NMR 施設利用説明書



国立大学法人大阪大学 蛋白質研究所

2019年4月5日

Tel: 06-6879-8598

E-mail:

nmrkaihou@protein.osaka-u.ac.jp

内容

| 施設利用前準備 | 2 |
|----------------------|----|
| 測定初日 | 5 |
| 来所・退所時の注意点 | 5 |
| クエンチ時の注意 | 5 |
| 強磁場に対する注意 | 5 |
| ジャイロトロンの高電圧に対する注意 | 6 |
| X NMR 棟・分析実験棟内禁止事項 X | 7 |
| サンプルに関する注意 | 8 |
| 分析実験棟 NMR 室見取り図 | 10 |
| NMR 棟 NMR 室見取り図 | 11 |
| 持ち込み試薬届出書 | 12 |
| ダッシュ 10 装着方法 | 13 |
| NMR 棟 2F 避難梯子の使い方 | 14 |

施設利用前準備

NMR 施設利用が決定した後は以下の流れで打合せ・測定準備を行って下さい。

担当者(江川(固体)、児玉(溶液)、深澤(固体))

Tel: 06-6879-8598

e-mail: nmrkaihou@protein.osaka-u.ac.jp

- 1. 担当者より下記の測定に関するアンケートを送付致しますので、ご回答の上ご返信下さい。
 - 連絡先
 - サンプル情報
 - サンプル調製・実験器具の持ち込み&持ち帰り
 - 測定の種類・パルスプログラム
 - 測定温度
 - サンプルの取扱い
 - 測定データ取扱い
 - データの持ち帰り
 - 来所日初日の状況

<連絡先>

連絡先をお知らせ下さい。打合せ・緊急時などに連絡させて頂きます。

電話番号

e-mail

くサンプル情報>

サンプルを事前に郵送されるのか、当日持ち込まれるのかをお知らせください。郵送される前には、保存温度をお知らせください。また、測定を円滑に進める為に、出来る限りのサンプル情報をお知らせください。条件によっては測定不可能な場合があります。

化合物の種類

溶媒

pH, 塩濃度 など

- * 法規制を受けるサンプル・試薬は、お知らせください。
- * 法規制を受ける物質は、利用者の所属機関で法的手続きを済ませてから持ち込んで下さい。

<サンプル調製・実験器具の持込み&持帰り>

サンプルは、NMR 試料管に詰めた状態でご持参、またはご郵送ください。当研究所でサンプル調製することは可能ですが、実験器具・試薬等は基本的に全て各自でご用意ください。持ち込み不可能な器具については貸出すことも可能ですので、事前にお知らせください。(ご希望に添えない場合もあります)

また、持ち込んだ器具・試薬・廃液・廃棄物は全て持帰って頂きますので、持帰り用の 道具をご用意下さい。持込み試薬については、添付の持ち込み試薬届出書にすべて記載し てください。

* 以下の物質は持ち込み禁止とさせていただきます。

放射性物質・麻薬・生きた動物・野生動物由来の抽出物・遺伝子組み換え生物⁺・病原体 (*場合によっては、持ち込み可の物質もありますので、ご相談ください。)

* 法規制を受ける物質は、利用者の所属機関で法的手続きを済ませてから持ち込んで下さい。

関連法令等

麻薬及び向精神薬取締法

http://elaws.e-

gov.go.jp/search/elawsSearch/elaws_search/lsg0500/detail?lawId=328AC000000 0014

毒物及び劇物取締法

http://elaws.e-

gov.go.jp/search/elawsSearch/elaws_search/lsg0500/detail?lawId=325AC000000 0303

<測定の種類・パルスプログラム>

測定名はご相談の上、こちらからご提案させていただきます。もし、Bruker などの標準

パルスプログラムでご指定のものがあれば、事前にお知らせください。当日では、すぐに パラメータのセットができない場合がございます。

<測定温度>

25℃での測定を基本としますが、これより大幅にずれた温度で測定する場合はお知らせください。下記の範囲内での測定が可能ですが、溶媒の沸点を超える温度や凝固点を下回る温度には設定しないで下さい。

溶液NMR

ノーマルプローブ:0~50℃

極低温プローブ:10~40℃

固体NMR

全てのプローブ:-60℃~70℃

<測定サンプルの取扱い>

サンプルに一切触れて欲しくない場合はお知らせ下さい。ただし、マグネットクエンチ時・cryo warm up 時などの緊急時はマグネットから取出させて頂きます。

測定終了時来所されない場合には、担当者より試料は返送いたします。返送時の保存温度をお知らせください。

<測定データの持ち帰り>

測定が終わりましたらデータをメディアに保存してください。データ保存用の CD-R 及び DVD-R はこちらで用意いたします。それ以外のメディアは各自でご用意願います。保存する容量に対し、十分な余裕をもったメディアをご用意ください。使用可能なメディアは以下です。

USB メモリ

CD-R, CD-RW

DVD±R, DVD±RW

オンラインストレージ

保存したデータが確認できましたら、当研究所で保存しているデータは消去します。

<来所日初日の状況>

到着予定時刻、来所予定人数、測定者名、その他来所者名についてお知らせ下さい。

測定初日

- 1. 蛋白研4F藤原研究室にお越し頂き、担当者の案内に従って下さい。NMR 棟使用の場合には、入館カードをお渡しします。
- 2. 担当者と測定の打合せ及び、施設利用にあったての説明を受けて下さい。

来所・退所時の注意点

- ・ 土・日・祝日は来所出来ません。
- ・ 平日の 10:00~17:20 の間で来所・退所してください。
- ・ 実験の都合により退所が 17:30 以降になる場合には、担当者にご相談ください。
- ・ 緊急時は必ず担当者または蛋白研側のスタッフ(藤原教授・宮ノ入准教授・松木准教授・杉木助教)にお知らせ下さい(内線 8598 (藤原研)、6078 (宮ノ入 直 通)、4417 (杉木 直通))。
- お帰りの際は担当者またはスタッフに退所の確認を受けて下さい。
- ・『入館カード』はお帰りの際に必ず担当者にご返却ください。

クエンチ時の注意

各部屋に設置されている酸素濃度警報機が鳴っている場合は酸素濃度が低下していて大変危険です。生命の危機に関わる可能性もありますので直ちに非常口より部屋の外に出て下さい。クエンチ時は速やかに担当者または藤原研究室までご連絡下さい。

強磁場に対する注意

NMR 装置は強力な超伝導磁石を使用しています。超伝導磁石から発生する強い磁場は、上下左右に大きく分布しています。大型の装置になる程、装置からはなれた場所でも強い磁場にさらされています。NMR 実験室内は静磁場が5ガウス以上の区域です。特に、非遮蔽型であるジャイロトロン用超伝導磁石は大きな磁場を発生しているので注意して下さい。

こうした強磁場は目に見えず感覚がありませんが、入室の際は磁場に対する注意をくれ ぐれも怠らないで下さい。

<磁性体の持ち込み禁止>

鉄など磁石にくっつく金属(磁性体)を超伝導磁石の近くに持っていくと、急速に超伝 導磁石に引きつけられます。その吸引力は手に負えない程の大きな力になることもあり大 変危険です。さらに、磁性体が超伝導磁石にくっつくと NMR 装置として使い物にならな くなるので、回復作業に高額の費用が発生する可能性があります。

クリップ・ピンセットなどの小さな磁性体も NMR 室内への持ち込みは禁止致します。 また、掃除機・台車など大きな磁性体も NMR 室内への持ち込みは禁止致します。

く心臓ペースメーカーや義手・義足等の医療器具使用の方の入室禁止>

ペースメーカーなどの精密医療電子機器は正常に動作しなくなる危険があります。また、動脈クリップ、外科用クリップ、人工器官、義手・義足のような医療用移植器具も磁石に引きつけられ危険です。これらの医療機器・器具をご使用の方の NMR 室入室は禁止致します。

く時計・クレジットカード・ATM カード・カメラなど>

クレジットカード・ATM カードなどを超伝導磁石に近づけると、情報が消えてしまう恐れがあります。アナログ式時計は時間が狂ったり、カメラ等は磁化してしまう恐れがあります。分析実験棟 固体 NMR 室へ入室の際は、財布、時計等は外して所定の場所へ保管して下さい。溶液 NMR 装置の磁石は全て遮蔽型であるため、NMR 棟 溶液 NMR 室に財布、時計等を持ち込んでも問題ありませんが、サンプルの出し入れ等で磁石に近づくときには外して下さい。

ジャイロトロンの高電圧に対する注意

固体 DNP-NMR 用のジャイロトロンには、運転中は約2万ボルトの電圧が磁石中央の電極などに加えられています。不用意に近接すると人体に放電する等の危険性があります。 運転中は表示等を行いますので、ジャイロトロンには触れないようにして下さい。

X NMR 棟・分析実験棟内禁止事項 X

NMR 装置は高価な分析機器で、些細なことが原因で高額の修理費用が発生するケースがあります。また、超伝導磁石を使用しているため、傷害や死亡の危険に結びつく場合もありますので NMR 室入室の際は十分に注意をして下さい。

・ 磁性体(磁石にくつつく金属)の持ち込み禁止

クリップ・はさみ・ピンセット・ヘアピン等、磁性体の NMR 室への持ち込みは禁止致します。

・ 財布・時計・携帯の持ち込み禁止

分析実験棟 固体 NMR 室に入室する際は時計やポケット等に入れた財布・携帯は全て取外して、所定の場所に保管して下さい。 NMR 室への持ち込みは禁止致します。

・ 超伝導磁石に体重をかけない

超伝導磁石はダンパーで浮かせて水平を微調整してあります。寄りかかったり、押したり、特にサンプル挿入時に手をついて体重をかけたりしないでください。

・ マグネット管理システムの操作禁止・クエンチボタンを押さない

950 MHz, 800 MHz 装置は超伝導磁石を管理するためのシステムが NMR 棟 2F に付属していますが、操作しないで下さい。最悪の場合クエンチする恐れがあります。また、クエンチボタンがついているマシンがありますが絶対に押さないで下さい。これらを操作してクエンチした場合は高額の費用が発生します。

分光計のカバーを開けない

分光計のカバーを勝手に開けたり、内部の調整をしないでください。トラブル時など、 必要な場合は担当者までご連絡ください。

・ 割当マシン以外の装置の使用禁止

割当られた装置以外へは立ち入らないで下さい。割当装置以外の超伝導磁石には絶対に近づかないで下さい。他装置の測定に影響が出ます。また、割当装置以外のコンピュータの操作も禁止致します。

・飲食禁止

飲食時は、蛋白研1Fまたは4Fリフレッシュルーム、NMR棟2Fまたは蛋白研外学内食堂をご利用ください。

サンプルに関する注意

<サンプル・試薬類の持ち込み制限>

* 以下の物質は持ち込み禁止とさせていただきます。

放射性物質・麻薬・生きた動物・野生動物由来の抽出物・遺伝子組み換え生物⁺⁺・病原体(⁺⁺場合によっては持ち込み可の物質もありますので、ご相談ください。)

* 法規制を受ける物質は、利用者の所属機関で法的手続きを済ませてから持ち込んで下さい。

麻薬及び向精神薬取締法

http://elaws.e-

gov.go.jp/search/elawsSearch/elaws_search/lsg0500/detail?lawId=328AC000000 0014

毒物及び劇物取締法

http://elaws.e-

gov.go.jp/search/elawsSearch/elaws_search/lsg0500/detail?lawId=325AC000000 0303

〈サンプル調製〉

(溶液 NMR)

重水素化溶媒を使用して下さい。

(軽水+重水)の混合溶媒の場合、5~10%重水を目安に調製して下さい。

<試料管について>

- ・外径は原則として 5 mm です。それ以外 3 mm, 4 mm 外径の試料管をご希望の方はご相談ください。
- ・液高についてですが、(ピストン付きの)シゲミチューブの場合、1.8 cm(5 mm 外径 管において 280 µl に相当)が最適のようです。ただし、1.5-1.8 cm は許容できます。
- 2.0 cm を越えると、溶媒ピークを suppress できず、測定がかえって困難となります。
- ・肉厚が薄くなるように設計されたタイプのシゲミ試料管は、御使用をご遠慮ください。
- ・Bruker 型のシゲミチューブでは、底部のガラス部分の高さが 8 mm になるように設計されています。それより長い型のシゲミチューブ(例えば、Varian-Agilent 用)は測定が全く出来ませんので、ご注意ください。
- ・塩濃度が濃い場合はシゲミチューブ、ノーマルチューブ共にチューニング出来ず、測定 出来ないことがあります。極低温プローブを利用される場合には、3 mm、4 mmのシゲミチ

ューブまたは角型試料管(950 MHz 装置で使用可、ブルカーバイオスピン社より販売)をご使用ください。

(固体 NMR)

ローターは revolution NMR 社製品を使用してください。エルエイシステムズ販売代理店から購入ができます。製品番号は、

3.2mm (22 µl): AMP4086-001

4.0mm: AMP4088-001

試料を詰める際、蓋が浮くことのないように気を付けてください。試料を詰めすぎて蓋が浮いていると、回転が不安定になり、蓋が外れて試料が飛び出すことがあります。また、4.0 mmローターに水分量の多い試料を詰めるときは、漏れないようにゴムパッキンをすることをお勧めします。方法については個別にお伝えいたします。

<スピナーへ取付ける際のサンプル管位置>

(溶液 NMR)

サンプル管をスピナーへ取付ける際、深く入れすぎるとサンプル管を破損したりプローブにダメージを与えます。必ず装置付属の depth ゲージを使用し、depth ゲージに記載された限界を超える深さにはしないでください。

くシゲミチューブ使用時の注意>

(溶液 NMR)

シゲミチューブは下図のように底辺部分が斜めにカットされた形状のタイプを使用して下さい。(最近売られているチューブは斜めにカットされたタイプです)直角にカットされたタイプはプローブにダメージを与えるので使用禁止です。

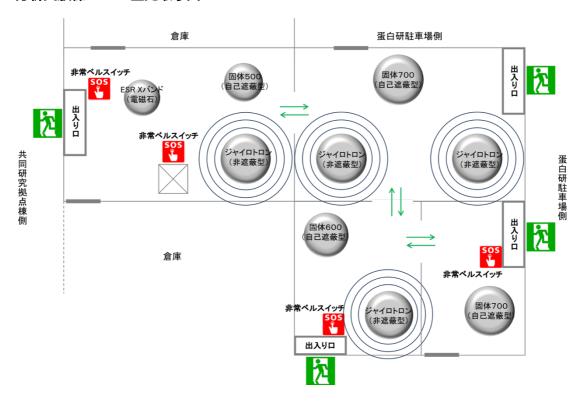
使用する NMR メーカーによってシゲミチューブの長さが異なりますので、ブルカー社 用と指定してシゲミチューブをご購入下さい。さらに、溶媒によってチューブの種類が異なりますので条件に合うチューブをご用意ください。



× 底が直角

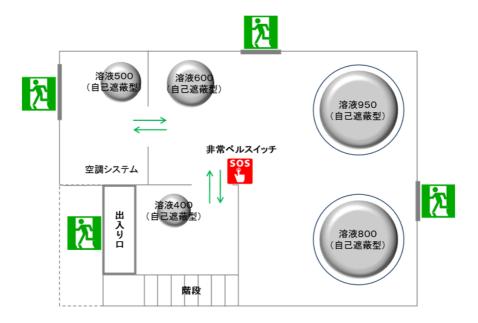
○底が斜めにカット

分析実験棟 NMR 室見取り図



- ・非常口、非常ベルスイッチの位置をご確認ください。
- ・ジャイロトロン使用中は高電圧および強磁場のため危険です。 ジャイロトロンには近づかないでください。
- ・緊急時のため、NMR 装置の操作卓付近に簡易型酸素ボンベおよび懐中電灯がそれぞれ
- 1個ずつ、出入り口付近に、簡易型酸素ボンベ1個が設置されています。

NMR 棟 NMR 室見取り図



- ・非常口、非常ベルスイッチの位置をご確認ください。
- ・緊急時のために溶液 600MHz NMR 装置操作卓付近および 2F の 800・950 MHz NMR 装置操作室に簡易型酸素ボンベと懐中電灯が 1 個ずつ、400MHz NMR 装置マグネット付近に、簡易型酸素ボンベ 1 個が設置されています。

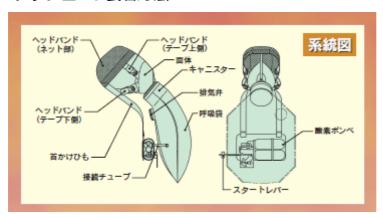
持ち込み試薬届出書

蛋白研スタッフが、持ち込み試薬の安全性を把握するための資料です。

- ・当日持ち込まれる試薬すべてをご記入ください。
- ・毒物・劇物および向精神薬に属する試薬は管理が必要なため、該当する場合には下表に
- ○をご記入ください。毒物・劇物の場合には、どちらに属するのかもご記入ください。

| | 保存温度 | 毒物・劇物 | 向精神薬 |
|----------|--------|-------|------|
| 試薬名 | 室温・冷蔵・ | | |
| | 冷凍 | | |
| ① | | | |
| | | | |
| 2 | | | |
| | | | |
| 3 | | | |
| | | | |
| 4 | | | |
| | | | |
| 5 | | | |
| | | | |
| 6 | | | |
| | | | |
| ⑦ | | | |
| | | | |

ダッシュ 10 装着方法



装着方法



アルミパックの袋の開封口から開けます。 開封口には赤い三角形のマークがあります。



ヘッドバンドのネット部と面体を持ち、 袋から取り出します。



酸素ボンベを持ってスタートレバーを写真の 矢印方向に引っ張り、酸素ボンベを開封します。



首かけひもとヘッドバンドのテープ下側を 同時に持ち、装着を開始します。



ヘッドバンドのネット部をかぶりながら、 面体を装着し、位置を調整します。



ヘッドバンド上下の張り具合が弱い場合は、 テープ上下の先端を引っ張って調整します。



取り扱い上の注意事項

- 1.アルミバックの「袋」は、マスクを使用する直前に開封してください。 開封直後の1回の使用に限り有効です。
- 緊急時以外には、絶対に開封しないでください。
- 2.使用中に、吸気温度が熱く感じられることがありますが、異常ではありません。
 3.本品は、火災時に発生する有毒ガスや煙を対象とした緊急避難用酸素マスクです。 作業用や救助用には使用しないでください。
- また、皮膚を通して害を与える有毒ガスには対応できません。
- 4.防熱、防災性能はありません。
- 避難時には、火に近づかないようにしてください。
- 5.使用温度範囲:0~40℃

/ 保

保管上の注意事項

- 1.緊急時にすぐに取り出せる場所に保管してください。
- 但し、直射日光が当たる場所や、高温多湿の場所には保管しないでください。
- 2.性能低下の原因になりますので、落下させる等、強い衝撃や振動を加えないで ください。
- 3.有効期間を過ぎたマスクは、使用できません。(有効期間は製造年月から5年間) 保管しているマスクの有効期間を確認してください。
- 4.有効期間内のマスクであっても、袋に穴があいているもの、開封した形跡があるもの、袋が異常に膨らんでいるもの等は、絶対に使用しないでください。 定期的に保管品の点検を実施ください。
- 5.保管温度範囲:0~40℃

NMR 棟 2F 避難梯子の使い方

外のガラスにも同じ表示が 貼ってあります



避難梯子は、巻いた状態で台の上に 設置されています。梯子の端は、壁にアンカー された台に溶接して取り付けてあります。 避難の際梯子は揺れますので、数人で避難す る場合には、最初に降りた方が梯子を持って、 次の方が避難する際のサポートをして下さい。

避難手順

- 窓を開ける 開かない場合は、ハンマーで破る。
- ②避難梯子を窓から投げる 真下に落とすと途中で絡まるので、 勢いよく投げてください。
- ③ステップに足をかけて台に登り、 後ろ向きになって梯子を降りる。