

平成 28 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

2017

平成 28 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 28 年度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。

ここ数年、老朽化した ESR の更新を求めています。昨今の予算状況の厳しい中、かなり難しい状況です。引き続き、機会を捉え要求していきます。X 線関連設備の更新以降、設備更新のない状況が続いていますが、平成 28 年度の利用登録者数は 894 人であり、平成 27 年度の最多利用登録者数 912 人より若干減少しましたが、順調に推移していると考えています。昨年度、作成しましたセンターのパンフレット（HP にも掲載）をご覧いただき、これまで使っていなかった機器の利用の検討を通して、皆様の研究の新たな展開に役立つとともに、センターの利用拡大につながればと考えています。

平成 29 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、新たにリスク管理に関する業務にもセンター職員が関わることとなりました。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 29 年 10 月

機器分析センター

センター長 金 幸夫

目次

平成 28 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	7
5.1 広報	7
5.2 依頼測定, 共同利用, 講習会	7
5.3 労働安全衛生に係る測定および検査, 化学物質管理	10
5.4 会議	10
5.5 出張	10
6. 所有機器を用いた教育研究業績	11
7. 平成 28 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	13

1. 概要

平成 28 年度には、機器の新規導入と更新はなかった。

技術補佐員の交代があった。

「平成 28 年度利用のしおり」, 「平成 27 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 28 年度所有機器一覧を表 1, 2 に示す。平成 28 年度における所有機器数は水戸地区で 19 機種, 日立地区で 9 機種, 合計 28 機種であった。

平成 28 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 478 人, 日立地区の利用登録者数は 416 人, 合計 894 人であった。過去最大の登録者を記録した平成 27 年度の利用登録者数 912 人から 18 人減少した。

平成 28 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 29 年 3 月まで）。

豊島技術補佐員が 28 年 3 月で退職した。代わりに三輪技術補佐員が採用され, 28 年 4 月～29 年 3 月の間センターの業務補助にあたった。

運営委員が, 真柳誠教授（人文学部）から佐藤和夫教授（人文学部）に, 長谷川健准教授（理学部）から藤縄明彦教授（理学部）に交代した。

4. 予算, 機器・施設等整備状況

28 年度の研究事業運営経費は 3,987 千円であり, 前年度の研究事業運営経費 910 千円と比較し, 4 倍以上となった。設備の修繕や保守点検経費が増額されたことが原因である。これらの経費を使用し, 400MHz NMR の分光計修理, TEM のイオンポンプ修理, MALDI TOF-MS の電源部修理等を行った。

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が, 28 年度のこれら登録料等の総額は 4,889 千円であり, 27 年度の 5,056 千円から若干減少した。

平成 29 年度概算要求で「電子スピン共鳴装置」の更新を要求したが, 残念ながら認められなかった。引き続き, 老朽化した機器の更新を要求していく。

表 1 平成 28 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 (TEM)	JEM-2100	日本電子	平成 22 年 (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	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	○	○
18	液体窒素自動供給装置 (LN)	NM-NS300/S	日本電子	平成 13 年 (2001 年)	×	×
19	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 平成 28 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	レオメータ（ARES）	ARES	レオトリック・サイエン ティフィック・エフ・イー	平成 27 年 （2015 年） ^{*3}	×	×
9	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） ^{*4}	×	×

^{*1} 平成 21 年度製 ^{*2} 平成 21 年度製 ^{*3} 平成 12 年度製 ^{*4} 平成 10 年度製

表3 平成28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	地球変動 適応科学 研究機関	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	24	2	0	0	0	0	3	29
電子スピン共鳴装置（ESR）	0	5	0	10	0	0	0	0	15
走査型電子顕微鏡（SEM）	1	18	28	1	1	0	0	0	49
元素分析装置（EA）	0	7	1	1	0	0	0	1	10
核磁気共鳴装置（NMR）	1	76	3	0	0	7	1	5	93
二重収束質量分析計（DF-MS）	1	10	2	0	0	0	0	0	13
四重極質量分析計（Q-MS）	0	15	0	0	0	6	0	0	21
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	10	0	0	0	3	38
誘導結合プラズマ質量分析計（ICP-MS）	0	9	6	0	0	0	0	0	15
誘導結合プラズマ発光分光分析装置（ICP-AES）	0	21	10	10	0	0	0	0	41
旋光計（PM）	0	16	0	0	0	0	0	0	16
透過型電子顕微鏡（TEM）	0	1	10	1	0	0	0	0	12
蛍光 X 線分析装置（XRF）	0	9	13	0	0	0	0	0	22
粉末 X 線回折装置（XRD 粉末，水戸）	0	16	14	0	0	0	0	0	30
Ge 半導体検出器（Ge-SSD）	0	1	0	1	0	0	0	0	2
液体窒素自動供給装置（LN）	1	63	0	2	0	6	0	0	72
合計	4	315	90	36	1	19	1	12	478

表 4 平成 28 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	
原子間力顕微鏡 (AFM)	27	4	31
3D 測定レーザー顕微鏡 (3DLM)	60	4	64
X 線回折装置 (XRD 粉末, 日立)	106	19	125
高分解能作動型熱分析装置 (TG-DTA)	45	1	46
ゼータ電位測定装置 (ZP)	12	0	12
顕微ラマン分光測定装置 (RM)	27	3	30
X 線光電子分析装置 (XPS)	89	4	93
レオメータ (ARES)	0	0	0
フーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR)	15	0	15
合計	381	35	416

図 1 年度別利用登録者数の推移

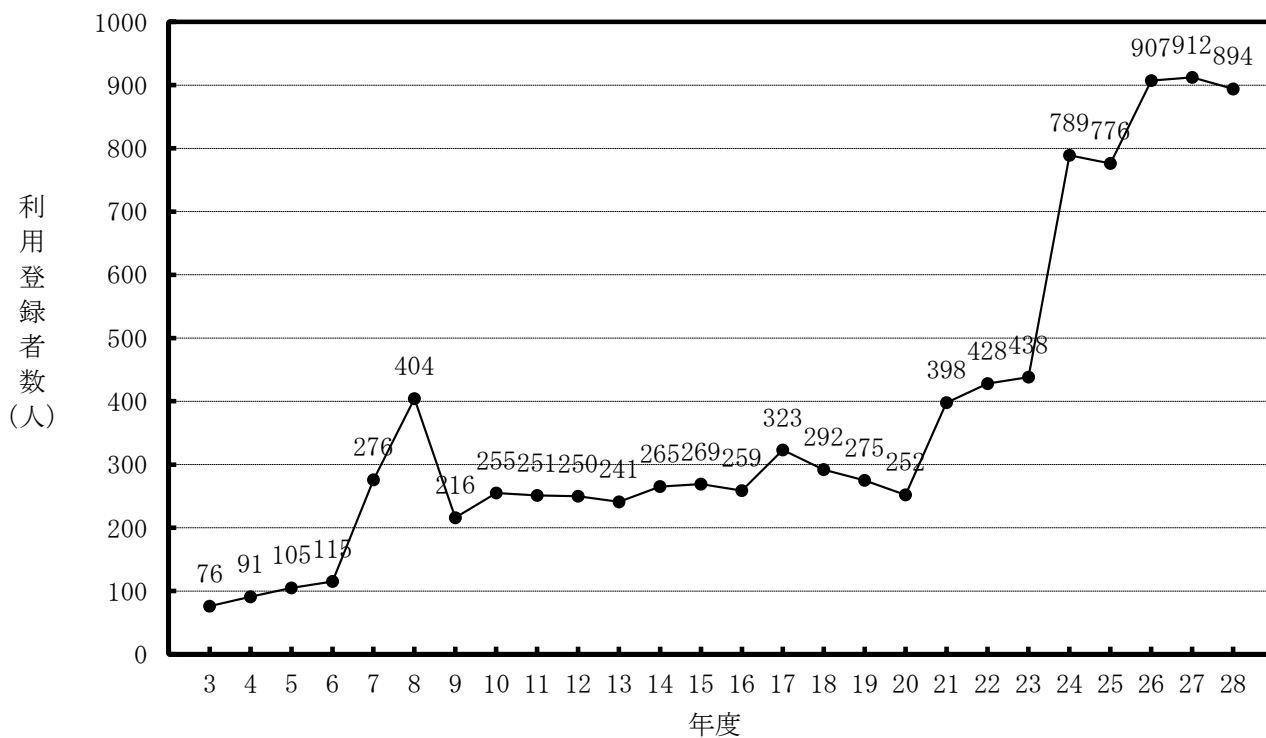


表5 平成28年度稼働状況（水戸地区）

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)	4	0	6.4	4	1.6
走査型電子顕微鏡 (SEM)	121	0	563.0	109	5.1
元素分析装置 (EA)	92 ^{*1}	0			
500MHz 核磁気共鳴装置 (500MHz NMR)	6278 (0) ^{*1}	0 (5) ^{*1}	1060.6	341	3.1
400MHz 核磁気共鳴装置 (400MHz NMR)	122 (0) ^{*1}	16 (0) ^{*1}	413.1	127	3.5
二重収束質量分析計 (DF-MS)	359	0	221.5	164	1.3
四重極質量分析計 (Q-MS)	22	0	58.0	24	2.4
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)	88	0	49.1	66	0.7
誘導結合プラズマ質量分析計 (ICP-MS)	15	0	51.5	11	4.6
誘導結合プラズマ発光分光 分析装置 (ICP-AES)	106	0	249.8	96	2.6
旋光計 (PM)	20	0	11.6	18	0.6
透過型電子顕微鏡 (TEM)	44	0	456.7	47	9.7
蛍光 X 線分析装置 (XRF)	9	0	196.0	10	19.6
粉末 X 線回折装置 (XRD 粉末, 水戸)	27	0	82.5	27	3.0
単結晶 X 線構造解析装置 (XRD 単結晶, VariMax)	107	0	486.4	85	5.7
Ge 半導体検出器 (Ge-SSD)	16	0	1040.1	57	18.2
液体窒素自動供給装置 (LN) ^{*2}	677	0			

*¹ 依頼測定件数 *² 総供給量 7797 リットル

表 6 平成 28 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）	2	0	13	2	6.5
3D 測定レーザー顕微鏡 （3DLM）	228	0	411.1	145	2.8
X 線回折装置 （XRD 粉末，日立）	472	0	679.9	222	3.0
高分解能作動型熱分析装置 （TG-DTA）	127	0	554.2	104	5.3
ゼータ電位測定装置（ZP）	133	0	162.0	103	1.5
顕微ラマン分光測定装置 （RM）	63	0	152.6	54	2.8
X 線光電子分析装置（XPS）	122	0	701.4	113	6.2
レオメータ（ARES）	0	0	0	0	0
フーリエ変換赤外分光光度計 （FT-IR）	20	0	33.4	18	1.8

5. 活動状況

平成 28 年度主要日誌を表 7 に示す。

5.1 広報

平成 28 年 4 月に「平成 28 年度利用のしおり」を発行した。11 月にはセンターの自己評価点検書である「平成 27 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。28 年度には，EA では 92 件の依頼測定を実施した（すべて学内分）。平成 27 年度から引き続き，平成 28 年度も緑岡高校から NMR に 1 人の利用登録があり，依頼測定を 5 件実施した。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，これにもとづき 28 年度には XRD 単結晶に 3 人，EA に 1 人，NMR に 5 人，MALDI TOF-MS に 3 人の研究員が利用登録した。このうち，NMR において延べ 5 人が実際に利用した。

その他に総合科学研究機構の研究員 1 人より NMR に利用登録があり，延べ 11 人が実際に利用した。

表 8 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。28 年度は講習会を 24 回開催し、延べ 85 人の参加者があった。

表 7 平成 28 年度機器分析センター主要日誌

平成 28 年	
4 月 11 日	○「平成 28 年度利用のしおり」発行
7 月 5 日	○第 1 回運営委員会 ・平成 27 年度決算について ・平成 28 年度予算について ・日立分室からの要望について
7 月 13 日	○第 1 回専門委員会 ・平成 27 年度決算について ・平成 28 年度予算について
10 月 20, 21 日	○第一種作業環境測定士登録講習(有機溶剤)を受講, 修了(大堀)
10 月 28 日	○平成 28 年度国立大学法人機器・分析センター協議会(電気通信大学, 神子島, 大堀)
11 月 24, 25 日	○第一種作業環境測定士登録講習(特定化学物質)を受講, 修了(大堀)
11 月 25 日	○「平成 27 年度茨城大学機器分析センター年報」発行
12 月 21, 22 日	○第一種作業環境測定士登録講習(金属類)を受講, 修了(大堀)
平成 29 年	
1 月 20 日	○第一種作業環境測定士(鉱物性粉じん, 有機溶剤, 特定化学物質, 金属類)に登録(大堀)
2 月 20, 21 日	○有機溶剤作業主任者技能講習を受講, 修了(大堀)
2 月 28 日	○平成 28 年度茨城大学工学部技術部研修報告会(塙, 大堀)
3 月 1, 2 日	○特定化学物質及び四アルキル鉛等作業主任者技能講習を受講, 修了(大堀)

表 8 平成 28 年度講習会の実施状況

	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 5 日	6
2	NMR	センター 神子島 博隆	4 月 7 日	8
3	Q-MS	センター 神子島 博隆	4 月 7 日	9
4	ICP-AES	理学部 大橋 朗	4 月 8 日	9
5	NMR	センター 神子島 博隆	4 月 11 日	3
6	ICP-AES	理学部 大橋 朗	4 月 19 日	6
7	NMR	センター 神子島 博隆	4 月 20 日	8
8	LN	センター 塙 浩之	4 月 26 日	7
9	XRD 粉末	センター 大堀 祐輔	4 月 27 日	1
10	LN	センター 塙 浩之	5 月 2 日	3
11	SEM	センター 塙 浩之	5 月 16 日	13
12	SEM	センター 塙 浩之	5 月 18 日	5
13	SEM	センター 塙 浩之	5 月 20 日	15
14	XRD 単結晶 VariMax	センター 大堀 祐輔	5 月 20 日	4
15	SEM	センター 塙 浩之	6 月 8 日	2
16	LN	センター 塙 浩之	6 月 16 日	1
17	Q-MS	センター 神子島 博隆	7 月 12 日	2
18	XRD 単結晶 VariMax	理学部 藤澤 清史	9 月 16 日	4
19	XRD 粉末	センター 大堀 祐輔	12 月 6 日	2
20	XRD 粉末	センター 大堀 祐輔	12 月 8 日	1
21	XRD 粉末	センター 大堀 祐輔	1 月 18 日	2
22	LN	センター 塙 浩之	2 月 9 日	2
23	NMR	センター 神子島 博隆	3 月 9 日	11
24	ICP-AES	センター 塙 浩之	3 月 22 日	2

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。28 年度は，3 事業所のべ 954 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 135 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，28 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 1115 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 221 本分の廃液処理を実施業者に委託した。

上記の業務を確実に遂行するために，技術職員が各種の資格取得に励んでいる。28 年度には大堀技術職員が第一種作業環境測定士（鉱物性粉じん，有機溶剤，特定化学物質，金属類）の登録を達成した。また，有機溶剤作業主任者と特定化学物質及び四アルキル鉛等作業主任者の技能講習を受講し，修了した。

5.4 会議

平成 28 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

11 月に神子島専任教員と大堀技術職員が平成 28 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 名が平成 28 年度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 28 年度教育研究業績を表 9 に示す。また，機器別教育研究業績を表 10 に示す。

表 9 平成 28 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
40 報	0 報	1 報	24 報	53 件	32 件	76 件	10 科目

表 10 平成 28 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	6	0	0	0	4	2	12	0
ESR	0	0	0	0	0	0	0	0
SEM	5	0	0	3	5	5	8	3
EA	10	0	0	1	8	4	33	0
NMR	10	0	0	5	18	4	26	3
DF-MS	0	0	0	0	0	0	0	0
Q-MS	0	0	0	1	3	0	0	0
MALDI TOF-MS	3	0	0	1	2	2	9	0
ICP-MS	3	0	0	0	2	0	4	1
ICP-AES	1	0	1	2	4	9	3	1
PM	0	0	0	1	1	0	2	0
TEM	10	0	0	2	3	8	0	0
XRF	3	0	0	1	3	0	2	2
XRD 粉末, 水戸	3	0	0	1	3	0	13	0
Ge-SSD	0	0	0	0	3	0	3	0
LN	8	0	2	5	18	3	27	2
AFM	0	0	0	1	0	0	1	0
3DLM	4	0	0	4	8	5	8	2
XRD 粉末, 日立	9	0	0	5	8	6	8	0
TG-DTA	1	0	0	0	0	3	4	0

ZP	1	0	0	0	0	0	0	0
RM	0	0	0	0	1	0	1	0
XPS	1	0	0	2	0	0	1	0
ARES	0	0	0	0	0	0	0	0
FT-IR	1	0	0	0	0	3	8	0

7. 平成28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	佐藤 和夫
教育学部	松川 覚
理 学 部	西川 浩之, 藤縄 明彦
工 学 部	福元 博基
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	大橋 朗
XRF	理学部	藤縄 明彦
TEM, SEM	理学部	山口 央
XRD（水戸）	理学部	藤澤 清史
ESR	理工学研究科	高妻 孝光
NMR, EA, LN	センター	神子島 博隆
Ge-SSD	センター	塙 浩之
AFM, 3DLM, XRD（日立）	工学部	尾関 和秀
TG-DTA	工学部	阿部 修実
ZP	工学部	小林 芳男
RM, FT-IR	工学部	鵜殿 治彦
XPS, ARES	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	三輪 沙織

平成 28 年度
茨城大学機器分析センター年報

平成 29 年 10 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>