

令和元年度

茨城大学機器分析センター 年報



茨城大学
Ibaraki University

茨城大学機器分析センター

CENTER FOR INSTRUMENTAL ANALYSIS

2020

令和元年度年報の発行にあたって

令和元年度茨城大学機器分析センター年報を公表いたします。この年報は、本センターの1年間の活動記録と、センターを利用された方々の教育および研究の成果をとりまとめた報告書となります。

令和元年度の利用登録者数は855人で、平成26年度以降800人以上の高い水準を維持しています。平成25年のX線関連設備の導入以来、機器の更新が滞り、十分とはいえない中で利用登録をありがたく感じております。そのような中、令和元年度には走査型電子顕微鏡が更新され、令和2年度内に電子スピン共鳴装置の更新が予定されています。今後も機会を捉え、設備更新の要求を行っていきますが、厳しい予算状況を考えますと、現有設備の安定した運用と、一層の有効利用を進め、実績を積み重ねていくことが重要だと考えています。あらためて、センターの現有設備をパンフレット・HPでご確認いただき、新たな設備の利用をお考えいただければと思います。性能・利用法等についてはセンター職員ならびに専門委員に相談下さい。また、令和元年度は、のべ30回の講習会を行っています。設備のトラブルを防ぎ、安定した稼働を維持するために講習会を受けていただくことはもちろんですが、皆様の研究発展のためにも新規設備の利用をお考えいただくうえでも有用だと思います。適宜、講習会開催の案内を差し上げておりますが、ご参加いただければ幸いです。

令和2年度も、現有機器の保守・維持などのセンター業務、ならびに作業環境測定、局所排気装置定期点検・保守、化学物質管理など、センターの存在意義をより高めていく事業を今後とも積極的に実施していきます。また、化学物質のリスク管理および特別管理物質の作業記録に関する業務にもセンター職員が関わっています。質問等がございましたら、お尋ね下さい。皆様方のより一層のご理解とご支援をよろしくお願いいたします。

令和2年11月
機器分析センター
センター長 山口 央

目次

令和元年度年報の発行にあたって

1. 概要	1
2. 利用登録・稼動状況	1
3. 運営体制	1
4. 予算, 機器・施設等整備状況	1
5. 活動状況	9
5.1 広報	9
5.2 依頼測定, 共同利用, 講習会	9
5.3 労働安全衛生に係る測定および検査, 化学物質管理	13
5.4 会議	13
5.5 出張	13
6. 所有機器を用いた教育研究業績	14
7. 令和元年度機器分析センター運営委員会・専門委員会・スタッフ名簿	16

1. 概要

令和元年度補正予算「国立大学法人設備整備費補助金」により、電子スピン共鳴装置の更新が認められた。

理学部山口央教授が管理している電界放出型走査型電子顕微鏡（2010 年度導入）をセンターに移設した。

2. 利用登録・稼動状況

令和元年度所有機器一覧を表 1, 2 に示す。令和元年度における所有機器数は水戸地区で 18 機種、日立地区で 9 機種、合計 27 機種であった。

令和元年度利用登録者数を表 3, 4 に、年度別利用登録者数の推移を図 1 に示す。水戸地区の利用登録者数は 443 人、日立地区の利用登録者数は 412 人、合計 855 人であった。平成 30 年度の利用登録者数 806 人から 49 人増加した。

令和元年度稼動状況を表 5, 6 に示す。

3. 運営体制

令和元年 3 月末をもって金幸夫センター長が退任し、4 月から山口央教授（理学部）がセンター長に就任した（任期は令和 3 年 3 月末まで）。

運営委員が、古賀純一郎教授（人文社会科学部）から櫻井豪人教授（人文社会科学部）に、福元博基教授（工学部）から中島光一准教授（工学部）に交代した。

4. 予算、機器・施設等整備状況

令和元年度の運営経費は 5,132 千円であった。前年度の運営経費 6,659 千円と比較し、約 23%減額された。主な原因は設備等保守点検経費の減額である。この経費を使用し、NMR, TEM, LN 等の保守点検を行った。

また、所有機器を維持管理していくために利用者から利用登録料、使用料、測定料を徴集している。令和元年度のこれら登録料等の総額は 4,442 千円であり、30 年度の 4,707 千円からわずかに減少した。

令和元年度補正予算「国立大学法人設備整備費補助金」により、電子スピン共鳴装置の更新が認められた。令和 2 年度に導入予定である。

平成 11 年度に導入した EDX 付走査型電子顕微鏡（日本電子製、JSM-5600LV）を廃棄し、理学部山口央教授が管理している電界放出型走査型電子顕微鏡（2010 年度導入、日立ハイテク製、S-4800）をセンターに移設し、センター所有機器として運用していくことになった。

表1 令和元年度所有機器（水戸地区）

	機器名	型番	製造会社名	導入年度	大学連携 研究設備 ネットワークでの 学外者 利用	4 大学分 析機器相 互利用制 度での学 外者利用
1	単結晶 X 線構造解析装置 (XRD 単結晶, RASA-7S)	RASA-7S	理学電機	平成 23 年 (2011 年) *1	○	○
2	電子スピン共鳴装置 (ESR)	JES-RE2X	日本電子	平成 9 年 (1997 年) *2	○	○
3	EDX 付走査型電子顕微鏡 (SEM)	JSM-5600LV	日本電子	平成 11 年 (1999 年)	○	○
	電界放出型走査型電子 顕微鏡 (SEM)	S-4800	日立ハイテック	平成 22 年 (2010 年)	○	○
4	元素分析装置 (EA)	JM-10	ジェイ・サイエンス・ラボ	平成 14 年 (2002 年)	○	○
5	500MHz 核磁気共鳴装置 (500MHz NMR)	AVANCE III 500	ブルカー	平成 21 年 (2009 年)	○	○
6	二重収束質量分析計 (DF-MS)	JMS-700MStation	日本電子	平成 21 年 (2009 年)	○	○
7	四重極質量分析計 (Q-MS)	JMS-Q1000GCMkII	日本電子	平成 21 年 (2009 年)	○	○
8	マトリックス支援 レーザー脱離イオン化 飛行時間型質量分析計 (MALDI TOF-MS)	4800 MALDI TOF/TOF Analyzer	アプライドバイオシステムズ	平成 21 年 (2009 年)	○	○
9	誘導結合プラズマ質量 分析計 (ICP-MS)	7500CX	アジレント	平成 21 年 (2009 年)	○	○
10	誘導結合プラズマ発光分 光分析装置 (ICP-AES)	ICPS-7510	島津製作所	平成 21 年 (2009 年)	○	○
11	旋光計 (PM)	P-2300	日本分光	平成 21 年 (2009 年)	○	○
12	透過型電子顕微鏡 (TEM)	JEM-2100	日本電子	平成 22 年 (2010 年)	×	×
13	蛍光 X 線分析装置 (XRF)	ZSX Primus II /IAC	リガク	平成 25 年 (2013 年)	○	○
14	粉末 X 線回折装置 (XRD 粉末, 水戸)	SmartLab-SP/IUA	リガク	平成 25 年 (2013 年)	○	○
15	単結晶 X 線回折装置 (XRD 単結晶, VariMax)	VariMax with PILATUS/DW	リガク	平成 25 年 (2013 年)	○	○
16	Ge 半導体検出器 (Ge-SSD)	GC4020	キャンベラ ジャパン	平成 27 年 (2015) *3	○	○
17	液体窒素自動供給装置 (LN)	NM-NS300/S	日本電子	平成 13 年 (2001 年)	×	×
18	液体窒素自動供給装置 (LN)	JSN-100DP-AS	日本サーマル エンジニアリ ング	平成 21 年 (2009 年)	×	×

*1 平成 7 年度製（筑波大学より移設）

*2 平成元年度製（日立化成工業（株）より寄贈）

*3 平成 24 年度製

（社会連携課より移設）

表 2 令和元年度所有機器（日立地区）

	機器名	型番	製造会社名	導入年度	大学連携 研究設備 ネットワークでの 学外者 利用	4 大学分 析機器相 互利用制 度での学 外者利用
1	原子間力顕微鏡（AFM）	SPM9600	島津製作所	平成 23 年 （2011 年） ^{*1}	×	×
2	3D 測定レーザー顕微鏡 （3DLM）	OLS4000-SMT	島津製作所	平成 23 年 （2011 年） ^{*2}	×	×
3	X 線回折装置 （XRD 粉末，日立）	Ultima IV	リガク	平成 23 年 （2011 年）	×	×
4	高分解能作動型熱分析 装置（TG-DTA）	Thermo plus EVO	リガク	平成 23 年 （2011 年）	×	×
5	ゼータ電位測定装置 （ZP）	ZS90	マルバーン	平成 23 年 （2011 年）	×	×
6	顕微ラマン分光測定装置 （RM）	DXR	サーモ フィッシャー	平成 23 年 （2011 年）	×	×
7	X 線光電子分析装置 （XPS）	JPS-9010	日本電子	平成 24 年 （2012 年）	×	×
8	フーリエ変換赤外分光 光度計（FT-IR）	FT-IR-420	日本分光	平成 27 年 （2015 年） ^{*3}	×	×
9	400MHz 核磁気共鳴装置 （400MHz NMR）	AVANCE III 400	ブルカー	平成 21 年 （2009 年）	○	○

^{*1} 平成 21 年度製 ^{*2} 平成 21 年度製 ^{*3} 平成 10 年度製

表3 令和元年度利用登録者数（人）（水戸地区）

機器名	部局名等								合計
	教育学部	理学部	工学部	理工学研究科	機器分析センター	フロンティア 応用原子科学研究 センター	ICAS	学外	
単結晶 X 線構造解析装置（XRD 単結晶）	0	10	1	0	0	0	0	6	17
電子スピン共鳴装置（ESR）	0	6	0	0	0	0	0	0	6
走査型電子顕微鏡（SEM）	1	9	50	0	0	0	0	0	60
元素分析装置（EA）	0	6	1	0	0	0	0	2	9
核磁気共鳴装置（NMR）	0	55	2	1	6	1	0	9	74
二重収束質量分析計（DF-MS）	0	24	2	0	0	0	0	0	26
四重極質量分析計（Q-MS）	0	3	0	0	6	0	0	0	9
マトリックス支援レーザー脱離イオン化飛行時間型質量分析計（MALDI TOF-MS）	0	24	1	0	0	0	0	6	31
誘導結合プラズマ質量分析計（ICP-MS）	0	13	1	0	0	0	0	0	14
誘導結合プラズマ発光分光分析装置（ICP-AES）	0	14	23	11	0	0	0	0	48
旋光計（PM）	0	13	0	0	0	0	0	0	13
透過型電子顕微鏡（TEM）	0	1	23	0	0	0	0	0	24
蛍光 X 線分析装置（XRF）	0	7	16	0	0	0	0	0	23
粉末 X 線回折装置（XRD 粉末，水戸）	0	5	25	0	0	0	1	0	31
Ge 半導体検出器（Ge-SSD）	0	5	0	0	0	0	0	0	5
液体窒素自動供給装置（LN）	1	45	0	1	6	0	0	0	53
合計	2	240	145	13	18	1	1	23	443

表 4 令和元年度利用登録者数（人）（日立地区）

機器名	部局名等			合計
	工学部	理工学研究科	フロンティア 応用原子科学 研究センター	
原子間力顕微鏡 (AFM)	14	7	0	21
3D 測定レーザー顕微 鏡 (3DLM)	56	11	0	67
X 線回折装置 (XRD 粉末, 日立)	104	19	0	123
高分解能作動型熱分析 装置 (TG-DTA)	58	0	0	58
ゼータ電位測定装置 (ZP)	29	10	0	39
顕微ラマン分光測定装 置 (RM)	29	4	0	33
X 線光電子分析装置 (XPS)	44	7	1	52
フーリエ変換赤外分光 光度計 (FT-IR)	18	0	1	19
合計	352	58	2	412

図1 年度別利用登録者数の推移

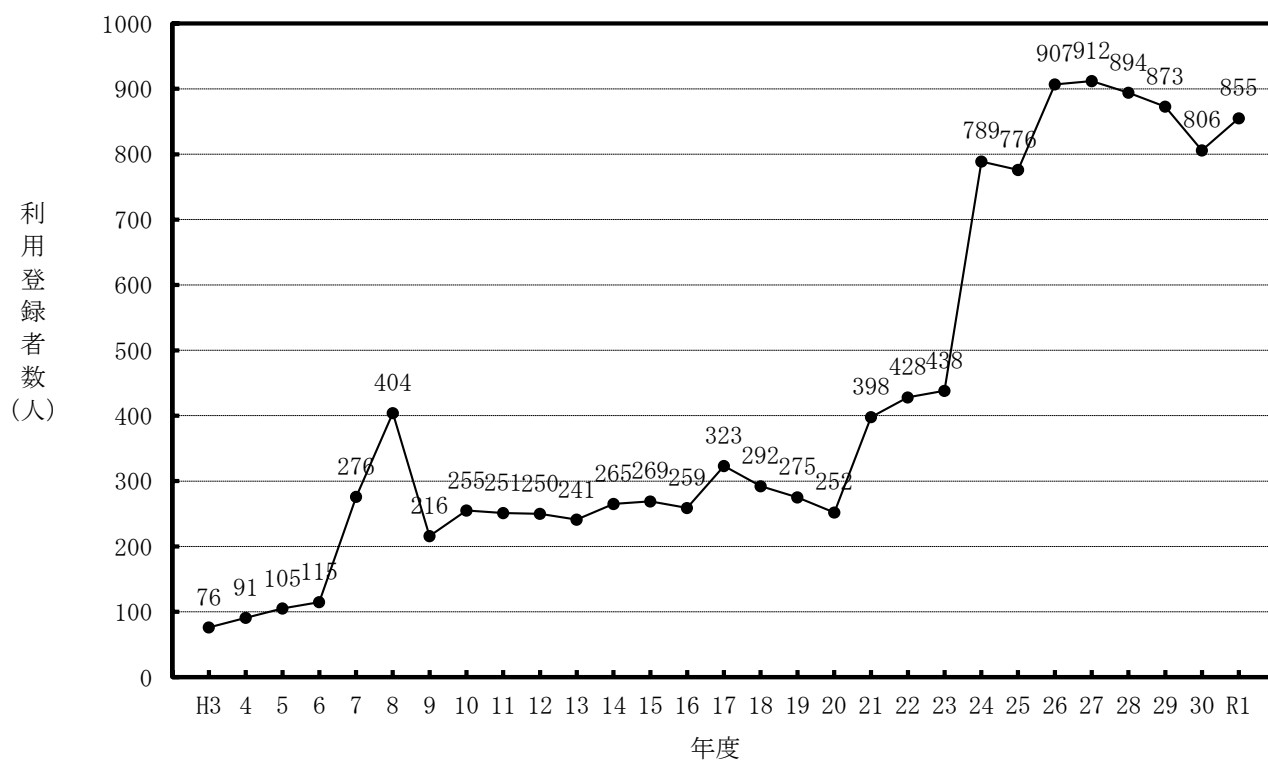


表5 令和元年度稼働状況（水戸地区）

機器名	延利用人数 ／人		延稼働時間 ／時間	稼働日数 ／日	日平均稼働時間 ／時間
	学内	学外			
単結晶 X 線構造解析装置 (XRD 単結晶, RASA-7S)	0	0	0	0	0
電子スピン共鳴装置 (ESR)	62	0	154.5	48	3.2
走査型電子顕微鏡 (SEM)	117	0	591.7	104	5.6
元素分析装置 (EA)	30 ^{*1}	4 ^{*1}			
500MHz 核磁気共鳴装置 (500MHz NMR)	3896	6	589.5	316	1.8
二重収束質量分析計 (DF-MS)	143	0	92.0	74	1.2
四重極質量分析計 (Q-MS)	67	0	167.5	61	2.7
マトリックス支援レーザー 脱離イオン化飛行時間型質量 分析計 (MALDI TOF-MS)	18	1	14.5	17	0.8
誘導結合プラズマ質量分析計 (ICP-MS)	4	0	23.0	4	5.7
誘導結合プラズマ発光分光 分析装置 (ICP-AES)	133	0	299.9	112	2.6
旋光計 (PM)	11	0	7.1	11	0.6
透過型電子顕微鏡 (TEM)	57	0	380.4	58	6.5
蛍光 X 線分析装置 (XRF)	19	0	259.5	25	10.3
粉末 X 線回折装置 (XRD 粉末, 水戸)	34	0	114.1	41	2.7
単結晶 X 線構造解析装置 (XRD 単結晶, VariMax)	112	0	276.5	62	4.4
Ge 半導体検出器 (Ge-SSD)	27	0	1507.3	85	17.7
液体窒素自動供給装置 (LN) ^{*2}	582	0			

^{*1} 依頼測定件数 ^{*2} 総供給量 6974 リットル

表 6 令和元年度稼働状況（日立地区）

機器名	延利用人数 ／人		延稼働時間 ／時間	稼働日数 ／日	日平均稼働時間 ／時間
	学内	学外			
原子間力顕微鏡（AFM）	0	0	0.0	0	0.0
3D 測定レーザー顕微鏡 （3DLM）	100	0	410.2	158	2.5
X 線回折装置 （XRD 粉末，日立）	570	0	948.9	216	4.3
高分解能作動型熱分析装置 （TG-DTA）	150	0	407.8	98	4.1
ゼータ電位測定装置（ZP）	180	0	230.6	130	1.7
顕微ラマン分光測定装置 （RM）	111	0	513.5	105	4.8
X 線光電子分析装置（XPS）	62	0	251.9	59	4.2
フーリエ変換赤外分光光度計 （FT-IR）	39	0	95.9	36	2.6
400MHz 核磁気共鳴装置 （400MHz NMR）	2388	9	530.0	321	1.6

5. 活動状況

令和元年度主要日誌を表 7 に示す。

5.1 広報

令和元年 4 月に「平成 31 年度利用のしおり」を発行した。10 月に「平成 30 年度茨城大学機器分析センター年報」を発行した。

5.2 依頼測定, 共同利用, 講習会

日本原子力研究開発機構と茨城大学は包括協定を締結しており, これにもとづき令和元年度には XRD 単結晶に 6 人, EA に 1 人, NMR に 8 人, MALDI TOF-MS に 6 人の研究員が利用登録した。そして, EA で 4 件の依頼測定をおこない, MALDI TOF-MS が実際に利用された。

総合科学研究機構東海事業センターの研究員が EA と NMR にそれぞれ 1 人ずつ利用登録し, NMR を実際に利用した。

表 8, 9 に講習会の実施状況を示す。毎年 4~5 月の機器利用申請の受付と同時に講習希望調査を実施し, 機器ごとに各専門委員が中心となって測定法講習会を実施している。また, 年度途中でも講習希望があれば随時実施している。この講習を受講することにより, 学生も含めた利用者がそれぞれ目的にあった測定を自ら行えるようになっている。令和元年度は, 水戸地区で講習会を 29 回開催し, 127 人の参加者があり, また, 日立地区で講習会を 1 回開催し, 3 人の参加者があった。

表 7 令和元年度機器分析センター主要日誌

令和元年	
4 月 1 日	○「平成 31 年度利用のしおり」発行
5 月 13 日	○第 1 回専門委員会（メール会議） ・電界放出型走査型電子顕微鏡の移設について
6 月 4 日	○第 1 回運営委員会 ・平成 30 年度決算について ・令和元年度予算について ・電界放出型走査型電子顕微鏡の移設について
6 月 6 日	○第 2 回専門委員会（メール会議） ・平成 30 年度決算について ・令和元年度予算について
10 月 25 日	○令和元年度国立大学法人機器・分析センター協議会（千葉大学，大堀）
10 月 10 日	○「平成 30 年度茨城大学機器分析センター年報」発行
令和 2 年	
3 月 11 日	○第 2 回運営委員会（メール会議） ・「電子スピン共鳴装置」仕様策定委員会の設置について

表 8 令和年度講習会の実施状況（水戸地区）

	機器名	講師名	講習日	受講者数（人）
1	NMR	センター 神子島 博隆	4 月 8 日	3
2	LN	センター 塙 浩之	4 月 14 日	1
3	NMR	センター 神子島 博隆	4 月 16 日	3
4	ICP-AES	理学部 大橋 朗	4 月 25 日	15
5	TEM	工学部 中島 光一	4 月 26 日	16
6	LN	センター 塙 浩之	5 月 10 日	8
7	LN	センター 塙 浩之	5 月 13 日	5
8	SEM	センター 塙 浩之	5 月 21 日	1
9	XRD 粉末	センター 大堀 祐輔	5 月 21 日	6
10	SEM	センター 塙 浩之	5 月 23 日	7
11	Q-MS	センター 神子島 博隆	5 月 27 日	1
12	XRD 単結晶	センター 大堀 祐輔	5 月 28 日	1
13	NMR	センター 神子島 博隆	6 月 3 日	3
14	NMR	センター 神子島 博隆	6 月 28 日	2
15	XRD 粉末	センター 大堀 祐輔	7 月 19 日	2
16	DF-MS	日本電子	7 月 23 日	6
17	SEM	センター 塙 浩之	8 月 1 日	2
18	SEM	センター 塙 浩之	9 月 17 日	1
19	SEM	日立ハイテク	11 月 8 日	7
20	SEM	オックスフォード	11 月 15 日	12
21	SEM	センター 塙 浩之	11 月 20 日	2
22	SEM	理学部 山口 央	12 月 3 日	5
23	XRD 粉末	センター 大堀 祐輔	12 月 4 日	1
24	SEM	センター 塙 浩之	12 月 6 日	10
25	SEM	センター 塙 浩之	12 月 9 日	3
26	SEM	センター 塙 浩之	12 月 10 日	4

27	ICP-AES	理学部 大橋 朗	12 月 18 日	1
28	NMR	センター 神子島 博隆	3 月 3 日	2
29	NMR	センター 神子島 博隆	3 月 17 日	3

表 9 令和元年度講習会の実施状況（日立地区）

	機器名	講師名	講習日	受講者数（人）
1	RM	工学部 小貫 哲平	4 月 18 日	3

5.3 労働安全衛生に係る測定および検査，化学物質管理

作業環境測定については，技術職員 2 名と技術補佐員 1 名が人事労務課および工学部技術部と協力して測定を行っている。測定は半期ごとに実施し，その結果は学長に報告書として提出し，労働安全衛生の維持・向上に役立てられている。令和元年度は，3 事業所で延べ 915 単位作業場（前期，後期 2 回分の合計）の作業環境測定を実施した。

局所排気装置の自主点検・メンテナンスは労務課および工学部技術部と協力し，3 事業所 143 台の局所排気装置について実施した。不具合を発見した場合にはその場でメンテナンス作業（ファン軸受グリスアップ，V ベルト交換・張り調整，湿式スクラバー清掃，乾式スクラバープレフィルター清掃・活性炭交換等）を行う等のサービスを提供した。検査は年 1 回実施し，その結果は学長に報告書として提出し，労働安全衛生の維持・向上に役立てられている。

化学物質管理システムについては，令和元年度末時点でのシステム登録グループ数は 182 グループ，登録者数は 1042 人であった。実験廃液処理業務については，通年で 20L ポリタンク合計 212 本分の廃液処理を実施業者に委託した。

5.4 会議

令和元年度は運営委員会を 2 回，専門委員会を 2 回開催した。

5.5 出張

10 月に大堀技術職員が令和元年度国立大学法人機器・分析センター協議会に出席し，全国の機器分析センターの現状・問題点等に関する情報交換を行った。

6. 所有機器を用いた教育研究業績

利用登録者報告にもとづく令和元年度教育研究業績を表 10 に示す。また，機器別教育研究業績を表 11 に示す。

表 10 令和元年度教育研究業績

学術雑誌	特許・ 紀要等	博士論文	修士論文	卒業研究	国際学会 発表	国内学会 発表	利用授業
26 報	2 報	0 報	35 報	57 件	30 件	99 件	7 科目

表 11 令和元年度機器別教育研究業績

機器名	学術 雑誌	特許・ 紀要等	博士 論文	修士 論文	卒業 研究	国際学 会発表	国内学 会発表	利用 授業
XRD 単結晶	9	0	0	5	6	0	12	0
ESR	3	0	0	1	0	0	12	0
SEM	3	2	0	6	6	1	10	1
EA	4	0	0	1	5	0	13	0
NMR	10	0	0	10	23	1	32	4
DF-MS	0	0	0	0	0	0	0	0
Q-MS	0	0	0	2	2	0	3	0
MALDI TOF-MS	0	0	0	0	0	0	0	0
ICP-MS	0	0	0	0	0	0	0	0
ICP-AES	0	0	0	2	3	0	2	1
PM	1	0	0	1	3	0	6	0
TEM	6	0	0	4	6	1	14	0
XRF	0	0	0	1	0	0	3	0
XRD 粉末, 水戸	0	0	0	2	3	1	10	0
Ge-SSD	0	0	0	0	0	0	0	0
LN	4	0	0	2	11	0	12	2
AFM	0	0	0	0	0	0	0	0
3DLM	1	0	0	7	11	11	25	2
XRD 粉末, 日立	8	0	0	13	9	19	40	0
TG-DTA	3	0	0	4	4	0	1	0

ZP	1	0	0	0	1	0	2	0
RM	1	0	0	0	2	2	4	1
XPS	0	0	0	0	1	0	1	0
FT-IR	0	0	0	1	1	0	1	0

7. 令和元年度機器分析センター運営委員会・専門委員会・スタッフ名簿

運営委員会

センター長（委員長）	山口 央
人文社会科学部	櫻井 豪人
教育学部	青島 政之
理学部	藤縄 明彦, 西川 浩之
工学部	中島 光一
農学部	鎗田 孝
センター専任教員	神子島 博隆

専門委員会

センター長

センターの専任教員及び技術職員

TEM, SEM, DF-MS, Q-MS, MALDI TOF-MS, Ge-SSD ICP-MS, ICP-AES XRF XRD（水戸） ESR NMR, EA, LN AFM, 3DLM, XRD（日立） TG-DTA ZP RM, FT-IR XPS	センター 理学部 理学部 センター 理工学研究科 センター 工学部 工学部 工学部 工学部 工学部	塙 浩之 大橋 朗 藤縄 明彦 大堀 祐輔 高妻 孝光 神子島 博隆 尾関 和秀 阿部 修実 小林 芳男 鵜殿 治彦 山内 紀子
---	---	--

スタッフ

センター長	山口 央
専任教員	神子島 博隆
技術専門職員	塙 浩之
技術職員	大堀 祐輔
技術補佐員	豊島 恵子

令和元年度
茨城大学機器分析センター年報

令和2年11月12日発行

編集・発行：茨城大学機器分析センター

〒310-8512 茨城県水戸市文京 2-1-1

電話 (029) 228-8092

FAX (029) 228-8094

ホームページURL <http://www.inst.ibaraki.ac.jp>