

インタビュー「この人に聞く」

Interview with Technical Sta

大学院理学研究科・理学部 分析機器測定室 稲角 直也さん

NMRの魅力とは

NMR (核磁気共鳴; Nuclear Magnetic Resonance) は分子の構造を調べる分析法の1つです。また、NMR分析により分子中の運動性の解析も可能で、これが他の分析手段にはない大きな特徴の1つです。それと、固体・ゲル・液体などの試料でも測定できる点も大きな利点です。ただし、他の機器分析法に比べて感度が低く、数十μMの試料を必要とします。

今までの経験から得たもの

これまでに、固体NMR用試料管を安定かつ高速に回転させることのできるインナーセルの検討を行うことでバックグラウンドを減少させつつ、流動性のあるサンプルの測定が可能になりました。

また、装置の特徴と限界をよく理解した上で最も適した測定機種・方法を選定することが重要です。例えば、磁場強度が大きいINMRの方が常に良い結

果になるということではなく、磁場強度が小さいINMRの方が良い結果が出る測定もあります。

NMRユーザーへのメッセージ&アドバイス

NMRでの分析での道筋を立てる場合は、1D測定等を行ってから始める方が立てやすい事が多いです。まずは、1D測定から始めてみる事をおすすめします。NMRについて、分からないことや困ったことがあれば、是非相談に来て下さい。皆さんが、来て良かったと思えるアドバイスなどができればと思います。講習会などで技術相談ができる環境を提供し、情報・解析への入口を案内することにより、NMRについての知識・理解を更に深めることができると考えますので、積極的に活用してください。



稲角 直也 技術職員
連絡先: inazumi@chem.sci.osaka-u.ac.jp
担当装置: 核磁気共鳴装置、電子スピン共鳴装置

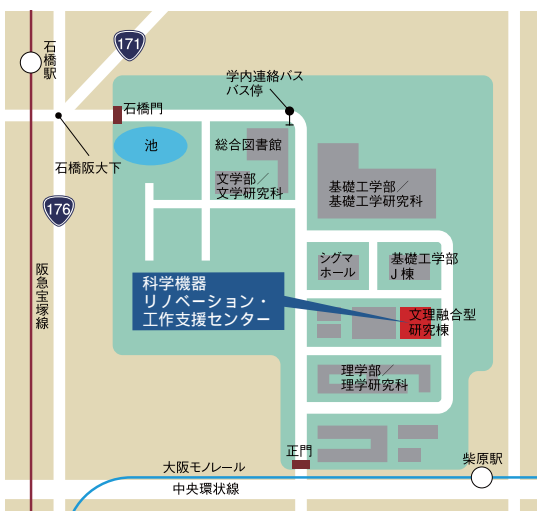
リユースについて

装置の修理・アップグレードにより、従来に比べ高感度かつ高精度な測定が可能になり、これまで困難であった低濃度試料の測定も行えるようになりました。

INTERVIEW

Access

豊中地区
〒560-0043 大阪府豊中市待兼山町1-2
TEL 06-6850-6709 FAX 06-6850-6052



吹田地区
〒567-0047 大阪府茨木市美穂ヶ丘8-1
TEL 06-6879-4781 FAX 06-6879-4781



NEWS LETTER

センター長就任のご挨拶



センター長 田中 敏宏

科学機器リノベーション・工作支援センターは、文部科学省より特別経費で措置されました「設備整備サポート事業(H23~H25)」の成果が認められて平成25年度より一般経費化されたことを契機にこれまでの体制を見直し、科学教育機器リノベーションセンターを改組することにより平成26年4月に設立いたしました。

新センターでは、学内設備の共同利用の促進と工作支援に重点を置き、以下の3つのミッションを掲げております。組織としては「研究設備リノベーション支援室」と「工作支援室」から成ります。

学内設備機器の掌握と共同利用の促進

設備の有効活用のためのリユース

工作による研究教育支援

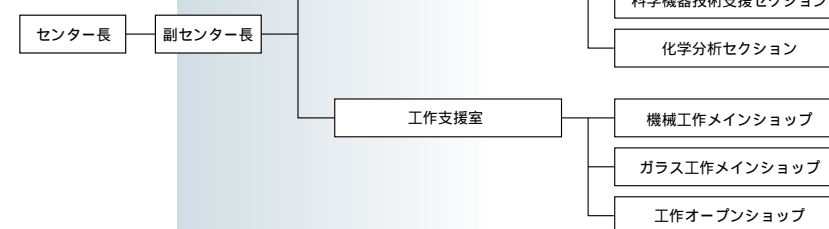
国立大学法人は、近年の厳しい財政状況により、設備整備は益々困難な状況に陥っています。このため設備の現状を把握し、自主的かつ自立的に中・長期的視野で学内の設備・機器整備計画を行わなければならないことが強く求められており、本学においても設備整備に関するマスタープランを作製しそれに沿って設備整備を行っております。「研究設備リノベーション支援室」では、これまで行ってきたリユース事業、共同利用が可能な機器の利用促進業務に加えて、このマスタープランの実現に協力するべく学内設備機器の把握に力を入れることで、資産の有効活用、共同利用の更なる拡大を目指します。もの作りに関わる教育研究支援は、昭和41年に工作センターとして発足して以来、恒常的に変わることなく求められており、「工作支援室」では、機械工作・ガラス工作等全学への教育研究支援を引き続き行い、機器工作のステューデントショップの充実、高価な工具や高機能工作機械の共同利用を可能にする等、利用者の希望に沿った体制に強化いたします。

大学を取り巻く環境は常に変化しております。皆様方のご意見を反映させながら、さらに高度で効率的な教育研究支援を目指していきたいと思っておりますので、よろしくご協力とご支援のほどお願いいたします。

(沿革)

- 1966年(昭和41年) 学内共同教育研究施設として「工作センター」発足
- 2007年(平成19年) 「工作センター」を発展的に改組し、「科学教育機器リノベーションセンター」を設立
- 2014年(平成26年) 科学機器リノベーション・工作支援センターへ改組

組織図



なお、本年度4月より理学研究科宗像利明教授が副センター長に就任しましたことのお知らせいたします。また、平成26年4月1日付で江口 奈緒技術職員が着任しました。

Center for Scientific Instrument Renovation and Manufacturing Support, OSAKA University

工作支援室

センター長挨拶にもありますように、平成26年4月1日に科学教育機器リノベーションセンターを改組して科学機器リノベーション・工作支援センターが発足しました。新センターは研究設備リノベーション支援室と工作支援室から成り、旧工作センター業務は工作支援室に引き継がれます。ただし、研究設備リノベーション支援室が多くの分析機器の共同利用に関わっていることから、従来の化学分析グループは工作支援室ではなく研究設備リノベーション支援室に組み込まれることになりました(化学分析セクション)。組織上は工作支援室から外れましたが、業務の受付や料金などはこれまでと変わりません。従来通りご利用ください。

工作支援室は機械工作メインショップ、ガラス工作メインショップ、工作オープンショップから成ります。前2者はそれぞれ従来の機械工作グループとガラス工作グループを引き継ぎ、後者はステューデントショップの運用と真空低温機器の製作・修理等の支援を行います。ステューデントショップは従来通り学生・教職員が自ら工作を行うことが出来るオープンショップで、専任の技術職員が工作機械の操作方法や加工方法の指導・アドバイスをいたします。機械工作の学生実験や技術講習会にも使用されています。新センターでは、実験装置の

表1 工作支援室の業務と文理融合型総合研究拠点施設での各室の配置

	業務内容	部屋番号	電話番号
機械工作メインショップ	金属部品の製作、部品加工、軽微な修理等	103	5057
ガラス工作メインショップ	ガラス製品の製作、ガラス・セラミックスの機械加工、軽微な修理等	307	6916 (2622)
	ガラス工作実習	308	
工作オープンショップ	機械工作ステューデントショップの運用 機械工作実習、機械工作技術講習		5059 (2627)
	実験装置の自作支援、工具類の貸し出し、真空低温機器の製作・修理等の支援	206	6673 (2624)
*化学分析セクション	ICP・原子吸光による定性・定量化学分析	201	5058
副センター長室	工作相談	202	6050
材料室	金属材料・ガラス材料・電子工作材料・真空部品などの払い出し	205	
事務室	ステューデントショップ利用許可書の発行、材料室払い出し等	203	2620, 2621

注 本文中で述べましたように研究設備リノベーション支援室に属します。

自作をさらに支援するために、自作途中で溶接や放電加工など特殊な設備や技術を必要とする場合には可能な限りリアルタイムで対応できるようにします。さらに工具の貸出品目を増やし、特殊な工具類も揃えるようにしました。ご希望の工具があればご提案ください。

平成26年3月末に文理融合型総合研究拠点施設が竣工しました。4月末には機械工作メインショップと化学分析

セクションが移動し、現在、業務を再開しています。ガラス工作メインショップと工作オープンショップにつきましては、学生実習のスケジュールなどの関係で9月に移動し、10月から再開の予定です。新棟では1階から3階に分かれて入居しますので、何かとご不便をおかけするかと思います。これまで同様ご活用いただければ幸いです。

リユース新規登録機器の紹介

平成26年度、新たに以下の機器がリユース機器として利用可能になりました。

リユース機器(学内の利用者に開放している)の利用をご希望される方は、下記のページよりお申し込みください。

<https://www.reno.osaka-u.ac.jp/reuse-cam/>

NC微細加工機 MicroMC-3(ピーエムティー)
設備所属:産学連携本部
装置はCADソフト(GoElan)にて作成したデータを使って、ミクロンサイズで3D形状の削り出しを行うことができる自動旋削機である。
動作範囲:X軸 150mm、Y軸 150mm、Z軸 100mm
位置決め精度:±5μm
繰り返し精度:±3μm
主軸回転数:2000~4000rpm
テーブル寸法:X方向 250mm、Y方向 200mm
加工可能な材料の材質:金属、プラスチック、セラミックスなど可能。
幅:約10×10cm・厚さ:約4cm程度。

絶対PL量子収率測定装置Quantaaurus-QY(浜松ホトニクス)
設備所属:産学連携本部
フォトルミネッセンス(PL)法により発光材料の絶対発光量子収率を測定することができる。
PL計測波長範囲:300nm~950nm
励起波長:250nm~850nm
試料形状:薄膜、粉体、液体
室温での測定のみ

蛍光X線分析装置(WDX)Supermin(リガク)
設備所属:産学連携本部
装置は波長分散型で、試料の分析面を下に向け、下からX線を照射して測定する水平下面照射方式の蛍光X線分析装置である。
X線管球: Pdターゲット、200W
測定雰囲気:真空
検出元素はF~U

X線光電子分光分析装置(XPS)AXIS-165x(島津製作所KRAROS)
設備所属:産学連携本部
超高真空中にてX線を固体表面に照射し発生する光電子を分光することで、固体の極表面層(数Å)の情報を得られ、固体表面の組成の定性・定量を行うことができる。励起用X線源はAl/Mgと単色Al(モノクロメーター)があり、用途に合わせて使うことができる。また、付属のスパッタイオン銃を使い、薄く表面を掘って分析を繰り返すことで、深さ方向への組成の変化を分析することができる。
試料サイズ:約10×10×3mm厚

総合熱分析システム(DSC, TMA, TG-DTA)ThermoPlusEVO シリーズ(リガク)
設備所属:産学連携本部
示差走査熱量計(DSC)
使用温度範囲:-125~450、最大昇温速度:100/min
熱機械分析(TMA)
圧縮荷重法:一定荷重、等速度荷重、sin波状周期荷重
使用温度範囲:室温~1350、最大昇

温速度:100/min
熱重量-示差熱同時測定(TG-DTA)
使用温度範囲:室温~1350、最大昇温速度:100/min
最大試料量:1g
DSC, TMA, TG-DTA同時利用可能。
測定雰囲気:大気、N2ガス

原子間力顕微鏡(AFM)VN-8000/VN-8010(キーエンス)
設備所属:産学連携本部
大気中で測定を行い、簡単に操作できることを特長としている。
試料サイズ:約7cm×7cm、高さ:15mm
ステージ可動域:X-Y-Z 20mm
観察範囲:X-Y 200nm~200μm、Z±10μm
垂直(Z)分解能:0.3nm
観察モード:コンタクト、DFM, SS

核磁気共鳴装置(400MHzNMR)液体用・固体用ECA400WB(JEOL Resonance)
設備所属:理学研究科
・固体プローブ
5mm Doty WL solid probe nospin 測定温度範囲:-10°C~150°C
7mm Doty H/X CPMAS solid probe 最大回転数≤7kHz 測定温度範囲:室温~150°C
・半固体プローブ
4mm H/X FGMAS probe S/N比:1H≥90:1 最大回転数≤9kHz(Kel-Fキャップ) ≤18kHz(Vespelキャップ) 測定温度範囲:室温~50°C
・溶液プローブ
5mm JEOL 40TH5AT/FG2WB Probe S/N比:1H≥220:1 13C≥180:1 測定温度範囲:室温~100°C

核磁気共鳴装置(600MHzNMR)液体用 ECA600(日本電子)
設備所属:産業科学研究所
装置は最新のデジタル技術と高周波数を駆使して開発されたFT-NMR装置で、オートチューニング、マッチング機能を装備し、グラジエントシムが可能な装置である。再現性良い高品質なNMRスペクトルが容易に得られる。また、軽水の消去測定や差スペクトルなどの測定も簡単にできる。さらにCHFの3チャンネルプローブを有し、19F核を含む化合物の測定には非常に便利な装置である。

EDS元素分析システム搭載電界放出形走査電子顕微鏡JSM-7600F(JEOL)
設備所属:理学研究科
二次電子分解能:1.0nm @15kV, 1.4nm @1kV
観察可能倍率:x25~x1M
加速電圧:0.1kV~30kV
検出器:二次電子検出器・リラクティブ反射電子検出器・EDS
装置は電界放出型電子銃・セミアルシズタイプのため、高輝度・高分解能観察、およびジェントルビームモードにより、極低

エネルギー(数百eV)での表面観察が可能である。さらに、リラクティブ反射電子検出器を用いた、二次電子・反射電子・凹凸像・組成像の同時観察・撮影が可能である。また、TEMグリッドを固定する専用ホルダを用いることで、TEM観察に用いたものと同じのサンプリングロットのサンプルを容易に観察することができる。

透過電子顕微鏡(TEM) JEM-2100(JEOL)
設備所属:理学研究科
分解能:粒子像0.23nm、格子像0.14nm
観察可能倍率:x50~x1.5M
加速電圧:50kV~200kV
装置はLaB6フィラメントを用いているため、電子銃を長期間(数年単位)安定して使用でき、高い空間分解能による結晶格子観察が可能である。さらに、CCDカメラによる短時間でのデータ取得および動画撮影が可能である。また、SEM-EDSとの連動で同一サンプリングロットのサンプルの内部情報、元素組成などを取得できる。

ESI-Qq-TOF質量分析装置 QSTAR-Elite(ABSciex)
設備所属:理学研究科
測定可能質量範囲:m/z10-m/z40,000
最大分解能:30,000程度(常用10,000程度)
装置はESIタイプの質量分析計のため、比較的高極性のサンプルに適した装置である。分離系がTOFなので高分子量の化合物の測定にも適している。また、ナノスプレー法を用いることで、微量分析ができるだけでなく、高濃度での測定が可能であるため、通常のESI濃度では分解してしまうような化合物も分析できる。

MALDI-TOF質量分析装置 AXIMA(島津KRATOS)
設備所属:理学研究科
測定可能質量範囲:m/z10-m/z300,000
最大分解能:10,000(リフレクトンモード)、3,000程度(リアモード)
装置は操作が比較的簡単で広範囲な化合物の分析に有用である。また、自動分析システムを搭載しているため、最大384点の自動分析を行うことができる。

有機微量元素分析装置 CHNコーダーMT-5(YANACO)
設備所属:理学研究科
・測定元素:水素、炭素、窒素
・測定方式:差動熱伝導度法、自己積分方式
・測定精度:絶対誤差±0.3%以内
・試料量:有機物 約2mg
・測定範囲:水素 0.5~400μg 炭素 3~2600μg 窒素 1~1000μg

