

平成12年度

岐阜大学機器分析センター一年報

*Instrumental Analysis Center  
Gifu University*

第4号



—  
**5 nm**

## 表紙解説

### 酸化チタン結晶粒界の高分解能透過電子顕微鏡写真

酸化チタンを光電気化学エッチングして得られる板状に溶け残った粒界（挿入 SEM 写真）をマイクログリッドに移し、透過電子顕微鏡（機器分析センター 日立 H-8100）により高倍率（400 万倍相当）にて観察したもの。粒界の上下で格子縞が折れ曲がっており、格子欠陥が観察できる。それぞれの格子縞は、ルチル型酸化チタンの（101）面（2.49 間隔、上）および、（110）面（3.25 間隔、下）に相当する。

工学部応用精密化学科 杉浦 隆

# 目 次

## 年報 第4号

機器分析センター長を拝命して	1
大橋英雄（機器分析新センター長）	
機器分析センター長退任にあたって	2
石原秀晴（機器分析前センター長）	
誰でも利用しやすいセンターを目指して	3
金 継業（機器分析センター新専任教官）	
機器充実を願って徒労に賭けた4年間	4
杓水祥一（機器分析センター前専任教官）	
昨年（平成12年）11月に実施した全学へのアンケートの結果報告	6
杓水祥一（機器分析センター専任教官）	
1. センターの目的	12
2. 沿革	12
3. 管理運営組織図	13
4. センター員名簿	14
5. 設置機器等一覧および機器の説明	16
センター案内図	18
1. 超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置（FT-NMR）	19
2. 質量分析装置（MS）	21
3. 電子顕微鏡（TEM, SEM, ED, EDX, &EELS）	24
4. 複合型表面分析装置（ESCA）	27
5. 生体分子高次構造解析システム（CD&SF）	29
6. 超高速現象解析システム	31
1) 高速度撮影カメラ・ビデオシステム	32
2) 時間分解フォトルミネセンス	33
7. 走査型プローブ顕微鏡システム（SPM）	36
8. 誘導プラズマ発光分析装置（ICP-AES）	38
9. 分光光度計（UV-VIS&IR）	40
10. コールドコンバーター（液体窒素供給装置）	42

11. 画像処理システム	42
6. 設置機器使用方法紹介	44
透過型電子顕微鏡の構造と各部の機能について	
村瀬由美子（機器分析センター）	
7. 新機種導入	57
有機微量元素分析装置が入りました！	57
沓水祥一（機器分析センター専任教官）	
新しい質量分析装置が入りました！	58
松居正樹（工学部応用精密化学科）	
8. 利用手順	59
別表 1 液体窒素取扱講習会資料	61
9. 計測機器の利用に関する申合せ	63
別表 1 利用者資格	66
別表 2 利用料金	68
別表 3 平成 年度 岐阜大学機器分析センター利用申請書	71
10. 機器の利用状況	72
11. 利用者研究論文一覧（1999年）	76
12. 平成12年度活動状況報告	87
別表 平成12年度 講習者受講者数	90
編集後記	91

表紙のデザインおよび表紙解説： 杉浦隆 先生（工学部応用精密化学科）

センターの内線番号案内（裏表紙の裏）

## 機器分析センター長を拝命して

機器分析センター長 大橋 英雄

この4月より岐阜大学機器分析センター長職を拝命いたしました農学部、生物資源利用学科の大橋英雄でございます。何とぞ宜しくお願い申し上げます。挨拶の機会を与えていただきましたので、一言、述べさせていただきます。

前センター長の石原秀晴先生には、機器分析センターの省令施設への昇格と、整備にあたった大変な時期に、2期4年にわたってセンターのために全身全霊をかたむけてご尽力いただきました。そのお陰によって、センターは学内の先生方の研究の一翼を担う存在として立派に機能してまいりました。まずは、石原秀晴先生の永きにわたるご献身とご尽力に対して心からお礼申し上げる次第でございます。先生、誠にありがとうございました。ご苦労様ございました。

ひるがえって、石原先生の後をつなぐ小生は浅学、非才の身でありますので、戸惑っているというのが、現在の正直な真情であります。機器分析センターをご利用いただいている皆様、センターを連日支えていただいているセンター員と専属の教職員の皆様、ならびにセンターの管理と維持にご尽力いただいている大学本部事務局の皆様のご指導、ご鞭撻を得ながら一步一步頑張るしかない、自分に言い聞かせているところでもあります。

この機器分析センターについて小生は、本学がまだ各務原の地にあって、このセンターの母体ができた時から小生が教授職を拝命した時までの拾有余年間、センター員の一人として若干のお手伝いをした経験があります。しかし、小生がセンター員を辞した時からでも、すでに拾有余年の時が経っております。小生にとって、現在のセンターはさしずめ、浦島太郎が帰った様変わり著しい浜辺にあたります。解らないことばかりであり、大変なやつが長になってしまいました。また、このセンターは小生がお手伝いした頃に比べますと、導入機器の種類も格段に増えており、これらすべてを日々、正常に維持管理するのは大変であると同っております。さらに、国全体が曲がり角におかれている今、このような施設も創意工夫を凝らして最善の途を模索してゆくことが課せられております。このように、岐阜大学機器分析センターが直面している問題は非常に多いと理解しております。加えて、センターの施設や設備の一層の充実、ご利用の皆様方へのサービスの向上、センター員・専属教職員、特にセンター員の若い先生方の無償の奉仕に対する謝意の表し方などについても考えなくてはなりません。これらに立ち向かうには、小生はあまりにも非力ではありますが、努力し、頑張ろうとの気概だけはもっております。皆様方にはご高配を賜り、ご支援とご指導のほど宜しくお願い申し上げます。

岐阜大学機器分析センターは今こそ、施設内からの一層の頑張り、外からの全学的なご理解とご協力が必要でございます。皆様方、重ねて宜しくお願い申し上げます。

## 機器分析センター長退任にあたって

石原秀晴

岐阜大学の共同利用は、各務原のプレハブ校舎の小さな部屋にNMRだけの共同利用室として産声を上げました。すでに30年にならんとしているように、岐阜大学の共同利用は早くから進められています。その後、昭和55年の大学統合を機会に学内措置として660㎡の面積（内、計測センターとしては220㎡）を持った情報・計測センターが設立され、さらに、計測センターとして独立し、共同利用機器の充実、占有面積の増加（660㎡）と、少しずつであるがセンターの充実がはかられてきました。これは歴代の計測センター長など諸先輩、施設の管理運営にご協力いただき、共同利用の有効性を示していただいたセンター員の方々の賜物です。このように早くから共同利用センター化は進んでいましたが、振替の定員をあてることができず省令化は相当遅れることになり、平成9年に工学部（化学）の理解を得て振替定員をいただき、ようやく関係者の長年の夢であった省令化施設としての「岐阜大学機器分析センター」が発足しました。省令化により、施設・設備などの充実が期待されましたが、国の構造改革、さらには大学の独法化に直面し、機器分析センター棟の建設、機器の更新・導入が進まないのは残念です。独法化に向け、機器分析センターなどの施設は大学内にどう位置づけられていくか難しい状況にもおかれています。独法化により大学には教育研究のレベルアップと効率化が求められてくるでしょう。そのためには教育研究への寄与、機器の運用の効率化に効果の大きい共同利用センターは重要視されていかなければならないと思います。厳しい財政状況下にはありますが、独法化に向け、個々の予算が大学の判断で執行される割合が増えてきます。共同利用の有用性をアピールし、その理解が得られれば「共同利用の声」が届くと思います。ぜひ皆様のご理解とご支援でますますよい機器分析センターになるようご協力と応援をお願いします。

2期、4年間センター長を勤めさせていただきましたが、期待していたような施設・設備の充実を行うことが出来ませんでした。機器分析センター職員、専任教官、各機器のセンター員、運営委員、また、研究協力課および施設の皆さんに助けられ、何とか職務を果たせてくれました。共同利用センターは研究者それぞれが協力し合って運営していかなければ成り立っていきません。皆様のご協力により、大橋新センター長のもと機器分析センターのますますの充実と活発な活動を期待しています。

## 誰でも利用しやすいセンターを目指して

機器分析センター専任教官 金 継 業

4月1日付けで工学部応用精密化学科から機器分析センターに異動しました。自然科学において、「物」を知るために“測る”ことは非常に重要となっています。技術開発の高度化、地球環境問題などの背景を受けて、分子・原子レベルの構造解析、超高速反応の解明、サブpptレベルの超微量分析のニーズが急速に高まっています。それぞれの研究目的に適した高性能大型分析機器を駆使して精密な分析を行い、得られたデータを総合的に活用することが不可欠となります。このような分析機器を集中的に維持管理し、学部を超えて全学的に効率よく共同利用できる体制として、機器分析センターは重要な役割を担っていると思います。岐阜大学機器分析センター設立以来、前専任教官及び関係者各位のご努力によって、設備は年々充実しており、研究・教育のバックアップ体制が確立されつつあります。私は工学部に所属していた間、機器分析センターに大変お世話になっており、そこは私の研究ができるもう一つの場所であり、研究者同志が交流できる場所としても魅力を感じていました。

そのような魅力を維持するには、機器分析センターは、皆様の研究・教育活動をより活性化できるシステム作りと、分析結果の信頼性を科学的、客観的に保証できる環境の整備に取り込まなければいけません。最近の分析機器の進歩は目覚ましく、機器化・自動化の恩恵により、ブラックボックスから自然に数値がでてくるような現場にいますと、分析の目的には化学反応や測定原理など知る必要がないとの錯覚に陥ることがあります。機器分析による分析結果の信頼性は、一般的に機器の調整の程度、試料の調製、使用環境、使用者の熟練度などによって大きい影響を受けることとなりますので、日頃分析機器のメンテナンスや、利用者の訓練などが必要となります。機器分析センターは高度な専門知識を持ったセンター員の先生方々のご支援により運営されていますので、定期的に講習会及び専門家の講演会などの活動を通じて、皆様の研究・教育のお役に立つ、誰もが利用しやすいセンターになることを願っています。また、学内の研究支援のみならず、地域にいる企業の研究者、技術者からの相談も受け付け対応できることも大学共同施設の責務のひとつと考えています。例えば、現在環境・生体試料中の超微量成分の分析は、分析装置にかけるだけでは測定結果が得られないものが多く、試料の分離・濃縮テクニックを含め新しい方法論の開発が必要となってきます。岐阜大学機器分析センターはこのような独自の分析技術も有し、基礎的研究をはじめ先端科学技術分野、教育ならびに社会の要請に支援できる基盤的センターとしての役割を果たせば幸に思います。

大学改革が進む中、機器の共同利用により効率よく運営することはこれまで以上に求められ、その責任を重く感じています。これから、皆様から建設的なご提案やご意見をいただき、機器分析センターの発展ひいては岐阜大学の発展に尽くしたい所存でございますので、関係各位の一層のご支援とご協力をお願いいたします。

## 機器充実を願って徒労に賭けた4年間

沓水 祥一（前専任教官）

機器分析センターでは、この4月より新しく金継業先生を専任教官としてお迎えすることになりました。私は、このたび専任教官を辞するにあたり、挨拶させていただきます。

岐阜大学機器分析センターは、皆様ご周知の通り、4年前、旧計測センターを母体に省令化施設として発足したものです。その目的は、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、岐阜大学における教育及び研究の利用に供することにあります。旧計測センターは、それに携われた諸先生方の幾多の苦労と努力の末の産物であると同っております。それゆえ、省令化施設として発足したときには、保有機器の一層の充実と利用者へのサービス向上が学内より期待されたに違いありません。しかしながら、にわか急浮上した大学独法化の荒波もあって、私はセンターの専任教官として結局何もできませんでした。

センターの専任教官の役割は多岐にわたります。理想的には、センターの専門的事務を掌握しつつ、保有機器の専門的な立場からの管理運営をし、かつまたその機器を使ってオリジナリティの高い研究・開発を行うことだそうです。私は、今だから言えますが、その能力がなく、保有機器の専門的な立場からの管理運営・技術指導は専らセンター員の方々にお願いいたしました。センター員の皆様には、その点、腹立たしいこともあったかとは思いますが、常に親切かつ協力的で、厚く御礼申し上げます。言い訳を言わせてもらえば、一人の人間が全部の機器のあらゆる使用法の専門的ノウハウを周知していることなど不可能であり、こんなことは新しい専任教官の金先生といえども、失礼ながらご無理であろうと想像します。センター員の皆様には引き続きご協力いただけますよう、私からもお願い申し上げますとともに、学内の皆様にはセンター員の協力なくしてはセンターの存立はありえない、従ってその寄与は測り知れないものであることを認識していただきたく思います。また、センターの事務のうち、日々の利用者への対応は殆ど、村瀬さんや汲田さんに任せきりでした。ありがとうございました。研究についても、わずかながらに導入されたセンターの装置を積極的に利用して、とは常々思ってはいましたが、職員として優先すべき仕事のために、装置を新たに利用するべく利用者としての一からの技術習得の時間的余裕は余りなかったように思います。

このように振り返りますと、何もしなかったのだから閑だったのご批判もあるかと思えます。センター職員の立場から、教官個人としての研究等の私的な(?)時間を一切なげうってとまでは申しませんが、機器導入の選定にあたっては、当たり前のことですが、私個人の希望は一切無視してきましたし(恵良先生、桑田先生ごめんなさい。これからは利用者として導入を働きかけましょう。)、かなり多くの時間をセンターの種々の業務処理に費やしてきました。それらは、設立当初のセンターの環境整備、新しい装置導入のための利用者からの申請書の書き直しと資料作り、種々の設計図作り、全学へのアピールのためのアンケートなどの広報活動、果てはセンター周辺の駐車違反に煩わされるといったものです。いずれも、今のところ実を結んではいません。その意味でこの文章のタイトルは、少々きざっぽく“徒労に賭けた”と題させていただきます。しかしそれが、センター専任教官の業務の本質です。この点、金先生もご苦労が多いかと思えます。

私は、独法化の荒波の中、岐阜大学がその教育・研究環境を整備しつつ生き残るためには、当センターのような学内共同教育研究施設が大学の中核組織の一つとして機能すべきであると考えます。そのためには、「大学予算の平等配分、センターも一部局」との発想から、センターは大学内の「予算制度の一つ」への発想の転換が、またひとりひとりが大学の構成員として、自分が獲得した機器だから自分で、ではなくて、自分で獲得した機器も可能な限り公開することで、「ひとりひとりが自ら大学を支えていく」という意識への変換が必要であると思われる。どうか、皆様には、センターは何も変わらず、職員は何の努力もしていないなどおっしゃることなく、引き続きご支援を賜りますようお願い申し上げます。どうもありがとうございました。

平成12年11月10日

教 官 各 位

機器分析センター長  
石 原 秀 晴

機器分析センターの将来構想に関するアンケート  
の実施について

本センターは、大型分析機器等を集中管理し、本学における教育・研究の利用に供することを目的とした学内共同教育研究施設の一つであり、皆様のご支援、ご協力のもと今日に至っています。

しかしながら、本センターの現有機器のみでは学内の教育・研究者の測定需要と要望には十分ではなく、更なる研究分野の質的高度化と研究速度の加速化に対応するためにも、機器の充実が急務であります。昨今の国の財政下では新規機器の導入はおろか現有機器の更新すら困難な状況です。また、更新すべき現有機器については、修理部品の確保が次第に困難になり、耐用年数も限界に来ております。本センターは省令化されてから4年が経過しましたが、大学におけるその存在意義すら失いかねない危機に瀕しております。

このような状況に至った原因には、私どもの努力不足がございますが、それ以外に学内からの期待とは裏腹に本センターが運営のための独自の潤沢な財源をもっているわけではないことがあげられます。

しかしながら、いわゆる独立法人化後の大学のあり方を考えてみますと、今日以上に効率的な予算の執行が求められ、機器分析センターのような学内共同教育研究施設こそが汎用機器の集中管理・共同利用を担い、全学の教育・研究を支援していくべきではないかと思われまます。

本センターとしましては、最早、少ない予算を大学内で取り合っている時代ではなく、「部局という枠を外した全学を考慮した共同利用」という点を大学は考えていかなければならない、それこそが、機器等の有効利用と効率の良い管理・運営に繋がり、社会の要請に沿うものと考えます。この「部局という枠を外した全学を考慮した共同利用」の実現のためには、皆様の一層のご支援、ご協力を頂くことが必要であり、すでに2回、皆様よりご意見、ご要望等をいただいております。その結果は本年4月に発行のセンター年報第3号に掲載してございますが、この場をお借りしましてお礼申し上げます。今回は、その結果を踏まえて、さらにつっこんだご意見を皆様に伺いたく、アンケート（裏面）を作成しました。ご協力方よろしく申し上げます。

提出期限	11月21日（火）
提出先	指定の事務担当係等
本件問合せ先	機器分析センター事務室 内線2035

# 昨年（平成12年）11月に実施した全学へのアンケートの結果報告

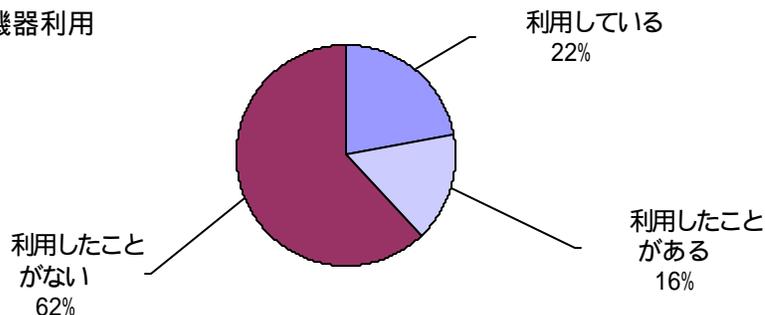
機器分析センター 沓水祥一

<はじめに>

センターは、ともすれば特定の人のみが利用する機関になりかねません。そのため、その運営が適正になされているかに関して、各部局より選出された運営委員により構成された運営委員会で審議されています。しかしながら、私共はそれだけでは十分でないと感じ、昨年度は2度にわたり全学の教官の皆様へアンケートを実施しました。このたびも、全学共同利用施設としてのセンターを全学に広くアピールすること、また今センターが進めようとしている全学の機器集中化と共同管理のあり方についてさらに突っ込んだ意見を頂きたく、昨年11月に3回目のアンケートを実施しました。お忙しい中、数々の貴重なご意見をお寄せ頂きました皆様へこの場をお借りしましてお礼申し上げます。頂きましたご意見・ご批判は今後の運営に活かしたいと思っております。このアンケートをお願いするに当たって、今センターでは何が問題かということをお知らせしましたが、そのときの文章を左のページに再録しました。

以下に、アンケートの結果を掲載します。これらの意見は、今後皆様と全学共同利用施設としてのセンターのあり方を議論していく上で参考になるのではないかと思います。皆様の忌憚ないご意見をお待ち致しております。また、同時に行いました新機種の希望調査では、ご覧になれば分かりますように、同じ測定機器が複数の学部から希望されている例がいくつかあります。これらの機器導入に関しましては、今後センターが果たすべき役割があるように思います。

## (1) 本センターの機器利用

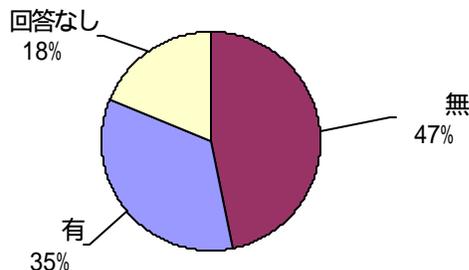


## (2) 本センターの現有機器（16～17ページをご覧ください）以外に希望する機器

無 有（機器名 \_\_\_\_\_ , メーカー名 \_\_\_\_\_ , 価格（概算） \_\_\_\_\_ 万円 ,

機器用途 \_\_\_\_\_

） [別紙添付可]



導入機器希望調査結果 順不同 (今回記入あったもののみを示しております)

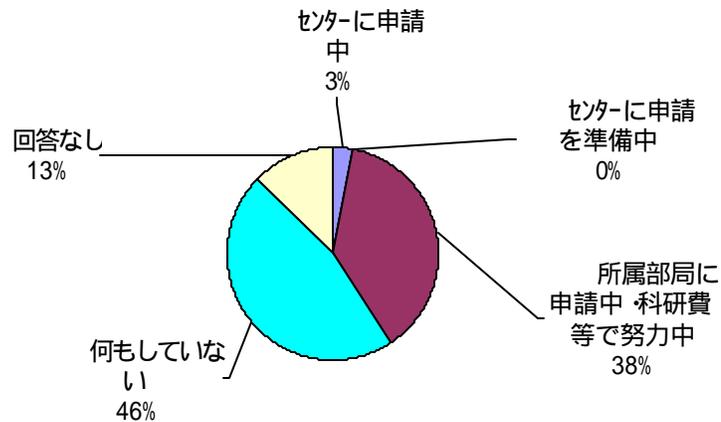
2001/1/23

機器名	用途	部局	機器メーカー	価格
X線回折装置		工 x2		
X線回折装置		医	MAC Science	12000万円
CCD単結晶 X線構造解析装置	単結晶 X線構造解析	工	リカク	6000万円
マイクロESCA	分析用途	工		
X線分析EDX	分析用途	工		
収束イオンビーム装置FB	加工と観察用途	工		
走査型電子顕微鏡		農		
電界放出形走査顕微鏡 FE - SEM	物質表面の高分解能形態観察 観察用途	工 x4	日立	10000万円
Heリークディテクター	真空装置の評価	工	ULVAC	240万円
共焦点顕微鏡	SEMやAFMほど分解能要さない画像の観察	工 x2	キーンス	400万円
超深度形状測定顕微鏡		農	キーンス	1000万円
共焦点レーザー顕微鏡	神経伝達物質の細胞内の局在を調べる.	農	オリンパス	2000万円
レーザー顕微鏡		工	レーザテック	2500万円
3次元断層ナノ空間分光装置	従来の共焦点レーザー顕微鏡 + 分光システム微小空間の各種分光も可能で、生物・医学・物理・化学などの多方面での使用可	工	東京 インストルメンツ	3000万円
2次元レーザー流速計	流体流速計測	工		2000万円
顕微ラマン分光計	材料から生体物質まで用途大	工		
FT-ラマン分光装置	ラマン分光法による生体物質の解析	医	各社	
真空蒸着器 (既設の更新)	ターボポンプと水晶発振器付きで、試料の汚染を最小限にして厚さ既知の金属膜をコート.	工		
高分解能MS	元素分析に代替し、物質合成の際の評価に必要.	工		
タンデムMS	先天代謝異常症の診断・スクリーニング	医	ファルマシア	5000万円
LC-MS		遺		
ダイオキシン分析用MS+ケミカルサートの実験室+人員	ダイオキシン分析	農		20000万円
旋光計	比旋光度の測定	教		200万円
旋光計	旋光度を容易に測定	工	日本分光	290万円
蛍光分光光度計	蛍光プローブのスペクトル解析、偏光解消度測定等。生化学の基本装置の一つ。	工	日立	500万円
Full-Range Beacon 2000	蛍光偏光度測定	農	TaKaRa Code VP2370	768万円
超臨界流体クロマトグラフ		農		
アミノ酸自動分析装置		教	日立が島津	
protein sequencer	タンパク質の一次構造解析	医 x2	ABI	3000万円
軟X線装置		医		
EPIC <sup>R</sup> ALTRA <sup>TM</sup> HyperSort <sup>TM</sup> Type II	フローサイトメトリー	医	BECKMAN COULTER	6900万円

(3)(2)で 有と答えられた方にお伺いします。希望する機器の導入に関して現在どのような行動をとられていますか？

概算要求等でセンターに申請中    概算要求等でセンターに申請を準備中    概算要求等で所属部局に申請中・科研費等で自ら獲得を努力中    何もしていない・自ら概算要求等の申請書を書く気にはならない

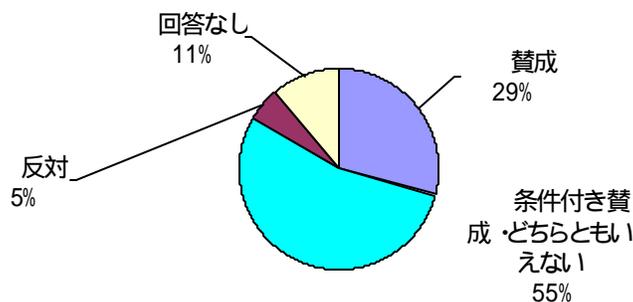
(    の理由    ・時間がない    ・それはセンターの仕事だから    ・申請してもムダだから  
       ・その他 )



(4) これまで、センターには多くの方々から現有の機器の更新と新規の機器の導入に関して要望が寄せられてきましたが、それらは省令化以後殆ど果たされずにいます。これには、私どもの努力不足や本センターが独自の潤沢な財源をもっていないこと、また本センターへの機器集中化に関してまだ全学のコンセンサスが十分得られていないことがあります。

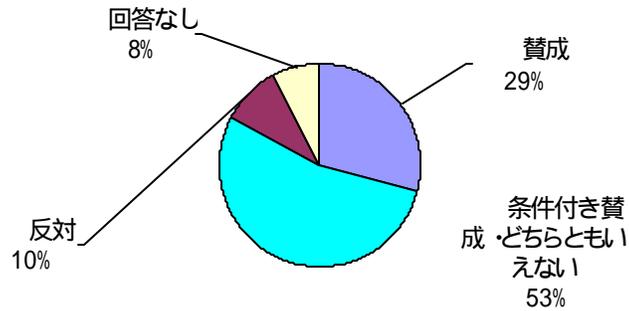
独法化後は大学が生き残るためにも大学内の予算の益々の効率的執行が求められることになると思われますが、機器導入に関しては機器分析センターのような学内共同教育研究施設に優先的に予算を配分すべきであるとの意見にどうお考えですか？

賛成    条件付き賛成・どちらともいえない    反対    (理由・センターも一部局であり、各部局平等であるべき    ・その他 )



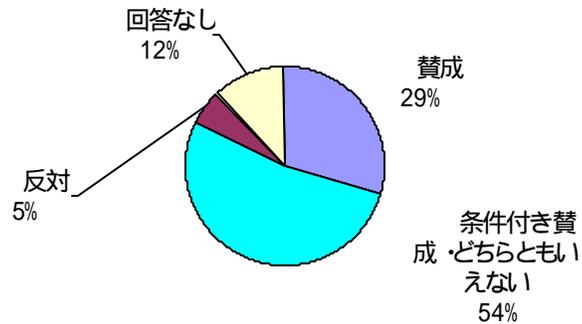
(5) 各部局へ導入される機器の中で共同利用性の高い汎用機器は、全学への利用の便を図るためにも、優先的に本センターに配備されるべきとの意見にどう思われますか？

賛成 条件付き賛成・どちらともいえない 反対 (理由・装置は手元に置きたい ・センターに置いてもメリットがない ・その他 )



(6) 概算要求等で各部局から要望される機器のうち共同利用性の高い汎用機器は、制度上、本センターを通して申請されるべきとの意見についてはいかがでしょうか？

賛成 条件付き賛成・どちらともいえない 反対 (理由 )



- (7) その他、本センターへの機器集中化に対するご要望、ご意見、ご批判等をお聞かせください。  
(8) その他、本センターについてのご要望、ご意見、ご批判等をお聞かせください。

以下、意見文中のカッコは編集部で加筆、また部局名以降の文章はセンターのコメントです。

**= 機器の集中化を（積極的に）支持する意見 = (3名)**

個人的には利用することはないと思われるが、効率的な予算の執行と利用者の便宜との兼ね合いを検討した上での集中化には反対ではない。(地域学部)  
いつも親切で丁寧な対応で大変優れていると思います。(医学部)  
集中化は管理上よい。誰でも利用できる配慮が必要。(医学部) 利用・測定に対するサポートが必要ということか。

**= 機器の集中化に関しては大型機器に限るべきとの意見 = (4名)**

一般的に高額の大型機器は集中化すべき。(教育学部)  
非常に高価な機器については有用と思われる。(医学部)  
利用頻度の少ないもので(も汎用的かつ基本的で)高額な機器に関してはセンターに集中すべきだが、常時使用するものは各講座へ設置するのが望ましい。(附属病院)  
大学全体で大型の研究実験機器を集中管理することは今後ますます重要になる。(工学部)

**= 機器の集中化あるいは共同利用の効果に懐疑的または批判的な意見、また根強い“装置は自分のところで”との意見 = (14名)**

共同利用性は必要だが、汎用機器の集中化は効率的でない。むしろセンターでしか設置できない高度な分析装置の整備が必要。(工学部)  
メンテナンスが適切に行われるのであれば、集中化もいいけれど。(工学部)むしろ集中化の効用に疑問を表明  
機器の管理体制など不明な点もあるので、統合までに情報を知りたい。(医学部)同じくメンテナンスに対する疑問  
装置の更新、修理の際の予算措置等にメリットがあれば自然に集中化に向かうはず。(工学部)  
同じく、現実的にはメリットがない、あるいはメリットをつけるべきとの意見  
予約を必要以上に入れる、あるいは測定機器を汚したままなど(利用者の)モラルが低く、従ってセンターへの共同利用機器の設置には反対である。(工学部)  
(概算要求で機器を)申請するのであれば、研究室として申請し、物品を研究室で所有したい。(工学部)  
各部局の特性を伸ばすには独立性を残しておくべき。(医学部)  
ただでさえ少ない予算の優先的配分は短絡的でコンセンサスは得られない。(医学部)  
利用しにくい、あるいは利用されていない機器に予算を使うのはムダ。共同利用機器は結局利用できる内容(仕様)にならない。(医学部)  
研究を進める過程で極めて必要性の高い機器をその都度購入するのが現実的で、講座予算をなくして(削って)センターに集中させるのは研究を却って阻害させる。(医学部)  
ある機器に利用が集中した場合、自分の使用したい時間に使えない等の利用時間の制限が生じるが、その対策はどのようにするのか?(附属病院)  
共同利用は、利用したいときに利用できず不便。(医学部)  
医学部としては、移転後考える必要のあることである。(医学部)  
医科系は医療行為に用いる薬剤や細胞を扱うため、Biohazardの問題から機器の共通利用は不可能ではないか。(附属病院)

**= 集中化とともに(よりも)人員の増員を、あるいは依頼分析を希望との意見 = (8名)**

集中化とともに、技官の増員も必要。(工学部)

機器分析センター、遺伝子実験施設（特にTOF-MS、Biacore、レーザー顕微鏡などRIを使わなくてよい機器）、地域共同研究センターの機器を一緒にして、一つの建物中で運用してほしい。専任の技官を増員すべき。あと2名は必要。（工学部）理想的だが・・・

集中化する機器を管理する技官を併せて考えないと、集中化は成功しない。（農学部）

機器集中化ばかりでなく、技官の数も充実して、いつでも誰でも気軽に利用できる体制作りが必要。（農学部）

機器集中化ばかりでなく、それを操作できる常駐の専任オペレーターのサポートがあると理想的。（医学部）

学内外ともに依頼分析ができる組織作りが必要。（工学部）

週1度程度の低料金の依頼分析を希望。（工学部）

技官の増員と、依頼分析の実施。（工学部）

#### = 集中化をする際の注意に関して = (4名)

##### 全学からのしっかりした意見の徴集

しっかりとした要望機器のアンケートをとること、また各部局各講座の機器も含め現有機器の使用状況、運用状況等を公開した上で、センターを中心に申請すべき。（工学部）

どの部局が何を要求しているのかをOverviewできるホームページがあると便利。部局施設間で最適な物品配置（はどうあるべきか）をとらえ直す時期である。（遺伝子）いいアイデアだと思います。とりあえず、機器分析センターが今何を要求しているかについては、89ページに紹介しました。センターの将来構想を策定するのは意義深い。（このアンケートの結果の）全学への広報の徹底が必要。（工学部）

農工学部では研究室レベルでの機器を要求しているように見える。（教育学部）

#### = 共同利用形式・メンテナンスに対する注文 = (2名)

遺伝子実験施設のように、試薬の補充等のメンテナンスもセンターでやってもらいたい。（教育学部）利用者へのサービスが足りない！？

共同利用に関しては、利用者の消耗品の負担をどうすべきかが問題。（医学部）利用料金の負担軽減希望か。

#### = その他運営に関する注文や批判 = (10名)

##### 機器の用途等に関するセンターの宣伝、それに関するセミナーの開催、初心者へのマニュアルの整備、予約システム、データ解析に対する支援、24時間利用・測定サポートシステム...

教官の指導による学生の機器利用を促進させる。有資格者（となるため）の実技試験を行う。（工学部）

時折（でよいから）セミナーを開催してほしい。（医学部）

センターの宣伝が足りない。（医学部）

ハード（機器）だけでなく、ソフト（データ解析用の（？）市販やフリーウェアのソフト）にも目を向けては如何でしょうか。もちろん総合情報処理センターと協力して。（医学部）

機器の予約をインターネット上でできるように希望。（工学部）

24時間使用したいときに（予約なく自由に）使用できるシステムにしてほしい。（医学部）

24時間営業にしてほしい。（附属病院）現時点でも深夜利用は認めているが、深夜も常駐するオペレーターが必要ということか。

各装置に対して、初心者へのマニュアルを整備すべき。（工学部）

設置機器の用途・使用法について時々情報を流してほしい。（農学部）

かつて化学分析機器でない大型機器は受け付けないと答えられ、エゴを感じました。（遺伝子）すいません。

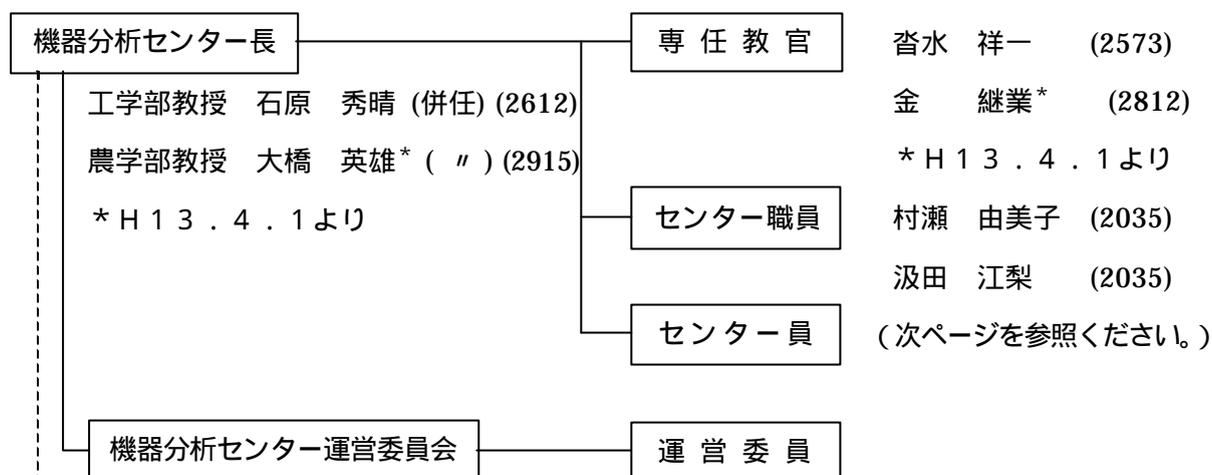
## 1. センターの目的

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

## 2. 沿革

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

### 3. 管理運営組織図 ( )内は内線番号



区 分	平成 1 2 年度運営委員	平成 1 3 年度運営委員
機器分析センター (委員長)	石原 秀晴 (2612)	大橋 英雄 (2915)
教育学部	吉松 三博 (2251)	吉松 三博 (2251)
地域科学部	粕谷 志郎 (3073)	粕谷 志郎 (3073)
医学部	恵良 聖一 (71-2225)	小澤 修 (71-2232)
工学部	佐々木 重雄 (2679)	若井 和憲 (2534)
農学部	長岡 利 (2931)	山内 亮 (2930)
医学部附属病院	飯田 宏樹 (71-2294)	飯田 宏樹 (71-2294)
医療技術短期大学部	松宮 良子 (3227)	
	* 9月30日まで	
機器分析センター	沓水 祥一 (2573)	金 継業 (2812)

総務部研究協力課

課 長

高木 吉郎 (2010)

榑野 友栄 ( " ) H 1 3 . 4 . 1 より

専門職員 (研究助成担当) 三宅 良一 (2088)

#### 4 . センター員名簿

は機器取扱責任者

H 1 2 . 1 1 . 1

機 器 名	氏 名	電 話 番 号	部 局
電子顕微鏡 ( T E M )	大 矢 豊	2 5 8 9	工学部
	橋 場 稔	2 5 6 8	"
	杉 浦 隆	2 5 9 0	"
	大 和 英弘	2 6 8 2	"
	櫻 井 宏紀	2 8 8 6	農学部
	河 合 啓一	2 9 0 5	"
	吉 崎 範夫	2 8 5 3	"
	山 本 欣郎	2 9 3 7	"
	酒 井 洋樹	5 2 3 6	"
生体分子高次構造解析システム ( C D ・ S F )	杉 原 利治	2 3 0 6	教育学部
	恵 良 聖一	7 1 - 2 2 2 5	医学部
	平 松 宏一	2 5 9 5	工学部
	前 澤 重禮	2 8 9 8	農学部
	葭 谷 耕三	2 9 2 3	"
	下 山 田 真	2 9 2 4	"
複合型表面分析装置 ( E S C A )	紘 村 知之	2 6 2 6	工学部
	伊 藤 貴司	2 6 8 0	"
	櫻 田 修	2 5 7 4	"
	吉 田 司	2 5 9 3	"
	窪 田 好浩	2 6 0 0	"
	大 場 伸也	2 8 5 1	農学部
質量分析装置 ( M S )	松 居 正樹	2 6 0 1	工学部
	北 出 幸夫	2 6 4 0	"
	竹 内 豊英	2 8 0 6	"
	山 内 亮	2 9 3 0	農学部
	河 合 真吾	2 9 2 0	"
フーリエ変換核磁気共鳴装置 ( F T - N M R )	吉 松 三博	2 2 5 1	教育学部
	下 山 田 真	2 9 2 4	農学部
	桑 田 一夫	7 1 - 2 2 2 6	医学部
	石 田 勝	2 6 1 3	工学部
	村 井 利昭	2 6 1 4	"
	窪 田 好浩	2 6 0 0	"
	瀧 瀬 守	2 6 1 9	"
	石 田 秀治	2 9 1 8	農学部
	重 松 幹二	2 9 2 2	"
	柳 瀬 笑子	2 9 1 4	"
誘導結合プラズマ発光分析装置 ( I C P )	櫻 田 修	2 5 7 4	工学部
	伴 隆幸	2 5 8 4	"
	義 家 亮	2 5 8 8	"
	金 継業	2 8 1 2	"
	発 正浩	2 9 1 2	農学部
	小 山 博之	2 9 1 1	"

機 器 名	氏 名	電 話 番 号	部 局
走査型プローブ顕微鏡 ( S P M )	杉浦 隆	2 5 9 0	工学部
	桑田 一夫	71-2226	医学部
	近藤 明弘	2 6 9 3	工学部
	大矢 豊	2 5 8 9	"
	武野 明義	2 6 2 9	"
	石黒 亮	2 6 0 7	"
時間分解蛍光光度計 ( N A E S )	山家 光男	3 0 5 2	工学部
	林 知也	71-2227	医学部
	亀山 啓一	2 6 0 8	工学部
	鈴木 徹	3 1 7 4	遺伝子実験施設
超高速現象解析システム ( U H C ・ H V ・ I I ・ P G ・ C V L ・ T C )	高橋 周平	2 5 3 9	工学部
	花村 克悟	2 5 3 6	"
	国枝 稔	2 4 0 8	"
	王 道洪	2 7 0 2	"
小型機器 ( U V ・ I R )	沓水 祥一	2 5 7 3	センター
	佐藤 節子	2 2 5 4	教育学部
	石黒 亮	2 6 0 7	工学部
スキャナー・ピクトログラフィー	山本 欣郎	2 9 3 7	農学部
	杉浦 隆	2 5 9 0	工学部
コールドコンバーター	沓水 祥一	2 5 7 3	センター
	重松 幹二	2 9 2 2	農学部
計測情報システム	杉浦 隆	2 5 9 0	工学部

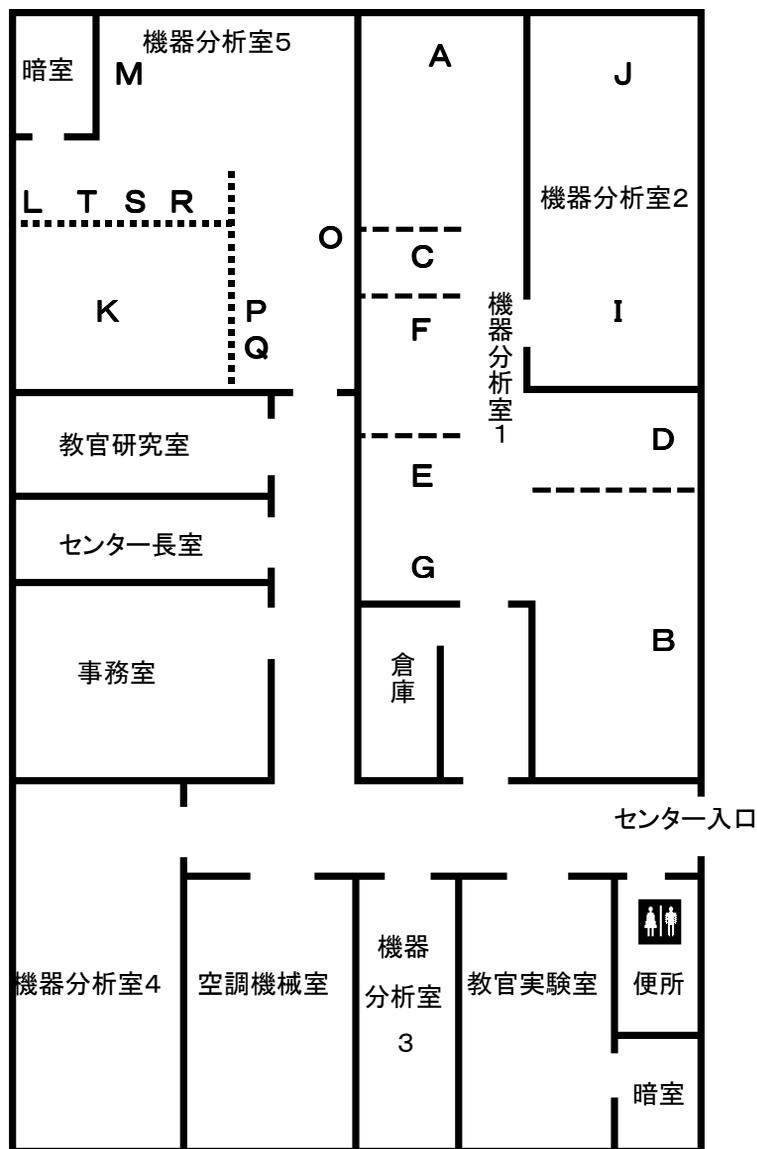
## 5. 設置機器等一覧および機器の説明

H13.3 現在

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

品名	規格
12. 有機微量元素分析装置 (CHNO) オートサンプラー	ヤナコ MT-6 ヤナコ MTA-620
13. その他 超音波洗浄器 直示天秤	BRANSONIC 220 ザルトリウス 2474

# 機器分析センター案内図



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

## 1. 超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置 (FT-NMR)

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

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

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

当センターには、次の3種のFT-NMRが設置されている。

### 1) バリアン UNITY INOVA 500 (機器分析室4)

(500MHz)

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

### 2) バリアン UNITY INOVA 400 (機器分析室4)

(400MHz)

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

### 3) バリアン GEMINI 2000/200 (機器分析室3)

(200MHz)

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

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

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

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

The Center has three FT-NMR spectrometers.

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

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

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

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

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

(200 MHz)

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

## 2 . 質量分析装置 (MS)

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

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

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

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

(性能)

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

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

(試料導入)

直接導入およびガスクロマトグラフを用いた間接導入

(イオン源)

イオン化法 : 電子衝撃 (EI) 法および化学イオン化 (CI) 法 ;

イオン化電圧 : 20 および 70 eV

(測定)

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

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

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

(性能)

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

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

(試料導入)

直接導入およびガスクロマトグラフを用いた間接導入

(イオン源)

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

法; イオン化電圧: 連続可変

(測定)

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

(特殊測定)

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

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

(コンピュータ)

容量: 9.5 メガバイト

(能力)

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

4) 平成 12 年度末に高分解能二重収束型の GC Mate II GCMS システム (日本電子) が導  
入されました。(機器分析室 1) (7. 新機種導入の項をご覧ください)

## 2. Mass Spectrometer System (MS)

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

The molecules of the volatile sample are ionized and divided into lower molecular mass ions (fragment ions) in the ionization room. The resulting positive charged molecule and its fragment ions are accelerated into magnetic field unit

which separates them in space according to their masses, and the detector responds to the arrival of the ions. The record of ion abundance versus mass, which is usually called a mass spectrum, shows a pattern inherent of the molecule analyzed, and therefore, by using the mass spectrum, we can identify the molecule and determine the molecular weight and molecular structure of known or unknown compounds.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

(Computer) Capacity: 95 Mbits.

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

4) JEOL GC Mate II GCMS system, double focus type, was newly installed on March, 2001. (Room 1) (see p. 58).

### 3. 電子顕微鏡

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

#### 1) 透過像観察(TEM) (機器分析室 1)

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

#### 2) 走査像観察(SEM) (機器分析室 1)

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

### 3) 電子線回折(ED) (機器分析室1)

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

### 4) X線分析(EDX) (機器分析室1)

試料に電子ビームを当て、放出される特性X線のエネルギーをシリコン検出器で受け、含まれる元素の分析を行うことができる(エネルギー分散型)。SEM像、TEM像を観察しながら希望の部位の点分析、線分析および面分析を行うことができ、得られたデータはKevex 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、画像処理により、元素の分布を実像と重ね合わせるなどいろいろな表現方法が可能である。

### 5) 電子線エネルギー分析(EELS) (機器分析室1)

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

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

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

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

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

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

## 3. Electron Microscope

The Hitachi H-8100 is a high voltage electron microscope designed to meet various modern scientific requirements from materials science to biomedical applications. When the H-8100 is used in conjunction with other instruments, e.g.,

the scanning electron microscope H-8010, the energy dispersing X-ray analyzer Kevex Analyst 8000 (which will be renewed by a Kevex DELTA software FLAME on March, 2000) and the electron energy loss spectrometer H-8020, the H-8100 is capable of performing various functions listed below according to the user's needs.

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

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

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

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

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

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

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

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

An elemental microanalysis can be made by detecting a specific X-ray energy emitted from specimens on application of the electron beam. Point, line, and area analyses can be made by viewing the SEM and TEM images of the specimens. The obtained data are analyzed qualitatively and quantitatively with a Kevex-DELTA

software FLAME. By digital imaging various expressions of the data are possible, for example, the STEM image decorated with elemental mapping.

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

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

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

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

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

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

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

### 4 . 複合型表面分析装置 (ESCA) ( 機器分析室 1 )

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

できる。軟X線照射の代わりに電子線照射を用いれば、放出するオージェ電子のエネルギーを測定することで、主として導電性固体の表面元素分析を行うことができる（オージェ電子分光（Auger Electron Spectroscopy [AES]））。またアルゴンイオン照射を用いれば、放出するイオン（二次イオン）の質量数を測定することでも、表面の組成分析が可能である（二次イオン質量分析(Secondary Ion Mass Spectroscopy [SIMS]））。

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

#### 主な応用分野

材料科学方面：

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

表面・界面現象の解明：

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

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

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

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

#### Main Applications

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

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

### 5 . 生体分子高次構造解析システム

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

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

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

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にもできる。

センターの生体分子高次構造解析システムは、円偏光二色性分散計として日本分光の J-600 を、ストップフロー分光光度計として大塚電子の RA-401 を備えている。センターのシステムは、上述の生体分子の高次構造の決定や生体系の化学反応メカニズムの解明以外にも、たとえば、コレステリック液晶やスメクチック C\* 液晶を発現する分子（これらはキラルな分子である）の立体配置の決定、あるいはまた酸塩基反応、酸化還元反応、遷移金属錯体の形成反応、有機化学反応、触媒反応といった種々の化学反応の解析にも十分に役立つものである。

円偏光二色性分散計（機器分析室 1）

日本分光の J-600 試料の様態： 液体もしくは固体

測定波長域： 700-180 nm

測定可能吸光度： 2 まで

測定温度： 室温から約 95

ストップフロー分光光度計（機器分析室 1）

大塚電子の RA-401 試料の様態： 液体のみ

測定波長域： 800-200 nm

反応速度： 0.1 ms-30 ms、7 段切換

測定温度： -20 から約 95

## 5. Analytical System for Biomolecular Conformation

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

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

pattern inherent of the absolute configuration present in a biomolecule and hence, can be used to determine the absolute configuration of optical isomers in unknown compounds.

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

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

JASCO J-600 CD spectrophotometer (Room 1):

Sample type: liquid or solid

Range of wavelength: 700-180 nm

Range of absorbance: <2

Range of temperature: room temperature to about 95

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

Sample type: liquid only

Range of wavelength: 800-200 nm

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

Range of temperature: -20 to about 95

## 6 . 超高速現象解析システム

本システムは、ナノ秒(ns)オーダーまでの自然界の様々な超高速現象、たとえば稲妻の伝播過程、材料の破壊過程、乱流の発生過程、さらにはミクロなレベルでの半導体中の

電子-正孔反応などを、光もしくは熱によって、あるいはフォトルミネセンス現象を通してリアルタイムで追跡し、解析することができる。大きく分けて高速度撮影カメラ・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。

## 1) 高速度撮影カメラ・ビデオシステム

当センターには、次の装置が設置されている。

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

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

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

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

### 3. 光増幅光学装置:ILS (機器分析室5、持出可)

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

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

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

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

撮影速度は60 fps、検出波長は3 μ~5 μ(PtSiショットキー型IR-CCD)。画素は、H768xV494(シャッタ非動作時)、総画素数は41万(H811xV508)。また、測定可能温度範囲

は -20 ~ 2000 (フィルタにより -20 ~ 190、150 ~ 500、400 ~ 2000 を選択します)。レンズは F1.2, f45mm (F はレンズの明るさ(の逆数)、f は焦点距離)で、最短撮影距離 0.5 m となっている。出力は NTSC, RS232C, NIKON 専用デジタルコネクタと三種類可能。冷却方式はスターリングクーラ(つまり液体窒素などの供給は不要)で、傾斜使用制限が液体窒素使用と比較して大幅に緩い。

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

## 2) 時間分解フォトルミネセンス(PL) (機器分析室5)

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

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

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

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

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

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

This system is useful to analyze various ultra-high-speed phenomena in nature, such as transfer process of a flash of lightning, destruction process of materials, formation process of turbulent flow, or in more micro-scale level, re-combination of an electron and a positive hole in semiconductors, etc., which are observed *in situ* visually, thermally, or through photoluminescence processes in the time scale up to of the order of nano seconds. This system consists of two analytical systems, a high-speed camera and video system and a time-resolved photoluminescence spectrophotometer.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

This system is also capable of 50 kHz burst mode with external circuits.

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

This measures the temperature distribution of materials as a thermal vision image and analyzes. The detector is a PtSi Schottky type Infrared-Charge Coupled Device (IR-CCD), which can detect an electromagnetic wave of a wavelength of 3-5  $\mu$  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 of lens: F1.2, f45mm, where F is inversely proportional to the brightness of the lens and f is the focus distance. The minimum camera distance is 0.5 m. Output type: NTSC, RS232C, and Nikon special digital connector.

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

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

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

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

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

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

## 7. 走査型プローブ顕微鏡システム (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。当センターの走査型プローブ顕微鏡はセイコーインスツルメンツの SPI3800 で、試料の大きさは 45 mmx45 mmx5 mm 程度、面内に 0.2 nm、垂直方向に 0.01 nm の装置分解能をもち、条件によっては原子レベルの観察もできる。ユニットの交換により、原子間力顕微鏡 (AFM)、走査型トンネル顕微鏡 (STM)、摩擦力顕微鏡、電気化学 AFM、マイクロ粘弾性 AFM (VE-AFM) などの測定が可能であり、液中 (溶液量は 1 mL 以下で測定可能) 温度可変 (-140 ~ 300 ) および真空下で測定する設備を備えている。

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

< 測定モード >

コンタクト AFM、液中コンタクト AFM、電流同時測定 AFM、表面電位顕微鏡、DFM (ダイナ

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

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

This system detects the atomic force or the tunnel effect between a measurement sample and the probe of this system and analyzes the information of the shape, friction of the surface, and others. It has an equipment resolution of 0.2 nm in the surface, 0.01 nm to the perpendicular direction of the sample. It is possible to do even the observation of the atomic level imaging under the optimal conditions.

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

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

### Measurement modes

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



マイクロ波加熱試料分解システム  
純水製造装置

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

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

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

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

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

pretreatment of the sample for ICP-AES can be undertaken with ease and rapidly, in contrast with other atomic spectroscopies.

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

RF generator: Operating frequency: 40.68 MHz

Operating power: 0.7-2 kW

Detector: Wavelength range: 178-808 nm

Detectable concentration: 1 ppb-1000 ppm

Ultrasonic nebulizer

Hydride vapor generation unit

Autosampler

Microwave sample preparation system

Water purification system

## 9. 分光光度計 (紫外可視・赤外)

### 1) 紫外可視分光光度計

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

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

### 2) 赤外分光光度計

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

当センターにはパーキンエルマー システム 2000型(機器分析室1)が設置されている。この機器は、マイケルソン型干渉計を用いたフーリエ変換型である。このタイプの装置は、干渉計の制御にレーザー光を、またフーリエ変換という数学的操作を用いることにより高分解能、高い波数精度、高感度が実現でき、スペクトルの積算測定や高速測定が可能とな

り、またスペクトルの数学的な処理(加減乗除,微分積分など)が容易に行える。また HATR (水平型内部多重反射測定装置)の使用により、従来の赤外分光光度計では測定が難しかった水溶液、ペースト等のスペクトルを得ることができる。

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

### 1) UV-visible Spectrophotometer

Absorption of the ultraviolet (UV) and visible (vis) light with a wavelength of 200-700 nm by a given molecule is dependent on its electronic structure. In other words, the origin of such absorption is a transition of electron in the ground state level to an upper level, and typical examples are the d-d transitions in the transition metal compounds and  $\pi$ - $\pi^*$  transitions in organic compounds with double bonds. Therefore, UV-vis absorption spectroscopy is used for identification and quantitative analysis of such types of compounds, and sometimes, for getting information on the electronic structure of unknown compounds.

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

### 2) Infrared Spectrophotometer

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

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

## 10 . 液体窒素供給装置 (屋外)

コールド・コンバーターは液化ガスを貯蔵し、これからガスや液化ガスを取り出すための装置である。液化ガスはメーカーからタンクローリーで運ばれ、コールド・コンバーターに移される。センターのコールド・コンバーターは液体窒素専用の貯蔵・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。

なお、ご利用にあたっては、P.61の別表1「液体窒素取扱講習会資料」をご遵守下さい。

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

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

## 11 . 画像処理システム (機器分析室5)

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

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

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

## 6. 設置機器使用方法紹介

### 透過型電子顕微鏡の構造と各部の機能について

(試料ホルダーの取り外し方法・試料の装填法・新しいフィルムの装填方法)

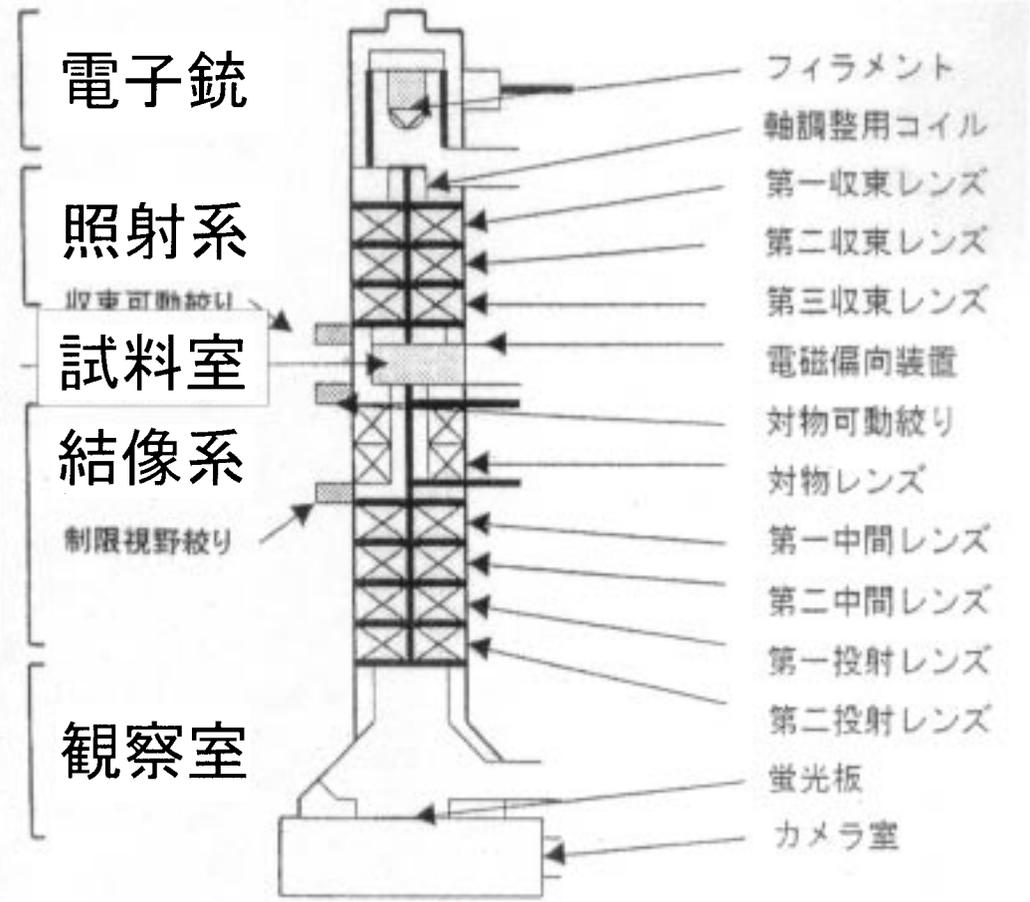
岐阜大学機器分析センター 村瀬由美子



# 透過電子顕微鏡の概略図



カメラ室



## 1. はじめに

TEM 本体は「鏡体部」「真空排気部」「高圧トランス及び電源部」の三つの主要部分から構成されている。

鏡体部は TEM の構成のなかで最も重要な部分で図-2 の上の方から、①電子を発生させる電子銃部、②電子線の明るさや観察領域をコントロールする照射系レンズ部、③試料を保持し上下水平移動、回転、傾斜する試料室、④像や電子回折パターンを拡大する結像系レンズ部、⑤蛍光板上で拡大像や電子回折像を観察したり、フィルムへ記録する観察室から構成されている。

## 2. 電子源と照射系

### (1) 電子銃部

電子銃部は電子を発生させる部分であり、それは図-3 のような断面構造をしている。フィラメントに電流を流して電子を発生させるが、ウエーネルトは発生した電子線を電界を用いて収束させる働きがある。さらにアノードは電子線を加速する働きがある。

電子源のフィラメントは「タングステンヘアピン型」を使用している。

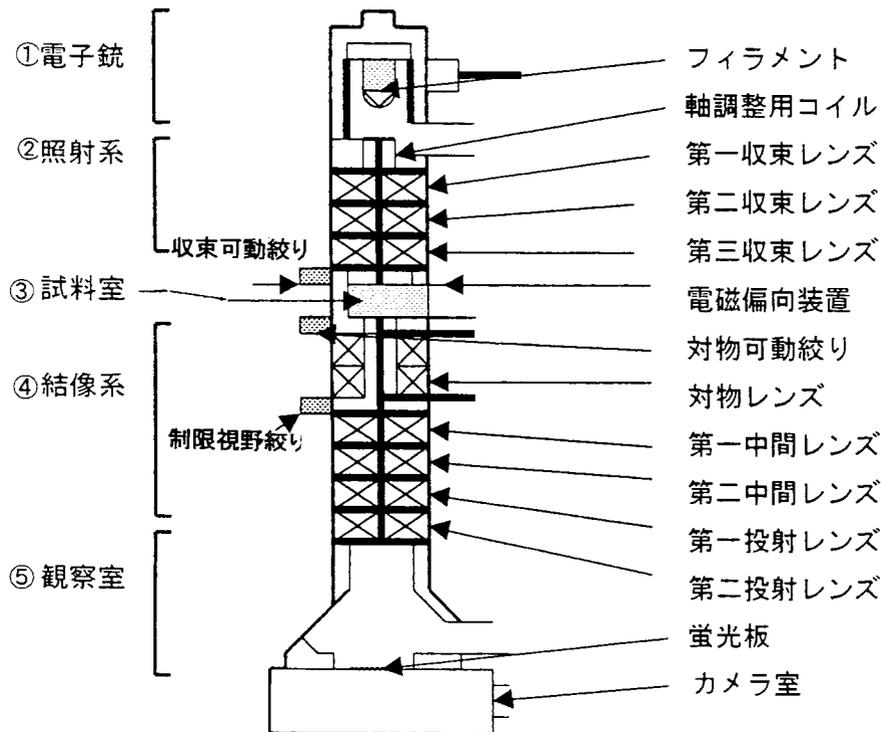


図-2 TEM の鏡体断面図

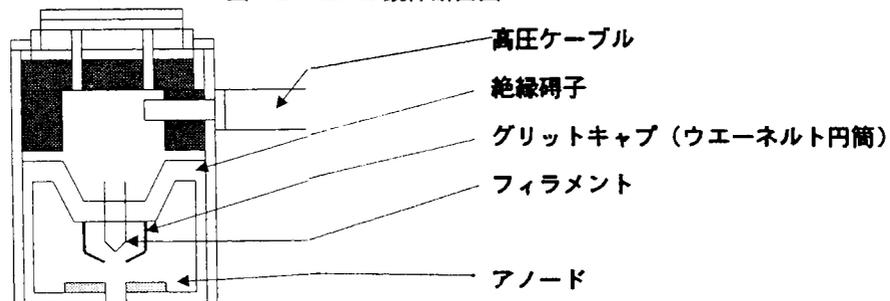


図-3 電子銃部断面図

## (2) 照射系レンズ部

照射系レンズ部は電子銃部で加速された電子線の明るさや観察領域をコントロールする2～4個の収束レンズと軸調整コイル、および絞りとで構成されている。

## (3) 収束レンズ

収束レンズは図-4の様に励磁コイル、ポールピースと磁気ヨークで主要部を構成している。

収束レンズは試料に照射する電子線の明るさや照射領域をコントロールする。2～4段の収束レンズで構成されている。電子銃部で収束した電子線はさらに第一収束レンズによって収束され0.1マイクロンから数マイクロンの電子線となる。第二収束レンズより後のレンズはこの電子線を広げたり、絞ったりして試料への照射面積を変える役割をする。

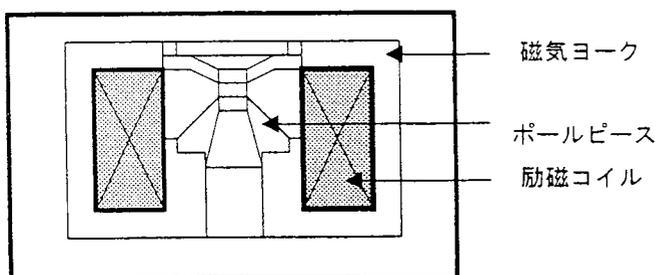


図-4 収束レンズ断面図

## 3. 結像系レンズ部

結像系レンズ部は「対物レンズ」「中間レンズ」と「投射レンズ」で構成されている。結像系レンズ部の中間レンズと投射レンズの基本構造は、前述の収束レンズの構造と同じである。

### (1) 対物レンズ

対物レンズは図-5のような構造をしている。上部ポールと下部ポールの間に観察用試料を挿入する。

対物レンズは結像系の初段に位置するレンズで、像の焦点合わせを行う重要なレンズである。他のレ

ンズと違って、強い励磁条件を必要とするため、通常2段の励磁コイルを設けている。焦点距離は数mm以下で、倍率は50～100倍になっている。

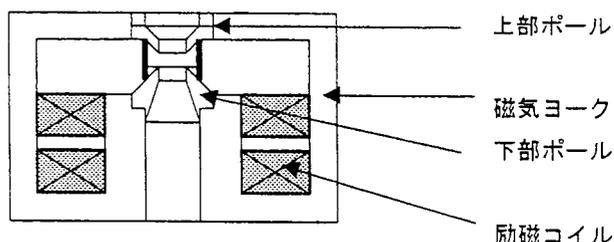


図-5 対物レンズの断面図

### (2) 中間レンズと投射レンズ

中間レンズと投射レンズはいずれも結像系レンズを構成するレンズである。対物レンズの次に設置されていて、対物レンズの透過像や回折パターンを拡大、投影するレンズである。各レンズは励磁条件をいろいろ組み合わせて、焦点距離（倍率）やカメラ長を変えることができる。特に中間レンズは焦点距離を変え、ピントを変えれば電子回折モードと、拡大像モードとを簡単に瞬時に切り替えできる。

## 4. 可動絞りの働きについて

通常TEMには、モリブデンの金属板に10～300μmφの小孔が空けられた絞りが付いている。それぞれ収束可動絞り、対物可動絞り、制限視野可動絞りと呼ばれる。

### (1) 収束可動絞り

収束可動絞りは照射系の中であって、試料に照射する電子線と試料とのなす角度、すなわち電子線の照射角度を変える働きをしている(図-6)。孔径の小さな絞りを用いれば、より平行で干渉性の高い電子線を取り出すことができる。

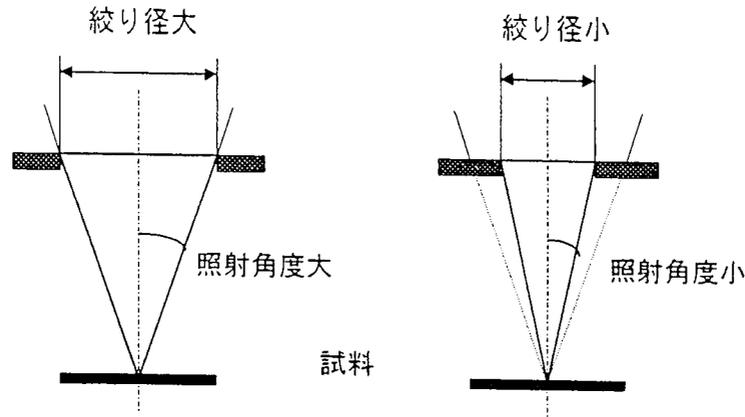


図-6 絞り径と照射角度の関係

## (2) 対物可動絞り

対物可動絞りは対物レンズの中であって、試料直下の後焦点面に位置する。試料を透過した散乱電子をカットしてコントラストを増加させる働きをしている(図-7)。

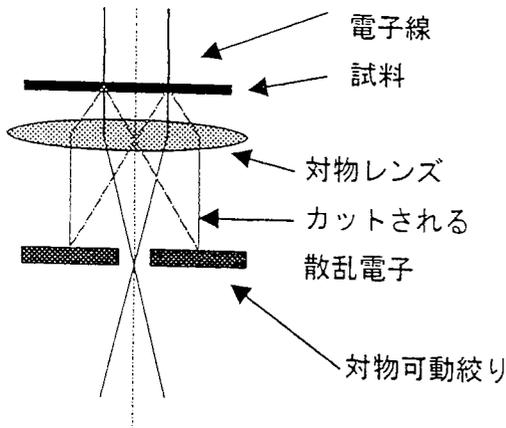


図-7 対物可動絞り

## (3) 制限視野可動絞り

制限視野可動絞りは対物レンズと中間レンズの間にあり、試料の視野領域を選択しその領域円だけでの電子線回折線を得る場合に用いる。

## 5. アライメント (軸合わせ)

ベストの TEM 性能を引き出すには、TEM の各種レンズの電子光学系をきちんと合わせることが大切である。最新の TEM では電子レンズの加工精度が向

上したため、機械的な軸合わせは不要である。

TEMの軸調整には大きく分けてフィラメント軸調整、照射系レンズ系の調整、結像レンズ系の調整がある。

### (1) フィラメント軸調整

フィラメント軸調整は軸調整コイルを用いてフィラメント中心軸を調整することにより、フィラメントから発生する電子線を効率よく得ることができる。

### (2) 照射系レンズの調整

照射系レンズの調整はまず像質を向上させることであり、収束可動絞りを挿入する。次に電子線が同心円状に広がるように収束可動絞り位置を調整することにより、明るさ (BRIGHTNESSつまみ) を動かしても電子線の逃げが無いようにする。

### (3) 結像系レンズの調整

結像系レンズの調整は対物レンズと結像系レンズの電子光学中心軸を合わせるために、電磁偏向装置を用いて調整する。これにより、フォーカス変更時の逃げを無くして像質を向上させる。

軸合わせは、ユーザーの希望条件によりその都度調整します。サンプルを持って来て頂ければ観察できます。実際に観察するときには慣れない方はこちらで指導しますので申し出てください。

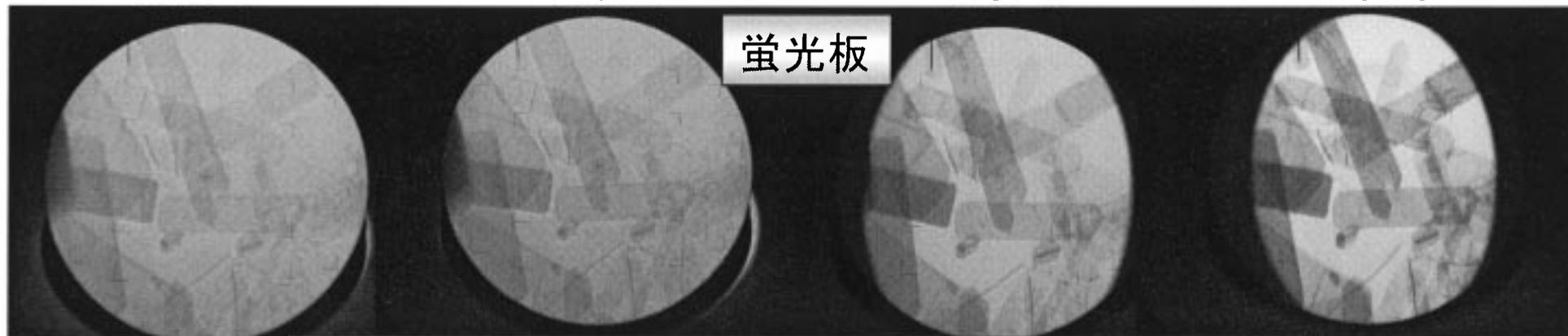
# 対物可動絞りを変えた時のTEM画像

No. 0

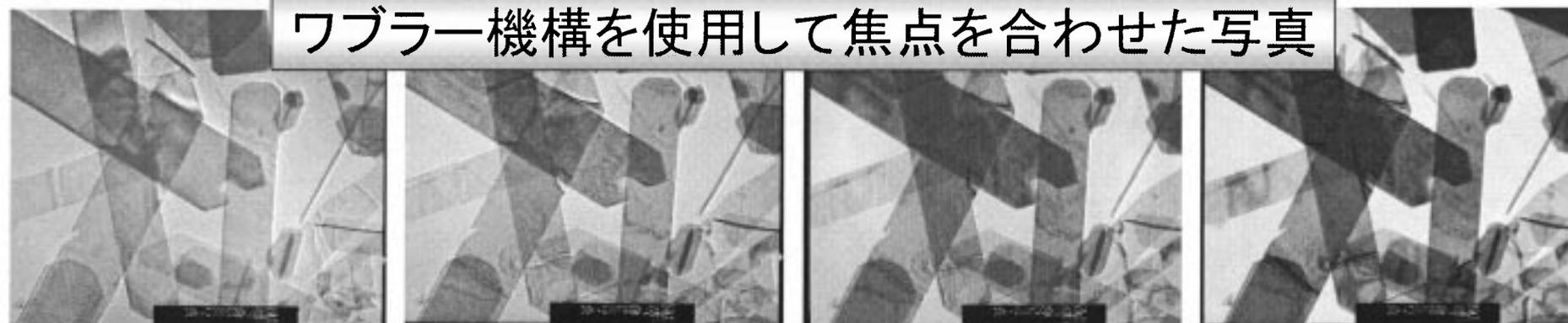
No. 1

No. 2

No. 3



ワブラー機構を使用して焦点を合わせた写真

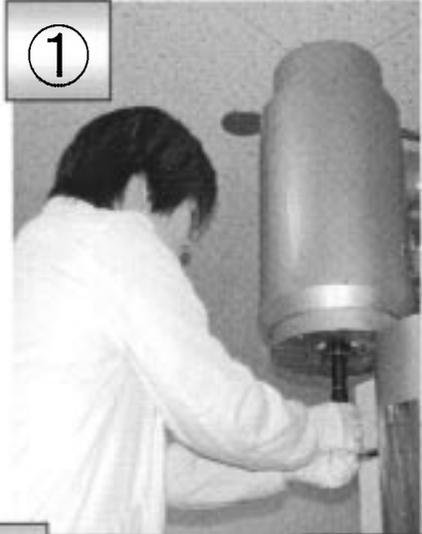


目視で焦点を合わせて撮影した写真

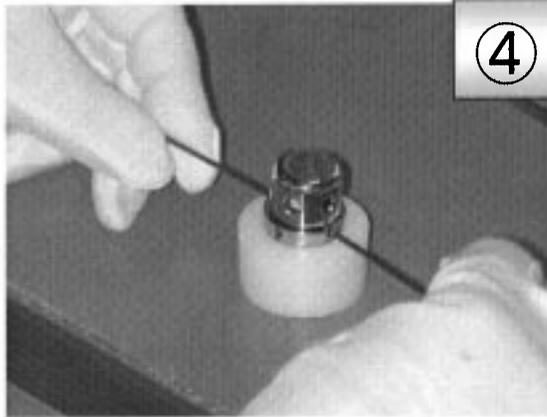


酸化モリブデン, 30,000倍, 加速電圧200kV, コンデンサーレンズ絞りNo. 2

①



④

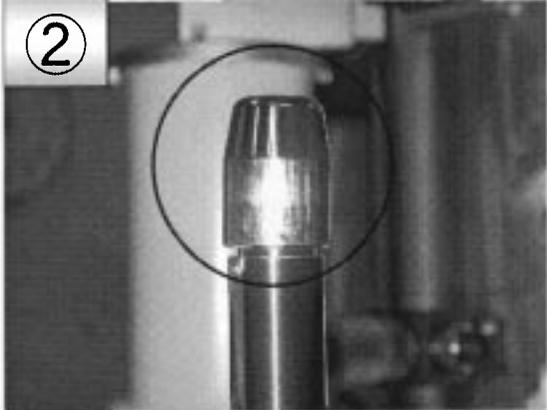


⑦



フィラメント交換

②



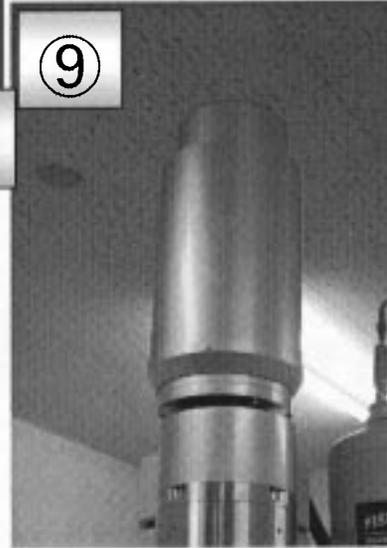
⑧



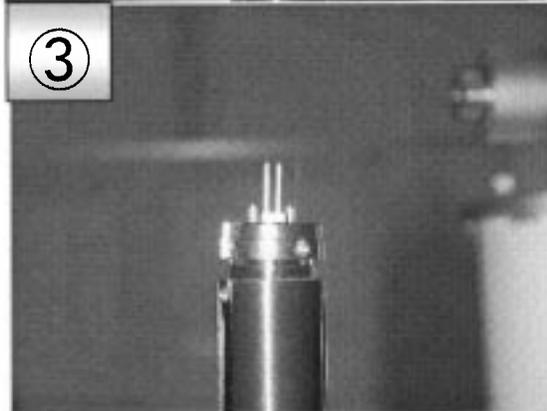
⑤



⑨



③



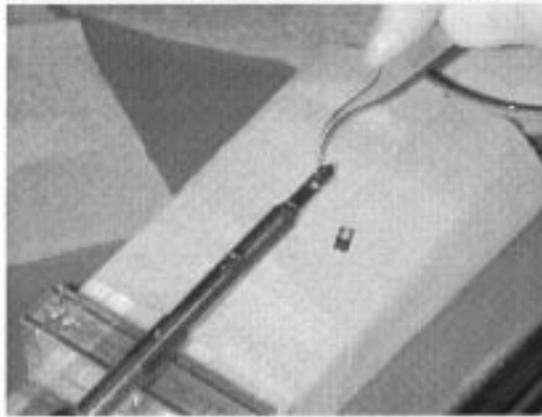
⑥



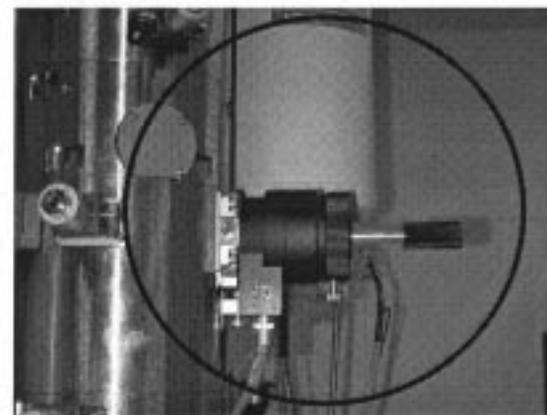
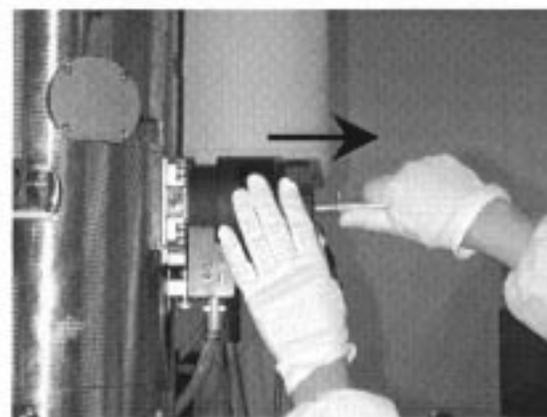
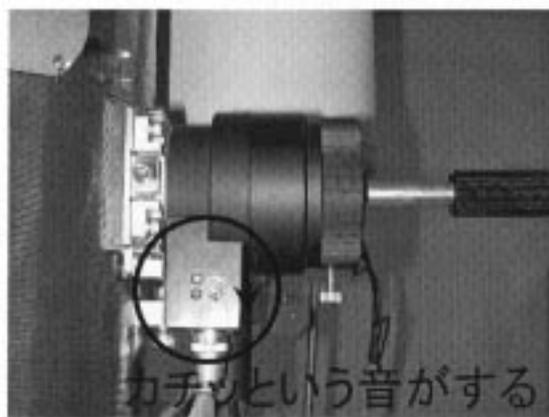
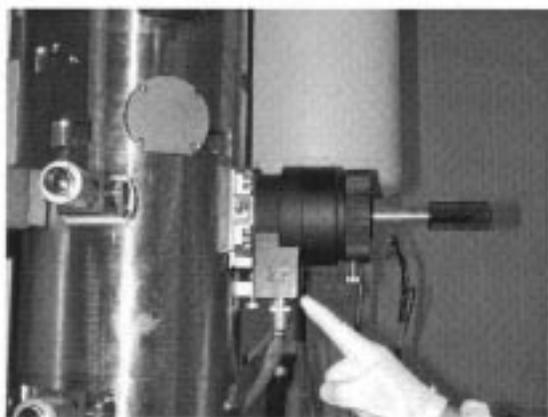
⑩

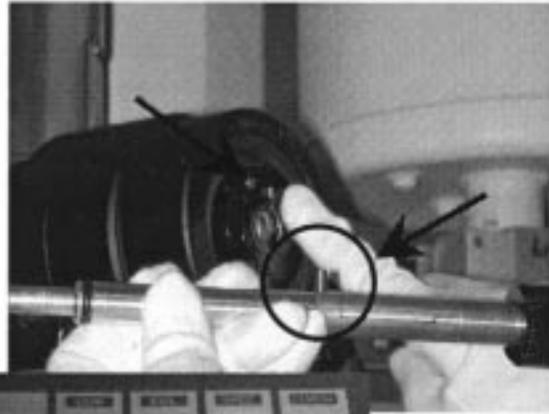


# ファイラメント交換後の軸調整

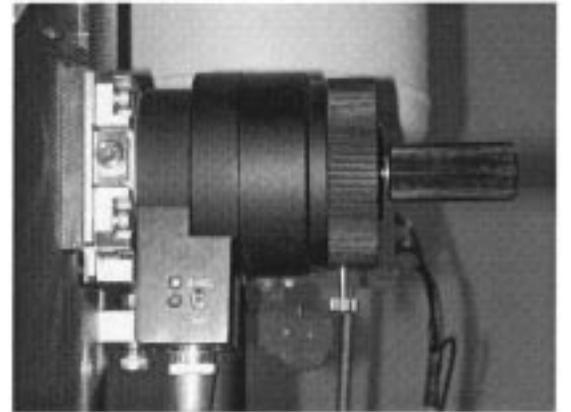
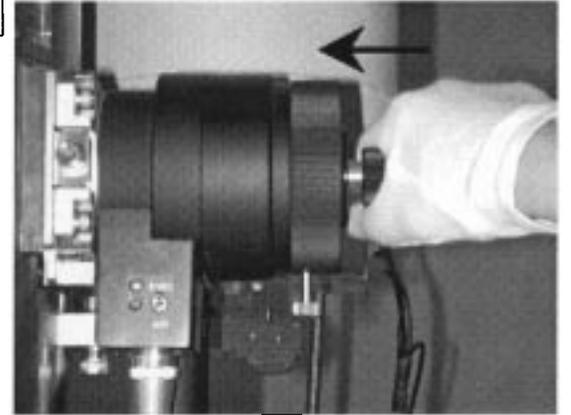
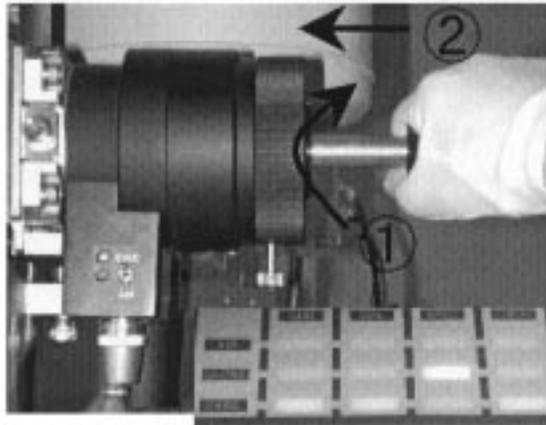
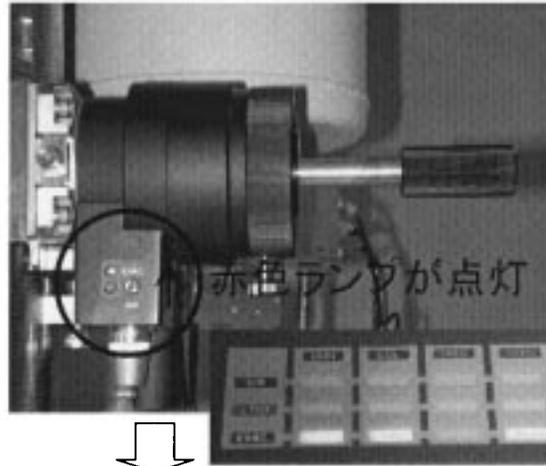
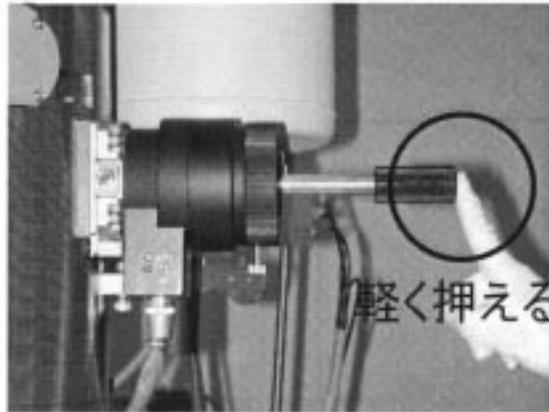
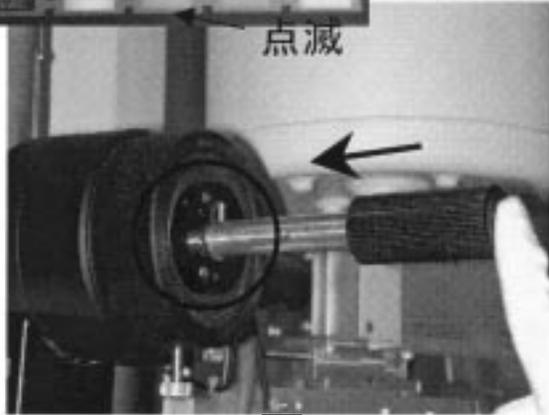


# 試料ホルダーの取り外し方法

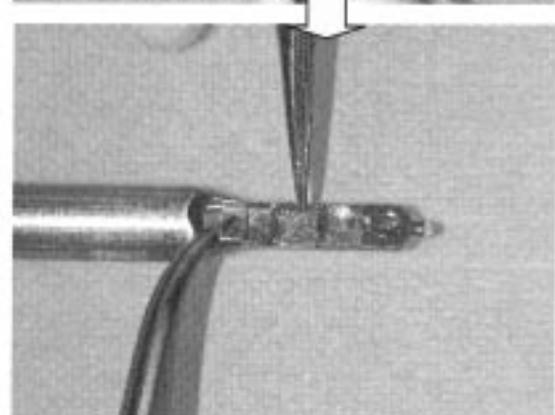
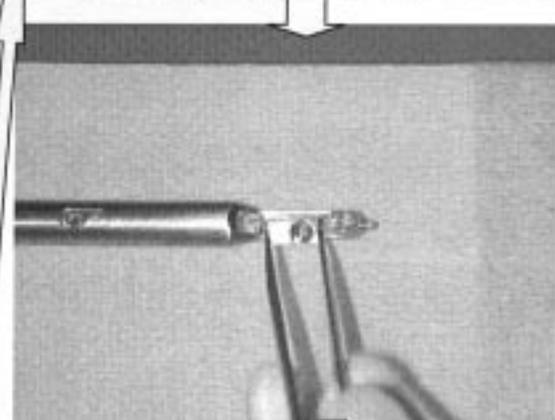
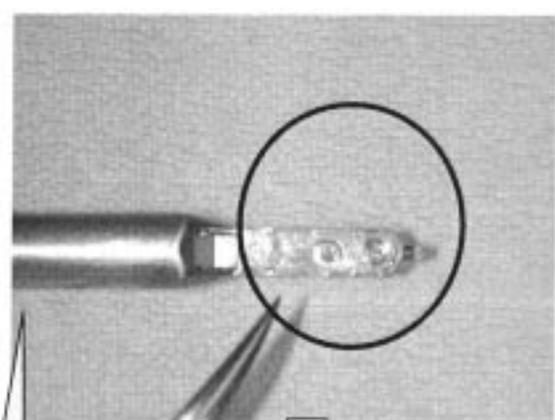
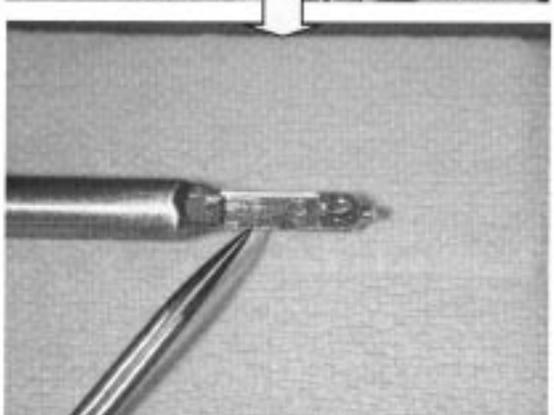
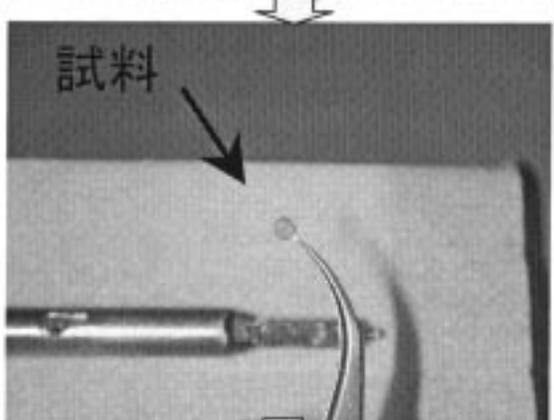
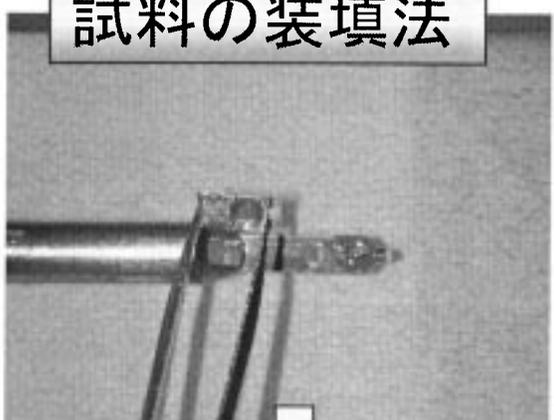
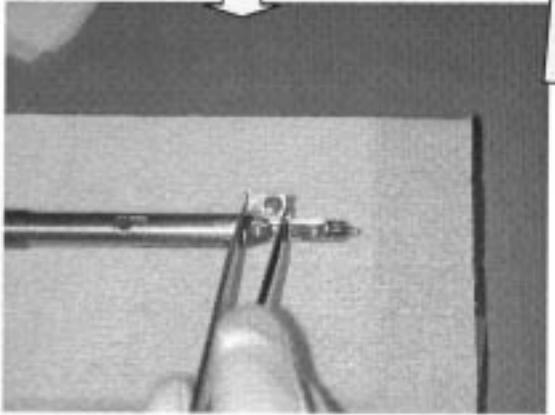
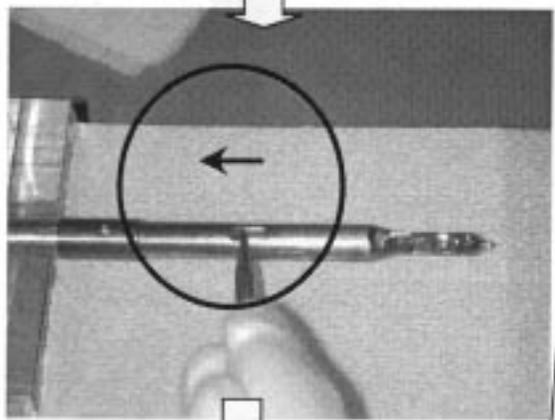




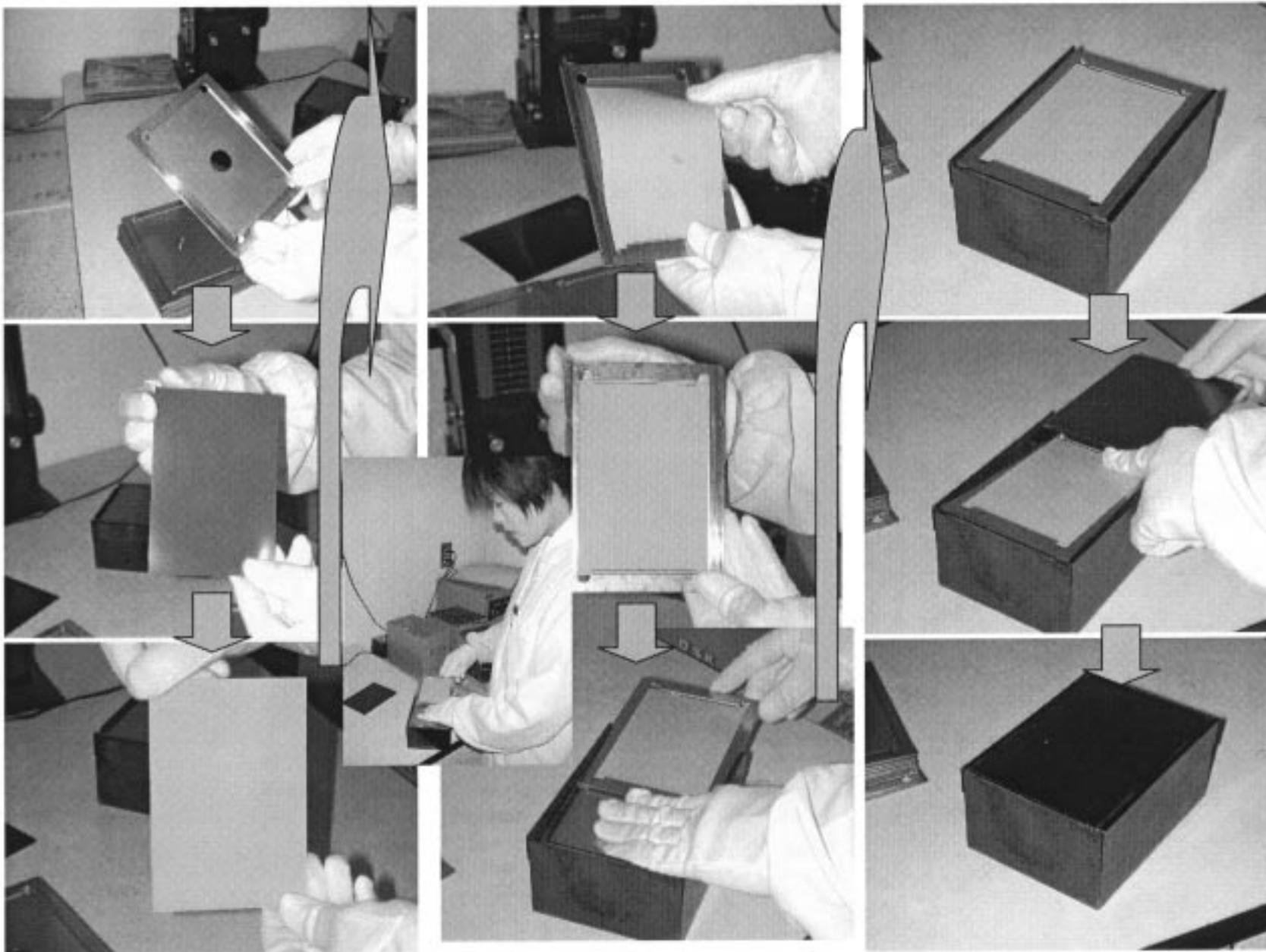
点滅



# 試料の装填法



# 新しいフィルムの装填方法 (操作はすべて暗室内で行ってください)





## 7. 新機種導入

### 1. 有機微量元素分析装置が入りました！

機器分析センター 沓水 祥一

平成 12 年度教育研究改革・改善経費にて有機微量元素分析装置が機器分析センターに入ることになりました。今まで京都大学元素分析センターなど他機関に依頼するより他なく、費用や郵送等の手続き、結果を得るまでの日数などで苦労されていた方に朗報です！

導入される装置は、ヤナコ分析工業(株)製のCHNコーダーMT-6と酸素分析キット、それにオートサンプラーMTA-620です。この装置はMTシリーズ元素分析装置として高い評価を受けているもの最新機種です。以下に、仕様を列挙します。

#### < CHNコーダーMT-6 と酸素分析キット >

原理：差動熱伝導度方式。3対の熱伝導度計をもつ。

可能分析元素：炭素(C)、水素(H)、窒素(N)については誤差 $\pm 0.3\%$ 以内で、酸素分析キットを用いることで酸素(O)の分析も誤差 $\pm 0.5\%$ 以内で可能。無機金属酸化物などの灰分回収も可能。

対象試料：固体及び液体試料。必要試料量はCHN、Oに各2mg程度(1mg以下の試料についても装置自身は対応可能だが、場合によっては極微量はかりが必要)。

操作：分析試料を微量はかり(ザルトリウス社のMC5型)にて計量ののち、セラミックボード(繰り返し使用可能)にのせて試料導入口より燃焼炉に入れる。吸湿性の試料については、サンプルシーラーを用いスズ箔で包んで測定。揮発性の試料のAl製キャピラリーを使つての分析も可能。全装置の制御とデータ処理はDOS/V型のパーソナルコンピュータにて行う。分析データのWordやExcel等への貼り付け容易。

#### < オートサンプラー

##### MTA-620 >

20 検体の試料の連続分析が可能。

\*\*\*\*\*

近日中に、皆様に利用案内を出します。



C%, H%, N%, O%?

左からCHNコーダーMT-6、オートサンプラーMTA-620、制御用パソコン(パソコンについては実際と異なることあり)。

## 2. 新しい質量分析装置が入りました！

工学部応用精密化学科 松居 正樹

平成 12 年度大学院重点特別経費にて工学研究科物質工学専攻が獲得した質量分析装置を機器分析センターに設置することになりました。質量分析装置は主に有機化合物分子あるいはその破片の質量を測定するものです。新しく導入される装置は、日本電子（株）製の GC Mate II GCMS system で高分解能二重収束型です。この装置は中規模クラスの装置で質量分析の最新技術を全てカバーするというわけにはいきませんが、昭和 62 年設置の既設の装置は老朽化が著しく故障がちで、朗報です！

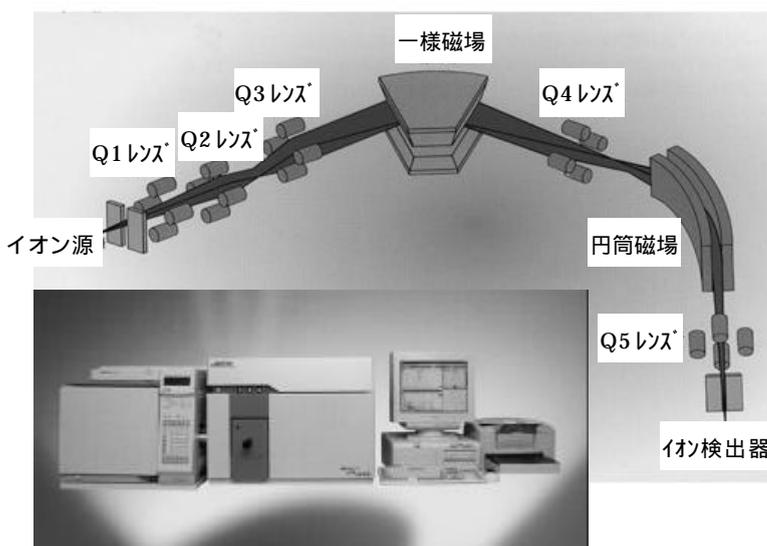
試料の導入は、ガスクロマトグラフィーによる方法（GC-MS）とイオン源に直接導入する方法（DI）のどちらかを選ぶことができます。試料のイオン化は、電子によるイオン化法（EI）、試薬ガスを用いる化学イオン化法（CI）、Fast Atom Bombardment（FAB）が可能です。従って、ガスクロマトグラフィーで分析可能な低分子揮発性化合物はもちろんのこと、アミノ酸等のイオン性化合物も質量測定が可能です。

質量の測定範囲は  $m/z$  が 1,000 までです。分解能は 5,000 で、いわゆるミリマス測定が可能です。

チューニングとキャリブレーションはパソコンによって制御されているので、光学系を手で操作することなく、パソコン画面の操作だけで望む分解能を得ることができます。

\*\*\*\*\*

3 月末までに電源工事を行い、平成 13 年度の早い時期に一般公開する予定です。皆様に利用案内を出しますので、ふるってご利用ください。



上は QQQHQQCQ 逆配置形イオン光学系原理図、下は装置外観（左よりガスクロマト、質量分析装置本体、制御用パソコン、プリンタ）。

## 8 . 利用手順

### 利用者講習会

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

### 利用者登録

利用予定者（利用資格については9の別表1をご参照下さい。）に機器利用申請書（9の別表3）を提出していただきます。

### 利用の申し込み

日時をセンター職員に相談のうえ、各測定機器に備え付けの測定申込簿の測定希望日に予定を記入していただきます。

### 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9の別表2をご参照下さい。

### 運転日誌

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

### 研究成果を公表される場合

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

それぞれの申込み用紙はセンター事務室に用意してあります。

各装置の使用の際は、装置に備え付けの簡易マニュアルをご参照下さい。

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

- |                         |   |
|-------------------------|---|
| センターの利用手順に関する質問         | センター職員にご相談下さい。  |
| センターの機器に関する質問（全般）       | センター専任教官にご相談下さい。<br>なお、利用者がセンターのどの機器を利用して<br>どのような研究を行っているかについては巻末<br>の利用者研究論文一覧(1999)をご参照ください。 |
| センターの機器の細かい測定ノウハウ・使用手順等 | センター員が相談に応じます。  |
| センターの運営に関するご意見・ご質問等     | センター長、センター職員、あるいは各<br>部局の運営委員にご連絡下さい。   |

## 別表 1

# 液体窒素取扱講習会資料

機器分析センター（2001/4/1改訂）

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

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

1. 汲み出しの際は目の保護のために保護めがねを着用すること。
2. 汲み出しの際に開けるバルブ（ガス出口弁）以外の他のバルブ、弁等を勝手にいじらないこと。
3. 機器、配管、安全弁等に物を当てたり、衝撃を加えないこと。
4. 液体窒素貯蔵施設の柵内で火気の使用を禁止する。
5. 液体窒素貯蔵施設の近辺に可燃性物質を置かないこと。
6. 液体窒素運搬のローリーの駐車位置（表示有り）に物を置かないこと。
7. 液体窒素貯蔵施設で異常が認められた場合は、平日は機器分析センター事務室（内線2035）まで、休日は保安監督者金継業（内線2812、自宅058-231-4685）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（窒素デューワー）の重量を量る。
2. 金属製のノズルを容器の奥まで挿入する。保管庫内に秤あり。
3. ノズルのついた管のガス出口弁のバルブ（ノズルの先端から一番近い青いバルブ）を回して液体窒素を容器に導く。この際、管や容器が冷えるまで液体窒素は貯まらないので、最初バルブの開放はゆるめに、金属的なキンキンという音がなくなれば、全開する。
4. 液体窒素が外に飛散するようになったら、容器内はほぼ液体窒素で満たされたので、ガス出口弁を閉じる。なお、このあとバルブをいくらか閉めて液体窒素をさらに口一杯まで入れようとする努力は無駄であり、また不経済である。このような液体窒素はどのみち運搬中に蒸発してしまう。なお、まれにバルブ周辺の着霜のためにガス出口弁が完全に閉まっていない場合があるので注意する。
5. 液体窒素で一杯になった容器の重量を量り、差し引きで汲み出した液体窒素の重量を記録簿に付ける。

### 液体窒素を使用する際には次の事項を厳守する。

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

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

#### 教官へのお願い

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

#### <参考書>

- 1 . 化学同人編集部( 編 )実験を安全に行うために( 新版 )、pp. 92-96およびpp. 114-115 (1993年10月).
- 2 . 岐阜大学工学部 ( 編 ) 安全の手引 -実験・実習時における-、p. 106 (平成13年4月).

## 9 . 計測機器の利用に関する申合せ

### (趣旨)

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

### (管理)

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

### (利用区分)

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

### (利用者の資格)

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

### (利用の申請)

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

### (利用の承認)

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

### (変更の届出)

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

### (利用手続)

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

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

- 2 前項の予約を変更、若しくは中止する場合は遅滞なくセンター職員に届け出なければならない。
- 3 本人測定の利用者は、使用願書に所定の事項を記入するものとする。ただし、学生が使用を希望する場合には、指導教官の印を押した使用願書を持参しなければならない。
- 4 本人測定の利用者は、測定終了後、直ちに所定の記録簿に利用の項目を記入し、室内の清掃後センター職員に連絡しなければならない。

(注意義務)

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

(経費の負担)

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

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

(利用時間)

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

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

(利用の取消等)

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

(雑則)

第13条 この申合せの実施に関し、必要な事項はセンター長が定める。

附 則

この申合せは、平成9年2月1日から施行する。

附 則

この申合せは、平成10年2月26日から施行する。

附 則

この申合せは、平成10年6月1日から施行する。

附 則

この申合せは、平成11年4月1日から施行する。

別表1 利用者資格

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

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

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

注2：本人測定は、その他センター長が特に適当と認めた者も利用可能とする。

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

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

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

## 別表 2

### 利用料金

利用時間は、30分単位で切り上げる。

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

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

#### CD, SF

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

#### ESCA

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

#### MS

##### QP-1000

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

##### 9020-DF

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

### QP-1000, 9020-DF 共通

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

### FT-NMR

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

### ICP

使用時間には、測定前の予備点灯時間も含める。

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

### SPM

測定、データ処理	300 円/h	
夜間料金	2,000 円/回	17:00 ~ 9:00 迄
センター休業日	3,000 円/回	2 4 時間以内
カンチレバー	実費	

### 時間分解蛍光光度計

測定	300 円/h	
夜間料金	2,000 円/回	17:00 ~ 9:00 迄
センター休業日	3,000 円/回	2 4 時間以内
溶液用光学セル、色素	実費	

### IR

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

FT-IR	300 円/h	
夜間料金	2,000 円/回	17:00 ~ 9:00 迄
センター休業日	3,000 円/回	2 4 時間以内

### 超高速現象解析システム

超高速カメラ	1,000 円/日、5,000 円/週
フィルム	実費
高速度ビデオ	1,000 円/日、5,000 円/週
光増幅光学装置	1,000 円/日、5,000 円/週
パルスジェネレータ	500 円/日、2,500 円/週
銅蒸気レーザ	400 円/h、1,000 円/日
銅蒸気レーザ貸出し	1,000 円/日、5,000 円/週、10,000 円/1ヶ月
サーモカメラ	1,000 円/日、5,000 円/週

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

### スキャナー・ピクトログラフィー

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

### UV

UV	300 円/h
----	---------

別表3 平成 年度 岐阜大学機器分析センター機器利用申請書  
 岐阜大学機器分析センター長 殿

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

記

利用機器 (何れか一つ囲む)		FT-NMR(200・400・500MHz)、GC/MS(QP-1000・9020-DF・GCrate)、TEM・SEM、EDX ESCA、CD、SF、ICP、FT-IR、UV、加ヘビデホ、蛍光寿命、AFM、元素分析					
申請者	学部名等				学科講座名等		
	官職・身分	ふりがな 氏名 <small>官職・身別にアイウエオ順</small>	内線	講習会 受講年度	研究課題等	課題番号	
利用期間	平成 年 月 日 ~ 平成 年 月 日						
	学部名等	学科・講座名等	官 職	氏 名			
指導教官				印			
経費負担 責任者				印			
備 考							

注：利用機器毎に申請してください。

上記の申請を承認します。

なお、本研究に関して発表した論文には使用した機器分析センターの機器名を明記することとし、論文別刷り1部をセンターに提出してください。

平成 年 月 日

岐阜大学機器分析センター長 石原秀晴 印

## 10. 機器の利用状況

### 超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置

納入年月日 平成8年3月28日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
9	延使用人数(人)	724	0	70	0	641	1,374		0	2,809
	延使用時間(H)	641	0	3,635	0	1,084	4,522		0	9,882
10	延使用人数(人)	2,738	0	142	0	740	4,192		0	7,812
	延使用時間(H)	940	0	2,272	0	964	2,396		0	6,572
11	延使用人数(人)	778	0	184	0	608	3,901	2	2	5,475
	延使用時間(H)	676	0	940	0	1,289	2,814	2	3	5,724
12	延使用人数(人)	2,997	0	25	0	711	4,656	0	0	8,389
	延使用時間(H)	1,061	0	555	0	1,396	3,485	0	0	6,497

### 質量分析装置

納入年月日 昭和63年3月11日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
9	延使用人数(人)	70	0	0	0	371	30		0	471
	延使用時間(H)	85	0	0	0	453	60		0	598
10	延使用人数(人)	593	0	0	0	993	138		26	1,750
	延使用時間(H)	133	0	0	0	399	128		13	673
11	延使用人数(人)	516	0	0	0	1,355	146	0	43	2,060
	延使用時間(H)	78	0	0	0	556	77	0	25	736
12	延使用人数(人)	374	0	0	0	787	172	0	0	1,333
	延使用時間(H)	127	0	0	0	464	117	0	0	708

### 電子顕微鏡

納入年月日 平成6年3月23日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
9	延使用人数(人)	9	0	1	0	131	241		0	382
	延使用時間(H)	42	0	2	0	701	669		0	1,414
10	延使用人数(人)	160	0	22	0	243	574		0	999
	延使用時間(H)	89	0	393	0	321	596		0	1,399
11	延使用人数(人)	130	0	1	0	195	369	7	0	702
	延使用時間(H)	189	0	2	0	323	255	10	0	779
12	延使用人数(人)	193	0	1	0	233	424	0	0	851
	延使用時間(H)	142	0	2	0	472	493	0	0	1,109

## X線マイクロアナライザ -

納入年月日 昭和61年3月20日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
9	延使用人数(人)	2	0	0	0	6	7		0	15
	延使用時間(H)	2	0	0	0	6	7		0	15
10	延使用人数(人)	107	0	0	0	10	2		0	119
	延使用時間(H)	26	0	0	0	3	4		0	33
11	延使用人数(人)	100	0	0	0	4	0	0	0	104
	延使用時間(H)	158	0	0	0	9	0	0	0	167
12	延使用人数(人)	172	0	0	0	4	0	0	0	176
	延使用時間(H)	123	0	0	0	10	0	0	0	133

## 複合型表面分析装置

納入年月日 昭和62年11月25日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
9	延使用人数(人)	12	0	0	0	601	60		0	673
	延使用時間(H)	24	0	0	0	1,201	119		0	1,344
10	延使用人数(人)	14	0	0	0	551	2		2	569
	延使用時間(H)	69	0	0	0	940	8		4	1,021
11	延使用人数(人)	16	0	0	0	522	47	0	0	585
	延使用時間(H)	61	0	0	0	1,397	188	0	0	1,646
12	延使用人数(人)	27	0	0	0	547	3	0	0	577
	延使用時間(H)	74	0	0	0	1,326	12	0	0	1,412

## 生体分子高次構造解析システム

納入年月日 昭和61年12月20日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
9	延使用人数(人)	0	0	0	12	458	150		0	620
	延使用時間(H)	0	0	0	6	229	75		0	310
10	延使用人数(人)	0	0	0	0	424	35		0	459
	延使用時間(H)	0	0	0	0	127	43		0	170
11	延使用人数(人)	0	0	0	0	331	132	0	0	463
	延使用時間(H)	0	0	0	0	151	124	0	0	275
12	延使用人数(人)	9	0	0	0	550	70	0	0	629
	延使用時間(H)	18	0	0	0	226	40	0	0	284

## 超高速現象解析システム

納入年月日 平成11年3月19日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
11	延使用人数(人)	0	0	0	0	158	27	0	0	185
	延使用時間(H)	0	0	0	0	3,685	648	0	0	4,333
12	延使用人数(人)	0	0	0	0	258	19	0	0	277
	延使用時間(H)	0	0	0	0	6,104	456	0	0	6,560

## 時間分解蛍光光度計

納入年月日 平成11年3月19日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
11	延使用人数(人)	0	0	0	0	326	0	0	0	326
	延使用時間(H)	0	0	0	0	489	0	0	0	489
12	延使用人数(人)	0	0	0	0	58	0	0	0	58
	延使用時間(H)	0	0	0	0	145	0	0	0	145

## 走査型プローブ顕微鏡システム

納入年月日 平成10年12月18日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
11	延使用人数(人)	0	0	0	0	258	0	0	0	258
	延使用時間(H)	0	0	0	0	739	0	0	0	739
12	延使用人数(人)	24	0	0	0	786	1	0	0	811
	延使用時間(H)	56	0	0	0	1,387	1	0	0	1,444

## 誘導結合プラズマ発光分析装置

納入年月日 平成8年2月29日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
9	延使用人数(人)	0	0	0	0	100	48		0	148
	延使用時間(H)	0	0	0	0	290	172		0	462
10	延使用人数(人)	0	0	0	0	1,100	317		0	1,417
	延使用時間(H)	0	0	0	0	238	59		0	297
11	延使用人数(人)	0	0	0	0	737	1,144	0	0	1,881
	延使用時間(H)	0	0	0	0	244	79	0	0	323
12	延使用人数(人)	0	0	0	0	526	107	0	0	633
	延使用時間(H)	0	0	0	0	134	31	0	0	165

フ - リ工変換赤外分光光度計

納入年月日 平成5年3月10日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
9	延使用人数(人)	4	0	0	0	22	108		0	134
	延使用時間(H)	6	0	0	0	18	154		0	178
10	延使用人数(人)	105	0	10	0	420	155		0	690
	延使用時間(H)	61	0	15	0	1,115	64		0	1,255
11	延使用人数(人)	267	0	36	0	294	58	1	0	656
	延使用時間(H)	230	0	96	0	2,103	38	2	0	2,469
12	延使用人数(人)	122	0	280	0	369	172	0	8	951
	延使用時間(H)	111	0	241	0	1,174	109	0	39	1,674

紫外可視分光光度計

納入年月日 平成10年3月9日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
10	延使用人数(人)	1	0	0	0	1,324	0		0	1,325
	延使用時間(H)	1	0	0	0	231	0		0	232
11	延使用人数(人)	2	0	3	0	1,636	31	0	0	1,672
	延使用時間(H)	2	0	3	0	453	50	0	0	508
12	延使用人数(人)	60	0	4	0	2,063	14	0	0	2,141
	延使用時間(H)	20	0	7	0	514	19	0	0	560

## 1 1 . 利用者研究論文一覧 ( 1 9 9 9 年 )

( 順不同 )

1. N. Yasuda, H. Ohwa, Y. Nakaoka, M. Iwata, and Y. Ishibashi  
Dielectric Properties and Pressure Effects in Layer-Type Bismuth Solid  
Solution of  $\text{Sr}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Bi}_4\text{Ti}_5\text{O}_{18}$  ( $0 \leq x \leq 2$ )  
Ferroelectrics, 217, 65-73(1998) (TEM)
2. M. Matsui, M. Kushida, K. Funabiki, K. Shibata, H. Muramatsu, K. Hirota,  
M. Hosoda, and K. Tai  
Second-Order Optical Nonlinearity of Thiazolylazo Chromophores  
Containing Hydroxyl Group  
Dyes and Pigments, 37(4), 283-289(1998) (MS,NMR)
3. M. Yoshimatsu and T. Kataoka  
Recent Advances in Synthetic Organic Chemistry on Selenium-stabilized  
Reactive Species  
Recent Res. Devel. In Organic Chem., 2, 31-45(1998) (MS)
4. I. Katsuyama, S. Ogawa, H. Nakamura, Y. Yamaguchi, K. Funabiki, M. Matsui,  
H. Muramatsu, and K. Shibata  
A Convenient One-Pot Synthesis of 6-Trifluoromethylpyridines  
Heterocycles, 48(4), 779-785(1998) (MS,NMR)
5. M. Yoshimatsu, K. Konishi, G. Tanabe, and O. Muraoka  
A New Fluoride-Mediated 1,2-Sulfonyl Shift on Cyclopropane  
Tetrahedron Letter, 39, 1781-1782(1998) (MS,NMR,IR)
6. M. Matsui, A. Sedyohutomo, M. Satoh, Y. Abe, K. Funabiki, , H. Muramatsu, and  
K. Shibata  
Solubility and Decomposition Temperature of  
1,4-bis(arylamino)anthraquinone Dyes  
Dyes and Pigments, 40, 21-26(1998) (MS,NMR)

7. M. Matsui, Y. Kamino, M. Hayashi, K. Funabiki, K. Shibata, H. Muramatsu, Y. Abe and M. Kaneko  
Fluorine-Containing Benzothiazolyl Bisazo Dyes-Their Application to Guest-Host Liquid Crystal Displays  
Liquid Crystals, 25(2), 235-240(1998) (MS,NMR)
8. M. Matsui, N. Tanaka, N. Andoh, K. Funabiki, K. Shibata, and H. Muramatsu  
Synthesis and Properties of Novel Dichroic Disazo Dyes Containing the Tetrafluoro-p-phenylene Moiety for Guest-Host Liquid Crystal Displays  
Chem. Mater., 10, 1921-1930(1998) (MS,NMR)
9. Y. Yamaguchi, I. Katsuyama, K. Funabiki, M. Matsui, and K. Shibata  
A New Expedient Route to 2,6-Diaryl-3-cyano-4-(trifluoromethyl)pyridines  
J. Heterocyclic Chem., 35, 805(1998) (MS,NMR)
10. N. Yasuda, H. Tauchi, and K. Ohki  
Morphotropic Phase Boundary and Pyroelectric Properties in Pb(Mg<sub>1/2</sub>W<sub>1/2</sub>)O<sub>3</sub>-PbTiO<sub>3</sub> System  
Journal of the Korean Physical Society, 32, 1024-1027(1998) (TEM)
11. R. B. H. Tahar, T. Ban, Y. Ohya, and Y. Takahashi  
Tin Doped Indium Thin Films: Electrical Properties  
Journal of Applied Physics, 83(5), 2631-2645(1998) (TEM)
12. R. B. H. Tahar, T. Ban, Y. Ohya, and Y. Takahashi  
Electronic Transport in Tin-Doped Indium Oxide Thin Films Prepared by Sol-Gel Technique  
Journal of Applied Physics, 83(4), 2139-2141(1998) (TEM)
13. K. Shinoda, E. Takahashi, K. Fukunaga, H. Ishida, and M. Kiso  
Detailed Acceptor Specificities of Human 1,3-Fucosyltransferases, Fuc-TVII and Fuc-TVI  
Glycoconjugate Journal, 15, 969-974(1998) (NMR)

14. R. Bandyopadhyay, Y. Kubota, and Y. Sugi  
Synthesis of Borosilicate Zeolites by Dry Gel Conversion (DGC) Method  
Chemistry Letters, 813-814(1998) (NMR)
15. S. Ritsch, N. Ohnishi, T. Ohsuna, K. Hiraga, O. Terasaki, Y. Kubota, and Y. Sugi  
High-Resolution Electron Microscopy Study of ZSM-12 (MTW)  
Chem. Mater., 10, 3958-3965(1998) (NMR)
16. N. Yasuda, H. Ohwa, J. Oohashi, K. Nomura, H. Terauchi, M. Iwata, and  
Y. Ishibashi  
The Temperature and Pressure Dependence of the Dielectric Properties of  
Disordered and Ordered  $\text{Pb}(\text{In}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$  Single Crystals  
Journal of the Physical Society of Japan, 67(11), 3952-3957(1998)  
(TEM)
17. 高橋康隆, 類沢博文, 伴隆幸, 大矢豊, 西垣進, 岡本芳樹, 原田昭雄  
金属ペースト用有機金化合物の合成  
岐阜大学地域共同研究センター研究成果報告書, 第8号, 116-119(1998)  
(NMR)
18. S. Kutsumizu, T. Yamaguchi, R. Kato, T. Ichikawa, and S. Yano  
Cubic D Phase of 4'-n-Pentadecyloxy-3'-Nitrobiphenyl-4-Carboxylic Acid  
Mol. Cryst. Liq. Cryst., 330, 359-365(1999) (MS)
19. K. Yamamoto, T. Itoh, K. Ushikoshi, S. Nonomura, and S. Nitta  
Characterization of Hydrogen in Hydrogenated Nano-Crystalline Silicon  
Mat. Res. Soc. Symp. Proc., 557, 317-322(1999) (IR)
20. K. Nakajima, T. Hanaoka, Y. Sugi, T. Matsuzaki, Y. Kubota, A. Igarashi, and  
K. Kunimori  
Influences of Bulkiness of Reagents in the Alkylation of Biphenyl over  
H-Mordenite  
American Chemical Society, 18, 260-270(1999) (NMR)

21. Y. Sugi, K. Nakajima, S. Tawada, J. -H. Kim, T. Hanaoka, T. Matsuzaki,  
Y. Kubota, and K. Kunimori  
Effects of Ceria-modification of H-mordenite on the Isopropylation of  
Naphthalene and Biphenyl  
Studies in Surface Science and Catalysis, 125, 359-366(1999) (NMR)
22. Y. Ohya, M. Murayama, and Y. Takahashi  
Electrical Properties of ZrO<sub>2</sub> Thin Films Doped with In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> by Sol-Gel  
Method  
Key Engineering Materials, 169-170, 175-178(1999) (SEM,EDX)
23. X. Zhang, T. Kamiya, N. Otsubo, H. Ishida, and M. Kiso  
Chemoenzymatic Synthesis of Ganglioside GM4 Analogs as Potential  
Immunosuppressive Agents  
J. Carbohydr. Chem., 18(2), 225-239(1999) (NMR)
24. H. Ando, H. Ishida, and M. Kiso  
Efficient Assembly of  $\alpha$ -Linked Tetrameric Sialoglycosides Coupled with  
Galactose and Lactose.  
J. Carbohydr. Chem., 18(5), 603-607(1999) (NMR)
25. M. Matsui, M. Kushida, K. Funabiki, H. Muramatsu, K. Shibata, K. Hirota,  
M. Hosoda, and K. Tai  
Polyfunctional Thiazolylazo Second-order Nonlinear Optical  
Chromophores  
J. Jpn. Soc. Colour Mater., 72(3), 150-155(1999) (MS,NMR)
26. 守屋慶一, 川西康之, 鈴木敏也, 矢野紳一, 梶原鳴雪  
オルガノホスファゼンの液晶相転移  
高分子論文集, 56(6), 390-395(1999) (MS,NMR)
27. K. Nakaya, K. Funabiki, H. Muramatsu, K. Shibata, and M. Matsui  
N-Aryl-1,8-naphthalimides as Highly Sensitive Fluorescent Labeling  
Reagents for Carnitine  
Dyes and Pigments, 43, 235-239(1999) (MS,NMR)

28. R. Bandyopadhyay, Y. Kubota, N. Sugimoto, Y. Fukushima, and Y. Sugi  
Synthesis of Borosilicate Zeolites by the Dry Gel Conversion Method and  
Their Characterization  
Microporous and Mesoporous Materials, 32, 81-91(1999) (NMR)
29. Y. Sugi, S. Tawada, T. Sugimura, Y. Kubota, T. Hanaoka, T. Matsuzaki,  
K. Nakajima, and K. Kunimori  
Shape-Selective Isopropylation of Biphenyl over H-Mordenites Relationship  
of Bulk Products and Encapsulated Products in the Pores  
Applied Catalysis A: General, 189, 251-261(1999) (NMR)
30. T. Ban, Y. Ohya, and Y. Takahashi  
Low-Temperature Crystallization of Forsterite and Orthoenstatite  
J. Am. Ceram. Soc., 82(1), 22-26(1999) (ICP,NMR)
31. Y. Ohya and Y. Takahashi  
Acoustic Emission from a Porcelain Body during Cooling  
J. Am. Ceram. Soc., 82(2), 445-448(1999) (TEM,EDX)
32. T. Sugiura, S. Itoh, T. Ooi, T. Yoshida, K. Kuroda, and H. Minoura  
Evolution of a Skeleton Structured TiO<sub>2</sub> Surface Consisting of Grain  
Boundaries  
Journal of Electroanalytical Chemistry, 473, 204-208(1999) (TEM)
33. S. Komba, C. Galustian, H. Ishida, T. Feizi, R. Kannagi, and M. Kiso,  
The First Total Synthesis of 6-Sulfo-de-N-acetylsialyl Lewis<sup>x</sup> Ganglioside:  
a Superior Ligand for Human L-Selectin  
Angew. Chem. Int. Ed. Engl, 38, 1131-1133(1999) (NMR)
34. N. Sawada, H. Ishida, B. E. Collins, R. L. Schnaar, and M. Kiso  
Ganglioside GD1 Analogues as High-Affinity Ligands for  
Myelin-Associated Glycoprotein (MAG)  
Carbohydr. Res., 316, 1-5(1999) (NMR)

35. M. Matsuura, M. Kiso, and A. Hasegawa  
Activity of Monosaccharide Lipid A Analogues in Human Monocytic Cells as  
Agonists or Antagonists of Bacterial Lipopolysaccharide  
Infect. Immun., 67, 6286-6292(1999) (NMR)
36. H. Masuda, T. Suzuki, Y. Sugiyama, G. Horiike, K. Murakami, D. Miyamoto,  
K. Hidari, T. Ito, H. Kida, M. Kiso, K. Fukunaga, M. Ohuchi, T. Toyoda,  
A. Ishihara, Y. Kawaoka, and Y. Suzuki  
Substitution of Amino Acid Residue in Influenza A Virus Hemagglutinin  
Affects Recognition of Sialyl-Oligosaccharides Containing  
N-Glycosylneuraminic Acid  
FEBS Lett., 464, 71-74(1999) (NMR)
37. M. Odaka, N. Yuki, H. Yoshino, M. Kiso, H. Ishida, and K. Hirata  
Antibodies to GD1 and to GQ1 in Guillain-Barré Syndrome and  
the Related Disorders  
Journal of the Neurological Sciences, 165, 126-132(1999) (NMR)
38. C. Mitsuoka, K. Ohmori, N. Kimura, A. Kanamori, S. Komba, H. Ishida, M. Kiso,  
and R. Kannagi  
Regulation of selectin binding activity by cyclization of sialic acid moiety of  
carbohydrate ligands on human leukocytes.  
Proc. Natl. Acad. Sci. USA, 96, 1597-1602(1999) (NMR)
39. Y.-T. Li, S.-C. Li, A. Hasegawa, H. Ishida, M. Kiso, A. Bernardi, P. Brocca,  
L. Raimondi, and S. Sonnino  
Structural Basis for the Resistance of Tay-Sachs Ganglioside GM2 to  
Enzymatic Degradation  
J. Biol. Chem., 274, 10014-10018(1999) (NMR)
40. T. Okajima, S. Fukumoto, H. Miyazaki, H. Ishida, M. Kiso, K. Furukawa,  
T. Urano, and K. Furukawa  
Molecular Cloning of a Novel 2,3-Sialyltransferase (ST3Gal VI) That  
Sialylates Type II Lactosamine Structures on Glycoproteins and  
Glycolipids  
J. Biol. Chem., 274, 11479-11486(1999) (NMR)

41. C. Galustian, A. Lubineau, C. Narvor, M. Kiso, G. Brown, and T. Feizi  
L-selectin Interactions with Novel Mono- and Multisulfated Lewis<sup>x</sup>  
Sequences in Comparison with the Potent Ligand 3'-Sulfated Lewis<sup>a</sup>  
J. Biol. Chem., 274, 18213-18217(1999) (NMR)
42. T. Okajima, S. Fukumoto, H. Ito, M. Kiso, Y. Hiyabayashi, T. Urano,  
K. Furukawa, and K. Furukawa,  
Molecular Cloning of Brain-specific GD1 Synthase (ST6GalNAc V)  
Containing CAG/glutamine Repeats  
J. Biol. Chem., 274, 30557-30562(1999) (NMR)
43. N. V. Pavlova, J. A. Yuziuk, H. Nakagawa, M. Kiso, S.-C. Li, and Y.-T. Li,  
2-Keto-3-deoxy-D-glycero-D-galacto-nonoic Acid (KDN)- and  
N-Acetylneuraminic Acid-cleaving Sialidase (KDN-sialodase) and  
KDN-cleaving Hydrolase (KDNase) from the Hepatopancreas of Oyster,  
Crassostrea virginica.  
J. Biol. Chem., 274, 31974-31980(1999) (NMR)
44. T. Ban, Y. Ohya, and Y. Takahashi  
Low-Temperature Crystallization of Forsterite and Orthoenstatite  
J. Am. Ceram. Soc., 82(1), 22-26(1999) (NMR, ICP)
45. T. Ban, T. Ohwaki, Y. Ohya, and Y. Takahashi  
Preparation of a Completely Oriented Molecular Sieve Membrane  
Angew. Chem. Int. Ed., 38(22), 3324-3326(1999) (ICP)
46. T. Ban, T. Ohwaki, Y. Ohya, and Y. Takahashi  
Influence of the Addition of Alkanolamines and Tetramethylammonium  
Hydroxide on the Shape and Size of Zeolite-A Particles  
International Journal of Inorganic Materials, 1, 243-251(1999) (ICP)
47. K. Kuwata, M. Hoshino, V. Forge, S. Era, C. A. Batt, and Y. Goto  
Solution Structure and Dynamics of Bovine  $\beta$ -Lactoglobulin A  
Protein Science, 8, 2541-2545(1999) (NMR)

48. S. Tawada, Y. Kubota, Y. Sugi, T. Hanaoka, and T. Matsuzaki  
Effects of Reaction Temperature on the Isopropylation of Biphenyl Over  
H-Mordenite  
Catalysis Letters, 57, 217-220(1999) (NMR)
49. X. Yang, K. Abe, R. Kato, S. Yano, T. Kato, K. Miyazawa, and H. Takeuchi  
Mesomorphic Phase Transitions and Electro-Optical Properties of Benzyl  
Fluoroalkyl Ether Derivatives  
Liquid Crystals, 26(10), 1485-1491(1999) (MS)
50. S. Kutsumizu, T. Yamaguchi, R. Kato, and S. Yano  
Isotropic Cubic Phase of 4'-n-Pentadecyloxy-3'-nitrobiphenyl-4-carboxylic  
acid (ANBC-15): DSC, Microscopic and Dynamic Viscoelastic Studies  
Liquid Crystals, 26(4), 567-573(1999) (MS,NMR,IR)
51. M. Koketsu, N. Suzuki, and H. Ishihara  
Preparation of Isoselenocyanate and Synthesis of Carbodiimide by  
Oxidation of Selenourea  
J. Org. Chem., 64, 6473-6475(1999) (MS,NMR)
52. M. Yoshimatsu, T. Sugimoto, N. Okada, and S. Kinoshita  
Novel Perfluoroacyl Olefinations of Aldehydes Using  $\alpha$ -Thio-Substituted  
Perfluoroalkyl Enol Ethers  
J. Org. Chem., 64, 5162-5165(1999) (MS, NMR,IR)
53. M. Matsui, M. Tsuge, K. Funabiki, K. Shibata, H. Muramatsu, K. Hirota,  
M. Hosoda, K. Tai, H. Shiozaki, M. Kim, and K. Nakatsu  
Synthesis of Azo Chromophores Containing a Perfluorocyclo-alkenyl Moiety  
and Their Second-order Optical Nonlinearity  
Journal of Fluorine Chemistry, 97, 207-212(1999) (MS,NMR)

54. K. Funabiki, H. Nakamura, M. Matsui, and K. Shibata  
One-pot Preparation of 2,6-Disubstituted 4-(Trifluoromethyl)pyrimidines  
via the Tandem Cyclization, Dehydration, and Oxidation Reaction of  $\alpha,\beta$ -  
Unsaturated Trifluoromethyl Ketones Using  $\text{POCl}_3$ -Pyridine-Silica Gel and  
 $\text{MnO}_2$  Systems  
Synlett, 6, 756-758(1999) (MS,NMR)
55. K. Funabiki, K. Matsunaga, M. Matsui, and K. Shibata  
Efficient Generation of Trifluoroacetaldehyde and Successive Reaction with  
Imines Affording  $\alpha$ -Hydroxy- $\beta$ -trifluoromethyl Ketones  
Synlett, 9, 1477-1479(1999) (MS,NMR)
56. M. Matsui, M. Kushida, K. Funabiki, H. Muramatsu, K. Shibata, K. Hirota,  
M. Hosoda, and K. Tai  
Second-Order Optical Nonlinearity of In Situ Prepared Polyurethanes  
Having Thiazolylazo Chromophores  
Bull. Chem. Soc. Jpn., 72, 127-132(1999) (MS,NMR)
57. M. Koketsu, S. Hiramatsu, and H. Ishihara  
Reaction of Primary Selenoamides with Bisacyl Chlorides: Syntheses of  
6-Hydroxy-1,3-selenazin-4-ones and Selenoanhydrides  
Chemistry Letters, 485-486(1999) (MS,NMR,IR)
58. K. Nakajima, S. Tawada, Y. Sugi, Y. Kubota, T. Hanaoka, T. Matsuzaki, and  
K. Kunimori  
Deactivation of External Acid Sites of H-Mordenite with Ceria Modification  
in the Isopropylation of Biphenyl  
Chemistry Letters, 215-216(1999) (NMR)
59. M. Yoshimatsu, S. Kinoshita, and T. Sugimoto  
Palladium-Catalyzed Terminal Alkyne Coupling Reaction of  $\alpha$ -Bromo- $\beta$ -  
phenylthio or  $\beta$ -Methylthio- $\alpha$ -trifluoromethyl Enol Ethers: a Convenient  
Synthesis of 2-Sulfonyl-1-buten-3-yne  
Chem. Pharm. Bull., 47(10), 1497-1500(1999) (MS,NMR)

60. M. Matsui, K. Shirai, N. Tanaka, K. Funabiki, H. Muramatsu, K. Shibata, Y. Abe, and Y. Ohgomori  
Synthesis of Tris-, Tetrakis-, and Pentakisazo Dyes and Their Application to Guest-Host Liquid Crystal Displays  
J. Mater. Chem., 9, 2755-2763(1999) (MS,NMR)
61. K. Funabiki, N. Noma, G. Kuzuya, M. Matsui, and K. Shibata  
A Direct and General Synthesis of 5-Substituted  
3-Trifluoromethyl-1,2,4-triazoles via the Three Component Condensation  
Reaction of Ethyl Trifluoroacetate, Hydrazine and Amidines  
J. Chem. Research (S), 300-301(1999) (MS,NMR)
62. M. Koketsu, T. Senda, K. Yoshimura, and H. Ishihara  
Synthesis and Characterization of Novel 1,3-Selenazine Derivatives.  
BF<sub>3</sub>·Et<sub>2</sub>O-assisted Reaction of Primary Selenoamides with  
, -Unsaturated Ketones  
J. Chem. Soc., Perkin Trans., 1, 453-456(1999) (MS,NMR)
63. K. Itoh, S. Aoki, and C. Yatome  
Production of Indigo-Related Pigments by Nocardia Globerula  
JSDC, 115, 233-235(1999) (MS)
64. K. Moriya, T. Suzuki, S. Yano, and M. Kajiwara  
Phase Transition in Cyclotriphosphazene Derivatives: The Effect of Side  
Chains on Mesomorphism  
Transactions of the Materials Research Society of Japan, 24(3),  
481-484(1999) (MS,NMR)
65. S. Kutsumizu, T. Ichikawa, S. Nojima, and S. Yano  
A Cubic-cubic Phase Transition of 4'-n-Hexacosyloxy-3'-Nitrophenyl-4-  
Carboxylic Acid (ANBC-26)  
Chem. Commun., 1181-1182(1999) (MS)

66. E. Yanase and S. Nakatsuka  
Synthesis of Monomethyl and Dimethyl Derivatives of Epicatechin  
Gallate(Ecg) and Their Photo-Sensitivity  
Heterocyclic Communications, 5(4), 339-342(1999) (NMR)
67. 柳瀬笑子, 中塚進一  
非天然型  $\alpha$ -メチルフェニルアラニンの添加によるナシ黒斑病の AK 毒素生産  
能の制御  
関西病虫研報, 41, 23-26(1999) (NMR)
68. M. Yoshimatsu, S. Gotoh, G. Tanabe, and O. Muraoka  
Formation of 2-Oxa- or 2-Azabicyclo[3.3.0]octa-3,7-diene by a Novel  
Tandem intramolecular Photo-Cyclization of  
2,4,6-Tris(phenylthio)hepta-2,4,6-Trienal Derivatives  
Chem. Commun., 909-910(1999) (NMR)
69. 佐藤節子, 若山明弘  
電子顕微鏡による大気中微粒子の観測  
岐阜大学教育学部研究報告(自然科学), 第24巻, 第1号, 13-19(1999)  
(TEM,EDX)
70. T. Sugiura, T. Yoshida, and H. Minoura  
Microstructural Observation of Photoelectrochemically Tailored  
Nano-Honeycomb TiO<sub>2</sub>  
Electrochemistry, 12,1234-1236(1999) (TEM,AFM)
71. Y. Atoji, Y. Yamamoto, Y. Suzuki, and R. Sayed  
Ultrastructure of the Thyroid Gland of the One-humped  
Camel(Camelus dromedarius)  
Anat. Histol. Embryol., 28, 23-26(1999) (TEM)
72. K. Kubota, A. Seriu, Y. Moriyama, Y. Sugi, S. Ritsch, K. Hiraga, and O. Terasaki  
Effect of Organic Structure-Directing Agents on the Fine Structure of  
ZSM-12  
12th International Zeolite Conference, 1693-1700(1999) (NMR)

## 12. 平成12年度活動状況報告

### 1. 機器分析センター運営委員会

第12回機器分析センター運営委員会（持ち回り）

平成12年 5月11日（木）

議題（1）奨学寄附金の受入れについて

第13回機器分析センター運営委員会

平成12年 7月18日（火）

議題（1）平成11年度センター経費決算について

（2）平成12年度センター予算配分（案）について

（3）センター員の交替について

（4）分析機器及び空調設備の休止について

（5）その他

第14回機器分析センター運営委員会

平成12年10月31日（火）

議題（1）次期センター長候補者の選出について

（2）専任教官の割愛依頼について

（3）平成14年度概算要求（特別設備費）について

（4）その他

第15回機器分析センター運営委員会

平成13年 1月16日（火）

議題（1）物品の機種選定について

第16回機器分析センター運営委員会

平成13年 1月24日（水）

議題（1）次期センター長候補者の選出について

（2）専任教官の選考について

（3）平成14年度概算要求について

（4）センター員について

（5）その他

第17回機器分析センター運営委員会

平成13年 2月15日（木）

議題（1）専任教官の選考について

（2）その他

### 2. 機器分析センター員会議

\*フーリエ変換核磁気共鳴装置

第1回フーリエ変換核磁気共鳴装置センター員会議

平成12年 4月27日（木）

議題（1）ユーザーズミーティングの対応の確認

（2）講習会について

（3）その他

第2回フーリエ変換核磁気共鳴装置センター員会議

平成12年 7月 3日（月）

議題（1）新センター員の紹介

（2）プリンターの修理について

（3）保守点検について

（4）その他

第3回フーリエ変換核磁気共鳴装置センター員会議

平成11年 9月 2日（木）

議題（1）保守点検の実施について

（2）その他

\*質量分析装置

第1回質量分析装置センター員会議

平成12年 4月24日（月）

議題（1）講習会について

（2）その他

第2回質量分析装置センター員会議

平成12年 9月 6日（水）

議題（1）質量分析計の導入について

（2）その他

第3回質量分析装置センター員会議

平成12年12月 8日（金）

議題（1）概算要求について

（2）質量分析計の設置場所について

（3）その他

\* 電子顕微鏡

第1回電子顕微鏡センター員会議

平成12年 5月 8日(月)

議題(1)講習会について

(2)責任者交替について

(3)その他

\* 複合型表面分析装置

第1回複合型表面分析装置センター員会議

平成12年 5月 2日(火)

議題(1)講習会について

(2)その他

第2回複合型表面分析装置センター員会議

平成12年 9月20日(水)

議題(1)E S C Aの運営について

(2)その他

\* 生体分子高次構造解析システム

第1回生体分子高次構造解析システムセンター員会議

平成12年 5月11日(木)

議題(1)講習会について

(2)その他

\* 超高速現象解析システム

第1回超高速現象解析システムセンター員会議

平成12年 5月16日(火)

議題(1)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センター員会議

平成12年 5月17日(水)

議題(1)講習会について

(2)その他

\* 走査型プローブ顕微鏡

第1回走査型プローブ顕微鏡センター員会議

平成12年 4月28日(金)

議題(1)講習会について

(2)責任者交替について

(3)その他

\* 誘導結合プラズマ発光分析装置

第1回誘導結合プラズマ発光分析装置センター員会議

平成12年 5月12日(金)

議題(1)講習会について

(2)その他

### 3. ユーザーズミーティング

フーリエ変換核磁気共鳴装置ユーザーズミーティング

平成12年 5月 9日(火)

内容・題名「JEOL 400 と Varian Inova400、500  
の実際」

講師 工学部 村井利昭先生

・題名「Solid-State Magic-Angle-Spinning  
NMR の測定例」

講師 工学部 窪田好浩先生

・題名「軽水中のプロトン NMR スペクトル」

講師 農学部 下山田真先生

### 4. 第4回国立大学機器・分析センター会議

平成12年11月 8日(水)

場所:横浜国立大学教育文化ホール大集会室

当番校:横浜国立大学

議題(1)ネットワークの有効利用について

(2)機器の相互利用について

(3)機器・分析センターの現状と将来像

(4)機器・分析センター会議の在り方

(5)幹事校について

(6)次回当番校について

(7)その他

センター長石原秀晴出席

### 5. 東海4県国立大学機器分析センター専任教員会議

第1回:平成12年 5月23日(火)

豊橋技術科学大学

第2回:平成12年11月22日(水)

名古屋工業大学

専任教員沓水祥一出席

## 6. 第2回岐阜大学高度技術研修

地域共同研究センター主催

機器分析センター共催

平成12年11月29日～12月1日(水～金)

「エコプロセスによるバイオマス変換と  
その分析技術」

## 7. アンケート実施

第3回 平成12年11月

結果については本号P.5～10に掲載

## 8. 各種講習会(平成12年 5～6月,別表P.89)

## 9. 第2回岐阜大学技術研究・活動報告会

平成13年 3月 9日(金)

場所:工学部201教室

発表内容:「透過型電子顕微鏡の構造と  
各部の機能について」

村瀬由美子発表

## 10. 各種記事執筆

1) 岐阜大学工学部ニュース・匠, 2000年 8

「機器の共同利用の促進を」

センター長石原秀晴執筆

2) 岐阜新聞連載記事「研究室から 大学はいま」

「岐阜大学の機器分析センター」

(平成12年11月 5日朝刊に掲載)

専任教官沓水祥一執筆

## 11. 機器分析センター機関誌の原稿作成等

機器分析センター年報 第4号

ホームページ改訂(<http://www.gifu-u.ac.jp>)

## 12. 予算要求事項

\*平成14年度概算要求

1位 特別設備費

超高感度分子構造解析システム

内訳:質量分析装置 8400万円

円二色性分散計 2900万円

2位 施設整備費

機器分析センターの建物新嘗

3位 特別設備費

生体分子相互作用解析システム

内訳:ストップフロー分光光度計 1000万円

スーパーダイクミック光散乱光度計 2300万円

分子間相互作用解析システム 4300万円

超高感度等温適定型加力メーター 2500万円

\*平成13年度研究高度化設備費要求

「高機能材料表面の解析・評価に関する研究」

内訳:走査型電子顕微鏡 4800万円

X線分析装置 1800万円

表面分析装置 1400万円

エバネッセント顕微鏡 1000万円

薄膜強度試験機 1100万円

(学内予算)

\*平成12年度教育研究改革等経費

「超高感度型熱分析システムを用いた新規物質・材料の  
評価・開発に関わる教育・研究の支援」

内訳:超高感度型熱分析装置

\*平成12年度教育研究改革・改善経費要求

「新規物質・材料の開発にかかわる教育・研究の推進」

内訳:有機微量元素分析装置

## 別表

## 平成12年度 講習会受講者数

機械名	教育学部				医学部				工学部				農学部				合計	講師
	教官・技官	大学院生	4年生	計	教官・技官	大学院生	4年生	計	教官・技官	大学院生	4年生	計	教官・技官	大学院生	4年生	計		
核磁気共鳴装置 (5/6・9/5)	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	希望講習者の 担当教官
200MHz	1	0	8	9	2	0	0	2	8	10	0	18	2	1	18	21	50	
400MHz 溶液	1	0	0	1	2	0	0	2	8	21	0	29	2	14	0	16	48	
400MHz 固体	1	0	/	1	2	0	/	2	8	23	/	31	2	3	/	5	39	
500MHz	1	0	/	1	2	0	/	2	8	28	/	36	2	0	/	2	41	
計	4	0	8	12	8	0	0	8	32	82	0	114	8	18	18	44	178	
質量分析装置 (6/7)							/				/				/			松居正樹(工) 山内 亮(農)
GCMS-QP1000	0	0	0	0	0	0	/	0	3	16	/	19	1	7	/	8	27	
GCMS-9020DF	0	0	0	0	1	0	/	1	4	3	/	7	1	7	/	8	16	
計	0	0	0	0	1	0	/	1	7	19	/	26	2	14	/	16	43	
電子顕微鏡 (5/24)							/				/				/			大矢 豊(工) 杉浦 隆( ) 山本欣郎(農)
TEM・SEM・EDX	0	2	8	10	3	0	/	3	7	203	/	210	6	22	/	28	251	
計	0	2	8	10	3	0	/	3	7	203	/	210	6	22	/	28	251	
複合型表面分析装置(5/10~25)							/				/				/			紘村知之(工) 伊藤貴司( ) 吉田 司( )
ESCA	0	0	2	2	1	0	/	1	0	35	/	35	0	3	/	3	41	
SIMS	0	0	0	0	1	0	/	1	0	26	/	26	0	1	/	1	28	
計	0	0	2	2	2	0	/	2	0	61	/	61	0	4	/	4	69	
生体分子高次構造解析システム (5/31)							/				/				/			杉原利治(教) 下山田真(農)
CD	0	0	0	0	2	0	/	2	1	6	/	7	2	4	/	6	15	
SF	0	0	0	0	2	0	/	2	0	0	/	0	1	2	/	3	5	
計	0	0	0	0	4	0	/	4	1	6	/	7	3	6	/	9	20	
超高速度現象解析システム (6/7)							/				/				/			高橋周平(工)
UHC・HV・II・TC	0	0	0	0	3	0	0	3	0	5	0	5	6	3	3	12	20	
計	0	0	0	0	3	0	0	3	0	5	0	5	6	3	3	12	20	
時間分解蛍光光度計 (6/15)							/				/				/			山家光男(工) 亀山啓一( )
NAES	0	0	0	0	1	0	0	1	2	6	1	9	3	0	0	3	13	
計	0	0	0	0	1	0	0	1	2	6	1	9	3	0	0	3	13	
走査型プローブ顕微鏡 (5/19)							/				/				/			大矢 豊(工) 武野明義( ) 石黒 亮( )
SPM	2	1	2	5	1	0	0	1	5	44	3	52	3	1	2	6	64	
計	2	1	2	5	1	0	0	1	5	44	3	52	3	1	2	6	64	
誘導結合プラズマ発光分析装置 (6/14)							/				/				/			櫻田 修(工) 義家 亮( )
ICP	0	0	0	0	0	0	0	0	2	37	1	40	1	6	4	11	51	
計	0	0	0	0	0	0	0	0	2	37	1	40	1	6	4	11	51	
合計	6	3	20	29	23	0	0	23	56	463	5	524	32	74	27	133	709	

## 編集後記

平成 9 年度 4 月に省令化されて以来、皆様の暖かいご支援に支えられて、4 年が経ちました。今年度から、過去 4 年間の業務でくたびれ気味の前教官に代わり、センター長に農学部の大橋英雄先生、専任教官に金継業( きんけいぎょう )先生を迎え、リフレッシュします。人手不足は相変わらずですが、少しでも皆様の要望に応えられるように努力していきたいと思っております。今後ともよろしく願いいたします。

この年報はセンターの活動記録を皆様方にお知らせするとともに、まだご利用の経験のない方にもセンターにどのような機器があるのか、それを利用して何ができるか、また実際の利用手順はどのようなのかについても情報が得られるようにと発行しております。掲載記事や内容についてご質問、ご意見などがありましたら、どしどしセンターまで、電話(内線 2035)もしくは e-mail (jin@cc.gifu-u.ac.jp または kiki@cc.gifu-u.ac.jp) にて、お寄せ下さい。お待ちしております。なお、本号の発行にあたりましては、表紙のデザインを工学部応用精密化学科杉浦隆先生にお願いしました。お礼申し上げます。

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

---

岐阜大学機器分析センター年報 第 4 号

平成 13 年 7 月発行

岐阜大学機器分析センター

発行者 石原 秀晴(前センター長)

編集者 沓水 祥一(前専任教官)

村瀬 由美子

汲田 江梨

〒501-1193 岐阜県岐阜市柳戸 1-1

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

---

## センターの内線番号案内

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