

# 機器分析センター年報

*ANNUAL REPORT OF INSTRUMENTATION ANALYSIS CENTER*

*Tokyo University of Agriculture and Technology*

No. 11 (2002年4月 - 2003年3月)

東京農工大学機器分析センター

2003年12月

# 目次

## . 巻頭言

センター長就任のご挨拶 4

任期を終えて 5

## . 利用機器一覧 6

## . 利用状況 8

複合型表面分析装置 9

電子顕微鏡 12

フーリエ変換 NMR 装置(FT-NMR) 17

多目的画像処理装置 28

単結晶 X 線自動解析装置 33

イオン注入装置 35

電子スピン共鳴装置 38

固体 NMR 装置 42

高分解磁場型質量分析装置 46

薄膜材料結晶性解析 X 線回折装置 48

X 線マイクロアナライザー(XMA)及び X 線回折装置 53

解析装置付万能引っ張り試験機 57

高速度撮影装置 58

液体窒素貯蔵タンク 61

## . 機器分析センター運営委員 65

## . あとがき 66

## 利用方法等の問い合わせ先

( . 利用状況も参照 )

共同利用機器名称	管理教官名	e-mail	内線
透過型電子顕微鏡	瀧瀬明伯	koukitu	7036
走査型電子顕微鏡	瀧瀬明伯	koukitu	7036
電子スピン共鳴装置	佐藤勝昭	satokats	7120
単結晶 X 線自動解析装置	奥山健二	okuyamak	7028
核磁気共鳴装置(500 MHz)	佐藤寿弥	h-sato	7050
フーリエ変換核磁気共鳴装置	佐藤寿弥	h-sato	7050
複合型表面分析装置	上迫浩一	kamisako	7133
薄膜材料結晶性解析 X 線回折装置	瀧瀬明伯	koukitu	7036
イオン注入装置	越田信義	koshida	7128
固体 NMR 装置	朝倉哲郎	asakura	7025
高分解能質量分析装置	細見正明	hosomi	7070
X 線マイクロアナライザー	亀山秀雄	tatkame	7156
粉末 X 線回折装置(2検査)	亀山秀雄	tatkame	7156
引張り試験機	臼井博明	usui	7055
材料強度総合評価試験装置	長谷川正	hasegawa	7078
電子顕微鏡(200KV)	瀧瀬明伯	koukitu	7036
高速度撮影装置	国枝正典	kunieda	7100
液体窒素貯蔵タンク	黒岩紘一	kuroiwa	7118

# ． 卷 頭 言

## センター長就任のご挨拶

機器分析センター長  
教授 黒川 隆志

平成15年7月より、機器分析センター長に就任いたしました。国立大学の独立行政法人化により、大学教育を取り巻く環境は大きく変わろうとしています。このような変革期にセンター長を務めることに、大きな責任を感じております。本学の機器分析センターは、歴代のセンター長、及びスタッフの皆様のご尽力により、設立より着実な発展を遂げてまいりました。大学における教育、研究環境が大きく変わる中で、本学の特徴を保ちながら、より一層の発展のために努力したいと考えております。

さて、本学でも二件の21世紀COEプログラムが採択され、その一つ「ナノ未来材料」の研究推進に不可欠な、薄膜材料 X 線解析装置が新たに導入されました。また、そのほかの機器に関しましても、日々研究、教育に活用されており、昨年度以上の研究成果を挙げられることを期待しております。しかしながら、老朽化が進み活用が難しく成りつつある機器や、廃棄された後に更新されていない機器が存在するのも事実であります。限られた予算、空間を活用するために、選択と集中による効率的な運営がより一層重要になると考えております。さらに、設立当初の目的である「共用大型機器の集中配置による効率的運用」に関しましても、まだ道半ばといえます。未だ学内に分散設置されている機器があり、効率的な活用が図られているとはいえません。センターの専有スペースの問題等がありますが、より一層の発展のためには解決を目指さなければ成らないと考えております。

センターの機器拡充・整備に並行して、安全面の強化も重要な課題と考えます。これまで大学は安全についてともしれば配慮が欠けがちでしたが、今後は独立行政法人化に伴い、安全の徹底が最重要事項になります。関係各位のご協力をお願いいたします。

センタースタッフによる利用者講習会の開催、利用マニュアルの作成等、皆様により一層活用していただけるよう、スタッフ一同努力しております。しかしながら力不足により、気づかない点があるかもしれません。より使いやすく、活用される機器分析センターを目指し、スタッフ一同努力していく所存でございますので、皆様のご指導ご鞭撻のほど、宜しく願いいたします。

最後に、第11号となりました本年報であります。機器分析センターを知っていただき、設置されている装置や、それらがどのように活用されているかお知らせすることで、皆様の教育、研究活動の一助と成ることを期待して、ご挨拶とさせていただきます。

## 任期を終えて

前機器分析センター長  
教授 纈纈 明伯

新世紀の幕開けと共に承った、機器分析センター長という大任を、無事終えることが出来ました。兼任という形ではありましたが、任期を終えるにあたりこの2年間に振り返りますと、国立大学で教育の任に当たる者にとって、大きな変化を予測させる日々であったといえます。このような変化の時を迎え、大学人に対する期待、責任がより大きくなっていると考えられます。

このような環境下、幸いにも本学から提案した2件の21世紀 COE プログラムが採択されました。関係される先生方のご尽力の賜であると認識しております。また、来年度から国立大学は独立行政法人化され、中期目標・計画の実施とともに評価の導入など大学を取り巻く環境の激変の中、教育・研究活動の一翼を担う機器分析センターの意義が、より一層重要になっていくと考えております。

本学機器分析センターにおいても、21世紀 COE プログラムの一つである「ナノ未来材料」の研究推進に必要な、薄膜材料 X 線解析装置が導入されるなど嬉しいニュースもあります。しかしながら本来の設立目的である、「大学教育、研究の多様化、高度化に伴い、分析、計測機器などの大型共同利用機器を一ヶ所に集中させて有効利用を図る」点に関しては、残念ながら着任時より改善されたとはいえません。老朽機器の更新も滞っております。予算、スペースの確保は、今後のさらなる努力目標として、関係者の皆様にはご協力のほどお願い申し上げます。

また、周辺環境の変化に伴い、機器分析センターのあり方としても、独立した分析センターとして存在すべきか、学内の他の研究センターとの連携により、総合研究分析センターを目指すべきか、議論すべき時期に来ているのではないかと考えております。他大学においても、このような動きは顕著であり、体制を維持するにしろ、変化するにしろ明確な意志決定が必要な時期に来ていると考えられます。さらなる飛躍のためにも、この件に関して、広く皆様のご意見を賜りたいと思います。

力不足ながら2年間の任期を無事に終えることが出来たのは、本センターの野口教官を初めとする関係者各位のご協力のお陰であると考えております。この場を借りてお礼をさせていただきます。

# 利用機器一覽

機器分析センター内に設置されている機器

機器名	(管理教官)		設置場所	面積(m <sup>2</sup> )
透過型電子顕微鏡	(瀧瀬)		機器室1A	22
走査型電子顕微鏡	(瀧瀬)	×	機器室1B	22
電子スピン共鳴装置	(佐藤勝)	×	機器室2	21
単結晶X線自動解析装置	(奥山)		機器室3	32
核磁気共鳴装置(500 MHz)	(佐藤寿)		機器室4	32
F-1H変換核磁気共鳴装置	(佐藤寿)		機器室5	43
複合型表面分析装置	(上迫)		機器室6	21
薄膜材料結晶性解析X線回折装置	(瀧瀬)	×	機器室7	22
イオン注入装置	(越田)		機器室8	41
固体NMR装置	(朝倉)	×	機器室9	22
高分解能磁場型質量分析装置	(細見)	×	機器室10	22

機器分析センター内に設置されていない機器

機器名	(管理教官)		設置場所	面積(m <sup>2</sup> )
X線マイクロアナライザー	(亀山)		中央棟5F XMA室	66
粉末X線回折装置(2検査)	(亀山)	×	中央棟5F XMA室	66
引張り試験機	(臼井)		4号館2F 229号室	36.5
材料強度総合評価試験装置	(長谷川正)		機械工場107号室	33
電子顕微鏡(200KV)	(瀧瀬)		6号館109号室	46.5
高速度撮影装置	(国枝)		9号館153号室	-
液体窒素貯蔵タンク	(黒岩)	×	工学部戸外	-

備考；平成14年9月現在 (印は特別設備費、×印はその他で購入)

東京農工大学 機器分析センター  
(工学部5号館1階西側)

機器室 8	試料 準備室	機器室 10	機器室 7	機器室 6	便 所	機器室 4	機器室 3	機器室 2
機器室 5	機器室 9	専任 教官室	会議室	センター 長室	機器室 1A	機器室 1B		

部 屋	内線電話
機器室 1A	7943
機器室 1B	7944
機器室 2	7945
機器室 3	7946
機器室 4	7947
機器室 5	7189
機器室 6	7190
機器室 7	7950
機器室 8	7192
機器室 9	7191
機器室 10	7456
試料準備室	7948
会議室	7942
センター長室	7187
専任教官室	7188

TEL: 042-388-7188

FAX: 042-388-2041

E-mail: kiki@cc.tuat.ac.jp

knoguchi@cc.tuat.ac.jp

URL: <http://www.tuat.ac.jp/> kiki

## . 利用状況



# 複合型表面分析装置

## 1. 機器の名称、購入年度、設置場所

本「複合型表面分析装置」は島津製作所製で、1986年度に購入、設置された。  
設置場所： 機器分析センター機器室 6 内線 7196

## 2. 機器の構成および性能

本装置は、「X線光電子分析装置 (ESCA850形)」を本体として、これに「走査型オージェ電子分光装置 (AES)」および「2次イオン質量分析装置 (SIMS)」を組み合わせた装置として構成されており、仕様上はこれら3種類の分析が可能な構成となっている。しかし現在は、AES 及び SIMS は性能上の点から利用されておらず、ESCA (XPS) のみの利用となっている。

## 3. 利用状況

今年度は6月、9月の利用率が高い状況(50%以上)であったが、それ以外の月の利用率は低く(50%以下)、利用し易い状況であった。

今年度利用日数： 73日

利用研究室数： 5研究室

## 4. 会計報告

平成14年度

収入

平成13年度繰越額 1,102,937

当初配分額 0

計 1,102,937

支出

消耗品費 40,950

修理費 43,313

計 84,263

収支(次年度繰越予定額) 1,018,674

## 5. 利用方法、問い合わせ先

現在は、予約をすれば自由に利用できるようにしています。利用方法の概略は以下の通りです。

原則として、講習を受講する。(既習熟者に指導を依頼)

使用予約をする(電話で可)。

利用の基本時間帯を、9:00 - 15:00、15:00 - 21:00、21:00 - 9:00 とする。(混んでいない場合は、連続使用可)

連続使用時間は原則として2日を限度とする。

問い合わせ先：電気電子工学科 上迫浩一 (内線 7133)

利用予約は内線 7446 で受け付けています。

## 6. 利用者委員会

装置の利用法などの運営は、利用者委員会 (ESCA 運営委員会) で行われます。現在の委員 (継続中) は次の通りです。

有機材料化学科	:	尾崎弘行
化学システム工学科	:	石原篤
機械システム工学科	:	長谷川正, 江口正夫
電気電子工学科	:	上迫浩一, 上野智雄, 岩崎好孝
物理システム工学科	:	橋詰研一
生物システム応用科学研究科	:	堀尾正靱, 永井正敏

当委員会では実務上、管理委員と経理委員を決めて、装置の管理・運営を行っています。

管理委員：上迫浩一

経理委員：永井正敏

## 7. 研究成果 (- 部紹介)

- (1) Y. Yoshioka, Y. Matsuyama and K. Kamisako, "Influence of Film Thickness on Structural Properties of Microcrystalline Films", Proc. 29th IEEE Photovoltaic Specialists Conference (New Orleans, 2002) pp. 1266-1269.
- (2) K. Kimura, T. Shirasawa, N. Kobayashi and K. Kamisako, "Substrate Dependence of Crystallization of Silicon Films Prepared by Hydrogen Radical CVD Method", Proc. 29th IEEE Photovoltaic Specialists Conference (New Orleans, 2002) pp. 1270-1273.

- (3) Y. Fushimi, T. Wake, M. Fujiwara, T. Saitoh and K. Kamisako, "Passivation Properties of SiN<sub>x</sub>:H/SiO<sub>2</sub> Double Layer Formed by Ammonia Microwave Remote Plasma CVD Method", Proc. 29th IEEE Photovoltaic Specialists Conference (New Orleans, 2002) pp. 375-378.

# 電子顕微鏡

## 1. 運営方法

機器分析センター管轄の電子顕微鏡は東京農工大学の全学共通設備の 1 つとして運営されており，その管理・運営は（旧）工学部電子顕微鏡管理委員会が担当している。同委員会の構成員は以下の通りである。

池田 浩治 （機械システム工学科）

北澤 仁志 （電気電子工学科）

瀬瀬 明伯 （応用分子化学科）

養王田 正文 （生命工学科）

（アイウエオ順、但し， 委員長，取扱主任）

なお，装置の維持・管理は池田が担当している。

## 2. 設置場所

透過型電子顕微鏡

工学部 6 号館 109 室      日立 H-700H

機器分析センター 1A 室      フィリップス CM300

走査型電子顕微鏡

機器分析センター 1B 室      フィリップス XL30

## 3. 運営費

平成 13 年度当初予算は，10,431,821 円（内訳：前年度繰り越し金 8,031,821 円、学部内特殊装置維持費 2,400,000 円）であり，300kV 電子顕微鏡および既設の 200kV 電子顕微鏡の消耗品の購入、修理のため平成 13 年度支出総額は 4,165,360 円、繰り越し残高 6,266,361 円となっている（平成 15 年 3 月末日現在）。電子顕微鏡の場合、不具合等発生の場合は仕様の特殊性により支出単価が極めて高額になる可能性があるため、支出軽減を目的として可能な限り管理委員会委員によるメンテナンスを実施している。なお、予算不足の場合には，不足分を利用者負担によってまかなうこととしている。

## 4. 装置の概略

装置としては，最高加速電圧 200kV(日立 H-700H)と 300kV(フィリップス CM300)の 2 台の透過型電子顕微鏡と最高加速電圧 30kV(フィリップス XL30)の走査型電子顕微鏡が設置されている。

主な仕様を以下に示す。

日立 H-700H

加速電圧 :75, 100, 150, 175, 200kV

倍率範囲 :1,000 ~ 900,000 倍

分解能 :0.14nm(格子像), 0.20nm(粒子像)

電子線回折 :200 ~ 2,200mm(カメラ長さ)

フィリップス CM300

加速電圧 :50, 75, 100, 150, 200, 250, 300kV

倍率範囲 :50 ~ 900,000 倍

分解能 :0.14nm(格子像), 0.20nm(粒子像)

電子線回折 :18 ~ 4,700mm

エネルギー分散型 X 線元素分析装置

:検出可能元素; B(5) ~ U(92)

定性分析, 定量分析, X 線マッピング機能, 線分析機能

フィリップス XL30

加速電圧 :0.2 ~ 30kV

倍率範囲 :10 ~ 400,000 倍

分解能 :2nm

ステージ :X・Y;50×50mm, 最大試料;200mm, Z;20mm 傾斜;-15° ~ 75°

エネルギー分散型 X 線元素分析装置:検出可能元素;Na(11) ~ U(92)

定性分析, 定量分析, X 線マッピング機能, 線分析機能

## 5. 利用方法と利用状況

日立 H-700H

原則的に、装置の使用を希望する職員・学生は、自由に使うことができる。本装置は次に述べる透過型電子顕微鏡ほどの高真空度を要求しないこともあり、観察対象の制約が比較的緩く利用者は全科に渡っている。しかし、装置の操作には電子顕微鏡の原理と構造の理解ならびに多少の熟練を要するので、初めての利用者には観察試料についての注意事項など事前の打ち合わせが必要なため管理担当者ともまず連絡を取ったうえで取扱説明・実地操作訓練を経た後に使用することとしている。

装置は平均して 1 日 8 時間程度(装置の立ち上げ, 調整を含む)稼働し、利用者で混み合う時期には使用が夜間に及ぶことが普通であり、使用までには 2 週間程待たなければならないことも多い。使用頻度が高いこと、様々な試料が観察されること、また、昭和 53 年の装置導入からすでに 25 年経過していることによる老朽化などからメンテナンス頻度は電子顕微鏡 3 基のうち最も高い。

### フィリップス CM300

本装置は前記の装置にくらべて大幅にコンピュータ化されている装置であり、付属のマニュアルは英文で書かれておりかつ極めて大部なので、使い易い日本語版マニュアルを準備してある。本装置は高分解能機種であるがゆえに使用上の制約が多く、今後良好な状態で長期間に渡って利用する必要性があることから、学生諸君の単独使用は御遠慮願っている。是非ともという場合は、所属研究室の教官の監督・責任のもとで使用されたい。

利用にあたっては、前記の装置で電子顕微鏡の原理・構造・取扱の注意点を十分修得した上で使用されたい。また、最高加速電圧が 300kV と高いため、観察する物質・材料によっては気化・蒸発のため加速管と鏡体を汚染し装置が使用不可能に陥る恐れもある(加速管および鏡体のクリーニングは極めて困難であり、不可能に近い)。加速電圧を下げて使用方法もあるので、観察物質と加速電圧については事前に相談されたい。

高分解能観察による格子像の撮影，ナノレベルの微小領域元素分析，STEM 像による面分析，線分析，点分析，元素マッピング等の多機能を有している。

### フィリップス XL30

コンピュータ制御により多機能化，高機能化を実現したデジタル SEM である。CM300 同様付属のマニュアルは英文で書かれてあるので、簡易日本語版マニュアルを準備してある。平成9年度にエネルギー分散型 X 線元素分析装置を追加した。検出可能元素は Na(11)～U(92)で、定性分析，定量分析，X 線マッピング，面分析，線分析，点分析が可能である。フィラメントに LaB6 を使用しているために高い真空度が要求されるが、低加速電圧でも十分な分解能を有するため、多種の物質・材料の観察が可能である。

利用方法は予約制であるが、オペレータは利用者認定試験に合格した方に限る。

## 6. 研究成果の例(判っているものの一部)

- (1) T. Kada, T. Hiramatsu, K. Ogino, L.-C. Xin, H. Machida, K. Kiso, and S. Miyata: "Fabrication of Refractive Index Profiles in Poly(methyl methacrylate) using Ultraviolet Rays Irradiation", *Jpn. J. Appl. Phys., Part 1*, 41(2A), 876-880 (2002)
- (2) Toshifumi Sakaguchi, Atsushi Arakaki, and Tadashi Matsunaga: "Desulfovibrio magneticus sp. nov., a Novel Sulfate-Reducing Bacterium That Produces

- Intracellular Single-Domain-Sized Magnetite Particles", *Int. J. Syst. Evol. Microbiol.* 52, Pt1, 215-221 (2002)
- (3) Atsushi Arakaki, Haruko Takeyama, Tsuyoshi Tanaka, Tadashi Matsunaga: "Cadmium Recovery by a Sulfate-Reducing Magnetic Bacterium, *Desulfovibrio magneticus* RS-1", *Appl. Biochem. Biotechnol. Spring*, 98-100 (2002)
  - (1) Sanshiro Komiya, Masaru Kuwahara, Naoko Awazu, Jyuichi Fukatani, and, Masafumi Hirano,: "Preparation of Highly Dispersed Nano-scale Platinum Composite Polymer Using Reactive Organoplatinum Complexes", *J. Mater. Sci. Lett.* 20, 743-744 (2001).
  - (5) T.Hasegawa and K.Okazaki: "Uniform tensile elongation obtained from experiment and its estimation using dislocation dynamics parameters", *Mater. Sci. Eng.*, A297(2001), 266.
  - (6) T.Hasegawa and K.Okazaki: "An interpretation of the true stress-true strain behavior for a mechanically milled, superplastic Al-Mg-Cu alloy from a dislocation dynamics viewpoint", *Materials Sci.&Eng.*, A277(2000), 284-290.
  - (7) T.Hasegawa, T.Takahashi and K.Okazaki: "Deformation parameters governing tensile elongation for a mechanically milled Al-1.1at%Mg-1.2at%Cu alloy tested in tension at constant true strain rates", *Acta materialia*, 48(2000), 1789-1796
  - (8) S. Yang, K. Ogino, J. Wang, S. Valiyaveetil, C. K. Ober: "Low-Surface-Energy Fluoromethacrylate Block Copolymers with Patternable Elements", *Chem. Mater.*, 12(2000), 33-40
  - (9) N.Sundararajan, K. Ogino, S. Yang, J. Wang, S. Valiyaveetil, C. K. Ober, S.K. Obendorf, R. D. Allen: "Supercritical CO<sub>2</sub> Processing for Submicron Imaging of Fluoropolymers", *Chem.Mater.*, 12(2000), 41-48
  - (1) 八高隆雄, 吉田真一郎、松岡秀明、長谷川正: "時効硬化型 Al-Cu、Al-Cu-Pb,B および Al-Cu-Si 合金の切り屑分断性から見た被削性"、*日本機械学会論文集*, 66(2000),C 編,3772.
  - (11) 松嶋雄太, 畠山大祐, 山崎務, 前田和之, 鈴木健之: "静電噴霧法による石英ガラス基板上への酸化スズ超微粒子の析出", *日本セラミックス協会春季年会(2002)予稿集* p. 174.
  - (12) 松嶋雄太, 松浦由香, 山崎務, 前田和之, 鈴木健之: "水面上プラズマによるチタン陽極酸化反応", *日本セラミックス協会春季年会(2002)予稿集* p. 100.
  - (13) 松嶋雄太, 畠山大祐, 山崎務, 前田和之, 鈴木健之: "酸化スズ微粒子合成における静電噴霧条件の粒径と堆積形態へ与える影響", *日本化学会第 81 春季年会(2002)予稿集* p. 204 .

- (14) 松嶋雄太, 畠山大祐, 大宮綾稚, 山崎務, 前田和之, 鈴木健之: "静電噴霧法による酸化スズ微粒子膜の作製", 第 40 回セラミックス基礎科学討論会(2002)予稿集 pp. 380-381.
- (15) 松嶋雄太, 山崎務, 前田和之, 鈴木健之: "静電噴霧法を用いた酸化スズ微粒子合成", 日本セラミックス協会 2003 年年会予稿集(2003)p. 119.
- (16) 松嶋雄太, 石田慶介, 山崎務, 前田和之, 鈴木健之: "水面から発生させた直流プラズマを利用する新しいダイヤモンド合成法の開発", 日本セラミックス協会第 15 回秋季シンポジウム予稿集(2003)p. 37.
- (17) 若林宏彰, 水島彩, Hao Yan, 曾根正人, 吉田英夫, 市原祥次, 宮田清蔵: "超臨界ナノプレイング法における金属形成と皮膜特性", 化学工学会・第 67 年会(2003)



# フーリエ変換NMR装置(F T-NMR)

## 1. 機器名及び設置場所

ALPHA500	工学部 5 号館 (旧電子棟)	1 階	機器分析センター	機器室 4
EX400	"	"	"	" 5
AL300	"	"	"	" 5
ALPHA600	農学部連合大学院棟	3 階	301 号室	

## 2. 機器の構成および性能

\* 平成 13 年度末で FX200 を廃棄し AL300 を設置した。

AL-300(JEOL)

溶液 1D,2DNMR (観測核:1H,13C)各種測定モード

データ保存 外部保存 ; MO 光磁気 DISK(640MB)、フロッピーディスク

溶液用検出器 (プローブ) 5mm-tunable

OS に Windows98 を使用しているため Windows パソコンに対応、

- ・ pentium 搭載によりデータ処理が迅速

ALPHA-500(JEOL)

溶液専用 (観測核:1H,13C+多核種) 1D,2D

マグネット ; 磁場強度 11.74T (防振台付)

検出器 (プローブ) 5mm-tunable,10mm-tunable,5mm-FG-narolac

pulse field gradient 法による高感度化 (従来 4 回の積算が必要であった

<sup>1</sup>H-2D 測定が 1 回の積算で OK)

H<sub>2</sub>O を検出しない、又 T1 ノイズが検出されない DQFCOSY,HSQC,HMBC 測定等の新機能を持っている。

データ保存・転送・処理

	内部保存	外部保存	外部保存
ALPHA500	HARD DISK(2GB)	MO 光磁気 DISK(560MB)	DAT 磁気テープ(4GB)
lambda	"	" (128MB)	

転送 ; 学内ネットワークによるパソコンへの転送(ftp)

lambda の X ウィンドウ端末にオンラインで NMR 装置の測定データを

転送し、データ処理が可能

EX-400(JEOL)

\* 平成 14 年 9 月からシステム部、データ処理部を EX400 から Excalibur に変更した。

- ・ 溶液 1D,2DNMR(観測核:1H,13C+多核種)各種測定モード  
溶液検出器 (プローブ) 5mm-tunable,10mm-tunable,5mm<sup>1</sup>H 専用
- 固体 NMR(観測核:<sup>13</sup>C+多核種)各種測定モード  
固体検出器 (プローブ) CP 専用,CPMAS 用
- データ保存 外部保存 ; MO 光磁気 DISK(640MB)、フロッピーディスク
- OS に Windows X P を使用しているため Windows パソコンに対応、
- ・ pentium 搭載によりデータ処理が迅速

### 3. 利用状況(H.13 年度研究室数)

	AL-300	EX-400	ALPHA-500
生命工学		3	7
機能材料化学	5	3	5
応用分子化学	2	1	3
化学システム工学		1	1
大学院生物システム	1	4	4

### 稼働状況(H.13 年度)

	FX-200	EX-400	ALPHA-500
昼間	134 日	103 日	194 日
夜間	117 日	55 日	220 日

### 4. 会計報告(H.13 年度)

配分額	1,937,000.-
利用者負担	2,613,000.-
収入(合計)	4,550,000.-

人件費	1,573,000.-
消耗品(測定用物品)	160,000.-
保守費(修理、冷媒)	2,667,000.-
その他(図書、備品、通信他)	150,000.-
支出(合計)	4,550,000.-

## 5. 運営委員名

委員長 多田 全宏 (応用生物科学)

工学部

農学部

室長	佐藤 壽彌	B A S E	室長	多田 全宏	応用生物科学科
委員	市原 祥次	有機材料化学科	委員	川合 伸也	応用生物科学科
"	朝倉 哲朗	生命工学科	"	千葉 一裕	"
"	武田 猛	応用分子化学科	"	夏目 雅裕	"
"	米澤 宣行	有機材料化学科	"	芳賀 尚樹	環境資源科学科
"	高水 良雄	事務部	"	相澤 英明	事務部

## 6. 利用方法(AL300,EX400,ALPHA500)

NMR 室で依頼測定及び測定方法の講習を行っている。(特に 4 月は、新しく利用する人のために基本の操作の講習を行っている。)

NMR で使わない時間について利用時間の予約を設け、自由に利用している。

### 1) 予約日について

集合場所 : 機器分析センター機器室 5

集合日時 : 1 週間毎の月曜日、午前 10 時より予約会議  
(月曜日が休日の場合は火曜日)

予約期間 : 予約日から 1 週間先の 1 週間

(例) 予約日	予約期間
H.15.10.6	H.15.10.13-10.19
10.14	10.20-10.26
10.20	10.27-11.3

### 2) 予約方法について

予約希望者が予約日に集まり話し合いで使用日時を決め予約表に記入する。

・予約日の取り消しについて

3 日前まで...無料

当日 ~ 2 日前...代わりの使用希望者が無い時は有料

### 3) 利用料金(H.14.9.1 から下記の表のとおり改訂)

	時間貸し	AL300	EX400 溶液	EX400 固体	ALPHA500
平日	9:00 ~ 13:00	2000 円	2500 円	4000 円	3500 円
"	13:00 ~ 17:00	2000 円	2500 円	4000 円	3500 円
"	17:00 ~ 翌朝 9:00	2000 円	2500 円	4000 円	3500 円
休日	9:00 ~ 翌朝 9:00	2000 円	2500 円	4000 円	3500 円
	1 時間	600 円	700 円	1000 円	900 円

依頼測定(1H,13C の 1D のみ)	AL300	EX400	ALPHA500
1 件あたり (積算 30 分まで)	2000 円	2500 円	3500 円
30 分以上の積算は 1 時間毎に	800 円	1000 円	1250 円
一晩積算 (16 時間)	3000 円	4000 円	5000 円

#### 4)問い合わせ先

AL300,EX400,ALPHA500

工学部 NMR 連絡用E-mail:nmr@cc.tuat.ac.jp

機器分析センター 野口 内線 7188 E-mail: knoguchi@cc.tuat.ac.jp

工学部 NMR 室 滝沢 内線 7189 又は 7948 又は 7947

E-mail:takizawa@cc.tuat.jp

#### 核磁気共鳴装置室内における基本的注意事項

室内に鉄製の物品（はさみ、スパナ、ガスボンベ、台車など）を持ち込まない。

マグネットに接近すると、磁気カード、機械式時計などが損傷する可能性がある。

心臓ペースメーカー使用者は立ち入り禁止。

マグネットは防振台上に設置されているため、マグネットを強く押すと揺れ動き、液体ヘリウムが噴出する可能性があるため、決してマグネットを強く押さないこと。

室内は飲食禁止、土足禁止、禁煙とする。

室を離れるときは、施錠する。

核磁気共鳴装置(ALPHA600)室内における追加すべき注意事項として

サンプル出し入れの際には付設の木製階段を使用することになり、天井の蛍光灯に頭をぶつけやすいので、十分気をつけること。

室を離れるときは、施錠する。また 17:00-9:00 は正面玄関も必ず施錠する。

農学部NMR問い合わせ先 内線 3863(北野)、NMR室 内線 5795  
ALPHA-600(JEOL)

H.10 年度から ALPHA-600(JEOL)は、故障していたが、H.11 年度 12 月から使用可能になった。

システム JEOL ALPHA 600

オートチューン多核 5mm プローブ (1H, 13C, 15O, 17O など、但し 19F は除く)

近日中に FG システム、および高感度ナノプローブが導入される予定。

Win 98 対応の Alice データ処理システムも近日中が導入され、ネットワーク上でのデータ処理が可能。

マグネットは磁場シールドタイプであるため、外部への漏洩は 400 メガヘルツのマグネット相当まで低下している。また、フルオートチューンプローブを導入しているため、多核切り替え測定が容易。

本システムの使用方法

本学関係者は毎週行われる予約会議にて、使用時間帯を予約し、年度末に研究室毎の使用料金の移し換えを行う。

予約会議

毎週月曜日午後 1 時より連合農学研究科管理棟 3 F 301 号室にて研究室ごとに代表者が集まり、3 日後の木曜日から次週の水曜日までの予約をする。なお、予約会議後、当該週の空き時間は随時電話にて予約を受け付ける。(内線 3863、北野まで)

使用料金

基本的には 2 時間単位(9:00-11:00, 11:00-13:00, 13:00-15:00, 15:00-17:00,

17:00-19:00, 19:00-21:00)で各々 1500 円、深夜時間は 12 時間を単位(21:00-9:00)として 3000 円とする。なお深夜時間を予約した場合、その直前の 2 時間(19:00-21:00)は優先して予約できる。例えばこの場合使用料金は 14 時間で 1500 円+3000 円=4500 円となる。

将来、使用料金は使用状況等により変更する場合がある。

使用者

使用者によって引き起こされた装置の故障に関する責任は、使用者の所属する研究室で負い、万一の場合には修理費について応分の負担をすること。従って、操作法の未熟な者が単独で使用することは絶対に避けること。

ALPHA series の操作に熟達してない研究室で、取り扱い説明を必要とする場合は、予め、農学部応用生物科学科 生物有機化学研究室(内線 3863 北

野助手まで連絡し、取り扱い説明を受ける。

その他、担当学生にて不明の点は千葉先生（内線 5700）まで連絡のこと。

NMR 管理者の使用時間について

毎週月曜日 13:00 から翌火曜日の 13:00 までは液体窒素、液体ヘリウムの補充、分解能調整、メンテナンス、管理者のトレーニング等にあてるため、一般の使用はできない。

装置の停止、始動、プローブの交換等が必要になった際には、必ず NMR 担当者に連絡し、指示を受ける。操作を誤ると、致命的な故障が発生する可能性がある。

## 7. 研究成果の紹介

- (1) Masafumi Hirano, Kohtaro Osakada, Hiroyuki Nohira, and Akira Miyashita, "Crystal and Solution Structures of Photochromic Spirobenzothiopyran. First Full Characterization of the Meta-stable Colored Species", *J. Org. Chem.*, 67, 533-540 (2002).
- (2) Sanshiro Komiya, Miho Ikuike, Nobuyuki Komine, and Masafumi Hirano, "Synthesis and Reactions of Water-soluble Diorganoplatinum(II) Complexes, *Chem. Lett.*, 72-73 (2002).
- (3) Masafumi Hirano, Takao Shibasaki, Sanshiro Komiya, and Martin A. Bennett, "Synthesis of and Stereospecific Hydride Migration in cationic (Tricyclicarene) (Cyclooctadiene) ruthenium(II) Complexes Organometallics", 21. 5738-5745 (2002).
- (4) 平野雅文、小峰伸之、小宮三四郎「低原子価ルテニウム錯体による選択的結合切断反応の開発」、*有機合成化学協会誌*、60, 1148-1157 (2002).
- (5) Sanshiro Komiya, Miho Ikuine, Nobuyuki Komine, and Masafumi Hirano, "Synthesis and  $\beta$ -Hydrogen Elimination of Water-soluble Dialkylplatinum(II) Complexes", *Bull. Chem. Soc., Jpn.*, 76, 183-188 (2003).
- (6) Masafumi Hirano, Koji Onuki, Yuichi Kimura, Nobuyuki Komine, and Sanshiro Komiya, "Regioselective C-H or N-H Bond Cleavage Reactions of Heterocyclic Compounds by Ru(1,5-COD)(1,3,5-COT)/monodentate Phosphine Inorg." *Chim. Acta.* in press
- (7) Sanshiro Komiya and Masafumi Hirano "Activation of C-O, C-S, O-H, N-H and C-H bonds by low valent ruthenium complexes derived from Ru( $h^4$ -1,5-cyclo-

- octadiene)(h6-1,3,5-cyclo-octa-triene) with tertiary phosphine ligands”, J. Chem. Soc., Dalton Perspective,1439-1453 (2003).
- (8) 亀田朝美；西森裕樹；小村聡宏；小池政行；日野哲男；上橋崇志；前山勝也；米澤宣行，トリフルオロメタンスルホン酸存在下でのメトキシ酢酸と芳香族化合物の反応 - ジアリアルメタンおよびアントラセン誘導体生成反応の挙動と経路の解明 - 日本化学会誌，2002，211-218
  - (9) 日野哲男；浪江勤；中村博之；米澤宣行「フッ素含有異種多官能性芳香族化合物の合成：4-ハロ-3-トリフルオロメチルベンゾニトリル類の Sandmeyer 合成」，日本化学会誌，2002，219-222
  - (10) 鈴木康之；李 軍；前川康成；吉田 勝；前山勝也；米澤宣行「親水性ポリエチレンテレフタレート膜表面の親水的環境下での疎水化」日本化学会誌，2002，255-259
  - (11) 増淵泰之；萩原時男；池谷洋一；河田盛寿；米澤宣行「ヘキサフルオロプロピレンオキシドと環状エーテルとの反応による環状エーテル重合体の合成」，日本化学会誌，2002，365-369
  - (12) 相沢和夫；生越英雅；林 謙年；前山勝也；米澤宣行「液体導電率法による氷蓄熱槽内結氷率の計測方法の開発 - アイスオンコイル式氷蓄熱槽への適用の検討 - 」，日本化学会誌，2002，449-454
  - (13) Yonezawa, Noriyuki; Nakamura, Hiroyuki; Maeyama, Katsuya “Synthesis of Sequentially Controlled Isomeric Wholly Aromatic Polyketones Composed of 2-Trifluoromethylbiphenylene and 2,2'-Dimethoxybiphenylene Units “, *Reactive & Functional Polym.*, 52, 19-30 (2002)
  - (14) Maeyama, Katsuya; Kobayashi, Masato; Kato, Hiroshi; Yonezawa, Noriyuki, “NICKEL/NICKEL/ZINC-MEDIATED SYNTHESIS OF AROMATIC NITRILES FROM AROMATIC OXIME ETHERS, *Synth. Commun.*,32,2519-2525 (2002)
  - (15) Maeyama, Katsuya; Okumura, Chieri; Yonezawa, Noriyuki, “AN EFFICIENT SYNTHESIS OF  $\omega$ -(2,2'-BIPYRIDYL)ALKYL ALCOHOLS AND THEIR ACRYLATES”, *Synth. Commun.*, 32, 3159-3167 (2002)
  - (16) Yonezawa, Noriyuki; Koike, Masayuki; Kameda, Asami; Naito, Shin; Hino, Tetsuo; Ikeda, Tomiki; Maeyama, Katsuya, “CHEMOSPECIFICITY IN ACRYLATIONS OF d- AND g-KETOCARBOXYLIC ACIDS WITH P2O5-MsOH, TfOH, AND RELATED ACIDIC MEDIA, *Synth. Commun.*, 32, 3169-3180 (2002)
  - (17) Yonezawa, Noriyuki; Mori, Shin-ichiro; Miyata, Shir; Anyashiki-Ueha, Yuriko; Maeyama, Katsuya. “Synthesis of Aromatic Copoly(ether ketone)s Having Adhesiveness to Steel Surface”, *Reactive & Functional Polym.*, 53, 11-17 (2002)

- (18) Maeyama, Katsuya; Namie, Tsutomu; Nakamura, Hiroyuki; Yonezawa, Noriyuki, "Synthesis of Aromatic Polyketones Containing Fluorine Atoms ", *Recent Progress in Polycondensation*, 2002, 173-184
- (19) Yonezawa, Noriyuki; Umezawa, Junko; Kimoto, Hiroki; Maeyama, Katsuya, "Ring-opening polyaddition reaction of coumarin dimers and related chemical", *Behaviors, Recent Progress in Polycondensation*, 2002, 185-207
- (20) Suzuki, Yasuyuki; Maekawa, Yasunari; Yoshida, Masaru; Maeyama, Katsuya; Yonezawa, Noriyuki, "Ion-Beam-Induced Dual-Tone Imaging of Polyimide via Two-Step Imidization", *Chem. Materials*, 14(10), 4186-4191 (2002)
- (21) Maekawa, Yasunari; Suzuki, Yasuyuki; Yoshida, Masaru; Maeyama, Katsuya; Yonezawa, Noriyuki, "Ion beam-induced positive imaging of polyimide via two step imidization", *Polymer*, 44(8), 2307-2312 (2003)
- (22) Maeyama, Katsuya; Ohe, Tadahiro; Nakamura, Hiroyuki; Yonezawa, Noriyuki, "Nickel Complex-Mediated Synthesis of Wholly Aromatic Polyketones Containing o-Terphenylene Unit", *Polymer J.*, 35(3), 290-292 (2003).
- (23) Takanobu NISHIDA, Le Van VANG, Hiroyuki YAMAZAWA, Ryuji YOSHIDA, Hideshi, NAKA, Koji TSUCHIDA, and Tetsu ANDO, "Synthesis and Characterization of Hexadecadienyl Compounds with a Conjugated Diene System", *Sex Pheromone of the Persimmon Fruit Moth and Related Compounds. Biosci. Biotechnol. Biochem.*, 67 (4): 822-829 (2003)
- (24) Wang, Xiaoqing; Chen, Zhijian; Ogino, Kenji; Sato, Hisaya; Strzelec, Krzysztof; Miyata, Seizo; Luo, Yunjun; Tan, Huiming. "Preparation of new hole transport polymers via copolymerization of N,N'-diphenyl-N,N'-bis(4-alkylphenyl)benzidine (TPD) derivatives with 1,4-divinylbenzene." *Macromolecular Chemistry and Physics* (2002), 203(4), 739-747.
- (25) Mori, Takayoshi; Strzelec, Krzysztof; Sato, Hisaya. "Synthesis of charge transporting polymer containing TPD units using Friedel-Crafts reaction." *Synthetic Metals* (2002), 126(2-3), 165-171.
- (26) Wangwijit, Tidarat; Sato, Hisaya; Tantayanon, Supawan. "Semiconducting polymers from triphenylamine derivatives-benzaldehyde polymers by oxidization with 2,3-dichloro-5,6-dicyano-1,4-benzoquinone (DDQ)". *Polymers for Advanced Technologies* (2002), 13(1), 25-32.
- (27) 河井栄一、李義政、鷹尾雄祐、荻野賢司、佐藤壽彌, "高速液体クロマトグラフィー(HPLC)によるアクリル酸ブチル - アクリル酸エチル共重合体の組成分布解析", *日本ゴム協会誌* (31), 465-468(2002).



- (28) Y. Takagi, N. Saeki, A. Tsubouchi, H. Murakami, Y. Kumagai, and T. Takeda, "Vinyltitanium as an Initiator for the Polymerization of Acetylene", *J. Polym. Sci., Polym. Chem. Ed.*, **40**, 2662-2669 (2002).
- (29) T. Takeda, S. Kuroi, K. Yanai, A. Tsubouchi, "Preparation of Alkynylcyclopropanes by the Titanocene(II)-promoted Reactions of 1,1-Bis(phenylthio)-2-alkynes with 1-Alkenes", *Tetrahedron Lett.*, **43**, 5641-5644 (2002).
- (30) Tsubouchi, E. Nishio, Y. Kato, T. Fujiwara, and T. Takeda, "Titanocene(II)-promoted reactions of thioacetals with ethylene: selective formation of terminal olefins with one- or two-carbon homologation", *Tetrahedron Lett.*, **43**, 5755-5758 (2002).
- (31) T. Takeda, K. Shimane, K. Ito, N. Saeki and A. Tsubouchi, "Carbonyl olefination utilizing an alkyl halide-titanocene(II) system", *Chem. Commun.*, **2002**, 1974-1975.
- (32) H. Taguchi, H. Miyashita, A. Tsubouchi and T. Takeda, "First anionic silyl migration from sp<sup>2</sup> carbon to carbonyl oxygen. Stereospecific allylation of (Z)-trimethylsilyl-, -unsaturated ketones, *Chem. Commun.*", **2002**, 2218-2219.
- (33) H. Taguchi, K. Ghoroku, M. Tadaki, A. Tsubouchi, and T. Takeda, "Copper(I) tert-Butoxide-Promoted 1,4 Csp<sup>2</sup>-to-O Silyl Migration: Generation of Vinyl Copper Equivalents and Their Stereospecific Cross-Coupling with Allylic, Aryl", and Vinylic Halides, *J. Org. Chem.*, **67**, 8450-8456 (2002).
- (34) Krzysztof Strzelec, Nobutoshi Fugono, Jaekook Ha, Kenji Ogino, Hisaya Sato, "Oxidative Coupling Copolymerization of 4-Methyltriphenylamine with Arenes", *Macromol. Chem. Phys.*, **203**, 2488-2494 (2002)
- (35) Xiaoqing Wang, Zhijian Chen, Kenji Ogino, Hisaya Sato, Krzysztof Strzelec, Seizo Miyata, Yunjun Luo, Huiming Tan, "Preparation of New Hole Transport Polymers via Copolymerization of N,N'-Diphenyl-N,N'-bis(4-alkylphenyl)benzidine (TPD) Derivatives with 1,4-Divinylbenzene", *Macromol. Chem. Phys.* **203**(4), 739-747 (2002)
- (36) Jong Ho Lee, Wooseok Nam, Misook Kang, Gui Young Han, Ki June Yoon, Moon-Sun Kim, Kenji Ogino, Seizo Miyata, Suk-Jin Choung, "Design of two types of fluidized photo reactors and their photo-catalytic performances for degradation of methyl orange", *Appl. Catal, A: General*, **244**(1), 49-57 (2003)
- (37) Misook Kang, Jong Ho Lee, Sang-Hyeun Lee, Chan-Hwa Chung, Ki June Yoon, Kenji Ogino, Seizo Miyata, Suk-Jin Choung, "Preparation of TiO<sub>2</sub> film by the

- MOCVD method and analysis for decomposition of trichloro -ethylene using in situ FT-IR spectroscopy”, *J. Mol. Catal. A: Chemical*, 193(1-2), 273-283 (2003)
- (38) Masahiro Fujioka, Guang-Hui Ma, Yong-Zhong Du, Kenji Ogino, Masatoshi Nagai, Shinzo Omi, “Synthesis of functional graft copolymers by solution copolymerization and their evaluation as dispersants in nonaqueous phase dispersion polymerization”, *J. Polym. Sci., Part A: Polymer Chemistry*, 41(12), 1788-1798 (2003)
- (39) Jae-Mun Jeong, Hisaya Sato, Julia Pretula, Krzysztof Kaluzynski, Kenji Ogino, “Monolithic Photorefractive Molecular Glass with Electron-Transporting Fluorene Unit”. *Jpn J. Appl.Phys., Part 1*, 42(4A), 1655-1659 (2003)
- (40) Eiichi Kawai, Kumiko Shimoyama, Kenji Ogino, Hisaya Sato, “Chemical Compositional Separation of Styrene-Methyl methacrylate Copolymers using High-Performance Liquid Chromatography with Liquefied Carbon Dioxide as Eluent”, *J. Chromatogr. A* , 991(2), 197-203(2003)
- (41) JaeMun Jeong, Kiyoto Ohnishi, Hisaya Sato, Kenji Ogino, “Observation of Pseudo-Photorefractivity in Monolithic Molecular Glass”, *Jpn. J. Appl. Phys., Part 2*, 42(2B), L179-L181 (2003)
- (42) Jae-Mun Jeong, Kentarou Abe, Hisaya Sato, Julia Pretula, Krzysztof Kaluzynski, Kenji Ogino, “Synthesis and Characterization of Low Molecular Weight Photorefractive Materials with Thioxanthene Unit”, *Synth. Met.* 139(1), 11-19 (2003)
- (43) M. Yoshizawa and H. Ohno, "Triple ion-type imidazolium salts: "A new class of single-ion conductive matrix" *Ionics*, 8, 267-271 (2002).
- (44) M. Yoshizawa, W. Ogihara, and H. Ohno, "Novel polymer electrolytes prepared by copolymerization of ionic liquid monomers" *Polym. Adv. Technol.*, 13, 589-594 (2002)
- (45) N. Matsumi, K. Sugai, and H. Ohno, "Selective Ion Transport in Well-Defined Organoboron Polymer Electrolytes Bearing Mesitylboron Unit" *Macromolecules*, 35, 5731-5733 (2002)
- (46) H. Usui, F. Kikuchi, K. Tanaka, T. Watanabe, S. Miyata, “ Ionization-Assited Deposition of Azo-containing Polyurea for NLO Applications ” , *IEICE Trans. Electron.*, E82, 1270-1274(2002).
- (47) S. Ebihara, T. Watanabe, “ Efficient Immobilization of Polymer Gels on Gold Substrate and Evaluation of Their Thermal Responses by Laser-Induced Surface Plasmon Resonance ” , *Kobunshi Ronbunshu*, 59, 105-112(2002). (Jpn.)

- (48) S. Hernandez, T. Ogawa, T. Watanabe, S. Miyata, “ Novel Diacetylene and Chromophore-Containing Polymers and their Second Order Nonlinear Optical Properties ” , Mol. Cryst. Liq. Cryst. Sci. Tech. 374, 503-512(2002).
- (49) Y. Sakuratani, A. Masato, H. Yamamoto, M. Tokita, T. Watanabe, S. Miyata, “ Transition phenomena in Salt-Doped Organic Electroluminescent Devices at High Bias Voltage ” , Mol. Cryst. Liq. Cryst. Sci. Tech., 378, 157-166(2002).
- (50) T. Watanabe, M. Akiyama, K. Totani, S. M. Kuebler, F. Stellacci, W. Wenseler, K. Braun, S. R. Marder, J. W. Perry, “ Photoresponsive Hydrogel Microstructure Fabricated by Two-Photon Initiated Polymerization ” Adv. Funct. Mater., 12,(9), 611-615 (2002)
- (51) Zhijian, K. Ogino, S. Miyata, Y. Lu, T. Watanabe, “ The Pure White Light Emission from Three-Layer Electroluminescent Devices ” , J. Phys. D: Appl. Phys., 35(8), 742-746(2002).

# 多目的画像処理装置

## 1. 機器の名称，購入年度，設置場所

多目的画像処理室（昭和 59 年）（機器分析センター 機器室 7）

## 2. 機器の構成および性能

### 2.1 多目的画像処理室概要

昭和 59 年度に設置された本システムは，画像入力部・処理部・ディスプレイ部から構成されている．画像処理部は CPU として，かつてのスーパーミニコン (Data General MV4000) を備えていたが，性能的に陳腐化し，またハードディスクに故障が生じてしまった．CPU 自体が現在の一般的な計算機やパソコンレベルと比較して性能的にはあまりに劣るものとなってしまったために，このシステムはすでに廃棄に至っている．

以上のような理由により 10 年ほど前より予算の許す範囲で，以下に記すようなマッキントッシュを中心としたシステムへと変更をはかった．これは，共同利用という立場から維持管理がしやすく，誰もが安直に使用することが出来ると共に，従来に劣らぬ優れた特徴をもつシステム構成を目指した．各利用者が所有しているコンピュータなどを処理装置として使えば，画像処理室付属のデジタルカメラや顕微鏡などから入力を行うこともできる．また，導入空気除振台を利用して画像処理室で簡単な実験を伴った画像検出ができるようになったほか，コンピュータ等で構築した 3 次元モデルを実際に模型として加工できることも可能してきた．しかしながら，すでに更新した 2 世代目の装置は短いものでも 5 年以上が経ち陳腐化してしまった．

最近では，研究室ごとに CCD カメラや高性能コンピュータを所有しているために，このような機器を共通で維持する必要はなくなったと考え，平成 15 年 3 月末をもって多目的画像処理室は閉鎖に至った．

なお，特殊画像計測装置として赤外線画像をとらえるサーマルカメラも長らく使用されてきたが，陳腐化が激しく平成 15 年 3 月末をもって廃棄処理した．

### 2.2 画像処理システム

機器分析センターの設置とともに 6 号館(旧 I 棟)3 階から機器分析センター機器室 7 へと移転した．さらに，機器室 7 はセンターの南側から，従来，工作室として利用されてきた北側の部屋へと引っ越しを行った．

維持費がつかなくなるという問題や前述のように共同での利用勝手から，小型

のシステムとせざるをえないと考え、平成 5 年度に維持費を中心としてコンピュータ部の更新をはかった。さらに、平成 6 年度に画像入力部に共同利用という立場から研究室レベルで簡単に導入できる CCD カメラではなく、10 ビットの階調と 10 万画素(1000×1018)の性能を持つデジタルカメラの導入を行った。これによって高品位な画像の取り込みが可能となっている。さらに、平成 8 年度は画像入力用として簡易なカラーデジタルカメラ、8mm ビデオおよび長動作距離の対物レンズ付きビデオ・マイクロスコープ・ユニット、データ処理のためのソフトウェアの導入・バージョンアップおよびデータ表示のための立体モデリング加工装置の導入を行い小規模ながらシステムの向上をはかった

さらに、平成 9 年度は画像処理室でも簡易な実験を行うことが出来るように空気除振台を導入している。また、北側に引っ越しに伴い以前から部屋に設置してあるドラフトチャンバーの使用も行っているために、画像処理室としての機能は縮小しつつある。

コンピュータ部に関しては、画像取り込み部との関連と初心者にも容易に使いこなせるという理由からマッキントッシュを導入している。これは、現在ワークステーションが各研究室に設置されているような状況となっているため、小型ではあるが特徴あるシステムを構築することを考えた結果である。これによって誰でも簡単に画像取り込み部からの画像データを得られる。このコンピュータもすでに陳腐化してきたため、数年間は最低限のコンピュータに関しての入れ替えを行った。しかしながら、ハードウェアやソフトウェアが研究室単位で容易に入手できるようになった現在、このような機器を共通で維持する必要はなくなったと考え、平成 15 年 3 月末をもって多目的画像処理室は閉鎖に至った。

## 2.3 特殊画像計測装置(サーマル・ビデオ・システム)

### 概要

物体から放射される赤外線を計測することにより、非接触で物体表面温度を測定する装置で、赤外線カメラヘッドとイメージプロセッサの二つの主要ユニットより、構成されている。カメラヘッドからの熱像信号をデジタル信号に変換し、フレームメモリーに記憶した後、信号処理してカラーモニターに熱画像を表示する装置である。内蔵するマイクロコンピュータの働きにより、各種モードの熱像表示、温度表示、時刻表示、メッセージ表示等々を行うことが出来る。

長らく、データ収録装置が故障のため使用不可になっていたが、機器の陳腐化が激しく、画像処理室の閉鎖に伴い廃棄処理となった。

表1 画像処理システム

コンピュータ部	
コンピュータ	Apple Quadra800(RAM16MB , HDD230MB) PowerPC603e PowerPC G3 DT233
プリンタ	SONY GDM-2036S(20inch)
ソフトウェア	OKI 800PS II LT(マイクロライン・レーザプリンタ) Photoshop 4.01J PageMaker6.0J Quick BASIC Mac Draw Pro(Claris Draw) ThinkC/C++(Symantec C/C++) Microsoft Office
画像読みとり部	
	浜松ホトニクスC4742-01 (1000×1018画素 10bit出力 デジタルカメラ) IQ-D100(フレームグラバ)
オリンパス	C-800L(カラーデジタルカメラ)
ソニー	ユーマチック・ビデオ
シャープ	ハンディーカム・ビデオ
ニコン	顕微鏡
ミットヨ	ビデオ・マイクロスコープ
表示部	
ローランド	MODEL A MDX-3(3Dプロッタ)
研究支援備品	
ユニフェイス	He-Ne レーザ(7mW)
中央精機	空気除振台

表2 サーマル・ビデオ・システム

TVS-4100 (アビオニクス株式会社)	
測定範囲	-20 ~ 950
分解能	0.5 ~ 1.3
フレーム数	約 20 フレーム/秒
走査線数	60 本
検知器冷却剤	アルゴンガス (純度 99.98%以上) (機動に必要なガス圧:最低 70kg/cm <sup>2</sup> )

### 3. 利用状況

使用状況は年間 20 日程度と低下した。さらに、現在の状況では機器室 7 のみですべての実験をまかなうことが出来ないため、周辺機器の貸し出し等で 120 日程度使用されている。

なお、平成 15 年 3 月の画像処理室の廃止に伴い、機器分析センター機器室 7 から撤去した。

### 4. 会計報告 (特殊装置維持費 175)

コンピュータ関連機器維持費	1,506,223 円
実験関連機器	679,350 円
その他	892 円
次年度繰越金	4,402,712 円

### 5. 利用方法, 問い合わせ先

機械システム工学科	吉澤 徹 (内線 7092)
機械システム工学科	山本 将行 (内線 7092)
機械システム工学科	大谷 幸利 (内線 7103)
ただし、サーマル・ビデオ・システムに関しては	
機械システム工学科	新井 紀夫 (内線 7158)

### 6. 研究成果

#### 6.1 測定, 利用対象となる試料名, 研究例

画像処理一般. 画像のコンピュータへの取り込み.

最近の研究例として各種画像計測への応用が主である. モアレ画像の処理, 格

子パターン像解析，干渉縞の解析，三次元形状計測，熱画像の解析，光硬化性樹脂による立体モデリング，顕微鏡画像を用いた粒子形状計測の研究などがあった．数年前からの除振台設置に伴いマイクロマシンなどの画像解析にも利用されている．また，ドラフトチャンバーを利用した試料の試作等にも利用された．



# 単結晶 X 線自動解析装置

## 1. 機器の設置場所、構成及び性能

機器の設置場所

機器分析センター機器室 3

機器の構成及び性能

### (1)単結晶自動 X 線構造解析装置(RASA-5RII)

本装置は単結晶試料からの X 線回折強度を自動測定し、このデータをもとに結晶構造の解析を行なう。分子量が 1500 程度までの化合物なら本システムで解析可能である。

X 線発生部 ultraX18 (対陰極 Cu) 最大定格出力 60kV 300mA

X 線検出器 シンチレーションカウンター

電子計算機 Silicon Graphics IRIS INDIGO ENTRY

(主記憶容量 16MB、磁気ディスク 425MB+ 2GB)

吹き付け型低温装置を取り付ければ低温条件下での測定も可能です。

### (2) X 線自動粉末回折装置(RAD-C)

粉末状、フィルム状試料からの回折 X 線を自動測定する。小角散乱装置は通常の透過法のほか反射法での測定も可能である。

X 線検出器 シンチレーションカウンター

X 線発生部 封入管型 (対陰極 Cu) 最大定格出力 40kV 50mA

X 線検出器 シンチレーションカウンター

粉末回折用ゴニオメーター、反射法小角散乱用ゴニオメーター

## 2. 利用状況

主な利用研究室は 9 研究室。平成 15 年度の登録研究室は 15 研究室です。  
(平成 15 年 9 月)

## 3. 平成 14 年度会計報告

収入	1,761,571
前年度繰越	1,435,571
配分額	326,000
支出	1,761,571
修理費 (RAD-C)	97,650

次年度繰越 1,663,921  
但し、現在 Cu ターゲットを(85 万円)を購入中です。

4. 利用方法、問い合わせ先

利用方法 初めて利用するときは下記の問い合わせ先にご連絡下さい。

問い合わせ先 生命工学科 生体物性学 奥山健二 内線 7028

e-mail : okuyamak

東京農工大学放射線障害予防規則により、X線装置を利用する職員、学生は作業従事者として登録が必要です。未登録者の使用は出来ませんのでご注意下さい。

5. 利用者委員会メンバー

大野、中村(暢)、前田、渡辺、臼井、豊田、斉藤、梅田、市村、村瀬、野口、奥山の各研究室が現在の利用研究室です。

装置を利用すれば自動的に利用者委員会のメンバーになります。

# イオン注入装置

## 1. 機器の設置場所

機器分析センター：機器室 8

## 2. 構成および性能

本装置は、イオンソース部、質量分析部、加速・走査系、試料室からなる、汎用形の中電流イオン注入装置です。主な性能は下記の通りです。

- (1)注入エネルギー 30 ~ 200 keV
- (2)注入可能イオン 約30種（常備しているのはB, P, Si, Ar, N）
- (3)最大ビーム電流 B<sup>+</sup>: ~ 100 μA (200 keV 時)  
P<sup>+</sup>: ~ 300 μA (200 keV 時)
- (4)ビーム電流安定度 ± 10% / h 以下
- (5)イオン質量分解能 M / M 100 (半値幅)
- (6)基板サイズ 4 インチシリコンウエハおよび任意形状
- (7)イオン注入角度 0 ~ 10 度
- (8)到達真空度 試料室：5 × 10<sup>-7</sup> Torr 以下

## 3. 利用状況

平成4年3月設置，同年5月利用者委員会発足，同年8月一般利用開始。平成14年度は真空排気系に関する軽微の部品交換のみで装置性能を維持できたが，次年度は中規模なオーバーホールが必要になる見込みである。利用件数は140件。

## 4. 会計報告

配分額（含,前年度繰り越し）	2,521,817
支 出	
備 品	0
消耗品	63,000
保守費, 他	0
計	63,000
次年度繰り越し	2,458,817

## 5. 利用方法，問い合わせ先

予約制で利用できます。ただし，オペレーターは講習を受けた方に限りません。

講習は随時実施しています。

問い合わせ先： 越田信義（内線 7128）

須田良幸（内線 7129）

予約の申込先： 遠藤欣樹（内線 7468）

## 6. 利用者委員会メンバー

装置の円滑な運用のため，次のメンバーによる利用者委員会が設置されています。

有機材料化学科 臼井博明

機械システム工学科 梅田倫弘

電気電子工学科 黒岩紘一，齊藤 忠，須田良幸，上迫浩一，

越田信義(世話人)

## 7. おもな関連発表論文

- (1) B.Gelloz and N. Koshida, Effects of amorphous carbon films on the performance of porous silicon electroluminescence, Mater. Res. Soc. Symp. 737, 581-586 (2003).
- (2) K. Yamamura and Y. Suda, Novel Single Electron Logic Circuits Using Charge-Induced Signal Transmission (CIST) Structures, IEEE Trans. on Nanotechnology 2, 1-10 (2003).
- (3) B. Gelloz, A. Halimaoui, Y. Campidelli, A. Bsiesy, N.Koshida, and R. Herino, Anodic oxidation of p+-type porous silicon having pores uniformly covered with Ge, phys. stat. sol. (a) 197, 123-127 (2003).
- (4) Y. Nakajima, H. Toyama, A. Kojima, and N.Koshida, A solid-state light-emitting device based on ballistic electron excitation using an inorganic material as a fluorescent film, phys. stat. sol. (a) 197, 316-320 (2003).
- (5) Kojima and N.Koshida, A Monte-Carlo simulation of ballistic transport in nanocrystalline silicon diode, phys. stat. sol. (a) 197, 452-457 (2003).
- (6) Y.Nakajima, A.Kojima, and N.Koshida, Generation of ballistic electrons in nanocrystalline porous silicon layers and its application to a solid-state planar luminescent device, Appl. Phys. Lett. 81, 2472-2474 (2002).

- (7) Y. Osaka, K. Kohno, H. Mizuno, and N. Koshida, Physical properties of SiO<sub>2</sub>-doped Si films and electroluminescence in metal/SiO<sub>2</sub>-doped Si/p-Si diodes, *Jpn. J. Appl. Phys.* 41, 7481-7486 (2002).
- (8) T. Komoda et al, Development of a Low Temperature Process of Ballistic Electron Surface-Emitting Display (BSD) on a Glass Substrate, Society for Information Display 2002 Int. Symp. Digest of Technical Papers 33 (SID, San Jose, 2002) pp.1128-1131.
- (9) Y. Nakajima, A. Kojima, and N. Koshida, A solid-state light-emitting device based on excitation of ballistic electrons generated in nanocrystalline porous poly-silicon films, *Jpn. J. Appl. Phys.* 41, 2707-2709 (2002).
- (10) T. Migita and N. Koshida, Transient and stationary characteristics of thermally-induced ultrasonic emission from nanocrystalline porous silicon, *Jpn. J. Appl. Phys.* 41, 2588-2590 (2002).
- (11) T. Ichihara, Y. Honda, K. Aizawa, T. Komoda, and N. Koshida, Development of ballistic electron cold cathode by a low temperature processing of polycrystalline silicon films, *J. Cryst. Growth* 237–239, 1915–1919 (2002).

# 電子スピン共鳴装置

## 1. 設置場所、構成及び性能

設置場所：機器分析センター機器室 2

機器の構成：ESR スペクトロメータ及び若干の付属設備から構成される。  
詳細は以下のとおり

### ESR スペクトロメータ

機種 JES - RE 2 X (日本電子): 本機は、Xバンド (9.4 GHz) の標準的な ESR スペクトロメータで、磁界は最大 1.3 T まで印加できる。感度は  $1 \times 10^{14}$  スピン / T。温度可変、光照射可能。ODMR (光検出磁気共鳴) 測定可能。

### 付属設備：

- (1) 温度可変装置 ES - DVT 2 ( - 170° C ~ + 190° C )
- (2) 液体ヘリウム温度可変装置 ES - LTR 5 X ( 2.7 K ~ 300 K )
- (3) 試料角度回転装置 ES - UCR 3 X ( 0° ~ 360° : 読みとり精度 1° )
- (4) 固体試料光照射用レンズ ES - UVLS
- (5) データ収集用コンピュータ ESPON PC 386 M - STD
- (6) 光検出磁気共鳴装置 ODMR
- (7) 液体試料測定用石英セル

## 2. 利用状況

利用者希望者からのお申し出があれば、お使いいただけるようマシンタイムの配分をします。今年度は代表者 (佐藤勝昭) のほか、佐藤壽弥研究室、細見研究室、大野・中村研究室などが利用しています。これまでに測定した対象は、半導体中の遷移金属、希土類イオンの ESR スペクトルによる同定、半導体の格子欠陥の光 ESR による検出、ラジカル種の ESR による同定、ダングリングボンドの同定などです。

ODMR (光検出磁気共鳴) の測定ができるように、pin ダイオードによるマイクロ波の断続ができるよう装置を整備し、液体ヘリウムをポンピングして 2 K での ODMR 測定ができるように整備してあります。

また、液体試料測定用セルも使えますので、化学系研究室の方もどんどんご

利用ください。

### 3. 会計報告

本装置は、科研費の設備として本学に設置されたいきさつのもので利用料金を設定していません。液体ヘリウムなど消耗品については利用者負担とします。

### 4. 利用方法・問い合わせ先

利用方法：本装置にはオペレータがいませんので、最初、佐藤研究室の学生が説明しますが、測定は利用者ご自身で行って下さい。データはチャート紙に出力されます。3.5”フロッピーに出力することも可能です。g 値の決定や、スペクトルの積分による ESR 信号強度の測定も可能ですが、スピン密度の計算などは、標準試料を必要としますので、しかるべきものを各自ご用意下さい。液体窒素、液体ヘリウムなどの手配、費用負担についてはご相談下さい。また、第1項に述べた以外の装置を必要とされる場合利用者自身でご用意下さい。

問い合わせ：詳細は佐藤勝昭教授(内線 7120)または石橋隆幸助手(内線 7432)、大学院博士前期課程1年次学生湯浅秀樹君(内線 7432)にご相談下さい。

### 5. 利用者委員会

上迫 浩一	E	アモルファスシリコン系合金薄膜の欠陥密度の評価
須田 良幸	E	多孔質シリコン薄膜の物性評価
越田 信義	E	多孔質シリコンの評価
鮫島 俊之	E	多結晶シリコン薄膜の物性評価
細見 正明	F	沈水植物からのポリフェノール
小宮三四郎	F	有機金属錯体の電子状態および構造の解析
加部 利明	K	35S トレーサー法によりチタニア担体上での硫黄挙動の解析
佐藤 壽弥	BASE	分子半導体のドーピング効果
中村 暢文	L	電子伝達タンパク質アズリンの電気化学的挙動
永井 正敏	BASE	固体触媒上に吸着した $\text{NO}_2$ や $\text{O}^{2-}$ の挙動 $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{VO}^{2+}$ 酸化物表面の吸着水

## 6. その他、成果など

- (1) G.A. Medvedkin, T. Nishi, Y. Katsumata, K. Sato and H. Miyake: Study of Point Defect in CuGaSe<sub>2</sub> Single Crystals by Means of Electron Paramagnetic Resonance and Photoluminescence; Sol. Energy Mat. Sol. Cells 75 (1-2) (2003) 135-143
- (2) G. A. Medvedkin, E. I. Terukov, Y. Hasegawa, K. Hirose, K. Sato: Microdefects and point defects optically detected in Cu(In,Ga)Se<sub>2</sub> thin film solar cells exposed to the damp and heating; Sol. Energy Mat. Sol. Cells 75 (1-2) (2003) 127-133
- (3) P. G. Baranov, S. I. Goloshchapov, G. A. Medvedkin<sup>1</sup>, T. Ishibashi, K. Sato: Magnetic Resonance in ZnGeP<sub>2</sub> and (Zn,Mn)GeP<sub>2</sub>; J. Superconductivity: Incorporating Novel Magnetism (JOSC) 16 [1] (2003) 131-133
- (4) K. Sato: EPR Studies of Point Defects in Cu-III-VI<sub>2</sub> Chalcopyrite Semiconductors; Mater. Sci. in Semicond. Processing (in press).

### ( 国際会議発表 )

- (5) K.Sato, G.A. Medvedkin, T. Ishibashi, S. Mitani, K. Takanashi, Y. Ishida, D.D. Sarma, J. Okabayashi, A. Fujimori, T. Kamatani and H. Akai: Novel Mn-doped chalcopyrites (O2-3)[Invited]; The 13th International Conference on Ternary and Multinary Compounds (ICTMC13), ENSCP (Paris), 2002.10.13-18..
- (6) Y. Ishida, D.D. Sarma, K. Okazaki, J.Okabayashi, A.Fujimori, G.A. Medvedkin, T. Ishibashi and K.Sato: In-situ photoemission study of the room-temperature ferromagnetic semiconductor ZnGeP<sub>2</sub> ; The 13th International Conference on Ternary and Multinary Compounds (ICTMC13), ENSCP (Paris), 2002.10.13-18 (P1-11)
- (7) T. Ishibashi, H. Yuasa, J. Jogo, G.A. Medvedkin and K. Sato: CdGeP<sub>2</sub>:Mn thin film grown by metal-organic molecular beam epitaxy method; The 13th International Conference on Ternary and Multinary Compounds (ICTMC13), ENSCP (Paris), 2002.10.13-18 (P1-12)
- (8) T. Nishi, K. Kudo, K. Yabe, K. Sato, N. Miura: Photoluminescence Properties of BaAl<sub>2</sub>S<sub>4</sub>:Eu Crystals; The 13th International Conference on Ternary and Multinary Compounds (ICTMC13), ENSCP (Paris), 2002.10.13-18 (P2-14)
- (9) K. Sato: EPR Studies of Point Defects in Cu-III-VI<sub>2</sub> Chalcopyrite Semiconductors; The 1st International Symposium on Point Defect and Nonstoichiometry in Semiconductors ( ISPN 2003), Fensai-Fukko-Kinenkan (Sendai), 2003.3.20-22 日 (FO-02)



(口頭発表)

- (10) 青木岐夫、中村暢文、大野弘幸、山口和也、鈴木晋一郎：ポリエチレン修飾シュードアズリンとメルカプトプロピオン酸修飾金電極間の相互作用，日本化学会第81春季年会，2002.3.26-29（早稲田大学）
- (11) 大脇さおり、中村有子、中村暢文、大野弘幸、山口和也、鈴木晋一郎：アズリン及びシュードアズリン間の電子移動反応，日本化学会第81春季年会，2002.3.26-29（早稲田大学）

# 固体 NMR 装置

## 1. 機器の名称、購入年度、設置場所

機器の名称：固体 NMR 装置

購入年度：平成 9 年度

設置場所：機器室 9

## 2. 機器の構成および性能

### 機器の構成

分光計：JNM-CMX400 型（日本電子）

チャンネル数：3（1:X, 2:H, 3:Y）（X, Y チャンネルは  $^{15}\text{N}$  ~  $^{31}\text{P}$  共鳴周波数対応）

マグネット：超電導マグネット（JMT）

磁場強度：9.4T

ボア径：89mm

### プローブ

7.5 mm CP/MAS プローブ

4 mm HXY 三核 CP/MAS プローブ

5 mm HXY 三核 CP/MAS プローブ

4 mm チューナブル広幅プローブ

10 mm チューナブル広幅プローブ

### データシステム

AD 変換器：12bit/2MHz

ホストコンピュータ(Sun SPARC Station)

(17inch CRT, 48 MB メモリ, 1GB ディスク, 1/4 磁気テープ, FPD)

### コンプレッサ

### シンクロスコープ

### 機器の性能

#### 1. パルスプログラミング

分光計には共通性の高い RF チャンネル構成となっており、UNIX 上でのパルスプログラミングとコンパイルが可能

#### 2. サンプルスピニング

コンプレッサの圧縮空気は、プレドライ、スパートライプロセスを経て、MAS 用エアレギュレータへと導入される。エアレギュレータのバルブコントロールはコンピュータから行い、フィードバック制御機構によりスピニングスピ

ードは数 kHz $\pm$ 2Hz にコントロール可能。

### 3. 三重共鳴

プローブとして広帯域三重共鳴プローブ、および高出力 1H デカップリングを組み合わせることで、 $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ ,  $^1\text{H}$  あるいは  $^{13}\text{C}$ ,  $^{31}\text{P}$ ,  $^1\text{H}$  などの三重共鳴スペクトルが得られる。

4. チューナブル広幅プローブにより重水素核の四極子相互作用スペクトルが観測でき、分子運動などの知見が得られる。その他、化学シフト異方性、双極子相互作用の固体試料特有の NMR パラメータが得られる。

さらに、11 年度に、応力下で NMR 測定可能な付属装置を設置しました。

### 3. 利用状況

平成 10 年 2 月に設置され、朝倉哲郎教官の管理のもとにあり、現在、装置のメンテナンス等は朝倉研究室で行っている。高性能の固体 NMR 装置であり、操作については熟練を要する。学内からの測定希望に対しては、現在、依頼測定を受けて対応している。また、センター内にある他の NMR 装置とも共通性が高いので、核磁気共鳴利用者委員会との連絡を取りながら運営をはかる予定。

### 4. 会計報告

生物系特定産業技術研究推進機構（生研機構）による基礎技術推進事業（平成 9 年度～13 年度、代表 朝倉哲郎）の平成 9 年度受託研究費により設置された。

### 5. 利用方法、問い合わせ先

利用希望者は、現在のところ依頼測定（有料）として受け付けている。試料の測定条件等を予め連絡いただき、相談の上、測定方法、利用時間を打ち合わせします。

問い合わせ先：朝倉哲郎（研究室内線 7025, e-mail: asakura）

### 6. 利用者委員会（委員長および委員）

平成 13 年度 委員長：朝倉哲郎

委員：亀田恒徳、野口恵一

### 7. その他（研究成果等）

機器に関連した研究成果（研究論文等）のリスト

- (1) T. Asakura, K. Nitta, M. Yang, J. Yao, Y. Nakazawa and D. Kaplan, Synthesis and Characterization of Chimeric Silkworm Silk. *Biomacromolecules*, 4, 815-820 (2003)
- (2) T. Gullion, R. Kishore and T. Asakura, Determining Dihedral Angles and Local Structure in Peptides by  $^{13}\text{C}$ - $^2\text{H}$  REDOR. *J. Am. Chem. Soc.*, (2003) in press
- (3) K. Ohgo, C. Zhao, M. Kobayashi and T. Asakura, Preparation of non-woven nanofibers of *Bombyx mori* silk, *Samia cynthia ricini* silk and recombinant hybrid silk with electrospinning method. *Polymer*, 44, 841-846 (2003)
- (4) J. Yao and T. Asakura, Synthesis and Structural Characterization of Silk-Like Materials Incorporated with an Elastic Motif. *J. Biochem.*, 133, 147-154 (2003)
- (5) Y. Nakazawa and T. Asakura, Structure Determination of a Peptide Model of the Repeated Helical Domain in *Samia cynthia ricini* Silk Fibroin before Spinning by a Combination of Advanced Solid-State NMR Methods. *J. Am. Chem. Soc.*, 125, 7230-7237 (2003)
- (6) P. Monti, P. Taddei, G. Freddi, K. Ohgo and T. Asakura, Vibrational  $^{13}\text{C}$ -cross-polarization/magic angle spinning NMR spectroscopic and thermal characterization of poly(alanine-glycine) as model for silk I *Bombyx mori* fibroin. *Biospectroscopy*, (2003), in press
- (7) T. Kameda, C. Zhao, J. Ashida, and T. Asakura, Determination of distance of intra-molecular hydrogen bonding in (Ala-Gly) $_{15}$  with silk I form after removal of the effect of MAS frequency in REDOR experiment. *J. Mag. Reson.*, 160, 91-96 (2003)
- (8) J. Ashida, K. Ohgo, K. Komatsu, A. Kubota and T. Asakura, Determination of the torsion angles of alanine and glycine residues of model compounds of spider silk (AGG) $_{10}$  using solid-state NMR methods. *J. Biomol. NMR*, 25, 91-103 (2003)
- (9) T. Asakura, J. Ashida, and K. Ohgo Conformational Characterization of (Val-Pro-Gly-Val-Gly) $_{6}$  with  $^{13}\text{C}$  Solid State NMR. *Polymer J.*, 35, 293-296 (2003)
- (10) Y. Nakazawa, M. Bamba, S. Nishio and T. Asakura, Tightly winding structure of sequential model peptide for repeated helical region in *Samia cynthia ricini* silk fibroin studied with solid state NMR. *Protein Sci.*, 12 666-671 (2003)
- (11) T. Asakura, J. Ashida, T. Yamane, Structure of *Bombyx mori* silk fibroin before spinning in silkworm. *ACS Symposium Series*, 834, 71-82 (2003)
- (12) T. Asakura, H. Kato, J. Yao, R. Kishore and M. Shirai, Design, Expression and Structural Characterization of Hybrid Proteins of *Samia cynthia ricini* and *Bombyx mori* Silk Fibroin. *Polymer J.*, 34, 936-943 (2002)

- (13) T. Asakura, J. Yao, T. Yamane, K. Umemura and A. S. Ulrich, Heterogeneous structure of silk fibers from *Bombyx mori* resolved by <sup>13</sup>C solid-state NMR spectroscopy. *J. Am. Chem. Soc.*, 124, 8794-8795 (2002)
- (14) J. Yao, H. Masuda, C. Zhao and T. Asakura, Artificial Spinning and Characterization of Silk Fiber from *Bombyx mori* Silk Fibroin in Hexafluoroacetone Hydrate. *Macromolecules*, 35, 6-9 (2002)
- (15) T. Asakura, R. Sugino, T. Okumura, and Y. Nakazawa, The role of irregular unit, GAAS, on the secondary structure of *Bombyx mori* silk fibroin studied with <sup>13</sup>C CP/MAS NMR and wide-angle X-ray scattering. *Protein Sci.*, 11, 1873-1877 (2002)
- (16) J. Ashida, K. Ohgo. and T. Asakura, Determination of the Torsion Angles of Alanine and Glycine Residues of *Bombyx mori* Silk Fibroin and the Model Peptides in the Silk II Forms Using 2D Spin Diffusion Solid-State NMR Under Off Magic Angle Spinning. *J. Phys. Chem. B*, 106, 9434-9439 (2002)
- (17) 山根努、園山正史、朝倉哲郎、古田行夫 Silk 型家蚕絹フィブロインモデル化合物(Ala-Gly)<sub>15</sub> のラマンスペクトルと繰り返し ターンタイプ 型構造モデルに基づく理論的計算. *繊維学会誌* 58, 327-331 (2002)
- (18) T. Asakura and J. Yao, <sup>13</sup>C CP/MAS NMR Study on Structural Heterogeneity in *Bombyx mori* Silk Fiber and Their Generation by Stretching. *Protein Sci.*, 11, 2706-2713 (2002)
- (19) T. Yamane, K. Umemura and T. Asakurahe Structural characteristics of *Bombyx mori* Silk Fibroin before Spinning as studied with Molecular Dynamics Simulation. *Macromolecules*. 35, 8831-8838 (2002)
- (20) 朝倉哲郎, 高分子加工, 51, 338-342 (2002)

# 高分解磁場型質量分析装置

## 1. 機器の名称、購入年度、設置場所

機器の名称 : 高分解磁場型質量分析器  
購入年度 : 平成 10 年度  
設置場所 : 機器室 10

## 2. 機器の構成及び性能

### 機器の構成

質量分析計 : MStation JMS-700 (日本電子)  
資料導入系 : キャピラリーカラム GC/MS イオンターフェイス  
直接試料導入部とダイレクトプローブ(水冷付き)

標準試料導入部

CI ガス反応導入部とガス制御部

FAB ガス制御部

イオン源 : EI/CI 共用イオン源

主スリット(入射スリット)

分析部 : QQHQC 型イオン光学系

アルファスリット

コレクタスリット(出射スリット)

イオン検出部 : 高感度イオン検出器付き電子倍增管

排気系 : 自動排気システムと電源

### 機器の性能

イオン化法 : EI イオン化法

CI イオン化法(イソブタン)

FAB イオン化法(Xe ガス)

分解能 : R 60000

質量範囲 : ~ 24000(加速電圧 1kv)

磁場スキャンスピード : 0.1sec 単位設定可

SIM スイッチングスピード

加速電圧 : 0.05sec/ch

磁場スイッチング : 0.1sec/ch

### 3. 使用状況

土壌、水など環境試料中のダイオキシン類(PCDD/Fs、コプラナー PCB)、PCB など微量環境汚染物質や内分泌攪乱化学物質の分析を行っている。

### 4. 会計報告

昨年度の会計報告は以下の通りです。

収入		
	特殊装置維持費	3,860,000
支出		
	消耗品及び	
	年間保守契約	3,860,000
繰越		0

### 5. 利用方法、問い合わせ先

学内からの測定希望に対しては、依頼測定を予定しているので、ご相談下さい。  
問い合わせ：細見正明教授 (内線 7070)、中井智司助手 (内線 7855)

### 6. 利用者委員会

細見正明、亀山秀雄、秋澤淳、神谷秀博

### 7. 研究成果

- (1) 高田誠、戸田久之、細見正明：気相中の活性炭吸着特性に関する研究、化学工学論文集、印刷中
- (2) 末柄淳也、中井智司、Maria P. Espino、李炳大、渡辺洋一、米田健一、細見正明：ペンタクロロフェノールの光分解及び DFT 法による分解経路の推定、水環境学会誌, 26(11), 693-697.
- (3) Hosomi, Masaaki; Matsuo, Tomonori; Dobashi, Sirou; Katou, Sinji; Abe, Hirohide : Survey of dioxins in Tokyo Bay bottom sediment., Marine Pollution Bulletin, 47(1-6), 68-73 (2003).
- (4) Shi Jianghong, Suzuki Yoko, Nakai Satoshi, and Hosomi Masaaki Microbial degradation of estrogens using activated sludge and night soil-composting microorganisms, Proceedings of IWA-Asia Pacific Regional Conference. 288, Bangkok, Thailand, Oct. 20-22, (2003)
- (5) 他、3 報投稿中

# 薄膜材料結晶性解析 X 線回折装置

購入年度：平成 14 年度

設置場所：機器室 7

## 1. はじめに

本システムは、平成 14 年度「21 世紀 COE プログラム」化学・材料科学分野採択研究「ナノ未来材料」の研究推進において、磁性体、酸化物、半導体を中心とする新規単結晶薄膜の成長・構造評価用にナノ薄膜専用 X 線回折システムが不可欠であるとの認識から上記 COE プログラムが購入・運営しております。上記プログラムの終了後は、学内に広く公開することを前提に機器分析センターに装置を設置させていただきました。

本システム（スペクトリス株式会社：X'Pert-MRD）は結晶薄膜の多岐にわたる X 線解析が 1 台のシステムで可能になった装置で、ロックングカーブ測定、逆格子空間マッピング測定、結晶配向測定（極点図）、X 線反射測定を高精度・高再現性で行うことができます。これは測定毎の光学系の切り替えにおいて、X 線入射部、受光部がモジュール化されており、これを簡単にしかも調整なしに交換可能であるという本システムの特徴によります。また測定を温度（室温～900°C）と雰囲気制御が可能なステージ上で行えることもこれまでの X 線回折装置に無い大きな特徴です。

## 2. 機器の構成および性能

図 1 に X'Pert-MRD のシステム全景写真を示します。本システムは X 線高圧発生器、ゴニオメータ、試料ステージ（クレードル）を含む本体（写真中央）と制御用 PC（写真右下）および冷却水循環装置（屋外設置）からなります。本体サイズは幅 1.4 m × 奥行 1.1 m × 高さ 2.0 m と比較的コンパクトですが、外壁に厚さ 12 mm の鋼板を用いるなど、漏洩 X 線の遮断では世界でトップクラスの安全なシステムです。

図 2 は本システムの心臓部であるゴニオメータ、クレードルの写真です。右端は最大出力 3 kW の X 線管球で、測定方法に応じてポイントフォーカス及びラインフォーカスの切り替えが可能です。光学系は測定方法に応じて入射光学系と受光光学系を組み替えますが、各光学アセンブリがアラインメント不要なモジュールになっており、モジュールの組み合わせにより様々な測定が可能です（図 3 参照）。本システムの光学系分解能は最高でビーム反値幅 12 sec になります。また高精度ゴニオメータは、2 の角度再現性 0.0001°、軸（あおり）は 180°



可動でそれぞれのあおり位置において X-Y 軸の駆動が可能です。

### 3. 利用状況

現在は COE プログラム「ナノ未来材料」の構成メンバーでほぼ常時使用状態となっており、空き時間調整が困難な状況です。

### 4. 利用方法・問い合わせ先

現在、装置の空き時間がほとんど無く、利用を COE プログラム「ナノ未来材料」の構成メンバーに限定させていただいております。

### 5. 利用者委員会

委員長	纈纈	明伯	(工学部 応用分子化学科)
委員	佐藤	勝昭	(工学部 物理システム工学科)
	森下	義隆	(工学部 物理システム工学科)
	熊谷	義直	(工学部 応用分子化学科)

### 6. 研究成果等

学会発表 (国内会議)

- (1) 山根 好貴、宮地 岳広、村上 尚、寒川 義裕、熊谷 義直、纈纈 明伯、“HVPE 法による Sapphire 基板上への AlN 成長”、第 50 回応用物理学関係連合講演会、27a-V-7、2003 年 3 月。
- (2) 江里口 健一、森岡 理、寒川 義裕、熊谷 義直、纈纈 明伯、“ハロゲン系気相エピタキシーによる InAs(001)基板上への  $\text{InAs}_{1-x}\text{Sb}_x$  三元混晶の成長”、第 50 回応用物理学関係連合講演会、29p-YA-15、2003 年 3 月。
- (3) 町川 惣、岩崎 宏紀、稲垣 和幸、石橋 隆幸、佐藤 勝昭、“Bi 系超伝導微細ブリッジの電気特性(2)”、第 50 回応用物理学関係連合講演会、2003 年 3 月。
- (4) 水澤 愛子、永井 正隆、石橋 隆幸、長根 敏幸、茂木 隆行、佐藤 勝昭、“MOD 法による Bi, Ga 置換 YIG 薄膜の作製”、第 50 回応用物理学関係連合講演会、2003 年 3 月。
- (5) K. Eriguchi, K. Takemoto, Y. Kangawa, Y. Kumagai and A. Koukitu, “Growth of  $\text{InAs}_{1-x}\text{Sb}_x$  layers on InAs (001) substrates using halide vapor phase epitaxy”, 22nd Electronic Materials Symposium (EMS-22), Shiga, Japan, July, 2003.

- (6) N. Kawaguchi, H. Murakami, Y. Kangawa, Y. Kumagai and A. Koukitu, "Effect of periodic insertion of low-temperature GaN buffer layers during thick GaN layer growth on GaAs (111)A", 22nd Electronic Materials Symposium (EMS-22), Shiga, Japan, July, 2003.
- (7) 岩崎 宏紀、石橋 隆幸、富樫 直人、茂木 隆行、宝地戸 道雄、佐藤 勝昭、“MOD 法による Bi 系高温超伝導薄膜の作製と評価”、結晶成長学会国内会議、2003 年 7 月。
- (8) 水澤 愛子、永井 正隆、石橋 隆幸、富樫 直人、茂木 隆行、宝地戸 道雄、佐藤 勝昭、“MOD 法による磁性ガーネット薄膜の作製と評価”、結晶成長学会国内会議、2003 年 7 月。
- (9) 水澤 愛子、石橋 隆幸、清水 伸一郎、富樫 直人、茂木 隆行、宝地戸 道雄、佐藤 勝昭、“MOD 法による  $(R, Bi)_3(Fe, Ga)_5O_{12}$  ( $R=Nd, Gd$ ) 薄膜の作製と評価”、第 64 回応用物理学会学術講演会、2003 年 8 月。
- (10) 岩崎 宏紀、町川 惣、湯舟 秀太、石橋 隆幸、富樫 直人、茂木 隆行、宝地戸 道雄、佐藤 勝昭、“MOD 法による Bi 系高温超伝導薄膜の作製と評価応用物理学会”、第 64 回応用物理学会学術講演会、2003 年 8 月。

学会発表 (国際会議)

- (11) H. Murakami, N. Kawaguchi, Y. Kangawa, Y. Kumagai and A. Koukitu, "Improvements in crystalline quality of thick GaN layers on GaAs (111)A by periodic insertion of low-temperature GaN buffer layers", 5th International Conference on Nitride Semiconductors (ICNS-5), Nara, Japan, May, 2003.
- (12) Y. Kumagai, T. Yamane, T. Miyaji, H. Murakami, Y. Kangawa and A. Koukitu, "Hydride vapor phase epitaxy of AlN: thermodynamic analysis and its application to actual growth", 5th International Conference on Nitride Semiconductors (ICNS-5), Nara, Japan, May, 2003.
- (13) Y. Kumagai, H. Shikauchi, J. Kikuchi, T. Yamane, Y. Kangawa and A. Koukitu, "Is it possible to grow AlN by hydride vapor phase epitaxy?", 21st Century COE Joint International Workshop on Bulk Nitrides, Tokyo, Japan, June, 2003.
- (14) T. Ishibashi, A. Mizusawa, M. Nagai, K. Sato, T. Nagane, T. Mogi and M. Houchido, " $(Y_{1-x}Bi_x)_3(Fe_{1-y}Ga_y)_5O_{12}$  THIN FILMS PREPARED BY MOD METHOD", The XVIII International Colloquium on Magnetic Films and Surfaces, Madrid, Spain, July, 2003.
- (15) T. Ishibashi, H. Iwasaki, S. Machikawa, K. Inagaki, S. Kim, K. Lee, T. Nagane, T. Mogi, M. Houchido and K. Sato, "Epitaxial growth of BSCCO thin films by MOD

method”, 6th European Conference on Applied Superconductivity, Sorrento Napoli, Italy, September, 2003.

論文掲載

- (16) Y. Kumagai, T. Yamane, T. Miyaji, H. Murakami, Y. Kangawa, and A. Koukitu, “Hydride vapor phase epitaxy of AlN: thermodynamic analysis of aluminum source and its application to growth”, *phys. stat. sol. (c)* **0**, No. 7 (2003), in press.
- (17) H. Murakami, N. Kawaguchi, Y. Kangawa, Y. Kumagai, and A. Koukitu, “Improvements in Crystalline Quality of Thick GaN Layers on GaAs (111)A by Periodic Insertion of Low-Temperature GaN Buffer Layers”, *phys. stat. sol. (c)* **0**, No. 7 (2003), in press.



図 1 薄膜材料結晶性解析 X 線回折装置（スペクトリス株式会社：X'Pert-MRD）設置状況

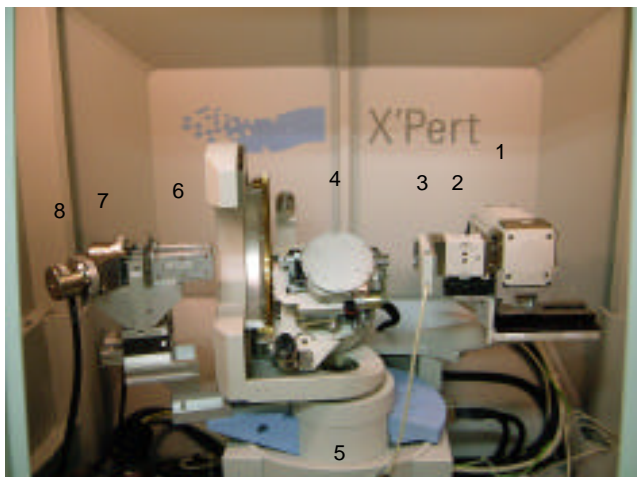


図 2 X'Pert-MRD 中心部：右より 1) X 線管球、2) X 線ハイブリットモノクロメータ、3) 自動減衰板、4) 試料ステージ（5 軸モーター駆動制御クレードル）、5) 高精度ゴニオメータ、6) X 線コリメータ、7) フラットモノクロメータ、8) X 線検出器

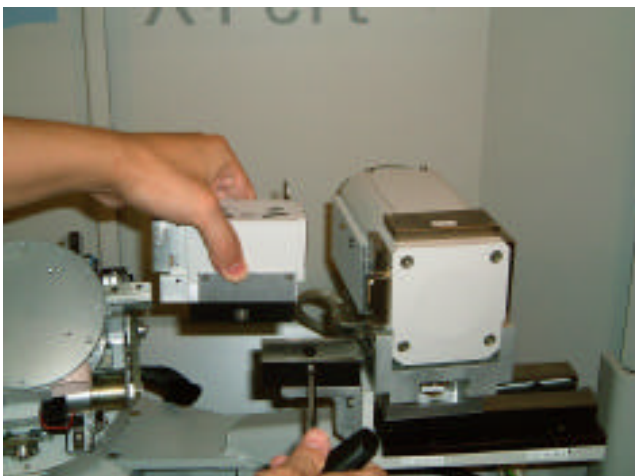


図 3 光学系組み替え作業例：モジュール交換により簡単かつ調整不要で行うことが可能。写真は 4 結晶モノクロメータのセット作業

# X線マイクロアナライザー（XMA）及びX線回折装置

## 1. 利用方法

中央棟5階XMA室に設置しており、習熟者は予約（室内の予定表に記入）により自由に使用できます。利用者、管理者間の電話連絡を密接に行い、常にベストコンディションでご利用いただきたいと思いますのでご協力ください。

ただし、XMA室（X線回折及びX線マイクロアナライザー）での機器の使用に際して 消耗品は受益者負担とする。 重大な過失による故障は、使用者の所属研究室が責任を持つ。の2点を原則とし、別表のような使用料をお支払い頂いております。

### 使用料金表（1997年度改定）

X線回折（RAD-IIC, SG-9）	X線マイクロアナライザー
300円 / 1時間 （出力用紙 10円/1枚）	500円 / 1時間。 但し、6時間以上 連続使用の場合は3,000円 / 1日。 （用紙、消耗品など別途請求）

なお、初めて当装置をご使用になる方は「東京農工大学放射線傷害予防に関する実施細則」に基づき、「エックス線装置取扱従事者」の登録が必要となります。

\* 化学システム工学科 亀山研究室  
亀山秀雄 または 桜井 誠（内線 7066）

## 2. 機器の構成及び性能

### 1) X線マイクロアナライザー

機種	日本電子 JXA - 8900R
購入年月	1994年（平成 6年）3月
基本的機能	0.2~40KeV の電子線を平滑な試料表面に当て、発生する特性X線の波長から成分元素を識別する（定性または半定量測定）。条件が満たされれば、特性X線の強度から濃度を求めることもできる（定量測定）。但し、この場合は一般に補正が必要。 走査電顕としての機能もあり2次電子像（SEM）、反射電子像（BSE）、吸収電子像が観測出来る。

検出可能元素  $^5\text{B}$  (ホウ素) ~  $^{92}\text{U}$  (ウラン)  
 加速電圧 0.2~40KV, 通常は 10~30 KV  
 取り出し角 40 度  
 検出方式 波長分散型 (WDS) + エネルギー分散型 (EDS)  
 分光器 3 台, 内 1 台は軽元素用  
 二次電子像分解能 6 nm  
 測定モード 電子線走査又は試料台移動により点分析, 線分析, 面分析が可.  
 出力装置 昇華型カーブプリンター, インクジェット型カーブプリンター  
 3.5 インチ光磁気ディスク, 3.5 インチフロッピーディスク  
 ワークステーション HP Apollo 9000 シリーズ 700: (19 インチカラーモニター, HP-UX)  
 インターフェース HP-HIL, RS232C, SCSI, HP-IB, ETHERNET, CENTRONICS  
 試料サイズ 試料そのものは 1 mm 程度以上あればよい.  
 マウント 25 mm (厚み 10 mm 前後) の台に取り付ける.  
 形状 原則として平滑な平面が必要.  
 導電性 試料自身に導電性のない場合は事前に薄いカーボン蒸着, 金蒸着などを行う.  
 種類 測定対象としては, 金属やセラミックス等が好適.  
 有機物類はカーボン蒸着をしても極めて微弱な電子線を用いて SEM 像を撮る場合を除き, 強い電子線による分解が起こり装置内部を汚染する可能性が強いので, 通常は不適當.

## 2) X線回折装置

X線回折装置 RAD-IIC (理学電機): '88.03 月末購入. Cu 2KW 管球装着中.  
 コンピュータ制御システムを変更 : rint2000 システム導入('95.10)  
 X線回折装置 SG-9 (理学電機): '72.12 月末購入. Cu 1.5KW 管球装着中.

## 3) 付属品類

試料の作製・観察関係

機器名	メ - カ -	規格, 性能 など
真空蒸着装置	J E O L	JEE-400
光学顕微鏡	ニコン S 型	最高倍率 40×15, カメラ付き, 露出計なし
カタ -	Buehler	ISOMET2000
研磨機	Buehler	研磨紙, 研磨材は使用者持ち

## X線回折 関係

	機 器 名	メ - カ -	規 格 , 性 能 など
	ラウエカメラ	理学電機	Max. Temp. 真空中 1350  フィルム読み取り用簡易型 Max. Temp. 真 空 中 : 1400 He ガス中 : 1200 室温 ~ - 190
	デバイカメラ	理学電機	
	連続高温カメラ	理学電機	
	円筒カメラ	理学電機	
	コンパレ - タ	理学電機	
	試料高温装置	理学電機	
	試料低温装置	理学電機	

### 3. 利用状況

本年度は中央棟2階から中央棟5階に引っ越した。技術の継承がうまく伝わっていないのか装置損傷を伴うようなトラブルが多発している。随時講習会を開くので是非参加して下さい。

#### 1) X線マイクロアナライザー :

全てワークステーションから操作を行なうため初めての方でも、測定原理の勉強、及び講習会を経て、比較的容易に操作できる。

合金、セラミックス、触媒、高温超伝導体等の組成分析に利用されている。

コンピュータを経由せずに、直接各自の手で行うのは試料調製、試料の装置への出し入れのみであるにもかかわらず、事故が多い。

- ・せっかく試料のカーボン蒸着を行っても、試料台との間の導通が確保されていないために、きれいな画像が得られないばかりか、鏡塔内を汚染したり、フィラメントの寿命を縮めたりしている。

- ・試料ホルダーの挿入、取り出し時に試料室のシャッターの引き出し、固定を十分に確認しないために試料ホルダーによりシャッターの O リングを傷つけて真空漏れを起こす事故が数回あった。

しっかり原理を勉強された上で、慎重に取り扱われることを希望します。

#### 2) 真 空 蒸 着 装 置 :

カ - ボン蒸着が主。他の試験的な蒸着に使用される場合もある。

#### 3) X 線 回 折 装 置 :

汎用機器のため、使用頻度はかなり高い(特に RADII-C,(X化))。

SG-9は利用希望研究室が特別に整備を行い、継続的に使用している。

#### 4) . 2002 年度 X R D , E P M A 費用収支内訳 (2003.8.29)

##### 1) 2002 年度収支

収入	7,672,336 円
2001 年度からの繰り越し、使用料、および 2002 年度維持費	
支出合計	1,238,876 円
残高	6,433,460 円

##### 2) 支出内訳

(a) XRD 関連費用	169,680 円
備品, 修理等	0 円
消耗品	169,680 円
(b) EPMA 関連費用	694,416 円
備品, 修理等	365,274 円
消耗品	329,142 円
(c)保守管理, データ整理, 講習会, 謝金など	374,780 円

##### 3) 本年度一般利用料 (保守管理, 講習会利用を除く)

2003 年度会計に組み込み分

(a) X R D 利用料合計	179,950 円
(b) E P M A 利用料合計	111,725 円
合計	291,675 円

#### 共同利用機器利用の手引

責任者	連絡者	期日・時間	機器	費用負担
-----	-----	-------	----	------

亀山秀雄	桜井誠	室内予約表に記入		
(内線 7066)		(通常は先着順)		

X線回折	¥300/hr
X線マイクロアナライザ*	¥500/hr
1日当たり 6hr 以上は	¥3,000 / day



# 解析装置付万能引張り試験機

## 1. 機器の名称、購入年度、設置場所

名称：引張試験機（テンシロン） 購入年度：平成6年度（更新）

設置場所：4号館1階 115号室

## 2. 機器の構成および性能

本試験機は、繊維・フィルム材料の力学的諸特性（引張り・圧縮・曲げにおける弾性率や強度など）を測定することができる。最大荷重容量 5 kN（ロードセル 5 kN, 100 N, 10 N）精度 1%、ストローク 690 mm、速度 0.5～1000 mm/min。

## 3. 利用状況

主たる利用学科	有機材料化学科	年間使用時間	155時間
利用研究室数	4研究室	年間実使用人数	50名
年間利用日数	58日	一日平均稼働時間	2.7時間

上記は有機材料化学科の学生実験での利用も含む。有機材料化学実験（3年生）の物性実験では高分子の力学的性質についての学習で利用している。この他に各研究室の用途として、高分子及び繊維材料の力学的特性の解明や分子配向制御の目的での利用がある。

## 4. 会計報告

平成14年度 消耗品費 学生実験費及び利用者負担

## 5. 利用方法、問い合わせ先

機器の利用は下記の管理者に連絡、申し込みの上で利用して下さい。なお、利用料金は原則として消耗品などを利用者に負担して頂きます。

管理者： 有機材料化学科 白井博明（4号館2階 241号室 内線電話7055）

## 6. 運営委員名（利用者委員会メンバー）

白井 博明、 齋藤 拓、 渡邊 敏行（有機材料化学科）

## 7. その他

特になし

# 高速度撮影装置

## 1. 装置の概要

本装置は英国 Hadland Photonics 社製の Imacon790 型で、その構成と仕様は次のとおりです。

- 内訳： イメコン 790-S20UV カメラ本体  
1/4T1 × 10<sup>4</sup> FPS フレーミングプラグイン  
2/5T2 × 10<sup>5</sup> FPS フレーミングプラグイン  
2/7T2 × 10<sup>7</sup> FPS フレーミングプラグイン  
FS 1 ~ 10ns/mm ストリークプラグイン  
MS/CV 10 ~ 100ns/mm ストリークプラグイン  
クォーツレンズ 60mmUV f2.0  
80/40 イメージインテンシファイヤ
- 仕様： 記録範囲（プラグイン選択による）  
    フレーミング 1万コマ/秒 ~ 2千万コマ/秒  
    ストリーク 100μs/mm ~ 1ns/mm  
    フォトカソード分光特性 S20UV  
    UVクォーツレンズ付き  
    蛍光面の大きさ 90  
    ポラロイド撮影装置付き  
    チャンネルプレート型インテンシファイヤ付き  
    使用電源 100VAC 50/60Hz, 消費電力 50W  
    大きさ 84cm × 38cm × 250cm, 重量（本体） 31kg

以上のほかに、有志研究室からの拠出・拠金により次の周辺機器・アダプタを備えました。

- 電動シャッター
- トリガ用ディレイジェネレータ
- 国産レンズ用マウントアダプタ
- レンズ ニッコール 85mm F1.4S
- マイクロニッコール 105mm F2.8S

## 2. 利用方法

利用希望の方は、利用者委員会委員にご連絡ください。委員は次のとおりです。

国枝正典（委員長，機械システム，内線 7100）

高橋雄造（電子情報，内線 7127）

亀田正治（機械システム，内線 7075）

利用のルールは当分のあいだ以下のとおりとし，問題のある場合はその都度協議することとしています．

- 1) イメージ管・イメージインテンシファイアに過度に強い光を入れて焼かないように，使用に当たっては十分な対策を施し，かつ細心の注意を払う．
- 2) 使用者（使用研究室）は，本装置を使って行なう 1 研究テーマにつき 5 万円を拠出する．
- 3) 1 研究テーマの開始から終了までの期間は最大 1 年間とする．
- 4) 工学部経理に本装置設置のための予算差引口座を設け，使用者はこの口座に予算を移し替えるものとする．

本装置には運営費が配分されませんので，実際の運営はすべて拠金や現物・労力の拠出によって行なっております．ご協力をお願いします．

### 3. 活動報告

本装置を用いた研究から，最近は次のような分野の研究が行なわれました．

- 沿面放電の進展
- 電磁リレーのチャタリングと火花ノイズ
- 放電加工プロセスの観察
- 振動圧力場中における 2 個の気泡の挙動
- 気泡を含む高粘度液体中における圧力波の伝播挙動の観察

平成 14 年度に発表された研究成果は以下のとおりです．

本装置は大変老朽化が進んでおり、ほとんど利用されませんでした。

### 4. 会計報告

本装置には運営費が配分されていません．前回の年報発行以後の活動は，すべて現物・労力の拠出によって行なわれましたので，支出金額もゼロです．

### 5. 更新への努力

本装置は設置から 26 年近くを過ぎて，故障が起き易く，撮影の安定性も悪化し

ています。より高性能の新鋭機種が市販されていますので、近い将来の更新が望まれます。

# 液体窒素貯蔵タンク

## 1. 利用方法

- 1) 利用者は容器を用意し、それをタンクの設置場所(小金井キャンパス正門西)に運び、利用者自ら汲み取る。
- 2) 供給日：月曜日～金曜日のウィークデー
- 3) 供給時間：汲み取り時のロスを減らすために、出来るだけ午前中に集中して汲み出して下さい。
- 4) 汲み取りは、貯蔵タンク付属のコック(印あり)を回して行い、終了後はそれをしっかり締める。
- 5) 汲み取り量の計測は、容器の満タンを確認して行う。汲み取り前の残量が無視出来れば容器の表示量で汲み取り量とする。(ただし、若干の残量があった方が、汲み取り時のロスが少なくて済み、省エネルギーになりますので御協力お願いします。)
- 6) 汲み取り量はタンクの所に備えてある帳簿に各研究室毎に記入する。  
(年度末に集計して各教官の校費から落とされます。)

## 2. 性能諸元

昭和52年春に液体窒素タンクを工学部内に設置し、同年6月に全学的に供給を開始した。

タンクの性能諸元：日本酸素(株)製 CE-3型 容量2500ℓ

## 3. 成果概要

年 度	S 6 2	S 6 3	H 1	H 2	H 3	H 4	H 5	H 6	
購 入 量 (kℓ)	61.0	62.3	67.9	69.8	81.2	75.2	74.8	85.4	
購入単価 (円/ℓ)	44.1	44.0	45.3	45.3	48.4	48.4	48.4	48.4	
経 費	購入金額(千円)	2,693.1	2,739.7	3,076.5	3,164.4	3,928.6	3,638.5	3,620.3	4,132.6
	定期検査(千円)	75.0	75.0	77.3	77.3	77.3	77.3	77.3	77.3
	中間検査(千円)	41.0	41.0	42.2	42.2	42.2	42.2	46.4	46.4
	工事 (千円)	-	111.0	-	-	-	-	-	-
	雑費* (千円)	10.0	10.0	77.3	10.0	-	30.9	10.0	-
計 (千円)	2,819.1	2,976.7	3,273.2	3,293.9	4,048.0	3,788.9	3,754.0	4,256.2	
使用研究室・他	49	55	53	55	56	60	62	63	
使用量(kℓ)	20.6	18.1	20.7	21.4	26.5	26.1	30.5	27.2	
有効使用率(%)	33.7	29.1	30.4	30.7	32.7	34.8	40.8	31.9	
経費平均単価*(円/ℓ)	138	165	159	154	153	146	124	157	

年 度	H 7	H 8	H 9	H 1 0	H 1 1	H 1 2	H 1 3	H 1 4	
購 入 量 (kℓ)	87.1	114.7	130.1	120.8	110.0	122.1	104.3	102.0	
購入単価 (円/ℓ)	47.4	37.1	37.8	37.8	39.9	40.95	40.95	40.95	
経 費	購入金額(千円)	4,124.5	4,379.5	4,920.5	4,568.0	4,389.6	5,001.5	4,271.0	4,177.4
	定期検査(千円)	77.3	-	-	-	78.8	78.8	78.8	78.8
	中間検査(千円)	46.4	-	-	-	-	-	-	-
	工事 (千円)	1,462.0	-	-	241.5	-	-	-	-
	雑費* (千円)	-	15.5	49.4	26.7	115.5	31.5	147.0	84.0
計 (千円)	5,710.1	4,395.0	4,969.8	4,836.1	4,583.8	5,111.8	4,496.7	4,340.1	
使用研究室・他	64	60	66	66	64	66	72	69	
使 用 量 (kℓ)	40.8	57.1	65.7	65.0	57.9	67.1	56.8	52.9	
有効使用率 (%)	46.9	49.8	50.4	53.8	52.6	55.0	54.5	51.9	
経費平均単価**(円/ℓ)	140	77	75.7	74.4	79.2	76.1	79.1	82.0	

\* ) フレキシブル管の購入、修理代など

\*\* ) H 8 より計算方法変更。使用容器の容量によって実質単価は異なる。

#### 4. 利用者委員会からのお知らせ

タンクの施錠管理およびタンクの維持管理を当番制でお願いしている。当番の教官が利用者委員会を構成している。また保安管理責任者の教官が1名いる。当番は、

- 1) 年度毎に5研究室にお願いしている。
- 2) 週交代で順次担当していただいている。
- 3) 当番の作業内容はタンクの所に掲示されているが、
  - a) タンクの内圧を3 kg/cm<sup>2</sup>以下に保つ。タンク内圧が上昇したらバルブB-1を開いてガスを放出する。
  - b) 液面およびタンク内圧をC E 日常巡回点検記録表に記入する。併せて、ガス洩れ、弁の異常等の有無も記入する。
  - c) 窒素は、業者が毎週火曜日と金曜日の午前中に補給してくれる。満タンで16目盛り。次の補給日までにタンクが空になる恐れがあるときは、契約第三係に連絡する。

利用者委員会から利用者の皆様へのお願い：

汲み取りに伴う液体窒素のロスを少なくするために、

- 1) 出来るだけ午前中に集中して汲み出して下さい。
- 2) 容器の底に若干の液体窒素を残し、容器を冷えた状態にしたまま汲み取って下さい。

#### 4.1 利用者委員会（当番）

年 度	S 6 3	H 1	H 2	H 3	H 4	H 5	H 6	H 7
利用者 委員会 (当番)	東 (F)	宮田(B)	東 (B)	平林(B)	尾見(B)	朝倉(B)	重原(B)	松岡(L)
	加部(K)	鈴木(B)	加部(B)	田中(B)	瀧瀬(B)	佐藤(B)	小宮(B)	松永(L)
	高橋(P)	長谷川(M)	高橋(A)	國眼(B)	鶴淵(A)	白井(B)	長谷川(M)	福岡(C)
	難波(E)	垂井(A)	難波(A)	小宮(B)	小林(A)	越田(A)	蟻川(A)	加部(C)
河野(B)	河野(A)	河野(A)	江村(A)	須田(A)	上迫(A)	黒岩(A)	佐藤(A)	
保安管理	小林(D)	小林(D)	小林(A)	小林(A)	小林(A)	小林(A)	小林(A)	小林(A)

年 度	H 8	H 9	H 1 0	H 1 1	H 1 2	H 1 3	H 1 4	H 1 5
利用者 委員会 (当番)	大野(L)	武田(C)	小関(L)	秋山雅(C)	松岡(L)	大野(L)	太田(L)	小関(L)
	加藤(C)	小山(C)	小宮(C)	西尾(C)	松永(L)	平野(F)	尾崎(G)	小宮(F)
	望月(M)	鶴淵(A)	白井(C)	重原(C)	瀧瀬(F)	佐藤(G)	亀山(K)	白井(G)
	森下(A)	上迫(A)	田中(C)	上野(E)	秋山(G)	池田(M)	越田(E)	永 井
永 井	宮 田	須田(E)	尾 見	佐藤(P)	森下(P)	荻 野	中 田	
保安管理	黒岩(A)	黒岩(A)	黒岩(E)	黒岩(E)	黒岩(E)	黒岩(E)	黒岩(E)	黒岩(E)

#### 4.2 年度決算について

容量 L (ℓ)の容器に 1 回汲み取った場合、

$$V(\ell) = L(\text{汲取量}) + 5(\text{固定ロス量}) + L^{2/3}(\text{容器冷却時ロス量})$$

を計算上消費した量(計算使用量)とします。各研究室には、液体窒素総経費を各研究室の 1 年間の V の総量に応じて比例配分した額を負担して頂きます。従って、使用容器の容量によって、実質単価は異なることとなります。参考資料として、平成 1 4 年度液体窒素教官別使用量及び負担額を次ページに掲げます。

今後とも、経済的で安全な液体窒素の供給体制を維持すべく御協力をお願いします。

#### 4.3 問い合わせ先

電気電子工学科 黒岩統一 内線:7118

e-mail: kuroiwa@cc.tuat.ac.jp

平成14年度 液体窒素教官別使用量及び負担額

学 科 名 等	研 究 室 名 等	汲 取 量	計 算 使 用 量	金 額	
工学部 生命工学科	松岡英明	900 ℓ	2,326 ℓ	108,622 円	
	朝倉哲郎	260	523	24,425	
	小関良宏	1,170	2,807	131,065	
	奥山健二	400	786	36,685	
	神鳥成弘	20	39	1,834	
	美宅茂樹	140	403	18,826	
	太田善浩	520	1,021	47,690	
	早出広司	15	26	1,218	
	養王田正文	334	503	23,473	
	松永 是	370	665	31,027	
	大野弘幸	4,740	8,083	377,410	
	三宅・中村	1,550	2,258	105,444	
	(連携) 応用分子化学科	繻繻明伯	265	685	31,983
		武田 猛	530	1,041	48,607
		田中 健	20	52	2,414
		山崎 孝	545	1,409	65,776
		鈴木健之	115	297	13,879
		前田和之	662	1,328	62,018
		小宮三四郎	1,850	3,028	141,370
		NMR 300MHz(小宮)	2,040	3,044	142,134
		平野雅文	1,370	2,228	104,011
		重原淳孝	1,000	1,964	91,711
	有機材料化学科	米澤宣行	345	681	31,785
		市原祥次	1,420	2,457	114,732
		齋藤 拓	260	469	21,908
		尾崎弘行	1,840	3,282	153,250
		豊田昭徳	635	1,257	58,671
		臼井博明	1,650	3,241	151,324
		堀江一之	550	1,080	50,441
		渡邊敏行	360	707	33,016
		村瀬繁満	1,250	2,157	100,722
		亀山秀雄	470	1,215	56,725
	化学システム工学科	加部利明	185	438	20,457
松岡正邦		75	194	9,052	
細見正明		130	336	15,690	
長谷川正		125	323	15,086	
機械システム工学科	高橋 徹	40	65	3,023	
	池田浩治	320	629	29,348	
	望月貞成	32	224	10,459	
	M共通	95	239	11,176	
物理システム工学科	佐藤勝昭	5,330	7,115	332,223	
	森下義隆	5,740	7,292	340,462	
	鶴淵誠二	500	982	45,856	
	谷 俊朗	520	1,127	52,616	
電気電子工学科	P共通	235	465	21,697	
	鮫島俊之	50	98	4,586	
	上迫浩一	1,140	1,879	87,728	
	飯村靖文	595	1,538	71,811	
	越田信義	1,340	2,535	118,373	
	須田良幸	60	118	5,503	
	黒岩紘一	236	502	23,439	
	上野智雄	670	1,223	57,084	
	直井勝彦	185	357	16,689	
	磯 守	10	26	1,207	
工学研究科	NMR EX-400(佐藤壽)	250	343	16,009	
	NMR 500MHz(佐藤壽)	2,510	3,449	161,058	
機器分析センター	電子顕微鏡(長谷川正)	35	90	4,224	
	園芸学	5	13	603	
農学部 生物生産学科	平澤 正	10	20	917	
	佐藤壽彌	500	988	46,145	
生物システム応用科学研究科	荻野賢司	860	1,689	78,872	
	尾見信三	285	737	34,397	
	永井正敏	840	1,706	79,646	
	堀尾正毅	100	276	12,874	
	神谷秀博	225	582	27,155	
	中田宗隆	1,050	2,062	96,297	
	高柳正夫	100	196	9,171	
	岡崎正規	32	92	4,303	
	諸星紀幸	910	1,943	90,702	
	計		52,921	92,952	4,340,134



# ・機器分析センター運営委員

## 1. 機器分析センター所属教職員

センター長（併）	黒川 隆志	（内線 7292）（H15.7.1～）
専任教官	野口 恵一	（内線 7188）
技術補佐員	滝沢 淳子	（内線 7189、7948、7947）
研究支援推進員	上堀 創一	（内線 7188）（H15.5.16～）

## 2. 機器分析センター運営委員会委員（平成 15 年 12 月現在）

### 農 学 部

瀬戸 昌之	（H14.4.1～H16.3.31）
蜷木 秀信	（H14.4.1～H16.3.31）
夏目 雅裕	（H14.4.1～H16.3.31）
武田 庄平	（H14.4.1～H16.3.31）

### 工 学 部

中村 暢文	（H14.4.1～H16.3.31）
米澤 宣行	（H14.4.1～H16.3.31）
梅田 倫弘	（H14.4.1～H16.3.31）
黒岩 紘一	（H14.4.1～H16.3.31）

### 大学院生物システム応用科学研究科

永井 正敏	（H14.4.1～H16.3.31）
-------	--------------------

## V. あとがき

機器分析センターの年報 No.11 ができあがりしました。関係の諸先生方のご協力のもとに、この年報が発行できましたことをこの場をかりてお礼申し上げます。

平成 14 年度は、核磁気共鳴装置(機器室 5 に設置)と X 線回折装置(機器室 3 に設置)について、学長裁量経費でその一部更新が認められました。核磁気共鳴装置の更新は昨年度に継続して行われたものであり、X 線回折装置については、単結晶自動解析装置の構造解析システムの更新と粉末 X 線回折装置の装置制御・データ解析部の更新が行われました。

機器室 7 に設置されておりました多目的画像処理装置が廃棄され、新たに薄膜材料結晶性解析 X 線回折装置が設置されました。装置の概要について、装置管理の実務を担当されている熊谷先生に紹介していただきました。本年報の記事をご参照下さい。

平成 13 年 6 月より、機器分析センター研究支援推進員として X 線回折装置を中心に装置の維持・管理を担当された吉池瑞穂さんが平成 15 年 3 月で退職されました。後任には、上堀創一さんが平成 15 年 5 月に着任致しました。

本年度も利用しやすい機器分析センターを目指し、機器の利用環境の整備を進め、本学の教育研究の発展に寄与することができるよう努力していきたいと思っております。今後とも、皆様のご協力をよろしくお願いいたします。

平成 16 年 1 月 16 日  
機器分析センター 野口 恵一

平成 16 年 2 月 5 日 発行

編集兼発行所 東京農工大学機器分析センター  
〒184-8588 東京都小金井市中町 2-24-16  
TEL(042)388-7188 FAX(042)388-2041

印刷所 (有)ありすみ印刷  
〒184-0012 東京都小金井市中町 4-14-15  
TEL(042)385-0104 FAX(042)384-5985