

CACS FORUM

Comprehensive Analysis Center for Science, Saitama University



No. 6 2015
CODEN:CFAOBY

目 次

《卷頭言》

科学分析支援センターと社会連携 研究機構長 佐藤 勇一 1

《運営組織》

科学分析支援センター運営組織・科学分析支援センター会議委員名簿 2

科学分析支援センター保有機器一覧 3

《マイレビュー》

希土類炭化物 $RNiC_2$ ($R=La, Ce$) が見せる 理工学研究科物質科学部門 片野 進 5

新しい物理

シングルチャンネル・ヘテロダイン検出 理工学研究科物質科学部門 山口 祥一 11
和周波発生分光法の開発とその水表面への応用

《若手研究者の紹介》

酸化ホウ素・炭素構造体が拓く 理工学研究科物質科学部門 搾上 将規 22
低温熱炭素還元法 小林 秀彦

神経回路の形成機構 研究機構研究企画推進室 津田 佐知子 26
-光を用いて脳の形と機能を観る- (兼任) 理工学研究科生体制御学部門

《forum in FORUM》

汎用高速 X 線回折装置 (D8 ADVANCE ECO) 理工学研究科物質科学部門 柿崎 浩一 30

赤外分光光度計 TENSOR II 紹介 科学分析支援センター 藤原 隆司 32

汎用走査型分析電子顕微鏡(SU1510) 科学分析支援センター 徳永 誠 34

《セミナー》

分子間相互作用分析装置 Biacore セミナー 科学分析支援センター 是枝 晋 36

～基本原理から最新アプリケーションまで～

ゼータ電位・粒子径測定 セミナー 科学分析支援センター 藤原 隆司 37

～コロイド粒子の分散評価から平板ゼータ電位測定まで～

《センターより》

環境分析・実験系廃液処理だより 科学分析支援センター 三田 和義 38

平成 26 度動物慰靈式 科学分析支援センター 畠山 晋 56

平成 26 度科学分析支援センター活動日誌 57

平成 26 度科学分析支援センター活動報告書 66

平成 26 年度機器等利用実績 81

平成 26 年科学分析支援センター機器使用研究業績 92

編集後記

表紙の写真の説明

中央 測定機器 汎用走査型分析電子顕微鏡 SU1510 (平成 27 年 3 月更新)

< forum in FORUM > (P. 34)

右下 試 料 ディスコチック液晶化合物の光学組織

科学分析支援センター 講師 安武幹雄氏 提供

左下 試 料 メダカのヒレについていた池蝶貝の幼生

科学分析支援センター 講師 是枝晋氏 提供

《巻頭言》

科学分析支援センターと社会連携

研究機構長 佐藤 勇一

今年度は第2期中期目標期間の最終年にあたります。埼玉大学が平成25年から進めております「学部の枠を越えた再編・連携による大学改革～ミッションの再定義に基づく研究力と人材育成の強化～」の柱は、埼玉大学の研究力強化、人材育成強化です。研究力強化では、理工学研究科に戦略的研究部門を設置して研究を推進してきております。さらに、昨年度からURAオフィスを置き、研究支援にも取り組んできております。来年度からの第3期中期目標期間に向け、計画を策定しております。特に、埼玉大学のおかれた状況を考えますと、今後地域社会との様々な連携は必須と言えます。

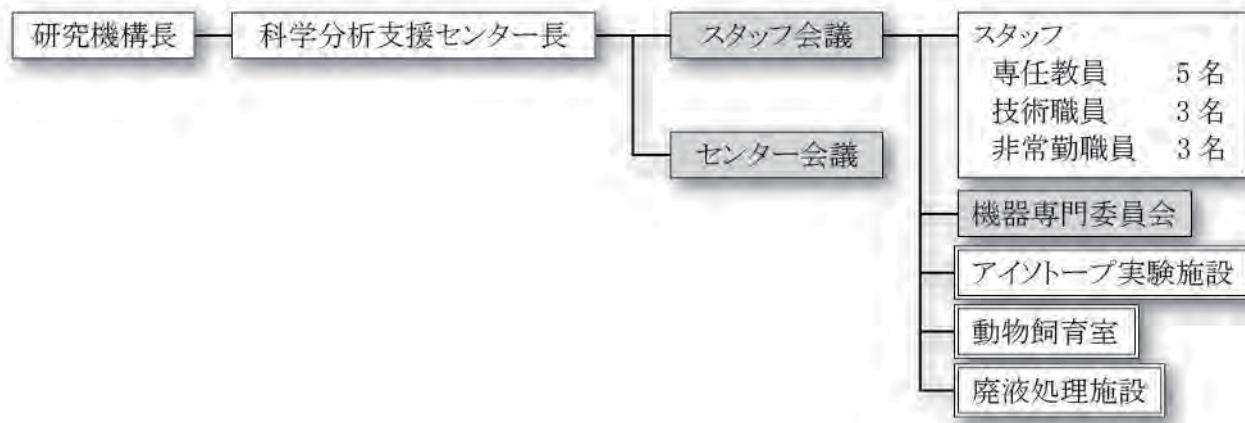
昨年度から埼玉県との包括協定に基づき新エネルギー分野、先端ロボット分野、ライフサイエンス分野の3つの分野で先端産業創造プロジェクトを進めております。さらに、このプロジェクトをはじめ地域とのより緊密な産学官連携を進めようとしております。

科学分析支援センターは、地域からの依頼分析にも応えるなどの活動を行ってきて頂いております。また、センターは学内の特に、理工系の学部、理工学研究科の教育および研究を行う際に大きなご支援を頂いております。現在進めております大学改革の研究力強化に対しても、その役割が大きいことは言うまでもありません。昨今呼ばれております地域創生に大学としても寄与するためには、地域社会の企業、他大学、研究機関の期待に応えることが出来るように様々な活動を進める必要があると考えております。したがって、科学分析支援センターの活動を今後も継続的に維持発展して頂くことは、大学の将来にとって重要と考えております。

センター長を初めとするセンター教職員の皆様のこれまでのご尽力に感謝申し上げると同時に、埼玉大学の置かれた状況の御理解と、更なる御支援を賜りたいと考えております。最後に、センター創立以来科学分析支援センターの運営に關係してこられた教職員の皆様の、ご尽力に感謝し、引き続き一層の御力添えをお願い申し上げます。

《運営組織》

科学分析支援センター運営組織



埼玉大学総合研究機構科学分析支援センター会議委員

平成 27 年 4 月 1 日現在

氏名	所属	任期
小林 秀彦	科学分析支援センター(応用化学科) 教授	平成 28 年 3 月 31 日
藤原 隆司	科学分析支援センター(基礎化学科) 准教授	
畠山 晋	科学分析支援センター(生体制御学科)准教授	
是枝 晋	科学分析支援センター(分子生物学科) 講師	
安武 幹雄	科学分析支援センター(応用化学科) 講師	
道村 真司	科学分析支援センター(物理学科)助教	
松岡 圭介	教育学部(理科教育講座) 准教授	平成 28 年 3 月 31 日
小坂 昌史	理工学研究科(物理学科) 准教授	平成 28 年 3 月 31 日
齋藤 英樹	理工学研究科(基礎化学科) 講師	平成 28 年 3 月 31 日
高橋 康弘	理工学研究科(分子生物学科) 教授	平成 28 年 3 月 31 日
足立 明人	理工学研究科(生体制御学科) 准教授	平成 28 年 3 月 31 日
八木 修平	理工学研究科(電気電子システム工学科) 准教授	平成 28 年 3 月 31 日
齋藤 伸吾	理工学研究科(応用化学科) 准教授	平成 28 年 3 月 31 日
柿崎 浩一	理工学研究科(機能材料工学科) 准教授	平成 28 年 3 月 31 日
小林 裕一	オープンイノベーションセンター 教授	平成 28 年 3 月 31 日

科学分析支援センター保有機器一覧

機器名	運用担当者	学部生	博士前期課程	博士後期課程	教職員	依頼分析
核磁気共鳴装置(AV300)	藤原 隆司	○	○	○	○	○
核磁気共鳴装置(AV500)	藤原 隆司	○	○	○	○	○
核磁気共鳴装置(AV500T)	藤原 隆司	×	○*1	○	○	○
高感度核磁気共鳴装置(AV400)	藤原 隆司	×	○*1	○	○	○
電子常磁性共鳴装置	前田 公憲	○	○	○	○	○
Pulse 電子常磁性共鳴装置(Laser)	前田 公憲	×	○	○	○	×
四重極 GC 質量分析装置	三田 和義	×	×	×	×	○
飛行時間型質量分析装置	新美 智久	×	○	○	○	○
高分解能磁場型質量分析装置	新美 智久	×	×	○	○	○
液体クロマトグラフ質量分析装置	設楽 浩明	○	○	○	○	×
ナノフローLC 質量分析装置	新美 智久	×	○	○	○	○
X線光電子分析装置	齋藤 由明	×	○*2	○*2	○	○
示差走査熱量分析装置	安武 幹雄	○	○	○	○	○
示差熱重量／熱機械分析装置	安武 幹雄	○	○	○	○	○
走査型プローブ顕微鏡	田井野 徹	○	○	○	○	○
高分解能走査電子顕微鏡	徳永 誠	×	○*2	○*2	○	○
汎用走査型分析電子顕微鏡	徳永 誠	△*2	○	○	○	○
低温低真空走査型電子顕微鏡	徳永 誠	×	○*2	○*2	○	○
超高分解能走査型電子顕微鏡	徳永 誠	×	×	×	○	○
透過型電子顕微鏡 (200 kV)	徳永 誠	×	×	×	○	○

透過型電子顕微鏡 (120 kV)	金子 康子	×	○	○	○	○
共焦点レーザー顕微鏡	畠山 晋	×	○	○	○	○
バイオアナライザ	畠山 晋	×	○	○	○	○
誘導結合プラズマ発光分析装置	藤原 隆司	○	○	○	○	○
卓上型粉末X線回折装置(水平型)	徳永 誠	○	○	○	○	○
粉末X線回折装置(水平型)	徳永 誠	○	○	○	○	○
蛍光X線分析装置	徳永 誠	×	○	○	○	○
高輝度二次元X線回折装置	徳永 誠	×	×	×*2	○	○
多機能粉末X線回折装置	安武 幹雄	×	○*2	○	○	○
高速粉末X線回折装置(水平型)	徳永 誠	×	○	○	○	○
CCD型単結晶構造解析装置	藤原 隆司	×	×	○*2	○	○
高輝度CCD型単結晶構造解析装置	藤原 隆司	×	×	×	○	○
顕微レーザーラマン分光光度計	石川 良	×	○	○	○	○
汎用フーリエ変換赤外分光光度計	藤原 隆司	○	○	○	○	○
顕微フーリエ変換赤外分光光度計	藤原 隆司	×	○*2	○*2	○	○
超音波顕微鏡	荒居 善雄	○	○	○	○	×
微小材料試験機	荒居 善雄	○	○	○	○	×
モアレ干渉計	荒居 善雄	○	○	○	○	×
有機微量元素分析装置	加藤 美佐	×	×	×	×	○

ポスドク、研究生についてはお問い合わせください。

*1 教員一人あたり二名まで。

*2 使用には条件があります。詳細はお問い合わせください。

《マイレビュー》

希土類炭化物RNiC₂(R=La, Ce)が見せる新しい物理

Novel physics exhibited by rare-earth carbides RNiC₂ (R=La, Ce)

理工学研究科物質科学部門 片野 進
Graduate school of Science and Engineering
Susumu Katano

The ternary carbides with the rare-earth atom R and Ni, RNiC₂ (R=La and Ce), having a unique crystal structure with non-centrosymmetry, show several new physics in their superconductivity and magnetism. LaNiC₂ exhibits bulk superconductivity at about 3 K; however, its superconducting mechanism is still disputable. For this superconductivity high pressure strongly alters its nature, which implies that strong electron-electron correlations are intrinsic to the system and the superconductivity. CeNiC₂, on the other hand, indicates complex magnetism changing from the incommensurate antiferromagnetic ordering (AFIC) to the commensurate antiferromagnetic one (AFC), and further to the ferromagnetic or ferrimagnetic order (F), with decreasing temperature from 20 K to 1 K. The solid solutions of these two systems change their physical states dramatically. The results indicate that LaNiC₂ is a conventional *s*-wave BCS superconductor with the full superconducting gap.

1. はじめに

物質は、通常、それを構成する元素が規則正しく並んで結晶として固体を形作っている。このような固体が示す伝導性や磁性などの物理特性は、各元素の原子核から離れて結晶中を動き回っている電子、これと対照的に原子核の近くにとどまっている電子、あるいはこれらの中間的な性格の電子、といったそれぞれの原子軌道の特徴を色濃く持った電子集団が担っている。

図1にこの系の結晶構造を示した。コーナーとa面の中心に希土類金属Rが位置し、NiとCは(1/2 0 0)面内に位置する。このa面に注目すると層状構造と見ることができ、電子状態にも異方性が存在する。この面内でNiとCの元素配列はc軸方向に非対称で、空間的に反転対称性を破っている。このような特徴的な構造は系の物理的な性質に強い影響を及ぼす。

LaNiC₂は、伝導を担うLaの電子が結晶中を比較的自由に動き回っている金属であるが、低温になると2個ずつの電子の間に強い引力が働き、電子対が形成されることによって電気抵抗が全くなくなる超伝導状態が現われる。しかしこの超伝導は、水銀や鉛などの単純な物質が示すこれまで知られているような互いに逆向きのスピンを持つ電子対の形成によってではなく、上記のような結晶構造のために軌道状態と電子のスピン状態が絡んだ新しいタイプの電子対形成（スピンの方向がそろっている）によっていると考えられてきた。

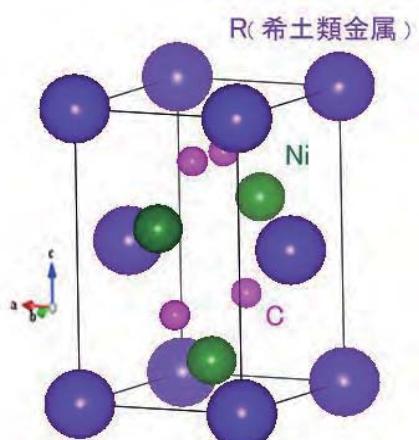


図1. RNiC₂ の結晶構造

一方, Ce 原子の内側のf電子は結晶中で原子核近くにとどまって磁気モーメント, 即ち原子的にミクロな磁石を形成している. 低温ではこれらの磁気モーメントの間に磁気的相互作用が強く働いて, 複雑な磁気秩序が現れる. 20 K 付近では, 結晶格子の周期より遙かに長い繰返し周期を持つ, 格子に非整合(incommensurate)な反強磁性構造[AF(IC)] から格子の周期と一致した(commensurate)構造を持つ反強磁性状態 [AF(C)] へと変貌する. これらでは磁気モーメントの方向が互いに逆向きに並び, 全体として磁化が現れない. さらに, 2 K 近傍になると磁気モーメントの方向が結晶全体にわたってそろって試料に磁化が出現する強磁性あるいはフェリ磁性 [F] となることがわかっている. 本研究では LaNiC₂ の超伝導機構に迫る目的で超高压実験を行うとともに, La と Ce をそれぞれ置換した系の物性を調べた. これによって超伝導と磁性の変化を明らかにし, これまでの議論の混乱に対して一つの解を与える.

2. 試料作製と化学分析

試料の原材料の純度は, La 99.9%, Ce 99.9%, Ni 99.998%, C 99.9995% であった. これらの原料をアーク溶解炉で, アルゴン雰囲気中で溶解し試料を作製した. その均一性を確保するために炉内で裏返し数回溶解を繰り返した. また, アーク炉内で試料をゆっくり引き上げて単結晶の作製も試みた. 得られた試料は X 線粉末回折によって正しい構造を持つことを確かめた. 単結晶については X 線ラウエ法で X 線の反射パターンを観察することで結晶軸の方向を定めた.

これらで所望の試料ができていることがおおよそわかったが, その均一性や元素濃度をさらに明らかにするために, 科学分析支援センターの走査型電子顕微鏡(SEM)とこれに付属するエネルギー分散型 X 線分光器(EDX)で試料の分析を行った. C の分析は難しく誤差が大きかったが, 試料としては仕込み量でできていることを確認した. この C 量については中性子回折を用いて化学量論比に近いことを確かめた.

またアーク溶解炉で成長させた単結晶の評価と分析は, 同じく科学分析支援センターの 4 軸型 X 線回折装置を用いて行った.

詳細で正確な議論を行うためには, 実験に使う試料が良質であることがまず第一に重要である. 実験室レベルでの試料の解析とともに徹底した化学分析が不可欠で, 今回の実験では科学分析支援センターの整備された装置群を利用した. こうして良質と判定された試料の電気抵抗, 比熱, 磁化を測定した結果は超伝導転移温度や磁気転移温度は共にこれまでの結果と一致し, 得られた試料が良質であることが確認された.

3. LaNiC₂ の超伝導に対する圧力効果¹⁾

この物質では 3 K 以下の温度で電気抵抗がなくなり超伝導になる. この系に対して, 電気抵抗, 比熱, 磁化などを測定した. このうち低温での比熱の実験結果は, 上記のように電子のスピン磁気モーメントが同じ方向を持って電子対になり超伝導状態を形成するという新しい超伝導機構の提案と大きく矛盾するものではなかった. また, この結果は電子の動きを微視的に観察するミューオンを使った実験結果の解釈や理論的な提案を否定しない. しかしながら転移点近くの核磁気共鳴や比熱測定の結果は, この物質の超伝導が水銀などの単純な機構によっていることを主張し, 上記の結果と異なる. このように LaNiC₂ の超伝導機構については永らく議論が混乱していた.

このような状況下で, この系の超伝導の性質をさらに詳しく調べるために高圧下での電気抵抗を測定した. 図2に 3 GPa(3 万気圧)までの結果を示す. 実験はピストン-シリンドーセルと呼ばれるものを使った. シリンダー内に差し込まれたピストンを押し込むことでテフロン製の試料セルに圧力を印加する. このテフロンセルの内部に試料をセットし, グリセリンの液体を注入した. このグリセリンは高圧低温の下でも静水圧性が高いことがわかっている.

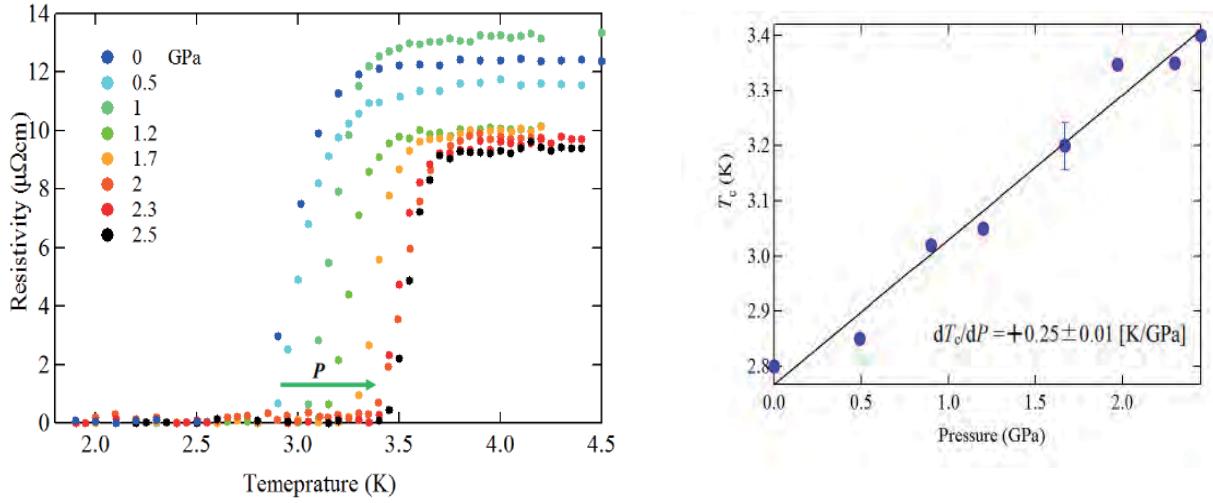


図 2. LaNiC_2 の高圧下での電気抵抗.

圧力とともに超伝導転移温度が上昇する. 右の図は転移温度の圧力依存性を示す.

実験結果から、この圧力範囲で超伝導転移温度が圧力に比例して上昇することがわかった。この圧力上昇率は右の図に示されたようにかなり大きい。圧力で結晶は縮むため、超伝導に強く関係する電子数は通常減少し、超伝導温度は低下する。結果はこの予想と正反対であった。この原因は後で議論するように、 LaNiC_2 の系が単純な電子系でなく、電子同士が強い相関を持った系であると考えることで理解できる。

さらに高圧効果を明らかにするために、東大物性研究所のキューピックアンビル装置を用いて、電気抵抗の圧力依存性を調べた。この装置では圧力を印加するためのアンビルが立方体的に押し込まれ、中心に圧力が等方的に発生される。その結果が図3である。驚いたことに圧力が 3 GPa を越えると、これまで増大していた超伝導転移が減少に転じ、6 GPa を越えた圧力で超伝導が消失してしまった。

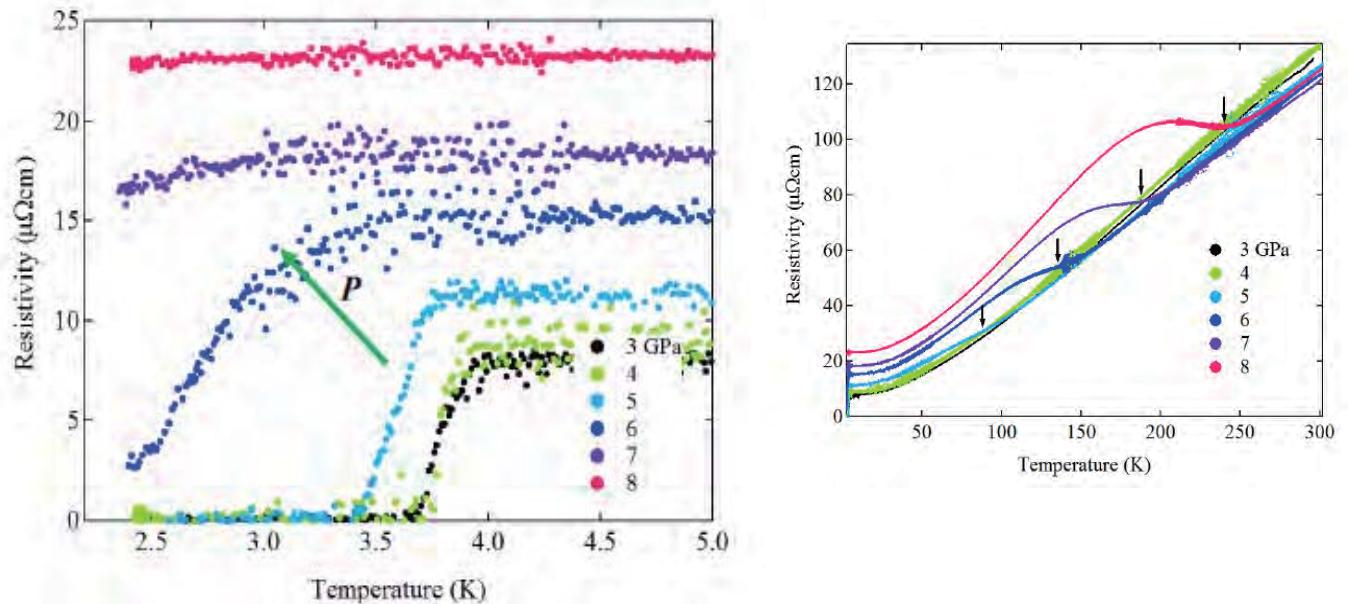


図 3. 3 GPa 以上の圧力下での電気抵抗. 8 GPa で超伝導転移が消失する.

右の図は室温までの電気抵抗. 超伝導の消失に対応して、

高温で抵抗が大きく増大する異常(矢印)が現れる.

このときの高温での電気抵抗の振る舞いを見ると(図3 右図), 5 GPa以上で, 電気抵抗が増大し大きな山が見られるようになる. この抵抗異常は系に電荷密度波が生じたときに見られるものに類似している. これから高圧下で電荷の偏りが形成され, この結果, 電子の流れが止まったと考えられる. これまでこの系は比較的自由な電子が動き回っている単純な電子系と考えられていたが, 電子間に強い相互作用が存在する系であることが明らかとなった. 超伝導を担っている主役は, 自由に動き回る電子ではなく, 電子間に強い相関が存在するためにその動きが抑制された電子群である. この実験結果は新しい超伝導機構の存在を示唆している. 図5にこの系の圧力相図をまとめた. 圧力印加で新しく誘起された相が超伝導を破壊しているというこれまでにない結果が明らかになった.

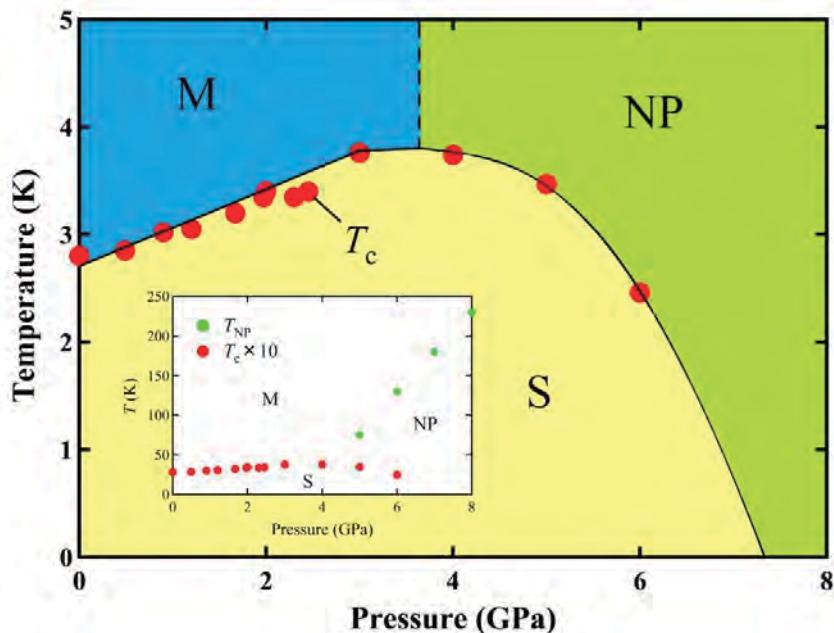


図4. LaNiC_2 の高圧下での温度-圧力相図.
挿入図は室温までの相図で, 超伝導転移温度 T_c は 10 倍して示した.
S は超伝導相, M は金属相, NP は新しく発見された新相である.

4. $(\text{La}, \text{Ce})\text{NiC}_2$ の超伝導と磁性²⁾

この系の超伝導機構をさらに明らかにするため, La を Ce で置換した系の超伝導と磁性を調べた. それぞれの物性は先に示した通りである. Ce は局在した4f電子によって磁気モーメントを形成すると考えられるので, この置換によって超伝導に対する磁気モーメントを持つ不純物の効果(磁性不純物効果)を調べるのが目的である. 電気抵抗の温度変化を図5に示した. (a)はCeの低濃度置換のもので, 超伝導転移温度は急激に低下し, およそ2%で超伝導が消えて見えなくなることがわかった. このように Ce 置換によって超伝導は強く破壊される.

Ce の広い濃度範囲にわたって置換した系の電気抵抗の結果が図5(b)に示されている. 高濃度側の電気抵抗には20 K付近に大きな折れ曲りが見られる. これが磁気転移に伴って見られる異常であって, 不整合反強磁性相への転移が Ce 置換とともに上昇することがわかる.

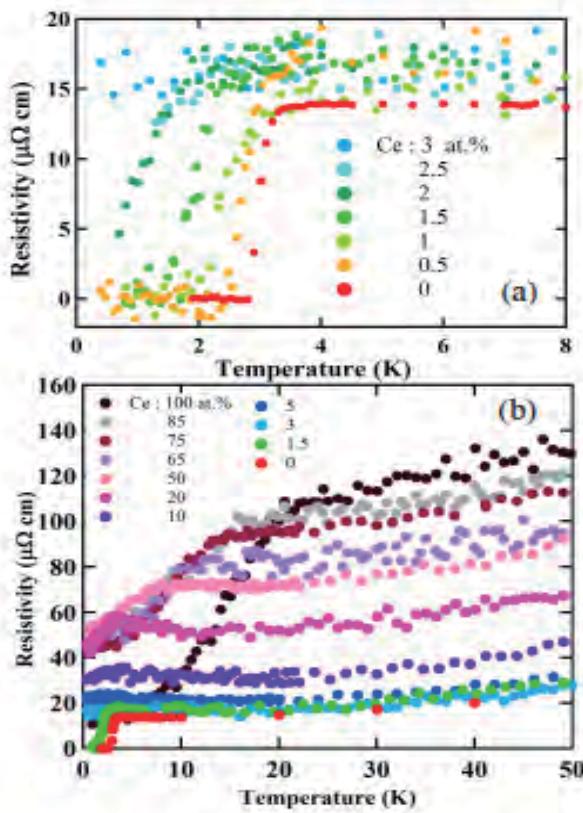


図 5. (a) 低温での電気抵抗.
(b) 全濃度にわたる結果で 50 Kまで.

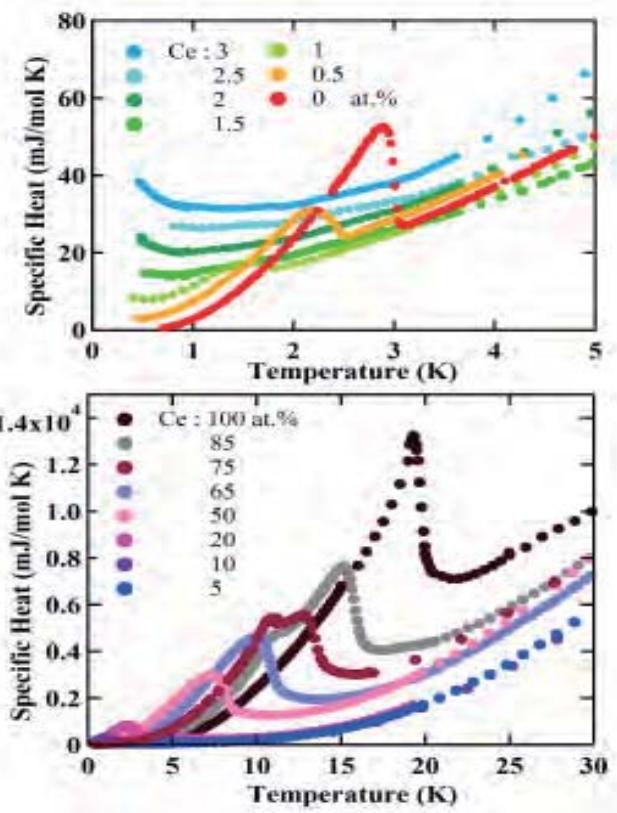


図 6. (a) 低温での比熱.
(b) 全濃度にわたる結果で 30 Kまで.

図 6 にこの系の比熱を示した. (a)は Ce の低濃度側の低温での比熱を示す. 超伝導転移が Ce 置換とともに壊れ、やはり 2%程度で超伝導が消える. 全濃度に関する比熱を(b)に示した. Ce 置換によって磁気転移に伴う異常が現れ大きく成長する. 75%置換では異常が 10K付近で観測され、ダブルピークを示した. この振る舞いは 85%でも見られ、Ce100%では単一の異常になる. この結果から 50%付近では格子の周期に整合する反強磁性が形成され、ダブルピークの試料では整合反強磁性が低温側に、非整合の反強磁性が高温に現れ、Ce100%では格子の周期に非整合な反強磁性が優勢になることが明らかになった.

図 7(a)に低温での磁化の変化を示した. 図で負の値になるのは磁場と反対方向に磁化が出ることを示す、いわゆるマイスナー効果を表している. 插入図は低温での変化の拡大図である. 図から試料全体の超伝導転移は電気抵抗、比熱の結果と同様に 2%付近で消えることを示している. しかしこの挿入図からわかるように Ce で置換した試料では LaNiC₂ の転移温度よりも高温から磁化が減少して

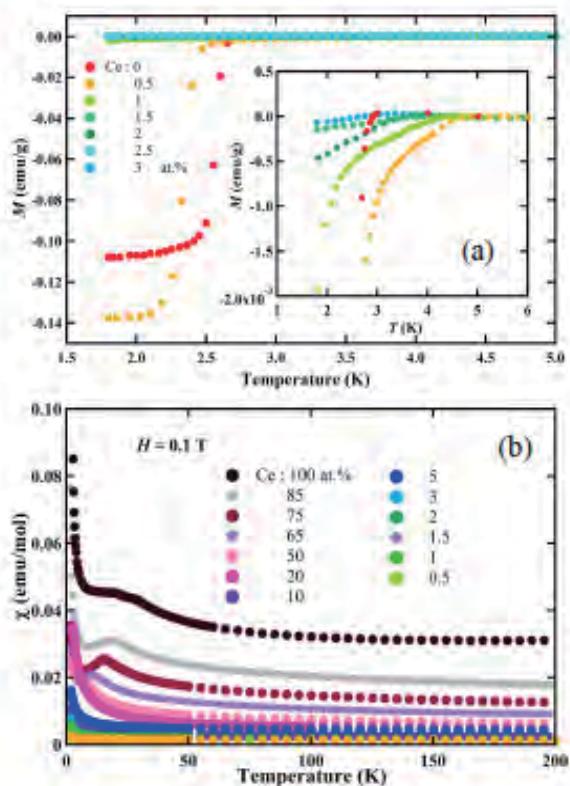


図 7. (a) 低温での磁化.
(b) 全濃度にわたる帶磁率で 200 Kまで.

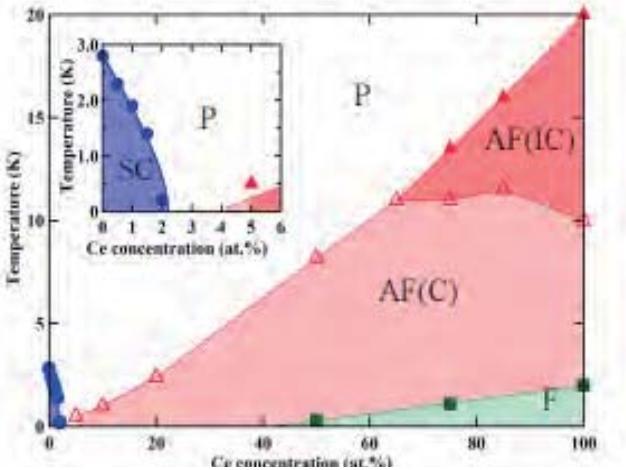


図 8. $(\text{La},\text{Ce})\text{NiC}_2$ の温度－濃度相図. SC:超伝導, P:常伝導金属, AF(IC):非整合反強磁性, AF(C):整合反強磁性, F:強磁性またはフェリ磁性.

いる. これらの試料では試料の一部で超伝導の揺らぎによって超伝導転移が高温から現れることを示唆している. (b)は全体図であるが, Ce の低濃度側での超伝導が強く破壊され, 高濃度側では磁気秩序の形成が起こっていることが磁化率の変化からも明らかである. これら電気抵抗, 比熱, 磁化率の変化から図 8 のように相図を決定した. 超伝導への Ce の不純物効果はかなり大きく, 2%を少し越えたところで超伝導が消失する. この消失とともに磁気秩序の形成が大きく発達する.

図 9 はこの濃度に対する転移温度の変化を, 超伝導に対する磁性不純物の効果を考慮して計算した理論曲線(AG 理論)と比較したものである. 実験結果はこの曲線によく合う. このことから Ce を置換すると Ce 原子は磁気モーメントを形成し, この磁性不純物によって超伝導が大きく抑制されることがわかった. この理論は BCS 機構の超伝導が磁性不純物によって大きく破壊されることに対応しており, LaNiC_2 の超伝導は電子対のスピンが反平行である BCS 機構によるものであることを示している.

以上のように, 空間反転対称性を持つこの系の超伝導が電子相關の強い系であること, この超伝導が通常の BCS 機構による s 波超伝導体であることを明らかにした. この結果はこの系の超伝導が,これまで考えられていたような電子対のスピンが平行な新しい p 波超伝導体であるという提案が正しくないことを強く示唆している.

5.まとめ

以上, LaNiC_2 の超伝導の持つ新奇な側面を高圧下での電気抵抗の実験や置換効果における基礎物性実験から明らかにした. 実験結果はこの系の超伝導に対するこれまでの議論の混乱に決着をつけるものである.

参考文献

- 1) S.Katano, H.Nakagawa, K.Matsubayashi, Y.Uwatoko, H.Soeda, T.Tomita, H.Takahashi, Phy.Rev.B **90**, 220508(R)(2014).
- 2) K.Shibata, Y.Matsubara, K.Nakashima, S.Katano, to be published.

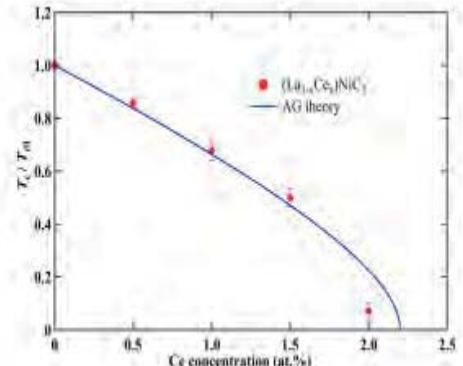


図 9. 超伝導転移温度の濃度変化.
曲線は, 磁性不純物に対する理論曲線
(AG 理論).

《マイレビュー》

シングルチャンネル・ヘテロダイン検出和周波発生分光法の開発と その水表面への応用

Development of single-channel heterodyne-detected sum frequency generation spectroscopy and its application to the water/vapor interface

理工学研究科物質科学部門 山口 祥一
Graduate School of Science and Engineering
Shoichi Yamaguchi

Single-channel heterodyne-detected sum frequency generation (HD-SFG) spectroscopy for selectively measuring vibrational spectra of liquid interfaces is presented. This new methodology is based on optical interference between sum frequency signal light from a sample interface and phase-controlled local oscillator light. In single-channel HD-SFG, interferometric and spectrometric measurements are simultaneously carried out with an input IR laser scanned in a certain wavenumber range, which results in a less task than existing phase-sensitive sum frequency spectroscopy. The real and imaginary parts of second-order nonlinear optical susceptibility ($\chi^{(2)}$) of interfaces are separately obtained with spectral resolution as high as 4 cm^{-1} that is approximately six times better than existing multiplex HD-SFG. In this paper, the experimental procedure and theoretical background of single-channel HD-SFG are explicated, and its application to the water/vapor interface is demonstrated, putting emphasis on the importance of a standard for the complex phase of $\chi^{(2)}$.

1. はじめに

液体界面は、バルクでは見られない特異的な化学反応の起こる場であり、化学の様々な分野において重要な役割を果たしている。大気環境のエアロゾル表面反応^{1,2}、液液界面での分離化学³、固液界面の触媒反応⁴、生体膜の選択的物質移動⁵など、多様な実例をあげることができる。液体界面の化学を微視的に理解するためには、そこでの分子の構造とダイナミクスを精確に調べる方法が必要不可欠である。そのための強力な実験手法として、和周波発生(SFG)分光法が知られている⁶⁻⁸。SFGでは、角周波数 ω_1 の可視光と ω_2 の赤外光を界面に照射して、それらの和の角周波数 $\omega_1 + \omega_2$ の和周波光を検出する。和周波光の電場は、二次非線形光学感受率($\chi^{(2)}$)、入射する ω_1 光の電場、 ω_2 光の電場、の3つの量の積となる⁹。SFGの界面選択性は、 $\chi^{(2)}$ が界面においてのみノンゼロ、バルクではゼロになることに由来している。和周波光は界面においてのみ発生するため、それを検出すれば自動的に界面を選択的に観測することになる。 $\chi^{(2)}$ に含まれる情報を読み解くことによって、界面の分子の構造とダイナミクスについての知見を得ることができる。特に、赤外 ω_2 光の波数を掃引すれば、界面の分子の振動スペクトルを測定することができる。振動スペクトルは分子の“指紋”であり、どのような分子種が界面でどのように配向して周囲とどのような相互作用をしているのか、といった貴重な情報をSFGによって獲得することができる。

従来のSFGは、和周波光の強度をそのまま検出するホモダイン検出という方法であった。その場合、観

測量は $\chi^{(2)}$ の絶対値の自乗($|\chi^{(2)}|^2$)である。この $|\chi^{(2)}|^2$ の振動スペクトルには、主に3つの深刻な問題がある⁹。まず、 $|\chi^{(2)}|^2$ では複数の振動バンド間、または振動バンドと非共鳴バックグラウンドの間の干渉のためにスペクトルに歪みが生じ、バルクの振動スペクトルであるIR・ラマンスペクトルと直接比較できない。さらに、界面分子の“上下”の配向を示す $\chi^{(2)}$ の符号の情報が、 $|\chi^{(2)}|^2$ では失われる。また、 $|\chi^{(2)}|^2$ は分子密度の自乗に比例するため、(通常の分光法ではごく当たり前の)検量線における信号と濃度の比例関係や系列測定における等吸収点が失われてしまう。

これらの問題を一挙に解決したのが、マルチプレックス・ヘテロダイン検出(HD-)SFG^{6, 10}と位相敏感SFG^{7, 11, 12}であった。これらのことでは、界面で発生した和周波光と局部発振(LO)光の干渉を利用して、 $\chi^{(2)}$ の実部($\text{Re}\chi^{(2)}$)と虚部($\text{Im}\chi^{(2)}$)を直接測定する。 $\text{Im}\chi^{(2)}$ は非共鳴バックグラウンドを含まず、振動バンド間の干渉もないため、同じく光学感受率の虚部であるIR・ラマンスペクトルと直接比較可能である。また、 $\text{Im}\chi^{(2)}$ の符号はそのまま界面分子の上下の配向を示す。さらに、 $\chi^{(2)}$ は分子密度に比例するため、通常の分光法と全く同様に信号と濃度の比例関係や等吸収点を認めることができる。

理化学研究所の田原グループで開発されたマルチプレックス HD-SFG^{6, 10}は、フェムト秒広帯域赤外光、ポリクロメーター、CCDカメラを利用する方法である。和周波光とLO光の干渉パターンは、周波数領域で一度にマルチチャンネル検出される。干渉測定と分光測定が共にマルチプレックスの恩恵を受けるため、非常に効率の良い測定法である。

UC Berkeley の Y. R. Shen のグループで開発された位相敏感 SFG^{7, 11, 12}は、ピコ秒狭帯域赤外光、モノクロメーター、光電子増倍管(PMT)を利用する方法である。干渉測定は、位相変調板と呼ばれる基板を少しづつ傾けていくことによって時間領域(実空間領域)で行われる。分光測定は、狭帯域赤外光の波数を掃引することによって行われる。干渉測定と分光測定は別々にシングルチャンネル検出により行われるため、測定点数は【干渉測定の点数】×【分光測定の点数】と膨大な数になり、マルチプレックス HD-SFG に比べてはるかに効率の悪い測定法である。

本稿では、筆者が2014年4月に本学大学院理工学研究科物質科学部門化学系専攻応用化学コースに着任してから開発した新しい方法、シングルチャンネル HD-SFG¹³を紹介する。これは、ピコ秒狭帯域赤外光、モノクロメーター、PMTを利用する方法であり、その点では位相敏感 SFGと同じである。違いは、今回の新方法は干渉測定を分光測定と同時に周波数領域で行うため、位相敏感 SFGよりも測定の効率が良い、ということである。測定効率の点でマルチプレックス HD-SFG には及ばないものの、新方法は 4 cm⁻¹という高い波数分解能を有しており、これはマルチプレックス HD-SFG よりも 6 倍優れている。本稿の構成は以下の通りである。2. 実験では、シングルチャンネル HD-SFG の装置の概要を示す。3. 理論では新方法の原理を解説する。4. 結果では、今回開発した装置で得られた水の表面のデータを示す。5. 考察では、 $\chi^{(2)}$ の複素位相の補正を行い、これまで広く信じられていた水の表面の振動スペクトルに訂正が必要であることを示す。

2. 実験

シングルチャンネル HD-SFG の装置図を図 1 に示す。光源はピコ秒 Nd:YAG レーザー(EKSPLA, PL2231-50)である。その基本波(波長 1064 nm, パルス幅 28 ps, 繰り返し 50 Hz)の一部は、第二高調波発生ユニット(EKSPLA, SFGH500-2H)によって波長 532 nm に変換される。この 532 nm の光の一部によって光パラメトリック増幅器(EKSPLA, PG501-DFG1)を励起して、そのアイドラー出力と基本波の差周波発生によって波長可変の狭帯域赤外光を用意する。532 nm の光の残りを ω_1 光、狭帯域赤外光を ω_2 光とする。

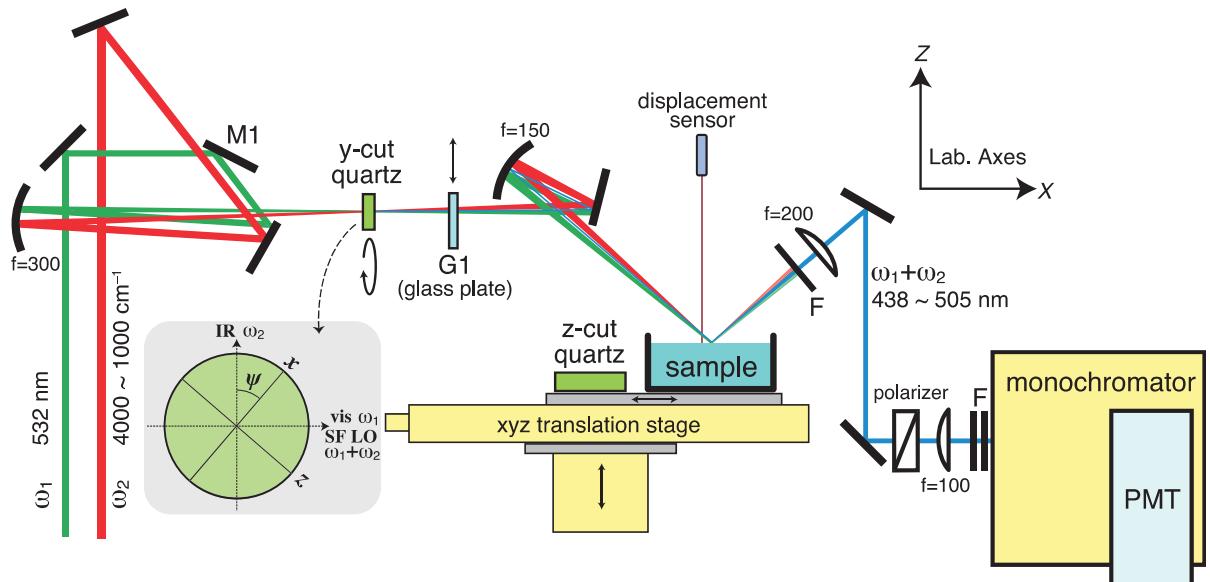


図1. シングルチャンネル HD-SFG の装置図. ミラーM1を通過後, ω_1 光と ω_2 光は鉛直方向にわずかにずらされた上でほぼ同軸上を進む. y カット水晶とサンプル界面の間にひかれた青い細線はLO光を表す. サンプルとレフアレンスの z カット水晶は自動xyz並進ステージによって置き換えられる. Fは光学フィルターを表す. サンプル界面への入射に際して ω_2 光のP偏光は実験室座標系のX, Z軸の正方向に沿うと定義する. 插入図は, ω_1 , ω_2 , LO光の偏光と y カット水晶の結晶軸の関係を示す.

ω_1 光と ω_2 光は図1のミラーM1を通過後ほぼ同軸に近い位置関係で伝搬する. 両者の時間関係は並進ステージの光学遅延路によって調整される. ω_1 光と ω_2 光は回転ステージにマウントされた y カット水晶(厚さ $10\ \mu\text{m}$)に集光されて, LO光として使われる和周波光を発生する. 図1のガラス基板G1(厚さ $5\ \mu\text{m}$)は並進ステージによって ω_1 , ω_2 , LO光の光路に挿入／排出される. ω_1 , ω_2 , LO光はサンプル界面またはレフアレンスの z カット左水晶(フルウチ化学)の表面に集光される. z カット左水晶の正の x 軸方向は圧電測定によって既に決められており, その方向を図1の実験室座標系の X 軸方向と一致させる. このとき z カット左水晶の有効 $\chi^{(2)}$ は正となる¹⁴. ω_1 光と ω_2 光のサンプル界面への入射角はそれぞれ 57.5° と 56.6° である. サンプル界面と z カット左水晶の表面の高さは, 変位センサー(キーエンス, SI-F10)と鉛直並進ステージによって $1\ \mu\text{m}$ 以内の精度で一致させる. サンプル界面(または z カット左水晶の表面)で発生する和周波光と LO光は同軸上を伝搬し, モノクロメーター(Princeton Instruments, SP-2155)で分光されて, PMT(浜松ホトニクス, R11568)によって検出される. PMTの出力は電流プリアンプ(エヌエフ回路設計ブロック, LI-76)によって増幅され, 16ビットAD変換器(National Instruments, NI USB-6341)を経由してパソコンに取り込まれる. 光パラメトリック増幅器, モノクロメーター, 変位センサー, AD変換器, 全てのステージは, WaveMetricsのソフトウェアIGOR Proによって制御される.

ω_2 光の波数較正は, 本装置によって測定したポリスチレンフィルムおよび水蒸気のIRスペクトルをFTIR(PerkinElmer, System 2000)によるそれらと比較することによって行った. 本装置の ω_2 光の光路上にポリスチレンフィルムを置いて z カット左水晶のホモダイン検出 SFGスペクトル($|\chi^{(2)}|^2$ スペクトル)を測定し, それをフィルムなしの $|\chi^{(2)}|^2$ スペクトルで規格化することにより, フィルムのIR透過率スペクトルを得た. また, 本装置を窒素ページしない場合の z カット左水晶の $|\chi^{(2)}|^2$ スペクトルを, 窒素ページした場合のそれで規格化することにより, 水蒸気のIR透過率スペクトルを得た. FTIRのスペクトルとの比較によって, 正確度 $1\ \text{cm}^{-1}$ 以内で ω_2 光の波数を較正した.

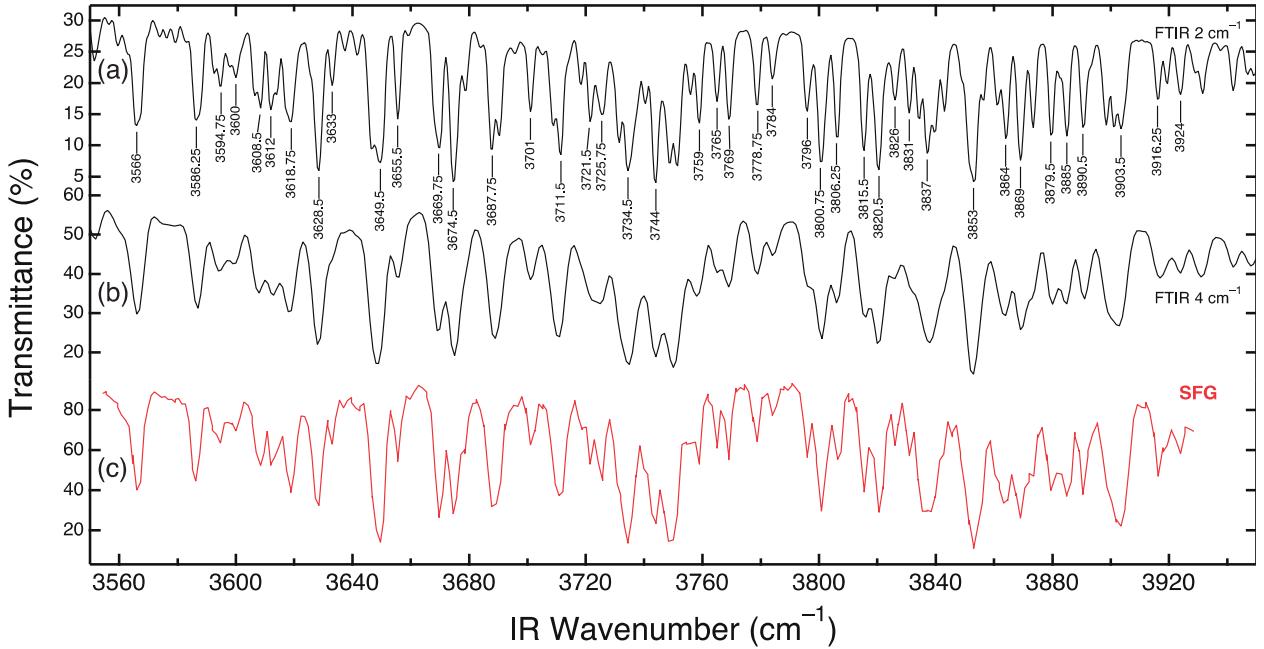


図 2. 水蒸気の IR 透過率スペクトル. (a)と(b)は FTIR によって測定したもので、それぞれ分解能を 2 cm^{-1} , 4 cm^{-1} に設定した. (c)はシングルチャンネル HD-SFG 装置を用いて測定したものである. この領域の ω_2 光の波数較正には、(a)において波数を付している全てのピークを用いた.

本装置の波数分解能は、図 2 に示す水蒸気の IR スペクトルの比較によって評価した. 本装置によるスペクトル(図 2c, 波数較正済み)は、波数分解能を 4 cm^{-1} に設定した FTIR のスペクトル(図 2b)とほぼ同一であり、 2 cm^{-1} に設定した FTIR のスペクトル(図 2a)よりも明らかに分解が悪い. すなわち、本装置の波数分解能はおよそ 4 cm^{-1} であると言える. このことは、 ω_2 光のバンド幅がおよそ 4 cm^{-1} であることを意味している.

本稿に特有の実験条件は以下の通りである. 超純水(抵抗率 $18.2 \text{ M}\Omega \text{ cm}$, TOC (total organic carbon) 4 ppb 以下)を H_2O として用いた. D_2O (NMR grade, 純度 99.9%) は和光純薬から購入した. 濃硫酸と超純水で洗浄したペトリ皿(内径 33 mm, 容積 12 cm^3)に H_2O と D_2O を保持した. 図 1 に示す装置全体を窒素バージして酸素濃度を 3% 以下とした. バージには窒素発生器(エス・ティ・ジャパン, STJ-0185)の供給する純度 99.0% の窒素を用いた. 全ての実験を 295 K で行った. サンプル界面での反射に際して和周波光, ω_1 光, ω_2 光は S 偏光, S 偏光, P 偏光とした(SSP と略す). サンプル界面での ω_1 光と ω_2 光のパルスエネルギーはそれぞれ 0.2 mJ , 0.02 mJ とした. サンプル界面での ω_1 光と ω_2 光のビーム直径はおよそ 0.1 mm とした.

3. 理論

シングルチャンネル HD-SFG は、 y カット水晶の対称性¹⁵を利用して和周波光と LO 光の干渉を取り出す. 図 1 の挿入図にあるように、 y カット水晶への 0° 入射(と出射)に際して LO 光と ω_1 光は水平方向, ω_2 光は鉛直方向の直線偏光である. このとき、 y カット水晶の和周波発生の有効 $\chi^{(2)}$ を $\chi_{y\text{-cut}}$ とすると、

$$\chi_{y\text{-cut}} \propto \sin^2 \psi \cos \psi \quad (1)$$

となる. ψ は y カット水晶の x 軸と鉛直方向のなす角である. 式(1)は、 y カット水晶の x 軸が水平方向、すなわち $\psi = 90^\circ$ のとき $\chi_{y\text{-cut}}$ はゼロになり、 $\psi = 90^\circ$ の前後で $\chi_{y\text{-cut}}$ の符号が反転することを意味している. y 方

ット水晶で発生する LO 光の電場 E_{LO} は,

$$E_{\text{LO}} = \chi_{y\text{-cut}} E_1 E_2 \quad (2)$$

と与えられる. ここで E_1 と E_2 は ω_1 光と ω_2 光の (y カット水晶の位置での) 電場である. 式(2)と今後の式において重要でない比例係数は省略する. 式(1)と(2)から次の関係式が得られる.

$$E_{\text{LO}}(\psi = 90^\circ - \delta) = -E_{\text{LO}}(\psi = 90^\circ + \delta) \quad (3)$$

δ は任意の小さな角度であり, 今回の実験では 0.5° である. この式(3)をうまく利用して和周波光と LO 光の干渉を取り出す.

信号となる和周波光はサンプル界面またはレファレンスの z カット左水晶表面で発生する. まず初めにサンプル界面での和周波発生を扱う. LO, ω_1 , ω_2 光が y カット水晶からサンプル界面まで伝搬すると, それらの電場は位相が ϕ_{LO} , ϕ_1 , ϕ_2 だけ変化する. 例えば, y カット水晶の位置での ω_1 光の電場 E_1 は, サンプル界面では $E_1 \exp(i\phi_1)$ となる. サンプル界面で発生する和周波光の電場 E_s は,

$$E_s = i\chi_s E_1 E_2 \exp\{i(\phi_1 + \phi_2)\} \quad (4)$$

となる. χ_s はサンプル界面の有効 $\chi^{(2)}$ である. χ_s の左側の虚数単位は, サンプルの $\chi^{(2)}$ が界面においてのみノンゼロ, バルクではゼロであることに由来している¹⁶. 検出される全電場 E_{L+S} は, 式(2)と(4)から次のようになる.

$$\begin{aligned} E_{L+S} &= R_s E_{\text{LO}} \exp(i\phi_{\text{LO}}) + E_s \\ &= [R_s \chi_{y\text{-cut}} \exp(i\phi_{\text{LO}}) + i\chi_s \exp\{i(\phi_1 + \phi_2)\}] E_1 E_2 \end{aligned} \quad (5)$$

R_s は LO 光のサンプル界面での反射係数である. シングルチャンネル HD-SFG では, $\psi = 90^\circ \pm \delta$ での E_{L+S} の強度の差 ΔI_s を測定する.

$$\begin{aligned} \Delta I_s &= |E_{L+S}(\psi = 90^\circ - \delta)|^2 - |E_{L+S}(\psi = 90^\circ + \delta)|^2 \\ &= |R_s E_{\text{LO}} \exp(i\phi_{\text{LO}}) + E_s|^2 - |-R_s E_{\text{LO}} \exp(i\phi_{\text{LO}}) + E_s|^2 \\ &= 2i[\chi_{y\text{-cut}}^* \chi_s \exp\{i(\phi_1 + \phi_2 - \phi_{\text{LO}})\} - \chi_{y\text{-cut}} \chi_s^* \exp\{i(-\phi_1 - \phi_2 + \phi_{\text{LO}})\}] R_s |E_1 E_2|^2 \end{aligned} \quad (6)$$

ここで $\chi_{y\text{-cut}}$ は $\psi = 90^\circ - \delta$ での y カット水晶の有効 $\chi^{(2)}$ である. また, 今回のサンプルは電子非共鳴であるため R_s は実数である.

次に, サンプルをレファレンスの z カット左水晶に置き換えて, その表面での和周波発生を扱う. サンプル界面とレファレンス表面は同じ高さにセットするので, y カット水晶からの光の伝搬の効果は変わらない. レファレンス表面で発生する和周波光の電場 E_R は,

$$E_R = \chi_R E_1 E_2 \exp\{i(\phi_1 + \phi_2)\} \quad (7)$$

となる. χ_R はレファレンス表面の有効 $\chi^{(2)}$ である. χ_R の左側に虚数単位がないのは, 水晶の $\chi^{(2)}$ がバルク由来のためである¹⁶. 実験の項で書いたように, χ_R は正である. レファレンス測定で検出される全電場 E_{L+R} は, 式(2)と(7)から次のようになる.

$$E_{L+R} = [R_R \chi_{y\text{-cut}} \exp(i\phi_{\text{LO}}) + \chi_R \exp\{i(\phi_1 + \phi_2)\}] E_1 E_2 \quad (8)$$

R_R は LO 光のレファレンス表面での反射係数である. $\psi = 90^\circ \pm \delta$ での E_{L+R} の強度の差 ΔI_R は,

$$\begin{aligned}\Delta I_R &= |E_{L+R}(\psi = 90^\circ - \delta)|^2 - |E_{L+R}(\psi = 90^\circ + \delta)|^2 \\ &= 2[\chi_{y\text{-cut}}^* \exp\{i(\phi_1 + \phi_2 - \phi_{LO})\} + \chi_{y\text{-cut}} \exp\{i(-\phi_1 - \phi_2 + \phi_{LO})\}] \chi_R R_R |E_1 E_2|^2\end{aligned}\quad (9)$$

となる. R_R と χ_R はレファレンスの z カット左水晶の非共鳴性のため実数である. 結果の項で詳述するが, ΔI_R の実験データから次の複素数 D を得ることができる.

$$D \equiv -4\chi_{y\text{-cut}}^* \exp\{i(\phi_1 + \phi_2 - \phi_{LO})\} R_s |E_1 E_2|^2 \quad (10)$$

式(6)と(10)から, ΔI_s を D と χ_s で表すことができる.

$$\begin{aligned}\Delta I_s &= \text{Im}[D \chi_s] \\ &= \text{Im } D \text{ Re } \chi_s + \text{Re } D \text{ Im } \chi_s\end{aligned}\quad (11)$$

式(11)において, ΔI_s はサンプル測定から得られ, D はレファレンス測定で決定される. 求めたい量は $\text{Re } \chi_s$ と $\text{Im } \chi_s$ であるが, 一つの方程式(11)から二つの未知量を決めるすることはできない. 方程式がもう一つ必要である. そのために, 図 1 で G1 としたガラス基板を ω_1, ω_2 , LO 光の光路に挿入する. このガラス基板によって, 伝搬による位相 $\phi_{LO}, \phi_1, \phi_2$ は $\phi'_{LO}, \phi'_1, \phi'_2$ に変化する. ガラス基板を挿入した状態で測定した量にプライム(')を付けることにして,

$$\Delta I'_s = 2i[\chi_{y\text{-cut}}^* \chi_s \exp\{i(\phi'_1 + \phi'_2 - \phi'_{LO})\} - \chi_{y\text{-cut}} \chi_s^* \exp\{i(-\phi'_1 - \phi'_2 + \phi'_{LO})\}] R_s |E_1 E_2|^2 \quad (12)$$

$$\Delta I'_R = 2[\chi_{y\text{-cut}}^* \exp\{i(\phi'_1 + \phi'_2 - \phi'_{LO})\} + \chi_{y\text{-cut}} \exp\{i(-\phi'_1 - \phi'_2 + \phi'_{LO})\}] \chi_R R_R |E_1 E_2|^2 \quad (13)$$

となる. $\chi_s, \chi_{y\text{-cut}}$ はガラス基板の有無に影響されない. $\Delta I'_R$ の実験データから次の複素数 D' を得ることができる.

$$D' \equiv -4\chi_{y\text{-cut}}^* \exp\{i(\phi'_1 + \phi'_2 - \phi'_{LO})\} R_s |E_1 E_2|^2 \quad (14)$$

次のように $\Delta I'_s$ を D' と χ_s で表すことができる.

$$\Delta I'_s = \text{Im } D' \text{ Re } \chi_s + \text{Re } D' \text{ Im } \chi_s \quad (15)$$

式(11)と(15)から, $\text{Re } \chi_s$ と $\text{Im } \chi_s$ を求めることができる.

$$\begin{aligned}\begin{pmatrix} \text{Re } \chi_s \\ \text{Im } \chi_s \end{pmatrix} &= \begin{pmatrix} \text{Im } D & \text{Re } D \\ \text{Im } D' & \text{Re } D' \end{pmatrix}^{-1} \begin{pmatrix} \Delta I_s \\ \Delta I'_s \end{pmatrix} \\ &= \frac{1}{\text{Im } D \text{ Re } D' - \text{Re } D \text{ Im } D'} \begin{pmatrix} \text{Re } D' & -\text{Re } D \\ -\text{Im } D' & \text{Im } D \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \Delta I_s \\ \Delta I'_s \end{pmatrix}\end{aligned}\quad (16)$$

すなわち, $\text{Re } \chi_s$ と $\text{Im } \chi_s$ は $\Delta I_R, \Delta I'_R, \Delta I_s, \Delta I'_s$ から決定される.

4. 結果

レファレンスの z カット左水晶表面について, $\psi = 90^\circ \pm 0.5^\circ$ で ΔI_R と $\Delta I'_R$ を測定した結果を図 3a に示す. ΔI_R と $\Delta I'_R$ は, それぞれ $\phi_1 + \phi_2 - \phi_{LO}$ と $\phi'_1 + \phi'_2 - \phi'_{LO}$ の ω_2 依存性によって振動波形を示している. この ω_2 依存性は主に窒素の屈折率分散によるものである. ΔI_R と $\Delta I'_R$ の位相のずれは挿入したガラス基板(G1)

による。式(9)と(13)からわかるように、 ΔI_R と $\Delta I'_R$ の ω_2 依存性は、屈折率分散だけでなく $|E_2|^2$ 、すなわち ω_2 光のパルスエネルギーの ω_2 依存性にも由来する。 $|E_2|^2$ の ω_2 依存性は、LO 光なしで z カット左水晶表面の和周波光強度 $\chi_R^2 |E_1 E_2|^2$ を測定することで簡単に決定できる。 $(\psi = 90^\circ \text{とする} \rightarrow \text{LO 光なし})$ 。 ΔI_R と $\Delta I'_R$ を $\chi_R^2 |E_1 E_2|^2$ で規格化した結果を図 3b に示す。例えばガラス基板(G1)なしの規格化波形は、

$$\frac{\Delta I_R}{\chi_R^2 |E_1 E_2|^2} = 2 \left[\chi_{y\text{-cut}}^* \exp \{i(\phi_1 + \phi_2 - \phi_{\text{LO}})\} + \chi_{y\text{-cut}} \exp \{i(-\phi_1 - \phi_2 + \phi_{\text{LO}})\} \right] \chi_R^{-1} R_R \quad (17)$$

に対応する。 $\phi_1 + \phi_2 - \phi_{\text{LO}}$ （および $\phi'_1 + \phi'_2 - \phi'_{\text{LO}}$ ）の ω_2 依存性は一次関数でよく近似できるので、図 3b のデータは正弦関数 $\sin(a\omega_2 + b)$ でフィット可能である。フィットのパラメータ a と b が決まれば、位相を 90° ずらした曲線 $\sin(a\omega_2 + b + \pi/2)$ を描くことができる（図には示していない）。この曲線は、

$$2i \left[\chi_{y\text{-cut}}^* \exp \{i(\phi_1 + \phi_2 - \phi_{\text{LO}})\} - \chi_{y\text{-cut}} \exp \{i(-\phi_1 - \phi_2 + \phi_{\text{LO}})\} \right] \chi_R^{-1} R_R \quad (18)$$

に対応する。式(17)と(18)から、複素数 D を得ることができる。すなわち、 D は実験データとそのフィッティング解析によって決定される。 D' も同じようにして得ることができる。

水(H₂O)の表面について、 $\psi = 90^\circ \pm 0.5^\circ$ で ΔI_s と $\Delta I'_s$ を測定した結果を図 4a に示す。これらのデータ

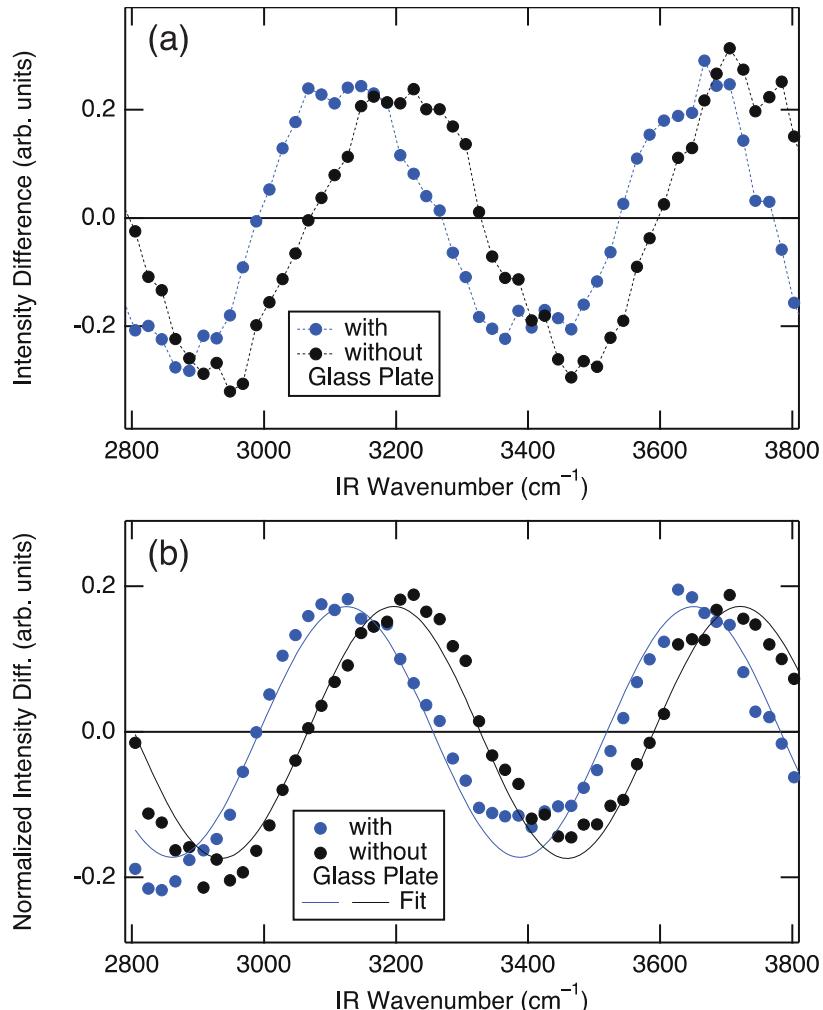


図 3. (a) レファレンスの z カット水晶表面の、 $\psi = 90^\circ \pm 0.5^\circ$ での ΔI_R （黒丸）と $\Delta I'_R$ （青丸）の実験データ。点線は単にデータ点を結んでいる。(b) $\chi_R^2 |E_1 E_2|^2$ で規格化した ΔI_R （黒丸）と $\Delta I'_R$ （青丸）の実験データ。実線は正弦関数によるフィッティング曲線。

には、窒素の屈折率分散による振動波形に、水の OH 伸縮振動の共鳴による信号が重なっている。図 4b は、ここまで実験データから式(16)に従って計算した H_2O の表面の $\text{Re}\chi_s$ と $\text{Im}\chi_s$ である。同様にして得た重水(D_2O)の表面の $\text{Re}\chi_s$ と $\text{Im}\chi_s$ も同じ図中に示す。

5. 考察

D_2O は 2800 cm^{-1} よりも高波数では振動非共鳴である¹⁷。従って、今回測定した波数領域において、 D_2O の表面の有効 $\chi^{(2)}$ ($\chi_{\text{eff,SSP}}^{(2)}$) は負の実定数でなければならない¹⁴。図 4b の D_2O の表面の $\text{Re}\chi_s$ と $\text{Im}\chi_s$ はほぼそれを満たしているが、完全ではない。特に $2800 \sim 3120 \text{ cm}^{-1}$ では $\text{Im}\chi_s$ ははつきりと正の値を取っている。このように $\text{Im}\chi_s$ がゼロからわずかにずれている理由は 2 つ考えられる。まず、図 3b のデータのフィッティング解析は完璧ではないため、 D と D' の複素位相には誤差があるはずである。また、レフアレンスの z カット左水晶の表面またはバルクに不純物があれば、それに由来する共鳴が生じ、 χ_R が実数でなくなり小さな虚部を持つ可能性がある。これら 2 つの理由は D_2O の性質とは無関係なので、 D_2O の表面の $\text{Im}\chi_s$ のゼロからのずれは系統誤差とみなすことができる。そして、この系統誤差は H_2O の表面のデータにも同様に寄与しているはずである。これを取り除くためには、つぎのような複素位相補正を行えば良い。

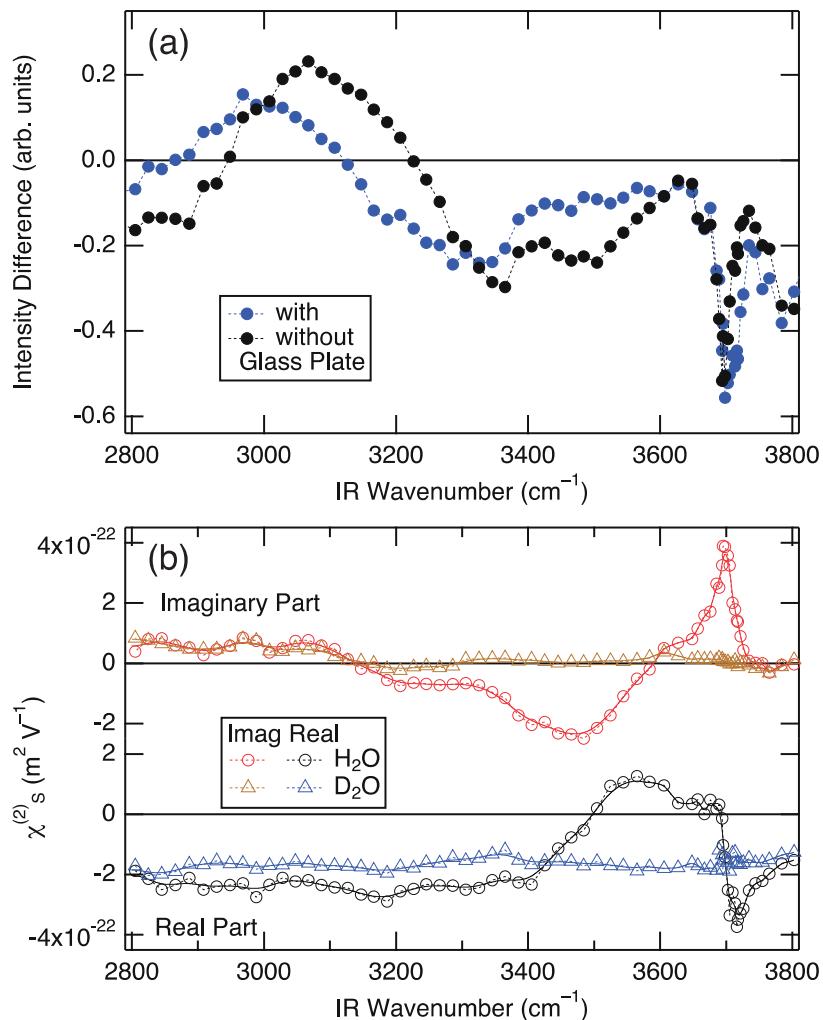


図 4. (a) H_2O 表面の、 $\psi = 90^\circ \pm 0.5^\circ$ での ΔI_s (黒丸)と $\Delta I'_s$ (青丸)の実験データ。点線は単にデータ点を結んでいる。(b) 水表面の χ_s スペクトル。赤と黒は H_2O 表面の虚部と実部で、橙と青は D_2O 表面の虚部と実部。白抜きのマーカーは実験データで、点線は単にデータ点を結んでいる。実線は Eye Guide である。

すなわち, D_2O の表面の χ_s の複素位相を π にするような位相シフトを, H_2O の表面の χ_s に施す。(複素位相 π は負の実数を意味し, 非共鳴な $\chi_{eff,SSP}^{(2)}$ に対応する。)

以上のような複素位相補正を行って得られた H_2O の表面の $\chi_{eff,SSP}^{(2)}$ を図 5 に示す。 $Im\chi_{eff,SSP}^{(2)}$ スペクトルは, 3697 cm^{-1} に鋭い正のバンド, 3480 cm^{-1} 付近に幅の広い負のバンドを示している。 $Re\chi_{eff,SSP}^{(2)}$ スペクトルは, 負の実定数の非共鳴バックグラウンドに加えて, 虚部に対応する分散型のバンドを示している。 3697 cm^{-1} のバンドは空気側に H を突き出したフリーOH の伸縮に帰属される^{12, 18, 19}。 3480 cm^{-1} のバンドは, 水素結合した水の OH 伸縮に帰属され, 負の振幅は水が平均してバルク液体側に H を向いていることを意味している^{12, 19}。

3697 cm^{-1} のバンドの半値全幅は 28 cm^{-1} である。これは, ホモダイン検出 SFG による過去の結果¹⁸とよく一致している。装置関数(4 cm^{-1})を除くと, 3697 cm^{-1} のバンドの固有の幅は 24 cm^{-1} となる。マルチプレックス HD-SFG や位相敏感 SFG による過去の $Im\chi_{eff,SSP}^{(2)}$ の報告^{12, 19-21}と比較すると, 今回の 3697 cm^{-1} のバンドの半値全幅は明らかに狭く, 本装置が最高の波数分解能を有することがわかる。

H_2O の表面の $Im\chi_{eff,SSP}^{(2)}$ スペクトルは, フリーOH の低波数側の 3640 cm^{-1} に小さな正のバンドを示している。同様のバンドは, A. Benderskii らのグループによる D_2O 表面の $Im\chi_{eff,SSP}^{(2)}$ スペクトルのフリーOD の低波数側にも見られる²²。彼らは, このバンドの帰属として, 2つの水素結合を供与して1つの水素結合を受容している D_2O の逆対称 OD 伸縮を提案しているが, まだはっきりとした結論は得られていない。 H_2O 表面の 3640 cm^{-1} のバンドはこれまでに報告されていない。このバンドについては, 今後より詳しい研究を行う予定である。

3120 cm^{-1} よりも低波数の領域では, H_2O の表面の $Im\chi_{eff,SSP}^{(2)}$ は実験誤差の範囲内でゼロである。今回のデータは, $2800 \sim 3120\text{ cm}^{-1}$ にはバンドが無いことを示している。これは, Y. R. Shen らの実験結果^{12, 20, 21}と相容れない。彼らの水表面の $Im\chi^{(2)}$ スペクトルには, $3000 \sim 3240\text{ cm}^{-1}$ にははっきりとした正のバンドがあり, その振幅は 3500 cm^{-1} の水素結合 OH の負のバンドのおよそ半分である。彼らは, この正のバンドを強い水素結合を有する“氷”構造に帰属した。(この考え方は, 水の表面・界面に氷のような構造が存在するという主張の代表的なものである。)今回の実験結果と, 彼らのそれが一致しない理由は正確にはわからないが, 以下の 2 点から今回の実験結果が正しいと考えている。まず, 彼らはこれまでに振動非共鳴な表

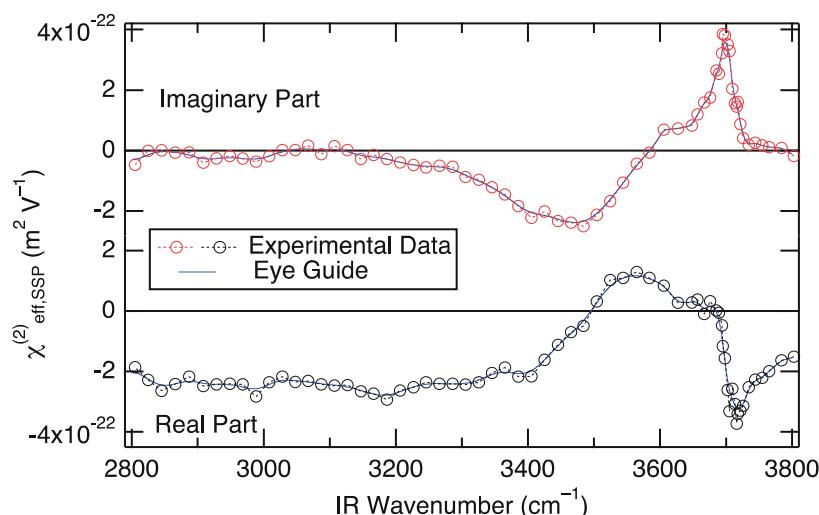


図 5. H_2O 表面の $\chi_{eff,SSP}^{(2)}$ スペクトル(複素位相補正済み)。赤と黒の白抜きのマーカーはそれぞれ虚部と実部の実験データで, 点線は単にデータ点を結んでいる。実線は Eye Guide である。

面・界面の $\text{Im}\chi^{(2)}$ スペクトルを示したことがない。すなわち、図 4b の D_2O の表面の χ_s のスペクトルに相当するものを報告していない。このことは、複素位相の点で今回の実験結果の方がより信頼性が高いことを意味する。特に、図 4b の H_2O 表面の $\text{Im}\chi_s$ スペクトルには、 $2800 \sim 3120 \text{ cm}^{-1}$ に“正のバンド”が見られるものの、複素位相補正後の図 5 ではそれが無くなっていることに注意したい。彼らの位相敏感 SFG 測定には、今回の複素位相補正に相当する手順が含まれていない可能性がある。もう 1 点は、彼らの報告したオクタデシルトリクロロシラン(OTS)単分子膜の末端メチル基の全対称 CH 伸縮振動バンドは $2800 \sim 3000 \text{ cm}^{-1}$ の領域で正の振幅を示しているが²³、これは他のグループの報告と逆符号(180° の位相ずれ)である、ということである。田原らが報告した界面活性剤および脂質の単分子膜^{10, 24, 25}, M. Bonn らの測定した脂質単分子膜²⁶, 森田らが理論計算したメタノール表面²⁷, D. Hore らが報告した OTS 単分子膜²⁸ の全てについて、末端メチル基の全対称 CH 伸縮は負のバンドを示している。このことは、当該波数領域における Y. R. Shen らのグループの $\chi^{(2)}$ 複素位相の信頼性に疑問符を付けるかもしれない。

田原らのグループ(本稿の筆者を含む)が過去に報告した水表面の $\text{Im}\chi^{(2)}$ スペクトルにも、 $3000 \sim 3140 \text{ cm}^{-1}$ に小さな正のバンドが存在するが、そのマルチプレックス HD-SFG 測定においては D_2O による複素位相補正は行われていなかった¹⁹。ごく最近、彼らは本稿と同じ複素位相補正を含む再測定を行い、かつて報告した $3000 \sim 3140 \text{ cm}^{-1}$ の正のバンドはアーティファクトであったことを確認した²⁹。再測定の結果は、今回の結果(図 5)と一致し、 $2800 \sim 3120 \text{ cm}^{-1}$ には実験誤差の範囲内でバンドが無いことが結論された。

6. おわりに

シングルチャンネル HD-SFG の装置、実験方法、原理、それに実際に測定した水表面のスペクトルを示した。この方法で利用するピコ秒レーザーは、SFG 分光装置の光源として世界で最も普及している。依然としてほとんどの研究グループはホモダイン検出にとどまっているが、今回的方法を用いてヘテロダイン検出へアップグレードするグループが増えることが期待される。

また、これまで SFG の中心的研究対象であった水の表面の $\text{Im}\chi^{(2)}$ スペクトルを訂正するに至った。問題の低波数領域の正のバンドは、Y. R. Shen らのグループが最初に報告し^{12, 20, 21}、他のグループが実験的^{10, 19, 30, 31}にも理論的^{32, 33}にも“再現”していた。その正のバンドの存在が否定されることになったのは衝撃的であった。SFG 分光を創始した Y. R. Shen は偉大であるが、それに怯まず、または盲信せず、虚心坦懐に実験を行うことの大切さをあらためて学ぶ機会になった。

7. 謝辞

研究室の立ち上げに参加してくれた 2014 年度の卒研生(高野辺将大、榮居賢人、猿田萌子、白井宏樹、鈴木雄大、松本圭太)に感謝する。今回の装置の開発に特に積極的に関与したのは鈴木であった。また、水の表面の低波数領域の正のバンドを精確に測定するというテーマを白井に与えたが(その時点では筆者も正のバンドの存在を全く疑っていなかった)、結果は本稿に報告の通りとなった。最後に以下の研究資金援助に感謝する: 基盤研究(B)No. 25288014(2013~2016), 挑戦的萌芽研究 No. 15K13616(2015~2017), 基盤研究(B)No. 15KT0056(2015~2018), 日立財団倉田奨励金(2014~2015), 光科学技術研究振興財団研究助成(2014~2015)。

8. 参考文献

1. C. E. Kolb, L. R. Williams, J. T. Jayne and D. R. Worsnop, *Chem. Rev.* **111**, PR76 (2011).
2. U. Pöschl and M. Shiraiwa, *Chem. Rev.* **115**, 4440 (2015).
3. H. Watarai, S. Tsukahara, H. Nagatani and A. Ohashi, *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **76**, 1471 (2003).
4. A. W. Adamson and A. P. Gast, *Physical Chemistry of Surfaces*. (John Wiley & Sons, New York, 1997).
5. G. T. Barnes and I. R. Gentle, *Interfacial Science: An Introduction*. (Oxford University Press, New York, 2005).
6. S. Nihonyanagi, J. A. Mondal, S. Yamaguchi and T. Tahara, *Ann. Rev. Phys. Chem.* **64**, 579 (2013).
7. Y. R. Shen and V. Ostroverkhov, *Chem. Rev.* **106**, 1140 (2006).
8. C. D. Bain, *J. Chem. Soc., Faraday Trans.* **91**, 1281 (1995).
9. S. Yamaguchi and T. Tahara, *J. Phys. Chem. C* **119**, 14815 (2015).
10. S. Nihonyanagi, S. Yamaguchi and T. Tahara, *J. Chem. Phys.* **130**, 204704 (2009).
11. Y. R. Shen, *Ann. Rev. Phys. Chem.* **64**, 129 (2013).
12. N. Ji, V. Ostroverkhov, C. S. Tian and Y. R. Shen, *Phys. Rev. Lett.* **100**, 096102 (2008).
13. S. Yamaguchi, *J. Chem. Phys.* **143**, 034202 (2015).
14. S. Yamaguchi, K. Shiratori, A. Morita and T. Tahara, *J. Chem. Phys.* **134**, 184705 (2011).
15. X. Wei, S. C. Hong, X. Zhuang, T. Goto and Y. R. Shen, *Phys. Rev. E* **62**, 5160 (2000).
16. N. Bloembergen and P. S. Pershan, *Phys. Rev.* **128**, 606 (1962).
17. J. E. Bertie, M. K. Ahmed and H. H. Eysel, *J. Phys. Chem.* **93**, 2210 (1989).
18. X. Wei and Y. R. Shen, *Phys. Rev. Lett.* **86**, 4799 (2001).
19. S. Nihonyanagi, T. Ishiyama, T. Lee, S. Yamaguchi, M. Bonn, A. Morita and T. Tahara, *J. Am. Chem. Soc.* **133**, 16875 (2011).
20. C. Tian, N. Ji, G. A. Waychunas and Y. R. Shen, *J. Am. Chem. Soc.* **130**, 13033 (2008).
21. C. S. Tian and Y. R. Shen, *J. Am. Chem. Soc.* **131**, 2790 (2009).
22. I. V. Stiopkin, C. Weeraman, P. A. Pieniazek, F. Y. Shalhout, J. L. Skinner and A. V. Benderskii, *Nature (London)* **474**, 192 (2011).
23. N. Ji, V. Ostroverkhov, C. Y. Chen and Y. R. Shen, *J. Am. Chem. Soc.* **129**, 10056 (2007).
24. J. A. Mondal, S. Nihonyanagi, S. Yamaguchi and T. Tahara, *J. Am. Chem. Soc.* **132**, 10656 (2010).
25. J. A. Mondal, S. Nihonyanagi, S. Yamaguchi and T. Tahara, *J. Am. Chem. Soc.* **134**, 7842 (2012).
26. R. E. Pool, J. Versluis, E. H. G. Backus and M. Bonn, *J. Phys. Chem. B* **115**, 15362 (2011).
27. T. Ishiyama, V. V. Sokolov and A. Morita, *J. Chem. Phys.* **134**, 024510 (2011).
28. P. A. Covert, W. R. Fitzgerald and D. K. Hore, *J. Chem. Phys.* **137**, 014201 (2012).
29. S. Nihonyanagi, R. Kusaka, K. Inoue, A. Adhikari, S. Yamaguchi and T. Tahara, submitted to *J. Chem. Phys.*
30. C. S. Hsieh, M. Okuno, J. Hunger, E. H. G. Backus, Y. Nagata and M. Bonn, *Angew. Chem. Int. Ed.* **53**, 8146 (2014).
31. D. Hu and K. C. Chou, *J. Am. Chem. Soc.* **136**, 15114 (2014).
32. P. A. Pieniazek, C. J. Tainter and J. L. Skinner, *J. Am. Chem. Soc.* **133**, 10360 (2011).
33. T. Ishiyama and A. Morita, *J. Phys. Chem. C* **113**, 16299 (2009)

《若手研究者の紹介》

酸化ホウ素-炭素構造体が拓く低温熱炭素還元法

Low-temperature carbothermal reduction induced by
boron oxide-carbon microstructure

理工学研究科物質科学部門 搾上 将規, 小林 秀彦
Graduate School of Science and Engineering
Masaki Kakiage, Hidehiko Kobayashi

Abstract

The carbothermal reduction of boron oxide (B_2O_3) is the most common industrial manufacturing method for boron carbide (B_4C) powder. As a low-temperature synthesis method for B_4C powder, there is an approach using a condensed product prepared from boric acid (H_3BO_3) and an organic compound with a number of hydroxyl (-OH) groups (a polyol) such as glycerin, mannitol, and poly(vinyl alcohol) (PVA). A borate ester (B-O-C) bond was formed by the dehydration condensation of H_3BO_3 and a polyol, leading to the homogeneous dispersion of the boron and carbon sources at the molecular level. We performed the thermal decomposition of a condensed H_3BO_3 -polyol product in air to control the amount of carbon to the stoichiometric C/ B_2O_3 ratio required for the carbothermal reduction. Within the thermal decomposed product consisting of B_2O_3 and carbon components (B_4C precursor), the B_2O_3 -carbon microstructure at the nanometer scale was formed. The improvement of the dispersibility and homogeneity of the B_2O_3 -carbon microstructure was conducive to the acceleration of the B_4C formation at low temperature.

1. はじめに

ホウ素系非酸化物セラミックス粉末の合成法として、酸化ホウ素(B_2O_3)の熱炭素還元法がある。例として、ホウ素の炭化物である炭化ホウ素(B_4C)、窒化物である窒化ホウ素(BN)、およびホウ化物である六ホウ化ランタン(LaB_6)の熱炭素還元反応をそれぞれ式(1)～式(3)に示す。



これらの熱炭素還元法はホウ素系非酸化物セラミックス粉末の工業的製法として広く用いられている。これらの反応は固相反応であり、かつ吸熱反応であることから高温(2000°C程度)を必要とする。また、 B_2O_3 は蒸気圧が高く、高温でのホウ素成分の揮発損失が大きいことから、生成物中にフリーカーボンが残存する原因となる。さらに、生成物はインゴットで得られるため、特に高硬度の B_4C やホウ化物の微粉末化には大量のエネルギーを必要とするうえ、粉碎中に混入する不純物の除去、精製が必要となる。よって、熱炭素還元法を用いた粉末合成においては合成温度の低温化が要求されている。

熱炭素還元法における合成(反応)温度の低温化には、まず、固相のホウ素源と炭素源の接触、および物質移動が起こる接触界面の増大が必要となる。さらに、吸熱反応である熱炭素還元反応の進行には副生成物であるCOガスの系内からの除去が重要になる。熱炭素還元法において一般的に用いられる固

相原料粉末の粉碎・圧粉充填による焼成では、接触界面は増大する。しかし、圧粉試料からのCOガスの脱離は困難となるため、反応は進行しにくくなる。また、融点の低い(450°C)B₂O₃の関与する系では、焼成過程で溶融B₂O₃が圧粉試料中に拡がる。低温合成においては、この溶融B₂O₃がCOガスの放散を妨げることも問題となる。近年、B₄C粉末の低温合成法として有機化合物を炭素源とする方法が提案されている。その多くはホウ素源と炭素源の物理的な分散性に注目したものであり、ある程度の低温合成(1500~1600°C)には成功している。しかし、より低温では有機化合物由来のフリーカーボンが残存し、B₄C粉末の合成には成功していない。

本稿では、有機化合物を用いたB₄C粉末の低温合成に分子的／構造的アプローチを取り入れた我々の研究成果¹⁾⁻⁹⁾を紹介する。

2. 分子的アプローチ：ホウ酸-ポリオール縮合物の形成と組成制御

我々は、炭素源として複数のヒドロキシ(-OH)基をもつ有機化合物であるポリオールに注目した。ポリオールはホウ酸(H₃BO₃)と容易に脱水縮合し、ホウ酸エステル(B-O-C)結合を形成する。図1にホウ酸とグリセリン、マンニトール、およびポリビニルアルコール(PVA)から得られる縮合物の分子構造を示す。この反応を利用して、ホウ素源と炭素源が分子レベルで分散した縮合物を調製できる。この縮合物を焼成することで、より低温からB₄Cを生成させることができた。しかし、ホウ酸-ポリオール縮合物のC/B(B₂O₃)比は熱炭素還元反応(式(1))の化学量論比(C/B₂O₃=3.5)に対して炭素過剰であり、有機化合物由来のフリーカーボンが残存した。縮合反応に対して過剰量のホウ酸を添加することで残存フリーカーボンは減少するものの、B-O-C結合を形成しないホウ素成分が増加するため、縮合物調製のメリットである分散性の向上と矛盾してしまう。

この矛盾を解決するため、我々は縮合物に対して大気中、400~700°Cでの熱分解操作を導入した。これにより縮合物からその分散性を維持したまま過剰な炭素を除去し、熱分解条件(温度・時間)によってC/B₂O₃比を制御することが可能となる。また、得られた熱分解物はB₂O₃と炭素からなるB₄C

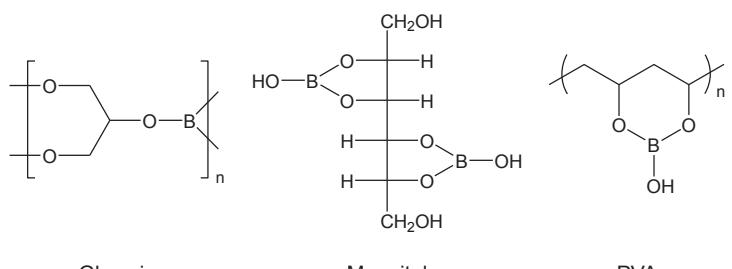


図1 ホウ酸-ポリオール縮合物の分子構造

前駆体(B₂O₃-炭素構造体)となる。この前駆体を粉碎し粉末とすることで、B₂O₃-炭素接触界面を維持したままCOガスの拡散を容易にことができる。

図2に、(a)ホウ酸-マンニトール縮合物に対して最適な大気中での熱分解操作を導入し得られた生成物および(b)同じ縮合物を直接焼成することで得られた生成物のXRDパターンを示す(焼成条件:Arガス流通下、1250°C-5時間)⁵⁾。大気中での熱分解操作によってC/B₂O₃比を制御することで、1250°Cの低温で残存フリーカーボンの少ないB₄C粉末を合成できた。これにより、焼成過程でのホウ素成分の揮発損失も最小限に抑えられた。また、焼成過程での粒成長が抑制されたため、微粒子を得ることができる。図3にホウ酸-マンニトール縮合物を大気中で熱分解することで得られた前駆体を焼成して得られた生成物(図2(a))のSEM写真を示す。得られたB₄C粉末は均一な微粒子でそのメジアン径(D_{50})は0.8μmと小さく、粉碎工程な

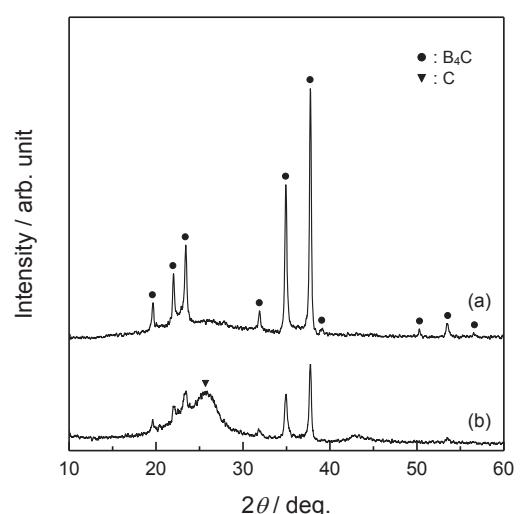


図2 ホウ酸-マンニトール縮合物から得られた生成物のXRDパターン。(a)大気中の熱分解操作あり、(b)なし。焼成条件:Arガス流通下、1250°C-5時間。

しでサブミクロンサイズの粒子が得られた。このように結合形成と組成制御を両立させることで、残存フリーカーボンの少ない B_4C 微粒子の低温合成を実現している。

3. 構造的アプローチ： B_2O_3 -炭素構造体の形態制御

B_2O_3 と炭素の固相反応である熱炭素還元法において、反応性の向上には B_2O_3 と炭素の接触界面の増大が不可欠である。さらに、低温合成においては反応種の拡散距離の短縮が求められる。そのためには、焼成過程において溶融 B_2O_3 の分散状態を維持し、かつ B_2O_3 と炭素が微細分散している前駆体構造が必要となる。

ホウ酸-ポリオール縮合物を大気中で熱分解することで得られる前駆体(B_2O_3 -炭素構造体)は特徴的な B_2O_3 -炭素分散形態をもつ。図 4(a,b)にホウ酸-グリセリン縮合物¹⁾およびホウ酸-PVA 縮合物²⁾から得られた前駆体の SEM 写真を示す。 B_2O_3 は温水洗浄によって除去することができ、温水洗浄後の炭素の構造を観察したものを図 4(c,d)に示す。ホウ酸-グリセリン縮合物から得られた前駆体では B_2O_3 と炭素の共連續構造(図 4(c))、ホウ酸-PVA 縮合物から得られた前駆体では B_2O_3 粒子が炭素マトリックス中に分散した構造(図 4(d))を形成しており、両者とも B_2O_3 と炭素がナノオーダーで均質に分散していることがわかる。また、分散形態の違いは、縮合物のホウ酸／ポリオール分率および炭素鎖の連続性によるものと考えられる。この B_2O_3 -炭素構造体の形成により B_2O_3 と炭素が効率よく接触し、さらに溶融 B_2O_3 の凝集が抑制される。ホウ酸とポリオールの縮合が

不十分な場合はこの B_2O_3 -炭素構造体の分散性および均質性が低下し、 B_4C 粉末の合成温度は高くなる^{2,5)}。このことから、ホウ酸-ポリオール縮合物を用いた熱炭素還元法による B_4C 粉末の低温合成の本質は、 B_2O_3 -炭素構造体の形態にある。そこで、 B_4C 粉末の合成温度の更なる低温化を目指して、 B_2O_3 -炭素構造体の分散微細化および均質化に取り組んだ。

低分子ポリオールであるグリセリンは有機溶媒としての性質をもつことから、分子ブレンドが比較的容易である。そこで、グリセリンおよびホウ酸と反応性を有する低分子有機化合物を添加することで、有機分子ネットワークの形成による前駆体構造の微細化を検討した⁸⁾。添加する低分子有機化合物として、ヒドロキシ基およびカルボキシ(-COOH)基を有する酒石酸を選択した。ホウ酸-グリセリン-酒石酸縮合物から得られた前駆体の温水洗浄後の SEM 写真を図 5 に示す。添加なし(図 4(c))と比較すると B_2O_3 および炭素構造のサイズが小さくなり、均質化していることがわかる。SAXS パターンから見積もった長周期は 250nm から 100nm へと減少していた。この前駆体を用いることで、Ar ガス流通下、1250°Cでの焼成においてより短時間で B_4C 粉末が合成できた。

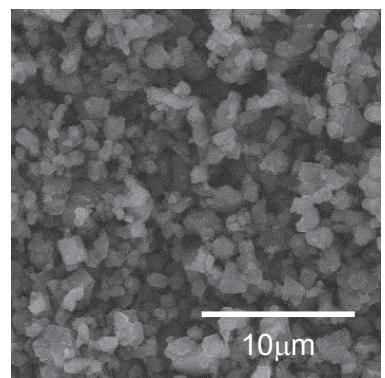


図 3 ホウ酸-マンニトール縮合物から得られた生成物(図 2(a))の SEM 写真

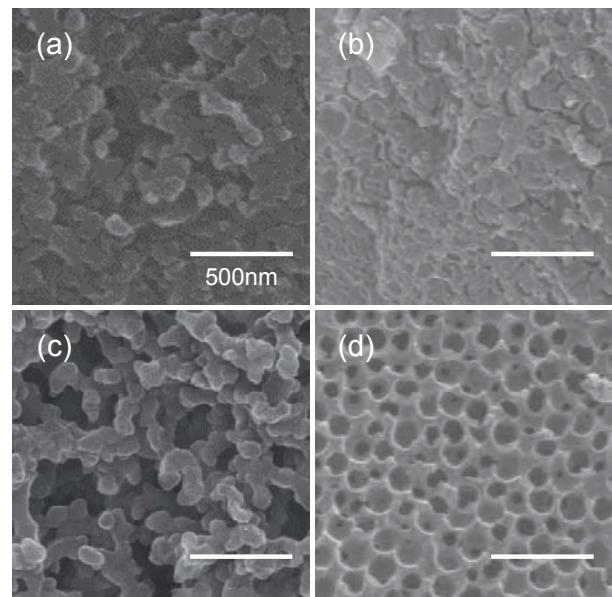


図 4 前駆体の SEM 写真。(a,c)ホウ酸-グリセリン縮合物、(b,d)ホウ酸-PVA 縮合物。(a,b)温水洗浄前、(c,d)温水洗浄後。

高分子ポリオールである PVA は本質的に分子鎖ネットワークをもつ。そこで、ホウ酸-PVA 縮合物における PVA モル比を増加させることで、縮合物中の PVA 分子鎖ネットワークの緻密化による前駆体構造の微細化を検討した⁷⁾。PVA モル比を図 4(d)の 1.5 倍として調製したホウ酸-PVA 縮合物から得られた前駆体の温水洗浄後の SEM 写真を図 6 に示す。PVA モル比を増加することで炭素マトリックス中の B_2O_3 粒子サイズが微小化していた。 B_2O_3 粒子サイズ(空孔サイズ)の分布は 20~170nm から 50nm 以下となり、その分布も狭くなっていた。この前駆体を用いることで、Ar ガス流通下、1200°Cでの焼成において B_4C 粉末が合成できた。このことは、 B_2O_3 と炭素の分散微細化により反応表面積の増大と均質化により系全体の拡散距離を短縮することができれば、より低温・短時間での B_4C 粉末の合成が実現できることを示している。

4. まとめ

本稿では、有機化合物を利用した熱炭素還元法での B_4C 粉末の低温合成において、ホウ酸-ポリオール縮合物を用いた B_2O_3 -炭素構造体の形成とその形態制御を導入した我々の研究成果を紹介した。これまでのところ、Ar ガス流通下、1200°Cの低温で残存フリーカーボンの少ない B_4C 微粉末の合成に成功している。さらに、この B_4C 粉末の低温合成法を応用して、我々は熱炭素還元窒化法による BN 粉末の低温合成¹⁰⁾および B_4C 生成を過渡的に経由する熱炭素還元法での六ホウ化カルシウム(CaB_6)粉末の低温合成¹¹⁾に成功している。このように、本手法はホウ素系非酸化物セラミックス粉末合成における低温熱炭素還元法として展開できると期待している。

謝辞

本研究は、科学分析支援センターの多くの機器を利用して行われました。この場をお借りして、厚く御礼申し上げます。

参考文献

1. M. Kakiage, et al., *Mater. Lett.*, **65**, 1839–1841 (2011).
2. M. Kakiage, et al., *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **119**, 422–425 (2011).
3. 搅上将規, 小林秀彦, *耐火物*, **63**, 372–384 (2011).
4. 搅上将規, 小林秀彦, *J. Soc. Inorg. Mater., Jpn.*, **19**, 117–125 (2012).
5. M. Kakiage, et al., *Powder Technol.*, **221**, 257–263 (2012).
6. M. Kakiage, et al., *Key Eng. Mater.*, **534**, 61–65 (2013).
7. M. Kakiage, et al., *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **121**, 40–44 (2013).
8. N. Tahara, et al., *J. Alloy. Comp.*, **573**, 58–64 (2013).
9. M. Kakiage, H. Kobayashi, *J. Tech. Assoc. Refract. Jpn.*, **33**, 155–167 (2013).
10. M. Kakiage, et al., *J. Ceram. Soc. Jpn.*, submitted.
11. M. Kakiage, et al., *J. Am. Ceram. Soc.*, **98**, 2724–2727 (2015).

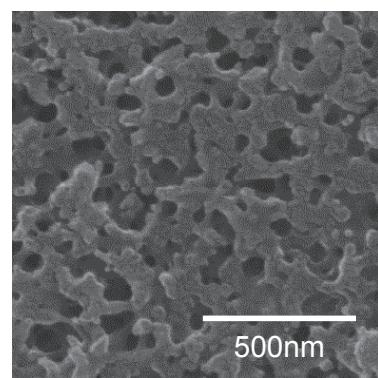


図 5 ホウ酸-グリセリン-酒石酸縮合物から得られた前駆体の SEM 写真

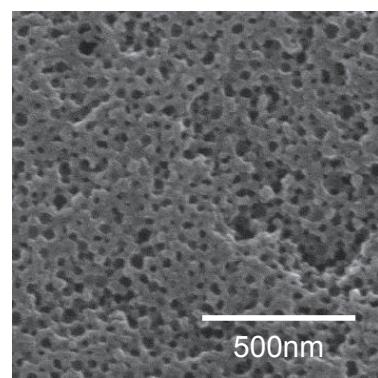


図 6 ホウ酸-PVA 縮合物(PVA モル比增加)から得られた前駆体の SEM 写真

《若手研究者の紹介》

神経回路の形成機構 -光を用いて脳の形と機能を観る-

Probing the structure and function of the neural circuitry
in the developing vertebrate brain

研究機構研究企画推進室, 理工学研究科生体制御学部門(兼任) 津田 佐知子
Research and Development Bureau, Graduate School of Science and Technology
Sachiko TSUDA

Abstract

During the development of the nervous system in vertebrates, the brain is formed through several processes such as neural tissue morphogenesis and the formation of functional circuitries. Defects in these processes are known to cause various types of brain disorders.

To elucidate the mechanisms of the brain development, we focus on the cerebellum, which is an ideal brain region to analyze neuronal circuitries due to its relatively simple and widely conserved structure, as well as to the accumulated information on its anatomy and physiology. Importantly, recent advances in the optical techniques allow for various approaches to examine structural and functional development of the cerebellum.

Here I will discuss the recent progress in terms of the following two topics; cellular dynamics and functional circuitry formation during cerebellar development in the zebrafish system, which is an excellent vertebrate model and to which I am now applying optical techniques.

1. 脳構築メカニズムへの光を用いたアプローチ

動物の活動の多くを制御する脳は、多数のニューロン（神経細胞）が結合した神経回路により構成されている。神経回路では、ニューロン間の情報伝達により、外界からの様々な知覚入力の処理や、運動や感情といった多様な出力が行われる。それでは、神経回路はどのように形作られ機能を持つのであろうか。脊椎動物の発生過程において、脳の原基はまず外胚葉の肥厚として形作られ、その後生まれた神経前駆細胞がダイナミックに移動し、ニューロンに分化した上で相互に結合することにより、機能を持った神経回路を形成する。この際には、複数の神経回路が集団（モジュール、区画）を作り協調的に機能することで、脳における精緻な情報処理が可能となっていると考えられている。脳の機能を理解するには、この神経回路が担う情報処理のしくみ、そしてその成り立ちを知ることが重要であるが、その複雑さから未だ解明に至っていない。私は神経回路の構築メカニズムを明らかにするため、進化的に構造と機能が広く保存され、知覚と運動の情報統合による行動の精緻な制御、近年では認知機能への関与も知られる小脳に注目し、研究を行っている。

また、近年の光技術の発展により、蛍光タンパク質を用いた細胞の形や遺伝子発現の詳細解析に加え、ニューロンの活動を光により制御・記録することが可能となり（光遺伝学）、神経科学領域に革新がも

たらされている。私は、これらの光技術を、電気生理学的手法などと共に小型魚類ゼブラフィッシュに応用し、小脳神経回路の形態形成と機能発達の機構を研究している。

ゼブラフィッシュは、胚体が小さく透明で発生が速く、遺伝学的手法や行動観察が容易といった利点を持ち、発生学・神経科学研究に広く用いられているモデル脊椎動物である(図 1)。脳の基本構造と形成機構は、脊椎動物の間で共通であることから、よりシンプルなゼブラフィッシュの系を用い小脳神経回路形成機構の解明を目指している。

本稿では、これらの光を用いたアプローチの一端を、脳発生初期における神経前駆細胞の移動、発生後期における機能的神経回路の形成、という 2 点に注目して紹介する。

2. 脳領域形成における神経前駆細胞のダイナミックな移動

初期の脳形成における重要なイベントが「脳原基の領域形成」である。この際、神経前駆細胞から成る神経管は前後軸方向に前脳・中脳・後脳に分けされ、それぞれ異なる機能をもつ脳領域に分化する。この中で後脳の前方がその後、小脳に分化する(図 1)。この領域形成には様々な遺伝子の関与が知られ、これらがネットワークを形成することが、領域の形成と維持、そしてその後の神経分化に重要であることが明らかとなってきている¹。一方、発生過程における形作りには細胞の移動が大きな役割を持つことが知られるが、脳領域形成における細胞集団の挙動の実態は、技術的限界などのため殆ど分かっていない²。

私は小脳形成に重要なシグナリングセンターである中脳後脳境界領域(Midbrain Hindbrain Boundary, MHB)に発現し、MHB 形成に関する *gbx2* 遺伝子に注目し、その発現細胞の挙動を解析した。実際にには、*gbx2* 発現細胞を緑色蛍光タンパク質で標識した遺伝子組換えゼブラフィッシュ³を用い、共焦点レーザー顕微鏡により *gbx2* 細胞の挙動を 3 次元的に経時観察した上、得られた 4 次元データを用い、細胞の軌跡を 4 次元的に定量解析した(図 2)。その結果、*gbx2* を発現する神経前駆細胞が、後脳の広い領域においてダイナミックな移動を示すこと、移動様式が有意に異なる 3 グループに分けられることが明らかとなった(図 3)。さらに、これらの異なる移動様式を示す *gbx2* 発現細胞はニューロンに分化し、その一部が小脳を構成することが分子・形態的に示された。これは、後脳の神経回路の著しい多様性を生み出すメカニズムの一端を示すものではないかと考えられる。現在、これらの細胞集団の、MHB 領域形成や小脳神経回路形成における役割を明らかにすべく解析を進めている。

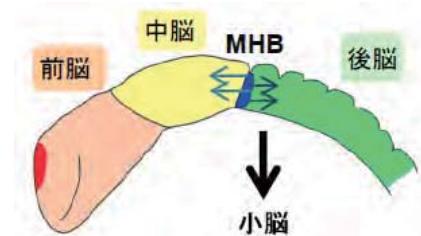


図 1. (上)ゼブラフィッシュ成魚。
(下)脳領域形成の模式図. MHB:
中脳後脳境界領域.

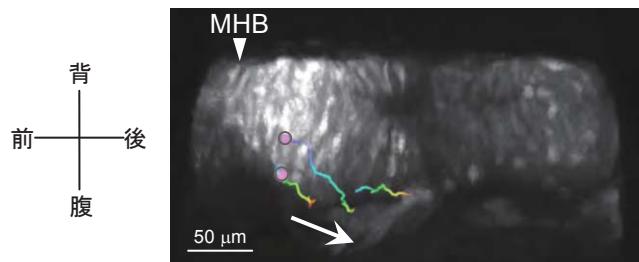


図 2. 中脳後脳境界領域(MHB)の後方域における、蛍光標識された *gbx2* 発現細胞の軌跡の例.

3 細胞について、細胞体の位置を円、
移動方向を矢印で示した.

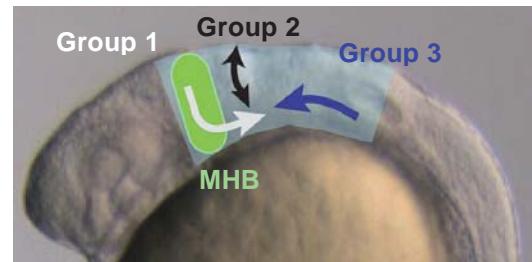


図 3. *gbx2* 発現細胞集団の移動パターンの
模式図. 写真はゼブラフィッシュ 20 時間胚.

MHB:中脳後脳境界領域.

3. 光遺伝学を用いた小脳神経回路の形成機構

脳原基の領域形成に続き、神経回路の形成と機能の獲得が起きる。後脳に由来する小脳は、脊椎動物に広く保存された比較的単純な構造を持っており、回路解析のモデルとして、すでに解剖学・生理学的知見が蓄積している⁴。

ここで注目されるのは、小脳が示す区画構造である。例えば、小脳皮質からの出力を担うプルキンエ細胞に局在する Zebrin タンパク質は、皮質において帯状分布を示す(図 4)。この区画構造は進化的にも保存されており、近年これが小脳の機能単位(モジュール)として、その高速かつ精緻な情報処理に重要な役割を持つのではないかと考えられている⁵。しかし、小脳区画に関し、機能や神経回路との関係は未だ殆ど明らかとなっていない。

私達は、小脳における神経回路の形成メカニズムを、この区画構造に注目して機能的に明らかにするため、光遺伝学を用いて解析を行っている。光遺伝学は、光依存的なチャネルを特定のニューロンに発現させ光刺激を行うことにより、細胞種選択性の神経活動の制御が可能な新たな回路解析法である⁶。これまでに、光刺激と同時にニューロンの活動記録をイメージングにより行うことで、回路解析を強力に進めることができた解析システムを作成し(All Optical System、図 5,6)，マウス小脳における神経回路の構成を明らかにしてきた^{7,8}。このシステムを現在、光技術に適したゼブラフィッシュに用い、回路構築の解析を進めている(図 6)。

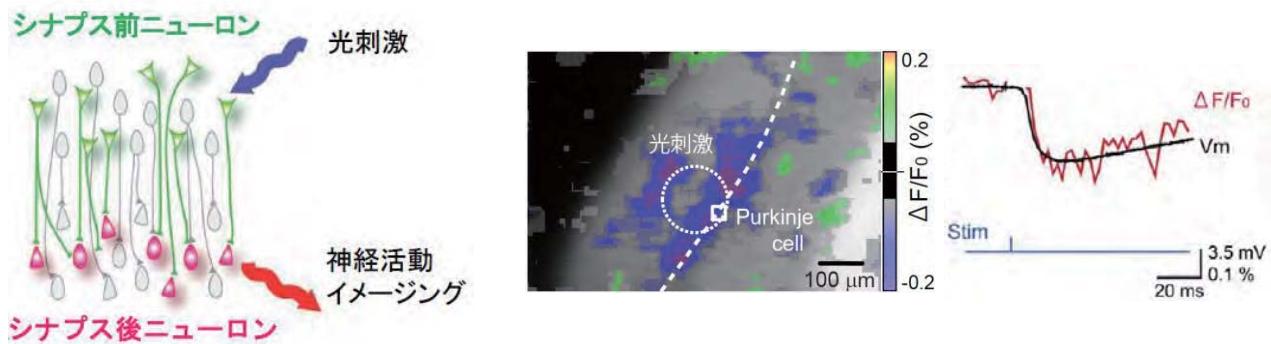


図 5. (左) All optical アプローチを用いた神経回路解析の模式図。(右) All Optical System により観察された、マウス小脳皮質の光刺激(白円)に伴う、プルキンエ細胞層(点線)での広い抑制性応答(左: 膜電位センサーイメージング、右図中 $\Delta F/F_0$)。これは、電気生理学的に同時記録したプルキンエ細胞の膜電位変化(Vm)と一致する⁷(右)。

ゼブラフィッシュ小脳においては、比較的広い機能的領域の存在が示されているが、区画の知見は未だなく解析が待たれている⁹。このためまず、神経活動を蛍光シグナルにより記録できるカルシウムセンサー(G-CaMP)を小脳ニューロンに発現させ、発生段階における活動記録を行った。その結果、小脳内において、異なる活動パターンを示す領域が複数見出された。これはゼブラフィッシュ小脳における機能的区画の一部である可能性がある。さらに、その活動性を異なる発生段階において比較した結果、小脳形成の初期段階において一過的に活動が増大するという傾向が見出された。これは小脳神経回路の機能形成メカニズムの一端を示すことを示唆する。一方、小脳では抑制性ニューロンの役割が顕著であることから、

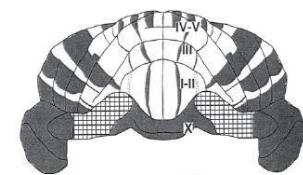


図 4. マウス小脳における区画(黒:Zebrin 帯)
(Hawkes and Herrup, 1995)

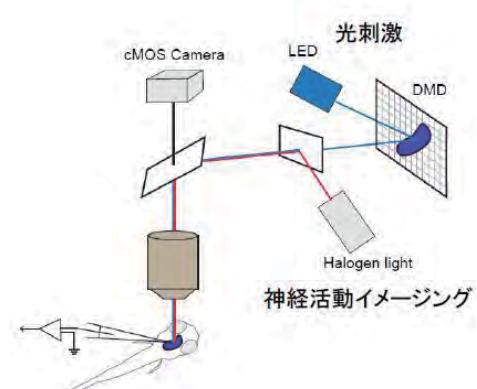


図 6. All Optical System の模式図

抑制性応答の計測も可能な膜電位センサーを発現する遺伝子組換えゼブラフィッシュ系統をすでに作成した。このように、興奮・抑制性両方のシグナルの記録と光刺激を組合せ、小脳における区画の構造と機能の連関を明らかにし、脊椎動物の知覚運動統合の神経基盤の理解を目指している。

4. まとめ

小型魚類ゼブラフィッシュの利点を生かした脳構築メカニズムの研究について、脳形成初期における細胞集団のダイナミクス、また後期における機能的な神経回路形成に焦点を当てて紹介した。本研究により、脳領域形成の細胞レベルでの理解と、脳の区画構築機構の理解に加え、その進化的考察、そして脊髄小脳変性症などの神経疾患の基盤の理解が進むと期待される。

本研究は光技術の発展の恩恵を受けたものであるが、さらに近年実用化されたLight sheet顕微鏡などを用いることで一層の進展が期待される。その一方、4次元データの定量解析には今後大きな開拓の余地があり、今後の課題といえる。

謝辞

本研究の遂行に当り以下の方々のご協力を頂いた。この場をお借りし感謝申し上げる。弥益恭博士、川村哲規博士、中井淳一博士、大倉正道博士、畠山晋博士(埼玉大学)、武田洋幸博士、島田敦子博士、岡良隆博士(東京大学)、小田洋一博士、日比正彦博士(名古屋大学)、George Augustine 博士(Duke-NUS Graduate Medical School)

参考文献

1. Kikuta, H., Kanai, M., Ito, Y. & Yamasu, K. gbx2 Homeobox gene is required for the maintenance of the isthmic region in the zebrafish embryonic brain. *Dev Dyn* **228**, 433-450 (2003).
2. Langenberg, T. & Brand, M. Lineage restriction maintains a stable organizer cell population at the zebrafish midbrain-hindbrain boundary. *Development* **132**, 3209-3216 (2005).
3. Islam, M. E. *et al.* Three enhancer regions regulate gbx2 gene expression in the isthmic region during zebrafish development. *Mech Dev* **123**, 907-924 (2006).
4. Ito, M. Cerebellar circuitry as a neuronal machine. *Prog Neurobiol* **78**, 272-303 (2006).
5. Apps, R. & Hawkes, R. Cerebellar cortical organization: a one-map hypothesis. *Nat Rev Neurosci* **10**, 670-681 (2009).
6. Boyden, E. S., Zhang, F., Bamberg, E., Nagel, G. & Deisseroth, K. Millisecond-timescale, genetically targeted optical control of neural activity. *Nat Neurosci* **8**, 1263-1268 (2005).
7. Tsuda, S. *et al.* Probing the function of neuronal populations: combining micromirror-based optogenetic photostimulation with voltage-sensitive dye imaging. *Neurosci Res* **75**, 76-81 (2013).
8. Kim, J. *et al.* Optogenetic mapping of cerebellar inhibitory circuitry reveals spatially biased coordination of interneurons via electrical synapses. *Cell Rep* **7**, 1601-1613 (2014).
9. Matsui, H., Namikawa, K., Babaryka, A. & Koster, R. W. Functional regionalization of the teleost cerebellum analyzed in vivo. *Proc Natl Acad Sci U S A* **111**, 11846-11851 (2014).

汎用高速X線回折装置 (D8 ADVANCE ECO)

理工学研究科物質科学部門 柿崎 浩一

1. 概要

粉末 X 線回折法は高機能材料やそれらを応用したデバイスの研究・開発には必要不可欠な分析手法となっている。材料を合成し、あるいはデバイスを創成した際には、必ずと言って良いほど粉末 X 線回折法を用いた構造解析が行われ、その結晶構造、微細構造を明らかにすることで、次の改良ステップへと繋がることとなる。科学分析支援センターには様々な用途に応じた X 線回折装置が複数設置されているが、中でも汎用 X 線回折装置である Rigaku 社製の RINT-Ultima-III は、学部 4 年生以上の使用を認めていることもあり、卒業研究や学生実験なども含めて非常に広範囲に利用されており、需要の高い分析機器である。この粉末 X 線回折装置は理学部、工学部を問わずユーザーも多く、卒業研究や修士論文の追い込みとなる繁忙期(11 月～2 月)には 1 ユーザーあたりの使用時間が 1 日あたり 1 時間に制限されるなど、研究・教育に少なからぬ影響を及ぼしている。

そこで、RITN-Ultima-III のマシンタイムの緩和を 1 つの目的として、既存の汎用 X 線回折装置と同等以上の機能を持ち、より角度再現性に優れたゴニオメーター、高輝度な X 線源および検出効率の高い高感度高速検出器を組み合わせた汎用高速 X 線回折装置として本装置は導入された。この装置の導入によって、迅速かつ高精度な測定が可能となることで、通常の粉末試料における定性的な構造解析であれば測定時間が 10 分の 1 程度と大幅に削減できるため、混雑緩和の実現が期待される。また、本装置は測定サンプルを選ばない汎用性を持つものとすることで、様々な種類のサンプルに対して高精度な測定が可能となるため、高度な研究・開発のみならず、学生実験や卒業研究などの教育面でもその



図 1 Bruker 社製 D8 ADVANCE ECO の外観

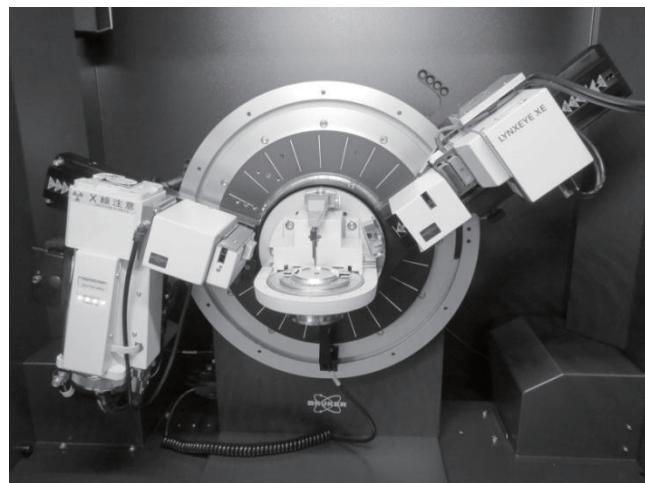


図 2 ゴニオメーター

性能を発揮できるものと期待される。

2. 本装置の特徴

本装置は多くのユーザーが利用する汎用 X 線回折装置であることを考慮し、シンプルかつ使いやすい仕様となっている。また、機種名に"ECO"とあるように、省コスト、省スペース、省エネルギーを指向している。具体的には、輝度の高い省電力型(1 kW)の X 線源と高感度な 1 次元半導体検出器の組み合わせにより、十分な回折強度を確保しながら、消費電力量は同社従来機比で 66% 削減されている。しかしながら、回折強度については、X 線出力が 1.6 kW の従来機に比べ、約 30% の低下に留めており、遙色ない測定が可能である。また、X 線源の出力を低く抑えることで、従来の X 線回折装置には必須であった大型の外部冷却水循環装置が不要となり、小型の冷却水循環装置を本体に内蔵できることから設置スペースを低減することが可能である。

本装置の主要構成要素の特徴は以下の通りである。

(1) X 線源

最大出力 1.5 kW の Cu 線源セラミックス封入管 X 線管球を採用しており、従来のガラス封入管 X 線管球に比べ安定性に優れ、長期間の使用が可能となっている。またフィラメントには良好なピークプロファイルが得られるファインフォーカスタイルが採用されている。

(2) ゴニオメーター

ゴニオメーター半径 250 mm の試料水平タイプである。最小ステップ角は 0.0001° であり、角度再現性も ±0.0001° が保証されている。また、電源投入直後から 2θ 全測定範囲において ±0.01° の実測角度精度が保証されており、非常に高精度な測定が可能となっている。

(3) X 線光学系

入射光学系に自動可変スリットを備えた集中光学系である。また、低回折角領域での測定用として 50 μm 幅の手差しスリットおよび空気散乱線をカットするためのナイフエッジが付属している。

(4) 試料ステージ

試料ステージは面内回転機構を備え、試料充填時に生じる配向の影響を軽減できる。試料は常に水平に保持されるため、充填性に難のある粉末や流動性のある試料も問題無く測定可能である。試料ホルダーは Bruker 社製の X 線回折装置で共用できるため、D2 PHASER や D8 ADVANCE で使用しているものがそのまま利用可能である。

(5) 検出器

エネルギー分解能に優れた(FWHM: 0.68 keV 以下 @25°C, Cu 線源)シリコンストップ型半導体 1 次元高速検出器(LYNXEYE XE)を採用している。この高いエネルギー分解能により、ほとんどの測定において Kβ フィルターは不要であるが、検出器のパラメーターを変更することで Kβ 線をフィルタリングしたり、Cu 線源で Fe や Co などの遷移金属を含む試料を測定する際に問題となる蛍光 X 線を除去することが可能となっている。また、検出器のチャネル数は 192ch、見込み角は 3.3° となり、これをスキャンすることで高速かつ高感度の回折測定を可能としている。さらに、低回折角領域での測定時に万が一ダイレクトビームが検出器に入射したとしても破損しないことが保証されており、堅牢性も十分である。

赤外分光光度計 TENSOR II 紹介

科学分析支援センター 藤原 隆司

赤外分光法は古くから分子の結合状態についての情報が多く得られることから、基礎的な分析機器であり、有機化合物の分析をはじめとする幅広い分野に利用されてきた。最近の測定応用例を列挙すると、有機・無機材料の表面解析、食品分析、高分子材料や光触媒薄膜の表面解析、生体試料解析、薬錠剤解析、鉱物解析、工業材料の分析などがある。

本センターでは平成6年度に赤外分光光度計 SYSTEM2000 が設置され、学生・教職員など多くのユーザーの教育・研究に活用されていたが、老朽化のため修理が困難になり、平成 26 年度の学内自助努力分として最新型の赤外分光光度計 TENSOR II (ブルカーオプティクス社製)に更新された。

今回導入された TENSOR II は、コンパクトなルーチン分析用の汎用型 FT-IR であるが、その心臓部である干渉計にはブルカーオプティクス社の特許である RockSolid™ 干渉計が使用されている。これは、キューブコーナーミラーの再帰性反射機能とピボットベアリング機構によって特別なアライメント機構を用いて安定した干渉状態を実現する干渉計である。また、レーザー光源には長寿命の半導体レーザーを使用しており、最新の技術によってメンテナンス性の向上が図られている。

従来の SYSTEM2000 とは異なり、本センターの TENSOR II には通常の透過・吸収測定に加えて、種々の測定に対応できるアクセサリが準備されている。まず、ブルカーオプティクス社の一回反射型ダイヤモンドクリスタルを用いた ATR((ATR: Attenuated Total Reflectance、全反射測定法)(製品名: Platinum ATR))測定が可能である。ATR 法はクリスタルをサンプルに接触することでサンプルの表面下にもぐり込む赤外光によって、サンプルの表面状態(深さ 10 ミクロン程度)の情報を得ることができる測定法である。クリスタルと試料が十分に接触している必要があるので、試料の形状を多少考慮しなければ良好なスペクトルは得られない。また、クリスタルの周りは化学的に不活性な素材でできているが、アクセサリ上面はステンレスであるので、腐食性の液体などはアクセサリや分光器のみならず、周囲の機器を痛める可能性が高いので使用は禁止している。

また、PIKE 社の粉体試料の拡散反射測定を行えるアクセサリ(製品名: EasiDiff)は粉体試料のペレットを成型することなく試料測定が可能である。EasiDiff の一般的な使用方法としては、試料を KBr 粉体で希釈しそれらをサンプルカップへのせ、そのサンプルカップを拡散反射装置の光学系へセットし FTIR 側にて測定を行う。

さらに、PIKE 社の薄膜測定用グレージングアングル正反射測定装置(製品名: 80Spec)を用いて、反射測定相対法により薄膜や単分子層の測定を行うことができる。このアクセサリは、サンプルを単純にアクセサリの上部に測定面を下にしておくことで膜のスペクトルを測定できる。金属基板などにのせた薄



TENSOR II

(左が制御 PC、右が分光器本体)

膜試料の測定に威力を發揮する。

いずれのアクセサリも専用のベースプレートに固定されており、短時間で交換することが可能で、複雑な光路調整は不要である。アクセサリによっては不向きな測定もあるので、測定の際は試料の形状や得たいデータなどをセンターに照会されるのが良いかと思う。また、いずれのアクセサリも多数の光学系ミラーが手指の届く範囲に配置されており、扱いには注意が必要で、使用の際には本体の講習に加えて別途講習が必要である。

測定・データ処理は専用の統合ソフトウェア OPUS によって行われる。OPUS は平成 21 年度に導入された顕微赤外分光器 HYPERION3000(ブルカー・オプティクス社製)とバージョンは異なるもののほぼ同じである。このソフトウェアは非常に多機能であり、ルーチン測定から一歩進んで使いこなすには使い込むことが必要であると感じた。

なお、現在本装置を設置している場所は超電導磁石を用いた NMR(核磁気共鳴)装置と同じ部屋である。磁性体の持ち込みは落下、飛散した場合に超電導磁石への影響が大きいため試料として持ち込む際は細心の注意を払う必要がある。

汎用走査型分析電子顕微鏡(SU1510)

科学分析支援センター 徳永 誠

1. 背景

走査型電子顕微鏡(SEM)は、物質の表面微細構造をナノメートル単位で観察するための装置であり、生命科学・物質科学・材料科学などの分野において必須の装置となっている。

SEMは得られるデータの良否や装置の適切な使用など、ユーザーの操作技術に依存する割合が大きく、基礎教育的重要性が極めて高い装置である。科学分析支援センターでは基礎教育を徹底するために、SEMの利用希望者(博士課程前期学生以上に開放)に対して、まず最初に汎用型SEMによる技術習得を義務づけている。これに使用されてきた装置がS-2400(日立製)である。S-2400は平成4年度に設置された装置であり、設置後20年以上が経過し、経年劣化による老朽化と陳腐化が著しく、いつ故障してもおかしくない状況となっていた。故障した場合には修理は不可能であり、装置の故障によりSEMの基礎教育が行えなくなると、SEMを利用した学内全体の教育・研究に著しい支障を来すこととなるため、速やかな更新が望まれていた。

このような状況を改善するために、S-2400の更新として、今回学内自助努力分で導入された装置がSU1510(日立製)である。

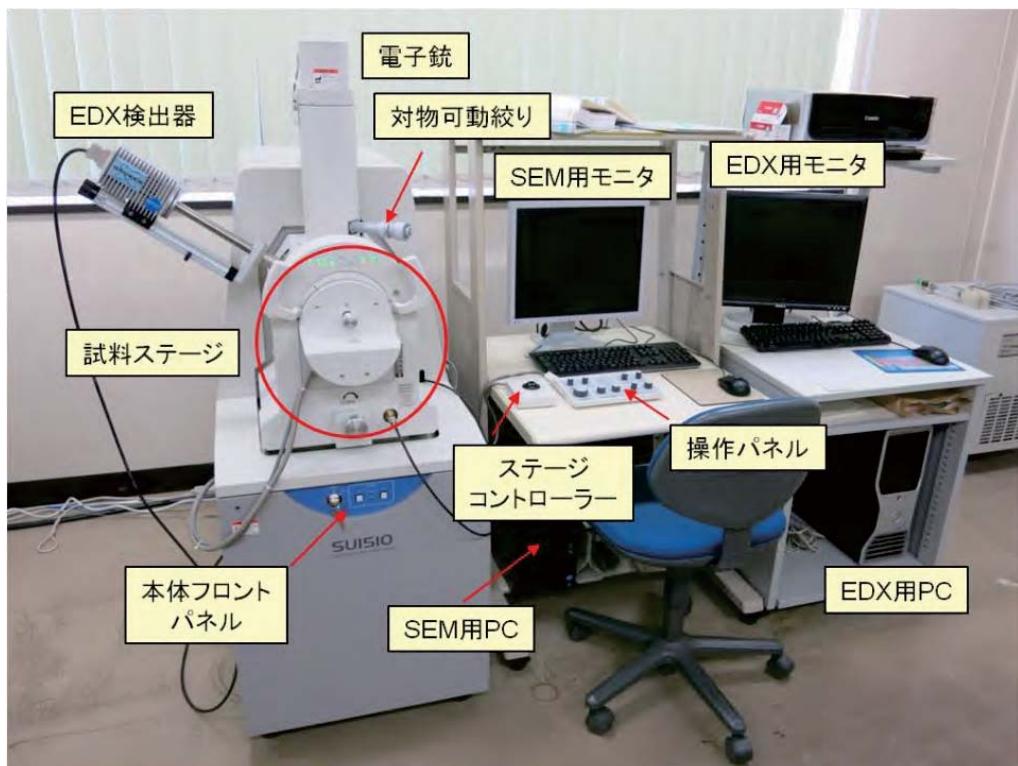


図 SU1510 の装置構成

2. 装置の概要

SU1510 は、タンゲステン(W)フィラメント式熱電子放出型電子銃を用いた、最も汎用性の高い機種である。試料ステージは五軸(X, Y, Z, T, R)のうち二軸(X, Y)がモーター制御式(S-2400 は五軸全てがマニュアル制御式)となっており、ステージコントローラーにより操作する。

SEM は高真空状態(10^{-4} Pa 程度)で観察するのが一般的であるが、本機種は高真空モードに加えて低真空状態(6~270Pa)でも観察可能な低真空モードを備えている。低真空モードの最大のメリットは、電子線と残留ガス分子との衝突によって発生するプラスイオンが試料表面の電荷を中和するため、非導電性試料でも前処理なしで観察可能な点である。真空系にはターボ分子ポンプを搭載し、装置の起動や試料の交換時間の短縮が図られているとともに、低真空観察時の安定した真空度を実現している。真空モードの切替はダイアログボックスのボタンをマウス・クリックするだけであり、真空度もスライドバーで所望の値に設定するだけという簡単な操作で行える。

観察に使用される検出器は次の2種類を備えており、目的に応じて最適な検出器を選択して使用することにより、高真空から低真空まで全ての状態において最良の観察結果を得ることができる。

- ・ 高真空二次電子検出器(分解能保証: 3.0nm(30kV)(高真空モード))
- ・ 高真空／低真空対応四分割半導体反射電子検出器(分解能保証: 4.0nm(30kV)(低真空モード))

装置は全て PC により制御され、全ての設定が、わかりやすい GUI と操作パネルにより容易に操作できるように作られており、S-2400 と比較して観察性能や操作性が格段に向上した。

3. エネルギ一分散型X線検出器

S-2400 には付属装置としてエネルギー分散型X線(EDX)検出器が装着されていた。EDX は、SEM 観察時に試料より発生する特性X線を検出し、得られるエネルギー分布から試料の構成元素を調べる装置である。

今回の装置導入に当たり、この EDX 検出器を SU1510 に移設し、従来と同様に使用できるよう再設定した。EDX 検出器の基本仕様は次の通りである。

- ・ 検出器型式 : XFlash 4010 (Bruker AXS)
- ・ 検出器種類 : SDD(シリコンドリフト検出器)
- ・ 冷却方式 : ペルチェ電子冷却(補助冷却システム(液体窒素、水)不要)
- ・ エネルギー分解能 : 125eV (Mn-K α)
- ・ 測定可能元素 : ベリリウム(4Be)~アメリシウム(95Am)
- ・ 測定・解析用ソフトウェア : Quantax400 システム
- ・ ソフトウェアの機能 : SEM イメージの取り込み、スペクトル測定(定性分析)、定量分析(スタンダードあり、なし)、デジタル画像処理、多点分析、ライン分析(定性、定量)、全元素X線マッピング、定量X線マッピング、ハイパー・マッピング、ドリフト補正、相分析

EDX 用 PC 起動後は、SEM 用 PC とマウス、キーボードが共有され、SEM 用 PC のマウス・キーボードで EDX システムの制御・解析も可能となる。また、SEM の観察条件(加速電圧、倍率、ワーキングディスタンスなど)も自動で Quantax400 システムに登録されるようになり、SEM と EDX が統合された一つのシステムとして動作する。これにより、従来と比較して操作性が格段に向上した。

《セミナー》

分子間相互作用分析装置 Biacore セミナー

～基本原理から最新アプリケーションまで～

科学分析支援センター 是枝 晋

開催日時：平成 26 年 7 月 3 日(木) 14:40～16:10

ご協力：GE ヘルスケア・ジャパン株式会社

出席：43 名

Biacore は、表面プラズモン共鳴(Surface Plasmon Resonance, SPR)という光学現象を利用し、標識を使わずに生体分子間の相互作用を測定する装置である。分子間相互作用についてこれまでの実験手法では、主に、結合の有無や結合の結果を知ることが出来るだけであったが、この装置はリアルタイムに結合量を測定するので、結合/解離の速さや複合体の安定性を定量的に知ることができる。このような動力学的解析は、その分子の機能や役割を知る上で大変重要なばかりでなく、創薬など応用分野においても、機能分子の開発やその評価に、必要不可欠となりつつある。

今回、多くの学生の参加が見込まれたので、測定原理から解説していただいた。また、Biacore のエントリー機種である Biacore J はすでに本学への導入実績があるが、その後、この機器の技術的進歩はめざましく、特に操作性は格段に向上した。そこで、上位機種について、エントリー機種との違いやオペレーションにおける改善点に触れていただき、さらに具体的なアプリケーションの紹介などもお願いした。

セミナーでは、実際の測定を計画している参加者も多く、タンパク質とリガンドの具体的な組み合わせでの測定法の詳細について活発な質疑応答が行われ、基礎から応用まで大変奥行きの深い内容になった。

科学分析支援センター
分析機器セミナーのおしらせ

分子間相互作用分析装置 Biacore

～ 基本原理から最新アプリケーションまで～

- 日 時： 2014 年 7 月 3 日(木) 14:40～16:10
- 場 所： 理学部講義実験棟 1 F 1 番教室
- ※ セミナー資料の準備の都合上、事前の参加申し込みをお願いします
- 講 師： GE Healthcare ライフサイエンス統括本部
鯉沼 正美 氏

Biacore は表面プラズモン共鳴の原理を応用し、標識を使わずにリアルタイムで生体分子の相互作用をモニタリングするシステムです。リアルタイムに得られる結合データは生体反応を制御するタンパク質と他の分子とのダイナミックな相互作用を理解するためになくてはならない情報です。Biacore は結合に伴う質量変化を検出することにより、結合 / 解離のスピードを測定できます。これらの情報をもとに生体内での分子動 (kinetics) を予測できます。

本セミナーでは Biacore の基本原理からご説明するとともに、その幅広いアプリケーションの例をご紹介いたします。またセミナーの後には Biacore に関する様々なご質問もお受けいたします。どうぞ奮ってご参加ください。

I. Biacore の基本原理

II. Biacore の装置概要

- ・過去の Biacore との比較

III. アプリケーション紹介

- ・タンパク質間相互作用
- ・低分子化合物 - タンパク質間相互作用
- ・膜タンパク質 - リガンド間相互作用
- ・粒子の測定 (金コロイドなど)




セミナーお申し込み： 科学分析支援センター 内 5102
お問い合わせ先： GE ヘルスケア ライフサイエンス統括本部 鯉沼 (Tel. 03-5331-9336)
科学分析支援センター 是枝 晋 内 4313

《セミナー》

ゼータ電位・粒子径測定 セミナー

～コロイド粒子の分散評価から平板ゼータ電位測定まで～

科学分析支援センター 藤原 隆司

開催日：平成 26 年 9 月 22 日(火) 13:00～17:00

ご協力：大塚電子株式会社

出席：27 名

本セミナーは、大塚電子株式会社様のご好意によって、講演と持ち寄り試料によるデモ測定の 2 部構成で開催された。ナノ粒子とは一般に様々な物質をナノメートルオーダー（ナノメートル = 10^{-9} m = 10 Å）の粒子にしたものとの総称である。ナノ粒子は、その粒子の大きさの特徴から、一般的な大きさの固体（いわゆるバルク）の材料とは異なる特有の物性を示すことなどから、様々な分野で研究・利用が進められている。セミナーのタイトルにあるように、溶液中に分散するナノ粒子のゼータ電位・粒子径の測定は、粒子の分散・凝集の評価において非常に重要なパラメータである。本セミナーでは、光散乱を用いた粒子径およびゼータ電位の測定原理を紹介し、希薄から濃厚サンプルの粒子測定やフィルムなどの平板状サンプルのゼータ電位測定まで様々な分析事例の紹介を通じて、ゼータ電位・粒子径測定から得られるデータの評価や解釈の仕方の基本についての説明があった。

講演後は実機によって、希望者による持ち込みサンプルのデモンストレーション測定を行った。教員・学生共に実際に目の前にある装置から得られたデータを測定担当者から丁寧な説明を受けていた。

講演には理学部、工学部の中から様々な学科の教員、学生が参加しており、この種類の測定が幅広い分野に渡って必要であることを実感した。このことから共通機器としての存在も充分に期待され、導入によって多方面での活用が期待される装置でもあることを感じた。



セミナー後のデモ風景

環境分析・実験系廃液回収の活動報告

科学分析支援センター 三田 和義

科学分析支援センターでは、実験系廃棄物の回収・外部処理依頼および構内排水の水質検査を実施しています。平成 26 年度の環境分析・廃液処理関連の活動状況や廃液の回収量、構内排水の分析結果について報告します(次ページを参照)。平成 26 年度の活動状況としては、4 月の廃液処理説明会の他に、工学部応用化学科 2 年次生の学生実験ガイダンスにおいて環境に配慮した実験廃液の適切な搬出方法等(参加者 70 名)を、10 月に教育学部で学内の水質保全および廃棄物の取扱について(参加者 32 名)の説明会をそれぞれ開催しました。

実験系廃棄物(無機系・有機系廃液及び固体廃棄物)の処理については、毎月約 2,000 ~ 3,000 L の実験廃液を回収し業者に処理を委託しています。タンクの貯留量及び廃液の pH が無機廃液の処理作業上での安全確保に大変重要な項目であるため、回収した廃液タンク全ての廃液容量、pH の確認を実施しています。有機廃液では、貯留量が 16L から 20L に変更となっていますので以前にも増して貯留量の遵守をお願いするとともに容量、容器の確認等を実施しています。固体廃棄物は昨年から 2,000kg を超え、10 年前の 2 倍となりました。また、施設課や学生支援課から委託されるような実験系廃棄物に該当しない廃棄物も当センターで引き取り委託処分しています。

構内排水の分析では、さいたま市の政令に基づき本年も最終放流口において月 2 回の水質検査と、水温および pH を毎日測定しました。また、事故の予防と環境保全の観点から構内 21ヶ所のモニター枠での水質検査も実施しました。さらに、さいたま市の実施する水質検査も毎年行われています。この検査結果は毎月発行している環境分析ニュースレターの紙面上で報告し、注意喚起を促しています。

26 年度の構内排水の水質検査結果において、VOC(揮発性有機化合物)ではジクロロメタン、四塩化炭素、1,4-ジオキサン、クロロホルムで、重金属類では鉛でそれぞれ基準値超過が見られました。また、最終放流口でもジクロロメタンが基準値の 5 割程度で 2 回(自主分析と市の立入分析)検出されました。pH 値については、今年も最終放流口で 1 月から 3 月にかけて 8.8 超~9 未満の状態が頻繁に発生していましたが、学内のすべてのモニター枠では pH が 7 付近でした。この原因については不明です。表1に、さいたま市が実施した大学の最終放流口での水質検査の結果を示します。

その他、環境分析ニュースレターを毎月発行し、実験廃液の回収量や構内排水の分析結果及び廃液回収での注意などを掲載しています。また、埼玉大学が加入している大学等環境安全協議会の総会や研修会・セミナー等へ積極的に参加し、他大学の担当者と意見交換することで、廃棄物、特に特別管理産業廃棄物の管理の在り方、構内排水の問題点や水質改善等への意識の向上を図っています。

平成 26 年度活動状況

活動内容	実施日
工学部応用化学科 2 年次生 『応用化学実験 I 実験ガイダンス』	4/4
第 1 回 廃液処理説明会	4/16
第 2 回 廃液処理説明会	4/21
第 32 回 大学等環境安全協議会総会・研修会参加	7/23-25
学内の水質保全および廃棄物の取扱について(教育学部)	10/10
第 30 回 大学等環境安全協議会技術分科会参加	10/22-24
第 7 回実務者連絡会技術研修会参加	3/5,6
下水道最終放流口の水質分析 ※	pH, 水温
	有害金属類
	揮発性有機化合物
さいたま市建設局下水道部下水道維持管理課への報告	毎月
実験廃液・廃棄物等の定期回収	毎月
環境分析ニュースレター発行	毎月
実験廃液・廃棄物等の回収状況 及び 学内排水の水質分析結果を報告	毎月

※ 本センターが政令に基づいて分析している。さいたま市が実施している「大学の最終放流口での水質検査」の結果については表 1 に記載している。

平成 26 年度外部委託処理量

実験廃液・廃棄物等の外部委託処理	搬出日	項目	排出量
第 1 回 委託処理	5/12	有機系廃液	1791 L
		無機系廃液	751 L
		固形物	207 kg
第 2 回 委託処理	6/3	有機系廃液	1449 L
		無機系廃液	497 L
		固形物	122 kg
第 3 回 委託処理	7/4	有機系廃液	2008 L
		無機系廃液	872 L
		固形物	125 kg
第 4 回 委託処理	8/8	有機系廃液	1884 L
		無機系廃液	620 L
		固形物	121 kg
第 5 回 委託処理	9/4	有機系廃液	817 L
		無機系廃液	122 L
		固形物	563 kg
第 6 回 委託処理	10/3	有機系廃液	1939 L
		無機系廃液	279 L
		固形物	115 kg
第 7 回 委託処理	11/14	有機系廃液	2234 L
		無機系廃液	540 L
		固形物	152 kg
第 8 回 委託処理	12/11	有機系廃液	2307 L
		無機系廃液	552 L
		固形物	207 kg
第 9 回 委託処理	1/6	有機系廃液	1937 L
		無機系廃液	428 L
		固形物	116 kg
第 10 回 委託処理	1/28	有機系廃液	2282 L
		無機系廃液	594 L
		固形物	146 kg
第 11 回 委託処理	3/3	有機系廃液	1451 L
		無機系廃液	256 L
		固形物	34 kg
第 12 回 委託処理	3/25	有機系廃液	1860 L
		無機系廃液	368 L
		固形物	181 kg

表1. 平成 26 年度 さいたま市による排除下水の水質検査結果

◎ 採水場所 : 埼玉大学下水道最終放流口

単位:pHを除いて mg/L

検査項目	排除基準	採水日時
		2013/5/22 11:30
水素イオン濃度(pH)	5 超 9 未満	7. 9
窒素含有量	< 240	40. 0
磷含有量	< 32	3. 00
カドミウム及びその化合物	≤ 0. 1	< 0. 01
シアノ化合物	≤ 1	< 0. 10
鉛及びその化合物	≤ 0. 1	< 0. 010
六価クロム化合物	≤ 0. 5	< 0. 05
砒素及びその化合物	≤ 0. 1	< 0. 010
水銀及びアルキル水銀その他の水銀化合物	≤ 0. 005	< 0. 0005
トリクロロエチレン	≤ 0. 3	< 0. 0200
テトラクロロエチレン	≤ 0. 1	< 0. 0100
ジクロロメタン	≤ 0. 2	0. 0700
ベンゼン	≤ 0. 1	< 0. 0100
ほう素及びその化合物	≤ 10	< 1. 00
フッ素及びその化合物	≤ 8	< 0. 80
フェノール類	≤ 5	< 0. 50
銅及びその化合物	≤ 3	< 0. 30
亜鉛及びその化合物	≤ 2	< 0. 20
クロム及びその化合物	≤ 2	< 0. 10

平成 26 年度 最終放流口分析結果(4 月～9 月)

単位:mg/L

測定項目	排除基準	4月 8日	4月 22日	5月 8日	5月 23日	6月 2日	6月 17日	7月 3日	7月 15日	8月 5日	8月 20日	9月 4日	9月 18日
カドミウム及びその化合物	≤0.1	N.D.	N.D.										
鉛及びその化合物	≤0.1	N.D.	N.D.										
砒素及びその化合物	≤0.1	N.D.	N.D.										
セレン及びその化合物	≤0.1	N.D.	N.D.										
銅及びその化合物	≤3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3
亜鉛及びその化合物	≤2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2
鉄及びその化合物	≤10	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0
マンガン及びその化合物	≤10	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0
クロム及びその化合物	≤2	N.D.	N.D.										
ホウ素及びその化合物	≤10	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0
ジクロロメタン	≤0.2	≤0.02	N.D.	-	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	≤0.02	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
トリクロロエチレン	≤0.3	N.D.	N.D.	-	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,4-ジオキサン	≤0.5	N.D.	N.D.	-	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
テトラクロロエチレン	≤0.1	N.D.	N.D.	-	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
四塩化炭素	≤0.02	N.D.	N.D.	-	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
ベゼン	≤0.1	N.D.	N.D.	-	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.

ND.:不検出

平成 26 年度 最終放流口分析結果(10 月～3 月)

単位:mg/L

測定項目	排除基準	10月 1日	10月 15日	11月 6日	11月 19日	12月 3日	12月 9日	1月 14日	1月 20日	2月 3日	2月 17日	3月 11日	3月 23日
カドミウム及びその化合物	≤0.1	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
鉛及びその化合物	≤0.1	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
砒素及びその化合物	≤0.1	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
セレン及びその化合物	≤0.1	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
銅及びその化合物	≤3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3	≤0.3
亜鉛及びその化合物	≤2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2
鉄及びその化合物	≤10	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0
マンガン及びその化合物	≤10	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0
クロム及びその化合物	≤2	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
ホウ素及びその化合物	≤10	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0	≤1.0
ジクロロメタン	≤0.2	N.D.	N.D.	N.D.	0.021	N.D.	0.021	0.021	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
トリクロロエチレン	≤0.3	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1,4-ジオキサン	≤0.5	≤0.05	N.D.	N.D.	N.D.	≤0.05	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
テトラクロロエチレン	≤0.1	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
四塩化炭素	≤0.02	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
ベゼン	≤0.1	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.

ND:不検出

埼玉大学科学分析支援センター

環境分析ニュースレター

～ 実験廃液 & 構内排水の分析 ～

平成 26 年度 4 月号

1. 今月のトピックス

【報告－平成 25 年度の総括】実験廃液回収と構内排水のモニタリングについて

【実験廃液の搬出量について】

昨年度の回収では、臨時の搬出（工事等によるもの）が多くありましたが、それらを除くとほぼ例年通りの回収量になっています。皆様のご協力により、滞りなく回収・搬出を行うことができました。また、最近は数年前よりも廃液等の減量化に成功しています。今後ともご協力をお願いいたします。

【実験廃液タンクの貯留量について】

年間を通して貯留量の超過が続いている。決められた量の貯留をお願いいたします。
貯留量については白いタンクは 20L まで、色付きタンクは 16L までです（基本は、廃液タンクに書いてあるラインまでです）。詳しくは、科学分析支援センターの HP からサービスに入り実験廃棄物収集区分をご覧下さい。

【構内排水のモニタリングについて】

年間を通して最終放流口での基準値超過はなく、学外への排水に問題はありませんでした。
しかし、構内では以下のように基準値超過が発生しております。本学では、流しに薬品等を流してはいけないことになっていますので、廃液等の取扱には十分注意を払って下さい。

- ・ VOC(揮発性有機化合物)のクロロホルム、ジクロロメタン、ベンゼン等の基準値超過が 8 回
- ・ pH の基準値超過が 2 回
- ・ 重金属類の亜鉛の基準値超過が 1 回

【お知らせ】平成 26 年度 実験廃液搬出方法および 薬品管理システム使用方法の説明会について

本年度も実験廃液等を安全に回収、搬出するための説明会を開催致します。
廃液等を搬出される方、薬品を使用される方は必ず参加して下さい。
日程や開催場所等を 4 ページに記載しておりますのでご確認下さい。

4 月の行事予定

- | | |
|-------------|--------------------------|
| 4 月 16 日(木) | 廃液回収方法および薬品管理システム使用方法説明会 |
| 4 月 21 日(木) | 廃液回収方法および薬品管理システム使用方法説明会 |
| 4 月 24 日(木) | 実験廃液・廃棄物等の回収日 |
| 4 月 25 日(金) | 実験廃液・廃棄物等の回収日（予備日） |

環境分析ニュースレター

～ 実験廃液 & 構内排水の分析 ～

平成 26 年度 5 月号

1. 今月のトピックス

【実施報告】廃液処理および薬品管理システム使用方法の説明会

廃液処理および薬品管理システム使用方法の説明会を 4 月 16 日(水)と 21 日(月)に総合研究棟 1 階のシアター教室で実施しました。参加者は、16 日が 151 名、21 日が 76 名でした。

【お願い】実験廃液の搬出について

4 月 24 日(木)に実施しました 4 月の廃液回収では、有機系廃液：91 缶、無機系廃液：48 缶、固形物類：25 缶を回収しました。この実験廃液回収の際に、以下のようなミスがありました。

- ・有機廃液の容量オーバー 91 缶中 16 本 (22L 程度の貯留)
- ・無機廃液の容量オーバー 48 缶中 5 本 (20 程度の貯留)
- ・無機廃液タンクへの内蓋付け忘れ 48 缶中 2 本
- ・固形物での内容明細の書き間違え 25 缶中 1 缶 ((誤) シリカゲル → (正) 活性炭 1 本)
- ・無機廃液の区分間違い 48 缶中 7 本
(誤) 区分 1 (一般無機廃液) → (正) 区分 2 (有害金属を含む無機廃液)
- ・pH の値の記入ミス 48 缶中 6 本
(誤) 7 → (正) 2、(誤) 9 → (正) 1、(誤) 5 → (正) 1

4 月に開催した廃液搬出方法の説明会で、廃液の搬出及び処理の安全確保の観点から搬出前にタンクへの貯留量、内蓋の取付、処理依頼伝票の内容確認をお願いしておりますので、実験廃液を搬出する際には、もう一度、搬出方法を確認して下さい。

また、現在使用している有機廃液タンクはワンウェイ方式(使い捨てタンク)のため、以前使用していたリサイクルタンクより柔らかくなっていますので、研究室での取扱にご注意下さい。

【お知らせ】構内排水分析項目の追加について

4 月の構内排水分析から、VOC (揮発性有機化合物) 測定項目の中に 1,4-ジオキサンを追加しました (詳細は、p3 を参照)。

5 月の行事予定

5 月 22 日(木) 実験廃液・廃棄物等の回収日

5 月 23 日(金) 実験廃液・廃棄物等の回収日 (予備日)

埼玉大学科学分析支援センター

環境分析ニュースレター

～ 実験廃液 & 構内排水の分析 ～

平成 26 年度 6 月号

1. 今月のトピックス

【報 告】さいたま市による立入検査の結果

1月 16 日（木）11:50 にさいたま市による立入検査が構内排水の最終放流口（構内採水地点②）で実施され、その分析結果が届きました。
その結果 pH が 8.7 と高めでしたが、その他の測定項目（16 項目）は基準値の 1/10 以下でした。
(詳細は、p3 参照)

【周知とお願い】埼玉大学最終放流口での立入検査について

「環境分析ニュースレター 平成 25 年度 7 月号」でお知らせしたとおり、埼玉大学は下水道法に基づく特定事業場^{注1)}として、さいたま市に届け出をしています。
これにともない最終放流口での月 2 回の水質検査結果、毎日の水質の pH および水温の測定結果を、事業場として、毎月まとめてさいたま市下水道局に報告しています。
適正な水質維持に対して、皆様のご理解とご協力をお願いします。

注 1) 特定事業場：特定施設（人の健康及び生活環境に対し、被害を及ぼすおそれのある物質を含んだ汚水を排出する施設）を設置している工場・事業場を言います。

埼玉大学では、学内の約 20 の建物を特定施設としてさいたま市へ届け出しています。

【報 告】実験廃液の搬出結果

先月号で、実験廃液の搬出方法の確認をお願いしました結果、今月は以下のように改善されました。

有機廃液の容量オーバー 91 缶中 16 缶 → 74 缶中 6 缶

無機廃液の容量オーバー 48 缶中 5 缶 → 33 缶中 1 缶

廃液タンクの内蓋付け忘れ 139 缶中 2 缶（無機） → 107 缶中 1 缶（有機）

pH 値の記入ミス 48 缶中 6 缶 → 33 缶中 1 缶

内容物不明のため返却した廃液タンク 0 缶 → 1 缶

6 月の行事予定

6 月 26 日(木) 実験廃液・廃棄物等の回収日

6 月 27 日(金) 実験廃液・廃棄物等の回収日（予備日）

埼玉大学科学分析支援センター

環境分析ニュースレター

～ 実験廃液 & 構内排水の分析 ～

平成 26 年度 7 月号

1. 今月のトピックス

【お知らせ】7月の廃液回収日の変更について

7月の廃液回収日を以下のように変更しますので、ご注意下さい。

	変更前	変更後
回 収 日	7月 24 日 (木)	7月 31 日 (木)
回収予備日	7月 25 日 (金)	8月 1 日 (金)

【報 告】さいたま市による立入検査の結果

5月 22 日 (木) 11:30 にさいたま市による立入検査が構内排水の最終放流口（構内採水地点②）で実施され、その分析結果が届きました。その結果、ジクロロメタンが基準値の 1/3 程度と高濃度で検出されました。（詳細は、p3 参照）

【お知らせ】第 32 回大学等環境安全協議会総会・研修会への参加

開催日： 平成 26 年 7 月 24 日(木)・25 日(金)

場 所： 広島大学サタケメモリアルホール

本協議会・研修会では、①廃液処理・廃棄物管理・排水管理、②有害物質・化学物質管理、③労働安全衛生マネジメント、④環境管理・エネルギー・CSR(社会的責任)および⑤環境安全教育・人材育成の課題について、討論および意見交換します。

本センターから職員が参加しますので、詳細は来月のニュースレターで報告します。

【お願い】無機タンクへの貼り付けシールについて

現在無機廃液のタンクはリユースをしています。その目印のシールを無機タンクに貼ることになりましたので、シールははがさずそのままご使用下さい。

【お知らせ】構内実験系希薄排水採水地点の追加について

7月より、新たに建設工学科第 2 実験棟南西側を採水地点②として追加します。

7月の行事予定

7月 23 日(水)～25 日(金) 第 32 回大学等環境安全協議会総会・研修会に参加予定

7月 31 日(木) 実験廃液・廃棄物等の回収日

8月 1 日(金) 実験廃液・廃棄物等の回収日（予備日）

環境分析ニュースレター

～ 実験廃液 & 構内排水の分析 ～

平成 26 年度 8 月号

1. 今月のトピックス

【お願い】 無機廃液の回収区分の訂正について

現在シアン化合物含有廃液は、シアン化カリウム、ナトリウムおよびカドミウム等を含むシアン化合物としていますが、処理契約している企業では、フェリシアン化カリウム、フェロシアン化カリウムもシアンの区分で回収しています。

したがって、今後フェリシアン化カリウム、フェロシアン化カリウム等は、一般無機廃液でなく、シアン廃液として回収・搬出をお願いします。また、pH はアルカリ性にする必要はありません。

旧回収区分		新回収区分	
薬品名	貯留pH	薬品名	貯留pH
シアン化塩	10以上	シアン化塩	10以上
シアン化金属	10以上	シアン化金属	10以上
		フェロシアン化塩	—
		フェリシアン化塩	—

➡ 追加
追加

【報告】 第 32 回大学等環境安全協議会総会・研修会

7月 23 日（水）～ 25 日（金）に広島大学東広島キャンパス・サタケメモリアルホールで開催されました。実験排水管理の基礎の研修会では、実際に起こった事故事例をもとに学内の対応及び行政への報告・対応について説明がなされた。中でも特筆することは、行政より公共下水への大学下水排水禁止命令が出たことです。これは事故が繰り返し起こり、さらに事故が発見された後も排水を停止しなかったこと、学内の事故対応マニュアルができていなかったことによります。

総会および研修会の報告事項は p3 に記載してあります。

【お願い】 廃液搬出ルールの遵守について

7月の有機廃液回収時に、貯留量オーバーが 94 缶中 12 缶ありました。貯留量オーバーは運搬時の事故の原因となりますので、20L（ライン）までの貯留量を厳守して下さい。

20L 容器は安全を考慮して、実際には 20L より多く入りますので注意して下さい。

8月の行事予定

- | | |
|------------|-------------------------|
| 8月 28 日(木) | 実験廃液・廃棄物等の回収日（午前中の回収のみ） |
| 8月 29 日(金) | 実験廃液・廃棄物等の回収日（予備日） |

環境分析ニュースレター

～ 実験廃液 & 構内排水の分析 ～

平成 26 年度 9 月号

1. 今月のトピックス

【 報告とお願い 】 さいたま市環境局環境共生部からのお知らせ

さいたま市環境局環境共生部から、改正水質汚濁法にもとづく「有害物質使用特定施設に係る構造基準」に適合するための当面の取扱についてのお知らせが届きました。内容は、平成 25 年度 3 月号に記載してあります「水質汚濁法の改正について」の②構造等に関する基準遵守が該当します。具体的には、

1. 屋上等に設置された廃ガス洗浄施設（スクラバー）について

原則的には、廃ガス洗浄施設を防液堤内に設置すること。

→ 当面は、有害物質を含む水が当該施設から漏えいした際に直ちに回収できる吸収材等を常備することで、防液堤に変わる措置とする。

2. 試験研究施設等における洗浄施設（流し台）の配水管について

実験器具を洗浄した廃液を別途容器（廃液タンク）に分別することで、洗浄施設からの排水中の有害物質濃度を検出限界以下に下げることができる場合には、排水管に構造基準および点検基準は適用しない。

→ ただし、(1) 洗浄方法を管理要領に明記し、確実に実施する必要がある。
(2) 水質検査については、管理要領策定時に実施すること。

この改正水質汚濁防止法の施行（平成 24 年 6 月 1 日）の際に既に設置されていた施設（既存の施設）については、構造等に関する基準の適用が 3 年間（平成 27 年 5 月 31 日まで）猶予されます。本学の特定施設^{*}はこれに該当しますが、改正法の施行日（平成 24 年 6 月 1 日）から定期点検の実施とその結果の記録を保存する必要があります。これらに該当する研究室では教職員および学生に周知をお願いします。

* さいたま市に、23 棟の建物が「特定施設使用届書」により届け出されています。

【お願い】 無機廃液の内容物明細について

硫黄、フッ素およびホウ素、または微量であっても臭気性の高い物質が混入している場合は、内容物明細あるいは備考欄に必ず記入して下さい。これは、回収後の作業において危険を回避し、安全に作業するためには不可欠なものです。作業者が安心して作業できるようにご協力をお願いします。

9 月の行事予定

9 月 25 日(木)

実験廃液・廃棄物等の回収日

9 月 26 日(金)

実験廃液・廃棄物等の回収日（予備日）

埼玉大学科学分析支援センター

環境分析ニュースレター

～ 実験廃液 & 構内排水の分析 ～

平成 26 年度 10 月号

1. 今月のトピックス

【お知らせ】 10 月の廃液回収日の変更について

10 月の廃液回収日を以下のように変更しますので、ご注意下さい。

	変更前	変更後
回 収 日	10 月 23 日 (木)	10 月 30 日 (木)
回収予備日	10 月 24 日 (金)	10 月 31 日 (金)

【お知らせ】 第 30 回大学等環境安全協議会 技術分科会の開催

開催日： 平成 26 年 10 月 23 日(木)・24 日(金)

場 所： 大阪大学 コンベンションセンター

本協議会・研修会では、以下の課題について討論および意見交換をする予定です。

- ① 廃液処理・廃棄物管理・排水管理
- ② 有害物質・化学物質管理
- ③ 労働安全衛生マネジメント
- ④ 環境管理・エネルギー・CSR(社会的責任)
- ⑤ 環境安全教育・人材育成

本センターからも技術職員が参加しますので、詳細は来月のニュースレターで報告します。

【お願い】 古い廃液タンクの回収について

平成 25 年度 10 月号のニュースレターでもお知らせしましたように、古い廃液タンクは危険防止のため回収します。廃液回収時に返却して下さい。

10 月の行事予定

10 月 23 日(木)～24 日(金)	第 30 回大学等環境安全協議会技術分科会に参加予定
10 月 30 日(木)	実験廃液・廃棄物等の回収日
10 月 31 日(金)	実験廃液・廃棄物等の回収日 (予備日)

埼玉大学科学分析支援センター

環境分析ニュースレター

～ 実験廃液 & 構内排水の分析 ～

平成 26 年度 11 月号

1. 今月のトピックス

【報 告】第 30 回大学等環境安全協議会 実務者連絡会の報告

(1) アサヒプリテック(株)神戸事業所見学（施設見学会）

会社の概要説明後に、以下の施設を見学しました。

- ① 屋上に設置されているスクラバー、活性炭吸着塔、
- ② 凝集沈殿処理、廃プラスチックの破碎処理、
- ③ 電解・銀回収施設、
- ④ 分析室

施設内には作業員が配置される周辺にダクトが設置され、作業環境に注意が払われていました。

(2) 実際に起こった廃棄物による人身災害の教訓（座談会形式の討論会）

事故概要：教員より依頼された廃試薬の確認・回収作業中に、容器の蓋を開けたとき内容物のマグネシウム粉体が爆発し作業をしていた方が顔に火傷をおったという災害がありました。

事故事例の説明を聞きながら、以下のような質問がありました。

- ・試薬搬出に当たって教員よりどのような説明がありましたか、
- ・試薬を搬出した教員への罰則はありましたか、
- ・人災であったため、労災関係の問題は起こりましたか、
- ・行政等への対応はどのようにしましたか、
- ・廃棄物の排出責任者の責任は問われましたか、
- ・大学の対応はどうありましたか

上記の事故例は特別な事例ではありません。廃試薬や無機・有機廃液は正確な知識と情報に基づいて取り扱って下さい。

(3) 実務者連絡会プロジェクト中間報告

大学等における巡視の方法とシステムについての調査および実務者連絡会における情報の整理と活用促進についての中間報告がありました。

11 月の行事予定

11 月 27 日(木)

実験廃液・廃棄物等の回収日

11 月 28 日(金)

実験廃液・廃棄物等の回収日（予備日）

環境分析ニュースレター

～ 実験廃液 & 構内排水の分析 ～

平成 26 年度 12 月号

1. 今月のトピックス

【報 告】 改正水質汚濁防止法に係わるさいたま市職員の学内視察

さいたま市環境局の職員（2名）の方が、以下の日程で、来年の7月から施行される「改正水質汚濁防止法」に関連した大学の洗浄施設等を視察しました。

日 時：11月14日（金）9:10～10:30

場 所：理学部1号館1階の研究室と工学部応用科学科1号館1階の学生実験室に設置してある
洗浄施設(流し台)とドラフト

来学者：さいたま市環境局(2名)

【お知らせ】 水質汚濁防止法施行規則等の一部改正

平成26年12月1日から「水質汚濁防止法施行規則等の一部を改正する省令」が施行されました。
今回の省令改正では、カドミウム及びその化合物の排水基準が 0.1mg/L → 0.03mg/L に厳しくなりました。

詳しくは、<http://www.env.go.jp/press/press.php?serial=18865> を参照して下さい。

【お願い】 廃液回収タンクの搬出について

- ① 無機廃液タンクに貼ってあるシールは剥がさないようお願いします。
- ② カードの取付け位置および紐の取付け方は、下の例を参考にして下さい。

悪い例



よい例



12月の行事予定

12月18日(木)

実験廃液・廃棄物等の回収日

12月19日(金)

実験廃液・廃棄物等の回収日（予備日）

埼玉大学科学分析支援センター

環境分析ニュースレター

～ 実験廃液 & 構内排水の分析 ～

平成 26 年度 1 月号

1. 今月のトピックス

【お知らせ】下水排除基準の改正について

さいたま市より 12 月 19 日付けで「カドミウム及びその化合物」に係る下水排除基準の改正に関する通知が届きました。この改正により、さいたま市下水道条例（平成 13 年さいたま市条例第 270 号）の除外施設の設置基準が適用されている事業所においても、同じ基準が適用されることになります。

改正された下水排除基準：

「カドミウム及びその化合物」 (改正前) 0.1 mg/L → (改正後) 0.03 mg/L

改正後の下水排除基準適用開始日：

平成 26 年 12 月 1 日 (改正例施行日)

【報 告】最終放流口 pH について

最終放流口での pH の基準値は 5 超 9 未満です。この pH 値が、昨年の 4 ~ 5 月では pH8.5 前後でしたが、6 月 ~ 10 月にかけては pH8 前後で推移していました。最近は pH8.5 ~ 8.8 の範囲となっておりますので、実験器具等の洗浄においては一層の注意をお願いします。

【訂 正】環境分析ニュースレター12 月号の訂正について

12 月号でお知らせした「改正水質汚濁防止法」の施行日に誤りがありましたので、以下のように訂正いたします。

(誤) 来年の 7 月 → (正) 来年の 6 月

1 月の行事予定

1 月 22 日(木)

実験廃液・廃棄物等の回収日

1 月 23 日(金)

実験廃液・廃棄物等の回収日 (予備日)

埼玉大学科学分析支援センター

環境分析ニュースレター

～ 実験廃液 & 構内排水の分析 ～

平成 26 年度 2 月号

1. 今月のトピックス

【報 告】 最終放流口での構内排水の測定値について

1月の最終放流口でのpH値は8.6~8.9とさいたま市の排除基準値の上限近くで推移していました（数値の詳細は3頁を参照）。現在実施している構内排水の実験系モニターマスでの測定では、原因と思える場所が特定できていません。実験系の流しに限らず学内全ての流しでpHを高くするような物質を流さないようお願いします。

また、1月14日（火）の最終放流口での測定では、ジクロロメタンの値がさいたま市の排除基準値0.20mg/Lの5割を超える0.11mg/Lでした。その後数日間最終放流口で繰り返し測定したところ、検出されませんでした。

最終放流口でさいたま市の排除基準値を超過した場合は、事故届出書、事故原因の究明、事故再発防止措置計画届出書、事故再発防止措置完了届出書をすべての特定施設設置建物（研究室等）で作成し、さいたま市への提出することになります。

この様な事案が続くと、改正水質汚濁防止法における施設の除外申請に支障きたすことになります。繰り返しとなります、流しに薬品等の有害物質を流さないよう再度お願いします。

【お願い】 有機廃液用ポリタンクへの貯留量について

実験廃液の搬出業者から提出された有機廃液用ポリタンクに関する報告によると、有機系廃液の搬出際、廃液をポリタンクの口まで入れている研究室があります。この様な状態で搬出されると、内容物の膨張によりポリ容器の劣化が早まる可能性があり危険ですので、ポリ容器に廃液を入れる際は8~9割程度にして下さい。

現在担当者が赤ラインを付けて配付しているポリタンクは、赤ラインまでで20L入ります。安全確保のためにもこれ以上入れないように注意して下さい。

2月の行事予定

2月19日(木)

実験廃液・廃棄物等の回収日

2月20日(金)

実験廃液・廃棄物等の回収日（予備日）

環境分析ニュースレター

～ 実験廃液 & 構内排水の分析 ～

平成 26 年度 3 月号

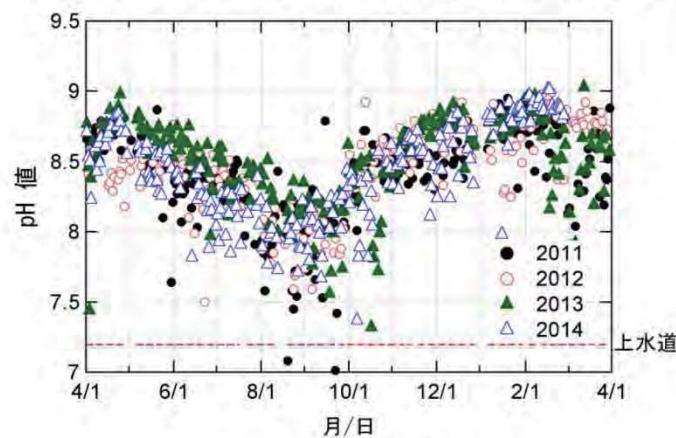
1. 今月のトピックス

【報 告】 最終放流口の pH 値の推移について

2 月の最終放流口の pH 値は 8.8~8.9 で推移していました。

図 1 に示すように、最終放流口の pH 値は年間を通じて高く、特に冬期は排除基準(5 超 9 未満)の上限近くまで達しています。教育・研究活動が一層活発となる時期と対応していますので、実験系の流しに限らず学内全ての流しで pH を高くするような物質を流さないようお願いします。

また、pH の日間推移や各測定地点での pH 値も調査しています。詳細は p.3 をお読みください。



【お願い】 年度末における廃液の適正処理について

年度末を迎えたので、小瓶に移した試薬や調製試薬等はラベルを張り付ける、あるいは廃液タンクに廃棄する等の適正な処分をお願いします。なお、不明廃液等は廃液回収時に引き取ることはできません。

3 月の行事予定

3 月 19 日(木)

実験廃液・廃棄物等の回収日

3 月 20 日(金)

実験廃液・廃棄物等の回収日（予備日）

平成 26 年度動物慰靈式

科学分析支援センター 畠山 晋

平成 26 年度埼玉大学実験動物慰靈式が 10 月 21 日(火)14 時 40 分から理学部 2 号館第一会議室において開催されました。主催は埼玉大学、そして科学分析支援センターが動物慰靈式の次第を取り仕切りました。実習や、卒業研究、そして研究の目的で実験動物を使用している方々、研究機構に属する教職員、そして動物の御靈に感謝し安らかな眠りを祈りたいという方々、合わせて 161 名の参加者がありました。

式は、畠山晋准教授(科学分析支援センター、埼玉大学動物実験委員会委員)の司会により進められました。小林哲也教授(埼玉大学動物実験委員会委員長)による開式のことばに続いて、坂井貴文教授(理工学研究科長)のあいさつがありました。愛玩動物の処分についての問題点を提示しつつ、動物に対してどのような気持ちで接することが重要であるか、ここに集まった皆が深く考えることを要望されました。続いて動物飼育室の利用者を代表して足立明人准教授(理工学研究科)より慰靈のことばが捧げられました。動物を使った実験をする意義について、我々は常に自問自答するべきであり、この命題について思いを新たにして考えたい、科学の発展に貢献するという目標のために犠牲となった動物への慈しみと感謝の気持ちを持ち続けなければならない、と述べました。次に参加者全員によって花が捧げられ、黙祷することによって、実験動物の御靈に対する深い感謝と安らかな眠りを祈りました。最後に小林秀彦・科学分析支援センター長のことばによって式が閉じられました。

動物慰靈式の開催を通じて、教職員・学生、研究者の方々がより深く動物愛護について考えていただける様に願います。また、動物実験についての動向は常に変化しております。これらを踏まえて、情報収集につとめ、本学において適切な動物実験と動物の飼養が行われることを希望してやみません。



平成 26 年度科学分析支援センター活動日誌

4月

1 日	第 1 回スタッフ会議	
7 日	装置講習	
	核磁気共鳴装置 400	1 名
	核磁気共鳴装置 500T	2 名
8 日	構内排水採水	
10 日	装置講習	
	核磁気共鳴装置 500T	1 名
11 日	装置講習	
	ナノフローLC 質量分析装置	1 名
14 日	利用ガイダンス	161 名
15 日	第 2 回スタッフ会議	
	利用ガイダンス	122 名
	装置講習	
	核磁気共鳴装置 400	3 名
16 日	廃液処理および薬品管理	151 名
	システム使用方法の説明会	
17 日	装置講習	
	核磁気共鳴装置 500T	3 名
18 日	装置講習	
	共焦点レーザー顕微鏡	5 名
18,23 日	装置講習	
	汎用走査型分析電子顕微鏡	2 名
21 日	廃液処理および薬品管理	76 名
	システム使用方法の説明会	
	装置講習	
	フーリエ変換赤外分光光度計	8 名
22 日	装置講習	
	核磁気共鳴装置 300	5 名
	核磁気共鳴装置 400	2 名
	核磁気共鳴装置 500T	2 名
23 日	装置講習	
	核磁気共鳴装置 500T	3 名
24 日	実験廃棄物回収	
	アイソトープ実験施設表面汚染検査	
	装置講習	
	粉末 X 線回折装置	2 名



科学分析支援センター利用ガイダンス



廃液処理および薬品管理システム
使用方法の説明会



装置講習 汎用走査型分析電子顕微鏡

24,25 日	装置講習	
	汎用走査型分析電子顕微鏡	2 名
24,28 日	装置講習	
	低温低真空走査型電子顕微鏡	1 名
25 日	利用ガイダンス	54 名
	動物実験教育訓練	73 名
29 日	第 3 回スタッフ会議	
28 日	装置講習	
	共焦点レーザー顕微鏡	1 名
	粉末 X 線回折装置	2 名
29 日	装置講習	
	核磁気共鳴装置 400	3 名



放射線教育訓練 講演

＝ 5 月 ＝		
7 日	放射線教育訓練 講演	67 名
8 日	構内排水採水	
11 日	日本顕微鏡学会 第 70 回記念学術研究会出席	
12 日	実験廃液搬出 装置講習	
	核磁気共鳴装置 400	2 名
13 日	第 4 回スタッフ会議 放射線教育訓練 講話	36 名
	装置講習	
	ナノフロー-LC 質量分析装置	3 名
	複合熱分析装置	1 名
14 日	装置講習	
	誘導結合プラズマ発光分析装置	2 名
15,16 日	装置講習	
	汎用走査型分析電子顕微鏡	2 名
16 日	放射線教育訓練 講演	62 名
19 日	動物実験教育訓練	15 名
20 日	装置講習	
	飛行時間型質量分析装置	2 名
21 日	装置講習	
	卓上型粉末 X 線回折装置	1 名
22 日	実験廃棄物回収	
23 日	放射線教育訓練 講話 装置講習	15 名
	飛行時間型質量分析装置	1 名
27 日	第 5 回スタッフ会議	
28 日	アイソotope実験施設表面汚染検査	



放射線教育訓練 講話



動物実験教育訓練

- 29-31 日 国立大学法人動物実験施設連絡協議会
総会出席
- 29 日 装置講習
フーリエ変換赤外分光光度計 2 名
- 30 日 装置講習
粉末 X 線回折装置 5 名

＝ 6 月

- 2 日 カルタヘナ法及び名古屋議定書に関する
説明会出席
- 複合表面専門委員会
- 構内排水採水
- 3 日 実験廃液搬出
- 4 日 装置講習
飛行時間型質量分析装置 1 名
- 5,6 日 装置講習
汎用走査型分析電子顕微鏡 3 名
高分解能走査電子顕微鏡 2 名
- 10 日 第 6 回スタッフ会議
- 17 日 X 線分析専門委員会
- 20 日 装置講習
複合熱分析装置 1 名
誘導結合プラズマ発光分析装置 1 名
- 23,26 日 装置講習
汎用走査型分析電子顕微鏡 2 名
- 24 日 センターセミナー
第 7 回スタッフ会議
- 25 日 センター見学 大宮北高校 67 名
- 26 日 実験廃棄物回収
- 30 日 アイソトープ実験施設表面汚染検査



センター見学 大宮北高校

6/25



実験廃棄物回収

＝ 7 月

- 1 日 装置講習
粉末 X 線回折装置 1 名
誘導結合プラズマ発光分析装置 1 名
- 2,9 日 装置講習
汎用走査型分析電子顕微鏡 2 名
- 3 日 機器分析セミナー 43 名
分子間相互作用分析装置 Biacore
- 構内排水採水
- 4 日 分光分析専門委員会
実験廃液搬出



機器分析セミナー Biacore

7/3

	装置講習	
8 日	粉末 X 線回折装置	1 名
放射線障害防止委員会		
第 8 回スタッフ会議		
10 日	装置講習	
共焦点レーザー顕微鏡	2 名	
10,11 日	装置講習	
高分解能走査電子顕微鏡	3 名	
11 日	分光分析専門委員会	
15 日	装置講習	
複合熱分析装置	2 名	
16 日	電子顕微鏡専門委員会	
17 日	装置講習	
高分解能走査電子顕微鏡	3 名	
蛍光 X 線分析装置	5 名	
22 日	第 9 回スタッフ会議	
装置講習		
	複合熱分析装置	1 名
24 日	装置講習	
粉末 X 線回折装置	3 名	
24,25 日	大学等環境安全議会総会・研修会・ 実務者連絡会・施設見学会出席	
25 日	装置講習	
汎用走査型分析電子顕微鏡	3 名	
28 日	センター見学 埼玉県警察本部	
刑事部科学捜査研究所	1 名	
29 日	センター見学 カザブ国立大学	5 名
30 日	センター見学 大宮北高校	44 名
31 日	実験廃棄物回収 アイソトープ実験施設表面汚染検査 装置講習	
	粉末 X 線回折装置	2 名

8月

1 日	センター見学	
	群馬県立沼田女子高校	18 名
	装置講習	
	フーリエ変換赤外分光光度計	1 名
5 日	第 10 回スタッフ会議	
	センター見学 埼玉県立大宮南高校	
	構内排水採水	
8 日	実験廃液搬出	



センター見学 大宮北高校

7/30



センター見学 埼玉県立大宮南高校

8/5



依頼分析

透過型電子顕微鏡用超薄切片作成

	装置講習	
20 日	CCD 型単結晶構造解析装置	1 名
20,27 日	センター見学 民間企業	6 名
20,27 日	装置講習	
	汎用走査型分析電子顕微鏡	1 名
21 日	装置講習	
	卓上型粉末 X 線回折装置	1 名
22 日	センター見学 千葉県立木更津高校	16 名
26 日	第 11 回スタッフ会議	
26 日	装置講習	
	核磁気共鳴装置 400	1 名
	飛行時間型質量分析装置	1 名
27 日	アイソotope実験施設表面汚染検査 装置講習	
	核磁気共鳴装置 400	2 名
28 日	センター会議 実験廃棄物回収	
	センター見学 オープンキャンパス	40 名
29 日	装置講習	
	飛行時間型質量分析装置	1 名
31 日	センター見学 オープンキャンパス	9 名

＝ 9 月 ＝

4 日	構内排水採水 実験廃液搬出	
4,5 日	北海道大学大学院 総合技術研究会出席	
8 日	装置講習	
	汎用走査型分析電子顕微鏡	3 名
9 日	第 12 回スタッフ会議 装置講習	
	卓上型粉末 X 線回折装置	2 名
11,12 日	装置講習	
	高分解能走査電子顕微鏡	3 名
12 日	装置講習	
	卓上型粉末 X 線回折装置	3 名
22 日	機器分析セミナー	27 名
	ゼータ電位・粒子径測定セミナー	
24 日	第 13 回スタッフ会議	
26 日	実験廃棄物回収	
28 日	センター見学 サイエンススクール	13 名
29 日	アイソotope実験施設表面汚染検査	



センター見学 千葉県立木更津高校

8/22



機器分析セミナー

ゼータ電位・粒子径測定セミナー

9/22



機器分析セミナー

ゼータ電位・粒子径測定デモ測定

9/22

＝ 10月 ＝

- 1日 構内排水採水
3日 電子顕微鏡専門委員会
実験廃液搬出
6-17日 アイソトープ実験施設在庫点検
7日 第14回スタッフ会議
装置講習
フーリエ変換赤外分光光度計 3名
10日 廃液処理および薬品管理 32名
システム使用方法の説明会
15,20日 装置講習
汎用走査型分析電子顕微鏡 1名
16日 利用ガイドンス 44名
16日 センター見学 5名
建設工学科関係研究者(ニュージーランド)
21日 第15回スタッフ会議
22日 埼玉大学実験動物慰靈式 101名
23日 センター見学 文部科学省 10名
23,24日 大学等環境安全協議技術分科会出席
24日 装置講習
核磁気共鳴装置 500T 1名
27日 NMR 専門委員会
29日 アイソトープ実験施設表面汚染検査
装置講習
核磁気共鳴装置 300 2名
30日 実験廃棄物回収
センター見学 テクノカフェ 40名
30,31日 放射線安全取扱部会年次大会出席
31日 機器・分析センター協議会出席



科学分析支援センター利用ガイドンス

10/16



センター見学 建設工学科関係研究者

10/16

＝ 11月 ＝

- 4日 動物実験教育訓練 1名
第16回スタッフ会議
5日 動物実験教育訓練 4名
装置講習
粉末X線回折装置 3名
6日 構内排水採水
装置講習
複合熱分析装置 3名
7,8日 大学等遺伝子研究支援施設
連絡協議会総会出席
11日 装置講習



埼玉大学実験動物慰靈式

10/22

	蛍光 X 線分析装置	1 名
12 日	利用ガイダンス(追加)	14 名
13,14 日	装置講習 汎用走査型分析電子顕微鏡	3 名
14 日	関東・甲信越地区 大学安全衛生研究会出席 実験廃液搬出	
18 日	第 17 回スタッフ会議 装置講習 汎用走査型分析電子顕微鏡	1 名
20 日	装置講習 飛行時間型質量分析装置	3 名
25 日	装置講習 フーリエ変換赤外分光光度計	1 名
26 日	装置講習 粉末 X 線回折装置 超高分解能走査型電子顕微鏡	1 名
27 日	実験廃棄物回収	
28 日	アイソトープ実験施設表面汚染検査 元素分析技術研究会・有機微量分析研究懇談会出席 装置講習 粉末 X 線回折装置	2 名

12 月

1 日	装置講習 卓上型粉末 X 線回折装置	2 名
2 日	第 18 回スタッフ会議	
3 日	分光分析専門委員会 構内排水採水	
4 日	熱分析専門委員会	
4 日	センター見学 HiSEP 学生	25 名
6 日	センター見学 科学者の芽育成プログラム	48 名
8 日	ESR 専門委員会	
11 日	実験廃液搬出	
16 日	第 19 回スタッフ会議 装置講習 誘導結合プラズマ発光分析装置	1 名
18 日	実験廃棄物回収	
19 日	X 線分析専門委員会	
22-27 日	複合表面専門委員会	



科学分析支援センター利用ガイダンス
(追加) 11/12



センター見学 HiSEP 学生
12/4



センター見学
科学者の芽育成プログラム
12/6

25日 アイソトープ実験施設表面汚染検査

＝ 1月 ＝

6日	第20回スタッフ会議	
6日	実験廃液搬出	
7日	分光分析専門委員会	
8日	密封放射線源引渡	
9日	装置講習 共焦点レーザー顕微鏡	2名
13日	放射性廃棄物引渡	
14日	構内排水採水	
15日	放射線防止委員会	
16日	装置講習 フーリエ変換赤外分光光度計	4名
19日	装置講習 フーリエ変換赤外分光光度計	4名
20日	第21回スタッフ会議	
21,23日	装置講習 高分解能走査電子顕微鏡	1名
23日	実験廃棄物回収 アイソトープ実験施設表面汚染検査 装置講習 フーリエ変換赤外分光光度計	3名
26日	センター見学 民間企業	35名
27日	装置講習 フーリエ変換赤外分光光度計 飛行時間型質量分析装置	1名 1名
28日	実験廃液搬出	



センター見学 民間企業

1/26



センター見学 理科教育研究発表会

2/14

＝ 2月 ＝

2日	センター見学 民間企業	1名
3日	第22回スタッフ会議 構内排水採水	
12日	装置講習 飛行時間型質量分析装置	1名
14日	センター見学	29名
	理科教育研究発表会(高等学校の部)	
16日	第23回スタッフ会議	
17日	センター見学 民間企業	6名
19日	実験廃棄物回収	
21日	センター見学 私立前橋育英高校	8名
27日	アイソトープ実験施設表面汚染検査	



センター見学 私立前橋育英高校

2/21

＝ 3月

- 3日 実験廃液搬出
- 4日 第24回スタッフ会議
- 5-6日 大学等環境安全協議会、実務者連絡会
技術研修会、廃棄物処理施設見学会出席
- 6日 センター見学
機能材料工学科関係研究者 4名
- 11日 センター会議
構内排水採水
- 17日 第25回スタッフ会議
- 19日 実験廃棄物回収
- 19-31日 アイソトープ実験施設在庫点検
- 25日 実験廃液搬出
アイソトープ実験施設表面汚染検査



構内排水の分析

平成 26 年度科学分析支援センター活動報告書

◆ セミナー等実施実績

セミナー名	詳細	日時	参加者数	
			小計	総計
利用ガイダンス		4/14	161	395
		4/15	122	
		4/25	54	
		10/16	44	
	追加	11/12	14	
実験廃液搬出方法および 薬品管理システム使用方法の説明会		4/16	151	259
		4/21	76	
		10/10	32	
動物実験教育訓練		4/25	73	93
		5/19	15	
		11/4	1	
		11/5	4	
放射線教育訓練	講演	5/7	67	180
		5/16	62	
	講話	5/13	36	
		5/23	15	
Biacore セミナー 分子間相互作用解析装置		7/3		43
機器セミナー ゼータ電位・粒子径測定		9/22		27
埼玉大学実験動物慰靈式		10/22		101

◆ 全国会議等出席実績

会議名	日時	場所	参加者
日本顕微鏡学会 第 70 回記念学術研究会	5/11	幕張メッセ	徳永 誠
国立大学法人動物実験施設 連絡協議会総会	5/29-5/31	グランデはがくれ	畠山 晋
カルタヘナ法及び 名古屋議定書に関する説明会	6/2	文部科学省	畠山 晋
大学等環境安全議会総会 研修会・実務者連絡会 施設見学会	7/24-7/25	広島大学 東広島キャンパス	三田 和義
北海道大学大学院 総合技術研究会	9/4-9/5	北海道大学	徳永 誠
大学等環境安全協議 技術分科会	10/23-10/24	大阪コンベンションセンター	三田 和義
放射線安全取扱部会年次大会	10/30-10/31	北海道立 道民活動センタービル 「かでる 2・7」	新美 智久
機器・分析センター協議会	10/31	栃木県総合文化センター	小林 秀彦 藤原 隆司 安武 幹雄 徳永 誠
大学等遺伝子研究支援施設 連絡協議会総会	11/7-11/8	徳島大学 藤井節郎記念ホール	畠山 晋
関東・甲信越地区大学 安全衛生研究会	11/14	信州大学	徳永 誠
元素分析技術研究会 有機微量分析研究懇談会	11/28	東京大学	加藤 美佐 佐藤 亜矢子
大学等環境安全協議会 実務者連絡会技術研修会 廃棄物処理施設見学会	3/5-3/6	神戸環境クリエート	三田 和義

◆ 内部会議等実施実績

センター会議		
第 1 回 6 月 24 日	報告事項	機器修理
		科学分析支援センター教育研究設備整備年次計画
		廃液処理関連
		ガイダンス等
		依頼分析受諾
		専門委員会報告
		その他
協議事項	平成 25 年度決算報告	
	機器修理関連	
	研究設備整備計画表	
	分析機器受入の承認	
	奨学金寄附金等受入の承認	
	センター機器のライセンス関連	
	その他	
第 2 回 8 月 28 日	協議事項 メール審議	測定機器部品交換および点検
		低温・低真空走査型電子顕微鏡(S-3400N) 付属 EDX(Bruker XFlash 5010) 修理
第 3 回 3 月 11 日	報告事項	機器修理等
		緊急営繕
		分析機器の受入
		科学分析支援センター教育研究設備整備年次計画
		専門委員会報告
		廃液処理関連
		全国会議等出席
	協議事項	ガイダンス等
		セミナーの開催
		センター見学
		外部依頼分析料金の改定
		依頼分析の受入
	協議事項	センター予算執行状況
		その他
		登録料・使用料・分析料について
		共同研究受入の承認
	協議事項	教員の兼業の承認
		その他

専門委員会		
第1回 6月2日		複合表面専門委員会
第1回 6月17日		X線分析専門委員会
第1回 6月24日		科学分析支援センター会議
第1回 7月4日		分光分析専門委員会
第2回 7月11日	メール審議	分光分析専門委員会
第1回 7月16日	メール審議	電子顕微鏡専門委員会
第2回 10月3日		電子顕微鏡専門委員会
第1回 10月27日	メール審議	NMR 専門委員会
第3回 12月3日	メール審議	分光分析専門委員会
第1回 12月4日	メール審議	熱分析専門委員会
第1回 12月8日	メール審議	ESR 専門委員会
第2回 12月19日		X線分析専門委員会
第2回 12月22日- 12月27日		複合表面専門委員会
第4回 1月7日	メール審議	分光分析専門委員会

放射線障害防止委員会

第1回 7月8日	協議事項 メール審議	平成 26 年上期 核燃料物質管理報告書について
第 2 回 1 月 15 日	報告事項	平成 26 年度放射線教育訓練実施報告について
		平成 26 年度特別健康診断実施報告について
		アイソトープ実験施設 β (γ) 線ガスモニタの更新について
		放射線取扱主任者の定期講習について
		表示付認証機器の自主点検結果について
		密封された放射性同位元素 Co57 使用数量および貯蔵能力の変更について
	協議事項	平成 26 年度下期核燃料物質管理報告書について
		放射線取扱主任者について
		その他

◆ 見学者来訪実績

見学者	日時	人数
さいたま市立大宮北高校	6/25	67
埼玉県警察本部刑事部科学捜査研究所	7/28	1
カザブ国立大学	7/29	5
さいたま市立大宮北高校	7/30	44
群馬県立沼田女子高校	8/1	18
民間企業	8/20	6
千葉県立木更津高校	8/22	16
オープンキャンパス	8/28	40
	8/31	9
サイエンススクール	9/28	13
建設工学科関係研究者(ニュージーランド)	10/16	5
文部科学省 講演 「国立大学法人を取り巻く最近の動向について」 および学内視察	10/23	10
テクノカフェ	10/30	40
HiSEP 学生	12/4	25
科学者の芽育成プログラム 親子で科学・土日ジュニアセミナー・先端施設見学	12/6	48
民間企業	1/26	35
民間企業	2/2	1
理科教育研究発表会(高等学校の部)	2/14	29
民間企業	2/17	6
私立前橋育英高校	2/21	8
機能材料工学科関係研究者	3/6	4

◆ 装置講習会

機器名	所属	指導者	受講区分		総計
			学生	教職員	
核磁気共鳴装置(AV300)	各研究室教職員		54	1	62
	センター	藤原 隆司	7		
高感度核磁気共鳴装置(AV400)	センター	藤原 隆司	17	2	19
核磁気共鳴装置(AV500)	各研究室教職員		54	1	62
	センター	藤原 隆司	7		
核磁気共鳴装置(AV500T)	各研究室教職員		28	1	43
	センター	藤原 隆司	7		
		安武 幹雄	7		
電子常磁性共鳴装置	基礎化	矢後 友暁	4		5
	センター	藤原 隆司	1		
Pulse 電子常磁性共鳴装置(Laser)	基礎化	矢後 友暁		1	1
飛行時間型質量分析装置	センター	安武 幹雄	6		12
		新美 智久	5	1	
高分解能磁場型質量分析装置	センター	藤原 隆司	1	1	2
ナノフローLC 質量分析装置	センター	藤原 隆司	5		6
		安武 幹雄	1		
X 線光電子分光装置	機能	斎藤 由明	2		2
複合表面分析装置	その他			15	15
複合熱分析装置	機能	藤森 厚裕	1		9
	センター	安武 幹雄	6		
		徳永 誠	2		
示差熱重量/熱機械分析装置	機能	藤森 厚裕	2		2
走査型プローブ顕微鏡	機能	後閑 伸彦	5	2	8
	その他			1	
高分解能走査型電子顕微鏡	分生	田中 協子	11		15
	機能	柿崎 浩一	1		
	センター	徳永 誠	3		
汎用フーリエ変換赤外分光光度計	センター	藤原 隆司	20	6	26
赤外分光光度計	基礎化	佐藤 大	3		20
	センター	藤原 隆司	16	1	
低温低真空走査型電子顕微鏡	センター	徳永 誠		2	2
超高分解能走査型電子顕微鏡	センター	徳永 誠	1	1	2
透過型電子顕微鏡(120kV)	教育	金子 康子	1	2	3

誘導結合プラズマ発光分析装置	センター	藤原 隆司	1		12
		三田 和義	9	2	
共焦点レーザー顕微鏡	基礎化	吉川 洋史	3	2	19
	分生	藤木 友紀	2		
	生体	森安 裕二	2		
	機能	根本 直人	1		
		石川 良		1	
	センター	畠山 晋	5	3	
CCD型単結晶構造解析装置	基礎化	斎藤 雅一	1		2
	センター	藤原 隆司		1	
卓上型粉末X線回折装置(水平型)	応化	黒川 秀樹	2		20
	センター	藤原 隆司	1		
		安武 幹雄	3	2	
		徳永 誠	9	3	
蛍光X線分析装置	機能	柿崎 浩一	1		7
	センター	徳永 誠	6		
顕微レーザーラマン分光光度計	基礎化	上野 啓司	3		6
	機能	石川 良	3		
高輝度CCD型単結晶構造解析装置	基礎化	斎藤 雅一		1	1
高輝度二次元X線回折装置	機能	柿崎 浩一		1	1
高速粉末X線回折装置(水平型)	機能	柿崎 浩一		2	4
	その他			2	
走査型電子顕微鏡	基礎化	佐藤 大	1		34
	分生	田中 協子	14		
	機能	柿崎 浩一	5		
	センター	道村 真司	3		
		徳永 誠	10	1	
多機能粉末X線回折装置	センター	徳永 誠		1	1
粉末X線回折装置(水平型)	応化	黒川 秀樹	2		53
		柳瀬 郁夫	7		
		搅上 将規	1		
	機能	柿崎 浩一	4		
		神島 謙二	4		
		藤森 厚裕	6		
		本多 善太郎	5		
	センター	安武 幹雄	3		
		徳永 誠	21	1	
総計			416	61	477

H27.3月末日現在

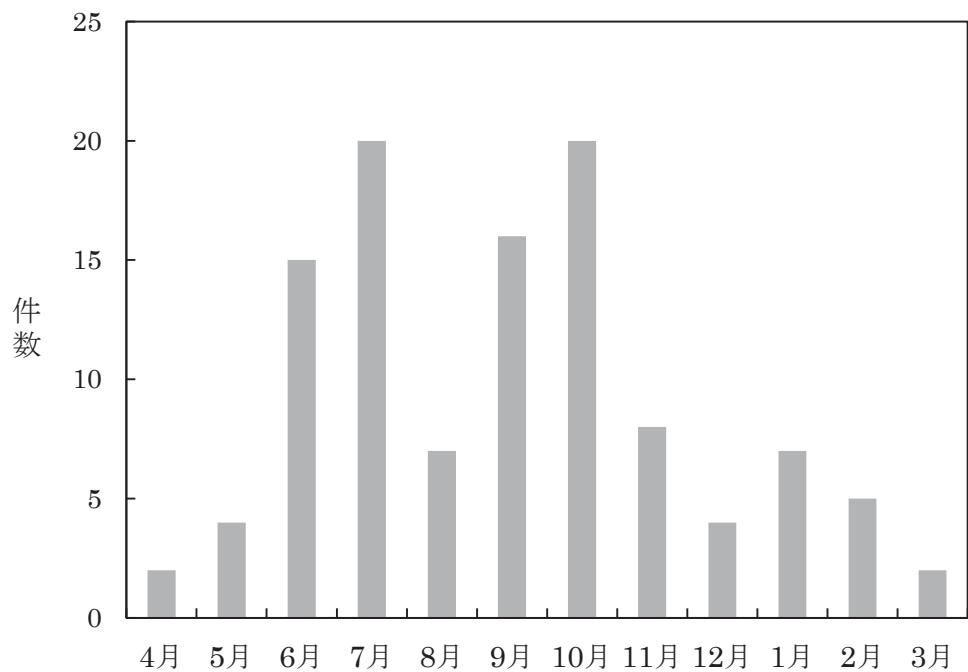
◆ 保守活動

項目	日時	活動内容
核磁気共鳴装置	4/10	液体ヘリウム充填
	7/9	液体ヘリウム充填
	10/9	液体ヘリウム充填
	1/8	液体ヘリウム充填
	3/2	サンプル導入口清掃 エアーコンプレサメンテナンス
	6/11	液体ヘリウム充填
	10/21	液体ヘリウム充填
	3/2	サンプル導入口清掃
	~3	エアーコンプレサメンテナンス クライオプローブメンテナンス
	3/26	液体ヘリウム充填
AVANCE500	4/1	液体ヘリウム充填
	7/2	液体ヘリウム充填
	10/31 ~11/10	クエンチの修理
	3/2	サンプル導入口清掃 エアーコンプレサメンテナンス
		液体ヘリウム充填
	4/1	液体ヘリウム充填
	7/2	液体ヘリウム充填
	10/21	液体ヘリウム充填
	2/5	液体ヘリウム充填
	3/2	サンプル導入口清掃 エアーコンプレサメンテナンス
Pulse 電子常磁性共鳴装置	5/26	内部基板の交換
飛行時間型質量分析装置	4/29	イオン源洗浄
	6/6	イオン源洗浄
	7/11	イオン源洗浄
	8/12	イオン源洗浄
	9/25 ~26	レーザー交換および各部位洗浄
	11/7	イオン源洗浄
	12/5	イオン源洗浄
	12/26	イオン源洗浄
	1/30	イオン源洗浄
	2/27	イオン源洗浄
	3/6	ロータリーポンプオイル交換

四重極 GC 質量分析装置	5/20 ～21	検出器および基盤の交換
	7/28	データー欠損する不具合調査
	11/12	イオン源洗浄
	4/9	イオン源洗浄
	4/28	ロータリーポンプオイル交換
	5/15	GC 部昇温異常対応
	7/2	分解能変更異常対応
高分解能磁場型質量分析装置	9/3	PC 動作不良対応
	9/12	イオン化電流値過電流対応
	11/3	オーバーヒート異常対応
	1/16	イオン源加熱用ヒューズ交換
	3/18	FAB プローブ破損対応
	9/16 ～19	電極洗浄および不良基板の交換
	2/23 ～27	ターボ分子ポンプメンテナンス
ナノフローLC 質量分析装置	7/2	ゲリラ雷雨による停電に伴う点検、調整
	8/11	イオン源洗浄、オイル交換
	12/15	イオン源洗浄
	1/27	吸入圧力調整弁からのガス漏れ修理
蛍光 X 線分析装置	1/30	ネットワークトラブル対応
高輝度二次元X線回折装置（水平型）	4/2	位置合わせ用レーザー ^{および CCD カメラの再設定}
	4/7 ～8	X-ray ビーム照射再設定 ^{および二次元検出器のキャリブレーション}
	9/19	結晶のセンタリング用 CCD カメラ ^{および電源ケーブルの故障、部品交換}
高輝度 CCD 型単結晶構造解析装置	1/22	高圧電源部冷却ファンの交換
	10/29 ～11/6	設置1年目点検
高分解能走査電子顕微鏡	5/7	冷却循環用ポンプ ^{およびロータリーポンプの交換}
低温低真空走査型電子顕微鏡 付属 EDX	7/2	ゲリラ豪雨による停電のため不調 ^{代替検出器の取付}
	11/10	取付調整作業
透過型電子顕微鏡 (200 kV)	2/9 ～12	総合メンテナンス
ウルトラミクロトーム	9/1	駆動ベルト交換作業完了

示差走査熱量分析装置	4/22	密閉用アルミニウムセルの試料漏洩試験
	6/5	測定室(チャンバー)の洗浄
	9/5	補償導線の断線交換
	12/9	ransferチューブ交換
	12/13 ～14	温度校正
	1/15	ネブライザ交換およびメンテナンス
誘導結合プラズマ発光分析装置	7/15	電源ユニット、ノイズフィルター およびスイッチングの交換
汎用フーリエ変換赤外分光光度計	2/6	OS、アプリケーションソフトの 再インストール実施
科学分析支援センター	6/18	各室室外機メンテナンス
	8/19	材料解析室(1)空調機点検 分析電子顕微鏡室冷媒補充
	1/27	分析電子顕微鏡室(2)冷媒漏れ修理
	3/19	教員実験室空調機更新
	5/8	定期検査、貯槽脚部ベース板の塗装
	1/30	1階出入口扉修繕
	3/31	入退室管理端末異常修理
	2/9	水漏対応工事
動物飼育室	7/30	洗浄室洗浄口修理
	11/27	洗浄室水漏れ修理
	8/5	機械室水漏れ修理
	1/19	SPF 室空調機メンテナンス マウス室加湿器シリンダー交換
	1/27	SPF 室加湿器出力変更
	1/29	処置室室外機キャピラリーチューブ交換
アイトープ実験施設	7/31	電磁弁交換
	2/6	給湯器更新
	3/16 ～3/20	β (γ)線ガスモニタ更新
	7/31	液体シンチレーションカウンタ サンプルチェンジャー故障修理

◆ 装置等トラブル対応件数



4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	合計
2	4	15	20	7	16	20	8	4	7	5	2	110

平成 26 年度測定依頼分析実績（学内）

依頼者所属	設備名	件数
教育学部	超薄切片作製	1
理科教育講座	透過型電子顕微鏡 (120kV) H-7500	1
教育学部	超薄切片作製	4
家政教育講座	透過型電子顕微鏡 (120kV) H-7500	4
	高分解能磁場型質量分析装置 JMS-700	1
	飛行時間型質量分析装置 AutoflexIII	2
基礎化学科	誘導結合プラズマ発光分析装置 OPTIMA 5300DV	1
	走査型プローブ顕微鏡 MultiMode 8	10
	高輝度 CCD 型単結晶構造解析装置 SMART APEX II	1
分子生物学科	飛行時間型質量分析装置 AutoflexIII	2
	飛行時間型質量分析装置 AutoflexIII	5
生体制御学科	低温低真空走査型電子顕微鏡 S-3400N + ALTO1000	2
	超薄切片作製	2
	透過型電子顕微鏡 (120kV) H-7500	2
	多機能粉末 X 線回折装置 D8 ADVANCE	2
機械工学科	低温低真空走査型電子顕微鏡 S-3400N + XFlash 5010	6
	顕微レーザーラマン分光光度計 inVia	7
電気電子システム工学科	X 線光電子分光装置 AXIS-NOVA	5
	誘導結合プラズマ発光分析装置 OPTIMA 5300DV	7
	高輝度 CCD 型単結晶構造解析装置 SMART APEX II	1
応用化学科	低温低真空走査型電子顕微鏡 S-3400N + XFlash 4010	5
	低温低真空走査型電子顕微鏡 S-3400N + XFlash 5010	2
	顕微フーリエ変換赤外分光光度計 Hyperion3000	2
	核磁気共鳴装置 AVANCE500T	1
機能材料工学科	飛行時間型質量分析装置 AutoflexIII	2
	示差走査熱量分析装置 DSC 6200	5

	超高分解能走査型電子顕微鏡 S-4800	1
機能材料工学科	透過型電子顕微鏡 (200kV) Tecnai G2	3
	多機能粉末 X 線回折装置 D8 ADVANCE	1
建設工学科	示差走査熱量分析装置 DSC 6200	3
	X 線光電子分光装置 AXIS-NOVA	28
環境共生学科	低温低真空走査型電子顕微鏡 S-3400N + ALTO1000 + XFlash 5010	6
	超薄切片作製	24
	透過型電子顕微鏡 (120kV) H-7500	26
戦略的研究部門	超薄切片作製	27
	透過型電子顕微鏡 (120kV) H-7500	17
連携教員	透過型電子顕微鏡 (120kV) H-7500	1
科学分析支援センター	低温低真空走査型電子顕微鏡 S-3400N + XFlash 4010	3
	多機能粉末 X 線回折装置 D8 ADVANCE	3
	高感度核磁気共鳴装置 AVANCE400 + Cryo	8
	顕微レーザーラマン分光光度計 inVia	6
	総計	240

平成 26 年度測定依頼分析実績 (学外)

設備名	件数
顕微フーリエ変換赤外分光光度計 Hyperion3000	8
高感度核磁気共鳴装置 AVANCE400 + Cryo	3
核磁気共鳴装置 AVANCE500T	4
低温低真空走査型電子顕微鏡 S-3400N + XFlash 5010	4
超高分解能走査型電子顕微鏡 S-4800	3
高輝度 CCD 型単結晶構造解析装置 SMART APEX II	5
超薄切片作製	1
透過型電子顕微鏡 (200kV) Tecnai G2	5
示差熱重量／熱機械分析装置 TG/DTA-FTIR, TMA	2
示差走査熱量分析装置 DSC 6200	1
高輝度二次元 X 線回折装置 D8 DISCOVER	9
有機微量元素分析装置 EA-1112	1
総計	46

平成 26 年度元素依頼分析実績

依頼者所属	性状	件数	合計
基礎化学科	CHNO のみ含有	14	82
	CHNO 以外の元素含有(F なし)	63	
	CHNO 以外の元素含有(F あり)	5	
応用化学科	CHNO のみ含有	11	21
	CHNO 以外の元素含有(F なし)	7	
	CHNO 以外の元素含有(F あり)	3	
機能材料工学科	CHNO のみ含有	7	15
	CHNO 以外の元素含有(F なし)	8	
	CHNO 以外の元素含有(F あり)	0	
環境共生学科	CHNO のみ含有	0	24
	CHNO 以外の元素含有(F なし)	24	
	CHNO 以外の元素含有(F あり)	0	
科学分析支援センター	CHNO のみ含有	2	61
	CHNO 以外の元素含有(F なし)	43	
	CHNO 以外の元素含有(F あり)	16	
その他	CHNO のみ含有	0	1
	CHNO 以外の元素含有(F なし)	1	
	CHNO 以外の元素含有(F あり)	0	
総計	CHNO のみ含有	34	204
	CHNO 以外の元素含有(F なし)	146	
	CHNO 以外の元素含有(F あり)	24	

平成 26 年度機器等利用実績まとめ

装置名	使用 件数	使用 時間	稼働 日数
核磁気共鳴装置 AVANCE300	6043	1789:10	262
高感度核磁気共鳴装置 AVANCE400	2536	1672:00	257
核磁気共鳴装置 AVANCE500	4136	2089:40	221
核磁気共鳴装置 AVANCE500T	2793	2137:05	253
電子常磁性共鳴装置 EMX6/1	29	68:05	26
Pulse 電子常磁性共鳴装置(Laser) ELEXSYS580	11	52:50	9
四重極 GC 質量分析装置 SCION SQ	131	609:30	102
飛行時間型質量分析装置 AutoflexIII	557	364:55	206
高分解能磁場型質量分析装置 JMS700AM	345	504:55	173
液体クロマトグラフ質量分析装置 Mariner	44	37:20	43
ナノフローLC 質量分析装置 NanoFrontier eLD	70	227:45	61
X 線光電子分光装置 AXIS-NOVA	114	1759:05	96
複合熱分析装置 DSC, TG/DTA-FTIR, TMA	186	1069:20	127
示差走査熱量分析装置 DSC 6200	27	176:30	19
示差熱重量／熱機械分析装置 TG/DTA-FTIR, TMA	49	336:30	35
走査型プローブ顕微鏡 MultiMode 8	71	175:05	58
高分解能走査型電子顕微鏡 S-4100	350	864:55	169
走査型電子顕微鏡 S-2400	351	992:00	181
低温低真空走査型電子顕微鏡 S-3400N	64	1122:55	55
超高分解能走査型電子顕微鏡 S-4800	86	198:25	65
透過型電子顕微鏡 (120kV) H-7500	40	232:25	39
透過型電子顕微鏡 (200kV) Technai G2 20	22	202:55	22
共焦点レーザー顕微鏡 FV1000-D	244	527:15	141
誘導結合プラズマ発光分析装置 OPTIMA 5300DV	172	490:20	123
卓上型粉末 X 線回折装置（水平型） D2 PHASER	163	286:45	102
粉末 X 線回折装置（水平型） UltimaⅢ	1589	1807:00	236
蛍光 X 線分析装置 PW2400	58	121:40	48
高輝度二次元 X 線回折装置 D8 DISCOVER	17	183:30	16
多機能粉末 X 線回折装置 D8 ADVANCE	65	703:55	54
高速粉末 X 線回折装置（水平型） D8 ADVANCE ECO	29	300:35	25
CCD 型単結晶構造解析装置 SMART APEX	43	506:50	40
高輝度 CCD 型単結晶構造解析装置 SMART APEX II	194	2420:25	158
顕微レーザーラマン分光光度計 inVia	179	253:00	111
赤外分光光度計 SYSTEM2000	85	98:00	62
汎用フーリエ変換赤外分光光度 TENSOR II	24	41:35	17
顕微フーリエ変換赤外分光光度計 HYPERION 3000	10	29:20	10
超音波顕微鏡 HSAM220	19	38:35	18
微小材料試験機 Tytron250	32	2078:35	27
ウルトラミクロトーム Ultracut N	1	6:00	1
凍結ウルトラミクロトーム UC7/FC7	15	79:30	14
オスミウムコーダー Neoc-STB	1	8:00	1

平成 26 年度アイソトープ実験施設利用実績

利用状況

	4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	総計
入室回数	91	77	111	142	56	85	187	88	188	115	173	188	1,501
時間	35:22	28:44	48:08	63:03	19:48	24:46	71:53	21:55	88:45	56:05	87:25	99:49	645:50

核種別使用量（単位: MBq）

	³ H	¹⁴ C	³² P	³³ P	³⁵ S
年度当初保管数量	547.7	275.1	4.2	0.0	2350
受入等数量	0.0	13.3	50.0	0.0	2220
使用数量	0.0	37.4	51.0	0.0	4190
年度末保管数量	547.7	251.0	3.2	0.0	380

平成 26 年度動物飼育室利用実績

利用実績（入室回数）

	4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	合計
一般飼育室	645	591	591	638	443	424	446	432	469	469	344	339	5831
SPF飼育室	76	80	78	81	78	81	75	66	72	67	59	64	877

使用数

		4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	合計
マウス	C57BL/6J	204	160	112	159	194	183	139	146	227	105	88	95	1812
	BALB/cA	0	5	17	3	8	0	0	4	13	4	4	11	69
	ddY	20	5	17	34	16	13	0	27	3	24	3	0	162
	ICR	0	19	7	0	0	1	19	0	36	23	14	0	119
	grt	54	31	47	25	35	21	25	20	22	11	39	22	352
	小計	278	220	200	221	253	218	183	197	301	167	148	128	2514
ラット	Wistar	121	179	213	163	214	127	278	214	247	242	114	147	2259
	小計	121	179	213	163	214	127	278	214	247	242	114	147	2259
スンクス	Suncus murinus (KAT)	67	38	29	57	49	45	80	43	69	50	35	33	595
	Suncus murinus (BK)	0	1	0	0	0	0	1	0	0	9	7	4	22
	Suncus murinus (NAG)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1
	小計	67	39	29	57	49	45	81	43	69	59	43	37	618

平成 26 年科学分析支援センター機器使用研究業績

教育学部

Akter K, Kato M, Sato Y, Kaneko Y, Takezawa D. Abscisic acid-induced rearrangement of intracellular structures associated with freezing and desiccation stress tolerance in the liverwort *Marchantia polymorpha*. *Journal of Plant Physiology*. Elsevier GmbH; **2014**;171(15):1334–43.

Asaeda T, Senavirathna MDHJ, Kaneko Y, Rashid MH. Effect of calcium and magnesium on the growth and calcite encrustation of *Chara fibrosa*. *Aquatic Botany*. Elsevier B.V.; **2014**;113:100–6.

Duan Z, Homma A, Kobayashi M, Nagata N, Kaneko Y, Fujiki Y, et al. Photoassimilation, Assimilate Translocation and Plasmodesmal Biogenesis in the Source Leaves of *Arabidopsis thaliana* Grown Under an Increased Atmospheric CO₂ Concentration. *Plant and Cell Physiology*. Oxford University Press; **2014**;55(2):358–69.

Hanai M, Sato Y, Miyagi A, Kawai-Yamada M, Tanaka K, Kaneko Y, et al. The effects of dark incubation on cellular metabolism of the wild type cyanobacterium *Synechocystis* sp. PCC 6803 and a mutant lacking the transcriptional regulator cyAbrB2. *Life (Basel, Switzerland)*. MDPI AG; **2014**;4(4):770–87.

Seki Y, Nitta K, Kaneko Y. Observation of polyphosphate bodies and DNA during the cell division cycle of *Synechococcus elongatus*PCC 7942. *Plant Biology (Berlin, Germany)*. Wiley-Blackwell; **2014**;16(1):258–63.

Matsuoka K, Yamashita R, Ichinose M, Kondo M, Yoshimura T. Solubilization of naphthalene and octafluoronaphthalene in ionic hydrocarbon and fluorocarbon surfactants. *Colloids and Surfaces, A: Physicochemical and Engineering Aspects*. Elsevier B.V.; **2014**;456:83–91.

理学部 物理学科

Katano S, Nakagawa H, Matsubayashi K, Uwatoko Y, Soeda H, Tomita T, et al. Anomalous pressure dependence of the superconductivity in noncentrosymmetric LaNiC₂: evidence of strong electronic correlations. *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*. American Physical Society; **2014**;90(22):220508/1–220508/4, 4 pp.

理学部 基礎化学科

Chiba H, Suzuki H, Futamata M. Highly sensitive Raman spectroscopy using a gap mode plasmon under an attenuated total reflection geometry. *Vibrational Spectroscopy*. Elsevier B.V.; **2014**;73:19–23.

Futamata M, Ishikura M, Iida C, Handa S. The critical importance of gap modes in surface enhanced Raman scattering. *Faraday Discussions*. Royal Society of Chemistry; **2014**;Ahead of Print.

Handa S, Suzuki H, Chiba H, Futamata M. Critical importance of a gap mode in surface enhanced raman scattering. *Hyomen Kagaku. Nippon Hyomen Kagakkai*; **2014**;35(7):345–50.

Handa S, Yu Y, Futamata M. Adsorbed state of p-mercaptobenzoic acid on silver nanoparticles. *Vibrational Spectroscopy*. Elsevier B.V.; **2014**;72:128–33.

Suzuki H, Chiba H, Futamata M. Efficient immobilization of silver nanoparticles on metal substrates through various thiol molecules to utilize a gap mode in surface enhanced Raman scattering. *Vibrational Spectroscopy*. Elsevier B.V.; **2014**;72:105–10.

Kuwabara T, Guo JD, Nagase S, Saito M. Diversity of the Structures in a Distannene Complex and its Reduction to Generate a Six-Membered Ti₂Sn₄ Ring Complex. *Angewandte Chemie, International Edition*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA; **2014**;53(2):434–8.

Kuwabara T, Guo J-D, Nagase S, Minoura M, Herber RH, Saito M. Enhancement of stannylene character in stannole dianion equivalents evidenced by NMR and Mossbauer spectroscopy and theoretical studies of newly synthesized silyl-substituted dilithiotannoles. *Organometallics. American Chemical Society*; **2014**;33(11):2910–3.

Kuwabara T, Guo J-D, Nagase S, Sasamori T, Tokitoh N, Saito M. Synthesis, Structures, and Electronic Properties of Triple- and Double-Decker Ruthenocenes Incorporated by a Group 14 Metallole Dianion Ligand. *Journal of the American Chemical Society. American Chemical Society*; **2014**;136(37):13059–64.

Kuwabara T, Ishimura K, Sasamori T, Tokitoh N, Saito M. Facile Synthesis of Dibenzopentalene Dianions and Their Application as New π -Extended Ligands. *Chemistry - A European Journal*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA; **2014**;20(25):7571–5.

Pop L-C, Kurokawa N, Ebata H, Tomizawa K, Tajima T, Ikeda M, et al. Synthesis and structures of monomeric Group 14 triols and their reactivity. *Canadian Journal of Chemistry. NRC Research Press*; **2014**;92(6):542–8.

Saito M, Matsumoto K, Fujita M, Minoura M. Unexpected Dehalogenation Reactions of Dichloroborane Bearing a NCN-Pincer Ligand: Formation of a Borenium Salt. *Heteroatom Chemistry*. John Wiley & Sons, Inc.; **2014**;25(5):354–60.

Sato O, Ando N, Toma T. Preparation of new heptafulvenes and the related compounds derived from 2H-cyclohepta[d]thiazol-2-one and -2-thione. *Heterocycles. Japan Institute of Heterocyclic Chemistry*; **2014**;88(2):1573–9.

Sato O, Nitta A, Yamamoto A. Regioselective nucleophilic substitution of 5-bromo-2-methoxytropone. *Heteroatom Chemistry. John Wiley & Sons, Inc.*; **2014**;25(6):644–50.

Wakasa M, Yago T. Observation of spin dynamics under ultra-high magnetic fields up to 30 T and the analysis of chemical reactions in nano-structured materials. *Oyo Butsuri. Oyo Butsuri Gakkai*; **2014**;83(3):218–21.

Yago T, Ishii Y, Wakasa M. Diffusion and Solvation of Radical Ions in an Ionic Liquid Studied by the MFE Probe. *Journal of Physical Chemistry C. American Chemical Society*; **2014**;118(38):22356–67.

Hasegawa T, Fujita T, Tsukumo Y, Fujihara T, Jingu D, Takahashi A, et al. Investigation of the aroma profile of green tea leaves using organic synthesis and conventional analytical techniques. *Journal of Food Science and Engineering. David Publishing Co.*; **2014**;4(1):10–20.

Hasegawa T, Matsunaga T, Yamada H. Aroma profile of myrrh and its thermal variation. *Journal of Chemistry and Chemical Engineering. David Publishing Co.*; **2014**;8(2):112–7.

Hasegawa T, Seimiya H, Fujihara T, Fujiwara N, Yamada H. Aroma profile of star anise and the structure-odor relationship of anethole. *Natural Product Communications. Natural Product Inc.*; **2014**;9(2):251–6.

Ishii A, Aoki Y, Nakata N. Synthesis of 4-Chalcogeno-1-aza-1,3-butadiene Derivatives by Intramolecular Cyano-Diels-Alder Reaction and Borane-Coordination-Induced Fluorescence Enhancement. *Journal of Organic Chemistry. American Chemical Society*; **2014**;79(17):7960–9.

Ishii A, Kobayashi S, Aoki Y, Annaka T, Nakata N. Thiophene-fused 3-Methylene-2,3-dihydrochalcogenophenes: Fluorescent dyes incorporated in a rigid dibenzobarrelene skeleton. *Heteroatom Chemistry. John Wiley & Sons, Inc.*; **2014**;25(6):658–73.

Kamon H, Aoki Y, Nakata N, Ishii A. Characterization and phenylacetylene-assisted cyclometalation of an isolable hydrido-selenolato Pt(II) complex having phosphite ligands, cis-[PtH(SeTrip){P(OPh)₃}₂]. *Bulletin of the Chemical Society of Japan. Chemical Society of Japan*; **2014**;87(2):274–82.

Nakata N, Saito Y, Ishii A. Neutral Methyl and Cationic Aluminum Complexes Supported by a trans-1,2-CyclooctanediyI-Bridged [OSO]-Type Bis(phenolato) Ligand: Synthesis, Structures, and Use in Catalysis for Propylene Oxide Polymerization. *Organometallics. American Chemical Society*; **2014**;33(7):1840–4.

Nakata N, Saito Y, Watanabe T, Ishii A. Completely Isospecific Polymerization of 1-Hexene Catalyzed by Hafnium(IV) Dichloro Complex Incorporating with an [OSO]-type Bis(phenolate) Ligand. *Topics in Catalysis*. Springer; 2014;57(10-13):918–22.

Nakata N, Yamaguchi Y, Ishii A. Reactions of Bis(dibenzobarrelenyl) Dichalcogenides with a Palladium(0) Complex: Unexpected Formations of Mononuclear Chalcogenide(dichalcogenolato)palladium(II) Complexes and Dichalcogenahexacyclo Compounds. *European Journal of Inorganic Chemistry*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA; 2014;2014(30):5177–84.

Ishii A, Kobayashi S, Aoki Y, Annaka T, Nakata N. Thiophene-fused 3-Methylene-2,3-dihydrochalcogenophenes: Fluorescent dyes incorporated in a rigid dibenzobarrelenone skeleton. *Heteroatom Chemistry*. John Wiley & Sons, Inc.; 2014;25(6):658–73.

Kamon H, Aoki Y, Nakata N, Ishii A. Characterization and phenylacetylene-assisted cyclometalation of an isolable hydrido-selenolato Pt(II) complex having phosphite ligands, *cis*-[PtH(SeTrip){P(OPh)₃}₂]. *Bulletin of the Chemical Society of Japan. Chemical Society of Japan*; 2014;87(2):274–82.

Matsuzaki T, Sasaki G, Suganuma M, Watanabe T, Yamazaki T, Tanaka M, et al. High Contrast Visualization of Cell-Hydrogel Contact by Advanced Interferometric Optical Microscopy. *Journal of Physical Chemistry Letters*. American Chemical Society; 2014;5(1):253–7.

Hiate T, Miyauchi N, Liu Q, Ishikawa R, Ueno K, Shirai H. Real-time measurement of optical anisotropy during film growth using a chemical mist deposition of poly(3,4-ethylenedioxythiophene)-poly(styrenesulfonate). *Journal of Applied Physics (Melville, NY, United States)*. American Institute of Physics; 2014;115(12):123514/1–123514/6.

Lin Y-F, Xu Y, Wang S-T, Li S-L, Yamamoto M, Aparecido-Ferreira A, et al. Ambipolar MoTe₂ Transistors and Their Applications in Logic Circuits. *Advanced Materials (Weinheim, Germany)*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA; 2014;26(20):3263–9.

理学部 分子生物学科

Shimoda R, Okabe K, Kotake T, Matsuoka K, Koyama T, Tryfona T, et al. Enzymatic fragmentation of carbohydrate moieties of radish arabinogalactan-protein and elucidation of the structures. *Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry*. Taylor & Francis Ltd.; 2014;78(5):818–31.

Duan Z, Homma A, Kobayashi M, Nagata N, Kaneko Y, Fujiki Y, et al. Photoassimilation, Assimilate Translocation and Plasmodesmal Biogenesis in the Source Leaves of *Arabidopsis thaliana* Grown Under an Increased Atmospheric CO₂ Concentration. *Plant and Cell Physiology*. Oxford University Press; 2014;55(2):358–69.

Hanai M, Sato Y, Miyagi A, Kawai-Yamada M, Tanaka K, Kaneko Y, et al. The effects of dark incubation on cellular metabolism of the wild type cyanobacterium *Synechocystis* sp. PCC 6803 and a mutant lacking the transcriptional regulator cyAbrB2. *Life (Basel, Switzerland)*. MDPI AG; **2014**;4(4):770–87.

Nishiyama Y, Murata N. Revised scheme for the mechanism of photoinhibition and its application to enhance the abiotic stress tolerance of the photosynthetic machinery. *Applied Microbiology and Biotechnology*. Springer; **2014**;98(21):8777–96.

理学部 生体制御学科

Hoshino S, Kurotani R, Miyano Y, Sakahara S, Koike K, Maruyama M, et al. Macrophage colony-stimulating factor induces prolactin expression in rat pituitary gland. *Zoological Science. Zoological Society of Japan*; **2014**;31(6):390–7.

Yuki Miyano, Shigeyuki Tahara, Ichiro Sakata, Takafumi Sakai, Hiroyuki Abe, Shioko imura, Reiko Kurotani. Regulation of LH/FSH expression by secretoglobin 3A2 in the mouse pituitary gland. *Cell Tissue Res*; **2014**;356(1):253-60.

Sharma H, Ohtani F, Kumari P, Diwan D, Ohara N, Kobayashi T, et al. Familial clustering of mice consistent to known pedigrees enabled by the genome profiling (GP) method. *Biophysics (Biophysical Society of Japan). Biophysical Society of Japan*; **2014**;10:55–62.

Uchida K, Taguchi Y, Sato C, Miyazaki H, Kobayashi K, Kobayashi T, et al. Amelioration of improper differentiation of somatostatin-positive interneurons by triiodothyronine in a growth-retarded hypothyroid mouse strain. *Neuroscience Letters. Elsevier Ireland Ltd.*; **2014**;559:111–6.

Akter K, Kato M, Sato Y, Kaneko Y, Takezawa D. Abscisic acid-induced rearrangement of intracellular structures associated with freezing and desiccation stress tolerance in the liverwort *Marchantia polymorpha*. *Journal of Plant Physiology. Elsevier GmbH*; **2014**;171(15):1334–43.

Kanaya M, Tsuda MC, Sagoshi S, Nagata K, Morimoto C, Thu CKT, et al. Regional difference in sex steroid action on formation of morphological sex differences in the anteroventral periventricular nucleus and principal nucleus of the bed nucleus of the stria terminalis. *PLoS One. Public Library of Science*; **2014**;9(11):e112616/1–e112616/10, 10 pp.

工学部 電気電子システム工学科

Hijikata Y, Akasaka Y, Yagi S, Yaguchi H. Si emission into the oxide layer during oxidation of silicon carbide. *Materials Science Forum. Trans Tech Publications Ltd.*; **2014**;778-780(Silicon Carbide and Related Materials 2013):553–556, 5 pp.

工学部 應用化学科

Kinoshita H, Hirai N, Miura K. Diisobutylaluminum Hydride Promoted Cyclization of o-(Trimethylsilyl ethynyl)styrenes to Indenes. *Journal of Organic Chemistry. American Chemical Society*; **2014**;79(17):8171–81.

Kinoshita H, Tohjima T, Miura K. Hydroalumination-Triggered Cyclization of Silylated 1,3-Dien-5-yneS to Polysubstituted Benzenes. *Organic Letters. American Chemical Society*; **2014**;16(18):4762–5.

Hirose T, Takai H, Watabe M, Minamikawa H, Tachikawa T, Kodama K, et al. Effect of alkoxy terminal chain length on mesomorphism of 1,6-disubstituted pyrene-based hexacatenar liquid crystals: columnar phase control. *Tetrahedron. Elsevier Ltd.*; **2014**;70(34):5100–8.

Kinoshita H, Hirai N, Miura K. Diisobutylaluminum Hydride Promoted Cyclization of o-(Trimethylsilyl ethynyl)styrenes to Indenes. *Journal of Organic Chemistry. American Chemical Society*; **2014**;79(17):8171–81.

Kairbekov ZK, Masuda N, Ohshima M, Myltykbaeva ZK, Kairbayeva N, Yemilyanova VS, et al. Preliminary analysis of oil shale obtained from Kalynkara in Kazakhstan. *Journal of the Japan Petroleum Institute. Japan Petroleum Institute*; **2014**;57(4):192–5.

Kurokawa H, Hayasaka M, Yamamoto K, Sakuragi T, Ohshima M, Miura H. Self-assembled heterogeneous late transition-metal catalysts for ethylene polymerization; New approach to simple preparation of iron and nickel complexes immobilized in clay mineral interlayer. *Catalysis Communications. Elsevier B.V.*; **2014**;47:13–7.

Kurokawa H, Ishikawa S, Yamamoto K, Sakuragi T, Ohshima M, Miura H. Ethylene oligomerization using bis(imino)pyridinecobalt(II) complexes immobilized in fluorotetrasilicic mica interlayer as heterogeneous catalysts. *Chemistry Letters. Chemical Society of Japan*; **2014**;43(8):1365–7.

Kurokawa H, Ogawa R, Yamamoto K, Sakuragi T, Ohshima M, Miura H. Nickel(II) complex bearing fluorine-substituted α -diimine ligand immobilized in fluorotetrasilicic mica interlayer as heterogeneous catalysts for ethylene oligomerization. *Journal of the Japan Petroleum Institute. Japan Petroleum Institute*; **2014**;57(3):146–54.

Nagashima S, Furukawa S, Kamiguchi S, Kajio R, Nagashima H, Yamaguchi A, et al. Catalytic Activity of Molecular Rhenium Sulfide Clusters [Re₆S₈(OH)_{6-n}(H₂O)_n]_(4-n) (n = 0, 2, 4, 6) with Retention of the Octahedral Metal Frameworks: Dehydrogenation and Dehydration of 1,4-Butanediol. *Journal of Cluster Science. Springer*; **2014**;25(5):1203–24.

Gonda M, Ohshima M, Kurokawa H, Miura H. Toluene hydrogenation over Pd and Pt catalysts as a model hydrogen storage process using low grade hydrogen containing catalyst inhibitors. *International Journal of Hydrogen Energy. Elsevier Ltd.*; **2014**;39(29):16339–46.

Hirose T, Takai H, Watabe M, Minamikawa H, Tachikawa T, Kodama K, et al. Effect of alkoxy terminal chain length on mesomorphism of 1,6-disubstituted pyrene-based hexacatenar liquid crystals: columnar phase control. *Tetrahedron. Elsevier Ltd.*; **2014**;70(34):5100–8.

Kodama K, Hayashi N, Fujita M, Hirose T. Direct enantioseparation of 1-(2-hydroxyphenyl) ethylamines via diastereomeric salt formation: chiral recognition mechanism based on the crystal structure. *RSC Advances. Royal Society of Chemistry*; **2014**;4(49):25609–15.

Kodama K, Kurozumi N, Shitara H, Hirose T. Solvent-induced dual chirality switching in the optical resolution of tropic acid via diastereomeric salt formation with (1R,2S)-2-amino-1,2-diphenylethanol. *Tetrahedron. Elsevier Ltd.*; **2014**;70(43):7923–8.

Kodama K, Shitara H, Hirose T. Chirality Switching in Optical Resolution of Mandelic Acid in C1-C4 Alcohols: Elucidation of Solvent Effects Based on X-ray Crystal Structures of Diastereomeric Salts. *Crystal Growth & Design. American Chemical Society*; **2014**;14(7):3549–56.

Wang L, Lin L, Zhang G, Kodama K, Yasutake M, Hirose T. Synthesis of cyclic carbonates from CO₂ and epoxides catalyzed by low loadings of benzyl bromide/DMF at ambient pressure. *Chemical Communications (Cambridge, United Kingdom). Royal Society of Chemistry*; **2014**;50(94):14813–6.

工学部 機能材料工学科

Hiate T, Miyauchi N, Liu Q, Ishikawa R, Ueno K, Shirai H. Real-time measurement of optical anisotropy during film growth using a chemical mist deposition of poly(3,4-ethylenedioxythiophene):poly(styrenesulfonate). *Journal of Applied Physics (Melville, NY, United States). American Institute of Physics*; **2014**;115(12):123514/1–123514/6.

Khatri I, Hoshino A, Watanabe F, Liu Q, Ishikawa R, Ueno K, et al. Self-assembled silver nanowires as top electrode for poly(3,4-ethylenedioxythiophene):poly(styrenesulfonate)/n-silicon solar cell. *Thin Solid Films. Elsevier B.V.*; **2014**;558:306–10.

Ishimaru Y, Iseya T, Akiyama S, Kamata N, Fukuda T. Effects of Substituents on the Size of Water-Dispersible Phthalocyanine Colloids Synthesized by Reprecipitation. *Molecular Crystals and Liquid Crystals. Taylor & Francis, Inc.*; **2014**;592(1):218–28.

Ishimaru Y, Shiba H, Fujihara T. Crystal structure of bis[pentafluorophenyl[24]dithahexaphyrin(1.0.0.1.0.0)]. *X-Ray Structure Analysis Online. Japan Society for Analytical Chemistry*; **2014**;30(7):33–34, 2 pp.

Ishimaru Y, Shimoyama N, Fujihara T. Synthesis and crystal structure of bis[24]dithahexaphyrin(1.0.0.1.0.0). *X-Ray Structure Analysis Online [Internet]. Japan Society for Analytical Chemistry*; **2014**;30(6):29–30, 2 pp.

Isihimaru Y, Kojo Y, Masuda T, Saito S, Yue Y, Fujisaki Y. Design on head-to-tail directly linked homogeneous and heterogeneous cyclodextrin dimers and their evaluation of hydrophobic cavity. *Tetrahedron Letters*. Elsevier Ltd.; **2014**;55(15):2438–41.

Shinohara K, Yamashita M, Uchida W, Okabe C, Oshima S, Sugino M, et al. Preparation of polypseudorotaxanes composed of cyclodextrin and polymers in microspheres. *Chemical & Pharmaceutical Bulletin. Pharmaceutical Society of Japan*; **2014**;62(10):962–6.

Ishimaru Y, Iseya T, Chen C, Fukuda T, Kamata N. Phthalocyanine Nano Colloids in Water Prepared by Reprecipitation Method. *Transactions of the Materials Research Society of Japan*. **2014**;39(1):71–4.

石丸雄大, 野村豊, “ β -シクロデキストリン誘導体による有機イオン取り込み挙動解析—イオン交換における超分子—”, 日本イオン交換学会誌, 25(2), 31–6. (2014)

Hatano K, Matsubara T, Muramatsu Y, Ezure M, Koyama T, Matsuoka K, et al. Synthesis and Influenza Virus Inhibitory Activities of Carbosilane Dendrimers Peripherally Functionalized with Hemagglutinin-Binding Peptide. *Journal of Medicinal Chemistry. American Chemical Society*; **2014**;57(20):8332–9.

Matsuoka K, Kurita A, Koyama T, Hatano K. Use of chloromethylstyrene as a supporter for convenient preparation of carbohydrate monomer and glycopolymers. *Carbohydrate Polymers*. Elsevier Ltd.; **2014**;107:209–13.

Shimoda R, Okabe K, Kotake T, Matsuoka K, Koyama T, Tryfona T, et al. Enzymatic fragmentation of carbohydrate moieties of radish arabinogalactan-protein and elucidation of the structures. *Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry. Taylor & Francis Ltd.*; **2014**;78(5):818–31.

Tsuruta T, Koyama T, Yasutake M, Hatano K, Matsuoka K. Synthesis of chiral dopants based on carbohydrates. *Carbohydrate Research*. Elsevier Ltd.; **2014**;393:15–22.

Honda Z, Sato K, Hagiwara M, Kida T, Sakai M, Fukuda T, et al. Room temperature ferromagnetism in a phthalocyanine based carbon material. *Journal of Applied Physics (Melville, NY, United States). American Institute of Physics*; **2014**;115(5):054306/1–054306/4.

Ishimaru Y, Iseya T, Akiyama S, Kamata N, Fukuda T. Effects of Substituents on the Size of Water-Dispersible Phthalocyanine Colloids Synthesized by Reprecipitation. *Molecular Crystals and Liquid Crystals. Taylor & Francis, Inc.*; **2014**;592(1):218–28.

Liao Y, Fukuda T, Kamata N, Tokunaga M. Diameter control of ultrathin zinc oxide nanofibers synthesized by electrospinning. *Nanoscale Research Letters. Springer*; **2014**;9(1):1–6.

Hatano K, Matsubara T, Muramatsu Y, Ezure M, Koyama T, Matsuoka K, et al. Synthesis and Influenza Virus Inhibitory Activities of Carbosilane Dendrimers Peripherally Functionalized with Hemagglutinin-Binding Peptide. *Journal of Medicinal Chemistry. American Chemical Society*; **2014**;57(20):8332–9.

Arai S, Fujimori A. Ultimate physical characterization of biocomposites constituted by enzymes on template of organized molecular films of organo-modified aluminosilicate with high surface coverage. *Sen'i Gakkaishi. Sen'i Gakkai*; **2014**;70(6):109–13.

Fujimori A, Arai S, Soutome Y, Hashimoto M. Improvement of thermal stability of enzyme via immobilization on Langmuir-Blodgett films of organo-modified aluminosilicate with high coverage. *Colloids and Surfaces, A: Physicochemical and Engineering Aspects. Elsevier B.V.*; **2014**;448:45–52.

Fujimori A, Honda N, Iwashita H, Kaneko Y, Arai S, Sumita M, et al. Formation and structure of fine multi-particle layered organo-modified zirconium dioxides fabricated by Langmuir-Blodgett technique. *Colloids and Surfaces, A: Physicochemical and Engineering Aspects. Elsevier B.V.*; **2014**;446:109–17.

Fujimori A, Kaneko Y, Kikkawa T, Chiba S, Shibasaki Y. Fabrication and structure of “polymer nanosphere multilayered organization”. *Journal of Colloid and Interface Science. Elsevier B.V.*; **2014**;418:338–49.

Fujimori A, Taguchi M, Arai S. Formation of aggregates of DNA molecules chemisorbed on the organized films of comb copolymers containing s-triazine. *Colloids and Surfaces, A: Physicochemical and Engineering Aspects. Elsevier B.V.*; **2014**;443:432–8.

Kaneko Y, Kikkawa T, Fujimori A. Transition of Morphology between Nanosheet and Nanosphere of Ternary Comb Copolymers with Hydrophobic Carbazole Ring Induced by Changes in Surface Pressure. *Global J. Sci. Fron. Res.*; **2014**;14(1-B):1-5

Hashimoto M, Meng Q, Honda S, Tezuka Y, Yamamoto T, Fujimori A. Dependency of the Molecular "Shape" on Surface Morphology of Organized Molecular Films of Cyclic and Linear Block Copolymer of Polyethylene Oxide – Butyl Acrylate. *Trans. Mat. Res. Soc. Jpn.*; **2014**;39(1):83-86

Meng Q, Hashimoto M, Honda S, Tezuka Y, Yamamoto T, Fujimori A. Molecular Arrangement of Organized Molecular Films of Linear and Cyclic Amphiphilic Block Copolymers with Different Shapes. *Trans. Mat. Res. Soc. Jpn.*; **2014**;39(1):79-82

Arai S, Bt Che Azmi SA, Kubota M, Kurosaka K, Fujimori A. Extreme Physical Property of the Enzyme Layered Organization. –The Functional Innovation by Using a Template of Layered Organization of Heat-Resistant and Low-Defect Organic / Inorganic Two-Dimensional Nano-Hybrid-. *Trans. Mat. Res. Soc. Jpn.*; **2014**;39(1):87-90

Honda N, Hashimoto K, Shibata H, Fujimori A. Formation and Structure of Single Particle Layer Induced to Construction of New Type Two-dimensional Organic / Inorganic Nanohybrids. *Trans. Mat. Res. Soc. Jpn.*; **2014**;39(1):91-94

Bt Che Azmi SA, Arai S, Kubota M, Kurosaka K, Fujimori A. Nanostructural Control of Luciferase Chemisorbed on the Interfacial Monolayer of Organo-modified Aluminosilicate as a Template. *Trans. Mat. Res. Soc. Jpn.*; **2014**;39(1):95-98

Kikkawa T, Kaneko Y, Fujimori A. Elucidation of Internal Fine Structure of "Polymer Nanosphere" in the Interfacial Particle Film. *Trans. Mat. Res. Soc. Jpn.*; **2014**;39(2):133-136

Taguchi M, Fujimori A. Morphological Control for Aggregates of DNA Molecules Chemisorbed on the Organized Films of Ternary Comb Copolymers Containing *s*-Triazine Rings. *Trans. Mat. Res. Soc. Jpn.*; **2014**;39(2):141-144

Soutome Y, Kanehira T, Arai S, Kubota M, Kurosaka K, Fujimori A. Study on Crystalline Transparent Films of Perfluorinated Copolymer / Heat-resistant Organo-aluminosilicate Nano-composite. *Trans. Mat. Res. Soc. Jpn.*; **2014**;39(2):189-192

Kanehira T, Soutome Y, Honda N, Akasaka S, Fujimori A. Mono—"particle"Dispersion of Organo-modified Nanodiamond in Fluoropolymer Matrix of Crystalline Transparent Films of Semifluorinated Polymer / Filler Nanocomposite. *Trans. Mat. Res. Soc. Jpn.*; **2014**;39(2):231-234

Kikkawa T, Arai S, Hashimoto M, Fujimori A. Material Innovation of Organo-aluminosilicate —Development of Heat-resistant Powder with High Coverage, and Organized Film with High Regularity—. *Trans. Mat. Res. Soc. Jpn.*; **2014**;39(2):243-246

Kamishima K, Noshiro T, Awata R, Kakizaki K, Fujimori A, Sakai M, Watanabe K. Simple Process Synthesis and Magnetoresistance of BaTiO₃-Fe₃O₄ Ceramic Composite. *Proceedings of the 12th Asia Pacific Physics Conference, JPS Conf. Proc.*; **2014**; 012007-1-012007-4

Honda N, Fujimori A. Formation and Structure of Fine Multi-particle Layered Organo-modified Inorganic Nanoparticle Fabricated by Langmuir-Blodgett Technique. *Annual Report, The 120th Committee, Japan Society for the Promotion of Science*; **2014**;65:68-71

Hiate T, Miyauchi N, Liu Q, Ishikawa R, Ueno K, Shirai H. Real-time measurement of optical anisotropy during film growth using a chemical mist deposition of poly(3,4-ethylenedioxythiophene):poly(styrenesulfonate). *Journal of Applied Physics (Melville, NY, United States). American Institute of Physics*; **2014**;115(12):123514/1–123514/6.

Khatri I, Hoshino A, Watanabe F, Liu Q, Ishikawa R, Ueno K, et al. Self-assembled silver nanowires as top electrode for poly(3,4-ethylenedioxythiophene):poly(styrenesulfonate)/n-silicon solar cell. *Thin Solid Films. Elsevier B.V.*; **2014**;558:306–10.

Fukuda T, Funaki N, Kurabayashi T, Suzuki M, Yoon DH, Nakahara A, et al. Real-time monitoring of chemical reaction in microdroplet using fluorescence spectroscopy. *Sensors and Actuators, B: Chemical*. Elsevier B.V.; **2014**;203:536–42.

Fukuda T, Suzuki A, Liao Y, Suzuki K. Influence of spray conditions on droplet charge per unit volume for electrospray deposition. *Journal of Aerosol Science*. Elsevier Ltd.; **2014**;77:38–49.

Honda Z, Sato K, Hagiwara M, Kida T, Sakai M, Fukuda T, et al. Room temperature ferromagnetism in a phthalocyanine based carbon material. *Journal of Applied Physics (Melville, NY, United States)*. American Institute of Physics; **2014**;115(5):054306/1–054306/4.

Ishimaru Y, Iseya T, Akiyama S, Kamata N, Fukuda T. Effects of Substituents on the Size of Water-Dispersible Phthalocyanine Colloids Synthesized by Reprecipitation. *Molecular Crystals and Liquid Crystals*. Taylor & Francis, Inc.; **2014**;592(1):218–28.

Liao Y, Fukuda T, Kamata N, Tokunaga M. Diameter control of ultrathin zinc oxide nanofibers synthesized by electrospinning. *Nanoscale Research Letters*. Springer; **2014**;9(1):1–6.

Suzuki K, Fukuda T, Liao Y. Electrosprayed molybdenum trioxide aqueous solution and its application in organic photovoltaic cells. *PLoS One. Public Library of Science*; **2014**;9(8):e106012/1–e106012/8, 8 pp.

工学部 環境共生学科

Wang Q, Chen Q, Qiao Q, Sugiyama K. Process analysis of the waste bamboo by using polyethylene glycol solvent liquefaction. *International Journal of Sustainable Development and Planning*; **2014**;Vol. 9(5):647–657.

Wang Q, Mitsumura N, Chen Q, Sarkar A, Kurokawa H, Sekiguchi K, Sugiyama K. Investigation of condensation reaction during phenol liquefaction of waste woody materials. *International Journal of Sustainable Development and Planning*; **2014**;Vol. 9(5):658–668.

Wang Q, Endo T, Aparu P, Kurogawa H. Study on biomass tar reduction by ash and fluidizing medium in a heterogeneous reaction. *International Journal of Sustainable Development and Planning*; **2014**;Vol. 9(5):669–679.

Wang Q, Apaer P, Kurokawa H, Sugiyama K. Reactivity for pyrolysis and CO₂ gasification of alkali metal loaded waste wood char. *International Journal of Sustainable Development and Planning*; **2014**;Vol. 9(5):680–691.

Wang Q, Niida H, Liu C, Kurokawa H, Sarkar A, Sekiguchi K, Sugiyama K. Oil aggregated behavior for coal recovery and combustion characteristics of their aggregates from different grade coals. *International Journal of Sustainable Development and Planning*; **2014**;Vol. 9(5):692–704.

Wang Q, Aparu P, Kurogawa H, Sugiyama K. Recovery briquetting technologies of waste biomass and pyrolyzed waste char produced from solid industrial and agricultural organic wastes. *International Journal of Sustainable Development and Planning*; **2014**; Vol. 9(5):705–716.

Wang Q, Itoh S, Lu S. Reduction of fine particles exhausted from small-size combustor using agricultural waste residue by controlling burning temperatures. *International Journal of Sustainable Development and Planning*; **2014**; Vol. 9(5):717–726.

Wang Q, Chen Q, Mitsumura N, Animesh S. Behavior of cellulose liquefaction after pretreatment using ionic liquids with water mixtures. *Journal of Applied Polymer Science*. John Wiley & Sons, Inc.; **2014**; 131(11):40255/1–40255/8.

Wang Q, Chen Q, Niida H, Mitsumura N, Endo T. Effect of water content on crystalline structure of ionic liquids mixture pretreated microcrystalline cellulose (MCC). *Materials Sciences and Applications*; **2014**; Vol. 5:183-192.

王青躍、ゴン秀民、董詩洋、関口和彦、鈴木美穂、中島大介、三輪 誠、”花粉飛散時における環境汚染物質の影響とアレルゲン物質の放出挙動(Effects of environmental pollutants on airborne pollen grains and the behavior of release allergenic species)”, エアロゾル研究(Earozoru Kenkyu), 29(S1), 197-206. (**2014**)

Wang Q, Nakamura S, Gong X, Suzuki M., Lu S, Nakajima D, Sekiguchi K, Miwa M. Release behaviour of Cryptomeria Japonica pollen allergenic Cry j 1 and Cry j 2 in rainwater containing air Pollutants. *International Journal of Sustainable Development and Planning*; **2014**; Vol. 9(1):42-53

Wang Q, Chen Q. Application of ionic liquid and watermixture in cellulose solvent liquefaction as pretreatment step. *Biomass Chemical Engineering* (中国科学院・学術誌); **2014**; Vol. 48(1):1-8.

情報メディア基盤センター

Hijikata Y, Akasaka Y, Yagi S, Yaguchi H. Si emission into the oxide layer during oxidation of silicon carbide. *Materials Science Forum. Trans Tech Publications Ltd.*; **2014**; 778-780(Silicon Carbide and Related Materials 2013):553–556, 5 pp.

科学分析支援センター

Hasegawa T, Fujita T, Tsukumo Y, Fujihara T, Jingu D, Takahashi A, et al. Investigation of the aroma profile of green tea leaves using organic synthesis and conventional analytical techniques. *Journal of Food Science and Engineering*. David Publishing Co.; **2014**; 4(1):10–20.

Hasegawa T, Seimiya H, Fujihara T, Fujiwara N, Yamada H. Aroma profile of star anise and the structure-odor relationship of anethole. *Natural Product Communications*. Natural Product Inc.; **2014**; 9(2):251–6.

Ishimaru Y, Shiba H, Fujihara T. Crystal structure of bis[pentafluorophenyl[24]dithahexaphyrin(1.0.0.1.0.0)]. *X-Ray Structure Analysis Online*. Japan Society for Analytical Chemistry; **2014**;30(7):33–34, 2 pp.

Ishimaru Y, Shimoyama N, Fujihara T. Synthesis and crystal structure of bis[24]dithahexaphyrin(1.0.0.1.0.0). *X-Ray Structure Analysis Online [Internet]*. Japan Society for Analytical Chemistry; **2014**;30(6):29–30, 2 pp.

Ohno K, Fujihara T, Nagasawa A. Formation of boron, nickel(II) and iridium(III) complexes with an azophenine derivative: Isomerization, delocalization and extension of the π -conjugated system on coordination. *Polyhedron*. Elsevier Ltd.; **2014**;81:715–22.

Ohno K, Sugaya T, Kato M, Matsumoto N, Fukano R, Ogino Y, Fujihara T, et al. Lattice Water-Induced Helical Stacking of Tartrate-Bridged Dinuclear Palladium(II) Complexes: The Role of Hydrogen Bonding. *Crystal Growth & Design*. American Chemical Society; **2014**;14(8):3675–9.

Hirose T, Takai H, Watabe M, Minamikawa H, Tachikawa T, Kodama K, Yasutake M. Effect of alkoxy terminal chain length on mesomorphism of 1,6-disubstituted pyrene-based hexacatenar liquid crystals: columnar phase control. *Tetrahedron*. Elsevier Ltd.; **2014**;70(34):5100–8.

Tsuruta T, Koyama T, Yasutake M, Hatano K, Matsuoka K. Synthesis of chiral dopants based on carbohydrates. *Carbohydrate Research*. Elsevier Ltd.; **2014**;393:15–22.

Wang L, Lin L, Zhang G, Kodama K, Yasutake M, Hirose T. Synthesis of cyclic carbonates from CO₂ and epoxides catalyzed by low loadings of benzyl bromide/DMF at ambient pressure. *Chemical Communications (Cambridge, United Kingdom)*. Royal Society of Chemistry; **2014**;50(94):14813–6.

編集後記

2014年度、多くの皆様のご尽力により、当センターでは、FT-IRと汎用走査型電子顕微鏡を更新し、新に汎用型X線回折装置を導入し、化学・材料系の設備充実を図ることが出来ました。今回の機器の更新と新機種の導入により、埼玉大学の研究力強化に当センターがさらに貢献できることを願ってやみません。

この編集後記を書いております2014年を振り返って、震災から3年が経とうとしていますが、未だに震災の影響が政治、経済面、環境面に現われはじめ非常に不安定で激動の年だと実感します。そう考えると今後も概算要求での機器の導入は難しいのかと考えさせられます。その一方、「LED」の開発による日本人のノーベル物理学賞の受賞や「富岡製糸場」の世界遺産の登録と世界的に日本の科学力をアピールした年だったと思います。今後も大学は、研究力とともに教育力の強化を果たすため、大学教育のあり方を今一度問い合わせべきと痛切に感じた次第であります。

末筆となり大変恐縮ですが、本号でも多くの方々に、快く依頼に応じご寄稿いただきました。深くお礼申し上げるとともに、ますますのご健康とご発展をお祈りします。また、本機関誌発刊に当たり、レイアウト・編集作業、さらに印刷業者との連絡などは、新美智久技師および田倉章皓技術補佐員に引き受けさせていただきました。深く感謝いたします。

(文責 安武 幹雄)

CACS FORUM
埼玉大学研究機構 科学分析支援センター機関誌
No. 6 2015. 12

発行者 埼玉大学研究機構 科学分析支援センター
さいたま市桜区下大久保 255
URL <http://www.mlsrc.saitama-u.ac.jp/>
TEL 048(858)3670 (ダイヤルイン)
FAX 048(858)3707
印刷所 文進堂印刷株式会社
さいたま市岩槻区仲町 1-10-13



科学分析支援センター