

平成 11 年度

岐阜大学機器分析センター一年報

*Instrumental Analysis Center  
Gifu University*

第3号



#### 表紙解説

中央の機器は、超高速現象解析システムの中の超高速撮影装置ナックFS501です。これは1秒間に最高20,000,000コマの速度で撮影できます。また、左から右に5つの写真は、牛乳溜まりに牛乳滴が落下する様子を高速ビデオ装置ナックHS-4540-2で1秒間に4,500コマの速度で撮影したものです。

デザイン 工学部応用精密化学科 杉浦 隆  
資料提供 工学部機械システム工学科 高橋 周平

# 目 次

## 年報 第 3 号

年報第 3 号発刊にあたって	1
石原秀晴（機器分析センター長）	
本年 2 月に実施した全学へのアンケートの結果報告	2
沓水祥一（機器分析センター専任教官）	
1. センターの目的	11
2. 沿革	11
3. 管理運営組織図	12
4. センター員名簿	13
5. 設置機器等一覧および機器の説明	15
センター案内図	16
1. 超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置（FT-NMR）	17
2. 質量分析装置（MS）	19
3. 電子顕微鏡（TEM, SEM, ED, EDX, &EELS）	22
4. 複合型表面分析装置（ESCA）	25
5. 生体分子高次構造解析システム（CD&SF）	27
6. 超高速現象解析システム	29
1) 高速撮影カメラ・ビデオシステム	30
2) 時間分解フォトルミネセンス	31
7. 走査型プローブ顕微鏡システム（SPM）	34
8. 誘導プラズマ発光分析装置（ICP-AES）	35
9. 分光光度計（UV-Vis&IR）	38
10. コールドコンバーター（液体窒素供給装置）	39
11. 画像処理システム	40
6. 新機種導入	41
X線マイクロアナライザーのデータ処理部が更新されました	
大矢豊（工学部応用精密化学科）	
7. 利用手順	42
別表 1 液体窒素取扱講習会資料	44

8.	計測機器の利用に関する申合せ	46
	別表 1 利用者資格	49
	別表 2 利用料金	51
	別表 3 平成 年度 岐阜大学機器分析センター利用申請書	54
9.	機器の利用状況	55
10.	利用者研究論文一覧(1998年)	59
11.	平成11年度活動状況報告	68
	別表 平成11年度 講習者受講者数	71

	編集後記	72
--	------	----

表紙のデザインおよび表紙解説： 杉浦隆 先生(工学部応用精密化学科)  
表紙の資料提供：高橋周平 先生(工学部機械システム工学科)

センターの内線番号案内(裏表紙の裏)

## 年報第3号発刊にあたって

機器分析センター長 石原秀晴

センター長として3年目を迎え、これまでに全国の大学の機器分析センター等からセンターニュース・年報をいただけてきました。各大学ともそれぞれの事情を抱えながら、教育研究の支援組織として活発に活動されている様子がうかがえます。その中で共通していることは大型機器の導入は学科単位、部局単位では困難になってきていること、全学的な熱意、バックアップが充実している学校では機器の更新・新規導入がスムーズに行われていることがうかがえます。

振り返って、われわれの機器分析センターでは学内措置の計測センターから20年余、省令化施設・機器分析センターとなり3年が経過しますが、導入機器の種類、数、また最近の導入状況を見ても見劣りしています。この事実は、われわれの努力が足りないとお叱りを受けるのではないのでしょうか。しかし、私の感じるところでは、大学全体としては「共同利用」へのご理解がまだまだ足りないと感じています。もっと理解を求めていかなければと痛感しています。ぜひ、ご理解とご支援をお願いいたします。

大学改革が進む中、機器の共同利用により、効率よい運用はこれまで以上に求められましょう。将来は「岐阜大学の機器分析センター」でなく地域の研究機関と相互利用、機器の共同購入なども考えていかねばならないのではないのでしょうか。昨年度は地域共同研究センターと協力し、地域の企業等に向けた高度機器分析の講習会、見学会も行いました。現在、機器の管理、運用の効率化を目的に各部局にある共同利用機器の集中化も模索しています。ぜひご意見、ご協力をいただけるようお願いいたします。

## 本年 2 月に実施した全学へのアンケートの結果報告

機器分析センター 沓 水 祥 一

< はじめに >

ともすれば特定の人のみが利用している機関になりかねないとの考えから、その運営に関して全学から広く意見を集めること、そして全学共同利用施設としてのセンターを全学に広くアピールすること、また今センターが進めようとしている全学の機器集中化と共同管理のあり方について意見を集めることなどを目的として、昨年 6 月と本年 2 月の 2 度にわたりアンケートを実施しました。お忙しい中、数々の貴重なご意見をお寄せいただきました皆様にこの場をお借りしてお礼申し上げます。いただきましたご意見は今後の運営に活かしていくようにします。以下に、結果を掲載いたします。これらの意見は、今後皆様と全学共同利用施設としてのセンターのあり方を議論していく上で参考になるのではないかと思います。また、同時に行いました新機種の希望調査では、ご覧になれば分かりますように、複数の学部から同じ測定機器が希望されている例がいくつかあります。これらの機器導入に関しましては、今後センターが果たすべき役割があるように思います。

アンケートの結果と併せてお考えいただきたいのですが、「全学の機器集中化と共同管理」に関しまして、いくつかのコメントをさせていただきたいと思います。アンケートの中の意見にありますが、センターとしては、研究によっては高価な測定機器を汎用的ではなくまったくの特殊用途に用いる場合もあり、そういう研究も科学的に価値がある場合が多いことを十分認識しているつもりです。「高価な測定機器は全学共同利用にすべきである」という私どもの主張は、必ずしもこういったタイプの研究に対して高価な測定機器を導入することを排除するわけではありません。しかしながら、もし汎用機器を汎用の用途に用いているのであれば、全学部に開放していただきたい。こういった汎用機器の導入に関して、どの部局が獲得するかといったことで部局同士が大学に来る予算を奪い合うことは全く無意味です。特定の部局あるいは特定の研究グループが占有することは、利用率から見れば学内に 1 機種あればいい測定機器が複数の部局に希望が存在しますと 2 機種 3 機種と必要という事態になりますし、利用率が上がらなければやがてそれぞれの機器の更新もままならないという事態にもなります。国立大学の財政そのものが国の財政改革のまな板にのる今日、このようなことでは到底国民の理解は得られるべくもありません。

また、「高価な汎用測定機器は全学共同利用にすべきである」という私どもの主張は、これらの機器を全てセンター職員だけで責任もって管理します、ということの意味しているわけで

もありません。センターができることは、全学共同利用の場を提供すること、そして少々の管理の「お手伝い」をさせていただくというのが正直なところです。これは、一見手前勝手のように聞こえるかもしれませんが、ひとつの装置でもいろいろの使用方法があるのに、（現状の）限られた職員だけで多くの装置のそれら全ての使い方に精通し管理することは到底できることではありません。私どもとしましては、皆様の積極的なセンター運営への参加を切に希望するものであります。そういう意味では、皆様の負担は決してなくなるわけではないのですが、そうであっても、ひとつの装置を一人で管理するよりは複数で管理するほうが何かと便利ですし、装置の有効利用と技術革新とともに必要となる新規の装置への更新ということを考えれば、「高価な汎用測定機器は全学共同利用にすべきである」という考え方は最早時代の要請でもあるわけです。

そういうわけですから、先ほど申しました「複数の学部から同じ測定機器が希望されている例」に関しましても、センターが申請書を書いてくれて装置を導入してくれるなどと甘いことは期待せずに、最初の申請書を書くところくらいまではぜひ皆様が積極的に参加していただきたいと思うわけです。実際、そのあと申請書が外部に出ていく段階では、我々も（十分ではないかもしれませんが）少しばかりのお手伝いをしてきているつもりです。

言い訳めいたことばかり言っておりますが、以下のアンケートの結果をご覧になり、賛成反対何でもどしどし意見していただくことを希望しております。

## 本年2月に実施した全学へのアンケートの結果報告

### (1) 部局別回答率

* 教育学部 回答率 8.9 %	* 地域科学部 回答率 23.4 %	* 医学部 回答率 32.6 %
* 医学部附属病院 回答率 14.1 %	* 工学部 回答率 6.8 %	* 農学部 回答率 9.6 %
* 流域環境研究センター 回答率 12.5 %	* 総合情報処理センター 回答率 100.0 %	* 医療技術短期大学部 回答率 33.3 %

## (2) アンケートへの回答内容

### 部局別回答の詳細

#### \* 教育学部

総回答数		10
1.(1)		4
		2
		4
1.(2)		4
		3
	回答なし	3
1.(3)		8
		0
	回答なし	2

#### \* 地域科学部

総回答数		11
1.(1)		0
		1
		10
1.(2)		8
		0
	回答なし	3
1.(3)		8
		0
	回答なし	3

#### \* 医学部

総回答数		43
1.(1)		2
		2
		39
1.(2)		25
		8
	回答なし	10
1.(3)		30
		0
	回答なし	13

#### \* 医学部附属病院

総回答数		14
1.(1)		0
		0
		14
1.(2)		9
		1
	回答なし	4
1.(3)		10
		0
	回答なし	4

#### \* 工学部

総回答数		14
1.(1)		10
		3
		1
1.(2)		4
		9
	回答なし	1
1.(3)		11
		0
	回答なし	3

#### \* 農学部

総回答数		10
1.(1)		8
		1
		1
1.(2)		2
		5
	回答なし	3
1.(3)		6
		0
	回答なし	4

#### \* 流域環境研究センター

総回答数		1
1.(1)		0
		0
		1
1.(2)		0
		0
	回答なし	1
1.(3)		1
		0
	回答なし	0

#### \* 総合情報処理センター

総回答数		1
1.(1)		0
		0
		1
1.(2)		1
		0
	回答なし	0
1.(3)		1
		0
	回答なし	0

#### \* 医療技術短期大学部

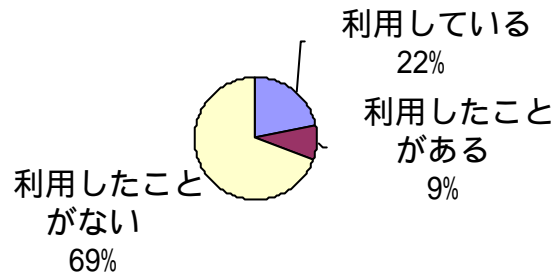
総回答数		7
1.(1)		0
		1
		6
1.(2)		4
		1
	回答なし	2
1.(3)		5
		0
	回答なし	2



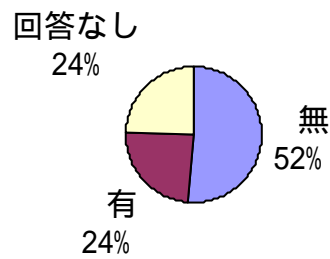
\* 全部局の総計

総回答数		111
1.(1)	利用している	24
	利用したことがある	10
	利用したことがない	77
1.(2)	無	57
	有	27
	回答なし	27
1.(3)	無	80
	有	0
	回答なし	31

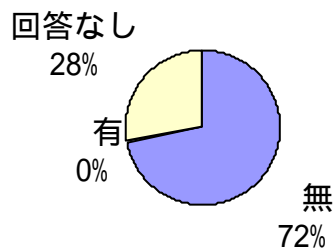
1.(1)本センターの機器利用



1.(2)本センターの現有機器以外に設置を希望する機器



1.(3)貴研究室，実験室等の既設機器で本センターに移設し共有使用が可能な機器



1.(2) 現有機器以外に設置を希望する機器の詳細（昨年6月のアンケートの分を含む。）

機種名（順不同）（メーカー名）	【仕様】（装置概要）（金額）（学部）
<b>【200 - 300万円クラス】</b>	
フィルムデンシトメータ（小西六）	300万円（工）
Heリークディテクタ（ULVAC）	100万円（工）
液体ヘリウム貯蔵容器	100万円（工）
ガスクロマトグラフ（ECD）	（農）
<b>【1000万円クラス】</b>	
表面粗さ計（ミットヨ）[分解能10 nm]	400万円（工）
蛍光偏光度測定システム（Takara, Full-Range Beacon 2000, Code VP2370） （遺伝子工学、食品化学、環境科学、タンパク質工学）	800万円（農）
蛍光偏光度測定システム（Takara, Full-Range Beacon 2000）	（地域）
トランスイルミネーター （ルシフェラーゼ等測定）	500万円（医）
示差走査熱量計（パーキンエルマー・パイリス） （あらゆる物質の相転移等の熱分析）	680万円（工）
示差走査熱量計	1000万円（医）
有機微量元素分析装置（ヤナコ・CHNコーダーMT-6型） （有機化合物中の炭素、窒素、酸素の定量分析。）	1000万円（教）
旋光度計[Na-D線+UV]（日本電子）	350 400万円（工）
旋光度計	（教）
カラーレーザー顕微鏡（超深度形状測定顕微鏡）（KEYENCE・VK-8500） （生物・非生物を問わず非破壊で分解能0.01 μmまでの精度で深さ方向の情報も含めて表面のカラー3次元立体マップの作成可能。）	1000万円（工）
<b>【5000万円 - 1億円クラス】</b>	
ベクトル・ネットワーク・アナライザ・システム（HP・HP8510C） [45MHz-110GHz・フルオプション] （VHFからマイクロ波・ミリ波までの周波数における複素インピーダンス測定（いわゆるSパラメータ））	5000万円 1億円（教）
マイクロフォーカスX線テレビ検査装置（島津・SMX-30&CTシステム） （生物体、金属体の内部構造の3次元画像を非破壊で調べる。医学用CTスキャンと違って高精度。）	5000万円（農）

レーザー走査顕微鏡（レーザーテック）

（1 mm厚程度の透明な媒質（ゼラチン）中に記録した $(10 \mu\text{m})^3$ 領域に存在する飛跡を、 $\mu\text{m}$ の精度で観察する。透過型であることが重要である。また既存のものではレーザーのpower不足(5 mW)なので20 mW程度に変更する必要がある。これにより、ごくごくまれにしか観測されない原子核内の相互作用を単一に同定することが可能となる。また、電子顕微鏡で見るほどの分解能は不要でしかし光学顕微鏡では物足りない試料の観察に非常に適している。）

5 0 0 0 万円（教）

共焦点高速レーザー走査顕微鏡システム（ノーラン・インスツルメンツ）

[光学顕微鏡・可視光レーザー光源・紫外レーザー光源・蛍光検出器・走査モジュール]（蛍光標識を検出する原理で、生物の機能物質の発現部位を追跡する。あるいはイオン検出蛍光物質を用いて、Ca、Na、K等の動態を追跡する。またUVレーザー光でシグナルの定量化を行う。学内には遺伝子実験施設に一式設置されているが大多数の研究室よりはなれていて利用しにくく、またUV光源が付属されていないので私の使用目的には合わない。）

1 億円（農）

共焦点レーザー走査顕微鏡システム（Zeiss）

3 0 0 0 万円（医）

共焦点レーザー走査顕微鏡システム

（農）

デコンボリューション蛍光顕微鏡システム（浜松ホトニクス・AquaCosmos）

[高感度デジタル冷却CCD + 各種イメージセンサ]（生物分野の細胞内構造の解析、蛍光タイムラプス、デコンボリューション立体構築、レシオイメージング、ルミネッセンス、ビデオエンハンスなど）

1 0 0 0 - 1 5 0 0 万円（医技短）

カルシウム測光システムARGUS50（浜松フォトニクス）

（医）

UPS（真空紫外光電子分光装置）

（真空紫外光を用いて行うフォトエミッションスペクトル法）

5 0 0 0 万円 - 1 億円（工）

透過型電子顕微鏡（日立・H-7500, Bio-TEMシリーズ）

（生物試料観察に最適。低倍率で広視野。）

8 0 0 0 万円（農）

透過型電子顕微鏡

（医）

電界放射型走査顕微鏡（FE-SEM）（日立・S-4700）

（低加速超高分解能（2.5 nm at 1 kV）の透過型電子顕微鏡）

7 0 0 0 万円（工）

SEM

（教）

CD（円偏光二色性分光器）（の申請に？）にHPLC（高パフォーマンス液体クロマト）をドッキングさせられないか（工）

タンデム質量分析装置 [四重極三連式]

（アシルカルニテン分析） 5 0 0 0 - 8 0 0 0 万円（医）

質量分析（MS）装置（JEOL）

（教）

高分解能質量分析装置 [二重収束型？]

（農）

### 単結晶 X 線構造解析システム

(有機化合物の単結晶の構造解析。分子それ自身の結合様式自体も分かる。)

6 0 0 0 万円 (医)

単結晶 X 線構造解析システム (タンパク質用?) (医)

### 単結晶 X 線構造解析システム (リガク・RASA-7シリーズ)

4 0 0 0 万円 (工)

CCD単結晶 X 線構造解析システム (リガク) 4 0 0 0 万円 (工)

CCD単結晶 X 線構造解析システム (リガク) 6 0 0 0 万円 (工)

### 粉末 X 線回折装置 (リガク)

(有機、無機化合物を問わず、粉末試料の X 線回折測定用。試料の同定と構造解析。)

2 5 0 0 万円 (工)

X 線回折装置 (何の?) (農)

### 電子スピン共鳴 (ESR) 装置

(液体や固体の常磁性イオンやラジカルの定量分析)

5 0 0 0 万円 (医)

電子スピン共鳴装置 (ブルカー) 5 0 0 0 万円 (工)

電子スピン共鳴装置 (JEOL) 6 0 0 0 万円 (農)

### FT - ラマン分光装置

(有機、無機化合物を問わず。ラマン分光。振動状態解析。)

(医)

### [値段不明]

70-サイトメーター (ベクトンディキンソン) (医)

2-フォトンレーザー顕微鏡 (医)

大型コールドコンバーター (他大学より液体窒素が約 2 倍高額) (工)

実験用磁気断層写真 (MRI) (農)

分光光度計 (何の?) (医)

全自動表面積測定装置 (比表面積の測定) (工)

アミノ酸分析装置 (シークエンサー) (農)

はそれぞれの教官より概算要求申請がなされているもの。

## 2. 全学の大型機器集中化その他機器分析センターの運営に関する要望

### [機器集中化について]

集中化賛成。(医 3・工 2・農 1)

集中化は賛成だが、汎用的ではなく特殊な用途ではあるが大型機器を必要とする研究もあることを十分に認識する必要がある。(工 3)

集中化期待。(医 1)

集中化はやむなし。(教 1・医 1・工 1)

集中化が(利便性を損ない)利用機会低下にならないように。(農 1)

機器集中化も大事だが、予約方法の改善、講習会、機器の維持管理、センター員制度の整備充実を。(農 1)

集中化はいいことだが、機器は専門化しているのに少数のスタッフによる維持管理は困難で、全学の教官に頼ろうにもうまくいくかどうか。(総合情報)

機器集中化に対して多くの機器を所有している学部（工学部）は賛成しているのか？（医1）

どこまで集中化するか。運営、使用者への便宜は？（医1）

集中化ということならば、生物系教官にはRIセンター、遺伝子実験施設を含めた集中化が理想。（医3）

集中共用可能なリスト等アンケートの公表を。（教1）

機器集中化に際しては各学部で導入管理している機器の内容をセンターで把握するシステムが必要。（医技短1）

小型機器も集中して欲しい。（教1）

集中化が古い機器の移転先に陥らないように。（農1）

センターの名称は「分析機器センター」の方がいいのでは？（教1）

特定の学部あるいはグループが使用する機器を集中化案に入れない。（医1）

全学体制としてのセンターのアピールを。（工1）

研究者の分布を見て、テーマごとに部門制を。（工1）

センターが機器利用を通して他学部の研究者との意見交流の場になるように。（工1）

教官などの増員。（農1）

専任教官と機器分析の分野で共同研究ができる体制を。（教1）

使いたいと思ったときに使用法をすぐに教えてくれる人がセンターに常駐して欲しい。（医2）

専任のオペレーターの配置。（農2）

機器集中とともに維持管理体制も整備する必要あり。専門の技官の今より増員すべき。（教1・医2・病1・工2）

汎用機器と専門技官の集中化賛成。（病1）

教官でもなく事務官でもない理系大卒程度の常勤テクニシャン（技官？）のポストの確保を。（工1）

（たとえば）X線回折系の設置には熟練専任技官不可欠。（工1）

技術官の業績発表の場（研究報告）を全学統一して発行してはいかが？（農1）

#### [ 新築建物図面について ]

壁面が多い方が使用勝手はいいのでは。（教1）

外来利用者の控え室が欲しい。（医1）

独自に会議室をもつ必要はなく、全て機器スペースにするべき。（医1）

セミナー・会議室の利用目的の明確化。（医1）

2Fでは足りない。4-6Fくらいにしないと。（医1）

3Fにすれば。（農1）

全学部の機器集中となると、もっと面積が必要では。また将来の拡充をも考慮すべき。（工1）

ケミカルハザード（ダイオキシンなどの環境ホルモン）対策用分析室の設置。（農1）

試料調整室、ドラフトチャンバーなどの設置。（工1）

危険物貯蔵庫の設置。（工1）

駐車場の確保。（医1・病1・工1）

らせん階段は危険。（医1）

装置設置の際、装置同士の望ましくない相互干渉に注意すべき。（工1）

NMR室はエレベーターより離すべき。（医1）

測定データの解析がセンターでできるよう情報処理室(コンピューター室?)の設置。(農1)

図書室はいりませんか?(農1)

#### [新築場所について]

教育学部・地域学部の北の空き地。(教1)

全学部に近い方がいいが、敷地の問題もあるのでこだわらない。(医1)

医学部に近いところ。(医3)

医学部で計画中の共通研究施設との提携できるといい。(医1)

キャンパス中央が望ましい。全学部が利用しやすいところ。(医3・病3・工2)

全学部に近いところ、図書館の横あたり。(工1・農1)

拡充が図られるのであれば、地域共同センターとの提携もいいのでは。(工2・農1・医技短1)

どの部局が利用しているのか、参考にしたい。(医1)

(現在の)利用状況を考えると現在地が適当。(農1)

現在の位置に増築。(農1)

現在の位置でよい。新築する必要はない。(農1)

農学部と医学部(予定地)との中間地点。(農1)

#### [その他運営面について]

機器使用マニュアルの整備。ビデオ化。(医1・工2)

使用規則の徹底。予約だけ入れて使用していないことが多い。(病2)

予約の改善(多くの予約を入れられてあとでキャンセルされる。NMRについていえばある時間帯は予約不可にしてサンプルは2本(約20分)まで早い者順とするとか、それが当日朝のみ予約可とするとか)。(工1)

もっと設置機器を理解し、若い研究者にも認識を持たせる必要あり。(医1)

依頼測定を週1回程度ルーチンでやって欲しい。(工1)

有料でいいので依頼測定があるとよい。(工1)

利用料金の値下げ希望。(工1)

センターでの消耗品の一括低価格購入の希望。(工1)

既成の機器更新ばかりでなく一定の方針で新しい機器を導入しないとセンターは一部の研究者の専用物になってしまう。5,6年概算要求に申請しているが、一向に採用されない。(農1)

医学部移転後は利用したい。(医3)

医学部移転が確実にになりましたので、司地区への機器導入別枠(注:当センターの予算としてはそのような枠はありませんが・・・)は廃止しても良いのでは。(農1)

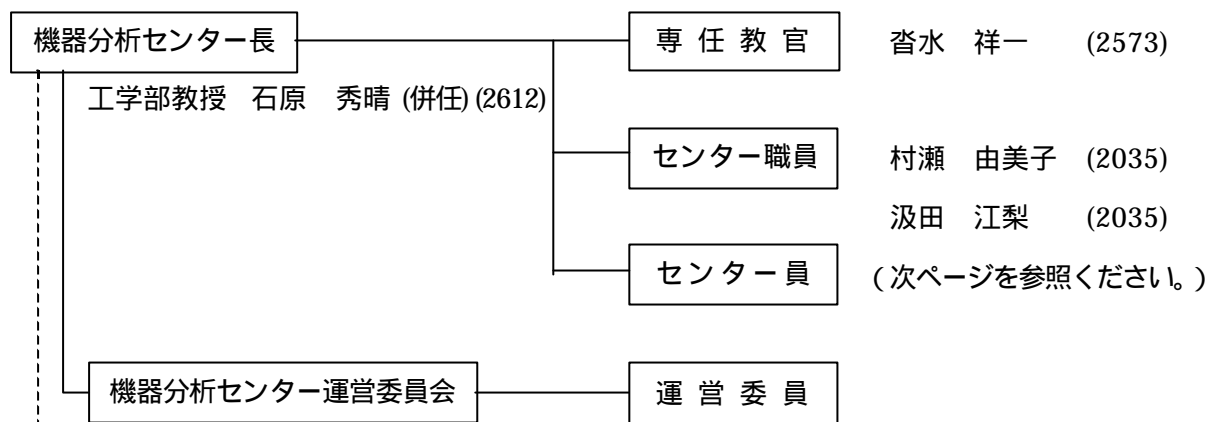
## 1. センターの目的

センターは、学内共同教育研究施設として、大型分析機器等を集中管理し、岐阜大学（岐阜大学医療技術短期大学部を含む。）における教育及び研究の利用に供するとともに、分析技術の研究、開発等を行うことを目的とする。

## 2. 沿革

- 昭和 55 年度 岐阜大学統合移転に伴い、学内共同岐阜大学情報・計測センターを設置。
- 昭和 58 年度 岐阜大学計測センター及び岐阜大学情報処理センターに改組。
- 平成 9 年度 省令化に伴い、岐阜大学機器分析センターとして新たに発足。  
紫外可視分光光度計（日立 U 4000（特）型）を設置。
- 平成 10 年度 総合情報処理センターの移設に伴い、センター内の一部改装を行う。  
機器分析室 5、事務室、センター長室、教官研究室を増設。  
超高速現象解析システム（超高速撮影装置ウルトラナック FS501、  
高速ビデオ装置コダック・エクタブロ HS-4540-2、堀場製作所・蛍光  
寿命測定装置 NASE-700D 等）及び走査型プローブ顕微鏡システム（セ  
イコーインスツルメンツ SPI3800 シリーズ）を設置。超高画質フルカラ  
ーデジタルプリンター（富士写真フィルム・ビ°外吹°ライ- 4000）を設置。
- 平成 11 年度 電子顕微鏡の附属装置、X線分析装置データ処理部 Kevex DELTA PC  
接続キット FLAME 設置。

### 3. 管理運営組織図 ( )内は内線番号



区 分	平成11年度運営委員	平成12年度運営委員
機器分析センター(委員長)	石原 秀晴 (2612)	石原 秀晴 (2612)
教育学部	吉松 三博 (2251)	吉松 三博 (2251)
地域科学部	粕谷 志郎 (71-2253)	粕谷 志郎 (71-2253)
医学部	恵良 聖一 (71-2225)	恵良 聖一 (71-2225)
工学部	佐々木 重雄 (2679)	佐々木 重雄 (2679)
農学部	長岡 利 (2931)	長岡 利 (2931)
医学部附属病院	粕谷 由子 (71-2294)	飯田 宏樹 (71-2294)
	*10月31日まで	
	飯田 宏樹 (71-2294)	
	*11月1日より	
医療技術短期大学部	松宮 良子 (3227)	松宮 良子 (3227)
機器分析センター	沓水 祥一 (2573)	沓水 祥一 (2573)

庶務部研究協力課

課 長 高木 吉郎 (2010)

専門職員(研究助成担当)三宅 良一 (2088)

(平成12年4月1日より庶務部研究協力課から総務部研究協力課に名称変更)



#### 4. センター員名簿

は機器取扱責任者

H 1 2 . 4 . 1

機 器 名	氏 名	電話番号	部 局
電子顕微鏡 ( T E M )	橋場 稔	2 5 6 8	工学部
	大矢 豊	2 5 8 9	"
	杉浦 隆	2 5 9 0	"
	大和 英弘	2 6 8 2	"
	桜井 宏紀	2 8 8 6	農学部
	河合 啓一	2 9 0 5	"
	吉崎 範夫	2 8 5 3	"
	山本 欣郎	2 9 3 7	"
	酒井 洋樹	5 2 3 6	"
生体分子高次構造解析システム ( C D ・ S F )	杉原 利治	2 3 0 6	教育学部
	恵良 聖一	71-2225	医学部
	平松 宏一	2 5 9 5	工学部
	前沢 重禮	2 8 9 8	農学部
	葭谷 耕三	3 0 6 4	"
	下山田 真	2 9 2 4	"
複合型表面分析装置 ( E S C A )	紘村 知之	2 6 2 6	工学部
	伊藤 貴司	2 6 8 0	"
	桜田 修	2 5 7 4	"
	吉田 司	2 5 9 3	"
	千家 正照	2 8 7 7	農学部
質量分析装置 ( M S )	松居 正樹	2 6 0 1	工学部
	北出 幸夫	2 6 4 0	"
	竹内 豊英	2 8 0 6	"
	山内 亮	2 9 3 0	農学部
	河合 真吾	2 9 2 0	"
フーリエ変換核磁気共鳴装置 ( F T - N M R )	吉松 三博	2 2 5 1	教育学部
	下山田 真	2 9 2 4	農学部
	桑田 一夫	71-2226	医学部
	石田 勝	2 6 1 3	工学部
	村井 利昭	2 6 1 4	"
	窪田 好浩	2 6 0 0	"
	瀧瀬 守	2 6 1 9	"
	石田 秀治	2 9 1 8	農学部
	重松 幹二	2 9 2 2	"
	柳瀬 笑子	2 9 1 4	"
誘導結合プラズマ発光分析装置 ( I C P )	櫻田 修	2 5 7 4	工学部
	伴 隆幸	2 5 8 4	"
	義家 亮	2 5 8 8	"
	金 継業	2 8 1 2	"
	発 正浩	2 9 1 2	農学部
	小山 博之	2 9 1 1	"
走査型プローブ顕微鏡 ( S P M )	大矢 豊	2 5 8 9	工学部
	桑田 一夫	71-2226	医学部
	近藤 明弘	2 6 9 3	工学部
	武野 明義	2 6 2 9	"
	石黒 亮	2 6 0 7	"

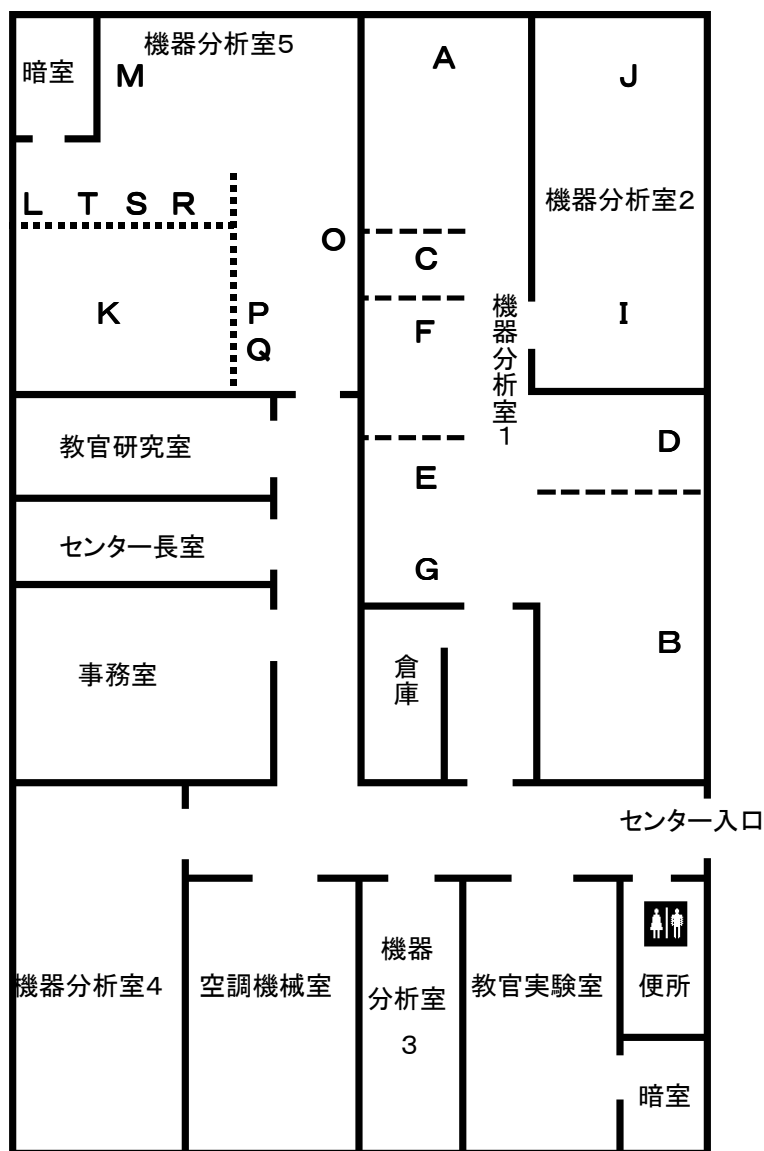
時間分解蛍光光度計 (NAES)	山家 光男 林 知也 亀山 啓一 鈴木 徹	3052 71-2227 2608 2909	工学部 医学部 工学部 農学部
超高速現象解析システム (UHC・HV・II・PG・ CVL・TC)	高橋 周平 花村 克悟 国枝 稔 王 道洪	2539 2536 2408 2702	工学部 " " "
小型機器 (UV・IR)	沓水 祥一 佐藤 節子 石黒 亮	2573 2254 2607	センター 教育学部 工学部
スキャナー・ピクトログラフイー	山本 欣郎 杉浦 隆	2937 2590	農学部 工学部
コールドコンバーター	沓水 祥一 重松 幹二	2573 2922	センター 農学部
計測情報システム	杉浦 隆	2590	工学部

## 5. 設置機器等一覧

H12.3 現在

品 名	規 格
1. 超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置 (FT-NMR) 内訳: 500MHz 核磁気共鳴装置 固体測定補助装置 反応追跡補助装置 液体窒素製造装置	バリアン UNITY INOVA500 (500MHz) バリアン UNITY INOVA400 (400MHz) バリアン GEMINI2000 / 200 (200MHz) バリアン TK30-150NB-K
2. 質量分析装置 (MS) データ処理装置 カラムエージング装置 バイプレーター	島津 GCMS 9020-DF, GCMS QP-1000 島津 GCMS PAC1100 ガスクロ工業 KS-5S カラム充填用
3. 透過型電子顕微鏡 (TEM) 走査電子像観察装置 (SEM) X線マイクロアナライザー (EDX) 電子線エネルギー損失スペクトル (EELS) ガラスナイフ作成器  超マイクローム  真空蒸着装置 フリーズレプリカ装置 実体顕微鏡 臨界点乾燥装置 イオンスパッタ 現像装置 引伸し機 乾燥機 デュアルイオンミリング装置 ディンプルグラインダー	日立 H-8100 日立 H-8010 KEVEX Analyst 8000 日立 H-8020 三慶科学メッセーC ライカ社製 ガラスナイフメーカー EM KMR デュボン MT-1 ライカ社製 ULTRACUT-UCT 日立 HUS-5GB 日立 HFZ-1 ニコン SMZ 日立 HCP-2 日立 E-102, E201 DOSAKA EM TB-3-75 フジ A-450 FC JRC-33 ガタン 600 N 型 ガタン 656 N 型
4. 複合型表面分析装置 (ESCA) 内訳: X線光電子分析装置 二次イオン質量分析装置 走査型オージェ電子分光装置	島津 ESCA-850 島津 SIMS-500 島津 SAM-5B
5. 生体分子高次構造解析システム 内訳: 円二色性分散計 (CD) ストップフロー分光光度計 (SF)	日本分光工業 J-600 大塚電子 RA-401
6. 超高速現象解析システム 内訳: 超高速撮影装置 光増幅光学装置 高速ビデオ装置 レーザー照明装置 熱画像解析装置 時間分解フォトマルチプレックス・蛍光分光光度計 (PL)	NAC FS501 NAC ILS NAC HS-4540-2 NAC IS20-30 ニコン LAIRD 3ASH 堀場 NAES-700D, ナノ秒ラフ, 窒素 - 色素レーザ など
7. 走査型プローブ顕微鏡システム (SPM) AFM, STM, 摩擦顕微鏡, 電気化学 AFM/STM など 真空下および温度変化測定装置	セイコー SPI3800 シリーズ 多機能型ユニット SPA400 環境制御ユニット SPA300V
8. 誘導結合プラズマ発光分析装置 (ICP)	日本電子 リーマン PS-1000UV
9. 分光光度計 フーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR) プレス 錠剤成型機 真空ポンプ 紫外可視分光光度計 (UV-Vis)	パーキンエルマー システム 2000 日本分光工業 TP-100 10t 日本分光工業 T-100 ヤマト科学 PS-22 日立 U4000S 型
10. コールドコンバーター (液化窒素貯槽)	1,400L
11. 画像処理システム	NEC PC-9821Xp EPSON GT-9000 イメージスキャナ ニコン COOL Print カラープリンター フジ ピクトログラフィー 4000
12. その他 超音波洗浄器 直示天秤	BRANSONIC 220 ザートリウス 2474

# 機器分析センター案内図



機器分析室1	機器分析室2	時間分解蛍光光度計 L
透過型電子顕微鏡 A	走査型プローブ顕微鏡 I	紫外可視分光光度計 M
質量分析装置 B	マイクローム J	画像処理システム O
複合型表面分析装置 C	機器分析室3	真空蒸着装置 P
誘導結合プラズマ発光分析装置 D	200MHz NMR	デュアルイオンリング装置 Q
フーリエ変換型赤外分光光度計 E	機器分析室4	デンプルグラインダー R
ストップフロー分光光度計 F	400, 500MHz NMR	イオンスパッタ S
円二色性分散計 G	機器分析室5	臨界面乾燥装置 T
	超高速度現象解析システム(カマ) K	

## 1. 超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置 (FT-NMR)

現在、核磁気共鳴(NMR)は分子の構造や物性を知る最も重要な分析法の一つで、有機化学、物理化学のみならず農学、医学などの生命科学の研究にも広く使われており、天然物化学への寄与、医療分野でのNMRイメージング(MRT断層映像)などでも話題になっている。

物質を磁場の中に置いたとき、 $^1\text{H}$ 、 $^{13}\text{C}$ といった原子の原子核の状態はいくつかのエネルギー準位に分裂し、これに共鳴周波数のラジオ波を照射することでその準位間の遷移が起こる。その遷移エネルギー(すなわちラジオ波の共鳴周波数)は原子核の電子状態により微妙に異なっており(これを化学シフトという)、ここから各々の原子の状態、あるいはその原子を含む原子団(置換基)の化学的性質を知ることができる。

超電導磁石による高磁場の実現、フーリエ変換法およびコンピューターの発達により、ラジオ波パルスによる測定が可能になり、種々の対象物を、容易にかつ高精度に分析することが可能になった。

当センターには、次の3種のFT-NMRが設置されている。

### 1) バリアン UNITY INOVA 500 (機器分析室4)

(500MHz)

当センターの最高機種として、通常測定( $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ , 多核, DEPT, COSY など)はもとより、パルス磁場勾配法(PFG)を用いることにより、効率的な2次元および3次元の測定やHMBC、HMQCを含むインバース測定など全ての測定手法を実施することができる。また、乾燥空気を用いて-60℃までの低温で測定することが可能であり、液体窒素を用いることなく簡単に低温測定を行うことができる。

### 2) バリアン UNITY INOVA 400 (機器分析室4)

(400MHz)

上述のUNITY INOVA 500と相補的に用いられる機種であり、マジックアングル用プローブを装着することによって、固体CP/MASの測定やナノプローブでの微量サンプルの測定が可能である。またオートサンプラー(9本まで)を用いて、 $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{31}\text{P}$ の連続測定を行うことができる。

### 3) バリアン GEMINI 2000/200 (機器分析室3)

(200MHz)

当センターでの入門用NMRであり、簡易自動測定用インターフェイス(GLIDE)を用いれば、数回のアイコンクリックで通常測定( $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ , DEPT, COSY, C-H COSY, 差NOEなど)ができる。

## 1. Fourier Transform Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (FT-NMR)

In these days, Nuclear Magnetic Resonance (NMR) spectroscopy has become one of the most important tools for investigating the molecular structure and physicochemical properties of materials in inorganic, organic and biological chemistry. Structural analyses of natural products by NMR, application in the medical field (tomogram by NMR) and so on are current topics.

NMR is a spectrometric technique that utilizes the resonant transitions of atomic nuclei such as  $^1\text{H}$  and  $^{13}\text{C}$ , which are placed in a static magnetic field and irradiated by a radiofrequency electromagnetic wave. When the energy of the electromagnetic wave is in resonance with the energy difference between the nuclear magnetic levels split by the magnetic field, a resonant absorption occurs. The transition energy is very sensitive to the electronic, and therefore, to the chemical environment of the nucleus; the resonant frequency is reported in terms of a chemical shift. The spectrum obtained from NMR usually consists of more than several lines with different chemical shift values, from which we can deduce valuable information on the chemical nature of various parts of a given molecule.

The Center has three FT-NMR spectrometers.

### 1) Varian UNITY INOVA 500 (Room 4)

(500 MHz)

This spectrometer is a high-end model in the Center, and allows not only usual measurements ( $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ , multiple nuclei, DEPT, COSY, etc.) but also all kinds of measurements such as 2D- and 3D-measurement and inverse measurement (HMBC, HMQC) by use of Pulsed Field Gradients (PFG) technique. The measurements at low temperatures to  $-60$  are easily available without liquid nitrogen but with dry air.

### 2) Varian UNITY INOVA 400 (Room 4)

(400 MHz)

This instrument is capable of measuring solid CP/MAS, and should be employed auxiliarily for INOVA 500. Measurement of samples with a very limited amount is possible by use of 'nano-probe'. In addition, auto-sampler system (for 9 samples at maximum) allows the continual measurements of  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$ , and  $^{31}\text{P}$ .

### 3) Varian GEMINI 2000/200 (Room 3)

(200 MHz)

Gemini 2000/200 is an entry model for beginners and for a routine work ( $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ , DEPT, C-H COSY, NOE etc.). When you use this instrument with the simple, auto measurement system (GLIDE), you can have satisfactory spectra with just several clicks of the mouse.

## 2. 質量分析装置 (MS)

質量分析装置は、超伝導核磁気共鳴装置とともに、特に有機化合物の構造解析に威力を発揮する。分析に必要とされる化合物の量は数ナノグラムで、その試料分子に由来するマスフラグメントへの開裂パターンを測定し、試料の同定、定量を行うことができる。

揮発性試料の分子はイオン化室へ導入され、そこで分子はイオン化されて、またより低分子量のイオン（フラグメントイオン）へと開裂する。プラスに帯電した分子とそのフラグメントイオンは、磁場中で加速、分散されて、各々の質量に従って分別（質量分離）される。それらのイオンはイオン検出部に到達し、電氣的に記録される。各質量のイオンの存在比の記録は、化合物によって固有のパターンを見せるから、既知または未知化合物の同定、分子量の測定、あるいは分子構造の推定を行うことができる。

当センターには、データ処理装置に接続された2台の質量分析計がある。質量分析計はガスクロマトグラフに接続されており、化合物の単離操作は必ずしも必要ではない。また、データ処理装置は情報の検索を行うことも可能である。以下に、それらの仕様について簡単に示す。

### 1) GCMS QP-1000 システム (島津), 四重極型 (機器分析室1)

(性能)

マスレンジ:  $m/z = 10 - 1000$ ; 分解能:  $M / M = 2000$ ;

感度: S/N比が100以上で1 ngのステアリン酸メチルの  $M^+(298)$  を検出可能

(試料導入)

直接導入およびガスクロマトグラフを用いた間接導入

(イオン源)

イオン化法: 電子衝撃 (EI) 法および化学イオン化 (CI) 法;

イオン化電圧: 20 および 70 eV

(測定)

マススペクトル、マスフラグメントグラム、トータルイオンクロマトグラム、マスキロマトグラムなど

2) GCMS 9020-DF システム ( 島津 ) , 二重収束型 ( 機器分析室 1 )

GCMS 9020-DF システムでは GCMS QP-1000 システムより高分解能の測定が可能である。

( 性能 )

マスレンジ :  $M/z = 1 - 6000$  ; 分解能 :  $M / M = 25000$  ;

感度 : S/N 比が 10 以上で 50 pg のステアリン酸メチルの  $M^+(298)$  を検出可能

( 試料導入 )

直接導入およびガスクロマトグラフを用いた間接導入

( イオン源 )

イオン化法 : EI 法、CI 法、高速原子衝突 ( FAB ) 法およびフィールドイオン化 ( FD ) 法 ; イオン化電圧 : 連続可変

( 測定 )

マススペクトラム、マスフラグメントグラム、トータルイオンクロマトグラム、マスキロマトグラムなど

( 特殊測定 )

MIKES ( 娘イオン ) 、メタステーブルイオン、ネガティブイオンおよびミリマス

3) データ処理装置 GCMS PAC-1100 ( 島津 ) ( 機器分析室 1 )

( コンピュータ )

容量 : 9.5 メガバイト

( 能力 )

一般的なデータ処理 ( 記憶、表示、3次元表示、バックグラウンド消去、印刷など ) 、分析計制御および情報検索 ( NBS/NIH/EPA 標準データベースの 39,750 マススペクトル )

## 2. Mass Spectrometer System (MS)

Mass spectrometer is a useful instrument for chemical analysis of organic compounds. This analysis is usually achieved by degrading a few nanogram of a compound and recording the fragmentation pattern derived from the mass fragmentation processes.

The molecules of the volatile sample are ionized and divided into lower molecular mass ions (fragment ions) in the ionization room. The resulting positive charged molecule and its fragment ions are accelerated into magnetic field unit which separates them in space according to their masses, and the detector responds to the arrival of the ions. The record of ion abundance versus mass, which is usually called a mass spectrum, shows a pattern inherent of the molecule analyzed, and therefore, by using



the mass spectrum, we can identify the molecule and determine the molecular weight and molecular structure of known or unknown compounds.

The Center has two mass spectrometers which are connected with a data processing system. They are designed to be almost automatically controlled throughout the process, and one can easily monitor the instrument conditions, handle the data obtained, and search library data. Each mass spectrometer is equipped with a gas chromatograph, and so one can analyze a series of compounds in a mixed sample without isolation procedures. The main specifications of two mass spectrometers and the data processing system are as follows:

1) Shimadzu GCMS QP-1000 system, quadrupole type (Room 1)

(Performance) Mass range:  $m/z = 10-1000$ ; Resolution:  $M/\Delta M = 2000$ ;

Sensitivity: detection of 1 ng of methyl stearate  $M^+$  (298) with S/N ratio  $> 100$ .

(Injection of Sample) Indirect injection via gas chromatograph and direct injection

(Ion source) Ionization method: Electron impact (EI) and chemical ionization (CI) method; Ionization voltage: 20 or 70 eV.

(Measurement type) Mass spectrum, mass fragmentgram, total ion chromatogram, mass chromatogram, etc.

2) Shimadzu GCMS 9020-DF system, double focus type (Room 1)

This system makes it possible to measure higher resolution mass spectra than GCMS QP-1000 system.

(Performance) Mass range:  $m/z = 1-6000$ ; Resolution:  $M/\Delta M = 25,000$ ;

Sensitivity: detection of 50 pg of methyl stearate  $M^+$  (298) with S/N ratio  $> 10$ .

(Injection of Sample) Indirect injection via gas chromatograph and direct injection

(Ion source) Ionization method: EI, CI, fast atom bombardment (FAB), and field desorption (FD) method; Ionization voltage: continuously variable

(Measurement type) Mass spectrum, mass fragmentgram, total ion chromatogram, mass chromatogram, etc.

(Special measurement) Measurements of MIKES (daughter ion), metastable ion, negative ions, and millimass are available

3) Shimadzu GC-MS PAC 1100 (Room 1)

(Computer) Capacity: 95 Mbits.

(Ability) General data procession (saving, display, three-dimensional display, background subscription, printing, and others), instrument control and library search (39,750 mass spectra of NBS/NIH/EPA standard data base)

### 3. 電子顕微鏡

センターに設置されている電子顕微鏡は、日立製の本体 H-8100 に付属装置として走査像観察装置 H-8010、エネルギー分散型 X 線分析装置 Analyst 8000 (Kevex 社) [平成 12 年 3 に Kevex DELTA 社製 PC 接続キット FLAME に更新予定]と電子線エネルギー分析装置 H-8020 を装着し、医学生物科学および材料科学における試料の総合的分析が可能であり、下記のような分析が日常的に行われている。

#### 1) 透過像観察(TEM) (機器分析室 1)

生物材料および非生物材料の超薄切片を 100 倍から 100 万倍に拡大して、その微細構造を観察することができる。分解能は、 $1.44 \text{ \AA}$  (格子像) から  $2.1 \text{ \AA}$  (点観察像) である。加速電圧は 75 kV から 200 kV までの 5 段階選択であるので、いろいろな厚さの切片が使用可能である。像の焦点合わせを含め、すべてがコンピューターで制御されているため、初心者でも即座に十分な観察データをとることができる。生物材料の場合には、通常、切片を種々の金属で染色して観察するが、染色操作を避けたい場合は、走査透過像(STEM)機能により、無染色の切片を明視野像または暗視野像として観察することもできる。また、傾斜角度を変えることにより、準超薄切片からステレオ電子顕微鏡写真を作製することも可能である。さらに生きた細胞の内部構造を調べるためのフリーズエッチングや、生体膜の内部構造を調べるためのフリーズフラクチャーも可能である。切片作製のための超ミクローム (機器分析室 2) および真空蒸着装置 (機器分析室 5) もセンターに設置してある。

#### 2) 走査像観察(SEM) (機器分析室 1)

厚さ 0.5 mm までの組織、細胞、細菌、ウイルスおよび無機材料の表面構造を 3 nm の分解能で観察することができる。試料作製のための臨界点乾燥装置 (機器分析室 5) とイオンコーティング装置 (機器分析室 5) もセンターに設置してある。

#### 3) 電子線回折(ED) (機器分析室 1)

結晶性の薄膜試料について、制限視野回折法により回折像を得、その試料の結晶学的構造に関する情報を得ることができる。H-8100 では、実像と回折像がよく調和するようにコンピューターで制御されている。

#### 4) X線分析(EDX) (機器分析室1)

試料に電子ビームを当て、放出される特性X線のエネルギーをシリコン検出器で受け、含まれる元素の分析を行うことができる(エネルギー分散型)。SEM像、TEM像を観察しながら希望の部位の点分析、線分析および面分析を行うことができ、得られたデータはKevex社のソフトAnalyst 8000[平成12年3月にKevex DELTA社製PC接続キットFLAMEに更新予定]で定性、定量的に処理することができる。また、画像処理により、元素の分布を実像と重ね合わせるなどいろいろな表現方法が可能である。

#### 5) 電子線エネルギー分析(EELS) (機器分析室1)

電子線が試料を通過するときに失うエネルギーを分析し、試料の構成元素を調べることができる。主としてB、C、N、Oなどの軽元素の分析に用いる。エネルギー分解能は4 eVである。

#### 6) ディンプルグラインダー(Gatan Model 656/3) (機器分析室5)

セラミックス、半導体などの透過電子顕微鏡観察用の薄片試料作成のために用いる。試料表面をダイヤモンドペーストあるいはアルミナペーストで研磨し、球面状の窪みを作成することができる。主として次項で述べるイオンミリング処理の前処理に用いる。通常、最小厚さ部分が20 μm~50 μmまで研磨が可能であるが、注意深い操作により5 μmまで薄くすることが可能である。

#### 7) イオンミリング装置(Gatan DuoMill Model 600) (機器分析室5)

主としてセラミックス、半導体などの透過電子顕微鏡観察用試料の作成の最終処理に用いられる。あらかじめ数十μm以下の厚さにした試料表面に、高真空中で加速されたアルゴンイオンを照射し、試料に穴を開ける。この時、イオンビームをある角度で照射すると、穴のエッジ部分が数十~数百nmの厚さとなり、透過電子顕微鏡観察が可能となる。

Gatan DuoMillは、試料室を2つもち同時に2つの試料を処理することができる。

### 3. Electron Microscope

The Hitachi H-8100 is a high voltage electron microscope designed to meet various modern scientific requirements from materials science to biomedical applications. When the H-8100 is used in conjunction with other instruments, e.g., the scanning electron microscope H8010, the energy dispersing X-ray analyzer Kevex Analyst 8000 (which will be renewed by a Kevex DELTA software FLAME on March, 2000) and the electron energy loss spectrometer H8020, the H-8100 is capable of performing various functions listed below according to the user's needs.

#### 1) Transmission Electron Microscopy (TEM) (Room 1)

Ultrastructures of biological or non-biological specimens can be obtained by magnifying the ultrathin sections by 100 to 1,000,000 times. The resolution limit for lattice image is 1.44 Å and that for structure image is 2.1 Å. Five steps of accelerating voltages from 75 kV to 200 kV make it possible to observe the sections of a wide range of thickness. Since the H-8100 is computer-controlled, any beginner can get satisfactory data instantly. The biological specimens are usually observed after being stained with various metal solutions. However, the H-8100 can observe a bright or a dark field image of non-stained specimens with a scanning-transmission (STEM) mode. It is also possible to make a stereo pair of photographs by changing the tilt angle of semi-ultrathin sections.

The ultramicrotome (in Room 2) and equipment for freeze-etching and freeze-fracture techniques are also available in the Center.

#### 2) Scanning Electron Microscopy (SEM) (Room 1)

The surface of tissues, cells, bacteria, viruses, and non-biological materials whose thickness are up to 0.5 mm can be observed with a resolution of 3 nm. A critical point drying apparatus (in Room 5) and an ion coating apparatus (in Room 5) for the preparation of the specimens are available in the Center.

#### 3) Electron Diffraction (ED) (Room 1)

From the diffraction pattern with selected area diffraction mode, the crystallographic structure of crystalline materials can be analyzed. The H-8100 has a computer-controlled lens design that offers the best correlation of selected area image and diffraction pattern at all magnifications.

#### 4) Energy Dispersing X-ray Analysis (EDX) (Room 1)

An elemental microanalysis can be made by detecting a specific X-ray energy emitted from specimens on application of the electron beam. Point, line, and area analyses can be made by viewing the SEM and TEM images of the specimens. The obtained data are analyzed qualitatively and quantitatively with Kevex software, Analyst 8000 (which will be renewed by a Kevex DELTA software FLAME on March, 2000). By digital imaging various expressions of the data are possible, for example, the STEM image decorated with elemental mapping.

#### 5) Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS) (Room 1)

The H-8100 is capable of performing electron energy loss spectroscopy either in TEM or in STEM mode. The composing elements, mostly light ones like B, C, N and O of specimens can be analyzed by measuring the energy loss of electrons passing through the specimens. The resolution is 4 eV.

#### 6) Dimple Grinder (GATAN Model 656/3) (Room 5)

Dimple grinder is an instrument used for grinding circular dimples of spherical profile in the surface of materials such as ceramics and semiconductors. The principal application is to the preparation of specimens for TEM. This technique is normally used for pretreatment of ion milling. A careful operator can routinely produce a specimen with thickness less than 5  $\mu\text{m}$ , although in the case of most materials a final thickness between 20 and 50  $\mu\text{m}$  is normally obtained.

#### 7) Ion Milling (GATAN DuoMill Model 600) (Room 5)

The DuoMill is a machine which can “mill” the specimens such as ceramics and semiconductors for TEM observation. Ion milling involves directing a several-keV beam of argon ions at both sides of a specimen. As the ions strike the specimen, the surface atoms are sputtered out, which leads to thin the specimen.

GATAN DuoMill has two chambers which contains all the facilities for independent ion-thinning of two specimens.

### 4. 複合型表面分析装置 (ESCA) (機器分析室 1)

ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) は固体の 5 ~ 50  $\text{\AA}$  の極表面層の元素およびその結合状態を分析する効果的な方法であり、X線光電子分光法 (XPS) とも呼ばれている。この方法は軟X線照射によって放出した電子 (光電子) の運動エネルギーを測定することによって、固体表面の束縛電子の結合エネルギーを求める方法である。一般に束縛電子の結合エネルギーは原子核によって固有の値を有する (例えば  $0_{1s}$  電子の場合 532 eV である) ので、絶縁物を含むあらゆる固体表面の組成元素の定性、定量分析が可能となる。また、束縛電子の結合エネルギーは原子の化学結合状態によって数 eV 程度シフトするので、原子価数、酸化数、官能基の種類や量などの極表面での化学状態を明らかにすることもできる。さらに、イオンエッチングを行えばそれらの深さ方向への変化を知ることができる。軟X線照射の代わりに電子線照射を用いれば、放出するオージェ電子のエネルギーを測定することで、主として導電性固体の表面元素分析を行うことができる (オージェ電子分光 (Auger Electron Spectroscopy [AES]))。またアルゴンイオン照射を用いれば、

放出するイオン（二次イオン）の質量数を測定することでも、表面の組成分析が可能である（二次イオン質量分析(Secondary Ion Mass Spectroscopy [SIMS])）。

当センターは ESCA 測定のために島津 ESCA-850 を用意している。この装置は上述の AES 測定や SIMS 測定のための拡張機能も備えている。

主な応用分野

材料科学方面：

金属，半導体，高分子，ガラス，セラミック，粉体，触媒，複合材料の表面や界面の分析

表面・界面現象の解明：

酸化，腐食，汚染，元素拡散，偏析，接着性，摩擦・潤滑，触媒作用，表面処理，劣化など

#### **4. Composite Type Surface Analyzer (Room 1)**

Electron Spectroscopy for Chemical Analysis (ESCA), also known as X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS), is an effective technique for elemental and bonding analyses of thin surface layers 5-50 Å thick of solids. This technique yields the binding energies of electrons in the surface layers by measuring the kinetic energies of electrons (photoelectrons) ejected by the irradiation of soft X-ray. Because the binding energy is largely (but not entirely) independent of the state of bonding of the atom, the characteristic energy values (e.g., 532 eV for O<sub>1s</sub> electrons) can be used for qualitative and quantitative determination of constituent elements present in the surface layers of solids including insulators. The binding energy, however, may shift (up to several eV) reflecting the chemical state of the atom, it is also possible to get information on the valence number and oxidation number, and the type of functional group present. Moreover, the ion etching technique provides the depth profiling from the surface. If the surface is irradiated not by soft X-ray but by electrons, the determination of the kinetic energies of Auger electrons ejected allows the surface elemental analysis of solids, especially, of conductive solids, which is designated Auger Electron Spectroscopy (AES). If irradiated by argon ions, the masses of the secondary ions ejected will also give the surface information of solids, designated Secondary Ion Mass Spectroscopy (SIMS).

The instrument of the Center for ESCA is a Shimadzu ESCA-850, with which AES and SIMS can also be done.

## Main Applications

Studies of Materials: Analyses of surface and interface of metals, semiconductors, polymers, glasses, ceramics, powders, catalysts, composite materials, etc. for the research and development of new materials.

Studies of Surface and Interface States: Studies of oxidation, corrosion, contamination, elemental diffusion, segregation, adhesion, friction, lubrication, catalytic properties, surface treatment, deterioration, etc.

## 5. 生体分子高次構造解析システム

本システムは生体系での2つの重要な研究分野、生体分子中の光学異性体の絶対配置の決定と生化学反応のメカニズムの解明に有用である。

分子が鏡に映った鏡像（対掌体）と重ね合わすことができない立体配置をもつとき、その性質をキラリティーといい、その分子をキラルな分子という。この場合、この分子とその対掌体は光学異性体対をなし、一方の立体配置が*R*配置ならば、もう一方の配置は*S*配置と呼ばれる。生体物質では、キラリティーをもつ立体配置の一方のみが実現しており、それらを構成する分子鎖が立体的にうまく折り畳まれた状態（高次構造）においてそれらの分子の固有の機能が発現する。代表的な例は、アミノ酸、ホルモン、酵素、タンパク質、核酸、糖類などに見られる。したがって、生体分子の高次構造の解明においてはこれら対掌体のうちのいずれが存在するかを決定すること（絶対構造の決定）が重要である。キラルな分子は、左回り円偏光と右回り円偏光を異なった強度で吸収する。この性質を円偏光二色性（optical circular dichroism [CD]）という。左回り円偏光と右回り円偏光に対する吸光度の差を波長に対してプロットしたものがCDスペクトルであるが、これはその分子の絶対配置に固有のパターンを示し、従って、得られたCDスペクトルを絶対構造既知のスペクトルと比較検討することにより、未知物質の絶対配置の決定が可能となる。

一方、生体系の化学反応は一般に非常に速い過程であることが多く、そのような反応のメカニズムの解明にはストップフロー法や緩和法が用いられる。ストップフロー法は、ピストンを素早く引いた後止めることで、2種の溶液を能率よく混合した後、流れをせき止め、測定セル内で進行する反応を例えば吸収スペクトルの時間変化により追跡し、反応速度定数、反応中間体の生成や消失の速度定数等を求める方法である。これに対して、観測セル内の平衡にある反応系溶液に対してその温度を急速に上昇させる温度ジャンプなどによってその平衡を乱し、その後反応系が新しい平衡に向かって移行する過程を追跡するのが緩和法である。この方法により緩和時間に関する情報が得られ、別の実験で求めた平衡定数の情報と組み合わせることにより反応速度定数を知ることできる。

センターの生体分子高次構造解析システムは、円偏光二色性分散計として日本分光のJ-600を、ストップフロー分光光度形として大塚電子のRA-401を備えている。センター

のシステムは、上述の生体分子の高次構造の決定や生体系の化学反応メカニズムの解明以外にも、たとえば、コレステリック液晶やスメクチックC\*液晶を発現する分子（これらはキラルな分子である）の立体配置の決定、あるいはまた酸塩基反応、酸化還元反応、遷移金属錯体の形成反応、有機化学反応、触媒反応といった種々の化学反応の解析にも十分に役立つものである。

円偏光二色性分散計（機器分析室1）

日本分光のJ-600 試料の様態： 液体もしくは固体

測定波長域： 700-180 nm

測定可能吸光度： 2まで

測定温度： 室温から約95

ストップフロー分光光度計（機器分析室1）

大塚電子のRA-401 試料の様態： 液体のみ

測定波長域： 800-200 nm

反応速度： 0.1 ms-30 ms、7段切換

測定温度： -20 から約95

## 5. Analytical System for Biomolecular Conformation

This measurement system is useful for two important studies in biosystems, determination of the absolute configuration of an optical isomer present and analysis of biochemical reactions.

A chiral molecule is a molecule that cannot be superimposed on its mirror image, where both molecules constitute an optical isomeric pair, and if one has *S*-configuration, the other has *R*-configuration. In natural products, only one type of configurations is present in each chiral center and the characteristic function arises from its own spatial structural arrangement. Many such examples are found in amino acids, hormones, enzymes, proteins, nucleic acids, sugars, etc. Therefore, it is very important to determine which optical isomer is present in a biomolecule (i.e., determination of the absolute configuration of the optical isomer). A chiral molecule absorbs left- and right-circularly polarized radiation with different intensities ( $I_L$  and  $I_R$ ), and such property is called optical circular dichroism (CD). The CD spectrum itself is a record of the difference in intensity ( $I_L - I_R$ ) against wavelength and shows a pattern inherent of the absolute configuration present in a biomolecule and hence, can be used to determine the absolute configuration of optical isomers in unknown compounds.

Chemical reactions in biosystems are usually very fast processes, and the



stopped-flow technique is used in the study of such fast reactions. In this technique, solutions of the reactants are impelled into a mixing chamber as a piston is withdrawn suddenly to a stop. The composition in the chamber is then monitored, for example, by measuring the change of absorption spectra with time. Another method is the relaxation method: When the chemical reaction system which is initially in an equilibrium state is perturbed, such as by a temperature jump, a sudden change to a higher temperature, and the composition relaxes to the new equilibrium, which will give information about the relaxation times. In conjunction with information about the equilibrium constants, we can know the rate constants also.

The analytical system for biomolecular conformation in the Center consists of two principal instruments: a JASCO J-600 CD spectrophotometer and an Otsuka Electronics RA-401 stopped-flow spectrophotometer. This system is useful for the above-mentioned two studies, and can be used also in other research fields, for example, conformational analyses of liquid-crystalline molecules showing cholesteric/smectic C\* phases, analyses of various chemical reactions such as acid-base, oxidation-reduction, complex formation, organic, and catalytic processes, etc.

JASCO J-600 CD spectrophotometer (Room 1):

Sample type: liquid or solid

Range of wavelength: 700-180 nm

Range of absorbance: <2

Range of temperature: room temperature to about 95

Otsuka Electronics RA-401 stopped-flow spectrophotometer (Room 1):

Sample type: liquid only

Range of wavelength: 800-200 nm

Range of reaction rate: 0.1 ms to 30 ms, 7 steps

Range of temperature: -20 to about 95

## 6 . 超高速現象解析システム

本システムは、ナノ秒(ns)オーダーまでの自然界の様々な超高速現象、たとえば稲妻の伝播過程、材料の破壊過程、乱流の発生過程、さらにはミクロなレベルでの半導体中の電子-正孔反応などを、光もしくは熱によって、あるいはフォトルミネセンス現象を通してリアルタイムで追跡し、解析することができる。大きく分けて超高速撮影カメラ・ビデオシステムと時間分解フォトルミネセンス・蛍光分光光度計の2つのシステムから構成されている。

## 1) 高速度撮影カメラ・ビデオシステム

当センターには、次の装置が設置されている。

### 1. 超高速度撮影装置:ウルトラナック標準セット (機器分析室5、持出可)

2,000~20,000,000 fps(frame per sec、したがって時間分解能は0.5 ms~50 ns)、8~24枚のフレーミング撮影および1 ns/mm~3 μs/mmの掃引速度でのストリーク撮影が可能。フレーミング撮影時、露出時間を各フレームごとに10 ns~20 μsの範囲で1 nsステップで設定可能。撮影フレーム間隔は40 ns~320 μsの範囲で5 nsステップで任意に設定可能。レンズはニコンFマウント。撮影はポラロイドフィルムを使用。

### 2. 高速ビデオ装置:コダック・エクタブロ HS-4540-2 (機器分析室5、持出可)

白黒で、フルフレーム256x256の画素数では4500 fps(したがって時間分解能は222 μs)まで、分割フレームにすることで最高40,500 fps(64x64画素時、時間分解能は25 μs)まで撮影可能。撮影枚数は3072(4,500 fps時に0.68秒間の現象撮影が可能)~49,152枚(40,500 fps時に1.21秒間の現象撮影が可能)。GP-IBで外部コンピュータにデータダウンロード可、Tiff formatで変換保存可能。NTSCで出力することができる。Cマウントまたはアタッチメントを介してFマウントのレンズが装着可能。3の光増幅光学装置、4のレーザ照明装置と組み合わせて使用することにより、高速な現象を高輝度で撮影することが可能。

### 3. 光増幅光学装置:ILS (機器分析室5、持出可)

直径40 mm、最大光増幅率が10,000倍のイメージインテンシファイヤー。外部同期信号に同期して20 ns~1.2 msの範囲で10 nsステップまたはDC(連続)までのゲート時間設定が可能で、ゲートインターバルは5 MHzの外部同期信号まで対応できる。また、外部信号の各パルスに対して63回までの多重露光の設定が可能。

### 4. レーザ照明装置:銅蒸気レーザ LS2-30 (機器分析室5、一応持出可)

波長は510.6/578.2 nm(エネルギー比=2:1)、パルス幅は20~30 ns、ビーム直径25 mmで通常10 kHzで発振できる。外部同期信号により高速度ビデオ装置の撮影タイミングに合わせた同期発振が可能。出力は最大20W。また外部回路を設けることにより最高50kHzでのバースト動作が可能。

### 5. 熱画像解析装置:ニコンサーマルビジョン LAIRD 3ASH (機器分析室5、持出可)

撮影速度は60 fps、検出波長は3 μ~5 μ (PtSi ショットキー型 IR-CCD)。画素は、H768xV494 (シャッタ非動作時)、総画素数は41万 (H811xV508)。また、測定可能温度範囲は-20 ~2000 (フィルタにより-20~190、150~500、400~2000 を選択します)。レンズはF1.2, f45mm (Fはレンズの明るさ(の逆数)、fは焦点距離)で、最短撮影距離0.5 mとなっている。出力はNTSC, RS232C, NIKON 専用デジタルコネクタと三種類可能。冷却方式はスターリングクーラ(つまり液体窒素などの供給は不要)で、傾斜使用制限が液体窒素使用と比較して大幅に緩い。

この高速度撮影カメラ・ビデオシステムはすべて（ただし4はとても重い）可搬型となっている。すなわち、測定を機器分析センターで行うのではなく、これを借り出して各自の実験室で測定することが可能である。4のレーザ照明装置だけは重量と大きさの関係で、完全に自由に持ち運びできるとは限りませんので、研究室までの搬入がご心配な場合は、センターでご確認下さい。また、上記の機器のうち、2、5はそれぞれ単独使用するものであり、3と4は1または2のための附属装置である。

## 2) 時間分解フォトルミネセンス (PL) (機器分析室5)

フォトルミネセンスは物質が高エネルギーの電磁波を照射されたときの発光現象であり、この現象は照射停止後少なくとも（一般にナノ秒のオーダーの）少しの時間持続する。この過程における吸収と発光の異方性、減衰時間、波長は、励起状態および基底状態の電子構造に依存していて、これらは分子配向や周りの誘電率に対して非常に敏感である。従って、時間分解フォトルミネセンススペクトルは発光デバイスの電子移動過程の追跡に有効であるだけでなく、適当な蛍光プローブを用いることによって分子の動的性質や分子の周りの微視的環境に対する情報を得るのにも有効である。

当センターのシステムは、堀場製作所製の NAES-700D である。以下の二つの光源が装備されている。

1. ナノ秒ランプ (NFL-700) : 200-700 nm の波長範囲で半値幅 2 ns のパルス（従ってこれより遅い発光現象の追跡可能）を周波数 8.5 kHz で発生させることができる。

2. 窒素 - 色素レーザ (NDL-100) : 337.1 nm および 360-700 nm の波長で半値幅約 700 および約 400 ps のパルス（従って、サブナノオーダーの現象追跡可能）を周波数 5-1000 Hz で発生させることができる。

これらによりサブナノ秒のフォトルミネセンスの寿命やナノ秒分解能の時間分解スペクトルの測定が可能である。またクライオスタット(Oxford Instruments製, Optistat DN-VS cryostat および ITC502 temperature controller) も装備されており、77-500 K の温度範囲での測定が可能である。

## 6. Analytical Systems for Ultra-High Speed Phenomena

This system is useful to analyze various ultra-high-speed phenomena in nature, such as transfer process of a flash of lightning, destruction process of materials, formation process of turbulent flow, or in more micro-scale level, re-combination of an electron and a positive hole in semiconductors, etc., which are observed *in situ* visually,

thermally, or through photoluminescence processes in the time scale up to of the order of nano seconds. This system consists of two analytical systems, a high-speed camera and video system and a time-resolved photoluminescence spectrophotometer.

### **1) High-speed camera and video system**

#### **1. Ultra-high-speed camera instrumentation: Ultramac standard set (Room 5, portable)**

A photographing speed of 2,000-20,000,000 flame per sec with an exposure time of 10 ns-20  $\mu$  s and an interflame distance of 40 ns-320  $\mu$  s is accomplished, and the time resolution is 0.5 ms to 50 ns. The camera lens is of Nikol F mount and the detector is a fluorescence sheet of 80 mm in diameter, which is transferred onto a black and white film of polaroid type.

#### **2. High-speed video instrumentation: Kodak EktaPro HS-4540-2 (Room 5, portable)**

The maximum photographing speed in the full flame mode with 256x256 image elements is 4,500 flame per sec with a time resolution of 222  $\mu$  s, and when used in the divided flame mode with 64x64 image elements, the maximum speed is 40,500 flame per sec with a time resolution of 25  $\mu$  s. The total number of flames is 3,072, applicable to a phenomenon for 0.68 s, in the full flame mode, and 49,152 for 1.21 s in the divided flame mode. The black and white picture of each flame is recorded on a DRAM memory, which can be transformed and saved in Tiff format. Output type: GP-IB and NTSC. This camera can be used with Image intensifier (3) and Laser system (4) to capture high speed phenomena very clearly.

#### **3. Intensified lens system (ILS): Imco (Room 5, portable)**

This instrument amplifies a very faint light to 100 to 10,000 times, and used with 1 or 2. The diameter of the lens is 40 mm. The gate time can be changed from 10 ns to 1.2 ms by 10 ns step, or to infinity.

#### **4. Ultra-highly bright laser strobe: Copper Vapor Laser illuminator LS2-30 (Oxford Lasers Inc.) (Room 5, portable but very heavy (about 250 kg!) and very large (about 150 cm in length))**

This is a very bright light source, which can generate a light beam of 25 mm in diameter and as a 10 kHz sequential pulse of 20-30 ns width at a wavelength of 570.6/578.2 nm. This is used with 1 or 2, and the generation of the light can be matched to the timing of photographing by using an external trigger signal. This system is also capable of 50 kHz burst mode with external circuits.

5. Analytical system for thermal vision image: Nikon Thermal Vision Laird 3ASH (Room 5, portable)

This measures the temperature distribution of materials as a thermal vision image and analyzes. The detector is a PtSi Schottky type Infrared-Charge Coupled Device (IR-CCD), which can detect an electromagnetic wave of a wave length of 3-5  $\mu\text{m}$ , and thus the observable temperature range is - 20-190/150-500/400-2000 , and the photographing speed is 60 frame per sec. The total number of image elements is 410,000 (H811xV508). The type oh lens: F1.2, f45mm, where F is inversely proportional to the brightness of the lens and f is the focus distance. The minimum camera distance is 0.5 m. Output type: NTSC, RS232C, and Nikon special digital connector.

You can carry these instruments to your lab., where you can photograph what you like.

## **2) Time-resolved photoluminescence spectrophotometer (PL) (Room 5)**

Photoluminescence is the emission of light when a substance is illuminated with high-energy electromagnetic radiation and which persists, for short times (usually of the order of ns) at least, after the source of illumination is removed. The anisotropy, decay time, and wavelength of absorption and emission during the process strongly depend on the electronic structure of excited and ground states, which are very sensitive to the molecular orientation and the dielectric constant of the environment in the substance. Therefore, time-resolved photoluminescence spectroscopy is not only useful to follow the electron transfer process in an emission device, but also obtain information on the molecular dynamics and micro-environment, using an appropriate fluorescence probe.

Horiba NAES-700D is settled in the Center. It is equipped with two incident light sources;

1. nano second lamp (NFL-700), which can generate 8.5 kHz sequential pulse of below 2 ns half width, at a wave length of 200-700 nm;
2. nitrogen-dye laser (NDL-100), which can generate 5-1000 Hz sequential pulse of about 700 or 400 ps half width, at a wave length of 337.1 nm and 360-700 nm, to

follow processes of the order of subnano seconds.

These enable to measure the subnano second photoluminescence life time and nano second-resolved spectra. Cryostat system (Oxford instruments, Optistat DN-VS cryostat and ITC502 temperature controller) is also equipped, which enables the measurements at the temperature range of 77-500 K.

## 7. 走査型プローブ顕微鏡システム ( S P M ) ( 機器分析室 2 )

走査型プローブ顕微鏡 ( SPM ) は、測定試料と探針間に働く原子間力またはトンネル電流を検出することにより、試料の表面のミクロな部分の形状、摩擦などの情報を得るものである。当センターの走査型プローブ顕微鏡はセイコーインスツルメンツの SPI3800 で、試料の大きさは 45 mmx45 mmx5 mm 程度、面内に 0.2 nm、垂直方向に 0.01 nm の装置分解能をもち、条件によっては原子レベルの観察もできる。ユニットの交換により、原子間力顕微鏡 (AFM)、走査型トンネル顕微鏡 (STM)、摩擦力顕微鏡、電気化学 AFM、マイクロ粘弾性 AFM ( VE-AFM ) などの測定が可能であり、液中 ( 溶液量は 1 mL 以下で測定可能 )、温度可変 ( -140 ~ 300 ) および真空下で測定する設備を備えている。

システムは装置制御とデータ処理を行うプローブステーションおよび 2 台の測定ユニット、多機能型ユニット SPA400 と環境制御型ユニット SPA300V、からなる。AFM 測定など多くは両方のユニットで測定可能だが、電気化学 AFM・STM は SPA400 で、真空中および温度制御には SPA300V を用いる必要がある。それぞれ、光学顕微鏡を備え、装置の調整、試料の位置合わせが容易にできる。データ処理部 ( DELL OptiPlex GXa, DOS/V, Windows95 ) は高速フーリエ変換 ( FFT ) を始めとする各種のフィルタおよび画像解析プログラムをもち、視覚に訴える 3 次元画像を作成し、フルカラーでプリント ( EPSON PM-750C ) することができる。

### < 測定モード >

コンタクト AFM、液中コンタクト AFM、電流同時測定 AFM、表面電位顕微鏡、DFM ( ダイナミックフォースモード、サイクリックコンタクトまたはノンコンタクトモード AFM 測定 )、液中 DFM、STM、電気化学 AFM、電気化学 STM、VE - AFM ( マイクロ粘弾性測定モード )、FFM ( 摩擦力顕微鏡 )、LM - FFM ( 横振動摩擦力顕微鏡 )

## 7. Scanning Probe Microscope System ( SPM ) ( Room 2 )

This system detects the atomic force or the tunnel effect between a measurement sample and the probe of this system and analyzes the information of the shape, friction

of the surface, and others. It has an equipment resolution of 0.2 nm in the surface, 0.01 nm to the perpendicular direction of the sample. It is possible to do even the observation of the atomic level imaging under the optimal conditions.

With the exchange of the unit, it is possible to measure Atomic Force Microscope (AFM), Scanning Tunneling Microscope (STM), Frictional Force Microscope (FFM), Electrochemical AFM, Viscoelastic AFM (VE-AFM) and so on, at temperatures from -140 to 300, under vacuum, or in liquid (of a volume of 1<mL).

The system consists of the probe station for a system control and a data processing, and two measurement units of a multi function-type unit SPA400 and an environment control-type unit SPA300HV. Most of the measurements such as AFM are able to be done with either of the two units, but electrochemical AFM・STM measurements are possible only with SPA400, and measurements at various temperatures/under vacuum are possible only with SPA300HV. Both types of units have an optical microscope, by which it is easy to settle a sample and adjust the instrumental conditions. The data processing part (DELL OptiPlex GXa, DOS/V type, Windows95) has useful various filters such as Fast Fourier Transform (FFT) algorithm and data analysis programs, and you can make a full color 3-dimensional image and print out it by using an EPSON PM-750C printer.

#### Measurement modes

Contact AFM, wet-AFM, AFM with electric current measurement, surface electrical potential microscope, dynamic force mode (DFM, cyclic contact mode or non-contact mode AFM), wet-DFM, STM, electrochemical AFM, electrochemical STM, VE-AFM, FFM, lateral modulation (LM)-FFM.

### 8 . 誘導結合プラズマ発光分析装置 (ICP-AES)

電子材料、セラミックス、超伝導材料等の先端材料や生体試料中に存在する微量元素、水、土壌、大気など環境中に存在する元素を解明することが、物質の諸性質を研究する上でしばしば必要となる。誘導結合プラズマ発光分析法(ICP-AES)は、このような目的に対して有用である。この方法では多元素を同時に極微量から高濃度までの広い濃度範囲にわたって定性的ならびに定量的に分析することができる。

誘導結合プラズマ(ICP)を励起源に使用した原子発光分析法は、R. W. Bunsen と G. R. Kirchhoff がセシウム(1860年)とルビジウム(1861年)の二つの新元素を発見したときに用いた方法と本質的に同じである。すなわち、励起源(ICP)に試料を導入し、その時発光する光を適当な方法(回折格子を使用した分光器)で分光する。分光して得られた光のスペクト

ルを写真乾板で撮影するか、光電子増倍管を用いて電気信号に変換して評価するものである。

観測される発光スペクトルの波長より試料中に存在する元素を特定することができ、その発光強度はその元素の原子数に比例する。それゆえ、個々の波長で光を検出することによって試料の定性分析を、その強度を測定することによって分析対象元素の定量分析を行うことができる。ICP-AESでは、ほとんどの金属元素およびホウ素、炭素、ケイ素、リン、イオウなどのいくつかの非金属元素を含めた70以上の元素を一斉に定性・定量分析することが可能である。

ICPでは、高周波の誘導コイルを使用してアルゴンガス流中に6,000-10,000 Kの温度に加熱されたアルゴンイオンを作る(誘導結合プラズマ、ICP)。その高温プラズマが原子の励起を促進し、測定感度を向上する。そのため、測定条件を変更することなしに、1 ppb以下の極微量から1000 ppmまたはそれ以上の濃度範囲にある元素を検出可能である。また、高い温度の励起源を用いることで、ほとんどすべての化合物をその構成元素に分解することができるため、他の原子スペクトル法で問題となっていた共存物質の影響や、分子種由来のバックグラウンドの影響を大幅に低減することができる。また、これまで困難で時間のかかった試料の前処理を、ICP-AESでは簡便・迅速化することができる。

ICP-AES      Leeman Labs Inc. PS-1000UV (機器分析室1)  
高周波電源部: 周波数 40.68 MHz, 出力 0.7-2 kW  
スペクトル検出部: 測定波長範囲 178-808 nm,  
検出可能濃度 1ppb-1000 ppm

付属装置

超音波ネブライザー  
水素化物発生装置  
オートサンプラー  
マイクロ波加熱試料分解システム  
純水製造装置

## 8. Inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-AES)

It often becomes necessary to explicate elements present in electronic materials, ceramics, and superconductive materials in the research and development of advanced materials, infinitesimal amount of metallic elements existing in organism samples, and elements existing in the circumstances such as water, soil, and atmosphere. Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) is useful for these purposes. This technique makes possible both qualitative and quantitative analysis in a wide range



from a trace of to a high concentration of many elements.

R. W. Bunsen and G. R. Kirchhoff discovered two new elements, cesium in 1860 and rubidium in 1861, using atomic emission spectrometry (AES). ICP-AES is basically very similar to the traditional AES, except that it utilizes the inductively coupled plasma (ICP) as the excitation source. In ICP-AES, the sample to be analyzed is introduced into the source, and atomic excitation occurs. The emitted light is dispersed by a suitable means such as an optical grating monochromatic system, and finally, the resulting spectrum is recorded on a photographic plate or detected as an electronic signal via photomultiplier detection system.

The wavelength of the observed emission lines can be used to identify a particular element, and the intensity of the emission line is proportional to the number of the atoms undergoing the corresponding transition. Thus, the detection of radiation at a particular wavelength can be applied to the qualitative elemental analysis of the sample and the intensities measured at these wavelengths to the quantitative analysis of the analyte elements. Over seventy elements, including most metal elements and some non-metal elements such as boron, carbon, silicon, phosphorus, and sulfur, can be detected and analyzed by ICP-AES.

In ICP, a radiofrequency induction coil is used to heat argon ions in an argon gas stream to temperatures of 6,000-10,000 K. Such high temperatures of plasmas lead to a high degree of atomic excitation and thus, to a high sensitivity for detection. As a result, a linear response from 0.1 ppb or below to 1000 ppm or more is easily realized without change of operating conditions. The high temperatures also ensure that virtually all compounds are broken down to their constituent elements and thus, the matrix effects and the background interference from molecular species, which are so often a problem in other atomic spectroscopies, are largely eliminated. The pretreatment of the sample for ICP-AES can be undertaken with ease and rapidly, in contrast with other atomic spectroscopies.

ICP-AES, made by Leeman Labs, Inc., type PS-1000UV (Room 1)

RF generator: Operating frequency: 40.68 MHz

Operating power: 0.7-2 kW

Detector: Wavelength range: 178-808 nm

Detectable concentration: 1 ppb-1000 ppm

Ultrasonic nebulizer

Hydride vapor generation unit

Autosampler

Microwave sample preparation system

Water purification system

## 9. 分光光度計 (紫外可視・赤外)

### 1) 紫外可視分光光度計

物質による紫外及び可視領域(約 200-700 nm)の光の吸収はその分子の電子構造に依存しており、電子が基底状態における軌道から高いエネルギーの軌道へ遷移することによりおこる。例としては、遷移金属化合物における d - d 遷移や二重結合を有する有機化合物の  $\pi$ - $\pi^*$  があげられる。そのため、紫外可視吸収スペクトルからそのような化合物の同定や定量が、さらには未知化合物の電子状態の検討が可能である。

センターには日立 4000 U型自記分光光度計(機器分析室5)が設置されている。この装置は通常の吸収スペクトルの測定以外に反射スペクトルの測定も可能なように設計されている。

### 2) 赤外分光光度計

物質による赤外線(約 5000 ~ 300  $\text{cm}^{-1}$ )の吸収はその分子の振動構造に依存しているが、1個の振動エネルギーの変化に伴って多数の回転エネルギー変化が起こるので、振動スペクトルは振動吸収“帯”として現れる。吸収の振動数あるいは波長は、振動部分の換算質量、化学結合の力の定数および原子の幾何学的配置に依存する。したがって、赤外スペクトルから分子構造を解析することができる。

当センターにはパーキンエルマー システム 2000型(機器分析室1)が設置されている。この機器は、マイケルソン型干渉計を用いたフーリエ変換型である。このタイプの装置は、干渉計の制御にレーザー光を、またフーリエ変換という数学的操作を用いることにより高分解能、高い波数精度、高感度が実現でき、スペクトルの積算測定や高速測定が可能となり、またスペクトルの数学的な処理(加減乗除、微分積分など)が容易に行える。また HATR(水平型内部多重反射測定装置)の使用により、従来の赤外分光光度計では測定の難しかった水溶液、ペースト等のスペクトルを得ることができる。

## 9. Spectrophotometer (UV-vis and IR)

### 1) UV-visible Spectrophotometer

Absorption of the ultraviolet (UV) and visible (vis) light with a wavelength of 200-700 nm by a given molecule is dependent on its electronic structure. In other words, the origin of such absorption is a transition of electron in the ground state level to an upper level, and typical examples are the d-d transitions in the transition metal

compounds and  $\pi\pi^*$  transitions in organic compounds with double bonds. Therefore, UV-vis absorption spectroscopy is used for identification and quantitative analysis of such types of compounds, and sometimes, for getting information on the electronic structure of unknown compounds.

The Center has a Hitachi 4000US spectrophotometer (in Room 5), which is designed for reflection as well as normal absorption measurements.

## 2) Infrared Spectrophotometer

Absorption of light in the infrared (IR) region ( $400\text{-}5000\text{ cm}^{-1}$ ) is dependent on the vibrational structure of a molecule. That is, the absorption is due to vibrational transitions accompanied by a number of rotational energy changes, and so, is observed as a vibrational-rotational "band". The frequency or wave length of the absorption is closely connected with the mass, force constant, and geometry of the vibrational unit of the molecule. Therefore, IR spectra are useful for the structural analysis of the molecule.

The Center has a Perkin-Elmer System 2000 spectrometer (in Room 1), which is a Fourier Transform (FT) type using a modified Michelson interferometer. In this type of instruments, the usage of FT method and a laser beam provides more precise and more accurate determination of the wavelengths of IR absorption peaks with higher sensitivity, compared to the measurements with a previous diffraction-grating type spectrometer. It is also possible to accumulate the spectral signal and perform time-resolved measurements. Mathematical treatments for the spectra, such as addition, subtraction, multiplication, division, integration, etc. are easily carried out. Furthermore, IR spectra of aqueous solutions are also available by using a HATR (horizontal attenuated total reflectance) accessory.

### 10 . コールドコンバーター (屋外)

コールドコンバーターは液化ガスを貯蔵し、これからガスや液化ガスを取り出すための装置である。液化ガスはメーカーからタンクローリーで運ばれ、コールドコンバーターに移される。センターのコールドコンバーターは液化窒素専用の貯蔵・取り出し装置(最大貯蔵量は1トン)であり、岐阜大学内のすべてのユーザーは、この装置から、望むときはいつでも必要量の液体窒素を取り出すことができる。

液体窒素は便利な冷媒であり、これを用いると-196 という低温を簡単に実現できる。したがって、液体窒素は物理学、化学、生化学、医学ならびに生物科学の広い分野の研究において不可欠な冷媒となっている。また、液体窒素は、冷媒としての用途の他に乾燥室

素ガスの供給源となりうる。コールドコンバーターを通して高純度窒素ガスが容易かつ大量に得られる。

#### **10. Cold converter (Liquid nitrogen supplying system) (Outside)**

The cold converter is a system which can store a liquefied gas. From the system the liquefied gas and/or the gas itself are available. The liquefied gas which was transported by a tank lorry from the maker is transferred to the converter. The cold converter facilities in the Center is a system for liquid nitrogen storage (max. storage is 1 ton). This system makes it possible for anyone at Gifu University to get as much liquid nitrogen as he/she needs whenever he/she needs it. Liquid nitrogen is a very convenient cooling medium (coolant) by which you can easily make a temperature as low as  $-196$  . Liquid nitrogen, therefore, is an indispensable medium for studies in the wide field of physics, chemistry, biochemistry, medical, and biological science. In addition to its use as a coolant, liquid nitrogen is a convenient source for dry nitrogen gas. Ultra-pure nitrogen gas can be obtained easily and in large quantities through the cold converter.

#### **11. 画像処理システム ( 機器分析室 5 )**

当センターにはカラーデジタルプリンターとして、フジ ピクトログラフィー 4000 が設置されている。講演等のカラーOHPの作製に便利である。電子顕微鏡写真もエプソン GT-9000 イメージスキャナで画像を取り込めば印刷可能である。コンピュータは Hewlett-Packard Vectra VE (Windows95, DOS/V)である。

#### **11. Image Treatment System (Room 5)**

The Center has a color digital printer Fujifilm Pictography 4000, which is controlled by a Hewlett-Packard Vectra VE personal computer with a DOS/V type (OS: Windows 95). This printer is very useful for preparing color OHP sheets for lectures and presentations. You can also transfer electron microscopic photos into the computer through an EPSON GT-9000 image scanner and decorate them with an Adobe Photoshop software and print out.

## 6. 新機種導入

### X線マイクロアナライザーのデータ処理部が更新されました

工学部応用精密化学科 大矢 豊

現在機器分析センターにあるX線マイクロアナライザー『KEVEX Analyst 8000』は昭和60年度に購入したものであり、既に13年以上を経ています。このアナライザーで使用しているコンピューターも導入時からのレトロなものであり、ハードウェア、ソフトウェアともに数世代前のものとなっています。使用されている方はご存じのように、ソフトウェアのブートが煩雑であり、キーボードやCRTはいつダウンしてもおかしくない状況です。さらにCPUが2000年問題に対応しておらず、日付の再設定を行わないと起動すらしない状態です。

またせっかく取り込んだデータの出力は、インクリボンを使った16ピン(8ピン?)のドットインパクトプリンタ(!!)によるハードコピー(!!!)でしかできないという、8ビットパソコンの資産をそのまま受け継ぐものとなっておりました。

このような現状を改善するための教育・研究経費が研究協力課の方々の努力によって認められ、平成11年度にコンピューターシステムが更新されました。新しいコンピューターは普通に市販されているいわゆるDOS/Vタイプのものであり、これにX線検出器からのデータを取り込むボードと解析ソフトウェアが付属しております。またWindowsをOSとしているので、取り込んだデータがそのまま他のソフトウェアで利用可能となりました。データ処理機能として定性・定量分析ソフトウェアが付属しており、スムージングやバックグラウンドの設定なども従来より非常に使い易くなっております。

これを機会によりこれまで以上のご利用をお願いいたします。



### X線マイクロアナライザーの便利な使い方

これまで、X線マイクロアナライザーはSEM/STEMモードでしか使用できませんでした。しかしH-8100ではfine proveまたはnano proveモードを用いれば、TEMモードから直接分析ができます。この方法では、軸合わせを別個に行う必要があること、試料を傾斜させる必要があること、対物レンズは必ず抜く事などの制限事項があります。従ってこの方法を試してみようと思う方は必ずセンター員に確認して下さい。

## 7. 利用手順

### 利用者講習会

測定機器を初めて使われる方には4月から6月にかけて行います利用者講習会を受けていただきます。

### 利用者登録

利用予定者（利用資格については8の別表1をご参照下さい。）に機器利用申請書（8の別表3）を提出していただきます。

### 利用の申し込み

日時をセンター職員に相談のうえ、各測定機器に備え付けの測定申込簿の測定希望日に予定を記入していただくとともに使用願書に所定の事項を記入し提出していただきます。

### 装置の利用

原則として利用者が自ら測定機器を運転・操作していただきます。時間外の利用（夜間および土日）を希望する人は時間外利用届をご提出ください。利用料金は8の別表2をご参照下さい。

### 運転日誌

利用者が実際の利用時間、利用状況を測定機器に備え付けの記録簿に記入します。万一測定機器を破損した場合、あるいは異常を認めた場合はただちにセンター職員に連絡してください。

### 研究成果を公表される場合

論文・報告書中にはセンターを利用した旨を明記し、その論文等の写しを提出してください。センター発行の利用報告書等の資料にさせていただきます。

それぞれの申込み用紙はセンター事務室に用意してあります。

各装置の使用の際は、装置に備え付けの簡易マニュアルを参照下さい。

液体窒素の利用は本章の別表1「液体窒素取扱講習会資料」を遵守のこと。

問い合わせ先

- |                         |   |
|-------------------------|---|
| センターの利用手順に関する質問         | センター職員に御相談下さい。  |
| センターの機器に関する質問（全般）       | センター専任教官に御相談下さい。<br>なお、利用者がセンターのどの機器を利用して<br>どのような研究を行っているかについては巻末<br>の利用者研究論文一覧(1998)をご参照ください。 |
| センターの機器の細かい測定ノウハウ・使用手順等 | センター員が相談に応じます。  |
| センターの運営に関する御意見・質問等      | センター長、センター職員、あるいは各部<br>局の運営委員に御連絡下さい。   |

## 別表 1

# 液体窒素取扱講習会資料

機器分析センター（2000/4/1改訂）

機器分析センターのコールドコンバーターは液体窒素ガスの貯蔵施設（第2種製造施設）であり、1,400 Lの液体窒素を貯蔵することができる。液体窒素の沸点は-196（77 K）であり、沸点での液密度は0.808 kg/Lである。なお、空気の78 体積%が窒素であり21 体積%が酸素であるが、酸素の沸点は-183（90 K）であって窒素より高く、従って液体窒素温度[-196（77 K）]で酸素は凝縮することに注意する。

### 機器分析センターのコールドコンバーター（液体窒素貯蔵施設）利用に関する一般的な注意

- 1．汲み出しの際は目の保護のために保護めがねを着用すること。
- 2．汲み出しの際に開けるバルブ（ガス出口弁）以外の他のバルブ、弁等を勝手にいじらないこと。
- 3．機器、配管、安全弁等に物を当てたり、衝撃を加えないこと。
- 4．液体窒素貯蔵施設の柵内で火気の使用を禁止する。
- 5．液体窒素貯蔵施設の近辺に可燃性物質を置かないこと。
- 6．液体窒素運搬のローリーの駐車位置（表示有り）に物を置かないこと。
- 7．液体窒素貯蔵施設で異常が認められた場合は、平日は機器分析センター事務室（内線2035）まで、休日は保安監督者くつみず沓水祥一（内線2573、自宅058-234-0377）ならびに三光堂（058-265-1536）までご連絡下さい。

### 液体窒素を汲み出す手順

- 1．空の容器（窒素デュワー）の重量を量る。
- 2．金属製のノズルを容器の奥まで挿入する。保管庫内に秤あり。
- 3．ノズルのついた管のガス出口弁のバルブ（ノズルの先端から一番近い青いバルブ）を回して液体窒素を容器に導く。この際、管や容器が冷えるまで液体窒素は貯まらないので、最初バルブの開放はゆるめに、金属的なキンキンという音がなくなれば、全開する。
- 4．液体窒素が外に飛散するようになったら、容器内はほぼ液体窒素で満たされたので、ガス出口弁を閉じる。なお、このあとバルブをいくらか閉めて液体窒素をさらに口一杯まで入れようとする努力は無駄であり、また不経済である。このような液体窒素はどのみち運搬中に蒸発してしまう。なお、まれにバルブ周辺の着霜のためにガス出口弁が完全に閉まっていない場合があるので注意する。
- 5．液体窒素で一杯になった容器の重量を量り、差し引きで汲み出した液体窒素の重量を記録簿に付ける。

### 液体窒素を使用する際には次の事項を厳守する。

- 1．液体窒素により冷却された部分を取り扱うときには、革製の手袋を用いる。軍手等は好ましくない。
- 2．液体窒素に直接手を触れないこと。極く短い時間なら手や指の表面に熱絶縁の蒸発膜ができるので凍傷には至らない。手のひらにかかった場合は、指を開くこと。指を閉じてスプーン状の形をしたところに液体窒素かかると、凍傷になる。
- 3．魔法瓶等中の液体窒素に室温のホース、パイプ類を入れるときは入れるものが十分冷えるようにゆっくりと挿入すること。一気に入れると、沸騰した液体窒素が吹き上げて眼



等にかかるおそれがある。また両端が開いたパイプの場合、パイプ中を液が吹き上げてきて来ることがあるので注意すること。

- 4 . 材料は低温になると脆くなり、破損しやすくなるので慎重に取り扱うこと。ホース等を液体窒素を溜めた容器のフランジ等から抜くときは、ドライヤー等で熱風を当てて、室温の状態に戻してから抜くこと。
- 5 . 低温容器（いわゆる窒素デュワー）は断熱保持のための真空の部分をもつ。乱暴に扱うと真空の気密が破れて、断熱効果が失われるので、使用には十分注意すること。
- 6 . 汲み出した液体窒素は、容器に蓄えられた後、口が開いたままでは蒸発量が増えて不経済である。また、空気中の酸素が凝縮して容器内にたまるので、危険である（火気を近づけない）。しかし、そうかといって完全に密閉してしまうと、蒸発に伴い内圧が高くなり危険である。多少の流通を許す小孔の開いたふたを用いると良い。
- 7 . 液体窒素を汲み出すとき、あるいは使用するときには、換気に注意すること。自然に蒸発した窒素ガス中での作業は、窒息の恐れがある。

#### 教官へのお願い

液体窒素といえどもいい加減に扱いますと大けが（失明など）をします。取り扱いに不慣れた学生に対しては必ず直接立ち会ってご指導下さい。

#### <参考書>

- 1 . 化学同人編集部（編）実験を安全に行うために（新版）、pp. 92-96およびpp. 114-115 (1993年10月).
- 2 . 岐阜大学工学部（編）安全の手引き -実験・実習時における-、p. 96 (平成10年2月).

## 8 . 計測機器の利用に関する申合せ

### (趣旨)

第1条 岐阜大学機器分析センター(以下「センター」という。)に設置され、別表1に定められた計測機器(附属品を含む。以下「計測機器」という。)の利用については、この申合せの定めるところによるものとする。

### (管理)

第2条 計測機器とその測定室及び測定準備室の管理は、センター長の命によりセンター職員及び各計測機器毎に定められたセンター員が行う。

### (利用区分)

第3条 利用の形態は、自ら計測機器を使用する場合(以下「本人測定」という。)と、測定の依頼をセンターが受けて行う場合(以下「依頼測定」という。)の2種類に区分する。依頼測定を行う測定機器は別表1に定める。

### (利用者の資格)

第4条 計測機器を利用できる者は、別表1に掲げた依頼測定又は利用者の資格(本人測定)に該当する者とする。ただし、本人測定の場合は、センターが行う講習会を受講した者に限る。

### (利用の申請)

第5条 計測機器を利用しようとする者は利用申請書をセンター長に提出しなければならない。ただし、依頼測定によって利用する者は本条を適用せず、第8条に定める利用手続きによる。

### (利用の承認)

第6条 センター長は、前条の申請が適当であると認めるときには、これを承認するものとする。

### (変更の届出)

第7条 前条の承認を得た者は、利用申請書の記載事項に変更が生じたときは、速やかにその旨をセンター長に届け出なければならない。

### (利用手続)

第8条 利用に先立って、利用者は、利用区分に応じて掲げた次の各号による手続を経なければならない。

- 一 依頼測定 あらかじめ測定の可否をセンター職員に照会のうえ予約し、指定された日時までに試料及び測定依頼書を提出しなければならない。
- 二 本人測定 あらかじめ利用日時をセンター職員に相談のうえ、測定申込簿に記入し予約しなければならない。

2 前項の予約を変更、若しくは中止する場合は遅滞なくセンター職員に届け出なければならない。

3 本人測定の利用者は、使用願書に所定の事項を記入するものとする。ただし、学生が使用を希望する場合には、指導教官の印を押した使用願書を持参しなければならない。

4 本人測定の利用者は、測定終了後、直ちに所定の記録簿に利用の項目を記入し、室内の清掃後センター職員に連絡しなければならない。

(注意義務)

第9条 利用者は、計測機器の正常運用が維持されるよう万全の注意を払い、かつ測定に関する所定の操作法を厳守しなければならない。万一、異常を認めるときは、直ちにセンター職員又はセンター員に連絡しなければならない。

(経費の負担)

第10条 測定経費は別表2に定める計測機器の測定料金によるものとする。なお本人測定の場合は予約時間をもって使用時間とし、超過した場合は超過時間を加算するものとする。

2 利用者が、故意又は過失により、装置及び測定室等に障害・破損等を引き起こした場合は、現状に復する費用を負担しなければならない。

(利用時間)

第11条 計測機器の利用時間は原則としてセンターの休業日以外の別表1に定める時間とする。ただし、本人測定の場合で必要と認められる場合はこの限りではない。

2 本人測定の場合で、午後5時から翌朝午前9時までの間に利用を希望する場合は、利用当日の午後4時までに必ずセンター職員に届け出なければならない。

(利用の取消等)

第12条 利用者が、この申合せに違反し、又は測定機器の正常運用の維持に重大な支障を生じさせた場合、又はそのおそれのある場合は、センター長は利用の承認を取消し、又は一定期間の利用を停止することができる。

(雑則)

第13条 この申合せの実施に関し、必要な事項はセンター長が定める。

附 則

この申合せは、平成9年2月1日から施行する。

附 則

この申合せは、平成10年2月26日から施行する。

附 則

この申合せは、平成10年6月1日から施行する。

附 則

この申合せは、平成11年4月1日から施行する。

別表1 利用者資格

計測機器名 (略称)	依頼測定 (注1)	利用者の資格(本人測定)(注2, 3)		利用時間および貸出し(注4, 5)
電子顕微鏡 (TEM, SEM, ED, EDX & EELS)	不可	本学の職員 大学院の学生および教育学部、地域科学部4年生		月曜日～金曜日 10:00～16:30 金曜日の17:00から月曜日の9:00迄は 原則として利用できない。
生体分子高次構造解析システム (CD, SF)	不可	本学の職員 大学院の学生および教育学部4年生		月曜日～金曜日 9:00～17:00
複合型表面分析装置 (ESCA)	不可	本学の職員 大学院の学生および教育学部、地域科学部4年生		月曜日～金曜日 9:00～17:00
質量分析装置 (MS)	可	QP-1000	本学の職員、本学職員立ち会いのもと大学院の学生 および教育学部、地域科学部4年生	月曜日～金曜日 9:00～17:00
		PAC1100-S	本学の職員、本学4年生以上	
		9020-DF	本学の職員 博士課程(工学部に於いては博士後期課程)以上	
超伝導核磁気共鳴装置 (FT-NMR)	不可	500MHz, 固体	本学の職員、大学院の学生	月曜日～金曜日 9:00～20:00
		200, 400MHz	本学の職員、本学4年生以上	
誘導結合プラズマ発光分析装置 (ICP)	不可	本学の職員 本学4年生以上		月曜日～金曜日 9:00～17:00
走査型プローブ顕微鏡 (SPM)	不可	本学の職員 本学4年生以上		月曜日～金曜日 9:00～17:00
時間分解蛍光光度計 (NAES)	不可	本学の職員 本学4年生以上		月曜日～金曜日 9:00～17:00
超高速現象解析システム	不可	超高速カメラ (UHC)	本学の職員, 大学院の学生 および本学職員立ち会いのもと本学4年生	月曜日～金曜日 9:00～17:00 貸出し: 1日および1週間単位で最大2 週間まで延長可
		高速ビデオ (HV)	本学の職員 本学4年生以上	月曜日～金曜日 9:00～17:00 貸出し: 1日および1週間単位で最大2 週間まで延長可

超高速現象解析システム	不可	光増幅光学装置 (II)	本学の職員，大学院の学生 および本学職員立ち会いのもと本学4年生	月曜日～金曜日 9:00～17:00 貸出し：1日および1週間単位で最大2週間まで延長可 原則として高速度ビデオとセットで利用すること。
		パルスジェネレータ (PG)	本学の職員 本学4年生以上	月曜日～金曜日 9:00～17:00 貸出し：1日および1週間単位で最大2週間まで延長可 原則としてPG単独の貸出しは行なわない。
		銅蒸気レーザー (CVL)	本学の職員，大学院の学生 および本学職員立ち会いのもと本学4年生	月曜日～金曜日 9:00～17:00 貸出し：1日および1週間単位で最大2週間まで延長可 レーザーの移動の場合は利用する研究室負担で保険をかけること。
		サーモカメラ (TC)	本学の職員 本学4年生以上	月曜日～金曜日 9:00～17:00 貸出し：1日および1週間単位で最大2週間まで延長可
スキャナー ピクトグラフィ	不可	本学の職員 本学4年生以上		月曜日～金曜日 9:00～17:00
小型機器 (UV,IR)	不可	本学の職員 本学4年生以上		月曜日～金曜日 9:00～17:00

注1：依頼測定は、本学職員およびその他センター長が特に適当と認めた者が測定可能とする。

注2：本人測定は、その他センター長が特に適当と認めた者も利用可能とする。

注3：いずれも大学院の学生には、医学部および農学部獣医学科の5，6年生を含む。

注4：17:00以降の利用希望者は「時間外利用届」を16:00迄に提出下さい。

注5：貸出しに際しては本学職員の立ち会いのもとに行なうこと。2週間を越えてさらに貸出し利用を希望する場合は改めて申請すること。

## 別表 2

### 利用料金

利用時間は、30分単位で切り上げる。

#### TEM, SEM, ED, EDX & EELS

TEM, SEM, STEM	500 円/h
ED, EDX, EELS	400 円/h
ロールペーパー、試料台、フィルム	実費
マイクロトーム、メッサー、写真装置	100 円/h
蒸着装置	500 円/回
臨界点乾燥機、イオンスプッター	300 円/回
臨界点乾燥機とイオンスプッターのセット	500 円/回
デュアルイオンミリング	500 円/回 (50 時間迄、以後 200 円/h)
ディンプルグラインダー	200 円/回 (20 時間迄、以後 100 円/h)

#### CD, SF

測定、データ処理 (CD, SF)	400 円/h
プロッター用紙 (CD)	10 円/h
チャート紙 (CD)	持参
チャート紙 (SF)	実費

#### ESCA

測定、データ処理	500 円/h
フロッピーディスク	1,000 円/枚
記録紙	実費

#### MS

##### QP-1000

本人測定		依頼測定	
DI/EI, DI/CI, GC/EI, GC/CI	800 円/h	DI/EI, DI/CI, GC/EI, GC/CI	5,000 円/h

##### 9020-DF

本人測定		依頼測定	
DI/EI, DI/CI, GC/EI, GC/CI	800 円/h	DI/EI, DI/CI, GC/EI, GC/CI	6,000 円/h
DI/ED, DI/FAB, ML, NEG, LK, MK		DI/ED, DI/FAB, ML, NEG, LK, MK	

##### QP-1000, 9020-DF 共通

PAC	200 円/h
サンプルポット	実費
フロッピーディスク	1,000 円/枚

## FT-NMR

	500MHz	400MHz	200MHz	
測定	500 円	400 円	200 円	1 時間当たり
夜間料金	3,000 円	2,000 円	1,000 円	20:00 ~ 9:00 迄
センター休業日	4,000 円	3,000 円	2,000 円	24 時間以内
チャート紙	10 円	10 円	10 円	1 枚当たり
固体ロータキャップセット		3,000 円		1 個、8 時間以内のレンタル
ナノサンプルチューブ		1,000 円		1 個、8 時間以内のレンタル

## ICP

使用時間には、測定前の予備点灯時間も含める。

測定	2,000 円/h
マイクロウェーブ試料分解装置	500 円/h
純水	100 円/250ml

## SPM

測定、データ処理	300 円/h	
夜間料金	2,000 円/回	17:00 ~ 9:00 迄
センター休業日	3,000 円/回	24 時間以内
カンチレバー	実費	

ただし、平成 11 年度については変更もあり得る。

## 時間分解蛍光光度計

測定	300 円/h	
夜間料金	2,000 円/回	17:00 ~ 9:00 迄
センター休業日	3,000 円/回	24 時間以内
溶液用光学セル、色素	実費	

ただし、平成 11 年度については変更もあり得る。

## IR

IR-ATR 測定については、実験回数によっては ATR クリスタル材購入経費またはその一部を利用者に負担していただくことがある。

FT-IR	300 円/h	
夜間料金	2,000 円/回	17:00 ~ 9:00 迄
センター休業日	3,000 円/回	24 時間以内

## 超高速現象解析システム

超高速カメラ	1,000 円/日、5,000 円/週
フィルム	実費
高速度ビデオ	1,000 円/日、5,000 円/週
光増幅光学装置	1,000 円/日、5,000 円/週
パルスジェネレータ	500 円/日、2,500 円/週



銅蒸気レーザー	400 円/h、1,000 円/日
銅蒸気レーザー貸出し	1,000 円/日、5,000 円/週
サーモカメラ	1,000 円/日、5,000 円/週

上記のシステムを組み合わせる場合は1日2,000円または1週間10,000円の安い方を上限とする。

ただし、平成11年度については変更もあり得る。

### スキャナー・ピクトログラフィー

使用料	100 円/h
ピクトログラフィー受像紙 A 3	600 円/枚
ピクトログラフィー受像紙 A 4	300 円/枚
ピクトログラフィーOHP用紙 A 3	800 円/枚
ピクトログラフィーOHP用紙 A 4	400 円/枚

ただし、平成11年度については変更もあり得る。

### UV

UV	300 円/h
----	---------

別表3 平成 年度 岐阜大学機器分析センター機器利用申請書

岐阜大学機器分析センター長 殿

下記の通り機器分析センター機器を利用したいので、岐阜大学機器分析センター利用規則を遵守し、申請します。

記

利用機器 (何れか一つを囲む)		FT-NMR(200・400・500MHz)、GCMS(QP-1000・9020-DF)、TEM・SEM、EDX、ESCA、CD、SF、ICP、FT-IR、UV、加圧ビデオ、蛍光寿命、AFM					
学部名等			学科講座名等				
申請者	官職・身分	ふりがな 氏名 <small>官職・身分別にアイウエオ順</small>	内線	講習会 受講年度	研究課題等	課題番号	
利用期間	平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日						
	学部名等	学科・講座名等	官職	氏名			
指導教官				印			
経費負担 責任者				印			
備考							

注：利用機器毎に申請してください。  
 上記の申請を承認します。  
 なお、本研究に関して発表した論文には使用した機器分析センターの機器名を明記することとし、論文別刷り1部をセンターに提出してください。  
 平成 年 月 日

岐阜大学機器分析センター長 石原秀晴 印

## 機器の利用状況

### 超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置

納入年月日 平成8年3月28日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
9	延使用人数(人)	724	0	70	0	641	1,374		0	2,809
	延使用時間(H)	641	0	3,635	0	1,084	4,522		0	9,882
10	延使用人数(人)	2,738	0	142	0	740	4,192		0	7,812
	延使用時間(H)	940	0	2,272	0	964	2,396		0	6,572
11	延使用人数(人)	778	0	184	0	608	3,901	2	2	5,475
	延使用時間(H)	676	0	940	0	1,289	2,814	2	3	5,724

### 質量分析装置

納入年月日 昭和63年3月11日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
9	延使用人数(人)	70	0	0	0	371	30		0	471
	延使用時間(H)	85	0	0	0	453	60		0	598
10	延使用人数(人)	593	0	0	0	993	138		26	1,750
	延使用時間(H)	133	0	0	0	399	128		13	673
11	延使用人数(人)	516	0	0	0	1,355	146	0	43	2,060
	延使用時間(H)	78	0	0	0	556	77	0	25	736

### 電子顕微鏡

納入年月日 平成6年3月23日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
9	延使用人数(人)	9	0	1	0	131	241		0	382
	延使用時間(H)	42	0	2	0	701	669		0	1,414
10	延使用人数(人)	160	0	22	0	243	574		0	999
	延使用時間(H)	89	0	393	0	321	596		0	1,399
11	延使用人数(人)	130	0	1	0	195	369	7	0	702
	延使用時間(H)	189	0	2	0	323	255	10	0	779

### X線マイクロアナライザ -

納入年月日 昭和61年3月20日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
9	延使用人数(人)	2	0	0	0	6	7		0	15
	延使用時間(H)	2	0	0	0	6	7		0	15
10	延使用人数(人)	107	0	0	0	10	2		0	119
	延使用時間(H)	26	0	0	0	3	4		0	33
11	延使用人数(人)	100	0	0	0	4	0	0	0	104
	延使用時間(H)	158	0	0	0	9	0	0	0	167

## 複合型表面分析装置

納入年月日 昭和62年11月25日

年度	区分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
9	延使用人数(人)	12	0	0	0	601	60		0	673
	延使用時間(H)	24	0	0	0	1,201	119		0	1,344
10	延使用人数(人)	14	0	0	0	551	2		2	569
	延使用時間(H)	69	0	0	0	940	8		4	1,021
11	延使用人数(人)	16	0	0	0	522	47	0	0	585
	延使用時間(H)	61	0	0	0	1,397	188	0	0	1,646

## 生体分子高次構造解析システム

納入年月日 昭和61年12月20日

年度	区分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
9	延使用人数(人)	0	0	0	12	458	150		0	620
	延使用時間(H)	0	0	0	6	229	75		0	310
10	延使用人数(人)	0	0	0	0	424	35		0	459
	延使用時間(H)	0	0	0	0	127	43		0	170
11	延使用人数(人)	0	0	0	0	331	132	0	0	463
	延使用時間(H)	0	0	0	0	151	124	0	0	275

## 超高速現象解析システム

納入年月日 平成11年3月19日

年度	区分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
11	延使用人数(人)	0	0	0	0	158	27	0	0	185
	延使用時間(H)	0	0	0	0	3,685	648	0	0	4,333

## 時間分解蛍光光度計

納入年月日 平成11年3月19日

年度	区分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
11	延使用人数(人)	0	0	0	0	326	0	0	0	326
	延使用時間(H)	0	0	0	0	489	0	0	0	489

## 走査型プローブ顕微鏡システム

納入年月日 平成10年12月18日

年度	区分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
11	延使用人数(人)	0	0	0	0	258	0	0	0	258
	延使用時間(H)	0	0	0	0	739	0	0	0	739

## 誘導結合プラズマ発光分析装置

納入年月日 平成8年2月29日

年度	区 分	教育 学部	地 域 科学部	医学部	附属 病院	工学部	農学部	大学院連 合農学研 究 科	機器分 析センター	計
9	延使用人数(人)	0	0	0	0	100	48		0	148
	延使用時間(H)	0	0	0	0	290	172		0	462
10	延使用人数(人)	0	0	0	0	1,100	317		0	1,417
	延使用時間(H)	0	0	0	0	238	59		0	297
11	延使用人数(人)	0	0	0	0	737	1,144	0	0	1,881
	延使用時間(H)	0	0	0	0	244	79	0	0	323

## 自記分光光度計

納入年月日 昭和56年12月25日

年度	区 分	教育 学部	地 域 科学部	医学部	附属 病院	工学部	農学部	大学院連 合農学研 究 科	機器分 析センター	計
9	延使用人数(人)	13	0	0	0	179	0		0	192
	延使用時間(H)	10	0	0	0	92	0		0	102
10	延使用人数(人)	4	0	0	0	27	0		0	31
	延使用時間(H)	1	0	0	0	10	0		0	11
11	延使用人数(人)	0	0	0	0	198	0	0	0	198
	延使用時間(H)	0	0	0	0	14	0	0	0	14

## 赤外分光光度計

納入年月日 昭和55年1月19日

年度	区 分	教育 学部	地 域 科学部	医学部	附属 病院	工学部	農学部	大学院連 合農学研 究 科	機器分 析センター	計
9	延使用人数(人)	0	0	0	0	21	3		0	24
	延使用時間(H)	0	0	0	0	9	6		0	15
10	延使用人数(人)	0	0	0	0	28	32		0	60
	延使用時間(H)	0	0	0	0	12	14		0	26
11	延使用人数(人)	0	0	0	0	1	6	0	0	7
	延使用時間(H)	0	0	0	0	1	3	0	0	4

## フ - リ工変換赤外分光光度計

納入年月日 平成5年3月10日

年度	区 分	教育 学部	地 域 科学部	医学部	附属 病院	工学部	農学部	大学院連 合農学研 究 科	機器分 析センター	計
9	延使用人数(人)	4	0	0	0	22	108		0	134
	延使用時間(H)	6	0	0	0	18	154		0	178
10	延使用人数(人)	105	0	10	0	420	155		0	690
	延使用時間(H)	61	0	15	0	1,115	64		0	1,255
11	延使用人数(人)	267	0	36	0	294	58	1	0	656
	延使用時間(H)	230	0	96	0	2,103	38	2	0	2,469

## 紫外可視分光光度計

納入年月日 平成10年3月9日

年度	区 分	教育 学部	地 域 科学部	医学部	附属 病院	工学部	農学部	大学院連 合農学研 究 科	機器分 析センター	計
10	延使用人数(人)	1	0	0	0	1,324	0		0	1,325
	延使用時間(H)	1	0	0	0	231	0		0	232
11	延使用人数(人)	2	0	3	0	1,636	31	0	0	1,672
	延使用時間(H)	2	0	3	0	453	50	0	0	508

## 10 . 利用者研究論文一覧 ( 1998年 )

( 順不同 )

1. K.Moriya, T.Masuda, T.Suzuki, S.Yano, M.Kajiwara  
Liquid Crystalline Phase Transition in Hexakis(4-(N-(4'-alkoxyphenyl)  
iminomethyl)phenoxy)cyclotriphosphazene  
*Mol.Cryst.Liq.Cryst.*, **318**, 267-277(1998) (NMR,FT-IR)
2. T.Murai, S.Kato  
Syntheses of Selenothioic and Diselenoic Acid Esters  
*Sulfur Reports*, **20** (3), 397-418(1998) (NMR,MS)
3. T.Murai, T.Mizutani, Y.Ogino, Y.Fujiwara, S.Kato  
Synthesis and Stability of Selenothioic and Diselenoic Acid Esters  
*Phosphorus Sulphur and Silicon*, **136.137 & 138**, 561-564(1998)  
(NMR,MS)
4. T.Kume, T.Kuwabara, O.Sakurada, M.Hashiba, Y.Nurishi  
Ionic Transport to Produce Diverse Morphologies in MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Formations  
Started from Powders of Varied Physical Nature  
*Ceramic Microstructure*, 577-588(1998) (TEM)
5. Y.Makimura, H.Ishida, A.Kondo, A.Hasegawa, M.Kiso  
Regioselective (2 3)-Sialylation of Le<sup>x</sup> and Le<sup>a</sup> by Sialidase-Catalyzed  
Transglycosylation  
*J.Carbohydrate Chemistry*, **17** (6), 975-979(1998) (NMR)
6. Y.Kitade, M.Wakana, S.Terai, T.Tsuboi, M.Nakanishi, C.Yatome, B.Dong,  
R.H.Silverman, P.F.Torrence  
2-Bromoadenosine-substituted 2',5'-Oligoadenylates Modulate Binding and  
Activation Abilities of Human Recombinant Rnase L  
*Nucleosides&Nucleotides*, **17** (12), 2323-2333(1998) (NMR,CD)
7. Y.Kitade, N.Saito, A.Kozaki, K.Takahashi, C.Yatome, Y.Takeda, H.Sajiki, K.Hirota  
Facile Method for the Preparation of 7-Methyl-8-Oxoguanosines as an  
Immunomodulator  
*Nucleosides&Nucleotides*, **17** (1-3), 91-97(1998) (MS)

8. M.Koketsu, H.Ishihara, M.Hatsu  
Novel Compounds, 1,3-Selenazine Derivatives, as Antibacterial Agents  
Against Escherichia Coli and Staphylococcus Aureus  
*Research Communications in Molecular Pathology and  
Pharmacology*, **101** (2), 179-186(1998) (NMR)
9. M.Yoshimatsu, T.Kataoka  
Recent Advances in Synthetic Organic Chemistry on Selenium-stabilized  
Reactive Species  
*Organic Chem*, **2**, 31-45(1998) (NMR)
10. 石田秀治  
セレクトインブロッカーを中心とした生理活性複合糖質の分子設計と合成に関  
する研究  
日本農芸化学会誌 第72巻 第11号 1325-1332(1998) (NMR)
11. 顧 明華, 小山博之, 原 徹夫  
ケイ素添加がイネのアルミニウム障害の軽減およびイネ体内アルミニウム形態  
に及ぼす影響  
日本土壌肥科学雑誌 第69巻 第5号 別刷 498-505(1998) (ICP)
12. K.Itoh, Y.Kitade, S.Kobayashi, M.Nakanishi, C.Yatome  
Demethylation of Acridine Orange by *Arthrobacter globiformis*  
*Bull. Environ. Contam. Toxicol.*, **60**, 781-785(1998) (MS)
13. K.Moriya, T.Suzuki, Y.Kawanishi, T.Masuda, H.Mizusaki, S.Nakagawa,  
H.Ikematsu, K.Mizuno, S.Yano, M.Kajiwara  
Liquid-Crystalline Phase Transition in Organophosphazenes  
*Appl. Organometal. Chem.*, **12**, 771-779(1998) (NMR, MS)
14. M.Yoshimatsu, K.Konishi, G.Tanabe, O.Muraoka  
A New Fluoride-Mediated 1,2-Sulfonyl Shift on Cyclopropane  
*Tetrahedron Letters*, **39**, 1781-1782(1998) (NMR)



15. T.Murai, T.Ezaka, S.Kato  
Reactions of  $\alpha,\beta$ -disubstituted Selenoamides with Organolithium  
Reagents Leading to Unsymmetrical Ketones  
*Tetrahedron Letters*, **39**, 4329-4332(1998) (NMR,MS)
16. T.Asano, K.Moriya, S.Yano  
Liquid Crystalline Phase Transitions of the 2-(4'-alkoxybiphenyl-4-yl)-5-(4-methylphenyl)Pyridines  
*Liquid Crystals*, **25** (2), 263-266(1998) (MS)
17. N.Otsubo, H.Ishida, M.Kiso, A.Hasegawa  
Synthesis of Sialyl Le<sup>x</sup> Ganglioside Analogues Modified at C-6 of the  
Galactose Residue to Elucidate the Mechanism of Selection Recognition  
*Carbohydrate Research*, **306**, 517-530(1998) (NMR)
18. H.Ito, H.Ishida, M.Kiso, A.Hasegawa  
First Total Synthesis of Ganglioside GT1a<sup>b1</sup>  
*Carbohydrate Research*, **306**, 581-585(1998) (NMR)
19. K.Funatogawa, M.Matsuura, M.Nakano, M.Kiso, A.Hasegawa  
Relationship of Structure and Biological Activity of Monosaccharide Lipid  
A Analogues to Induction of Nitric Oxide Production by Murine  
Macrophage RAW264.7 Cells  
*Infect.Immun.*, **66** (12), 5792-5798(1998) (NMR)
20. K.Strengel, R.Schauer, N.Bovin, A.Hasegawa, H.Ishida, M.Kiso, S.Kelm  
Glycan Specificity of Myelin-Associated Glycoprotein and Sialoadhesin  
Deduced from Interactions with Synthetic Oligosaccharides  
*Eur.J.Biochem.*, **258**, 677-685(1998) (NMR)
21. T.Murai, F.Kimura, K.Tsutsui, K.Hasegawa, S.Kato  
Synthesis and Structure of *N*-(Silylalkyl)amides: Rhodium-Catalyzed  
Hydrosilylation of Enamides  
*Organometallics*, **17** (5), 926-932(1998) (NMR,MS)

22. M.Tansho, Y.Onoda, R.Kato, S.Kutsumizu, S.Yano  
<sup>14</sup>N NMR Studies on an Optically Isotropic Liquid Crystalline D Phase of  
4'-*n*-alkoxy-3'-nitrobiphenyl-4-carboxylic Acids(ANBC)  
*Liquid Crystals*, **24** (4),525-529(1998) (MS)
23. K.Hata, T.Wada, A.Hasegawa, M.Kiso, T.Miyagi  
Purification and Characterization of a Membrane-Associated Ganglioside  
Sialidase from Bovine Brain  
*J.Biochem.*, **123** ,899-905(1998) (NMR)
24. C.Mitsuoka, M.Sawada-Kasugai, K.Ando-Furui, M.Izawa, H.Nakanishi,  
S.Nakamura, H.Ishida, M.Kiso, R.Kannagi  
Identification of a Major Carbohydrate Capping Group of the L-selectin  
Ligand on High Endothelial Venules in Human Lymph Nodes as 6-Sulfo  
Sialyl Lewis X  
*The Journal of Biological Chemistry*, **273** (18),11225-11233(1998)  
(NMR)
25. K.Kumamoto, C.Mitsuoka, M.Izawa, N.Kimura, N.Otsubo, H.Ishida, M.Kiso,  
T.Yamada, S.Hirohashi, R.Kannagi  
Specific Detection of Sialyl Lewis X Determinant Carried on the Mucin  
GlcNAc 1 6GalNAc Core Structure as a Tumor-Associated Antigen  
*Biochemical and Biophysical Research Communications*, **247** ,  
514-517(1998) (NMR)
26. T.Murai, N.Niwa, T.Ezaka, S.Kato  
Structure of *N*-Aryl Selenoacetamides in Solutions and in the Solid State  
*J.Org.Chem.*, **63** (2),374-376(1998) (NMR,MS)
27. R.B.H.Tahar, T.Ban, Y.Ohya, Y.Takahashi  
Humidity-Sensing Characteristics of Divalent-Metal-Doped Indium Oxide  
Thin Films  
*J.Am.Ceram.Soc.*, **81** (2),321-327(1998) (TEM,EDX)

28. N.Yoshizaki, S.Yonezawa  
Cysteine Proteinase Plays a Key Role for the Initiation of Yolk Digestion  
During Development of *Xenopus Laevis*  
*Develop.Growth.Differ.*, **40**, 659-667(1998) (TEM)
29. Y.Kubota, S.Nakada, Y.Sugi  
Palladium-Catalyzed Alkoxyacylation of Aryl *p*-Toluenesulfonate  
*Synlett*, **2**, 183-185(1998) (NMR, ICP)
30. T.Murai, T.Mori, S.Kato  
Diastereoselective Michael Addition of Organolithium Reagents to Chiral  
, -Unsaturated Selenoamide  
*Synlett*, 619-620(1998) (NMR, MS)
31. Y.Naruse, Y.Ito, S.Inagaki  
Ethylation by Ethyl Ethers in the Presence of Organometallic Bases:  
Reactions of Hydrocycloalk[*b*]indoles  
*J.Org.Chem.*, **64** (2), 639-640(1998) (NMR, MS)
32. Y.Yamamoto, A.Kondo, Y.Atoji, H.Tsubone, Y.Suzuki  
Morphology of Intraepithelial Corpuscular Nerve Endings in the Nasal  
Respiratory Mucosa of the Dog  
*J.Anat.*, **193**, 581-586(1998) (TEM)
33. Y.Ohya, H.Koyama, T.Ban, Y.Takahashi  
Electrical Properties of p-n Contact with Oxide Semiconductor Thin Films  
Fabricated by Liquid Phase Method  
*Materials Science and Engineering*, **B54**, 55-59(1998) (TEM)
34. M.Yoshimatsu, S.Gotoh, K.Ikeda, M.Komori  
A New 1-Alkoxy-2-(chalcogeno)allylic or 1-Alkoxy-2,4-bis(chalcogeno)penta-2,  
4-dienyl Cation: Highly-Regioselective Allylating or Penta-2,4-dienylating  
Electrophiles and Their Reactions  
*J.Org.Chem.*, **63** (19), 6619-6624(1998) (NMR, MS)

35. M.Yoshimatsu, K.Oguri, K.Ikeda, S.Gotoh  
The First Example of the 1-Chalcogene-Substituted Formylolefination of the  
Ketones and Aldehydes Using 1-Lithio-2-ethoxyvinyl Chalcogenides  
*J.Org.Chem.*, **63** (13), 4475-4480(1998) (NMR,MS)
36. T.Kataoka, S.Watanabe, K.Yamamoto, M.Yoshimatsu, G.Tanabe, O.Muraoka  
Reactions of Diphenyl(phenylethynyl)selenonium Salts with Active  
Methylene Compounds and Amides: First Isolation of Oxyselenuranes  
[10-Se-4(C30)] as a Reaction Intermediate  
*J.Org.Chem.*, **63** (18), 6382-6386(1998) (NMR,MS)
37. R.Yamauchi, K.Kato  
Products Formed by Peroxyl Radical-Mediated Oxidation of Canthaxanthin  
in Benzene and in Methyl Linoleate  
*J.Agric.Food Chem.*, **46** (12), 5066-5071(1998) (NMR,MS)
38. M.Shimoyamada, S.Ikeda, R.Ootsubo, K.Watanabe  
Effects of Soybean Saponins on Chymotryptic Hydrolyses of Soybean  
Proteins  
*J.Agric.Food Chem.*, **46** (12), 4793-4797(1998) (CD)
39. Y.Atoji, Y.Yamamoto, T.Komatsu, Y.Suzuki, T.Tsubota  
Circumanal Glands of the Dog: A New Classification and Cell Degeneration  
*The Anatomical Record*, **250**, 251-267(1998) (TEM)
40. R.Yamauchi, K.Goto, K.Kato  
Reaction of  $\alpha$ -Tocopherol in Heated Bulk Phase in the Presence of Methyl  
Linoleate (13S)-Hydroperoxide or Methyl Linoleate  
*Lipids*, **33** (1), 77-85(1998) (NMR,MS)
41. R.Yamauchi, H.Mizuno, K.Kato  
Preparation and Characterization of 8 $\alpha$ -(Phosphatidylcholine-dioxy)-  
-tocopherones and their Formation during the Peroxidation  
of Phosphatidylcholine in Liposomes  
*Biosci.Biotechnol.Biochem.*, **62** (7), 1293-1300(1998) (NMR,MS)

42. R.Yamauchi, K.Tsuchihashi, K.Kato  
Oxidation Products of  $\beta$ -Carotene during the Peroxidation of Methyl  
Linoleate in the Bulk Phase  
*Biosci.Biotechnol.Biochem.*, **62** (7), 1301-1306(1998) (NMR,MS)
43. T.Murai, T.Ezaka, S.Kato  
An Efficient Synthetic Method of 4-Penteneselenoamides: Four-Component  
Coupling Reaction of Terminal Acetylenes, Selenium, Amines and Allylic  
Bromides  
*Bull.Chem.Soc.Jpn.*, **71** .1193-1200(1998) (NMR,MS)
44. M.Koketsu, Y.Miyajima, H.Ishihara  
Syntheses of 4,5-Dihydroselenophenes by Using  $TiCl_4$  and Zn  
*Chemistry Letters*, 645-646(1998) (NMR)
45. H.Ishihara, K.Yoshimura, M.Kouketsu  
A Facile Preparation of Aliphatic and Aromatic Primary Selenoamides Using  
4-Methylselenobenzoate as a New Selenating Reagent  
*Chemistry Letters*, 1287-1288(1998) (NMR,MS)
46. 櫻井宏紀, 土山康彦, 和泉省勝, 山口卓宏  
ガンマ線照射によるアリモドキゾウムシ雄の放射線不妊化機構の超微形態学  
的観察  
岐阜大学農学部研究報告 第 63 号 別刷 31-36(1998) (TEM)
47. 佐藤節子, 向井加奈子  
中学生による大気中微粒子観測のための予備実験  
岐阜大学教育学部研究報告 第 23 卷 第 1 号 別刷 15-21(1998)  
(SEM,EDX)
48. T.Hanaoka, K.Nakajima, Y.Sugi, T.Matsuzaki, Y.Kubota, S.Tawada, K.Kunimori,  
A.Igarashi  
Effects of  $SiO_2/Al_2O_3$  Ratio of H-mordenite on Encapsulated Products inside  
the Pores in Shape-selective Isopropylation of Biphenyl  
*Catalysis Letter*, **50** , 149-152(1998) (NMR,ICP)

49. R.Bandyopadhyay, Y.Kubota, S.Tawada, Y.Sugi  
Direct Hydrothermal Synthesis of B-SSZ-31 from Silica and Sodium Borate  
Using 1,3,3,6,6-pentamethyl-6-azoniabicyclo[3.2.1]octane Hydroxide as  
Structure-directing Agent  
*Catalysis Letter*, **50**, 153-158(1998) (NMR, ICP)
50. T.Sharda, A.Vaidya, S.Misra, S.Bhargava, H.D.Bist, P.Veluchamy, H.Minoura,  
P.Selvam  
Stoichiometry of the Diamond/Silicon Interface and its Influence on the  
Silicon Content of Diamond Films  
*J.Appl.Phys.*, **83** (2), 1120-1124(1998) (ESCA)
51. V.Kumar, Y.Ohya, Y.Takahashi  
Sol-Gel Processing of Ferroelectric  $\text{PbTiO}_3$  and  $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.5}\text{Ti}_{0.5})\text{O}_3$  Thin Films  
*Jpn.J.Appl.Phys.*, **37**, 4477-4481(1998) (TEM, EDX)
52. K.Kuwata, M.Hoshino, S.Era, A.Batt  
Transition of  $\alpha$ -Lactoglobulin as Evidenced by Heteronuclear NMR  
*J.Mol.Biol.*, **283**, 731-739(1998) (NMR)
53. 吉田弘樹, 水谷友徳, 阪上幸男  
30ps 単一パルス Nd:YAG レーザー光照射による基板非損傷 Ni 薄膜除去  
レーザー研究, 26(2) 別刷, 164-167(1998) (TEM)
54. 小西忠雄, 吉田弘樹, 阪上幸男  
レーザー核融合ペレットの電界浮揚方式精密質量測定  
レーザー研究, 26(3) 別刷, 265-267(1998) (TEM)
55. 吉田弘樹, 山取真也, 阪上幸男  
レーザー核融合ペレットの金属膜厚測定  
レーザー研究, 26(3) 別刷, 268-271(1998) (TEM)

56. A.Okumura, K.Kuwata, Y.Nishimura, M.Kawaguchi, K.Takenaka, N.Sakai, S.Era, H.Hoshi  
Clinical Applicability of Functional Magnetic Resonance Imaging and Activation Study with Single Photon Emission Computerized Tomography for Functional Mapping  
*Neurological Research*, **20**, 191-197(1998) (NMR)
57. A.Okumura, K.Kuwata, K.Takenaka, Y.Nishimura, S.Shirakami, N.Sakai, T.Hayashi, S.Era  
Pulsed Off-resonance Magnetization Transfer for Brain Tumor in Patients  
*Neurological Research*, **20**, 313-319(1998) (NMR)

## 11. 平成11年度活動状況報告

### 1. 機器分析センター運営委員会

第10回機器分析センター運営委員会

平成11年 7月29日(木)

議題(1)平成10年度機器分析センター運

営費決算について

(2)平成11年度機器分析センター運

営費予算配分(案)について

(3)利用者負担額について

(4)センター員について

(5)機器の集中化について

(6)センターの新築について

(7)その他

第11回機器分析センター運営委員会

平成12年 3月13日(月)

議題(1)平成13年度概算要求について

特別設備費

機器分析センター建物新営

(2)その他

### 2. 機器分析センター員会議

\*フーリエ変換核磁気共鳴装置

第1回フーリエ変換核磁気共鳴装置センター員会議

平成11年 4月20日(火)

議題(1)ユーザーズミーティングの対応の確認

(2)講習会について

(3)200MHzのコンピューターの交換につ

いて

(4)保守点検について

(5)その他

第2回フーリエ変換核磁気共鳴装置センター員会議

平成11年 5月18日(火)

議題(1)ユーザーズミーティングの反省

(2)マニュアルの改訂について

(3)固体NMRの講習会について

(4)50周年記念のパネルについて

(5)その他

第3回フーリエ変換核磁気共鳴装置センター員会議(持ち回り)

平成11年 9月 2日(木)

第4回フーリエ変換核磁気共鳴装置センター員会議

平成11年12月21日(火)

議題(1)保守管理について

(2)講習会について

(3)INOVA400のHMBC、HMQC測定

について(WFGボードの交換)

(4)安全マニュアルについて

(5)その他

第5回フーリエ変換核磁気共鳴装置センター員会議

平成12年 3月22日(水)

議題(1)ユーザーズミーティングについて

(2)来年度の運営方針について

(3)その他

\*質量分析装置

第1回質量分析装置センター員会議

平成11年 5月13日(木)

議題(1)講習会について

(2)その他

\*電子顕微鏡

第1回電子顕微鏡センター員会議

平成11年 4月26日(月)

議題(1)平成11年度講習会について

(2)その他

\*複合型表面分析装置

第1回複合型表面分析装置センター員会議

平成11年 5月11日(火)

議題(1)講習会について

(2)その他



**\* 生体分子高次構造解析システム**

第1回生体分子高次構造解析システムセンター員会議

平成11年 5月10日(月)

議題(1)講習会について  
(2)その他

**\* 超高速現象解析システム**

第1回超高速現象解析システムセンター員会議

平成11年 4月28日(水)

議題(1)運営方針について  
(2)使用料金について  
(3)講習会について  
(4)その他

**\* 時間分解蛍光光度計**

第1回時間分解蛍光光度計センター員会議

平成11年 4月21日(水)

議題(1)運営方針について  
(2)使用料金について  
(3)講習会について  
(4)その他

**\* 走査型プローブ顕微鏡**

第1回走査型プローブ顕微鏡センター員会議

平成11年 4月16日(金)

議題(1)運営方針について  
(2)使用料金について  
(3)講習会について  
(4)その他

**\* 誘導結合プラズマ発光分析装置**

第1回誘導結合プラズマ発光分析装置センター員会議

平成11年 5月12日(水)

議題(1)講習会について  
(2)その他

**3. ユーザーズミーティング**

フーリエ変換核磁気共鳴装置ユーザーズミーティング

平成11年 5月 6日(木)

内容(1)管理体制の確認  
(2)一般注意事項  
(3)トラブル対応策  
(4)質疑応答(技術情報交換を含む)  
(5)その他

**4. 第3回国立大学機器・分析センター会議**

平成11年 9月17日(金)

場所:筑波大学会館、当番校:筑波大学

議題(1)機器の相互利用について  
(2)ネットワークの有効利用について  
(3)幹事校について  
(4)次回当番校について  
(5)その他

センター長石原秀晴出席

**5. 岐阜大学開学50周年記念事業**

岐阜大学柳戸地区附属施設・研究室見学ツアー

平成11年 6月 6日(日)

機器分析センター紹介  
機器紹介のためのパネル作成

**6. 第1回岐阜大学高度技術研修**

地域共同研究センター主催

機器分析センター共催

平成11年11月 2, 4~5日(火、木、金)

「原子・分子レベルの世界とその測定

- その理論と実際 -」

**7. 産学交流会**

地域共同研究センター主催

平成12年 1月26日(水)

機器分析センター紹介

**8. 高圧ガス製造施設等に係る保安検査及び検査説明会**

平成12年 3月14日(火)

専任教官沓水祥一出席

## 9. アンケート実施

第1回 平成11年 6月

第2回 平成12年 2月

結果については本号P3～10に掲載

## 10. 各種講習会(平成11年 5～6月,別表)

\* 超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置

(FT-NMR)

固体測定補助装置 バリアン UNITY

INOVA400(400MHz)

平成11年 6月21～22日(月、火)

## 11. 新機種説明会

\* 走査型プローブ顕微鏡システム

セイコー SPI3800

平成11年 5月14日(金)

\* 時間分解蛍光光度計

堀場製作所 NAES-700D

平成11年 5月18日(火)

\* 銅蒸気レザ照明装置

(株)ナック LS20-30

平成11年 6月 1日(火)

## 12. 機器分析センター機関誌の原稿作成等

機器分析センター年報 第3号

ホームページ改訂(<http://www.gifu-u.ac.jp>)

## 13. 予算要求事項

平成13年度

概算要求 1) 特別設備

高感度・高分解能質量分析システム

営繕関係 2) 施設整備費

機器分析センターの建物新築

# 別表

## 平成11年度 講習会受講者数

機械名	教育学部				医学部				工学部				農学部				合計	講師
	教官・技官	大学院生	4年生	計	教官・技官	大学院生	4年生	計	教官・技官	大学院生	4年生	計	教官・技官	大学院生	4年生	計		
核磁気共鳴装置 (5/6・9/5)	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	希望講習者の 担当教官
200MHz	0	1	5	6	0	0	0	0	5	11	19	35	0	2	27	29	70	
400MHz 溶液	0	2	4	6	0	0	0	0	4	11	0	15	0	9	1	10	31	
400MHz 固体	1	0	/	1	0	0	/	0	6	14	/	20	0	3	/	3	24	
500MHz	0	0	/	0	0	0	/	0	3	6	/	9	1	6	/	7	16	
計	1	3	9	13	0	0	0	0	18	42	19	79	1	20	28	49	141	
質量分析装置 (6/14・17)																		松居正樹(工) 山内 亮(農)
GCMS-QP1000	0	1	0	1	0	0	/	0	2	17	/	19	0	12	/	12	32	
GCMS-9020DF	0	0	0	0	0	0	/	0	0	3	/	3	0	2	/	2	5	
計	0	1	0	1	0	0	/	0	2	20	/	22	0	14	/	14	37	
電子顕微鏡 (5/11)																		大矢 豊(工) 杉浦 隆( ) 山本欣郎(農)
TEM・SEM・EDX	0	3	0	3	1	2	/	3	3	37	/	40	3	14	/	17	63	
計	0	3	0	3	1	2	/	3	3	37	/	40	3	14	/	17	63	
複合型表面分析装置(5/24~28)																		紘村知之(工) 伊藤貴司( ) 櫻田 修( ) 吉田 司( )
ESCA	0	2	0	2	0	0	/	0	1	32	/	33	0	2	/	2	35	
SIMS	0	0	0	0	0	0	/	0	1	22	/	23	0	0	/	0	21	
計	0	2	0	2	0	0	/	0	2	54	/	56	0	2	/	2	60	
生体分子高次構造解析システム (6/7)																		杉原利治(教) 下山田真(農)
CD	0	0	0	0	0	0	/	0	1	5	/	6	1	4	/	5	11	
SF	0	0	0	0	0	0	/	0	0	3	/	3	1	4	/	5	8	
計	0	0	0	0	0	0	/	0	1	8	/	9	2	8	/	10	19	
超高速度現象解析システム (6/17)																		高橋周平(工)
UHC・HV・II・TC	0	0	0	0	0	0	0	0	2	9	3	14	6	2	3	11	25	
計	0	0	0	0	0	0	0	0	2	9	3	14	6	2	3	11	25	
時間分解蛍光光度計 (6/9)																		山家光男(工) 亀山啓一( )
NAES	0	0	0	0	0	0	0	0	7	44	13	64	5	0	0	5	69	
計	0	0	0	0	0	0	0	0	7	44	13	64	5	0	0	5	69	
原子間力顕微鏡 (6/11)																		大矢 豊(工) 武野明義( ) 石黒 亮( )
AFM	0	0	0	0	1	0	0	1	7	65	15	87	5	8	0	13	101	
計	0	0	0	0	1	0	0	1	7	65	15	87	5	8	0	13	101	
誘導結合プラズマ発光分析装置 (6/22)																		櫻田 修(工)
ICP	0	0	0	0	0	0	0	0	3	25	9	37	1	10	4	15	52	
計	0	0	0	0	0	0	0	0	3	25	9	37	1	10	4	15	52	
合計	1	9	9	19	2	2	0	4	45	304	59	408	23	78	35	136	567	

## 編集後記

平成 9 年度 4 月に省令化されて以来、皆様の暖かいご支援に支えられて、3 年が経ちました。昨年 6 月に春日美由紀さんが退職され、7 月に汲田江梨が新たにセンタースタッフとして加わりました。相変わらず人手不足ではありますが、少しでも皆様の要望に応えられるように努力していきたいと思っております。今後ともよろしく願いいたします。

この年報はセンターの活動記録を皆様方にお知らせするとともに、まだご利用の経験のない方にもセンターにどのような機器があるのか、それを利用して何ができるか、また実際の利用手順はどのようなのかについても情報が得られるようにと発行しております。掲載記事や内容についてご質問、ご意見などがありましたら、どしどしセンターまで（電話（内線 2035）もしくは e-mail（kutsu@apchem.gifu-u.ac.jp または murasey@cc.gifu-u.ac.jp）にて）お寄せ下さい。お待ちしております。なお、本号の発行にあたりましては、表紙のデザインを工学部応用精密化学科杉浦隆先生に、資料提供を工学部機械システム工学科高橋周平先生にお願いしました。お礼申し上げます。また、X 線マイクロアナライザーのデータ処理部の更新につきましては、本部庶務部（平成 12 年度より総務部に改組）高木吉郎課長をはじめとする研究協力課の皆様にご尽力いただきました。更新された内容については、本誌に工学部応用精密化学科大矢豊先生の紹介が掲載されています。このほかにも多くの方々のご協力を仰ぎました。いちいちお名前を上げることは省略させていただきますが、お礼申し上げます。

大学を取り巻く環境は、昨年にかに浮上した独法化問題でさらに厳しくなることが予想されます。アンケートの結果報告のところでも述べましたように、高額の、しかしながら特殊な用途にしか用いられない測定機器を用いた研究であっても重要な研究があることは、センターとしても十分に認識しているつもりです。しかしながら、最早、**全学共同で大型汎用分析機器を導入する**という当センターの理念は社会情勢としては大学として当然やるべきことのように思われます。また、センター側の努力としては、学内の声をできる限りセンターの運営に活かすべく、昨年度は 2 度にわたってアンケートを実施しました。今後とも、直にでも結構ですから運営に対する批判・要望何でもどしどしセンターにお寄せ下さい。

---

岐阜大学機器分析センター年報 第 3 号

平成 12 年 4 月発行

岐阜大学機器分析センター

発行者 石原 秀晴（センター長）

編集者 沓水 祥一、村瀬 由美子、汲田 江梨

〒501-1193 岐阜県岐阜市柳戸 1-1

TEL 058-293-2035 FAX 058-293-2036

---

センターの内線番号案内

職員事務室（村瀬・汲田）	2035 (FAX 2036)
機器分析室 1	
MS, CD & SF, ESCA, ICP, FTIR	2035
電顕室	6571
機器分析室 2	
AFM, 電顕関連小型機器	2035
機器分析室 3	
FT-NMR(200 MHz)	6572
機器分析室 4	
FT-NMR(400 MHz・500 MHz)	6570
機器分析室 5	
UV-Vis, 超高速度現象解析システム	6573
画像処理システム, 蒸着装置	〃
電顕関連小型機器	〃
センター長室（石原）	2037
教官研究室（沓水）	2038
教官実験室	2035