Osaka University Knowledge Archive

Title	NMR共用システムならびに高度NMR分析環境の構築と研究開発支援・産学連携への展開
Author(s)	稲角, 直也
Citation	
Version Type	
URL	https://doi.org/10.18910/100632
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

https://ir.library.osaka-u.ac.jp/

Osaka University

国立大学法人 東京科学大学

TC カレッジ　物質分析系 TC(構造解析)コース

令和 6 年度　TC 論文

NMR 共用システムならびに高度 NMR 分析環境の構築と研究開発支援・産学連携への展開

大阪大学

理学研究科　技術部　分析機器測定室

稲　角　直　也

目次

第1章 緒論
1－1. 核磁気共鳴（NMR）分光分析計について
1－2. 大阪大学における機器共用システムと共用 NMR 装置群に関して
1－3. TC 論文申請の経緯と目指す構造解析系 TC 像
1－4. 本論文の構成と概要

第2章 NMR を軸とした機器共用システムと NMR 利用環境の整備
2－1. 機器共用予約システムとデータ・情報共有環境の整備
2－2. 理学研究科における機器共用制度の整備
2－3. 共用範囲の拡大：理学研究科から全学へそして学外へ
2－4. 遠隔操作技術の活用による国内先端 NMR 機器群のリモート利用、そして国を越えた共用化へ

第3章 高度 NMR 分析環境の構築に向けた種々の技術的取組み
3－1. 低温～液体窒素温度条件下での NMR 測定を実現するための低温ガス安定供給システムの改良
3－2. 固体 NMR 用サンプル管 INSERT KIT の開発と禁水性物質測定スキームの確立
3－3. 共用 NMR 装置の遠隔測定システムの構築

第4章 共用 NMR 装置を用いた種々の分子構造解析研究支援
4－1. 本学研究者への研究支援の例：アブラナ科野菜由来のグルコシノレートが示す選択的な金属イオン反応性の解明
4－2. 学外利用を通した他大学の研究者への研究支援の例：環状ジペプチド抗歯周病原細菌剤の構造解析
4－3. 共用 NMR 装置を活用した企業研究者支援･産学協創：優れた細胞剥離性を有する温度応答性ポリマーの構造解析

第5章 結論と展望
5－1. 結論
5－2. 展望

参考文献

研究支援業績

謝辞

第1章 緒論

1－1.　核磁気共鳴（NMR）分光分析計について

スピン量子数 $\neq 0$ の原子核は磁気双極子モーメントを持つが、磁場中においてこの磁気双極子モーメントは、磁場強度に応じて一定の周波数で歳差運動をする。この周波数をラーモア周波数と呼ぶ。この原子核に対してラーモア周波数と同じ周波数の電磁波を照射すると磁場と原子核間とで核磁気共鳴（Nuclear Magnetic Resonance）現象が起こる。また磁場中の原子核はゼーマン効果により $2I+1$ 個のエネルギー準位に分裂する。このエネルギー準位間のエネルギー差は、ラーモア周波数と同じ周波数を持つ光子のエネルギーと一致し、核磁気共鳴時にはラーモア周波数と同じ周波数の電磁波の吸収と放出がおこる。原子核周辺の電子密度（例えば隣接原子間の距離や隣接原子の種類や電子状態等）によって、注目する原子核のラーモア周波数は変化する。そのため、核磁気共鳴による物質を構成する原子の原子核のラーモア周波数の変化（周波数スペクトル）を測定することによって、化合物の構成原子種や分子立体構造に関する詳細な情報が得られ、化合物の分析・同定の手法として広く活用することができる。このように、核磁気共鳴を利用して原子核のラーモア周波数の変化

図 1．核磁気共鳴分光を行う専用分析装置である核磁気共鳴分光計（NMR 分光装置）の例。

を分光する測定法は核磁気共鳴分光法（NMR 分光法）と呼ばれる。この NMR 分光を行うために作られた専用分析装置が NMR 分光装置である（図 1)。多くの種類やスペックを持つ NMR 分光装置が製造・販売されている。合成分子や天然有機分子、生物有機分子といった様々な分子種の立体構造を直接的に決定する手法の 1 つとして、物質研究になくてはならない化学分析手法として幅広く日常的に利用されている。

現在、最も利用されている NMR 分光装置は、超電導マグネットを用いたフーリエ変換型 NMR 分光装置（FT-NMR）である。NMR は開発当初より検出感度を向上させるための様々な研究開発が進められてきた。しかし、NMR 分光装置は基本的にラジオ波の吸収分光装置であるため、検出感度を劇的に向上させることが難しく、一般的に数 mM 程度の測定試料濃度が必要である。一方、質量分析装置は nM 程度の極低濃度の試料を検出可能であり、質量分析に比べると NMR 分光装置の検出感度はその 10^{-6} 程度となってしまう。

昨今の研究現場では、用意できる試料量が少なくなっている分野も多く、これらの分野に対応する為に NMR 分光装置の検出感度を向上させるには、主に 2 つの手法がある。1 つ目はマグネットの磁場強度を大きくすることで信号強度を強める方法であり、2 つ目は検出器回路を冷却する事で、バックグランドノイズ（主に電気ノイズ）を低減する方法がある。このように高磁場と高感度冷却検出器（NMR 装置の場合にはプローブ（Probe）と呼称される）を持つ NMR 分光装置は、一般にハイエンド NMR 分光装置と

呼ばれる。通常型の NMR 分光装置に比べて非常に高価（1 億円～数 10 億円）であるため、各大学・研究機関においては限定的にしか導入されていない。そのためこれらのハイエンド NMR 分光装置は、機器の共用システムを通して共有研究設備として運用・活用していくことが必要である。即ち所属する部門や部局、大学や機関にかかわらず、必要としている研究者が必要とするハイエンド NMR 分光装置に容易にアクセスできる環境を整備することが非常に重要である。加えて、NMR 分光装置はサンプルを試料管で保護して装置内に導入する事で装置へのサンプル汚染が少ないという特徴があるため、比較的簡単に遠隔操作による測定などを実施する事ができる。そのため NMR 装置は、遠隔操作によるリモートシェアリングも含めて、広い範囲での共用に適した装置群でもある。

1－2. 大阪大学における機器共用システムと NMR 装置群の共用化に関して

大阪大学理学研究科における機器共用の歩み

大阪大学理学部における機器共用の歩みは非常に古い。理学部が大阪市の中心部に位置する中之島にキャンパスを構えていた 1964 年 7 月から、それまで各研究室で個別に管理されていた共通性が高い分析機器を集約し、管理する分析機器運営委員会を発足させ機器共用を始めていた。当初の機器共用は、化学系研究室の共通機器として、各研究室の技官と教官が管理運営を行うユーザー互助組織として発足したが、その後理学部が現在の豊中キャンパスに移転し、2004 年の大学法人化を機に、化学系研究室以外に対

しても支援を広げることとなった。2004 年の法人化時に、技術部に分析機器測定室[1)]が設置され、技術職員をユーザー互助会である分析機器運営委員会に派遣することで機器管理・運営を担う体制が整備された。理学部には機器共用のマインドが、古くから根付いていた。

大阪大学における全学機器共用の歩み

一方、学内における全学機器共用体制の構築はごく最近になってからである。2007 年に、学内共同利用センターであった工作センターを発展的に改組し設立された科学教育機器リノベーションセンターを中心に、全学機器共用が始まった。科学教育機器リノベーションセンターは、研究教育支援室、リユース促進室、共同利用設備室、先端機器開発室の 4 室から成り、2008 年 3 月からはリユース促進室において最初の全学共用機器利用予約システムである「リユース設備・機器利用予約システム」の運用が開始された。2010 年には、全学共用機器の一部が、学外の民間企業や他大学や研究機関による利用（学外利用）にも供されはじめ、学外機器共用が始まった。2011 年には文部科学省 設備サポートセンター整備事業（2011～2013 年））に採択され、全学機器共用を加速するための取組みを実施した。著者が大阪大学理学研究科に技術職員として入職した 2008 年から、理学研究科の NMR 分光装置群についてもリユース設備・機器利用予約システムに登録し、学内機器共用ならびに学外機器共用を開始した。科学教育機器リノベーションセンターは、2014 年に科学機器リノベーション・工作支援センターに改組され、工

作支援室・研究設備リノベーション支援室の 2 室で構成される組織となったが、研究設備リノベーション支援室が「研究設備・機器の有効利用と共同利用のためのリユース」を引き継ぎ、全学機器共用や学外に開いた機器共用が推進された。

このリユース機器を核とした科学機器リノベーション・工作支援センターによる全学機器共用は、同センターを中心に取り纏めた“全学機器共用の新展開に関する提案”が、2017 年に文部科学省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）（以下、新共用事業と略。事業期間 2017～2019 年）に採択されたことを機に、大きく展開・発展した。同新共用事業では、阪大ソリューション方式（単なる部局連携・連合ではなく、部局の枠を越えて同種の分析機器や研究分野ごとにグループ化し、ソリューショングループを形成）を編み出し、3 つのソリューショングループ（化学スペクトロスコピー、ナノ構造量子解析、ライフ・バイオ）の構築を行い、ソリューションごとに取り纏め担当を置き、その取り纏めを中心に更に全学連携を進めた。ソリューショングループ内では、同種の分析機器や研究支援ターゲットを持ち、共通の視点や興味を持てるため、部局の枠を越えた全学での人的連携が進み、それに伴い部局の枠を越えた全学での機器共用や関連する連携が飛躍的に進んだ。加えて従来は部局単位で構築されていた機器利用予約システムの代わりとなる、全学で共通利用可能な研究設備・機器共通予約システム [2)]を導入したことで、全学の共用機器において予約から会計処理までワンストップで行う事が可能になった。理学研究科においても、それまで利用してきた予

約システム（サイボウズ社製 Office 3 の施設予約機能を利用、2001 年にサポート終了）からの同共通予約システムへの移行をいち早く検討し、新共通予約システムの仕様策定段階から統括部局である科学機器リノベーション・工作支援センターと共に、システム構築に深く関与してきた。現在、理学研究科における共用機器利用の予約は、すべて同共通システムを用いている。

加えて 2019 年には、大阪大学を統括機関として大阪市立大学（当時。現大阪公立大学）および奈良工業高等専門学校と共に文部科学省「先端研究基盤共用促進事業 研究機器相互利用ネットワーク導入実証プログラム(SHARE)」（以後 SHARE 事業）に採択された。この SHARE 事業においては、これまでの“学内での機器共用”を越えて、大阪市立大学および奈良工業高等専門学校と共に、“機器共用を介した地域連携”である阪奈機器共用ネットワーク[3]を創立し、大学の垣根を超えた機器共用の地域ネットワークを形成した。これにより、機器共用ネットワークの更なる拡大･充実化が進んだ。

更に 2021 年には、大阪大学は科学機器リノベーション・工作支援センター（当時。現コアファシリティ機構）を中心に、文部科学省先端研究基盤共用促進事業「コアファシリティ構築支援プログラム」に研究 DX による研究支援の強化や研究支援人材の育成、更なる全学機器共用体制の強化をうたい応募を行い採択された。これに呼応し、全学での研究設備・機器の共用化、ならびに研究基盤の強化を、全学的に統括する体制の構築を意図して組織改編が 2023 年 4 月に行われ、学内で研究支援業務を行う 2 つの部局（科

学機器リノベーション・工作支援センターと低温センター）を統合し、またコアファシリティ構築支援プログラムの実施・統括のために設置されたコアファシリティ推進室の機能（データ利活用・DX 化支援部門や研究支援人材育成部門）も取り込み、新たにコアファシリティ機構[4)]が設置された。

大阪大学では、2008 年の科学教育機器リノベーションセンターの設置や、2011 年からの文部科学省設備サポートセンター整備事業に端を発し、全学機器共用が進められてきた。その特徴は、「機器共用や研究支援の中核を担う技術職員が部局単位である（全学組織がない）体制の下に、どのように実効的な全学連携体制を築き、効果的な研究支援体制を実施するか」に尽きると考えられる。これを実現するための方策が、リユース支援や阪大ソリューション方式による部局の枠を越えた全学連携などであり、現実的なアプローチを取ってきた。例えば、全学で画一的に機器の共用化に取り組むのではなく、まずは協力可能な機器や部局を先行させて共用化していき、利用可能な共用機器のラインナップや協力部局を拡大させて、連携によるメリットや利便性の向上等の果実をステークホルダー（研究者・機器担当者・部局・執行部）に実感してもらうと共に、ステークホルダーの意識変革（全てを自分で取り揃えるのではなく、部局や全学での共用を活用していく事や機器を提供する共助の精神）とを並行して実施してきた。特に 2017 年から開始した新共用事業において、阪大ソリューション方式を基本とした全学機器共用のシステムを整備したことで、部局の壁を越えた装置担当者間の連携が進み（機器担当

者合同研修の実施や共用機器の相互利用など)、結果として部局の壁が実質的に低くなり、共用機器やその運用を支援する技術職員を抱える部局と全学統括部局との連携・協力や、他の共用システムやプロジェクトとの連携を組織的に行いやすい体制・環境整備が進んだ。

大阪大学における NMR 装置の全学機器共用の歩み

NMR 装置は、分子の立体構造の解析に必須の分析装置であることもあり、理工系の殆どの部局に設置されている（医歯系には設置されていない)。また共用機器としてだけでなく、研究室が保有・運用する場合もある。豊中キャンパスでは理学研究科・基礎工学研究科、吹田キャンパスでは産業科学研究所・蛋白質研究所・工学研究科・薬学研究科が保有し共用機器として運用している。この他に、研究室管理の NMR 装置も含めると、全学で合計 50 台程度の NMR 装置が運用されている。このうちハイエンドの NMR 装置（共鳴周波数が 700 MHz 以上もしくは超高感度検出器である極低温プローブを装備したもの）や、固体試料測定のための固体 NMR 装置を保有している部局は、蛋白質研究所・理学研究科・産業科学研究所に限られる。これらの部局で所有するハイエンド NMR・固体 NMR 装置は、ほぼ全て共用機器として運用されている。

これまで多くの全学機器共用推進事業を実施したこともあり、NMR 装置に関しては、特に共用化だけでなく、各部局の NMR 装置担当者の学内連携が大きく進んでいる。現在では学内の連携だけでなく、全国的な NMR 共用システムである NMR PLATFORM[5)]

との連携も進んでおり、ハイエンド NMR 装置だけでなく世界最高レベルの NMR 装置群に対しても、それを必要とする研究者が、必要なタイミングで迅速かつ容易にアクセスできる環境が整備されている。

大阪大学において管理・運用に関与してきた共用 NMR 装置群

著者は、2008 年 4 月に大阪大学理学研究科の技術職員として採用され、それ以来、理学研究科の共用 NMR 群の管理・運用を行うだけでなく、全学的な機器共用に深く関与してきた。理学研究科には、新規化合物や有機材料の合成や生物起源物質に関する研究を行う研究グループが多くあることもあり、多種多様の NMR 装置が導入され、研究活動に用いられている。表 1 は、著者がこれまで管理・運用してきた理学研究科共用 NMR

表 1 (a). 著者が大阪大学理学研究科において管理・運用してきた共用 NMR 装置の一覧と運用期間。4 社の分析機器メーカーの合計 16 台の NMR 装置を管理・運用してきた。最大で同時期に 10 台を運用。現在も 10 台を運用中（太字下線）。

メーカー	型番と周波数	運用期間
・Chemagnetics 社	CMX 300	：2008 年～2018 年
・Varian 社	INOVA 600	：2008 年～2010 年
	VNS 600	：2008 年～2024 年度現在
	Mercury 300	：2008 年～2018 年
	VNS 300	：2018 年～2024 年度現在
・JEOL 社	EX 270	：2008 年
	GSX 400	：2008 年～2011 年
	Lambda 500	：2008 年
	ECA 500	：2008 年～2024 年度現在
	ECS 400　2 台	：2011 年～2024 年度現在
	ECA 400	：2011 年～2024 年度現在
	ECZR 500	：2023 年～2024 年度現在
・Bruker 社	AVANCE 700	：2012 年～2019 年
	AVANCE III 400	：2012 年～2024 年度現在
	AVANCE III 600	：2015 年～2024 年度現在
	AVANCE NEO 700	：2019 年～2024 年度現在

装置である。これまで 4 つ分析機器メーカーの NMR 装置 16 台を管理・運用してきた（同じ時期に最大 10 台を運用。現在も 10 台を運用中）。

表 1 (b). 著者が 2008 年に大阪大学理学部に入職してから管理・運用してきた NMR 装置の変遷

入職時		2008	2011	2012	2015	2017	2018	2019	2023
EX270	⇒	Mercury 300	⇒	⇒	⇒	ECS400	⇒	⇒	⇒
CMX300	⇒	⇒	ECA400	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒
CMX300	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒	VNS300	⇒	⇒
GSX400	⇒	⇒	ECS400	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒
				AVANCEⅢ 400	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒
ECA500	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒	ECZR500
Lambda500	⇒	ECA500	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒
INOVA600	⇒	⇒	⇒	廃棄	-	-	-	-	-
VNS600	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒	⇒
					AVANCEⅢ 600	⇒	⇒	⇒	⇒
				AVANCE 700	⇒	⇒	⇒	AVANCE NEO700	⇒

本論文では、端研究や産学連携に効果的に活用するために必要な技術開発や測定・利用支援手法の確立、更には限られた支援スタッフで効率的かつ効果的に管理・運用するための取組み、それらを活かした高度な研究支援や産学連携等をまとめる。

1－3.　TC 論文申請の経緯と目指す構造解析系 TC 像

国立大学法人東京科学大学 TC カレッジ構造解析系 TC コースにおいて、同系のテクニカルコンダクター（TC）の目指すべき在り方として下のように示されている。また、その目標に示された資質を持つ TC を育てるため、一連の高度技術人材育成カリキュラムが提供されている。

構造解析系 TC の目指すべき在り方

化学分析手法の原理を理解し、得られる分析データに基づき物質の構造解析を行うことで、物質科学の広範な研究にコミットする。物質開発で必要とされる機器分析について精通するとともに、最先端研究において各機器の機能を最大限発揮するための最適な手法を選択し、研究者が求める高度な技術や情報を提供する。学際的な研究企画・支援に加わり、物質合成・物性評価の各分担者とも積極的に連携する。次世代技術者の育成と組織マネジメントにも積極的に取り組む

TC カレッジ構造解析系 TC コース申請者である著者は、2006 年 3 月に岡山大学大学院自然科学研究科において修士号（理学）の学位を取得した。2006 年 4 月～2008 年 3 月まで（株）サカタインクスにて、研究職として液体現像剤の研究開発に従事し、2008 年 4 月に現在の職場である大阪大学理学部技術部に入職した。2009 年 3 月には、岡山大学自然科学研究科において「修飾カリックスアレーンおよびシクロデキストリンの包

接機能制御に関する研究」により博士号（理学）の学位を取得した。

現職である大阪大学理学部技術部に入職以降、NMR 装置や ESR 装置による研究支援を主務とし、理学研究科をはじめとする大阪大学の研究者に対して種々の研究支援を行ってきた。また 2019 年 4 月から現在に至るまで、技術部分析機器測定室室長として理学研究科の共用機器全体の管理・運営を行い様々な分野の研究・教育支援を実施している。

著者が実現したい研究支援体制とは、「研究者が必要なタイミングで必要な機器に容易にアクセスでき、必要十分な研究相談や技術支援を受けることで、貴重な研究成果を容易に創出できる環境と仕組み」である。この体勢を構築するには、ソフト面からハード面に至る様々な利用環境を整える必要があった。研究活動に必要な分析機器には多様な種類があるが、まずは著者が関与している NMR 装置を中心に研究支援体制を構築する事にした。この目的の基に、本書にまとめた多種多様な取組を行ってきており、下に示すような、構造解析系 TC コースのテクニカルコンダクター（TC）の資する様々な成果を得てきた。

NMR 装置で得られた測定データを研究に活かすには、多くの場合に構造解析（シグナル帰属）を行う必要があり、また幅広い研究分野に対して、単独で研究支援を行っていくことには限界があり、人的ネットワークを構築し他からのアドバイス・知見等を活用していく必要がある。構造解析系 TC コースでは、NMR 分析を含めた、様々な分析

手法についての知見を広く多く得ることができ、また同様のモチベーションを持って TC コースを受講している他大学の技術職員やメーカー技術者との幅広い人的ネットワークも構築する事が出来た。

このように、NMR 装置を活用した高度な研究支援や産学連携を、これまで以上に展開するために不可欠な知見を獲得し、更にはそれらの展開の大きな助けとなる人的ネットワークを拡大していくことを目的に構造解析コース TC を受講し、今回の TC 論文の申請に至った。

1－4.　本論文の構成

本論文は、次に示す NMR 共用システムと NMR 利用環境の整備や高度 NMR 分析環境の構築に向けた種々の技術的取組み、これらの環境・技術を活用した共用 NMR 装置を用いた種々の分子構造解析による研究支援事例で構成されている。

第1章　緒論
著者が所属している大阪大学理学研究科や大阪大学全体の共用システムの概要を紹介する。また TC 申請の経緯や本論文の構成について記載する。

第2章　NMR を軸とした機器共用システムと NMR 利用環境の整備
著者がこれまで実施してきた機器共用予約システムとデータ・情報共有環境の整備について詳細かつ体系的に纏める。また理学研究科における機器共用制度の整備や共用範囲の拡大について示す。さらに遠隔技術を活用した国内先端 NMR 機器群のリモート利用および国を超えた共用についての取組みについても示す。

第3章　高度 NMR 分析環境の構築に向けた種々の技術的取組み
高度 NMR 分析環境を構築するため、筆者が行ったメーカー仕様外の測定を可能とする検討や特殊環境での測定スキーム開発・リモート技術の導入などについて示す。

第4章　共用 NMR 装置を用いた種々の分子構造解析研究支援
学内外における NMR 専門外の研究者から寄せられた構造解析事例について示す。

第5章　結論と展望
各章のまとめおよび今後の展望について述べる。

第2章 NMR を軸とした機器共用システムと NMR 利用環境の整備

2008 年に大阪大学理学部技術部に入職して以来、著者は共用 NMR 装置による研究支援に従事してきた。著者は「研究者が必要なタイミングで必要な機器に容易にアクセスでき、必要十分な研究相談や技術支援を受けることで、貴重な研究成果を容易に創出できる環境と仕組み」が“理想の機器共用システム”であると考えている。しかし、共用機器による実効的かつ効率的な研究支援を実現するには、単に共用 NMR 装置の利用支援では実現できないことを痛感してきた。そこで著者は、理想の環境ならびに仕組みを整備し実現していく為に、単なる共用 NMR 装置の利用支援や研究相談だけでなく、共用システム自体の整備や利用支援システムの構築を進めてきた。本章では、これまで著者が行ってきた共用システムや利用システムの構築についてまとめる。

良質な機器共用システムを構築していくには、単なる機器の共用に関する整備･改革だけでなく、教員・技術職員・事務職員・学生などステークホルダー全員の“意識改革”も必須である。しかし、多くのステークホルダーが関与する分、加えて「変わることへの無意識の抵抗感」もあり、意識改革は容易ではない。そのため、著者は少しずつ機器共用のメリットを周囲に感じてもらい、その効果を基に制度整備と意識改革を徐々に浸透させていく手法を採った。特に研究者の利用ハードルを下げることで「気軽に先端の共用機器を利用できる環境が、質の高い研究成果が生みだす」との考えのもと、本章で

紹介する様々な取組みを実施した。

2－1.　機器共用予約システムとデータ・情報共有環境の整備

2008 年時点において、理学研究科ではユーザー互助会である分析機器運営員会が管理する計 8 台の NMR 装置（科学研究費補助金（以下、科研費と略）などの外部資金で導入）が共用機器として運用されていた。当時、機器担当者と主要なユーザーである研究科内の研究者で、共用 NMR 装置群に関する各種情報の共有方法は電子メールで行われていた。また、利用によって取得された測定データの流通は、光磁気ディスク（MO）や、データ書き込みが可能なコンパクトディスク（CD—R）などの“メディア媒体”が主流を占めていた。また、会計作業は紙ベースの集計を行っており、年 1 回の会計時には、その集計作業に 2 週間近くの時間を要していた。このように、理学研究科では十分に機器の共用マインドは根付いてはいたものの、共用機器の利用環境や利用支援に関するシステムが脆弱であった。このような状況下で、研究者ユーザーへの共用 NMR 利用環境や利便性向上を目的として、著者は共用 NMR 装置群の紹介ホームページ作成や、FTP サーバーを用いた測定データのネットワーク配信、PHP ベースの依頼受託システム（予約システム）の構築といった、一連の共用 NMR 装置利用促進システム構築を以下のように実施した。

<u>共用 NMR 装置群の紹介ホームページの設置とその展開</u>

2008 年度当初に NMR 用ホームページを構築したが、その目的は NMR の機器仕様や

利用マニュアルの配布・講習会のお知らせ・装置利用状況などの情報を NMR ユーザーへ提供することであった。その後、教員ユーザーからの要望もあり、NMR 装置群以外の共用機器ついても、HP で紹介するなど内容を拡充し再構築を行った（2012 年度）。現在では、学外からの機器利用などが増えたため、当初の目的である理学研究科や学内の共用機器ユーザーへの情報提供から発展させ、理学研究科が運用する共用機器全般（研究室管理の共用機器を含む）に関する情報提供や機器利用といった共用支援サービス全般に関する情報も発信するホームページとなるように、その内容を充実させ更新を実施

図 2. NMR を含めて、理学研究科の共用機器に関する広報や情報提供のために構築したホームページ（HP）。（左）2008 年度に NMR 室として初めて作成した HP、（中央）2012 年度分析機器測定室として作成した HP、（右）2024 年度技術部分析機器測定室として作成した HP

した（2024 年度、図 2）。

測定データのネットワーク経由配信のための FTP データサーバーシステムの構築

理学研究科の全ての NMR 装置において、NMR 測定によって得られた測定データは“インターネットに接続していない”NMR 制御用 PC 内に保存される。この“インターネットに接続されていない PC”から測定データを持ち出すためには、ユーザー自身が持参した USB メモリに測定データをコピーする、あるいは CD-R などの媒体に書き込むなど、NMR ユーザーは、測定データの持ち帰りのために余分に手間を掛ける必要があっ

た。そこで、この持ち帰りの手間を省くため、NMR 制御用 PC 内の測定データを部局内ネットワーク経由で各研究室にあるユーザーの PC へと配信する FTP データサーバーシステムを構築し、ユーザーの測定データ持ち帰りの手間を大幅に削減した。

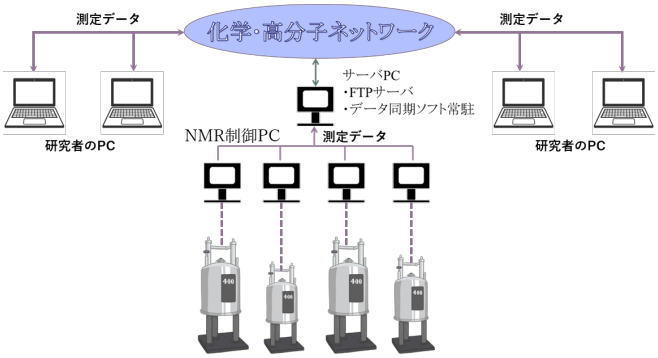


図 3. FTP サーバーを使った NMR 測定データのネットワーク配信システムの概要図

特に、測定直後から研究室にあるユーザーの PC で測定データを取得・確認出来るようにするため、NMR 測定データの NMR 制御用 PC から配信用 FTP データサーバへの吸上げは、ほぼリアルタイムで行う仕様のシステム設計を行った（2008 年度）。システム構築当初は、Windows のサーバー機能を利用して FTP サーバーを構築し、理学研究科内の化学・高分子ネットワークに接続している研究室の PC から同 FTP サーバーにアクセスする方法で構築を行った（図 3、2008 年度に構築）。このデータ配信用 FTP サーバーを利用した測定データのネットワーク配信は、他の共用機器の担当者にも容易に採り入れることができる仕様であったため、理学研究科内の共用質量分析装置や共用電子顕微鏡の測定データのネットワーク配信に活用されることとなった（2012 年度から）。

NMR データサーバについては、他の技術職員により、新たにセキュアで安価な新システムが開発（2015 年度）されたため、現在ではその新システムを採用しているが、質

量分析装置や電子顕微鏡では、現在でも当初構築した Windows ベースのデータサーバを使用している。

“フル”オンライン予約・処理システムの構築

機器利用時間の予約・管理は、著者が入職した 2008 年よりも前に、サイボウズ Office 3 を用いてオンライン化されていたが、機器利用の申請は紙ベースで行われていた。また依頼分析の申込みも紙ベースとなっていたため、機器利用実績や課金計算のための集計作業などは全て“手作業”で行わざるを得ず、共用機器担当者はこれらの重い事務業務の負担のため、機器利用や分析支援に十分な時間を掛けられない状況であった。この状況を改善すべく PHP ベースの依頼受託システムを構築した（図 4）。本システムにより、すべての予約状況を csv ファイルで出力が可能になり、Excel による集計作業の効率化を達成できた。依頼分析については、測定終了などのステータスを表示することが出来るようにしたことで、順番待ちをしているユーザーが自ら、自身の試料に対しての分析

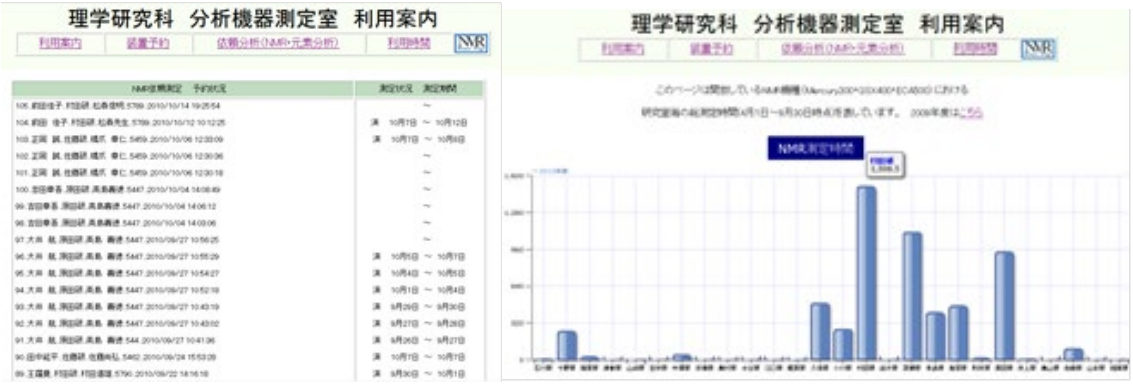


図 4.（左）PHP ベースの依頼分析予約状況、（右）HP 上における研究室毎の NMR 自主分析利用件数状況の棒グラフ表示

開始時期を把握できるようになった。さらに研究室ごとの利用状況を HP で公開できるようになり、これまで翌年度の集計時にしか判明しなかった利用状況についても、機器管理者-研究室ユーザーとで簡単に共有ができるようになった（2008 年度）。

しかし、上記のシステムでの利用状況の更新頻度が月一回であることや、全ての研究室が他研究室の利用状況を閲覧できる等の課題があった。これらの課題については、2017 年度に当時の科学機器リノベーション・工作支援センターと協働開発した全学共通の予約管理システムに、予約管理を移行することで解決された。2017 年度に文部科学省先端研究基盤共用促進事業（新たな共用システムの構築支援）が大阪大学で採択され、当時の科学機器リノベーション・工作支援センター（現コアファシリティ機構）を中心に、全学共通の予約システムを構築することとなった。この全学共通の予約システムの仕様策定のためのワーキンググループ（WG）が設置されたが、理学研究はこの WG に参加し、これまでの予約システム運用の経験を基に、予算責任者ごとにリアルタイムで利用金額が把握できる機能や依頼分析の進捗状況を把握できる機能の追加を提案し、同共通予約管理システムに取り入れられた。理学研究科の共用機器利用予約は、この全学共用予約管理システムに全面的に移行することとし、この全面移行によりこれまでの課題が解消された。また全学共通の予約管理システムと連動させることで、ユーザー管理や予算情報とも紐付ける事ができ、ユーザビリティの向上と管理者の業務量削減を実現できた。

分析機器測定室公式 LINE の開設

広報・情報伝達の強化と多チャンネル化のため、学生ユーザーと機器管理者とが直接つながる分析機器測定室公式ＬＩＮＥを開設した（2022 年度）。これまで、学生も含めたユーザーへの情報伝達は、まずは教員との間で情報共有を行い、教員から教員の研究室に所属する学生に伝達してもらう方法を用いてきた。しかし、教員と共有した情報が、学生まで十分に行き渡っていないと当時雇用していた学生アシスタントオペレーター（特任研究員 S として雇用）のヒアリングから判明したため、機器担当者と学生も含めた、ユーザーと“直接に繋がる”ことができる分析機器測定室公式 LINE を開設した。同公式 LINE では、セミナー情報やテクニカルノートの配信を行うだけでなく、チャット機能を用いて、ユーザーからの装置トラブル報告や分析相談などを行うようにした（図

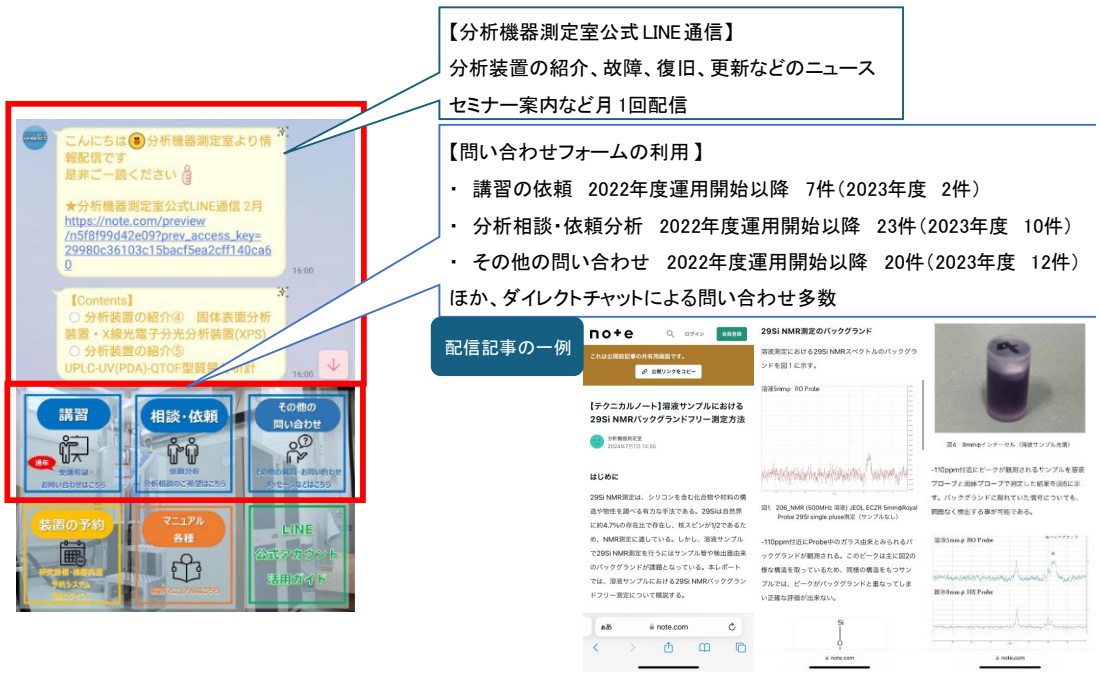


図 5.　分析機器測定室公式 LINE 画面および配信記事の例

5)。これにより、情報共有が非常にスムーズかつ確実に、学生も含めた各ユーザーに届けられるようになった。運用当初は無料配信が月 1,000 通まで可能であったが、月 200 通に仕様変更となり現在では月 1 回の配信という運用に変更した（2024 年 12 月現在の登録者数は 172 名である）。

2－2.　理学研究科における機器共用制度の整備

機器利用への課金･会計制度の整備

理学研究科において、2011 年度まで共用機器の利用料精算は、前年度実績に基づいて翌年度当初に運営費交付金で精算する方式を採っていた。しかし 2004 年に行われた国立大学の法人化以降、各研究室に大学から配分される運営費交付金（校費）が年々減る状況の中、教員から「共用機器の利用は、研究課題に対応した形で行っているので、運営費交付金だけでなく、研究課題に紐付けられた外部資金の予算等も利用して機器利用料の精算を行いたい」との要望が多くもたらされるようになった。

この要望に対応すべく、運営費交付金以外での機器利用料精算について 2011 年度から検討を始めた。科研費をはじめとする外部資金を使って、機器利用料を支払えるようにするために、科研費による民間企業からの物品を購入と同じように、①見積書あるいは料金表、②利用実績等を記載した納品書/請求書等が必要であるが、理学研究科内での機器利用料金の支払いは、運営費交付金でのみ行われていたため、①②の料金表や支払い書類の整備、その発行等について全く行われていなかった。そこで、このような

公的な料金表や規程、書類発行手順の整備のため、2012 年度に理学研究科における共用機器制度を統括する委員会として大型分析機器運営委員会を発足させ、同委員会の位置づけ･責務を公的に位置づける委員会規程を整備した。続いて同委員会によって、理学研究科の共用機器の利用要綱を整備し、利用料金を理学研究科が規定する料金として明確化させた。著者は、委員会規程と利用要項の作成、事務の担当係との調整を行い、研究科の委員会発足や運営に深く携わった。まずは NMR・質量分析・電子顕微鏡・X 線構造解析装置など、高額の維持費を要する装置から、料金規程等の整備を行い、正式に“理学研究科の共用機器”として登録し運用を始め、外部資金での利用料金の支払いを可能とした。現在では、理学研究科技術部が管理している全ての装置は理学研究科の共用機器として登録され、運用を行っている。

これを期に、理学研究科内での共用機器利用に対する利用料精算は、その大半を機器利用が行われた年度内で行うように移行させた。2012～2022 年度は 4 月～12 月末まで

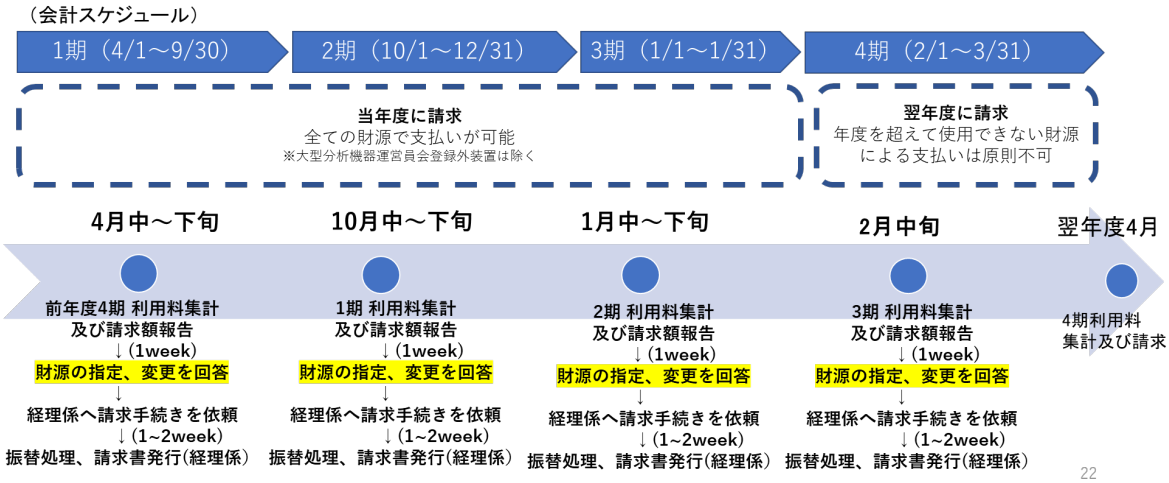


図 6. 現在（2024 年度）の理学研究科内利用における会計スケジュール

の期間について、2023 年度からは、4 月～翌年 1 月末までの利用料を、科研費等の外部資金も含めた当該年度予算で精算し、2･3 月は運営費交付金や寄付金など年度を超えて使用できる財源での支払いのみを可とし、翌年度に請求する形となっている（図 6）。

前述した科学機器リノベーション･工作支援センターを中心に構築を行った全学共通予約・会計システムの導入により、迅速かつ正確な請求金額の確定と料金請求事務作業を行う事が可能となった。この様に共用システムの整備により、年度末に近い機器利用まで外部資金による料金請求が可能となり、ユーザーの利便性向上に繋がっている。

機器利用料の制定基準の整備

機器利用料の制定方法についても整備し、透明かつ公平に設定できるよう算定基準を定め、かつ定期的に見直す方式とした。機器利用料金は、機器の利用状況や維持管理費、長期的な機器整備･維持計画等を総合的に勘案しながら、毎年見直しを行うこととした。機器利用料金は、①理学研究科ユーザーによる利用、②学内の他研究科からのユーザーによる利用、③学外ユーザーによる利用の 3 つの区分とし、それぞれ以下に示すプロセスを経て、機器利用料金として定めることとした。

理学研究科のユーザーが理学研究科で管理･運用する共用機器を利用する場合（①に該当）は、これまでの理学研究科における機器共用の経緯を反映し、理学研究科分析のユーザー互助会という位置づけである分析機器運営委員会（1964 年に設置）において、ユーザーの意見を取り入れながら理学研究科大型分析機器運営委員会（2013 年に設置）

での審議・承認を経て改定を行うこととした。その際、共用機器群の運用・管理に必要な経費等も勘案し原案を決定する。著者が管理している共用 NMR 装置については、性能や利用実績などを考慮した上で、ルーチン測定（主に自主測定）は、比較的安価な利用料となるように設定している。一方、②③に該当する他部局や学外ユーザー向けの利用料金は、どちらの場合においても、科学機器リノベーション・工作支援センター（当時。現在コアファシリティ機構）を通して、機器利用申込や機器利用の日程調整、料金請求等の事務作業を行われるため、①とは異なる方式で利用料金を制定している。まず、理学研究科機器分析測定室において利用料金の原案を策定し、それを科学機器リノベーション・工作支援センターにおける審議に付し、同センターの承認を経て利用料金として定める方式とした。

理学研究科の共用機器利用の大多数（約 94%）は理学研究科ユーザーが占めていることもあり、①に関しては、古くから設置されている“ユーザー互助会”である分析機器運営委員会を、理学研究科の正式な統括委員会に昇格させることが良いと思われた。しかし、この昇格によって、共用機器ユーザーと共用機器統括組織との距離が遠くなり、ユーザーの声を反映させることが難しくなるのではないかーとの懸念があったため、ユーザー組織（分析機器運営委員会）と統括組織（大型分析機器運営委員会）の 2 つを、並走させる形で運営を行うこととした。この並走方式をスタートさせて以来、2024 年時点で 12 年が経過しているが、当初の狙い通りにユーザー教員の意見を取り入れなが

ら、共通機器を管理・運用できてきている。このような積み重ねの結果、理学研究科においては機器共用に対する前向きかつ協力的なマインドを醸成することができ、後述するように、研究室所有の研究設備・機器に関しても、積極的に共用機器として運用協力が得られるようになった。

研究室所有の研究設備・機器の共用化

一般的に共用研究機器は、共用研究設備・機器の整備予算（例えば、概算要求基盤的教育研究設備整備）によって整備されることが多い。しかし、大規模な研究予算（例えば、ムーンショット型研究開発制度・ERATO・NEDO・CREST・WPI・科研費・特別研究等）によっても、採択された研究プロジェクトに用いる前提ながら、共用研究設備・機器として運用可能な高スペックの機器・設備が購入・整備されることがある。このような大規模研究予算によって措置された研究設備・機器に関しても、研究プロジェクトでの利用だけでなく、共用機器化されることが推奨されている。しかし、実情としては、共用化への規程や手続き等が煩雑であり、規程の制約のためオープンな共用機器としての運用が難しいこともあり、開かれた共用設備・機器として運用することは非常に難しい。そのため殆ど場合には「研究プロジェクトのための専用研究設備・機器」として運用されている。しかし、著者が所属する理学研究科においては、古くから「助け合う共用マインド」が息づいており、理学研究科では、独自に機器共用担当の技術職員がサポートに入る形態を制度化し、これらの「研究室の先端研究設備・機器」の共用化を展開

している。

2017 年に開始した新共用事業では、分析機器を効果的に広く活用する観点から、これまで研究室で管理されてきた機器についても共用装置としての登録・運用を開始した。この取組みの中で、利用促進の為の技術スタッフ（特任技術職員や特任研究員 S。特任研究員 S は、TA や RA といったアルバイト雇用とは異なり、大学院生を正式に特任研究員として雇用するときの職名。履歴書に職歴として記載可能）を配置した研究室管理の研究機器も学内外の研究者に利用され、一定の利用件数があることが分かった。そこで、事業終了後においても、研究室管理の研究機器の共用利用促進を継続し、更に展開していくため、理学研究科技術部運営委員会によって技術部共用登録機器利用要項を新たに策定し、理学研究科として研究室管理の研究機器を共用化する新たな規程を整備した。同規定は、研究機器の共用利用や運用に関して経験とノウハウを持つ技術職員が、研究室管理の研究機器の共用機器化やその運用に関する部分を担えるよう、そのバックボーンとなるよう整備した。現在では、この研究室管理機器の共用化制度（技術部共用登録機器）を活用して、利用状況に応じた最適な共用機器運用が出来る体制となっている。具体的には、研究室の入替りによって共用機器の利用件数が大きく増減することに対応して、利用件数や利用研究室数が多くなった場合には、技術部共用登録機器から分析機器運営委員会による管理機器に登録変更し、また逆に共用機器の経年劣化などにより利用件数や利用研究室数が減った場合には、分析機器運営委員会による管理機器から

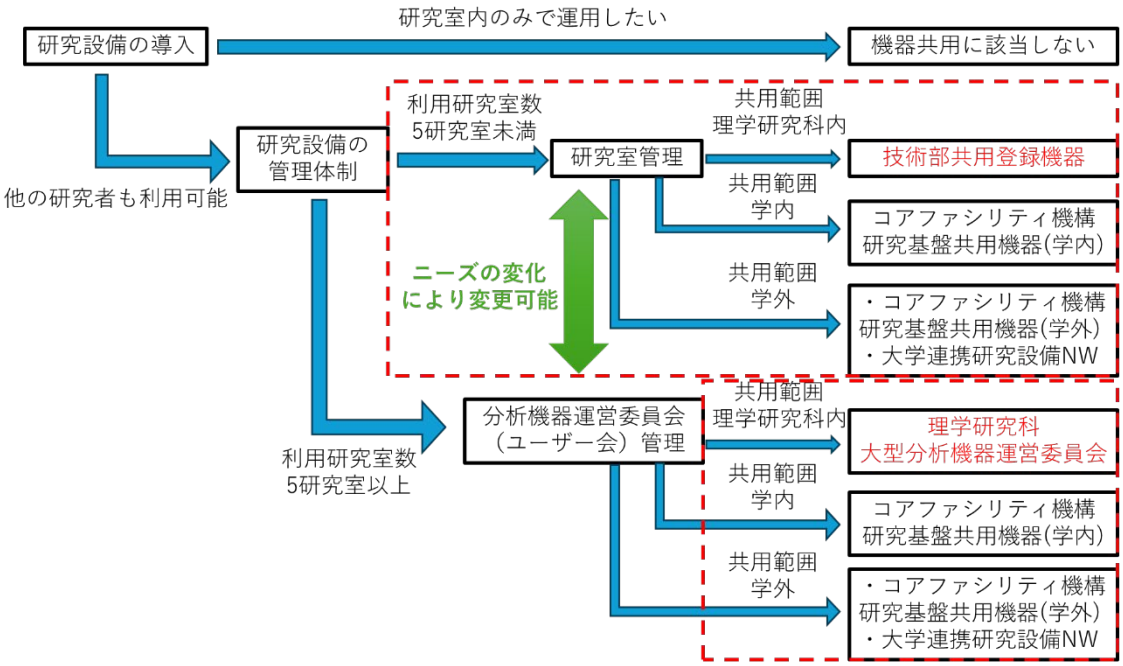


図 7. 大阪大学理学研究科における共用システムのフローチャート
（著者は赤色の範囲について環境整備を行った。）

技術部共用登録機器に登録変更するなど、柔軟に利用状況に対応した共用方式を選択できるようになった（図 7)。一例としては、導入後 10 年以上経過した質量分析を分析機器運営委員会で共用機器として運用していたが、科研費により新規導入した共用質量分析により、古い質量分析の利用は激減し運用コストが上昇していた。そこで研究室に技術部共用登録機器への登録を前提にリユース先を探したところ、3 研究室から申し出があり、協議の上 1 研究室に登録変更することになった。これにより現在も研究室内での通常使いとして 200 試料/月と年に数件の共用利用実績が生まれている。この様に共通性の高い機器共用システムでは運用コストが高くなった機器を研究室管理の共通機器として運用する事で、装置寿命まで高頻度に機器を運用できるシステムを構築した。

この研究室管理研究機器の共用化は、理学研究科の機器共用に対する前向きかつ協力

的なマインドと相まって、表 2 に示すように、その機器数が着実に増加し続けており、取り組みとして根付いてきていると考えられる。加えて、研究室で機器を管理している教員からは、「機器利用を通じた共同研究の種が見つかり良かった」など、単なる機器の共用による互助を超えた好意的な意見も出ている。また、機器利用ユーザーからは「従来の共用機器のラインナップでは無かった機器群を利用出来て便利である」、「GPC などの溶媒を切り替えて利用する機器を、溶媒ごとに複数台共用化する事でカラムの詰まりや切り替え時間が掛からないのはメリットがある」などの好意的な意見が出ている。

共用機器数の増加に伴う継続的な人員の確保として、博士課程学生を特任研究員 S として雇用し、機器担当者の管理・運用補助を行う仕組みについて構築した。

表 2. 大阪大学理学研究科における共用機器数推移

		2014	2015	2016	2017	2018	2019	2020	2021	2022	2023	2024
技術部分析機器測定室管理		29	39	40	40	40	40	49	56	59	68	72
内訳	分析機器運営委員会	29	39	40	40	40	40	39	39	38	37	36
	研究室共用機器	-	-	-	-	-	-	10	17	21	31	36

2－3.　共用範囲の拡大：理学研究科から全学へそして学外へ

著者が着任した 2008 年以前の理学研究科が運用する共用機器（21 台）は、基本的に理学研究科内での利用に限定されていた。これを他部局・他機関の研究者も利用可能とし、真に幅広い研究者にとっての優れた研究支援環境となるよう、学内の他部局や学外機関（民間企業や他大学、他の研究機関）等の研究者が共用機器を利用できるよう、その利用制度の枠組みや利用規程等を以下のように整備していった。

学内における全学共用機器化

大阪大学では、2007 年に従来の工作センターが改組され、全学機器共用の推進母体かつ全学研究支援組織として科学教育機器リノベーションセンターが発足した。同センターのリユース促進室では、部局で管理･運用する共用研究設備･機器を全学共用機器としても活用するため、その枠組みとなる「大阪大学におけるリユースデータベース登録機器の利用に関する要項」を整備し、全学機器共用システムを構築し、全学機器共用を開始した。これに呼応して、理学研究科で管理･運用していた共用 NMR 装置群を、2008 年度から順次同センターのリユースデータベースに登録し、全学共用機器としての運用をスタートさせた。

2010 年度には、リユースデータベースの一部登録機器において学外者（民間企業や他大学の研究者）への機器利用が開始されたことで、理学研究科の NMR についても学外利用の運用を開始した。2011 年度には、本学では科学教育機器リノベーションセンタ

ーを中心に提案を行った文部科学省「設備サポートセンター整備事業」が採択された（事業期間 2011 年～2013 年）。同事業では、大阪大学で始まったばかりの機器共用の取り組みを全学へ更なる展開と浸透を図るだけでなく、学外利用を促進すること、ならびにリユース支援（修理･アップグレード経費の支援）を通した機器共用環境の整備とリユース共用機器の拡充を目指しており、理学研究科も同事業に積極的に関与し、理学研究科の共用機器を同センターの全学共用機器として登録することで、全学共用機器の拡大に協力した。特に理学研究科の共用 NMR 装置群については、これまで理学研究科の教職員･学生を対象として開催してきた NMR 利用講習会を全学向けにも開催し、部局の枠を越えた機器利用の拡大に貢献した。このような全学機器共用の統括部局との密接な協働･協力関係は現在まで継続されており、現在では学内機器共用の中核的拠点の 1 つとしての役割を果たしている。

学外（民間企業･他大学）向けの共用機器利用の展開

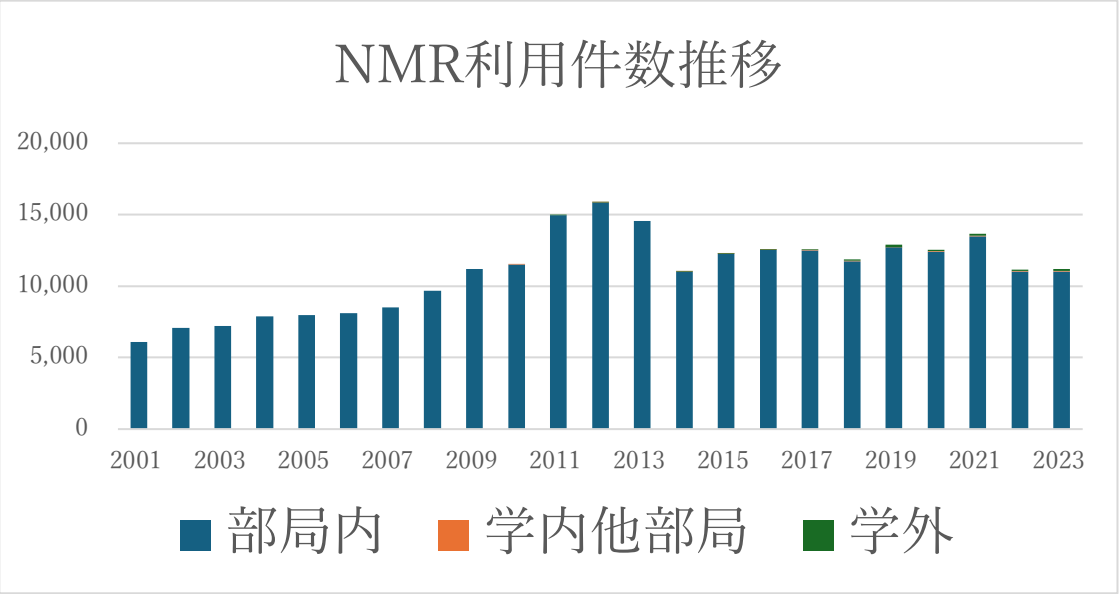
研究設備の全国的な共用利用を進めるために構築されていた化学系研究設備有効活用ネットワークに対して、2007 年より理学研究科の NMR 装置も共用機器として登録を行い同ネットワークへ参画したが、この同ネットワークへの登録を通して、理学研究科の共用 NMR 装置群の学外利用を始めることとなった（2010 年より）。

学外利用を開始した当初には、研究者や事務組織などから様々な懸念が持たれた（例えば、税金を原資として導入された国立大学法人の分析機器を用いて、収益を上げるこ

と、また同業他社となる民間分析サービス提供企業への配慮等について)。しかし、これらの懸念は、民間分析サービス提供企業を含めた幅広い業種の民間企業によって学外利用が行われるという“実績の積み重ね”を通じて、徐々に解消していった。学外利用を始めてから 14 年月経つが、現在では図 8 に示すように、学外利用の件数は学内利用と比較してごく僅かでしかないが、全利用料収入の増加に大きく貢献しており、機器利用料収入の半分を占めるに至っている。この現状からも、機器の共用－特に当初懸念された学外利用は、十分に一般化され、機器共用の大きな柱の 1 つとなっていると言える

図 8 から分かるように、理学研究科内の利用件数はその時点における研究室の研究分野やプロジェクトの有無に依って大きく影響を受ける。それに伴い利用料収入も大きく影響を受ける事が分かった。理学研究科のユーザーによる利用料収入は、著者が入職当時（2008 年）とさほど変わっていない。共用機器の維持費･修理費は、機器導入から年月が経つにつれて、物価の高騰とも相まって、年々増加していく。理学研究科の共用 NMR 群においても共用機器の経年劣化が進み、修理頻度が増加している。また 2008 年度と比較すると物価高影響を反映し修理費単価は約 4 割増加しており、更に NMR 維持に必要な液体ヘリウムについては約 8 割も調達コストが増加している。この様な維持費･修理費のコスト増の環境下やニーズの変化においても理学研究科ユーザーへの利用料単価をほとんど増加させることなく、共用機器 NMR 群の運用が継続できている。これは、学外利用による利用料収入によって維持費･修理費の負担増を賄うことができて

いて、それによって、「研究者にとって研究しやすい環境が維持され構築（維持）されている」と言える。これは、機器共用制度に対して非常に重要な示唆を与えるものであり、著者は「学外利用による利用料収入を活用し、学内の研究者の研究環境を維持する 1 つのビジネスモデル」であるのではないかと考えている。



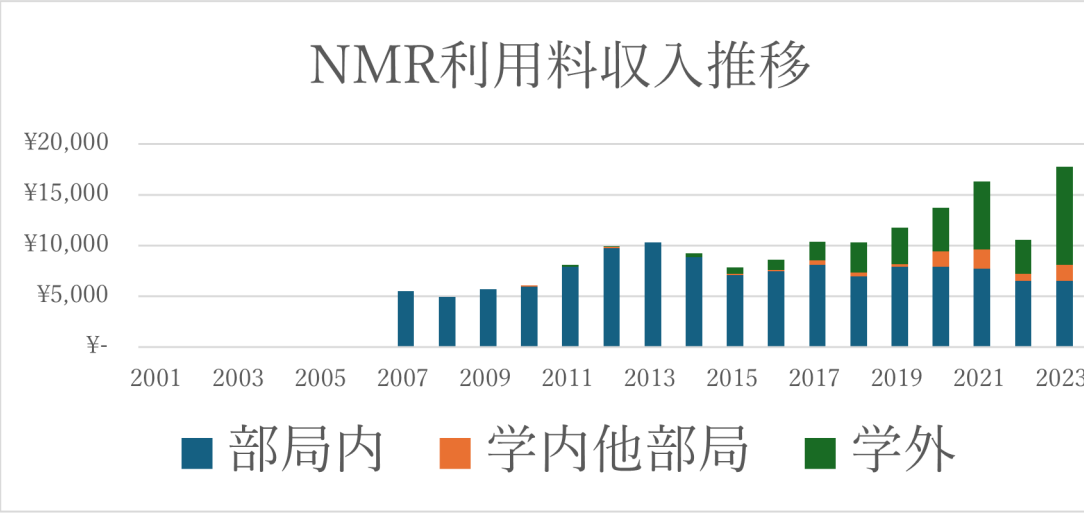


図 8. 理学研究科の共用 NMR 群の年間利用件数と年間利用料収入の推移

学外利用を更に展開させた民間企業との連携･協働

前節で示したように、理学研究科の共用 NMR 群の利用を学外の民間企業等へ 2010 年に開放して以来、この学外利用の枠組みは単に「分析機器を民間企業に利用してもらう」という事を大きく越えて、新たな産学連携の枠組みの 1 つと言って良い程までに展開している。

現在、民間企業から共用 NMR 装置群に対する分析依頼の種別は、大きく次の 4 種類に類別できる。

区分 1：単純な依頼分析：分析機器による依頼測定（データ解析は殆ど行わない）

区分 2：学術相談 [7)]：大阪大学の教職員等が専門的知識に基づいて助言等を実施

区分 3：受託研究 [8)]：企業からの委託を受けて大阪大学の教職員等が研究を実施し、その成果を報告研究テーマにおける委託分析および解析

区分 4：共同研究 [9)]：企業の研究者と大阪大学の教職員等が共通の課題について研究を実施。研究テーマを設定し共同で分析および解析を実施

学外利用への対応を開始した当初は、ほとんどが区分 1 の単純な依頼分析（分析を依頼された試料を測定し、その結果をそのまま依頼元に提供するだけ。特に測定データの解析や解釈等は行わない）が主であった。しかし、単純な依頼分析を繰り返すうちに分析依頼元である民間企業の研究者から「製造ラインに不具合が発生したが何が原因か知りたい。新規物質を発見したがどのような化合物か調べたい。」などといった概要的な相談を受けるようになった。そのようなやり取りを積み重ねていくうちに、2012 年ごろより測定データの解釈や解析まで含めた依頼分析対応を行うに至った。簡単な測定デ

ータ解析や解釈は区分 1 の「単純な依頼分析」で対応するものの、測定データの解析や解釈に重きを置いた場合には、学外利用（依頼分析）では対応せず、本学の公式な産学連携の枠組みである学術相談契約を分析依頼元と締結し、依頼分析を行うことにした（2019 年頃より）。学術相談は、2017 年より創設された制度であり従来の本学－民間企業との共同研究契約や受託研究契約に比べて、年間の経費契約額として最高 200 万円という制限があるものの、民間企業との締結が迅速かつ簡単にできるというメリットがある。そのため、単純な依頼分析を越える分析や解析、データ解釈等が必要な場合には、この学術相談契約を依頼元の民間企業と締結した上で依頼分析対応を行った。2017 年以前では、測定データの解析や解釈を伴った産学連携は、受託研究や共同研究で実施してきた。その場合には、学内の研究者と共により緊密に依頼分析やそれに対応する測定データの解析･解釈、それを基にした研究相談まで対応する形とした。表 3 は、2018 年度～2023 年度の 5 年間における、区分 1 での学外利用である。表 4 は、2012～2025 の 13 年間における、区分 2～4 での民間企業等からの学外利用である。学内の研究者に対する様々な研究支援の経験を活かすことで、外部の民間企業に対して単なる分析機器の

表 3. 2019 年度～2023 年度における区分 1 における学外利用

利用企業分類	機関数	利用件数	利用金額
民間企業	31 機関	536 件	24,183,551 円
大学等研究機関	13 機関	68 件	4,044,249 円

利用に収まらない、産学連携が進展していることが分かる。なお、民間企業との機器共用を介した産学連携の好事例に関しては、4章において一部を紹介する。

表 4. 2012 年～2025 年における区分 2～4 における産学連携契約実績

産学連携の種類	企業分類	産学連携期間	テーマ
学術相談	化学メーカー	2024 年～2025 年	未知物質同定技術に関する相談
学術相談	低温機器メーカー	2020 年～2025 年	NMR 周辺機器の作成と評価に関する相談
学術相談	電機メーカー	2019 年～2020 年	卓上型マルチディスペンサ開発に関する相談
受託研究	NPO	2017 年～2018 年	ガラス試料の分析
共同研究	化学メーカー	2016 年～2025 年	分析機器を活用したフッ素樹脂の構造解析
共同研究	NMR 周辺機器メーカー	2015 年～2020 年	機器分析技術の開発
共同研究	分析サービス会社	2012 年～2025 年	固体材料の構造解析に関する研究

2－4.　遠隔操作技術の活用による先端 NMR 機器のリモート共有と利用拡大、そしてボーダレス化

理学研究科の共用 NMR 装置 10 台は、離れた 3 か所のエリアにある 7 部屋に設置されている。そのため複数の NMR 装置を用いて依頼分析を行う際には、測定を行う NMR 機器管理者の物理的な移動が非常に大きな負担となっていた。この負担を軽減するため、2012 年に 600MHz NMR 装置に対して Virtual Network Computing（VNC）ソフトウェアを用いた NMR リモート操作システムを導入し、イントラネットワーク内（理学研究科の高分子･化学系ネットワーク内）にある居室からの NMR 装置の遠隔操作を可能とした。その後、2019 年度から開始した「先端研究基盤共用促進事業（研究機器相互利用ネットワーク導入実証プログラム（SHARE））」において、機関を超えたリモート操作の手法についても検討を行った。その結果、Zoom 等のオンライン会議システムとリモートソフトウェアの併用や、キーボード･ビデオ･マウスを遠隔操作する KVM ユニットを使うことで、特に詳しいネットワーク知識が無くとも、NMR のリモート操作が可能であることが分かった。この後、2020 年頃から新型コロナウィルス感染症のパンデミックとなり、ロックダウンによって人の移動や対面が大きく制限されることとなり、我々が確立した NMR 遠隔操作の手法は、多くの機関においても活用されることとなり、以下に示すように、NMR のリモート測定や NMR リモートシェアリングとして全国的に利用拡大していった。

遠隔操作技術を用いた日本電子株式会社が運用するハイエンド NMR 装置群のリモート測定の先行取組（2020 年）

2020 年から 2022 年にかけて、新型コロナウィルス感染症の世界的なパンデミックが発生した。その影響は日々の生活様式だけでなく、研究の方法や実施にも大きな影響を与えた。日本も例外ではなく、同感染症の蔓延を防ぐため不要不急の外出の自粛、「3 つの密」を避けるなどの社会的ロックダウンが実施された。その影響は大学にとっても甚大で、研究の場である大学の研究室への通勤･通学が不可となるだけでなく、大学の研究室に通学･通勤できたとしても分析機器が集約され研究者が集まる分析室に滞在しての測定･分析作業が制限される等、研究の遂行が極めて困難となった。

このような状況の下に、研究活動を継続･実施するための 1 つの方策として、分析装置の遠隔操作が大きな注目を集め、その活用が進んだ。文部科学省においても、それらを後押しするため、令和 2 年度第二次補正予算 先端研究設備整備補助事業（研究活動再開等のための研究設備の遠隔化・自動化による環境整備）や令和 2 年度第三次補正予算 先端研究設備整備補助事業（研究施設・設備・機器のリモート化・スマート化）の支援策が実施された。

本学においては、この新型コロナウィルス感染症禍に先立って、先端研究設備の遠隔利用を有効活用し，機器の設置場所に捕らわれない先端研究設備･機器の利用拡大を進めてきていた。例えば、本学が大阪市立大学（当時、現大阪公立大学）と奈良工業高等

専門学校と共に、“阪奈機器共用ネットワーク”として採択された 2019 年度「先端研究基盤共用促進事業（研究機器相互利用ネットワーク導入実証プログラム（SHARE））」において、リモート測定技術を用いた日本電子株式会社（以下、JEOL 社と略）が所有するハイエンド NMR 装置群（13C 用 Ultra Cool プローブ付き 800 MHz NMR と多核用 Super Cool プローブ 600 MHz NMR）の活用試験を、著者を中心に進めた。同取組では、同ネットワーク内で所有する NMR 装置群では十分に対応できない試料の測定を、JEOL 社のハイエンド NMR 装置群を使った遠隔測定（Team Viewer を利用して接続）で実現する試みを進めた。本取り組みは、新型コロナウィルス感染症の蔓延に対する時宜を得た先進事例として注目を集め、日刊工業新聞において、「ＮＭＲを遠隔で共用 阪大が仕組み確立、分析データの安全確保」として取り上げられた（2020 年、https://www.nikkan.co.jp/spaces/view/0056190）。

実際に、阪奈機器共用ネットワークが所有する NMR 装置では感度不足のため長時間測定を行っても検出が困難な試料の ^{13}CNMR スペクトル測定を、JEOL 社のハイエンド NMR 装置（クライオプローブ付き 800 MHz）を用いることで、同程度の測定時間で検出する事ができることを示し、高性能 NMR 装置のリモート利用の有効性を示すことができた（図 9）。

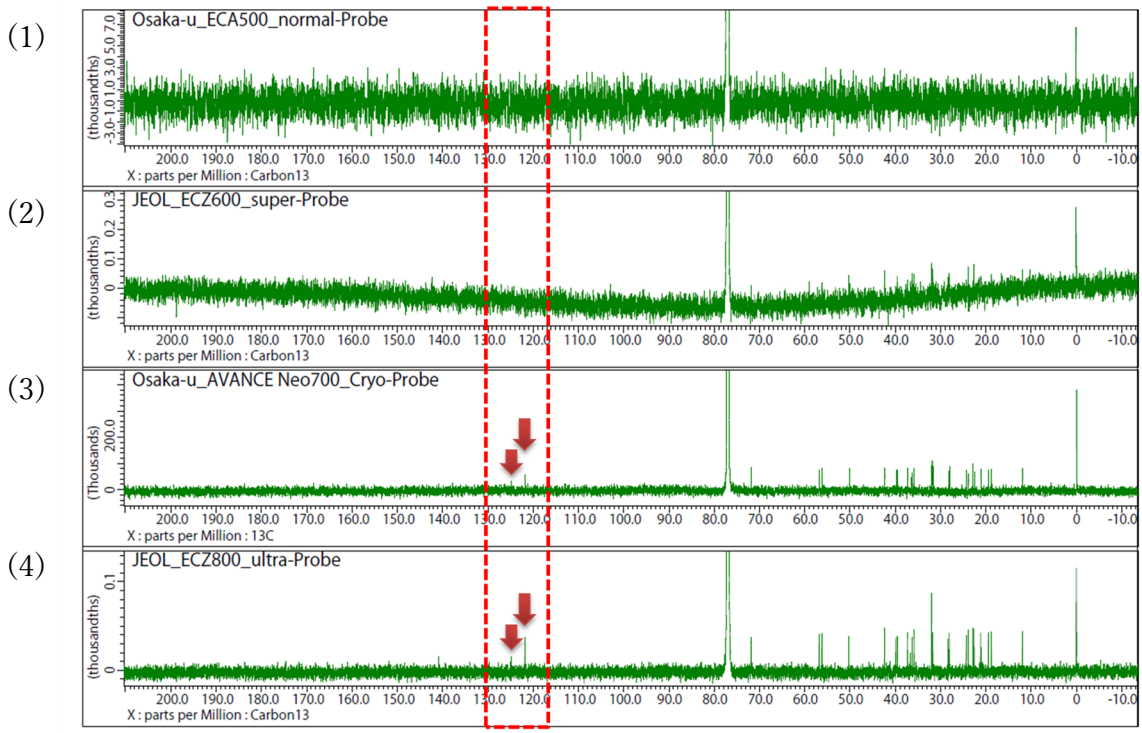


図 9. 本学 NMR 装置ならびに JEOL 社ハイエンド NMR 装置で測定した 1 mM cholesterol 13C-NMR スペクトルの例。(1)大阪大学 ECA500 室温プローブ、(2)JEOL 社 ECZ600 Super Cool プローブ、(3)大阪大学 AVANCE700 Cryo プローブ、(4)JEOL 社 ECZ800 Ultra Cool プローブ。125 ppm、122 ppm 付近のピークが（4）JEOL 社ハイエンド NMR 装置では、ノイズと明確に分別できており、構造解析に利用可能である。

理学研究科共用 NMR 装置群の遠隔・自動測定化（2020 年～）

JEOL 社のハイエンド NMR 装置の遠隔利用の取組を進めるのと同時に、平行して著者が機器担当者として管理・運用する理学研究科共用 NMR 装置群に対して、遠隔測定対応・自動測定対応を進め、研究者の利便性向上や測定の効率化やマシンタイムの有効活用を図った。

従来からの利用者である学内研究者の利便性･データの漏洩防止、学外からの遠隔利用の両方を 1 つの NMR 装置で実施できるようにするため､遠隔操作の手法として KVM

over IP、あるいは TeamViewer を用いた手法などを検討した。また、遠隔測定のメリットを十分に活かすため、遠隔操作での試料交換を可能にするオートサンプルチェンジャーを、装置導入時（2012 年度）や後付けとして、全学共用を統括する科学機器リノベーション・工作支援センター（当時）からのリユース支援経費や令和２年度第二次補正予算 先端研究設備整備補助事業（研究活動再開等のための研究設備の遠隔化・自動化による環境整備）などを活用し整備した。その結果、これまでの導入分も含め NMR 装置 10 台中、溶液 NMR 装置 6 台すべてにオートサンプルチェンジャーを整備した。これにより、日常的なルーチン測定で利用している 400MHz や 500MHz の NMR 装置に関しては、学生ユーザーや機器管理者が不在のため機器が利用されておらず、空きマインタイムであった「夜間～早朝にかけて」や「休日・祝日」などの時間帯も有効活用できるようになり、実質的なマシンタイムの増加やマシンタイムの有効活用に繋がった。また、装置トラブル発生時には、機器管理者が現場にいない場合でもリモートで復旧させることが可能になり、ユーザーの利便性が向上した。

リモート測定を活用した他機関の最先端 NMR 装置利用による先端研究推進支援

本学においては、契機となった新型コロナウィルス禍よりも前から先駆けて、NMR 装置群の測定自動化や遠隔利用環境の整備が先行的に進めてきたが、近年では本学以外の機関についても、NMR 装置のリモートオペレーション環境が整ってきている。このリモートオペレーション環境を活用すれば、全国の研究機関が有する先端 NMR 装置を、

サンプルを輸送するだけで、遠隔測定で手軽に活用できる“先端 NMR 装置のリモートシェアリング”が可能となる。このような先端 NMR 装置のリモートシェアリングによって、研究者は所属する研究機関が持っていない先端研究設備・機器も研究活動に活用できるようになり、先端研究の推進において大きな助けになる。そこで理学研究科の研究者が他機関の先端 NMR 装置を利用し、自身の先端研究推進を促進すること目的として、以下の“先端 NMR 装置のリモートシェアリング”の取組みを行った。

1. NMR プラットフォームの超高磁場 NMR 装置群のリモート利用

NMR プラットフォームは、日本国内の最先端 NMR 装置を所有・運用する研究機関が、「産学官が共用可能な先端的 NMR 研究基盤のネットワークを基盤として、先端人材が育んだ技術・知恵・職人芸（暗黙知）を形式知化し、先端機器とあわせて有機的に連携させ、様々な地域・分野の課題解決を提供する研究基盤を全国的に展開することにより、我が国全域の研究開発の促進・イノベーション創出に貢献する体制を構築する」ことを目的に設立した研究基盤ネットワークである。文部科学省先端研究基盤共用促進事業（共用プラットフォーム形成支援プログラム）に採択された理化学研究所を中心として 4 機関によって発足した NMR 共有プラットフォームに端を発し、2021 年度には第 2 期として「文部科学省先端研究基盤共用促進事業先端研究設備プラットフォームプログラム」に採択され、8 機関による NMR プラットフォームとして継続している（https://www.jst.go.jp/shincho/program/index.html）。NMR プラットフォームでは、大学に

おいて一般的に共用機器として運用されている 300～600 MHz の NMR 装置よりも高性能な、700 MHz から 950 MHz という超高磁場 NMR 装置群を中心に共用化されている。これらの超高磁場 NMR 装置群は、先端物質研究を進める上で非常に魅力的かつ非常に有益な分析装置である。そこでこの超高磁場 NMR 装置群を、全国の NMR 装置担当技術職員の連携体である「NMR 担当技術職員ネットワーク（NMR Club）」（33 大学より 66 名の技術職員が参加）によって活用できるようにするための試行取組を行った。

NMR プラットフォームでは、2021 年度から超高磁場 NMR 装置群の利用枠の 1 つとして「連携・人材育成利用枠」が新設された。著者はこの利用枠に対して、NMR Club のメンバーと共に「NMR 担当技術職員ネットワーク（NMR Club）における高磁場 NMR 遠隔利用環境の構築」という課題を申請し採択された。各大学で共用機器として運用さ

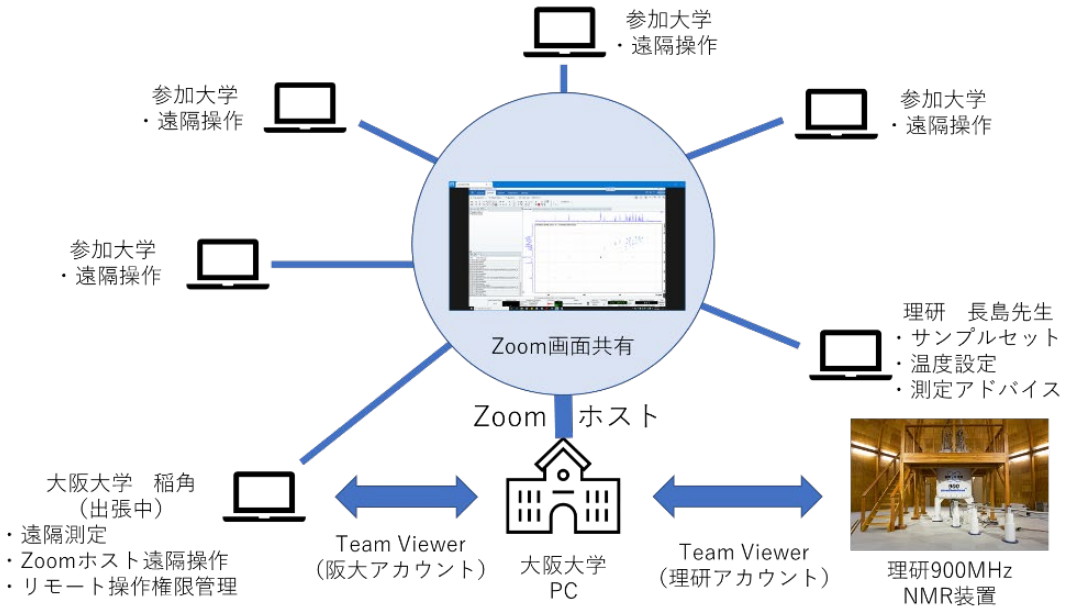


図 10. NMR PLATFORM におけるリモートオペレーションの概要図

れる NMR は、300MHz～600MHz クラスが一般的である。一方、NMR プラットフォームでは日本に数台しか導入されていない 900 MHz や 950 MHz といった超高磁場 NMR が利用可能である。そこで、この「連携・人材育成利用枠」を用いた取組みでは、NMR Club のメンバーを中心に全国の大学機関が、NMR プラットフォームの 600MHz 以上の超高磁場 NMR 装置群をリモートシェアリングし、各大学の研究者が進める先端研究の推進支援に活用することを目指した（図 10)。加えて、各大学において共用 NMR 装置の管理・運用・測定支援などを担当する技術職員が、これらの最高性能の NMR 装置群の利用の経験を積み、各大学の研究者の研究支援に NMR プラットフォームの超高磁場 NMR 装置群を簡便に活用できるようになるなど、超高磁場 NMR 装置群に利用に関する様々なハードルを下げることも目的の 1 つとした。

NMR のリモート測定において最大の課題は、「試料をどのように安全に NMR 装置が設置された拠点に送るか」であった。そこで、本取組みにおいて安全に輸送する手法に関して様々な手法を、NMR Club ならびに本採択課題参加メンバーと共に検討した。検討ならびに試行の結果、著者は保温性能のある輸送箱の中にウレタン性クッション材を敷き詰めて、安全性を確保する手法を採用した。万が一試料管破損などが起こった場合に備えて 10 ㎜ φ の NMR 試料管に中に 5 ㎜ φ の試料管を内包させることにした(図

図 11. サンプル輸送ボックス

11)。また試料の送付を受け付ける NMR プラットフォーム側の拠点担当者が、複数の配送業者を使うと手間が掛かる為、本プロジェクト時においては、同一の配送業者を利用することを取り決めた。表 5 に 2022～2023 年度における連携・人材育成課題における利用実績を示す。赤字の案件は、連携・人材育成課題で利用した後、先端研究課題に発展した例である。著者も、この試行取組を機に、大阪大学理学研究科 深瀬浩一教授の研究テーマ「複雑構造を有する糖質関連化合物の構造解析」に関して、NMR プラットフォームの超高磁場 NMR 装置を活用した先端研究支援に発展している（実施機関：2023 年 11 月 ～ 2025 年 10 月）。

表 5. 連携・人材育成課題における実施詳細

利用	開催日程	測定サンプル	サンプル提供機関
第 1 回遠隔利用 （理化学研究所）	2022 年　8 月	天然合成化合物	大阪大学
第 2 回遠隔利用 （理化学研究所）	2022 年　9 月	合成化合物 コメ由来の酵素 水溶性ポリマー 糖鎖 多糖類	東北大学 名古屋大学 名古屋工業大学 大阪大学 鳥取大学
第 3 回遠隔利用 （理化学研究所）	2023 年　2 月	微生物合成物 高分子サンプル 高分子サンプル	北海道大学 名古屋工業大学 大阪大学
第 4 回遠隔利用 （大阪大学蛋白研）	2023 年　7 月	土壌溶液	東北大学
第 5 回遠隔利用 （理化学研究所）	2023 年　7 月	生物合成試料 合成化合物	北海道大学 大阪大学
第 6 回遠隔利用 （理化学研究所）	2023 年 11 月	植物由来の糖脂質	鳥取大学
第 7 回遠隔利用 （理化学研究所）	2024 年　2 月	抗菌活性物質	名古屋大学

2. 特色ある共用 NMR 装置の相互リモートシェアリング（2022 年～）

それぞれの大学・研究機関において、それぞれ特色あるオプションや仕様を持つ共用 NMR 装置が運用されている。これらの“特色ある共用 NMR 装置”に関しても、既に述べたように、近年では遠隔操作による測定が可能となっている。これらの特色ある共用 NMR 装置群を、単独の大学・研究機関で網羅的に所有・運用することは難しい。そこで相互リモートシェアリングを活用することで、NMR 装置による分析機能や分析範囲の拡大し、研究支援の範囲を拡大し研究力強化を図ることが可能なる。そこで、所属大学では所有していない特色ある NMR 装置の補完すること、また所有 NMR 装置の故障時のバックアップを確保することを目的に、遠隔操作技術を活用した全国の大学や研究機関と協力して相互リモートシェアリングの取組みを進めた。

図 12 に示すように、本学では対応が難しい試料形態を測定可能であり、本学では所有していない特殊な検出器を持つ NMR 装置を持つ複数の大学や研究機関と連携している。このような特徴ある NMR 装置群について、遠隔操作技術を活用してリモートシェアリングを行う体制を構築し、学内の研究者からもたらされる特殊な形態の試料の測定や、特殊な測定法による研究支援や学外利用者対応を実施している（図 12）。これまでの測定例としては、東北大学工学研究科とでフッ素樹脂解析を行うための高速 MAS プローブ（高速 MAS プローブを用いることでサンプルピークとスピニングサイドバンドの重複が解消されフッ素樹脂などの測定で活用）を利用、群馬大学とは高分子材料の緩

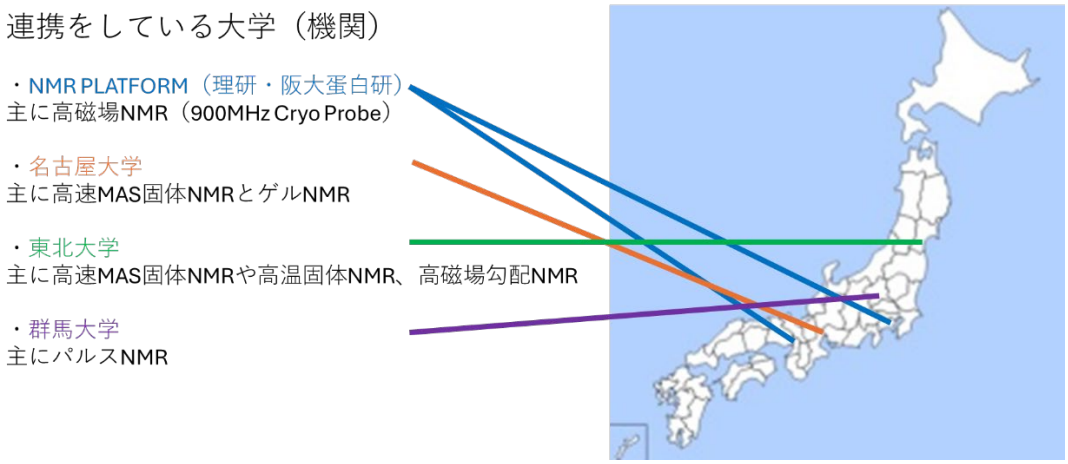


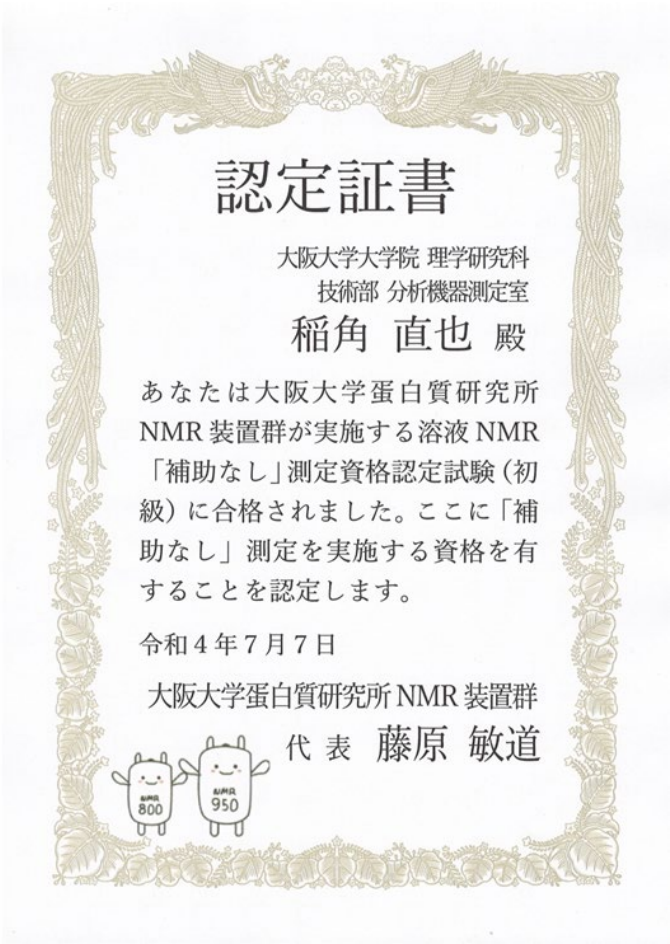
図 12. 本学理学研究科を中心にリモートシェアリングで連携する大学・研究機関と、利用可能となった NMR 装置群

和時間測定を行うパルス NMR 装置（時間領域 NMR とも呼ばれ高分子サンプルによる緩和時間測定で活用）の利用などを、リモート測定技術を活用して実施した。

また、故障しているプローブの利用が必要な外部分析相談があり、本学では対応できなかったため、著者が名古屋大学の機器をリモート測定する形で外部分析支援を行った。東北大学の NMR 担当技術職員からは、実施経験のない溶液 NMR 測定方法について相談があり、本学で著者らによって測定条件検討を行い、加えてリモート測定を利用して東北大学の担当技術職員に対して東北大学の NMR 装置を用いて測定方法の講習を行った。

リモートシェアリング（遠隔操作を活用した広い機器共用）では、基本的に利用者が遠隔で NMR 装置を操作する。遠隔ではあるものの、NMR 装置の操作・オペレーションを許可することになるため、NMR 装置管理・運用者にとっては、装置の故障や不調に繋がる乱暴な操作等を未然に防ぐため、遠隔利用者の NMR 装置に関する理解度や測

定スキルの確認が必須となる。そのため遠隔での直接オペレーションを許可するかどうか測定スキル認定制度が設けられている機関もある。この測定スキル認定制度は全国共通ではなく、各大学・機関毎に、それぞれ異なる運用形態や運用ルールを反映して、異なる認定制度が設けられている。著者は、各機関で実地測定を行い、機関ごとに利用認定を受けることでこの問題を解決し、遠隔操作での NMR 装置の利用・自主測定を可能とした（図 13）。


認定証書

大阪大学大学院 理学研究科
技術部 分析機器測定室
稲角 直也 殿

あなたは大阪大学蛋白質研究所NMR装置群が実施する溶液NMR「補助なし」測定資格認定試験（初級）に合格されました。ここに「補助なし」測定を実施する資格を有することを認定します。

令和４年７月７日

大阪大学蛋白質研究所NMR装置群
代表 藤原 敏道

図 13. 全国的な特徴ある NMR 装置のリモートシェアリング連携（遠隔操作による NMR 測定）を実現するために行った、NMR 装置の遠隔利用認定の例（大阪大学蛋白質研究所補助なし測定資格認定証）

遠隔操作を活用し共用機器を介した国際交流への展開

著者が所属する大阪大学理学研究科では、2021 年に共用 NMR 装置だけでなく、共用 X 線回折装置や共鳴電子スピン測定装置（ESR）に関してもリモート測定の環境が整備された。これらのリモート測定対応の共用機器装置群を利用し、海外の連携大学など、遠隔地から理学研究科の共用機器群による測定・分析をリモートで行う測定・実験デモンストレーションやリモートでの機器操作・分析実習を、国際交流イベントの一環としてオンラインで実施した。

2021 年当時は、新型コロナウィルス感染症の世界的なパンデミックのため、海外渡航は大きく制限され、国際交流は困難を極めていた。そこで海外渡航や往来なしでも海外の研究者との交流を図るために、リモート測定技術を活用したオンラインでの先端共用分析機器の測定・分析デモンストレーションや、リモートでの機器操作・分析実習を国際交流に活用することにした。

2021 年 3〜4 月に実施した第 1 回目は、NMR 装置と X 線回折装置についてフィリピン共和国のデ・ラサール大学(DLSU)をはじめとして、インドネシア共和国のバンドン工科大学(ITB)やタイ王国の大学研究者や学生を対象とした OU×DLSU グローバルリモート測定交流会を開催した（図 14、参加者は延べ 223 名）。参加者の中には、大阪大学理学研究科英語コースである統合理学特別コース(SISC)で博士号を取得し、母国で大学教

員として活躍する卒業生も含まれており、後述する国際大学連携の取組のきっかけとなった。

さらに、本学理学研究科が実施している海外大学の学生を対象とした研究インターンシップ（International Summer Program(ISP)2021）[10] においても、共用 NMR 装置と共用 X 線構造解析装置を使ったリモート測定・分析の紹介ならびに体験会を、Zoom と YouTube をつかったライブ配信によって実施した。参加者は、主にインド共和国やパキスタン・イスラム共和国、フィリピン共和国といった東南アジア諸国を中心に、各国の大学の理工系学部に所属する学部生や大学院生であった。NMR 装置に関する参加者は、Zoom で 251 名、YouTube ライブ配信での最大視聴者数 210 人、YouTube 再生回数 2,208 回であった。一方、X 線構造解析装置に関しては、Zoom で 172 名、YouTube ライブ配信で最大視聴者数 130 人、YouTube 再生回数 1,000 回と、どちらも機器でも大盛況であった。

上に示したように、遠隔操作技術を活用した共用機器のリモート利用は、新型コロナウィルス渦により海外渡航が困難であり、ロックダウンにより大学研究室において通常の研究活動ができない状況であっても、大きく活用できることが示された。それに加えて、本取り組みによって、先端研究設備・機器による測定・分析のデモンストレーションを通して、研究教育に関する国際交流の 1 つの手法としても大いに活用できることが示され、現在においても継続的に国際的な研究教育交流に活用している。

図 14. 東南アジアの大学向けに実施した、大阪大学理学研究科の先端研究設備・機器を遠隔操作するなどリモートオペレーション実習の様子（2021 年に実施したリモート測定交流会及び 2022 年に実施した ISP2021）

共用研究機器の遠隔操作を活用した国際連携研究への展開

遠隔での先端共用研究設備・機器の測定・分析講習などが、国際交流イベントに十分に活用できることが分かったが、この国際的な遠隔操作を単発的なイベント利用に留めず、国際共同研究のツールとしてより一層発展させて活用するため、研究サンプルの遠隔測定も試行した。

デ・ラサール大学（DLSU、フィリピン共和国）から、本学へ研究サンプルを郵送し、理学研究科の共用 NMR 装置で測定するなどの取組みを実施した。この取組を加速・展開するため、2022 年度より本学理学研究科化学専攻と DLSU 理学部化学科とが、フィリピン現地で主催する国際交流ワークショップに共用機器を管理している技術職員も同行し、本学理学研究科の先端共用機器（NMR 装置や電子顕微鏡など）に関連させながら、本学の充実した研究基盤や研究設備・機器の紹介や、NMR 装置を現地からリモ

ート操作し測定・分析する実演を行った。更に現地学生の教育と研究力の向上を目的として、大学の教員や技術職員ならびにメーカーの技術者の連携による NMR 講習や実習も実施した（図 15、図 16）。

本学理学研究科の教員が NMR の原理に関する授業を実施し、同行する技術職員が実際に DLSU の NMR 装置を使っての実習やリモートでの本学理学研究科の NMR 装置のリモート利用等の実演を行った。測定後のデータ解析については、同じく同行する機器メーカーの技術者が講義を行い、国際的な研究交流と人材育成を産学協働で推進した。これらの DSLU との協働取組みは、本学理学研究科で博士号を取得した DLSU の化学系教職員と本学教職員とが一丸となって企画・運営しており、最近では化学系だけでなく数学系や宇宙地球系といった他の分野や、他大学の研究者も参加するなど広がりを増

図 15. フィリピン デ･ラサール大学（DLSU）で実施した本学理学研究科と同大学との国際交流ワークショップの様子（2024 年 3 月に実施）

すなど、DSLU との連携は着実に深化している。それに呼応して、DSLU の学生が本学理学研究科博士課程に進学する動きも見られるようになっている。

De La Salle University – Osaka University Research Exchange and NMR Workshop

Date and Venue	Time	Activity
March 11, 2024 (Monday)	TBA	Arrival of Prof. Murata, Prof. Kajihara, Dr. Todokoro, Dr. Inazumi *need to arrange for their transfer to WH Taft Residences*
March 12, 2024 (Tuesday)	TBA	Arrival of Prof. Kubo and Prof. Funahashi *need to arrange for their transfer to WH Taft Residences*
March 12, 2024 (Tuesday)	0730	Travel to CIF *arrange van whole day
(c/o CIF)	0900	Short Welcome Remarks/Opening of Workshop c/o Dr. Camacho
	0910 - 1600	*NMR Workshop Proper* *First part: Lectures/Seminar* *Second Part: Hands-on*
	1300- 1600	*SEM Workshop Proper* *First part: Lectures/Seminar* *Second Part: Hands-on*
	1600	*Return to Taft*
March 13, 2024 (Wednesday)	~0800 - 0830	Courtesy call to Dr. Roleda / Dr. Tan / Dr. Flores
	0850 – 0900	National Anthem

(Yuchengco Bldg)		Opening Prayer
		Welcome Remarks (Dr. Flores and/or Dr. Guidote)
	0900 – 0930	Instroduction of Analytical Instruments in OU (Prof. Funahashi and others)
	0930 – 1045 (*incl. 5-10 min questions*)	NMR Lecture/Seminar by OU (Prof. Murata)
	1045 – 1200 (*incl. 5-10 min questions*)	NMR Lecture/Seminar by OU (Prof. Kajihara)
	1200 - 1330	Lunch
	1330 – 1400 (*incl. 5-10 min questions*)	Introduction of Osaka University and the SISC Prof. Yasuhiro Funahashi and/or Prof. Kubo
	1400 – 1500 (*incl. 5-10 min questions*)	OU Lecture 1 (Prof. Kubo)
	1500 – 1545 (*incl. 5-10 min questions*)	DLSU Research Lecture1 (Biology, Dr. Jl Janairo)
	1545 – 1630 (*incl. 5-10 min questions*)	DLSU Research Lecture2 (Chemistry)
	1630 - 1730	Informal meeting/Questions from prospective graduate students on OU SISC or DLSU programs. *With OU Professors*
	~ 1800 onwards	Welcome Dinner 6 OU guests + 3-4 DLSU faculty

March 14, 2024 (Thursday)	TBA	Departure of Prof. Murata *transfer needs to be arranged
March 14, 2024 (Thursday) (in Yuchengco Bldg)	0830 - 0930	OU Meeting with COS Faculty (Bio and Chem, mainly for SISC, etc)
	1000 – 1100 (*incl. 5-10 min questions*)	NMR Lecture/Seminar by JEOL
	1100 – 1200 (*incl. 5-10 min questions*)	OU Lecture 2 (Prof. Kajihara)
	1200 - 1330	Lunch
	1330 - 1430 (*incl. 5-10 min questions*)	DLSU Research Lecture 3 (Chemistry)
	1430 - 1530	OU Lecture 3 (Prof. Funahashi)
	1530 - 1630	Informal meeting/Questions from prospective graduate students on OU SISC or DLSU programs. *With OU and DLSU Professors*
	1730 onwards	Farewell Dinner (maybe just in campus)
March 15, 2023 (Friday)	TBA	Departure of the rest of OU guests *arrange for airport transfer

図 16. フィリピン デ･ラサール大学（DLSU）で実施した本学理学研究科と同大学との国際交流ワークショップのプログラム。理学研究科より教授 4 名と技術職員 2 名、日本の分析機器メーカーより 2 名で 3 日間（令和 6 年 3 月 12 日～14 日）の交流プログラムを実施した。著者は、赤枠部分（NMR 装置の実習）を担当した

第3章 高度 NMR 分析環境の構築に向けた種々の技術的取組み

機器共用に用いる NMR 装置は、市販の標準仕様 NMR 装置に、市販の測定・分析オプションを追加する形（分析機器メーカーの標準仕様）で運用されることが多い。大幅にカスタマイズ、あるいは改造した NMR 装置を、共用機器として用いることは非常に少ない。これは、研究者の利用ニーズが大きな標準的な分析機能を、安定・継続的に提供することが共用機器に求められる大きなタスクの 1 つであるからである。しかし先端研究を行う大学の研究現場においては、分析機器メーカーが提供する標準的な仕様やオプションだけでは測定が困難な分析要望が多くもたらされる。このような NMR 分析に対する多様な分析ニーズに対応することは、即ち先端的な研究支援の実施に直結しており、「研究展開の種や研究成果となる新たな価値」を提供することになる。そのため「メーカー標準仕様では実現できない NMR 分析」は、高度な研究支援という点において非常に重要である。しかし、既に述べたように、余りに特殊な装置改造等は、広く多くの研究者に活用してもらう「共用機器」とは相容れない。カスタマイゼーションと汎用性の両立、それらの最適なバランス維持が非常に重要となる。

本章では、標準仕様の共用 NMR 装置では対応できない研究者からの特殊な分析要望に応えるため、共用 NMR 装置群に対して著者が行った様々な分析機能拡張や分析環境拡大等の取組について示す。

3－1.　低温～液体窒素温度条件下での NMR 測定を実現するための低温ガス安定供給システムの改良

試料温度を変えて NMR 測定を行うことは、これまで分子構造等の変化に関連する反応・速度定数の決定等に用いられてきた。最近では、低温 NMR 測定は、従来の物理化学的定数等の決定のためだけでなく、低温環境におけるガスハイドレートや Li 電池等の新規材料の構造解析等に用いられるようになっている。このような、低温環境下における構造解析は新しい分析対象であり、対象物の社会的関心の高まりもあり、低温 NMR 測定に対するニーズは近年大きく高まっている。

低温条件下での NMR 測定を行うためには、試料を望む温度に冷却し維持する必要があるが、その手法として温度制御された低温ガスを試料に吹きかける手法や、乾燥ガスを寒剤で冷却するなどの手法が用いられている。どちらも NMR 装置メーカーから追加機能オプションとして市販されているが、いくつかの大きな制約があるのが実情である。例えば、-50℃以下の低温ガスを安定的に供給し、この温度領域での低温 NMR 測定を行うためには、価格が 100 万円以上の非常に高価なオプション機器を導入する必要がある。加えて、-100℃を下回る低温領域での低温測定を実現することは、市販オプションでは容易ではない。

試料の冷却に用いる低温ガスの生成方式としては 2 つの手法が用いられている。1 つ目の手法は、窒素ガスを液体窒素中に浸した銅管を通して冷却し、それをプローブのヒ

ーターにより温度調節して低温ガスを試料に吹きかける方式である。この手法で安定的に低温ガスを供給できる時間は、47 L 容器の窒素ガスボンベ 1 本で 1 時間程度でしかない。2 つ目の手法は、液体窒素と気化器を利用するものである。気化器によって液体窒素から窒素ガスを気化させ、それを冷却ガスとして用いる。この方式でも 100 L の液体窒素を使って 4 時間程度の低温環境を維持することしか出来ない（4 時間程度で液体窒素 100 L が枯渇してしまい、液体窒素の補充のためにはガス冷却ならびに NMR 測定を中断する必要がある）。実際の低温測定では、これらの低温状態を更に長い時間保持し低温測定したいという要望が多く寄せられている。

そこで市販オプションで実現可能な 1～4 時間程度を越えて、より長時間の低温測定を実現するため、著者らはガスボンベの窒素ガスの代わりにコンプレッサーで長時間安定的に生成できる乾燥空気を用い、これをデュワーに貯めた液体窒素に浸した銅管を通して冷却する手法を開発した。液体窒素は、デュワーに貯められているため、低温ガス生成を中断させることなく、容易に補充することできる。また低温ガスの元となる乾燥空気もコンプレッサーによって連続的に供給可能である。これらの組み合わせによって、市販オプション装置による低温測定時間（1～4 時間）という制限なく、長時間にわたり従来の市販の低温測定ユニットよりも低い温度（-190℃）という低温測定環境を安定的に維持できる低温測定ユニットが開発した（図 17、JSPS 科研費 JP17H00296 の支援を受けて実施。https://kaken.nii.ac.jp/report/KAKENHI-PROJECT-17H00296/17H002962017jisseki/）。

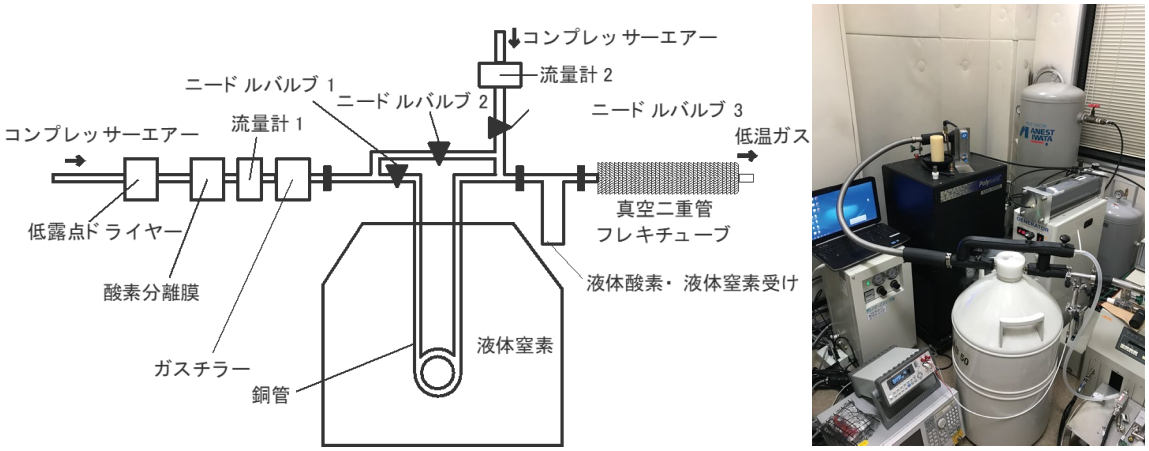


図 17. 開発した低温ガス生成ユニットの模式図と全体像

長時間低温測定用の低温ガス生成ユニットの構築

理学研究科でも市販の低温 NMR 測定用低温ガス供給システムを所有しているが、このシステムでは、50 L の液体窒素デュワー内の熱交換用銅管に乾燥空気を流すことで低温ガスを生成している。本技術開発では、この従来用いられてきたユニットをベースに次の改良・改造を加えた。

まず試料に吹きかける低温ガスの温度を下げるため、低温ガス生成システムから NMR 装置への低温ガスを供給するチュービングの部分での熱損失を低減させことを目的に、市販機で用いられていた樹脂製の断熱ホースを、熱損失の少ない真空二重管フレキチューブに置き換えた。しかし、生成される低温ガスの流量が安定せず、安定した温度調整が困難であった。その原因を調べたところ、コンプレッサーで生成した乾燥空気を冷却しているため、生成された低温ガス中に液体酸素と液体窒素が含まれており、そ

の液化ガスの気化が NMR 検出器内で起きることにより、安定した流量調整が困難となっており、安定した温度制御が困難であることが判明した。そこで、液体窒素と液体酸素を真空二重管フレキチューブの前でトラップする機構を追加し、外気との熱交換によって気化させる構造とした（図 18）。これにより NMR 検出器内における低温ガスの流量が安定し、-150℃の低温ガスが安定的に供給出来ることが判明した。また液体酸素はシステム中の金属を酸化させるため、酸素除去フィルターで濃度を低減させている。

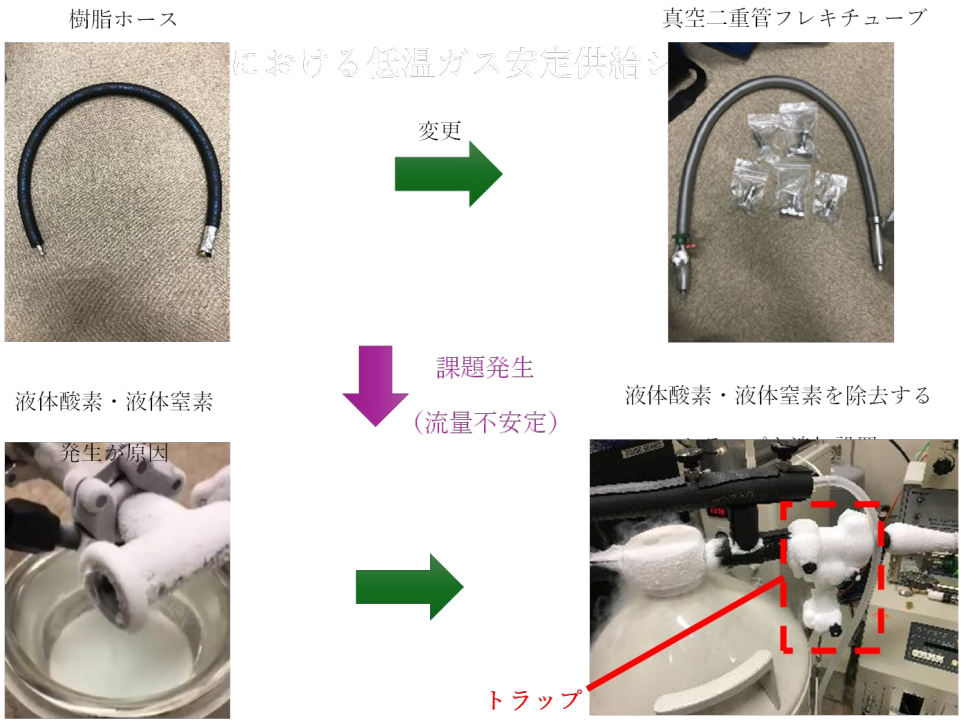
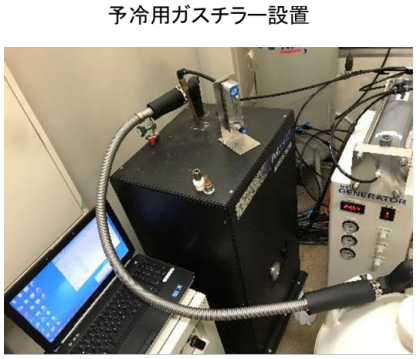


図 18. 低温ガス用配管と熱交換トラップ設置図

常温の乾燥空気を使用して低温ガスを生成した場合、50 L の液体窒素デュワーでは 4 時間程度で液体窒素が消費される。そのため 4 時間を越える長時間低温測定を行うためには、数時間おきに液体窒素を継続的に補充する必要がある。この補充間隔を長くし、

液体窒素補充の手間を削減するため、コンプレッサーから供給される乾燥空気を予備冷却し液体窒素冷却部に導入することを行った。コンプレッサーと液体窒素デュワーとの間に新たにガス冷却用チラーを導入し、乾燥空気を-100℃に冷却した上で、液体窒素デュワーに浸したガス冷却部に導入した。その結果、図 19 に示すように同じシステムで-190℃の低温ガスが安定的に供給できるようになり、また、液体窒素の補充の間隔が 4 時間から 11 時間と大幅に延ばすことができた。



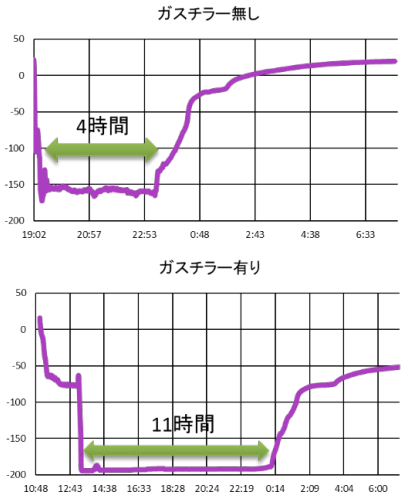


図 19. 予冷用ガスチラーの設置効果

本低温ガス供給システムは、低温測定を行わない場合には NMR 本体から低温ガス供給用の真空二重フレキシブルホースを切り離すことで、簡単に通常の測定モードに復帰でき、通常の NMR 装置として運用できるようになっている。開発した低温ガス供給装置を使って、毎年 2～3 件程度の極低温 NMR 測定が行われており、「トリプチセン分子ローターの構築[13]」などの研究成果に繋がるなど、NMR 装置を使った高度な研究支援の 1 つとして活用している。

3－2.　固体 NMR 用サンプル管 INSERT KIT の開発と禁水性物質測定スキームの確立

NMR 装置は、溶液試料だけでなく固体試料の測定にも用いられているが、特に材料関連試料は固体状であることが多いため、固体 NMR 測定が行われている。外部磁場 B_0 の方向に依存する相互作用である異方性相互作用について、溶液中に溶解した試料分子では分子運動が高く平均化されるため、試料分子の“平均的な”配向・構造に関する情報が得られる。しかし固体試料の場合には、固体状態であるがために分子運動が制限されており、異方性相互作用によるスペクトルの線幅広幅化がおこり、スペクトル中のピーク識別・解析が困難になる傾向がある。この異方性相互作用を低減させる方法として、外部磁場 B_0 に対して約 54.7°の角度（マジック角）に傾けた状態で回転させる Magic Angle Spinning（MAS）法が用いられている。試料サンプル管を高速回転させるため、図 20 に示すように試料サンプル管に圧縮空気を吹き付ける手法等で高速回転させている。

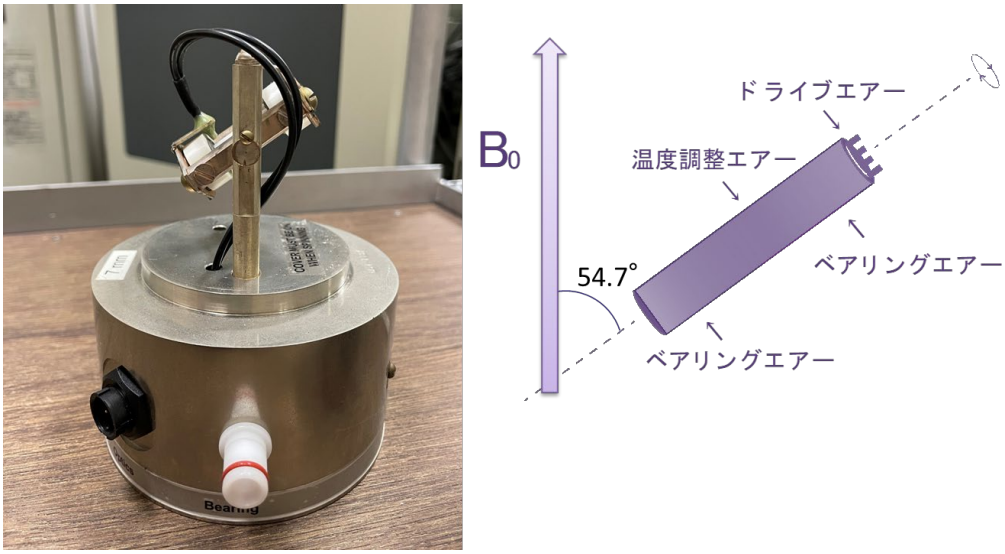


図 20.　固体 NMR における MAS 機構の概要図

しかし、高速回転で発生される摩擦熱や吹き付けられる圧縮空気に含まれる酸素や水分などが、試料の状態に悪影響を及ぼすことが懸念される。近年では電池材料開発の隆盛に対応して、電池材料に用いられる禁水性化合物についての NMR 測定相談が大幅に増えており、これらの試料測定に対する対応が必要となっている。これらの水分に対する反応性が高い試料について、簡便かつ適正に固体 NMR 測定する方法を開発した。

水蒸気フリー試料環境の構築に関する検討

禁水性化合物を固体 NMR 装置で測定する際には、通常水蒸気を含まない窒素ガスもしくは乾燥空気で試料環境を充満させる。窒素ガスは、窒素ガス発生器もしくは窒素ガスボンベを用いる発生させる方法が一般的である。固体 NMR 装置で試料管を高速回転させるために必要なガス流量（通常 33 L/min 程度）、固体 NMR 測定に要する長い時間（通常 4～30 時間程度）などを考慮すると、窒素ガスボンベを用いることは非現実的であり、窒素ガス発生器も高い純度（99.99%以上）で大流量（34 L/min 以上）を発生させる機種は、価格が 300 万円以上と高価であり多額の設備投資が必要である。そこで、既に所有しているコンプレッサー型の乾燥圧縮空気を用いて、水蒸気フリーのガス供給システムを構築することにした（3-1 で紹介した低温ガス発生装置で用いたコンプレッサー型の乾燥圧縮空気発生器を利用）。これを用いて、JEOL 社製 NMR 装置（ECA400WB）を用いて、固体試料管用インナーセルの開発等を通して、固体 NMR 装置での禁水化合物測定の手法を構築した。

固体 NMR 測定用の試料調製方法の検討

固体 NMR 測定においては、試料管を高速で回転させながら NMR 測定を行うため、専用の試料管を用いることが普通である。各 NMR 機器メーカーや附属品販売メーカーから専用の試料管が市販されている（図 21）。

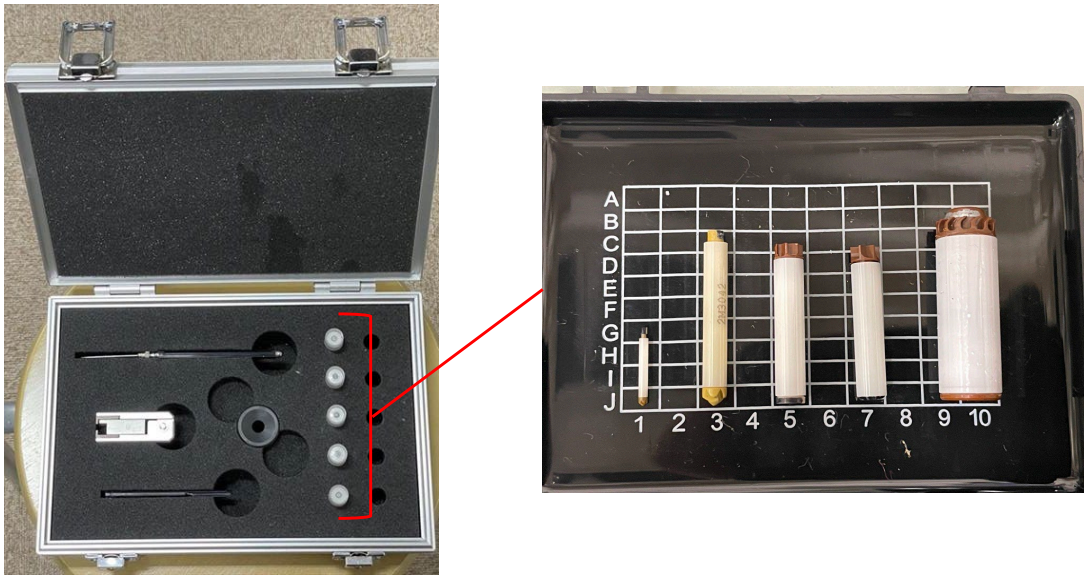


図 21. 固体 NMR 測定用の試料サンプリングキット（左）と専用試料管（右）の例（専用資料管は左より Varian 社 1.2mm ϕ, Varian 社 3.2mm ϕ, JEOL 社 4mm ϕ, Bruker 社 4mm ϕ, JEOL 社 8mm ϕ）。

電池材料などの開発では、禁水性・禁酸素雰囲下での試料調製等を行う必要があり、通常はアルゴン雰囲気下のグローブボックス中で電池解体などの作業が行われる。固体 NMR 測定のためには、電池材料を専用試料管に移し替える必要があるが、この充填作業もアルゴン雰囲気下で行う必要がある。このような禁水性材料等の移し替え作業を、NMR 装置が設置された分析室で行うことは容易ではなく、電池材料を扱うユーザー側にある専用の環境下で行うことが最も簡便かつ効率的である。このような特殊試料を扱

う現場での固体 NMR 用試料調製を行うためには、約 10～40 万円/個と高価な専用試料管を多数準備する必要があり、現実的な方式ではない。そこで、高価な専用試料管を多数準備する代わりに、専用試料管に試料を詰めたインナーセルを挿入する方式として、このインナーセル（図 22）を安価に大量に製作することで、簡便かつ効率的な固体 NMR 用の試料調製を行う方式を構築した。

構築した手法では、安価なインナーセルを研究者に配布し、電池材料を扱う環境下で研究者自身によってインナーセルに試料充填を行ってもらう。充填されたインナーセルをアルゴン置換されたラミネート袋に入れ、NMR を設置している分析室に移送し、簡易グローボックス中でインナーセルを専用試料管にセットすれば、非常に簡便かつ迅速な固体 NMR 分析のサイクルが構築できる。また安価である分、場合によってはインナーセルの再利用はせず、ディスポーザブルな試料管として利用できる。

禁水性材料の固体 NMR 測定用のインナーセルの開発

インナーセルは、本学理学研究科で固体 NMR 測定用に用いられている NMR 装置（日本電子社製 ECA400WB）に適合した φ4 mm 試料管用と φ8 mm 試料管に挿入するため

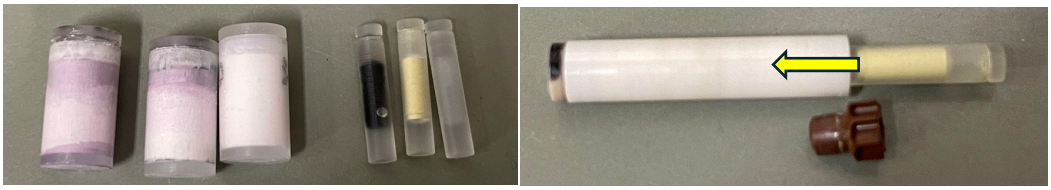


図 22. 制作したインナーセル（ϕ8 mm 用およびϕ4 mm 用インナーセル）に試料を充填した例（左）と専用試料管にインナーセルをセットする様子（右）

に、2 種類を開発した。開発に際して、本学コアファシリティ機構の工作支援部門において詳細設計ならびに製作加工を行った。

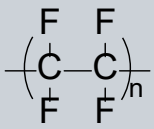
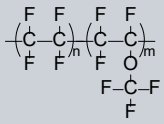
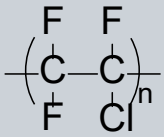
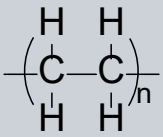
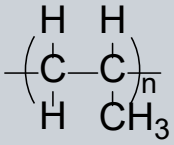
まずインナーセルの素材について検討した。固体 NMR 測定で需要の高い測定核種である 1H・19F・13C と、インナーセルの材料由来のピークとが重複しないようポリテトラフルオロエチレン（PTFE)、パーフルオロアルコキシアルカンポリマー（PFA)、ポリクロロトリフルオロエチレン（PCTFE)、ポロエチレン（PE)、ポロプロピレン（PP）を検討した。それぞれの樹脂材料の化学組成・材料特性と加工性能を表 6 に示す。加えて機械加工によって十分な寸法精度のもとに、容易に製作が可能な素材である点も考慮した。検討の結果、基本的に機械加工性が良好で、吸水率がもっと低い PCTFE をインナーセルの材料として用いた。PCTFE を用いて、本学コアファシリティ機構工作支援部門で設計・製作したインナーセルが図 23 である。著者のコンセプト図（ポンチ絵）を基に、製作しやすいように本学コアファシリティ機構工作支援部門で設計されている。2016 年 7 月に試作を終え、現在までに約 400 個のインナーセルを製作し、固体 NMR 測定に用いており、学内の研究者だけでなく、民間企業による学外利用での固体 NMR 測定にも利用している（これまで通算 300 検体程度の測定を実施した)。2023 年には、学外利用として本インナーセルを用いて固体 NMR 測定を行った民間企業から、「社内での固体 NMR 測定に、大阪大学で開発されたインナーセルを用いたい。ついては、貴学の研究成果有体物提供（MTA: Material Transfer Agreement）の枠組を使って有償提供して

もらえないか？」との要望を受けた。それに対応して、本学で定められた MTA の手続きに則り有償提供することとなった。2024 年 9 月までに合計 50 セットのインナーセルの有償提供を行った。

開発したインナーセルを用いて確立した禁水性化合物の固体 NMR 測定プロトコル

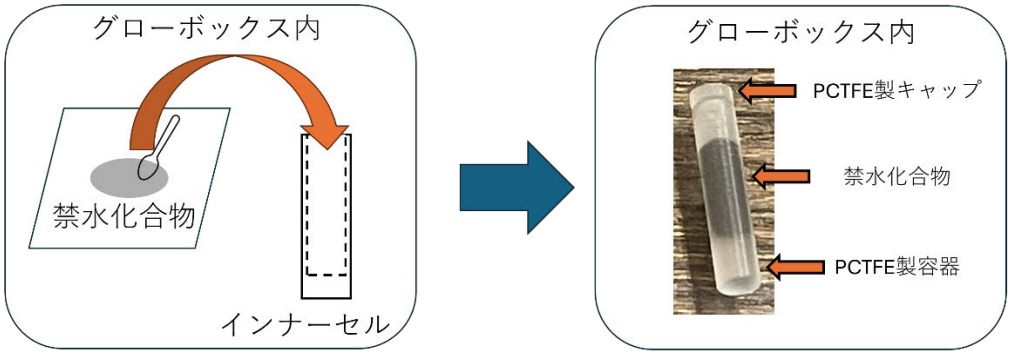
以上に示したように、独自に開発したインナーセルの利用によって、電池材料などの禁水性材料･化合物の固体 NMR 測定のプロトコルが確立され、簡便かつ効率的に固体 NMR 測定が行えるようになった。確立したプロトコルを図 23 に示す。

表 6. インナーセルに用いる材料として検討した樹脂材料とそれらの化学的性質と機械工作による加工性。PTFE：ポリテトラフルオロエチレン、PFA：パーフルオロアルコキシアルカンポリマー、PCTFE：ポリクロロトリフルオロエチレン、PE:ポロエチレン、PP:ポロプロピレン

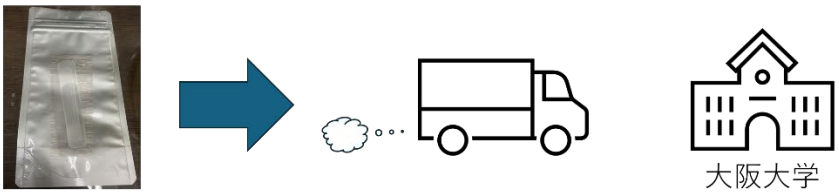
素材名	PTFE	PFA	PCTFE	PE	PP
化学式					
ショア－硬さ（D)	50～55	62～66	75～80	60～70	115
吸水率 %(24h)	<0.01	<0.01	<0.001	<0.01	0.01～0.03
加工性	△	×	○	△	◎

・確立した測定メソッド

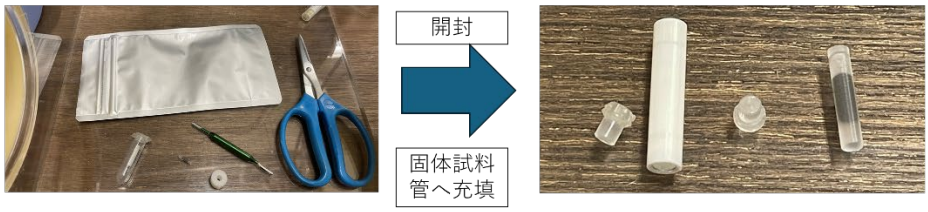
1. サンプル作成
禁水化合物の取扱いはグローブボックス内で行う。



2. ラミネート袋に入れてサンプル輸送



3. 固体NMR試料管へサンプル充填



4. 固体NMR測定

図 23. 独自のインナーセルを用いることで確立させた、禁水性化合物の固体 NMR 測定のための試料調製･試料輸送･NMR 測定のプロトコル

図 23 に示すように、禁水性化合物を試料調製環境において固体 NMR 測定用に試料をインナーセルに装填し、またインナーセルを脱ガス下（脱水蒸気雰囲気下）でラミネ

ート袋に封入する。この手順により特別な試料調製器具や輸送器具等を用いることなく簡単に輸送が可能となる。このような禁水性化合物を対象として、本プロトコルのような簡便な固体 NMR 用試料調製や固体 NMR 測定を実現している例はなく、本取り組みは共用固体 NMR 装置の活用を促進し、また固体 NMR 装置を活用した研究開発を広く促進する非常に有用な取り組みである。

3－3. 共用 NMR 装置の遠隔測定システムの構築

共用 NMR 装置の多くは、導入後 10 年以上運用される場合がほとんどである。NMR 制御用コンピューターも、多くの場合は導入時点のコンピューターやオペレーティングシステム（OS）がそのまま継続的に用いられる。NMR 測定を制御するコンピューターの OS として Windows が主に用いられているが、Windows OS の公式サポート期間は 10 年程度であるため、10 年以上 NMR 装置を運用する場合には、公式サポートが終了した Windows OS（レガシーOS と呼称される）を用いる制御用 PC を利用せざるを得ない。この場合、レガシーOS の脆弱性の問題等のため、制御 PC をインターネットに接続することは危険であり、それ故にインターネット接続が学内ルールによって禁じられている。このような NMR 制御 PC のインターネット“非接続”の状況は、理学研究科においても同じである。現在運用中の共用 NMR 装置 10 台のうち 8 台が運用期間 10 年以上の経年機であるため、全ての共用 NMR 装置がインターネット接続を行っていない。

これらレガシーOS を用いる制御コンピューターを持つ共用 NMR 装置を、インターネット経由で安全に遠隔測定を可能にするため、次の 2 つの手法を用いた。

第 1 の方法として、比較的簡便に導入・運用できる市販の KVM over IP ユニットを用いた。KVM over IP ユニットは、遠隔制御したいコンピューターのキーボード（**K**eyboard）・ビデオ(**V**ideo)・マウス(**M**ouse)の信号を、ネットワーク経由（**IP**）で配信・制御することで、コンピューターに対して遠隔地からリモートアクセスを可能とする。

本手法を NMR 装置の遠隔測定に用いる利点としては、KVM over IP ユニットは NMR 装置制御 PC のキーボード・ビデオ・マウスにアクセスするだけで、PC のハードディスクや OS に対して“直接にアクセスしない”ため、ネットワーク経由での制御 PC のウィルス感染やハッキング等の恐れが低く、ネットワーク管理が専門でない機器管理者でも容易に導入かつ運用が可能な点である。しかし、市販の KVM over IP ユニットは、1 ユニット当たり 15～20 万円と高価であり、全ての共用 NMR 装置に導入するには多大な費用が必要となってしまう。そこで KVM over IP ユニットの代わりに「大学技術職員組織研究会遠隔操作プロジェクト」（2020～2021 年、9 大学から 11 名の技術職員が参加。著者も検証系チームに参加）において開発された、より安価なラズベリーパイを用いた遠隔操作システムを導入した（図 24）。

図 24. 市販の KVM over IP に比べて、非常に安価に構築できるラズベリーパイを用いた遠隔操作システム。9 大学 11 名の技術職員からなる大学技術職員組織研究会遠隔操作プロジェクト」（2020～2021 年で開発）

第 2 の方法は、NMR 制御 PC の上流側にルーターを導入し、特定の IP アドレスを持ったローカルネットワーク（例えば NMR 機器担当者室のネットワーク）からのみアクセスを許可する方法である（その結果、制御 PC から、また制御 PC へのインターネットアクセスは不可となり、レガシーOS を持つ制御 PC のセキュリティも確保できる）。このネットワーク設定により、アクセスを許可されたローカルネットワークからは、リモートデスクトップや Team Viewer などのリモートアクセスソフトウェアを用いて制御 PC へのリモートアクセスが可能となり、リモートオペレーションが行えるようになる。学外からのリモートアクセスの際には、図 25 に示すように制御 PC にアクセス可能なネットワーク内に中継 PC を置き、その中継 PC に対して Zoom 等のオンラインミーティングソフトウェアやリモートアクセスソフトウェアで接続してもらい、中継 PC を通して NMR 装置の制御 PC に接続する形をとった。この方式により、Zoom といった非常にポピュラーなオンラインミーティングソフトウェアを用いることで、本学理学研究科の共用 NMR 装置を使ったリモート測定を簡単に実現可能となった。この簡便さを活かして、2-4 章で示したデ・ラサール大学（フィリピン）で実施した本学理学研究科の共用 NMR 装置や共用 X 線回折装置の国際リモート測定実演や、それらを通した国際連携の推進に大いに活用することができた。

また、リモート測定を行って得られた測定データ共有（特に学外からリモート測定を行う研究者との共用）については、2-1 章で示した全学研究設備・共通予約システムが

ユーザーごとに測定データファイルを共有する機能を有しており、それを活用して共有する個人を特定し、またセキュリティを担保した環境で測定データ共有･配信を行った。

第 1 の方式では、主に理学研究科内の研究室からオートサンプルチェンジャーと併用して利用しており、第 2 の方式では NMR 管理者による依頼分析や分析相談・トラブル対応において日常的に場所を問わない機器共用のツールの 1 つとして活用している。また、本システムは装置トラブルの即時対応にも活用している。装置利用中に装置トラブルが発生した際に、制御用 PC 前に設置している Amazon Alexa デバイスを通して、機器利用者から、機器管理者である筆者のスマートフォンに対してインターネット通話が可能となっており、直ちに機器管理者に直接コンタクトが取れるようになっている。機器管理者は、スマートフォンからの遠隔測定を用いてトラブル対応をしており、場所を問わずに早期トラブル対応が可能となっている。

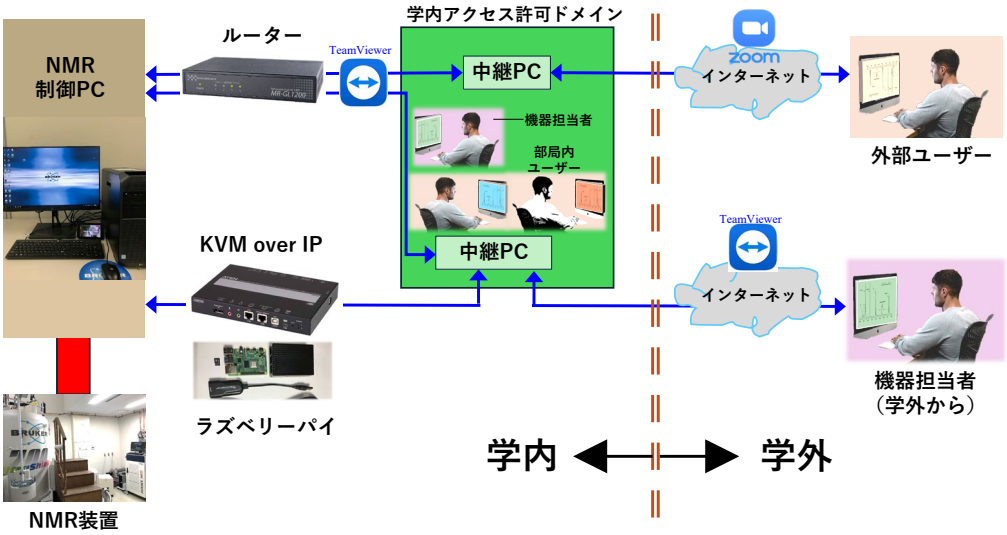


図 25. リモートオペレーション環境の概要図

第4章 共用 NMR 装置を用いた種々の分子構造解析研究支援

第 1－3 章にかけて、著者が行った NMR 装置の共用化のための制度作り、また NMR 装置の全学機器共用を促進･展開するための様々な取組、研究者への利便性向上、高度な NMR 測定･分析のための技術開発などについてまとめてきた。本章では、共用 NMR 装置群を用いて、実際に行った様々な研究開発支援の例を示す。特に次の 3 つの区分（①本学研究者への研究支援、②他機関の研究者への研究支援、③民間企業への研究開発支援に分け、それぞれ研究開発支援の例を示す。

4－1. 本学研究者への研究支援の例：アブラナ科野菜由来のグルコシノレートが示す選択的な金属イオン反応性の解明 [14)]

カラシナやキャベツ、ワサビなどの辛味をもつアブラナ目には、グルコシノレート(glucosinolates：カラシ油配糖体(Mustard oil glycosides))が多くに含まれるが、これらの辛みは、その植物体が補食などにより損傷した際に、グルコシノレートから生じるイソチオシアン酸アリル（カラシ油）に由来している [15)]。グルコシノレートは植物の害虫や病害に対する自衛に寄与していると考えられている [16)]。また、“辛み”を生み出すカラシ油配糖体の一部は、「わさび」や「マスタード」のような嗜好品して常用されており、健康増進成分としても注目されている。

グルコシノレートの一種であるシニグリンは、酵素であるミロシナーゼ(myrosinase)によって生分解されることでアグリコン（aglicone）が生成され、更に分解されてイソチオシアン酸アリルが生成されることが知られている（図 26）[17,18]。

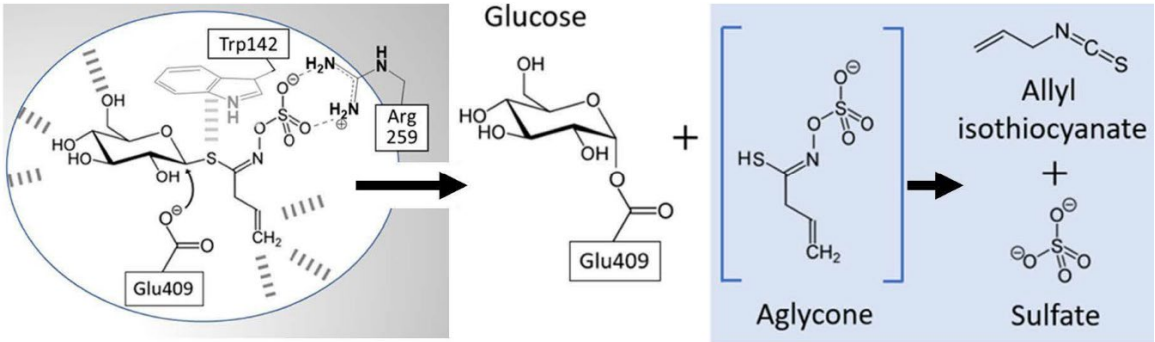


図 26. シニグリンとミロシナーゼによる酵素反応による分解過程

しかし、驚いたことにシニグリンを基質とするミロシナーゼの酵素反応は、酸、熱、様々な金属イオンとの反応など、化学的によっても再現される [19]。無機化学における HSAB 則で、ソフトなルイス酸として知られる硝酸銀によって水溶液中でシニグリンは速やかに分解されるが、この単純な無機反応は、シニグリンに対するミロシナーゼの酵素反応に類似の反応として長い間知られてきた。しかし、生化学の発展の陰でこの迅速な無機反応によるシニグリンの分解の詳細は未解明のままであった。

本学理学研究科の舩橋らの研究グループでは、シニグリンの銀(I)イオンによる分解過程を明らかにするため、シニグリンをアセチル化し脂溶性と結晶性を高めたのち、銀(I)イオン（トリフルオロメタンスルホン酸銀由来）との化合物をメタノール中で合成した。これを結晶化して単結晶X線構造解析を行ったところビニル基（C15 と C16）と銀(I)イオンが錯形成している事が判った（図 27）[14]。

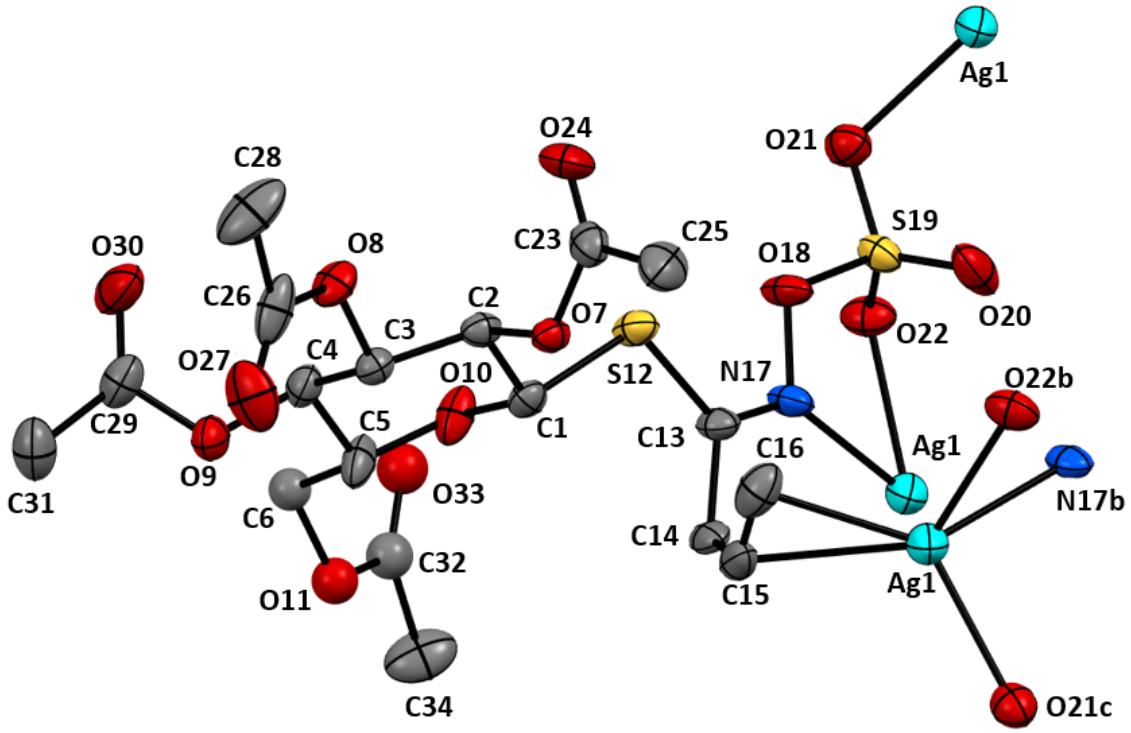


図 27. 銀(I)イオン-シニグリン単結晶 X 線回折結果

一方、シニグリンとミロシナーゼとの酵素反応は、グルコースのアノマー位である C-S 結合が切断されることで起因されていることが知られており、この単結晶X線構造解析の結果は、酵素反応による反応機構を説明できるものではなかった。そこでシニグリン溶液中の銀(I)イオン濃度を変化させて、NMR 測定を行った（図 28）。

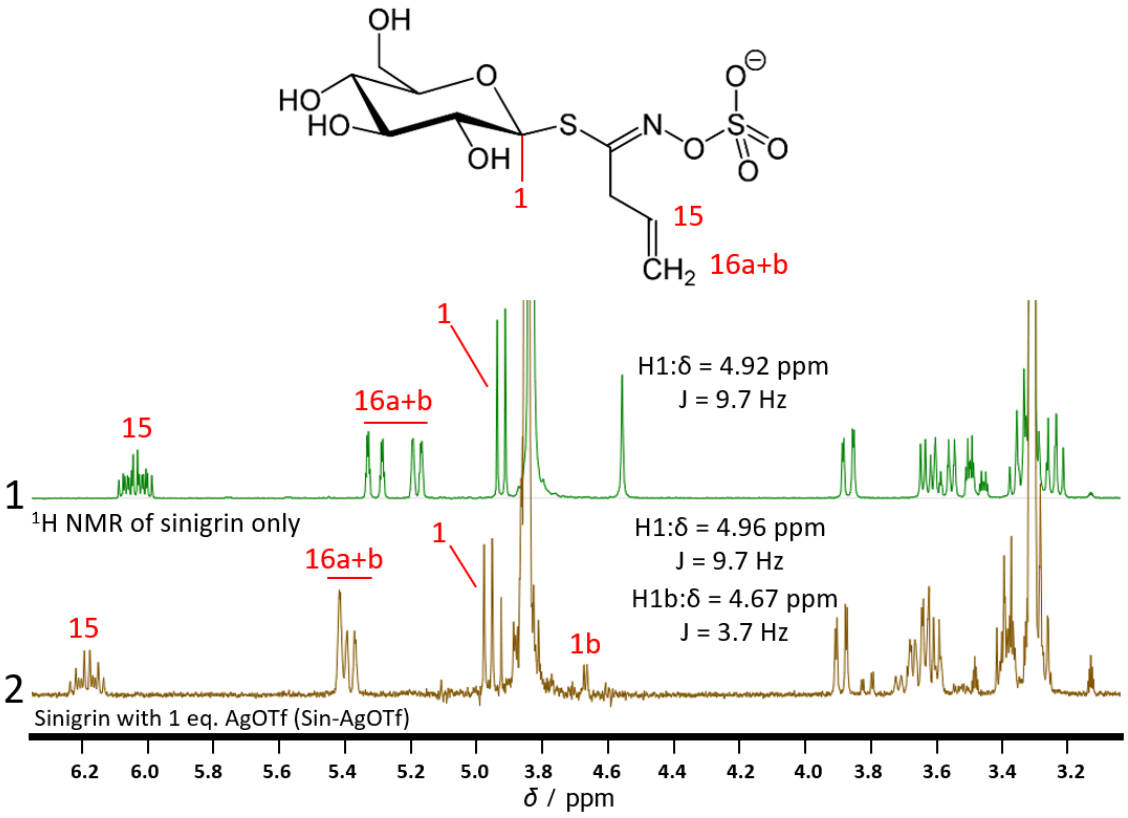


図 28. 銀(I)イオン-シニグリン NMR 測定結果
（1）シニグリンのみ（2）シニグリン+AgOTf1 等量添加

その結果、ビニル基（C15･C16）と Ag との錯形成による H15・H16 シグナルと同様に、グルコースのアノマー位である H1 プロトンシグナルも、銀(I)イオンの作用によりシフトしていることが判った。そこで銀(I)イオンの濃度に対する、H1 および H15 のケミカルシフト値をプロットし錯形成定数を求め（図 29 A と B）、更に H15 と H1 のケミカルシフト値の相関プロットを行ったところ、2 つ H 原子のケミカルシフト量が直線的な相関を示すことが分かった。これらの結果は溶液中において、銀(I)イオン

がシニグリンに対してビニル基と同程度に H1 原子が繋がる硫黄原子 S12 とも錯形成することを示すものであった（図 29)。

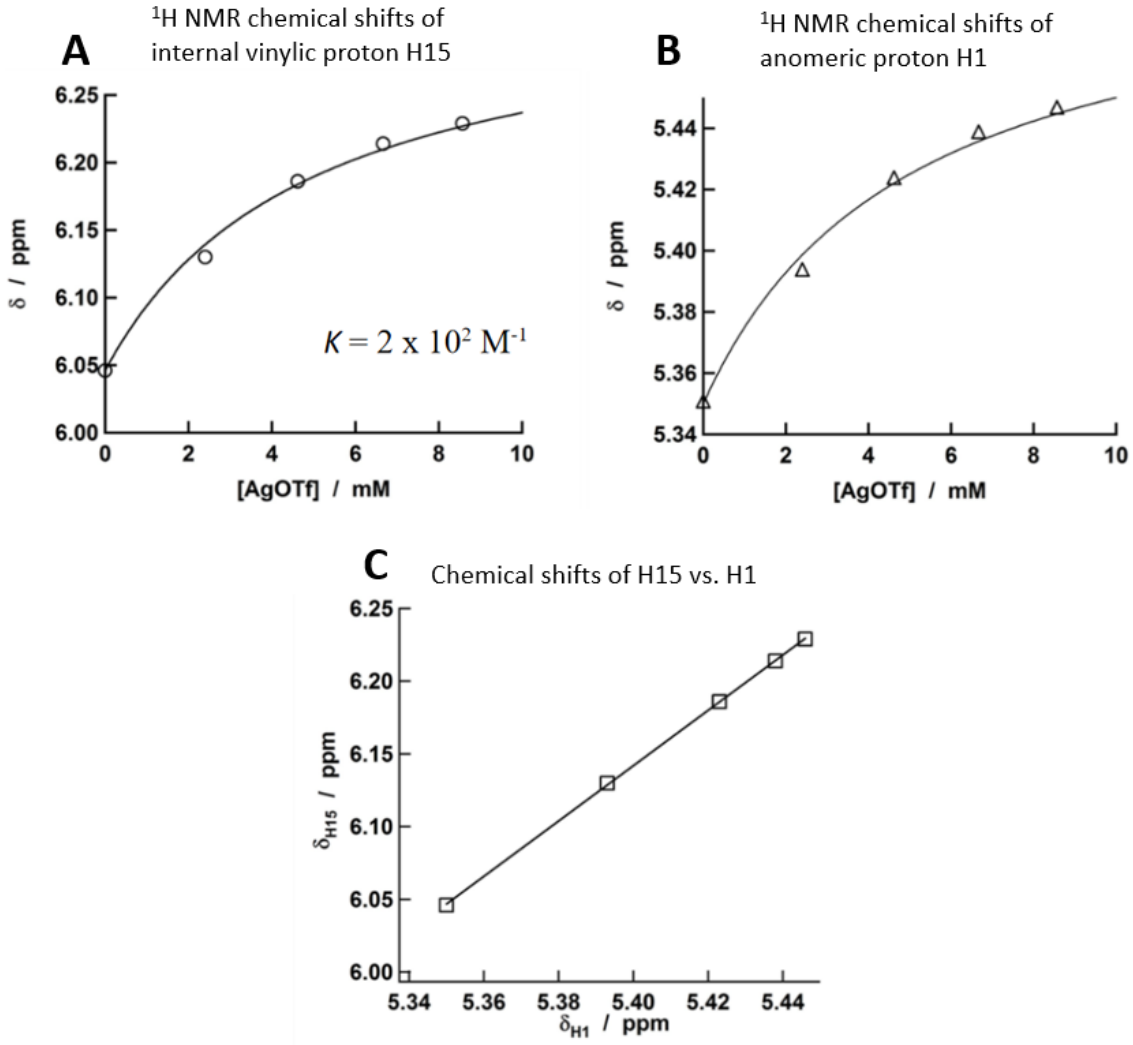


図 29.　（A）銀(I)イオン濃度に対する H15 ^{1}H-NMR ケミカルシフト値のプロット
（B）銀(I)イオン濃度に対する H1 ^{1}H-NMR ケミカルシフト値のプロット図
（C）H1 に対する H15 の ^{1}H-NMR ケミカルシフト値のプロット図

以上により、銀(I)イオンによるシニグリンの分解反応と、シニグリンに対するミロシナーゼの酵素反応の間には、顕著な類似点があるだけでなく（図 26 および 30)。銀 (I) イオンのルイス酸性によってシニグリンのアノマー位の C1-S12 結合の分極が誘起され、

C1-S12 結合を効果的に弱めていることが判明した。この相互作用により、シニグリンの加水分解が誘起され、グルコースと Silver(I)-Aglycone 錯体が生成されていることが明らかとなった（図 30）。

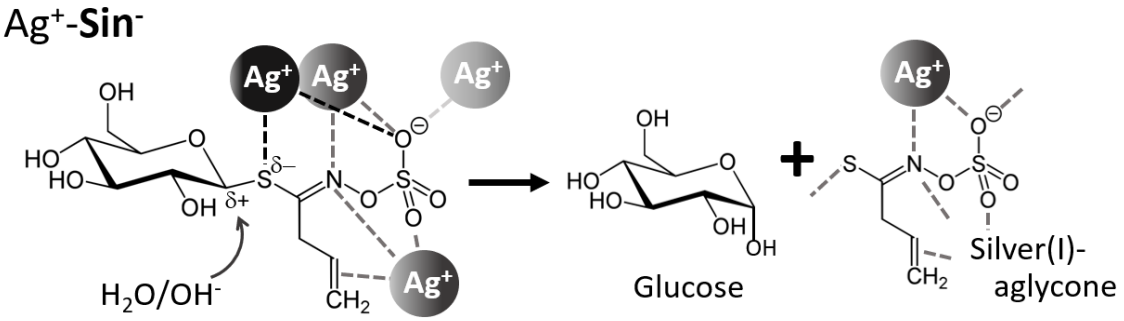


図 30. 銀(I)イオンによるシニグリンの分解過程と銀(I)イオンによる錯形成模式図

著者は本研究の要となった Ag(I)･シニグリン混合溶液の NMR 測定および NMR スペクトルのピーク帰属を行い、Ag(I)添加によるシニグリン分解反応機構の解明に貢献した。

この研究はフィリピン共和国 デ・ラサール大学（DLSU）からの留学生である Dr. Laurenzo De Vera Alba（現在は DLSU 教員）による研究の一部であり、同氏の大阪大学と DLSU でのダブルディグリー博士論文（DDP）の一部となっている。なお、2 章 4 節で紹介した OU-DLSU の国際連携において、同氏は中心的な役割をしており現在も大阪大学理学研究科の教員との間で共同研究が続いている。

4－2. 学外研究者支援：環状ジペプチド抗歯周病原細菌剤の構造解析 [20)]

歯周病は、むし歯（う蝕）と並ぶ口腔二大疾患の一つであり、Porphyromonas Gingivalis を代表とする歯周病原細菌が原因となって発生する感染性疾患である。成人の 70～80% が歯周病に罹患していると言われており、世界で最も患者数の多い感染症としてギネスブックに登録されている [21)]。さらに近年、歯周病が糖尿病、細菌性心内膜炎、誤嚥性肺炎、早産・低体重児など全身の疾患と深く関わっていることが明らかになり、歯周病の治療、予防の重要性が示されている [22)]。

歯周病治療として急性症状を示す場合、抗菌薬が投与されるが、薬剤耐性菌の出現や投与薬へのアレルギーなどが問題となっている。そこで代替療法として、近年、プロバイオティクス（腸内細菌叢を改善し，宿主に有益な健康効果をもたらす微生物とそれらの増殖，促進をもたらす生きた微生物）の効果を活用する研究が行われている。歯周病の改善や抑制に有益な効果を与えるプロバイオティクス菌として、Lactobacillus salivarius、Lactobacillus reuteri, Streptococcus salivarius、Enterococcus faecium などがある [23,24,25)]。しかし、歯周病に対するプロバイオティクス菌の抑制効果の基礎的なメカニズムについては明確に解明されていないのが現状である。

そこで、鶴見大学歯学部歯学科口腔微生物学講座の大島朋子教授らの研究グループでは、乳酸菌 50 株中、歯周病原細菌である Porphyromonas Gingivalis に対して、最も強い抗菌活性を示した Lactobacillus fermentum ALAL020 が産生する抗菌物質の同定を進め

た。Lactobacillus fermentum ALAL020 の産出物から分離・精製した中で、H8-1 とコードされた化合物群が最も抗菌活性が高く、H8-2 とコードされた化合物群が二番目に抗菌活性が高いことが分かった。それぞれの化合物群に対して、LC-MS にて質量分析を行ったところ、H8-1･H8-2 ともに、分子量 226.131 の化合物が主成分であり、精密質量から予想される組成式は $C_{11}H_{18}O_3N_2$ であった。ただし、H8-1 と H8-2 の化合物群は、LC において異なるリテンションタイムを示していることから、構造異性体である可能性が高いと考えられた。この化合物について FT-IR にて分光分析をおこなったところ、IR スペクトルの結果から 1200～1700 cm^{-1} 付近の吸収があり、アミド基を持つ化合物であることが予想された。しかし、更に詳細な分子構造の決定で行き詰まった大島教授らのグループからの要請を受けて、著者はこの 2 つの抗菌化合物について、NMR を用いて詳細な分子構造解析を行った。

H8-1 の ^{1}H と ^{13}C の一次元 NMR スペクトルを示す（図 31）。この結果から、水素原子と炭素原子の構成原子数は、LC-MS で予想された原子数と同じであり、LC-MS で予想された組成式が、実際の分子式と一致することを確認した。二次元 NMR 測定の結果が図 32 である。^{1}H-^{1}H 相関と ^{1}H-^{13}C 相関から結合している原子ユニットを決定し、さらに N の位置を C=O のケミカルシフト値から決定した。H8-2 についても同様の解析を進めた。

その結果、H8-1 と H8-2 の構造式は、図 33 の物質であると決定した。この物質は既知の抗菌物質であるヒドロキシプロリンとロイシンの 2 つの部分から成る環状ジペプチドである事が判明した。構造解析によって明らかとなった抗菌性化合物は、既知の 2 つの抗菌化合物が結合した化合物であったが、歯周病原細菌剤としての効果がある事が初めて明らかとなったことで、各種論文発表[26] や特許取得[20]に至った。

本研究は、分子や化合物に関する先端化学分析設備を保有していない鶴見大学歯学部の研究グループに対して、合成物質確認や未知物質同定に関して豊富な経験を有する本学理学研究科の共用 NMR 装置群を用いて他大学の先端研究支援を行い、そのコラボレーションの結果、非常に豊かな研究成果に結びついた 1 つの好例となった。

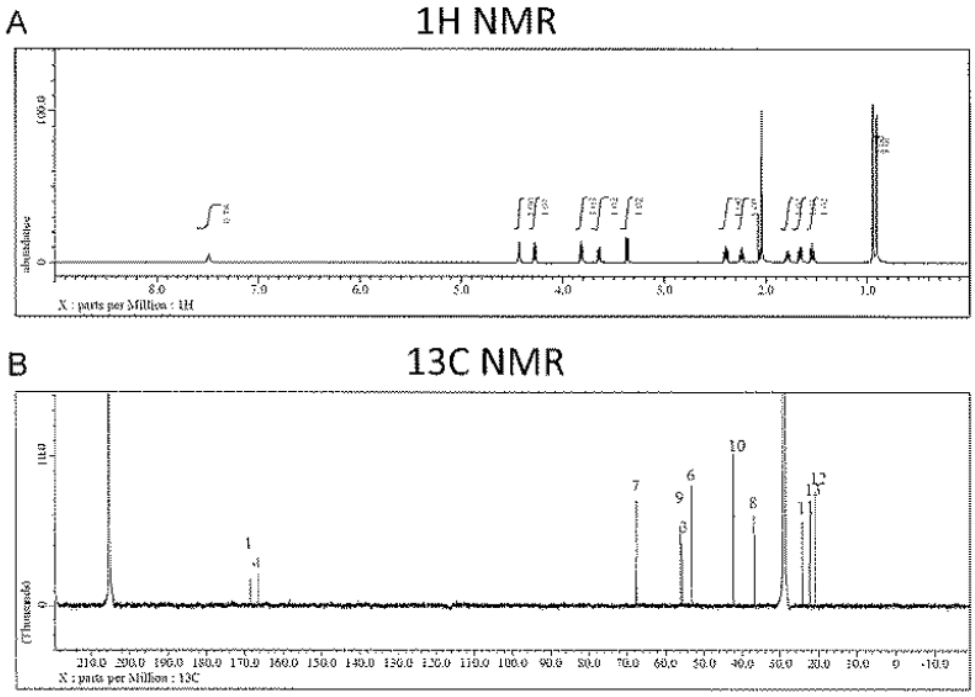


図 31. H8-1 の ^{1}H・^{13}CNMR 一次元データ

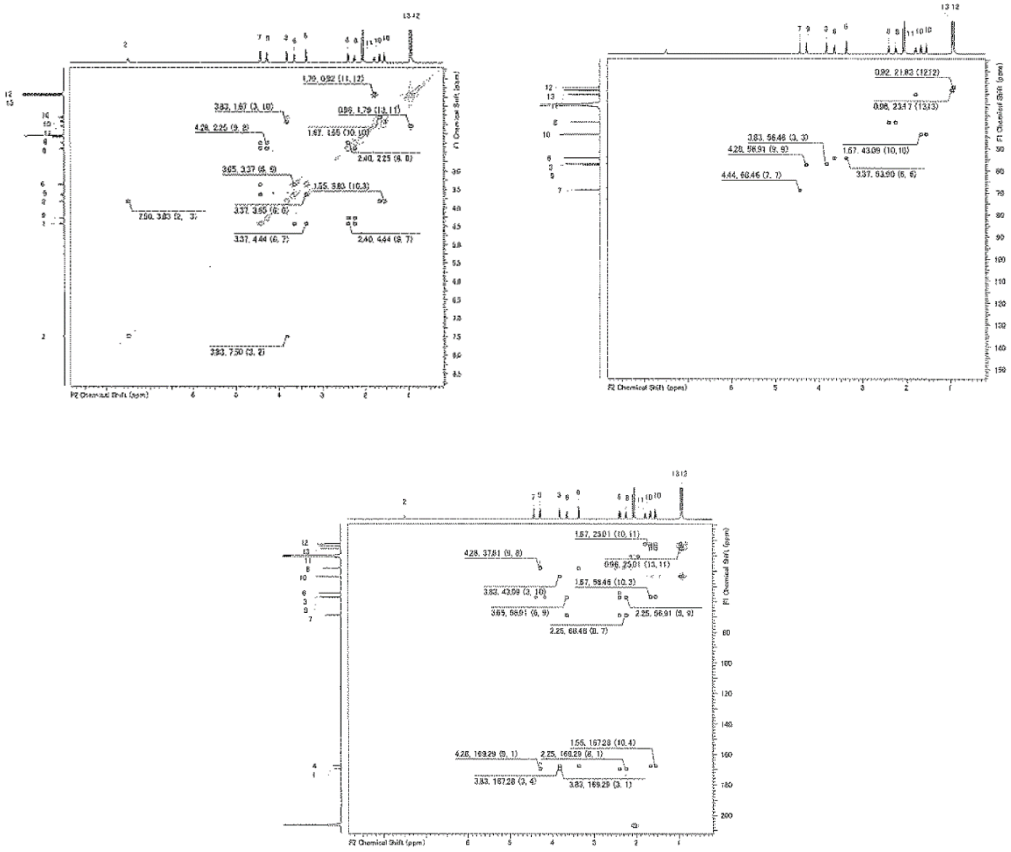


図 32. H8-1 の NMR 二次元データ

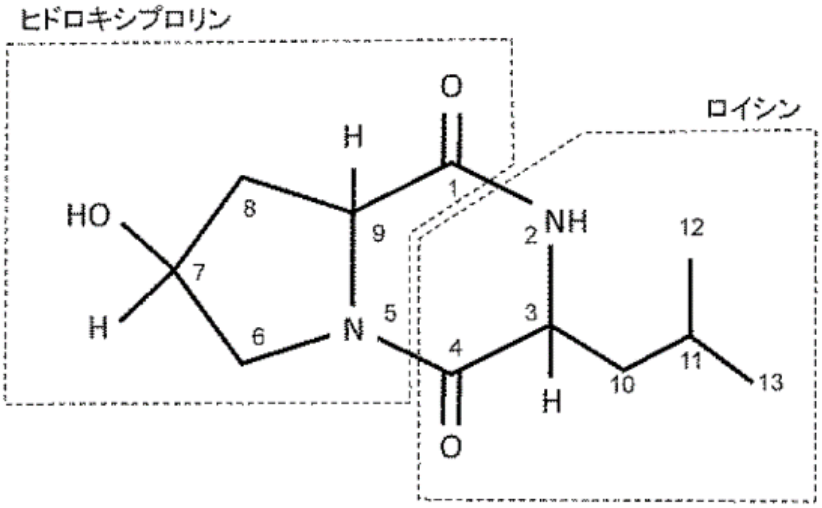


図 33. H8-1 の平面図

4－3. 共用 NMR 装置を活用した企業研究者支援･産学協創：優れた細胞剥離性を有する温度応答性ポリマーの構造解析 [27)]

細胞剥離性を有する温度応答性ポリマーは、特定の温度で細胞がポリマー表面から剥がれるように設計されており、ポリマープレート上で培養した細胞を、温度制御によって細胞シートとして容易に回収できるなど、医療分野での応用で注目されている [28)]。例えば、再生医療では、患者より採取した体細胞を培養容器内で培養・増殖・分化し目的とする臓器・組織・細胞に加工するが、シート状に培養した細胞を傷つけずに培養容器から剥離･回収することは大変困難な作業である。心臓や皮膚の治療に用いられる細胞をシート状に培養した後、回収する際に細胞剥離性を有する温度応答性ポリマーをシート状の基材として用いることで、単にポリマー基材を冷却するだけで、細胞シートの回収が容易に達成できる。この温度応答性細胞培養ポリマーとして、種々のものが開発されている。例えば、下限臨界溶液温度（LCST：温度感受性ポリマーの性質が大きく変わる温度。ここでは親水性･疎水性が変化し、細胞剥離が起こりやすくなる温度）が 32℃であるポリ－N－イソプロピルアクリルアミド（PNIPAM）などがある [28)]。

ダイキン工業株式会社では、この温度感受性と細胞剥離性を持つ PINIPAM の温度感受性を向上させ、また細胞剥離性基材としての塗布や成型などが容易に行える材料となるよう、同社が開発したデンドリティックポリマーに *N*-イソプロピルアクリルアミド（NIPAM）を重合させた温度応答性の細胞剥離性デンドリティックポリマーを開発して

いる。デンドリティックポリマーは、ダイキン工業株式会社によって *S*-(4-ビニル)ベンジル *S'*-(2-エチル-1-ヘキシル)トリチオカーボネートを原料として重合によって生成されたもの（デンドリティックポリマー1 と呼称。詳細については非公開）を用いた。このデンドリティックポリマー1 と *N*-イソプロピルアクリルアミド（NIPAM）を重合させ、温度応答性と細胞剥離性を持つデンドリティックブロックコポリマーHBP-0 を合成した。

HBP-0 の分子量分布をサイズ排除クロマトグラフィー（GPC）で解析したところ、デンドリティックポリマーでよく見られる単分散ポリマーではなく、多分散ポリマーであることが判明した。この多分散の HBP-0 を、GPC を用いて分子量ごとに 5 つの区分に分画した（HBP-1~5）。表 7 は、分画前の HBP-0 および分画後の HBP-1~5 の重量平均分子量（Mw）と多分散度（Mw/Mn）、３Ｔ３マウス線維芽細胞の剥離時間である。細胞剥離時間については、比較として NIPAM のホモポリマー（PNIPAM）も合せて示してあ

表 7. 各サンプルによる重量平均分子量、多分散度、細胞剥離時間

サンプル	Mw	Mw/Mn	細胞剥離時間
HBP-0	624,300	4.9	21 分
HBP-1	2,545,400	5.3	11 分
HBP-2	1,349,400	3.4	12 分
HBP-3	926,200	2.5	12 分
HBP-4	644,700	2.7	10 分
HBP-5	633,500	1.8	14 分
PNIPAM(比較)	99,800	1.3	20 分

る。HBP-0 や PNIPAM に比べ高分子量成分を多く含む HBP-1～4 は細胞剥離時間が短く、細胞剥離性が大きく向上していることが明らかなり、デンドリティックブロックコポリマーが高分子量化することで細胞剥離性が強化されることが初めて明らかとなり、同社によって特許化されるに至った[27)]。

ただし、このような高分子量体が多分散として生じる理由については不明であり、HPB-0 が多分散サンプルになるメカニズムについて、著者も参加している共同研究として解析を実施した。デンドリティックポリマー1 の分子量は GPC の結果から 1 ～2 万と見積もられた。NMR における主鎖-末端構造解析を行うことで HBP-1～5 の分子量推定を行ったところ、意外なことに約 30 万と見積もられた。この結果は分子量約 30 万のデンドリティックブロックコポリマーがまず生成し、会合とそれに続く連鎖移動やラジカルカップリングにより化学結合を形成し、架橋することで高分子量体が生成したと解釈できた。表 7 を改めて見ると HBP-1~5 の分子量は 30 万の整数倍であり、分子量約 30 万のデンドリティックブロックコポリマーの 2～8 量体である事が判明した。これらの

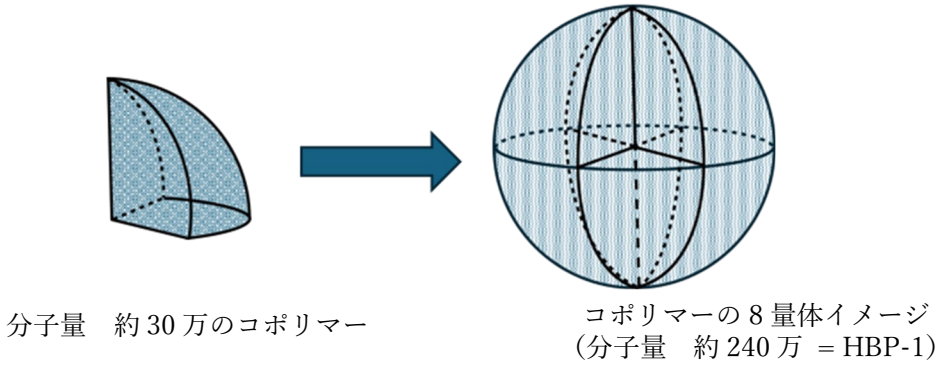


図 34. デンドリティックブロックコポリマーの模式図

結果から、図 34 に示す模式図のように、分子量 30 万のデンドリティックブロックコポリマーがまずは生成され、それが重合し、2･3･4･8 量体のブロックコポリマーが生成されたものと推定された。

第5章 結論と展望

5－1.　結論

本論文では、著者が理想とする研究支援体制である「研究者が必要なタイミングで必要な機器に容易にアクセスでき、必要十分な研究相談や技術支援を受けることで、貴重な研究成果を容易に創出できる環境と仕組み」の構築を目的に、これまで行ってきた種々の取組内容と成果についてまとめた。

1 章において、まず NMR 装置に関する説明や大阪大学における機器共用システムや共用 NMR 装置群、本 TC 論文申請の経緯について説明した。

2 章では、著者が入職時には、既に熟成されていた「理学研究科における機器共用マインド」を基に、機器共用の仕組みを整備することで、研究者と機器管理担当者間の連携の強化やそれによる研究支援の強化についてまとめた。更に、全学統括部局（現在のコアファシリティ機構）と密に連携しながら学内他部局や学外への展開、研究室管理機器の共用化、リモート技術を活用した他機関連携・国際連携などを進めたことについてもまとめた。このような取組の結果、理想とする機器共用システムに着実に近づいていることが改めに確認できた。効率的運用による共用化や集中管理の弊害として、研究者と機器管理者の距離が遠くなることで研究者の共用機器への関心が薄くなることが懸念される。この点についても、教員や学生が機器共用の運営に関与する事で他人事にならないよう大いに配慮して共用システムの構築を実施してきたが、そのお陰で機器管理

者と研究者間の距離間はそのままに、共用体制や共用連携、研究支援の強化が図られたと感じる。その結果、学内外の研究者からの要望をもとに 3 章で紹介したような技術開発を実施することにも繋がり、2 章で紹介した機器利用増加や国際協働など研究者と協力しながら各種支援を実施することが可能な環境が熟成されてきたと考えている。

3 章では、先端研究の支援を推進するため、高度 NMR 分析環境の構築に向けた種々の技術的取組みについてまとめた。市販のオプション装置では実現が難しかった低温測定の継続的な長時間測定を実現するため、低温ガス供給システムを新たに開発し、-190℃で 11 時間以上の低温ガス供給を安定的に行えるようにした。また、電池材料等でニーズが高まっている禁水性物質の固体 NMR 測定を簡便かつ効率良く行うため、固体 NMR サンプル管用 INSERT KIT を開発し、民間企業も含めて多くの固体 NMR 測定に適用した。加えて、遠隔測定技術を活用して、NMR プラットフォームが運用する超高磁場 NMR 装置や、他機関が持つ特徴ある NMR 装置を先端研究支援に活用するスキームを構築し、自前の NMR 装置群では対応できない試料の測定を通して先端研究支援に活用した。

4 章では学内･学外（他大学や民間企業）の研究者に対する研究支援例の一部を紹介した。多くの支援例は守秘義務の関係で公開出来なかったが、基本的には構造解析を行った後に評価方法の提案などを行ってきた。未知試料の構造解析相談では、NMR 装置を普段用いない分野の研究者から 1 年単位で構造が決定できずに研究が停滞している

などの話を聞くことがある。著者は、研究者が必要とする研究支援を明確にし、それに対する十分なコンサルタントができる適切な高度専門人材へと繋げ、また必要な分析への迅速かつ簡単なアクセスを提供し、研究者にとって真に価値ある共用システム･研究支援システムの構築を目指して日々取組んできた。未だ完成には至っていないが、4 章で示したような好事例も生まれていることを、本論文の作成を通して実感している。

5－2.　展望

機器共用の取組は全国に広がっており、各大学・研究機関の研究設備の多くが共用されている。しかしながら、研究設備の共用と共に重要な「研究者が求めている研究成果を得るために必要な、適切な知識・経験・技術を持った高度専門人材とのマッチングやアクセス」については、未だに確立されていないのが現状である。研究者の研究ニーズに合致した適切な高度専門人材とマッチングさせ、そのような高度専門人材に容易にアクセスできる仕組み作りについては、更に改善が必要であり、今後も継続して構築･改善を続けていきたいと考えている。このような制度作りに加えて、著者個人としても、構造解析系 TC で学んだ NMR 分析以外の分析・研究分野に関する知識を活かし、先に紹介したように、適切な高度専門人材と出会えていない研究者に対し、TC カレッジや NMR Club、学内の共用連携などのネットワークを通して、適切な高度専門人材を紹介できる研究支援ハブ的な役割を担える研究基盤人材･研究技術者に更に成長していきたいと考えている。

研究支援ハブとしてだけでなく、これまで通りに、様々な連携・協働の取組も更に発展させて行きたいと考えている。また本論文では紹介していないが、著者は NMR 装置の運用には必須となる液体ヘリウムに関して、その地域リサイクルを大阪大学コアファシリティ機構と連携して実施している。このような取組を、地域での NMR 分析連携と合わせることで、より実効的な NMR 地域連携を展開していきたい。また本論文の 2-4

章でも示したように、NMR 担当技術職員ネットワーク（NMR Club）を設立し、機関の枠を越えた人的ネットワーク形成を進めてきた。さらに大学連携研究設備ネットワークとの連携も展開し、NMR 関連の各種講習会を企画・運営することで人材育成にも貢献してきた。加えて、国立大学法人機器分析センター協議会事業検討委員会 [11] や一般社団法人研究基盤協議会共創の場委員会 [12] などで、技術職員に関するイベントの企画・運営も行ってきた。今後もこの様な活動を通じて、NMR を軸とした全国の研究力強化を推進していくだけでなく、それに必要な全国的な連携を先導し、研究支援のハブとしての役割を担える人材に成長していきたいと考えている。

参考文献

1） 国立大学法人 大阪大学 理学研究科 技術部 分析機器測定室
http://analysis.sci.osaka-u.ac.jp/

2) 国立大学法人 大阪大学 研究設備・機器共通予約システム
https://www.opf.osaka-u.ac.jp/home

3) 阪奈機器共用ネットワーク
https://www.hanna-nw.org/

4） 国立大学法人 大阪大学 コアファシリティ機構
https://corefc.osaka-u.ac.jp/

5） 文部科学省「先端研究基盤共用促進事業」NMR PLATFORM
https://nmrpf.jp/

6） 大学連携研究設備ネットワーク
https://chem-eqnet.ims.ac.jp/

7） 国立大学法人 大阪大学 共創機構 学術相談
https://www.ccb.osaka-u.ac.jp/service/koko_gakujutsu_soudan/

8） 国立大学法人 大阪大学 共創機構 受託研究
https://www.ccb.osaka-u.ac.jp/service/koko_jutaku_kenkyu/

9） 国立大学法人 大阪大学 共創機構 共同研究
https://www.ccb.osaka-u.ac.jp/service/koko_kyodo_kenkyu/

10） International Summer Program, Graduate School of Science, Osaka University
https://www.sci.osaka-u.ac.jp/en/international-summer-program-isp/

11） 国立大学法人 機器分析センター協議会 事業検討委員会
https://jcrea.jp/index.html

12） 一般社団法人 研究基盤協議会 共創の場委員会
https://www.jcore2023.jp/activities/committee/comiit-1/

13） Furuta, T., Oka, K. & Tohnai, N. Construction of triptycene molecular rotors with intermeshing arrangement and low rotational barrier. *Bulletin of the Chemical Society of Japan* **97**, uoae013 (2024).

14） Alba, L. D. V. *et al.* Complex formation of silver(i) ions with a glucosinolate derivative: structural and mechanistic insights into myrosinase-mimicking C–S bond cleavage. *Dalton Trans.* **50**, 8292–8296 (2021).

15) Halkier, B. A. & Gershenzon, J. Biology and biochemistry of glucosinolates. *Annu. Rev. Plant Biol.* **57**, 303–333 (2006).

16） Redovniković, I. R., Glivetić, T. Delonga, K. and Vorkapić-Furač, J. Glucosinolates and their potential role in plant. *Period. Biol.* **110**, 297-309(2008).

17） Burmeister, W. P. *et al.* The crystal structures of Sinapis alba myrosinase and a covalent glycosyl–enzyme intermediate provide insights into the substrate recognition and active-site machinery of an S-glycosidase. *Structure* **5**, 663–676 (1997).

18） Husebye, H. *et al.* Crystal structure at 1.1Å resolution of an insect myrosinase from Brevicoryne brassicae shows its close relationship to β-glucosidases. *Insect Biochemistry and Molecular Biology* **35**, 1311–1320 (2005).

19） Gadamer, J. Ueber das Sinalbin. *Ber. Dtsch. Chem. Ges.* **30**, 2327–2328 (1897).

20) 環状ジペプチドを含む抗歯周病原細菌剤
三浦 竜介, 水谷 武夫, 新 良一, 前田 伸子, 大島 朋子, 河井 智美, 井川 聡, 谷 篤史, 稲角 直也
特許第 6837628 号 https://www.j-platpat.inpit.go.jp/c1801/PU/JP-2016-208794/10/ja

21） 日本歯科医師会 世界口腔保健学術大会記念 第 27 回口腔保健シンポジウムレポート
https://www.jda.or.jp/happysmile2022/symposium/index2.html

22） 特定非営利活動法人 日本臨床歯周病学会 歯周病が全身に及ぼす影響
https://www.jacp.net/perio/effect/

23） Krasse P, Carlsson B, Dahl C, Paulsson A, Nilsson A, Sinkiewicz G. Decreased gum bleeding and reduced gingivitis by the probiotic Lactobacillus reuteri. *Swed Dent J.* **30**(2):55-60 (2006).

24） Vivekananda, M. R., Vandana, K. L. & Bhat, K. G. Effect of the probiotic *Lactobacilli reuteri* (Prodentis) in the management of periodontal disease: a preliminary randomized clinical trial. *Journal of Oral Microbiology* **2**, 5344 (2010).

25） Riccia, D. D. *et al.* Anti-inflammatory effects of *Lactobacillus brevis* (CD2) on periodontal disease. *Oral Diseases* **13**, 376–385 (2007).

26） Kawai, T. et al. Limosilactobacillus (Lactobacillus) fermentum ALAL020, a Probiotic candidate bacterium, produces a cyclic dipeptide that suppresses the periodontal pathogens porphyromonas gingivalis and prevotella intermedia. *Front. Cell. Infect. Microbiol*. **12**, 804334 (2022).

27） 温度応答性細胞培養基材
茂原 美子, 森安 礼奈, 森田 正道
特許 7002414 https://www.j-platpat.inpit.go.jp/c1801/PU/JP-7002414/15/ja

28） Aoshima, S. & Kanaoka, S. Synthesis of Stimuli-responsive polymers by living polymerization: poly(N-isopropylacrylamide) and poly(vinyl ether)s. in *Wax Crystal Control · Nanocomposites · Stimuli-Responsive Polymers* vol. 210 169–208 (Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2007).

研究支援業績

・研究支援による共著論文（14 報）

1. Kawai, T. et al. Limosilactobacillus (Lactobacillus) fermentum ALAL020, a probiotic candidate bacterium, produces a cyclic dipeptide that suppresses the periodontal pathogens porphyromonas gingivalis and prevotella intermedia. *Front. Cell. Infect. Microbiol*. **12**, 804334 (2022).

2. Sueishi, Y. et al. Characterization of group-inclusion complexations of rhodamine derivatives with native and 2,6-di-O-methylated β-cyclodextrins. *J Incl Phenom Macrocycl Chem* **96**, 365–372 (2020).

3. Matsumoto, Y., Inazumi, N., Hanaya, T. & Sueishi, Y. Characterization of inclusion complexation of various tetraalkylammonium chlorides with cucurbit[7]uril by external high-pressure studies. *J Incl Phenom Macrocycl Chem* **92**, 205–210 (2018).

4. Sueishi, Y., Honda, Y., Fujitani, S., Inazumi, N. & Hanaya, T. Investigation of inclusion complexation of imidazolium and pyrrolidinium chlorides with water-soluble p-sulfonatocalix[6]arene: characteristic effects of external pressure, temperature, and substituents. *J Incl Phenom Macrocycl Chem* **86**, 255–261 (2016).

5. Kakimoto, K. et al. Identification and characterization of oxidative metabolites of 1-chloropyrene. *Chem. Res. Toxicol*. **28**, 1728–1736 (2015).

6. Hamada, N., Tan, Z., Kanematsu, Y., Inazumi, N. & Nakamura, R. Influence of a chromophore analogue in the protein cage of a photoactive yellow protein. *Photochem Photobiol Sci* **14**, 1722–1728 (2015).

7. Hasenaka, Y., Okamura, T., Tatsumi, M., Inazumi, N. & Onitsuka, K. Behavior of anionic molybdenum(iv , vi) and tungsten(iv , vi) complexes containing bulky hydrophobic dithiolate ligands and intramolecular NH⋯S hydrogen bonds in nonpolar solvents. *Dalton Trans*. **43**, 15491–15502 (2014).

8. Sueishi, Y., Fujita, T., Nakatani, S., Inazumi, N. & Osawa, Y. The enhancement of fluorescence quantum yields of anilino naphthalene sulfonic acids by inclusion of various cyclodextrins and cucurbit[7]uril. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* **114**, 344–349 (2013).

9. Sueishi, Y., Mori, H. & Inazumi, N. Determination of binding constants of various alkali metal cations with p-sulfonatocalix[8]arene by using inclusion equilibrium with thionine dye. *J Incl Phenom Macrocycl Chem* **75**, 235–238 (2013).

10. Sueishi, Y., Ishikawa, M., Hori, M. & Inazumi, N. Cyclodextrin inclusion interferes with trolox oxygen radical scavenging capacity measurement. *Zeitschrift für Physikalische Chemie* **227**, 49–56 (2013).

11. Sueishi, Y., Hori, M. & Inazumi, N. Characterization of inclusion complex of vitamin E compound with 2,6-di-O-methylated β-cyclodextrin as the solubility enhancer and its kinetic determination for radical scavenging ability. *J Incl Phenom Macrocycl Chem* **72**, 467–472 (2012).

12. Suzuki, T. et al. Orange and yellow crystals of copper(i) complexes bearing 8-(diphenylphosphino)quinoline: a pair of distortion isomers of an intrinsic tetrahedral complex. *Inorg. Chem*. **50**, 3981–3987 (2011).

13. Inazumi, N. & Sueishi, Y. Inclusion complexation of octaethyl-p-tert-butylcalix[8]arene octaacetate with methylene blue and control of its inclusion ability by alkali metal cations. *J Incl Phenom Macrocycl Chem* **68**, 93–98 (2010).

14. Sueishi, Y., Inazumi, N. & Hanaya, T. NMR Spectroscopic characterization of inclusion complexes of hydroxy-substituted naphthalenes with native and modified β-cyclodextrins. *J Incl Phenom Macrocycl Chem* **64**, 135–141 (2009).

・研究支援による謝辞掲載論文（51 報）

1. Ding, Y. *et al.* Reinforcement and controlling the stability of poly(ε-caprolactone)-based polymeric materials via reversible and movable cross-links employing cyclic polyphenylene sulfide. *ACS Macro Lett.* **13**, 1265–1271 (2024).

2. Yamaura, H. *et al.* Chemical synthesis of *acetobacter pasteurianus* lipid a with a unique tetrasaccharide backbone and evaluation of its immunological functions. *Angewandte Chemie* **136**, e202402922 (2024).

3. Futamura, R. *et al.* Staggered structural dynamic-mediated selective adsorption of H2O/D2O on flexible graphene oxide nanosheets. *Nat Commun* **15**, 3585 (2024).

4. Furuta, T., Oka, K. & Tohnai, N. Construction of triptycene molecular rotors with intermeshing arrangement and low rotational barrier. *Bulletin of the Chemical Society of Japan* **97**, uoae013 (2024).

5. Asada, T., Iwatsuki, R., Iiyama, T. & Ueda, T. 2H-NMR study of molecular reorientation of D2O confined into the slit-shaped micropores of activated carbon fiber. *Adsorption* **30**, 95–106 (2024).

6. Yamashita, N. *et al.* Mechanical properties and molecular adhesion exhibited by inorganic–organic composite elastomers. *Polym. Chem.* **15**, 4196–4203 (2024).

7. Wada, T. *et al.* Material design of citric acid-modified cellulose composite polymeric materials with both tough and sustainable enhancement by multiple noncovalent bonds. *ACS Appl. Polym. Mater.* **5**, 10334–10341 (2023).

8. Park, J. *et al.* Tough citric acid-modified cellulose-containing polymer composites with three components consisting of movable cross-links and hydrogen bonds. *Polym J* **55**, 1151–1164 (2023).

9. Doi, R., Kajiwara, K., Negoro, T., Koh, K. & Ogoshi, S. Regioselective C–F bond transformations of silyl difluoroenolates. *Org. Lett.* **25**, 5542–5547 (2023).

10. Takebayashi, K., Kanazawa, A. & Aoshima, S. Cationic ring-opening copolymerization of cyclic acetals and 1,3-dioxolan-4-ones via the activated monomer mechanism and transacetalization reaction. *Macromolecules* **56**, 5524–5533 (2023).

11. Aso, A. *et al.* Evaluation of astatine-211-labeled fibroblast activation protein inhibitor (FAPI): Comparison of different linkers with polyethylene glycol and piperazine. *IJMS* **24**, 8701 (2023).

12. Ding, Y. *et al.* Cyclic Polyphenylene sulfide as additive to improve the mechanical properties of polystyrene-based materials. *Macromolecules* **56**, 3132–3140 (2023).

13. Yoshida, D. *et al.* Self-healable poly(dimethyl siloxane) elastomers based on host-guest complexation between methylated β-cyclodextrin and adamantane. *Chem. Lett.* **52**, 93–96 (2023).

14. Yoshida, D. *et al.* Preparation of mechanically tough poly(dimethyl siloxane) through the incorporation of acetylated cyclodextrin-based topologically movable cross-links. *Polym. Chem.* **14**, 3277–3285 (2023).

15. Yamashita, N. *et al.* Enhancement of the mechanical properties of organic–inorganic hybrid elastomers by introducing movable and reversible crosslinks. *Soft Matter* **19**, 9074–9081 (2023).

16. Yagi, R. & Ueda, T. Substitution (CH_3 , Cl, or Br) effects of the imidazolate linker on benzene adsorption kinetics for the zeolitic imidazolate framework (ZIF)-8. *Phys. Chem. Chem. Phys.* **25**, 20585–20596 (2023).

17. Ueda, C. *et al.* Behavior of supramolecular cross-links formed by host-guest interactions in hydrogels responding to water contents. *Supramolecular Materials* **1**, 100001 (2022).

18. Aso, A. *et al.* Substrate study for dihydroxyboryl astatine substitution reaction with fibroblast activation protein inhibitor (FAPI). *Chem. Lett.* **51**, 1091–1094 (2022).

19. Murata, T. *et al.* A redox‐active microporous organosiloxane containing a stable neutral radical, trioxotriangulene. *Chemistry A European J* **28**, e202104447 (2022).

20. Hayashi, K., Kanazawa, A. & Aoshima, S. Living and alternating cationic copolymerization of *o* -phthalaldehyde and various bulky enol ethers: elucidation of the "limit" of polymerizable monomers. *Macromolecules* **55**, 1365–1375 (2022).

21. Park, J. *et al.* Simultaneous control of the mechanical properties and adhesion of human umbilical vein endothelial cells to suppress platelet adhesion on a supramolecular substrate. *RSC Adv.* **12**, 27912–27917 (2022).

22. Shimoyama, A. *et al.* Lipopolysaccharide from gut‐associated lymphoid‐tissue‐resident *alcaligenes faecalis* : complete structure determination and chemical synthesis of its lipid A. *Angew Chem Int Ed* **60**, 10023–10031 (2021).

23. Itami, T., Hashidzume, A., Kamon, Y., Yamaguchi, H. & Harada, A. The macroscopic shape of assemblies formed from microparticles based on host–guest interaction dependent on the guest content. *Sci Rep* **11**, 6320 (2021).

24. Itami, T., Hashidzume, A., Kamon, Y., Yamaguchi, H. & Harada, A. Control of the macroscopic shape of assemblies formed from microparticles based on host–guest interaction. Preprint at https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-77496/v1 (2020).

25. Yamamoto, T. *et al.* The amphotericin b–ergosterol complex spans a lipid bilayer as a single-length assembly. *Biochemistry* **58**, 5188–5196 (2019).

26. Kanbayashi, N., Okamura, T. & Onitsuka, K. Living cyclocopolymerization through alternating insertion of isocyanide and allene via controlling the reactivity of the propagation species: Detailed mechanistic investigation. *J. Am. Chem. Soc.* **141**, 15307–15317 (2019).

27. Ogura, R. & Ueda, T. The first evaluation of the dynamic hydration number of hydrated ions confined in mesoporous silica MCM-41. *Adsorption* **25**, 1057–1066 (2019).

28. Yang, Y., Mori, A. & Hashidzume, A. Emission properties of diblock copolymers composed of poly(ethylene glycol) and dense 1,2,3-triazole blocks. *Polymers* **11**, 1086 (2019).

29. Hayashi, T., Tsuchikawa, H., Umegawa, Y. & Murata, M. Small structural alterations greatly influence the membrane affinity of lipophilic ligands: Membrane interactions of bafilomycin A1 and its desmethyl derivative bearing 19F-labeling. *Bioorganic & Medicinal Chemistry* **27**, 1677–1682 (2019).

30. Harada, T., Kamon, Y. & Hashidzume, A. Copper(I)-catalyzed azide–alkyne cycloaddition polymerization of N-butyl-N-ethynyl-4-azidobenzenesulfonamide. *Materials Today Communications* **17**, 229–237 (2018).

31. Yasukawa, Y., Tsuchikawa, H., Todokoro, Y. & Murata, M. Stereoselective construction of cisoidal bisspiroacetal frameworks through magnesium coordination of the bilateral acetal oxygen atoms. *Asian J Org Chem* **7**, 1101–1106 (2018).

32. Zheng, Y. *et al.* Visible chiral discrimination via macroscopic selective assembly. *Commun Chem* **1**, 4 (2018).

33. Kobayashi, Y. *et al.* Control of the threading ratio of cyclic molecules in polyrotaxanes consisting of poly(ethylene glycol) and α-cyclodextrins. *Chem. Commun.* **54**, 7066–7069 (2018).

34. Watanabe, H., Kanazawa, A. & Aoshima, S. Stereospecific living cationic polymerization of *n* -vinylcarbazole through the design of $ZnCl_2$ -derived counteranions. *ACS Macro Lett.* **6**, 463–467 (2017).

35. Nakahata, M., Mori, S., Takashima, Y., Yamaguchi, H. & Harada, A. Self-healing materials formed by cross-linked polyrotaxanes with reversible bonds. *Chem* **1**, 766–775 (2016).

36. Espiritu, R. A. *et al.* Marine sponge cyclic peptide theonellamide A disrupts lipid bilayer integrity without forming distinct membrane pores. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA) - Biomembranes* **1858**, 1373–1379 (2016).

37. Nakahata, M., Takashima, Y. & Harada, A. Highly flexible, tough, and self‐healing supramolecular polymeric materials using host–guest interaction. *Macromol. Rapid Commun.* **37**, 86–92 (2016).

38. Miyamae, K., Nakahata, M., Takashima, Y. & Harada, A. Self-healing, expansion–contraction, and shape‐memory properties of a preorganized supramolecular hydrogel through host–guest interactions. *Angew Chem Int Ed* **54**, 8984–8987 (2015).

39. Matsumori, N., Yamaguchi, T., Maeta, Y. & Murata, M. Orientation and order of the amide group of sphingomyelin in bilayers determined by solid-state NMR. *Biophysical Journal* **108**, 2816–2824 (2015).

40. Yasuda, T., Tsuchikawa, H., Murata, M. & Matsumori, N. Deuterium NMR of raft model membranes reveals domain-specific order profiles and compositional distribution. *Biophysical Journal* **108**, 2502–2506 (2015).

41. Ando, J. *et al.* Sphingomyelin distribution in lipid rafts of artificial monolayer membranes visualized by Raman microscopy. *Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A.* **112**, 4558–4563 (2015).

42. Okano, K. *et al.* Amorphous calcium silicate hydrates and their possible mechanism for recovering phosphate from wastewater. *Separation and Purification Technology* **144**, 63–69 (2015).

43. Nakahata, M., Takashima, Y., Hashidzume, A. & Harada, A. Macroscopic self‐assembly based on complementary interactions between nucleobase pairs. *Chemistry A European J* **21**, 2770–2774 (2015).

44. Nakamura, T., Takashima, Y., Hashidzume, A., Yamaguchi, H. & Harada, A. A metal–ion-responsive adhesive material via switching of molecular recognition properties. *Nat Commun* **5**, 4622 (2014).

45. Nakahata, M. *et al.* pH- and sugar-responsive gel assemblies based on boronate–catechol interactions. *ACS Macro Lett.* **3**, 337–340 (2014).

46. Nakahata, M., Takashima, Y. & Harada, A. Redox-responsive macroscopic gel assembly based on discrete dual interactions. *Angew Chem Int Ed* **53**, 3617–3621 (2014).

47. Hashidzume, A., Nakamura, T. & Sato, T. Copper-catalyzed azide-alkyne cycloaddition oligomerization of 3-azido-1-propyne derivatives. *Polymer* **54**, 3448–3451 (2013).

48. Nakahata, M., Takashima, Y., Hashidzume, A. & Harada, A. Redox-generated mechanical motion of a supramolecular polymeric actuator based on host–guest interactions. *Angew Chem Int Ed* **52**, 5731–5735 (2013).

49. Matsumori, N. *et al.* Comprehensive molecular motion capture for sphingomyelin by site-specific deuterium labeling. *Biochemistry* **51**, 8363–8370 (2012).

50. Shimoyama, A. *et al.* Chemical synthesis of *Helicobacter pylori* lipopolysaccharide partial structures and their selective proinflammatory responses. *Chemistry A European J* **17**, 14464–14474 (2011).

51. Murata, M., T. Swasono, R., Kanemoto, M. & Oishi, T. Structural reevaluations of amphidinol 3, a potent antifungal compound from dinoflagellate. *HETEROCYCLES* **82**, 1359 (2010).

・特許

1. 環状ジペプチドを含む抗歯周病原細菌剤
三浦 竜介 ， 水谷 武夫 ， 新 良一 ， 前田 伸子 ， 大島 朋子 ， 河井 智美 ， 井川 聡 ， 谷 篤史 ， **稲角 直也**
特許第 6837628 号 2021 年 2 月

・外部資金獲得

1. NMR 周辺機器の作成と評価に関する相談
株式会社 VARTEC 学術相談 2020 年 12 月 - 2025 年 11 月
稲角直也, 戸所泰人

2. 分析機器を活用したフッ素樹脂の構造解析
ダイキン工業株式会社 共同研究 2016 年 4 月 - 2025 年 7 月
岡村高明, **稲角直也**, 伊藤彰厚, 戸所泰人

3. 未知物質同定技術に関する相談
松谷化学工業株式会社 学術相談 2024 年 6 月 - 2025 年 3 月
稲角直也

4. 固体材料の構造解析に関する研究
パナソニック ホールディングス株式会社 プロダクト解析センター 共同研究 2012 年 7 月 - 2025 年 3 月
青島貞人, 金澤有紘, **稲角直也**, 戸所泰人

5. 機器分析技術の開発
株式会社 VARTEC 共同研究 2015 年 12 月 - 2020 年 11 月
村田道雄, 古谷浩志, **稲角直也**, 戸所泰人

6. 卓上型マルチディスペンサ開発に関する相談
船井電機株式会社 学術相談 2019 年 11 月 - 2020 年 2 月
稲角直也, 大森博文, 伊藤彰厚

7. NMR における液体窒素を用いた低温ガス安定供給システムの改良検討
日本学術振興会 科学研究費助成事業 奨励研究 奨励研究 2017 年 - 2017 年
稲角 直也

8. 様々な抗酸化物質の共存下での特異な活性種消去能（相乗・相殺効果）の解明
日本学術振興会 科学研究費助成事業 基盤研究(C) 2013 年 4 月 - 2016 年 3 月
末石 芳巳, 古武 弥成, 大和田 滋, **稲角 直也**, 真明 正志, 遠藤 伸之, 鵜飼 光子

・技術発表

1. 国際協働を加速する先端研究機器のリモート活用 ～機器共用を通した新たな協働取組み～
   稲角直也
   生産と技術 Vol.76(No.3) 2024 年 6 月

2. NMR 運営における遠隔環境整備と活用
   稲角直也
   大阪大学理学研究科技術部報告書 31 2023 年

3. 装置の DX 化によりあらゆる警報を外部に通知する
   千葉寿, 古館守通, 藤崎聡美, 玉木俊昭, 稲角直也, 戸所泰人, 島崎英行, 須恵耕二, 木村和典, 豊田朋範
   機器・分析技術研究会 2022 年

4. 周囲に人がいない時代の危機を乗り切るための新しい機器管理
   千葉寿, 古館守通, 藤崎聡美, 玉木俊昭, 稲角直也, 戸所泰人, 島崎英行, 須恵耕二, 木村和典, 豊田朋範
   機器・分析技術研究会 2021 年

5. 超電導マグネットにおける事故と対応
   稲角直也, 笹尾愛
   機器・分析技術研究会 2021 年

6. 遠隔操作システムプロジェクト~検証系チーム状況報告~
   戸所泰人, 稲角直也, 植原邦佳, 上田瑞恵, 水田敏史
   機器・分析技術研究会 2021 年

7. 令和 2 年度大学間連携による研究基盤強化を目的とした NMR 技術職員の活動
   木村悟, 安東真理子, 稲角直也, 瀧雅人, 鳥居実恵, 水田敏史
   機器・分析技術研究会 2021 年

8. 所有からシェアへ：分析機器と技術のコアファシリティ化
   稲角 直也, 戸所 泰人, 伊藤 彰厚, 飯島 憲一
   生産と技術 73(1) 78-82 2021 年

9. 大学間連携による研究基盤強化を目的とした NMR 担当技術職員の活動紹介：共用研究設備・機器の学外利用促進、人材育成法のロールモデルの提示
   木村 悟, 安東 真理子, 稲角 直也, 瀧 雅人, 鳥居 実恵, 水田 敏史
   年次学術大会講演要旨集 35th(35) 39-42 2020 年 10 月 31 日

10. コロナ禍における NMR 講習と機器利用の検討
    稲角直也
    機器・分析技術研究会大会報告集 2020 年

11. NMR 用低温ガス安定供給システムの改良整備
    稲角直也
    大阪大学理学研究科技術部報告書 27 2019 年

12. 低温 NMR 測定における低温ガス安定供給システムの改良検討
    稲角直也, 日高志郎
    機器・分析技術研究会大会報告集 2018 年

13. NMR における液体窒素を用いた低温ガス安定供給システムの改良検討
稲角直也, 日高史郎
九州地区総合技術研究会講演・技術報告集 2017 2018 年

14. 理研・理学研究科連携プロジェクト拠点 FT-MS 移設報告
稲角 直也
大阪大学低温センターだより 168(168) 38-38 2018 年 1 月

15. 歯周病原菌に対する Lactobacillus 属細菌により産生される抗菌成分の同定 (Determination of the antibacterial constituents produced by lactobacilli against a periodontal pathogen)
河井 智美, 大島 朋子, 新 良一, 井川 聡, 谷 篤史, 稲角 直也, 前田 伸子
日本細菌学雑誌 72(1) 137-137 2017 年 2 月

16. Lactobacillus fermentum によって産生された Porphyromonas gingivalis に対する抗菌物質
河井 智美, 大島 朋子, 新 良一, 井川 聡, 谷 篤史, 稲角 直也, 水谷 武夫, 三浦 竜介, 五味 一博, 前田 伸子
腸内細菌学雑誌 30(2) 96-96 2016 年 4 月

17. ヒトチトクローム P450 によるクロロピレンの in vitro 代謝解析
永吉晴奈, 柿本健作, 柿本健作, 稲角直也, 谷篤史, 小西良昌, 梶村計志, 大浦健, 中野武, 早川和一, 鳥羽陽
環境化学討論会要旨集 24th 2015 年

18. ヘリウムガス回収率向上への取り組み
笹尾愛, 川井昭, 本庄浩司, 伊藤義浩, 古木良一, 稲角直也, 戸所泰人, 竹内徹也, 野末泰夫, 田島節子
Research Report. NIFS-MEMO Series (67) 2014 年

19. ヘリウム回収ラインの改良について
稲角 直也, 戸所 泰人
大阪大学低温センターだより 161(161) 32-35 2014 年 1 月

20. FGMAS-NMR における測定の注意点
稲角直也
機器・分析技術研究会大会報告集 2013 2013 年

21. 連携のススメ
稲角 直也
技術部報告書 22 31-34 2013 年

22. 赤外分光器を大学祭で公開(繊維とお肌の潤い測定)
川村和司, 大濱光央, 安達廣, 伊藤彰厚, 稲角直也, 飯島憲一, 平井智美
機器・分析技術研究会大会報告集 2012 年

23. 狭小部屋における大型 NMR 装置設置について
稲角直也
機器・分析技術研究会大会報告集 2012 年

24. 分析測定室グループ研修 各分析機器の特徴の把握 2 と分析測定室の広報
平井 智美, 飯島 憲一, 稲角 直也
技術部報告書 21 23-25 2012 年

25. Web を活用した分析機器運用システムの構築
稲角直也
大阪大学理学研究科技術部報告書 19 2011 年

・招待講演、パネリスト

1. 核磁気共鳴（ＮＭＲ）について
稲角直也
令和６年度 大阪私立中学・高等学校 理科教育研究会研修会（化学部会） 2024 年 8 月 3 日

2. NMR を用いた機器共用システムの構築と展開
稲角 直也
東大 物性研 技術部 談話会 2024 年 7 月 24 日

3. 若手 URA-技術職員-事務職員のクロストーク ～研究支援の高度化に向けて～
川谷健一, 米澤恵一朗, **稲角直也**, 久保利樹
RA 協議会 第 9 回年次大会 2023 年 8 月 9 日

4. 他機関との連携事例紹介
稲角 直也
第 35 回産研技術室報告会－第 29 回蛋白研技術部報告会（2022） 2022 年 12 月 16 日

5. NMR Club の活動と連携・人材育成事例の紹介
稲角 直也
文部科学省 先端研究基盤共用促進事業 NMR プラットフォームシンポジウム 2022 2022 年 11 月 28 日

6. 研究力強化に資する技術支援の在り方を考える
稲角 直也
大阪大学技術職員研修（第３７回） 2022 年 9 月 30 日

7. 「固体核磁気共鳴装置（NMR）の基本理解について」、「実践的な測定技術」、「データ解析法及び固体 NMR の実際の活用事例」
安東真理子, **稲角直也**
東海国立大学 統括技術センター 最新型核磁気共鳴装置による固体核磁気共鳴解析に関する高度技術職員研修

8. NMR スペクトル の見方
稲角直也, 瀧雅人
分析装置初歩セミナー 2021 年 9 月 24 日

9. 測定担当者による共用 NMR 拠点の紹介」
稲角直也
次世代 NMR ワーキンググループ 第 2 回ワークショップ（蛋白研セミナー・ 2021 年 3 月 15 日

10. 阪奈共用ネットワークにおける JEOL ハイエンド NMR リモート活用実験
稲角直也
文部科学省 先端研究基盤共用促進事業 NMR 共用プラットフォームシンポジウム 2020 2020 年 10 月 23 日

11. 「技術職員を語ろう－女性も活躍する仕事－」
江端新吾, 古谷浩志, 江口摩利子, **稲角直也**, 川上恵子
大阪大学部局横断型女性技術職員ネットワーク発足セミナー 2020 年 9 月 29 日

12. 固体材料における運動性評価 ～低温測定メーカースペックの限界を超えるには～
稲角直也
大学連携研究設備ネットワーク NMR セミナー 2019 年 10 月 25 日

13. NMR 用低温ガス安定供給システム の改良整備
稲角 直也
第１７回 JAIAN ミーティング（大阪） 2018 年 10 月 19 日

謝辞

本論文は 2008 年 4 月から 2024 年 11 月までの間、大阪大学理学研究科において行った研究支援体制の整備や技術開発、研究支援の内容を中心にまとめたものです。研究者、学生、事務職員、技術職員など多くの皆様にご支援ご助力を頂きまして本論文を執筆する事が出来ました。心より感謝申し上げます。

本論文の原資となりました理学研究科共用 NMR の導入にご尽力頂きました上山憲一名誉教授・原田明名誉教授・村田道雄名誉教授・梶原康宏教授に心より感謝申し上げます。また村田名誉教授と梶原教授には DLSU における国際連携で NMR 実習を行う機会とサポートを頂きました。誠にありがとうございます。

分析機器運営委員会や大型分析機器運営委員会の運営では、共通機器マネジメントや研究支援活動を行う場と機会を与えてくださりました分析機器運営委員会委員長 今田勝巳教授および大型分析機器運営委員会委員長 舩橋靖博教授に心より感謝申し上げます。また舩橋教授には学内研究者研究支援例へのご協力やリモートを活用した DLSU との国際連携などにもご協力頂きました。誠にありがとうございます。

全学共用システムの構築では、理学研究科の参加を後押しして頂きました理学研究科豊田岐聡教授および統括部局として当初から機器共用の助言や指導をして頂きましたコアファシリティ機構（旧科学教育機器リノベーションセンター）古谷浩志機構長補佐・荒西睦雄前共創利用支援部門長・唐牛譲共創利用支援部門長・歴代の事務部の皆様には心より感謝申し上げます。また古谷副機構長には本論文の主査として指導頂き重ねて御礼申し上げます。

TC 論文の副査の申し出をご快諾頂きました TC カレッジ長 江端新吾教授および東京科学大学オープンファシリティセンターリサーチインフラマネージメント機構 清悦久主任技術専門職員には心より感謝申し上げます。

NMR Club の取組みとして NMR PLATFORM との連携では、取組み当初からご助言を頂きました理化学研究所 木川隆則上級研究員および長島敏雄上級テクニカルスタッフには心より感謝申し上げます。また NMR Club の活動を共同で企画・運営して頂いた北海道大学 木村悟技術専門職員・東北大学 安東真理子技術専門職員・名古屋大学 鳥居実恵技術専門職員・名古屋工業大学 瀧雅人技術専門職員・鳥取大学 水田敏史技術専門職員には心より感謝申し上げます。また安東技術専門職員には、機関間連携として相互に NMR 装置のリモートシェアリングを実施して頂き重ねて御礼申し上げます。

他機関連携の取組みでは、装置利用について丁寧に対応して頂きました群馬大学 林史夫准教授および田部井由香里技術専門職員、名古屋大学 高濱謙太朗総括 CFA・沢田義治技師・加納真衣技術職員には心より感謝申し上げます。奈良工業高等専門学校 山田裕久准教授および亀井稔之教授には、リモート NMR 利用について初期からご助言を頂きありがとうございます。大阪大学蛋白質研究所の NMR 利用では、補助なし測定資格認定試験などの対応を細やかにして頂き宮ノ入洋平准教授および児嶋長次郎教授・藤原敏道名誉教授に心より感謝申し上げます。

技術開発の取組みでは、低温ガス供給システムの開発で協力していただきました大阪大学 日高史郎技術職員、株式会社 MAIN ENGINE 鈴木剛代表取締役には心より感謝申し上げます。本技術開発は JSPS 科研費 JP17H00296 の助成を受けて開発しました。この場を借りてお礼申し上げます。NMR INSERT KIT の開発では、製作を担当していただきました大阪大学コアファシリティ機構工作支援部門 薮田豊技術専門員、大野功司技術専門職員に心より感謝申し上げます。

学外研究者支援例への協力をして頂き、鶴見大学 大島朋子教授・河井智美博士、大阪産業技術研究所 井川聡主幹研究員、神戸大学 谷篤史教授には心より感謝申し上げます。

企業研究者支援例への協力とご助言をして頂き、ダイキン工業株式会社 足達健二様・小泉美子様、大阪大学理学研究科 岡村高明准教授には心より感謝申し上げます。

理学研究科技術部分析機器測定室の各種活動を遂行するにあたり、分析機器運営委員会委員長 今田勝巳教授および分析機器測定室技術職員・技術補佐員・特任研究員・特任研究員 S の皆様、平山里実事務補佐員、理学研究科事務部経理係の皆様にご協力頂きましたことをお礼申し上げます。特に平山里実事務補佐員には広報などの企画・運営について、助言を頂き重ねてお礼申し上げます。最後に TC カレッジの受講に対し予算や業務にご配慮頂きました理学研究科技術部に厚くお礼申し上げます。