

# 核磁気共鳴装置の固体プローブ修理と固体測定環境の強化

千葉大学

榎 飛雄真（共用機器センター）

## ● 申請目的

**日本電子社製のJNM-ECZ600R**は、千葉大学共用機器センターで最大の磁場強度を持つNMRであり、溶液・固体兼用機として応用測定を中心に稼働している。

本申請では、故障中の同装置用固体プローブについて修理を実施すると共に、固体測定用備品の更新を行う。これによって、同センターの**固体応用測定の機能を早期に復旧・強化**し、学内外の利用件数の増加を図る。

## ● 実施概要

R.2年11月までに、JNM-ECZ600R（右図）において以下の整備を実施した。

- ・ 3.2 mm広温域HXMASプローブの修理（温調ユニットケーブル加工含む）
- ・ 3.2 mm固体試料管等（高額消耗品）の更新

## ● 成果概要

当該装置は溶液・固体測定兼用機であり、R.2年度前半は主に溶液プローブにて運用した。その後、本事業により固体プローブが復旧したため、後半は**固体測定が大幅に増加**した。

R.2年度はコロナ禍の影響によって、機器の運用への多大な影響が懸念されたが、当該装置においては、本事業によって溶液・固体双方の測定が安定して実施できるようになったことで利用の増加がみられ、結果的には前年度と比べて**学内外の利用件数は増加**した（次ページ参照）。また固体長時間利用の増加に伴い、料金収入も前年度から**約65%増加**した。



## ● 申請目的

大学連携研究設備ネットワークのオンライン予約・課金システム（以下、「設備NWシステム」）において、参画する大学等が独自に設置・運用している設備共用システム（以下、「大学システム」）との間で、前年度までに整備された[アプリケーションプログラミングインタフェース（API）を用いてユーザー情報や予約情報等のデータを自動（または半自動）的に共有／連携する機能](#)を維持するための保守およびサーバ更新を実施し、双方のシステムの利用者および管理者の利便性向上と利用活性化を継続する。

## ● 成果概要

本事業の実施により、本学においては**設備NWシステムとCURIASの連携**が維持され、ユーザーの利便性が向上した（右図は大学システムの機能紹介）。これにより、**学内共用および学外相互利用**が安定して推移している。

The screenshot displays the '測定データ一覧' (Measurement Data List) page. At the top, there is a navigation bar with '設備NW同期実行' (Execute NW synchronization) and 'super\_cacさん CUPID ユーザ設定 ログアウト'. Below the navigation bar, there are several tabs: '測定データ管理', 'お知らせ管理', 'ユーザ管理', '利用報告書管理', and 'ライセンス管理'. The main content area shows a search filter section with '絞り込み条件' (Filter conditions) and buttons for '全て' (All), '有効' (Valid), '期限切れ' (Expired), and '削除済み' (Deleted). The filter section includes fields for 'アップロード日' (Upload date), '測定機種' (Measurement device type), 'サイズ' (Size), 'ユーザ' (User), '部門' (Department), '研究室' (Research room), 'DL済' (DL completed), and '並び順' (Sort order). At the bottom, there are '検索' (Search) and 'リセット' (Reset) buttons. On the right side, there is a green box with the text: '設備名「ESR-JESTE200」の利用報告書を申請してください。利用日：2019年9月26日(木)'. Below this, there is a table with reservation details: '予約機器名' (Reservation device name) NMR-ECX400, '予約開始日時' (Reservation start date) 2016-03-31 05:00, '予約終了日時' (Reservation end date) 2016-03-31 17:00, '予約予約日時' (Reservation reservation date) 変更/延長なし (変更) (延長), and '連絡先電話番号' (Contact phone number). At the bottom right, there is a red box with the text: '「利用報告書」画面に、予約時間が自動的に反映される。' (In the 'Usage Report' screen, the reservation time is automatically reflected).

# 核磁気共鳴分光装置の総合メンテナンス

機関名 東京農工大学

申請代表者名 (所属) 野口恵一 (学術研究支援総合センター)

## ● 申請目的

本事業の対象設備である500MHz核磁気共鳴分光装置は、相互利用可能設備として、2013年度から学外公開を開始した。公開後の学外者による利用件数は年間30-40件、利用時間は年間400時間程度であり、本学で学外公開している設備の中でも学外者による利用割合が比較的高い設備となっている。現状の学内者による利用状況を考慮すると対象設備のマシントイムにはまだ余裕があることから、学外利用をさらに拡大できると考えているが、そのためには設備利用機会の少ない学外者にとっても使いやすかつ安定した利用環境を提供する必要がある。そこで本事業では、経年劣化等で不安定化した対象設備の機能をメンテナンスと一部修理を行うことにより復活させることで、設備の利用環境の改善を図り、核磁気共鳴装置の相互利用を一層加速することを目的とする。

## ● 実施概要

### 1) 修理とメンテナンス作業

- 2020.12.4 - 溶液プローブの引取り修理 (メーカー工場での作業)
- 2021.1.14 溶液プローブの修理後調整作業
- 2021.1.28-29 ECA500 分光計の点検整備
- 2021.3.15 分光計制御 PC のアップグレード
- 2021.3.15 エアコンプレッサーの点検整備

### 2) 説明会と講習会の開催

装置の高度な活用を支援するため、多核測定、TOCSY、NOESY、溶媒信号除去、緩和時間測定等に関する講習会を実施した (2021年1月以降)。また、アップグレードにより可能となった測定と遠隔測定への対応に関する説明会を実施した (2021年3月)。

## ● 成果概要

作業完了後、自動チューニングやエア系トラブルの発生回数が大幅に減少し、多くの利用者が予定通りに測定できる環境を提供可能となった。設置後13年が経過した設備であるが、今後も安定稼働が期待できる。

## 本事業で修理とメンテナンスを実施した設備



500 MHz 核磁気共鳴装置  
(日本電子 ECA500 型)

# 相互利用を促進するための ガスクロマトグラフ質量分析の汎用プローブ増設事業

機関名 横浜国立大学  
栗原靖之（機器分析評価センター）

## ● 申請目的

ガスクロマトグラフ質量分析計（トリプル四重極質量分析計：GC/MS）は、本学において2019年3月に共同利用設備として移設した学内リユース設備である。環境分析等の微量分析の研究に用いられており、感度などの基本性能は備えていたが、試料導入設備が十分とは言えず汎用性に欠けていた。そこで、本事業により汎用プローブ等の据付を行い、多様な試料の受け入れを可能とすることによって相互利用を加速させることが目的である。

## ● 実施概要

対象設備のGC/MSは、試料導入部として「溶液注入オートサンプラー」と「標準注入口（インレット）」だけが設置された状態であった。そこで、本事業では既存装置を生かしたままで、測定可能な適用範囲を増やし、**前処理不要となるような汎用性の高い2つの機材**を導入した。一つは**サーマルセパレーションプローブ（TSP）**であり、溶液化するなどの前処理なく試料をGCへ直接導入できるプローブである。もう一つの**マルチモード注入口（MMI）**は、低温または高温でプログラム温度制御ができる注入口であり、溶媒排出、大量注入（濃縮）、汚染の抑制などの機能的な効果が得られ、前処理工程を減らすことができる。

## ● 申請目的

FIB、ESR、FE-TEMの総合的整備を実施することにより、各装置の安定した運転を実現し、学内外の共用化を促進することを目的とする。

## ● 実施概要

### FIB：

申請時から若干の計画変更をし、液体金属イオン源交換を除外し鏡筒整備を実施した。

具体的には、メーカーによる鏡筒クリーニング、電源ボックス用空冷ファンの交換、山梨大教職員による油回転ポンプの交換等を実施し、安定した運転を実現した。

(右図参照)



整備したFIB（日立製FB-2100）の写真。  
矢印分の白いボックスが電源ボックスで、この内部の冷却ファンを交換した。

# 極低温粉末X線回折装置のGM冷凍機更新及び測定温度領域の拡大

金沢大学

大橋政司（理工研究域）

## ● 申請目的

当該設備にはGM冷凍機と組合せた光学系が付いており、希少な液体ヘリウムを用いる事なく低温にて簡便かつ精密な粉末X線回折実験が可能である。装置は1999年に導入したものであり、当時は最先端であったものの到達温度は公称10Kである。定期的にメンテナンスしながら使用しているが最近では20K程度までしか冷却できなくなっており、利用者の目的を達成できず敬遠されつつある。近年高性能な4K冷凍機が安価で手に入るようになったので本申請ではGM冷凍機の更新および環境整備を行いたい。

## ● 実施概要

対象装置はリガク社製であるが、同社を通じて極低温冷凍機を更新するには数千万円でX線発生装置ごと更新が必要との事であり現実的ではない。X線発生に関しては特に不具合は無いので、これに申請者のノウハウと冷凍機メーカーの技術を組合せれば市販製品と同程度もしくはそれ以上の冷却性能を出せるはずである。そこで本事業の援助を受け、住友重機から190万円程度で公称到達温度4KのGM冷凍機を購入し、メーカーのアドバイスを受けつつリガク製極低温X線装置の仕様に合わせて周辺のアタッチメントや配管類を自作した。

## ● 成果概要

改造前の装置、改造の様子を写真に示す。現在7.5Kまでの冷却に成功した。2020年度は国外より10K以下で測定を行いたいとの打診があった。これに関しては本事業が間に合わず実現しなかったが引き続き打合わせを続けており、2021年度の測定実施を計画している。



冷凍機本体(左)と製作した部品



冷凍機が組み上がった様子



冷凍機が組み上がった様子



到達温度(7.5 K)

# EPMA装置再稼働およびその供用開始のための施設整備事業

機関名 奈良先端科学技術大学院大学  
河合 壯（物質科学教育研究センター）

## ● 申請目的

本学は、所有する電子プローブマイクロアナライザー(EPMA)を、令和3年度に大学連携設備ネットワークへ正式に登録することを検討している。しかし、現状は電子銃消耗のため稼働できない状況となっている。本事業では、大学連携設備ネットワークに正式に登録することで学外の研究者に幅広く利用してもらう体制を整えることを目的とする。

## ● 実施概要

- ・ EPMA装置整備

電子銃（交換・調整）、位置合わせカメラの交換、

レポート作成用PCの更新、レポートアシスタント（測定レポート作成機能）更新、装置配置換え

- ・ ワークステーション修理

（整備を行っている間にワークステーションの故障も判明し、学内経費にて措置を行った）

## ● 成果概要

EPMA装置整備により、表面分析が可能となった。

レポート作成用PCを更新したことにより、Webカメラを接続して表面画像を取得できるようになった。

装置停止中は、SEM-EDSによる元素分析を行っていたが、特性X線が近接する場合は同定が困難であり、また定量精度が良くない等がありましたが再稼働によりそういったことが解消された。

（測定例：（S：2.472keV）、（Pb：2.500keV）化合物の定量）また、CL（カソードルミネッセンス）測定が行えるようになり、酸化化合物のスペクトル分析が行えるようになった。



## ● 申請目的

固体核磁気共鳴装置は材料科学や高分子化学の研究など試料の溶解性が低い場合や、固体状態における分子の動的挙動を調べるために使われる装置の一つである。本装置は試料を静磁場に対し一定の角度を保ちながら高速回転、高出力の電磁場を照射して測定するため、プローブに大きな負荷がかかるため定期的なメンテナンスを必要とする。前回のコンプレッサーのメンテナンスから長期間経過し、分解能にも影響が出ていたため、早急な整備が必要であった。

本装置は固体高分解能核磁気共鳴装置の中でもワイドボア型のため、低周波核測定などが可能な大学連携NW唯一の登録装置であり、オートサンプラーも装備しているため、学外からの依頼測定実績も高い。安定稼働が必要であり、また幅広い依頼試料に対応するためにも試料管などの高価な消耗品も補充することで、多くのニーズに応えることが可能になる。

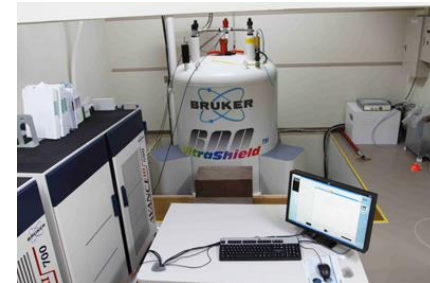
## ● 実施概要

装置の整備としてコンプレッサーのスクロールの交換等を中心とした整備を行った。従来は正常に回転する試料管を使いまわす必要があったが、今回の試料管の補充により、オートサンプラーを利用した標準試料の測定も同時に行うことが可能になり、作業効率の向上につながった。

相互利用促進のための技術相談をしながら、遠方の研究機関への対応として依頼測定業務を行った。

## ● 成果概要

コロナの影響が心配されたが、2019度と比較して件数が4割、増加した。企業との共同研究による利用が進展し、これまでなかった核種での利用により、測定技術のスキル向上につながった。





# 先端的蛍光X線分析装置の相互利用のための整備

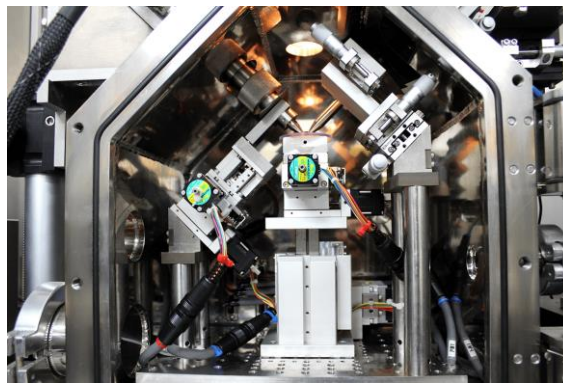
公立大学法人大阪

辻 幸一（大阪市立大学大学院工学研究科）

## ● 申請目的（令和2年度大学連携研究設備ネットワークにおける研究設備の相互利用加速事業）

文部科学省「先端研究基盤共用促進事業（H30：新たな共用システムの導入支援プログラム）—大阪市立大学工学研究科—」を実施することで、共用機器の学内外での利用促進を目指して機器の保守および管理システムの構築を進めてきた。 <https://kyouyou.eng.osaka-cu.ac.jp/>

本学は大学連携研究設備ネットワーク協議会に令和2年2月に新規参画したが、共用機器の中から本学工学研究科にて保有する**国内唯一の共焦点微小部蛍光X線分析装置**2台と、**簡便な超微量元素分析を可能とする全反射蛍光X線分析装置**1台をそのネットワークに登録するにあたり、その相互利用を促進するため、これら3台の機器の整備を実施することを目的とした。



共焦点微小部蛍光X線分析装置の写真



全反射蛍光X線分析装置の写真

# ロータリーポンプ交換による高性能ハイブリッド型質量分析システムの機能復活

広島大学

網本 智子（自然科学研究支援開発センター）

## ● 申請目的

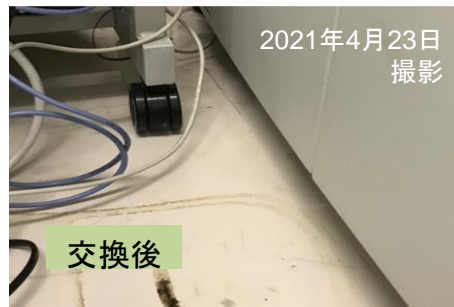
質量分析計(MS)は、幅広い分野の研究推進に不可欠な装置であり、中でも本設備(LTQ Orbitrap XL)は、高い質量精度及び検出感度を有することから、学内のみならず学外からも広く利用されている。導入から10年が経過し、ロータリーポンプからオイル漏れが生じるようになり、交換が必要な状況となった。

本事業による支援を受けてロータリーポンプの交換を行い、装置の性能回復と相互利用のさらなる促進を図った。



## ● 実施概要

メーカー技術者により、ロータリーポンプ2台を交換した。（2020年8月6日）



## ● 成果概要

- ✓ 装置を安定稼働させることができ、漏れたオイルの拭き取り作業及びオイルの補充にかかる労力と時間を削減できた。
- ✓ **学外利用者の増加**：6機関（2019年度） → **10機関**（2020年度）

# 質量分析計（Thermo scientific Exactive）の基板修理による 安定的な装置利用の維持と相互利用促進

国立大学法人鳥取大学

森本 稔（研究推進機構）、横野 瑞希（技術部）

## ● 実施内容

### ○基板修理

メーカー技術者による基板の交換修理とそれに伴うソフトウェア・PCのアップデート

### ○利用者講習（2回実施。学外者講習は今年度は見送り）

- ・ 2020年4月7日 新規利用・基本操作講習（学内・教員1名、学生1名）
- ・ 2020年8月19日 新規利用・基本操作講習（学内・学生2名）

## ● 成果概要

### ○成果

- ・ 基板交換後は頻発していた通信エラーもなく、装置の安定的な稼働状況を維持できている
- ・ 事業実施後、農学部、工学部、乾燥地より333時間の機器利用があった。また依頼分析は学内から18件（農学部、工学部）、学外から3件（他大学、企業）を受託した。
- ・ 利用者への講習を開催、分析ニーズを聞く機会が得られた。



以上、本事業の目標を達成することができた。

# 有機微量元素分析装置利用促進事業

機関名 愛媛大学

申請代表者名 (学術支援センター物質科学部門 谷 弘幸)

## ● 申請目的

有機微量元素分析は、天然有機化合物、合成有機化合物、生体構成分子、高分子化合物の構造決定のみならず、環境試料においても含有成分を知る事ができる機器の1つである。本装置は、他大学に先駆けて昭和60年より学外からの依頼を受け付けている。当部門では有機試料のみならず、無機試料の依頼分析も受け付けており、今後も継続的に需要が見込まれる。今回オーバーホールを行うことで安定稼働を維持し、更なる利用促進を目的とする。

## ● 実施概要

正確なデータの取得と安定稼働が保障されることでより信頼性が向上し、利用実績件数の増加が見込まれる。今回のオーバーホールでは、汚れが付着していると予想される配管部や連結部、ポンプの交換やクリーニング等を行い、より正確なデータが取得できるようにバランス調整も含めて行う。

## ● 成果概要

今回のオーバーホールにより、より正確なデータが取得できるようになった。また、化学合成の構造決定等だけでなく、無機試料、環境試料等の分析も受け付けていると言うアナウンスを行ったところ、他大学からの新規依頼(58件)があった。今後も様々なアナウンスを行い、実績を伸ばしていきたい。

# 加速事業 元素分析装置整備および経費安定化事業

機関名：長崎大学

申請代表者：真木俊英（研究開発推進機構）

## ● 申請目的

老朽化が進む元素分析装置（パーキンエルマー 2400II）のためのメンテナンス部品を整備するとともに、還元管を延命し運営経費を削減することにより、ヘリウムガス高騰という状況下において安定した依頼分析サービスを維持する。

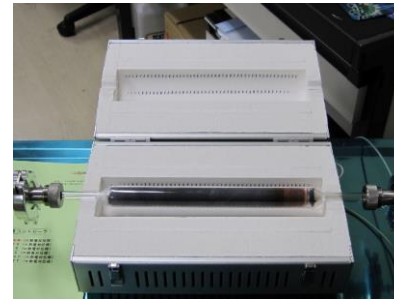
## ● 実施概要



元素分析メンテナンスキット



環状炉一式



・ふたを開けてセットした状態

● 成果概要 お陰様で、事業期間中装置を長期停止することなく、運営ができました。2020年度 学外からの利用 27件（2019年 62件） 件数が大きく減っていますがサンプル数、利用研究室は増えています。

国立4、私大2  
6研究室

238検体

国立2、私大3  
5研究室

229検体

# 加速事業 二重収束型質量分析装置整備事業

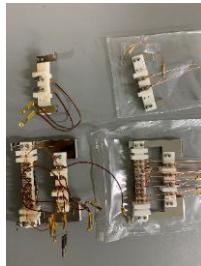
機関名：長崎大学

申請代表者：真木俊英（研究開発推進機構）

## ● 申請目的

質量分析装置JEOLIMS-700N S-KS-NGU-JRC-002のイオン源を交換するとともに、動作が不安定化している冷却水循環装置の修理を実施することにより、安定した依頼分析サービスを維持する。

## ● 実施概要



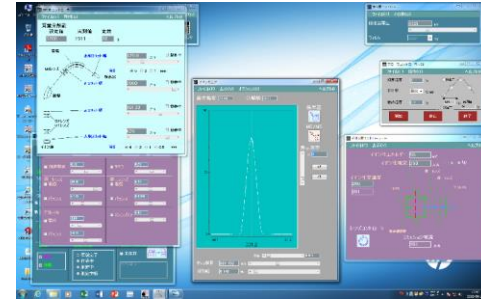
古いイオン源（左）の交換  
（右）



イオン導入部内の清掃作業



冷却水循環装置の修理



- ・チラーの温度調節の不具合を解消できました。
- ・イオン源内に起きていた静電気がなくなりました。
- ・プローブの冷却ができるようになりました。
- ・内部清掃によってピークの出現が良くなりました。

## ● 成果概要

お陰様で、事業期間中装置を長期停止することなく、運営ができました。

2020年度 学外からの利用 39件（2019年 37件、2018年 21件）

国立4、私大1  
5研究室

国立4、私大1  
6研究室

国立3、私大2  
5研究室

# 液体He利用磁性・構造解析機器群を用いた物質科学共同利用

自然科学研究機構 分子科学研究所  
横山 利彦（機器センター）

## ● 申請目的

分子科学研究所は、大学連携研究設備ネットワーク事業の中核機関として、本事業を通して、物質科学に有効な先端的分析機器の広範囲にわたる共同利用を行ってきている。特に、このところ供給難が社会問題にもなっている液体Heが必要な研究設備は、貴重なヘリウムを利用しにくい大学を中心に極めて高頻度に利用されている。本申請では、超伝導量子干渉計(SQUID)による磁化計測、電子スピン共鳴(ESR)、極低温微小単結晶X線結晶構造解析等の機器の安定した共同利用展開を目的とする。いずれの設備も、国立大学のみならず、公私立大学・民間企業へも公開しており、興味ある磁気特性を示す遷移金属錯体や遷移金属酸化物等の磁気物性測定や温度相転移前後の構造解析等に広く活用される。

## ● 実施概要

全額をヘリウム購入に充てた。コロナ禍の影響で、2019年度に比べて利用数は若干減少したが、それでも供給難が社会問題にもなっている液体Heが必要な研究設備は、貴重なヘリウムを利用しにくい大学を中心に極めて高頻度に利用された。

## ● 成果概要

マテリアルDX構築に向けて、令和3年1月12～13日に計算科学研究センター・ナノテクノロジープラットフォーム事業合同ワークショップーデータ科学に基づく理論・計算科学と実験科学の協働を目指してーを開催し、新潟大・古川貢氏にESR、京大・高見剛氏にSQUIDに関する講演を行っていただいた。