

平成 30 年 8 月 8 日

## NMR 集合研修（大阪大学）報告

- 【主催】** : 大学連携研究設備ネットワーク
- 【共催】** : 大阪大学オープンファシリティ推進支援室,  
大阪大学科学機器リノベーション・工作支援センター,  
大阪大学理学研究科分析機器測定室
- 【開催日】** : 平成 30 年 8 月 7 日(火)13:00 ~ 8 月 8 日(水)15:00
- 【開催場所】** : 大阪大学理学研究科分析機器測定室
- 【講師】** : 大阪大学 稲角 直也 技術専門職員  
大阪大学 戸所 泰人 技術職員
- 【受講機関】** : 大阪大学(1), 大阪市立大学(1), 愛媛大学(1), 富山大学(2), 鳥取大学(1)  
名古屋大学(1), 名古屋工業大学(1), 山形大学(1), 東京工業大学(1),  
鹿児島大学(1), 広島大学(1), 岡山大学(1)  
()内の数字は技術系職員参加者数

### 【プログラム】

#### 【プログラム】

8 月 7 日(火)

13:00~15:00 低温溶液 NMR

・ ガスチラーを用いた低温 NMR における流量調整及び対処法

15:00~16:00 NMR メンテナンス情報交換

・ ヘリウム充填に使用する安全・簡単治具の紹介

・ サンプルローター・マグネットボアの清掃方法

16:00~17:00 施設見学

8 月 8 日(水)

第 1 グループ (6 名)

第 2 グループ (6 名)

10:00~12:00 光照射 NMR

低温固体 NMR

13:00~15:00 低温固体 NMR

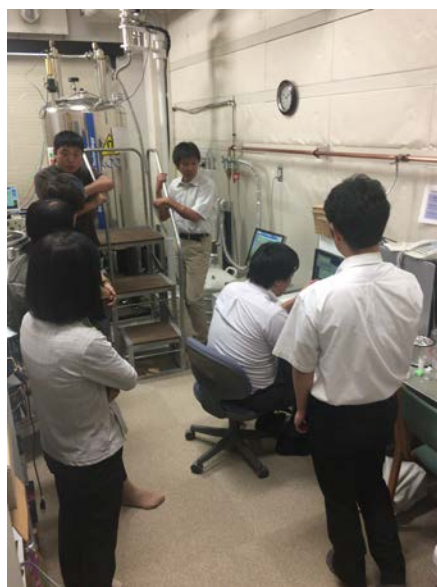
光照射 NMR

- ・ 光照射 NMR 光照射システムの作成法を説明した後、JEOL 社製 ECA500 において光異性化するサンプルを用いて、実際に数名が測定を行う。
- ・ 低温固体 NMR JEOL 社製 ECA400WB に設置している低温システムについての構造説明や流量調整を紹介した後、実際に数名が  $^{207}\text{Pb}$  の温度依存測定を行う。

【報告】（講習会で得られた効果や今後の共用促進に向けた展開等）

- ・ 8/7（火）は Agilent 社製 600MHz-NMR を用いて、ガスチラーによる溶液低温測定実習を行なった。ガスチラーを用いた低温測定の場合、温度を下げる為にはエア－流量が重要になっており、流量によるサンプルローターが eject されない工夫などを中心に実際のサンプルを用いて測定した。その後 JEOL 社製 500MHz-NMR に場所を移して大阪大学理学研究科における装置メンテナンスの紹介と各大学のメンテナンス・ユーザー講習会についての情報交換を行なった。
- ・ 8/8（水）は参加者を 2 班に分けて、固体低温 NMR と溶液光励起 NMR の実習を行なった。各測定の実習だけではなく、システム作成についての組み立てから実習する事で、より深い理解が出来たと考える。
- ・ 今回の研修を実施した事で、測定困難な測定相談について相互に協力・紹介できるネットワーク形成が出来た。

以上



大学連携研究設備ネットワーク事業 講習会 報告書（

- (1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足

- (2) 研修会への参加動機を教えてください。

メーカーの講習会ではなく、現場で装置を管理している方から講習を受けられるため。

- (3) 研修会で得たものを教えてください。

最新の測定方法について、情報を得ることができた。

NMR 装置にありがちなトラブルの情報交換を行い、その対応方法（簡単治具）について

紹介していただき、参考になった。

他大学の装置管理者とつながりができ、装置管理以外の情報交換もできた。

- (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ください。

講習での最新の測定方法について紹介していただいたことで、例えば、測定相談があった際、または本学で対応できない内容だった場合、〇〇大学ではこういうことも測定

されていますと紹介することができ、外部連携につながると考えます。

各大学の測定装置にはいろいろな意味で限界がありますので、外部との連携は必要・重要

なことかと思います。

- (5) 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。

装置管理者の集合研修は、とても有意義でした。

機会とタイミングが合えば、是非また参加したいと思います。

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)

(1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

本講習会の実施内容が固体 NMR 測定、低温測定手法の講習であったため、現在行っている手法の確認と、より円滑な測定の導入を目指していますので、参加いたしました。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

低温測定では供給する低温ガスの露点が高いと、測定中プローブ内に着氷するため、装置に不具合が発生します。今回、大阪大学で用いている低温ガス発生装置を見学することで、どのようなエアドライヤーを選定すれば、長時間の低温測定が可能になるのか大変勉強になりました。

その他、固体測定を見学できましたので、将来、依頼分析を受けていくことが考えられる固体測定に関して情報交換ができました。

(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ください。

高いスキルを持っている大学では多くの測定手法のノウハウを手に入れているため、そこに学びに行くことで基本的で普段から実施する必要のあるメンテナンスや測定をはじめ、応用的な内容までまなぶことができるかと思えます。交流を行うことで技術職員間の情報交換も行いやすくなり、より身近な存在として、大学内では聞けない事でも気軽に質問をすることができるようになることが期待されます。

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）

(1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足 /  満足 /  普通 /  やや不満 /  不満

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

外部低温装置を用いた NMR 低温測定に興味があったため。また、レーザー光を用いた NMR 測定装置を実際に見たことがなく、興味があったため。

他大学の NMR 装置の管理・運営状況に興味があったため。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

レーザー光発生装置を実際に作製した過程を知ることができ勉強になった。市販の装置を組み合わせて作製されているため、低コストで作製可能であることを知ることができた。また、コンプレッサーの管理など、NMR 周辺機器の管理についても知ることができ有意義であった。測定データの管理について、一括でサーバにバックアップを行っており、そのような手法を本学でも試みたいと思った。

(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ください。

全国の技術職員と装置情報の共有を行うことができたため、本学の装置で行うことができないう測定を他大学に依頼を行うことができ、研究を進めることができると考えられる。

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）

（１）研修会の満足度を教えてください。（以下のいずれかを記入）

満足

（２）研修会への参加動機を教えてください。

日ごろの装置維持管理を他機関ではどのように行っているか興味を持っていたため  
また基本的には当施設での類似した構成の装置に、特殊なアタッチメントの装着すること  
でどのようなニーズに応えられるか興味があったため

（３）研修会で得たものを教えてください。

各機関の事情に応じた装置のメンテナンス方法があり、参考となる技術が多数あり今後の  
業務に役立つと考えられる。例を挙げるならば、液体ヘリウムの充填にあたりどれだけの  
人数で行っているか、どのような補助的な道具を使用しているか状況報告が行われた。  
また実機を用いた講習では、ユーザーのニーズに応えるため市販されていない測定補助装  
置等の製作を行い活用されていて、共同利用装置でもあることから自分の機関において同  
様の測定希望がある場合には相談できることが分かった。

（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。

他機関において特色のある装置が多数あることが分かり自分の機関に設置している装置で  
解決できそうにない測定であっても、他機関の装置で可能か相談できる。  
また自分の機関においてもその準備がある。

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）

（１）研修会の満足度を教えてください。（以下のいずれかを記入）

大変満足

（２）研修会への参加動機を教えてください。

NMR の管理、運営、新しい測定法についての情報収集を行うことができるため

（３）研修会で得たものを教えてください。

今回、研修で実習した低温固体測定と光照射システムは、どちらも当施設ではできないので、内容を知ることができたことと、学内からの依頼があった際には、大阪大学で測定可能であるというルートを確認できたことが大きい。また管理面でも他大学の管理者との意見交換ができて有意義であった。

（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ください。

装置管理者同士が交流することで、地方の大学で測定できない手法についても共同研究や依頼分析等を通じて行える道筋を作る一歩になった。

（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。

講師の皆様、お世話いただいた皆様、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)

(1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

以前、光照射システムを自作されたポスター発表があり、とても興味があった。自作できるので

あれば作りたいたいと思っていた。また、低温測定に関しても、工夫をされておこなっている

ので、知識を持ち帰って自大学でも出来ないかと考えていた。

その両方を一度に教えていただけるということで、参加を希望した。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

光照射システムの自作の仕方、低温測定に関する流量の調整や温度の見方  
他大学の、NMRに関するメンテナンス等に関する状況

(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ください。

自大学には固体 NMR がないので、学内で問い合わせがあったときに気軽に連絡ができる  
かと思う。

また、光反応をされている研究室にも、こういう方法があり実際にどのようなスペクトル  
が得られるかを知ったので、その時が来たら連携ができるのではないかと思う。

(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。

今後も、何かしらの形で研修が続けば良いと思います。

10名程度が2つのグループに分かれても、リラックスできて細かいところまで聞くこ  
とが出来ます。



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)

(1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足 /  満足 /  普通 /  やや不満 /  不満

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

NMR について、技術情報不足であり、周囲に指導してくれる方がいない。今回の研修で、技術に関する知見を深め、また、NMR に関する人脈作りをしたかったから。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

光照射 NMR や低温固体 NMR 等、発展的な測定を見学し、測定方法の開発について興味を持つことができた。NMR について各ユニット等の役割について知識がなかったが、今回の研修で、ユニット毎に何をしているか話を伺うことができた。

また、今回参加された技術職員と意見交換をすることで、大阪大学だけでなく、他大学の NMR の管理・運営方法について知ることができた。各大学で、管理体制が異なっているため、他大学の意見を伺うことで、機器運営の見直しに役立つと思われる。

(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ください。

各大学の技術職員が集まることよって、技術職員どうしの繋がりができる。メーリングリストのメンバーが増えるので、自分が分からないところを解決できる可能性が上がると思われる。

(5) 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。

NMR について、知見を広げるいい機会になった。管理している装置について、他にも研修の機会があれば、是非参加したい。

## 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）

### 講習会の参加動機：

6年ほど前より単結晶X線回折装置を管理運用しており、測定の指導や依頼測定などを日々行っているが、装置管理を始めたもののX線装置管理は未経験なため、基礎が足りない、利用者への説明が曖昧など感じながら業務を行ってきた。装置の操作や解析などが慣れてきたこともあり改めて基礎を学び、曖昧だった知識や日常疑問に思っている操作など解決すべく参加を希望した。

### 講習会で得たもの：

ルーチンワークは一通り操作できるものの、**alert**の処理は回避をするのみで再測定を伴う根本的な解決は行っていない。結晶の質によるところはあるがより良い反射を得る、反射の数を多くするなど細かい蓄積が最終的に良いデータとなることを本セミナーで理解し、時間の許す限りデータの比較などを行うなど、技術の向上を目指すこととした。

### この講習会に参加する事で、どのように機器共用・外部連携等が進むか：

非常に丁寧に講習を行っていただいたため、本講習内容を参考とし学内向けに講習会を考えている。また今後は学外利用の体制を整えより多くの研究者の支援を行えればと思う

### その他：

講習が盛りだくさんで非常によいが時間がタイトであったため、セミナー終了後の懇親会でより多くの情報を得ることが出来たことも大きな収穫であった。他の大学の技術職員との交流もありとても良いセミナーであった。

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)

(1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

通常は保守管理業務しか行っておらず、特殊な測定の相談案件を受ける事が少ない。ただ、潜在的な要望は少なからずある為今回の研修に参加する事により技術の研鑽を行いたかった。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

低温固体測定において液体窒素を用いる場合、低温にすればするほど流量が大きくなりサンプル自体が浮いたりしてしまうが、トラップを用いる事で流量を抑える事ができたと工夫を知ることができた。光照射 NMR では具体的な光源の組み立て方や実測定でシーストランス異性体への変化を確認する事ができた。

また、通常の測定においても些細なコツを他大学の方より教えていただけることができた。

(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ください。

自分の大学で、特殊な測定についての相談があったとしても他大学の機器の使い方の情報共有ができていれば、技術職員同士のネットワークを通じて依頼する事が可能となる。

(5) 研修のプログラムについて、今後の希望等があれば具体的に教えてください。

固体の拡散係数の測定法について知見を得たい

(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。

NMR は多彩な使い方があり、専門用語も大変多いため、新人として入ると技術の習得に

大変苦勞する。今回の様な講習会及び意見交換会を度々行っていただけると新しく入った方にも

すごく有意義だと感じる。

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)

(1) 研修会の満足度を教えてください。(以下のいずれかを記入)

大変満足

(2) 研修会への参加動機を教えてください。

固体 NMR の低温測定について、本学でも測定の要望があったが、周辺設備が整わず測定できなかったため、今回の研修で低温測定に必要な設備を調査したかった。

(3) 研修会で得たものを教えてください。

低温測定に必要な周辺設備について調査することができた。

光照射 NMR についても丁寧に教えていただいたので、本学でも要望があれば導入を検討したい。

(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ください。

現時点で学内外から固体 NMR の低温測定や光照射 NMR についての測定相談があれば阪大に紹介できるし、後々は本学でも導入することで機器の利用が促進されると思う。

(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。

今回の研修では NMR の技術職員が集まり、普段の職場では誰に話しても理解してくれないような NMR についての悩み事等もたくさん相談し合うことができました。研修内容もよかったですけどそれ以外の面でも本当に有意義な研修でした。企画運営等、ありがとうございました。