

平成 26 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

2015

平成 26 年度年報の発行にあたって

茨城大学機器分析センター、平成 26 年度の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点検評価報告書となります。

平成 26 年度は、利用登録者数が大幅増となり、センター設立以来最高の登録者数となりました。これに伴う登録料増により、センターの維持管理費が 10%減であったにもかかわらず、大きな支障をきたすことなく 1 年を終えることができました。装置の更新に関しては、予算厳しい中ではありますが、大学機能強化経費により電子スピン共鳴装置のデータ処理システムのデジタル化と温度可変測定装置が導入できました。あわせて、センター職員が、積極的に大型機器の講習会に参加するなど技能向上に努めており、みなさまの研究にお役立ていただけるものと期待しています。

平成 27 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。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。

平成 27 年 11 月
機器分析センター
センター長 金 幸夫

目次

平成 26 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	9
5. 活動状況	10
5.1 広報	10
5.2 依頼測定, 共同利用, 講習会	10
5.3 労働安全衛生に係る測定および検査, 化学物質管理	14
5.4 会議	14
5.5 出張	14
6. 所有機器を用いた教育研究業績	15
7. 平成 26 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

平成 26 年大学機能強化経費「機器分析センター所有機器の学内外共同利用を通じたライフノベーション研究創出支援事業」が認められ、電子スピン共鳴装置の機能強化を行った。「平成 26 年度利用のしおり」、「平成 25 年度茨城大学機器分析センター年報」を発行した。

2. 利用登録・稼動状況

平成 26 年度所有機器一覧を表 1, 2 に示す。平成 26 年度は、機器の新規導入、更新はなく、所有機器数は水戸地区で 18 機種、日立地区で 7 機種、合計 25 機種であった。

平成 26 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 557 人、日立地区の利用登録者数は 350 人、合計 907 人であった。平成 25 年度の利用登録者数 776 人から 131 人増加し、機器分析センター設立以降最大の人数に達した。

平成 26 年度稼動状況を表 5, 6 に示す。

3. 運営体制

金幸夫教授（理学部）がセンター長に留任した（任期は 27 年 3 月まで）。

26 年 4 月～27 年 3 月の間、豊島技術補佐員がセンターの業務補助に引き続きあたった。

運営委員が、野口高明（理学部）から長谷川健（理学部）に交代した。

表 1 平成 26 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)	○	○
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	400MHz 核磁気共鳴装置 (400MHz NMR)	AVANCE III 400	ブルカー	平成 21 年 (2009 年)	○	○
7	二重収束質量分析計 (DF-MS)	JMS-700MStation	日本電子	平成 21 年 (2009 年)	○	○
8	四重極質量分析計 (Q-MS)	JMS-Q1000GCMkII	日本電子	平成 21 年 (2009 年)	○	○
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)	4800 MALDI TOF/TOF Analyzer	アプライドバ イオシステム ズ	平成 21 年 (2009 年)	○	○
10	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)	○	○
11	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)	○	○
12	旋光計 (PM)	P-2300	日本分光	平成 21 年 (2009 年)	○	○
13	透過型電子顕微鏡	JEM-2100	日本電子	平成 22 年	×	×

	(TEM)			(2010年)		
14	蛍光X線分析装置 (XRF)	ZSX Primus II /IAC	リガク	平成25年 (2013年)	○	○
15	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)	○	○
16	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)	○	○
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年製（筑波大学より移設）

*2 平成元年製（日立化成工業（株）より寄贈）

表2 平成26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）	×	×
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）	×	×
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）	×	×

表3 平成26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	農学部	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	学外	
単結晶X線構造解析装置(XRD単結晶)	0	35	1	0	4	0	0	5	45
電子スピン共鳴装置(ESR)	0	14	0	0	0	0	0	0	14
走査型電子顕微鏡(SEM)	5	19	64	0	0	0	0	0	88
元素分析装置(EA)	0	9	2	0	0	0	0	1	12
核磁気共鳴装置(NMR)	4	68	2	0	3	8	2	6	93
二重収束質量分析計(DF-MS)	4	38	0	0	0	0	0	0	42
四重極質量分析計(Q-MS)	0	9	0	0	0	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	29	5	1	16	0	0	6	57
誘導結合プラズマ質量分析計(ICP-MS)	0	18	10	0	0	0	0	1	29
誘導結合プラズマ発光分光分析装置(ICP-AES)	0	17	10	0	15	0	0	0	42
旋光計(PM)	0	14	0	0	0	0	0	0	14
透過型電子顕微鏡(TEM)	0	3	28	0	0	0	0	0	31
蛍光X線分析装置(XRF)	0	25	14	0	0	0	0	0	39
粉末X線回折装置(XRD粉末,水戸)	1	17	0	0	0	0	0	0	18
液体窒素自動供給装置(LN)	1	19	0	0	3	1	0	0	24
合計	15	334	136	1	41	9	2	19	557

表4 平成26年度利用登録者数(人)(日立地区)

機器名	部局名等								合計
	教育学部	理学部	工学部	農学部	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	学外	
原子間力顕微鏡 (AFM)	0	0	21	0	0	0	0	0	21
3D測定レーザー顕微鏡 (3DLM)	0	0	62	0	6	0	0	0	68
X線回折装置 (XRD粉末, 日立)	0	0	92	0	15	0	0	0	107
高分解能作動型熱分析 装置(TG-DTA)	0	0	36	0	0	0	0	0	36
ゼータ電位測定装置 (ZP)	0	0	10	0	0	0	0	0	10
顕微ラマン分光測定装 置(RM)	0	0	28	0	6	0	0	0	34
X線光電子分析装置 (XPS)	2	0	72	0	0	0	0	0	74
合計	2	0	321	0	27	0	0	0	350

図1 年度別利用登録者数の推移

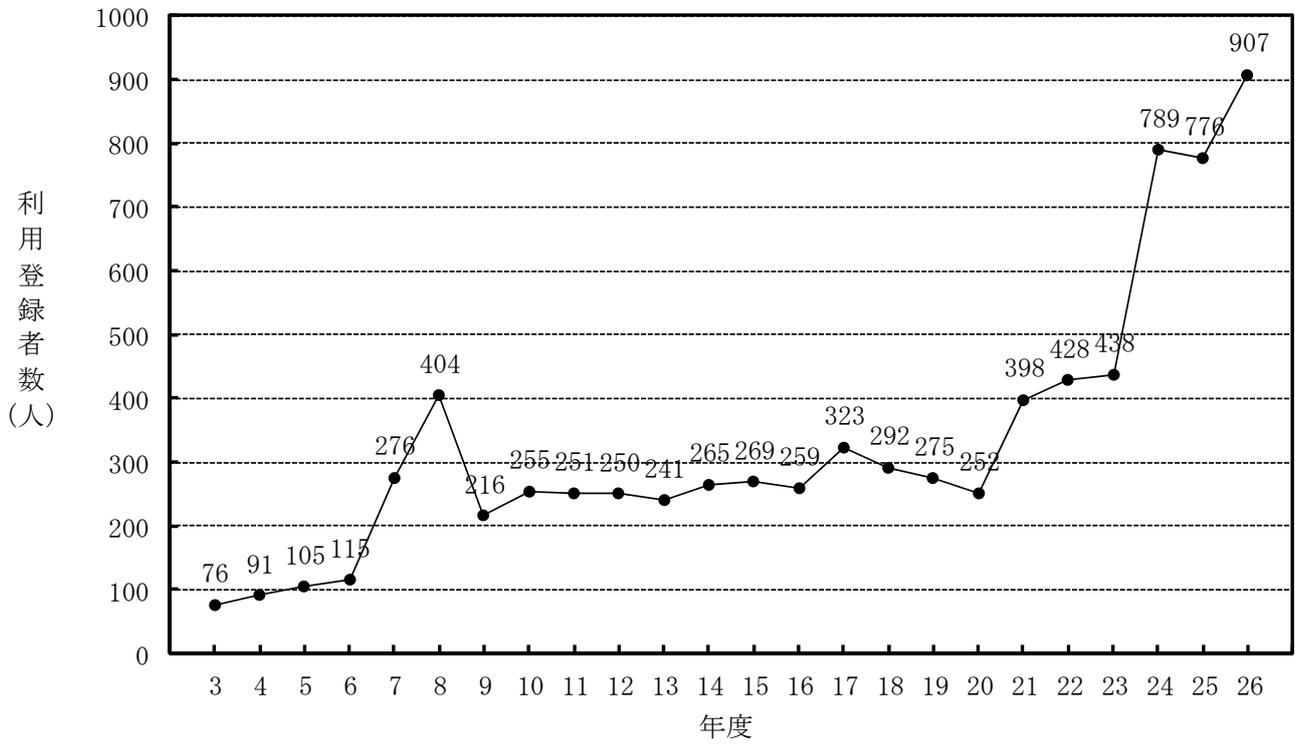


表5 平成26年度稼働状況（水戸地区）

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)	0	0	0	0	0
走査型電子顕微鏡 (SEM)	153 (0)* ¹	0 (0)* ¹	698.5	134	5.2
元素分析装置 (EA)	143* ¹	14* ¹			
500MHz 核磁気共鳴装置 (500MHz NMR)	6821 (0)* ¹	71 (8)* ¹	1488.2	349	4.2
400MHz 核磁気共鳴装置 (400MHz NMR)	362 (0)* ¹	156 (0)* ¹	505.4	123	4.1
二重収束質量分析計 (DF-MS)	274	0	258.8	118	2.2
四重極質量分析計 (Q-MS)	40	0	99.5	34	2.9
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)	95	18	137.4	88	1.6
誘導結合プラズマ質量分析計 (ICP-MS)	33	0	145.2	34	4.3
誘導結合プラズマ発光分光 分析装置 (ICP-AES)	171	0	340.5	134	2.6
旋光計 (PM)	56	0	29.6	44	0.7
透過型電子顕微鏡 (TEM)	81	0	431.7	83	5.2
蛍光 X 線分析装置 (XRF)	36	0	419.8	35	12.0
粉末 X 線回折装置 (XRD 粉末, 水戸)	22	0	150.7	24	6.3
単結晶 X 線構造解析装置 (XRD 単結晶, VariMax)	92	2	603.5	69	8.7
液体窒素自動供給装置(LN) * ²	637	0			

*¹ 依頼測定件数。 *² 総供給量は 7355 リットル。

表 6 平成 26 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）	21	0	98.5	19	5.2
3D 測定レーザー顕微鏡 （3DLM）	407	0	619.4	170	3.6
X 線回折装置 （XRD 粉末，日立）	366	0	1195.7	231	5.2
高分解能作動型熱分析装置 （TG-DTA）	161	0	621.4	131	4.7
ゼータ電位測定装置（ZP）	94	0	167.9	81	2.1
顕微ラマン分光測定装置 （RM）	43	0	91.9	40	2.3
X 線光電子分析装置（XPS）	94	0	573.6	88	6.5

4. 予算，機器・施設等整備状況

26 年度の研究事業運営経費は 2,093 千円であり，前年度の研究事業運営経費（1,420 千円）と設備維持運営経費（900 千円）の合計 2,320 千円と比較し，10%減となった。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が，26 年度のこれら登録料等の総額は 5,587 千円であり，25 年度（4,337 千円）から大幅に増加した。利用者の増加が大きく貢献しているものと考えられる。

平成 26 年大学機能強化経費で，「機器分析センター所有機器の学内外共同利用を通じたライフイノベーション研究創出支援事業」と「外部競争的研究資金の獲得支援を目指した機器分析センター機能強化事業費」の 2 件が認められた。前者の経費により，電子スピン共鳴装置のデータ処理システムのデジタル化と温度可変測定装置の設置を行った。また，後者の経費では，透過型電子顕微鏡の修繕と職員の測定講習会への派遣を行った。

平成 26 年度特別設備修繕費で誘導結合プラズマ発光分光分析装置の点検整備を実施した。

5. 活動状況

平成 26 年度主要日誌を表 7 に示す。

5.1 広報

平成 26 年 4 月に「平成 26 年度利用のしおり」を発行した。10 月にはセンターの自己評価点検書である「平成 25 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

センターは NMR, EA, SEM の依頼測定を受付けている。26 年度には, EA では 157 件の依頼測定を実施した。その内訳は, 学内分が 143 件, 学外分が 14 件 (すべて日本原子力研究開発機構) である。NMR については学外からの依頼測定が 8 件 (すべて緑岡高校) あった。なお, SEM の依頼測定はなかった。

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, 26 年度には XRD 単結晶に 5 人, EA に 1 人, NMR に 5 人, MALDI TOF-MS に 6 人の研究員が利用登録した。このうち, EA に 14 件の依頼測定があり, また, XRD 単結晶 (VariMax) は延べ 2 人, NMR は延べ 227 人, MALDI TOF-MS は延べ 18 人が実際に利用した。

センターは「大学連携研究設備ネットワーク」事業に参加し, 15 機種を利用可能機器として開放している。しかしながら, 26 年度には他大学による利用実績はなかった。また, 本学教員による他大学機器の利用もなかった。

茨城, 宇都宮, 群馬, 埼玉大学 4 大学分析機器相互利用制度でも, 15 機種を利用可能機器として開放している。しかしながら, 26 年度は他大学からの利用も本学からの利用もなかった。

なお, 平成 26 年度には緑岡高校から NMR に, 水城高校から ICP-MS に利用登録があり, センター職員と専門委員が対応した。

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。26 年度は講習会を 31 回開催し, 延べ 426 人の参加者があった。

表7 平成26年度機器分析センター主要日誌

平成26年	
4月7日	○「平成26年度利用のしおり」発行
4月23, 24日	○粉末X線回折装置講習会（リガク東京工場，大堀出張）
5月21～23日	○単結晶X線回折装置講習会（リガク東京工場，大堀出張）
6月10日	○第1回運営委員会 ・平成25年度決算について ・平成26年度予算について
6月18日	○第1回専門委員会 ・平成25年度決算について ・平成26年度予算について
7月14～16日	○透過型電子顕微鏡講習会（日本電子株式会社フィールドソリューション事業部，埴出張）
8月25日	○衛生工学衛生管理者免許取得（大堀）
9月10～12日	○蛍光X線分析装置講習会に参加（リガク東京工場，大堀出張）
10月1日	○「平成25年度茨城大学機器分析センター年報」発行
10月2日	○第二種作業環境測定士試験合格（大堀）
10月31日	○平成26年度国立大学法人機器・分析センター協議会（宇都宮大，埴出張）
平成27年	
1月21～23日	○第二種作業環境測定士登録講習参加（大堀出張）
2月16～18日	○透過型電子顕微鏡講習会（日本電子株式会社フィールドソリューション事業部，大堀出張）
2月27日	○第17回茨城大学工学部技術部研修報告会（工学部，埴，大堀出張）

表 8 平成 26 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	ICP-AES	理学部 大橋 朗	4月7日	6
2	SEM	センター 塙 浩之	4月9日	2
3	NMR	センター 神子島 博隆	5月14日	12
4	MALDI TOF-MS	教育学部 松川 覚	5月22日	3
5	SEM	理学部 長谷川 健 センター 塙 浩之	5月26日	17
6	XRD 粉末	センター 大堀 祐輔	5月27日	11
7	SEM	理学部 長谷川 健 センター 塙 浩之	5月28日	17
8	SEM	センター 塙 浩之	5月30日	13
9	ICP-MS	理学部 長谷川 健	6月2日	8
10	TEM	日本電子	6月3日	17
11	TEM	理学部 山口 央	6月6日	7
12	XRF	理学部 長谷川 健	6月9日	9
13	MALDI TOF-MS	教育学部 松川 覚	6月9日	17
14	Q-MS	センター 神子島 博隆	6月23日	4
15	LN	センター 塙 浩之	7月4日	20
16	LN	センター 塙 浩之	7月9日	12
17	XRD 単結晶	リガク	7月10日	11
18	NMR	センター 神子島 博隆	11月11日	2
19	ESR	日本電子	1月10日	13
20	NMR	センター 神子島 博隆	3月25日	2

表 9 平成 26 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	XPS	工学部 久保田 俊夫	5 月 1 日	28
2	XRD 粉末	工学部 阿部 修実	5 月 14 日	24
3	ZP	工学部 小林 芳男	9 月 22 日	20
4	TG-DTA	工学部 阿部 修実	9 月 24 日	20
5	XRD 粉末	工学部 阿部 修実	9 月 24 日	24
6	XPS	工学部 久保田 俊夫	9 月 25 日	28
7	RM	工学部 鵜殿 治彦	9 月 26 日	20
8	XPS	工学部 久保田 俊夫	9 月 30 日	28
9	AFM	工学部 山本 武幸	10 月 14 日	12
10	3DLM	工学部 山本 武幸	10 月 14 日	7
11	AFM	工学部 山本 武幸	12 月 19 日	12

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。現在ではデザイン，サンプリング，分析，評価のすべての作業環境測定を行っている。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。26 年度は，3 事業所 735 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。また，今後も自前による作業環境測定を継続するために，職員が資格取得に努めている。平成 26 年度には，大堀技術職員が第二種作業環境測定士試験に合格した。

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 133 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。また，長年にわたり局所排気装置の自主点検・メンテナンスに携わってきた経験をもとに，埴技術専門職員がマニュアル「局所排気装置の維持管理」を分担執筆した。

化学物質管理システムについては，26 年度末時点でのシステム登録グループ数は 172 グループ，登録者数は 1124 人である。廃液処理業務については，通年で 20L ポリタンク合計 219 本分の廃液処理を実施業者に委託した。

5.4 会議

26 年度は運営委員会を 1 回，専門委員会を 1 回開催した。

5.5 出張

平成 25 年度に導入した粉末 X 線回折装置，単結晶 X 線構造解析装置，蛍光 X 線分析装置の測定技術習得のため，センター職員が操作講習会に 3 回参加した。また，センター職員が透過型電子顕微鏡の操作講習会に 2 回参加した。

10 月に埴技術専門職員が平成 26 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。

2 月に技術職員 2 名が第 17 回茨城大学工学部技術部研修報告会に参加した。

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平成 26 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 平成 26 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
48 報	1 報	3 報	26 報	50 件	35 件	97 件	8 科目

表 11 平成 26 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	2	0	0	0	4	3	10	1
ESR	0	0	0	0	0	0	0	0
SEM	11	0	1	5	8	11	24	1
EA	9	1	0	3	10	7	15	1
NMR	13	1	1	7	20	7	23	4
DF-MS	0	0	0	0	0	0	0	0
Q-MS	1	0	0	0	5	1	0	0
MALDI TOF-MS	2	1	0	2	0	2	10	0
ICP-MS	0	0	0	1	1	0	5	1
ICP-AES	1	0	0	1	4	2	8	1
PM	2	0	0	0	5	0	0	0
TEM	7	0	1	2	3	8	8	0
XRF	3	0	0	1	4	6	17	1
XRD 粉末, 水戸	0	0	0	0	4	1	3	0
LN	7	0	0	4	12	5	10	2
AFM	0	0	0	1	0	0	0	0
3DLM	15	0	1	4	11	6	22	3
XRD 粉末, 日立	11	0	1	4	7	6	26	0
TG-DTA	0	0	0	0	0	0	0	0
ZP	2	0	0	1	0	3	3	0
RM	4	0	0	3	1	4	5	0
XPS	5	0	1	3	5	4	3	0

7. 平成26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）	金 幸夫
人文学部	真柳 誠
教育学部	松川 覚
理学部	西川 浩之，長谷川 健
工学部	小林 芳男
農学部	長谷川 守文
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

DF-MS, Q-MS, MALDI TOF-MS	教育学部	松川 覚
ICP-MS, ICP-AES	理学部	長谷川 健
XRF	理学部	藤縄 明彦
TEM, SEM	理学部	山口 央
XRD（水戸）	理学部	西川 浩之
ESR	理工学研究科	高妻 孝光
NMR, EA, LN	センター	神子島 博隆
AFM, 3DLM	工学部	尾関 和秀
XRD（日立），TG-DTA	工学部	阿部 修実
ZP	工学部	小林 芳男
RM	工学部	鵜殿 治彦
XPS	工学部	久保田 俊夫

スタッフ

センター長	金 幸夫
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

平成 26 年度
茨城大学機器分析センター年報

平成 27 年 11 月 2 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

F A X (029) 228-8094

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