

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	https://hdl.handle.net/11094/27385
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

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

Osaka University

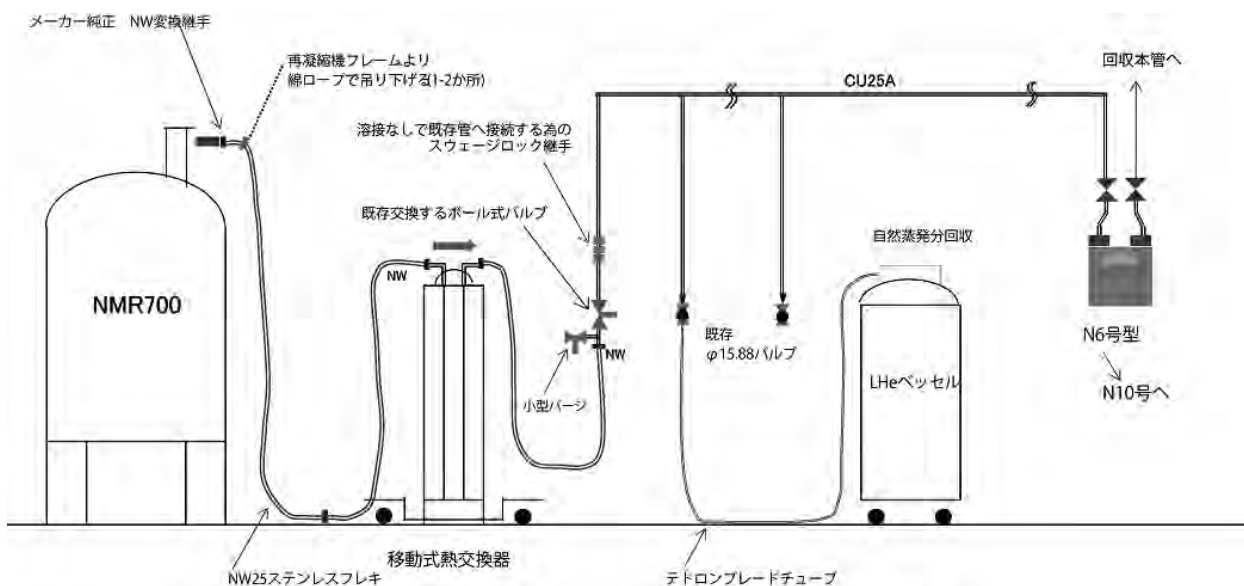
ヘリウム回収ラインの改良について

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来ました。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N6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：6m³/h
最大指示量：999.999m³
最小指示量：0.2L



改良後

ガスメーター：N10
使用最大流量：10m³/h
最大指示量：9999.99m³
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
- ・購入年月日: H20.9.2
- ・設置部屋: G703
- ・分光計名: MERCURY plus
- ・制御ソフト名: VNMRJ 2.2D
- ・溶液フロー
- ・ 5 mm Varian 1H/19F/13C/31P PFG AutoSwitchable Probe
- ・ SN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

GMX300

- ・メーカー名: Chemagnetics
- ・購入年月日: H8.3.28
- ・設置部屋: C115
- ・分光計名: GMX Infinity
- ・制御ソフト名: Spinsight 3.5.2
- ・ 固体フロー
- ・ 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

ECJ9400

- メーカー名: JEOL RESONANCE
- 購入年月日: 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 > 370:1 13C > 270:1 15N > 35:1 31P > 130:1
 - 測定温度範囲: -100°C - 150°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
- 購入年月日: 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°C - 150°C
 - 7 mm Doty HX CPMAS solid probe
 - 最大回転数 $\leq 7\text{ kHz}$ 測定温度範囲: 室温 - 150°C
- ゲル用プローブ
 - 4 mm HX FGMS probe
 - S/N比: 1H > 90:1
 - 最大回転数 $\leq 9\text{ kHz}$ (Kef-Fキャップ), $\leq 18\text{ kHz}$ (Vespeルキャップ)
 - 測定温度範囲: 室温 - 60°C



AVANCE400

- メーカー名: Bruker
- 購入年月日: 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 $\leq 20\text{ kHz}$ 測定温度範囲: -100°C - 150°C
 - 4 mm Bruker HXY CPMAS solid Probe
 - 最大回転数 $\leq 20\text{ kHz}$ 測定温度範囲: 100°C - 150°C
 - 4 mm Bruker H/FX CPMAS solid Probe
 - 最大回転数 $\leq 20\text{ kHz}$ 測定温度範囲: 100°C - 150°C



ECA500(D104)

- メーカー名: JEOL RESONANCE
- 購入年月日: 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 > 260:1 13C > 200:1 15N > 22:1 31P > 150:1
 - 測定温度範囲: -100°C - 150°C auto tune 仕様
- 1.7 mm Nalorac 1H/13C PFG Z probe
- S/N比: 1H > 90:1 (半値幅 $\leq 0.46\text{ Hz}$)
- 測定温度範囲: 20°C - 60°C



ECA500(G703)

- メーカー名: JEOL RESONANCE
- 購入年月日: 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 > 370:1 13C > 270:1 15N > 35:1 31P > 130:1
 - 測定温度範囲: -100°C - 150°C auto tune 仕様
 - 5 mm I/O/FG probe
 - S/N比: 1H > 700:1
 - 測定温度範囲: -100°C - 150°C auto tune 仕様



INOVA500

- メーカー名: Agilent
- 購入年月日: H22.3.25
- 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(13C/15N) XYZ PFG Triple Resonance Probe
 - S/N比: 1H > 1200:1
 - 測定温度範囲: 0°C - 60°C
 - 5 mm Varian Broadband Probe
 - S/N比: 13C > 380:1
 - 測定温度範囲: -100°C - 150°C
 - 5 mm Varian 1H-19F/15N 31P PFG AutoX Dual Broadband Probe
 - S/N比: 1H > 480:1 13C > 330:1 15N > 35:1 31P > 180:1 19F > 440:1
 - 測定温度範囲: 80°C - 130°C



VN9600

- メーカー名: Agilent
- 購入年月日: 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 > 1080:1 19F > 1080:1
 - 測定温度範囲: -20°C - 80°C
 - 5 mm Varian 15N, 13C(1H/19F) PFG Triple Resonance Probe
 - S/N比: 1H > 330:1 19F > 330:1 13C > 320:1
 - 測定温度範囲: -80°C - 130°C
- 固体プローブ
 - 3.2 mm Varian 1H/31P-13C/13C-15N BioMAS™ Probe
 - 回転数 $\leq 25\text{ kHz}$
 - 測定温度範囲: 75°C - 100°C
 - 1.2 mm Varian 1H-19F(31P-13C/13C-15N) UltraFastMAS™ Probe
 - 回転数 $\leq 60\text{ kHz}$
 - 測定温度範囲: 0°C - 65°C ($\leq 60\text{ kHz}$)



AVANCE700

- メーカー名: Bruker
- 購入年月日: H24.2.28
- 設置部屋: C121棟(イ・レー)は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 H-C/N-D Z-gradient
 - S/N比: 1H > 7000:1 (半値幅 $\leq 0.45\text{ Hz}$) 13C > 1200:1 (半値幅 $\leq 0.2\text{ Hz}$)
 - 測定温度範囲: 0°C - 80°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)