

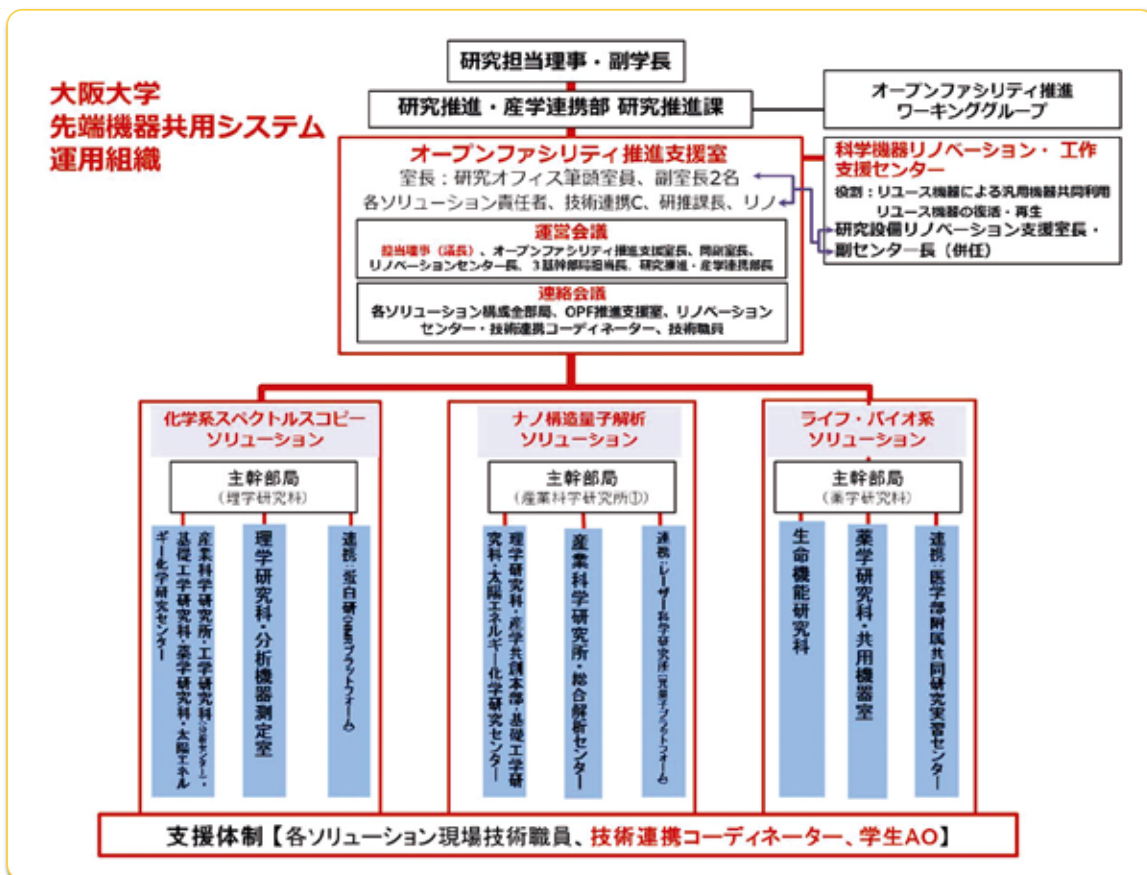
NEWS LETTER

大阪大学オープンファシリティ推進支援事業における 科学機器リノベーション・工作支援センターに期待すること

オープンファシリティ推進支援室長・副理事 高木 淳一

政府の研究開発投資の伸びが停滞している中、我が国の科学技術イノベーションの基盤的な力が急激に弱まっています。こうした中で、研究開発投資の効果を最大化し、最先端の研究現場において研究成果を持続的に創出し、複雑化する新たな学問領域などに対応していくためには、研究設備・機器の共用化を更に促進していくことが不可欠です。競争的研究費の改革と連携し、第5期科学技術基本計画期間において共用体制の集中的改革を進めていくため、文部科学省による先端研究基盤共用促進事業(新たな共用システム導入支援プログラム)が平成28年度より実施されています。大阪大学では、平成29年度の事業として3件が採択されたのを機に、下記のような先端研究設備・機器共用運営組織のもと、先端研究設備・機器の全学共用を進めていくにしました。これは、多様な専門知を生み出すための先端研究基盤を整備・強化し、複雑多様化する様々な学問領域において最先端の研究成果を持続的に創出し、また先端研究設備・機器の共用を介して「知の

協奏による新たな統合知や共創知の創出」を促すことを目的としております。これを実現するために、本学独自の阪大ソリューション方式(機器の種類や研究分野ごとに部局横断で共用ユニットを形成する方式)による先端研究設備・機器の共用システムの導入・運営に係る取組を進めております。これまで本学においては、科学機器リノベーション・工作支援センター(略称:リノセンター)が中心となり、リユース機器による全学的な機器共同利用を積極的に進めておられますので、当初はリノセンターが中心的な役割を果たし、リユース機器による全学共同利用制度を、先端研究設備・機器にまで発展させることを検討いたしました。しかし、新たな共用システム導入支援プログラムでは、「研究経営戦略とリンクした“大学本部”のガバナンス」や、それに呼応した「大学本部“直轄”のガバナンス制度」が求められており、一部局であるリノセンターを中心として先端研究設備・機器共用促進事業を進めることは、事業制度上できないことが分かりました。



そのため、研究担当理事のトップマネジメントによる全学的体制の構築を図ることを目的に、先端研究基盤共用促進事業を統括する本部直轄の部門としてオープンファシリティ推進支援(OPF)室を設置しました。この際、本学における機器共用を効果的に発展させるために、OPF室が進める同事業の運営業務に関する実務面からのサポートをリノセンターに委託し、また企画・立案・調整の面においてもリノセンターから協力・支援を得ることにいたしました。こうすることで「リユース機器および先端研究設備・機器」の2つの共用事業を、効率的かつ効果的に連携させながら実施することができると期待しております。

このような協働運営(実質的な一体運営)は、大学本部で将来的に構想されている、リユース機器による全学共同利用システムとOPF室が進める先端研究設備・機器共用システムとの統合による、1つの全学機器共用システムの構築・運営のための準備段階として効果的であり、またリノセンターの掲げるミッションである「学内研究設備・機器の把握と共同利用の促進」にも大いに資すると期待しております。この協働を通して、本学の研究設備・機器共用を更に発展させ、学外からの設備・機器利用などにも力を入れることで、大阪大学が掲げる“OPENNESS”を具現化することを目指しています。

以上の観点から、OPF室ではリノセンターに以下のような協

力をお願いしております。

1. 先端機器共用に係る業務の運営・企画・立案
2. 先端機器共用事業と連携・協調したリユース機器による全学機器共用事業の運営
3. 先端研究設備・機器の利用予約・課金業務・技術相談などの実務面の支援
4. 技術連携コーディネーターの雇用や育成など、技術支援人材の育成への支援
5. 機器利用者向けの講習会・セミナーの開催等の教育支援活動の取組の支援
6. 機器データベースの構築・運用・公開の支援
7. 共通予約・会計システムの構築・運用、One Stopポータルサイトの構築・運用、Webフォーラムの構築・運用
8. その他、全学機器共用の促進に関係する事項

緊密な協働運営(実質的な一体運営)や新たな取り組みを通して、学内にある唯一無二の先端研究機器・設備類が、全学で共有・活用され有効活用が図られるだけでなく、本学における先端研究がより推進され、また新たな人と人とのネットワークが生まれ、「知の協奏と共創」へと繋がっていくことを大いに期待しています。

工作支援室 実験装置を自ら創る

～機械工作学生ワークショップユーザーインタビュー～

工作支援室には、ユーザーからの工作依頼を受けて、専任の職員が実験器具・装置などの製作を行う部門だけでなく、ユーザー自らが、フライス盤や旋盤といった工作機械を使って実験器具・装置を“自作”できる、機械工作学生ワークショップがあります。本稿では、同ワークショップの工作機械を駆使して、水溶液といった低粘度流体の粘度を、広いせん断速度領域で高精度に測定できる「低粘度測定に特化した共軸二重円筒型回転粘度計」を自らの手で創り上げた、基礎工学研究科M1の井上ひろこさんのインタビューをお届けします。



井上さんは、機械工作学生ワークショップに毎日来られて、朝から晩まで熱心に機械工作されいたのがとても印象に残っています。是非とも一度お話を聞きたいと思っていました。まず最初に自己紹介をお願いしますか？

私は、基礎工学研究科の機能創成専攻にある後藤研究室のM1で、流体の非線形性に関する研究をしています。後藤研では実験と数値シミュレーションの2つのグループに分かれますが、私は実験グループにおり、低粘度である「微量の界面活性剤を添加した水溶液」の非線形な粘度特性を測定するための装置の開発と、開発した装置を使った実験を行っています。

もう少し、「低粘度である微量の界面活性剤を添加した水溶液」や「非線形な粘度特性」について詳しく教えてくださいませんか？

はい。水は非常にサラサラで低粘度なのですが、それに微量の界面活性剤や高分子物質を添加すると、その流動状態が劇的に変化します。流体の粘度は、図1にあるような手

法で測ることが多いのですが、円筒やコーンの回転速度(せん断速度)を変えて、その抗力を測って、粘度を決めていきます。

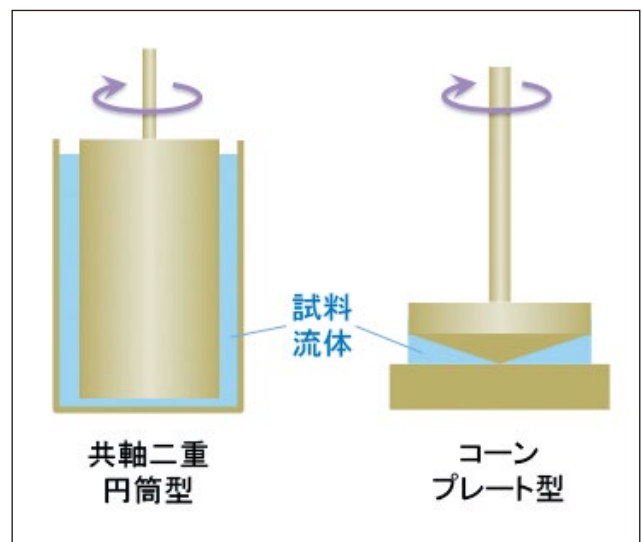


図1 流体の粘度を測定する回転粘度計の例。回転速度(せん断速度)を変えて、回転部に掛かるトルクを計測し粘度を測定する。

ふむふむ、ほんとに“粘り気”を測るのですね。

例えば、純粋な水の粘度は、図2にもあるように、その中の物体の運動速度(せん断速度)に関わらず一定です。ところが微量の界面活性剤を添加すると、あるせん断速度で

急に粘度が高くなり、さらに速度が高い場合には、また水と同じような粘度に戻るのです。しかも、そこからせん断速度を落としても元に戻りません。

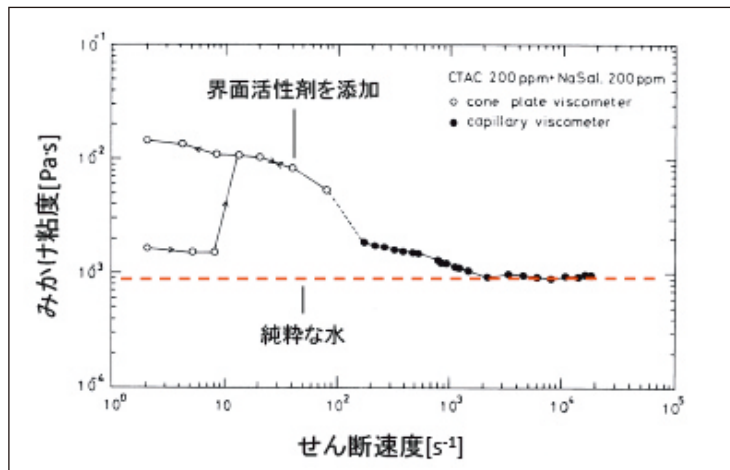


図2 水に界面活性剤を200ppm添加した場合のみかけ粘度のせん断速度依存性。純粋な水は、せん断速度によらず一定。従来法では、特に低いせん断速度領域での低粘度の測定が困難であった。薄井ら化学工業論文集 第21巻頁248-256 (1995)を改変。

面白いですね！たったちょっとの界面活性剤でこれほど変わる。しかもヒステリシスもあるんですね。まさに非線形ですね。

そうなんです。ただ、この水溶液のような、研究対象としている低粘度の流体を、低いせん断速度で測定することがとても難しく、また再現性のあるデータを取ることが難しいなど、これまできっちりとした測定ができていませんでした。

なるほど、測定がとても難しいのですね、特に白丸辺りが。この白丸も、俗に言う“オリンピックデータ”ですね。

その通りです(笑)。そこで私は、これらの測定を正確にしかも一度に行える新しい回転粘度計の開発をしました。それが「低粘度測定に特化した共軸二重円筒型回転粘度計」なのです(図3)。

これを、私どもの機械工作ステューデントショップで、毎日フライス盤や旋盤を使って作っていたんですね！

はい！そうなんです。これがその作った回転粘度計です。銀色の円筒容器の中に、ワイヤーで吊り下げられた白い樹脂製の円柱が挿入されています。円筒容器と円柱の間に粘度を測定したい液体で満たし、外側の円筒容器を回転させます。普通の回転粘度計は内側のローターを回転させるのですが、私の装置の場合は、外側の円筒容器が回転します。粘性によって生じる抗力をトルクとして、ワイヤーねじり天秤の回転角として測定します。

ははあ、粘度が低くて抗力が小さいから、それをワイヤーのねじり角として測定するんですね。これってその昔、光圧を測った実験と全く同じアプローチですね。温故知新だ。それにしても大きな円柱と円筒容器ですね。

実はこれ2号機なんです。4年生の12月から作り始めました。1号機は、ここにあるような小さな円柱や円筒容器を使っていたので、水溶液のような低粘度の流体の測定ができませんでした。それで急遽2号機を作り始めました。科学機器リノベーション・工作支援センターの職員の方には、機械加工の方法だけではなく、作り分けなどいろいろなアドバイスを頂きました。何度聞いても、優しく快く教えて貰えて、とても助かりました。

私も見ていて思ったけど、これだけ一生懸命に頑張っ、装置作りをしているのを見たら、手助けしたくなりますよ。でも、誰も作っ

たことのない初めての装置を作るって、試行錯誤がありますね。

そうですね。ワイヤーねじり天秤を使っていますが、当初は高精度トルクメーターに円柱をぶら下げのことを考えていました。ところが、精密計器であるトルクメーターに、重い円柱をぶら下げることはできないことが分かりました。それから、ベアリングを介してトルクメーターに接続するようにしていましたが、ベアリングを使った時点で、水のような低粘度の流体を、低いせん断速度で粘度測定することは無理でした。

試行錯誤はあるけれど、このような唯一無二の測定装置を作ると、測るもの全てが新しい—という科学者にとっては嬉しい状態になりますね！

そうなんです。実はこの装置もやっと先々週に希薄な界面活性剤水溶液の粘度測定ができるようになったんです！ちゃんとヒステリシスも測れています。

それは素晴らしい！今年の12月から作り始めて、11ヶ月目にして納得がいくデータが得られるようになったんですね。これからどんどんデータがでてきますね。



図3 開発した「低粘度測定に特化した共軸二重円筒型回転粘度計」の2号機。白色の円柱部と外側の円筒部の間(空隙は数mm程度)に試料流体を満ち、外側の円筒部を回転させ、円柱部にかかるトルクをワイヤーねじり天秤で測定する。

はい！当面の目標としては、「同じサンプルを何度測定しても同じ値ができるよう再現性を高め、物性値として確定した値を測定できる」までに熟成させたいと思っています。

その後は、いろいろな試料や条件で、目一杯測定するばかり！面白いデータが出てくるだろうなあ。井上さんの話を聞いていると、科学を進める上での「ものづくり」の面白みと、独自の装置を持つ強みがよく分かります。この装置作りをしていてどうでした？

大変でしたけど、「ものづくり」って楽しいし、面白いです。

全く同感。大変だけど、楽しいし面白いよね！今日は長い時間どうもありがとうございました。井上さんの話が聞けてホントに楽しかった。どうもありがとう。面白いサイエンス、大いに期待しています。またもの作りに来てね。

ありがとうございます！はい、もちろん！

(インタビューは平成29年11月に行いました。聞き手：古谷浩志)

リユース新規登録機器の紹介

前号(10号)で9台の新規登録機器を紹介しましたが、その後新たに3台の機器がリユース機器として利用可能になりました。これら以外にも様々な用途の機器をご利用いただくことが可能ですので、皆さまの用途に応じて、ぜひご活用ください。なお、リユース機器の利用をご希望される方は、下記のページよりお申込みください。

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

走査型プローブ顕微鏡

(SPM)

(島津製作所 SPM-9500J3)

機器管理部局：歯学研究科

【概要】

試料表面を微小な探針で走査することによって、三次元形状を高倍率で観察する顕微鏡です。大気中や溶液中で、固体や膜表面のナノメートルオーダーでの観察と形状測定が可能です。さらに、プローブ先端で、試料の電気的特性や層分離構造、硬さなどの物性画像も同時に取得できるため、基板の性状や欠陥の評価、パターンの段差測定や寸法測定が可能です。

【特長】

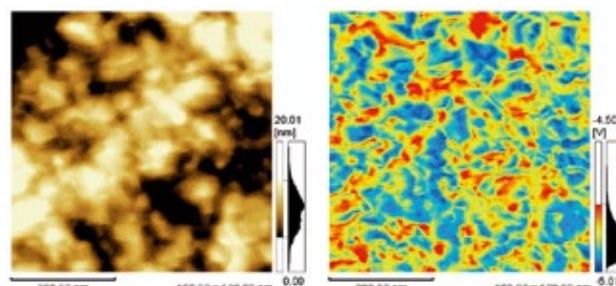
- ・大気中で高倍率観察が可能
- ・非導電物もそのまま観察可能
- ・高さ測定が正確に行なえる
- ・試料の局所的物性測定も可能



【用途】

ナノ領域の三次元計測、物性測定

SPMの位相モードでは、試料表面の物性の違いを画像化することができ、とくに高分子材料での粘弾性分布の観察に有効です。その一例として、平均粒径40nmのシリカフィラーがマトリックスレジン内に均等に填入されている歯科用修復材料をSPMで観察した例を紹介します。表面形状像(凹凸像)では黒1色になっている領域でも、位相像では、粘性の低い青系の領域(シリカフィラー)が分散していることが分かります。



CAD/CAM冠用コンポジットレジンブロックの凹凸像(左)と位相像(右)
(大阪大学大学院歯学研究科 山口 哲 准教授提供)

分離用超遠心機

(BECKMAN COULTER Optima L-90K)

機器管理部局：理学研究科

【概要・特長・仕様】

核酸、タンパク質からウイルス、オルガネラまで、幅広いサンプルの遠心分離に使用できるフロア型多機能超遠心機です。

設定回転数範囲：1,000 ~ 90,000rpm

温度制御 : 0℃ ~ 40℃

利用可能なローターの種類

	ローター名	最高回転数 (rpm)	最大遠心力 (xg)	kファクタ	チューブ容量 (本数×mL)
アングルローター	Type 45Ti	45,000	235,000	133	6×94
	Type 50.2Ti	50,000	302,000	69	12×39
	Type 70Ti	70,000	504,000	44	8×39
	Type 70.1Ti	70,000	450,000	36	12×13.5
	Type 100Ti	100,000	802,000	15	8×6
スイングローター	SW55Ti	55,000	368,000	48	6×5
	SW41Ti	41,000	288,000	124	6×13.2

高輝度単結晶X線回折装置 平板IP

(Rigaku R-AXIS7/FR-E)

機器管理部局：理学研究科

【概要・特長・仕様】

X線源はMoが用いられており、金属錯体などの重原子を含む分子の測定に適しています。X線集光ミラー(VariMax)搭載により、高輝度なX線をサンプルに照射できるため、0.10 mm以下の微小結晶の測定が可能です。検出器には平板イメージングプレート(IP)を用いています。3枚のIPを搭載しているため、測定時間を短縮することができます。また、1/4 χ ゴニオメータを搭載しており、カメラ長も調節可能(110-300 mm)です。窒素吹付低温装置により、-170℃から室温までの温度で測定が可能です。



回転対陰極方式

- ・ターゲット材料：Mo (0.71 Å)
- ・最大定格出力：2.475 kW (45kV - 55mA)
- ・X線光学系：X線集光ミラー(VariMax)搭載

検出器

- ・平板IP検出面積：300 mm×300 mm
- ・ダイナミックレンジ：1 - 106
- ・カメラ長：110 mm - 300 mm

ゴニオメータ部等

- ・1/4 χ ゴニオ
- 窒素吹付低温装置
- ・温度範囲：-170℃ ~ 室温

ソフトウェア

- ・測定・データ処理：RAPID AUTO
- ・構造解析ソフト：Crystal Structur

機器利用者への技術支援に関する取り組みについて

平成29年度 全学共用機器技術セミナーを、下記のとおり開催いたしました。

本セミナーは、研究担当理事より示された「研究設備・機器の共用に関する基本的な考え方」(平成28年12月21日付)に基づき、全学的な研究設備・機器の共用を推進するため、これまで科学機器リノベーション・工作支援センターが実施しているリユース設備・機器利用者向けのセミナーを、先端機器利用者も対象にした「全学共用機器の技術セミナー」として同センターとオープンファシリティ推進支援室とが連携して実施したものです。

平成29年10月25日(水) 分子間相互作用解析セミナー「SPR、ITC、DSCの基礎と応用」

平成29年11月1日(水) 表面分析セミナー「X線光電子分光法(XPS)による表面化学分析の基礎と応用」



リユース機器利用者向けeラーニング「EPMAコース」新規開講について

当センターでは、リユース機器利用者の機器分析に関する知識・技術の向上を目的として、平成28年4月より、eラーニングをセンターのHP上で公開しておりますが、この度、新たにeラーニングコース(第3弾EPMAコース)を平成29年11月に開講いたしました。

先に開講いたしました第一弾「ICP」、第二弾「FE-SEM」同様、第三弾「EPMA」も3部構成(オンライン講義、理解度確認クイズ、よくある質問FAQ)の充実した内容となっております。このeラーニングを有効活用して、皆様の機器に関する知識・理解の向上に役立ててください。皆様のご利用を心よりお待ちしております。

当センターでは、リユース機器利用者向け技術支援の推進のため、eラーニングコースの強化・拡充を図りながら、利用者の学習・教育の手段としての活用、さらには研究を支える技術サポート人材の育成を目指しています。今後eラーニングコンテンツをますます充実させ、機器分析に関する情報提供を積極的に行い、機器利用者が「自発的に学びたい」と感じる環境づくりを進めていきたいと思っておりますので、今後とも本センターの研究教育支援活動にご理解とご協力の程よろしくお願いたします。

今後の開設予定のコース: LC-MS、NMR、XRD、XPS

その他の活動報告

「第4回設備サポートセンター整備事業シンポジウム」に参加して

平成30年2月1日(木) 東京農工大学の主催「第4回設備サポートセンター整備事業シンポジウム」に参加しました。

このシンポジウムは、文部科学省「設備サポートセンター整備事業」の採択を受け、教育研究設備の共同利用体制構築に積極的に取り組む全国各地の大学が集まり、「設備共用」に関する課題を解決するための情報交換・情報共有、そして発展に資する提言を行っています。

シンポジウムでは、「研究・教育支援に対する設備サポート事業の役割を考える～研究・教育の活性化と学外連携に応える人材育成～」をテーマに掲げ、基調講演、ポスターセッション、パネルディスカッションを通じて、「設備マネジメントのあり方」「技術サポート人材の育成」に重点を置いて議論が交わされました。そのポスターセッションにおいて、本センターで行っている共同利用推進のための設備マネジメントの強化に向けた取組、体制整備や人材育成に関する取組(eラーニングシステムの構築など)及び成果と課題について報告しました。

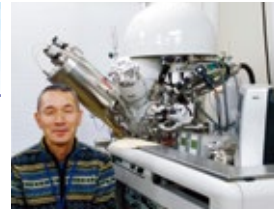
本校の特色ある取組の一つでもある「eラーニング講習」について説明・紹介した際に、参加者からは、各校の関係者と幅広く協力・連携して、教育・人材育成等に資するコンテンツの制作に取り組みれば、より大きな成果を達成できるのではないかと意見も聞かれ、今後この取組が機器利用者の教育支援の視点を有しつつ、効果的に進められるよう、連携促進、情報共有を図ることで、質の高いコンテンツが提供されれば、機器利用者に向けて、確かな知識を身に付けるための教育内容・方法の充実、良好で質の高い学びを実現する教育環境の整備のために効果的な教育・学習に活用できるようになると考えています。

なお、次回(第5回)の設備サポートセンター整備事業シンポジウムは岡山大学にて開催されます。

リユース機器担当者紹介

産学共創本部 イノベーション共創部門 A棟共通機器室の紹介

共創機構産学共創本部 イノベーション共創部門 片野 公也



現

在、弊所にあるXPS(X線光電子分光分析装置)、WDX(波長分散型蛍光X線分析装置)、AFM(原子間力顕微鏡)、絶対PL(フォトルミネッセンス)量子収率測定装置と総合熱分析装置のDSC(示差走査熱量測定)・TG-DTA(熱重量-示差熱分析)・TMA(熱機械分析)をリノベーションセンターのリユース機器に登録しており、多くの先生や学生の方々に利用して頂いております。

それぞれの分析手法が持つ特徴・特性を活かして試料の状態を分析するのですが、一つの分析手法や分析機器では答えを導き出せないこともあります。このような場合、幾つかの分析手法を使い多角的に情報を得ることで、より正確に試料の状態を知ることができるようになるのではないかと思います。

最も利用頻度が高いのはXPSになります。この分析手法は超高真空中での測定になる為、固体で脱ガスの少ない物しか測定することができませんが、X線を照射して出てくる光電子を測定することで試料最表面から1~2原子層という非常に浅く薄い領域における情報である組成とこれの結合状態を分析することができます。出来るだけ試料の前処理をしないで試料表面を汚さずに測定することが基本になります。物理分析の手法として励起源に、電子、X線、イオン、紫外光などが使われますが、XPSで用いるX線は試料へのダメージが比較的弱い(全く無いのではない)為、結合状態を壊さずに分析することができます。XPSは別名ESCA(Electron Spectroscopy for Chemical Analysis)とも呼ばれ、固体物質の最表面の化学状態分析に広

く使われてきている分析手法です。

最近では材料の薄膜化や接合面・界面制御の為に最表面を修飾することが進んでおり、XPSはこれら薄膜の状態や最表面・界面の化学状態を得るために必要なツールとなっております。分析例として、学内で行われた表面分析セミナーにて使われていたデータ(Kratos Analytical Ltd Application Note MO404(JP)より)を紹介いたします。

医療繊維表面への機能付与やコーティングには、低圧プラズマおよび大気圧プラズマの利用が重要度を増しています。プラズマ処理によって、バイオフィルムやバクテリアとの接着性を下げた(もしくは制限した)新しい繊維材料が生産され、外科的手術や衛生面で応用されています。ここでは、PEG(ポリエチレングリコール)をプラズマコーティングしたPP(ポリプロピレン)製メッシュのXPS分析例を示しており、コーティングの被覆度の評価に使っています。PPにPEGプラズマコーティングを施した場合の良部と不良部を比較した分析を示します。図1は試料表面(良部と不良部を含む広い範囲)のサーベイススペクトルです。PPは酸素を含まないため図1において強い酸素ピークが存在することよりPEGプラズマコーティングが存在することが分かります。

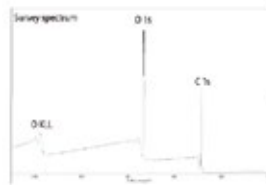


図1: PEGプラズマコーティングを施したPP試料のサーベイススペクトル

次にC1sのスペクトルに注目します。良部の測定において図2aでは、強いC-O結合ピーク(B.E. 286.5eV)が見られPEGの被覆率が高いこと示しています。これに対して不良部の図2bでは、C-C結合ピーク(B.E. 285.0eV)が比較的高く表れておりPEGの被覆率が低いこと示しています。このようにPP上のPEGプラズマコーティングの状態評価ができます。

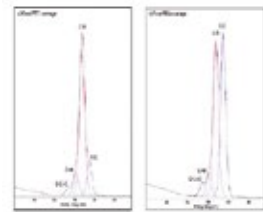


図2a: PEG被覆率の高いPPメッシュのC1sスペクトル
図2b: PEG被覆率の低いPPメッシュのC1sスペクトル

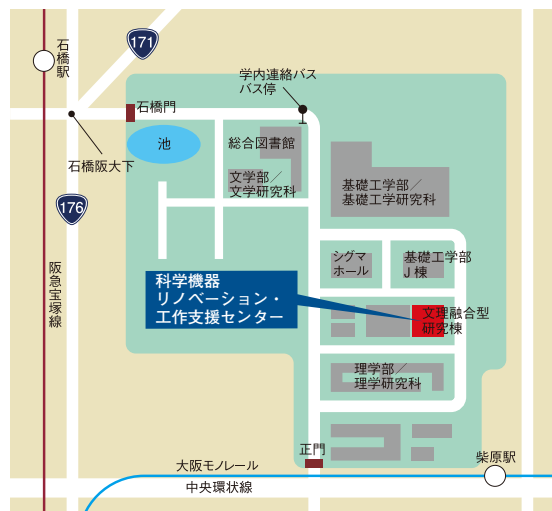
しかし、XPSの分析だけでは解析が難しいこともありますので、他の表面分析手法(TOF-SIMS、AES又はSAM)や補完できるような別の分析手法のデータも一緒にして解析していくことが重要になります。(残念ながら、TOF-SIMS、AES又はSAMは弊所にはありません。)

リノベーションセンターのリユース機器には多くの分析機器が登録されていますので、利用者の方々には様々な手法を使って得られる情報を上手く活用することで試料の解析をして研究開発につなげてもらいたいと思います。私も、非力で出来ることも限られますがお手伝いさせて頂きたいと思います。

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

