

分析部門の取り組みおよび機器の利用例

茅野 尚子 ^{a)}

筑波大学研究基盤総合センター技術室

〒305-8577 茨城県つくば市天王台 1-1-1

概要

研究基盤総合センターの分析部門では、個々の研究室や部局では維持が困難な分析装置の共用化の推進と技術支援を行なっている。平成 25 年からはオープンファシリティ推進室の web システムを導入し、共用設備のさらなる利用促進を目指した。また、平成 27 年からは学外利用者の利用の受け入れも開始した。

本稿では web システム導入後の機器の利用状況について報告する。加えて、分析部門における機器の利用例を紹介する。

キーワード: オープンファシリティ、分析機器、共同利用、委託分析

1. はじめに

科学分析において、分析機器は必要不可欠なものである。近年、科学技術の発展に伴い、分析機器も高性能化・多機能化が進み、その分析効率や精度の向上は、研究や教育の発展に繋がることは言うまでもない。しかし、その反面、機器の利用者には、装置の購入費用だけでなく、その後の高額な維持管理費や、分析に関する複合的な知識と経験が必要とされる。このような装置を全て個々の研究室や部局で管理することは、容易ではない。

分析部門は、昭和 51 年に設立（当時：分析センター）されて以降 40 年間にわたり、分析機器を大学の資産として維持管理し、学内の研究従事者や学生への研究・教育支援を行なってきた。平成 25 年度からは、文部科学省の進める設備サポートセンター整備事業により発足されたオープンファシリティ推進室の事業の中核的存在として共同利用・委託利用の促進に努めている。

オープンファシリティとは、筑波大学が保有する研究設備の有効活用を図ることにより、最先端の機器を容易に利用し、研究成果に結びつけることができるようにするシステム¹である。分析部門がこのオープンファシリティ事業と連携することにより、大きく変わった点として、『web システムの導入』が挙げられる。これまでは紙媒体で受け付けてきた、利用申請、機器予約、委託申込など、全て web システムを通すこととなった。

また、平成 27 年度からはこのオープンファシリティを通して、学外からの利用者にも対応できるよう、機器および委託内容の公開を行なった。

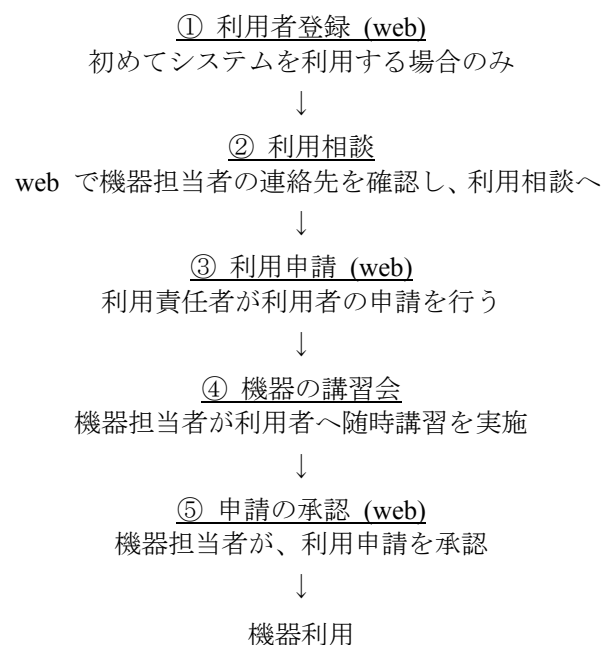
2. 分析部門の利用方法

分析部門には、機器の利用方法として 2 つのパターンがある。機器の取扱講習会を受け、自身で分析を行う「共同利用」と、利用者が作成した試料を技術職員が代理で測定を行う「委託分析」である。ここでは、学内利用者の場合の利用までの流れを紹介する。

（学外の方の場合には別途 HP をご参照ください。²⁾

2.1 共同利用

「共同利用」として分析部門の機器を利用する場合、利用者は主に以下の 5 つのステップを踏む必要がある。



機器の予約は、学内ネットワークを使うことで、随時入力・確認することができる。また、予約確定の都度、利用者と機器担当者に自動メールが配信される。これらの機能により、利用者はリアルタイムで機器の予約を確認することができる。また、機器担当者は、いつ誰がどの装置を使用するのか、随時、把握することができ、機器の管理や利用者へのフォローにも非常に有用である。

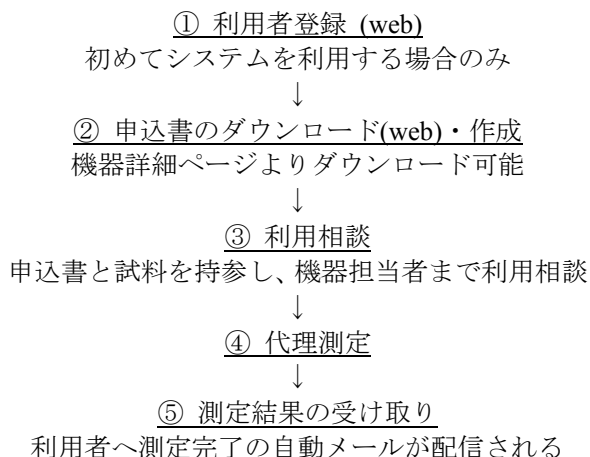
^{a)} E-mail: chino.naoko.gf@un.tsukuba.ac.jp Tel: 029-853-2508.

¹ <https://openfacility.sec.tsukuba.ac.jp/>

² <http://openfacility.sec.tsukuba.ac.jp/public/riyou1/>

2.2 委託分析

「委託分析」を利用する場合は、主に以下のようなステップである。



利用者は、システムより分析待ち状況を確認することができる。また、機器担当者は利用者が、いつ、何検体の試料を持ってくるのかなどを知ることができる。

以上のように、web システムを使うことにより、利用者と機器担当者の両者が、様々な情報を web から取得・確認できるようになった。

3. 分析部門の利用状況

3.1 学内利用者の利用状況

分析部門は平成 25 年度からオープンファシリティーのシステムを導入している。そこで本項では、システム導入後の分析部門の利用状況について報告する。比較対象の年度として、システム導入前の平成 23 年度と、システム導入から約 2 年半が経過した平成 27 年度の共同利用の利用者情報を用いた。

まず、機器の利用者とその利用責任者（利用負担金振替者）に着目した（表 1）。利用者数はシステム導入前の平成 23 年度（H23）が 391 人であったのに対し、導入後の平成 27 年度（H27）は 467 人であり、平成 23 年度と比較して、約 20%の増加が見られた。また、利用責任者は主に利用者の指導教員に当たることが多いことから、登録された利用責任者数を利用研究室数と考えた。利用責任者数を利用研究室数と考えると、その数は平成 23 年度と比較して、約 1.5 倍増加した。

表 1. 利用者数および利用研究室数

	利用者	利用研究室 (利用責任者※)	利用件数	利用時間
H 23	391 人	73	4,018 件	16,081h
H 27	467 人	110	5,433 件	16,677h

※ 利用責任者数を利用研究室数とみなす

次に、利用者の所属部局に着目した（表 2）。平成 23 年度の利用者の所属は、数理物質系、生命環

境系、医学医療系、体育系、システム情報系の 5 つであった。平成 27 年度も利用者の大半が数理物質系や生命環境系であることに変わりはない。しかし、上記 5 つの部局に加え、芸術系、図書館情報メディア系、附属病院、国際統合睡眠医科学研究機構研究部門の 4 つの部局が新規で加わった。その利用者数は未だ少数ではあるが、オープンファシリティーを通じて、分析部門が、さらに広範囲の系を含む部局で利用されるようになったことが伺える。

表 2. 利用者の所属部局

	H23	H27
数理物質系	256	275
生命環境系	122	165
医学医療系	6	6
体育系	5	5
システム情報系	2	5
芸術系	0	2
図書館情報メディア系	0	1
附属病院	0	6
国際統合睡眠医科学研究機構研究部門	0	2

このように、利用者数や利用研究室数の増加だけに留まらず、利用者の所属部局が拡大していることから、大学内の多くの組織において、機器の共同利用が求められていることが分かった。また、オープンファシリティーを通じて、広く、分かりやすく機器が公開されることによって、その効果はさらに広がっている。

3.2 学外利用者の利用状況

平成 27 年度からは、随時、学外の共同利用・委託利用の受付が開始されている。平成 28 年 11 月時点で、15 の企業・大学および研究機関からの利用があった。これまでの共同利用、委託利用を合わせた総利用件数は 63 件であり、利用時間にして 317 時間程度の利用があった。利用者の多くが茨城県内または茨城近郊からの利用者である。

以下に一覧として示す機関において、14 機器の共同利用と 3 機器の委託利用があった（表 3）。

表 3. 学外利用者の所属機関と利用件数

	H27 年度	H28 年度
化学メーカー	19	16
食品メーカー	0	5
製紙メーカー	1	1
印刷メーカー	3	3
国立・私立大学	3	6
研究機関	5	0
その他	0	1

以上のことから、機器の共同利用や委託分析は学内だけでなく、学外機関からも需要があるということが分かった。

今後も学内外からの幅広いニーズに対応できる体制を維持したい。

4. 共同利用機器および委託分析の利用例

4.1 共同利用機器と委託利用の種類

分析部門には現在、学内向けに共同利用可能な機器として 24 台の装置と、委託利用可能な装置が 5 台登録されている。さらに学外向けには、共同利用可能な装置として 23 台、委託利用が可能な装置が 11 台登録されている（表 4）。

表 4. 共同利用機器・委託利用一覧

略称	学内		学外	
	共同※ ¹	委託	共同※ ¹	委託
NMR600	○	○	○	○
NMR500	○	○	○	○
NMR400	○		○	
ESR	○		○	
GCMS	○		○	
ICP-MS	○		○	○
MALDI	○		○	
ESI	○		○	
EPMA	○		○	○
高輝度 X 線	○			
SPM	○		○	
共焦点	○		○	
FT-IR	○		○	
UV	○		○	
蛍光分光	○		○	
デジタル旋光	○		○	
ICP-8100	○		○	○
ICP-7300	○		○	○
原子吸光	○		○	
熱分析	○		○	○
電気化学	○		○	
動的光散乱	○		○	
比表面積	○		○	○
元素分析※ ²		○		○
元素分析※ ³		○		○
アミノ酸		○		○

※ 1. 共同利用、※ 2. C, H, N のみ、※ 3. S, Br, Cl, I

次項では、上記の分析機器のうちいくつかの機器において、利用例を紹介する。

4.2 NMR の利用例

核磁気共鳴装置（NMR）とは、原子核の核磁気共鳴を利用して、物質の構造や状態を非破壊で分析できる装置である。（図 1）分析部門には 3 種類の NMR が設置されており、それぞれ、600MHz、500MHz、400MHz の磁場を持つ。主に分子構造解析や未知の化学物質の同定に利用されることが多い。

この機器が活躍する分野は非常に広く、有機化学・無機化学・生化学・製薬・新素材・石油化学など多岐にわたる。分析部門でも NMR は例年、利用率が一番高い装置である。



図 1. 左から NMR500, 600, 400

4.3 ICP 発光(8100,7300), ICP-MS の利用例

分析部門には、2 台の誘導結合プラズマ発光分光分析装置（ICP-8100 と 7300）、1 台の誘導結合プラズマ質量分析装置（ICP-MS）が設置されている。

（図 2）これらの装置は、高周波誘導結合プラズマに試料を導入した後、発光分析では、励起された発光を検出し、質量分析では、イオン化させた原子を質量分析計に導入して定量を行っている。

ICP-8100 はシーケンシャル型と呼ばれ、波長分解能が高く、土壌抽出液等の高マトリックスの試料の測定に適している。ICP-7300 はマルチ型と呼ばれ、多元素を一度に測定することができる利点がある。

ICP-MS は、測定可能な濃度範囲が ppm から ppt まで幅広く、ICP 発光では検出が難しい微量元素の測定も可能である。加えて、多元素同時測定や同位体比の測定も可能である。利用例としては、飲料水の重金属汚染分析や医薬品の不純物の検出などが挙げられる。



図 2. ICP-8100 (左上), ICP-7300 (左下), ICP-MS (右)

4.4 EPMA の利用例

電子プローブマイクロアナライザー (EPMA) は、個体試料の表面に電子線を照射し、SEM 像を観察しながら、発生した特性 X 線の波長と強度を測定し、非破壊で微小部位の元素分析を行うことができる装置である。(図 3) また、EPMA は WDS であり、EDS や EDX と比較して、波長の分解能が優れており、微量の元素であっても正確な定量分析を行うことができる。本装置は FE の電子銃を搭載している為、タングステンの電子銃と比べ、電子線を細く絞ることが可能である。これにより更に微小な領域の分析や観察を行うことが可能である。

分析部門では、合金や岩石、土壌切片に含まれる元素の検出と分析に用いられることが多いが、この他、生物試料の分析にも用いられる。

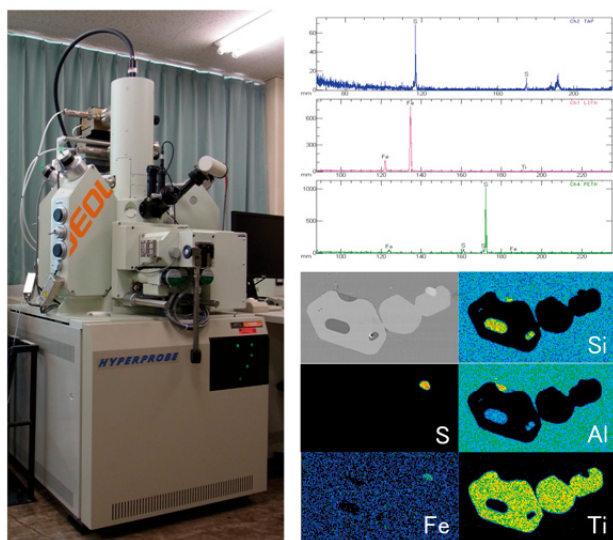


図 3. EPMA とその分析例

4.5 SPM の利用例

走査型プローブ顕微鏡 (SPM) とは、探針と試料の間に作用する様々な物理量を検出し、3 次元的な表面形状の観察や物性分析を行う装置である。(図 4) 常に探針と試料を接触させ、形状像や摩擦像を同時に取得できる AFM や、間欠的に試料と接触させることで、柔らかい試料の形状像を取得する DFM の機能がある。この他、電流同時 AFM、SSRM、KFM、

MFM 等の機能も有している。さらに、液中、真空、温湿度などの環境制御も可能である。

分析部門での利用としては、主に AFM、DFM であり、電極表面や薄膜などの表面観察のために用いられることが多い。

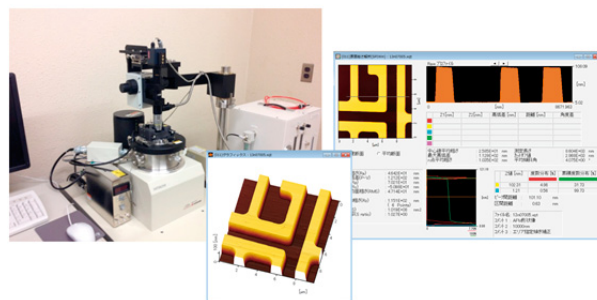


図 4. SPM とその分析例

5. まとめ

高性能化・多機能化が進む分析機器の管理には、高額な維持費や専門的な知識と経験が必要とされることが少なくない。このような背景から、各分析機器の専門的知識を有する技術職員が適切に分析機器を管理している分析部門のような共用設備の需要は、以前にも増して大きくなっている。文部科学省の設備サポートセンター整備事業により、分析機器の共用化が推進されていることから、分析部門の果たす役割は期待・注目度が高いものである。

共用設備の需要や期待が増していく中、利用者の要望も多様になっていくと考えられる。それらに対応すべく、技術職員は適切な機器管理と知識・技術の向上に努めなければならない。そして、より多くの利用者に、分析部門を利用できて良かったと言ってもらえるよう、研究・教育の発展に貢献していきたい。

謝辞

本報告にあたり、研究基盤総合センター長 新井達郎教授および、研究基盤総合センター副センター長 中谷清治教授に深く御礼申し上げます。また、オープンファシリティ推進室の青木克裕様、佐々木絢子様、大吉達也様には日頃より分析部門のサポートをして頂いておりますこと、深く感謝申し上げます。

Activities of Chemical Analysis Division and Example of Research Support by Open Facility System

Naoko Chino

Technical Service Office for Research Facility Center for Science and Technology, University of Tsukuba,
1-1-1 Tennodai, Tsukuba, Ibaraki, 305-8577 Japan

Keywords: Open Facility, Analysis Equipment, Shared Use, Job Request