機器分析分野

目 次

生命科学総合実験センター・機器分析分野発足

(機器分析分野長) 纐纈 守

着任の挨拶

(機器分析分野専任教官)安藤 弘宗

- 1. 機器分析分野の目的
- 2. 沿革
- 3. 管理運営組織図
- 4. 機器分析分野協力員名簿
- 5. 設置機器等一覧および機器の説明,機器配置図
 - (1) 電子顕微鏡 (TEM, SEM, EDX)
 - (2) 円二色性分散計(CD)
 - (3) ストップトフロー分光計 (SF)
 - (4) 複合型表面分析装置(ESCA)
 - (5) 質量分析装置 (MS)
 - (6) 超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置(NMR)
 - (7) 電子スピン共鳴装置(ESR)
 - (8) 誘導プラズマ発光分析装置 (ICP-AES)
 - (9) 走査型プローブ顕微鏡システム
 - (10) 超高速度現象解析システム 高速度撮影カメラ・ビデオシステム 時間分解蛍光分光光度計(NAES)
 - (11) 画像処理システム
 - (12) 分光光度計 (UV-VIS&IR)
 - (13) 有機微量元素分析装置
 - (14) 顕微レーザーラマン分光システム
 - (15) コールドコンバーター(液体窒素供給装置)
- 6. 新機種紹介 質量分析装置
 - ― 液体クロマトグラフィ
 - 低真空走查型電子顕微鏡

- ― 赤外分光反応解析システム
- ― 熱分析システム
- PIV システム
- 7. 機器分析分野利用の手順

別表 1 液体窒素取扱講習会資料

8. 計測機器の利用に関する申合せ

別表 1 利用者資格

別表 2 利用料金

別表 3 機器分析分野利用申請書

- 9. 機器の利用状況
- 10. 利用者研究論文一覧(2002年)
- 11. 平成 1 5 年度活動状況報告

別表 平成15年度 講習者受講者数

生命科学総合実験センター・機器分析分野発足

機器分析分野長 纐纈 守

生命科学総合実験センター・機器分析分野は、平成15年4月1日発足いたしました。これまでの経緯を振り返りますと昭和55年学内共同岐阜大学情報・計測センターを設置、昭和58年岐阜大学計測センター、平成9年岐阜大学機器分析センターそして現在に至ります。当機器分析分野は、23年余りの長い歴史を有する学内共同研究実験施設として多くの諸先生・諸先輩の惜しみない献身的努力によって発展し、多くの利用者・受益者の研究の推進に貢献してまいりました。

現代のすさまじい科学の発展は、我々人類にとって多くの恩恵をもたらしました。生命科学・化学・生化学・物理化学など様々な分野の研究成果として、医薬品・殺虫剤・プラスティック・石油製品・携帯電話・コンピューターなどさまざまな新しい概念の製品が生み出され飛躍的な生活の向上を果たしてきました。これらは、すべて分子レベルでの研究成果の結集であるといっても過言ではありません。すなわち、生命現象においてもコンピューターの中においても有機化学の世界においてもすべて分子がそれらの恩恵をもたらすために重要な働きをし、分子のやり取りによって我々に恩恵を与えてくれているわけです。

これらの分子のやり取りや構造を客観的に判断する手段として核磁気共鳴装置(NMR)をはじめとした各種分析機器が重要な役割を果たし、それらが客観的データを提供し証明してくれます。当機器分析分野は、大学内外の研究者の成果を飛躍的に発展し、岐阜大学から世界に発信できるよう最新の設備と最高の研究環境を整えることを目的として日々努力しております。当機器分析分野の運営および機器に関するご要望・ご意見等ございましたらなんなりと機器分析分野職員にお気軽に声をかけてください。利用者の利便性の向上と最高の研究環境の整備に努めたいと考えております。

今後ともよろしくお願い申し上げます。

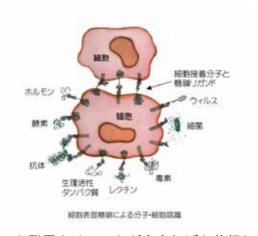
着任の挨拶

生命科学総合実験センター機器分析分野 助手 安藤弘宗

私は、昨年10月1日に生命科学総合実験センター機器分析分野の助手として着任いた しました。宜しくお願い申し上げます。まずは、紙面をお借りして私の研究内容を簡単に 紹介させていただきたいと思います。

私は、大学院時代より「糖鎖の化学合成」を大きな主題として研究してきました。糖鎖は、我々の体を構成する個々の細胞表面に存在して、いろいろな機能を発現している生体分子です。とくに、細胞レベルでの自己と非自己の識別、細胞間の相互作用などの現象に重要な機能を持ちます。例えば、免疫細胞が外来の微生物を認識し排除する現象や、癌細胞が血流に乗って他の組織へ転移する現象、ウィルスが宿主細胞に感染する現象では、糖鎖を介した認識が必須であります。いわば、細胞社会において糖鎖には「インターフェイス」機能が担われているといえる訳です。この考えをもう少し拡張するならば、糖鎖をモチーフとした免疫増強剤、免疫抑制剤、癌転移抑制剤、ウィルス感染防止剤の開発の可能性を見出すことが出来ます。私はこの糖鎖の持つ計り知れない潜在能力に量惑(?)され、糖鎖が関与する生命現象を分子レベルで解明するために、自然には非常に微量にしかない糖鎖を化学的に迅速かつ大量に合成する優れた方法の開発を目指しております。現在の興

味は、「神経を伸ばす糖鎖」にあり、未だかつて 化学合成が達成されていない糖鎖である「オリ ゴシアル酸」を合成標的糖鎖として、その迅速 大量合成法を模索しているところです。もし、 その合成に成功を収めることが出来れば、アル ツハイマー病に代表される神経疾患に対する新 しい切り口の新薬開発の端緒が開けるのではな いかと考えています。また、幸いにも、この機 器分析分野には最新の分析機器が配備されてい るので、将来的には独自の合成法と核磁気共鳴



装置や質量分析装置を接続して、糖鎖自動合成法へと発展させることが出来ればと夢想し ています。

着任前までは、学内の一利用者としてセンターのサービスを享受する側の人間でありましたので、正直なところ自分の研究に関係する機器以外への関心は余りなかったといえますが、これからは、学内の研究活動はもとより社会貢献を視野に入れたサービスを提供する側の人間としての自覚を持って、職員、協力員の先生方のご指導とご協力を頂きながら、機器分析分野のハード・ソフトの管理運営に軸足を置いた研究教育に専心したいと存じます。今後とも宜しくお願い申し上げます。

1.機器分析分野の目的

分野は、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。

超高速度現象解析システム(超高速度撮影装置ウルトラナック FS501、

高速度ビデオ装置コダック・エクタプロ HS-4540-2、堀場製作所・時間分解蛍光分光 光度計装置 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,工学部より)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・ピクトログラフィー 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 KevexELTA PC 接続キット FLAME を設置。

平成 12 年度 高分解能二重収束型質量分析装置(日本電子(株)製 GC Mate II GCMS system, 工学部より)及び有機微量元素分析装置(ヤナコ分析工業(株)製 C H N コーダーMT-6、酸素分析キット、オートサンプラーMTA-620)を設置。

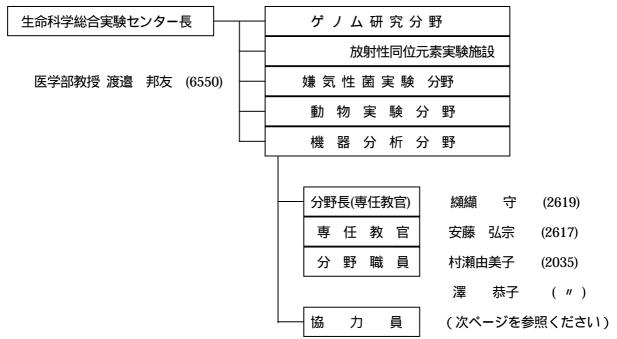
平成 13 年度 円二色性分散計 (日本分光工業株) J-820P)を設置

平成 14 年度 フーリエ変換核磁気共鳴装置 (日本電子 JNM ECA500)・電子スピン共鳴装置 (日本電子 JES FA100)を設置。 (共に連農大学院より)

走査型電子顕微鏡(日立 S-4300)及びフーリエ変換型顕微赤外分光光度計(日本分光 IRT-30-16)、顕微レーザーラマン分光システム(日本分光 NRA-1000)を設置。複合型表面分析装置(島津 ESCA-3400 工学部より)を設置。

平成15年度 センター統合により生命科学総合実験センター機器分析分野に改名。 質量分析装置(日本電子 JMS-700・AMSUN200)・走査型電子顕微鏡(日立 S-3000N)・ 熱分析システム(セイコー EXSTAR6000)・液体クロマトグラフ(Agilent1100 MS-52011LC)・プロープ・式フーリエ変換赤外分光光度計(米国 ASI Applied Systems 社 ReactIR 400F-GU)・接触型顕微鏡フーリエ変換赤外分光光度計(米国センサーテク/ロジース 社製 IlluminatIR)・PIV システム(<レーザー>かテル社製 TwinsUltra120・ <カメラ> オックスフォードレーザー社製 ES1.0-NI1422・<プロセッサ>日本レーザー社製 VPP-2D)を設置。機器分析分野全館の空調システムを節電型のものに更新。

3.管理運営組織図 ()内は内線番号



4.機器分析分野協力員名簿(機器別)

H 1 6 . 3 . 3 1 は機器取扱責任者

	T	10/1/2011-1/	(放貝IIT日
機器名	氏 名	電話番号	部局
電子顕微鏡 (TEM,SEM,EDX)	大矢 豊 杉浦 英弘 河合	2 5 8 9 2 5 9 0 2 6 8 2 2 9 0 5 2 8 5 3 2 9 5 7	工学部 " " 農学部 "
X線光電子分析装置 (ESCA, XPS)	・伊藤田田田田原 知貴 好信伸 と司修司浩志也	2 6 2 6 2 6 8 0 2 5 7 4 2 5 9 3 2 6 0 0 2 5 8 1 2 8 5 1	工学部 " " " " 農学部
質量分析装置 (GCmate , JMS-700, AMSUN200) 液体クロマトグラフ (Agilent1100-MS-52011LC)	松村吉野吉北竹上山河柳安居井松原田出内野内合瀬藤正利三大 幸豊義 真笑弘樹昭博輔敏夫英仁亮吾子宗	2 6 0 1 2 6 1 4 2 2 5 1 2 4 6 4 2 6 5 5 2 6 4 0 2 8 0 6 2 6 3 9 2 9 3 0 2 9 2 0 2 9 1 4 2 6 1 7	工学部 " 教育学部 工学部 " " 農学部 " 機器分析分野
超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置 (FT-NMR)	下利桑石窪満石重柳纐安山部田田田倉田松瀬纈藤田 好浩秀幹笑 弘真三夫勝浩一治二子守宗	2 9 2 4 2 2 5 3 6 2 4 0 2 6 1 3 2 6 0 0 2 6 4 9 2 9 1 8 2 9 2 2 2 9 1 4 2 6 1 9 2 6 1 7	農学部 教育学部 医学部 工学部 農学部 農学 農学 機器分析分野
電子スピン共鳴装置 (ESR)	山家 光男 桑田 一夫 近藤 明弘 沓水 祥一 河合 真吾 中野 浩平	3 0 5 2 6 2 4 0 2 6 9 3 2 5 7 3 2 9 2 0 2 8 9 7	工学部 医学部 工学部 " 農学部 "

ま送仕合プニブラ及业ハ+C壮里			
誘導結合プラズマ発光分析装置	櫻田 修	2574	工学部
(ICP-AES)	伴 隆幸	2 5 8 4	
	義家	2588	"
	小山 博之	2 9 1 1	農学部
	八代田真人	2867	"
(SPM)	杉浦 隆	2590	工学部
(SFW)	近藤明弘	2693	工学部
	大矢豊	2589	
	武野の明義	2629	"
	石黒 亮	2607	"
(NAES)	山家 光男	3 0 5 2	工学部
(NALS)	亀山 啓一	2608	"
	-5-4 H		
超高速度現象解析システム			
(UHC·HV·II·PG·CVL·TC)	高橋 周平	2 5 3 9	工学部
	今尾 茂樹	2 5 2 1	"
画像処理システム		2957	農学部
	杉浦隆	2590	工学部
小型機器	沓水 祥一	2 5 7 3	工学部
(UV-Vis・FT-IR・顕微 FT-IR・CD・SF)	佐藤 節子	2 2 5 4	教育学部
	惠良 聖一	6239	医学部
	村山 幸一	8050	"
	石黒 亮	2607	工学部
	下山田 真	2924	農学部
(CHNO)	吉松 三博	2 2 5 1	教育学部
(cinvo)	船曳 一正	2599	工学部
	纐纈 守	2619	"
	細谷 孝充	2637	"
	上野義仁	2639	"
	T=1 4%	2033	
顕微レーザーラマン分光システム	吉田 敏	2655	工学部
	武野明義	2629	
	神原 信志	2 5 8 1	"
熱分析システム	沓水 祥一	2573	工学部
(DSC · TMA · TG-DTA)	武野 明義	2629	<u> </u>
	重松 幹二	2922	農学部
	坐1'A 针—	2322	辰子印
コールドコンバーター	纐纈 守	2619	機器分析分野
	重松 幹二	2922	農学部
	±14	2 3 2 2	네구퍼 네
計測情報システム			
	杉浦 隆	2 5 9 0	工学部

5.設置機器等一覧および機器の説明

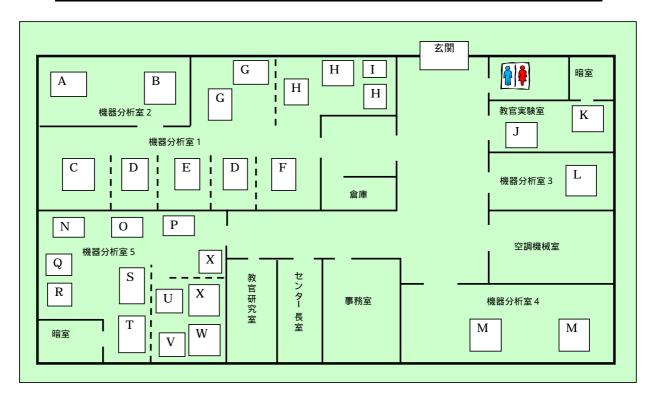
H16.3 現在

		H16.3 現在
品 名	納入年度	規格
1. 透過型電子顕微鏡(TEM)SEM,EDX 付	H 5年度	日立 H-8100, KEVEX Analyst 8000
ガラスナイフ作製器 " 超ミクロトーム 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	S 5 9年度 H 9年度 " S 5 9年度 S 6 0年度 H 9年度 S 6 0年度	三慶科学メッサーC ライカ ガラスナイフメーカー EM KMR ライカ ULTRACUT-UCT 日立 HUS-5GB 日立 HFZ-1 ニコン SMZ 日立 HCP-2
イオンスパッタ デュアルイオンミリング装置 ディンプルグラインダー	H 8年度 H 5年度 "	日立 E-102, E-201 ガタン 600 N型 ガタン 656 N型
走査型電子顕微鏡(FE-SEM)EDX 付 走査型電子顕微鏡(N-SEM)	H 1 4年度 H 1 5年度	日立 S-4300,堀場 EMAX EX-220 日立 S-3000N
2 . 円二色性分散計 (CD) ストップトフロー分光光度計 (SF)	H 1 3年度 S 6 1年度	日本分光 J-820P 大塚電子 RA-401
3 . X 線光電子分析装置 (ESCA, XPS)	H 1 4年度(工)	島津 ESCA-3400(H12年9月25日購入)
4.質量分析装置(MS) " "	H 1 3年度(工) H 1 5年度 "	日本電子 GCmate (H13年2月28日購入) 日本電子 JMS-700 日本電子 AMSUN200(K9)
5.液体クロマトグラフ 少量容器凍結乾燥装置	平成 1 5 年度 "	Agilent1100 MS-52011LC Eyela FD-1000
6 . 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・400MHz 固体測定補助装置 500MHz	H 7年度 " H 1 4年度(連農)	バリアン UNITY INOVA500 (500MHz) バリアン UNITY INOVA400 (400MHz) 日本電子 JNM ECA500 (500MHz) (H14年9月18日購入)
7.電子スピン共鳴装置(ESR)	H 1 4年度(連農)	日本電子 JES FA100 (H14年9月18日購入)
8.誘導結合プラス゚マ発光分析装置(ICP-AES) "	H 7年度 H 1 5年度 (農)	日本電子 リーマン PS-1000UV 日立 P-4010 (H14 年 4 月 1 日購入)
9.走査型プローブ顕微鏡システム(SPM)	H 1 2年度(工)	セイコー SPI3800(H10年12月18日購入) 多機能型ユニット SPA400 環境制御ユニット SPA300V
10.時間分解蛍光分光光度計(NAES)	H 1 0 年度	堀場 NAES-700D , ナノ秒ランプ , 窒素 - 色素レーザ など

11.超高速度現象解析システム 内訳:超高速度撮影装置 光増幅光学装置 高速度ビデオ装置 パルスジェネレータ レーザー照明装置 熱画像解析装置 PIV システム	H 1 0 年度 " " " " H 1 5 年度 "	NAC FS501 NAC ILS NAC HS-4540-2 NAC DG-535 NAC IS20-30 ニコン LAIRD 3ASH かテル社製 TwinsUltra120 (レーザー) オックスフォード・レーザー・社製 ES1.0-NI1422 (カメラ) 日本レーザー・社製 VPP-2D (プロセッサ)
12.画像処理システム	H 1 0 年度	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
13. 紫外可視分光光度計(UV-Vis)	H 9年度	日立 U4000S 型
14.フーリエ変換型赤外分光光度計(FT-IR) 透過型分光計 顕微・反射型分光計 プロブ式分光計 顕微・接触型分光計	H 4年度 (農) H 1 4年度 H 1 5年度 "	パーキンエルマー システム 2000 (H15年3月10日購入) 日本分光 460Plus 米国 ASI Applied Systems 社 ReactIR 400F-GU 米国 SensIR Technologies 社 IIIuminatIR
15.有機微量元素分析装置(CHNO) オートサンプラー	H 1 2年度 "	MT-6 MTA-620
16.顕微レーザーラマン分光システム	H 1 4年度	日本分光 NRS-1000
17.熱分析システム(DSC, TMA, TG/DTA)	H 1 5年度	セイコー EXSTAR6000
18.その他 超音波洗浄器 直示天秤	H 7年度 "	BRANSONIC 220 メトラー AG245
19.コールドコンバーター(液化窒素貯槽)	S 5 9年度	1,400L

機器配置図

機器名	メーカー·型番	場 所
電子スピン共鳴装置(ESR)	日本電子 JES-FA100	Α
走査型プローブ顕微鏡システム(SPM)	セイコー SPI3800	В
透過型電子顕微鏡(TEM)	日立 H-8100	С
X線マイクロアナライサー(EDX)	KEVEX Analyst 8000	C
走查型電子顕微鏡(SEM)	日立 S-4300	
エネルキー分散型X線分析装置	堀場 EX-220	D
走査型電子顕微鏡(SEM)	日立 S-3000N	_
イオンスパッタ		E
熱分析システム(DSC, TG/DTA, TMA)	セイコー EXSTAR6000	F
誘導結合プラスマ発光分析装置	日本電子リーマン PS-1000UV	G
(ICP-AES)	日立 P-4010	
質量分析装置(MS)	日本電子 JMS-700	
	日本電子 JMS-AMSUN200 (K-9)	Н
* # 4 p p # = p	日本電子 GCmate	
液体クロマトグラフ	アジレント MS-52011LC	I
有機微量元素分析装置(CHNO)	Yanako CHNコーダー MT-6 オートサンプラー MTA-620	J
顕微レーザーラマン分光システム	日本分光 NRS-1000	K
超伝導高分解能フーリエ変換	日本電子 JMN ECA-500	L
核磁気共鳴装置(FT-NMR)	パリアン UNITY INOVA500	М
	パリアン UNITY INOVA400	
円二色性分散計(CD)	日本分光 J-820P	N
フーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)	パ-キンエルマー 2000	0
顕微フーリエ変換赤外分光光度計(顕微IR)	日本分光 460Plus	Р
X線光電子分析装置(ESCA, XPS)	島津 ESCA-3400	Q
紫外可視分光光度計(UV-Vis)	日立 U-4000S	R
ストップトフロー分光光度計(SF)	大塚電子 RA-401	S
時間分解蛍光分光光度計(NAES)	堀場 NAES-700D	Т
画像処理システム	フジ ピクトロ4000	U
プローブ式分光計	ASI Applied Systems社 ReactIR 4100F-GU	V
顕微·接触型分光計	センサーテクノロジーズ社 Illuminat IR	V
PIV測定装置	日本レーザー Visi Vector	W
超高速度撮影装置	NAC · FS501, ILS, HS-4540-2	W
熱画像解析装置	ニコン LAIRD 3ASH	Χ



センターの内線番号案内

職員事務室(村瀬・澤)	2035 (FAX 2036)
機器分析室 1	
MS, ICP, 熱分析システム	2035
走査電子顕微鏡,蒸着装置,電顕関連小型機器	
電子顕微鏡	9571
機器分析室 2	
AFM,電顕関連小型機器,ESR	2035
機器分析室 3	
FT-NMR 日本電子(500 MHz)	9572
機器分析室 4	
FT-NMR バリアン(400 MHz・500 MHz)	9570
機器分析室 5	
CD, SF, ESCA, FT-IR, 顕微 FT-IR, UV-Vis,	9573
超高速度現象解析システム,画像処理システム,NAES	
プローブ式分光計,顕微·接触型分光計,PIV 測定装置	
熱画像解析装置	
教官実験室	
元素分析装置,顕微レーザーラマン分光システム	2035
分野長室(纐纈)	2037
教官研究室(安藤)	2038

1.電子顕微鏡

当分野には、1台の透過型電子顕微鏡および2台の走査型電子顕微鏡が設置されている。

)透過型電子顕微鏡 (TEM) 日立 H-8100 (機器分析室 1)



当分野に設置されている電子顕微鏡(日立製作所製、H-8100)は付属装置としてエネルギー分散型 X 線分析装置(Kevex、Analyst 8000)を装着しており、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になっており、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、内部の微細構造を観察することができる。分解能は、1.44 (格子像)から 2.1 (点観察像)である。加速電圧は75 kV から 200 kV までの 5 段階の選択ができるので、いろいろな種類の試料が使用可能である。透過型電子顕微鏡は電子を透過して観察する装置であるから、電子が透過するくらいの厚さまで試料を薄くすることが前処理として重要である。この前処理用の設備も備えている。また、試料の観察は蛍光板上に投影された像を見て行い、記録したい像は写真フィルムで撮影する。撮影した後は現像・定着等おこない、ネガフィルムを得る。これらの操作には若干の熟練を要する。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フラクチャーも可能である。切片作製のための超ミクロトーム(機器分析室

2)および真空蒸着装置(機器分析室1)も分野に設置してある。

TEM で可能な観察方法には、通常の明視野像、試料によって散乱された電子線のみを結像させる暗視野像、さらに電子線を絞って試料に走査して像を得る走査透過像(STEM)等がある。試料が結晶質であれば、結晶からのブラッグ反射を結像させると電子線回折像が得られ、これは結晶相の同定や結晶方位の決定などに用いられる。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で制御されている。

2) X 線分析(EDX) (機器分析室1)

試料に電子ビームを当てると、試料中の元素から特性 X 線が放出される。この X 線のエネルギーをシリコン検出器で分光し、スペクトルを得ることで含まれる元素の分析を行うことができる。 S(T)EM 像、TEM 像を観察しながら希望の部位に電子線を絞って照射し、その部位の点分析を行ったり、絞った電子線で試料を走査して面分析を行うことができる。得られたデータは Kevex DELTA 社製 PC 接続キット FLAME で定性、定量的に処理することができる。また、フィルム上に S(T)EM 像と、元素の分布を重ね合わせるなどいろいろな表現方法が可能である。

3) <u>ディンプルグラインダー (Gatan Model 656/3)</u> (機器分析室1)

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。試料表面をダイア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。

4)イオンミリング装置(Gatan DuoMill Model 600) (機器分析室1)

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。当分野に設置されている 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。

) 走查型電子顕微鏡 (SEM) 日立 S-4300, S-3000N (機器分析室 1)

当分野に設置してある走査型電子顕微鏡は、日立製作所製 S-4300 および S300-N である。S-4300 は、電界放出型電子銃(FEG)を備えた装置であり、高輝度・高分解能観察が可能で、EDX による元素分析も可能な機種である。S-3000N は、ESED や反射電子検出器を備えており、270Pa の低真空度での観察や無蒸着観察ができる機種である。



1) 電界放出型電子顕微鏡 S-4300

この電子顕微鏡は冷陰極電界放出型電子銃を備えた装置であり、加速電圧が $0.5 \sim 30 \mathrm{kV}$ の範囲で可変可能であり、倍率が $20 \sim 500,000$ 倍、分解能が $1.5 \mathrm{nm}$ ($15 \mathrm{kV}$) および $5.0 \mathrm{nm}$ ($1 \mathrm{kV}$) である。高輝度電子銃であり、低加速電圧例えば $1 \mathrm{kV}$ でも高分解像を得ることが可能である。また低加速電圧では、無蒸着観察できる試料もある。さらに装備されている EDX は炭素からの分析が可能なタイプであり、定性・定量分析はもちろん、画像をパソコンに取り込んで組成像との合成も可能である。この SEM はすべてパソコンで制御できるタイプであり、撮影した像もデジタル情報として得られる。操作上注意すべき点は、EDX の X 線取り込み窓が非常に薄く、微粒子でさえ容易に破損の原因となることであり、試料を本体に挿入する前にはエアーブローワーで微粒子を取り除くことを励行する。また、電子銃近傍は非常に高い真空度に保つ必要があり、試料も前もって十分脱気する必要がある。

2) 低真空電子顕微鏡 S-3000N

この電子顕微鏡は通常のタングステンへアピンフィラメントを備えた装置であり、加速電圧が 0.3~30kV の範囲で可変可能で、倍率が 5~300,000 倍、二次電子像分解能は 3.0nm(高真空モード、加速電圧 25kV)、反射電子像分解能は 4.0nm(低真空モード、加速電圧 25kV)である。この電子顕微鏡の特徴は、低真空 270Pa (約 2torr)で試料の観察が可能なことである。含水量が少ない試料では、そのまま試料室に入れて無蒸着での観察が可能である。この観察には "環境 SED, ESED"または反射電子線検出器を用いる。生体試料はもちろん、ポリマーや 通常の状態ではチャージアップが甚だしいものの観察を得意としている。また試料室も大きく、観察範囲は 2x6cm と広い。さらにパソコンによる自動化が進んでおり、初心者でも容易に鮮明な画像を得ることが可能である。また、この電子顕微鏡は高真空では普通のタングステンフィラメントの電子顕微鏡としても十分な能力がある。通常のタングステンフィラメントに必要な飽和点の検出やバイアスなどもすべて自動化されている、非常に使い勝手の良い

がも電子の加速電圧は 1kV 以下から 30kV まで広い範囲で使用可能であり、特に低加速電圧観察をすることで試料の微細な構造を明らかにすることができる。

1. Electron Microscope

There are two types of microscope in the Center, i.e., a transmission electron microscope (TEM) and two scanning electron microscopes (SEM).

Transmission Electron Microscopy (TEM) (Room 1)

The transmission electron microscope (TEM) allows the investigation of the internal microstructure of organic samples as well as the inorganic, provided that they are thin enough to transmit electrons. The microscope is equipped with an X-ray detector made of Si semiconductor and energy dispersive spectrometer. The set (energy disparsive X-ray spectrometer, EDX, type Analyst 8000, Kevex) enables us to analyze a chemical composition.

1) <u>Transmission Electron Microscopy (TEM)</u> (Hitachi, H-8100, Room 1)

We can observe ultra-thin-sections of biological specimens, ceramics, semiconductors, and metals using the TEM. The maximum resolution of the TEM was 0.144 nm (lattice image) and 0.021 nm (structure image) with magnification up to 1,000,000. Although an ordinal operation voltage of the TEM is 200 kV, lower voltages are also available. Since the sample have to be thin enough, there are various instruments to make the specimen thin. The observation is conducted by adjusting an image on the fluorescent viewing screen and by recording the image on a negative film. The film has to be developed, fixed, and sometimes printed. The whole operation needs some technical skills. The biological specimens are usually observed after being stained with various metal solutions. However, the H-8100 can observe a bright 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.

Bright field images, dark field images, which used the scattered electron beam for imaging, and the scanning-transmission images are available. When the specimen is crystalline, the Bragg reflection makes another type of image, an electron diffraction image, which can be used for determination of the crystal and an orientation of the crystal. The H-8100 has a computer-controlled lens that provides the best correlation of selected area image and diffraction pattern for all magnifications.

2) Energy Dispersive X-ray Analyzer (EDX) (Room 1)

An elemental microanalysis can be achieved by detecting a specific X-ray energy emitted from specimens on application of the electron beam. Point analyses can be carried out by viewing the S(T)EM or TEM image of the specimens and radiated the electron beam to the point of interest. Area scan mode is also available. The obtained data can be analyzed qualitatively and/or quantitatively with a Kevex DELTA software FLAME. Various kinds of expression for data imaging are possible with this system, for example, the STEM image can be recorded simultaneously with an elemental mapping.

3) <u>Dimple Grinder (GATAN Model 656/3)</u> (Room 1)

A dimple grinder is an instrument used for grinding circular dimple of spherical profile in the surface of materials such as ceramics and semiconductors. The fundamental application is to prepare the specimens for TEM observation. This technique is normally used for pretreatment of ion milling. The operator can carefully produce a specimen with the thickness less than 5 μ m. However, in most cases, a final thickness between 20 and 50 μ m is normally obtained.

4) Ion Milling (GATAN DuoMill Model 600) (Room 1)

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 contain all the facilities for independent ion-thinning of two specimens.

Scanning Electron Microscopy (SEM) (Room 1)

In the center, there are two SEMs, type S-4300 and S-3000N. The former has a field emission type cold gun. This type of the gun enables a bright and high-resolution image. The elemental analyzer, EDX, is also equipped. The latter type of the SEM is used for low-vacuum observation. The SEM can be operate as low vacuum as 270 Pa (about 2torr) by an "environmental secondary electron detector, ESED" and/or a back scattering electron detector. This SEM can observe an insulating material without any conductive coating.

1) Scanning Electron Microscopy (SEM) (Hitachi, S-4300, Room 1)

The surface of tissues, cells, bacteria, viruses, and non-biological materials can be observed. The resolution is 1.5 nm (accelerate voltage; 25 kV) and 5.0 nm (1 kV). The electron beam is emitted from a field emission cold gun and a clear image can be obtained even the accelerate voltage is low, such as 1 kV. Some insulating specimen can be observed without any conductive coating. The SEM is equipped with EDX analyzer. This EDX can detect the characteristic X-ray from the so light elements such as carbon. The qualitative and quantitative analysis, a color mapping image of any element, digital files of all images and spectrum are available. The EDX, however, has very thin and delicate X-ray window and any dusts of micrometer size have to be avoided, otherwise the hit of the small particle causes fatal damage for the EDX. The instrument is controllable via PC and this brings an easy operation as a PC-SEM. The specimen has to be de-gassed before an introduction into the chamber. For the sample preparation of insulating materials, a critical point drying apparatus (in Room 5) and a conductive coating apparatus (in Room 5) are available in the Center.

2) <u>Scanning Electron Microscopy (SEM)</u> (S-3000N, Room 1)

This type of SEM has an ordinal tungsten hairpin type filament and can operate with accelerate voltage ranged 0.3 to 30 kV. Resolutions of the SEM are 3.0 nm (high vacuum mode, 25kV) and 4.0 nm (low vacuum mode, 25 kV). An advantage of the SEM consists of an ability of low vacuum operation. The special type of the secondary electron detector, "Environmental SED", can detect the secondary electron

images even at low vacuum of 270 Pa (about 2 torr). Consequently, insulating samples and samples easily destroyed in vacuum are targets of the SEM. Further the specimen chamber is wide and the observation area is 4 x 6 cm size. When the SEM is operated under high vacuum, the SEM can be regarded as a high performance SEM with ordinal W filament. The SEM is a PC-SEM and easy operation is capable.

2.円二色性分散計(CD) (機器分析室5)



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 5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)は重要である。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。平成14年3月に当分野に日本分光 J-820円二色性分散計が更新設置された。

【主な仕様】

光 源 : 450 W Xe ランプ (水冷方式)

波長測定範囲 : 163~1100nm

波長精度 : 163~180 nm:±0.2nm; 180~250 nm:±0.1 nm;

 $250 \sim 500 \text{ nm} : \pm 0.3 \text{ nm}; 500 \sim 800 \text{nm} : \pm 0.8 \text{nm}; 800 \sim 1100 \text{nm} : \pm 2 \text{ nm}$

波長走査 : 1~ 10000 nm/min

CD スケール : ±10 mdeg; ±200mdeg; ±200 mdeg

入力チャンネル :内部入力チャンネル数:2;外部入力チャンネル数:2

データ処理: スペクトル表示、重ね書き、四則演算、差スペクトル、ベースライン

補正、微分、ピーク高さ・面積・半値幅算出、スムージング、拡大縮小、ピーク検出、データ変換(JCAMP-DX,テキスト形式)、印刷レイ

アウト機能 (JASCO Canvas)等。

その他 : CD と UV スペクトルの同時測定可能; ペルチェ式温度コントローラ装

備

2. Circular Dichroic Polarimeter (Room 5)

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 light-circularly polarized radiation with different intensities ($I_{\rm L}$ and $I_{\rm R}$), and such property is called optical circular dichroism (CD). The CD spectrum itself is a record of the difference in intensity ($I_{\rm L} - I_{\rm R}$) 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. A JASCO J-820 CD Polarimeter was installed in the center on March, 2002.

Specifications:

Light source : 450 W Xe arc lamp (water cooled)

Wavelength range : 163 ~ 1100nm

Wavelength accuracy : $163 \sim 180 \text{ nm} : \pm 0.2 \text{nm} : 180 \sim 250 \text{ nm} : \pm 0.1 \text{ nm} : 250 \sim 500 \text{ nm}$:

±0.3 nm; 500 ~ 800nm : ±0.8nm; 800 ~ 1100nm: ±2 nm

Scan speed : 1 ~ 10000 nm/min

CD full scale : $\pm 10 \text{ mdeg} / \pm 200 \text{ mdeg}$

Input channels : 2 internal plus 2 external signals can be acquired simultaneously

Data processing system : Display and overlay the spectra, data file arithmetic operations,

derivatives, peak detection and processing, smoothing, baseline correction,

data file conversion (JCAMP-DX,ASC format), printing layout etc.

Others : CD and UV spectra can be measured simultaneously;

3.ストップトフロー分光光度計 (機器分析室5)



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トフロー法や緩和法が用いられる。ストップトフロー法は、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で追跡し、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。この方法では、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もできる。

当分野には大塚電子製 RA-401 ストップトフロー分光光度計が設置されている。上述の生体分子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。

【仕 様】:

試料の形態 : 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 温度制御範囲 : -20 から約95 まで

3. Stopped-Flow Spectrophotometer (Room 5)

Chemical reactions in bio-systems are usually very fast. 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 center has an Otsuka Electronics RA-401 stopped-flow spectrophotometer. This system is useful for the above-mentioned 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.

Specifications:

Sample : 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 c.a. 95

4. 複合型表面分析装置

センターには島津製作所 ESCA-850 と同 ESCA-3400 の 2 台の表面分析装置があります。表面分析では、固体表面の最表面の数原子層についての化学組成分析が可能です。X 線光電子分光分析(XPS)は、ESCA とも言われていて、表面分析の中でも最もひろく使用されている分析法の一つです。超高真空中で Mg- $K\alpha$ あるいは Al- $K\alpha$ の軟 X 線を試料表面に照射した時に試料表面からでる光電子の結合エネルギーをエネルギー・アナライザーで測定します。光電子ピークの結合エネルギーと強度から、元素の同定、化学状態分析がわかります。オージェ電子分光分析(AES)も表面分析法の一つです。電子線を測定試料に照射した時にオージェ効果の結果発生する二次電子を上述のエネルギー・アナライザーで分析し、その運動エネルギーを測定します。XPS、AES の応用範囲は、高分子、触媒、半導体、電子材料といった様々な工業製品など多岐にわたり、必要不可欠な装置です。表面分析法で分析できる深さは 0.5-5 nm ほどであることから、走査電子顕微鏡に取り付けられたエネルギー分散型 X 線分析装置(SEM-EDX)やフーリエ変換赤外分光分析装置(FT-IR)と比べて試料の極表面だけの化学組成を分析するのに適しています。極表面の情報しか得ることができないので、XP イオンを照射によって表面をエッチングして測定することを繰り返す

ことによって、深さ方向で化学状態がどの様に変化するのかを追跡することも可能です。

1) 島津製作所 ESCA-850 (複合型表面分析装置) (機器分析室 5)

X 線源: Mg-Kα or Al-Kα

測定モード: XPS(ESCA), AES and SIMS (Secondary Ion Mass Spectroscopy)





2) 島津製作所 ESCA-3400 (X 線光電子分光分析装置) (機器分析室 5)

X 線源: Mg-*K*α

測定モード: XPS(ESCA)

ガス反応前処理室が利用可能です。



4. Multi-Technique Surface Analysis Instrument

The Center has two surface analysis instruments, Shimadzu ESCA-850 and Shimadzu ESCA-3400. The objective of a surface analysis is to determine the chemical composition of the outer few atomic layers of a solid surface. X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS), also known as Electron Spectroscopy for Chemical Analysis (ESCA), is one of the most widely used surface analysis techniques. The sample is irradiated with mono-energetic soft X-rays

(Mg- $K\alpha$ or Al- $K\alpha$) causing photoelectrons to be emitted from the sample surface in ultra high vacuum environment. An electron energy analyzer determines the binding energy of the photoelectrons. From the binding energy and intensity of a photoelectron peak, the elemental identity, chemical state, and quantity of an element are determined. The information XPS provides about surface layers or thin film structures is of value in many industrial applications as follows, polymer surface modification, catalysis, corrosion, adhesion, semiconductor and dielectric materials, electronics packaging, magnetic media, thin film coatings used in a number of industries and so on. Auger Electron Spectroscopy (AES) is also a surface analytical technique that uses a primary electron beam to probe the surface of a solid material. The electron energy analyzer analyzes secondary electrons that are emitted as a result of the Auger process and determines their kinetic energy. The identity and quantity of the elements are determined from the kinetic energy and intensity of the Auger peaks. The nature of the Auger process is such that Auger electrons can only escape from the outer 0.5 nm of a solid surface at their characteristic energy. This effect makes AES an extremely surface sensitive technique. Applications include materials characterization, failure analysis, thin film analysis, and particle identification for semiconductor and thin film head manufacturing.

The average analysis depth of these surface analysis techniques is approximately 0.5-5 nm, with the exact analysis depth dependent on the specific technique. As a result, surface analysis techniques provide unique information that cannot be obtained with instruments having a larger analysis depth, such as energy dispersive X-ray analysis (SEM-EDX) and fourier transform infrared analysis (FT-IR). To probe below the surface, surface analysis instruments are equipped with a sputter Ar ion gun to allow the controlled removal of material from the sample surface. This allows the thickness of surface layers to be measured and multi-layer thin film structures to be characterized.

1) Shimadzu ESCA-850 (Multi-Technique Surface Analysis Instrument) (Room 5)

X-ray sources: Mg- $K\alpha$ or Al- $K\alpha$

Measurement mode: XPS(ESCA), AES and SIMS (Secondary Ion Mass Spectroscopy)

2) Shimadzu ESCA-3400 (XPS) (Room 5)

X-ray sources: Mg-*K*α

Measurement mode: XPS(ESCA)

The ESCA-3400 is fitted with a preparation chamber for gas reaction.

5.質量分析装置 (MS) (機器分析室1)

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,その試料分子をイオン化させて生じるマスフラグメントを測定し、その開裂パターンの様相から,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,電気的に記録される。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ができる。

当分野には,3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いるので,微量かつ複雑な組成の混合物を定性・定量ができる。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)



【仕 様】:

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

感 度 : 1 ng のステアリン酸メチルの M + (298)を検出可能 (S/N 100)試料導入 : 直接導入 (DI) およびガスクロマトグラフ (GC) による導入

イオン源 :電子衝撃(EI)法および化学イオン化(CI)法

測定モード :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、マスクロマトグラムなど

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。

【仕 様】:

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

感 度 : 50 pg のステアリン酸メチルの M ⁺(298)を検出可能 (S/N 10)

試料導入: 直接導入およびガスクロマトグラフによる導入

イオン化法 : EI、CI、高速原子衝突(FAB) およびフィールドイオン化(FD) 法 測定モード : 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、マスクロマトグラムなど

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) GC Mate II GCMS システム (日本電子) 高分解能二重収束型 (機器分析室1)



全自動測定、特にルーチン分析の自動化を対象に設計・開発されたベンチトップタイプの GC MS システムである。分析系は小形でユニークな二重収束光学系を基本に、精密質量 測定と簡易操作を両立させている。さらに最新の OS (Windows)を採用して、すべてのオペレーションは、コンピュータコントロールされ、イオン源 / 分解能の設定からチューニング・測定・プリントアウトまで全自動で行える。

【仕 様】:

マスレンジ : M/z = 1 - 1000 (加速電圧 2.5kV); 1 - 2000 (加速電圧 1.25kV)
 分解能 : 500, 1000, 3000, 5000 (コンピュータコントロール 4 段切換)
 感 度 : 30 pg ステアリン酸メチルの M ⁺(298)を検出可能 (S/N 10)

試料導入 : EI,CI,正、負イオン検出、直接導入等

イオン化法 : EI、CI、高速原子衝突 (FAB) およびフィールドイオン化 (FD) 法 測定モード : 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、マスクロマトグラムなど

4) <u>データ処理装置 GCMS PAC-1100 (島津)</u> (機器分析室1)

一般的なデータ処理(記憶,表示,3次元表示,バックグランド消去,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)

5. Mass Spectrometer System (MS) (Room 1)

Mass Spectrometry (MS) is one of the fastest-growing areas in analytical instrumentation. 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, we can identify the molecule and determine the molecular weight and molecular structure of known or unknown compounds. The use of mass spectrometry in support of synthetic, organic, and pharmaceutical chemistry is well established.

The Center has three mass spectrometers and a MS data processing system. Each mass spectrometer is equipped with a gas chromatograph, and one can analyze a series of compounds in a mixed sample without the separation procedures. The main specifications of the mass spectrometers and the data processing system are as follows:

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

Specifications:

Mass range : m/z = 10-1000 Da Resolution : $M/\Delta M = 2000$; Sensitivity : 1 ng of methyl stearate M^+ (298) is detectable (S/N ratio 100).

Sample introduction: Direct injection (DI) and gas chromatograph (GC). Ionization methods: Electron ionization (EI) and chemical ionization (CI)

Measurement mode: 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.

Specifications:

Mass range : m/z = 1-6000 Da

Resolution : 25,000

Sensitivity : 50 pg of methyl stearate M^+ (298) is detectable (S/N ratio 10).

Sample introduction: Direct injection (DI) and gas chromatograph (GC).

Ionization methods: EI, CI, fast atom bombardment (FAB), and field desorption (FD) method

Measurement mode: Mass spectrum, mass fragmentgram, total ion chromatogram, mass

chromatogram, etc.

Others : Measurements of MIKES (daughter ion), metastable ion, negative ions, and

millimass are available

3) GC Mate II GC/MS System (JEOL), high resolution double focus type (Room 1)

The benchtop double-focusing mass spectrometer is connected with a gas chromatograph. GCmate offers high sensitivity, highly reproducible mass spectra and quantitation, as well as high resolution (up to 5,000 at 10% valley) and accurate mass measurement for determining elemental compositions. The system is fully controlled by a computer with easy-to-use window-based user interface.

Specifications:

Mass range : m/z = 1-1000 Da (accelerating voltage: 2.5 kV)

m/z = 1-2000 Da (accelerating voltage: 1.25 kV)

Resolution : 500,1000, 3000, 5000 (changed by computer)

Sensitivity : 30 pg of methyl stearate M^+ (298) is detectable (S/N ratio 10).

Sample introduction : Direct injection (DI) and gas chromatograph (GC).

Ionization methods: EI, CI, fast atom bombardment (FAB), and field desorption (FD) method

Measurement mode: Mass spectrum, mass fragmentgram, total ion chromatogram, mass

chromatogram, etc.

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

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)

6. 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いる。さらに、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、¹H、¹³C 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)。このこと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などの進歩により、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。

当分野には、次の3種のFT-NMRが設置されている。

1) バリアン UNITY INOVA 500 (500 MHz) (機器分析室4)

当分野の最高機種として、通常測定(1H,13C,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いろいろな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便に低温下での測定を行うことができる。

2) パリアン UNITY INOVA 400 (400 MHz) (機器分析室4)

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,¹H,¹³C,¹⁹F,³¹Pを連続して測定することができる。

3)日本電子 ECA 500 (500MHz)(機器分析室3)



当分野における最新のNMRである。オートチューニングのプローブを装備し、通常測定(1H, 13C, DEPT, COSY, HMQC, HMQB, 差 NOE など)のみならず、パルス磁場勾配法(PFG)を用いることにより、効率的な2次元の測定、各種多核の測定、温度可変測定も非常に簡便に測定できる。

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

Nuclear Magnetic Resonance (NMR) spectroscopy has become one of the most important tools for investigating the molecular structure and physicochemical properties of the matters in inorganic, organic and biological chemistry. The application of NMR in the medical field is also a current topic (e.g. tomogram by NMR).

NMR is a phenomenon which occurs when the nuclei of certain atoms, such as ¹H and ¹³C, are immersed in a static magnetic field and exposed to a second oscillating magnetic field. Some nuclei experience this phenomenon, and others do not, dependent upon whether they possess a property called spin. NMR spectroscopy uses radiofrequency radiation to induce transitions between different nuclear spin states of samples in a magnetic field. The utility of this method for structural characterization arises because different atoms in a molecule experience slightly different magnetic fields and therefore transitions at slightly different resonance frequencies in an NMR spectrum. Furthermore, splittings of the spectra lines arise due to interactions between different nuclei, which provides information about the proximity of different atoms in a molecule.

The Center has three FT-NMR spectrometers.

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

This spectrometer is a high-end model in the Center, and allows not only usual measurements (¹H, ¹³C, 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 available without liquid nitrogen.

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

This instrument is capable of measuring solid CP/MAS, and is employed auxiliary for INOVA 500.

A limited amount of sample can be measured by use of a 'nano-probe'. In addition, the auto-sampler system (for 9 samples at maximum) makes it possible to measure ¹H, ¹³C, ¹⁹F, and ³¹P continuously.

3) JEOL ECA-500 (500 MHz) (Room 3)

This spectrometer is a ratest NMR in this center and equipped with autotuning probe. Therefore, it allows to mesure not only usual measurements (¹H, ¹³C, multiple nuclei, DEPT, COSY, HMQC, HMBC etc.) but also all kinds of measurements such as 2D-measurements by use of Pulsed Field Gradients (PFG) technique.

7.電子スピン共鳴装置(ESR)(機器分析室2)



電子スピン共鳴(Electron Spin Resonance; ESR) 装置は,試料の形状(液体、気体、固体)に影響されることなく、非破壊で、選択的にフリ・ラジカルを測定できる唯一の手段である。ESRの測定対象は、不対電子(unpaired electron)であるため、不対電子を持つ物質はすべて測定可能である。鉄や銅などの金属イオンは、古くからそれらを含む錯体の構造解析が行われてきたが、これらの金属イオンを含むタンパク質も測定可能であり、酵素などの生体試料の構造機能解析に係る研究にも広く用いられるようになった。特に、これらの酵素の一部が生体内で作り出す活性酸素の研究も近年盛んに行われている。この分野で確立されたフリ・ラジカル測定の技術は、光触媒効果の評価、ソノケミストリー、ダイオキシン分解などの環境関連分野でも利用されるようになっている。また、忘れてはならないのが格子欠陥というタイプの不対電子で、半導体ウェハやガラスファイバーなどの性能に大きく寄与することから、半導体材料の開発にも応用されている。

今回当分野に導入した機種は、日本電子製 JES-FA100 シリーズのもので、フルコンピュータコントロール/Windows オペレーションの最新の ESR 装置である。従来の ESR 装置で、共振周波数を探し、フェーズとカップリングアイリスをマイクロ波のパワーを変えながら調整するのは、ある程度の慣れが必要でしたが、JES-FA100 では、ジャストカップリングのためのマイクロ波調

整は"AUTOTUNE "ボタンひとつで完了できる。また、Windows オペレーションの画面において、スペクトル取りこみ画面とデータ処理画面のシンプルに構成されている。取りこみ画面では、ESR 測定条件のほか、連続測定 - 自動保存、測定温度設定(温度可変ユニットはオプション)、積算 その他の取り込み条件を各ウィンドウから設定できるようになった。

JES-FA100の基本的な仕様は次のようになる。

- ・感度:7×109 spins/0.1mT (100kHz磁場変調にて最大出力200mW)
- 分解能:2.35µT以上 (100kHz磁場変調にて空洞共振器内4mmx43.5mm)
- ・磁場安定度

短期 $1 \times 10 - 6$ または 0.3μ T以上 長期 $5 \times 10 - 6$ または 1.5μ T以上

7. Electron Spin Resonance (ESR) (Room 2)

The Electron Spin Resonance (ESR) Spectrometer is an analysis instrument, utilizing the phenomenon of magnetic resonance of electrons, that measures compounds having unpaired electrons (free radicals). The instrument is used to obtain information about the amount, structure, electron state and relaxation times of the free radicals through the magnetic properties of unpaired electrons.

ESR spectrometers have been widely used in studies of biological organisms and semiconductors, and used to measure magnetic properties (such as paramagnetism, diamagnetism and ferromagnetism) in substances having free radicals. For example, in fields related to biological organisms, objectives of study include active oxygen species, nitrogen monoxide, nitrogen dioxide and trace metals contianed in enzymes and proteins. In material-related fields, objectives of study include lattice defects in optical fibers or amorphous silicon, solutions in conductive high polymers and peroxidized radicals in high-polymer molecules. The ESR spectrometer has characteristics of instruments for both analysis and assessment and is used a wide range of fields such as medical science, pharmacology, sciences and oceanic and environmental chemistry.

This spectrometer system is designed so that it can be used for a wide range of application mesurements corresponding to various study purposes, not only with the main system alone but also combined attachments.

8.誘導結合プラズマ発光分析装置 (ICP-AES) (機器分析室1)



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。

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ンドの影響を大幅に低減することができる。

観測される発光スペクトルの波長から試料中に存在する元素を特定ができ、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・定量分析が可能である。

ICP-AES Leeman Labs Inc. PS-1000UV

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) (Room 1)

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.

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 wavelength of the emission lines can be used to identify a element, and the intensity of the

emission line is proportional to the number of the atoms undergoing the corresponding transition. Thus, the

detection of emission intensities at a particular wavelength can be used to determine the concentration of

the analytes in solution. Over seventy elements, including some non-metal elements such as boron, carbon,

silicon, phosphorus, and sulfur, can be detected and analyzed by ICP-AES.

ICP-AES spectrometer (Leeman Labs, Inc., type PS-1000UV)

Specifications:

RF generator : Operating

Operating frequency: 40.68 MHz; operating power: 0.7-2 kW

Wavelength range:

178-808 nm

Dynamic range

1 ppb-1000 ppm

Options

Ultrasonic nebulizer, hydride vapor generation unit and autosampler,

microwave sample preparation system and water purification system

9. 走査型プローブ顕微鏡システム(SPM) (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。当分野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 $45~\text{mm} \times 45~\text{mm} \times 5~\text{mm}$ 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・STM,マイクロ粘弾性 AFM (VE-AFM) などの測定が可能であり,温度可変 (-140~~300~) および真空下で測定できる設備を備えている。

本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)

9. Scanning Probe Microscope System (SPM) (Room 2)

The SPM system detects the atomic force or the tunnel current between the sample surface and the

probe tip, and can result a topographic map when the tip is scanned across the sample surface. SPM can image surfaces with atomic-scale resolution, 0.2 nm in the surface and 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.

By replacement of the unit, it can have the measurement mode of Atomic Force Microscope (AFM), Scanning Tunneling Microscope (STM), Frictional Force Microscope (FFM), Electrochemical AFM, Viscoelastic AFM (VE-AFM) and so on. Measurement at the temperature from - 140 to 300 , under vacuum, or in liquid (of a volume of 1<mL) is also available.

The system consists of a probe station for a system control, a data processing system, and two measurement units (a multi function-type unit SPA400 and an environment control-type unit SPA300HV). Most of the measurements, such as AFM, can be performed with either of the two units. However, electrochemical AFM · STM measurements are available only with SPA400, and measurements at controlled temperature / or under vacuum conditions are possible only with SPA300HV. Both of the units are equipped with an optical microscope. With that, it is easy to settle a sample and adjust the instrumental conditions. The data processing system (DELL OptiPlex GXa, DOS/V type, Windows95) provides 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.

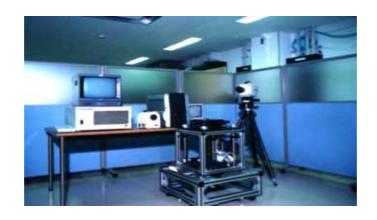
Measurement Modes

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.

10.超高速度現象解析システム

本システムでは、ナノ秒(ns)オーダーまでの自然界の様々な超高速度現象、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。大きく分けて高速度撮影カメラ・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。

) 高速度撮影カメラ・ビデオシステム



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)

 $2,000\sim20,000,000$ fps(frame per sec、したがって時間分解能は 0.5 ms ~50 ns)、 $8\sim24$ 枚の フレーミング撮影および 1 ns/mm $\sim3\,\mu$ s/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 μ s 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 μ s 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) <u>高速ビデオ装置: コダック・エクタプロ HS-4540-2</u> (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 μ s)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 μ s)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) 光增幅光学装置: 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 $20 \text{ ns} \sim 1.2 \text{ ms}$ 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 $20 \sim 30 \text{ ns}$ 、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 50 kHz 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専用ディ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はとても重いが)可搬型となっている。すなわち、測定を機器分析分野で行うのではなく、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、分野事務室でご確認下さい)。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。

) 時間分解蛍光分光光度計 (NAES) (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にみられる発光現象であり、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。当分野のシステムは、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。

10. 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.

I) High-Speed Camera and Video Systems

1) <u>Ultra-high-speed camera instrumentation: Ultranac standard set</u> (Room 5, carrying out is possible)

A photographing speed of 2,000-20,000,000 flame per sec with an exposure time of 10 ns-20 μ s and an interflame distance of 40 ns-320 μ 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) <u>High-speed video instrumentation: Kodak EktaPro HS-4540-2</u> (Room 5, carrying out is possible)

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, carrying out is possible)

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) <u>Ultra-highly bright laser strobe: Copper Vapor Laser illuminator LS</u>2-30 (Oxford Lasers Inc.) (Room 5, carrying out is possible*)

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.

* Caution: the laser is very heavy (about 250 kg) and very large (about 150 cm in length).

5) <u>Analytical system for thermal vision image: Nikon Thermal Vision Laird 3ASH</u> (Room 5, carrying out is possible)

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 μ 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.

II) Time-Resolved Photoluminescence Spectrophotometer (NAES) (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.

It is possible to measure the time-resolved spectrum in nano-second order. A Cryostat system (Oxford instruments, Optistat DN-VS cryostat and ITC502 temperature controller), which enables the measurements at the temperature range of 77-500 K, is also equipped.

11.画像処理システム (機器分析室5)



当分野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 Processing System (Room 5)

A Fujifilm Pictrography 4000 is a color digital printer with very high resolution. It is very useful for preparing color OHP sheets for the presentations with high resolution. The SEM photos can also be easily transferred into the computer via an EPSON GT-9000 image scanner. The images can be then decorated with an Adobe Photoshop software. A DOS/V Hewlett-Packard Vectra VE personal computer (OS: Windows 95) is used for the processing.

12.分光光度計 (紫外可視・赤外)

1)紫外可視分光光度計 (機器分析室5)



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内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、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。

当分野には日立4000U型自記分光光度計が設置されている。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できるように設計されている。

2) 赤外分光光度計 (機器分析室5)



物質による赤外線(約 5000~300 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。

当分野にはパーキンエルマー システム 2000 型が設置されている。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、高い波数確度、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、ペースト等についてもスペクトルを得ることができる。

3) フーリエ変換顕微赤外分光光度計 (機器分析室5)



ナノ材料科学の目覚しい進歩とともに,極微小領域における新しい表面分析技術はますます重要となっている。材料解析のための分光分析法として理想的なものは,材料の化学組成,その三次元的分布状態及び動的過程の三種の情報である。フーリエ変換顕微赤外分光法は、振動分光法が持つ高い分子識別能と空間分解能を合わせ持つ分析方法であり、材料の構造,分子間の相互作用,化学組成などの情報を得ることができる。

今回導入した日本分光(株)製 FT-IR-460 Plus/IRT-30-16 フーリエ変換型顕微赤外分光システムは、微小、微量サンプルだけでなく、従来マクロ分析されていたサンプルも顕微鏡を使用することによってさらに容易に測定できる。そのことによって測定の応用範囲を広げている。例えば、数十μm程度の微小・微量サンプル、あるいは不均一試料中の特定部位の非破壊測定が可能であるので,新素材,新しい微細デバイスの表面分析に威力を発揮できる。さらに、本システムは電場ATR(全反射)ユニットを備えることにより、微小反応場におけるリアルタイムでの計測が可能で、それにより導電性ポリマーの重合過程、タンパク質結晶の成長メカニズム及び微小電極上での電気化学反応などの動的な解析が可能になる。このシステムはコンピュータの CRT 上でサンプルの測定部位を確認できる CCD カメラシステムが内蔵され、マウス操作によりアパーチャの開口面積や角度を自由に制御できるなどの特徴を有しており、初心者でも容易に測定を行える。赤外顕微鏡ユニット IRT-30 は透過、反射の測定モードでの測定が可能で、特に透過性の低い金属や無機焼結体などの試料あるいは微量成分の検出に適している。また、試料ステージを 1 次元あ

るいは 2 次元的に駆動させ,多点のスペクトルを測定することによって,特定官能基の分布を捕らえることができる。

本システムの OS は、Windows2000 を採用しており、優れた操作性を示すとともに、測定及び解析用ソフトウェアも既にセンターに導入した他の機種との互換性があるので、ユーザーにとって違和感なく使用できると思われる。

12. Spectrophotometer (UV-Vis and IR)

1) UV-visible Spectrophotometer (Room 5)

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 π - π * 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.

This Center has a Hitachi 4000U UV-Vis spectrophotometer (in Room 5). Both transmission and reflection modes are available.

2) Infrared Spectrophotometer (Room 5)

Absorption of light in the infrared (IR) region (400-5000 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. FT method and a laser beam system provide more precise and more accurate for the 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.

3) Fourier-transform Infrared Micro-spectroscopy (Room 5)

In remarkable progress of the nano-scopic material science, a new surface analysis technology in a minute domain is becoming very important.

The ideal spectroscopic analysis method for materials would require three sorts of information about chemical composition of materials, its three dimensional-distribution state, and the dynamic process.

Fourier transform infrared microscopic analytical method shows the high discernment ability and the space resolution for molecules which are the characteristics of vibrational spectroscopy. This method would provide information for the structure of material, an interaction between molecules, and the chemical

compositions.

Fourier-transform infrared microscopic analytic system, FT-IR-460 Plus/IRT-30-16 (JASCO Inc.), has been introduced recently in our institution, and this system can be used to measure easily not only a very-small size and amount of samples but also the sample by which the macro analysis was carried out with conventional microscopy. Thus, it has extended the application range of measurement

For example, since non-destroying measurement of the specific small part in about dozens of micrometers or an uneven sample is possible, the power can be demonstrated to surface analysis of a new material and a new small device.

Furthermore, measurement on the real time in a minute reaction place is possible for this system by having an electric field ATR (attenuated total reflectance) unit, and, thereby, a dynamical analysis becomes possible for the polymerization process of conductive polymers, the growth mechanism of protein crystals, the electrochemical reaction on a minute electrode and so on.

The CCD camera system, by which we can check the measurement part of a sample on CRT of a computer, is built in, and this system has the feature that the opening area of aperture and an angle are freely controllable by mouse operation etc., so a beginner can also use easily. Measurement in a transmission and reflection mode is possible for infrared microscope unit IRT-30, and they are suitable for detection of samples, especially such as a low-light-transmission metal and an inorganic sintering object, or a very-small-quantity ingredient. Moreover, the distribution of a specific functional group can be measured with moving the sample stage one- or two-dimensionally and measuring the spectrum of many points.

Since the software for measurement and analysis is also compatible with other models already introduced into the center on the OS of Windows 2000, and thus a user can use this system without sense of incongruity.

13.有機微量元素分析装置 (教官実験室)



有機物は完全に燃焼分解すると, H_2O , CO_2 , N_2 ガスになる。元素分析装置 CHN コーダーは,試料を完全燃焼分解し, H_2O , CO_2 , N_2 ガスをそれぞれ熱伝導度検出器で定量し,試料の構成元素 $C\cdot H\cdot N$ 量を測定するものである。その分析結果によって,化合物の純度,組成などを求め,化合物の同定を行う。微量元素分析は化学,医学,薬学及び農学などの方面で広く利用されている。

当分野は平成 1 2 年度教育研究改革・改善経費にてヤナコ分析工業(株)製 CHN コーダーMT-6元素分析装置と酸素分析キットを導入した。装置の制御及びデータ処理はコンピュータにより容易に行われ,分析データは Word や Excel などへの貼り付けが可能である。

【仕様】

測定元素 : 炭素,水素,窒素,または酸素(酸素分析キット装備)

測定範囲 : 炭素:3~2600 μg; 水素: 0.5~400 μg; 窒素:1~1000μg; 酸素:50~1000μg

測定精度 : 絶対誤差 0.3%以内

試料量: 通常2 mg 前後 微量はかりにて秤量

分析能力 : 5~10 回 / 時, オートサンプラーにより 20 検体の連続分析が可能である

安定時間 : スイッチオンから約90分で分析可能

13. Elemental Analyzer (Instructor laboratory)

Determining the Carbon, Hydrogen, Nitrogen and Oxygen content of unknowns is one of the most basic and essential needs for any chemist. The analytical method of CHN Corder is based on the complete and instantaneous oxidation of the organic sample by "flash combustion" which converts all organic and inorganic substances into combustion products. The resulting combustion gases $(H_2O\ ,\ CO_2\ ,\ N_2)$ are then detected by a thermal conductivity detector which gives an output signal proportional to the concentration of the individual components of the mixture. Elemental analysis determines the amount (typically a weight percent) of an element in a compound, and therefore is particularly useful in determining the elemental composition, the purity and the empirical formula of the unknown compounds. This method is an essential

aspect of chemical characterization in natural products, materials science, organic and inorganic synthesis, pharmaceutical products, etc.

With the aid of the Expenses for Improvement of Education and Research in 2001, the center installed a Yanaco CHN CORDER MT-6 Elemental analyzer with an oxygen determination kit. The instrument controlling and the data processing are performed effortlessly on a Windows 98 platform. Analytical data can be easily handled with MS-WORD or Excel. The technical specifications of the Yanaco CHN CORDER MT-6 are as follows:

Specifications

Elements : C, H, N, S and/or O (with oxygen determination kit)

Measuring range : C: $3 \sim 2600 \mu g$; H: $0.5 \sim 400 \mu g$; N: $1 \sim 1000 \mu g$; O: $50 \sim 1000 \mu g$

Accuracy : < 0.3% absolute

Sample size : 2 mg (weighed with a Sartorius microbalance)

Analysis capacity : 5 ~ 10 times / hour; 20 samples can be continuously determined with an

autosampler.

Stable time : 90 min. after switching on.

14.顕微レーザーラマン分光システム(教官実験室)



レーザーラマン分光法は最も汎用性のある分光分析法の一つとして利用できる。この分光法では、照射されたレーザー光と物質との相互作用により散乱されるラマン光を測定することにより、化合物の分子種、原子団の種類、結合結晶構造、分子の配向特性などの情報が得られる。ラマン分光法は、赤外など他の分光法に比べて、サンプリングが容易、固体、液体、気体などを問わずに非破壊分析できる、または *in-situ* の分析ができるなどの特長を有する。そのため、半導体、ナノ材料、機能性有機高分子の構造解析に不可欠な手段となっている。特に最近、金属、半導体ナノ粒子の表面プラズモン現象を利用した表面増感ラマンでは、シングル DNA 分子の検出も可能と

なり、DNA,タンパク質などの生体分子の機能発現メカニズムに関する研究にも威力を発揮している。従って、レーザーラマン分光技術は、ナノ材料科学と遺伝子工学の双方に有用である。

今度当分野に導入したのは、日本分光(株)製 NRS-1000 シリーズ高感度・小型顕微ラマンシステムである。装置の特徴として以下の5つを挙げることができる。 励起レーザー波長は532 nm で、安定的に使用できるように空冷、100 V の電源を使用されている。 レーザー光に対する安全対策としてクラス I (JIS 規格)相当でインターロックシステムに対応している。 高感度冷却型 CCD 検出器が搭載されており、532 nm 励起でラマンシフト値は100~8000 cm-1の範囲で測定可能である。 試料室は、マイクロ (後方散乱)とマクロ(擬似後方散乱)の測定に両方対応でき、サンプルを設置したら、切替で両方の測定ができる。 内蔵 CCD とビデオキャプチャーにより試料の観察、レーザースポット、アパーチャ像を CRT モニタ上に表示することができ、共焦点光学系により最小1μmまでの試料を測定することができる。

本システムは、コンピュータは Windows OS で制御され、また、真空、高圧などを必要とせず、ミクロからマクロ分析まで対応できるなどの特徴がある。この装置によって、今日最も必要とされる有機機能性材料、医薬、生体試料、半導体、環境試料などの分析や構造解析に関わる教育・研究を一層支援することができる。

14. Laser Raman micro-spectroscopy (Instructor laboratory)

A Laser Raman spectroscopy can be used as a flexible spectroscopic-analysis method. By this spectroscopic method, information, such as a molecular species of a compound, a kind of atomic cluster, a binding-crystal structure and a orientation character of a molecule, is acquired by measuring the Raman scatters originated from the interaction of the laser light and the substance which is irradiated. Compared with other spectroscopic methods, such as infrared spectroscopy, the Raman spectroscopic method can carry out non-destructive analysis, with easy sampling for materials in solid, liquid, or gas forms, and moreover an *in-situ* analysis can be performed. Therefore, it is a means indispensable to the structural analysis of a semiconductor, nano material, and a functional organic polymers. Especially, by using surface enhancement of Raman scatters (surface plasmonic phenomenon) for a metal and semiconductor nano particle, the detection of a single DNA molecule is also attained, and it is proved recently to be powerful to the research on the functional expression mechanism of biomolecules, such as DNA and proteins. Therefore, the laser Raman technique is useful to both of nano material science and gene engineering.

Introduced into the center recently is a system of high sensitive micro-spectroscopy of Raman scatters (JASCO, NRS-1000 series). Following five points can be mentioned as a feature of the equipment. (1) Excitation laser wavelength is 532 nm and is having the power supply of air cooling at100 V used stably. (2) It is equivalent to Class I (JIS standard) safety for laser light and corresponds to the interlock system. (3) The high sensitive cooling CCD detection system is used, and a Raman shift value can be measured in 100~8000 cm-1 by 532 nm excitation. (4) In the sample chamber, it is used under modes of micro (back-dispersion) and macro (pseud-back- dispersion), and a sample is measured in both modes in a change. (5) Observation of a sample, laser spot, and an aperture image can be displayed on a CRT monitor with the built-in CCD and a video capture, and the sample with a minimum of 1 micrometer size can be measured by the confocal optical system.

A computer is controlled by Windows OS and this system does not need a vacuum, high

pressure, etc., and it has the feature responding to a micro and macro analysis. The education and research in connection with the analyses of organic functional materials, medical and pharmacological samples, biomaterials, semiconductors, environmental samples, etc. may be well supported with this equipment.

15.コールドコンパーター(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。分野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窒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。

15. Cold converter (Liquid nitrogen supplying system) (Outside)

The cold converter is a system that can store the liquefied gas (max. storage is 1 ton). It is possible for anyone in Gifu University to get the liquid nitrogen whenever he/she needs. Liquid nitrogen is a very convenient cooling medium (coolant) which can easily make a temperature as low as -196 . Therefore, it is used for the studies in the wide field of physics, chemistry, biochemistry, medical, and biological science. In addition, liquid nitrogen is also a convenient source for dry nitrogen gas. Large amount of high-pure nitrogen gas can be obtained easily with the cold converter.

6.新機種紹介

質量分析装置 JMS-700/GI

工学部機能材料工学科 松居 正樹

待望の質量分析装置が導入されました。この装置は、イオン化法が多様で多種類の化合物の質量を測定することができます。イオン光学系は磁場先行型逆配置二重収束と言われるもので、簡便な操作で精密質量(ミリマス)測定を行うことができます。同時に導入された四重極型の JMS-AMSUN 200/GI (K-9)や既に導入されている GCMate も含めて、測定の目的別に機種を選択することができ、効率的な測定が可能となりました。

測定に際しては、化合物に応じて試料導入方法、イオン化法、測定質量範囲を決定する必要があります。本装置では、それらを以下のように選択することができます。

· 試料導入方法

直接(DI-MS)

ガスクロマトグラフィー(GC-MS、パックトカラム、キャピラリーカラム) 液体クロマトグラフィー(LC-MS)

・ イオン化法

電子イオン化(EI)

化学イオン化(CI)

高速原子衝擊(FAB)

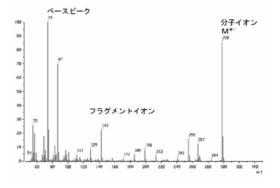
電子スプレーイオン化(ESI)

大気圧化学イオン化(APCI)

・ 測定質量範囲(正・負イオン)

m/z 2400 まで

・ その他



典型的な質量分析スペクトル(ステアリン酸メチル)

ライブラリには、NIST データベースを具備。

使用の際には、EI・CI 測定用サンプルポット、FAB 測定用マトリックス、ガスクロカラム、液クロカラムの準備等が必要。センターまたは協力員に相談して下さい。 K-9 では、ガスクロマトグラフィー(キャピラリーカラム)導入による EI と CI 測定、直接導入による EI 測定が可能。測定質量範囲は m/z 1000 まで。



JMS-700/GI 質量分析装置



AMSUN 200/GI (K-9) 質量分析装置

高速液体クロマトグラフィ (HPLC) 分取・分析システムおよび LC-MS 用インターフェイス (Agilent-1100 シリーズ)

工学部生命工学科 吉田 敏

2003 年度に共同利用機器としての HPLC システムが導入されました。この HPLC では、質量分析計に接続して流出物の連続質量分析が可能です (LC-MS)。

この HPLC は、検出器として、紫外可視光分光検出器 (190~600nm) 蛍光検出器 (280~900nm) 示差屈折率 検出器 (屈折率 1.00~1.75; 室温 + 5~55 以上の範囲で一定に設定可能)を備えています。これらの検出器を使いこなすことによって、ほとんどの有機物の高感度検出が可能になります。

HPLC 本体は、次のような部分から成り立っています。

- コントロールモジュール、制御 PC 及びソフト
- ミクロデガッサ(溶媒中のガスを取り除き泡が出ないようにする)
- バイナリーポンプ(高圧2液混合によってグラジエントを作り 0.001~5ml/minの流量を調節できる)
- カラム恒温槽(カラム温度を室温 10 ~80 以上の範囲で一定に保つ)
- フラクションコレクター(サンプルを分 取する)

さらに、別室に少量容器凍結乾燥システム も導入しましたので、HPLCで分取したサン プルを濃縮乾燥することが可能です。

HPLC で物質の分離を成功させるには、カラムの選択が重要です。

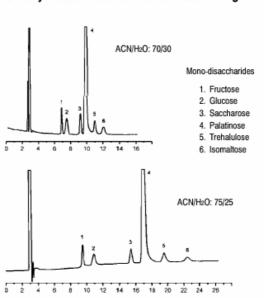
現在のHPLC においてはそのカラムでの分離 モードとしては次の4 種類が主に適用され、 分析用と分取用があります。

- (1) 順相クロマトグラフィー
- (2) 逆相クロマトグラフィー
- (3) サイズ排除クロマトグラフィー
- (4) イオンクロマトグラフィー

この中で、特に頻繁に使われるのは逆相クロマトグラフィーです。

Agilent1100 の構成

Carbohydrates: Effect of Mobile Phase Strength



Sample: Mono- and Disaccarides Column: ZORBAX NH2, 次有量

Mobile phase: ACN/Water, as Flow rate: 1.0 mL/min
Temperature: Ambient
Detection: BI

溶媒(移動相)組成を変えると溶出位置が変わることを示す

使用するカラムは各自用意してください。また廃液は各自持ち帰るようにして、実験終了後は流路などをメタノールで洗浄しておいてください。

赤外分光反応解析システム

工学部応用化学科 芝原信志

今回導入された赤外分光反応解析システムは、反応溶液にプローブを差込み、溶液の中で起こる様々な変化を赤外スペクトルとして連続的にモニターする、また晶出してきた固体成分を光学顕微鏡による形状観察とともに赤外スペクトル測定するシステムであり、これまでブラックボックス化されていた反応溶液中での分子の挙動の一端を赤外スペクトルにより理解することができます。このシステムは大きく2つの独立したフーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)、(1)プローブ式 FT-IR(米 ASI 社製 ReactIR 4000)、(2)接触式顕微 FT-IR(米 SensIR 社製 IlluminatIR)で構成されており、それぞれは独立して使用可能です。いずれの分光計も測定方法は試料にセンサーを接触させて測定する ATR(Attenuated Total Reflection:全反射吸収)法であり、従来のFT-IR のように分析のための前処理や特殊なステージは必要ありません。

・React IR4000 ユニット

React IR は棒状のプローブ(6mm)を溶液中に差込んで赤外吸収スペクトルを測定する装置であり、指定する時間単位(1秒~)で連続的に測定を続けることにより、分子の溶液中での動的な変化を定量的に可視化してくれます。例えば、化学反応中にのみ存在する反応中間体の同定や原料の消失速度、生成物の生成速度をピーク強度の変化から定量的に観察することができるため、化学反応機構、次数の解析に多いに役立ちます。プローブ部の材質は化学的に極めて安定なダイヤモンド結晶と耐腐食性のハステロイです。ダイヤモンドの赤外吸収帯 2200-1900cm⁻¹

付近の測定は原理的に制限されてしまいますが、温度範囲—80~120°C、圧力範囲 0~7 気圧、pH 範囲 1~14 と極めて幅広い範囲の条件で測定できます。測定は、Windows2000上で動作するオペレーティングソフトウェアにより簡単に行えます。測定後は、通常の赤外スペクトルに奥行として時間軸を追加した三次元のチャートが得られ、スペクトルの継時変化が視覚的に容易に理解できます。また、このソフトウェアは、種々のスペクトル解析も可能であり、例えばある波長のピークの増減についての継時変化を二次元のグラフに表すことも容易にできます。



・IIIuminatIR ユニット

Illuminat IR は顕微 FT-IR の一種であり、12~100μm の微小・微量サンプルや不均一試料中の特定部位の非破壊測定が可能です。この装置はオリンパス社製の一般的な光学顕微鏡に IR 測定

ユニットと CCD カメラを追加しただけであり、操作方法が理解しやすいのが特徴です。この装置も接触式のダイヤモンド ATR センサーで測定するため、赤外反射板などの特殊なステージは必要ありません(通常の反射測定モードもあります)。また、測定部はダイヤモンドを通して直接目視することができるため正確な位置情報が得られ、またその映像は CCD カメラによりデジタルデータとして保存もできます。WindowsXP 上で動作する簡単なオペレーティングソフトウェアで操作できますので、初心者でもすぐに使いこなすことができます。



いずれの機器も使用用途は限定されておらず、ユーザーのアイデア次第で様々な場面で活用できます。

低真空走查型電子顕微鏡 S-3000N

工学部機能材料工学科 大矢 豊

【はじめに】この度、新しい走査型電子顕微鏡(SEM)が導入されました。昨年まで1台のSEMをご利用いただいておりましたが利用希望者数が非常に多いため、休日はもちろん夜間にまで使うという状況になっていました。そこでこの様に需要が多いSEMについて、従来機種にない特徴を備えた低真空走査型電子顕微鏡・S-3000Nが導入されました。【特徴】このSEMは低真空での観察が可能なものです。従来のSEMでは試料室を高真



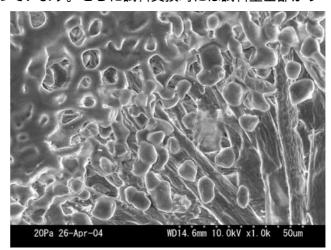
空にしてからの観察しかできませんでした。その結果、試料から水分等が蒸発して組織が壊される事も起きており、これを防止するために試料の固定や二酸化炭素による超臨界乾燥が不可欠となっていました。今回導入された SEM では試料室の真空度を 270Pa(2 torr) として試料を観察できます。含水量の多い試料は従来通りの方法が必要ですが、含水量のあまり多くない試料ではそのままの観察ができます。

また、低真空で観察するために特別な電子検出器を用いる構造になっており、この検出器を用いると絶縁体でも蒸着せずに観察することができます。粉末や多孔体など普通のSEMではチャージアップし易かった試料でも、無蒸着観察が可能になりました。この場合も試料室の真空度を 20-50Pa 程度にして観察することになります。もちろん、通常の二次電子検出器も備えていますので、1万倍以上の高分解観察も可能です。

これまでの SEM では、試料の大きさが直径 25mm までに制限されていましたが、新機種では観察範囲が 40x60 mm と広くなっています。さらに試料交換時には試料室全部がリ

ークされるので試料の出し入れが非常 に簡単になりました。試料台は M4 のネ ジでホルダーに固定しますので、 S-4300 の試料台もそのまま利用できま す。

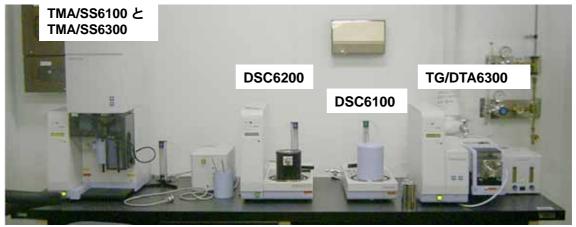
【撮影例】右の図は普通のコピー機でコピーした用紙を無蒸着で1000倍に拡大した写真です。左上にトナーが融けた部分が観察され、左下は紙の繊維がそのまま見えます。この他、プラスチック等も無蒸着の観察が可能です。



熱分析システム EXSTAR-6000 シリーズ

工学部応用化学科 沓水 祥一

【はじめに】熱分析は、温度変化にともなう物質・材料の構造変化を調べる方法です。このたび共同利用機器として、 熱の出入りを検出する示差走査熱量計(DSC) 重量変化を検出する熱重量・示差熱同時測定装置(TG/DTA) 硬さや熱膨張、歪みを測定する熱・応力・歪測定装置(熱機械分析装置;TMA)からなる熱分析システム EXSTAR-6000(IX アイアイ・ナノテクノロジー製)が導入されました(下の写真)。



【特徴】このシステムの測定対象は、有機物か無機物であるかを問わず、低分子化合物はもとより高分子材料や医薬品など、あらゆる分野の化合物・材料をカバーしています。の DSC 測定では、通常測定用の DSC6200 (温度範囲-150 ~ 725 , 感度 $1.6~\mu$ W)に加えて、生体分野におけるタンパク質溶液等の高感度測定用 DSC6100(温度範囲 -150 ~ 500 , 感度 $0.2~\mu$ W)も備えています。固体以外に液体も測定可能で、試料量は 5-10~mgで十分です。試料容器をクリンプしたりシールするのも簡単、ボタン操作だけで可能です(電動サンプルシーラ;下図)。残念ながら、試料を天秤で秤量する手間だけは残りますが、



そのあとは温度変化も含め(全自動ガス冷却ユニット搭載)全てコンピュータ制御可能です。 の熱重量・示差熱同時測定装置(TG/DTA6300)は、安定性に優れかつ高感度な水平差動方式を採用しており、測定範囲は室温から 1500 、 TG の感度は 0.2 μ g、通常の試料量は 10 mg 程度です。 の熱・応力・歪測定では、 $-150 \sim 600$ の温度範囲で測定可能な TMA/SS6100 と室温~ 1500 の温度範囲用の TMA/SS6300 を備えています。試料保持はカンチレバー方式で、最大試料形状は 10 × 25 mm、TMA 範囲は ± 5 mm です。

本システムは、化合物や材料のさまざまな熱現象の解明といった基礎研究の支援はもとより、新規開発材料の熱特性の評価、生産部門での品質管理まで、幅広い研究・開発を支援します。

PIV (Particle Image Velocimetry) システム 日本レーザー

工学部機械システム工学科 高橋 周平

岐阜大学生命科学総合実験センター機器分析分野の高速度撮影装置群に新たに PIV (Particle Image Velocimetry)システムが導入されました.この PIV システムは,短い任意の時間間隔をあけて2発のレーザーを発信することのできるダブルパルス YAG-Nd レーザーと高解像度クロスコリレーションカメラを組み合わせることにより,高速なガス流動の2次元速度場情報を瞬時に得ることができます.また,コンパクトな仕様になっており,各研究室へ直接持ち運んでの利用が可能です.レーザーをシート光にするための光学系がレーザーへッドに標準装備され,かつ撮影した粒子画像から速度場を算出するためのプロセッサも用意されていますので,特別な訓練もなく,すぐに研究に適用できるのが特徴です.

また,従来の銅蒸気レーザーと並んで,レーザー単独で高速度カメラ用光源として利用することもできます,具体的にどのような測定ができるかを見ていきましょう.

PIV について:

PIV は短い時間間隔をあけて追跡粒子にレーザーを打ち込み、その反射を撮影することで、瞬時に測定対象の速度場の 2 次元情報を得ることができる測定方法です、クロスコリレーションカメラは、通常のカメラでは撮影不可能な非常に短い時間間隔 (>2 μ sec) の 2 画像を撮影することが可能です.このため、ダブルパルスレーザー照射のもとで、測定対象に追跡粒子を混入して撮影すると、わずかにずれた 2 枚の像が得られ、これらの相互相関を計算することで、2 次元速度場情報を求めることができます.この速度場の情報を元に渦度分布、流線の様子を見ることも可能です.下の例は、乱流噴流火炎の燃料中にトレーサーを混入して、流れ場の測定を行ったものです.激しく火炎が噴き上げている場での、速度分布および渦度分布が明確に捉えられていることが分かります.

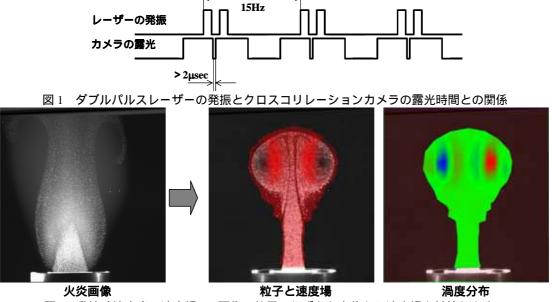


図2 乱流噴流火炎の速度場.2画像の粒子のわずかな変位から速度場を計算します.

7.機器分析分野利用の手順

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月にかけて行う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

日時を分野職員に相談のうえ、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分野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・報告書中には分野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。分野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分野事務室に用意してあります。 各機器の使用の際は、装置に備え付けの簡易マニュアルをご参照下さい。 液体窒素の利用は本号に添付の「液体窒素取扱講習会資料」を遵守のこと。 問い合わせ先

分野の利用手順に関する質問 分野職員にご相談下さい。

分野の機器に関する質問(全般) 分野専任教官にご相談下さい。

なお、利用者が分野のどの機器を利用してどのよう な研究を行っているかについては巻末の利用者研究

論文一覧(2001)をご参照ください。

分野の機器の細かい測定のノウハウ・使用手順等 協力員が相談に応じます。 分野の運営に関するご意見・ご質問等 分野長、分野職員、あるいは各部局の運営委

員にご連絡下さい。

機器分析分野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 リ、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。

機器分析分野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、平日は機器分析分野事務室(内線2035) まで、休日は保安監督者纐纈守(内線2619、自宅058-232-4326)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、<u>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</u> 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。取り扱いに不慣れな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 -実験・実習時における-、p. 106 (平成13年4月).

計測機器の利用に関する申合せ

(趣旨)

第1条 岐阜大学生命科学総合実験センター機器分析分野(以下「機器分析」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、分野長の命により機器分析職員及び各計測機器毎に定められた協力員が行う。

(利用者の資格)

第3条 計測機器を利用できる者は、別表1に掲げた利用者の資格に該当する者と する。ただし、機器分析が行う講習会を受講した者に限る。

(利用の申請)

第4条 計測機器を利用しようとする者は機器利用講習会参加申し込み及び機器 利用申請書を分野長に提出しなければならない。

(利用の承認)

第5条 分野長は、前条の申請が適当であると認めたときには、これを承認するものとする。

(変更の届出)

第6条 前条の承認を得た者は、機器利用講習会参加申し込み及び機器利用申請書 の記載事項に変更が生じたときは、速やかにその旨を分野長に届け出なければ ならない。

(利用手続)

- 第7条 利用に先立って、利用者は、あらかじめ利用日時を機器分析職員に相談の 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機器分析職員に届け出なければならない。
- 3 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 掃後機器分析職員に連絡しなければならない。

(注意義務)

第8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、異常を認めたと きは、直ちに機器分析職員又は協力員に連絡しなければならない。

(経費の負担)

- 第9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10条 計測機器の利用時間は原則として機器分析の休業日以外の別表1に定める時間とする。ただし、必要と認められる場合はこの限りではない。
- 2 利用者が、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時までに必ず機器分析職員に届け出なければならない。

(利用の取消等)

第11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、分野長は利用の承認 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12条 この申合せの実施に関し、必要な事項は分野長が定める。

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。

附 則

この申合せは、平成13年4月1日から施行する。

附 則

この申合せは、平成13年10月1日から施行する。

附則

この申合せは、平成14年7月1日から施行する。

附 則

この申合せは、平成 年 月 日から施行する。

別表1

利用者資格

計測機器名 (略称)	利用者の資格(注1,2)		利用時間および貸出し(注3,4)
透過型電子顕微鏡 (TEM, SEM, EDX)	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。
走查型電子顕微鏡	FE-SEM (EDX 付)	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
(SEM)	N-SEM	本学の職員、本学4年生以上	
円二色性分散計 (CD)	本学の職員、本学4年生以上		月曜日~金曜日 9:00~17:00
ストップトフロー分光光度計 (SF)	本学の職員、本学4年生以上		月曜日~金曜日 9:00~17:00
X 線光電子分析装置 (ESCA, XPS)	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)	JMS-700	本学の職員 博士課程(工学部に於いては博士後期課程)の学生 修士(博士課程前期)課程は指導教官が任命した研 究室代表者	月曜日~金曜日 9:00~17:00
	AMSUN200	本学の職員 博士課程(工学部に於いては博士後期課程)の学生 修士(博士課程前期)課程は指導教官が任命した研 究室代表者	JMS-700 においては、各月の最終週を FAB イオン源の装着期間とする。

	GCmate	本学の職員、大学院の学生	第4週の月曜日 EI,DIhighmass測 の夕方までをF EI,DIhighmass測 の週の金曜日の	9:00~17:00 1週から第3週をGC測定、計から水曜日の午前までを 定、水曜日の午後から金曜日 FAB 測定とする。ただし、 同定・FAB 測定については、前 午前中までに予約がない場 1週もG別定の週とする。
液体クロマトグラフ (Agilet1100)	本学の職員、大学院の学生		月曜日~金曜日	9:00 ~ 17:00
超伝導高分解能フーリエ変換核 磁気共鳴装置 (FT-NMR)	500MHz, 固体(400MHz) (バリアン) 400MHz(バリアン) 500MHz(日本電子)	本学の職員、大学院の学生 500MHz においては、400MHZ の測定資格取得 後6ヶ月以上経験した者に限る 本学の職員、本学4年生以上	月曜日~金曜日	9:00 ~ 20:00
電子スピン共鳴装置 (ESR)	本学の職員 本学4年生以上		月曜日~金曜日	9:00 ~ 17:00
誘導結合プラズマ発光分析装置 (ICP-AES)	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システム (SPM)	本学の職員 本学4年生以上		月曜日~金曜日	9:00 ~ 17:00
時間分解蛍光分光光度計 (NAES)	本学の職員 本学4年生以上		月曜日~金曜日	9:00 ~ 17:00
超高速度現象解析システム	超高速度撮影装置 (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 貸出し:1日およ まで延長	くび 1 週間単位で最大 2 週間

	高速度ビデオ装置 (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
	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。
	レーザ照明装置 (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。
	熱画像解析装置 (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
	PIV システム	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
画像処理システム (スキャナー、ピクトログラフィー)	本学の職員 本学 4 年生以上		月曜日~金曜日 9:00~17:00
紫外可視分光光度計 (UV-Vis)	本学の職員 本学4年生以上		月曜日~金曜日 9:00~17:00
フーリエ変換型赤外分光光度計 (FT-IR)	透過型顕微反射型	本学の職員 - 本学 4 年生以上	月曜日~金曜日 9:00~17:00

	プローブ式	
	顕微接触型	
有機微量元素分析装置 (CHNO)	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	月曜日~金曜日 9:00~17:00
顕微レーザーラマン分光システム	本学の職員 本学4年生以上	月曜日~金曜日 9:00~17:00
熱分析システム (DSC, TMA, TG/DTA)	本学の職員 , 大学院の学生 本学 4 年生は、指導教官が特に許可した者	月曜日~金曜日 9:00~17:00

注1:利用者は、分野長が特に適当と認めた者を利用可能とする。

注2:11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3:17:00 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4: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。

電子顕微鏡 (TEM, SEM, EDX)

TEM, SEM, STEM	500 円/h
EDX	400 円/h
夜間	3,000 円/回(17:00~9:00 迄)
センター休業日	4,000 円/回(24 時間以内)
ロールペーパー、試料台、フィルム	実費
ミクロトーム、メッサー、写真装置	100 円/h
蒸着装置	500 円/回
臨界点乾燥機、イオンスパッター	300 円/回
臨界点乾燥機とイオンスパッターのセット	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)

円二色性分散計(CD) ストップトフロー分光光度計(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	

X線光電子分析装置(ESCA, XPS)

測定、データ処理	500 円/h
夜間	3,000 円/回 (17:00~9:00 迄)
センター休業日	4,000 円/回 (24 時間以内)
フロッピーディスク	1,000 円/枚
記録紙	実費

質量分析装置 (MS)

測定	1,000 円/h
夜間	5,000円/回(17:00~9:00迄)
センター休業日	7,000 円/回(24 時間以内)

液体クロマトグラフ

測定	500 円/回 (24 時間以内)
----	---------------------

少量容器凍結乾燥装置

測定	300 円/回 (12 時間以内)
	500 円 (12 時間以上)

超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置 (FT-NMR)

測定	300 円/ h
夜間	2,000 円/回
センター休業日	3,000 円/回
チャート紙	10 円/枚
固体ロータキャップセット	3,000円/個(8時間以内のレンタル)
ナノサンプルチュ - ブ	1,000円/個(8時間以内のレンタル)

電子スピン共鳴装置(ESR)

測定	300 円/h
夜間	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)

誘導結合プラズマ発光分析装置 (ICP-AES)

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

走査型プローブ顕微鏡システム (SPM)

測定、データ処理	300 円/h
夜間	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

時間分解蛍光分光光度計(NAES)

測定	300 円/h
夜間	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

超高速度現象解析システム

超高速度撮影装置(UHC)	1,000 円/日、5,000 円/週
フィルム	実費
高速度ビデオ装置(HV)	1,000 円/日、5,000 円/週
光增幅光学装置(II)	1,000 円/日、5,000 円/週
パルスジェネレータ(PG)	500 円/日、2,500 円/週
レーザ照明装置(CVL)	400 円/h、1,000 円/日、10,000 円/月
レーザ照明装置貸出し	1,000 円/日、5,000 円/週
熱画像解析装置(TC)	1,000 円/日、5,000 円/週
PIV システム	1,000 円/日、5,000 円/週

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

画像処理システム (スキャナー・ピクトログラフィー)

スキャナー・ピクトログラフィー	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A3	800 円/枚
ピクトログラフィーOHP用紙A4	400 円/枚

紫外可視分光光度計(UV-Vis)

測定	300 円/h
夜間	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)

フーリエ変換型赤外分光光度計(FT-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・(透過型、顕微反射型、プロープ式、顕	300 円/h
微接触型)	
夜間	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)

有機微量元素分析装置(CHNO)

検体数には、捨焼き・標準試料の数も含める。

測定	500 円/1 検体
セラミックボード・白金ボード・錫箔他	実費

顕微レーザーラマン分光システム

\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\	400 FB /I
測定、データ処理	400 円/h
測定、データ処理	1 400 1/11
,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	

熱分析システム (DSC, TMA, TG/DTA)

測定	100円/h(8月~11月)
	200 円/h (12 月~2月)
	16 年度限りとし、来年度見直し有り

別表 3 平成 年度 岐阜大学生命科学総合実験センター 機器分析分野機器利用申請書

岐阜大学生命科学総合実験センター機器分析分野長 殿

下記の通り機器分析分野機器を利用したいので、岐阜大学生命科学総合実験センター機器分析分野利用規則を遵守し、申請します。

記

¥II	用 機	突				MHz) • FT- F•GCmate						CD	SF	
	すれか一つを) ICP	FT-IF	R・顕微 F	T-IR U	γ V	カメラ・ヒ゛	.w デ゛オ	蛍光	上30A 左寿 命	AFM	元素分	'析
			顕微	ダレーサ゛ーラマン	י <u>י</u> ו									
	学部名	等		Т		学科講座	名等							
	官職・身	分	氏	が な 名 にアイウエオ順	内線	講習名 受講年		fi fi	开究	課題	. 等	整	翌 番	号
申請														
者														
利	用期間			平月	成 年	月	日	~ <u>平</u>	成	年	月	日		
		学音	『名等	学科・記	講座名等	官職				氏		名		
指	導教官												印	
	理負担 任 者				_								印	
	備 考	W. D	- 1 - 1 4 -									7 40 7 40 미니		

注:<u>利用機器毎</u>に申請してください。(NMR400・500MHz 両方利用するといった場合、それぞれ別に提出して下さい)

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分野の機器名を明記することとし、論文 別刷り1部を機器分析分野に提出してください。

平成 年 月 日

岐阜大学生命科学総合実験センター機器分析分野長 纐 纈 守

9.機器の利用状況

透過型電子顕微鏡

納入年月日 平成6年3月23日

年度	X	分	教育 学部	地 域 科学部	医学部	附属 病院	工学部	農学部	機器分 析分野	計
1 5	延検体数(件)	19	0	0	0	126	332	0	477
1 3	延使用時間	(H)	16.5	0	0	0	120.5	328.5	0	465.5

走査型電子顕微鏡(S-4300型 日立ハイテウノロージーズ製)

納入年月日 平成15年3月5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	機器分 析分野	計
1 5	延検体数(件)	88	0	0	0	543	253	0	884
1 3	延使用時間(H)	369.5	0	0	0	1,580	468.5	0	2,418

円二色性分散計

納入年月日 平成14年3月18日

年度	X	分	教育 学部	地 域 科学部	医学部	附属 病院	工学部	農学部	機器分 析分野	計
1 [延検体数	(件)	0	0	28	2	1,182	43	0	1,253
1 3	延使用時	間(H)	0	0	30.5	0	543.5	19	0	593

ストップトフロー分光光度計

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	機器分 析分野	計
1 [延検体数(件)	0	0	0	0	0	198	0	198
1 3	延使用時間(H)	0	0	0	0	0	58.5	0	58.5

- 1 複合型表面分析装置(ESCA-850)

納入年月日 昭和62年11月25日

年度	X	分	教育 学部	地 域 科学部	医学部	附属 病院	工学部	農学部	機器分 析分野	計
1 5	延検体数	(件)	18	0	0	0	355	0	0	373
1 3	延使用時	間(H)	44.5	0	0	0	522	0	0	566.5

- 2 複合型表面分析装置(ESCA-3400S)

納入年月日 平成12年9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	機器分 析分野	計
1 [延検体数(件)	4	0	0	0	375	0	0	379
1 3	延使用時間(H)	17	0	0	0	2,213.5	0	0	2,230.5

- 1 質量分析装置 (9020-DF・QP-1000)

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	機器分 析分野	計
1 5	延検体数(件)	287	0	0	0	379	84	136	886
1 3	延使用時間(H)	63.5	0	0	0	148.5	49.5	36	297.5

- 2 質量分析装置 (GC-mate)

納入年月日 平成13年2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	機器分 析分野	計
1 5	延検体数(件))	101	278	0	0	196	276	0	851
1 3	延使用時間(I	H)	24.5	110	0	0	124	318	0	576.5

超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置 (inova400・500) 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	機器分 析分野	計
1.5	延検体数(件)	542	0	32	0	879	5,477	14	6,944
1 3	延使用時間(H)	155.5	0	648	0	1,460	4,746	9	7,018.5

超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置 (ECA500) 納入年月日 平成14年9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	機器分 析分野	計
1 5	延検体数(件)	1,838	0	0	0	963	406	652	3,859
1 3	延使用時間(H)	666	0	0	0	572.5	126.5	400.5	1,765.5

電子スピン共鳴装置

納入年月日 平成14年9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	機器分 析分野	計
1 5	延検体数(件)	0	0	0	0	182	0	0	182
1 3	延使用時間(H)	0	0	0	0	288	0	0	288

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	X	分	教育 学部	地 域 科学部	医学部	附属 病院	工学部	農学部	機器分 析分野	計
1 5	延検体数	(件)	340	8	0	0	1,053	679	0	2,080
1 3	延使用時間	間(H)	34	2.5	0	0	209	91.5	0	337

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	機器分 析分野	計
1 5	延検体数(件)	24	0	7	0	166	0	0	197
1 3	延使用時間(H)	25	0	34.5	0	184	0	0	243.5

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	機器分 析分野	計
1 5	延検体数(件)	0	0	0	0	141	0	0	141
	延使用時間(H)	0	0	0	0	573.5	0	0	573.5

超高速度現象解析システム

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	機器分 析分野	計
1 [延検体数(件)	0	0	0	0	161	0	0	161
1 3	延使用時間(H)	0	0	0	0	3,364	0	0	3,864

画像処理システム

納入年月日 平成11年3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	機器分 析分野	計
1 5	延検体数(件)	0	0	0	0	19	11	0	30
1 3	延使用時間(H)	0	0	0	0	14.5	10.5	0	25

紫外可視分光光度計

納入年月日 平成10年3月9日

年度	X	分	教育 学部	地 域 科学部	医学部	附属 病院	工学部	農学部	機器分 析分野	計
1.5	延検体数	(件)	4	0	0	0	1,124	73	4	1,205
1 3	延使用時	間(H)	2	0	0	0	403.5	19.5	1	426

有機微量元素分析装置

納入年月日 平成13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	機器分 析分野	計
1 5	延検体数(件)	354	0	12	0	310	39	65	780
1 3	延使用時間(H)	116.5	0	5.0	0	129	12.5	32	295

- 1 フ - リエ変換赤外分光光度計(SYSTEM2000FT-IR パーキンエルマー社) 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	機器分 析分野	計
1.5		延検体数(件	÷)	137	0	0	0	312	150	49	648
	1 3	延使用時間 ((H)	67	0	0	0	448	59	19	593

- 2 フ - リエ変換赤外分光光度計(460PLUS 日本分光㈱製) 納入年月日 平成 1 5 年 1 月 1 0 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	機器分 析分野	計
1 5	延検体数(件)	137	0	0	0	312	150	49	648
	延使用時間(H)	67	0	0	0	448	59	19	593

顕微レーザーラマン分光システム

納入年月日 平成15年3月25日

			•			11137 4 1 7 3		, - ,	3 – - –
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	機器分 析分野	計
1 5	延検体数(件)	0	0	0	0	70	0	0	70
	延使用時間(H)	0	0	0	0	49.5	0	0	49.5

10.利用者研究論文一覧(2002年)

(順不同)

1 . Y. Maeda, G. Cheng, S. Kutsumizu and S. Yano

Thermal behaviour of the thermotropic cubic mesogen 4'-n-hexadecyloxy-3'-nitrobiphenyl-4-carboxylic acid(ANBC-16) under hydrostatic pressure

Liquid Crystals, **28(12)**, 1785-1791 (2001) (MS)

2 . K. Kiriyama, K. Iwaya, S. Kagabu and K. Nishimura

Relationship between Insecticidal and Nerve Activities of an Imidacloprid-related Nitromethylene Compound and Its *N*-Alkyl Congeners

J. Pesticide Sci., 26, 55-59 (2001)

(MS, NMR, IR, UV)

3 . Y. Kubota, Y. Nishizaki, H. Ikeya, J. Nagaya and Y. Sugi

Carbon-carbon bond forming reactions catalyzed by meso- and microporous silicate-quaternary ammonium composite

Studies in Surface Science and Catalysis, 141, 553-560 (2002)

(ICP)

4 . S. Motojima, Y. Hishikawa and H. Iwanaga

Vapor phase preparation and some properties of carbon micro-coils / nano-coils

Recent Res. Devel. Mat. Sci., 3, 633-662 (2002) (TEM, SEM)

5. 沓水 祥一, 矢野 紳一

エチレンアイオノマー亜鉛塩およびその類似錯体の配位構造の圧力依存性 月刊「高分子加工」別冊, **51(3)**, (113)17-(120)24 (2002) (IR)

6 . R. Bandyopadhyay, M. Bandyopadhyay, Y. Kubota and Y. Sugi

Synthesis of AIPO₄ Molecular Sieves with AFI and AEL Structures by Dry-Gel Conversion Method and Catalytic Application of Their SAPO Counterparts on Isopropylation of Biphenyl

Journal of Porous Materials, 9, 83-95 (2002) (ICP)

7 . T. Ohya, M. Kabata, T. Ban, Y. Ohya and Y. Takahashi
Effect of -Hydroxyketones as Chelate Ligands on Dip-Coating
of Zirconia Thin Films

Journal of Sol-Gel Science and Technology, 25, 43-50 (2002)

(IR, UV)

8 . K. Mitsukura, T. Yoshida and T. Nagasawa

Synthesis of (*R*)-2-phenylpropanoic acid from its racemate through an isomerase-involving reaction by *Nocardia diaphanozonaria Biotechnology Letters*, **24**, 1615-1621 (2002) (NMR)

9 . R. Yamauchi, K. Ozaki, M. Shimoyamada and K. Kato

Iron-catalyzed reaction products of -tocopherol with 1-palmitoyl-2-linoleoyl-3-*sn*-phosphatidylcholine (13S)-hydroperoxide *Chemistry and Physics of Lipids,* **114**, 193-201 (2002) (MS, NMR)

- 10 . M. Bandyopadhyay, R. Bandyopadhyay, S. Tawada, Y. Kubota and Y. Sugi
 Catalytic performance of silicoaluminophosphate (SAPO)
 molecular sieves in the isopropylation of biphenyl

 Applied Catalysis A: General, 225, 51-62 (2002) (ICP)
- 11 . Y. Kubota, T. Honda, J. Plevert, T. Yamashita, T. Okubo and Y. Sugi
 Synthesis of a new molecular sieve using DABCO-based
 structure-directing agent

 Catalysis Today, 74, 271-279 (2002) (NMR)
- 12 . X. Chen, S. Yang and S. Motojima

Morphology and growth models of circular and flat carbon coils obtained by the catalytic pyrolysis of acetylene

Materials Letters, **57**, 48-54 (2002) (SEM)

13 . T. Murai, H. Aso and S. Kato

Generation and Reactions of a Selenoamide Dianion

Organic Letters, 4(8), 1407-1409 (2002) (NMR)

14 . N. Yoshizaki, Y. Ito, H. Hori, H. Saito and A. Iwasawa

Absorption, transportation and digestion of egg white in quail embryos

*Develop. Growth Differ., 44, 11-22 (2002) (TEM)

15 . C. Galustian, R. A. Childs, M. Stoll, H. Ishida, M. Kiso and T. Feizi
Synergistic interactions of the two classes of ligand, sialyl-Lewis^{a/x}
fuco-oligosaccharides and short sulpho-motifs, with the P- and L-selectins:
implications for therapeutic inhibitor designs

Immunology, 105, 350-359 (2002) (NMR)

16 . T. Okubo, S. Okuda and H. Kimura

Dissipative structures formed in the course of drying the colloidal crystals of silica spheres on a cover glass *Colloid Polym Sci*, **280**, 454-460 (2002) (AFM)

17 . R. Yamauchi, H. Noro, M. Shimoyamada and K. Kato
Analysis of Vitamin E and Its Oxidation Products
by HPLC with Electrochemical Detection

Lipids, 37(5), 515-522 (2002) (MS, NMR)

18 . N. Yoshizaki and H. Saito

Changes in Shell Membranes During the Development of Quail Embryos *Poultry Science*, **81**, 246-251 (2002) (TEM)

- 19 . S. Takashima, H. Ishida, T. Inazu, T. Ando, H. Ishida,
 - M. Kiso, S. Tsuji and M. Tsujimoto

Molecular Cloning and Expression of a Sixth Type of 2,8-Sialyltransferase (ST8Sia VI) That Sialylates *O*-Glycans

The Journal of Biological Chemistry, **277(27)**, 24030-24038 (2002)

(NMR)

- 20. M. Yamaga, Y. Tanii, N. Kodama, T. Takahashi and M. Honda

 Mechanism of long-lasting phosphorescence process of

 Ce³⁺-doped Ca₂Al₂SiO₇ melilite crystals

 Physical Review B, **65**, 235108-1-235108-11 (蛍光寿命, ESR)
- 21 . K. Saito, T. Shinhara, T. Nakamoto, S. Kutsumizu, S. Yano and M. Sorai

 Degree of disorder in cubic mesophases in thermotropics:

 Thermodynamic study of a liquid crystal showing two cubic mesophases

 Physical Review E, 65, 031719-1-031719-7 (MS)

22 . S. Kutsumizu

The thermotropic cubic phase: a curious mesophase

*Current Opinion in Solid State and Materials Science, 6,

537-543 (2002) (MS)

23 . M. Koketsu, K. Tanaka, Y. Takenaka, C. D. Kwong and H. Ishihara

Synthesis of 1,3-thiazine derivatives and their evaluation as potential antimycobacterial agents

European Journal of Pharmaceutical Sciences, 15, 307-310 (2002) (MS, NMR, IR)

(NMR)

- 24 . T. Komori, S. Kondo, H. Ando, H. Ishida and M. Kiso
 A first total synthesis of a novel sulfated ganglioside, 3'-O-sulfo-GM1b

 Carbohydrate Research, 337, 1679-1686 (2002) (NMR)
- 25 . M. Yamaguchi, H. Ishida, C. Galustian, T. Feizi and M. Kiso
 Synthesis and selectin-binding activity of *N*-deacetylsialyl Lewis X ganglioside

Carbohydrate Research, 337, 2111-2117 (2002)

26 . Syukri, Y. Ito, T. Ban, Y. Ohya and Y. Takahashi

Use of 2-hydroxylhydrazine as a new modifier in dip-coating nickel films

Thin Solid Films, 422, 48-54 (2002) (ESCA, AFM)

- 27 . M. Koketsu, Y. Okayama, H. Aoki and H. Ishihara
 Facile Synthesis of *N, N*-Dialkylselenoamides from Amides *Heteroatom Chemistry*, **13(3)**, 195-198 (2002) (MS, NMR, IR)
- 28 . M. Koketsu, M. Okumura and H. Ishihara
 Syntheses of 2-Alkylthio-1,3-thiazine Derivatives
 from *S*-Alkyldithiocarbamates and , -Unsaturated Ketones *Heteroatom Chemistry*, **13(4)**, 377-379 (2002) (MS, NMR, IR)
- 29 . S. Kutsumizu, K. Morita, T. Ichikawa, S. Yano, S. Nojima and T. Yamaguchi Cubic phases of 4'-n-alkoxy-3'-nitrobiphenyl-4-carboxylic acids (ANBC-n) Liquid Crystals, 29(11), 1447-1458 (2002) (MS)

30 . S. Kutsumizu, K. Morita, S. Yano and S. Nojima

Cubic phases of binary systems of

4'-*n*-tetradecyloxy-3'-nitrobiphenyl-4-carboxylic acid (ANBC-14)-*n*-alkane *Liquid Crystals*, **29(11)**, 1459-1468 (2002) (MS)

31.木曾 真

生理活性シアロ糖鎖の構造と機能に関する化学生物学的研究 *日本農芸化学会誌*, **76(12)**, 1158-1167 (2002) (NMR)

32 . M. Koketsu, F. Nada and H. Ishihara

Facile Preparation of 2-Imino-1,3-selenazolidin-4-one Derivatives by Reaction of N,N'-Disubstituted Selenoureas with -Haloacyl Halides Synthesis, **2**, 195-198 (2002) (MS, NMR, IR)

33 . C. Ramesh, Y. Kubota, M. Miwa and Y. Sugi

Highly Selective and Efficient Catalyst for Carbonylation of Aryl Iodides:

Dimeric Palladium Complex Containing Carbon-Palladium Covalent Bond

Synthesis, 15, 2171-2173 (2002) (NMR)

34 . K. Funabiki, M. Nagamori, M. Matsui and D. Enders

Asymmetric Synthesis of Both Enantiomers

of -Trifluoromethyl Substituted Homoallylamine

Synthesis, 17, 2585-2588 (2002) (NMR)

35 . K. Funabiki, K. Sawa, K. Shibata and M. Matsui

CFC-or HFC-Free Approach to -Substituted , , -Trifluoroallyl Alcohols by the Reaction of -Fluoro- trifluoromethylated Enol Tosylate with Grignard Reagents

Synlett, 7, 1134-1136 (2002) (NMR)

36 . K. Tani, T. Murai and S. Kato

The First Ammonium Aromatic

Diselenoates: Stable Heavy Congeners of Aromatic Carboxylic Acid Salts J. Am. Chem. Soc., 124(21), 5960-5961 (2002) (NMR, UV) 37 . K. Kuwata, H. Li, H. Yamada, G. Legname, S. B. Prusiner,

K. Akasaka and T. L. James

Locally Disordered Conformer of the

Hamster Prion Protein: A Crucial Intermediate to PrPSc?

Biochemistry, 41(41), 12277-12283 (2002)

(NMR)

38 . T. N. Ly, R. Yamauchi, M. Shimoyamada and K.Kato

Isolation and Structural Elucidation of

Some Glycosides from the Rhizomes of Smaller Galanga

(Alpinia officinarum Hance)

J. Agric. Food Chem., **50(17)**, 4919-4924 (2002)

(MS, NMR)

39 . M. Koketsu, M. Ishida, N. Takakura and H. Ishihara

Preparation and Characterization of N-Alkyl-Se alkylselenocarbamates

J. Org. Chem., 67(2), 486-490 (2002)

(MS, NMR, IR)

40 . M. Koketsu, Y. Fukuta and H. Ishihara

Reaction of N,N-Dimethylselenocarbamoyl Chloride with

Nucleophiles. Preparation of Diselenocarbamates,

Selenothiocarbamates, and Selenoureas

J. Org. Chem., 67(3), 1008-1011 (2002)

(MS, NMR, IR)

41 . M. Hibino, T. Koike and M. Yoshimatsu

A New 3-(Phenylseleno)allylic Cation: Its

Regioselective C-C Bond Formation Reaction with Nucleophiles

J. Org. Chem., 67(4), 1078-1083 (2002) (MS, NMR, IR, 元素分析)

42 . M. Yoshimatsu and Y. Timura

Synthetic Organic Chemistry with 2-Ethoxy-2-(phenylselenenyl)

perfluoroalk-2-enenitrile: Application to -Cyanoperfluoroacylation

of Aldehydes

J. Org. Chem., **67(16)**, 5678-5682 (2002)

(MS, NMR, IR, 元素分析)

43 . K. Tani, R. Yamada, T. Kanda, M. Suzuki, S. Kato and T. Murai

Synthesis and Structure of Group 14

Element Derivatives of Carbotelluroates

Organometallics, 21(7), 1487-1492 (2002)

(NMR)

44 . K. Matsuura, H. Kitakouji, R. Oda, Y. Morimoto, H. Asano, H. Ishida, M. Kiso,

K. Kitajima and K. Kobayashi

Selective Expansion of the GM3 Glycolipid Monolayer Induced by Carbohydrate-Carbohydrate Interaction with Gg3 Trisaccharide-Bearing Glycoconjugate Polystyrene at the Air-Water Interface

Langmuir, 18(18), 6940-6945 (2002)

(NMR)

45.桑田 一夫

プリオン病の構造医学

蛋白質 核酸 酵素, **47(10)**, 1292-1298 (2002)

(NMR)

46 . M. Matsui, S. Okada, M. Kadowaki and M. Yamada

Synthesis of perfluorobutyl-substituted ester-disazo dyes and their application to guest-host liquid crystal displays

Liquid Crystals, 29(5), 707-712 (2002)

(MS, NMR)

47 . S. Kagabu, A. Azuma and K. Nishimura

Insecticidal and Neuroblocking Activities of Thiacloprid and Its Acyclic Analogues and Their Related Cyanoguanidine Derivatives

J. Pesticide Sci., **27(3)**, 267-271 (2002)

(MS, NMR, UV, IR)

48 . T. Motoyama, S. Kagabu, M. Matsuoka and I. Yamaguchi

Differential Inhibition of a Melanin

Biosynthetic Enzyme Scytalone Dehydratase

by Carpropamid, a Fungicide for Rice Blast Contorol, and Its Isomers

J. Pesticide Sci., **27(2)**, 141-144 (2002)

(MS, NMR, UV, IR)

49 . S. Kagabu, K. Iwaya, H. Konishi, A. Sakai, Y. Itazu, K. Kiriyama and K. Nishimura Synthesis of Alkylene-Tethered Bis-Imidacloprid Derivatives as

Highly Insecticidal and Nerve-Exciting Agents with Potent

Affinity to [3H]Imidacloprid-Binding Sites on Nicotinic

Acentylcholine Receptor

J. Pesticide Sci., **27(3)**, 249-256 (2002)

(MS, NMR, UV, IR)

50 . S. Kagabu, K. Matsuda and K. Komai

Preparation of Dinotefuran Related Compounds and

Agonistic Action on SAD 2 Hybrid Nicotinic Acetylcholine Receptors

Expressed in Xenopus laevis Oocytes

J. Pesticide Sci., 27(4), 374-377 (2002)

(MS, NMR, UV, IR)

51 . Y. Goto, Y. Fukushima, P. Ratu, Y. Imada, Y. Kubota, Y. Sugi,

M. Ogura and M. Matsukata

Mesoporous Material from Zeolite

Journal of Porous Materials, 9, 43-48 (2002)

(ICP)

52 . N. Otsubo, H. Ishida and M. Kiso

AN EFFICIENT AND STRAIGHTFORWARD SYNTHESIS OF SIALYL Le^x GLYCOLIPID AS A POTENT SELECTIN BLOCKER^[1]

Journal Carbohydrate Chemistry, **21(3)**, 247-255 (2002) (NMR)

53 . K. Fuunaga, N. Ikami, H. Ishida and M. Kiso

SYNTHESIS OF SIALYL- -(2 3)-

NEOLACTOTETRAOSE DERIVATIVES MODIFIED

AT C-2 OF THE N-ACETYLGLUCOSAMINE

RESIDUE: PROBES FOR INVESTIGATION OF

ACCEPTOR SPECIFICITY OF HUMAN -1,3

FUCOSYLTRANSFERASES, FUC-TVII AND FUC-TVI

Journal of Carbohydrate Chemistry, **21(5)**, 385-409 (2002) (NMR)

54. M. Koketsu, N. Takakura and H. Ishida

EFFICIENT SYNTHESIS OF SELENOUREAS FROM THE CORRESPONDING CARBODIIMIDES

Synthetic Communications, **32(19)**, 3075-3079 (2002)

(MS, NMR, IR)

55 . M Matsui, K. Funabiki and K. Sibabata

Synthesis and UV/Vis Absorption Spectra of Novel Azo Dyes Derived from Polyfluoro- and Perfluoroazobenzenes

Bull. Chem. Soc. Jpn., **75(3)**, 531-536 (2002) (MS, NMR)

 ${\bf 56}$. J. J. Kim, K. Funabiki, H. Muramatsu, H. Shiozaki and M. Matsui

Synthesis and Properties of Unsymmetrical Indamine Dyes Derived from 2,2'-Bis(dialkylamino)-4,5'-bithiazoles

Bull. Chem. Soc. Jpn., **75(3)**, 575-579 (2002) (MS, NMR)

57 . M. Matsui, Y. Yoshimura, T. Ohya, T. Ban, Y. Ohya and Y. Takahashi

Preparation and Characterization of Dye-Doped Zirconia Gel Films

from Zirconium Tetra-n-butoxide Stabilized with Diethanolamine or Acetoin

Bull. Chem. Soc. Jpn., **75(3)**, 589-593 (2002) (MS, NMR)

58 . T. Murai, T. Kimura, A. Miwa, D. Kurachi and S. Kato
Selenothiophosphinic Acid Salts: Efficient Synthesis,
Structure and Reactivity

Chemistry Letters, 9, 914-915 (2002) (NMR)

59 . M. Koketsu, S. Y. Choi, H. Ishihara, B. O. Lim, H. Kim and S. Y. Kim Inhibitory Effects of 1,3-Selenazol-4-one Derivatives on Mushroom Tyrosinase

Chem. Pharm. Bull, **50(12)**, 1594-1596 (2002) (MS, NMR, IR)

60. M. Yoshimatsu, M. Hibino, M. Ishida, G. Tanabe and O. Muraoka
A Novel Push-Pull Diels-Alder Diene: Reactions of 4-Alkoxy- or
4-Phenylsulfenyl-5-chalcogene-substituted
1-Phenylpenta-2,4-dien-1-one with Electron-Deficient Dienophiles
Chem. Pharm. Bull, 50(11), 1520-1524 (2002)
(MS, NMR, IR, 元素分析)

61 . M. Shimoyamada, W. Koseki, R. Yamauchi and K. Watanabe
Freeze-Gelation of Sucrose or Trehalose Treated Soymilk

Food Sci. Technol. Res., 8(3), 211-215 (2002) (NMR)

62 . Syukri, T. Ban, Y. Ohya and Y. Takahashi

Novel approach to deposition of copper thin films by dip-coating method *Journal of Materials Science Letters*, **21**, 1449-1451 (2002) (AFM)

- 63 . S. Kagabu, H. Nishiwaki, K. Sato, M. Hibi, N. Yamaoka and Y. Nakagawa
 Nicotinic acetylcholine receptor binding of
 imidacloprid-related diaza compounds with
 various ring sizes and their insecticidal activity against *Musca domestica*Pest Manag. Sci., 58, 483-490 (2002) (MS, NMR, UV, IR)
- 64 . T. Hamada, H. Hirota, S. Yokoyama, N. Otsubo, H. Ishida, M. Kiso, A. Kanamori and R. Kannagi

 NMR analysis of novel ganglioside GM4 analogues containing de-*N*-acetyl and lactamized sialic acid:

probes for searching new ligand structures for human L-selectin

Magn. Reson. Chem., 40, 517-523 (2002) (NMR)

65 . E. G. Villora, M. Yamaga, T. Inoue, S. Yabasi, Y. Masui, T. Sugawara and T. Fukuda Optical Spectroscopy Study on $-Ga_2O_3$

Jpn. J. Appl. Phys., **41**, L622-L625 (2002) (NMR)

66 . T. Hosoya, H. Aoyama, T. Ikemoto T. Hiramatsu, Y. Kihara, M. Endo and M. Suzuki [125 I]-N-[(3-Azido-5-iodo)benzyl]dantrolene and[125 I]-N-{[3-Iodo-

5-(3-trifluoromethyl-3*H*-diazirin-3-yl)]benzyl}dantrolene:

Photoaffinity Probes Specific for the Physiological Ca²⁺ Release

from Sarcoplasmic Reticulum of Skeletal Muscle

Bioorg. Med. Chem. Lett., 12, 3263-3265 (2002) (元素分析)

67 . Y. Kubota, S. Nakada and Y. Sugi

New Heat-Resistant and Soluble Aramids Synthesized by

Palladium -Catalyzed Carbonylation-Polycondensation

Materials Transactions, 43(3), 326-331 (2002)

(NMR)

68 . Y. Ohya, T. Tamakoshi, T. Ban and Y. Takahashi

Lead Zirconate Titanate Thick Films by Sol- Gel Method for

Piezoelectric Applications

$$ISAF$$
, 467-470 (2002) (AFM)

69 . Y. Ohya, K. Horinouchi, T. Ban, Y. Takahashi and N. Murayama

Gas Sensing Properties of Al₂O₃/SnO₂ Multilayered Films Modified with Pt Journal of the Ceramic Society of Japan, 110(10), 950-953 (2002)

(TEM)

70 . Y. Ohya, S. Itoda, T. Ban and Y. Takahashi

Lead Zirconate Titanate Thick Films Fabricated from Sols with and without Its Powder

71. N. Otsubo, H. Ishida and M. Kiso

Synthetic Studies on Sialoglycoconjugates. CXXIV

Total Synthesis of *O*-Glycans on the L-Selectin Ligand GlyCAM-1

Aust. J. Chem., **55**, 105-112 (2002) (NMR)

72 . K. Kita, N. Sueyoshi, N. Okino, M. Inagaki, H. Ishida, M. Kiso, S. Imayama,

T. Nakamura and M.Ito

Activation of bacterial ceramidase by anionic glycerophospholipids: possible involvement in ceramide hydrolysis on atopic skin by *Pseudomonas* ceramidase

Biochem. J., 362, 619-625 (2002)

(NMR)

73 . M. Yamaga, T. Inoue, S. Yabashi, M. Honda, J.-P. R. Wells, K. Shimamura and T. Fukuda

SITE SYMMETRY AND CRYSTAL FIELD SPLITTINGS OF Ce^{3+} IN LiLuF4 AND LiSr_{0.8}Ca_{0.2}AIF₆

Radiation Effects and Defects in Solids, 157, 977-982 (2002)

(蛍光寿命, ESR)

74 . M. Koketsu, M. Kanoh and H. Ishihara

Synthesis of 3-Alkylseleno-2-cylcobutenone via [2+2] Cycloaddition Reaction of Alkyneselenolate with Diphenylketene

Synlett, 5, 805-807 (2002)

(MS, NMR, IR)

75 . Z. Tan, S. Dohi, J. Chen, Y. Banno and Y. Nozawa

Involvement of the Mitogen-activated Protein Kinase Famiky in Tetracaine-induced PC12 Cell Death *Anesthesiology*, **96(5)**, 1191-1201

(TEM 小型)

76 . T. Negawa, S. Mizuno, T. Hahashi, H. Kuwata, M. Tomida, H. Hoshi, S. Era and K. Kuwata

M Pathway and Areas 44 and 45 Are Involved in
Stereoscopic Recognition Based on Binocular Disparity

Japanese Journal of Physiology, 52, 191-198 (2002) (NMR)

77 . M. Koketsu, F. Nada, S. Hiramatsu and H. Ishihara

Reactions of acyl chlorides with LiAlHSeH. Preparation of diacyl selenides, diaacyl diselenides, selenocarboxylates and cyclic selenoanhydrides

J. Chem. Soc., Perkin Trans., 1, 737-740 (2002) (MS, NMR, IR)

78 . M. Yoshimatsu, K. Oh-Ishi, G. Tanabe and O. Muraoka

The first isolation and characterization of sulfonylbuta-1,3-diynes

J. Chem. Soc., Perkin Trans., 1, 1413-1416 (2002)

(MS, NMR, IR, 元素分析)

79 . R. Yamauchi, T. Kamatani, M. Shimoyamada and K. Kato

 $Preparation \ of \ the \ Addition \ Products \ of \quad \ -To copherol$

with Cholesteryl Linoleate-Peroxyl Radicals

Biosci. Biotechnol. Biochem., 66(3), 670-673 (2002)

80 . K. Kuwata

An Emerging Concept of Biomolecular Dynamics and Function:

Applications of NMR & MRI

Magnetic Resonance in Medical Sciences, 1(1), 27-31 (2002) (NMR)

81 . M. Matsui and K. Shibata

Synthesis of 2-Aryl-2*H*-indazoles

by TiO2-Photocatalyzed Reaction of Alkoxyazobenzenes

J. Jpn. Sco. Colour Mater(SHIKIZAI), 75(2), 61-65 (2002) (NMR)

82 . M. Matsui, K. Furukawa, K. Funabiki and K. Shibata

TiO₂-photocatalyzed Reaction of Azobenzenes

to From 3,4-Diaryl-1,3,4-oxadiazolidines

J. Jpn. Sco. Colour Mater (SHIKIZAI), 75(3), 106-110 (2002)

(MS, NMR)

(NMR)

83 . M. Matsui, K. Furukawa and K. Shibata

Preparation of 2-Alkylquinolines by TiO_2 -photocatalyzed Reaction of Arylamines in Alcohols

J. Jpn. Sco. Colour Mater (SHIKIZAI), 75(7), 319-323 (2002)

(MS, NMR)

84 . E. Horiguchi, K. Shirai, M. Matsuoka and M. Matsui

Syntheses and spectral properties of non-planar

bis(styryl)diazepine fluorescent dyes and related derivatives

Dyes and Pigments, **53**, 45-55 (2002)

(MS, NMR)

85. 吉松 三博

-アルコキシアルケニルリチウムを用いた有機合成 有機合成化学協会誌, **60(9)**, 847-858 (2002) (MS, NMR, IR, 元素分析)

86 . T. Yoshida, T. Oekermann, K. Okabe, D. Schlettwein, K. Funabiki and H. Minoura Cathodic Electrodeposition of ZnO/EosinY Hybrid Thin Films from Dye Added Zinc Nitrate Bath and Their Photoelectrochemical Characterizations

Electrochemistry, 70(6), 470-487 (2002) (TEM, UV)

11. 平成15年度活動状況報告

1.機器分析分野協力員会議

*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協力員会議 平成15年 5月 7日(火) 議題(1)平成15年度講習会について

(2)その他

第2回フーリエ変換核磁気共鳴装置協力員会議 平成15年10月 1日(水) 議題(1)FDDIネットワーク廃止に伴う 機器の更新について

(2)その他

第3回フーリエ変換核磁気共鳴装置協力員会議 平成16年 3月19日(金)

議題(1)次年度の責任者について

- (2)次年度の運営について
- (3)その他

*電子スピン共鳴装置

第1回電子スピン共鳴装置協力員会議 平成15年 4月22日(火) 議題(1)平成15年度講習会について

(2)その他

* 質量分析装置(9020 - DF, QP - 1000) 第1回質量分析装置協力員会議 平成15年 4月30日(月) 議題(1)平成15年度講習会について

(2)その他

第2回質量分析装置協力員会議 平成15年10月10日(金) 議題(1)新規導入機器について

(2)その他

第3回質量分析装置協力員会議について 平成16年2月20日(金)

議題(1)MS 協力員について

(2)GCmate ・jms-700・JMS-K9の 運営方法について

(3)その他

*質量分析装置(GCmate)

第 1 回質量分析装置 (GCmate) 協力員会議 平成 1 5 年 4月 2 5日 (金)

議題(1)平成15年度講習会について

(2) その他

*電子顕微鏡

第1回電子顕微鏡協力員会議 平成15年 4月22日(火) 議題(1)平成15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協力員会議 平成15年 5月 7日(水) 議題(1)平成15年度講習会について (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協力員会議 平成15年 5月 8日(木) 議題(1)平成15年度講習会について

(2)その他

*超高速度現象解析システム

第1回超高速度現象解析システム協力員会議 平成15年 4月30日(月) 議題(1)平成15年度講習会について

(2)その他

* 時間分解蛍光光度計

第1回時間分解蛍光光度計協力員会議 平成15年 4月28日(月) 議題(1)平成15年度講習会について (2)その他

*走査型プローブ顕微鏡システム

第1回走査型プローブ顕微鏡システム協力員会議 平成15年 5月 6日(火)

議題(1)平成15年度講習会について

(2)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協力員会議 平成15年 5月 6日(火)

議題(1)平成15年度講習会について

(2)その他

*有機微量元素分析装置

第1回有機微量元素分析装置協力員会議 平成15年 4月28日(月) 議題(1)平成15年度講習会について

(2)その他

2.第7回国立大学機器・分析センター会議

平成15年11月 7日(金)

場所:ホテル ガーデン千葉 3階平安の間南

当番校:千葉大学

議題(1)機器・分析センターの現状と将来について

(2)機器・分析センター会議の 今後のあり方について

(3)その他

分野長纐纈守、専任教官安藤弘宗出席

3. 東海4県国立大学機器分析センター専任教官会議

第6回: 平成15年 7月 1日(金) 豊橋技術科学大学

分野長纐纈守出席

4 . センター見学

*平成15年 4月24日(木)

企業見学者 6名

*平成15年 6月16日(月)

企業見学者 3名

*平成15年 7月 9日(水)

工学部説明会

*平成15年 7月22日(火)

企業見学者 3名

5.各種講習会(平成15年 4~10月,別表P.95)

*新規導入機器メーカー講習会

質量分析装置 JMS-AMSUN200 (MS)

講師 日本電子データム(株) 岡本裕也氏

質量分析装置 JMS-700 (MS)

講師 日本電子データム(株) 河野貴光氏

顕微レーザーラマン分光システム NRS-1000 講師 日本分光㈱ 植松氏

走查型電子顕微鏡 S-4300 (SEM)

講師 日立計測器サービス(株) 小野修氏

6.機器分析センター機関誌の原稿作成等

生命科学総合実験センター年報 第1号 ホームページ改訂 (http://www.gifu-u.ac.jp/~lsrc/dia)

別表

平成15年度 講習会受講者数

											受講者											
機器名	教育学部				地域科学部					医等	学部			工学	全部			農学	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	教官・技官	大学院生	4年生	計		
核磁気共鳴装置(各自対応)	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	
400MHz 溶液 (バリアン)	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	1	3	5	12	20	0	9	10	19	40	
400MHz 固体 (バリアン)	1	0		1	0	0		0	0	0		0	1	0		1	0	0		0	2	希望講習者の
500MHz (バリアン)	0	0		0	0	0		0	1	0		1	3	9		12	0	9		9	22	担当教官
500MHz (日本電子)	0	0	7	7	0	0	0	0	1	0	0	1	5	40	25	70	1	14	5	20	98	
計	1	0	7	8	0	0	0	0	3	0	0	3	12	54	37	103	1	32	15	48	162	
電子スピン共鳴装置																						
ESR	1	0	0	1	0	0	0	0	0	0		0	2	1		3	3	9		12	16	山家光男(工)
計	1	0	0	1	0	0	0	0	0	0		0	2	1		3	3	9		12	16	
質量分析装置																						村井利昭(工)
GCMS (各自対応)	0	0		0	0	1		1	4	4		8	3	8		11	1	10		11	31	吉松三博(教) 吉田 敏(工)
計	0	0		0	0	1		1	4	4		8	3	8		11	1	10		11	31	柳瀬笑子(農)
電子顕微鏡																						大矢 豊(工)
TEM · SEM · EDX	0	0	5	5	0	0	0	0	3	0		3	4	54		58	2	9		11	77	杉浦 隆(工)
計	0	0	5	5	0	0	0	0	3	0		3	4	54		58	2	9		11	77	酒井洋樹 (農)
複合型表面分析装置																						
ESCA (各自対応)	0	0	2	2	0	0	0	0	0	0		0	2	32		34	0	0		0	36	櫻田 修(工)
計	0	0	2	2	0	0	0	0	0	0		0	2	32		34	0	0		0	36	
円二色性分散計																						
CD (各自対応)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	1	5		6	3	5		8	14	· · · 下山田真(農)
	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	1	5		6	3	5		8	14	
ストップトフロー分光光度計																						
SF (各自対応)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0		0	0	1		1	1	1
計	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0		0	0	1		1	1	
超高速度現象解析システム																						
UHC・HV・II・TC(各自対応)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	2	2	高橋周平(工)
計	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	2	2	
時間分解蛍光光度計																						山安火田(工)
NAES	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	1	0	7	12	19	0	0	0	0	20	山家光男(工) 亀山啓一(工)
計	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	1	0	7	12	19	0	0	0	0	20	
走査型プローブ顕微鏡																						
SPM	0	0	2	2	0	0	0	0	3	1	0	4	3	31	16	50	3	7	1	11	67	武野明義(工) 石黒 亮(工)
計	0	0	2	2	0	0	0	0	3	1	0	4	3	31	16	50	3	7	1	11	67	
誘導結合プラズマ発光分析装置																						
ICP (各自対応)	1	0	1	2	1	0	0	1	0	0	0	0	1	10	10	21	1	4	3	8	32	櫻田 修(工)
計	1	0	1	2	1	0	0	1	0	0	0	0	1	10	10	21	1	4	3	8	32	·

機器名		受講者																					
	教育学部				地域科学部				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	教官・技官	大学院生	4年生	計	口削		
有機微量元素分析装置(5/12,22)	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	┨纐纈 寸(丄)	
MT-6	1	0		1	0	0		0	0	0		0	0	11		11	0	4		4	16		
計	1	0		1	0	0		0	0	0		0	0	11		11	0	4		4	16		
顕微レーザーラマン分光システム																							
NRS-1000	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	1	8	9	4	21	3	1	0	4	26		
計	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	1	8	9	4	21	3	1	0	4	26		
合計	4	0	17	21	1	1	0	2	15	5	0	20	36	222	79	337	18	82	20	120	500		