

# 高磁場NMRの固体プローブ整備

機関名: 千葉大

梶 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、チューニングに不具合が見られた同装置用固体プローブについて修理を実施すると共に、付属設備の整備を行う。これによって、同センターの**固体応用測定を始め多様な測定を安定的に利用**できるようにし、学内外の利用件数の増加を図る。

## ● 実施概要

2023年3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
- ・VTユニットの修理
- ・コンプレッサー及び液体窒素再凝縮装置の点検
- ・固体NMRリモート制御用PCの更新

## ● 成果概要

本事業の実施により、測定前の調整作業や測定中の状態確認頻度が軽減され、**安定して温度可変固体NMR測定を行うことが可能になった**。また、各種ユニットの修理・点検によって装置状態が安定し、さらにかねてから取り組んでいた固体測定のリモート制御環境の整備によって**学内他キャンパス及び学外からの利用の利便性**が向上した。

当該機器の学外の利用件数は2021年度に比べて減少したが(次ページ参照)、これは2022年初頭の利用ルール見直しによって短時間利用を他機種(JNM-ECA500)に誘導したためであり、実際には**長時間での学外利用件数が増加**し、当該機器での利用料収入が**68%増加**した。



# 二重収束磁場型質量分析計の機能復活による設備共用加速

機関名：東京農工大学

申請代表者名：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二重収束磁場型質量分析計は、大学連携研究設備ネットワークを通じて、2013年度から国立大学法人以外の教育・研究機関や企業に対しても公開している。2019年度まで学外者による利用件数は年に数件程度であったが、2020年度は10件、2021年度は22件と外部利用件数が増加傾向にあることから、装置を安定稼働させ、設備利用機会の少ない学外者にとっても使いやすい利用環境を提供することで、学外利用をさらに拡大できると考えている。そこで本事業では、二重収束磁場型質量分析計のメンテナンスと部品交換を行い経年劣化した機能を復活させ、設備の安定した稼働状態を維持することにより、対象設備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) 二重収束磁場型質量分析計のイオン源、分析部、冷却水循環装置のメンテナンス  
2022.11.25 2021年度の停電後不安定な状態となっていた冷却水循環装置の修理とメンテナンスを完了（修理の一部を 2022.4.20 に実施）。

2022.12.23 2021年度のメンテナンス時に指摘された検出器交換、スリットの修理等を中心とした部品交換とメンテナンスを完了。

### 2) 支援体制の充実

学内外からの利用を促進を図るため、測定や解析に習熟していない利用者を対象とした設備利用講習会を再開した。

## ● 成果概要

メンテナンスの実施により、比較的分子量大きい化合物やネガティブモードでの測定感度が大幅に改善した。これにより、今後も装置の安定稼働が期待できるだけでなく、2020年度に本設備に導入した Frit-FAB アタッチメントを本格的に利用することが可能となった。2022年度の学外利用は主に本アタッチメントを利用した測定であった。



二重収束磁場型質量分析計（JEOL JMS-700）

# 電子スピン共鳴装置の温度可変システム整備

山梨大学

勝又 まさ代(工学部附属ものづくり教育実践センター)

## ● 申請目的

山梨大学機器分析センターの電子スピン共鳴装置(以下、ESR)は、令和元年11月から大学連携研究設備ネットワークの相互利用が可能な設備として公開した。令和4年1月までに20件以上の学外利用実績がある。

本装置に対し、ユーザーから試料温度を変化させる温度可変システム、試料に紫外光・可視光を照射したときの化学変化を追跡する時間分解測定機能などの増設の要望があった。そこで、3年間程度以内で両要望に応える構想をたて、この中で本申請では温度可変測定を実現することを当初の目的とした。しかし採択後に、昨今の半導体不足のため、プロジェクト実施年度内に温度可変装置が納品されないことが判明した。そこで、必要オプション品の年度内納品が可能な時間分解測定関連の整備を行うことを新たな目的とした。

## ● 実施概要

図1に示す機器分析センターのESRに対して、図2に示すオプション品・消耗品を購入し、時間分解測定関連の整備を行った。最短270マイクロ秒毎の測定が可能となった。

## ● 成果概要

本事業で購入した装置を用いたESR測定等について、外部機関から6件、民間企業から2件の利用があった。

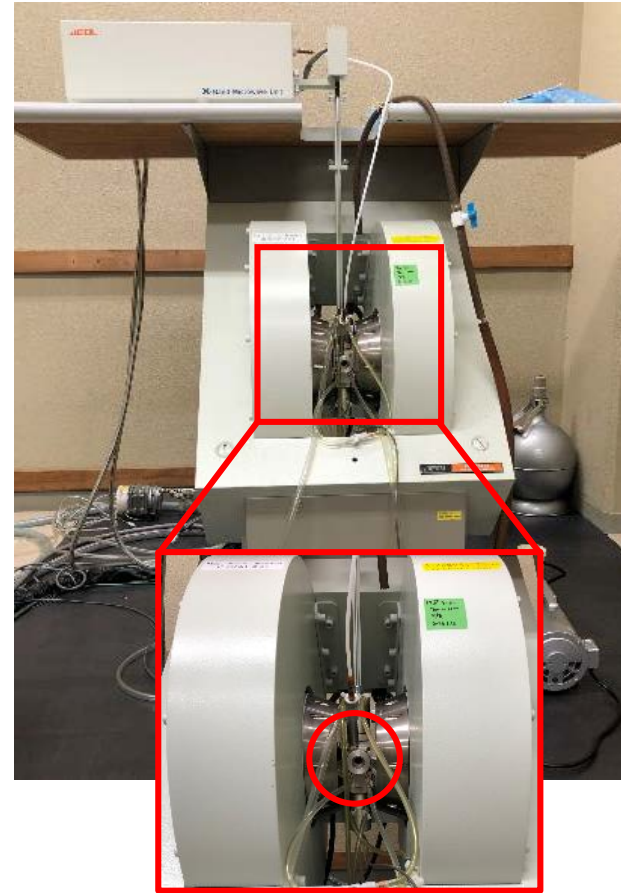


図1 本申請の対象であるESR(日本電子製JES-FA200)と光源の照射窓(赤○)



図2 オプション品(紫外線照射装置(上左)、可視光光源装置(上右)、オプティカルチョッパー(中)、オシロスコープ(下))

# Autoflex2(MALDI-TOFMS)装置の共用促進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

申請代表者名(所属): 河合壮(物質科学教育研究センター)

## ● 申請目的

Autoflex2(MALDI-TOFMS)装置は、現在、学内の多数の学生、教員が本機を利用しており、学外からの利用については、ナノテクノロジープラットフォーム事業での技術代行測定によって対応しているが、簡便な操作で幅広い分子量領域で高感度が測定可能であるという特性から、大学連携研究設備ネットワークでの共用利用装置としても適切な機器である。そこで、本事業によってメンテナンス、調整を行うこと並びに必要な消耗品を一定数常備することを実現し、稼働日数の安定的維持を確保し、新たに本ネットワークに本機器を登録する環境を整える。本装置は、近年の学内での利用日数は年間200日を越えるが、学外利用は10日以下であり、本事業によって学外利用者への有効性、利便性を高め、ネットワークに登録することによる学外の利用推進に繋げる。

## ● 実施概要

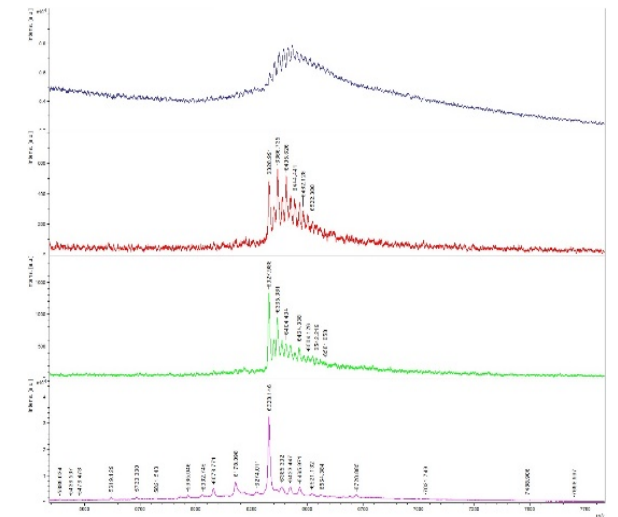
学外貸し出し用標準サンプルおよび、ターゲットフレームの購入と装置メンテナンスを行った。

## ● 成果概要

これまで学外からの利用者にも装置利用のためのプレートなどを準備していただく必要があったが、貸し出し用プレートを準備したことにより、学外利用者の本装置への利用の閾値が下がった。また、定期メンテナンスを実施することが出来たため、装置納入17年を迎える装置ではあるが、現在も問題なく稼働させることが出来ている。



装置全景



測定スペクトル

# 共同利用者の利便性向上のための多機能走査型X線光電子分光分析装置 制御用パソコンアップグレード事業

機関名：奈良先端科学技術大学院大学

申請代表者名(所属)：河合壮(物質科学教育研究センター)

## ● 申請目的

外利用者のアクセスを容易にする目的で装置制御用パソコン(以下PC)をサポート対象であるオペレーティングシステム(以下OS)にアップグレードする。これにより、学内外ネットワークに接続できる環境が整備し、データ転送及び遠隔接続を可能にできる状況を実現する。本連携ネットワークに登録し学外利用者の利便性を確保して装置稼働の有効性を高める。

## ● 実施概要

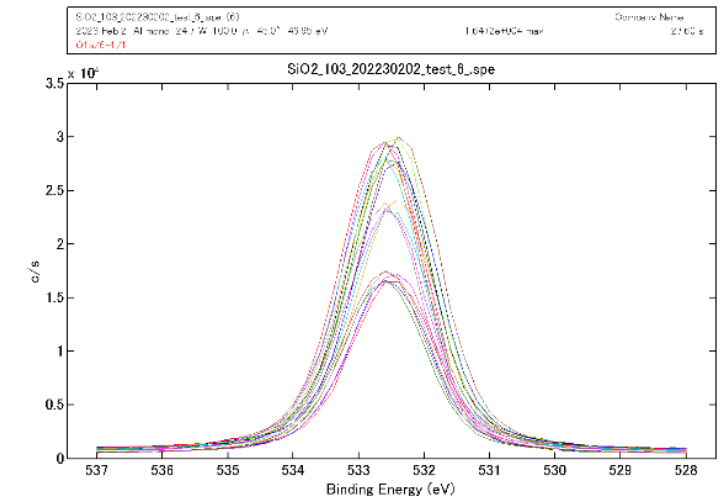
ネットワークに接続し遠隔操作に対応できるよう、制御用PCをWindows7からWindows10にバージョンアップした。また、制御用PCのアップグレードに伴い、装置制御ソフトウェア(SmartSoft-VersaProbe)、解析用ソフトウェア(MultiPak)イントロカメラも同時にバージョンアップを行った。

## ● 成果概要

これまでがPCのOSがWindows7だったためネットワークに接続が出来なかったが、本事業の実施により可能となった。またこれまで測定をしながら解析処理を行う等、PCに負荷のかかる操作は困難であったが、これも可能となり著しく利便性が向上した。



装置の全景



測定スペクトル

# 固体核磁気共鳴装置の保守整備による依頼利用促進

大阪大学

鈴木健之(産業科学研究所)

## ● 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。本装置は測定温度範囲も $-140\sim 150^{\circ}\text{C}$ と広く、高分解能四極子核スペクトルも測定可能である。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。前回の回転制御ユニット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るため早急な整備が必要である。

## ● 実施概要

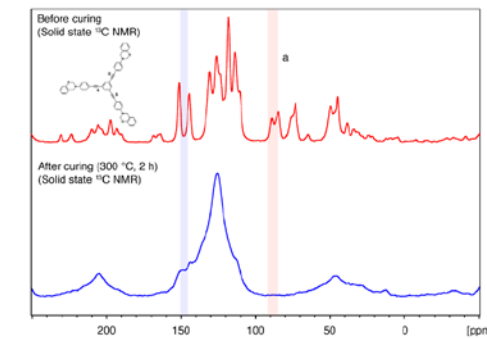
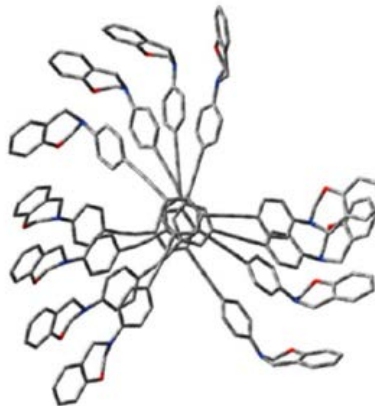
2022年7月までにMASコントロールユニットを更新した。

## ● 成果概要

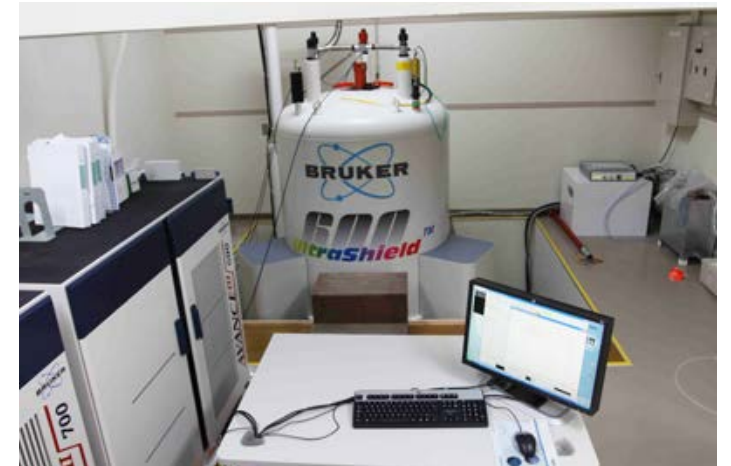
回転制御ユニットの更新により、本来の高速回転機能が回復し、高分解能測定が可能になった。

成果事例:新規熱硬化性樹脂の開発

*Sanda et al. Polym. Chem., 2022, 13,55*



<sup>13</sup>C CP/MAS NMR spectra of 3 (top) and resin obtained by curing of 3 at 300 °C (bottom).



Avance III 600 WB (BRUKER)



MASコントロールユニット

# 分子間相互作用解析装置(表面プラズモン共鳴装置)のリモート測定対応化と整備

機関名:大阪大学

申請代表者名:今田 勝巳(所属:理学研究科分析機器測定)

## ● 申請目的

- ・ 分子間相互作用解析装置(表面プラズモン共鳴装置 SPR)のリモート操作化  
地域の利用者、利用が難しい地域への利便性向上
- ・ 難しい対象へのサポートを充実

➡ 共用利用促進

## ● 実施概要

- ・ SPRの機器操作コンピュータ本体およびソフトウェアの更新
- ・ SPRの点検整備(メンテナンス)

## ● 成果概要

- ・ 機器操作コンピュータ本体およびソフトウェアの更新  
→リモート測定・リモート解析が可能  
再解析が必要になったとき、大阪大学に来なくてもよい。  
【実例】他大学から大阪大学に訪問することなしに再解析  
時間的、金銭的に省力化  
→研究力の向上(研究時間、予算の節約)
- ・ 点検整備  
→安定稼働、信頼性の向上、多様なニーズに対応  
→民間企業の利用の増加



# ナノLCシステムの点検整備による質量分析計の外部利用促進

機関名: 広島大  
網本 智子 (技術センター)

## ● 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、本設備(LTQ Orbitrap XL)は学内のみならず学外からの相互利用及び依頼測定を受け付けている。

微量のタンパク質を分析するために付設されているナノLCシステムは導入から8年、最後の点検整備からは4年が経過したことに伴い、駆動部の部品等の消耗が懸念されるため、本事業の支援によりメーカー技術者による総合的な点検・整備を実施した。さらに、プロテオーム解析用のソフトウェアを最新版にアップグレードし、解析精度及び速度の向上により、外部利用の促進を図った。



## ● 実施概要

2022年5月30・31日

ナノLCシステムの点検・整備

2023年3月24日

Proteome Discoverer 3.0 アップグレード購入

2023年4月19日

質量分析セミナー (オンライン) の開催 [参加73名]

2023年4月20日

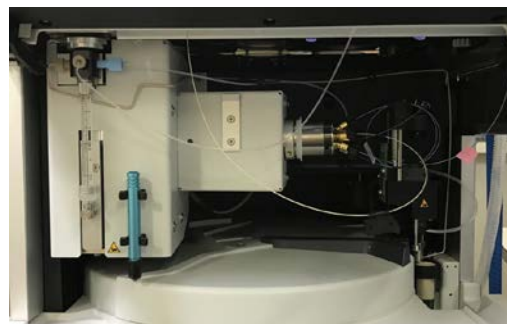
Proteome Discoverer 3.0 トレーニング (オンライン) の開催 [参加31名]

## ● 成果概要

- ✓ 今回の点検整備により、ナノLCシステムを安定稼働させることができた。
- ✓ ソフトウェアのトレーニングに先立ち、メーカーの協力により質量分析及びプロテオーム解析の基礎に関するセミナーを開催し、質量分析計のデータを扱う研究者の知識向上につながった。
- ✓ 設備全体の利用件数が増加し、学外の利用件数も増加した。依頼測定については、学外の試料数が171 (2021年度) から179 (2022年度) に増加した。



ポンプユニット  
プランジャーシール等の交換



オートサンブラ  
ニードル・シリンジ等の交換



セミナー・トレーニング  
のべ104人 (うち学外4名) 参加



# 真空ポンプ消耗品パーツ交換並びに清掃整備による装置の安定稼働促進

機関名: 広島大

申請代表者名(所属): 前田誠(技術センター)

## ● 申請目的

真空ポンプの消耗品交換整備作業を行い、装置が安定して稼働できる状態を維持すること。

## ● 実施概要

真空ポンプの引き取り作業, 消耗品パーツの交換作業, パーツ交換後の真空ポンプ取り付け作業並びに動作確認。

## ● 成果概要

真空ポンプ消耗品パーツ交換を行うことで, 1年間真空系のトラブルが発生することなく, 安定して装置を稼働させることができた。

# ガスクロマトグラフ質量分析装置の自動化と多サンプル対応化による設備利用の加速化

鳥取大学

森本 稔(研究推進機構)、横野瑞希(技術部)

## ● 申請目的

本学の全学共用設備であり、大学連携研究設備ネットワーク登録機器でもあるガスクロマトグラフ質量分析計(SHIMADZU GCMS-QP2010CPlus, S-CG-TTU-RCBT-051)に**オートサンプラーを装備**することで、コロナ禍における**自動化の推進と多サンプル分析に対応**させ、安全かつ効率的な機器運用を行うことで学内外からの利用拡大を加速化する。

## ● 実施概要

○オートサンプラーの導入(メーカー技術者による作業)

○学内外の利用者向け講習会の開催

GC-MS初歩講習会開催(2022年10月20日)

34名参加(うち学内33名、学外1名)

○新規利用に対応した分析プロトコールの整備

## ● 成果概要

○成果

- 利用者への講習を開催することで分析ニーズを聞く機会を得られた。
- 昼夜連続測定や休日中の測定が増え、**効率的な運用が可能**となった。
- 事業実施後より、複数の学部より**911時間(昨年度619時間)の機器利用と学内から7件(昨年度1件)、他大学から1件の依頼分析を受託した。**

以上、本事業の目的を達成することができた。



### 鳥取大学 研究推進機構 ガスクロマトグラフ質量分析装置(GC-MS)初歩講習会

鳥取大学 研究推進機構 研究基盤センターでは学内外に向けた共同利用設備の公開を行っております。  
この度 GC-MS 初歩講習会を開催いたします。今回の講習会ではメーカーより講師をお招きし、GC-MS 初心者の方に向けた内容で講習していただきます。

本講習会は、令和4年度大学連携研究設備ネットワークにおける研究設備加速事業の支援により開催いたします。

学内外どなたでもご参加いただけます。参加費は無料です。

【日時】 10月20日(木) 13時30分～15時30分頃

【内容】

13時30分～ GC-MSの概要

基礎(語彙など)の復習

GC-MSの装置構成・イオン化法・測定モード

様々な前処理装置

分析手法・アプリケーションのご紹介

15時30分～ 質疑応答

【開催方法】 オンライン(Microsoft Teams)

【お申込み】 下記の申込フォームより10月19日(水)17時までにお申込みください。

録画した動画の視聴を希望される方もこちらからお申込みください。

<https://forms.gle/qoUfBKxfWdNmeC1j8>

【問合せ先】 鳥取大学 研究推進機構/技術部

E-mail: [ric-tottori@ml.orip.tottori-u.ac.jp](mailto:ric-tottori@ml.orip.tottori-u.ac.jp)

(参考)

【本学共同利用設備】 SHIMADZU 製 GCMS-QP2010 Plus

<https://orip.tottori-u.ac.jp/setsubi/machine/id014327/>

# オールインワン蛍光顕微鏡の共用化促進のための「機能拡張」事業

機関名: 高知大学

申請代表者名(所属): 坂本 修士 (総合研究センター・実験実習機器施設)

## ● 申請目的

申請者が所属している高知大学では、研究設備の「学内基盤的設備」が選定されている。

「学内基盤的設備」とは、学内の教育研究力の維持・向上に資する基盤的かつ汎用性の高い全学共同利用設備である。近年、多くの「学内基盤的設備」は大学連携研究設備ネットワーク(NW)に登録され、学外利用も積極的に推し進められている。一方で、当該「学内基盤的設備」は老朽化した設備も多く、このような設備は学内外者を惹きつける程の機能に至っていない。

そのため「学内基盤的設備」の学内外共同利用を加速するためには、老朽化や機能未拡張設備の機能向上が必要となっている。

本事業の申請対象である「オールインワン蛍光顕微鏡」に関しても、本学の「学内基盤的設備」に含まれているが、学内外の共同利用を促進するためには「機能拡張」が欠かせない状態にある。そのため令和元年度から当該機の更新に取り組んでいる。一方で、現在に至っても、予算の問題で「画像情報の定量化」を行うための「解析アプリケーション」を導入できていない。

近年、学術論文や学会発表において生物画像情報の定量化を求められることが多い。そのため、高精度で、かつ再現性のある「画像情報の定量解析」を備えている蛍光顕微鏡を「学内基盤的設備」として設置することで、当該機を利用する多くの教員・大学院生・学部学生の業績(論文発表・学会発表等)向上へ貢献できるものと考えている。

## ● 実施概要

### ➤ 「ハイブリッドセルカウント」(BZ-H4C) 及び「マクロセルカウント」(BZ-H4CM) の導入

「ハイブリッドセルカウント」の導入により、輝度差の少ない「位相差像」及び「蛍光画像」、「明視野画像」において「サイズ」「数」「蛍光強度」等を高精度に数値化し、定量評価することが可能となった。これにより、恣意的になりがちな手動計測と比較し、再現性の高い客観的なデータを得ることができるようになった。

「マクロセルカウント」の導入により、「最初の1枚の測定条件」を複数の画像に一括適用し、解析することが可能となった。これにより、測定時間を短縮できるだけでなく、測定条件のバラつきによる誤差がなくなった。結果として、データの信頼性が上がり、研究の質の向上に繋がった。

# 単結晶X線構造解析装置の相互利用促進事業

国立大学法人愛媛大学

谷 弘幸(学術支援センター物質科学研究支援部門)

## ● 申請目的

- ・経年劣化によるトラブルや故障による利用停止を防ぎ、安定して学内外の研究者に装置利用を提供する
- ・学外の新規利用を増やすこと

## ● 実施概要

- ・低温吹付装置のメンテナンス実施
- ・講習会実施(2022.9.5~9.7)

## ● 成果概要

- ・学内外利用は328件あり、2021年度と同程度で推移した。
  - ・学外からの依頼測定件数は64件となり、前年度51件から増加した。
  - ・中国地域(岡山大学、山口大学、島根大学)をはじめ、近隣の大学等、7機関から依頼測定があった。
  - ・数年にわたって継続的に依頼してくれる機関も増えてきている。
  - ・講習会は3年ぶりに学外者参加者を受け入れて実施した。
- 遠隔指導での難しさも感じていたので、今後も対面を中心に実施を継続したい。



講習会の様子

# 「多階層生体防御システム研究拠点」事業におけるクライオ電子顕微鏡Polaraと汎用電子顕微鏡TE20の全国相互利用の促進

九州大学

福井 宣規（生体防御医学研究所）

## ● 申請目的

九州大学生体防御医学研究所は、平成22年4月1日から共同利用・共同研究拠点「多階層生体防御システム研究拠点」として認定され、生体防御に関連する共同利用・共同研究を推進している。その活動の中で当研究所が所有する最先端の研究インフラと技術を活用して共同利用・研究を行う「機器利用型プロジェクト」があり、4つの研究分野について公募による支援を行っている。構造生物学分野では、電子顕微鏡を用いた蛋白質の立体構造解析の支援を行っている。構造生物学分野の機器利用型プロジェクトの実績は毎年10件程度である。

## ● 実施概要

生体防御医学研究所が全国共同研究に供している電子顕微鏡は2台ある。クライオ電子顕微鏡Polaraは福岡県西方沖地震(2005年3月)後の建物改修に付随する設備更新のための予算で2008年に整備された。300 kVの加速電圧の電子銃を備えている。検出器が旧型であったが、大学予算にて2021年6月に最新の電子直接検出カメラK3を設置した。電子顕微鏡本体は経年劣化のために修理が必要とされることが増えた。

2台目の汎用透過型電子顕微鏡TE20は組織観察や細胞観察、そして単粒子解析を行う前の予備観察(負染色)に使用しているが、Polaraと同時期に導入したために似た状況にあり、2台の電顕の維持管理が重要な課題となっている。



Polaraの写真  
技術支援室の専任の技官がいる

## ● 申請目的

九州大学生体防御医学研究所は、平成22年4月1日から共同利用・共同研究拠点「多階層生体防御システム研究拠点」、平成28年4月1日からトランスオミクス医学研究拠点ネットワーク形成事業が採択された。以来、東京医科歯科大学難治研究所・熊本大学発生医学研究所・徳島大学先端酵素学研究所とネットワーク型研究拠点として活動している。本拠点では、生体防御研究並びにオミクス解析について大学間連携による共同利用・共同研究を推進している。本活動では、当研究所が所有する多階層レベルの最先端の研究インフラと技術を活用して共同研究を行う「機器利用型プロジェクト」があり、4つの研究分野について公募による支援を行っている。ゲノム関連分野では、超並列シーケンサーを用いたゲノミクス・トランスクリプトミクス・エピゲノミクスの支援を行っており、機器利用型プロジェクトの実績を重ねている。当研究所が所有した超並列シーケンサーは4台あり、うち共同研究に供しているNovaSeq6000は、研究所教員と研究所予算の合算にて2019年に導入された。並列型シーケンサーとして、最高のデータ出力を誇り、当シーケンサーと九州大学情報統括本部スーパーコンピューティングシステムItoとの連動により国内屈指の迅速な解析体制を構築済みである。年間800件以上の国際データベース登録件数を達成し、九州大学のみならず国内外の共同利用設備として汎用されてきた。一方で、高頻度の運用のため、定期的な設備のメンテナンスが必要となり、本事業による支援を申請し、活動することとなった。

## ● 実施概要

NovaSeq6000は、マイクロデバイスを用いた流路系と台座が動作する顕微鏡により構成されている。高頻度の利用により流路の狭窄が生じるため定期的な流路の交換が必要である。また、動作型台座も経時的に動作位相にずれが生じるため同じく定期的な調整が欠かせない。そのため、メーカー(イルミナ社)の技術者に作業を依頼する。NovaSeq6000は上記サービスを受けることが定期的に必要であるが、メンテナンス経費が極めて高額なため、保守契約が継続できずスポット的な修理体制に転換せざるを得ない状況となっている。したがって、当事業によるスポットメンテナンスを行うことで年2回程度のメンテナンスを行った。

## ● 成果概要

初年度において、現在運用規定の見直しなどの制度策定とともにメンテナンスを試薬購入により施行した。今後、拡大が見込まれる単一細胞空間オミクスや単一細胞マルチオミクス解析の需要に応えられるように運用体制の整備を行った。

# 高輝度単結晶構造解析装置再整備事業

機関名:長崎大

真木俊英(研究開発推進機構・設備共同利用部門)

before



after



PCCコンプレッサ

メーカー技術者(Rigaku)による高輝度単結晶構造解析装置 Varimax Saturn/1200S の老朽化した周辺機器の更新を行う。

PCC COMPRESSOR 1Z0002AB  
GN-12R用コンプレッサー  
ロータリーポンプ



GN-12Rコンプレッサー ロータリーポンプ

その他調整等を実施	¥1,613,700
2022年度加速事業からの支援	¥1,254,000

不足分は本学が負担

# 透過型電子顕微鏡整備事業

機関名:長崎大

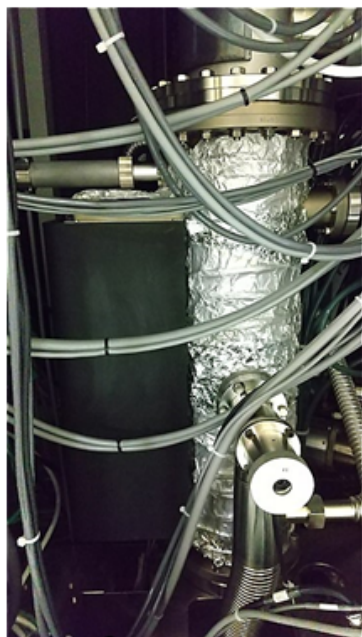
真木俊英(研究開発推進機構・設備共同利用部門)

令和4年9月15～22日

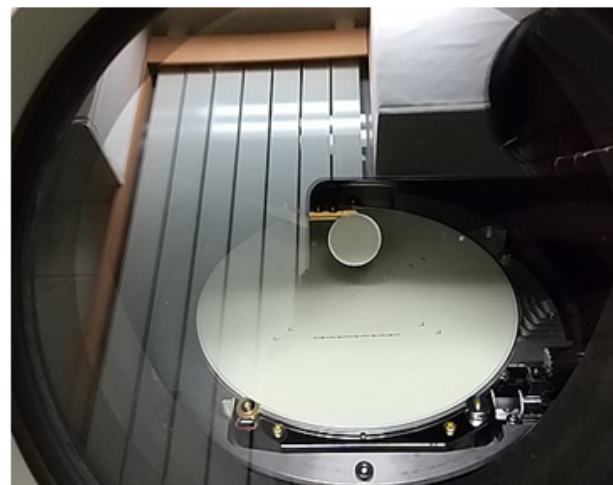
メーカー技術者(日本電子)による透過型電子顕微鏡 JEM-ARM200F の老朽化したイオンポンプ、蛍光板の更新および調整を行う。



交換後の真空度  $1.9 \times 10^{-5} \text{Pa}$   
(交換前は  $3.5 \times 10^{-5} \text{Pa}$ )



イオンポンプ交換



蛍光版大および小の交換



清掃済放射パネル配管



消耗品交換後のロータリーポンプ

その他調整等を実施 ¥2,774,000

加速事業による支援 ¥2,018,000

不足額は本学が負担