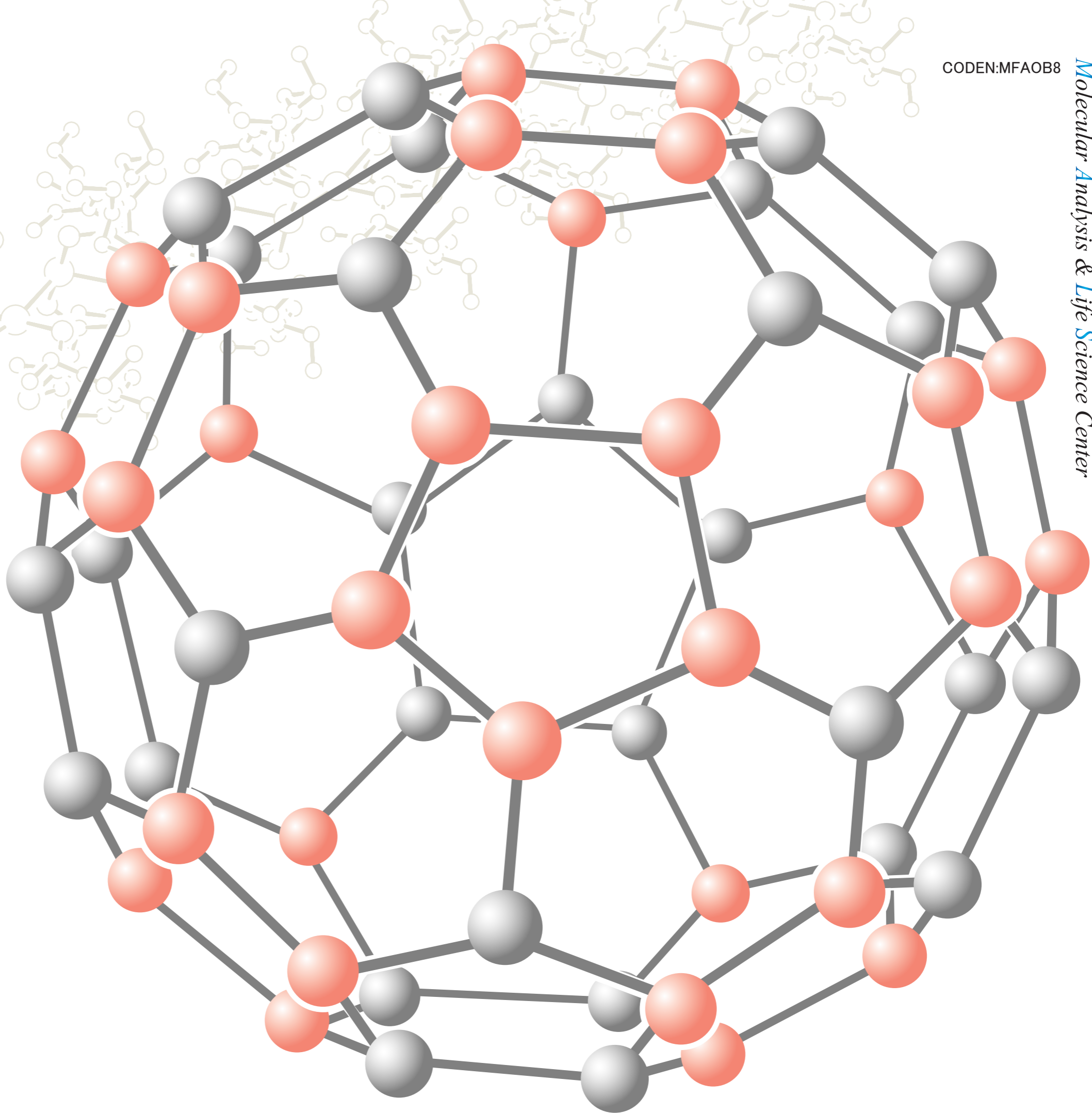


MALS FORUM

No.5 2007

Molecular Analysis & Life Science Center

CODEN:MFAOB8



埼玉大学
科学分析支援センター



目 次

《巻 頭 言》

科学分析支援センターの課題と今後の運営方針	科学分析支援センター長 井上 金治	1
-----------------------	-------------------	---

《機器分析分野》

ルテノセンで置換された テトラチアフルバレンの合成	理工学研究科	佐藤 勝 長田 亨	3
<i>t</i> -Bu基による回転障害を利用した分子構築 —環状多核フェロセン誘導体の合成	理工学研究科	佐藤 勝 米川 雄也	8
Solvent Dependence of Optical Resolution of α -Methylbenzylamine Using <i>N</i> -Tosyl-(<i>S</i>)-phenylalaine	理工学研究科	廣瀬 卓司 M. BEGUM 谷口佳代子	15
Synthesis of Asymmetric Bridging Ligand, <i>trans</i> -1,4-bis(1,10-phenanthroline-4-yl)-1-butene	理工学研究科	神園 喬 柴田 賢志 廣瀬 卓司	21

《生命科学分析分野》

成長遅延症マウスについて	理工学研究科	小林 哲也	27
--------------	--------	-------	----

《環境分析分野》

廃液処理施設だより	科学分析支援センター	中村 市郎 三田 和義 奥墨 勇	30
-----------	------------	------------------------	----

《新機種紹介》

Muse熱分析レオロジーシステムについて	科学分析支援センター	青木 良夫	38
ICP発光分光分析装置(Optima 5300 DV)紹介	科学分析支援センター	三田 和義 中村 市郎	40

《センターより》

平成18年度機器等使用研究業績			42
平成18年度活動状況報告			50
センター会議委員名簿・分野委員名簿			55
平成18年度機器等利用実績			57
編集後記		藤原 隆司	

《巻頭言》

科学分析支援センターの課題と今後の運営方針

科学分析センター長 井上 金治

埼玉大学科学分析支援センターは旧分析センターを母体にし、平成 15 年 4 月に機器分析分野、生命科学分析分野として動物飼育室、アイソトープ実験施設を統合し、総合科学分析支援センターとして発足しました。また、平成 17 年 1 月に総合研究機構に属する科学分析支援センターとして改名され、さらに平成 18 年 4 月には環境分析分野として廃液処理施設を統合し、現在に至っております。このように科学分析支援センターは短期間の間に多くの改組がなされましたが、独立法人化に伴い大学をより合理的に、かつ機能的に運営する上で重要な意味があったと考えております。さて、埼玉大学科学分析支援センターは機器の共同利用の理念に基づき、学生の教育ならびに先端研究の支援に努力してまいりました。また、これらの機器は少ない予算と人員の中で非常に良くメンテナンスされ、研究者は常に最高の状態でこれらの機器を使用することができるようになっております。また、機器のインターネットによる予約システムも早くから確立しており、他立大学法人の中でも格段に優れた運営を行っている施設として注目されております。科学分析支援センターにおける共同利用のシステムは昨今の国立大学法人に対する厳しい予算配分の現状の中で、大学の高い研究レベルを維持する上で極めて重要であると考えております。私は本年度センター長を拝命するにあたり、これまで本センターの運営に努力してきた歴代のセンター長とスタッフに敬意を表し、基本的にこれまでの運営方針を継続し、これらの機能をさらに発展させるように努力したいと考えております。今後の重点課題として以下のようなことを考えております。

はじめに、これまで遅れていた生命科学分析分野における機器と共同利用のシステムを整備したいと考えております。特に本学では近年の目覚ましい発展を遂げた分子生物学や遺伝子工学関連の実験施設の整備が急務であります。幸いなことに昨年度概算要求した生体高分子・合成高分子質量分析システム(MALDI-TOF-MS)が認められ、本年度新しく設置されました。この装置は低分子からタンパク質やペプチド、多糖などの高分子に至るまで高精度な質量分析を行なうことができます。さらに本機器はイメージング機能、可変レーザーなども備えているきわめて高性能の装置であり、今後、生体分子の探索など生命科学分野の先端研究や物質科学分野に大いに貢献できることを期待しております。今後、埼玉大学教育・研究基盤設備整備計画に従って共焦点レーザー顕微鏡や遺伝子・分子生物学関連の機器の整備を進め、本センターの生命科学分析分野が実質的に機能するようにしたいと考えております。

第二に機器分析分野に関連する機器は比較的整備されておりましたが、新規購入が困難な状態になっておりました。このため、機器が著しく老朽化し、これまでの機能の維持も困難な状況になりつつあります。このような問題の対策としては、今後も新規機器の予算要求と同時に現有機器の再生を進める必要があります。特に、これまでも多くの研究を支えてきた NMR などの大型の機器の整備は緊急の課題になっております。しかし、これらの大型機器の更新には高額の予算を必要とし、必ずしも容易ではありません。このため、よりコストの少ない方法で機器の再生を考える必要があると考えております。その解決策の一つとして本年度は NMR の性能を画期的に上げることができる、高感度分子構造解析システム(クライオプローブ)を概算要求しました。また、従来の方法での新規購入が必ずしも容易ではない現状で最先端機器の整備のためには大学間の相互利用のシステムを構築することも重要と思われれます。このため北関東 4 大学間の共同利用や予算要求を行うことを努力したいと考えております。また、岡崎の分子科学研究所を中心とした全国レベルでの化学系研究設備有効活用ネットワーク案にも参加し、効率的な予算

要求とともに、各施設間の相互利用を実質的に行うシステムを作ることを目指します。

第三に地方大学の課題として産官学連携の地域COEの構築があります。この役割のためには地方の企業には存在しないような最先端の機器を大学で整備し、地域産業界への利用を促進する必要があります。また、埼玉県産業技術センターとの相互利用による地域産業界への貢献も進めたいと考えております。また高額な予算を必要としない方法でのセンターの施設の充実や利用促進にも努力したいと思っております。このために、本年度、それまで理学部に設置され主に生命科学の研究分野で使用されてきた透過電子顕微鏡をセンターに移管しました。今後、この顕微鏡の周辺機器などの整備を併せて進め、その機能の向上を図ります。透過電子顕微鏡は優れた解像力を有し、細胞の超微細構造の観察や高分子の構造解析に極めて有効な装置であります。今後、生命科学のみでなく無機材料系の研究者にもこの装置を大いに使用していただけることを願っております。一方、センターではお試し分析などで機器の使用に不慣れた研究者の分析依頼を受けてまいりました。また、電子顕微鏡では外部依頼も受けてまいりました。これらの利用方法は迅速に必要なデータを得ることができ、研究者には便利かと思われれます。このため、依頼分析の可能な機種をさらに広げることも検討したいと思っております。科学分析支援センターではアイソトープ実験施設、廃液処理施設、動物飼育室なども備えております。これらの施設を円滑に維持するとともに、廃棄物の減量化や処理の効率化を進め、環境負荷の軽減に努力してまいります。

科学分析支援センターでは少ないスタッフではありますが、埼玉大学の先端研究支援のために努力しております。本センターはいつでも合理的かつ利用しやすいシステムを構築することを目指しておりますので、引き続き皆様のご協力と建設的なご意見をお待ちしております。

ルテノセンで置換されたテトラチアフルバレンの合成 Synthesis of Ruthenocenyl-substituted Tetrathiafulvalene

大学院理工学研究科物質科学部門 佐藤 勝, 長田 亨
Department of Chemistry, Faculty of Science, Saitama University
Masaru SATO and Toru NAGATA

4-Ruthenocenyl-1,3-dithiol-2-thione was obtained in 62 % yield from the reaction of ethynylruthenocene with *n*-BuLi / S₈ and subsequently CS₂. Desulfurizing coupling of 4-ruthenocenyl-1,3-dithiol-2-thione was unsuccessful. 4-Ruthenocenyl-1,3-dithiol-2-thione was oxidized with Hg(OAc)₂ to give 4-ruthenocenyl-1,3-dithiol-2-one in good yield. Deoxygenating coupling of 4-ruthenocenyl-1,3-dithiol-2-one afforded bis(ruthenocenyl) tetrathiafulvalene in 17 % yield. The oxidation wave due to tetrathiafulvalene in this complex shifted to a lower potential region compared with the parent compound.

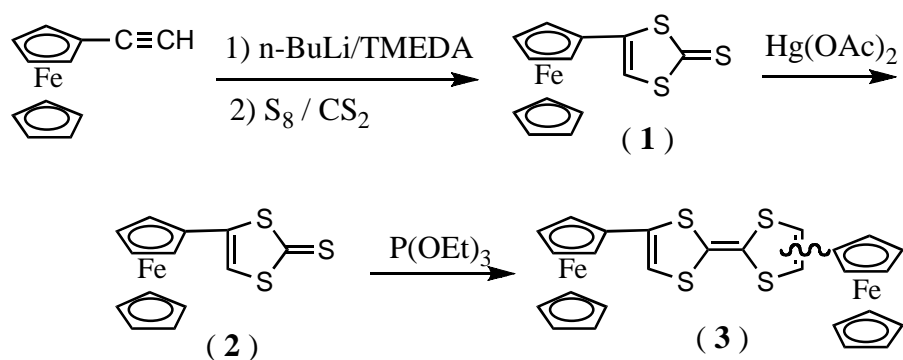
ルテノセンは不可逆な 2 電子酸化反応を受けるが, ¹ 不飽和化合物で架橋された 2 核ルテノセン誘導体は, 可逆的な 1 段階の 2 電子酸化還元系に変身する. これまでに, エチレン, ² アセチレン, ³ ベンゼン, ⁴ チオフェン架橋について検討してきた. ⁵ その結果, オレフィン性が高く, 電子豊富な架橋ほど 2 電子酸化を受けやすいことを明らかにしてきた. 今回, 電子豊富な不飽和化合物であるテトラチアフルバレンで架橋された 2 核ルテノセン誘導体の合成を行い, その性質を検討したので報告する.

合成と構造決定

アセチレン誘導体からワンポットで 1,3-ジチオール-2-チオンを合成する方法がある. この方法に従い, エチニルルテノセンをアセチリドに導き, これに硫黄, ついで二硫化炭素を反応させて加水分解すると, 4-ルテノセニル-1,3-ジチオール-2-チオン(1)が 64%の収率で得られた. 錯体 1 は ¹H NMR スペクトルにおいて, ルテノセニル基のシクロペンタジエニル(Cp)環プロトンの他に $\delta 6.75$ に 1,3-ジチオール-2-チオン環の 5-位のプロトンが観測された. また, ¹³C NMR スペクトルにおいて, $\delta 212.62$ にチオカルボニル基の炭素原子のシグナルが認められた. 錯体 1 を亜リン酸トリメチルまたは亜リン酸トリエチルと加熱乾留したが, 脱硫カップリングは起こらずに錯体 1 は分解してしまった. ルテノセニル基は電子供与性が高い置換基であることが知られているので, 電子吸引性置換基を有する 1,3-ジチオール-2-チオンの脱硫カップリングはスムーズに進行するが, 電子供与性置換基を有する場合には成績が悪いという過去の結果と一致する結果であった.

錯体 1 を酢酸 / クロロホルム中で酢酸水銀と反応させると, 収率 54%で 1,3-ジチオール-2-オン(2)が得られた. 錯体 2 は ¹H NMR スペクトルにおいて, ルテノセニル基のシクロペンタジエニル(Cp)環プロトンの他に $\delta 6.45$ に 1,3-ジチオール-2-オン環の 5-位のプロトンが観測された. IR スペクトルにおいて, 1648 cm^{-1} にカルボニル基の伸縮振動が観測され, ¹³C NMR スペクトルでは $\delta 192.77$ にカルボニル炭素が認められた. また, 錯体 2 は単結晶が得られたので, X-線構造解析を行った. 結晶学的データを表 1 に, 結合距離と結合角を表 2 にまとめた. また, その ORTEP 図を図 1 に示す.

Scheme 1.

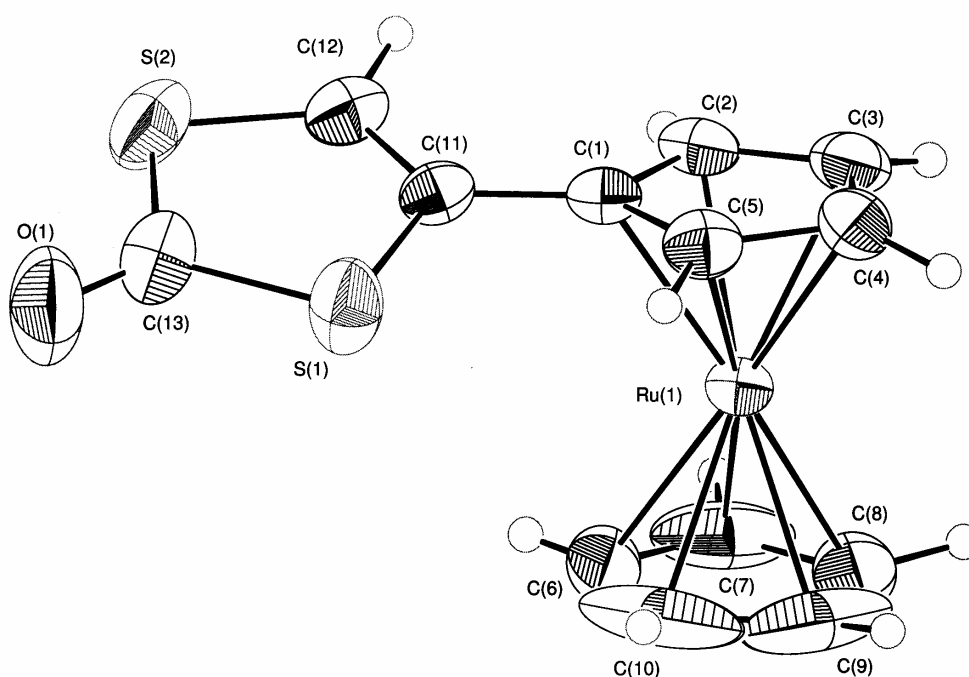
Table 1. Crystallographic Data for **2**

2	
mol formula	$\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{OS}_2\text{Ru}$
mol wt	347.420
cryst syst	Monoclinic
space group	$P21/c$
$a, \text{\AA}$	5.8700(3)
$b, \text{\AA}$	13.6390(7)
$c, \text{\AA}$	15.2860(9)
$\alpha, ^\circ$	90.00
$\beta, ^\circ$	92.942(3)
$\gamma, ^\circ$	90.00
$V, \text{\AA}^3$	1222.20(11)
Z	4
$D_{\text{cal}}, \text{Mg m}^{-3}$	1.888
cryst dimens, mm	0.20x0.15x0.08
radiation ($\lambda, \text{\AA}$)	Mo-K α (0.71073)
Rfln (hkl) limits	$-7 \leq h \leq 7$ $0 \leq k \leq 17$ $0 \leq l \leq 19$
total rflns measured	2383
linear abs coeff, mm^{-1}	1.601
L.S. params	158
R	0.0383
R_w	0.1174
S	0.999
max peak in final Fourier map, e \AA^{-3}	0.582
min peak in final Fourier map, e \AA^{-3}	-0.884

Table 2. Selected Bond Distances and Bond Angles for **2**

Bond Distances (Å)			
S(1)–C(11)	1.742(3)	S(2)–C(12)	1.739(3)
S(1)–C(13)	1.754(4)	S(2)–C(13)	1.776(4)
O(1)–C(13)	1.201(6)	C(11)–C(12)	1.336(4)
C(1)–C(11)	1.446(4)	Ru(1)–C(Cp)	2.168(av.)
C(Cp)–C(Cp)	1.388(av.)		

Bond Angles (°)			
S(1)–C(11)–S(12)	116.7(2)	S(2)–C(12)–C(11)	117.5(2)
C(11)–S(1)–C(13)	97.4(2)	C(12)–S(2)–C(13)	96.7(2)
S(1)–C(13)–S(2)	111.7(2)	S(1)–C(13)–O(1)	124.7(4)
S(2)–C(13)–O(1)	123.6(4)	C(1)–C(11)–S(1)	117.5(2)
C(1)–C(11)–C(12)	125.8(3)		

Fig. 1. ORTEP View of complex **2**.

図から明らかなように、1,3-ジチオール-2-オン環はルテノセニル基の置換 Cp 環に対してやや傾いている [19.17(3)°]. ルテノセン部位の環プロトンと 1,3-ジチオール-2-オン環の環プロトンとの間に若干の立体反撥があるためかもしれない. 1,3-ジチオール-2-オン環の C=C 結合距離 [C(11)–C(12), 1.336(4) Å], C–S 結合距離 [S(1)–C(11), 1.743(3) Å; S(1)–C(13), 1.754(4) Å], および C=O 結合距離 [C(13)–O(1), 1.201(6) Å] は、類似化合物と同様であった.

錯体 **3** を亜リン酸トリメチルと加熱乾留しての反応は起こらなかったが、亜リン酸トリエチルと加熱乾留したところ、脱酸素カップリングは起こりビス(ルテノセニル)テトラチアフルバレン (**3**) が低収率(17%)であるが得られた. 錯体 **3** は、MS スペクトルにおいて、*m/z* 664 に分子イオンピークが観察され、¹H NMR スペクトルにおいて、ルテノセニル基の未置換 Cp 環プロトンが δ 4.46 と 4.47 に、TTF 環のプロトンが δ 5.53 と 5.51 に積分比約 1:2 で観察された. このことは、錯体 **3** が *syn*-および *anti*-異性体の混合物であることを示している. しかし、分別再結晶で異性体を分離する試みは成功しなかった.

電気化学

(*n*-Bu)₄NClO₄ の 1 M ジクロロメタン溶液中で測定された錯体 **3** のサイクリックボルタモグラムは、-0.13 および +0.34 V に可逆な酸化還元波が観測された。それぞれ錯体 **3** の TTF 部位の第 1 および第 2 酸化波に同定された。第 1 酸化電位は未置換 TTF のそれ(+0.02 V)よりも 0.15 V 低電位に現れており、ルテノセニル基の高い電子供与能を反映している。第 2 酸化電位も TTF のそれ(0.40 V)より若干低電位であった。ルテノセンの酸化波は +0.55 V に観測されるので、+0.48 V に観察された大きな波は、Ru(II) / Ru(IV) に相当する酸化波に同定された。Ru(II) / Ru(III) に相当する酸化波が観察されないため、2 電子酸化体での 2 つのルテノセニル基環での電子の相互作用はほとんど存在しないと推測される。

実験の部

4-ルテノセニル-1,3-ジチオール-2-チオン(1). エチニルルテノセン **1**(0.51 g, 2.0 mmol) と TMEDA(0.61 ml, 4.0 mmol) の THF(10 ml) 溶液を -80 °C に冷却し、これに *n*-BuLi のヘキサン溶液(2.1 mmol) をゆっくり滴下した後、同温度で 30 分間攪拌した。これに硫黄華(64 mg, 2.0 mmol) を加え、2 時間攪拌しながら -80 °C に保った。徐々に 0 °C に戻し同温度で 2 時間攪拌した後、再び -80 °C に冷却して二硫化炭素(0.8 ml, 13 mmol) を加え 3 分間攪拌した後、THF / 水(1:1) で加水分解した。ジエチルエーテルで抽出し、抽出層は水で洗浄した後、MgSO₄ で乾燥した。溶媒を減圧留去した後、得られた残渣をシリカゲルクロマトグラフィーで分離したところ、錯体 **1** の黄色結晶(0.45 g, 64 %)を得た。融点: 174–175 °C。元素分析: 実測値 C, 43.23; H, 2.65 %, 計算値 C₁₃H₁₀S₃Ru に対して C, 42.96; H, 2.77 %。IR (KBr): 1098 cm⁻¹ (νC=S)。¹H NMR (CDCl₃, 400 MHz): δ 4.59 (s, 5H, η-C₅H₅), 4.67 (d, *J* = 1.5 Hz, 2H, η-C₅H₄), 4.86 (d, *J* = 1.5 Hz, 2H, η-C₅H₄), 6.75 (s, 1H, =CH)。¹³C NMR (CDCl₃, 100 MHz): δ 69.94 (η-C₅H₄), 71.52 (η-C₅H₄), 72.30 (η-C₅H₅), 79.64 (*ipso*-η-C₅H₄), 119.47 (=CH), 145.65 (=C), 212.62 (C=S)。

4-ルテノセニル-1,3-ジチオール-2-オン(2). 錯体 **1**(51 mg, 0.15 mmol) をクロロホルム(10 ml) に溶かし、酢酸水銀(140 mg, 0.44 mol) の酢酸(5 ml) 溶液を加え、室温で 20 分間攪拌した。沈殿を濾別して除き、有機層を分離し、水層をジクロロメタンで抽出した。有機層を合わせて水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、溶媒を減圧留去した。残渣をシリカゲルクロマトグラフィーで分離したところ、錯体 **2** の黄色結晶(28 mg, 54 %)を得た。融点: 148–149 °C。元素分析: 実測値 C, 45.16; H, 2.75 %, 計算値 C₁₃H₁₀S₂ORu に対して C, 44.94; H, 2.90 %。IR (KBr): 1648 cm⁻¹ (νC=O)。¹H NMR (CDCl₃, 400 MHz): δ 4.58 (s, 5H, η-C₅H₅), 4.65 (d, *J* = 1.5 Hz, 2H, η-C₅H₄), 4.85 (d, *J* = 1.5 Hz, 2H, η-C₅H₄), 6.45 (s, 1H, =CH)。¹³C NMR (CDCl₃, 100 MHz): δ 69.56 (η-C₅H₄), 71.18 (η-C₅H₄), 72.07 (η-C₅H₅), 82.12 (*ipso*-η-C₅H₄), 108.94 (=CH), 128.32 (=C), 192.77 (C=S)。MS (EI, 70 eV): *m/z* 348(M⁺)。

syn-および *anti*-ビス(ルテノセニル)テトラチアフルバレン(3). 錯体 **2**(50 mg, 0.15 mmol) を亜リン酸トリエチル(1.5 ml) に溶かし、2 時間加熱乾留した。亜リン酸トリエチルを減圧留去し、残渣をシリカゲルクロマトグラフィーで分離したところ、錯体 **3** の黄色結晶(8 mg, 17 %)を得た。融点: 164 °C。元素分析: 実測値 C, 45.16; H, 2.75 %, 計算値 C₁₃H₁₀S₂ORu に対して C, 44.94; H, 2.90 %。IR (KBr): 1648 cm⁻¹ (νC=O)。¹H NMR (C₆D₆, 300 MHz): δ 4.36, 4.46 (d, *J* = 1.5 Hz, 2H, η-C₅H₄), 4.68, 4.68 (d, *J* = 1.5 Hz, 2H, η-C₅H₄), 4.47 (s, 5H, η-C₅H₅), 5.51 (s, 1H, =CH), 5.53。¹³C NMR (CDCl₃, 100 MHz): δ 69.81 (η-C₅H₄), 70.82 (η-C₅H₄), 71.83 (η-C₅H₅), 110.37 (=CH), 134.25 (=C), MS (EI, 70 eV): *m/z* 664(M⁺)。

Reference

1. T. Kuwata, D. E. Bublitz, G. Hoh, *J. Am. Chem. Soc.*, **1960**, 82, 5811.
2. M. Sato, Y. Kuwata, A. Kudo, A. Iwai, H. Saitoh, S. Ochiai, *J. Chem. Soc. Dalton Trans.*, **1998**, 2215; M. Sato, A. Kudo, Y. Kawata, H. Saitoh, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.*, **1996**, 25.
3. M. Sato, Y. Kubota, Y. Kawata, T. Fujihara, K. Unoura, A. Oyama, *Chem. Eur. J.*, **2006**, 12, 2282; M. Sato, M. Watanabe, *J. Chem. Soc. Chem. Commun.*, **2002**, 1574.
4. M. Sato, G. Maruyama, A. Tanemura, *J. Organomet. Chem.*, **2002**, 655, 23.
5. M. Sato, Y. Kubota, A. Tanemura, G. Maruyama, T. Fujihara, J. Nakayama, T. Takayanagi, K. Takahashi, K. Unoura, *Eur. J. Inorg. Chem.*, **2006**, 4577.

t-Bu 基による回転障害を利用した分子構築—環状多核フェロセン誘導体の合成

Molecular Architecture Using Rotation Hindrance due to a *t*-Bu Group— Synthesis of Cyclic Oligo Nuclear Ferrocene Derivatives

埼玉大学理工学研究科物質科学部門 佐藤 勝, 米川雄也

Department of Material Science, Faculty of Science and Technology, Saitama University

Masaru SATO and Yuya YONEKAWA

In 3-*t*-Butyl-1,1'-diacetylferrocene (**2**), prepared from the Friedel-Crafts reaction of *t*-butylferrocene in good yield, restricted rotation was confirmed by the ¹H NMR spectrum. The Friedel-Crafts reaction of di-*t*-butylferrocene gave (**2**), 3,4'-di-*t*-butyl-1,1'-diacetylferrocene (**4**) and 3,3'-di-*t*-butyl-1,1'-diacetylferrocene (**5**) in 28, 46, and 23% yields, respectively. These compounds led to the corresponding trimethylsilylethynyl derivatives **7**, **8**, and **9** in moderate yields by the Balavoine method, respectively. Desilylcoupling of **7** and **8** with HgI afforded Hg-containing cyclic dimers **10** and **11**, respectively. On the other hand, a similar reaction of **9** gave Hg-containing linear dimer **13** and trimer **14**, along with free acetylene **12**.

安定で、共有結合した環状遷移金属錯体の化学は、現代の超分子化学において重要な役割を演じている。¹ それら錯体の高度に対称的な構造や金属サイトの電気化学は我々を魅了するけれども、このクラスの遷移金属錯体をコントロールして合成するルートは比較的限られている。一方で、遷移金属への 2 つの官能基をもつ配位子の配位を利用した鎖状多核遷移金属錯体の研究は多数知られている。² 環状遷移金属錯体の分子構築には出発物質に隣接した官能基による制御が必要である。2 つのアプローチが主に用いられている

(1) オルト—または 1,2—置換芳香族化合物を用いる制御³

(2) 遷移金属錯体のシス—立体配置を用いる制御⁴

回転障害を用いるアプローチは、環状遷移金属錯体を合成するもう一つの候補になる可能性がある。1,1'-置換フェロセン誘導体は 1,1'-位に 2 つの官能基を持っているが、フェロセンの 2 つのシクロペンタジエニル(Cp)環はフリーに回転しているので 2 つの官能基はアンチ—配座を採用している。そのため、2 つの官能基の縮合またはカップリングは通常鎖状オリゴマーを与える。フェロセンの 1,1'-置換フェロセン誘導体にかさ高い置換基を導入すれば、かさ高い置換基の立体反発のために 2 つの官能基は隣接した配向に導かれる。ここでは、*t*-Bu 基による回転障害を用いた環状多核フェロセン誘導体の合成を報告する。

結果と考察

t-ブチルフェロセン(**1**)のフリーデル—クラフツ反応はスムーズに進行して 3-*t*-ブチル-1,1'-ジアセチルフェロセン(**2**)を良い収率で与えた。**2** のトルエン-*d*₆ 中での ¹H NMR スペクトルは 7 本の Cp 環プロトンを示し、25–80°C で実質的にスペクトルの変化を示さなかった。このことは、鉄原子と Cp 環中心とを結ぶ軸の周りに制限回転が存在することを示唆している。同様に、1,1'-ジ-*t*-ブチルフェロセン(**3**)のフリーデル—クラフツ反応は、3,4'-ジ-*t*-ブチル-1,1'-ジアセチルフェロセン(**4**)と 3,3'-ジ-*t*-ブチル-1,1'-ジアセチルフェロセン(**5**)と 3-*t*-ブチル-1,1'-ジアセチルフェロセン(**2**)をそれぞれ 46, 23, 28%の収率で与えた。錯体**2**は**3**の *ipso*-アセチル化によ

る生成物である。ジアセチル化の中間体, 3,1'-ジ-*t*-ブチル-1'-アセチルフェロセンの優位コンフォメーション(6)は, 第 2 のアセチル基の攻撃が立体的に 3'-位よりも 4'-位に起こりやすいことを推測させる。この立体化学的な考察から仮に上に述べたような構造の同定を行ったが, 最終的にはX-線構造解析によって決定した。すなわち, 5 をクロロホルム / ヘキサンから再結晶を行ったところ良好な単結晶が得られた。5 の結晶学的なデータを表 1 に, 結合距離と結合角を表 2 にまとめた。図 1 に示された ORTEP 図は 5 が 3,3'-ジ-*t*-ブチル-1,1'-ジアセチルフェロセンであることを確認した。

Table 1. Crystallographic Data for 5

5	
mol formula	C ₂₂ H ₃₀ O ₂ Fe
mol wt	382.327
cryst syst	Monoclinic
space group	<i>P</i> 21/ <i>c</i>
<i>a</i> , Å	12.5440(4)
<i>b</i> , Å	8.2100(3)
<i>c</i> , Å	19.7910(7)
α , °	90.00
β , °	96.3510(10)
γ , °	90.00
<i>V</i> , Å ³	2025.69(12)
<i>Z</i>	4
<i>D</i> _{cal} , Mg m ⁻³	1.254
cryst dimens, mm	0.60 x 0.30 x 0.24
radiation (λ , Å)	Mo-K α (0.71073)
Rfln (hkl) limits	-15 ≤ <i>h</i> ≤ 15 0 ≤ <i>k</i> ≤ 10 0 ≤ <i>l</i> ≤ 25
total rflns measured	4294
linear abs coeff, mm ⁻¹	0.76
L.S. params	226
<i>R</i>	0.0385
<i>R</i> _w	0.1196
<i>S</i>	0.981
max peak in final Fourier map, e Å ⁻³	0.230
min peak in final Fourier map, e Å ⁻³	-0.688

Table 2. Selected Bond Distances and Bond Angles for 5

Bond Distances (Å)			
O(1)–C(6)	1.202(2)	O(2)–C(17)	1.207(3)
C(6)–C(1)	1.472(2)	C(12)–C(17)	1.476(3)
Fe(1)–C(Cp)	2.057(av.)	C(Cp)–C(Cp)	1.427(av.)
Bond Angles (°)			
O(1)–C(6)–C(1)	121.6(2)	O(2)–C(17)–C(12)	120.9(2)
O(1)–C(6)–C(7)	121.3(2)	O(2)–C(17)–C(18)	122.0(2)
C(6)–C(1)–C(2)	125.6(2)	C(17)–C(12)–C(13)	124.5(2)
C(8)–C(3)–C(4)	125.2(2)	C(19)–C(14)–C(15)	126.5(2)

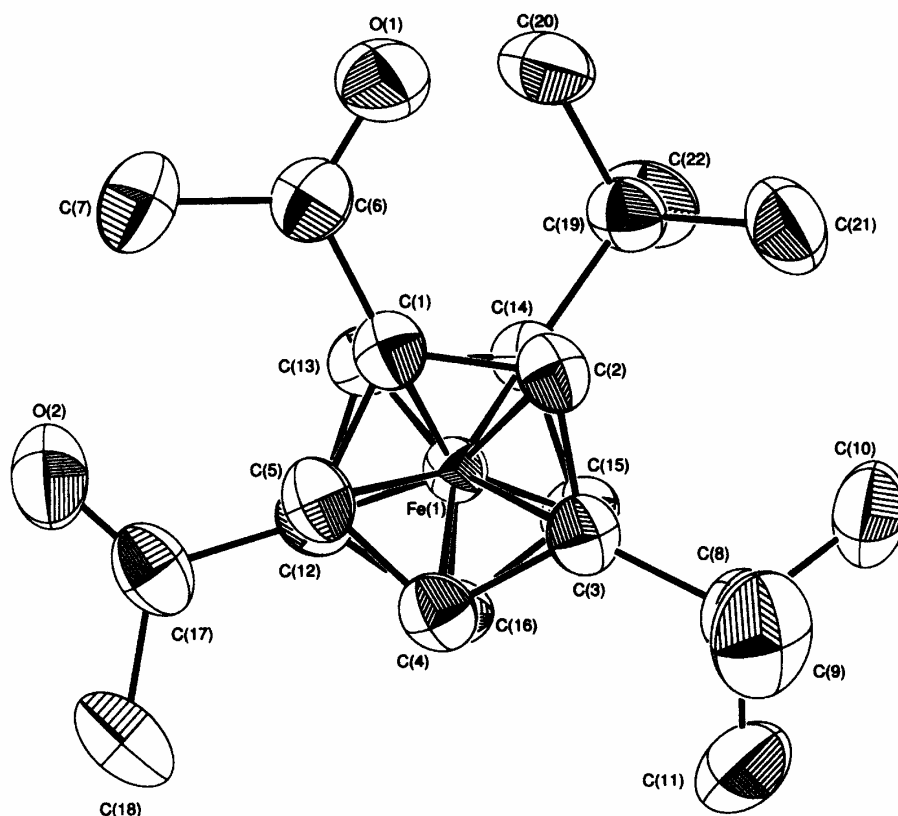


Fig. 1. ORTEP view of complex 5

アセチル基のエチニル基への変換は Balavoine 法⁵を用いることで成功した。フリーの 1,1'-ビス(エチニル)フェロセンは不安定であることが知られているので、⁶ 安定に取り出すためにはトリメチルシリル基による保護を必要とした。2 を LDA およびクロロリン酸ジエチルと反応させ、その後 TMSCl と LDA を反応させると 3-*t*-ブチル-1,1'-ビス(トリメチルシリルエチニル)フェロセン(7)が比較的良い収率で得られた。同様な方法を用いて、4 および 5 がそれぞれビス(トリメチルシリル)誘導体 8 および 9 へ導かれた。

錯体 7 をジクロロメタン中で HgI₂ / TEBA と反応させたところ、環状 2 核錯体(10)が比較的良い収率で得られた。錯体 10 は IR スペクトルにおいて 2142 cm⁻¹に内部アセチレンに相当する伸縮振動を示し、MS スペクトルにおいては *m/z* 977 に分子イオンピークを示した。また、分子イオンピークの同位体パターンは、計算パターンと良い一致を示した。錯体 8 との同様な反応は、同様な環状 2 核錯体(11)を与えたが、錯体 9 の反応では、フリーなアセチレン末端を有する鎖状オリゴマーの混合物を与えた。すなわち、錯体 9 をジクロロメタン中で HgI₂ / TEBA と反応させたところ、3,3'-ジ-*t*-ブチル-1,1'-ビス(エチニル)フェロセン(12)の他に 2 核錯体(13)と 3 核錯体(14)の 2:1 混合物を得た。13 と 14 の混合物では IR スペクトルで末端アセチレンと内部アセチレンの伸縮振動がそれぞれ 2110 と 2143 cm⁻¹に観察され、MS スペクトルにおいて *m/z* 1436 と 1979 に計算パターンと一致するそれぞれの分子イオンピークを示した。

Experimental

3-*t*-butyl-1,1'-diacetylferrocene (2). To a suspension of AlCl₃ (4.1 g, 31 mmol) in dichloroethane (30 ml) was added acetyl chloride (2.4 ml, 31 mmol) and subsequently *t*-butylferrocene (1.88 g, 7.8 mmol). The resulting deep violet solution was refluxed for 45 min. After cooling, 1% HCl aqueous solution (60 ml) was added to the solution at 0°C. The mixture was extracted with CH₂Cl₂. The extract was washed with H₂O and dried over MgSO₄. After evaporation, the residue was chromatographed on Al₂O₃ to give the title compound (1.62 g, 64 %) as dark-red oil. IR (KBr): 1667 cm⁻¹ (νCO). ¹H NMR

(400 MHz, C₆D₆): δ 1.04 (s, 9H, *t*-Bu), 2.09 (s, 6H, Me), 2.10 (s, 6H, Me), 3.93 (m, 1H, η -C₅H₃), 4.01 (m, 1H, η -C₅H₄), 4.08 (m, 1H, η -C₅H₄), 4.43 (m, 1H, η -C₅H₃), 4.45 (m, 1H, η -C₅H₄), 4.51 (m, 2H, η -C₅H₃ and η -C₅H₄). ¹³C NMR (100 MHz, C₆D₆): δ 27.45 (Me), 27.56 (Me), 30.57 (*t*-Bu, C), 31.14 (*t*-Bu, Me), 67.40, 70.05, 70.37, 71.15, 71.47, 73.01, 73.51 (η -C₅H₃ or η -C₅H₄), 80.14, 81.59 (*ipso*-Cp-Ac), 107.37 (*ipso*-Cp-*t*-Bu), 199.27, 199.90 (CO). Anal. Calc. for C₁₈H₂₂O₂Fe: C, 66.27; H, 6.80. Found: C, 66.38; H, 6.85.

Acetylation of 1, 1'-di-*t*-butylferrocene. The reaction was carried out according to the procedure described above.

3,4'-di-*t*-butyl-1,1'-diacetylferrocene (4). Red crystals (46 %), m.p. 149°C. IR (KBr): 1667 cm⁻¹. ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 1.26 (s, 18H, *t*-Bu), 2.29 (s, 6H, Ac), 4.29 (dd, J = 2.6 and 1.5 Hz, 1H, η -C₅H₃), 4.53 (t, J = 1.5 Hz, 1H, η -C₅H₄), 4.79 (dd, J = 2.6 and 1.5 Hz, 1H, η -C₅H₄). ¹³C NMR (100 MHz, C₆D₆): δ 27.45 (Me), 27.56 (Me), 30.57 (*t*-Bu, C), 31.14 (*t*-Bu, Me), 67.40, 70.05, 70.37, 71.15, 71.47, 73.01, 73.51 (η -C₅H₃ or η -C₅H₄), 80.14, 81.59 (*ipso*-Cp-Ac), 107.37 (*ipso*-Cp-*t*-Bu), 199.27, 199.90 (CO). Anal. Calc. for C₂₂H₂₃O₂Fe: C, 69.14; H, 7.91. Found: C, 69.27; H, 8.03.

3,3'-di-*t*-butyl-1,1'-diacetylferrocene (5). Red oil (23 %). IR (KBr): 1667 cm⁻¹. ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 1.22 (s, 18H, *t*-Bu), 2.43 (s, 6H, Ac), 4.44 (dd, J = 2.6 and 1.5 Hz, 1H, η -C₅H₃), 4.45 (t, J = 1.5 Hz, 1H, η -C₅H₄), 4.57 (dd, J = 2.6 and 1.5 Hz, 1H, η -C₅H₄).

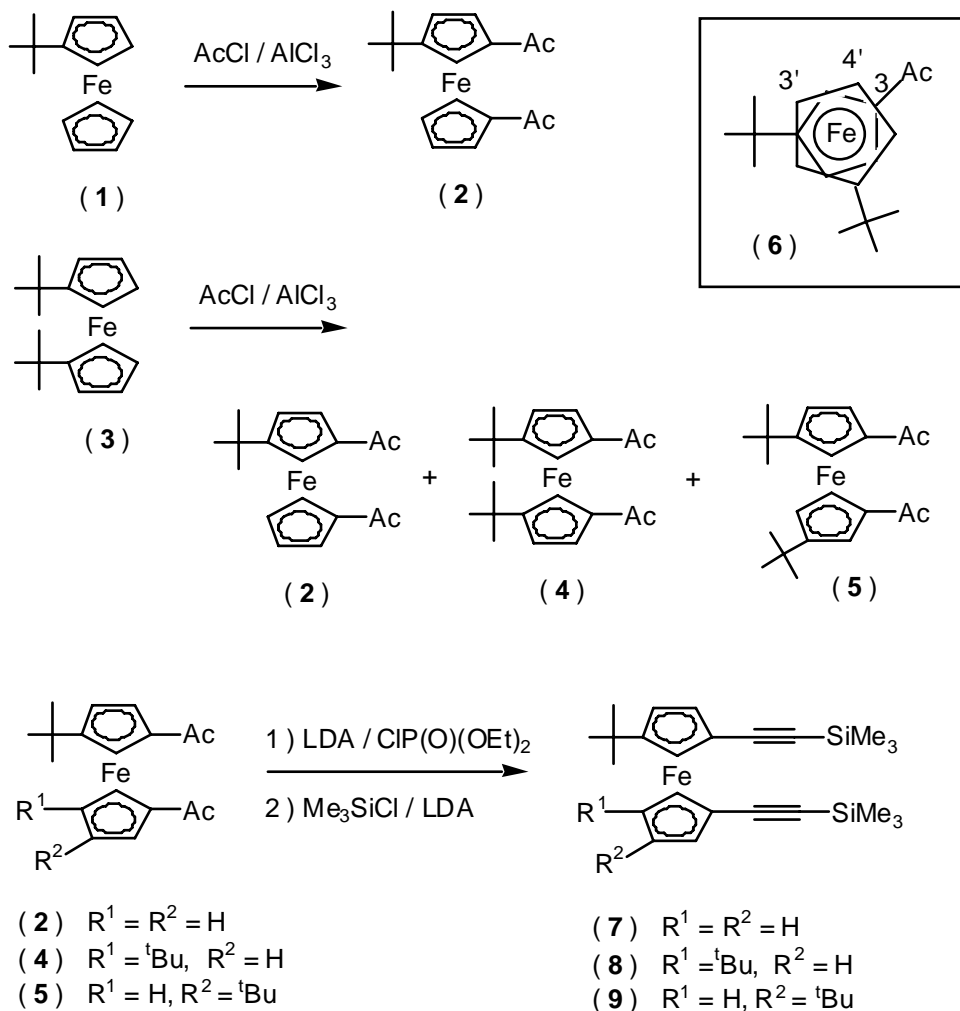
3-*t*-Butyl-1,1'-bis(trimethylsilyl)ferrocene (7). To a LDA solution prepared from diisopropylamine (6 ml, 40 mmol) and *n*-BuLi (25 ml of 1.5 M solution in hexane, 40 mmol) in THF (100 ml) was added a solution of 2 (3.28 g, 10 mmol) in THF (100 ml) at 0°C and the solution was stirred for 2 h at the same temperature. To the solution was added diethyl chlorophosphate (5.7 ml, 40 mmol) and then the solution was stirred for 2 h at 0°C. To the solution cooled at -100°C using a hexane / liq. N₂ bath was added chlorotrimethylsilane (40 g, 400 mmol) and subsequently a LDA solution (40 mmol). The solution was warmed gradually to room temperature and then quenched with an aqueous NaHCO₃ solution. The mixture was extracted with diethyl ether and the extract was washed with H₂O and dried over MgSO₄. After evaporation, the residue was chromatographed on Al₂O₃ by elution of hexane / EtOAc (5 : 1) to give the title complex as red orange oil (1.58 g, 36 %). IR (neat): 2149 cm⁻¹. ¹H NMR (400 MHz, C₆D₆): δ 0.20 (s, 9H, SiMe₃), 0.21 (s, 9H, SiMe₃), 1.24 (s, 9H, *t*-Bu), 4.02 (dd, J = 2.5 and 1.6 Hz, 1H, η -C₅H₃), 4.11 (m, 1H, η -C₅H₄), 4.23 (t, J = 1.6, 1H, η -C₅H₃), 4.27 (m, 1H, η -C₅H₄), 4.31 (m, 1H, η -C₅H₄), 4.37 (dd, J = 2.5 and 1.6 Hz, 1H, η -C₅H₃), 4.40 (m, 1H, η -C₅H₄). ¹³C NMR (100 MHz, C₆D₆): δ 0.11 (SiMe₃), 0.23 (SiMe₃), 30.66 (*t*-Bu, C), 31.26 (*t*-Bu, Me), 64.48 (C), 66.11(C), 68.87, 70.96, 70.98, 71.66, 72.21, 72.79, 74.01, 74.81 (η -C₅H₃ or η -C₅H₄), 90.83 (C), 91.47 (C), 103.74, 103.85, 104.12 (*ipso*-Cp). Anal. Calc. for C₂₂H₂₃O₂Fe: C, 69.14; H, 7.91. Found: C, 69.27; H, 8.03.

3,4'-Di(*t*-butyl)-1,1'-bis(trimethylsilylethynyl)ferrocene (8). Red-orange solid (24 %), m.p. 110°C. IR (KBr): 2149 cm⁻¹. ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 0.19 (s, 18H, SiMe₃), 1.26 (s, 18H, *t*-Bu), 3.89 (dd, J = 2.6 and 1.5 Hz, 1H, η -C₅H₃), 4.11 (t, J = 1.5 Hz, 1H, η -C₅H₄), 4.45 (dd, J = 2.6 and 1.5 Hz, 1H, η -C₅H₄). ¹³C NMR (100 MHz, C₆D₆): δ 27.45 (Me), 27.56 (Me), 30.57 (*t*-Bu, C), 31.14 (*t*-Bu, Me), 67.40, 70.05, 70.37, 71.15, 71.47, 73.01, 73.51 (η -C₅H₃ or η -C₅H₄), 80.14, 81.59 (*ipso*-Cp-Ac), 107.37 (*ipso*-Cp-*t*-Bu), 199.27, 199.90 (CO). Anal. Calc. for C₂₈H₄₂Si₂Fe: C, 68.54; H, 8.63. Found: C, 68.56; H, 8.70.

3,3'-Di(*t*-butyl)-1,1'-bis(trimethylsilylethynyl)ferrocene (9). Red-orange oil (60 %). IR (neat): 2149 cm⁻¹. ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 0.21 (s, 18H, SiMe₃), 1.22 (s, 18H, *t*-Bu), 4.07 (dd, J = 2.6 and

1.5 Hz, 1H, η -C₅H₃), 4.18 (t, J = 1.5 Hz, 1H, η -C₅H₄), 4.21 (dd, J = 2.6 and 1.5 Hz, 1H, η -C₅H₄). ¹³C NMR (100 MHz, C₆D₆): δ 27.45 (Me), 27.56 (Me), 30.57 (*t*-Bu, C), 31.14 (*t*-Bu, Me), 67.40, 70.05, 70.37, 71.15, 71.47, 73.01, 73.51 (η -C₅H₃ or η -C₅H₄), 80.14, 81.59 (*ipso*-Cp-Ac), 107.37 (*ipso*-Cp-*t*-Bu), 199.27, 199.90 (CO). Anal. Calc. for C₂₈H₄₂Si₂Fe: C, 68.54; H, 8.63. Found: C, 68.56; H, 8.70.

Scheme 1



Coupling of complex 7. To a suspension of **7** (100 mg, 0.23 mmol) and HgI₂ (210 mg, 0.46 mmol) in CH₂Cl₂ (10 ml) was added TBAF (0.69 ml of 1M solution in THF, 0.69 mmol) at -78°C under Ar. The mixture was warmed to room temperature and then stirred for 4 h. After quenching with H₂O, the mixture was extracted with CH₂Cl₂. The extract was washed with H₂O and dried over MgSO₄. After evaporation, the residue was chromatographed on SiO₂ with elution of CH₂Cl₂ to give the cyclic dimer (**10**) as yellow–orange solid (100 mg, 44 %). IR (KBr): 2142 cm⁻¹. MS (FAB): m/z 977 (M⁺). ¹H NMR(400 MHz, CDCl₃): δ 1.21 (s, 18H, *t*-Bu), 4.15 (m, 1H), 4.23 (m, 1H), 4.27 (2H), 4.29 (1H), 4.32 (1H), 4.37 (1H)(η -C₅H₃ or η -C₅H₄). ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 30.56 (*t*-Bu, C), 32.21 (*t*-Bu, Me), 66.37 (C), 69.36, 69.44, 70.99, 71.54, 71.59, 71.63, 72.43 (η -C₅H₃), 86.59 (C, $J_{\text{C-Hg}}$ = 2273 Hz), 100.72, 103.80 (*ipso*- η -C₅H₃).

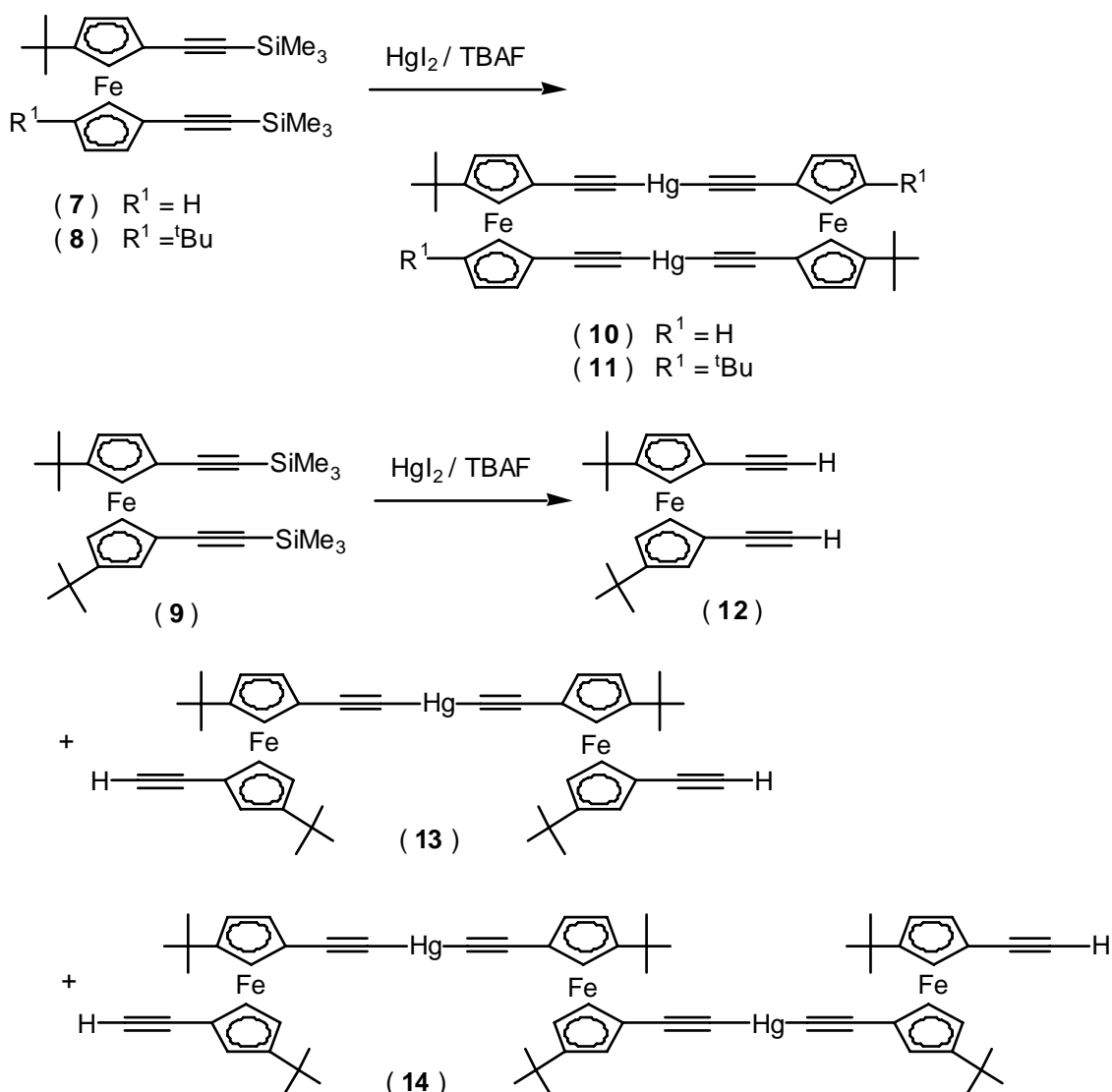
Coupling of complex 8. The reaction was carried out according to the procedure described above. The dimer (**11**) was obtained as red–brown solid (6.4 %). IR (KBr): 2137 cm⁻¹. MS (FAB): m/z 1090 (M⁺). ¹H NMR(400 MHz, CDCl₃): δ 1.20 (s, 18H, *t*-Bu), 4.14 (m, 2H, η -C₅H₃), 4.16 (m, 2H, η -C₅H₃),

4.38 (1H, η -C₅H₃). ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 30.64 (*t*-Bu,C), 32.47 (*t*-Bu, Me), 67.74 (C), 69.68 (η -C₅H₃), 70.03 (η -C₅H₃), 70.81 (η -C₅H₃), 101.32 (*ipso*- η -C₅H₃), 103.54 (*ipso*- η -C₅H₃).

Coupling of complex 9. The reaction was carried out according to the procedure described above. A 2:1 mixture of trimer (**13**) of tetramer (**14**) was obtained as red-brown solid (16 %), along with 3,3'-di-*t*-butyl-1,1'-bis(ethynyl)ferrocene (**12**). IR (KBr): 2110 and 2143 cm⁻¹. MS (FAB): *m/z* 1436 and 1979 (M⁺). ¹H NMR(400 MHz, CDCl₃): δ 1.25 (s, 18H, *t*-Bu), 1.26 (s, 18H, *t*-Bu), 2.76 (s, 2H, CH), 2.77 (s, 2H, CH), 4.12 (m, 2H, η -C₅H₃), 4.22 (m, 2H, η -C₅H₃), 4.23 (1H, η -C₅H₃).

3,3'-di-*t*-butyl-1,1'-bis(ethynyl)ferrocene (12). To a solution of **9** (120 mg, 0.23 mmol) in THF (5 ml) was added TBAF (0.69 ml of 1M solution in THF, 0.69 mmol) at -78°C under Ar. The mixture was slowly warmed to 0°C. After quenching with saturated NaHCO₃ solution, the mixture was extracted with diethyl ether. The extract was washed with H₂O and dried over MgSO₄. After evaporation, the residue was chromatographed on SiO₂ with elution of benzene to give the title complex as red-orange oil (64 mg, 80 %). IR (KBr): 2111 cm⁻¹. ¹H NMR(400 MHz, CDCl₃): δ 1.25 (s, 18H, *t*-Bu), 2.76 (s, 2H, CH), 4.16 (m, 2H, η -C₅H₃), 4.22 (m, 2H, η -C₅H₃), 4.23 (1H, η -C₅H₃). ¹³C NMR (100 MHz, CDCl₃): δ 30.76 (*t*-Bu,C), 31.54 (*t*-Bu, Me), 64.47 (C), 67.50 (η -C₅H₃), 71.38 (η -C₅H₃), 74.13 (C), 74.45 (η -C₅H₃), 82.69 (*ipso*- η -C₅H₃), 103.88 (*ipso*- η -C₅H₃).

Scheme 2.



References

1. Lehn, J.-M., "Supramolecular Chemistry," VCH, Weinheim, **1994**.
2. Fujita, M., "Comprehensive Supramolecular Chemistry," eds by Atwood, H. L.; Davis, J. E. D.; MacNicol, D. D.; Vögtle, F., Pergamon Press, Oxford, **1996**, Vol. 9, Part 7, P 253.
3. a) Bunz, U. H. F.; Roidl, G.; Altmann, M.; Enkelmann, V.; Shimizu, K. D., *J. Am. Chem. Soc.* **1999**, 121, 10719. b) Bunz, U. H. F. *Synlett*, **1997**, 1117. c) Diederich, F.; Rubin, Y.; Chapman, O. L., *Helv Chim. Acta* **1994**, 77, 1441. d) Espinet, P.; Soulantica, K.; Charmant, J. P. H.; Orpen, A. G., *J. Chem. Soc. Chem. Commun.*, **2000**, 915.
4. a) Fabrizi de Biani, F.; Corcini, M.; Zanello, P.; Yao, H.; Bluhm, M. E.; Grimes, R. N., *J. Am. Chem. Soc.* **2004**, 126, 11360. b) Yao, H.; Sabat, M.; Grimes, R. N.; Fabrizi de Biani, F.; Zanello, P., *Angew Chem. Int. Ed.* **2003**, 42, 1002. c) Teo, P.; Koh, L. L.; Andy Hor, T. S., *Inorg. Chem.* **2003**, 42, 7290. d) Linder, E.; Ayasse, C. S.; Eichele, K.; Steimann, M., *Organometallics*, **2002**, 21, 4217. e) Bruce, M. I.; Costuas, K.; Halet, J.-F.; Hall, B. C.; Low, P. J.; Nicholson, B. K.; Skelton, B. W.; White, A. H., *J. Chem. Soc. Dalton Trans.* **2002**, 383. f) ALQaisi, S. M.; Galat, K. J.; Chai, M.; Ray, III, D. J.; Rinaldi, P. L.; Tessier, C. A.; Youngs, W. J., *J. Am. Chem. Soc.* **1998**, 120, 12149.
5. Doisneau, G.; Balavoine, G.; Fillebeen-Khan, T., *J. Organomet. Chem.* **1992**, 425, 113.
6. Rosenblum, M.; Brawn, N.; Papenmeier, J.; Applebaum, M., *J. Organomet. Chem.* **1966**, 6, 173.

Solvent Dependence of Optical Resolution of α -Methylbenzylamine Using *N*-Tosyl-(*S*)-phenylalanine

School of Science and Engineering, Saitama University
Takuji HIROSE, Muksana BEGUM and Kayoko TANIGUCHI

Abstract

The optical resolution system of racemic (*RS*)- α -methylbenzylamine (MBA) **1** with naturally-based and commercially available reagent *N*-tosyl-(*S*)-phenylalanine (TPA) **2** via diastereomeric salt formation has been investigated. A significant role of the dielectric constant (ϵ) of solvent used in this resolution process also reported here. Highly optically pure (*S*)-**1** was obtained as the less-soluble diastereomeric salt using 2-PrOH as a resolving solvent (68.4% ee, *E* 47.7%). The enantiomeric excess of **1** in the less-soluble diastereomeric salt was found to vary depending on the solvent used; the enantiomeric excess of **1** in the salt was controlled by adjusting the solvent dielectric constant (ϵ)

Introduction

The reliable preparation of enantiomerically pure compounds is important in such areas as the pharmaceutical and food industries. To date, amongst the various new and attractive techniques for the preparation of enantiomerically pure compounds, optical resolution via diastereomeric salt formation is still a useful technique on an industrial scale, since it is generally simple, clean, and easy to reproduce the laboratory-scale data on an industrial-scale.¹ Estimation assessed that more than half of the chiral drugs on the pharmaceutical market are produced by the diastereomeric salt formation method using enantiomerically pure resolving agents.²

The general importance of chiral amines is well recognized and α -methylbenzylamine (MBA) **1** is well known as a simple, yet powerful, chiral reagent.³ Enantiomerically pure MBA and its derivatives have important applications as effective chiral adjuvants in the resolution of racemates, as ligands in asymmetric (or disymmetric) catalysts.⁴ Nowadays it's being used as a chiral auxiliary and as a chiral base.

It's notable that several stereoselective syntheses for α -MBA have been reported.^{5,6} Stereoselective synthesis would be a course of action to get enantiopure α -MBA, but high cost, multiple steps, low chemical yields, or low diastereoselectivity are the disadvantageous causes to be considered. The direct resolution is the most convenient method to produce a pure enantiomer, although tedious separation processes of the corresponding salts are sometimes required. The resolutions of racemic **1** with tartaric acid,⁷ (*S*)-carbamalactic acid,⁸ and mandelic acid⁹ seem to be the efficient systems.

Recent papers by Sakai *et al.* show that solvent dependence of the diastereomeric salt formation method allow efficient resolution of both enantiomers using a *single* resolving

agent.¹⁰⁻¹² This technique is apparently very effective for the use of natural resolving agents, which are usually available as a single enantiomer.¹³ Herein we report the solvent dependence of optical resolution (*RS*)- α -methylbenzylamine (MBA) **1** using *N*-tosyl-(*S*)-phenylalanine (TPA) **2**.

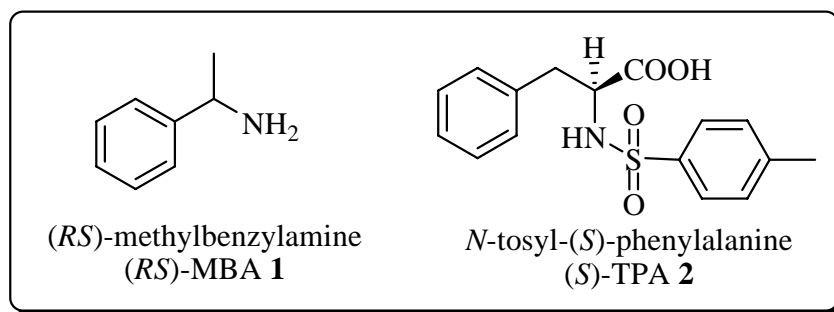


Figure 1. Chemical structures of MBA and TPA

Results and Discussion

To resolve (*RS*)- α -methylbenzylamine (MBA) **1**, recrystallizable resolving agent *N*-tosyl-(*S*)-phenylalanine (TPA) **2** was selected rather than a number of other commercially available acidic resolving agents.⁷⁻⁹ From a known concept, ‘*a resolving agent should have similar or longer molecular length than the racemic target compound*,’⁹ and no resolution work on MBA with TPA has been reported so far, so that we were interested to choose **2** as a resolving agent for the present cumbersome works. It was also found from our efforts that TPA could be recovered easily.

In order to examine (*S*)-TPA **2** as a resolving agent of (*RS*)-**1**, at first the effects of four alcohols ($\epsilon = 17$ – 33)¹⁴ and water ($\epsilon = 78$)¹⁴ on the resolution were studied as a resolving solvent. All solvent systems gave crystalline precipitates and the results of a single crystallization in each solvent are summarized in Table 1. The optical purity was determined by chiral HPLC analysis after acetylation of (*S*)-**1** liberated from the precipitated salt. As seen in Table 1, only (*S*)-**1**·(*S*)-**2** was obtained as the less-soluble diastereomeric salt and highly optically pure (*S*)-**1** was obtained using EtOH and 2-PrOH solvents.

Table 1 Resolution of (*RS*)-**1** with (*S*)-**2** in some alcohols and water^a

Entry	Solvent	Dielectric constant ^b (ϵ)	Solvent / (<i>RS</i>)- 1 (v / w)	Yield ^c %	Optical Purity ^d %ee	Resolution Efficiency ^e (<i>E</i>) %	Absolute configuration
1	MeOH	33.0	10	50.5	17.9	9.04	<i>S</i>
2	EtOH	24.0	28	45.7	59.8	27.3	<i>S</i>
3	2-PrOH	18.0	35	69.8	68.4	47.7	<i>S</i>
4	<i>n</i> -BuOH	17.0	40	61.6	48.3	29.8	<i>S</i>
5	H ₂ O	78.0	5.4	50.7	1.93	0.98	<i>S</i>

a) Resolving agent (*S*)-**2** / (*RS*)-**1** = 1.0 (molar ratio).

b) Dielectric constant (ϵ) for a mixed solvent is the weighted average value calculated from those of pure solvents.

c) Yield calculated based on half the amount of racemic MBA.

d) Determined by chiral HPLC analysis (HPLC Conditions–Column: Chiralpak AD–H (Daicel Chemical Ind. Ltd.), Eluent: 10% 2-propanol in hexane, Flow rate : 0.5 mL/min).

e) Resolution efficiency (*E*: %) = yield (%) x optical purity (% ee) / 100

The results summarized in Table 1 also indicate that the enantiomeric excess of (*S*)-1 in the less-soluble diastereomeric salt would vary depending on the solvent polarity. Therefore the optical purity and even the configuration of resolved 1 could be controlled by using a mixed solvent of alcohols and water as shown by Sakai *et al.*¹⁰⁻¹² The effects of various mixed solvents of alcohol and water ($\epsilon = 18-78$)¹⁴ on the resolution were examined as shown in Table 2.

Table 2 Resolution of (*RS*)-1 with (*S*)-2 in various alcoholic solvents^a

Entry	Solvent ^b	Dielectric constant ^c (ϵ)	Solvent / (<i>RS</i>)-1 (v / w)	Yield ^c %	Optical Purity ^d %ee	Resolution Efficiency ^e (<i>E</i>) %	Absolute configuration
1	100%MeOH	33.0	10	50.5	17.9	9.04	S
2	90% MeOH	36.9	8	45.3	17.5	7.93	S
3	80% MeOH	41.5	7.5	45.8	13.2	6.05	S
4	70% MeOH	47.0	6	52.1	11.3	5.89	S
5	60% MeOH	51.0	5	50.6	2.70	1.37	S
6	100% EtOH	24.0	28	45.7	59.8	27.3	S
7	90% EtOH	29.0	17	54.2	44.9	24.3	S
8	80% EtOH	33.9	9	44.0	15.7	6.91	S
9	70% EtOH	39.1	6	48.5	8.58	4.16	S
10	60% EtOH	46.0	5	52.6	4.45	2.34	S
11	100% 2-PrOH	18.0	45	69.8	68.4	47.7	S
12	90% 2-PrOH	25.7	25	64.4	48.3	31.1	S
13	80% 2-PrOH	31.5	13	49.3	32.4	16.0	S
14	70% 2-PrOH	36.0	7.5	46.8	17.5	8.20	S
15	60% 2-PrOH	42.0	6.5	47.7	12.6	6.01	S
16	H ₂ O	78.0	5.4	50.7	1.93	0.98	S

a) Resolving agent (*S*)-2 / (*RS*)-1 = 1.0 (molar ratio).

b) Dielectric constant (ϵ) for a mixed solvent is the weighted average value calculated from those of pure solvents.

c) Yield calculated based on half the amount of racemic MBA.

d) Determined by chiral HPLC analysis (HPLC Conditions–Column: Chiralpak AD–H (Daicel Chemical Ind. Ltd.), Eluent: 10% 2-propanol in hexane, Flow rate : 0.5 mL/min).

e) Resolution efficiency (*E*: %) = yield (%) x optical purity (% ee) / 100

The results in Table 2 show that the enantiomeric excess of (*S*)-1 in the less-soluble diastereomeric salt was largely affected by the solvent polarity, that is, the enantiomeric excess of 1 in the salt was controlled by adjusting the water content in an alcohol. The trends of the optical purity changes are illustrated in Figure 2 as the dielectric constant (ϵ) as an index. The lower the solvent ϵ is, the higher the optical purity of (*S*)-1 becomes. This phenomenon demonstrates that the solvent composition or polarity plays an important role during chiral discrimination process.

Only (*S*)-1 was obtained by the solvent systems used in the wide dielectric constant range, $18 < \epsilon < 78$. In order to observe the solvent effect at lower ϵ range, it is necessary to use less polar alcoholic and other solvents as a resolving solvent.

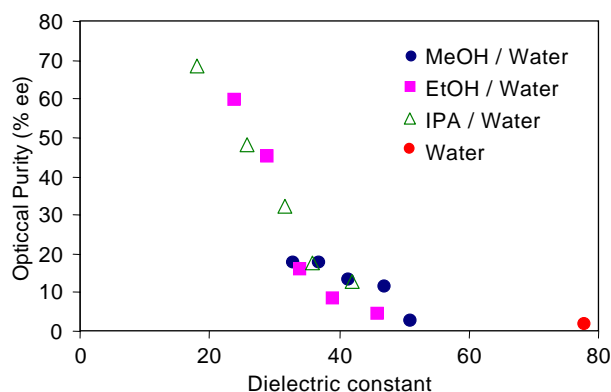


Figure 2. Relationship between the optical purity and the solvent.

Conclusion

N-Tosyl-(*S*)-phenylalanine was found to effectively serve as a new resolving agent for racemic (*RS*)- α -methylbenzylamine (1) to give (*S*)-1 using an alcohol (MeOH, EtOH, 2-PrOH, *n*-BuOH) and the alcohol-water mixtures. Moreover, it was found that the optical purity of 1 in the diastereomeric salt largely varied depending on the composition or polarity of the solvent used.

Experimental

The measurement of ^1H NMR spectra was performed on Bruker AC300P and AC200 spectrometers (Molecular Analysis and Life Science (MALS) Center, Saitama University). Infrared spectra were recorded on a JASCO FT/IR 400 spectrometer. Melting temperatures were determined on Mel-Temp melting point apparatus (Laboratory Devices, MA) and were reported uncorrected. Optical rotation was measured on a JASCO DIP-370 polarimeter. High performance liquid chromatography was performed by a JASCO Intelligent HPLC system 900 equipped with a JASCO CD-1594 detector.

Resolution procedure:

A general experimental procedure (i.e. preparation of the diastereomeric salt) is as follows: A mixture of (*RS*)- α -methylbenzylamine 1 (121 mg, 1.0 mmol), *N*-tosyl-(*S*)-phenylalanine 2 (319 mg, 1.0 mmol) and solvent (required amount as table) was heated to give a clear solution. The solution was then cooled to room temperature or lower (corresponding to the crystallization temperature) to give a suspension. The crystals were filtered off and washed with respective solvent to afford crude less-soluble diastereomeric salt (*S*)-1·(*S*)-2.

(*S*)-1/(*S*)-2: Pure (*S*)-1·(*S*)-2 was prepared to determine its properties as follows: In MeOH (10 mL), (*S*)-1 (121 mg, 1.0 mmol) and (*S*)-2 (319 mg, 1.0 mmol) were dissolved, and the solvent was removed under reduced pressure to afford the salt. $[\alpha]_{\text{D}}^{27} = +50.5$ (*c*

0.107, MeOH, T=27 °C); mp 156–158 °C; IR (KBr) cm^{-1} : 3300–2400, 1566, 1446, 1404, 1373, 1330, 1171, 1153, 1088, 949, 868, 816, 768, 752, 700, 660, 567, 547; ^1H NMR (CDCl_3 , 300 MHz): δ 7.47–6.99 (m, 14H), 5.66 (br s, 4H), 4.16 (m, 1H), 3.79 (m, 1H), 2.96 (dd, J = 13.6, 5.2 Hz, 1H), 2.68 (dd, J = 13.6, 7.3 Hz, 1H), 2.34 (s, 3H), 1.42 (d, J = 6.6 Hz, 3H).

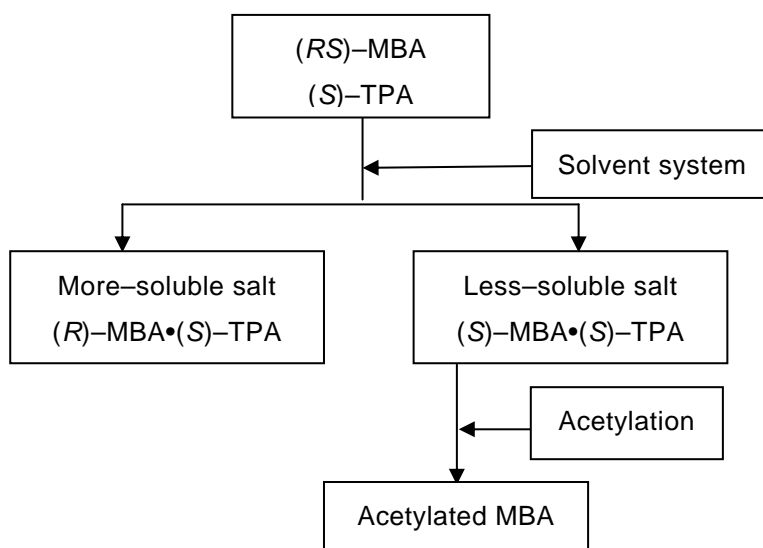


Figure 3. Flow chart of the resolution system of (*RS*)-MBA 1 with (*S*)-TPA 2.

Optical Purity Determination

The less-soluble diastereomeric salt (*S*)-1 · (*S*)-2 was acetylated to determine the optical purity of 1. A typical experimental procedure is as follows: To a stirred solution of the salt (94 mg, 0.21 mmol) in dry THF was added Et_3N (54 mg, 0.53 mmol) in dry THF at room temperature under a nitrogen atmosphere. Acetic anhydride (26 mg, 0.26 mmol) in dry THF was added dropwise to the mixture, which was stirred for 10 h at the same temperature. The reaction mixture solvent was removed under reduced pressure. The residue was dissolved in EtOAc and was washed with saturated aqueous NaHCO_3 , brine, dried with anhydrous Na_2SO_4 . After concentration under reduced pressure, the residue was purified by preparative silica gel TLC (EtOAc) to give (31 mg, 0.19 mmol, 89.7%) as a white solid.

The optical purity of α -methylbenzylamine 1 was determined on its acetylated derivative by chiral HPLC analysis. Chiral HPLC analysis was performed using CHIRALCEL AD-H (Daicel Chemical Ind. Ltd., ϕ 4.6 mm \times 250 mm, detection: UV 254 nm, flow rate: 0.5 mL/min, eluent: 10% 2-propanol in hexane).

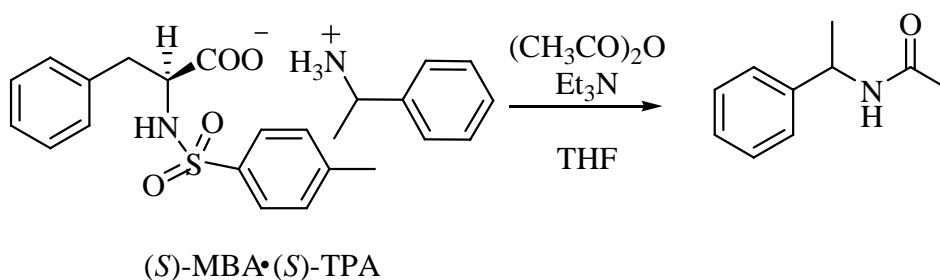


Figure 4. Acetylation reaction of less soluble diastereomeric salt

Acetylated (S)-1 [*N*-(1-phenylethyl)acetamide]: $[\alpha]_D^{24} = -170.0$ (*c* 0.106, MeOH, T=24 °C); mp 102–104 °C; IR (KBr) cm^{-1} : 3265, 3070, 2980, 1643, 1556, 1491, 1450, 1375, 1302, 1286, 756, 742, 704, 621, 534; $^1\text{H NMR}$ (CDCl_3 , 300 MHz): δ 7.36–7.23 (m, 5H), 5.76 (s, 1H), 5.13 (m, 1H), 1.98 (s, 3H), 1.49 (d, $J = 6.6$ Hz, 3H).

References

1. Jacques, J.; Collet, A.; Wilen, S. H. *Enantiomers, Racemates, and Resolutions*; Wiley-InterScience, 1981; (b) Kozma, D. *Optical Resolutions via Diastereomeric Salt Formation*; CRC Press, 2002; (c) Sakai, K.; Yokoyama, M.; Sakurai, R.; Hirayama, N. *Tetrahedron: Asymmetry*, **2006**, *17*, 1541–1543.
2. Rouhi, A. M. *Chemical and Engineering News*, **2003**, 45–55.
3. Juaristi, E.; Murer, P.; Seebach, D. *Synthesis*, **1993**, 1243–1246.
4. Juaristi, E.; Escalante, J.; León-Romo, J. L.; Reyes, A. *Tetrahedron: Asymmetry*, **1998**, *9*, 715–740.
5. Hua, D. H.; Miao, S. W.; Chen, J. S.; Iguchi, S. *J. Org. Chem.*, **1991**, *56*, 4–6.
6. Wu, M. J.; Pridgen L. N. *J. Org. Chem.*, **1991**, *56*, 1340–1344.
7. Ault, A. *Organic Syntheses*; Wiley: New York, 1973, Coll. Vol. V, p. 932–936.
8. Brown, E.; Viot, F.; Floch, Y. L. *Tetrahedron Lett.*, **1985**, *26*, 4451–4452.
9. Kinbara, K.; Sakai, K.; Hashimoto, Y.; Nohira, H.; Saigo, K. *Tetrahedron: Asymmetry*, **1996**, *7*, 1539–1542.
10. Sakai, K.; Sakurai, R.; Yuzawa, A.; Hirayama, N. *Tetrahedron: Asymmetry*, **2003**, *14*, 3713–3718.
11. Sakai, K.; Sakurai, R.; Hirayama, N. *Tetrahedron: Asymmetry*, **2004**, *15*, 1073–1076.
12. Sakai, K.; Sakurai, R.; Nohira, H.; Tanaka, R.; Hirayama, N.; *Tetrahedron: Asymmetry*, **2004**, *15*, 3495–3500.
13. Taniguchi, K., Aruga, M., Yasutake, M., Hirose, T. *Org. Biomol. Chem.*, **2008**, *6*, 458–463.
14. The values of dielectric constants of mixed solvents were calculated as the weighted average of the mixture components, alcohol and water, based on the following equation & literatures; $\epsilon_{(\text{mix})} = (\text{wt}\%_{(\text{alcohol})} \times \epsilon_{(\text{alcohol})}) + (\text{wt}\%_{(\text{water})} \times \epsilon_{(\text{water})})$, where $\epsilon_{(\text{alcohol})}$ & $\epsilon_{(\text{water})}$ are the dielectric constants at 20 °C of pure alcohol and water, respectively. (a) Jouyban, A.; Soltanpour, S.; Chan, H.-K. *Int. J. Pharm.*, **2004**, *269*, 353–360; (b) Prakongpan, S.; Nagai, T. *Chem. Pharm. Bull.*, **1984**, *32*, 340–343.

Synthesis of Asymmetric Bridging Ligand, *trans*-1,4-bis(1,10-phenanthroline-4-yl)-1-butene

School of Science and Engineering, Saitama University
Takashi KAMIZONO, Satoshi SHIBATA, and Takuji HIROSE

Abstract

Efficient synthesis of an asymmetric bridging ligand **1**, *trans*-1,4-bis(1,10-phenanthroline-4-yl)-1-butene, was reported by the use of 8-aminoquinoline as a starting material. The structures of the target compound and the major intermediates were assigned by ¹H NMR and ES-Mass spectra.

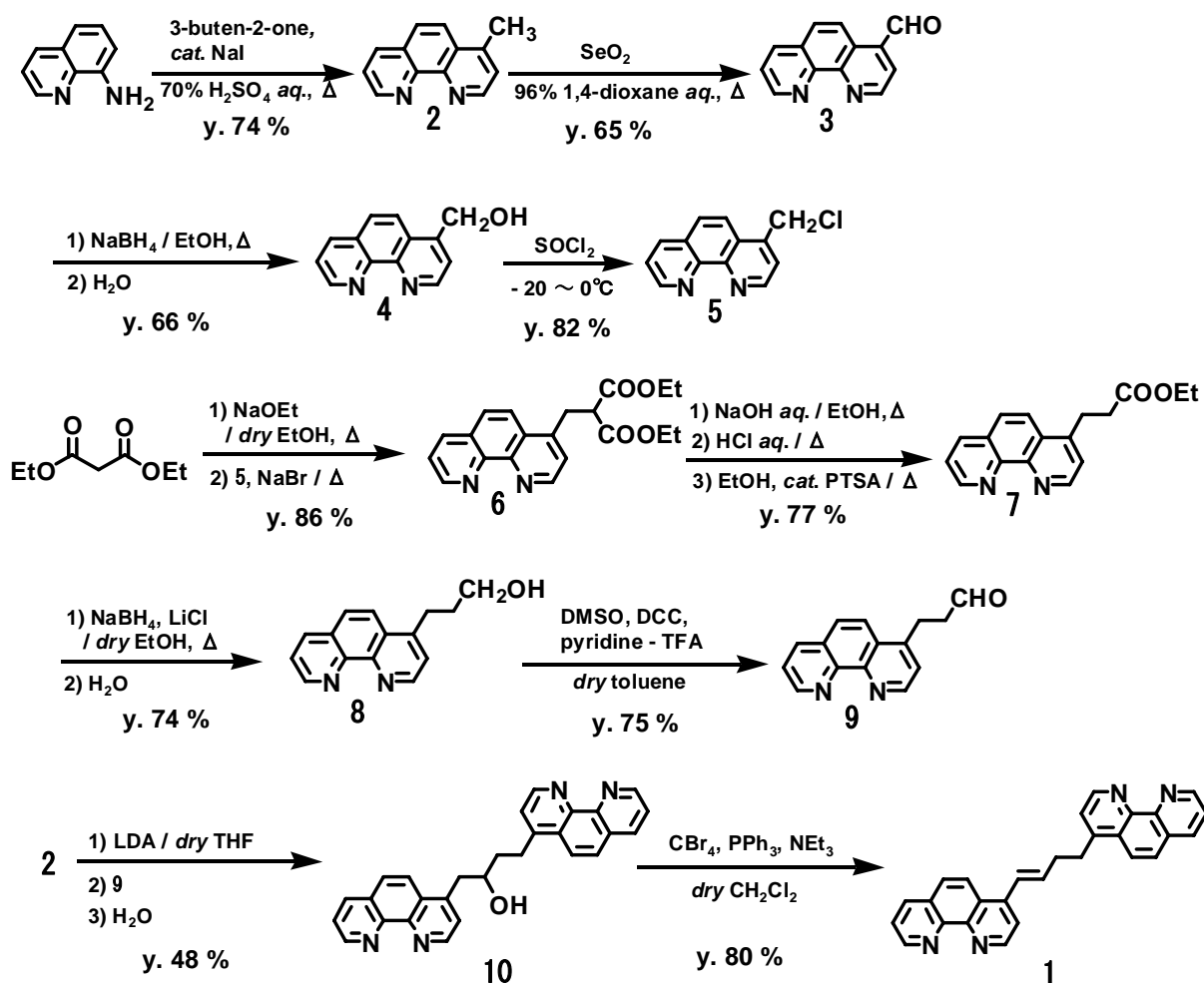
Introduction

The organic heteronuclear polymetallic complexes have been expected for multifunctional molecules through combination of different functions as reaction catalysts and chemical devices due to their multifunctions, which mononuclear complexes cannot afford. In fact, recently, photochemical and electrochemical properties of many kinds of heteronuclear complexes have been studied by many research groups.¹⁻⁴⁾ The controlling factors of these properties are the types of central metals, the structures of the peripheral ligands, the bridging ligands, and so on.¹⁻⁴⁾ These ligands are known to largely affect the efficiency or lifetime of electron or energy transfer by controlling the redox potentials.^{4,5)} Nevertheless, there are a few researches which focus on the structures and the effects of bridging ligands.^{1,3,6-8)}

Most bridging ligands studied so far are limited to those which have simple methylene^{6,7)} or phenylene spacers³⁾ and are fully conjugated by aromatic rings¹⁾ or multiple bonds.⁸⁾ All of these bridging ligands have symmetric spacers. Therefore, it is interesting to investigate the effects of an asymmetric spacer on the chemical and electrochemical properties of heteronuclear complexes. We report here the first synthesis of a new bridging ligand, *trans*-1,4-bis(1,10-phenanthroline-4-yl)-1-butene **1**, having an asymmetric spacer with a double bond.

Results

The synthetic route of the bridging ligand **1** is summarized in Scheme 1. All compounds were characterized by ¹H NMR and ES-Mass spectroscopies.



Scheme 1

The compounds **2–4** were prepared starting from 8-aminoquinoline according to the reported methods.^{9,10)}

The chloride **5** was prepared by the reaction of **4** and excess SOCl_2 at -20°C . The reactions at higher temperatures, under refluxing condition and at rt, led to a complicated mixture. In bromination of **4** by 48% HBr aq. , no bromide was obtained after purification by column chromatography although the bromide had been detected in the reaction mixture by TLC tracing.

The diester **6** was prepared as follows: After deprotonation of ethyl malonate with sodium ethoxide, the generated carbanion was alkylated by **5** in the presence of excess NaBr as a halogen exchange reagent. After purification by alumina column chromatography, pure **6** was obtained in high yield.

The alcohol **8** was obtained in high yield by the use of NaBH_4 and lithium chloride in *dry EtOH*. On the other hand, the use of LiAlH_4 and LiBH_4 led to low yields due to reduction of aromatic rings. In fact, the $^1\text{H NMR}$ spectrum of the by-product showed some peaks, which had been assigned to aromatic protons of **7**, disappeared.

The aldehyde **9** was prepared by oxidation of **8** through the reaction with DMSO and dicyclohexylcarbodiimide under mild conditions. It is important to purify the crude product rapidly to obtain pure **9** in good yield. An attempt to oxidize **8** in the presence of pyridinium dichromate failed due to decomposition of aromatic rings.

The target bridging ligand **1** was efficiently synthesized by the bromination of **10** by the use of CBr₄ and PPh₃, followed by selective dehydrobromination with triethylamine. The regioselectivity of the reaction was confirmed by the vicinal coupling constant between the olefinic protons ($J = 15.8$ Hz) observed in the ¹H NMR spectrum.¹¹⁾

Conclusion

We have investigated a synthetic method of a new bridging ligand, *trans*-1,4-bis(1,10-phenanthroline-4-yl)-1-butene **1**, having an asymmetric spacer. As a result, an efficient synthetic route of **1** was established through coupling of 1,10-phenanthroline derivatives and halogenation/regioselective dehydrohalogenation. Application of the present bridging ligand to heteronuclear complexes is under way.

Experimental

All ¹H NMR spectra were measured at 300 MHz on a Bruker AC-300P spectrometer, using tetramethylsilane (TMS) as an internal standard. (Molecular Analysis and Life Science Center, Saitama University) Electrospray mass spectra were recorded with an Applied Biosystems Mariner spectrometer. (MALS, Saitama University)

All reagents and solvents that were commercially available were purchased from Kanto Chemical Co., Inc., Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., or Sigma-Aldrich Co. at the highest quality and were purified by distillation when necessary.

4-Methyl-1,10-phenanthroline (**2**), 1,10-phenanthroline-4-carbaldehyde (**3**), and 4-(hydroxymethyl)-1,10-phenanthroline (**4**) were prepared according to the literatures.^{9,10)}

4-(Chloromethyl)-1,10-phenanthroline (5). Under nitrogen atmosphere, **4** (1.04 g, 4.96 mmol) was added to SOCl₂ (10 ml) at -20 °C, and the temperature was gradually raised to *ca.* 0 °C for 5 h. After the reaction, ice water was added to decompose remaining SOCl₂ until the evolution of SO₂ stopped. The solution was basified to pH 9 with *sat.* Na₂CO₃ *aq.*, extracted with chloroform, washed with *sat.* NaCl *aq.*, dried with anhydrous Na₂SO₄ and concentrated. The residue was purified by neutral alumina column chromatography with chloroform/hexane /methanol (v/v/v, 100/100/1) to obtain a white solid (933 mg, 4.08 mmol, 82%).

¹H NMR (CDCl₃): $\delta = 9.22$ (*dd*, 1H, $J = 4.3, 1.7$ Hz, ArH), 9.18 (*d*, 1H, $J = 4.6$ Hz, ArH), 8.27 (*dd*, 1H, $J = 7.3, 1.7$ Hz, ArH), 8.10 (*d*, 1H, $J = 9.0$ Hz, ArH), 7.90 (*d*, 1H, $J = 9.0$ Hz, ArH), 7.67 (*d*, 1H, $J = 4.6$ Hz, ArH), 7.66 (*dd*, 1H, $J = 7.3, 4.3$ Hz, ArH), 5.06 (*s*, 2H, ArCH₂Cl). ES-MS: 230 [M+H]⁺

2-(1,10-Phenanthroline-4-ylmethyl)malonic acid diethyl ester (6). Under nitrogen atmosphere, Na (215 mg, 9.34 mmol) was added to *dry* EtOH (10 ml) and stirring was continued until all Na dissolved at rt. Ethyl malonate (1.9 ml, 12.5 mmol) was added to the solution and refluxed for 1.5 h. The solution of **5** (1.51 g, 6.58 mmol) in *dry* EtOH (15

ml) and NaBr (1.44 g, 14.0 mmol) were added to the NaOEt/EtOH solution, and the mixture was refluxed overnight. After removing ethanol, water was added and extracted with chloroform, and the extract was dried with anhydrous Na₂SO₄ and concentrated. The residue was purified by neutral alumina column chromatography with chloroform/hexane (v/v, 1/1) to obtain a pale yellow oil (1.99 g, 5.65 mmol, 86 %).

¹H NMR (CDCl₃): δ = 9.22 (*dd*, 1H, *J* = 4.3, 1.7 Hz, ArH), 9.07 (*d*, 1H, *J* = 4.4 Hz, ArH), 8.24 (*dd*, 1H, *J* = 8.1, 1.7 Hz, ArH), 8.06 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.84 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.63 (*dd*, 1H, *J* = 8.1, 4.3 Hz, ArH), 7.50 (*d*, 1H, *J* = 4.4 Hz, ArH), 4.18 (*m*, 4H, ArCH₂CH(COOCH₂CH₃)₂), 3.80 (*m*, 3H, ArCH₂CH(COOCH₂CH₃)₂), 1.18 (*t*, 6H, *J* = 7.2 Hz, ArCH₂CH(COOCH₂CH₃)₂). ES-MS: 354 [M+H]⁺

3-(1,10-Phenanthrolin-4-yl)propionic acid ethyl ester (7). To the solution of **6** (1.99 g, 5.65 mmol) in EtOH (30 ml) was added 3 M NaOH *aq.* (10 ml) and the resulting mixture was refluxed for 5 h. After removing ethanol, the solution was acidified to pH 1 with 3 M HCl *aq.* After refluxing overnight, the solution was concentrated. A catalytic amount of PTSA (*p*-toluenesulfonic acid) (58.5 mg, 0.34 mmol) was added to the EtOH (40 ml) solution of the residue and the mixture was refluxed overnight. The solution was concentrated, weakly basified with *sat.* NaHCO₃ *aq.*, and extracted with chloroform. The organic layer was dried with anhydrous Na₂SO₄ and concentrated. The residue was purified by neutral alumina column chromatography with chloroform/hexane (v/v, 1/1) to obtain a white solid (1.12 g, 4.35 mmol, 77 %).

¹H NMR (CDCl₃): δ = 9.20 (*dd*, 1H, *J* = 4.1, 1.8 Hz, ArH), 9.10 (*d*, 1H, *J* = 4.6 Hz, ArH), 8.26 (*dd*, 1H, *J* = 8.1, 1.8 Hz, ArH), 8.06 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.84 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.64 (*dd*, 1H, *J* = 8.1, 4.1 Hz, ArH), 7.50 (*d*, 1H, *J* = 4.6 Hz, ArH), 4.16 (*q*, 2H, *J* = 7.1 Hz, ArCH₂CH₂COOCH₂CH₃), 3.50 (*t*, 2H, *J* = 7.9 Hz, ArCH₂CH₂COOCH₂CH₃), 2.82 (*t*, 2H, *J* = 7.9 Hz, ArCH₂CH₂COOCH₂CH₃), 1.23 (*t*, 3H, *J* = 7.1 Hz, ArCH₂CH₂COOCH₂CH₃). ES-MS: 281 [M+H]⁺

4-(3-Hydroxypropyl)-1,10-phenanthroline (8). Under nitrogen atmosphere, NaBH₄ (94.1 mg, 2.49 mmol) and LiCl (106 mg, 2.49 mmol) were added to the solution of **7** (698 mg, 2.49 mmol) in *dry* EtOH (20 ml), and refluxed for 10 h. During this period, the same amount of NaBH₄ and LiCl were added in every few hours. After 10 h, the reaction was quenched with water. After removing ethanol, the aqueous layer was extracted with chloroform, and dried with anhydrous Na₂SO₄ and concentrated. The residue was purified by neutral alumina column chromatography with chloroform/hexane (v/v, 2/1) to obtain a white solid (437 mg, 1.83 mmol, 74 %).

¹H NMR (CDCl₃): δ = 9.14 (*dd*, 1H, *J* = 4.3, 1.8 Hz, ArH), 9.00 (*d*, 1H, *J* = 4.6 Hz, ArH), 8.18 (*dd*, 1H, *J* = 8.1, 1.8 Hz, ArH), 8.01 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.71 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.58 (*dd*, 1H, *J* = 8.1, 4.3 Hz, ArH), 7.42 (*d*, 1H, *J* = 4.6 Hz, ArH), 3.79 (*t*, 2H, *J* = 6.2 Hz, ArCH₂CH₂CH₂OH), 3.22 (*t*, 2H, *J* = 7.7 Hz, ArCH₂CH₂CH₂OH), 2.03 (*m*, 2H, ArCH₂CH₂CH₂OH). ES-MS: 239 [M+H]⁺

3-(1,10-Phenanthrolin-4-yl)propanal (9).¹²⁾ Under nitrogen atmosphere, **8** (508 mg, 2.13 mmol) was dissolved in a mixture of anhydrous DMSO (8.0 ml) and toluene (8.0 ml) containing dicyclohexylcarbodiimide (DCC) (1.30 g, 6.30 mmol) and pyridine (170 μ l, 2.10 mmol). Trifluoroacetic acid (85 μ l, 1.05 mmol) was then added, and the mixture was stirred for 2.5 h at rt. Oxalic acid (570 mg, 6.30 mmol) was added to destroy excess DCC and after 30 min, chloroform (25 ml) and water (25 ml) were added and dicyclohexylurea was removed by filtration. The aqueous layer was basified to pH 9 with *sat.* Na₂CO₃ *aq.*, and extracted with chloroform. The organic layer was washed with water, dried with anhydrous Na₂SO₄, and concentrated. The residue was purified by neutral alumina column chromatography with chloroform/hexane (v/v, 3/1) to obtain a white solid (379 mg, 1.60 mmol, 75 %).

¹H NMR (CDCl₃): δ = 9.92 (*s*, 1H, ArCH₂CH₂CHO), 9.20 (*dd*, 1H, *J* = 4.3, 1.8 Hz, ArH), 9.09 (*d*, 1H, *J* = 4.4 Hz, ArH), 8.26 (*dd*, 1H, *J* = 8.0, 1.8 Hz, ArH), 8.01 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.85 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.64 (*dd*, 1H, *J* = 8.0, 4.3 Hz, ArH), 7.48 (*d*, 1H, *J* = 4.4 Hz, ArH), 3.50 (*t*, 2H, *J* = 7.5 Hz, ArCH₂CH₂CHO), 3.01 (*t*, 2H, *J* = 7.5 Hz, ArCH₂CH₂CHO). ES-MS: 270 [M+MeOH+H]⁺

1,4-Bis(1,10-phenanthrolin-4-yl)-2-butanol (10). Under nitrogen atmosphere, 2.0 M lithium diisopropylamide in heptane/tetrahydrofuran/ethylbenzene (215 μ l, 0.43 mmol) was added to a *dry* THF (8 ml) solution of **2** (82.2 mg, 0.42 mmol) at -78 °C, and the temperature was gradually raised to rt for 4 h.⁶⁾ To this solution was added a *dry* THF (11 ml) solution of **9** (101 mg, 0.43 mmol) at -41 °C, and the temperature was gradually raised to rt for 16 h. After quenching with water, all organic solvents were removed and the aqueous layer was extracted with chloroform/methanol. The organic layer was dried with anhydrous Na₂SO₄ and concentrated. The residue was purified by neutral alumina column chromatography with chloroform to obtain a pale orange solid (87.2 mg, 0.20 mmol, 48 %).

¹H NMR (CDCl₃): δ = 9.19 (*dd*, 1H, *J* = 4.4, 1.9 Hz, ArH), 9.12 (*dd*, 1H, *J* = 4.4, 1.8 Hz, ArH), 9.07 (*d*, 1H, *J* = 4.4 Hz, ArH), 8.98 (*d*, 1H, *J* = 4.4 Hz, ArH), 8.24 (*dd*, 1H, *J* = 8.1, 1.9 Hz, ArH), 8.16 (*dd*, 1H, *J* = 7.9, 1.8 Hz, ArH), 8.10 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.89 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.80 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.66~7.59 (*m*, 3H, ArH), 7.52 (*d*, 1H, *J* = 4.4 Hz, ArH), 7.48 (*d*, 1H, *J* = 4.4 Hz, ArH), 4.27~4.20 (*m*, 1H, ArCH₂CH(OH)CH₂CH₂Ar), 3.62~3.52 (*m*, 1H, ArCH₂CH(OH)CH₂CH₂Ar), 3.41~3.25 (*m*, 3H, ArCH₂CH(OH)CH₂CH₂Ar), 2.18 (*m*, 2H, ArCH₂CH(OH)CH₂CH₂Ar). ES-MS: 431 [M+H]⁺, 216 [M+2H]²⁺

***trans*-1,4-Bis(1,10-phenanthrolin-4-yl)-1-butene (1).** To a stirred solution of **10** (40.9 mg, 95.0 μ mol) in *dry* CH₂Cl₂ (2 ml) under nitrogen atmosphere was added CBr₄ (62.0 mg, 187 μ mol). The mixture was stirred for 10 min at rt, and then a solution of PPh₃ (51.2 mg, 195 μ mol) in *dry* CH₂Cl₂ (0.4 ml) was slowly added.¹³⁾ Then triethylamine (26.0 μ l, 186 μ mol) was added to the solution and the mixture was stirred for 3.5 h at rt. The reaction mixture was quenched with water and then diluted with chloroform. The organic layer was separated and washed with *sat.* NaCl *aq.*, dried with

anhydrous Na₂SO₄ and concentrated. The residue was purified by neutral alumina thin layer chromatography with chloroform/methanol (v/v, 50/1) to obtain a pale yellow solid (31.5 mg, 76.4 μmol, 80 %).

¹H NMR (CDCl₃): δ = 9.22 (*dd*, 1H, *J* = 4.2, 1.7 Hz, ArH), 9.19 (*dd*, 1H, *J* = 4.4, 1.7 Hz, ArH), 9.14 (*d*, 1H, *J* = 4.8 Hz, ArH), 9.10 (*d*, 1H, *J* = 4.6 Hz, ArH), 8.24 (*dd*, 1H, *J* = 7.9, 1.7 Hz, ArH), 8.22 (*dd*, 1H, *J* = 8.1, 1.7 Hz, ArH), 8.11 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.84 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.83 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.71 (*d*, 1H, *J* = 9.2 Hz, ArH), 7.64 (*m*, 2H, ArH), 7.60 (*d*, 1H, *J* = 4.8 Hz, ArH), 7.55 (*d*, 1H, *J* = 4.6 Hz, ArH), 7.11 (*d*, 1H, *J* = 15.8 Hz, ArCHCHCH₂CH₂Ar), 6.56 (*dt*, 1H, *J* = 15.8, 7.0 Hz, ArCHCHCH₂CH₂Ar), 3.47 (*t*, 2H, *J* = 7.4 Hz, ArCHCHCH₂CH₂Ar), 2.94 (*dt*, 2H, *J* = 7.4, 7.0 Hz, ArCHCHCH₂CH₂Ar). ES-MS: 413 [M+H]⁺, 207 [M+2H]²⁺

References

- 1) S. D. Bergman, I. Goldberg, A. Barbieri, and M. Kol, *Inorg. Chem.*, **44**, 2513 (2005).
- 2) T. Tsubomura, S. Enoto, S. Endo, T. Tamane, K. Matsumoto, and T. Tsukuda, *Inorg. Chem.*, **44**, 6673 (2005).
- 3) S. Welter, N. Salluce, A. Benetti, N. Rot, P. Belser, P. Sonar, A. C. Grimsdale, K. Müllen, M. Lutz, A. L. Spek, and L. De Cola, *Inorg. Chem.*, **44**, 4706 (2005).
- 4) B. Gholamkhash, H. Mametsuka, K. Koike, T. Tanabe, M. Furue, and O. Ishitani, *Inorg. Chem.*, **44**, 2326 (2005).
- 5) J. -P. Sauvage, J. -P. Collin, J. -C. Chambron, S. Guillerez, and C. Coudret, *Chem. Rev.*, **94**, 993 (1994).
- 6) J. -M. Lehn and R. Ziessel, *Helv. Chim. Acta*, **71**, 1511 (1988).
- 7) N. Komatsuzaki, Y. Himeda, T. Hirose, H. Sugihara, and K. Kasuga, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **72**, 725 (1999).
- 8) E. C. Glazer, D. Magde, and Y. Tor, *J. Am. Chem. Soc.*, **127**, 4190 (2005).
- 9) P. Belser, S. Bernhard, and U. Guerig, *Tetrahedron*, **52**, 2937 (1996).
- 10) S. H. Bossmann, N. D. Ghatlia, M. F. Ottaviani, C. Turro, H. Dürr, and N. J. Turro, *Synthesis*, **1996**, 1313.
- 11) T. Renouard, H. Le Bozec, S. Brasselet, I. Ledoux, and J. Zyss, *Chem. Commun.*, **1999**, 871.
- 12) A. F. Cook and J. G. Moffatt, *J. Am. Chem. Soc.*, **89**, 2697 (1967).
- 13) Z. -L. Wei, P. A. Petukhov, Y. Xiao, W. Tückmantel, C. George, K. J. Kellar, and A. P. Kozikowski, *J. Med. Chem.*, **46**, 921 (2003).

成長遅延症マウスについて

理工学研究科生命科学部門 小林 哲也

埼玉大学の科学分析支援センターに所属する動物飼育室では多数のマウスやラット等が維持されている。その多くは一般的によく利用される系統(マウス; C57BL/6J, ICR 等, ラット; Wistar, Fisher344 等)であるが, 貴重な突然異変マウスやノックアウトマウス等も維持されており, さまざまな教育や研究に利用されている。このうち突然変異マウスでは, 精巢性女性化症(testicular feminization mutation; Tfm)マウスと成長遅延症(growth-retarded; grt)マウスの2つの系統が維持されている。これら2系統は極めて限られた施設でしか維持されていない大変貴重なマウスとして知られているが, ここでは成長遅延症マウスについて簡単に紹介したい。

成長遅延症マウスとは?

矮小形, すなわち, 標準の大きさの半分程度で発育が停止する異常な生物個体は, 動物や植物でさまざまな例が知られている。動物では, マウス, ラット, モルモット, ニワトリ等¹⁻⁴, 多くの種で報告されているが, 実験動物としてよく用いられるマウスにおける先天性の矮小形としては, Snell's dwarf(dw/dw)マウス¹, Ames(df/df)マウス⁵, hypothyroid(hyt/hyt)マウス⁶等が報告されてきた。今回ご紹介する成長遅延症(grt/grt)マウスは, dw(DW/J)の正常マウスの交配によって得られた F₁ マウスの中から, 正常マウスとは異なる成長パターンを示すマウスとして見出された⁷。dw マウスは, 離乳期以降の成長が殆ど停止してしまうため矮小形となる¹。一方, grt マウスも生後 2~3 週齢の離乳期頃より成長の遅滞を示す。しかしながらこの遅滞は一過性で, 最終的には正常兄妹に匹敵するまでに成長が回復する^{7,8}。

本マウスの内分泌機能は?

この原因について探るため, grt マウスの成長パターンと成長に密接に関わるホルモンを分泌する内分泌腺の機能との関連性について, 脳下垂体と甲状腺を中心に解析した。その結果, 成長の遅滞が激しくなる週齢の雄 grt マウス脳下垂体前葉では甲状腺刺激ホルモン(TSH)産生細胞数が増加し, また, 血液中の TSH 濃度も極めて高い値を示すことが明らかとなった。これに対し, 血液中の甲状腺ホルモン濃度は低下していた⁸。一般に TSH は甲状腺からの甲状腺ホルモンの分泌を刺激する。したがって, grt マウスでは血液中の TSH 濃度の上昇にもかかわらず甲状腺からの甲状腺ホルモンの分泌が刺激されていないと言える。これは, 本マウスから甲状腺を摘出し培養条件下で TSH 処理をしても甲状腺ホルモンの分泌が刺激されないことから明らかで, 本マウスでは甲状腺自体に異常が存在するものと推定された⁹。その他の結果も併せて考えると, grt マウスは原発性の甲状腺機能低下状態にあるため, 血液中の甲状腺ホルモン濃度の低下とそれに続く成長の遅滞が引き起されること, 加えて, フィードバック機構が長期にわたり機能する結果, 脳下垂体の TSH 産生細胞数の増加と血液中の TSH 濃度の上昇が誘起されるものと考えた。

本マウスの原因部位は？

それでは、*grt* マウス甲状腺における原因部位はどこに存在するのか？この点を明らかにするため甲状腺を光学顕微鏡や電子顕微鏡を用いて形態学的に観察したところ、コロイド含量の少ない小さな濾胞が多いこと、また、その濾胞上皮細胞の丈が短いこと、さらに、上皮細胞中の粗面小胞体の発達が低下していること等が示され、本マウス甲状腺の活動性の低下が示唆された⁹。この結果は、血液中の TSH 濃度が極めて高いにもかかわらず、甲状腺内に刺激が伝わっていないことを意味する。そこで、TSH と結合し、その刺激を濾胞上皮細胞内に伝達する TSH 受容体(TSHr)の構造と機能について解析を進めた。その結果、本マウスの TSH は生物活性を有していること、一方、濾胞上皮細胞で発現している TSHr は TSH と結合できるが¹⁰、濾胞上皮細胞内でセカンドメッセンジャーである cAMP の合成を誘起できないこと等が明らかとなった⁹。これらの事実は、TSHr に構造上の変異が存在する可能性を疑わせるが、TSHr 遺伝子翻訳領域の塩基配列には変異は認められていない¹¹。さらに、TSHr の下流で働くタンパク質が機能していることも示され⁹、本マウス甲状腺の TSHr は TSH との結合能を有するが下流に情報を伝達できない変異を有するものと結論した。現在、*grt* マウスの原因遺伝子(*grt*)としてタンパク質の修飾酵素が同定されている¹²。したがって、*grt* マウスではこの遺伝子の点突然変異により酵素活性が低下し、その結果、標的タンパク質である TSHr のプロセッシングが正常に進まず、その機能に異常が生じたものと考えられている。

本マウスを用いた研究課題

これまでの解析から、雄 *grt* マウスの甲状腺は少なくとも 24 週齢に至るまで機能が低下したままである。しかしながら、体重等の成長指標はこの頃、正常マウスにほぼ匹敵するまでに回復する⁸。この *grt* マウス特有の成長の追い付き現象の発症機序は、これまでの結果からは説明することが難しい。一般に成長には、成長ホルモン、甲状腺ホルモン、インスリン、インスリン様成長因子、性ステロイドホルモン等の多くのホルモンが関与している。今後 *grt* マウス特有の成長の追い付き現象を理解するためには、これらホルモンの動態や機能に関してさらに検討する必要がある。加えて、*grt* マウスでは性行動の発現やインスリン分泌能を含めた糖代謝等にも様々な変化が認められる。これら現象が発現する仕組み、特に原因遺伝子の関与等の解析も今後の課題として残されている。

謝辞

生命科学系の教育研究における動物実験の重要性は言うまでも無い。現在、科学分析支援センター関係者のご尽力により動物飼育室の管理が良好になされており、ここで維持されている多数のマウスやラット等を利用して、さまざまな教育や研究が行なわれている。ここに、感謝の意を表すとともに、平成 19 年度に制定された埼玉大学動物実験規則を遵守し、動物の愛護や福祉を考慮した科学的かつ論理的で無駄の無い動物実験を行なうよう努力を重ねたい。

文献

- (1) Snell GD. (1929) Dwarf, a new Mendelian recessive character of the house mouse. Proc. Natl. Acad. Sci. USA. 15: 733-734.
- (2) Okuma S, Kawashima S. (1980) Spontaneous dwarf rat. Exp. Anim. 29: 301-304.
- (3) Sollas IBJ. (1909) Inheritance of colour and of supernumerary mammae in guinea-pigs with a note on the occurrence of a dwarf form. Reports Evol. Com. Royal Soc. 5: 51-79.
- (4) Bartha T, Dewil E, Rudas P, Kühn ER, Scanes CG, Decuypere E. (1994) Kinetic

parameters of plasma thyroid hormone and thyroid hormone receptors in a dwarf and control line of chicken. *Gen. Comp. Endocrinol.* 96: 140–148.

- (5) Schaible R, Gowen JW. (1961) A new dwarf mouse. *Genetics* 46: 896.
- (6) Beamer WJ, Eicher EM, Maltais LJ, Southard JL. (1981) Inherited primary hypothyroidism in mice. *Science* 212: 61–63.
- (7) Yoshida T, Yamanaka K, Atsumi S, Tsumura H, Sasaki R, Tomita K, Ishikawa E, Ozawa H, Watanabe K, Totsuka T. (1994) A novel hypothyroid ‘growth-retarded’ mouse derived from Snell’s dwarf mouse. *J. Endocrinol.* 142: 435–446.
- (8) Kobayashi K, Sato M, Ohno K, Tasaki Y, Kobayashi T, Machida T. (2000) Growth pattern and hypophysio-thyroidal axis in the growth-retarded (grt/grt) mice. *J. Growth*, 39: 65–72.
- (9) Kobayashi K, Yamamoto H, Kobayashi T, Machida T. (2001) Responses of the thyroid gland to TSH and other thyroid stimulators in the growth-retarded (grt) mouse. *Zool. Sci.* 18: 955–961.
- (10) Kobayashi K, Sato M, Machida T, Kobayashi T. (2005) Thyroid-stimulating hormone receptor levels and binding affinity in the thyroid gland of growth-retarded mice. *Congenital Anomalies.* 45: 89–92.
- (11) Sato M, Kobayashi K, Kobayashi T, Machida T. (2002) Expression, structure and function of TSH receptor in the thyroid gland of growth-retarded mice. *Proc. Japan Soc. Comp. Endocrinol.* 17: 18.
- (12) Sasaki N, Hosoda Y, Nagata A, Ding M, Cheng JM, Miyamoto T, Okano S, Asano A, Miyoshi I, Agui T. (2007) A mutation in *Tpst2* encoding tyrosylprotein sulfotransferase causes dwarfism associated with hypothyroidism. *Mol Endocrinol.* 21: 1713–1721.



写真: (左)野生型マウス (右)grt マウス

廃液処理施設だより

科学分析支援センター 中村 市郎, 三田 和義, 奥墨 勇

京都議定書を上げるまでもなく、二酸化炭素による地球温暖化をキーワードに環境への関心が世界的に高まっています。昨今多くの企業が環境問題を重視し環境負荷の低減に努力することで、企業イメージのアップを目指しています。大学も環境にどれだけ関心を示し、かつ環境への負荷を削減する努力をどれだけしているかを示すことが重要な社会状況にあります。このような状況の中で国は平成 17 年 4 月 1 日に「環境情報の提供の促進等に関する特定事業者の環境に配慮した事業活動の関する法律」を施行しました。特定事業者に環境報告書の公表と具体的な環境負荷の低減に努力する事を求めたものです。独立法人化後は大学も一般事業所と同じように、労働安全衛生法の適用を受け定期的な作業環境測定を義務付けられるなど、環境管理体制の強化が求められています。

以上の状況を踏まえ、本学としては分析機器の共有化(機器分析分野と連携)、薬品管理システム(IASO R4)の導入による化学物質の一元管理および PRTR 法に基づく特定化学物質使用量の調査・集計・報告など個別に行ってきた業務を将来統合的に行うことを視野に、昨年度科学分析支援センターに環境分析分野を立ち上げ廃液処理施設を統合しました。当分野の仕事は基本的に旧廃液処理施設が行っていた実験廃液の処理、生活排水も含めた実験排水の検査・管理であります。今年度はさらに実験動物(感染性廃棄物)の廃棄を生命科学分析分野と連携して行うことになりました。以上は機器分析分野や生命科学分析分野の最新の機器による研究・教育のサポートとは異なり、研究・教育の結果排出されるものを安全かつ効率よく処理するという裏方の業務であります。しかし安全な管理体制を維持し、大学内および近傍の安全な環境を維持する重要な分野であり、今後とも全学的なご支援をお願いします。

本誌面を通じて、皆様に 2 つのお願いを申し上げます。1 つ目は実験排水についてです。排除下水について月 1 回さいたま市への報告義務があることもあり、排水および排水管理システムの監視は重要です。現在大学内の排水枡 15 箇所で採水分析を行っていますが、特に最終枡での濃度が重要で、排除基準を超えることが度重なる場合は排出停止処分を受けることになります。従って、最終枡については毎日水温と pH 値を測定し、重金属類に関しては月 2 回、VOC(揮発性有機化合物)に関しては月 1 回の採取分析を行っています。以上の現状を考慮して頂き、実験廃液を“**直接流しに捨てない**”ことは当然であります。また、“**すすぎ洗いの徹底**”と分別回収をしっかりとお願いします。2 つめは有機廃液についてです。実験等で使用した有機廃液の排出量は年々増加の一途を辿っています(図 1)。現在有機廃液は外部業者に委託して処理を行っていますが限られた予算で処理できる量には限界があります。このため受益者負担という考えのもと今年度から処理費用の一部を排出者に負担して貰うことになりました。皆様には御負担をおかけ致しますが、排出量の増加を抑えるための苦肉の策でもあることを御理解頂きますようお願いいたします。しかし、今年度も 4-6 月の排出量が前年度を大きく上回りました。このため有機廃液の減量化、薬品使用時の安全および分別回収の御協力をお願いしました(資料 1, 2)。皆様の御協力により成果が出始めていますので、引き続きさらなる御協力をお願いします(図 2)。

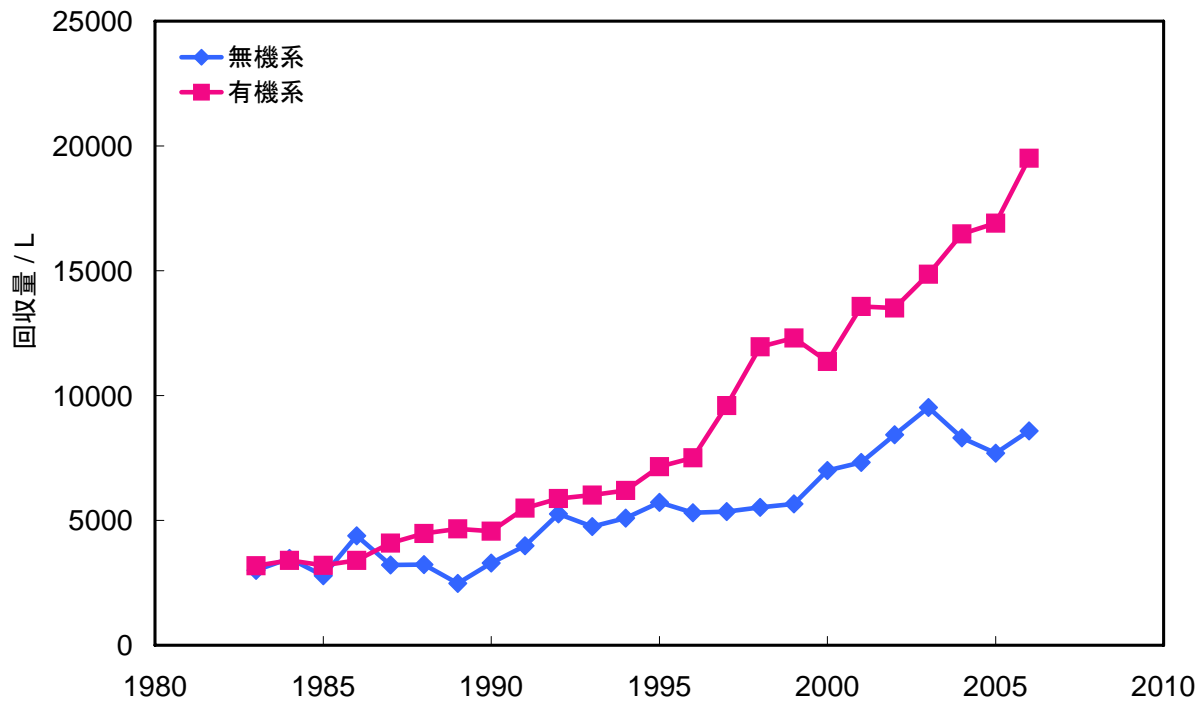


図1 廃液回収量の推移

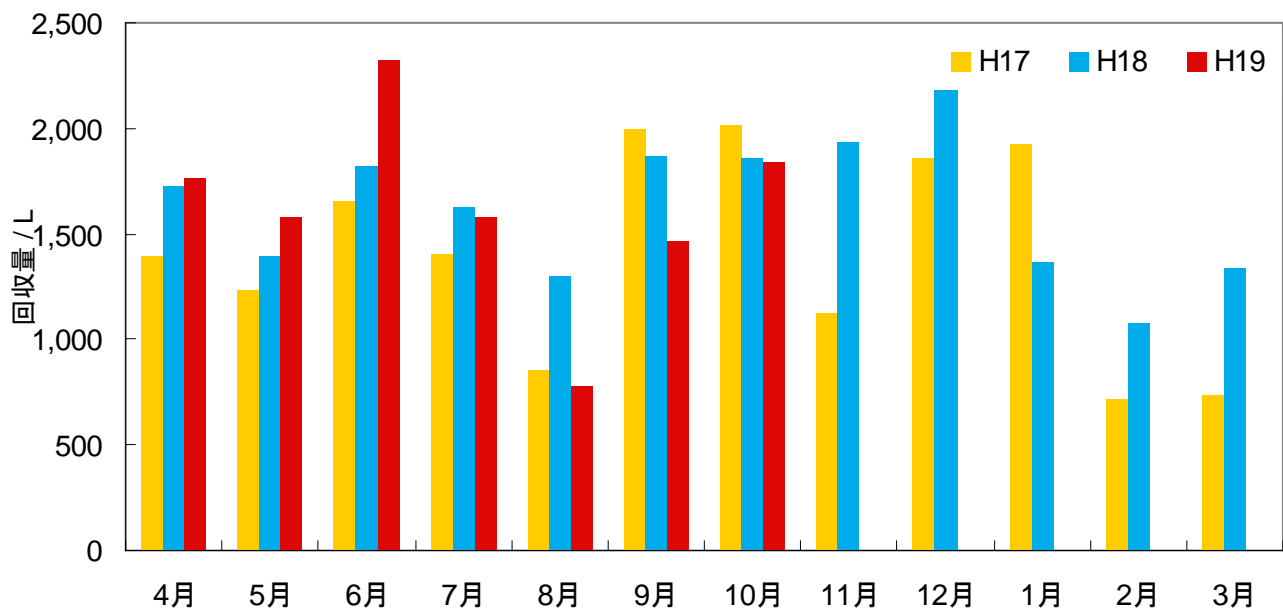


図2 今年度9月までの有機廃液回収量

有機廃液の減量化に御協力を！！

2007/07

科学分析支援センター 環境分析分野

世界的な環境問題に関する意識の高まりの中で、大学としても環境問題に取り組んでいます。

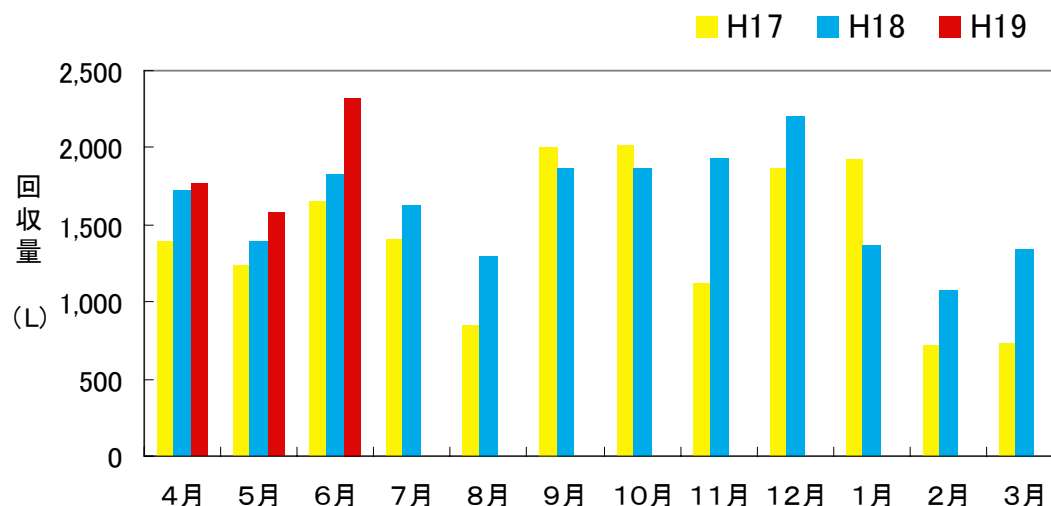
そこで、科学分析支援センター環境分析分野(廃液処理施設)でも、今年度特に有機廃液の減量化に取り組んでいきたいと考えています。

実験廃液のうち、昨年度の有機廃液排出量は廃液処理施設設置以来約7倍と年々増加傾向にあります。今年度4～6月の四半期における回収量も、下図のように昨年度実績の約15%増と大きく上回っています。このような状態が続きますと、廃液処理経費が年々減少している現在、実験廃液の定期回収の休止、または実験廃液排出責任者(受益者)には大幅な負担をお願いしなければならなくなります。

このため、実験廃液排出責任者の方々には、徹底した減量化に努めていただきたいと思います。廃液の排出量を減量化することによって、毎年大きな負担となっている実験廃液処理経費の軽減にもなりますので、皆様の御理解、御協力の程よろしくお願いいたします。

なお、裏面を参照され、廃液排出量の減量化及び安全対策に御協力下さい。

有機廃液排出量



廃液排出量の減量化及び安全対策

〔減量化対策〕

1. 実験で使用した器具等の洗浄は、最小限の水等で行うこと。

例えば、実験を終えた 200 mL の実験器具から廃液を貯留容器に移した後の洗浄を考えた場合、実験器具の壁面等に 1 mL 残っていると仮定した時、蛇口をひねれば水道水はいっきに出るので、ついつい一杯入れてしまいます。均一に混ざったとして約 200 倍希釈となります。そこで、10 mL ずつ 3 回に分けて洗浄した場合、水切り後も同様に 1 mL ずつ実験器具の壁面等に残ったとしても、計 30 mL の水道水で約 1000 倍希釈されたこととなります。この結果、水道水 170 mL を節約して、洗浄効果は約 5 倍です。

このように、実験器具等の洗浄は、蛇口から水を直接入れて洗浄しないで、洗浄瓶等を用いて洗浄し、実験廃液の減量化に努めてください。

特に、研究・学生実験等実施するにあたっては実験廃液排出責任者(指導教員)より学生等に対して廃液の減量化に取り組むよう特段の御指導をお願いします。

2. 有害物質を含まない酸・アルカリ廃液は、排出者自身で原点処理(中和処理)し、減量化に努めること。

(pH6~8 に調整した後，“流し”に流して良い。なお、中和反応では発熱することがあるので、冷却等をしながらか注意して行うこと。)

3. 教育・研究方法等を検討し、減量化に努める。

〔安全対策〕

1. 実験廃液の貯留量は、16 L(線で表示)を厳守すること。

2. 廃液運搬時には、周囲に廃液が漏れないよう廃液タンクの内蓋は必ず装着すること。(今年度、廃液運搬時にタンクの内蓋が無く廃液が運搬者に付着するということが起こっています。)

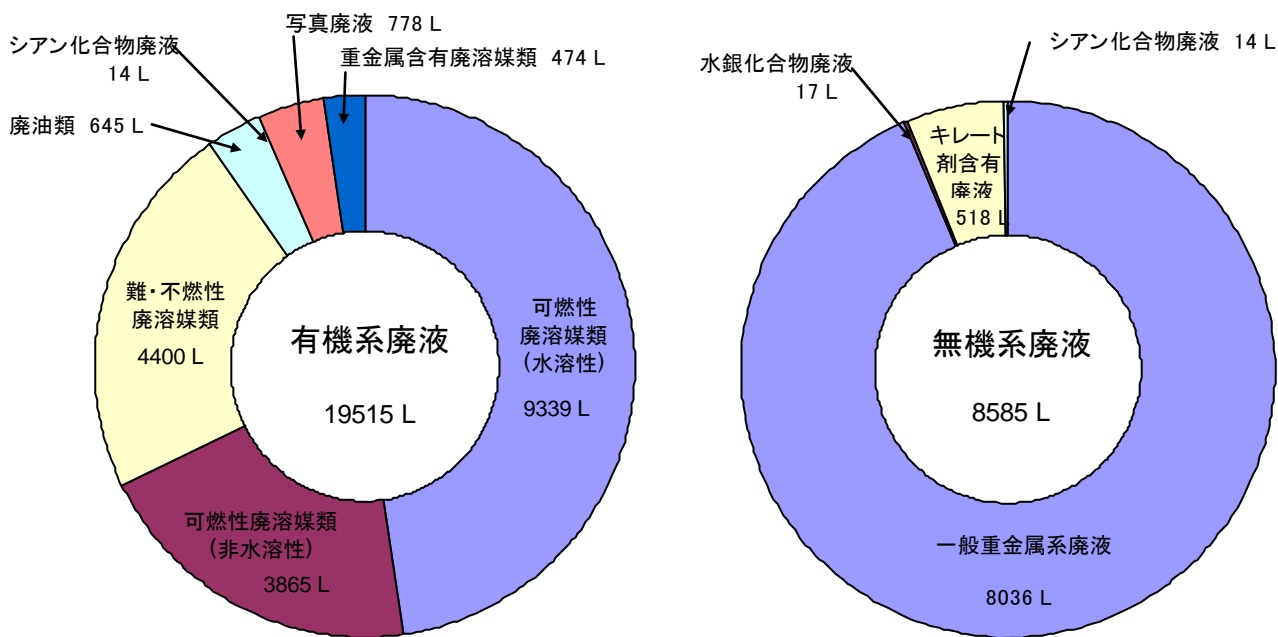


図 3 実験廃液回収量

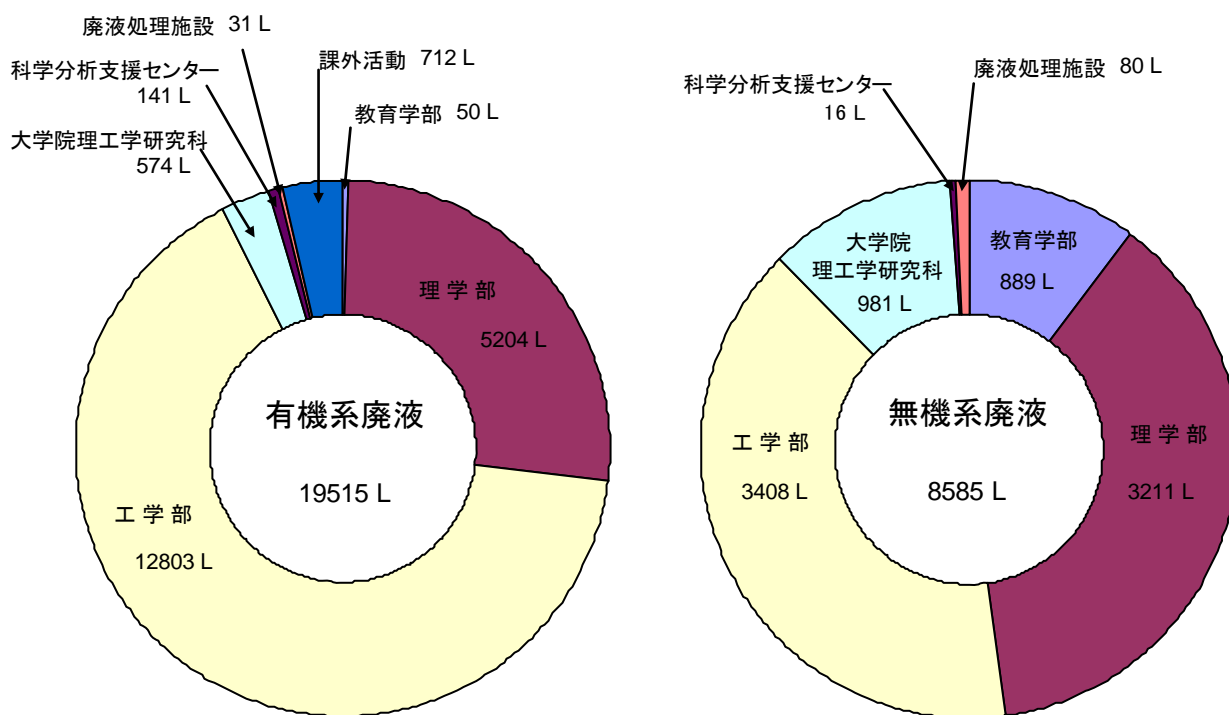


図 4 部局別廃液回収量

平成 18 年度 環境分析分野(廃液処理施設)活動報告

〔施設見学〕

平成 18 年

4 月 12 日 工学部応用化学科2年次生『応用化学実験 I』 75 名

4 月 12 日 理学部分子生物学科2年次生『基礎生物学実験』45 名

10 月 5 日 理学部生体制御学科2年次生『生体制御実験』 40 名

〔実験廃液処理〕

○無機系廃液

平成 18 年

8 月 2 日 無機系廃液処理時のスラッジを精錬工場へ発送 約 320 kg

7 月 3 日 第 1 回 無機系廃液処理 2649 L, 9 月 25 日まで

11 月 16 日 第 2 回 無機系廃液処理 2118 L, 12 月 4 日まで

平成19年

2 月 15 日 第 3 回 無機系廃液処理 2521 L, 3 月 9 日まで

○有機系廃液

平成 18 年

6 月 6 日 第 1 回 有機系廃液外注委託処理 3127 L, 廃固形物類 174 kg

8 月 1 日 第 2 回 有機系廃液外注委託処理 3452 L, 廃固形物類 174 kg

10 月 16 日 第 3 回 有機系廃液外注委託処理 3169 L, 廃固形物類 206.5 kg

12 月 1 日 第 4 回 有機系廃液外注委託処理 3793 L, 廃固形物類 146 kg

平成 19 年

2 月 5 日 第 5 回 有機系廃液外注委託処理 3568 L, 廃固形物類 188 kg

3 月 23 日 第 6 回 有機系廃液外注委託処理 2420 L, 廃固形物類 145.5 kg

〔会議等〕

平成 18 年

7 月 27 日 第 22 回大学等環境安全協議会技術分科会 於:島根大学 28 日まで

9 月 29 日 第 1 回 環境分析分野委員会

11 月 9 日 第 24 回大学等環境安全協議会総会・研修会 於:東京農工大学 10 日まで

平成 19 年

2 月 7 日 第 2 回 環境分析分野委員会

〔広報誌等の発行〕

平成 18 年

4 月 21 日 廃液処理施設ニュース(No. 57)発行

平成 19 年

2 月 1 日 廃液処理施設ニュース(No. 58)発行

〔その他〕

- ・下水道最終排水水質分析(pH, 水温を毎日, 月 2 金属類及び月 1 回揮発性有機化合物)→ さいたま市建設局下水道維持管理課へ毎月報告
- ・構内実験系希薄排水水質分析(原則として, 構内 15 箇所を毎月 1 回)
- ・実験廃液の定期回収(毎月 1 回)

さいたま市による排除下水の水質検査結果

下水道法の規定に基づいて、さいたま市建設局下水道部では定期的に各事業所から公共下水道へ排除されている下水の水質検査を実施しています。本学の排水(下水)について、平成 18 年度に実施した水質検査結果を表1に示しました。この結果、平成 18 年度の水質検査結果すべての項目について下水の排除基準に適合していました。今後も、良好な状態が保たれるよう排水の水質の維持管理について、教職員・学生の皆様には特段の配慮をお願いします。

表 1 さいたま市による排除下水の水質検査結果

採水年月日	6月8日	9月7日	12月12日	3月2日	排除基準
採水時間	14:30	11:20	11:25	11:25	-
水素イオン濃度(pH)	8.7	7.7	8.3	7.8	5超 9未満
生物化学的酸素要求量(BOD)	260.0	81.7	104	142	600 未満
浮遊物質(SS)	270.0	133.0	113	266	600 未満
窒素含有量	120.0	32.0	42	56	240 未満
磷含有量	7.70	2.90	3.8	5	32 未満
沃素消費量			9	19	220 未満
カドミウム及びその化合物	0.010 以下	0.010 以下	0.01 以下	0.01 以下	0.1 以下
シアン化合物	0.10 以下	0.10 以下	0.1 以下	0.1 以下	1 以下
有機磷化合物			0.1 以下	0.1 以下	1 以下
鉛及びその化合物	0.010 以下	0.010 以下	0.01 以下	0.01 以下	0.1 以下
六価クロム化合物	0.05 以下	0.05 以下	0.05 以下	0.05 以下	0.5 以下
砒素及びその化合物	0.010 以下	0.010 以下	0.01 以下	0.01 以下	0.1 以下
全水銀	0.0005 以	0.0005 以下	0.0005 以下	0.0005 以下	0.005 以下
ポリ塩化ビフェニル(PCB)			0.001 以下	0.001 以下	0.003 以下
トリクロロエチレン	0.030 以下	0.001 以下	0.001 以下	0.001 以下	0.3 以下
テトラクロロエチレン	0.0100 以下	0.0010 以下	0.001 以下	0.001 以下	0.1 以下
ジクロロメタン	0.0200 以下	0.003	0.002 以下	0.002 以下	0.2 以下
四塩化炭素			0.0002 以下	0.0002 以下	0.02 以下
ベンゼン	0.0100 以下	0.0010 以下	0.001 以下	0.001 以下	0.1 以下
セレン及びその化合物			0.01 以下	0.01 以下	0.1 以下
フェノール類			0.1 以下	0.1 以下	5 以下
銅及びその化合物			0.3 以下	0.3 以下	3 以下
亜鉛及びその化合物			0.1 以下	0.1	2 以下
溶解性鉄及びその化合物			1.0 以下	1.0 以下	10 以下
溶解性マンガン及びその化合			1.0 以下	1.0 以下	10 以下
クロム及びその化合物			0.2 以下	0.2 以下	2 以下
ほう素及びその化合物			1.0 以下	1.0 以下	10 以下
ふっ素及びその化合物			0.8 以下	0.8 以下	8 以下

◎ 採水場所：埼玉大学下水道放流最終柵 単位：pHを除いて mg / L

構内実験系希薄排水の水質検査結果

平成 18 年度に実施した構内実験系希薄排水の水質検査結果を以下にまとめました。表 2 は、下水道排除基準値を超過した採水地点および超過項目をまとめたもので、表 3 は排除基準値をクリアーしているが超過するおそれがある採水地点および項目をまとめたものです。

下の表を参考に排除基準値を超過および超過の危険性がある地点では、特に有害物質が排水中に混入しないように実験方法を検討し、徹底した排出抑制対策を講じた上で使用するとともに、有害物質を含む実験廃液等は”流しに絶対流さない”ように教職員・学生に周知徹底に一層のご指導・ご協力をお願いします。

表 2 下水道排除基準値超過のあった採水地点(平成 18 年度)

月	日	採水時間	項目	下水道排除基準値	検査結果	採水地点
4月	19日	14:24	ベンゼン	0.1 以下	0.25	No. 14:地域共同研究センター
	21日	11:38	ベンゼン	0.1 以下	0.15	No. 14:地域共同研究センター
11月	29日	10:18	ジクロロメタン	0.2 以下	0.60	No. 6:工学部機能材料工学科
12月	20日	14:24	亜鉛	5 以下	8.16	No. 14:地域共同研究センター
3月	22日	10:45	pH	5~9	10.26	No. 13:教育学部 コモ 1 号館
		10:45	カドミウム	0.1 以下	0.26	No. 13:教育学部 コモ 1 号館
		10:45	鉛	0.1 以下	4.43	No. 13:教育学部 コモ 1 号館
		10:56	鉛	0.1 以下	1.01	No. 14:地域共同研究センター
		10:45	銅	3 以下	3.39	No. 13:教育学部 コモ 1 号館
		10:45	鉄	10 以下	26.12	No. 13:教育学部 コモ 1 号館

単位： pH を除いて mg / L

表 3 下水道排除基準値に対する危険値の出た採水地点(平成 18 年度)

月	日	採水時間	項目	下水道排除基準値	検査結果	採水地点
5月	10日	14:10	ジクロロメタン	0.2 以下	0.11	No. 3:理学部 1 号館(北側)
	24日	13:30	ジクロロメタン	0.2 以下	0.14	No. 4:理学部 2 号館(南側)
		14:11	鉛	0.1 以下	0.07	No. 13:教育学部 I 棟
6月	21日	14:22	鉛	0.1 以下	0.08	No. 13:教育学部 I 棟
8月	23日	13:33	ベンゼン	0.1 以下	0.06	No. 4:理学部 1 号館(南側)
10月	25日	14:09	亜鉛	5 以下	3.00	No. 13:教育学部 I 棟
11月	29日	10:49	鉛	0.1 以下	0.07	No. 13:教育学部 I 棟
1月	24日	13:39	ベンゼン	0.1 以下	0.07	No. 4:理学部 1 号館(南側)
3月	22日	10:33	クロロホルム	0.6 以下	0.50	No. 9:工学部応用化学科

単位： pH を除いて mg / L

《新機種紹介》

Muse 熱分析レオロジーシステムについて

科学分析支援センター 青木 良夫

科学分析支援センターにある熱分析装置の解析システム(コンピュータ & ソフトウェア)が更新されました。本学の熱分析システムは、セイコー製 TG / DTA-IR, TMA, DSC, PC システムから構成されており、各種熱分析を行うことができます。これまでは専用マシンによる解析システムでしたが、新しく WindowsXP に解析システム(Muse 熱分析レオロジーシステム)が載せられたため、使い勝手が格段に向上しました。図1に熱分析システムの外観を示します。手前から、TG / DTA, 解析システムが搭載されている PC, TMA, DSC になります。一番奥に見えるデュワー瓶(30L)は DSC の冷却用です。また、PC の裏側にあるレギュレータは DSC もしくは TG / DTA に用いる窒素ガスを供給しています。写真にはありませんが、TG / DTA には IR も接続されており、分解ガスなどの分析が可能です。



図1 熱分析システム

システムを起動すると図2に示すような画面になります。図では既に Muse システムが起動しており、画面右側のボタンをダブルクリックして適宜選択することにより、各種分析機器とリンクさせたり、解析ソフトを起動させたりすることができます。図3に DSC とリンクさせた時の様子を示します。横軸は時間、縦軸は温度、DSC 曲線、DDSC 曲線(DSC を一次微分したもの)がリアルタイムに表示されます。また、これら表示は、座標軸上でマウスをドラッグすることにより容易に平行移動させたり、ホイールを回すことにより、座標をとる範囲を連続的に変化させることができます。また、上部には、試料やレファレンスの温度情報などが表示されており、装置や試料の状態が一目でわかります。

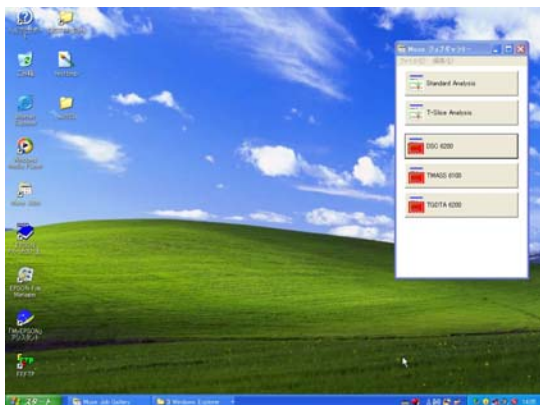


図 2 Muse の起動画面

画面右側のボタンをクリックして、測定したい装置とリンクさせる。

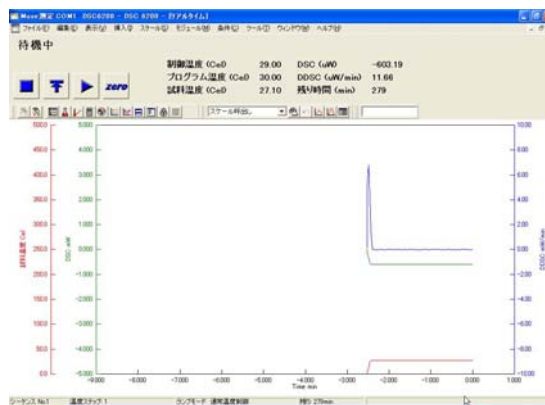


図 3 DSC 装置の起動画面

温度情報などがリアルタイムに表示される。座標軸なども変更可能。

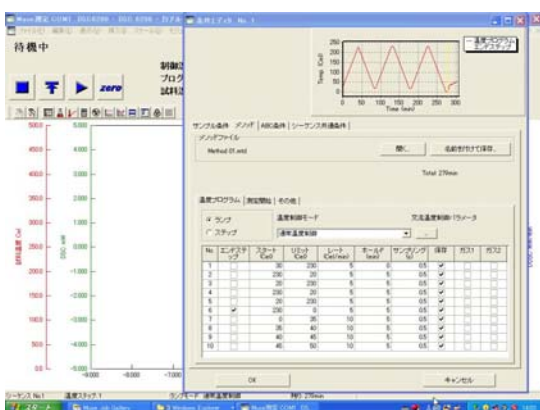


図 4 DSC のメソッドの設定

温度可変条件を入力。温度パターンはグラフィカルに表示される。

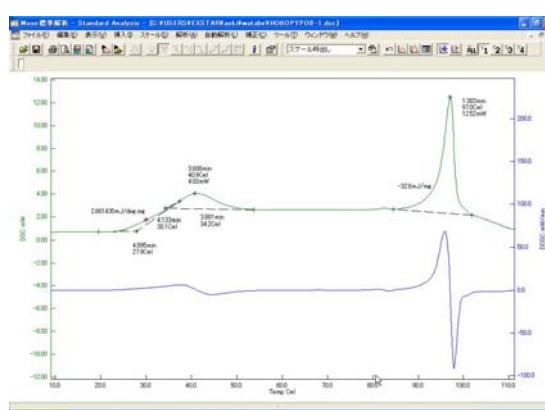


図 5 DSC の解析例

各種解析がグラフィカルに行えるため、その操作は直感的で分かりやすい。

図 4 に DSC のメソッドの設定画面を示します。TMA や TG の場合も、基本的に同じになります。スタート温度、リミット温度(到達上限温度)、レート(昇降温速度)、ホールド(目的温度に到達した時に保持したい時間)、サンプリング(データ取込頻度)、保存の有無を指定します。プログラム内容は上部にグラフィカルに表示されるため、設定を間違えることはまずありません。また、トータルでかかる時間も表示されます。この他、サンプル条件の項目で、試料の重量やファイル名、コメントなどを入力すれば準備は完了します。装置の安定を確認の後、画面右上にある三角形のアイコンをクリックすれば測定が開始され、測定終了まで特に操作は必要ありません。図 5 に DSC の測定結果の例を示します。例では、横軸を時間ではなく温度とし、二つの曲線はそれぞれ DSC 曲線と DDSC 曲線を表しています。DSC 曲線に対しては、ピーク温度やピーク面積、ガラス転移温度の解析など、熱分析に必要な様々な解析がマウス操作で簡単に行えます。

システムが更新されたことによって、熱分析システムの操作性は格段に向上しました。基礎的な熱分析方法を理解していれば、各種操作を直感的に行うことが可能です。新しくなった熱分析システムを研究などに十分活用してください。

《新機種紹介》

ICP 発光分光分析装置(Optima 5300 DV)紹介

科学分析支援センター 三田 和義, 中村 市郎

1. まえがき

表題の設備は平成 18 年度に設置されたものである。平成 5 年度に当時分析センターと廃液処理施設及びその後平成 7 年度に地域共同研究施設に相次いで ICP 発光分光分析装置が設置された。設置後 12 年から 14 年経ち、経年劣化もひどくなったので、共同利用を念頭に、この 3 台をまとめて 1 台にした。よって研究上及び廃液処理の業務に応える目的で設置する経緯に至った。



図 1. ICP 発光分光分析装置

2. ICP 発光分光法の原理と特徴

プラズマとは、高温において電離した陽イオン、ほぼ同数の電子、さらに中性分子や原子からなっている。プラズマは物質の 3 態とは非常に異なった性質を有することから物質の第 4 の状態とも言われている。プラズマ状態は、アーク、スパーク、化学炎などの小規模なものから核融合さらに自然界におけるオーロラ、電離層、太陽など多くの現象にて見られる。この設備で用いるのは当然小規模の誘導結合プラズマと言われるものである。

ICP(Inductively Coupled Plasma)は、高周波誘導コイル内の高周波磁界によって生じる誘導電流で電極放電を生成させたものである。分析に用いられる ICP は、高周波周波数が数 MHz～数十 MHz、電力 1～数 kW、導入した装置は高周波周波数 40 MHz で 0.75～1.5 kW 出力のアルゴンプラズマである。このような ICP を発生するのに用いるプラズマトーチは三重巻構造の透明石英ガラス管で、アルゴンガスを 3 流路で流すようになっている。トーチの先端に合うように 2～4 回巻き付けた誘導コイル(水冷銅管)に高周波電流を流しテスラーコイルでトーチ内を流れるアルゴンガスの一部を電離して、放電を行うと電子やイオンを発生し、トーチの先端にプラズマが点灯する。

本法の一般的特徴としては、①多元素同時測定あるいは逐次分析ができる。②多くの元素について ppb(ng / ml) レベルないしそれ以下の分析精度が得られる。③検量線の直線範囲(ダイナミックレンジ)が 4～5 桁と広い。④短時間及び長時間での分析精度が優れている。⑤化学干渉やイオン化干渉の程度が小さい。等である。

3. 装置

ICP 発光分光分析装置は、図に示すように光源部、分光・測光部、制御・演算・記録部から成る。光源部は光源の ICP とその励起電源、ガス導入系及び試料導入系から構成される。

分光・測光部は集光系、分光器と検出器より成るが、これらの各部は一体化しており外見上区別がつかない。制御・演算・記録部は光源部と分光・測光部を制御する PC を含むシステム並びに表示部、プリンターから構成されている。

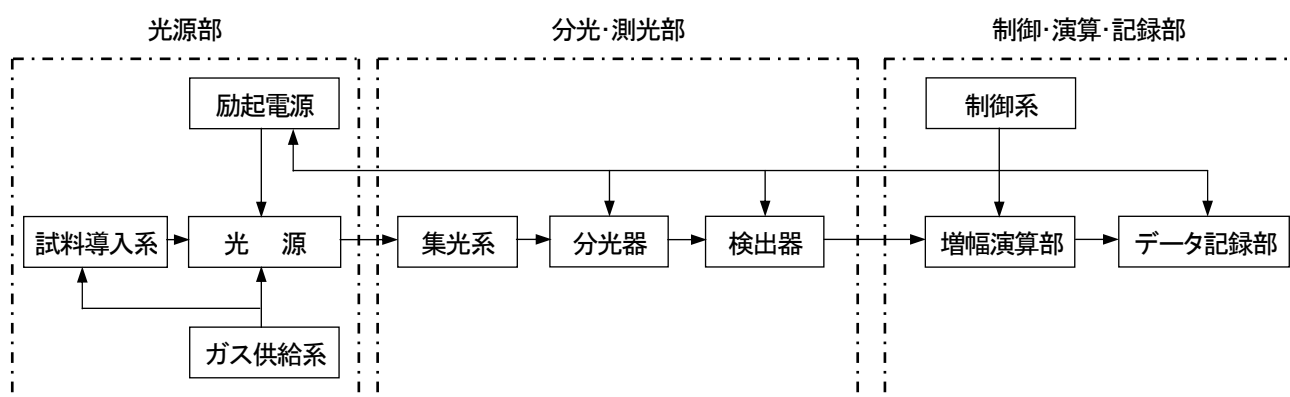


図 2. ICP 発光分光分析装置の構成図

4. 特徴

4-1. 光源部

設置した ICP 発光分光分析装置の特徴は、かつて平成 5, 7 年度に導入した装置と違い、半導体 RF パワージェネレータを搭載することで高価なパワーチューブを不要にしたことである。石英製のトーチも以前のものとはかなり違い、さらにメンテナンスが簡単になったメカニズムが搭載され、プラグイン型クイックチェンジトーチモジュールと称している。

4-2. 分光・測光部

エシエルグレーティングとシュミット交差分散器を用いて収差を補正し焦点ボケを防ぎ全波長領域において高い分解能を実現している。また、検出器には分散アレイ型半導体 (SCD; Segmented-array Charge-coupled-device Detector) 検出器を用い、7000 本以上の発光線とバックグラウンドの測定が可能である。測定波長を考慮して最適な位置にセグメントを配置して多波長・多元素同時測定、ダイナミックレンジの拡大、低ノイズ化により測定時間の短縮、分析精度の向上が図れている。

4-3. 制御・演算・記録部

ICP の点火からデータ処理まで「WinLab32 for ICP」ソフトウェアでシステム化されていて分析メソッドの選択やカスタマイズが素早くでき、サンプル分析、スペクトル確認、レポート、データ保存や再解析まで、必要と思われるツールを全て搭載し、信頼性の向上を図っている。

5. 対象試料

溶液化できる試料ならば分析はほとんど可能である。

環境； 雨水, 河川水, 排水, 産業廃棄物

金属； 鉄鋼, 銅, アルミニウム, 亜鉛, 貴金属, メッキ液

酸化物； セラミックス, セメント, 岩石, 陶土, アルミナ

その他； 触媒, 食品, 土壌, 肥料, 植物

なお、試料については、センターにご相談下さい。

平成 18 年度科学分析支援センター機器等使用研究業績

分析機器使用業績

理学部 基礎化学科

- Akihiko Ishii, Masayuki Ohishi, Kimiyo Matsumoto, and Toshiyuki Takayanagi
Synthesis and Properties of a Dithirane *trans*-1,2-Dioxide, a Three-Membered *vic*-Disulfoxide
Org. Lett., 8, 91–94 (2006).
- Akihiko Ishii, Manami Suzuki, and Remi Yamashita
Preparation of a New 1,2,3-Trithiolane, *trans*-9,10,11-Trithiabicyclo[6.3.0]undecane, and Its Oxidation Reactions.
Tetrahedron, 62, 5441–5447 (2006).
- M. Saito, M. Nakamura, T. Tajima and M. Yoshioka
Reduction of Phenyl Silyl Acetylene with Lithium: Unexpected Formation of a Dilithium Dibenzopentalenide
Angew. Chem., Int. Ed., **46**, 1504–1507 (2007). (Selected as the Inside Cover)
- R. Haga, M. Saito and M. Yoshioka
Synthesis and Reactions of Stannole Anions
Eur. J. Inorg. Chem., 1297–1306 (2007).
- M. Saito, H. Hashimoto, T. Tajima and M. Ikeda
Synthesis and Structures of Polychalcogenadistannabicyclo[k.l.m]alkanes
J. Organomet. Chem., **692**, 2729–2735 (2007)
- M. Saito, T. Tanikawa and T. Tajima
3,5-Bis(trimethylsilyl)triphenylene[1,12-*bcd*]thiophene
Acta Crystallogr. E., **63**, o2923 (2007).
- M. Saito, Y. Okuyama, T. Tajima, D. Kato and M. Yoshioka
Synthesis and Reactions of a Novel Bulky Aryllithium
Appl. Organomet. Chem., **21**, 604–611 (2007).

- M. Saito, S. Imaizumi, T. Tajima, K. Ishimura and S. Nagase
Synthesis and Structure of Pentaorganostannate Having Five Carbon Substituents
J. Am. Chem. Soc., **129**, 10974–10975 (2007).
- Yukiko Yamaguchi–Terasaki, Takashi Fujihara, Akira Nagasawa and Sumio Kaizaki
cis-Bis(2,2'-bipyridine)difluorochromium(III) perchlorate
Acta Cryst., **E63**, m593–m595 (2007).
- Masaki Kakeya, Takashi Fujihara, Takashi Kasaya and Akira Nagasawa
Dinuclear Niobium(III) Complexes [$\{\text{NbCl}_2(\text{L})\}_2(\mu\text{-Cl})_2(\mu\text{-L})$] (L = tetrahydro- thiophene, Dimethylsulfide): Preparation, Molecular Structures, and the Catalytic Activity for the Regioselective Cyclotrimerization of Alkynes
Organometallics, **25**, 4131–4137 (2006).
- Masaru Sato, Yusuke Kubota, Atsushi Tanemura, Genta Maruyama, Takashi Fujihara, Juzo Nakayama, Toshiyuki Takayanagi, Kenta Takahashi, and Kei Unoura
Synthesis and Some Properties of Bis(ruthenocenyl)thiophene Derivatives –Possible Spin–Coupling in the Two–Electron Oxidized Species of Dinuclear Ruthenocenes Bridged by Thiophene Derivatives
Eur. J. Inorg. Chem., 4577–4588 (2006).
- Masaki Kakeya, Takashi Fujihara and Akira Nagasawa
Di- μ -chloro-tetrachloro- μ - (dimethylsulfide)bis(dimethylsulfide)diniobium(III)
Acta Cryst., **E62**, m553–m554 (2006).
- Masaki Kakeya, Takashi Fujihara and Akira Nagasawa
(E)-1-Mercapto-1-(*p*-tolylsulfanyl)-*N*-(*p*-tosylmethyl)methanimine: A Two-dimensional Supramolecular Network of S–H...O and C–H... π interactions
Acta Cryst., **E62**, o1384–o1386 (2006).
- A. Matsumoto, R. Onoki, K. Ueno, S. Ikeda and K. Saiki
Fabrication of an organic field-effect transistor on a mica gate dielectric
Chem. Lett. **35** (2006) 354–355
- R. Onoki, S. Abe, K. Ueno, H. Nakahara and K. Saiki
Structure of Organic Thin Films Grown on Surface-modified Tantalum Oxide
Chem. Lett. **35** (2006) 746–747

工学部 電気電子システム工学科

- 三嶋和幸、森涼太郎、高橋幸郎、
スピンコートシーディング法を用いた多結晶ダイヤモンド圧力センサ
電気学会論文誌 E、Vol.127, No.2, 96–101, (2007)

工学部 応用化学科

- T. Hirose, O. Kawakami, and M. Yasutake
Induction and Control of Columnar Mesophase by Charge Transfer Interaction and Side Chain Structures of Tetrasubstituted Pyrenes
Mol. Cryst. Liq. Cryst., Vol. **451**,65–74 (2006).
- K. Taniguchi, M. Yasutake, and T. Hirose
Crystal Structure of (S)–Piperazine–2–carboxylic acid *t*-butylamide /
N-Tosyl–(S)–phenylalanine 1:2 Salt
Anal. Sci., **22**, x29–30 (2006.5).
- K. Taniguchi, R. Sakurai, K. Sakai, M. Yasutake, and T. Hirose
Optical Rotation Study on Solvent Dependence of Diastereomeric Salt Discrimination Properties
Bull. Chem. Soc. Jpn., **79**, 1084–1090 (2006.7).
- 設楽浩明, 青木良夫, 野平博之, 廣瀬卓司
光学活性カルボン酸の調製とらせん誘起剤への応用
有機合成化学協会誌, **63**, 1032–1040 (2006.10).
- I.Yanase, Y.Ishikawa, H.Kobayashi
Effect of Ball–milling on Porous Structure of Ca–substituted Leucite with Low Thermal Expansion Property
Journal of the Ceramic Society of Japan, **114** pp.1115–1120 (2006).
- H.Kobayashi, S.Sumino, S.Tamai, I.Yanase
Phase Transition and Lattice Thermal Expansion of Cs–Deficient Pollucite, $\text{Cs}_{1-x}\text{Al}_{1-x}\text{Si}_{2+x}\text{O}_6$ ($X<0.25$), Compounds
Journal of the American Ceramic Society, **89**, pp.3157–3161 (2006).
- I.Yanase, K.Ichihoshi, H.Kobayashi
Structural Phase Transition of Na–substituted Cs–leucite Compounds in the Range: 123 to 1173 K
Solid State Communications, **139**, pp.1–4 (2006).

•I.Yanase, Y.Ishikawa, H.Kobayashi

Ca-substituted Pollucite Body Fabricated from Amorphous Calcined Powder

Smart Processing Technology, **1**, pp.103–106 (2006).

工学部 機能材料工学科

•Akihiro Yamada, Ken Hatano, Tetsuo Koyama, Koji Matsuoka, Yasuaki Esumi and Daiyo Terunuma

Syntheses of a series of lacto-*N*-neotetraose clusters using a carbosilane dendrimer scaffold
Carbohydr. Res., **341**, pp467–473, **2006**.

•Chie Aoki, Kazuya I.P.J. Hidari, Saki Itonori, Akihiro Yamada, Naonori Takahashi, Takeshi Kasama, Futoshi Hasebe, Mohammend Alimul Islam, Ken Hatano, Koji Matsuoka, Takao Taki, chao-Tan Guo, Tadanobu Takahashi, Yuichi Sakano, Takashi Suzuki, Daisei Miyamoto, Mutsui Sugita, Daiyo Terunuma, Koichi Morita and Yasuo Suzuki

Identification and Characterization of Carbohydrate Molecules in Mammalian Cells Recognized by Dengue Virus Type 2
J. Biochem., **139**, pp607–614, **2006**.

•Koji Matsuoka, Mikiko Terabatake, Atsushi Umino, Yasuaki Esumi, Ken Hatano, Daiyo Terunuma and Hiroyoshi Kuzuhara

Carbosilane Dendrimers Bearing Globotriaoses: Syntheses of Globotriaosyl Derivative and Introduction into Carbosilane Dendrimers
Biomacromolecules, **7(8)**, pp2274–2283, **2006**.

•Koji Matsuoka, Ken Hatano and Daiyo Terunuma

Glycodendrimers using carbosilanes as core scaffolds

Nanotechnology in Carbohydrate Chemistry, pp89–102, **2006**.

•Akihiro Yamada, Ken Hatano, Tetsuo Koyama, Koji Matsuoka, Naonori Takahashi, Kazuya I. P. J. Hidari, Takashi Suzuki, Yasuo Suzuki and Daiyo Terunuma

Lactotriaose-containing carbosilane dendrimers: Syntheses and lectin-binding activities
Bioorganic & Medicinal Chem., **15**, pp1606–1614 (**2006**).

•Jun-Ichi Sakamoto, Tetsuo Koyama, Daisei Miyamoto, Sangchai Yingsakmongkon, Kazuya I. P. J. Hidari, Wipawee Jampangern, Takashi Suzuki, Yasuo Suzuki, Yasuaki Esumi, Ken Hatano, Daiyo Terunuma and Koji Matsuoka

Thiosialoside clusters using carbosilane dendrimer core scaffolds as a new class of influenza neuraminidase inhibitors

Bioorganic & Medicinal Chem. Lett., **17**, pp717–721 (**2007**).

・Koji Matsuoka, Yusuke Goshu, Yutaka Takezawa, Tomonori Mori, Jun-ichi Sakamoto, Akihiro Yamada, Tomotsune Onaga, Tetsuo Koyama, Ken Hatano, Philip W. Snyder, Eric J. Toone and Daiyo Terunuma
Practical synthesis of fully protected globotriaose and its glycopolymers
Carbohydrate Polym., **69**, pp326–335 (2007).

総合研究機構 科学分析支援センター

- ・K. Tojo, Y. Aoki, M. Yasutake and T. Hirose
Synthesis of optically active 4,4,4-trifluoro-3-{4-(4-methoxyphenyl)phenyl}butanoic acid and its application to chiral dopant for nematic liquid crystals
Journal of Fluorine Chemistry, **127**, 620–626, 2006.
- ・Y. Aoki, T. Watabe, T. Hirose, and K. Ishikawa
Noble Orientation Change with Temperature in Nematic Liquid Crystalline Mixtures
Chemistry Letters, **36**(3), 380–381(2007).

アイソトープ実験施設使用業績

理学部 分子生物学科

- ・Ehira, S., Ohmori, M.
NrrA directly regulates expression of hetR during heterocyst differentiation in the cyanobacterium *Anabaena* sp. strain PCC 7120
J. Bacteriol. **2006**, 188, (24), 8520–8525.
- ・Ehira, S., Ohmori, M.
NrrA, a nitrogen-responsive response regulator facilitates heterocyst development in the cyanobacterium *Anabaena* sp. strain PCC 7120
Mol. Microbiol. **2006**, 59, (6), 1692–1703.
- ・Higo, A., Katoh, H., Ohmori, K., Ikeuchi, M., Ohmori, M.
The role of a gene cluster for trehalose metabolism in dehydration tolerance of the filamentous cyanobacterium *Anabaena* sp. PCC 7120
Microbiology **2006**, 152, (Pt 4), 979–987.
- ・Ichinose, H., Kotake, T., Tsumuraya, Y., Kaneko, S.
Characterization of an exo-beta-1,3-D-galactanase from *Streptomyces avermitilis* NBRC14893 acting on arabinogalactan-proteins
Biosci. Biotechnol. Biochem. **2006**, 70, (11), 2745–2750.

- Ichinose, H., Kuno, A., Kotake, T., Yoshida, M., Sakka, K., Hirabayashi, J., Tsumuraya, Y., Kaneko, S.
Characterization of an exo-β-1,3-galactanase from *Clostridium thermocellum*.
Appl. Environ. Microbiol. **2006**, 72, (5), 3515–3523.

- Kawai, F., Hara, H., Takamatsu, H., Watabe, K., Matsumoto, K.
Cardiolipin enrichment in spore membranes and its involvement in germination of *Bacillus subtilis* Marburg.
Genes Genet. Syst. **2006**, 81, (2), 69–76.

- Kotake, T., Tsuchiya, K., Aohara, T., Konishi, T., Kaneko, S., Igarashi, K., Samejima, M., Tsumuraya, Y.
An α-L-arabinofuranosidase/β-D-xylosidase from immature seeds of radish (*Raphanus sativus* L.)
J. Exp. Bot. **2006**, 57, (10), 2353–2362.

- Matsumoto, K., Kusaka, J., Nishibori, A., Hara, H.
Lipid domains in bacterial membranes
Mol. Microbiol. **2006**, 61, (5), 1110–1117.

- Mizoi, J., Nakamura, M., Nishida, I.
Defects in CTP:PHOSPHORYLETHANOLAMINE CYTIDYLYLTRANSFERASE affect embryonic and postembryonic development in *Arabidopsis*
Plant Cell **2006**, 18, (12), 3370–3385.

- Muramatsu, M., Hihara, Y.
Characterization of high-light-responsive promoters of the *psaAB* genes in *Synechocystis* sp. PCC 6803
Plant Cell Physiol. **2006**, 47, (7), 878–890.

- Nagahama, H., Sakamoto, Y., Matsumoto, K., Hara, H.
RcsA-dependent and -independent growth defects caused by the activated Rcs phosphorelay system in the *Escherichia coli* *pgsA* null mutant
J. Appl. Microbiol. **2006**, 52, (2), 91–98.

- Nakamoto, H., Honma, D.
Interaction of a small heat shock protein with light-harvesting cyanobacterial phycocyanins under stress conditions
FEBS Lett. **2006**, 580, (13), 3029–3034.

- Nakamura, K., Hihara, Y.
Photon flux density–dependent gene expression in *Synechocystis* sp. PCC 6803 is regulated by a small, redox–responsive, LuxR–type regulator
J. Biol. Chem. **2006**, 281, (48), 36758–36766.
- Okazaki, K., Sato, N., Tsuji, N., Tsuzuki, M., Nishida, I.
The significance of C16 fatty acids in the sn–2 positions of glycerolipids in the photosynthetic growth of *Synechocystis* sp. PCC6803
Plant Physiol. **2006**, 141, (2), 546–556.
- Shiba, Y., Matsumoto, K., Hara, H.
DjlA negatively regulates the Rcs signal transduction system in *Escherichia coli*
Genes Genet. Syst. **2006**, 81, (1), 51–56.
- Suzuki, T., Yoshimura, H., Ehira, S., Ikeuchi, M., Ohmori, M.
AnCrpA, a cAMP receptor protein, regulates nif–related gene expression in the cyanobacterium *Anabaena* sp. strain PCC 7120 grown with nitrate
FEBS Lett. **2007**, 581, (1), 21–28.
- Wakayama, M., Ohnishi, J., Ueno, O.
Structure and enzyme expression in photosynthetic organs of the atypical C4 grass *Arundinella hirta*
Planta **2006**, 223, (6), 1243–1255.

理学部 生体制御学科

- Ishibashi K, Suzuki K, Ando Y, Takakura C, Inoue H.
Nonhomologous chromosomal integration of foreign DNA is completely dependent on MUS–53 (human Lig4 homolog) in *Neurospora*.
Proc Natl Acad Sci U S A. **2006**, 103, 14871–14876.
- Gan X., Arita K., Isono S., Kitakawa M., Yoshino K., Yonezawa K., Kato A., Inoue H. and Isono K.
Identification and comparative analysis of the large subunit mitochondrial ribosomal proteins of *Neurospora crassa*
FEMS Microbiol. Lett. **2006**, 254, 157–164
- Kato A, Inoue H.
Growth defect and mutator phenotypes of RecQ–deficient *Neurospora crassa* mutants separately result from homologous recombination and nonhomologous end joining during repair of DNA double–strand breaks
Genetics. **2006**, 172, 113–125

動物飼育室使用業績

理学部 生体制御学科

- Nogami H, Hiraoka Y, Inoue K, Aiso S, Hisano S.,
Regulation of 5'-Promoter Activity of the Rat Growth Hormone and Growth
Hormone-Releasing Hormone Receptor Genes in the MtT/S and MtT/E Cells
Neuroendocrinology. **2006**, 84, 31-41
- Oh-I S, Shimizu H, Satoh T, Okada S, Adachi S, Inoue K, Eguchi H, Yamamoto M, Imaki T,
Hashimoto K, Tsuchiya T, Monden T, Horiguchi K, Yamada M, Mori M.,
Identification of nesfatin-1 as a satiety molecule in the hypothalamus.
Nature. **2006** 443, 709-12
- Sakata I, Tanaka T., Yamazaki M., Tanizaki T., Zheng Z. and Sakai T.,
Gastric estrogen directly induces ghrelin expression and production in the rat stomach.
Journal of Endocrinology **2006**, 190, 749-57
- Kaiya H, Sakata I, Yamamoto K, Koda A, Sakai T, Kangawa K, and Kikuyama S.,
Identification of immunoreactive plasma and stomach ghrelin, and expression of stomach
ghrelin mRNA in the bullfrog, *Rana catesbeiana*.
Gen Comp Endocrinol. **2006**, 148, 236-44
- Shiba K, Machida T, Uchida S, Hotta H.,
Effects of nicotine on regional blood flow in the olfactory bulb in rats.
Eur J Pharmacol. **2006**, 546, 148-51.

平成 18 年度活動状況報告

◆科学分析支援センターガイダンスの開催

4/14(金)	4/17(月)	4/18(火)	4/19(水)	4/20(木)	
60名	53名	32名	67名	36名	参加者計 248名

◆アイソトープ実験施設教育訓練の開催

講演:	5/19(金)	5/23(火)	
	109名	33名	参加者計 142名
講話:	5/26(金)	6/5(金)	
	41名	11名	参加者計 52名

◆動物飼育室のガイダンス

5/26(金)	
35名	参加者計 35名

◆定例セミナーの開催

【第4回定例セミナー】 9月14日(木) 理学部3号館2階11番教室 参加者計 47名

・マイクロアレイ講習会

講師:(株)バイオマトリックス研究所 山田修司 氏

・MSによるプロテオーム解析

講師:(株)島津製作所 ライフサイエンス研究所 島圭介 氏

【第5回定例セミナー】 平成19年3月7日(水) 当センター3階会議室 参加者計 38名

・質量分析実践 MALDI-TOF/TOF-MS の最新情報

講師:ブルカー・ダルトニクス(株) 葦澤嵩 氏

・TOF/TOF システム、QQTOF システムのご紹介～バイオマーカーの探索から定量まで～

講師:アプライドバイオシステムズジャパン(株) 千葉明広 氏

・MALDI-TOFMS による MS、MS/MS 最新動向のご紹介

講師:(株)島津製作所 ライフサイエンス研究所 渡邊俊宏 氏

◆科学分析支援センター機関誌の発行

MaLS FORUM Vol.4 (H19.3)

◆サイエンス・パートナーシップ・プロジェクトの実施(全 11 回中の 2 回担当)

【第5回開催】 8月21日(月) 当センター 参加者計 9名

機器分析実習

【第11回開催】 H19年1月24日(水) 共通教育A棟4階 参加者計 5名

ガラス細工実習

◆実験動物慰霊式

10月5日(木)16:30~17:00 理学部2号館2階 第1会議室 参加者計66名

◆科学分析支援センター会議

第1回 7月4日(火) 10:30~

1. 併任技術職員の紹介
2. 廃液処理施設の統合
3. 機器の更新について

第2回 12月20日(水) 10:30~

1. 平成18年度予算の使用状況と平成19年度の予算について
2. ICP発光分光分析装置の更新について
3. 専任教員の居室・実験室について・センター4階、専任教員実験室の改修
4. センター長の人事について
5. 専任教員の人事について
6. 課金方法について
7. 科研費での支払について
8. その他

第3回 平成19年2月14日(水) 10:00~

1. 平成18年度事業経費について
 - ・SEMデータ処理装置の改修について
 - ・MSデータ処理コンピューターアップグレードについて
 - ・熱分析データ処理装置のPC化について
2. 利用料金について
3. 廃棄物処理利用料金について
4. 分野委員会内規の改正について
5. 平成19年度事業経費について
6. その他

◆放射線障害防止委員会の開催

10月16日(月)16:00~ 当センター会議室

1. 平成18年度放射線教育訓練及び特別健康診断実施報告について
2. 放射線有機廃液焼却装置及び廃液処理施設ガストロマトグラフの廃棄について

◆第10回 国立大学法人機器・分析センター会議 出席

10月27日(金)14:00~17:15 ホテルメトロポリタン高崎

参加者 廣瀬センター長 是枝晋講師 中村市郎助手 計3名

◆共焦点レーザー顕微鏡に関するセミナー 10月25日(水)~27日(金)

テクニカルセミナーと機器デモンストレーション

参加者:理学部の2学科から6研究グループ,工学部の1学科から1研究グループ

◆大学等環境安全協議会 総会 研修会 参加 11月9(木)、10日(金)

各機種講習会

H19.3月末日現在

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 DX-303	分析セ	青木良夫	2		4
	分析セ	久保正雄	2		
核磁気共鳴装置 DRX-400	応用化学	設楽浩明		2	11
	応用化学	安武幹雄	2		
	基礎化学	石井昭彦		2	
	基礎化学	ヴィレヌーヴ真澄美	1		
	基礎化学	佐藤勝	1		
	機能材料 分析セ	小山哲夫 藤原隆司	1 2		
核磁気共鳴装置 AC300P	応用化学	久保由治	4		42
	応用化学	設楽浩明		2	
	応用化学	太刀川達也	4		
	応用化学	廣瀬卓司	2		
	基礎化学	石井昭彦	4	2	
	基礎化学	斎藤雅一	2		
	基礎化学	佐藤大	3		
	基礎化学	佐藤勝	2		
	基礎化学	杉原儀昭	7		
	基礎化学	長谷川登志夫	3		
	分析セ	藤原隆司	7		
核磁気共鳴装置 DPX-200	-	ブルカー		2	139
	応用化学	久保由治	7		
	応用化学	設楽浩明		12	
	応用化学	安武幹雄	10	8	
	基礎化学	ヴィレヌーヴ真澄美	2		
	基礎化学	斎藤雅一	9		
	基礎化学	佐藤大	23		
	基礎化学	佐藤勝	4		
	基礎化学	曾越宣仁	1		
	基礎化学	中田憲男	11		
	基礎化学	長谷川登志夫	5		
	基礎化学	若狭雅信	1		
	分析セ	青木良夫	8		
	分析セ	藤原隆司	17	19	

核磁気共鳴装置 DPX-400	応用化学	設楽浩明		10	51
	応用化学	安武幹雄	5	8	
	基礎化学	ヴィレヌーヴ真澄美	1		
	基礎化学	斎藤雅一		2	
	基礎化学	佐藤大	1		
常磁性共鳴装置 ESR(EMX)	分析セ	藤原隆司	1		3
			3		
ELEXSYS580	基礎化学	若狭雅信	1		1
走査型分析電子顕微鏡 S-2400	応用化学	大嶋正明	2	1	36
	応用化学	黒川秀樹	3	4	
	応用化学	黒川秀樹・大嶋正明	6		
	機能材料	柿崎浩一	11		
	機能材料	平塚信之	1		
	電気電子	谷治環	2		
	電気電子	山納康	2		
分析セ	徳永誠	3	1		
走査型分析電子顕微鏡 S-4100	応用化学	黒川秀樹	1		4
	応用化学	大嶋正明		2	
	分析セ	徳永誠		1	
FT-IR2000	基礎化学	坂本章	2		8
	基礎化学	佐藤勝	1	1	
	生体制御	菅原康剛	1		
	分析セ	中村一郎	3		
LC-MS (Maeiner)	応用化学	設楽浩明	6	4	18
	応用化学	安武幹雄	3		
	分析セ	藤原隆司	5		
SMART APEX	応用化学	安武幹雄		4	4
X線回折装置 Ultima	応用化学	黒川秀樹	42	12	100
	機能材料	柿崎浩一	37	6	
	電気電子	折原操	2		
	電気電子	明連広昭	1		
X線微小部構造解析	機械	玉川達夫		1	1
蛍光X線分析装置 PW2400	機能材料	柿崎浩一	1		8
	分析セ	徳永誠	7		
高出力X線回折装置 (縦型)	応用化学	柳瀬郁夫	1		7
	機能材料	柿崎浩一	6		

顕微赤外 IR μ S	基礎化学	齋藤英樹	2	1	5
	基礎化学	佐藤勝			
	機能材料	白井肇	2		
走査トンネル電子顕微鏡 Nano ScopeIII	機能材料	後閑伸彦	3		3
超音波顕微鏡	機械	荒居善雄	1		1
微小部 XRD	—	ブルカー		1	3
	環境制御	長谷川靖洋	2		
複合形熱分析	応用化学	柳瀬郁夫	4	2	6
複合表面分析装置 ESCA	機能材料	斉藤由明	4		4
ケンブリッジ結晶構造 データベース	基礎化学	中田憲男		1	5
	基礎化学	長谷川登志夫	2		
	分析セ	藤原隆司	2		
CCD 型結晶構造解析装置	基礎化学	齋藤英樹		2	2
総計			334	132	466

《センターより》

埼玉大学総合研究機構科学分析支援センター会議委員名簿

平成 19 年 4 月 1 日現在

氏 名	所 属 等	任 期	備 考
井 上 金 治	セ ン タ ー 長		生体制御 4983
青 木 良 夫	セ ン タ ー 准教授		分析支援 5101
藤 原 隆 司	セ ン タ ー 准教授		基礎化学 4304
畠 山 晋	セ ン タ ー 講 師		生体制御 4346
是 枝 晋	セ ン タ ー 講 師		分子生物 4313
中 村 市 郎	セ ン タ ー 助 教		物 理 4251 オブザーバー
芦 田 実	教 育 学 部 教 授	平成 20 年 3 月 31 日	理科教育 3801
西 田 生 郎	理 工 学 研 究 科 教 授	平成 20 年 3 月 31 日	分子生物 4875
長谷川登志夫	理 工 学 研 究 科 准教授	平成 20 年 3 月 31 日	基礎化学 4870
小 林 信 一	理 工 学 研 究 科 教 授	平成 20 年 3 月 31 日	電気電子 4495
小 林 秀 彦	理 工 学 研 究 科 教 授	平成 20 年 3 月 31 日	応用化学 4572
西 垣 功 一	理 工 学 研 究 科 教 授	平成 20 年 3 月 31 日	機能材料 4619
小 口 千 明	地 圏 科 学 准教授	平成 20 年 3 月 31 日	地圏科学 4690

科学分析支援センター生命科学分析分野委員名簿

平成 19 年 7 月 23 日 現在

氏 名	所 属 等	任 期	備 考
井上 金治	センター長		生体制御 4983
小林 哲也	理工学研究科 准教授	平成 21 年 7 月 22 日	生体制御 4352
大西 純一	理工学研究科 教授	平成 21 年 7 月 22 日	分子生物 4312
西垣 功一	理工学研究科 教授	平成 21 年 7 月 22 日	機能材料 4619
浅枝 隆	理工学研究科 教授	平成 21 年 7 月 22 日	環境制御 4664
是枝 晋	センター講師		分子生物 4313
◎畠山 晋	センター講師		生体制御 4346

科学分析支援センター機器分析分野委員名簿

平成 19 年 7 月 23 日 現在

氏 名	所 属 等	任 期	備 考
井上 金治	センター長		生体制御 4983
小林 秀彦	理工学研究科 教授	平成 21 年 7 月 22 日	応用化学 4572
土方 泰斗	理工学研究科 准教授	平成 21 年 7 月 22 日	電気電子 4529
白井 肇	理工学研究科 教授	平成 21 年 7 月 22 日	機能材料 5602
小坂 昌史	理工学研究科 准教授	平成 21 年 7 月 22 日	物 理 4256
斎藤 雅一	理工学研究科 准教授	平成 21 年 7 月 22 日	基礎化学 4306
矢後 友暁	理工学研究科 助教	平成 21 年 7 月 22 日	基礎化学 3542
◎青木 良夫	センター 准教授		分析支援 5101
藤原 隆司	センター 准教授		基礎化学 4304
中村 市郎	センター 助教		物 理 4251

科学分析支援センター環境分析分野委員名簿

平成 19 年 7 月 23 日 現在

氏 名	所 属 等	任 期	備 考
井上 金治	センター長		生体制御 4983
小澤 基弘	教育学部 教授	平成 20 年 3 月 31 日	美術教育 3875
中田 憲男	理工学研究科 助教	平成 20 年 3 月 31 日	基礎化学 4296
太刀川 達也	理工学研究科 講師	平成 20 年 3 月 31 日	応用化学 4857
◎中村 市郎	センター 助教		物 理 4251

◎印は、分野長

《センターより》

平成 18 年度機器等利用実績

平成18年度(2006年4月～2007年3月) DRX400 使用実績

3F NMR室		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	
理学部	基礎化学	測定件数	138	234	312	334	182	341	296	285	307	255	212	186	3082
		時間	245.8	241.9	266.1	274.7	140.8	270.8	199.4	369.4	188.8	220.8	297.0	226.2	37.7
工学部	応用化学	測定件数	67	24	91	52	16	6	21	31	10	11	4	-	333
		時間	36.5	35.8	71.3	32.2	21.3	15.4	32.8	33.0	5.4	19.5	2.4	-	305.5
	機能材料	測定件数	76	86	90	53	41	101	140	86	101	47	60	52	933
		時間	84.9	138.7	96.8	34.3	66.7	137.3	190.5	122.2	81.1	54.4	126.3	41.4	430.6
電気電子	測定件数	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2	-	-	2	
	時間	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.5	-	-	0.5	
分析支援センター	測定件数	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0	
	時間	-	-	-	-	6.5	-	-	-	-	-	-	-	6.5	
合計	測定件数	281	344	493	439	239	448	457	402	418	315	276	238	4350	
	時間	367.3	416.4	434.2	341.2	235.2	423.5	422.8	524.6	275.3	295.2	425.8	267.6	4428.8	
延べ人員数		93	111	145	131	96	163	154	145	141	131	110	92	1512	
稼働日数		21	21	23	21	95	156	21	22	21	17	19	19	456	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) DPX400 使用実績

3F NMR室		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	
理学部	基礎化学	測定件数	27	69	191	49	62	81	71	99	142	107	78	28	1004
		時間	84.5	121.1	220.8	115.5	114.3	129.6	96.2	172.9	125.7	146.8	172.0	61.7	121.1
工学部	応用化学	測定件数	7	41	71	104	83	90	120	97	62	131	72	83	961
		時間	1.9	31.9	67.4	43.2	45.4	90.5	63.3	62.3	90.1	158.3	39.0	27.2	720.4
	機能材料	測定件数	-	16	11	37	4	15	18	21	24	16	23	13	198
		時間	-	4.0	5.0	51.3	3.5	33.5	40.3	32.3	68.3	37.5	70.9	5.7	352.3
分析支援センター	測定件数	3	12	3	5	12	4	7	-	-	-	-	-	46	
	時間	3	11.5	1.7	19.8	26.5	6	8	-	-	-	-	-	76.4	
理科教育講座	測定件数	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	16	
	時間	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4	
合計	測定件数	37	138	276	195	161	190	216	217	228	254	173	140	2225	
	時間	89.4	168.5	294.8	229.7	189.7	259.6	207.8	267.5	284.1	342.7	281.9	98.5	530.1	
延べ人員数		15	51	75	80	66	67	87	88	74	96	78	44	821	
稼働日数		7	19	24	22	17	22	23	22	19	19	21	17	232	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) DPX200 使用実績

3F NMR室		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	
理学部	基礎化学	測定件数	-	42	155	133	66	189	224	278	242	223	261	43	1856
		時間	-	50.3	175.5	201.3	62.1	112.6	217.5	251.4	206.7	143.4	144.2	43.2	168.0
工学部	応用化学	測定件数	1	7	61	117	69	123	99	123	98	74	67	57	896
		時間	0.2	3.4	35.6	62.3	44.3	54.1	46.8	48.7	50.7	70.8	39.3	26.8	482.9
	機能材料	測定件数	-	-	-	-	-	-	2	-	-	3	-	-	5
		時間	-	-	-	-	-	-	0.5	-	-	2	-	-	2.5
分析支援センター	測定件数	1	-	1	-	1	3	2	8	9	7	3	-	35	
	時間	1.5	-	3.0	-	0.6	2.0	0.8	21.0	5.1	28.8	47.8	-	110.7	
合計	測定件数	2	49	217	250	136	315	327	409	349	307	331	100	2792	
	時間	1.7	53.7	214.0	263.5	107.0	168.7	265.7	321.1	262.4	245.1	231.3	69.9	764.0	
延べ人員数		2	22	114	146	84	188	198	210	176	172	175	64	1551	
稼働日数		2	11	19	21	13	19	19	22	22	16	20	15	199	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) AC300P 使用実績

3F 質量分析室		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	
理学部	基礎化学	測定件数	521	1057	1138	824	337	772	948	851	694	660	417	272	8491
		時間	101.083	231.833	207.25	154.05	73.4167	151	185.817	159.683	130.45	129.833	89.8333	59.9167	234.167
工学部	応用化学	測定件数	105	131	135	65	91	56	82	126	93	74	91	53	1102
		時間	37.8	42.4	42.8	25.0	28.9	17.7	23.6	34.9	28.6	23.6	28.7	21.7	355.7
	機械工学	測定件数	-	-	-	-	-	-	-	-	1	-	-	-	1
		時間	-	-	-	-	-	-	-	-	0.16667	-	-	-	0.16667
機能材料	測定件数	-	-	-	-	-	-	-	1	1	-	1	-	3	
	時間	-	-	-	-	-	-	-	0.35	0.10	-	0.20	-	1.5	
分析支援センター	測定件数	5	-	-	-	-	1	-	-	-	-	-	-	6	
	時間	1.75	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.75	
合計	測定件数	631	1188	1273	889	428	829	1030	978	789	734	509	325	9603	
	時間	140.7	274.3	250.1	179.1	102.3	168.7	209.4	195.2	159.4	153.4	118.8	81.6	592.9	
延べ人員数		334	653	689	493	237	483	578	545	463	440	286	185	5386	
稼働日数		23	21	23	20	21	19	20	20	20	20	18	19	244	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) DX303 使用実績

3F 質量分析室		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	
理学部	基礎化学	測定件数	1	4	1	1	1	4	4	7	3	3	4	-	33
		時間	3.0	5.0	4.0	2.5	2.5	9.5	6.7	8.5	6.5	6.2	11.0	-	65.3
工学部	応用化学	測定件数	10	10	10	16	12	18	18	5	12	11	12	6	140
		時間	15.0	19.5	21.0	29.0	20.5	34.3	33.5	16.2	27.7	20.0	27.0	20.0	283.6
	機能材料	測定件数	-	1	7	3	-	11	5	8	6	7	4	2	54
		時間	-	2.0	15.5	6.0	-	15.5	12.3	18.0	13.5	13.7	8.5	2.5	107.4
分析支援センター		測定件数	-	-	5	1	-	-	-	-	-	-	-	-	6
		時間	-	-	20	3	-	-	-	-	-	-	-	-	23
合計		測定件数	11	15	23	21	13	33	27	20	21	21	20	8	233
		時間	18	26.5	60.5	40.5	23.0	59.3	52.4	42.7	47.7	39.8	46.5	22.5	479.4
延べ人員数		6	9	18	16	8	16	17	12	15	15	15	7	154	
稼働日数		4	8	14	10	3	12	10	9	14	12	8	6	110	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) JMS-700 使用実績

3F 質量分析室		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	
理学部	基礎化学	測定件数	15	4	5	1	-	2	12	17	13	9	5	7	90
		時間	8.8	8.5	12.5	3.0	-	4.0	6.0	12.2	4.8	7.8	9.0	9.5	86.1
工学部	応用化学	測定件数	-	1	2	-	-	-	-	1	-	-	1	5	
		時間	-	1	4	-	-	-	-	4	-	-	1	10	
	機能材料	測定件数	4	2	-	1	1	2	-	1	1	-	-	12	
		時間	9.4	6.7	-	4.0	2.0	2.5	-	2.5	2.0	-	-	29.1	
合計		測定件数	19	7	7	2	1	4	12	18	15	9	5	8	107
		時間	18.3	16.2	16.5	7.0	2.0	6.5	6.0	14.7	10.8	7.8	9.0	10.5	125.2
延べ人員数		11	7	5	2	1	3	3	7	6	4	5	7	61	
稼働日数		6	5	5	2	1	3	10	5	5	4	4	6	56	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) Mariner 使用実績

3F 質量分析室		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	
理学部	基礎化学	測定件数	6	8	32	18	5	11	18	50	27	23	3	3	204
		時間	5	11.5	48.7	29.0	5.5	16.0	22.5	61.3	28.8	22.8	4.3	1.0	256.3
工学部	応用化学	測定件数	5	6	19	22	26	24	17	36	29	42	24	3	253
		時間	9.5	11	23.5	38.8	38.1	23.5	13.0	32.2	19.2	38.3	33.0	6.0	286.0
分析支援センター		測定件数	-	2	2	1	2	-	1	-	-	1	1	-	10
		時間	-	6	8	6	3	-	5	-	-	6	5	-	39
合計		測定件数	11	16	53	41	33	35	36	86	56	66	28	6	467
		時間	14.5	28.5	80.2	73.8	46.6	39.5	40.5	93.5	47.9	67.1	42.3	7.0	581.3
延べ人員数		5	7	24	23	22	11	12	31	21	25	16	4	201	
稼働日数		5	5	14	15	16	9	10	13	11	14	11	4	127	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) AutoMS 使用実績

3F 質量分析室		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	
工学部	応用化学	測定件数	8	2	32	92	18	4	49	52	28	23	9	7	324
		時間	44	14.6	19.9	78.7	14.2	3	30.5	52.5	35	18.5	12	5.5	328.4
合計		測定件数	8	2	32	92	18	4	49	52	28	23	9	7	324
		時間	44	14.6	19.9	78.7	14.2	3	30.5	52.5	35	18.5	12	5.5	328.4
延べ人員数		8	2	2	14	3	1	5	7	6	3	2	1	54	
稼働日数		8	2	2	10	3	1	5	6	6	3	2	1	49	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) 走査電子顕微鏡 S2400 使用実績

3F 分析電子顕微鏡室		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	
理学部	物理学	測定件数	-	-	2	-	-	-	-	3	1	-	-	6	
		時間	-	-	4	-	-	-	-	7.5	4	-	-	15.5	
	基礎化学	測定件数	2	3	1	-	-	-	-	-	-	-	1	7	
		時間	4	11	2.5	-	-	-	-	-	-	-	3.5	21	
工学部	応用化学	測定件数	10	20	34	23	8	23	32	46	69	30	18	7	320
		時間	23.5	37	53	40.5	20	46	64	84.5	116.5	71.5	24.5	16.5	597.5
	機械工学	測定件数	5	4	6	6	2	3	16	5	5	8	10	4	74
		時間	11	15.5	18	9	8	4	31	11	21	24.5	26.5	10.5	190
	機能材料	測定件数	1	12	4	3	9	3	7	2	24	10	1	-	76
		時間	1	21	12	8.5	28.5	9.5	18	5	77	31.5	3	-	215
	電気電子	測定件数	6	2	12	6	5	11	7	6	13	9	10	6	93
		時間	9	5	26.5	13.5	6	24.5	22.5	12.5	18.5	24	24	14	200
分析支援センター		測定件数	-	-	1	-	-	-	-	2	-	1	1	5	
		時間	-	-	1	-	-	-	-	1.5	-	1	1	4.5	
合計		測定件数	24	41	60	38	24	40	62	64	112	58	41	17	581
		時間	48.5	89.5	117	71.5	62.5	84	135.5	122	237	152.5	82.5	41	1243.5
延べ人員数		19	37	44	26	19	32	47	49	80	54	34	17	458	
稼働日数		12	18	20	15	11	16	20	19	20	18	15	13	197	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) 走査電子顕微鏡 S4100 使用実績

3F 分析電子顕微鏡室		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	
工学部	応用化学	測定件数	11	10	12	11	11	12	14	15	14	11	21	11	153
		時間	20	25	28	16.5	31.5	25	30.5	31	41	27	45	25	345.5
	環境制御	測定件数	-	-	2	-	-	2	1	2	1	-	2	2	12
		時間	-	-	-	-	-	5	1.5	2	1	-	1.5	3	16
	機能材料	測定件数	2	4	-	3	4	6	8	1	13	13	7	7	68
		時間	6	8.5	-	3.5	13.7	12.5	17	6.5	30.2	27.5	18.5	7	150.9
	情報	測定件数	-	2	2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4
		時間	-	3.5	5.5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	9
	電気電子	測定件数	1	2	-	1	-	2	5	3	5	7	5	3	34
		時間	1.5	3	-	2	-	6	8	3	4.5	9	6.5	4.5	48
分析支援センター	測定件数	1	-	-	-	-	-	1	-	-	-	1	-	3	
	時間	2	-	-	-	-	-	3.5	-	-	-	1.5	-	7	
合計	測定件数	15	18	16	15	15	22	29	21	33	31	36	23	274	
	時間	29.5	40	35.5	22	45.2	48.5	60.5	42.5	76.7	63.5	73	39.5	576.4	
延べ人員数		11	17	12	8	10	17	24	14	28	25	30	16	212	
稼働日数		8	13	10	8	9	12	16	11	16	16	18	11	148	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) X線回折装置Ultima 使用実績

4F X線実験室		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	
理学部	基礎化学	測定件数	-	5	-	5	-	-	-	-	-	3	1	14	
		時間	-	12.5	-	6.5	-	-	-	-	-	-	5.5	2	26.5
工学部	応用化学	測定件数	-	11	9	15	-	-	-	-	-	14	5	54	
		時間	-	17	15.8	20.5	-	-	-	-	-	-	19.5	7	79.8
	環境制御	測定件数	-	-	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1
		時間	-	-	1.5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.5
	機械工学	測定件数	-	-	2	1	-	-	-	-	-	-	1	-	4
		時間	-	-	12	2	-	-	-	-	-	-	1.5	-	15.5
	機能材料	測定件数	2	21	28	33	-	-	-	-	-	-	25	27	136
		時間	4.8	38.6	45.2	55.0	-	-	-	-	-	-	39.0	39.8	222.3
	情報	測定件数	-	-	3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3
		時間	-	-	10	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10
電気電子	測定件数	-	3	7	2	-	-	-	-	-	-	9	5	26	
	時間	-	7.3	22.3	1.5	-	-	-	-	-	-	16.5	7.0	54.5	
分析支援センター	測定件数	-	13	4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	17	
	時間	-	20.5	7.1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	27.6	
合計	測定件数	2	53	54	56	0	0	0	0	0	0	52	38	255	
	時間	4.8	95.8	113.9	85.5	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	82.0	55.8	437.7	
延べ人員数		2	53	59	48	0	0	0	0	0	0	52	33	247	
稼働日数		2	21	21	15	0	0	0	0	0	0	18	15	92	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) 蛍光X線装置 PW2400 使用実績

4F X線実験室		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	
工学部	機械工学	測定件数	-	-	-	-	-	-	-	-	1	1	1	3	
		時間	-	-	-	-	-	-	-	-	1	2	1	4	
	応用化学	測定件数	-	-	-	-	6	4	14	15	18	8	3	2	70
		時間	-	-	-	-	6.5	7.5	38	21	32	12.5	4.5	2.5	124.5
機能材料	測定件数	-	-	-	-	1	1	-	-	1	-	-	5	8	
	時間	-	-	-	-	2.1	1.3	-	-	3	-	-	2	8.4	
分析支援センター	測定件数	8	6	4	-	1	8	2	-	-	-	-	1	30	
	時間	15.5	11	6.5	-	3	18.5	4	-	-	-	-	1	59.5	
合計	測定件数	8	6	4	0	8	13	16	15	19	9	4	9	111	
	時間	15.5	11	6.5	0	11.6	27.3	42	21	35	13.5	6.5	6.5	196.4	
延べ人員数		8	5	4	0	6	13	12	14	16	9	4	4	95	
稼働日数		6	3	3	0	5	10	9	11	9	7	4	4	71	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) 高出力機型X線 使用実績

4F X線実験室		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	
工学部	応用化学	測定件数	-	-	-	-	-	2	-	1	3	-	-	6	
		時間	-	-	-	-	-	5	-	2	5.5	-	-	12.5	
	機能材料	測定件数	3	1	11	11	7	4	3	12	37	18	8	-	115
		時間	4	1	18.5	23	22	6	6	22.5	57.9	19.5	13.5	-	193.9
電気電子	測定件数	1	-	-	-	-	-	-	1	3	1	2	2	10	
	時間	-	-	-	-	-	-	-	2	3.5	1	2	2	10.5	
合計	測定件数	4	1	11	11	7	6	3	14	43	19	10	2	131	
	時間	4	1	18.5	23	22	11	6	26.5	66.9	20.5	15.5	2	216.9	
延べ人員数		3	1	10	11	7	6	3	14	41	13	10	2	121	
稼働日数		3	1	6	9	4	6	3	12	15	8	8	2	77	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) 高出力織型X線 使用実績

4F X線実験室		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
理学部	基礎化学	測定件数	-	-	2	-	4	-	-	-	-	-	-	6
		時間	-	-	12	-	61	-	-	-	-	-	-	-
工学部	応用化学	測定件数	-	4	5	-	-	1	3	2	-	-	1	16
		時間	-	39	40	-	-	17	36	20	-	-	15	167
	機械工学	測定件数	-	-	-	0	3	-	4	2	-	0	1	10
		時間	-	-	-	2	8	-	6	4	-	1.5	3	-
電気電子	測定件数	-	-	-	-	-	-	-	-	-	6	2	-	8
	時間	-	-	-	-	-	-	-	-	-	14	4	-	18
合計	測定件数	0	4	7	0	7	1	7	4	0	6	4	0	40
	時間	0	39	52	2	69	17	42	24	0	15.5	22	0	282.5
延べ人員数		0	5	7	1	7	2	7	4	0	6	4	0	43
稼働日数		0	5	6	1	7	2	6	4	0	6	4	0	41

平成18年度(2006年4月～2007年3月) ESCA 使用実績

4F X線実験室		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
工学部	応用化学	測定件数	-	-	-	-	-	2	-	-	-	5	-	7
		時間	-	-	-	-	-	12.3	-	-	-	21.5	-	33.8
	機能材料	測定件数	-	-	-	-	3	4	1	6	7	3	2	26
		時間	-	-	-	-	23.5	37.5	6.0	53.9	63.5	29.5	6.0	219.9
	機械工学	測定件数	-	-	-	-	-	-	-	-	6	-	-	6
		時間	-	-	-	-	-	-	-	-	35	-	-	35
電気電子	測定件数	1	2	0	4	-	1	1	2	1	3	-	15	
	時間	9	12.5	4	20	-	7	0.3	3.5	1.5	10.5	-	68.3	
合計	測定件数	1	2	0	4	3	7	2	8	14	11	2	54	
	時間	9	12.5	4	20	23.5	56.8	6.3	57.4	100.0	61.5	6.0	357.0	
延べ人員数		1	2	2	5	3	7	2	8	14	9	2	0	55
稼働日数		1	2	2	4	3	6	2	8	12	9	1	0	50

平成18年度(2006年4月～2007年3月) ESR-EMX 使用実績

4F X線実験室		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
理学部	基礎化学	測定件数	-	-	2	8	-	-	17	1	18	6	35	87
		時間	-	-	5	8	-	-	18	1	8.5	6	19	65.5
工学部	機能材料	測定件数	6	5	-	-	-	-	-	6	24	4	-	46
		時間	5	3.5	-	-	-	-	-	4	9	1	-	29.5
合計	測定件数	6	5	2	8	-	-	17	7	42	10	35	1	133
	時間	5	3.5	5	8	0	0	18	5	17.5	7	19	7	95
延べ人員数		1	1	1	2	0	0	2	3	8	2	4	1	25
稼働日数		1	1	1	2	0	0	2	3	6	2	4	1	23

平成18年度(2006年4月～2007年3月) ELEXSYS580 使用実績

4F X線実験室		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
理学部	基礎化学	測定件数	-	-	-	-	-	11	3	16	-	4	6	40
		時間	-	-	-	-	-	27	15	19	-	6	13	80
合計	測定件数	0	0	0	0	0	11	3	16	0	4	6	0	40
	時間	0	0	0	0	0	27	15	19	0	6	13	0	80
延べ人員数		0	0	0	0	0	4	3	3	0	1	2	0	13
稼働日数		0	0	0	0	0	4	3	3	0	1	2	0	13

平成18年度(2006年4月～2007年3月) CCD型結晶構造回折装置 SMART APEX 使用実績

4F X線実験室		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	
理学部	物理学	測定件数	-	-	-	-	-	-	2	2	1	-	-	5	
		時間	-	-	-	-	-	-	37.5	37.5	24	-	-	99	
	基礎化学	測定件数	10	19	25	19	10	16	20	17	14	25	23	10	208
		時間	158.7	273.2	448.3	359.3	174.2	132.0	176.5	305.3	263.5	357.5	383.7	162.5	290.5
工学部	応用化学	測定件数	4	1	1	2	-	-	-	1	1	-	1	12	
		時間	34	24	23	36	-	-	-	23.5	24	-	22.5	18	205
分析支援センター	測定件数	測定件数	-	1	3	-	1	1	3	4	-	4	-	17	
		時間	-	20.0	52.0	-	12.0	24.0	47.3	121.0	-	68.3	-	344.7	
合計	測定件数	14	21	29	21	11	17	23	24	17	30	24	11	242	
	時間	192.7	317.2	0.0	0.0	0.0	0.0	223.8	487.3	325.0	449.8	0.0	180.5	195.2	
延べ人員数		14	18	22	13	9	12	13	19	12	13	11	7	163	
稼働日数		12	16	19	13	8	11	12	16	13	13	10	7	150	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) 単結晶X線構造解析装置 使用実績

4F 単結晶構造解析室		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
理学部	基礎化学	測定件数	-	-	2	1	1	-	-	-	-	-	-	4.0
		時間	-	-	28.3	-	-	-	-	-	-	-	-	-
分析支援センター	測定件数	測定件数	-	1	6	1	-	-	1	-	1	3	-	14.0
		時間	-	115	151.8	-	-	-	-	-	267	20	208	-
合計	測定件数	測定件数	0	1	8	2	1	0	1	0	1	3	0	18.0
		時間	0	115	180	0	0	0	0	0	267	20	208	0
延べ人員数		0	1	8	2	1	0	1	0	1	1	3	0	18.0
稼働日数		0	1	7	2	1	0	1	0	1	1	3	0	17.0

平成18年度(2006年4月～2007年3月) 顕微FT-IR(アイリス) 使用実績

4F 分光室		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
理学部	基礎化学	測定件数	-	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1
		時間	-	2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
工学部	機械工学	測定件数	-	-	-	-	-	-	-	2	5	8	-	15
		時間	-	-	-	-	-	-	-	9	7	10.5	-	26.5
	機能材料	測定件数	2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2
		時間	3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3
分析支援センター	測定件数	測定件数	-	-	-	-	-	-	-	-	2	-	3	5
		時間	-	-	-	-	-	-	2	-	-	12.5	-	16.2
合計	測定件数	測定件数	2	1	0	0	0	0	0	2	5	10	0	23
		時間	3	2	0	0	0	0	2	9	7	23	0	62.2
延べ人員数		2	1	0	0	0	0	1	2	5	10	0	3	23
稼働日数		2	1	0	0	0	0	1	2	5	9	0	3	23

平成18年度(2006年4月～2007年3月) System2000R 使用実績

4F 分光室		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	
理学部	基礎化学	測定件数	18	29	34	20	10	13	25	32	16	16	28	15	256
		時間	8.5	31.5	17.8	11.3	7.9	7.2	15.4	16.0	6.2	8.2	12.6	8.7	151.1
工学部	応用化学	測定件数	2	5	6	3	2	2	3	7	7	-	3	1	41
		時間	1.5	3.0	2.5	1.3	1.2	1.0	2.5	6.0	2.6	-	2.5	1.0	25.1
合計	測定件数	測定件数	20	34	40	23	12	15	28	39	23	16	31	16	297
		時間	10	34.5	20.3	12.6	9.1	8.2	17.8	22.0	8.8	8.2	15.1	9.7	176.1
延べ人員数		15	34	39	23	12	15	28	39	23	16	31	16	291	
稼働日数		12	13	17	11	7	10	13	19	12	11	13	9	147	

平成18年度(2006年4月～2007年3月) AFM/SPM 使用実績

4F 試料調整室		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
理学部	基礎化学	測定件数	2	-	-	1	-	-	-	-	-	-	-	3
		時間	10	-	-	6	-	-	-	-	-	-	-	-
工学部	応用化学	測定件数	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2	-	2
		時間	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5	-
	機能材料	測定件数	-	-	6	7	5	-	2	5	3	-	1	29
		時間	-	-	16	23.8	20.5	-	4.5	10	6.75	-	5	-
	情報	測定件数	-	-	3	-	-	-	-	-	-	2	2	7
		時間	-	-	8.5	-	-	-	-	-	-	7	7	-
	電気電子	測定件数	1	-	-	1	-	1	-	1	5	6	3	18
		時間	5	-	-	6	-	3	-	5.5	16.75	19.5	6.5	-
全体の合計 / 測定件数		3	0	9	9	5	1	2	6	8	8	8	0	59
使用時間総合計		15	0	24.5	35.8	20.5	3	4.5	15.5	23.5	26.5	23.5	0	192.3
延べ人員数		3	0	8	9	5	1	2	6	8	6	7	0	55
稼働日数		3	0	8	9	5	1	2	6	6	6	5	0	51

平成18年度(2006年4月～2007年3月) 複合形熱分析装置 使用実績

4F 試料調整室		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
理学部	基礎化学	測定件数	4	-	17	4	2	1	3	1	-	-	-	32
		時間	2.2	-	70.0	7.2	8.5	5.0	29.0	14.5	-	-	-	-
	生体制御	測定件数	2	2	-	-	-	-	-	1	3	2	-	11
		時間	10.2	7.8	-	-	-	-	-	3.5	14.0	14.0	-	57.4
工学部	応用化学	測定件数	-	-	3	-	-	-	-	-	-	-	-	3
		時間	-	-	20.8	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	機能材料	測定件数	-	-	-	1	1	-	-	1	-	-	-	3
		時間	-	-	-	2.5	4	-	-	6	-	-	-	-
分析支援センター	測定件数	測定件数	-	-	-	-	-	-	-	-	1	4	-	5
		時間	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10	41.5	-
合計	測定件数	測定件数	6	2	20	5	3	1	3	3	3	4	1	54
		時間	12.3	7.8	90.8	9.7	12.5	5.0	29.0	24.0	14.0	24.0	41.5	8.0
延べ人員数		6	2	20	5	3	1	3	3	3	3	4	1	54
稼働日数		6	2	12	5	2	1	3	3	2	3	4	1	44

平成18年度(2006年4月～2007年3月) HSAM220 使用実績

4F 超音波顕微鏡室		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
工学部	応用化学	測定件数	-	-	-	1	-	-	-	-	-	-	-	1
		時間	-	-	-	3.8	-	-	-	-	-	-	-	3.8
	機械工学	測定件数	11	19	35	20	8	13	12	11	13	3	1	146
		時間	54.6	84.3	126.7	80.7	36.5	43.1	41.8	66.7	73.2	18.5	8.5	634.3
合計		測定件数	11	19	35	21	8	13	12	11	13	3	1	147
		時間	54.6	84.3	126.7	84.5	36.5	43.1	41.8	66.7	73.2	18.5	8.5	638.2
		延べ人員数	11	19	35	21	8	13	12	11	13	3	1	147
		稼働日数	9	14	19	18	7	13	12	9	15	3	1	120

平成 18 年度アイソトープ実験施設利用実績

利用状況

月	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
利用人数	31	32	91	38	20	64	116	66	83	18	11	49	619

核種別使用量

核種	受入数量 (KBq)	使用数量 (kBq)
³ H		4,292
¹⁴ C	370	2,025
³² P	9,250	6,250
¹²⁵ I		150

平成 18 年度動物飼育室利用実績

利用実績

	4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	計
一般飼育室	391	468	396	251	229	333	323	291	256	268	245	367	3818
SPF飼育室	59	63	57	51	53	61	60	52	50	46	47	69	668

使用数

マウス	4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	計
C57BL / 6J	30	70	25	65	33	65	37	39	100	167	41	121	793
C57BL / 6N	31	0	9	21	15	4	5	20	9	36	30	19	168
BALB / c	1	0	0	0	10	0	0	0	0	0	0	0	11
ddY	0	0	0	55	2	9	3	22	0	57	12	1	161
IVCS	0	0	0	44	0	0	0	0	0	0	0	0	44
ICR	0	0	23	0	0	0	0	24	7	0	1	3	58
grt	12	39	19	50	27	30	31	60	36	54	42	44	444
tfm	6	13	67	3	8	12	13	6	21	7	6	8	140
その他	25	34	56	7	10	19	44	25	81	66	19	10	396
小計	105	156	199	245	105	139	133	196	254	387	151	206	2215

ラット	4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	計
Jla : Wistar	67	71	111	106	56	81	47	52	48	58	87	69	853
Crj : Wistar	1	3	0	2	0	1	0	1	1	0	4	0	13
Fisher 344	0	0	0	1	3	0	2	4	1	0	0	4	12
Long - Evans	1	2	0	1	3	1	0	1	2	0	0	2	13
LEW/Sea	0	4	0	5	2	0	0	0	0	0	0	0	11
その他	20	18	32	27	9	10	16	4	29	5	22	1	193
小計(匹)	89	98	143	142	73	93	65	62	81	63	113	76	1095

編集後記

平成19年度は当センターのメンバーが大きく変わりました。

まず理工学研究科生命科学部門生体制御学領域から井上金治教授をセンター長にお迎えし、機器分野をはじめとするセンターの運営に尽力されてきた黒川秀樹准教授、齋藤英樹講師の両先生に代わって理工学研究科物質機能領域の青木良夫准教授、理工学研究科物質基礎領域の藤原隆司准教授が着任致しました。さらに応用化学科から三田技師、徳永技師が併任から専任の技術系職員として当センターの管理・運営に携わることとなりました。また、これまで専任であった設楽技師は応用化学科に併任の形で転出しました。これまで同様、機器の運営管理に参加していただいております。

生命科学分析分野にはH19年度概算設備の生体高分子・合成高分子解析システムが導入され昭和62年から愛用されたガスクロマトグラフ質量分析装置(DX303)と入れ替わりました。この生体高分子・合成高分子解析システムは、生命系の高分子物質から化学物質まで幅広く使用できるものです。

環境分析分野の奥墨主任技師は定年となりましたが引き続き非常勤職員として学内の環境分析分野に携わり、後進の指導などにあたってくださいています。

このように大きく顔ぶれは変わりましたが、前任のスタッフの皆様が築かれた教育・研究環境をさらに発展し、より良いものにすべく、新スタッフ一同力をあわせて参る所存ですので、関係の方々の一層のご支援・ご協力の程お願い申し上げます。

最後になりましたがお忙しいところを快く原稿をお寄せいただきました執筆者の皆様方には、この場をお借りして御礼申し上げます。また、この機関誌の構成と編集作業は、理工学研究科博士後期課程の菅谷君、新美専門技術員の御世話になり、さらに著者及び印刷所との連絡等は、センター事務補佐員 神田さんのお世話になりました。

(文責 藤原 隆司)

MaLS FORUM

埼玉大学総合研究機構

科学分析支援センター機関誌

Vol.5 2008.1

発行者 埼玉大学 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