

冷媒蒸発抑制装置

—希少資源ヘリウムの持続的利用を目指して—

笹川 拡明

1 NMR 装置を取り巻くヘリウムの状況

核磁気共鳴分光法 (NMR, nuclear magnetic resonance) は、現代の化学・生命科学分野において極めて重要な分析手法の一つとして位置づけられている。その適用範囲は非常に広く、低分子から高分子までの化学物質の同定や構造解析、さらには生体分子間の相互作用の解明、反応機構の追跡、物質の動態解析など、多岐にわたる。特に、非破壊で精密な情報が得られる点が他の分析技術に対する大きな利点である。

しかし、より複雑で情報量の多い物質、たとえば大きな分子量を持つ生体高分子や混合物の解析を精密に行うには、観測される NMR 信号の分解能や感度を飛躍的に高める必要がある。そのためには、装置の大型化および性能の高度化が求められ、特により強い磁場の下での測定環境を整備することが避けられない手段の一つとされている。NMR の分解能や感度は磁場強度に強く依存しており、より高磁場での測定によってピークの分離能が高まり、微細な構造の違いをも読み取ることが可能になる。

このような高磁場 NMR の実現において、1970 年代に超伝導磁石が導入されたことは、NMR 装置の技術革新の中でも特筆すべき大きな進歩である。それ以前の電磁石などでは到達し得なかった高い磁場が超伝導技術によって実現され、それにより NMR 測定の可能性が飛躍的に広がった。その後も磁場強度は時代とともに向上を続け、現在では商用として入手可能な超伝導磁石には、9.4 テスラ (400 MHz) から 28.2 テスラ (1.2 GHz) といった非常に高い磁場を生み出せるものまで存在している。これにより、従来は不可能であった複雑な生体分子構造の解明や微量試料の分析が現実のものとなっている。

この超伝導磁石を安定して運用するためには、磁石のコイルを絶対零度に近い極低温状態に保ち続ける必要がある。これを実現するためには、主に液体ヘリウムが冷媒として使用されており、さらにその蒸発を抑える目的で液体窒素が併用されている。液体ヘリウムは約 4.2 K (−269 °C) という極低温を保つために必要不可欠な冷

却媒体であり、その存在がなければ超伝導状態を維持することは不可能である。

ところが、液体ヘリウムはもともと希少かつ製造コストの高い資源であり、その価格は液体窒素と比較して桁違いに高額である。さらに 2000 年代以降、とりわけ 2010 年代に入ってから、アメリカにおけるヘリウム備蓄政策の転換や供給施設の老朽化など複合的な要因により、ヘリウム供給が不安定化し、価格も急騰する事態となっている。2024 年時点における輸入価格は、2010 年以前と比較して実に 7 倍以上もの高騰が確認されており (図 1)、これは NMR 機器を保有・運用する研究機関にとって極めて深刻なコスト上昇要因となっている。

この価格高騰と供給不安の背景には、ヘリウムの使用用途が多岐にわたり、かつ供給源が限られているという現実がある。半導体製造、光ファイバー製造、医療機器、宇宙・航空産業など多くの先端分野でのヘリウム需要が急増している一方で、ヘリウムは基本的に天然ガスの副産物としてしか得られないため、採取可能なガス田も限られている。特にヘリウム濃度が高い天然ガス田の存在は世界的にも数少なく、それらの開発状況や政治的安定性が供給の可否に直結している。現時点ではアメリカ、中東諸国、ロシア、北アフリカが主要な供給源となっているが、アメリカを除けば政治的・経済的に不安

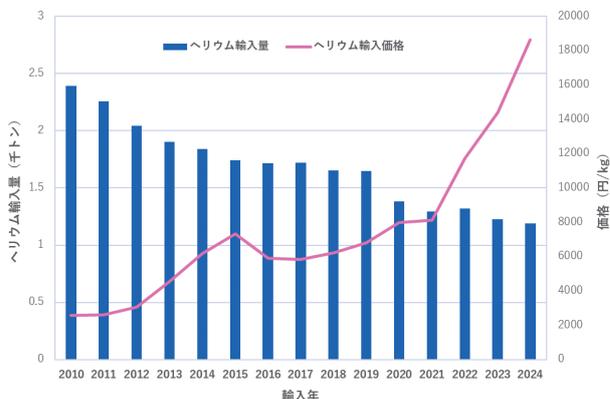


図 1 ヘリウムの輸入量および輸入価格の推移 (財務省貿易統計から引用した)

定な地域が多く、将来的な供給の見直しには依然として大きな不確実性が残されている。

このような状況を踏まえ、ヘリウムの安定供給はもはや当然の前提とは言えず、特に大学や公的研究機関などで複数の NMR 装置を保有している施設では、ヘリウムの使用量も多いため深刻な影響を受けている。そのため、近年では貴重な液体ヘリウムの有効活用と再利用を目的とした「ヘリウム回収・再凝縮システム」の導入が進められている。これらのシステムでは、装置から蒸発したヘリウムガスを回収し、再び液化することによって繰り返し利用することが可能となる。これにより、新たな液体ヘリウムの購入量を大幅に削減できるため、長期的な運用コストの抑制および供給リスクの低減に寄与している。

ただし、このような回収・再凝縮装置の導入には多額の初期投資が必要であり、また装置の運用・保守にも一定のコストと技術的知見、経験が求められる。そのため、実際に導入するためには、ある程度のヘリウム使用量が見込まれる施設であること、ならびに長期的な運用計画が策定されていることが前提となる。一方で、こうした設備を整備することにより、持続可能な研究環境の構築に貢献することができるとされており、特に環境への配慮や資源循環の観点からも、その重要性が近年ますます高まっている。

2 NMR 超伝導磁石向け冷媒蒸発抑制装置

2.1 冷媒蒸発抑制装置の概要

ユーザーからのこのようなヘリウム供給の状況について不安の声が出ていたことより、弊社では小規模な NMR システムにおいても利用が可能な液体ヘリウムの蒸発を低減させる装置を 2023 年から販売を開始した。

この冷媒蒸発抑制装置は、高磁場 NMR 装置の抱える欠点である液体ヘリウムの充填作業が不要、ないし著しく低減されるという革新的なソリューションと位置づけられ、企業、研究機関における持続可能な NMR 分析環境の構築に貢献する製品として開発された。

本装置の特徴は以下のとおりである。

- ・軽量・省スペースながら、1 台で液体ヘリウム、液体窒素の両冷媒の蒸発を抑制
- ・冷媒補充作業の頻度を低減し、NMR 装置の稼働時間を最大化
- ・新設計により冷凍機振動を十分抑制し、スペクトルへの影響を最小化
- ・既設 NMR マグネットへの後付け可能

2.2 装置の構造と冷却メカニズム

装置の概要図を (図 2) に、NMR マグネットに接続された写真を (図 3) に示す。本装置は、設置高さおよびメンテナンス性を考慮し、Gifford-McMahon (GM)

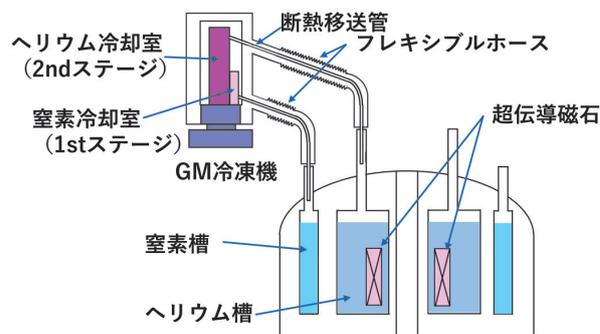


図 2 冷媒蒸発抑制装置の概要図



図 3 冷媒蒸発抑制装置設置例

冷凍機はモータ側を下にして設置している。この GM 冷凍機は、2 段階の冷却ステージを備えており、それぞれ窒素およびヘリウムの冷却室を備えている。

冷却室は断熱移送管を介して NMR マグネットの各貯液槽に接続されている点が本装置の大きな技術的特徴である。この移送管は気液二相流が対向する構造となっており、蒸発したガスが上昇する一方で冷却された液体が下降するという効率的な熱交換システムを実現している。この対向流方式により、冷却効率が大幅に向上し、最小限のエネルギー消費で最大の冷却効果を得ることが可能となっている。

1st ステージは液体窒素の温度域である約 77 K (−196 °C) 程度まで冷却可能であり、主に断熱層としての役割を果たす窒素槽の蒸発抑制機能を担っている。一方、2nd ステージは約 4 K (−269 °C) という極低温まで冷却でき、超伝導コイルを浸漬している液体ヘリウムの蒸発を効率よく低減する機能を担っている。これにより、従来であれば大気中に散逸していた貴重なヘリウムを系内で保持し、消費量を最小限に抑えることが可能となっている。

2.3 振動対策

NMR 測定では、わずかな振動でもアーティファクト信号としてスペクトル上に現れることがある。特に 10 Hz 以下の低周波領域が問題になることが多いとされている。しかし、GM 冷凍機の往復運動周期は約 1 Hz であり、この周波数帯での振動が測定に悪影響を及ぼす

可能性がある。

この課題に対して、本装置開発においては振動の低減（制振）と伝達の抑制（防振）が最も重要な技術課題の一つとして取り組むことになった。具体的には、装置架台の支持位置をパラメータとした詳細な振動解析を実施し、固有振動数を最適化することで制振を行った。結果として床面への固定する場合と比較して、マグネット支持脚への固定を採用する際には、固有振動数を最大で約2倍近くに高めることで超伝導磁石に悪影響をおよぼす低周波振動を低減することができた。

さらに、支持脚の上端には専用の防振機構を備えており、残留する微小振動のマグネットへの伝達を効果的に遮断できるようにしている。また、移送管には柔軟性に優れたフレキシブルホースを採用し、振動の伝達経路を物理的に遮断できる構造とした。

これらの複合的な振動対策により、GM 冷凍機の機械的振動が NMR 測定に与える影響は実用上問題のないレベルにまで低減した。実際の性能評価においても、装置の導入前後でスペクトルの品質に顕著な差が見られないことが確認されており、高感度な NMR 測定に必要な低振動環境を実現しており、装置の静粛性は、スペクトルの分解能や信号強度などの測定精度に影響を与えない水準に達している。

2.4 安全機能

安全面での配慮も徹底した。装置の異常時に動作するリリーフ弁のクラッキング圧を考慮した制御圧力の設定を施した。また、ヒータ異常などにより万一低圧状態が検知された場合には、自動的に緊急停止するなどの安全機能も実装されている。こうした多重の安全機構により、貴重な超伝導マグネットを保護するとともに、運用者の安全も確保する設計となっている。

2.5 長期運用性能

本装置を NMR マグネットに搭載し、実際の研究環境下での性能検証を実施した結果、長期にわたる安定した運用性能が確認されている。半年以上の連続運転においても、冷媒の蒸発は実質的に認められていない（図4）。

これは従来の NMR 装置と比較して画期的な進歩であり、液体ヘリウムの補充頻度を劇的に減少させることができる。例えば、従来型の 400 MHz NMR 装置では通常年に 1, 2 回程度の液体ヘリウム補充が必要であったが、本装置の導入により理論上は補充をほぼゼロにすることが可能となる。ただし、実際の運用においては、システムの健全性維持のための定期的な点検などが行われることで、冷媒は徐々に減っていくことになる。いずれにしても、ヘリウム供給の不安定化による NMR 装置の運転停止リスクを大幅に低減できることは、研究の継続性という点で金銭的価値以上の意義を持つと言える。

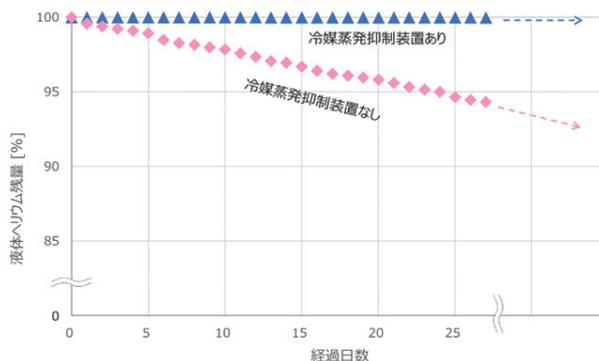


図4 液体ヘリウム蒸発推移

冷媒蒸発抑制装置が動作している環境では液体ヘリウムの蒸発量が極めて少なく、ほとんど消費されていないことがわかる。

3 冷媒蒸発抑制装置の NMR スペクトルへの影響

装置を設置した状態下における NMR 測定例を示す。（図5）はマクロライド系抗菌薬であるエリスロマイシンの2次元 NMR スペクトルになる。ここで行われている NOESY と呼ばれる測定法は外部からの揺動に敏感な測定である。また、試料濃度も 1 mg という NMR 装置にとってはかなり希薄な濃度における測定であり、測定条件としては厳しい条件になる。このような厳しい測定条件においても冷媒蒸発抑制装置による影響の無いスペクトルが得られている。

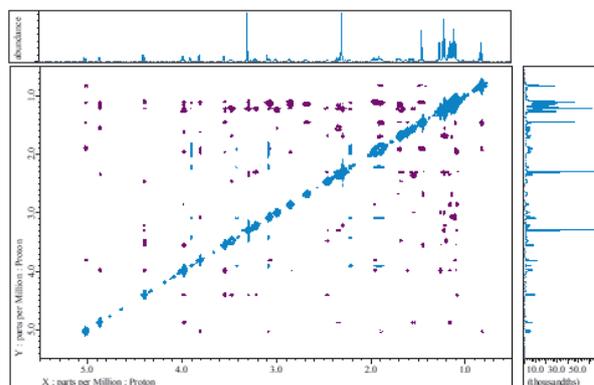


図5 冷媒蒸発抑制装置動作下における2次元 NMR スペクトル 20 mg エリスロマイシン 2D NOESY スペクトル。アーティファクト信号低減のための磁場勾配パルス無しで測定している。装置は JNM-ECZL600G（プロトン共鳴周波数 600 MHz）、検出器は ROYAL プローブ™を使用した。

4 既存装置への適用と将来展望

本装置は新規導入する NMR 装置だけでなく、既設の NMR マグネットへの後付けも可能とした設計となっている。これにより、既存の研究設備投資を最大限に活用しながら、運用安定性の向上を図ることができる。後付け設置の場合も、本体マグネットや制御系への大きな改

造は不要であり、2日程度の作業により導入が可能である。

特に注目すべき点として、本装置は小規模なNMRシステム向けに最適化されている点が挙げられる。従来のヘリウム回収システムは大型かつ高価であったため、主に多数のNMR装置を有する大規模施設向けとされていたが、本装置は軽量・コンパクト設計により、1~2台程度のNMR装置しか保有していない中小規模の研究室にも導入できるようした。これにより、ヘリウム再利用施設を持たない小規模な企業、研究機関でも持続可能なNMR研究環境を構築することが可能となった。

本装置は単なる冷媒蒸発抑制装置にとどまらず、ヘリウム資源の持続可能な利用と先端研究の継続性（サステ

ナビリティ）を確保するための重要なインフラストラクチャとして、今後ますます重要性を増していくものと考えられる。近年の世界的なヘリウム需給の逼迫状況を考慮すると、本装置の導入は研究機関における資源リスク管理の観点からも極めて有効な選択肢と言えるだろう。



笹川 拓明 (SASAKAWA Hiroaki)

日本電子株式会社 NM 事業ユニット NM アプリケーション部 (〒196-8558 東京都昭島市武蔵野 3-1-2)、神戸大学自然科学研究科分子集合化学専攻、博士(理学)、《現在の研究》NMR アプリケーション開発、《趣味》古民家カフェ探し、訪問。
E-mail : hsasakaw@jeol.co.jp

会社ホームページ URL :

<https://www.jeol.co.jp/>

関連製品ページ URL :

https://www.jeol.co.jp/products/scientific/nmr_peripherals/CR-80.html

原 稿 募 集

「技術紹介」の原稿を募集しています

対象：以下のような分析機器、分析手法に関する紹介・解説記事

- 1) 分析機器の特徴や性能および機器開発に関わる技術、2) 分析手法の特徴および手法開発に関わる技術、3) 分析機器および分析手法の応用例、4) 分析に必要な試薬や水および雰囲気などに関する情報・解説、5) 前処理や試料の取扱い等に関する情報・解説・注意事項、6) その他、分析機器の性能を十分に引き出すために有用な情報など

報など

新規性：本記事の内容に関しては、新規性は一切問いません。新規の装置や技術である必要はなく、既存の装置や技術に関わるもので構いません。また、社会的要求が高いテーマや関連技術については、データや知見の追加などにより繰り返し紹介していただいても構いません。

お問い合わせ先：

日本分析化学会『ぶんせき』編集委員会

[E-mail : bunseki@jsac.or.jp]