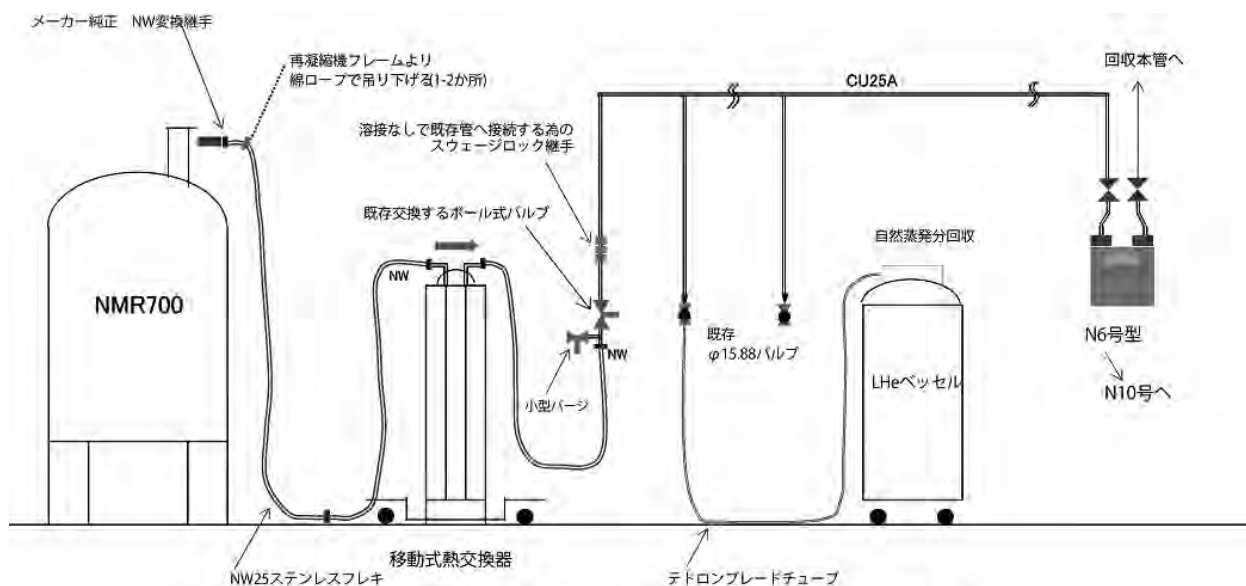
# ヘリウム回収ラインの改良について

理学研究科 稲角 直也 戸所 泰人 (内線6787)

E-mail: inazumi@chem.sci.osaka-u.ac.jp

## 1. ヘリウム回収率向上を目的とした、ヘリウム回収ラインの改良

近年Heの深刻な供給不足が度々伝えられています。核磁気共鳴装置 (NMR) についても多くのHeを使用しており、100%低温センターからの供給で賄っています。従来NMRに液体Heを充填する場合、大きなマグネット (14.09 T以上) では内圧が上昇することによるクエンチリスク低減のために開放系で充填を行ってきました。これが原因で平成24年度のHe回収率は72%でした。ヘリウム回収時においてもマグネット内部の内圧が上昇しにくい状態にするため以下の改良を行い、平成25年度8月末までのヘリウム回収率を92%に改善することに成功しました。



ヘリウム回収ライン改良イメージ図。

### ・ヘリウム回収管接続部分の改良

従来のヘリウム回収ライン接続部は、ゴムホースを接続出来るように管径を小さくしていました。また、バルブもニードルバルブを用いていたため、流量が制限されヘリウム充填時にマグネット内の内圧が上昇する原因の一つでした。

改良後は、NW継ぎ手を接続部分に採用し25φのステンレスフレキでマグネットと接続しました。バルブについてもボールバルブを採用したことで、流量が大幅に改善され、充填時におけるマグネット内の内圧が大きく上昇することはなくなりました。



改良前



改良後

### ・回収メーターの大容量化

ガスメーターについても従来のN 6より大流量のN10を採用しました。

ガスメーター交換時においては、下記の様に接続ラインを工夫することで、従来の回収ラインを使用し、工事コストを抑えました。



改良前

ガスメーター：N6  
使用最大流量：6m<sup>3</sup>/h  
最大指示量：999.999m<sup>3</sup>  
最小指示量：0.2L



改良後

ガスメーター：N10  
使用最大流量：10m<sup>3</sup>/h  
最大指示量：9999.99m<sup>3</sup>  
最小指示量：2L

### ・移動式気化器の導入

ヘリウム充填時に回収ラインを用いてヘリウムガスを回収する場合に問題となるのは、極低温ヘリウムガスを常温にする気化器を設置する必要があることです。これは極低温のヘリウムガスをガスメーターに入れると、ガスメーターが破損するリスクが高くなるだけでなく、回収量も正確にカウントされないためです。

現在700MHzNMRが設置されている部屋には常設の気化器を設置するスペースがないため、上図のような気化器を導入しました。この気化器は移動式の気化器で接続部分がNW継ぎ手になっているため、ステンレスフレキを使用することが出来ます。また理学研究科では多くのNMRが点在して設置されており、今後の水平展開を考える上でも有効でした。



現在、他のNMRについても同様にヘリウム回収ラインの改良を行い、ヘリウム回収率を測定している所です。

最後に、このヘリウム回収ラインの改良につきましては、低温センター豊中分室にご協力を頂きました。また、配管工事、移動式気化器作成はS.PLANT.co エスプラントカンパニー（Tel. 072-728-0511）にお願いしました。紙面を借りまして、厚く御礼申し上げます。

## 2. 理学研究科 分析機器測定室 HP リニューアル

2013年4月8日に理学研究科 分析機器測定室のHPをリニューアルしました。今回は、下記の点についてリニューアルを行いました。

- ・分析機器情報の拡充
- ・各分析機器予定表の導入
- ・各種マニュアル等のダウンロードページの追加
- ・各委員会についての情報を追加
- ・職員予定表の追加



<http://analysis.sci.osaka-u.ac.jp/index.html>

## 3. NMR 装置紹介

現在、理学研究科 分析機器測定室が管理しているNMRは10台有り、全ての機種で高い稼働率を実現しております。ユーザーも有機・無機材料からタンパク質・物性など幅広い研究分野で使用されております。下記に各NMR装置の仕様を紹介します。

**Mercury300**

- ・メーカー名: Agilent
- ・導入年月日: H20.9.2
- ・設置部屋: G703
- ・分光計名: MERCURY plus
- ・制御ソフト名: VNMRJ 2.2D
- ・溶剤プローブ
  - ・ 5 mm Varian 1H/19F/13C/31P PFG AutoSwitchable Probe
  - S/N比: 1H  $\geq$  160:1 13C  $\geq$  100:1 31P  $\geq$  100:1 19F  $\geq$  155:1
  - 測定温度範囲: -80°C - 130°C



**CMX300**

- ・メーカー名: Chemagnetics
- ・導入年月日: H8.3.28
- ・設置部屋: C115
- ・分光計名: CMX Infinity
- ・制御ソフト名: Spinsight 3.5.2
- ・固体プローブ
  - ・ 4 mm Chemagnetic CPMAS Solids probe
  - 最大回転数  $\leq$  14 kHz 測定温度範囲: -35°C - 160°C
  - ・ 5 mm Chemagnetic CPMAS Solids probe
  - 最大回転数  $\leq$  10 kHz 測定温度範囲: -35°C - 160°C
  - ・ 7.5 mm Chemagnetic CPMAS Solids probe
  - 最大回転数  $\leq$  7 kHz 測定温度範囲: -35°C - 160°C



#### ECS400

- メーカー名: JEOL RESONANCE
- 導入年月日: H23.3.24
- 設置部屋: D104
- 分光計名: ECS-400
- 制御ソフト名: Delta 5.0.1
- 溶液プローブ
  - 5 mm JEOL TH5AT/FG probe  
S/N比:  $1H \geq 370:1$   $13C \geq 270:1$   $15N \geq 35:1$   $31P \geq 130:1$   
測定温度範囲:  $-100^{\circ}C - 150^{\circ}C$  auto tune 仕様
- オートサンプルチェンジャー
  - 24試料対応



#### ECA400

- メーカー名: JEOL RESONANCE
- 導入年月日: H22.10.16
- 設置部屋: C112
- 分光計名: ECA-400
- 制御ソフト名: Delta 5.0.1
- 固体プローブ
  - 5 mm Doty WL solid probe  
nospin 測定温度範囲:  $-10^{\circ}C - 150^{\circ}C$
  - 7 mm Doty HX CPMAS solid probe  
最大回転数  $\leq 7$  kHz 測定温度範囲: 室温  $- 150^{\circ}C$
- グル用プローブ
  - 4 mm HX FG MAS probe  
S/N比:  $1H \geq 90:1$   
最大回転数  $\leq 9$  kHz (Kel-Fキャップ),  $\leq 18$  kHz (Vespelキャップ)  
測定温度範囲: 室温  $- 60^{\circ}C$



#### AVANCE400

- メーカー名: Bruker
- 導入年月日: H24.3.6
- 設置部屋: C113
- 分光計名: AVANCE III 400
- 制御ソフト名: TOPSPIN 3.1
- 固体プローブ
  - 4 mm Bruker WL Static solid Probe  
最大回転数  $\leq 20$  kHz 測定温度範囲:  $-100^{\circ}C - 150^{\circ}C$
  - 4 mm Bruker HX/Y CPMAS solid Probe  
最大回転数  $\leq 20$  kHz 測定温度範囲:  $100^{\circ}C - 150^{\circ}C$
  - 4 mm Bruker HX/Y CPMAS solid Probe  
最大回転数  $\leq 20$  kHz 測定温度範囲:  $100^{\circ}C - 150^{\circ}C$



#### ECA500(D104)

- メーカー名: JEOL RESONANCE
- 導入年月日: H18.8.7
- 設置部屋: D104
- 分光計名: ECAMX-600SP
- 制御ソフト名: Delta 5.0.2
- 溶液プローブ
  - 5 mm JEOL TH5ATFG2  
S/N比:  $1H \geq 260:1$   $13C \geq 200:1$   $15N \geq 22:1$   $31P \geq 150:1$   
測定温度範囲:  $-100^{\circ}C - 150^{\circ}C$  auto tune 仕様
  - 1.7 mm Nalorac 1H/13C PFG Z probe  
S/N比:  $1H \geq 90:1$  (半値幅  $\leq 0.46$  Hz)  
測定温度範囲:  $-20^{\circ}C - 60^{\circ}C$



#### ECA500(G703)

- メーカー名: JEOL RESONANCE
- 導入年月日: H20.12.24
- 設置部屋: G703
- 分光計名: ECA-500
- 制御ソフト名: Delta 5.0.2
- 溶液プローブ
  - 5 mm JEOL TH5AT/FG probe  
S/N比:  $1H \geq 370:1$   $13C \geq 270:1$   $15N \geq 35:1$   $31P \geq 130:1$   
測定温度範囲:  $-100^{\circ}C - 150^{\circ}C$  auto tune 仕様
  - 5 mm I/O/FG probe  
S/N比:  $1H \geq 700:1$   
測定温度範囲:  $-100^{\circ}C - 150^{\circ}C$  auto tune 仕様



#### INOVA500

- メーカー名: Agilent
- 導入年月日: H22.3.25
- 設置部屋: G015
- 分光計名: VNMR System
- 制御ソフト名: VNMRJ 3.2
- 溶液プローブ
  - 5 mm Varian 1H(13C/15N) XYZ PFG Triple Resonance Probe  
S/N比:  $1H \geq 1200:1$   
測定温度範囲:  $0^{\circ}C - 60^{\circ}C$
  - 5 mm Varian Broadband Probe  
S/N比:  $13C \geq 380:1$   
測定温度範囲:  $-100^{\circ}C - 150^{\circ}C$
  - 5 mm Varian 1H-19F/15N-31P PFG AutoX Dual Broadband Probe  
S/N比:  $1H \geq 480:1$   $13C \geq 330:1$   $15N \geq 35:1$   $31P \geq 180:1$   $19F \geq 440:1$   
測定温度範囲:  $-80^{\circ}C - 130^{\circ}C$



#### VN500

- メーカー名: Agilent
- 導入年月日: H20.2.15
- 設置部屋: G016
- 分光計名: VNMR System
- 制御ソフト名: VNMRJ 3.2
- 溶液プローブ
  - 5 mm Varian 1H-19F(13C/15N) PFG Triple Resonance Probe  
S/N比:  $1H \geq 1080:1$   $19F \geq 1080:1$   
測定温度範囲:  $-20^{\circ}C - 80^{\circ}C$
  - 5 mm Varian 15N, 13C(1H/19F) PFG Triple Resonance Probe  
S/N比:  $1H \geq 330:1$   $19F \geq 330:1$   $13C \geq 320:1$   
測定温度範囲:  $-80^{\circ}C - 130^{\circ}C$
- 固体プローブ
  - 3.2 mm Varian 1H/31P-13C/13C-15N BioMAS™ Probe  
回転数  $\leq 25$  kHz  
測定温度範囲:  $-75^{\circ}C - 100^{\circ}C$
  - 1.2 mm Varian 1H-19F/31P-13C/13C-15N UltraFastMAS™ Probe  
回転数  $\leq 60$  kHz  
測定温度範囲:  $0^{\circ}C - 65^{\circ}C$  ( $\leq 60$  kHz)



#### AVANCE700

- メーカー名: Bruker
- 導入年月日: H24.2.28
- 設置部屋: C121奥 (イレー) (D104)
- 分光計名: AVANCE
- 制御ソフト名: TOPSPIN 2.1
- 溶液プローブ
  - 5 mm CryoProbe TCI 700S4 1H-C/N-D Z-gradient  
S/N比:  $1H \geq 7000:1$  (半値幅  $\leq 0.45$  Hz)  $13C \geq 1200:1$  (半値幅  $\leq 0.2$  Hz)  
測定温度範囲:  $0^{\circ}C - 80^{\circ}C$



NMRについての御相談がある場合は、下記にご連絡下さい。

分析機器測定室 稲角 直也 (内線:6787 Email: inazumi@chem.sci.osaka-u.ac.jp)

戸所 泰人 (内線:6089 Email: todokoroy13@chem.sci.osaka-u.ac.jp)