

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-174673
(P2002-174673A)

(43) 公開日 平成14年6月21日 (2002.6.21)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テマコード* (参考)

G 0 1 R 33/30

G 0 1 N 24/02

5 1 0 D

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願2000-372394(P2000-372394)

(22) 出願日 平成12年12月7日 (2000.12.7)

(71) 出願人 396020800

科学技術振興事業団

埼玉県川口市本町4丁目1番8号

(71) 出願人 000004271

日本電子株式会社

東京都昭島市武蔵野3丁目1番2号

(72) 発明者 榎木 啓人

東京都板橋区向原1-22-8-302

(72) 発明者 碓屋 隆雄

東京都北区田端4-5-5-602

(74) 代理人 100088041

弁理士 阿部 龍吉 (外7名)

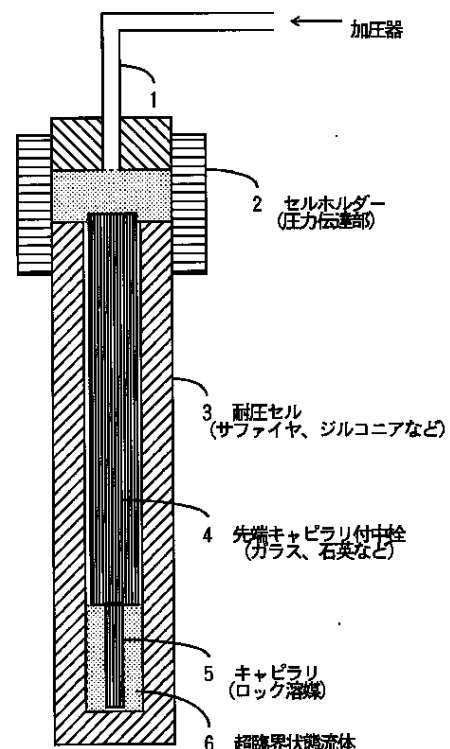
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 超臨界流体測定用NMRセル

(57) 【要約】

【目的】 キャピラリを固定して保持し分解能の向上、NMRロックの安定化を図る。

【構成】 内部に対流防止のための中栓を入れて超臨界状態流体のNMR測定に使用する超臨界流体測定用NMRセルであって、超臨界状態流体のサンプル量を制限し対流を抑制するための中栓4と重水素化溶媒を封入したキャピラリ5とを一体化してセル内に入れたことにより、中栓4にキャピラリ5を固定して保持し、耐圧セル3内に中栓4を入れたときにキャピラリ5を動かなくなるようにして、分解能を向上させ、NMRロックの安定化を図る。さらには、キャピラリ5挿入の再現性が良くなるので、サンプル設定毎の分解能の再現性が良くなり、分解能調整も容易になる。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 超臨界状態流体の NMR 測定に使用する超臨界流体測定用 NMR セルであって、超臨界状態流体のサンプル量を制限し対流を抑制するための中栓と重水素化溶媒を封入したキャピラリとを一体化してセル内に入れたことを特徴とする超臨界流体測定用 NMR セル。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【産業上の利用分野】 本発明は、対流防止のための中栓を入れて超臨界状態流体の NMR 測定に使用する超臨界流体測定用 NMR セルに関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 図 2 は中栓を入れた従来の超臨界流体測定用 NMR セルの構成例を示す図である。超臨界状態は、高圧・高温状態で実現できる。超臨界状態流体では、圧力・温度の条件により物性が非常に変化するが、一般に粘性が低くなるため、超臨界状態流体に若干の温度勾配があっても対流が生じやすい。そのため NMR の観測において、分解能が乱れてしまう。

【0003】 そこで、図 2 に示すように対流を抑えるべく NMR サンプル用の耐压セル 3 に中栓 4 を入れ、超臨界状態流体 6 のサンプル量を制限することにより、測定サンプル系内の温度勾配を小さくして対流が生じるのをできるだけ抑制していた。しかしながら、分解能を調整するモニターとして重水素化溶媒をしばし使用する必要がある。また、S/N の悪い試料の観測においては、NMR ロックの必要性も出てくる。

【0004】 しかし、従来の超臨界流体測定用 NMR セル 3 では、図 2 に示すように対流止めの中栓 4 と分解能モニターおよび NMR ロック用として重水素化溶媒を封入したキャピラリ 5 とはそれぞれが独立していた。そのため、超臨界状態流体 6 に若干の対流が生じると、キャピラリ 5 が動き分解能調整に支障をきたすという問題があった。また NMR ロックをかけてもキャピラリ 5 が動くため、NMR スペクトルを安定に保つことが困難であった。

【0005】 また、サンプルを交換するためには耐压セル 3 を取り外さなければならないため、サンプル交換後に耐压セル 3 をセットしなおすと、キャピラリ 5 の挿入位置が変わり、分解能の再現性が全くないなどの問題も含んでいた。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明は、上記課題を解決するものであって、キャピラリを固定して保持し分解能の向上、NMR ロックの安定化を図るものである。

【0007】 そのために本発明は、超臨界状態流体の NMR 測定に使用する超臨界流体測定用 NMR セルであって、超臨界状態流体のサンプル量を制限し対流を抑制するための中栓と重水素化溶媒を封入したキャピラリとを

一体化してセル内に入れたことを特徴とするものである。

【0008】

【発明の実施の形態】 以下、本発明の実施の形態を図面を参照しつつ説明する。図 1 は本発明に係る超臨界流体測定用 NMR セルの実施の形態を示す図であり、1 はパイプ、2 はセルホルダ、3 は耐压セル、4 は中栓、5 はキャピラリ、6 は超臨界状態流体を示す。

【0009】 図 1 において、パイプ 1 は、ステンレス製のパイプであり、高圧発生器を有する加圧器を耐压セル 3 に接続している。セルホルダ 2 は、チタン合金製の非磁性高耐压のホルダ兼圧力媒体接続部となっている。耐压セル 3 は、サファイヤやジルコニアなどのセラミックで作られた高耐压セルである。中栓 4 は、水晶やパイレックスガラス、その他のガラス、石英などで作られ、超臨界状態流体 6 のサンプル量を制限することにより温度勾配を小さくして対流を防ぐために耐压セル 3 の中に入れられるものである。キャピラリ 5 は、中栓 4 と同一材料で作られ、分解能調整用モニターと NMR ロック用の重水素化溶媒を封入したものである。中栓 4 とキャピラリ 5 の関係は、両者が一体となつてつながっていてもよいし、中栓 4 に重水素化溶媒を封入したキャピラリ 5 を取り付ける方式であってもよい。超臨界状態流体 6 は、中栓 4 によりサンプル量を制限して耐压セル 3 の底近傍にキャピラリ 5 と共に収容される。

【0010】 上記のように本発明に係る超臨界流体測定用 NMR セルは、パイプ 1、セルホルダ 2、耐压セル 3、中栓 4、キャピラリ 5 からなり、温度可変可能な NMR プロブに挿入して適当な圧力と温度をかけることにより、超臨界状態流体を作り NMR で観測する。そのため超臨界流体測定用 NMR セルは、セルホルダ 2 の上部からステンレス製パイプ 1 を介して接続された圧力発生器により、媒体を通して任意の圧力に加圧される。

【0011】 任意の圧力に加圧されたセルは、必要な温度まで加温可能なプロブを備えた NMR 観測装置の検出部に上部から挿入されて、適当な温度に加温されてセル内に超臨界状態流体が作られる。このとき、中栓 4 は、セル内のサンプル量を制限することにより、サンプル全体の温度勾配（温度差）による対流を抑える役割をする。分解能モニターと NMR ロックのための重水素化溶媒を封入したキャピラリ 5 は、この中栓 4 と一体化されている。

【0012】 従来の図 2 に示す超臨界流体測定用 NMR セルのようにそれぞれが独立した中栓 4 とキャピラリ 5 とを内部に入れると、キャピラリ 5 は超臨界状態流体の対流があるとその対流によって動いてしまう。そのため、分解能の調整に支障をきたし、かつ NMR のロックが安定しない。

【0013】 しかし、図 1 に示す本発明に係る超臨界流体測定用 NMR セルのようにキャピラリ 5 と中栓 4 とを

一体化することにより、キャピラリー5の微動を押さえると同時に、NMRロックの安定性を向上させることができる。また、キャピラリー5は、中栓4と一体化しているため再現性良く常にセルの中心に設定され、分解能調整の再現性も良くなる。

【0014】なお、本発明は、上記実施の形態に限定されるものではなく、種々の変形が可能である。例えば上記実施の形態では、キャピラリー一体型中栓が水晶やパイレックスガラスで作られているが、耐圧セルの磁化率と同じ磁化率に合わせたガラスを用いることも可能であり、このことにより更なる分解能の向上を必要とする場合に対応が可能となる。

【0015】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明によれば、超臨界状態流体のNMR測定に使用する超臨界流体測定用NMRセルであって、超臨界状態流体のサ

ンプル量を制限し対流を抑制するための中栓と重水素化溶媒を封入したキャピラリーとを一体化してセル内に入れたので、中栓にキャピラリーを固定して保持することができ、耐圧セル内に中栓を入れたときにキャピラリーが動かない、分解能を向上させ、NMRロックの安定化を図ることができる。さらには、キャピラリー挿入の再現性が良くなるので、サンプル設定毎の分解能の再現性が良くなり、分解能調整も容易になる。

【図面の簡単な説明】

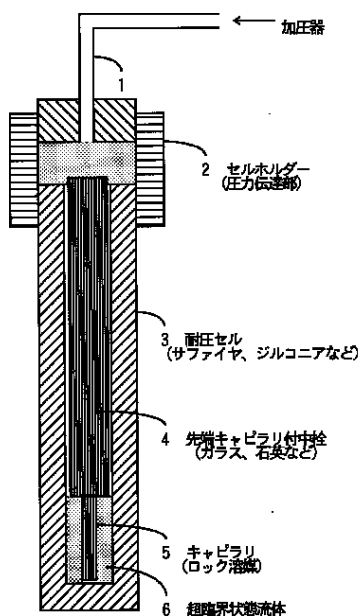
【図1】 本発明に係る超臨界流体測定用NMRセルの実施の形態を示す図である。

【図2】 中栓を入れた従来の超臨界流体測定用NMRセルの構成例を示す図である。

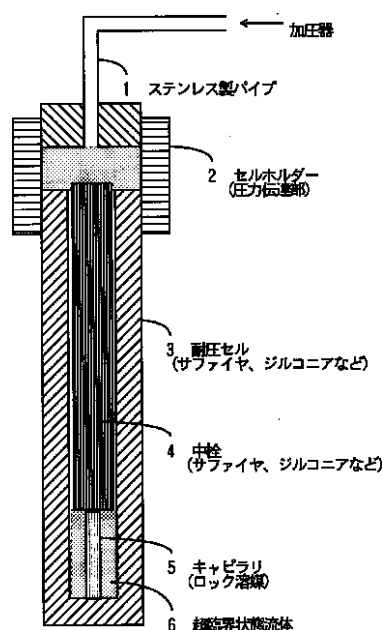
【符号の説明】

1...パイプ、2...セルホルダー、3...耐圧セル、4...中栓、5...キャピラリー、6...超臨界状態流体

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 櫻井 智司
東京都昭島市武蔵野三丁目1番2号 日本電子株式会社内

(72)発明者 今成 司
東京都昭島市中神町1156番地 日本電子データム株式会社内