

「所有からシェアへ」 ～分析機器と技術のコアファシリティ化～



夢はバラ色

稲角 直也*, 戸所 泰人*, 伊藤 彰厚*, 飯島 憲一*

Technical Support Division, Graduate School of Science, Osaka University

Key Words : 分析機器、技術、共用利用、連携、コアファシリティ

・はじめに

大阪大学理学部が中之島にキャンパスを構えていた時代の昭和39年(1964年)7月から、それまで個別に管理されていた各研究室の共通性が高い分析機器をまとめ、分析機器運営委員会が発足された。当初は化学系研究室の共通機器として、各研究室配属の技官と教官が管理運営を行ってきた互助会として発足した。現在では当然になりつつある研究設備の共用化が半世紀以上前から行われており、理学研究科ではこのマインドが現在も根付いていることで先端研究を継続して実施できる環境が確立できている。その後キャンパスが豊中に移り、大学法人化を経て化学系以外の研究室に対しても支援を広げてきた。法人化と同時に、研究室の技官が理学部の技術職員として一元化され、技術部分析機器測定室¹⁾が理学研究科組織として分析機器運営委員会の機器管理・運営を担ってきた。2007年以降は、科学教育機器リノベーションセンター(現在の科学機器リノベーション・工作支援センター²⁾)や化学系研究設備有効活用ネットワーク(現在の大学連携研究設備ネットワーク³⁾)と連携して学内外の利用を推進することで支援の輪を広げてきた。最近では全国の技術職員が有志で連携することで、より広範囲の研究・教育支援が可能となっており今後さらに発展し

ていくと思われる。

本稿では、分析機器の観点から大阪大学内・阪奈地域・日本全国の研究設備・技術を集約・ネットワーク化することで研究者の研究力強化を目指す取り組みを紹介する。

・大阪大学内の取り組み

大阪大学内では2011年度「設備サポートセンター整備事業」と2017年度「先端研究基盤共用促進事業(新たな共用システム導入支援プログラム)」を進めることで、オープンファシリティー推進室⁴⁾を中心とした部局横断型の共用システムを構築した(図1)。

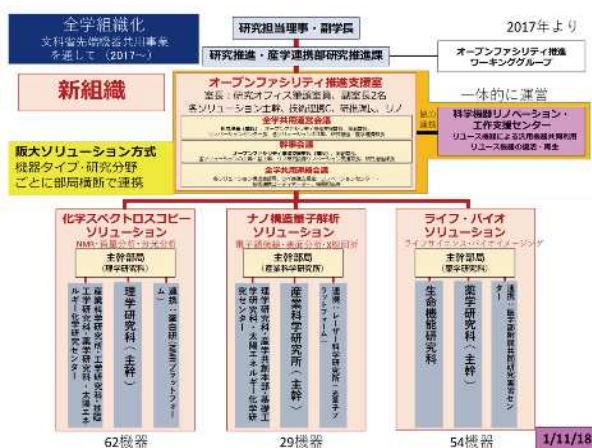


図1 大阪大学内の研究設備・機器共用ネットワーク

* 大阪大学 理学研究科 技術部 分析機器測定室



メンバー：技術職員6名
稲角直也：室長・NMR・ESR担当
博士(理学)
飯島憲一：元素分析・SQUID担当
平井智美：元素分析・熱分析担当
戸所泰人：NMR・生物系機器担当
博士(理学)
伊藤彰厚：MS・電子顕微鏡担当
博士(理学)
川村和司：X線回折装置・分光分析担当
TEL : 06-6850-5470
E-mail : analysis@tech.sci.osaka-u.ac.jp

理学研究科は初期から全学共用システムに参加しており、化学スペクトロスコピーソリューションの主観部局としてNMRや質量分析・分光分析など化学系分野の分析機器の共用や機器担当者のスキルアップについて企画・運営を行ってきた。またナノ構造量子解析ソリューションにおいても、電子顕微鏡やX線構造解析などの材料系分野の機器共用に参加している。この取り組みを通じて、研究室で管理

している特徴的な機器についても共用化が促進され、2020年3月末時点で191台（理学研究科の共用機器数：50台）の分析機器を学内研究者が利用できる環境が構築された。

・阪奈地域の取り組み

2019年度より阪奈地域連携の取り組みとして「先端研究基盤共用促進事業（研究機器相互利用ネットワーク導入実証プログラム）が開始され、大阪大学・大阪市立大学・奈良高専の3機関が中心となって「阪奈機器共用ネットワーク⁵⁾」（以後、阪奈NWと呼ぶ）を構築し機器利用や講習会の相互活用などで連携を強化している（図2）。



図2 阪奈機器共用ネットワーク相関図

阪奈NWでは、各機関の特徴的な研究設備の共用を通じて、研究成果を生み出していくことを目的とした地域連携ネットワークである。大阪大学はNMRを中心に多様な分析機器・大阪市立大学はESR機器群・奈良高専はSEM・XPSを中心に共用を行い、相補的な機器の高度利用を提供する枠組みを構築した。2020年8月末時点で65台+16サービスの利用が可能となっている。さらに阪奈NWでは所有していない高磁場NMR機器については、日本電子株式会社の800MHzと600MHz-NMRを各機関の担当者が遠隔利用（NMRリモートシェアリング）する試みを実施している（図3）。

NMRリモートシェアリングについては、阪奈NW内に登録されている最高感度のNMR（大阪大学理科学研究科及び産業科学研究所保有）を用いて測定した結果を判断して利用するスキームで運用している。

他機関や民間からの利用を促進するために利用可能な機器の多くは、リモート技術を活用した測定情



図3 JEOLハイエンドNMR リモートシェアリング

報の共有が出来る様になっている。利用可能なすべての機器詳細については、大阪大学研究設備・機器共通予約システム⁶⁾で確認することが出来るので参照して頂きたい。

・日本全国の取り組み

日本全国の機器共用の取り組みでは、自然科学研究機構分子科学研究所が中心となって進めている「大学連携研究設備ネットワーク」という枠組みがある。この枠組みでは全国各地の国立大学法人与自然科学研究機構分子科学研究所（2019年4月からは公立大学や私立大学等も設備登録可能）の研究設備の共用を促進しており、一部の機器については公的な研究機関以外に民間からの利用も可能となっている。2020年8月末時点で2425台の機器が登録されている。大阪大学も参画しており、先ほど紹介した阪奈NWで利用可能な機器も重複して登録されている（図4）。



図4 大学連携研究設備ネットワーク

これまで各レベルにおける機器共用の取り組みを紹介してきた。御覧の通り全国規模では非常に多くの分析機器が共用されており、研究者にとって新規に機器を購入することなく研究を進める環境があるように思われる。しかしながら機器のみが利用できる環境を構築しても研究成果に直結しないという事が近年認識されてきた。機器を高度に利活用するためには、専門スタッフによる支援が必要不可欠とな

ってきている。現在各分野の技術職員を始めとする専門スタッフの人的ネットワーク構築により、情報共有や組織を超えた技術の継承が進められており、測定ノウハウについても共用化が進んできている。大学連携ネットワークではこの人材交流に力を入れている。例えばNMR分野においては、大学で用いられているNMRの活用方法について、全国有志の技術職員が測定ノウハウの観点から情報発信することで、共用利用促進を目的としたセミナーを開催し、35名(民間企業28名、大学7名)の参加があった。2020年度においては、技術職員の測定・メンテナンスノウハウを動画として記録する取り組みが進められているところである。

・理学研究科で保有している技術例

最後に理学研究科における特徴的な測定技術について紹介したい。

1. 低温NMR測定技術(平成29年度奨励研究(課題番号:17H00296))

NMR担当 稲角直也(技術専門職員)

NMRメーカー仕様では一般的に室温～-100℃までの低温測定が可能であるが、より低い温度での測定要望があったため、既存の低温装置を改造することで-150℃で長時間測定できる環境を構築した(図5)。

固体NMRではサンプルを高速回転するため、低温になるほど表示される温度と実際の温度に乖離が生じる。温度差については、硝酸鉛のケミカルシフト値より、温度校正を行い正確な温度可変測定を可能にしている。またサンプル管内にも温度分布が発生するため、温度分布が起これにくいインナーセルを作成することで左右対称なシグナル観測が可能になった(図6)。



図5 低温システム

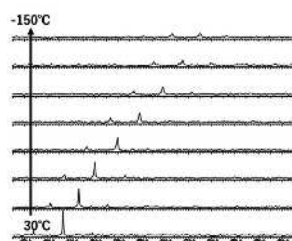


図6 硝酸鉛の温度可変スペクトル

2. 光照射NMR測定技術

NMR担当 戸所泰人(技術専門職員)

全国に数ある共用可能なNMR装置の中で特色あるNMR装置を目指し、光をサンプルに照射しながらNMR測定できるシステム(in situ 光照射NMR)を作成・導入した。

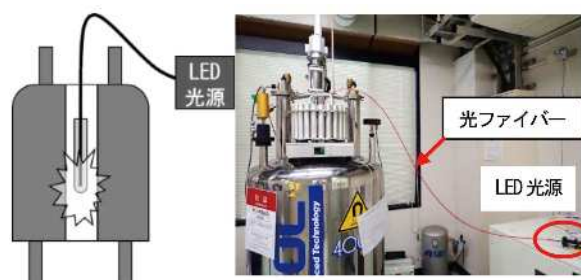


図7 光照射NMRシステム

光照射システムはLED光源、光ファイバーを用いたシステムである。LED光源から出た光を、光ファイバーを用いてサンプル内から直接サンプルに照射する(図7)。本システムではサンプルの汚染を防ぐため2重管を用いている。これにより、光を照射しながら溶液NMR測定をすることが可能となる。現在、測定できる光の波長は365nm, 405nm, 420nm, 450nm, 565nmの5種類が測定可能である。このシステムにより、サンプルの光による反応・経時変化などをリアルタイムで測定することができる(図8)。光を照射し続けると変化が起こらない・観測できないなど、光を照射しながらNMR測定することで新たな知見が得られると考えている。

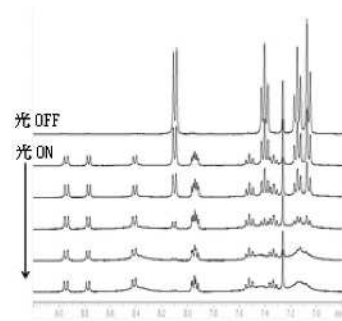


図8 光照射後のNMR経時変化スペクトル

3. MALDI-TOF-MSを用いた高分子化合物の分子量分布解析技術

質量分析担当 伊藤彰厚(技術専門職員)

ポリマー及びオリゴマーの分子量分布解析として一般的にはGPCを用いることが多いが、難溶性・不溶性の化合物の分析には適していない。またポリスチレンなど構造の異なる化合物を標準物質とした

換算質量の為、真の分子量を評価しているとはいえない。これらの解決の為、比較的容易に測定可能なMALDI-TOF-MSにより数平均分子量・重量平均分子量・多分散度を定量的に分析する手法を検討・報告した。

MALDI法を用いて定量分析を行うため半定量能のサンプリング依存性などを解決し、それをベースにして高再現度を実現することで難溶性・不溶性オリゴマーの分子量分布解析を行う手法を提案した(図9)。

複雑な化合物系での検討を行う必要はあるものの、ポリマーやオリゴマーの分布に関する情報を簡便に取得できるようになると期待できる。

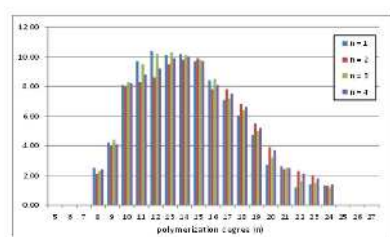


図9 フッ化ピリデンオリゴマーのピーク強度比の再現度プロット

4. 難燃性フッ素材料の元素分析技術 (平成22年度奨励研究 (課題番号: 229150060))

元素分析担当 飯島憲一(技術専門職員)

理学研究科元素分析室ではヤナコCHNコーダーMT-5, MT-6で元素分析を行っており、これらは横型装置である。大学という教育・研究機関ということもあり、試料燃焼後の残渣等の情報を依頼者に提供できる利点を取り、当分析室ではこれまで横型装置を導入してきた。

元素分析に依頼される試料には難燃性のものもあるので、試料が完全に燃焼され良好な分析値が得られているか注意する必要がある。フッ素を含有する試料についてもほとんどの場合は問題なく分析できるが、組成式において水素の数がフッ素の数より少ない試料については注意が必要である。これはフッ素化合物が燃焼する際には水素が必要であると考えられるため、当分析室ではこれまでこの様な試料に対しては塩化バリウム二水和物を水素供給源として過剰量添加することにより対処してきた。水素を全く含まないテフロンについてもこの方法であれば良好な分析結果が得られる。ところが或るフッ素含有化合物Aの分析を依頼された際、上記の方法で分析しても良好な結果が得られず、フッ素含有試料

が完全燃焼していない場合に起こる特徴的な傾向が見られたため、燃焼条件の検討を行うことになった。

元素分析では難燃性含フッ素化合物が不完全燃焼により正しく分析できていない場合、炭素値がマイナスに、窒素値がプラスに外れる傾向がある。これは燃焼で炭素-フッ素結合を切断できないことによりCF₄の様な気体が生じ、これが装置経路内のどこにも吸着されず窒素ガスとして検出されるためと考えられる。上記試料Aの分析では、装置の電気炉の温度を仕様以上には上げずに添加剤と酸素量、試料導入のタイミングについてのみ検討を行うことにした。MT-5は古い装置であり、交換部品も入手しにくい状況にあるものの、長年良好な分析値が得られる様に維持管理してきており、電気炉温度などの仕様を変更して使用すると機器への負担、故障のリスクが上がることを懸念したということが大きな理由である。検討の結果、燃焼条件を改良して試料Aは良好な分析結果が得られるようになった(表1)。装置の仕様を変更していないため、この改良法は同型の装置で分析する誰もが実施できる汎用な方法であり、全国の元素分析関係者に情報提供することもできた。

表1 燃焼条件検討前後による元素分析結果

試料 A	理論値(%)	検討前(%) ⇒ 検討後(%)	
C ₁₂ H ₄ O ₆ S ₂ F ₆ Cl ₂	H	0.82	0.73(-0.09) 0.72(-0.10)
	C	29.22	28.69(-0.53) 29.31(+0.09)
	N	0.00	1.83(+1.83) 0.15(+0.15)

・おわりに

本稿では、前半に日本全国において研究資源を効率的に運用する事を目的とした、分析機器の共用化を促進する取り組みについて紹介した。後半では共通機器の高度利用に繋がる理学研究科技術職員による特徴的な技術を紹介した。本稿で紹介した以外にも様々な分析機器について技術職員による高度利用が容易に利用できる体制を構築している(表2)。

今後も人材・機器・技術のコアファシリティ化を促進し研究開発における課題解決が最適な環境で実施され、日本の研究力強化に繋がる取り組みを続けていきたいと思う。依頼分析や学術相談等も受け付けているので、分析で困っていることがあれば気軽に相談して頂けると幸いである。

表2 学外利用可能な分析装置・担当者一覧

分析装置	担当者	分析装置	担当者
NMR	稲角・戸所	熱分析	平井・戸所
質量分析	伊藤	分光分析	川村
電子顕微鏡	伊藤・戸所	SPR	戸所
X線回折装置	川村	ESR	稲角
元素分析	飯島・平井	学外登録数	31台

・参考文献

- 1) 大阪大学理学部・理学研究科分析機器測定室
<http://analysis.sci.osaka-u.ac.jp/index.html>
- 2) 大阪大学科学機器リノベーション・工作支援センター
<https://www.reno.osaka-u.ac.jp/>
- 3) 大学連携研究設備ネットワーク
<https://chem-eqnet.ims.ac.jp/>
- 4) 大阪大学オープンファシリティ推進室
<https://top.opf.osaka-u.ac.jp/>
- 5) 阪奈機器共用ネットワーク
<https://hanna-nw.org/>
- 6) 国立大学法人大阪大学 研究設備・機器共通予約システム
<https://www.opf.osaka-u.ac.jp/home>

