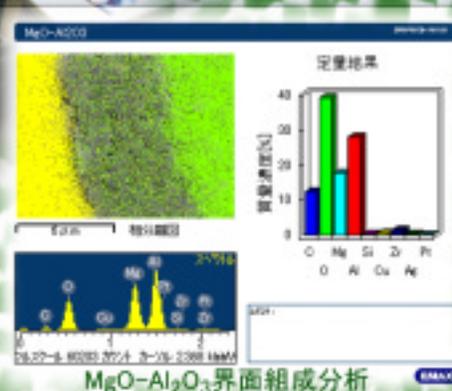
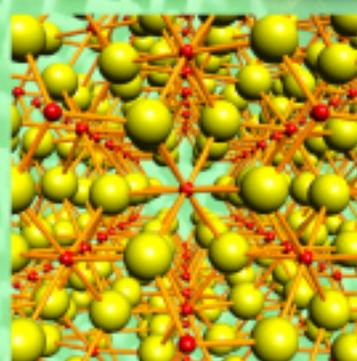
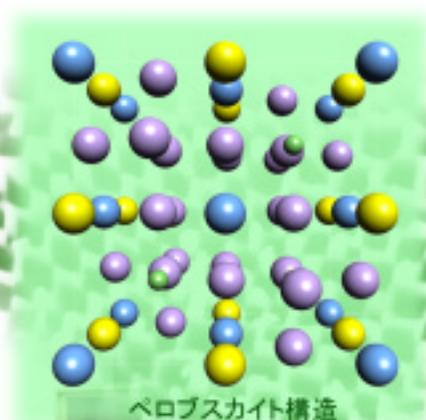
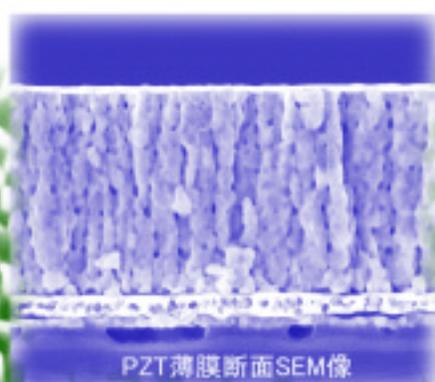


平成14年度

# 岐阜大学機器分析センター一年報

*Instrumental Analysis Center  
Gifu University*

第6号



## 表紙解説

背景：フォトエッチングにより酸化チタン表面に形成したナノポーラス構造の表面 SEM 写真

左上：ゾルゲル法により作製した PZT 薄膜の断面 SEM 像

工学部機能材料工学科 大矢 豊

右上：ペロブスカイト構造結晶模型

中央：走査型電子顕微鏡

左下：コランダム型 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 構造

右下：MgO- $\text{Al}_2\text{O}_3$  界面の EDX 元素分析

工学部機能材料工学科 櫻田 修

背景・デザイン： 工学部機能材料工学科 杉浦 隆

**目 次**  
**年報 第6号**  
**(最終号)**

第6号(最終号)発刊にあたって	1
大橋英雄(機器分析センター長)	
離任の挨拶	3
金 継業(機器分析センター専任教官)	
1. センターの目的	5
2. 沿革	5
3. 管理運営組織図	6
4. センター員名簿	7
5. 設置機器等一覧および機器の説明	9
センター案内図	11
1. 超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置(FT-NMR)	12
2. 質量分析装置(MS)	14
3. 電子顕微鏡(TEM, SEM, ED, EDX, &EELS)	18
4. 複合型表面分析装置(ESCA)	21
5. 走査型プローブ顕微鏡システム(SPM)	22
6. 円二色性分散計(CD)	24
7. ストープットフロー分光計(SF)	26
8. 超高速度現象解析システム	28
1) 高速度撮影カメラ・ビデオシステム	28
2) 時間分解フォトルミネセンス	29
9. 誘導プラズマ発光分析装置(ICP-AES)	32
10. 有機微量元素分析装置	34
11. 分光光度計(UV-VIS&IR)	35
12. コールドコンバーター(液体窒素供給装置)	37
13. 画像処理システム	38
6. 新機種導入	39
超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置	39
電子スピン共鳴装置	40

	フーリエ変換型顕微赤外分光光度計	41
	顕微レーザーラマン分光光度計	42
	複合型表面分析装置	43
	電界放出型走査型電子顕微鏡	45
	エネルギー分散型 X 線分析装置	
7.	センター利用の手順	47
	別表 1 液体窒素取扱講習会資料	49
8.	計測機器の利用に関する申合せ	51
	別表 1 利用者資格	54
	別表 2 利用料金	57
	別表 3 平成 年度 岐阜大学機器分析センター利用申請書	61
9.	機器の利用状況	62
10.	利用者研究論文一覧 ( 2 0 0 1 年 )	67
11.	平成 1 4 年度活動状況報告	75
	スナップコーナー	78
	別表 平成 1 4 年度 講習者受講者数	79
	編集後記	80
	表紙のデザインおよび表紙解説(表紙の裏)	
	センター職員紹介と内線番号案内 ( 裏表紙の裏 )	

## 年報 第6号（最終号）の発刊にあたって

機器分析センター長 大橋 英雄

「平成14年度岐阜大学機器分析センター年報 第6号 最終号」の発刊にあたり、挨拶申し上げます。

岐阜大学機器分析センターは旧各務原キャンパスにおいて90 MHzの核磁気共鳴装置の導入によって始まった共同利用室としての時代から数えると30年を越える歴史がありますが、これを2003年3月31日をもって一旦閉じ、4月1日より新たに再生することになりました。したがって、この年報は機器分析センターとしての最終号となります。本センターはこの間、岐阜大学の教育と研究のための支援施設として数多くの皆様方のお役にたってまいりました。しかし、これもひとえに本センターをご愛顧いただいております多くの利用者の皆さんと、センター員として設置・機器類の維持にご助成いただいております多くの先生方があってのことと心得ております。また、このセンターの運営にご理解とご支援いただいております大学当局のことも忘れられません。こうした皆様方に対して改めて感謝し、お礼申し上げます。誠にありがとうございました。

機器分析センターはこのところ、年間延べ利用者数が20,000名を越える状態が続いております。これは世話役の一人としても大変にうれしいこととございます。ご愛顧に対して感謝し、お礼申し上げます。また、本センターではこの1年の間に、大学当局その他のご理解とご支援をいただいたお陰もあって、フーリエ変換型顕微赤外分光光度計、顕微レーザーラマン分光システム、複合型表面分析装置(ESCA)、核磁気共鳴装置(500 MHz)、電子スピン共鳴装置(ESR)、走査型電子顕微鏡、エネルギー分散型X線分析装置を新規導入する、あるいは本センターへ管理移管していただくなどあって、これらを新たに保有することになりました。利用者の皆さん方の新しい期待に応えられるようになったこととともに、これまでよりも一段と上質のサービスを提供できるようになったことを喜んでおります。なお、これによって本センターは都合27の機器、装置を維持、管理することになりました。利用者の皆様にはより一層利用いただきますようご案内申し上げます。

上述しましたように、岐阜大学付属施設である機器分析センターは、同じ立場の遺伝子実験施設と放射性同位元素共同研究施設、加えて医学部付属施設である動物実験施設と嫌気性菌実験施設と合併して”生命科学総合実験センター”となります。本センターは新組織内で”機器分析分野”を構成いたします。新センターは、合同することから生み出される余裕を今後の活動に活かすことを目指しています。さらに、民間との共同研究や相互交流をすることなども望まれております。しかし、新センターには旧施設それぞれの歩みが違っていたことに原因するいろいろな問題も存在します。このことに関して、最後の機器分析センター運営委員会において”新センターへの申し送り事項”を審議し、承認していただきました。このようなところでは僭越なことであるとは存じますが、ここに申し送りを披露いたします。今後の新センターにおいてこれらのことをご斟酌いただきたいと考えているからです。宜しくお願い申し上げます。

#### 機器分析センターの申し送り事項

- 機器分析分野に対し、これまでの利用者数とその利用実績、保有設備などの実態に見合った処遇をされること。
- 機器分析分野では現在、受益者負担率が37～38%と高水準にあるので、これ以上の負担増を強いられないように努められること。
- 機器分析分野に教授枠を置かれること。
- 機器分析分野の専任教官、技官が本来の業務に専念できるよう処置されること。
- 事務体制を整備、確立されること。
- 機器分析分野の協力員(センター員)による支援体制の一層の充実、整備を図られること。

最後に、機器分析分野の教職員の皆様には新しい体制の下、いろいろなご苦労があるかとは存じますが、新技術のたゆみのない修得と研鑽に日々励まれ、それぞれの向上、発展に努められるようお願い申し上げます。このことがこの分野の発展のために最も必要であると考えます。併せて、全学の教官、職員、院生の皆様には機器分析分野を始めとする新センター、生命科学総合実験センターに対して倍旧のご理解とご支援をいただきますようお願い申し上げます。

## 離任の挨拶

### 機器分析センター 金 継 業

このたび、3月末をもって機器分析センターを離れることとなりました。2年間という短い期間でしたけれども、皆様には大変お世話になり厚く御礼申し上げます。皆様ご承知の通り、4月から、当センターは「遺伝子実験施設」、医学部附属施設の「動物実験施設」、「嫌気性菌実験施設」、学内措置の「放射性同位元素共同研究施設」を再編統合して「生命科学総合実験センター」が設立され、旧機器分析センターは、同センターの機器分析分野として再スタートすることとなりました。

岐阜大学機器分析センターは、設立されて以来大型機器等のセンターへの移設、さらには各種先端機器の新規導入等によって、全国的に見ても高水準の学内共同利用施設に成長しました。その間、学内利用者は年々増え（図1）、平成14年度時点で利用者延べ86,062人、利用時間は延べ72,738時間となっております。

学内共同利用施設として岐阜大学における教育研究レベルの向上に大きな役割を果たしました。近年の厳しい財政事情の中、このように大型共用設備をより充実するには設備(Facility)を如何に機能的(Functionalize)に整備し運用できるかといったセンターの特色が問われています。機器分析センターは、現在、既存分析機器を「精密分子構造解析」、「表面分析」及び「超高速度反応解析」の三つの領域に絞り、ナノテクノロジーやライフサイエンス分野において全学的に発展が期待される主な研究課題の支援に取り組んでいました（図2）。

平成14年度は、機能材料・バイオの研究を支援するための研究基盤支援促進設備費が認可され、念願としていた高機能微細構造解析システム（エネルギー分散型X線分析装置を付属した走査型電子顕微鏡システム）を導入することになりました。また、新センターへの統合をにらみ、坂口経理部長の配慮により顕微赤外及び顕微ラマン分光システムも予算措置され、機器分析センターの守備範囲である「精密分子構造解析」及び「表面分析」の領域が整備される格好となりました。国の緊縮財政が続く中での機器の充実は、機器分析部門がその役割を果たすことを強く求められている反映ともいえるでしょう。

センターの機器の充実が着々と進んでいる反面、国の財政事情は厳しいものがあり、維持運営経費の確保を難しくしています。現在、センター運営費の約40%がユーザー負担となっておりますが、その負担率をさらに上げると利用者の減少が心配されています。運営費の不安定性を解決する一方策として、支援活動を従来の「ユーティリティ」と「公開利用」ゾーン（つまり、実験環境の整備、安全管理、装置の性能維持及び分析測定技術の指導、

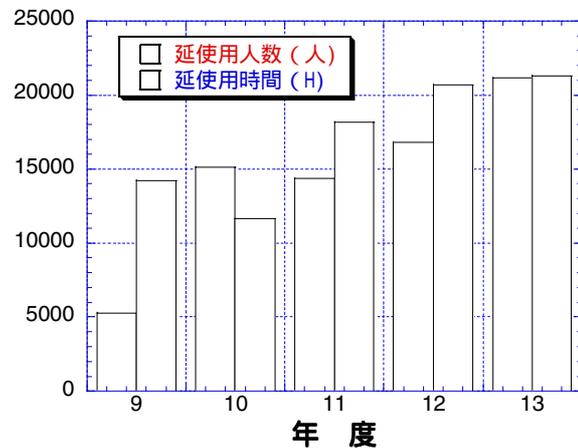


図1. 学内利用者の推移

研究セミナーの開催、センター委員組織の充実などの業務)から、「依頼分析」と「共同研究」ゾーン(つまり学内をはじめ、学外の依頼分析サービス及び企業などとの技術相談を通じて共同研究などを推進すること)へ拡大することを模索しています。また、人手不足はもう一つ深刻な問題です。しっかりした管理組織、熟達した管理者が必要で、中でも技官の役割は非常に重要と考えられています。現機器分析センターは、教官のボランティア活動にも負っていますが、1名の技官と1名の技術補佐員の努力のお陰で運用がなされており、負担は大きすぎます。新しいセンターでは技官の増員を強く望んでおります。平成15年度4月からは瀧守先生にバトンを引き継ぎ、機器分析分野の活性化と更なる発展を願っております。皆様の益々のご支援をお願いいたします。

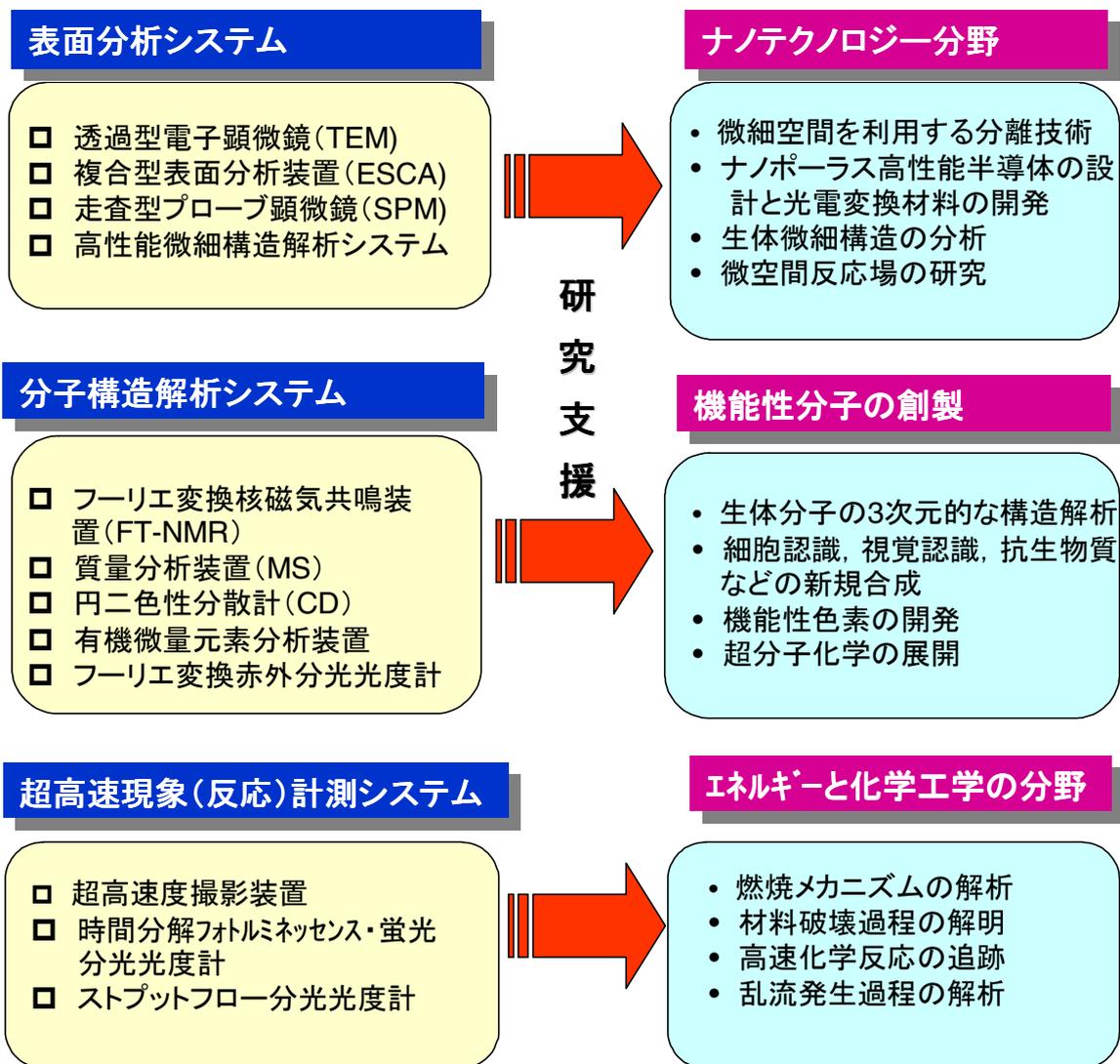


図2. 今まで機器分析センターが行われている主な研究支援

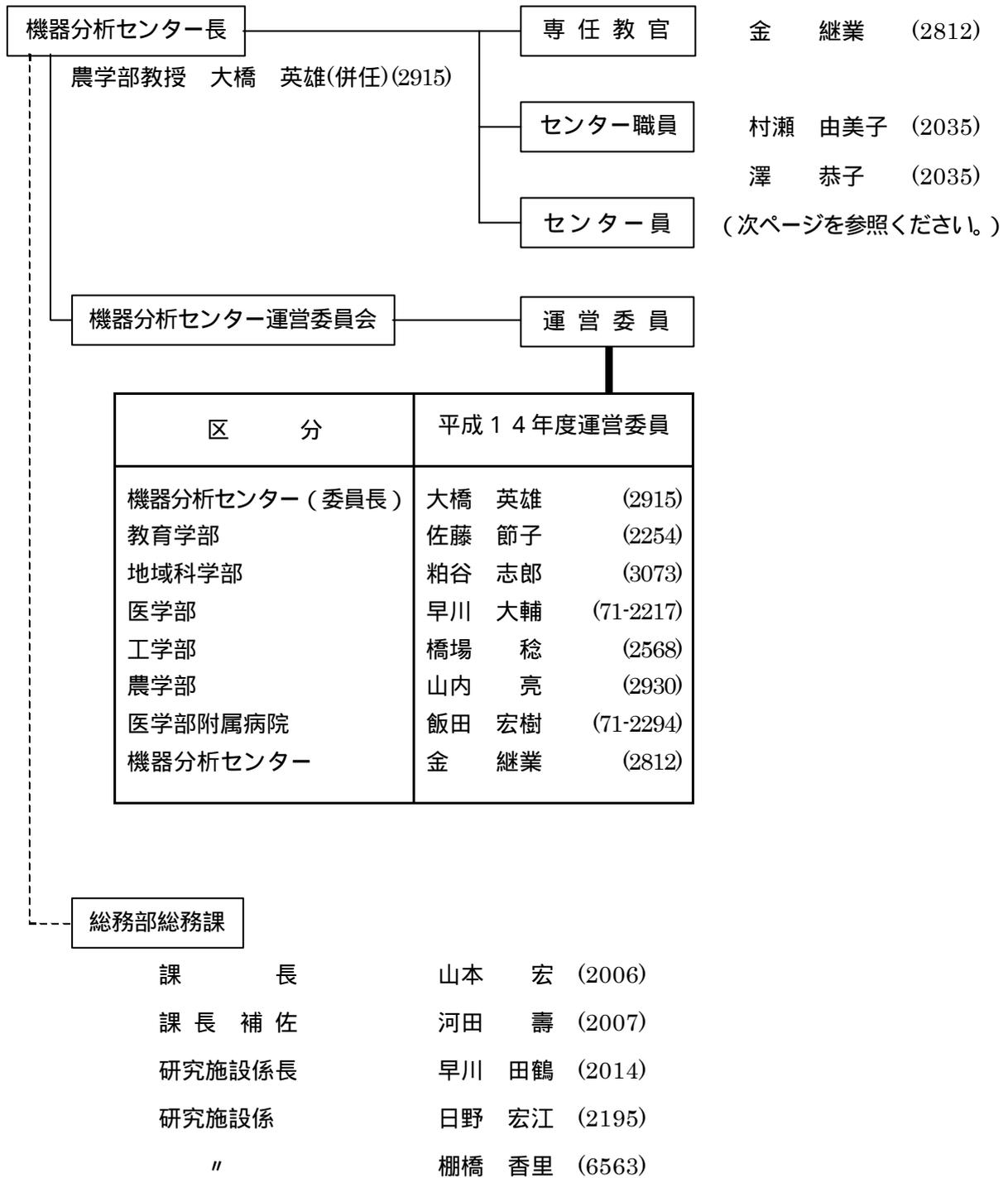
## 1. センターの目的

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・ピコグラフィ  
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 ELTA 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。
- 平成 13 年度 円二色性分散計（日本分光工業（株） J-820P）を設置
- 平成 14 年度 フーリエ変換核磁気共鳴装置（日本電子 JNM ECA500）・電子スピン  
共鳴装置（日本電子 JES FA100）を設置。（共に連農大学院より）  
走査型電子顕微鏡（日立 S-4300）及びフーリエ変換型顕微赤外分光光度計  
（日本分光 IRT-30-16）、顕微レーザーラマン分光システム（日本分光  
NRA-1000）を設置。複合型表面分析装置（島津 ESCA-3400 工学部より）  
を設置。

### 3. 管理運営組織図 ( )内は内線番号



\*平成15年4月1日より生命科学総合実験センター機器分析分野に変わります。

#### 4. センター員名簿

は機器取扱責任者

H14.8.1

機 器 名	氏 名	電話番号	部 局
電子顕微鏡 (TEM)	大矢 豊	2589	工学部
	杉浦 隆	2590	"
	大和 英弘	2682	"
	河合 啓一	2905	農学部
	吉崎 範夫	2853	"
	酒井 洋樹	2957	"
円二色性分散計 (CD) ストップフロー分光光度計 (SF)	杉原 利治	2306	教育学部
	恵良 聖一	71-2225	医学部
	平松 宏一	2595	工学部
	前澤 重禮	2898	農学部
	葭谷 耕三	2923	"
	下山田 真	2924	"
複合型表面分析装置 (ESCA)	紘村 知之	2626	工学部
	伊藤 貴司	2680	"
	櫻田 修	2574	"
	吉田 司	2593	"
	窪田 好浩	2600	"
	大場 伸也	2851	農学部
質量分析装置 (QP-1000・9020-DF)	松居 正樹	2601	工学部
	北出 幸夫	2640	"
	竹内 豊英	2806	"
	山内 亮	2930	農学部
	河合 真吾	2920	"
質量分析装置 (GCmate)	村井 利昭	2614	工学部
	吉松 三博	2251	教育学部
	吉田 敏	2655	工学部
	上野 義仁	2639	"
	柳瀬 笑子	2914	農学部
フーリエ変換核磁気共鳴装置 (FT-NMR)	下山田 真	2924	農学部
	吉松 三博	2251	教育学部
	桑田 一夫	71-2226	医学部
	石田 勝	2613	工学部
	窪田 好浩	2600	"
	纈纈 守	2619	"
	満倉 浩一	2649	"
	石田 秀治	2918	農学部
	重松 幹二	2922	"
	柳瀬 笑子	2914	"

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	"
	小山 博之	2 9 1 1	農学部
	金 継業	2 8 1 2	センター
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
	亀山 啓一	2 6 0 8	"
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	"
	王 道洪	2 7 0 2	"
小型機器	沓水 祥一	2 5 7 3	工学部
	佐藤 節子	2 2 5 4	教育学部
	村山 幸一	71-2227	医学部
	石黒 亮	2 6 0 7	工学部
有機微量元素分析装置	吉松 三博	2 2 5 1	教育学部
	船曳 一正	2 5 9 9	工学部
	纈纈 守	2 6 1 9	"
	細谷 孝充	2 6 3 7	"
	上野 義仁	2 6 3 9	"
スキャナー・ピクトログラフィー	酒井 洋樹	2 9 5 7	農学部
	杉浦 隆	2 5 9 0	工学部
コールドコンバーター	金 継業	2 8 1 2	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

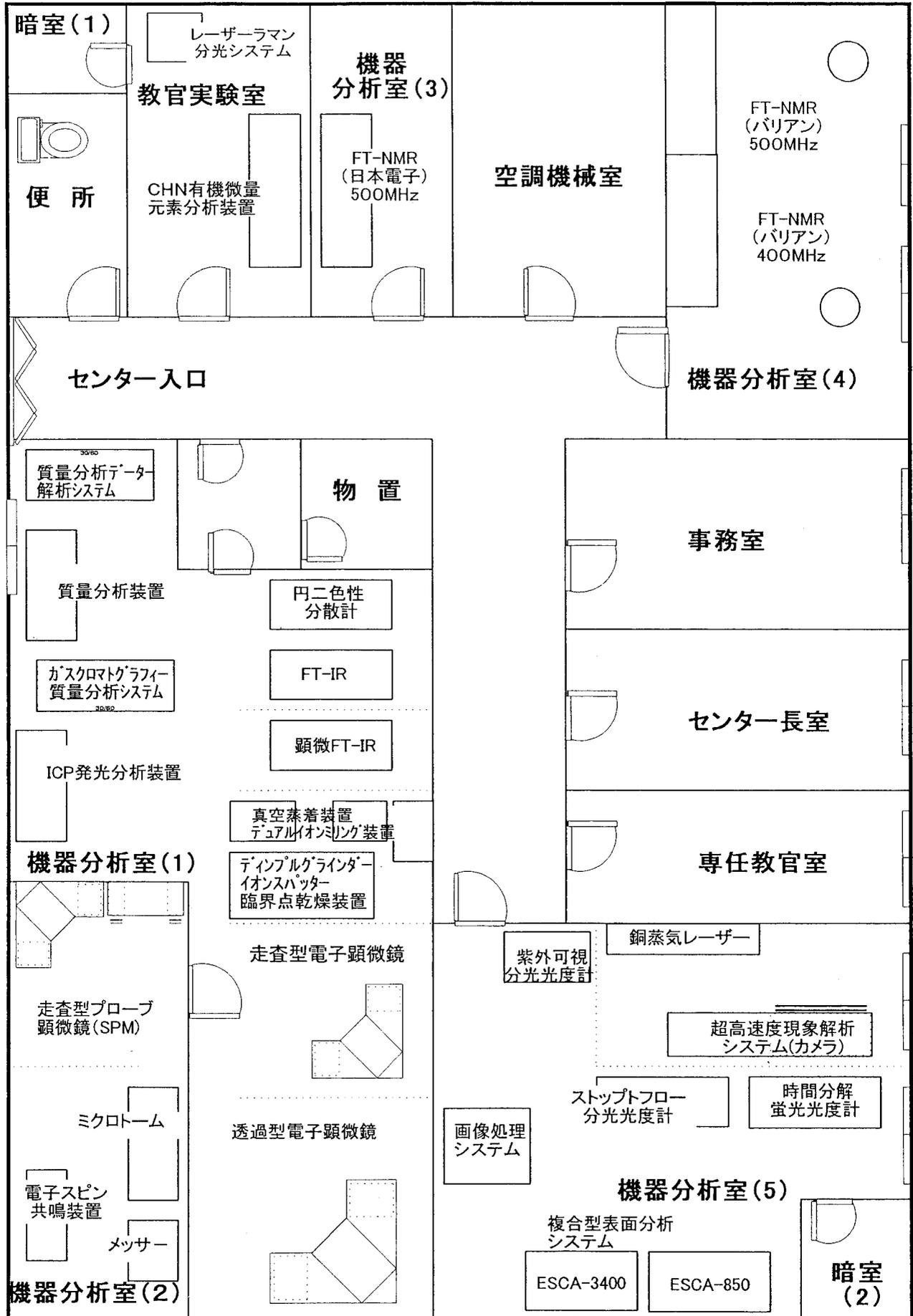
## 5. 設置機器等一覧および機器の説明

H15.3 現在

品 名	納入年度	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	H 7 年度 H 1 4 年度(連農)	バリアン UNITY INOVA500 (500MHz) バリアン UNITY INOVA400 (400MHz) 日本電子 JNMR ECA500 (500MHz)
2. 電子スピン共鳴装置 (ESR)	H 1 4 年度(連農)	日本電子 JES FA100
3. 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 質量分析装置 (MS)	S 6 2 年度 S 5 9 年度 H 1 3 年度(工)	島津 GCMS 9020-DF, GCMS QP-1000 島津 GCMS PAC1100 ガスクロ工業 KS-5S カラム充填用 日本電子 GCmate
4. 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 イオンスバッタ 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  走査型電子顕微鏡(SEM) エネルギー分散型 X 線分析装置	H 5 年度 S 5 9 年度 S 6 0 年度 S 5 9 年度 H 9 年度 S 5 9 年度 S 6 0 年度 H 9 年度 S 6 0 年度 H 8 年度 S 5 9 年度  H 5 年度  H 1 4 年度	日立 H-8100 日立 H-8010 KEVEX Analyst 8000 日立 H-8020 三慶科学メッセーC ライカ社製 ガラスナイフメーカー EM KMR 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, E-201 DOSAKA EM TB-3-75 フジ A-450 FC JRC-33 ガタン 600 N 型 ガタン 656 N 型  日立 S-4300 堀場 EMAX EX-220
5. 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 複合型表面分析装置 (ESCA)	S 6 2 年度 H 1 4 年度管理換	島津 ESCA-850 島津 SIMS-500 島津 SAM-5B 島津 ESCA-3400 (H 1 2 年度導入)
6. 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	H 1 0 年度	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
7. 円二色性分散計 (CD)	H 1 3 年度	日本分光工業 J-820P
8. ストップフロー分光光度計 (SF)	S 6 1 年度	大塚電子 RA-401
9. 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 超高速ビデオ装置 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)	H 1 0 年度	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
10. 導結合プラズマ発光分析装置 (ICP)	H 7 年度	日本電子 リーマン PS-1000UV
11. 有機微量元素分析装置 オートサンプラー	H 1 2 年度	MT-6 MTA-620
12 分光光度計 フーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR) フーリエ変換型顕微赤外分光光度計 (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)	H 4 年度 H 1 4 年度 S 5 9 年度  H 9 年度	パーキンエルマー システム 2000 日本分光(株) 460Plus 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

13．顕微レーザーラマン分光システム	H14年度	日本分光(株) NRS-1000
14．コールドコンバーター（液化窒素貯槽）	S59年度	1,400L
15．画像処理システム	H10年度	NEC PC-9821Xp EPSON GT-9000 イメージスキャナ ニコン COOL Print カラープリンター フジ ピクトログラフィー 4000
16．その他 超音波洗浄器 直示天秤	H7年度	BRANSONIC 220 メトラーAG245

# 機器分析センター案内図



## 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いる。さらに、天然物化学への寄与、医療分野での NMR イメージング (MRT 断層映像) などでも話題になっている。

物質を磁場の中に置いたとき、 $^1\text{H}$ 、 $^{13}\text{C}$  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)。このことから各々の原子の状態、あるいはその原子を含む原子団 (置換基) の化学的性質を知ることができる。

超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などの進歩により、ラジオ波パルスによる測定が可能になり、種々の対象物を容易にかつ高精度に分析することが可能になった。

当センターには、次の 2 種の FT-NMR が設置されている。

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

当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いろいろな測定手法を実施することができる。また、乾燥空気を用いて -60 までの低温で測定することが可能であり、液体窒素を用いることなく簡便に低温下での測定を行うことができる。

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

上述の UNITY INOVA 500 と相補的に用いられる機種であり、マジックアングル用プローブを装

着することによって、固体 CP/MAS の測定やナノプローブでの微量サンプルの測定が可能である。またオートサンプラー( 9本まで)を用いて、 $^1\text{H}$ 、 $^{13}\text{C}$ 、 $^{19}\text{F}$ 、 $^{31}\text{P}$  を連続して測定することができる。

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

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

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

The Center has three FT-NMR spectrometers.

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

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

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

This instrument is capable of measuring solid CP/MAS, and is employed auxiliary for INOVA 500. A limited amount of sample can be measured by use of a 'nano-probe'. In addition, the auto-sampler system (for 9 samples at maximum) makes it possible to measure  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$ , and  $^{31}\text{P}$  continuously.

## 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、その試料分子をイオン化させて生じるマスフラグメントを測定し、その開裂パターンの様相から、試料の同定、定量を行うことができる。

揮発性試料の分子はイオン化室へ導入され、そこで分子はイオン化されて、またより低分子量のイオン（フラグメントイオン）へと開裂する。プラスに帯電した分子とそのフラグメントイオンは、磁場中で加速、分散されて、各々の質量に従って分別（質量分離）される。それらのイオンはイオン検出部に到達し、電氣的に記録される。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ができる。

当センターには、3 台の質量分析計がある。質量分析計はガスクロマトグラフに接続されているので、微量かつ複雑な組成の混合物を定性・定量ができる。また、データ処理装置は情報の検索を行うことも可能である。以下に、それらの仕様について簡単に示す。

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



#### 【仕様】：

マスレンジ	: $m/z = 10 - 1000$
分解能	: $M / M = 2000$ ;
感 度	: 1 ng のステアリン酸メチルの $M^+(298)$ を検出可能 (S/N 100)
試料導入	: 直接導入 (DI) およびガスクロマトグラフ (GC) による導入
イオン源	: 電子衝撃 (EI) 法および化学イオン化 (CI) 法
測定モード	: マススペクトル、マスフラグメントグラム、トータルイオンクロマトグラム、マスクロマトグラムなど

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



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

【仕 様】 :

- マスレンジ :  $M/z = 1 - 6000$
- 分解能 :  $M / M = 25000 ;$
- 感 度 : 50 pg のステアリン酸メチルの  $M^+(298)$  を検出可能 ( S/N 10 )
- 試料導入 : 直接導入およびガスクロマトグラフによる導入
- イオン化法 : EI、CI、高速原子衝突 ( FAB ) およびフィールドイオン化 ( FD ) 法
- 測定モード : マススペクトラム、マスフラグメントグラム、トータルイオンクロマトグラム、マスクロマトグラムなど
- 特殊測定 : MIKES ( 娘イオン )、メタステーブルイオン、ネガティブイオンおよびミリマス

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



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

【仕様】：

マスレンジ	: $M/z = 1 - 1000$ (加速電圧 2.5kV) ; $1 - 2000$ (加速電圧 1.25kV)
分解能	: 500, 1000, 3000, 5000 (コンピュータコントロール 4 段切換)
感度	: 30 pg ステアリン酸メチルの $M^+(298)$ を検出可能 (S/N 10)
試料導入	: EI, CI, 正、負イオン検出、直接導入等
イオン化法	: EI、CI、高速原子衝突 (FAB) およびフィールドイオン化 (FD) 法
測定モード	: マススペクトラム、マスフラグメントグラム、トータルイオンクロマトグラム、マスキロマトグラムなど

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

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

## 2. Mass Spectrometer System (MS)

Mass Spectrometry (MS) is one of the fastest-growing areas in analytical instrumentation. This analysis is usually achieved by degrading a few nanogram of a compound and recording the fragmentation pattern derived from the mass fragmentation processes.

The molecules of the volatile sample are ionized and divided into lower molecular mass ions (fragment ions) in the ionization room. The resulting positive charged molecule and its fragment ions are accelerated into magnetic field unit which separates them in space according to their masses, and the detector responds to the arrival of the ions. The record of ion abundance versus mass, which is usually called a mass spectrum, shows a pattern inherent of the molecule analyzed, and therefore, we can identify the molecule and determine the molecular weight and molecular structure of known or unknown compounds. The use of mass spectrometry in support of synthetic, organic, and pharmaceutical chemistry is well established.

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

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

**Specifications:**

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

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

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

Ionization methods : Electron ionization (EI) and chemical ionization (CI)

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

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

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

### ***Specifications:***

Mass range :  $m/z = 1-6000$  Da

Resolution : 25,000

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

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

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

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

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

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

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

### ***Specifications:***

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

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

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

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

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

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

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

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

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

### 3 . 電子顕微鏡



当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) と電子線エネルギー分析装置 H-8020 を装着しており、医学生物科学および材料科学における試料の総合的分析が可能になっており、下記のような分析が日常的に行われている。

#### 1 ) 透過像観察(TEM) ( 機器分析室 1 )

生物材料および非生物材料の超薄切片を 100 倍から 100 万倍に拡大して、その微細構造を観察することができる。分解能は、1.44 (格子像) から 2.1 (点観察像) である。加速電圧は 75 kV から 200 kV までの 5 段階の選択ができるので、いろいろな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で制御されているので、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マイクローム ( 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1)

セラミックス、半導体などの透過電子顕微鏡観察用の薄片試料作成のために用いる。試料表面をダイ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  $\mu\text{m}$  ~ 50  $\mu\text{m}$  まで研磨が可能であるが、注意深い操作により 5  $\mu\text{m}$  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1)

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

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

### 3. Electron Microscope

The Hitachi H-8100 is a high voltage electron microscope designed to meet various modern scientific requirements from materials science to biomedical applications. By conjunction of the H-8100

with the other instruments, e.g., the scanning electron microscope H-8010, the energy dispersing X-ray analyzer Kevex Analyst 8000 and the electron energy loss spectrometer H-8020, it can perform 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 sample preparation 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 that provides the best correlation of selected area image and diffraction pattern for all magnifications.

4) Energy Dispersive X-ray Analysis (EDX) (Room 1)

An elemental microanalysis can be achieved by detecting a specific X-ray energy emitted from specimens on application of the electron beam. Point, line, and area analyses can be carried out by viewing the SEM and TEM images of the specimens. The obtained data can be analyzed qualitatively and quantitatively with a Kevex DELTA software FLAME. Various kinds of expression for digital data imaging are possible with this system, for example, the STEM image can be decorated by 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 SEM 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 1)

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

between 20 and 50  $\mu\text{m}$  is normally obtained.

#### 7) Ion Milling (GATAN DuoMill Model 600) (Room 1)

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

#### 4 . 複合型表面分析装置 (ESCA) ( 機器分析室 5 )



ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) は固体の 5 ~ 50 の極微表面層の元素およびその結合状態を分析するのに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線の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、それらの深さ方向の分析が可能である。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 を保有しており、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。

#### 4. Conjugated Surface Analysis System (Room 5)

Electron Spectroscopy for Chemical Analysis (ESCA), also known as X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS), is an effective technique to detect the elements and their bonding states on the surface layers of solid. The method uses soft X-rays to eject electrons from inner-shell orbitals. The kinetic energy of these photoelectrons is determined by the energy of the X-ray radiation, and the electron binding energy. Because the electron binding energies are dependent on the chemical environment of the atom, it makes XPS useful to identify the oxidation state and ligands of an atom. On the other hand, however, the binding energy 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 Center has a Shimadzu ESCA-850 instrument for ESCA analysis. The optional functions for AES and SIMS are also available.

#### 5. 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 mm x 45 mm x 5 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), 摩擦顕微鏡, 電気化学 AFM・STM, マイクロ粘弾性 AFM (VE-AFM) などの測定が可能であり, 温度可変 (-140 ~ 300 ) および真空下で測定できる設備を備えている。

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

#### 【測定モード】

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

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

The SPM system detects the atomic force or the tunnel current between the sample surface and the probe tip, and can result a topographic map when the tip is scanned across the sample surface. SPM can image surfaces with atomic-scale resolution, 0.2 nm in the surface and 0.01 nm to the perpendicular direction of the sample. It is possible to do even the observation of the atomic level imaging under the optimal conditions.

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

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

#### *Measurement Modes*

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

## 6 . 円二色性分散計 (CD) ( 機器分析室 1 )



分子が鏡に映った鏡像（対掌体）と重ね合わせる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）は重要である。キラルな分子は、左回り円偏光と右回り円偏光を異なった強度で吸収する。この性質を円偏光二色性（optical circular dichroism [CD]）という。左回り円偏光と右回り円偏光に対する吸光度の差を波長に対してプロットしたものが CD スペクトルであるが、これはその分子の絶対配置に固有のパターンを示し、従って、得られた CD スペクトルを絶対構造既知のスペクトルと比較検討することにより、未知物質の絶対配置の決定が可能となる。平成 14 年 3 月に当センターに日本分光 J-820 円二色性分散計が更新設置された。

### 【主な仕様】

光源	: 450 W Xe ランプ (水冷方式)
波長測定範囲	: 163 ~ 1100nm
波長精度	: 163 ~ 180 nm : ±0.2nm ; 180 ~ 250 nm : ±0.1 nm ; 250 ~ 500 nm : ±0.3 nm ; 500 ~ 800nm : ±0.8nm ; 800 ~ 1100nm : ±2 nm
波長走査	: 1 ~ 10000 nm/min
CD スケール	: ±10 mdeg ; ±200mdeg ; ±200 mdeg
入力チャンネル	: 内部入力チャンネル数 : 2 ; 外部入力チャンネル数 : 2
データ処理	: スペクトル表示、重ね書き、四則演算、差スペクトル、ベースライン補正、微分、ピーク高さ・面積・半値幅算出、スムージング、拡大縮小、ピーク検出、データ変換 (JCAMP-DX, テキスト形式)、印刷レイ

アウト機能 ( JASCO Canvas ) 等。  
その他 : CD と UV スペクトルの同時測定可能 ; ペルチェ式温度コントローラ装  
備

## 6. Circular Dichroic Polarimeter (Room 1)

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. A JASCO J-820 CD Polarimeter was installed in the center on March, 2002.

### *Specifications:*

Light source : 450 W Xe arc lamp (water cooled)  
Wavelength range : 163 ~ 1100nm  
Wavelength accuracy : 163 ~ 180 nm :  $\pm 0.2$ nm ; 180 ~ 250 nm :  $\pm 0.1$  nm ; 250 ~ 500 nm :  
 $\pm 0.3$  nm; 500 ~ 800nm :  $\pm 0.8$ nm; 800 ~ 1100nm:  $\pm 2$  nm  
Scan speed : 1 ~ 10000 nm/min  
CD full scale :  $\pm 10$  mdeg /  $\pm 200$ mdeg /  $\pm 200$  mdeg  
Input channels : 2 internal plus 2 external signals can be acquired simultaneously  
Data processing system : Display and overlay the spectra, data file arithmetic operations,  
derivatives, peak detection and processing, smoothing, baseline correction,  
data file conversion (JCAMP-DX,ASC format), printing layout etc.  
Others : CD and UV spectra can be measured simultaneously;

## 7. ストップフロー分光光度計 (機器分析室1)



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で追跡し、反応速度定数、反応中間体の生成や消失の速度定数等を求める方法である。これに対して、観測セル内の平衡にある反応系溶液に対してその温度を急速に上昇させる温度ジャンプなどによってその平衡を乱し、その後反応系が新しい平衡に向かって移行する過程を追跡するのが緩和法である。この方法では、緩和時間に関する情報が得られ、別の実験で求めた平衡定数の情報と組み合わせることにより反応速度定数を知ることが出来る。

当センターには大塚電子製 RA-401 ストップフロー分光光度計が設置されている。上述の生体分子高次構造の決定や生体系の化学反応メカニズムの解明以外にも、たとえば、コレステリック液晶やスメクチックC\*液晶を発現する分子(これらはキラルな分子である)の立体配置の決定、あるいはまた酸塩基反応、酸化還元反応、遷移金属錯体の形成反応、有機化学反応、触媒反応といった種々の化学反応の解析にも十分に役立つものである。

### 【仕様】：

試料の形態	：	液体のみ
測定波長域	：	800-200 nm
反応速度	：	0.1 ms-30 ms、7段切換
温度制御範囲	：	-20 から約 95 まで

## 7. Stopped-Flow Spectrophotometer (Room 1)

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

The center has an Otsuka Electronics RA-401 stopped-flow spectrophotometer. This system is useful for the above-mentioned studies, and can be used also in other research fields, for example, conformational analyses of liquid-crystalline molecules showing cholesteric/smectic C\* phases, analyses of various chemical reactions such as acid-base, oxidation-reduction, complex formation, organic, and catalytic processes, etc.

### *Specifications:*

Sample	:	liquid only
Range of wavelength	:	800-200 nm
Range of reaction rate	:	0.1 ms to 30 ms, 7 steps
Range of temperature	:	-20 to c.a. 95

## 8 . 超高速現象解析システム

本システムでは、ナノ秒(ns)オーダーまでの自然界の様々な超高速現象、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。大きく分けて高速撮影カメラ・ビデオシステムと時間分解フォトルミネセンス・蛍光分光光度計の2つのシステムから構成されている。

### ) 高速撮影カメラ・ビデオシステム



#### 1 ) 超高速撮影装置: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  $\mu$ s/mm の掃引速度でのストリーク撮影が可能。フレーミング撮影時、露出時間を各フレームごとに 10 ns ~ 20  $\mu$ s の範囲で 1 ns ステップで設定可能。撮影フレーム間隔は 40 ns ~ 320  $\mu$ s の範囲で 5 ns ステップで任意に設定可能。レンズはニコン F マウント。撮影はポラロイドフィルムを使用。

#### 2 ) 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  $\mu$ s) まで、分割フレームにすることで最高 40,500 fps (64x64 画素時、時間分解能は 25  $\mu$ s) まで撮影可能。撮影枚数は 3072 (4,500 fps 時に 0.68 秒間の現象撮影が可能) ~ 49,152 枚 (40,500 fps 時に 1.21 秒間の現象撮影が可能)。GP-1B 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  $\mu$  ~ 5  $\mu$  (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。

**) 時間分解フォトルミネセンス ( P L ) ( 機器分析室 5 )**



フォトルミネセンスは物質が高エネルギーの電磁波を照射されたときにみられる発光現象であり、この現象は照射停止後少なくとも(一般にナノ秒のオーダーの)少しの時間持続する。この

過程における吸収と発光の異方性、減衰時間、波長は、励起状態および基底状態の電子構造に依存していて、これらは分子配向や周りの誘電率に対して非常に敏感である。従って、時間分解フォトルミネセンススペクトルは発光デバイスの電子移動過程の追跡に有効であるだけでなく、適当な蛍光プローブを用いることによって分子の動的性質や分子の周りの微視的環境に対する情報を得るのにも有効である。当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 - 色素レーザー (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。

## 8. 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 Systems

1) Ultra-high-speed camera instrumentation: Ultramac standard set (Room 5, carrying out is possible)

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, carrying out is possible)

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 frame 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 frames is 3,072, applicable to a phenomenon for 0.68 s, in the full frame mode, and 49,152 for 1.21 s in the divided frame mode. The black and white picture of each frame is recorded on a DRAM memory, which

can be transformed and saved in Tiff format. Output type: GP-IB and NTSC. This camera can be used with Image intensifier (3) and Laser system (4) to capture high speed phenomena very clearly.

3) Intensified lens system (ILS): Imco (Room 5, carrying out is possible)

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

4) Ultra-highly bright laser strobe: Copper Vapor Laser illuminator LS2-30 (Oxford Lasers Inc.) (Room 5, carrying out is possible\*)

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

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

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

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

## **II) Time-Resolved Photoluminescence Spectrophotometer (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.

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

## 9 . 誘導結合プラズマ発光分析装置 (ICP-AES) ( 機器分析室 1 )



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

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

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

高周波電源部: 周波数 40.68 MHz, 出力 0.7-2 kW

光検出部: 測定波長範囲 178-808 nm,  
検出可能濃度 1ppb-1000 ppm

#### 付属装置

超音波ネブライザー

水素化物発生装置

オートサンプラー

マイクロ波加熱試料分解システム

純水製造装置

### 9. Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometer (ICP-AES) (Room 1)

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

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

The wavelength of the emission lines can be used to identify a element, and the intensity of the emission line is proportional to the number of the atoms undergoing the corresponding transition. Thus, the detection of emission intensities at a particular wavelength can be used to determine the concentration of the analytes in solution. Over seventy elements, including some non-metal elements such as boron, carbon, silicon, phosphorus, and sulfur, can be detected and analyzed by ICP-AES.

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

#### *Specifications:*

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

Wavelength range : 178-808 nm

Dynamic range : 1 ppb-1000 ppm

Options : Ultrasonic nebulizer, hydride vapor generation unit and autosampler,  
microwave sample preparation system and water purification system

## 10 . 有機微量元素分析装置 ( 教官実験室 )



有機物は完全に燃焼分解すると、 $\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{CO}_2$ 、 $\text{N}_2$  ガスになる。元素分析装置 CHN コーダーは、試料を完全燃焼分解し、 $\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{CO}_2$ 、 $\text{N}_2$  ガスをそれぞれ熱伝導度検出器で定量し、試料の構成元素 C・H・N 量を測定するものである。その分析結果によって、化合物の純度、組成などを求め、化合物の同定を行う。微量元素分析は化学、医学、薬学及び農学などの方面で広く利用されている。

当センターは平成 12 年度教育研究改革・改善経費にてヤナコ分析工業(株)製 CHN コーダー MT-6 元素分析装置と酸素分析キットを導入した。装置の制御及びデータ処理はコンピュータにより容易に行われ、分析データは Word や Excel などへの貼り付けが可能である。

### 【仕 様】

- 測定元素 : 炭素, 水素, 窒素, または酸素 (酸素分析キット装備)
- 測定範囲 : 炭素: 3 ~ 2600  $\mu\text{g}$ ; 水素: 0.5 ~ 400  $\mu\text{g}$ ; 窒素: 1 ~ 1000 $\mu\text{g}$ ; 酸素: 50 ~ 1000 $\mu\text{g}$
- 測定精度 : 絶対誤差 0.3%以内
- 試料量 : 通常 2 mg 前後 微量はかりにて秤量
- 分析能力 : 5 ~ 10 回 / 時, オートサンプラーにより 20 検体の連続分析が可能である
- 安定時間 : スイッチオンから約 90 分で分析可能

## 10. Elemental Analyzer (Instructor laboratory)

Determining the Carbon, Hydrogen, Nitrogen and Oxygen content of unknowns is one of the most basic and essential needs for any chemist. The analytical method of CHN Corder is based on the complete and instantaneous oxidation of the organic sample by "flash combustion" which converts all organic and inorganic substances into combustion products. The resulting combustion gases ( $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{N}_2$ ) are then detected by a thermal conductivity detector which gives an output signal proportional to the concentration

of the individual components of the mixture. Elemental analysis determines the amount (typically a weight percent) of an element in a compound, and therefore is particularly useful in determining the elemental composition, the purity and the empirical formula of the unknown compounds. This method is an essential aspect of chemical characterization in natural products, materials science, organic and inorganic synthesis, pharmaceutical products, etc.

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

### ***Specifications***

Elements	: C, H, N, S and/or O (with oxygen determination kit)
Measuring range	: C: 3 ~ 2600 $\mu\text{g}$ ; H: 0.5 ~ 400 $\mu\text{g}$ ; N: 1 ~ 1000 $\mu\text{g}$ ; O: 50 ~ 1000 $\mu\text{g}$
Accuracy	: < 0.3% absolute
Sample size	: 2 mg (weighed with a Sartorius microbalance)
Analysis capacity	: 5 ~ 10 times / hour; 20 samples can be continuously determined with an autosampler.
Stable time	: 90 min. after switching on.

## **1 1 . 分光光度計 (紫外可視・赤外)**

### **1 ) 紫外可視分光光度計 (機器分析室 5 )**



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

の電子状態の検討が可能である。

当センターには日立4000U型自記分光光度計が設置されている。この装置は通常の吸収スペクトルの測定以外に反射スペクトルの測定もできるように設計されている。

## 2) 赤外分光光度計 (機器分析室1)



物質による赤外線 (約  $5000 \sim 300 \text{ cm}^{-1}$ ) 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 型が設置されている。この機器は、マイケルソン型干渉計を用いたフーリエ変換型である。このタイプの装置は、干渉計の制御にレーザー光を、またフーリエ変換という数学的操作を用いることにより高分解能、高い波数確度、高感度が実現でき、スペクトルの積算測定や高速測定が可能となり、またスペクトルの数学的な処理 (加減乗除, 微分積分など) が容易に行える。また HATR (水平型内部多重反射測定装置) の使用により、従来の赤外分光光度計では測定の難しかった水溶液、ペースト等についてもスペクトルを得ることができる。

## 11. Spectrophotometer (UV-Vis and IR)

### 1) UV-visible Spectrophotometer (Room 5)

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

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

reflection modes are available.

## 2) Infrared Spectrophotometer (Room 1)

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

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

## 12 . コールドコンバーター (屋外)



コールドコンバーターは液化ガスを貯蔵し、これからガスや液化ガスを取り出すための装置である。センターのコールドコンバーターは液化窒素専用の貯蔵・取り出し装置（最大貯蔵量は1トン）であり、岐阜大学内のすべてのユーザーは、この装置から、望むときはいつでも必要量の液体窒素を取り出すことができる。液体窒素は便利な冷媒であり、これを用いると $-196$  という低温を簡単に実現できる。したがって、液体窒素は物理学、化学、生化学、医学ならびに生物科学の広い分野の研究において不可欠な冷媒となっている。また、液体窒素は、冷媒としての用途

の他に乾燥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。

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

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

## 13 . 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 ピクトグラフィ 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。

## 13. Image Processing System (Room 5)

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

## 6 . 新機種紹介

### 超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置

今回導入された日本電子（株）製 FT-NMR ECA-500 超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置は、分子構造解析や材料評価といった従来の NMR の応用分野にとどまらず、新たな創薬、ポストゲノム研究、新素材開発など、将来の生命科学の発展にも対応する装置として導入されました。観測核の基準周波数は、500 MHz ( $^1\text{H}$  核)、125 MHz ( $^{13}\text{C}$  核)です。検出器は、5 mm のサンプル管を使用する 2 種類のプローブを用意しており、通常は、オートチューニングの 5 mmFG/TH チューナブルプローブを装着し使用いたします。このプローブは、フィールドグラジエントを採用していることからノイズが少なく高感度にデータを測定可能です。また、 $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{15}\text{N}$  -  $^{31}\text{P}$  核の観測が可能で多核測定において自動チューニングマッチング調整・核種切り替え等のコントロール機構を有するため多核 NMR の測定がとても簡便です。測定時の温度可変範囲は、- 140 ~ + 180 であり、使用溶媒の沸点等を考慮しさえすれば、容易に温度可変測定が可能です。もうひとつのプローブ（5 mmFG/HX プローブ）は、高感度のプロトン専用プローブです。感度（S/N）は、前者が、240（0.1% エチルベンゼン、1 スキャン）に対して、後者は、600（同上）です。

本システムは、基本的にマウス操作のみで測定可能であり、優れた操作性を示します。

また、センター員の先生方が中心となり作成したデジタルカメラによる写真入りの自作マニュアルが設置されており初心者でもそのマニュアルに従って操作すれば、1次元・2次元の NMR データが容易に測定できます。4年生、大学院生をはじめどなたでも簡便で短時間のうち

に確実に必要なデータを得ることができる NMR 装置です。



超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置  
（FT-NMR ECA-500）

## 電子スピン共鳴装置 ( ESR )

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

今回センターに導入したのは、日本電子製 JES-FA100 シリーズのもので、フルコンピュータコントロール/Windows オペレーションの最新の ESR 装置である。従来の ESR 装置では、共振周波数を探し、フェーズとカップリングアイリスをマイクロ波のパワーを変えながら調整するのは、ある程度の慣れが必要でしたが、JES-FA100 では、ジャストカップリングのためのマイクロ波調整は "AUTOTUNE " ボタンひとつで完了できる。また、Windows オペレーションの画面において、スペクトル取りこみ画面とデータ処理画面のシンプルに構成されている。取りこみ画面では、ESR 測定条件のほか、連続測定 - 自動保存、測定温度設定 ( 温度可変ユニットはオプション )、積算その他の取り込み条件を、各ウィンドウから設定できるようになった。JES-FA100 基本的な仕様は次のようになる。

- ・ 感度 :  $7 \times 10$  spins/0.1mT
- ・ 分解能 :  $1 \times 10^{-5}$  以上/330mT
- ・ 基準周波数 : 8.8 ~ 9.6 GHz
- ・ 発振源 : ガン発振器

この装置は基礎研究からルーチン分析まで、幅広い要望に応えられ、試料温度可変装置、試料混合装置、光照射装置、などの特別付属品が取り揃えられている。



日本電子製 JES-FA100 電子スピン共鳴装置

## フーリエ変換型顕微赤外分光光度計

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

今回導入した日本分光（株）製 FT-IR-460 Plus/IRT-30-16 フーリエ変換型顕微赤外分光システムは、微小、微量サンプルだけでなく、従来マクロ分析されていたサンプルも顕微を使用することによってさらに容易に測定できるので、測定の応用範囲を広げている。例えば、数十 $\mu\text{m}$ 程度の微小・微量サンプル、あるいは不均一試料中の特定部位の非破壊測定が可能であるので、新素材、新しい微細デバイスの表面分析に威力を発揮できる。さらに、本システムは電場ATR（全反射）ユニットを備えることにより、微小反応場におけるリアルタイムでの計測が可能で、それにより導電性ポリマーの重合過程、タンパク質結晶の成長メカニズム及び微小電極上での電気化学反応などの動的に解析は可能になる。このシステムはコンピュータのCRT上でサンプルの測定部位を確認できるCCDカメラシステムが内蔵され、マウス操作によりアパーチャの開口面積、角度を自由に制御できるなどの特徴を有しており、初心者でも容易に測定を行える。赤外顕微鏡ユニットIRT-30は透過、反射の測定モードでの測定が可能で、特に透過性の低い金属や無機焼結体などの試料あるいは微量成分の検出に適している。また、試料ステージを1次元あるいは2次元的に駆動させ、多点のスペクトルを測定することによって、特定官能基の分布を捕らえることができる。

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



IRT-30 赤外顕微鏡ユニット

## 顕微レーザーラマン分光光度計

レーザーラマン分光法は、照射されたレーザー光と物質との相互作用により散乱されるラマン光を測定することにより、化合物の分子種、原子団の種類、結合結晶構造、分子の配向特性などの情報が得られるので、最も汎用性のある分光分析法の一つとして利用できる。ラマンは赤外など他の分光法に比べて、サンプリングが容易、固体、液体、気体などを問わずに非破壊分析できる、または in-situ の分析ができるなどの特長を有するため、半導体、ナノ材料、機能性有機高分子の構造解析に不可欠な手段となっている。特に最近、金属、半導体ナノ粒子の表面プラズモン現象を利用した表面増感ラマンでは、シングル DNA 分子の検出も可能となり、DNA、タンパク質などの生体分子の機能発現メカニズムに関する研究にも威力を発揮している。従って、レーザーラマン装置は、ナノ材料科学と遺伝子工学の双方に有用である。

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

本システムは Windows オペレーションで制御され、また、真空、高圧などを必要とせず、マイクロ分析からミクロ分析まで対応できるなどの特徴があるから、今日最も必要とされる有機機能性材料、医薬、生体試料、半導体、環境試料などの分析や構造解析に関わる教育・研究を一層支援することを期待している。



NRS-1000 顕微レーザーラマン分光光度計

## X線光電子分光分析装置 (XPS, ESCA) 島津製作所 ESCA-3400

工学部機能材料工学科 櫻田 修

センターには既に島津 ESCA-850 という複合型表面分析装置が導入されており、これまでに非常に多くの方に利用されてきています。今回、これに加えて島津 ESCA-3400 という XPS に測定を限定した測定装置が導入されました。この装置は、XPS、ESCA と二つの略語でどちらも一般的に呼ばれています。XPS は、X-ray Photoelectron Spectroscopy というこの装置の測定原理に忠実な名前の略語です。測定試料を高真空中で軟 X 線(この装置では Mg の K $\alpha$ 線)を照射すると、試料から光電子(原子の内殻電子)が放出されます。この光電子の運動エネルギーをとらえる電子の分光分析法の一つです。測定元素によって異なりますが、原子の数で数十層程度の厚さまでの表面からの光電子だけを測定することができるために、表面分析法として注目されています。分析後にアルゴンイオンで表面をエッチングして測定することを繰り返すことで表面から深さ方向で元素の分布情報を知ることが可能です。この光電子の運動エネルギーを測定するには、分析室は測定を行う際に少なくとも

10<sup>-5</sup> Pa 程度以上の高真空中になっていることが必要です。1 気圧が 1013 hPa = 1.013 × 10<sup>5</sup> Pa であることと比べてみると、その真空がどのくらいかわかっていただけると思います。この分析室の真空度を維持するために、測定試料は右下に示した図のようにまず試料導入室から入れてその導入室を十分に真空にしてからゲートバルブをあけて分析室に導入します。この装置で測定できる試料の大きさは、直径 10 mm、厚さ 5 mm 以内のもので、右下の図に示したような試料ホルダーに取り付けて測定を行います。この試料ホルダーを 10 個まで分析室に入れることができ、10 個までの試料についてコンピューター制御による自動測定が可能となっています。残念ながら、分析室を 10<sup>-5</sup> Pa 程度の真空で維持することのできない揮発性のあるような試料はこの装置では測定できません。

一方、もう一つの名前である ESCA はこの分析法の確立でノーベル賞を受賞したスウェーデンの物理学者 K. Siegbahn らによって提唱されたものです。これは水素とヘリウムを除くほぼ全ての元素の定性・定量分析ができるばかりでなく、原子がどのような化学的結合状態で存在しているのか、という情報が得られるという点に着目し



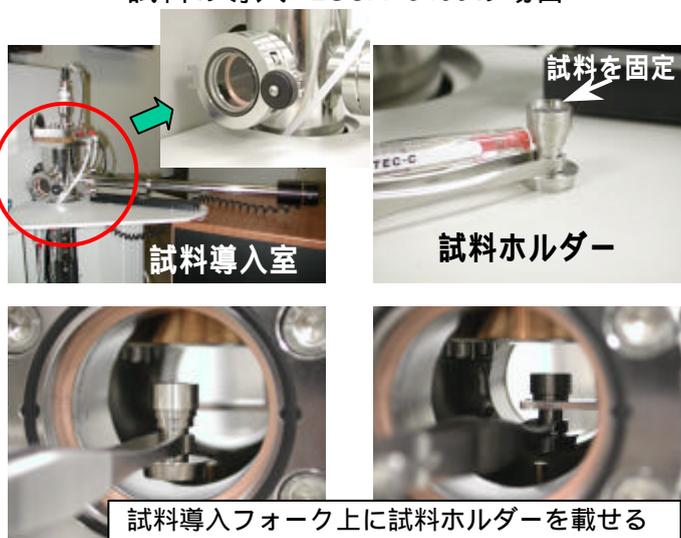
コンピューター  
(制御及びデータ処理)

ESCA 測定装置本体

この装置では測定できません。

一方、もう一つの名前である ESCA はこの分析法の確立でノーベル賞を受賞したスウェーデンの物理学者 K. Siegbahn らによって提唱されたものです。これは水素とヘリウムを除くほぼ全ての元素の定性・定量分析ができるばかりでなく、原子がどのような化学的結合状態で存在しているのか、という情報が得られるという点に着目し

試料の導入 ESCA-3400の場合

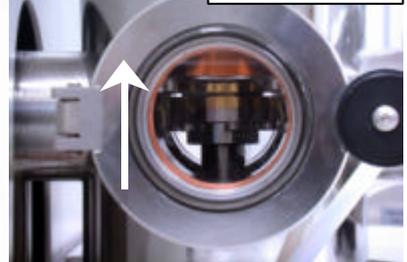
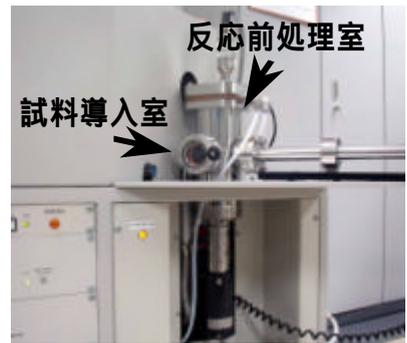
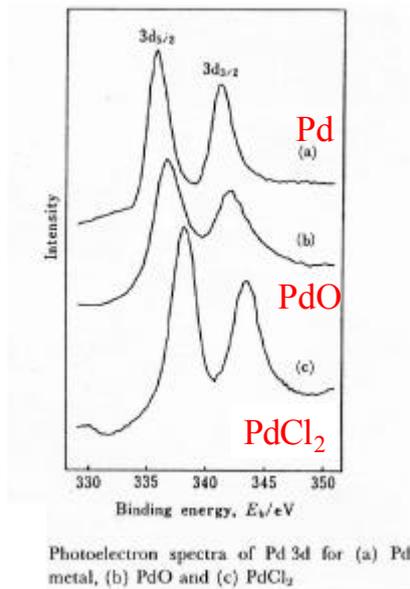
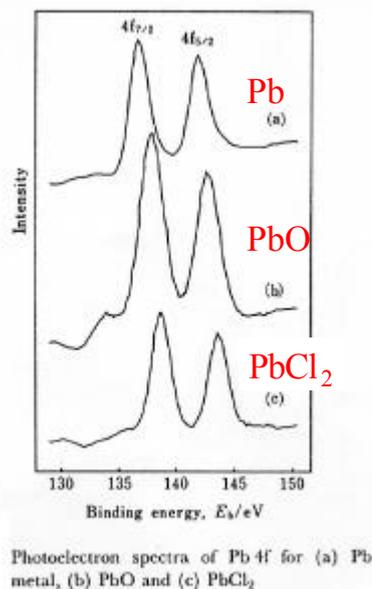


試料導入フォーク上に試料ホルダーを載せる

た名前 Electron Spectroscopy for Chemical Analysis の頭文字となっています。左下図に例として鉛とパラジウムの金属、酸化物、塩化物を測定したときの光電子スペクトルを示します。どちらの元素とも光電子スペクトルのピークが金属、酸化物、塩化物の順に高い結合エネルギー側にシフトすることがわかります。このように内殻電子の結合エネルギーに、価電子の結合状態を反映したケミカルシフトが観察されます。このケミカルシフトから原子の化学結合状態についての情報が得られるという大きな特徴から、材料研究開発ばかりでなく、環境、生命科学、医学など多方面で広く利用されています。また、照射する X 線のエネルギーが非常に弱く、試料のダメージが少ないので非破壊分析法の一つとしても注目されています。原理的には、同じ試料についてある処理を行う前と後とを測定することも可能です。

今回導入された装置の現有装置と大きく異なる特徴としては、試料導入室に加熱処理のできるガス反応前処理室が導入されたことです。この反応前処理室は、高真空中に導入された試料だけを試料導入室の真空はそのままの状態です。測定試料のみだけに適当なガスを導入して加熱処理(1000℃まで)することができるようになっています。また、加熱処理後に反応前処理室を大気にふれさせずに真空排気することができるようになっています。そのため、加熱処理直後の状態をそのままに近い状態で測定することが可能です。また、前述の通り非破壊分析ですので加熱処理前と処理後を同一試料について測定することが可能です。これは、触媒、電気化学、セラミックスなど多方面の材料開発・研究で有力なツールとなることが期待されます。

さらに、測定データをテキスト形式のファイルとしてフロッピーディスク、ネットワークなどを通して出力できるようになりました。従来はこの測定装置本体でしかできなかったデータ処理を、各自で測定データを持ち帰って各自のコンピュータで処理することができるようになるなど、従来以上に利用しやすい装置になっています。



反応前処理室： 試料ホルダーを試料導入フォークから上図の反応前処理室導棒に載せ、上部に上げてガスを導入して加熱できる空間を作ります。

電界放出型走査型電子顕微鏡 (FE-SEM) 日立製作所 S-4300  
および エネルギー分散型 X 線分析装置 (EDX) 堀場製作所

工学部機能材料工学科 大矢 豊

長らくお待ちいたしました。SEM 専用機が導入されました。この SEM は電界放出型の電子銃を備えている装置であり、低加速電圧観察や十万倍程度の高分解能観察ができます。普通の SEM です。10cm 程度の大きさの物も試料室に入ります。(但し観察範囲は中心の 25mm 四方です) また煩わしいフィルム現像・焼き付けも必要なく、デジタル画像データが直接得られます。

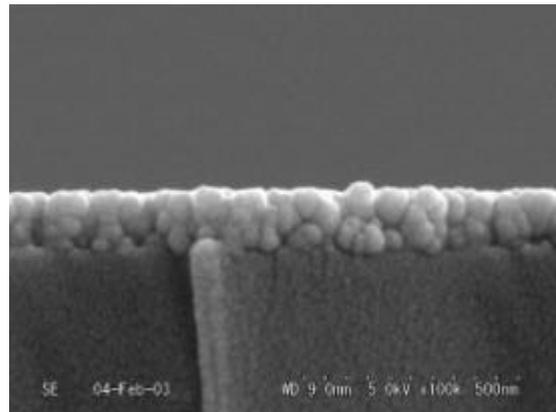
同時に導入された EDX も新しいタイプであり、液体窒素の補充は使用時だけでよく、酸素以上の元素が検出できます。また、得られたスペクトルから化学組成の定量計算もごく簡単に行うことができます。(信頼できるデータは解釈が必要ですが) もっと詳しく見ていきましょう。

SEM について :

電子銃は電界放出型です。このタイプは高真空を必要としますので三段のイオンポンプで高真空を作っています。非常に使いやすい電子銃で、旧来のタングステンフィラメントで面倒だった飽和点の検出も気にせず使うことができます。フィラメントの特徴として使い始めてから安定するまで 1 時間以上必要です。試料をじっくり観察するか、一つの試料台に複数の試料をセットして、なるべくフィラメント電流を切らないような測定を心掛けましょう。

試料の観察は低加速電圧で十分です。EDX を使用せず像だけを観察するのであれば、5 kV 程度の加速電圧でもかなり高倍率の観察が可能になります。また、低加速電圧で観察する場合には蒸着が不要であるという長所もあります。無蒸着観察ではどうしても試料表面の汚染(いわゆるコンタミ、真空を作るためのオイルに由来する)が心配です。ピントを合わせてから、画面をちょっと移動させて撮影することでコンタミの影響を少なくすることもできます。またチャージアップによる影響が大きい場合には、早いスキャンを積算して画像を得ることでチャージアップの影響をかなり軽減できます。むやみに厚い蒸着をすると試料表面ではなく蒸着面を観察してしまうことにもなりますので注意が必要です。金蒸着面では金の島構造がはっきりと観察され、SEM 観察用の白金 - パラジウムスパッタ装置でもスパッタされた金属の表面構造が見えてしまいます。今回導入された SEM ではその程度のことが観察像に影響してしまいます。

試料台は直径 26 mm までが用意されています。高さも 1 cm 程度は OK です。もちろん、試料導

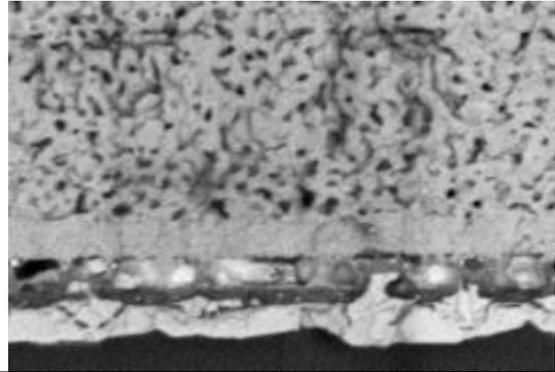


SEM 像 ; 加速電圧 5 kV で撮影した 10 万倍の像です。ガラス基板上の酸化亜鉛膜の断面です。下の方に (ガラス基板に) スパッタした白金 - パラジウムによる島構造が見えてしまっています。

入時の注意は厳重に守って下さい。試料を傾けたり回転したりしても観察できます。試料を傾けた写真を2枚撮影してステレオ写真を作ることもできます。

像は高分解の2次電子線の他に反射電子線像も撮影することができます。反射電子線の検出器は4分割されており、それぞれからの信号を合計したり差を取ったりすることもできます。このような反射線像を使うことで試料の組成(単位体積あたりの電子の数)を反映した像や、凹凸だけを強調した像も撮影することもできます。後に述べるEDXのスペクトルの解釈にも役立ちます。反射電子線の検出器は試料と対物レンズの間に入れて使用しますので、ワーキングディスタンス(対物レンズと試料間の距離)が15mm以上であること、試料を傾斜させてはいけないことをしっかり守って下さい。

撮影された像は、MOやUSBスティックなどに保存できます。画像のファイルサイズは撮影時の解像度にもよりますが1280 x 960ピクセルの場合1.2MBです。BMP形式ですので普通のパソコンで処理したり、ワードやパワーポイントへの張り付けが簡単にできます。(画像は72dpiで保存されますので、解像度を高くして画像サイズを小さくした方が操作しやすくなります)また像の上にコメントを入れたり、スケールを入れたりできます。このスケールの最小目盛りが0.5 $\mu$ mなのが残念ですが。



反射電子線; 加速電圧5kVで撮影した3万倍の像です。シリコン基板上の白金(白く見えます)その上の層状の構造や気孔の多いPZT膜の構造まではっきりと観察できます。無蒸着です。

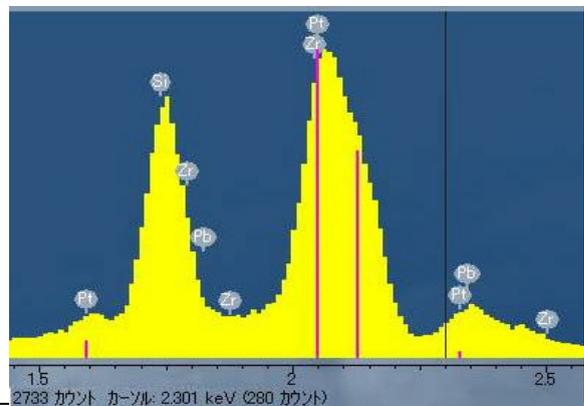
#### EDX について :

今回導入されたEDXは酸素以上の原子番号の元素が分析できます。このような軽元素からの低エネルギー特性X線を検出するために、EDXのX線検出窓は非常に薄くできています。数ミクロンの粒子でも衝突すれば破れてしまいます。くれぐれも注意して下さい。EDXを使用しないときでも、SEM本体の試料室内に粒子が飛び回らないように注意して下さい。

また、EDXの検出も反射電子線の検出器と同様に、試料と対物レンズの間に入れて使用します。この場合もワーキングディスタンスが15mmであること、試料を傾斜させてはいけないことをしっかり守って下さい。試料の観察には特性X線が励起されることが必要ですので普通10kV以上、15-20kVの加速電圧が必要です。高電圧観察では試料のチャージアップが大きくなりますので、カーボンなどをコーティングして下さい。

EDXでは、面分析、点分析などができます。また、SEMの像を取り込み、面分析やスペクトルと同時に比較することも可能になりました。多成分の試料の場合は組成(比)が同じ相を同じ色で塗り分けると言った相解析もできます。これには少々時間は掛かりますが、従来のようなスペクトル上でROI(region of interest)をエネルギーで指定する、と言う煩わしさもありません。SEM像と並べて示すことで説得力のある結果を示すことができます。

得られたデータは、スペクトルを画像データで出力することも、あるエネルギーのカウント数を数値データで出力することもできます。市販のグラフ化のソフトウェアでスペクトルを描くだけなら数値データで十分ですが、定性分析を行った結果(ピークに元素名を割り当てるなど)は、画像ファイルで出力する事も重要です。このデータもMOやUBSスティックなどに保存できます。また、定量計算もほとんど自動で行ってくれます。しかしこの結果の解釈には慎重さが必要です。



EDX スペクトル; 白金とシリコンの合金のスペクトルです。

## 7. センター利用の手順

### 利用者講習会

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

### 利用者登録

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

### 利用の申し込み

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

### 装置の利用

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

### 運転日誌

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

### 研究成果を公表される場合

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

それぞれの申込み用紙はセンター事務室に用意してあります。

各機器の使用の際は、装置に備え付けの簡易マニュアルをご参照下さい。

液体窒素の利用は本号に添付の「液体窒素取扱講習会資料」を遵守のこと。

問い合わせ先

- |                         |   |
|-------------------------|---|
| 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(2001)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).

## 8 . 計測機器の利用に関する申合せ

(趣旨)

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

(管理)

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

(利用区分)

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

(利用者の資格)

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

(利用の申請)

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

(利用の承認)

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

(変更の届出)

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

(利用手続)

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

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

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

(注意義務)

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

附 則

この申合せは、平成13年4月1日から施行する。

附 則

この申合せは、平成13年10月1日から施行する。

附 則

この申合せは、平成14年7月1日から施行する。

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	
	不可	GCmate	本学の職員 博士課程(工学部に於いては博士後期課程)以上	月曜日～金曜日 9:00～17:00 1ヶ月の内、第1週から第3週をGC測定、 第4週の月曜日から水曜日の午前までをE I D I highmass 測定、水曜日の午後から金曜日 の夕方までをF A B測定とする。ただし、E I D I highmass 測定・F A B測定については、 前の週の金曜日の午前中までに予約がない場 合、引き続き第4週もGC測定の週とする。
超伝導核磁気共鳴装置 (FT-NMR)	不可	500MHz, 固体 (バリアン)	本学の職員、大学院の学生	月曜日～金曜日 9:00～20:00
		400(バリアン)・	本学の職員、本学4年生以上	
		500(日本電子)MHz		
誘導結合プラズマ発光分析装置 (ICP)	不可	本学の職員 本学4年生以上		月曜日～金曜日 9:00～17:00

走査型プローブ顕微鏡 (SPM)	不可	本学の職員 本学4年生以上		月曜日～金曜日 9:00～17:00
時間分解蛍光光度計 (NAES)	不可	本学の職員 本学4年生以上		月曜日～金曜日 9:00～17:00
超高速現象解析システム	不可	超高速カメラ (UHC)	本学の職員，大学院の学生 および本学職員立ち会いのもと本学4年生	月曜日～金曜日 9:00～17:00 貸出し：1日および1週間単位で最大2週間 まで延長可
		高速ビデオ (HV)	本学の職員 本学4年生以上	月曜日～金曜日 9:00～17:00 貸出し：1日および1週間単位で最大2週間 まで延長可
		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 (CVL)	本学の職員，大学院の学生 および本学職員立ち会いのもと本学4年生	月曜日～金曜日 9:00～17:00 貸出し：1日および1週間単位で最大2週間 まで延長可 レーザの移動の場合は利用する研究室負担で 保険をかけること。
		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 ピクトログラフィー	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

有機微量元素分析装置	不可	本学の職員、博士課程（工学部に於いては博士後期課程）以上	月曜日～金曜日 9:00～17:00
------------	----	------------------------------	--------------------

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

**MS****QP-1000**

本人測定 (DI/EI, DI/CI, GC/EI, GC/CI)	800 円/h
依頼測定 (DI/EI, DI/CI, GC/EI, GC/CI)	5,000 円/h
夜間	5,000 円/回 (17:00 ~ 9:00 迄)
センター休業日	7,000 円/回 (24 時間以内)

**9020-DF**

本人測定 (DI/EI, DI/CI, GC/EI, GC/CI, DI/FD, DI/FAB, ML, NEG, LK, MK)	800 円/h
依頼測定 (DI/EI, DI/CI, GC/EI, GC/CI, DI/FD, DI/FAB, ML, NEG, LK, MK)	6,000 円/h
夜間	5,000 円/回 (17:00 ~ 9:00 迄)
センター休業日	7,000 円/回 (24 時間以内)

### 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
-----------------------------	----------------------------

### GCmate

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

### FT-NMR

	500MHz (パリアン)	400MHz (パリアン)	500MHz (日本電子)	
測定	300 円	300 円	300 円	1 時間当たり
夜間	2,000 円	2,000 円	2,000 円	20:00 ~ 9:00 迄
センター休業日	3,000 円	3,000 円	3,000 円	24 時間以内
チャート紙	10 円	10 円	10 円	1 枚当たり
固体ロータキャップセット		3,000 円		1 個、8 時間以内のレンタル
ナノサンプルチューブ		1,000 円		1 個、8 時間以内のレンタル

### ESR

測定 夜間 センター休業日	300 円/h 2,000 円/回 (17:00 ~ 9:00 迄) 3,000 円/回 (24 時間以内)
---------------------	--

### ICP

使用時間には、測定前の予備点灯時間も含める。

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

### SPM

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

### 時間分解蛍光光度計

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

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

### 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、10,000 円/月
銅蒸気レーザ貸出し	1,000 円/日、5,000 円/週
サーモカメラ	1,000 円/日、5,000 円/週

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

### スキャナー・ピクトログラフィー

スキャナー・ピクトログラフィー	100 円/h
ピクトログラフィー受像紙 A 3	600 円/枚
ピクトログラフィー受像紙 A 4	300 円/枚
ピクトログラフィー OHP 用紙 A 3	800 円/枚
ピクトログラフィー OHP 用紙 A 4	400 円/枚

### UV

測定	300 円/h
----	---------

## 有機微量元素分析装置

検体数には、捨焼き・標準試料の数も含める。

測定 セラミックボート・白金ボート・錫箔他	500 円/1 検体 実費
--------------------------	------------------

**別表 3**                      **平成      年度 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 殿

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

記

利用機器 (何れか一つを囲む)	FT-NMR(パリアン 400・500MHz)・FT-NMR(日本電子 500MHz)    ESR					
	GCMS(QP-1000・9020-DF・GCmate )		TEM・SEM	EDX	ESCA	CD    SF
	ICP	FT-IR・顕微	FT-IR	UV	カメラ・ビデオ	蛍光寿命    AFM    元素分析
	顕微レーザーラマン					
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・身分別にアイウエオ順</small>	内線	講習会 受講年度	研究課題等	整理番号
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		
経理負担 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部を機器分析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    大橋 英雄

## 9. 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（パリアン）

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	0	2,809
	延使用時間（H）	641	0	3,635	0	1,084	4,522	0	0	9,882
10	延使用人数（人）	2,738	0	142	0	740	4,192	0	0	7,812
	延使用時間（H）	940	0	2,272	0	964	2,396	0	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
13	延使用人数（人）	3,174	0	40	0	2,218	5,915	0	0	11,347
	延使用時間（H）	1,048	0	748	0	1,837	5,050	0	0	8,683
14	延使用人数（人）	1,265	0	7	0	1,725	5,597	0	0	8,594
	延使用時間（H）	351	0	10	0	1,995	4,963	0	0	7,319

### - 2 超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置（日本電子）

納入年月日 平成14年9月18日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
14	延使用人数（人）	280	0	0	0	153	27	0	0	460
	延使用時間（H）	100	0	0	0	169	73	0	0	342

### - 1 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	0	471
	延使用時間（H）	85	0	0	0	453	60	0	0	598
10	延使用人数（人）	593	0	0	0	993	138	0	26	1,750
	延使用時間（H）	133	0	0	0	399	128	0	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
13	延使用人数（人）	203	0	0	0	649	75	0	0	927
	延使用時間（H）	70	0	0	0	348	60	0	0	478
14	延使用人数（人）	153	0	0	0	665	145	0	0	963
	延使用時間（H）	440	0	0	0	246	87	0	0	377



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	0	673
	延使用時間(H)	24	0	0	0	1,201	119	0	0	1,344
10	延使用人数(人)	14	0	0	0	551	2	0	2	569
	延使用時間(H)	69	0	0	0	940	8	0	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
13	延使用人数(人)	20	0	0	0	794	0	0	0	814
	延使用時間(H)	89	0	0	0	2,453	0	0	0	2,542
14	延使用人数(人)	23	0	0	0	675	0	0	0	698
	延使用時間(H)	72	0	0	0	2,180	0	0	0	2,252

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	0	620
	延使用時間(H)	0	0	0	6	229	75	0	0	310
10	延使用人数(人)	0	0	0	0	424	35	0	0	459
	延使用時間(H)	0	0	0	0	127	43	0	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
13	延使用人数(人)	0	0	3	0	296	11	0	13	323
	延使用時間(H)	0	0	4	0	167	7	0	6	184
14	延使用人数(人)	0	0	71	2	678	269	0	0	1,020
	延使用時間(H)	0	0	42	2	296	89	0	0	429

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
13	延使用人数(人)	0	0	0	0	165	0	0	1	166
	延使用時間(H)	0	0	0	0	3,977	0	0	24	4,001
14	延使用人数(人)	0	0	0	0	139	1	0	0	140
	延使用時間(H)	0	0	0	0	3,336	24	0	0	3,360

## 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
13	延使用人数(人)	0	0	0	0	62	0	0	0	62
	延使用時間(H)	0	0	0	0	159	0	0	0	159
14	延使用人数(人)	0	0	0	0	46	49	0	2	97
	延使用時間(H)	0	0	0	0	240	162	0	4	406

## 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
13	延使用人数(人)	187	0	0	0	582	0	0	0	769
	延使用時間(H)	363	0	0	0	1,593	0	0	0	1,956
14	延使用人数(人)	65	0	0	0	384	0	0	2	451
	延使用時間(H)	100	0	0	0	671	0	0	2	773

## 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	0	148
	延使用時間(H)	0	0	0	0	290	172	0	0	462
10	延使用人数(人)	0	0	0	0	1,100	317	0	0	1,417
	延使用時間(H)	0	0	0	0	238	59	0	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
13	延使用人数(人)	0	0	0	0	1,238	0	0	0	1,238
	延使用時間(H)	0	0	0	0	266	0	0	0	266
14	延使用人数(人)	30	0	0	0	1,060	225	0	0	1,315
	延使用時間(H)	7	0	0	0	182	19	0	0	208

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	0	134
	延使用時間(H)	6	0	0	0	18	154	0	0	178
10	延使用人数(人)	105	0	10	0	420	155	0	0	690
	延使用時間(H)	61	0	15	0	1,115	64	0	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
13	延使用人数(人)	235	0	137	0	314	401	0	10	1,097
	延使用時間(H)	134	0	63	0	416	249	0	35	897
14	延使用人数(人)	139	0	2	0	232	142	0	4	519
	延使用時間(H)	59	0	20	0	426	73	0	4	582

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	0	1,325
	延使用時間(H)	1	0	0	0	231	0	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
13	延使用人数(人)	170	0	0	0	2,319	6	0	80	2,575
	延使用時間(H)	38	0	0	0	489	3	0	7	537
14	延使用人数(人)	13	0	0	0	749	0	0	58	820
	延使用時間(H)	5	0	0	0	275	0	0	14	294

有機微量元素分析装置

納入年月日 平成13年3月23日

年度	区 分	教育学部	地域科学部	医学部	附属病院	工学部	農学部	大学院連合農学研究科	機器分析センター	計
13	延使用人数(人)	241	0	0	0	468	65	0	0	774
	延使用時間(H)	87	0	0	0	263	19	0	0	369
14	延使用人数(人)	147	0	188	0	732	30	0	0	1,097
	延使用時間(H)	63	0	94	0	312	11	0	0	480

## 10 . 利用者研究論文一覧 ( 2001年 )

( 順不同 )

1. Syukri, T. Terazawa, T. Ban, Y. Ohya and Y. Takahashi  
DIP-COATING OF METAL FILMS FROM METAL  
ACETATES – ACETOLHYDRAZONE SYSTEM  
*Ceramic Processing Science* , 329-334(2000) (AFM)
2. Y. Ohya, Z. Nakagawa, K. Hamano, H. Kawamoto and S. Kitaoka  
Grain Orientation of Aluminum Titanate Ceramics during  
Formation Reaction  
*Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **658** , GG3.17.1-GG3.17.5 (2001) (SEM)
3. T. Murai, A. Suzuki, M. Takagi and S. Kato  
Reactions of Lithium Eneselenolates of  
Selenoamides with Carbonyl Compounds  
*Phosphorus, Sulfur and Silicon*, **172** , 101-109 (2001) (NMR)
4. T. Murai, S. Hayakawa, Y. Miyazaki and S. Kato  
Ammonium Eneselenolates: Stereochemical and  
Spectroscopic Properties  
*Phosphorus, Sulfur and Silicon*, **172** , 111-118 (2001) (NMR)
5. O. Sakurada and M. Hashiba  
Depletion stabilization of ceramic suspensions with high solids loading in  
the presence of zirconium oxy-salts  
*Studies in Surface Science and Catalysis*, **132** , 375-378 (2001) (ICP)
6. R. Ishiguro, O. Sakurada, K. Kameyama, M. Hashiba,  
K. Hiramatsu and Y. Nurishi  
Surface Force Measurement of Alumina Surface: Effect of  
Polyelectrolyte on the Dispersiveness of Aqueous Alumina Suspension  
*Studies in Surface Science and Catalysis* , **132** , 849-852 (2001)  
(AFM)
7. M. Yamaga, T. Imai, H. Miyairi and N. Kodama  
Substitutional disorder and optical spectroscopy of  
Ce<sup>3+</sup>-doped CaNaYF<sub>6</sub> crystals  
*J. Phys.: Condens. Matter* **13** , 753-764(2001) (NAES,UV)

8. M. Yamaga, M. Honda, N. Kawamata, T. Fujita, K. Shimamura and T. Fukuda  
Site symmetry and crystal field of Ce<sup>3+</sup> luminescent centers in KMgF<sub>3</sub>  
*J. Phys.: Condens. Matter* **13**, 3461-3473 (2001) (NAES,UV)
9. M. Yamaga, K. Hattori, N. Kodama, N. Ishizawa, M. Honda, K. Shimamura and T. Fukuda  
Superlattice structure of Ce<sup>3+</sup>-doped BaMgF<sub>4</sub> fluoride crystals\_\_x-ray diffraction, electron spin-resonance, and optical investigations  
*J. Phys.: Condens. Matter* **13**, 10811-10824 (2001) (NAES,UV)
10. K. Takamizawa, Y. C. Chang, J. Hattori, M. Kani, K. Mori and M. Hatsu  
Application of a membrane bioreactor immobilized with *Bacillus subtilis* HHT-1 for removing manganese ions in water  
*Water Science and Technology:Water Supply* **1** (2), 183-189 (2001) (NMR)
11. H. Ito, H. Ishida and M. Kiso  
A HIGHLY EFFICIENT TOTAL SYNTHETIC ROUTE TO -SERIES GANGLIOSIDES : GM1 , GD1 , AND GT1 1,2  
*J. CARBOHYDRATE CHEMISTRY*, **20** (2) , 207-225 (2001) (NMR,IR)
12. 高橋 紳矢, 岡本 浩司, 栗山 直人, 中島 茂, 加納 義久, 紘村 知之  
親水性, 疎水性側鎖を併せ持つ三元重合体の粘着特性と抗血栓性  
*日本接着学会誌*, **37** (2), (1)44-(8)51 (2001) (NMR,ESCA)
13. 吉田 敏  
赤外分光法による生体成分測定  
*臨床病理*, **49** (6), 553-557 (2001) (MS)
14. M. Koketsu, Y. Takenaka, S. Hiramatsu and H. Ishihara  
FACILE PREPARATION OF 1,3-SELENAZINE DERIVATIVES BY REACTION OF PRIMARY SELENOAMIDES WITH , -UNSATURATED ALDEHYDES OF IN THE PRESENCE OF BF<sub>3</sub> · Et<sub>2</sub>O  
*Heterocycles*, **55** (6) 1181-1188 (2001) (NMR, MS, IR)

15. N. Yasuda, H. Ohwa, M. Kume, K. Hayashi, Y. Hosono and Y. Yamashita  
Crystal growth and electrical properties of lead indium  
niobate-lead titanate binary single crystal  
*Journal of Crystal Growth*, **229**, 299-304 (2001) (SEM, EDX)
16. M. Yamaga, T. Imai, K. Shimamura and T. Fukuda  
Optical and ESR studies of Ce<sup>3+</sup> in perovskite fluoride  
crystals BaLiF<sub>3</sub> and KMgF<sub>3</sub>  
*Journal of Crystal Growth*, **229**, 487-491 (2001) (ICP, UV, NAES)
17. K. Sato, J. Jin, T. Takeuchi, T. Miwa, K. Suenami, Y. Takekoshi and S. Kanno  
Integrated pulsed amperometric detection of glufosinate, bialaphos  
and glyphosate at gold electrodes in anion-exchange chromatography  
*Journal of Chromatography A*, **919**, 313-320 (2001) (UV)
18. T. Ariga, K. Kobayashi, A. Hasegawa, M. Kiso, H. Ishida and T. Miyatake  
Characterization of High-affinity Binding between  
Gangliosides and Amyloid  $\beta$ -Protein  
*Archives of Biochemistry and Biophysics*, **388**(2), 225-230 (2001)  
(CD, NMR)
19. T. Murai, Y. Mutoh and S. Kato  
MeOTf-Mediated Alkynylation of Selenoamides Leading to  
 $\alpha$ -Methylselenenyl  $\alpha,\beta$ -Unsaturated Ketones and Their Characterization  
*Organic Letters*, **3**(13), 1993-1995 (2001) (NMR)
20. K. Kuwata, R. Shastry, H. Cheng, M. Hoshino, C. A. Batt, Y. Goto and H. Roder  
Structural and kinetic characterization of early  
folding events in  $\beta$ -lactoglobulin  
*Nature Structural Biology*, **8**(2), 151-155 (2001) (NMR)
21. C. Fotinou, P. Emsley, I. Black, H. Ando, H. Ishida, M. Kiso,  
K. A. Sinha, N.F. Fairweather and N. W. Isaacs  
The Crystal Structure of Tetanus Toxin Hc Fragment Complexed  
with a Synthetic GT1b Analogue Suggests Cross-linking between  
Ganglioside Receptors and the Toxin  
*Journal of Biological Chemistry*, **276**(34), 32274-32281 (2001)  
(NMR)

22. N. Sawada, M. Ito, H. Ishida and M. Kiso  
The first synthesis of glycan parts of lactoanglio- and  
neolactoanglio-series gangliosides  
*Tetrahedron Letters*, **42**, 1745-1747 (2001) (NMR)
23. M. Ishida, M. Sakamoto, H. Hattori, M. Shimizu and S. Inagaki  
Orbital control of  $\pi$ -facial selectivity in Diels-Alder reactions of  
cyclopentadienes having C(=O)YR substituents at the 5-positions  
*Tetrahedron Letters*, **42**, 3471-3474 (2001) (NMR, MS)
24. H. Shimizu, N. Okada and M. Yoshimatsu  
First synthesis of stable 5-alkyl- or 4,5-dialkyl-substituted  
1,2-thiazinylium salt  
*Tetrahedron Letters*, **42**, 4183-4186 (2001) (EA, NMR, MS, IR)
25. M. Koketsu, Y. Fukuta and H. Ishihara  
Preparation of N,N-unsubstituted selenoureas and thioureas from  
cyanamides  
*Tetrahedron Letters*, **42**, 6333-6335 (2001) (NMR, MS, IR)
26. 吉田 敏  
赤外線で人体を観る 脂質, 糖, 酸素の振舞い  
*化学別刷*, **56** (5), 28-31 (2001) (IR)
27. H. Shimizu, N. Okada and M. Yoshimatsu  
A regioselective addition of nucleophiles to monocyclic  
1,2-thiazinylium perchlorate: a novel precursor of  
6-substituted 1,2-thiazines  
*Tetrahedron*, **57**, 8965-8969 (2001) (EA, NMR, MS, IR)
28. N. Otsubo H. Ishida and M. Kiso  
Synthesis of novel ganglioside GM4 analogues  
containing N-deacetylated and lactamized sialic acid:  
probes for searching new ligand structures for human L-selection  
*Carbohydrate Research*, **330**, 1-5 (2001) (NMR)
29. T. Miyake, M. Kume, K. Yamaguchi, D. P. Amalnerkar and H. Minoura  
Electrodeposition of Cu/Ni-P multilayers by a single bath technique  
*Thin Solid Films*, **397**, 83-89 (2001) (TEM, SEM, EDX, ICP)

30. K. Saito, T. Shinhara, T. Nakamoto, S. Kutsumizu, S. Yano and M. Sorai  
Degree of disorder in cubic mesophases in thermotropics:  
Thermodynamic study of a liquid crystal showing two cubic mesophases  
*PHYSICAL REVIEW E*, **65**, 031719-1-031719-7 (2001) (MS)
31. M. Koketsu, M. Kanoh, E. Itoh and H. Ishihara  
Reaction of Allenyl Selenoketene, Generated by  
[3,3] Sigmatropic Rearrangement, with Amines  
*Journal of Organic Chemistry*, **66** (11), 4099-4101 (2001)  
(NMR, MS, IR)
32. H. Ishihara, M. Koketsu, Y. Fukuta and F. Nada  
Reaction of Lithium Aluminum Hydride  
with Elemental Selenium: Its Application  
as a Selenating Reagent into Organic Molecules  
*Journal of American Chemical Society*, **123** (34), 8408-8409 (2001)  
(NMR, MS, IR)
33. M. Koketsu, H. O. Yang, Y. M. Kim M. Ichihashi and H. Ishihara  
Preparation of 1,4-Oxaselenin from  
AgNO<sub>3</sub>/LDA-Assisted Reaction of  
3-Selena-4-pentyn-1-one as Potential Antitumor Agents  
*Organic Letters*, **3** (11), 1705-1707 (2001) (NMR, MS, IR)
34. M. Yoshimatsu, M. Kuribayashi and T. Koike  
A Novel Sc(OTf)<sub>3</sub>-Catalyzed Prop-2-ynylation and Penta-2,4-diynylation of  
Soft Nucleophiles  
*Synlett*, **11**, 1799-1801 (2001) (NMR, MS, IR, EA)
35. M. Koketsu, Y. Takenaka and H. Ishihara  
Preparation of 1,3-Selenazol-4-one Derivatives from Primary Selenoamides  
and Haloacyl Halides  
*Synthesis*, **5**, 731-734 (2001) (NMR, MS, IR)
36. H. Ishida and M. Kiso  
Systematic Syntheses of Gangliosides ( ガングリオシドの系統的合成 )  
*Trends in Glycoscience and Glycotechnology*. **13** (69), 57-64 (2001)  
(NMR)

37. T. Ando, H. Ando and M. Kiso  
Sialic Acid and Glycobiology : A Chemical Approach  
(シアル酸と糖鎖生物学：化学的アプローチ)  
*Trends in Glycoscience and Glycotechnology*, **13 (74)**, 573-586 (2001)  
(NMR)
38. T. Ariga M. Kiso, A. Hasegawa and T. Miyatake  
Gangliosides Inhibit the Release of Interleukin-1 in Amyloid  
-Protein-Treated Human Monocytic Cells  
*Journal of Molecular Neuroscience*, **17**, 371-377 (2001) (NMR)
39. O. Niyomura, K. Sakai, T. Murai, S. Kato, S. Yamaguchi and K. Tamao  
The First Alkali Metal Selenothioates Synthesis and Molecular Structure  
*Chemistry Letters* **2001**, 968-969 (2001) (NMR, IR)
40. 後藤 學, 山下 実, 高橋 隆博, 澤入 安彦  
ハット型横断面強度部材の軸方向衝撃圧潰に関する実験的研究 (第2報)  
平成13年度塑性加工春季講演会, 265-266 (2001) (カメラ)
41. 三宅 猛司, 久米 道之, 山口 浩一, 箕浦 秀樹  
電析法により作製された Cu/Ni-P 多層膜の硬度と摩擦特性  
*表面技術*, **52** (9), 639(53)-644(58) (2001) (TEM, SEM)
42. 三宅 猛司, 久米 道之, 箕浦 秀樹  
電析法により作製した Cu/Ni-P 多層膜の構造と硬度に及ぼす熱処理の影響  
*表面技術*, **52** (11), 757(33)-761(37) (2001) (TEM)
43. S. Komba, M. Yamaguchi, H. Ishida and M. Kiso  
6-O-Sulfo De-N-Acetylsialyl Lewis X as a Novel  
High-Affinity Ligand for Human L-Selection: Total  
Synthesis and Structural Characterization  
*Biol. Chem.*, **382**, 233-240 (2001) (NMR)
44. K. Tani, S. Kato, T. Kanda and S. Inagaki  
Unusually Short Distances between the Carbonyl Oxygen  
and the Tin Atom in  $RCOSMR'_3$  (M=Ge, Sn, Pb): The  
Importance of Intramolecular  $n_o$   $MS$  Orbital Interactions  
*Organic Letters*, **3** (5), 655-657 (2001) (NMR, MS)

45. K. Akita, C. Naitou and K. Maruyama  
Purification and Characterization of an Esterase from *Micrococcus* sp.  
YGJ1 Hydrolyzing Phthalate Esters  
*Biosci. Biotechnol. Biochem.*, **65** (7), 1680-1683 (2001) (NMR, MS)
46. M. Yoshimatsu and M. Kuribayashi  
A novel utilization of trifluoromethanide as a base: a convenient  
synthesis of trimethylsilylacetylene  
*J.Chem. Soc., Perkin Trans.1* , 1256-1257 (2001) (NMR, MS, IR, EA)
47. M. Yoshimatsu, S. Yamaguchi and Y. Matsubara  
A general  $\alpha$ -cyanoformylation using  $\alpha$ -lithio  $\alpha$ -ethoxyacrylonitrile:  
application to the syntheses of new 6-cyano-2,4-bis(phenylthio)-  
and 4-cyano-2,6-bis(phenylthio)hepta-2,4,6-trienals  
*J.Chem. Soc., Perkin Trans.1* 2560-2565 (2001) (NMR, MS, IR, EA)
48. T. Murai, A. Suzuki and S. Kato  
Aldol-type condensation reactions of lithium eneselenolates  
generated from selenoamides with aldehydes  
*J.Chem. Soc., Perkin Trans.1* , 2711-2716 (2001) (NMR, MS, IR, UV)
49. K. Tani, S. Hanabusa, S. Kato, S. Mutoh, S. Suzuki and M. Ishida  
Thioacylsulfanylarsines  $(RCS_2)_xAsPh_{3-x}$ ,  $x=1-3$ : synthesis,  
structures, natural bond order analyses and reactions with piperidine  
*J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 518-527 (2001) (NMR, MS)
50. D. Mamelak, M. Mylvaganam, E. Tanahashi, H. Ito, H. Ishida, M. Kiso  
and C. Lingwood  
The aglycone of sulfogalactolipids can alter the sulfate  
ester substitution position required for hsc70 recognition  
*Carbohydrate Research*, **335** , 91-100 (2001) (NMR)
51. K. Yamaguchi, T. Yoshida, D. P. Amalnerkar and H. Minoura  
Preparation of Nickel Sulfide Thin Films by  
Electroreduction of Aqueous  $Ni^{2+}$ -SCN $^-$ Complex  
*Transactions of the Materials Research Society of Japan*, **26** (4),  
1299-1302 (2001) (SEM, EDX, AFM)

52. Y. Ohya, T. Niwa, T. Ban and Y. Takahashi  
Thin Film Transistor of ZnO Fabricated by Chemical Solution Deposition  
*Jpn. J. Appl. Phys.*, **40**, 297-298 (2001) (TEM)
53. T. Murai, S. Hayakawa and S. Kato  
Ammonium Eneselenolates: Stereochemistry and Electronic Properties  
*Journal of Organic Chemistry*, **66**, 8101-8105 (2001) (NMR, MS, IR)
54. M. Yamaga, M. Honda, N. Kawamata, T. Fujita, K. Shimamura and T. Fukuda  
Site symmetry and crystal field of Ce<sup>3+</sup>luminescent centres in KMgF<sub>3</sub>  
*J. Phys.: Condens. Matter*, **13**, 3461-3473 (2001) (NAES)
55. K. Kuwata, H. Li, H. Yamada, C. A. Batt, Y. Goto and K. Akasaka  
High Pressure NMR Reveals a Variety of Fluctuating  
Conformers in  $\alpha$ -Lactoglobulin  
*J. Mol. Bio.*, **305**, 1073-1083 (2001) (NMR)
56. R. B. H. Tahar, T. Ban, Y. Ohya and Y. Takahashi  
Effect of Processing Parameters on Physical Properties of  
Cadmium Stannate Thin Films Prepared by a Dip-Coating Technique  
*J. Am. Ceram. Soc.*, **84**(1), 85-91 (2001) (UV)

## 11. 平成14年度活動状況報告

### 1. 機器分析センター運営委員会

#### 第21回機器分析センター運営委員会

平成14年 8月28日(水)

- 議題(1)次期センター長候補者について  
(2)平成13年度機器分析センター運営費決算について  
(3)平成14年度機器分析センター運営費予算(案)について  
(4)計測機器の利用に関する申合せの一部変更について  
(5)フーリエ変換型兼備赤外分光光度計の機種選定について  
(6)外国人特別研究員受入れについて  
(7)その他

#### 第22回機器分析センター運営委員会(持ち回り)

平成15年 2月 3日(月)

- 議題(1)顕微レーザーラマン分光システム仕様策定委員会委員の委嘱について

#### 第23回機器分析センター運営委員会

平成15年 2月19日(水)

- 議題(1)職員の割愛について  
(2)その他

#### 第24回機器分析センター運営委員会

平成15年 3月25日(火)

### 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14年 5月 1日(水)

- 議題(1)講習会について  
(2)その他

##### 第2回フーリエ変換核磁気共鳴装置センター員会議

平成14年 5月10日(金)

- 議題(1)平成14年度運営方法について  
(2)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14年 6月 4日(火)

- 議題(1)200MHzの運営について  
(2)その他

##### 第4回フーリエ変換核磁気共鳴装置センター員会議

平成14年10月 1日(火)

- 議題(1)500MHz(日本電子JNM-ECA)の運営について  
(2)その他

##### 第5回フーリエ変換核磁気共鳴装置センター員会議

平成14年 3月 3日(月)

- 議題(1)平成15年度運営方法について  
(2)次期責任者について  
(3)その他

#### \* 質量分析装置(9020-DF, QP-1000)

##### 第1回質量分析装置センター員会議

平成14年 5月 2日(木)

- 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15年 3月10日(月)

- 議題(1)質量分析装置の導入について  
(2)その他

#### \* 質量分析装置(GCmate)

##### 第1回質量分析装置(GCmate)センター員会議

平成14年 3月12日(火)

- 議題(1)来年度以降の使用方法について  
(2)講習会について  
(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14年 4月24日(水)

- 議題(1)講習会について  
(2)その他

\* 複合型表面分析装置

第1回複合型表面分析装置センター員会議

平成14年 4月26日(金)

議題(1)講習会について

(2)その他

\* 生体分子高次構造解析システム

第1回生体分子高次構造解析システムセンター員会議

平成14年 4月24日(水)

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14年 4月22日(月)

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14年 5月 2日(木)

議題(1)講習会について

(2)その他

\* 走査型プローブ顕微鏡システム

第1回走査型プローブ顕微鏡システムセンター員会議

平成14年 5月 1日(水)

議題(1)講習会について

(2)その他

\* 誘導結合プラズマ発光分析装置

第1回誘導結合プラズマ発光分析装置センター員会議

平成14年 4月23日(火)

議題(1)講習会について

(2)その他

\* 有機微量元素分析装置

第1回有機微量元素分析装置センター員会議

平成14年 4月25日(木)

議題(1)講習会について

(2)その他

3. 第6回国立大学機器・分析センター会議

平成14年11月15日(金)

場所: 豊橋商工会議所 3階ホール

当番校: 豊橋技術科学大学

議題(1) 機器・分析センターの現状と将来について

(2) 分析機器の相互利用について

(3) 分析機器充実の方策について

(4) ネットワークの利用について

(5) 次年度の会長、副会長、幹事校について

(6) その他

センター長大橋英雄、専任教官金継業出席

4. 東海4県国立大学機器分析センター専任教員会議

第4回: 平成14年12月20日(金)

岐阜大学

専任教官金継業、技官村瀬由美子出席

第5回: 平成15年 3月13日(木)

静岡大学

専任教官金継業出席

5. センター見学

\* 平成14年 7月 3日(水)

工学部説明会施設見学

\* 平成14年 7月19日(金)

韓国 全南大学工学部訪問団 一行

6. 各種講習会(平成14年 4~7月, 別表P.95)

\* 新規導入機器メーカー講習会

電子スピン共鳴装置 JRES-FA100 (ESR)

平成14年9月2日(月)

平成14年9月26日(木)

講師 日本電子データム(株) 皆川博一氏

平成14年11月28日(木) 29日(金)

講師 日本電子データム(株) 増水章季氏

超伝導核磁気共鳴装置 JNM-ECA500MHz (FT-NMR)

平成14年11月5日(火)~7日(木)

講師 日本電子データム(株) 杉原隆広氏

フーリエ変換型顕微赤外分光光度計 IRT-30-16(FT-IR)

平成15年1月15日(水)

平成15年2月12日(水)

講師 ジャスコエンジニアリング(株) 和田氏

走査型電子顕微鏡 S-4300・EX-220 (SEM・EDX)

平成15年1月24日(金)

講師 (株)日立サイエンスシステムズ 石井勝弘氏

平成15年1月29日(水)

講師 (株)堀場テクノサービス 小野田一正氏

## 7. 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6号

ホームページ改訂 (<http://www.gifu-u.ac.jp>)

## 8. 予算要求事項

\*平成15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：高精度質量分析装置 84,000千円

レーザーイオン化飛行時間型質量分析装置

33,000万円

### 2位 施設整備費

機器分析センターの建物新営

### 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 8,170千円

スーパーダマシク光散乱光度計 24,000千円

分子間相互作用解析システム 45,200千円

超高感度等温適定型加リメーター 25,400千円

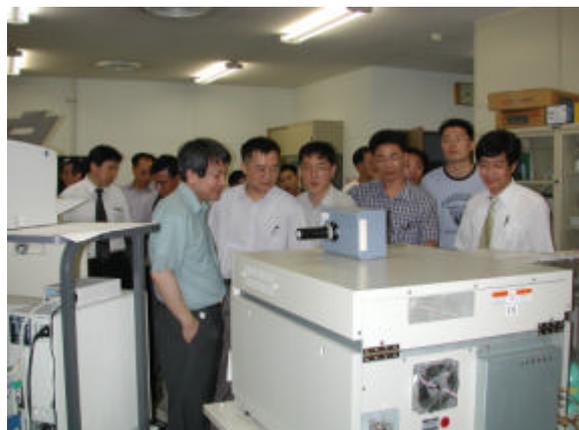
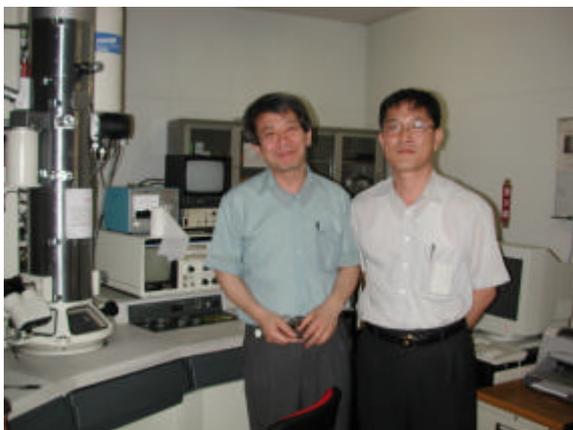
## スナップコーナー

<平成14年度講習会風景>



<センター見学者>

韓国 全南大学工学部岐阜大学訪問団



# 別表

## 平成14年度 講習会受講者数

機器名	受講者																				講師				
	教育学部				地域科学部				医学部				工学部				農学部					合計			
	教員・技員	大学院生	4年生	計	教員・技員	大学院生	4年生	計	教員・技員	大学院生	4年生	計	教員・技員	大学院生	4年生	計	教員・技員	大学院生	4年生	計					
核磁気共鳴装置 (4/9-10/25)	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人	人
200MHz (ハリアン)	0	1	7	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8	18	26	1	9	19	29	63	希望講習者の 担当教官			
400MHz 溶液 (ハリアン)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	3	25	5	33	3	15	5	23	57				
400MHz 固体 (ハリアン)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	5	0	6	0	4	0	4	10				
500MHz (ハリアン)	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	1	1	10	1	12	3	15	0	18	31				
500MHz (日本電子)	0	0	0	0	0	0	0	0	8	17	9	34	13	36	38	87	2	12	1	15	136				
計	0	1	7	8	0	0	0	0	9	18	9	36	18	84	62	164	9	55	25	89	297				
質量分析装置 (6/12,9/2)																									
GCMS	0	0	0	0	1	2	0	3	0	1	0	1	2	11	4	17	0	4	0	4	25	山内 亮(農) 松居正樹(工)			
計	0	0	0	0	1	2	0	3	0	1	0	1	2	11	4	17	0	4	0	4	25				
電子顕微鏡 (5/23)																									
TEM・SEM・EDX	0	0	0	0	0	0	0	0	0	9	0	9	26	113	0	139	1	23	0	24	172	大矢 豊(工) 酒井洋樹(農)			
計	0	0	0	0	0	0	0	0	0	9	0	9	26	113	0	139	1	23	0	24	172				
複合型表面分析装置 (5/29)																									
ESCA	0	0	1	1	0	0	0	0	0	1	0	1	3	26	0	29	0	3	0	3	34	伊藤貴司(工) 櫻田 修(〃) 吉田 司(〃)			
計	0	0	1	1	0	0	0	0	0	1	0	1	3	26	0	29	0	3	0	3	34				
生体分子高次構造解析システム (5/22-23)																									
CD	0	0	0	0	0	0	0	0	2	1	0	3	6	11	8	25	2	5	1	8	36	杉原利治(教) 下山田真(農) 金 継業 (センター)			
SF	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	3	0	5	1	1	1	3	8				
計	0	0	0	0	0	0	0	0	2	1	0	3	8	14	8	30	3	6	2	11	44				
超高速現象解析システム (5/29)																									
UHC・HV・II・TC	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	1	3	0	4	0	0	0	0	5	高橋周平(工)			
計	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	1	3	0	4	0	0	0	0	5				
時間分解蛍光光度計 (5/21)																									
NAES	0	0	0	0	1	1	1	3	1	1	0	2	2	10	11	23	0	4	1	5	33	山家光男(工) 龜山啓一(〃)			
計	0	0	0	0	1	1	1	3	1	1	0	2	2	10	11	23	0	4	1	5	33				
走査型プローブ顕微鏡 (6/5)																									
SPM	0	0	1	1	0	0	0	0	1	1	2	4	6	30	8	44	2	1	2	5	54	杉浦 隆(工) 武野明義(〃) 石黒 亮(〃)			
計	0	0	1	1	0	0	0	0	1	1	2	4	6	30	8	44	2	1	2	5	54				
誘導結合プラズマ発光分析装置 (5/14)																									
ICP	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	3	21	4	28	2	6	0	8	37	義家 亮(工)			
計	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	3	21	4	28	2	6	0	8	37				
有機微量元素分析装置 (5/20)																									
MT-6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	6	13	0	19	1	0	0	1	21	吉松三博(教)			
計	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	6	13	0	19	1	0	0	1	21				
合計	0	1	9	10	2	3	1	6	13	35	11	59	75	325	97	497	18	102	30	150	722				

## 編集後記

「機器分析センター年報」第6号をお届けいたします。4月1日より、「生命科学総合実験センター機器分析分野」への移行など、色々のことに追われて今日まで発行が延びてしまいましたこととお詫びいたします。当センターは平成9年度4月に省令化され、本年度は6年目を迎え、ピリオドを打つことになりました。これからは「生命科学総合実験センター」の機器分析分野として、従来の機能を維持しながら、少しでも皆様の要望に応えられるよう努力していきたいと思っております。今後とも宜しく願いいたします。

この1年間、組織の改組、顕微赤外、顕微レーザーラマン、電子顕微鏡などの新規装置の導入、連合農学研究科からの超伝導高分解能フーリエ変換核磁気共鳴装置（FT-NMR）及び電子スピン共鳴分析装置（ESR）の管理換え措置、複合型表面分析装置（ESCA）の管理換えなど、多くの業務を実施してきました。忙しい日程の中で、日頃の装置のメンテナンス、トラブル対処、安全管理、運転日誌の管理、利用予約の整理、ユーザーとの対応などを精力的に行っていただいた村瀬由美子さん、汲田江莉さん（7月まで）、澤 恭子さん（7月から）に深く感謝いたします。また、講習会、ユーザーとのミーティング、メーカーとのパイプ役を務めるなどお世話になったセンター員の先生方に改めて御礼申し上げます。今日の新しい科学技術の発展は異なる分野の手法や考え方を持つ研究者間の融合の中から生まれることが多く、本センターは、異分野の研究者同士の交流ができ、最新機器分析技術の情報入手拠点としての役割を果たせるよう日々努力しています。第6号には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のか、また実際の利用手順はどのようなのかについての情報が掲載されています。今後「生命科学総合実験センター機器分析分野」のご利用に少しでも役立たせていただければ幸いです。

岐阜大学機器分析センター年報 第6号

平成15年7月発行

岐阜大学機器分析センター

発行者 大橋 英雄（前センター長）

編集者 金 継業（前専任教官）

村瀬由美子

澤 恭子

〒501-1193 岐阜県岐阜市柳戸 1-1

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

ホームページ : <http://www.gifu-u.ac.jp/~kiki/>

■ センターの内線番号案内

職員事務室（村瀬・澤）	2035 (FAX 2036)
機器分析室 1	
MS, CD, SF, ICP, FT-IR, 顕微 FT-IR	2035
走査電子顕微鏡, 蒸着装置, 電顕関連小型機器	
電子顕微鏡	6571
機器分析室 2	
AFM, 電顕関連小型機器, ESR	2035
機器分析室 3	
FT-NMR 日本電子(500 MHz)	6572
機器分析室 4	
FT-NMR パナソニック(400 MHz・500 MHz)	6570
機器分析室 5	
ESCA, SF, UV-Vis, 超高速現象解析システム	6573
画像処理システム,	
教官実験室	
元素分析装置, 顕微レーザーラマン分光システム	2035
センター長室（大橋）	2037
教官研究室（金）	2038