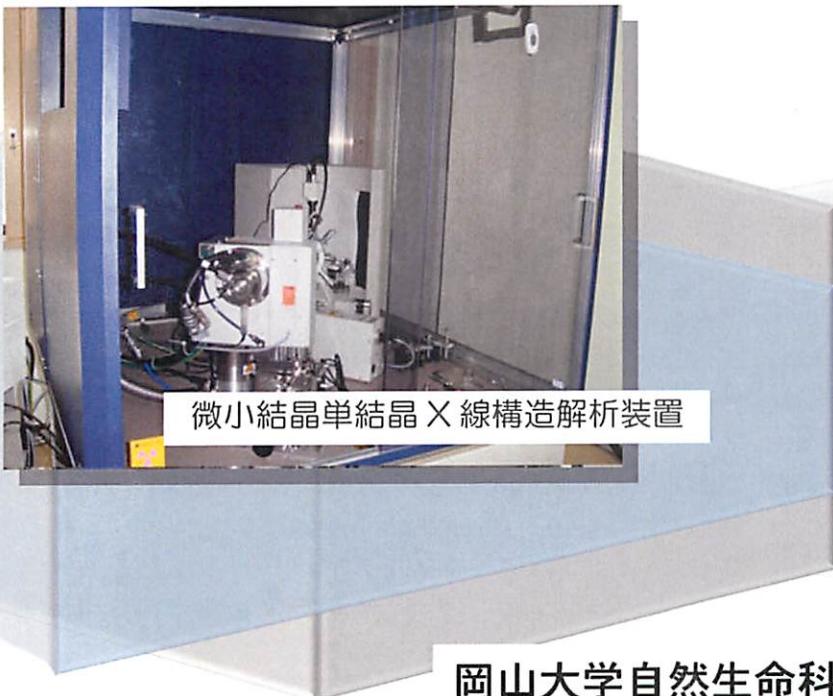
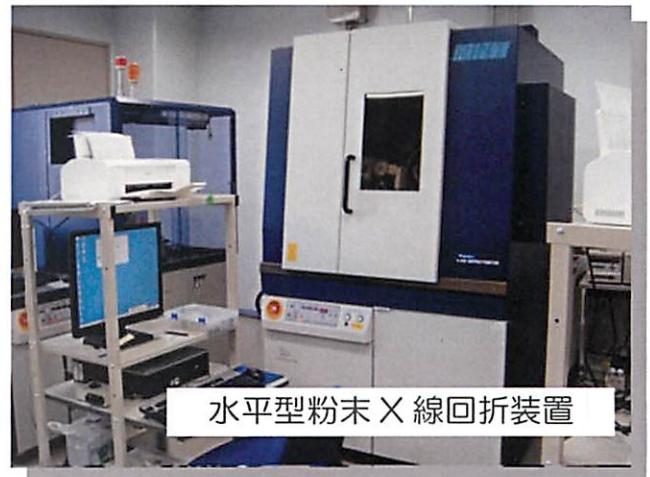
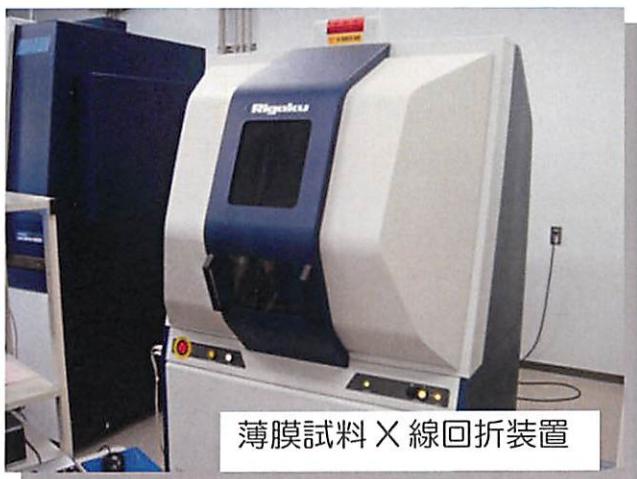


# 機器分析 NEWS

共同利用機器の紹介：X線回折トリオ



No.12  
2012.3

岡山大学自然生命科学研究支援センター  
分析計測・極低温部門 分析計測分野

## 目 次

■ 卷頭言		
分析機器有効活用のための体制整備		
分析計測分野長	山田 秀徳	1
■ 共同利用機器の紹介 (14)		
X線回折装置群		
分析計測分野	太田 弘道	2
■ 特別寄稿		
第9回自然生命科学研究支援センター		
分析計測・極低温部門 分析計測分野講演会要旨		
生体イメージングの新手法開発 -混雑系の有機化学に向けて-		
同志社大学理工学部	青山 安宏	5
■ 他大学の機器分析センター (8)		
北海道大学 創成研究機構		
共用機器管理センター 委託分析部門		
分析計測分野	小坂 恵	6
■ 分析計測部門の装置を利用した研究成果 (H23年)		8
■ ニュース		13
共同利用機器の設置		
共同利用機器の利用手順		
研修会、講習会の開催		
機器管理責任者・監守者名簿		
主な動き		
職員名簿		
編集後記		



## 分析機器有効活用のための体制整備

岡山大学自然生命科学研究支援センター

分析計測分野長

山田秀徳

皆様もご存じのように、分析機器の導入や更新、維持管理のための大学予算はひつ迫しております。高いレベルの研究成果を効率よく発信し続けるためには、大型の分析機器は学内共同利用実験施設で集中管理し、最大限に有効活用する体制を整えるしか方策はありません。そして、そのためには共同利用実験施設に人とお金を集中投資する必要があることは国立大学法人共通の認識となっています。

国はこの問題に先進的に取り組んでいる6校（北海道、大阪、金沢、広島、東京農工大、名工大）に、平成23年度から3年間にわたり「設備サポートセンター整備事業」としての予算を配分し、その間に他校のモデルとなるような体制を完成させるよう促しました。さらに平成24年度からは千葉大学にもこの予算が配分されます。平成23年10月に、本校が当番校となって岡山の地で開催した「第15回国立大学法人機器・分析センター会議」では、当然ながらこの問題に議論が集中しました。岡山大学の分析計測分野においても、この2年間で事務補佐員1名、技術補佐員1名、技術職員1名の配置等、体制整備に努めてまいりましたが、まだまだ不十分であることが明らかになりました。

幸い本学においては、これまでの予算編成の基本方針見直しが始まっており、山本進一自然生命科学研究支援センター長（副学長）のお話からは、変化の予感とも思える大きな希望が見えています。私自身は定年退職により、この3月で分野長を退任致しますが、新分野長の西原康師先生はじめ、分析計測分野の教職員の努力、そして何よりも皆様方の共同利用機器の活発なご利用により、岡山大学の分析計測分野における共同利用機器の導入、運用、維持管理、サービス等が全国のモデルとなり、速やかに「設備サポートセンター整備事業」に採択されるレベルになることを、外から楽しみに見守っていきたいと思います。長い間どうもありがとうございました。



## 共同利用機器の紹介（14）

### X線回折装置群

自然生命科学研究支援センター 太田弘道

X線回折測定の基本は、あらかじめ単色化された特性X線を試料に照射し、生じた回折X線の強度、角度をもとに試料の結晶状態に関する情報を得ることである。試料が薄膜、粉末、単結晶のいずれであっても、この基本原理は共通であるが、試料の形状、結晶状態に応じて装置は特徴を持っている。各々の装置についての詳細な原理説明などは他に譲り、ここではX線回折装置群の比較に重点を置いてみたい。

説明を簡単にするためにいくつかの角（軸）を定義することにする。ちなみにX線回折装置はgoniometerとX線源、検出器、光学素子から成ると説明される。このgoniometerの訳は「測角器」である。なじみのない単語かもしれないが、意味は見てのとおりである。定義すべき角は4つある。その中でも直感的にわかりやすく、かつ重要な軸が $2\theta$ である。定義としては入射X線から見た検出器の方向の角度であり、Braggの回折条件の式に出てくる角もこの $2\theta$ である。残りの3つは相補的な関係にあり、3つまとめて考えた方が理解しやすい。すなわち、入射X線の方向を基準として、試料をあらゆる方向に回転させるために必要な軸である。直交座標系ではx、y、zそれぞれの軸周りの回転Rx、Ry、Rzと考えるのが簡単であるが、装置設計の都合上、 $\omega$ 、 $\chi$ 、 $\phi$ の3つが採用されている。

表 X線回折装置3機種の比較

		粉末用装置 Rigaku Rint TTRIII	単結晶用装置 Rigaku Vari-MAX Rapid	薄膜用装置 Rigaku Smart Lab
機械軸	$2\theta$	○	二次元検出器	○
	$\omega$	2 $\theta$ と連動	○	○
	$\chi$ 、 $\phi$	固定	○	○
ビーム形状		ライン	ポイント	ライン
重視されている点		強度、角度分解能	ビームの集光性 二次元検出器	ビームの平行性

これらの軸がどのように備えられているかという観点から、粉末用装置(Rigaku Rint TTRIII)、単結晶用装置(Rigaku Vari-MAX Rapid)、薄膜用装置(Rigaku Smart Lab)を比較してみる。まず、機械的に軸が最も少ないのが粉末用装置である。光学系調整用の軸を除くと、測定の際に可動する軸は $2\theta$ と $\omega$ だけであり、 $\chi$ と $\phi$ は固定されている。さらに、特殊な測定方法を除いて、 $2\theta$ と $\omega$ は $\theta=\omega$ となるよう連動しているため、最終的には角度としては $2\theta$ のみが残る。次に、単結晶用装置を考える。この装置では $\omega$ 、 $\chi$ 、 $\phi$ の三つの軸が存在し、測定の際に試料を様々な向きに向けることが可能である。一方で $2\theta$ 軸は存在しない。これは検出器に2次元検出器(イメージングプレート)を採用しているためである。最後に薄膜用装置では $2\theta$ 、 $\omega$ 、 $\chi$ 、 $\phi$ のすべてが備

わっている。

このような装置の差異がなぜ生じるかを、それぞれの試料形状、結晶状態の特徴と関連付けて考えてみる。まず、粉末試料では無数の結晶が不特定の方向を向いているため、試料の方位に関する情報が失われている。そのため、試料に対してどの方向からX線を入射したかは意味を持たず、入射した方向に対してどの方向に回折線を生じたかが問題となる。この結果、最終的なデータとしては回折角 $2\theta$ と相対強度の組み合わせとなり、検出器を動かす軸 $2\theta$ のみが重要となる。特徴としては、粉末試料を用いる為、一般的に強度を稼ぎやすく、特定の軸に特化してスキャンを行うことで、その方向への角度分解能が高いデータが得られる。このため、微小回折線の検出による微量結晶相の同定などに適している。反面、回折パターンもしくは格子定数の情報をもとに解析を行うため、全くの未知化合物に対しては情報を得にくいという欠点がある。

次に単結晶を考える。単結晶では粉末の時とは対照的に結晶の方位の情報が重要となる。結晶の方位を変えながら数千、数万の回折線の強度を精度よく測定する必要があるため、検出器をその都度、回折線が生じる位置に移動させ、測定するのは非効率的である。そこで、ある方位に結晶を動かして、広範囲( $2\theta: 0\sim\text{約}140^\circ$ )の回折線を二次元検出器を用いて一度に測定し、方位を変えて再び測定、という繰り返しを行う。二次元検出器には位置分解能があるため、異なる場所に飛んできた回折線はそれぞれの位置(角度)と相対強度を測定することができる。直接得られるデータは前述の4つの角度と相対強度の組み合わせであるが、一般的にはこれらのデータを解析し、すべての回折線を合理的に説明できる結晶格子の格子定数と方位を求め、この結晶格子のミラー指数と相対強度の組み合わせを用いて、測定データを表記する。さらに、3次元的な分子模型を作成し、その構造から計算される回折パターンと、実際の回折パターンとが一致するようモデルを精密化することにより、分子構造を決定することができる。一般的にこの解析におおよその組成式の情報があれば、それ以外の情報は不要である。また、格子定数だけでなく、原子間の結合距離、結合角度まで決定できるため、構造が未知の化合物の解析などに威力を発揮する。このように得られる情報量は豊富であるが、試料が単結晶でなければならないという制約がある。



図1 左) 単結晶X線構造解析用の単結晶試料 ( $0.15\text{ mm}\times0.12\text{ mm}\times0.12\text{ mm}$ )  
右) 得られた解析結果 試料: cytidine C9H13N3O5



最後に薄膜試料であるが、大きく二つに分けて考えることができる。多結晶的な薄膜と単結晶的な薄膜である。前者は粉末試料と同様に考えることができるが、薄膜試料では一般的に面内方向と積層方向で環境が異なるため、試料にも結晶学的な異方性が生じる可能性が高い。このため結晶の方位も完全なランダムではなく、偏りが生じる。一方、後者はこの偏り（選択配向）が極端に強くなったものと考えることができる。このように薄膜試料では、常に試料の異方性が重視されるため、方位に関する軸 $\chi$ 、 $\phi$ が重要となる。

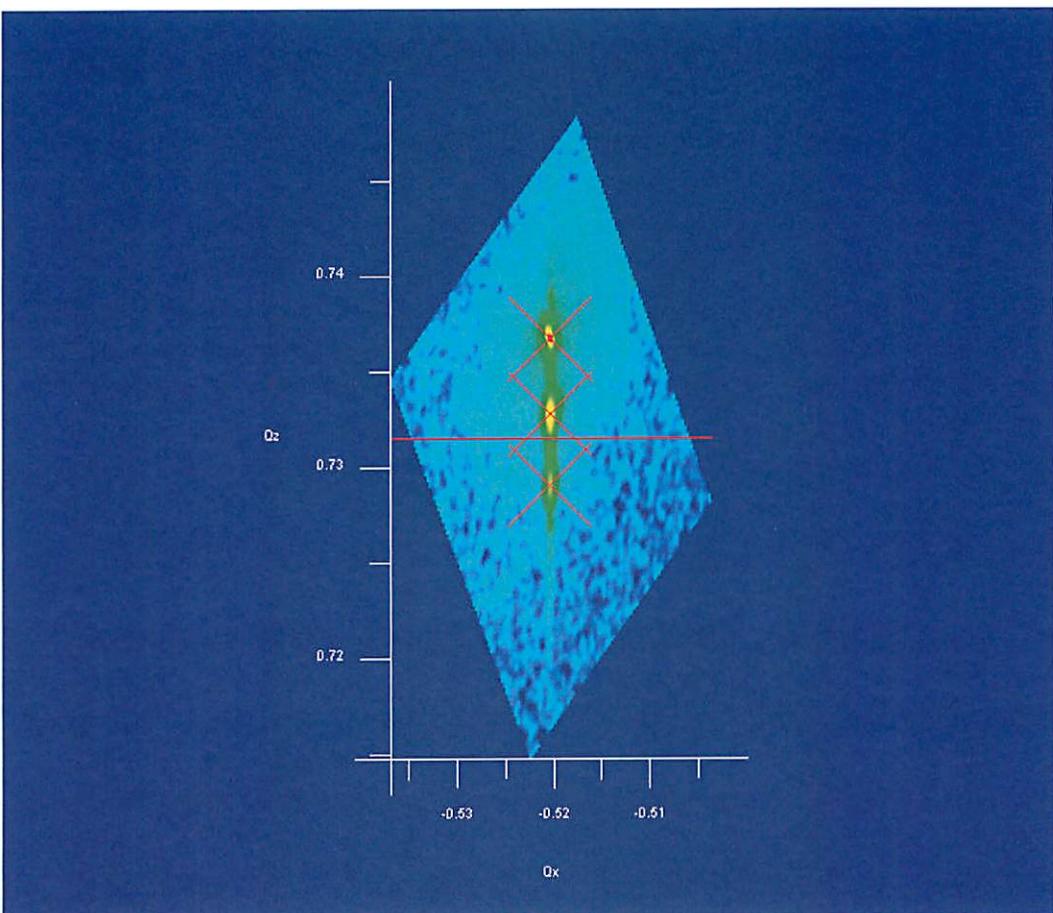


図 2 単結晶薄膜試料 (SiGe/Si) の逆格子マップ測定結果

薄膜用装置の二つの軸 ( $\chi$ 、 $\phi$ ) を用いて、入射X線と試料の特定の結晶軸を一致させるよう、試料の位置、傾きを調整する。その後、 $2\theta$ と $\omega$ を用いて特定の結晶面の傾きと面間隔を測定することにより、単結晶薄膜試料の面内方向、積層方向の格子定数を決定することができる。

#### 【共同利用と依頼測定】

今回紹介した3台の装置はいずれも共同利用装置として公開しています。また、操作に慣れるまでのトレーニング、依頼測定も分析計測分野にて対応しています。試料の形状、解析の目的に応じた装置の選定、分析相談なども受け付けていますので、興味をお持ちの方は下記までお気軽にお問い合わせください。

自然生命科学研究支援センター 分析計測分野  
技術職員 太田弘道 内線：8747 mail : h-ota@cc.okayama-u.ac.jp

第9回自然生命科学研究支援センター 分析計測・極低温部門分析計測分野講演会

## 生体イメージングの新手法開発 -混雑系の有機化学に向けて-

同志社大学（理物理学部） 青山 安宏 教授



概要：生体は混雑系である。この中で、特定の物質なり反応なり現象を選択的に検出（可視化、イメージング）するためには妨害シグナルを極力抑制せねばならない。すなわち、オン／オフ機能の付与である。我々は特に多重共鳴NMRの有用性に着目した。これは、 $^{15}\text{N}$ - $^{13}\text{C}$ - $^1\text{H}$ など、NMR活性核種の連続配列を選択的に観測する手法である。一方、蛍光法においては”蛍光青色RNA”的転写解析への応用を検討してきた。我々が取り組んできた生体イメージング新手法開発の幾つかの例を紹介したい。

ご講演中の青山先生



平成23年6月24日(金) 第5限、工学部6号館 第13番講義室で、講演会が行われました。



## 他大学の機器分析センター（8）

### **北海道大学 創成研究機構 共用機器管理センター**

#### **委託分析部門 共用機器部門**

冬の北海道へ、なんとか行ってみたいものだと、思っていました。雪降る街を歩いてみたいと思っていました。

去る10月28日に、第15回国立大学法人 機器・分析センター会議が岡山で開かれ、全国の皆様が岡山に集まりました。受付で北海道大学の方々に気付き、「遠いところをありがとうございます。」と言ったのですが、その時には、北海道行きが本当に実現するとは思っていませんでした。

会議が無事終了して、懇親会の席で、学内外に公開している、プロテインシーケンサーのこと、北海道大学創成研究機構 共用機器管理センター 委託分析部門 岡 征子部門長とお話しする機会がありました。部門長の凛とした中にも物腰柔らかなお話ぶりに、ついつい、もしお時間をいただけるなら、施設の見学をしたいと思いきってお願いしてしまいました。実は、北大で開かれる学会に行こうかどうかと迷っていました。ぜひぜひと快諾してくださったので、意を決して伺うことになりました。

とはいえ、温暖な南部の岡山生まれの岡山育ち、スタッドラスタイルも知らず、たまに雪が積もれば休暇をとるというような、寒さに無防備な私のこと、岡部門長の「冬用の靴で来て下さい。」のご忠告も、「????」の状態でした。お時間をいただけたことになった、11月24日、札幌は、一度雪が積もったらしく、道の端に雪が解け残っている状態でした。日中の最高気温は3℃、コートの下に薄手のダウンジャケットを着込んで向かいました。

委託分析部門の建物では、岡部門長が待っていてくださって、3階建の建物の中をじっくりご案内いただきました。前身の薬学部 元素分析室から始まり、50年をこえる歴史を重ねてこれまでました。現在は、元素分析、NMR、質量分析、アミノ酸組成分析、タンパク質配列分析を行っておられます。質量分析装置が5台、所せましと並ぶ測定室に溜息をつきました。多くの職員の方々が、忙しく分析を行っていました。こちらでは、年間の依頼件数が、1万件にもなるそうです。部門のHPから分析機器の稼働状況が一目でわかる様につくってあり、工夫をこらしています。

委託分析部門のあと、共用機器部門の見学もさせていただることになり、部門長の車で連れていっていただきました。広い広い北海道大学のキャンパスの北に共用機器部門 オープンファシリティがあります。ゆったりとそびえ立つオープンファシリティの姿に圧倒されました。実は、

訪問前に HP に掲載されてあった紹介の動画を見てきたのですが、実際に見てみると、建物の規模の大きさ、利用できる装置の数の多さに驚きました。

委託分析部門 岡征子部門長、共用機器部門 吉沢友和様、お忙しい中お時間を作っていただき、丁寧にご説明くださいまして、ありがとうございました。30分ほどで失礼しようと思っていたのに、結局2時間あまりおじゃましました。とても密度の濃い、感慨深い訪問となりました。ありがとうございました。

ところで、憧れの雪降る街は、というと、札幌滞在中、一時、ぱっと粉雪が舞いました。いそいそと雪景色のキャンパス内を散歩に出かけ、顔がひきつってしまうような冷気と粉雪を楽しみました。でも、北大の皆さんには信じられないくらい軽装で、びっくりしました。建物の中は大変温かいのですね。雪の影響ではありませんでしたが、帰りの飛行機に接続する電車が遅れ、ハラハラしました。雪降る街に住むことが憧れだけではすまないことを考えながら、帰路につきました。

(小坂 恵)

各部門の最新情報はこちらをご覧ください。

委託分析部門 <http://www.hokudai.ac.jp/pharma/analys/index.html>

共用機器部門 <http://www.cris.hokudai.ac.jp/openfacility/>



北海道大学創成研究機構 共用機器管理センター 委託分析部門



## ◇◆◇ 分析計測部門の装置を利用した研究成果 (H23 年) ◇◆◇

利用状況がわかるように、装置の組み合わせに従って論文を分類してあります。

### 1. CNE 精密表面形状測定器、 2. 表面粗さ測定機

Masanori Seki, Naruto Nishie, Seiya Kozai, Masamitsu Kakuda, Hitoshi, Soyama, Akima Naito and Masahiro Fujii

Fatigue Strength of Steel Rollers and Gears Treated by Cavitation Peening with Short Processing Time (A Case of Processing Time of 1 minute and 5 minutes)

Journal of Advanced Mechanical Design, Systems, and Manufacturing, Vol.6, No.1, pp.33-43, 2012, 1

### 3. 3 次元光学プロファイラーシステム

E. Sogabe, K. Ohashi, N. Lu, M. Fujiwara, T. Onishi, S. Tsukamoto

Machining Characteristics of Cylindri-cal Blasting and Application to Micro Patterning  
Advanced Materials Research, Vols. 325, pp.570-575, 2011

### 4. ベクトルネットワーク・アナライザー

小松満・藤田知大・榎利博

浅層帶水層への気体注入及びその移動現象に関する研究  
地盤と建設, Vol.29, No.1, 2011.12 (発行予定).

藪内聰・國丸貴紀・岸敦康・小松満

水平坑道の掘削に伴う坑道周辺の間隙水圧・岩盤水分量モニタリング－幌延深地層研究所 140m 調査坑道での測定－  
土木学会論文集 C (地盤工学) , Vol.67, No. 4, pp.464-473, 2011.11.

### 6. 600MHz-NMR 装置

Takamura, H.; Wada, H.; Lu, N.; Kadota, I.

Total Synthesis and Absolute Configuration of (-)-Gummiferol  
*Org. Lett.* 2011, 13, 3644–3647.

Takamura, H.; Nishiuma, N.; Abe, T.; Kadota, I.

Convergent Synthesis of the HIJKLM Ring System of Ciguatoxin CTX3C  
*Org. Lett.* 2011, 13, 4704–4707.

Tai, A., Iwaoka, Y., Ito, H. (2011)

Regioselective monoacetylation of 2-O- $\alpha$ -D-glucopyranosyl-L-ascorbic acid by a polymer catalyst in  
*N,N*-dimethylformamide,  
*Carbohydr. Res.*, 346, 2511-2515.

Ishimoto, H., Shibata, M., Myojin, Y., Ito, H., Sugimoto, Y., Tai, A., Hatano, T. (2011)

In vivo anti-inflammatory and antioxidant properties of ellagitannin metabolite urolithin A  
*Bioorg. Med. Chem. Lett.*, 21 (19), 5901-5904.

Onoue, S., Seto, Y., Ochi, M., Inoue, R., Ito, H., Hatano, T., Yamada, S. (2011)

*In vitro* photochemical and phototoxicological characterization of major constituents in St. John's Wort (*Hypericum perforatum*) extracts  
*Phytochemistry*, 72, 1814-1820.

Kim, T.-H., Kim, J. K., Ito, H., and Jo, C. (2011)

Enhancement of pancreatic lipase inhibitory activity of curcumin by radiolytic transformation  
*Bioorg. Med. Chem. Lett.*, 21, 1512-1514.

González-Barrio, R., Truchado, P., Ito, H., Espín, J.C., Tomás-Barberán, F.A. (2011)

UV and MS identification of urolithins and nasutins, the bioavailable metabolites of ellagitannins and ellagic acid in different mammals  
*J. Agric. Food. Chem.*, 59, 1152-1162.

Tai, A., Sawano, T., Yazama, F., and Ito, H. (2011)

Evaluation of antioxidant activity of vanillin by using multiple antioxidant assays  
*Biochim. Biophys. Acta-General Subjects*, 1810, 170-177.

## 7. 400MHz-NMR 装置

Hiroki Mandai, Shunsuke Irie, Koichi Mitsudo and Seiji Suga

Synthetic Studies of DMAP Derivatives by Diastereoselective Ugi Reaction

*Molecules*, 2011, 16, 8815-8832.

## 6. 600MHz-NMR 装置、7. 400MHz-NMR 装置、8. 300MHz-NMR 装置

K. Kobayashi, Y. Nishimura, F. Gao, K. Gotoh, Y. Nishihara, and K. Takagi

Rh-Catalyzed Carbonylation of Arylzinc Compounds Yielding Symmetrical Diaryl Ketones by the Assistance of Oxidizing Agents

*J. Org. Chem.* 76,(2011) 1949-1952

Y. Nishihara, Y. Okada, J. Jiao, M. Suetsugu, M.-T. Lan, M. Kinoshita, M. Iwasaki, and K. Takagi

Highly Regio- and Stereoselective Synthesis of Multi-alkylated Olefins through Carbozirconation of Alkynylboronates and Sequential

Negishi and Suzuki-Miyaura Coupling Reactions

*Angew. Chem. Int. Ed.* 50, (2011) 8660-8664

Y. Nishihara, S. Noyori, T. Okamoto, M. Suetsugu, and M. Iwasaki

Copper-Catalyzed Sila-Sonogashira-Hagihara Cross-Coupling Reactions of Alkynylsilanes with Aryl Iodides under Palladium-Free

Conditions

*Chem. Lett.* 40, (2011) 972-974

Mitsudo, K.\*; Doi, Y.; Sakamoto, S.; Murakami, H.; Mandai, H. Suga,S

Kumada-Tamao-Corriu Coupling Using N-Heterocyclic Carbene Ligands Bearing Pyridyl Group and Ethylenedioxyl Moiety

*Chem. Lett.* 2011, 40 (9), 936-938.

[doi: 10.1246/cl.2011.936](https://doi.org/10.1246/cl.2011.936)

## 6. 600MHz-NMR 装置、7. 400MHz-NMR 装置、8. 300MHz-NMR 装置、18. 微小結晶単結晶 X 線構造解析装置

Mandai, H.\*; Irie, S.; Mitsudo, K.; Suga, S

“Synthetic Studies of DMAP Derivatives by Diastereoselective Ugi Reaction”

*Molecules* 2011, 16 (10), 8815-8832.

[doi: 10.3390/molecules16108815](https://doi.org/10.3390/molecules16108815)

## 6. 600MHz-NMR 装置、7. 400MHz-NMR 装置、8. 300MHz-NMR 装置、21. 元素分析装置

Wei Peng, Toshiaki Hirabaru, Hiroyuki Kawafuchi, Tsutomu Inokuchi

Substituent-Controlled Electrocyclization of 2,4-Dienones: Synthesis of 2,3,6-Trisubstituted 2H-Pyran-5-carboxylates and Their Transformations

*Eur. J. Org. Chem.*, 2011, 5469-5474.

Siti Mariyah Ulfa, Hideki Okamoto, and Kyosuke Satake

Steric effect on the formation of 3*H*-azepine derivatives from *o*-alkylphenylnitrene and alcohol as a nucleophilic media

*Heterocycles* 83, (2011) 1259-1265.

Hideki Okamoto, Minoru Yamaji, Shin Gohda, Yoshihiro Kubozono, Noriko Komura, Kaori Sato, Hisako Sugino, and Kyosuke Satake

Facile synthesis of picene from 1,2-di(1-naphthyl)ethane by 9-fluorenone-sensitized photolysis

*Org. Lett.* 13 (2011) 2758-2761.

Hideki Okamoto, Ayako Matsui, and Kyosuke Satake

Phthalide-derived novel fluorionophores incorporating picolylamino receptors: Synthesis and response to metal cations

*Analyst* 136, (2011) 3164-3169.

Yoshihiro Kubozono, Hiroki Mitamura, Xuesong Lee, Xexia He, Yusuke Yamanari, Yosuke Takahashi, Yumiko Kaji, Ritsuko Eguchi, Koki Akaike, Takashi Kambe, Hideki Okamoto, Akihiko Fujiwara, Takashi Kato, Taichi Kosugi, and Hideo Aoki

Metal-intercalated aromatic hydrocarbons: a new class of carbon-based superconductors

*Phys. Chem. Chem. Phys.* 13, (2011) 16476-16493.

## 7. 400MHz-NMR 装置、8. 300MHz-NMR 装置、21. 元素分析装置

Ryoji Mitsuhashi, Takayoshi Suzuki, Yukinari Sunatsuki, Masaaki Kojima

Geometric Selectivity, Hydrogen-Bonding Interaction, and Solvatochromism of



Bis{N-(aminoalkyl)salicylamidato(2-)} cobaltate(III)

*Chem. Lett.* 2011, 40 (7), 696–698. DOI: 10.1246/cl.2011.696. *Biochim. Biophys. Acta*, 1807, 319–325.

Keita Ariyoshi, Takayoshi Suzuki, James M. Mayer, Masaaki Kojima

Reactivities of the N-Atom-Inserted Ligands, NSC(NR<sub>2</sub>)S<sup>2-</sup> and SN=C(NR<sub>2</sub>)S<sup>2-</sup>, in Iridium(III) Complexes  
*Chem. Lett.* 2011, 40 (9), 831–833. DOI: 10.1246/cl.2011.831.

H. Nishioka, K. Uesugi, N. Ueda, Y. Kondo, M. Tsuji, H. Abe, T. Harayama, T. Hamasaki, M. Baba, Y. Takeuchi  
Synthesis and Anti-human Immunodeficiency Virus Activity of the Skeleton Isomers of  
3',4'-Di-(O)-(-)-camphanoyl-(+)-khellactone  
*Chem. Pharm. Bull.*, 59(8), 1075–1076 (2011).

## 8. 300MHz-NMR 装置、21. 元素分析装置

Yuta Nishiuchi, Asuka Takayama, Takayoshi Suzuki, Kazuteru Shinozaki

A Polymorphic Platinum(II) Complex: Yellow, Red, and Green Polymorphs and X-ray Crystallography of  
[Pt(fdpb)Cl]  
[Hfdpb = 1,3-Bis(5-trifluoromethyl-2-pyridyl)benzene]

*Eur. J. Inorg. Chem.* 2011, (11), 1815–1823. DOI: 10.1002/ejic.201001359.

Yukinari Sunatsuki, Yukana Kishima, Tamami Kobayashi, Tomoka Yamaguchi, Takayoshi Suzuki, Masaaki  
Kojima, J. Krzystek and Markku R. Sundberg

A single tripodal ligand stabilizing three different oxidation states (II, III, and IV) of manganese

*Chem. Commun.* 2011, 47 (32), 9149–9151. DOI: 10.1039/C1CC12418H.

Kanji Wakabayashi, Tetsuya Uchida, Shinichi Yamazaki, Kunio Kimura,

Micro-flowers of Poly(*p*-phenylene pyromelliteimide) Crystals,

*Polymer*, 52(3), 837–843, 2011

## 9. タイムラプス計測システム、10. 走査型レーザー生物解析システム

R.J. Johnston Jr, Y. Otake, P. Sood, N. Vogt, R. Behnia, D. Vasiliaskas, E. McDonald, B. Xie, S. Koenig, R.  
Wolf, T. Cook, B. Gebelein, E. Kussell, H. Nakagoshi and C. Desplan

Interlocked feedforward loops control cell-type-specific Rhodopsin expression in the *Drosophila* eye

*Cell* 145, 956–968 (2011)

T. Yorimitsu, N. Kiritooshi and H. Nakagoshi

Defective proventriculus specifies the ocellar region in the *Drosophila* head

*Dev. Biol.* 356, 598–607 (2011)

K. Taniguchi, A. Kokuryo, T. Iman, R. Minami, H. Nakagoshi and T. Adachi-Yamada

Binucleation of *Drosophila* adult male accessory gland cells increases plasticity of organ size for effective  
reproduction

*J. Organ Biol.* 1, e101 (2011)

## 10. 走査型レーザー生物解析システム

Y. Nakagawa, S. Fujiwara-Fukuta, T. Yorimitsu, S. Tanaka, R. Minami, L. Shimooka and H. Nakagoshi

Spatial and temporal requirement of Defective proventriculus activity during *Drosophila* midgut  
development

*Mech. Dev.* 128, 258–267 (2011)

## 12. ペプチドシーケンサー

Natsuko Inoue-Kashino, Yasuhiro Kashino, Yuichiro Takahashi

Psb30 is a photosystem II reaction center subunit and is required for optimal growth in high light in  
*Chlamydomonas reinhardtii*

*J. Photochem. Photobiol. B*, 104,(2011)220-228

## 13. 円二色分散計、21. 元素分析装置、27. SQUID式高感度磁化測定分析装置

砂月幸成、小島正明、松本尚英

三脚型配位子を用いた新規金属錯体の結晶構造とさまざまな性質

*日本結晶学会誌* 2011, 53 (3), 186–192. DOI: 10.5940/jcrsj.53.186.

## 15. 生体高分子用X線回折装置

Keisuke Kawakami, Yasufumi Umena, Masako Iwai, Yousuke Kawabata, Masahiko Ikeuchi, Nobuo Kamiya,  
Jian-Ren Shen

Roles of PsbI and PsbM in photosystem II dimer formation and stability studied by deletion mutagenesis and

### X-ray crystallography.

Biochim. Biophys. Acta, 1807, 319-325. (2011)

Kanda K., Yamanaka S., Saito T., Umena Y., Kawakami K., Shen J.-R., Kamiya N., Okumura M., Nakamura H., Yamaguchi K.

Labile electronic and spin states of the CaMn<sub>4</sub>O<sub>5</sub> cluster in the PSII system refined to the 1.9 Å X-ray resolution. UB3LYP computational results.

Chem. Phys. Lett. 506, 98-103. (2011)

Umena Y., Kawakami K., \*Shen J.-R., \*Kamiya N.

Crystal structure of oxygen-evolving photosystem II at a resolution of 1.9 Å.

Nature, 473, 55-60. (\*corresponding authors) (2011)

Kawakami K., Umena Y., Kamiya N., Shen J.-R.

Structure of the catalytic, inorganic core of oxygen-evolving photosystem II at 1.9 Å resolution.

J. Photochem. Photobiol. B, 104, 9-18. (2011)

Ivan Rivalta, Muhammed Amin, Sandra Luber, Serguei Vassiliev, Ravi Pokhrel, Yasufumi Umena, Keisuke Kawakami, Jian-Ren Shen, Nobuo Kamiya, Doug Bruce, Gary W. Brudvig, M. R. Gunner, and Victor S. Batista Structural-functional role of chloride in photosystem II.

Biochemistry, 50, 6312-6315. (2011)

Sandra Luber, Ivan Rivalta, Yasufumi Umena, Keisuke Kawakami, Jian-Ren Shen, Nobuo Kamiya, Gary W. Brudvig, and Victor S. Batista

S1-state model of the O<sub>2</sub>-evolving complex of photosystem II.

Biochemistry, 50, 6308-6311. (2011)

S. Yamanaka, H. Isobe, K. Kanda, T. Saito, Y. Umena, K. Kawakami, J.-R. Shen, N. Kamiya, M. Okumura, H. Nakamura, K. Yamaguchi

Possible mechanisms for the O-O bond formation in oxygen evolution reaction at the CaMn<sub>4</sub>O<sub>5</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub> cluster of PSII refined to 1.9 Å X-ray resolution.

Chem. Phys. Lett. 511, 138-145. (2011)

Saito K., Ishida T., Sugiura M., Kawakami K., Umena Y., Kamiya N., Shen J.-R., Ishikita H. (2011)

Distribution of the cationic state over the chlorophyll pair of photosystem II reaction center.

J. Am. Chem. Soc. 133, 14379-14388

Saito K., Shen J.-R., Ishida T., Ishikita H. (2011)

Short hydrogen bond between redox-active tyrosine Y(z) and d1-his190 in the photosystem II crystal structure.

Biochemistry, 50, 9836-9844.

### 18. 微小結晶単結晶 X 線構造解析装置

Hamid Reza Memarian, Hassan Sabzyan, Mousa Soleymani, Mohammad Hossin Habibi, Takayoshi Suzuki DFT study of molecular structure of 2-oxo-1,2,3,4-tetrahydropyrimidin-5-carboxamides and their corresponding oxidized forms 2-oxo-1,2-dihydropyrimidin-5-carboxamides  
*J. Mol. Struc.* 2011, 998 (1-3) 91–98. DOI: 10.1016/j.molstruc.2011.05.017.

### 20. 水平型粉末 X 線回折装置、27. SQUID 式高感度磁化測定分析装置

M. Danura, K. Kudo, Y. Oshiro, S. Araki, T. C. Kobayashi, and M. Nohara, Interplay of Superconductivity and Fermi-Liquid Transport in Rh-Doped CaFe<sub>2</sub>As<sub>2</sub> with Lattice-Collapse Transition,  
*Journal of the Physical Society of Japan* 80, 103701(2011).  
S. Kakiya, K. Kudo, Y. Nishikubo, K. Oku, E. Nishibori, H. Sawa, T. Yamamoto, T. Nozaka, and M. Nohara, Superconductivity at 38 K in Iron-Based Compound with Platinum-Arsenide Layers Ca<sub>10</sub>(Pt<sub>4</sub>As<sub>8</sub>)(Fe<sub>2-x</sub>Pt<sub>x</sub>As<sub>2</sub>)<sub>5</sub>,  
*Journal of the Physical Society of Japan* 80, 093704 (2011).  
Y. Nishikubo, K. Kudo, and M. Nohara, Superconductivity in the Honeycomb-Lattice PnictideSrPtAs,  
*Journal of the Physical Society of Japan* 80, 055002 (2011).

### 21. 元素分析装置

Takayoshi Suzuki, Hiroshi Yamaguchi, Akira Hashimoto, Koichi Nozaki, Mototsugu Doi, Naoya Inazumi, Noriaki Ikeda, Satoshi Kawata, Masaaki Kojima, Hideo D. Takagi Orange and Yellow Crystals of Copper(I) Complexes Bearing 8-(Diphenylphosphino)quinoline. A Pair of Distortion Isomers



of an Intrinsic Tetrahedral Complex

*Inorg. Chem.* 2011, 50 (9), 3891–3987. DOI: 10.1021/ic1024636.

Jin Gong, Yasuhide Yakushi, Tetsuya Uchida, Shinichi Yamazaki, Kunio Kimura,  
One-pot Preparation of Aromatic Poly(azomethine ester) Fibrillar Crystals Using Reaction-induced  
Crystallization ,  
*Journal of Polymer Science Part A:Polymer Chemistry*, 49(1), 127-137, 2011

## 27. SQUID式高感度磁化測定分析装置

Y. Muraoka, K. Noami, T. Wakita, M. Hirai, T. Yokoya, Y. Kato, T. Muro, and Y. Tamenori  
Synthesis and physical properties of the hollandite-type titanium oxide  $K_xTi_8O_{16}$   
*Phys.Status Solidi C* 8, 555-557 (2011). February

## 28. 電子プローブマイクロアナライザー

S. Urakawa, R. Matsubara, T. Katsura, T. Watanabe, T. Kikegawa  
Stability and bulk modulus of  $Ni_3S$ , a new nickel sulfur compound, and the melting relations of the system  
Ni-NiS up to 10GPa  
*American Mineralogist*, 96, 558-565, (2011)

## 31. 走査電子顕微鏡

S. Barheine, S. Hayakawa, C. Jaeger, Y. Shiroasaki, A. Osaka,  
Effect of disordered structure of Boron-containing calcium phosphates on their in vitro biodegradability  
*Journal of the American Ceramic Society*, 94[8], (2011) pp. 2656-2662

S. Hayakawa, Y. Li, Y. Shiroasaki, A. Osaka, E. Fujii, K. Kawabata  
A novel method of preparing a nanometer-scale rod array of hydroxyapatite crystals  
*Bioceramics Development and Applications*, Vol.1, 4 pages, (2011).

K. Uetsuki, Y. Shiroasaki, S. Hayakawa, A. Osaka  
Contrary effects of UV-irradiation on in vitro apatite-forming ability of  $TiO_2$  layer in simulated body fluid  
*Bioceramics Development and Applications*, Vol.1, 4 pages, (2011).

Y. Shiroasaki, K. Tsuru, S. Hayakawa, Y. Nakamura, I.R. Gibson, A. Osaka  
Effects of Si(IV) released from chitosan-silicate hybrids on proliferation and differentiation of MG63  
osteoblast cells  
*Bioceramics Development and Applications*, Vols. 2, 4 pages, (2011).

S. Hayakawa, K. Uetsuki, A. Kochi, Y. Shiroasaki, A. Osaka  
Acceleration of apatite nucleation on parallel aligned Ti-substrates with optimum gaps by UV-light  
pre-irradiation  
*Key Engineering Materials*, Vols. 493-494, (2012) pp.936-939.

Y. Shiroasaki, S. HAYAKAWA, A. Osaka  
The effect of Si(IV) species derived from chitosan-silicate hydrogels on osteoblast behavior  
*Key Engineering Materials*, Vols. 493-494, (2012) pp.698-702.

難波徳郎, 崎田真一, 紅野安彦  
ガラスの相分離を利用した無機系廃棄物のケミカルリサイクル

*Phousphorus Letter*, Vol.70, (2011) pp.27-34.  
藤田基成, 北 基, 伊賀棒公一, 崎田真一, 紅野安彦, 難波徳郎, 三浦嘉也, 山口明良  
 $MgO-Al_2O_3$ スピネルの耐スラグ侵食性に及ぼす  $ZrO_2$ 添加効果  
*耐火物*, 63(6), (2011) pp.279-286

A. Endo, S. Sakida, Y. Benino, T. Nanba  
Effect of Ultrasonic Surface Treatment on the Transparency and Orientation of Fresnoite Surface  
Crystallization  
*IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering* 18 (2011) 112015  
doi:10.1088/1757-899X/18/11/112015

Y. Ohtsuki, S. Sakida, Y. Benino, T. Nanba  
Phase separation of borosilicate glass containing phosphorus  
*IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering* 18 (2011) 112022  
doi:10.1088/1757-899X/18/11/112022

# ニュース

## ◇ 第15回 国立大学法人機器・分析センター会議の開催

平成23年10月28日（金）に、岡山大学が当番校として、国立大学法人機器・分析センターア会議を開催しました。文部科学省 研究振興局学術機関課 澤川和宏課長のご臨席を賜り、全国の44校、研究機構から100名を超える方々の参加をいただきました。

文部科学省 澤川課長の説明に続き、事前に取ったアンケート結果の報告があり、センターが抱える問題点が明らかになりました。それに対応する取り組みを行っている、センターの事例の報告がなされました。新しい試みとして、アンケートや事例報告を会議場後ろのホワイトボードに掲示し、自然に参加者の皆様の話し合いの輪が広がるようにしました。

全国の国立大学法人機器・分析センターが一堂に会し、有意義な会となりました。



## ◇ 研修会の開催、他の広報活動

H23年度

○利用者研修会：3回

粉末X線回折装置(11/30)、機器予約課金システム(12/8)、生体高分子X線回折装置(1/17-18)



利用者研修会風景 (左：粉末X線回折装置、右：機器予約課金システム)



## ○見学会

学外者による見学会：1回（放送大学講義 31人 7/1）

学内の見学会：学部講義 30人（7/15）、大学院講義 14人（9/9）



見学会風景

## ○知恵の見本市：ポスター展示 11/2

産官学連携ハンドブック掲載



知恵の見本市風景

◇ 自然生命科学研究支援センター分析計測分野  
機器管理責任者・監守者名簿

平成24年4月1日現在

部屋名	装置名	管理責任者	監守者
微細構造解析室	CNC 精密表面形状測定機	藤井 正浩 (工 8035)	藤井 正浩 (工 8035)
	表面粗さ測定機	"	"
	3次元プロファイラーシステム	"	大橋 一仁 (工 8042)
	ベクトルネットワーク・アナライザー	西垣 誠 (環 8164)	小松 満 (環 8160)
	プローブ顕微鏡	岡田 晃 (工 8038)	岡本 康寛 (工 8039)
核磁気共鳴測定室	600MHz-NMR 装置	菅 誠治 (工 8081)	仁戸田照彦 (農 8291)
	400MHz-NMR 装置	"	"
	300MHz-NMR 装置	"	"
生体構造解析室	タイムラプス計測システム	高橋 純夫 (理 7866)	中越 英樹 (理 7875)
	走査型レーザー生物解析システム	"	"
	ペプチド合成機	多田 宏子 (セ 8746)	塩川つぐみ (セ 8747)
分光分析室Ⅱ	円二色分散計	鈴木 孝義 (理 7900)	鈴木 孝義 (理 7900)
	原子吸光分光光度計	合葉 哲也 (薬 7979)	太田 弘道 (セ 8747)
分光分析室Ⅲ	生体高分子用X線回折装置	沈 建仁 (理 8502)	小坂 恵 (セ 8217)
X線回折測定室	総括管理責任者	池田 直 (理 7810)	
	粉末X線回折装置	池田 直 (理 7810)	山川 純次 (理 7894)
	放射線検出システム	"	作田 誠 (理 7822)
	微小結晶単結晶X線構造解析装置	神戸 高志 (理 7829)	太田 弘道 (セ 8747)
	薄膜試料X線回折装置	"	"
	水平型粉末X線回折装置	"	"
元素分析室	元素分析装置	岡本 秀毅 (理 7840)	小林 元成 (セ 7908)
クリーンルーム	ICP 発光分析装置	金田 隆 (理 7847)	金田 隆 (理 7847)
表面構造分析室	SQUID-VSM 装置	大嶋 孝吉 (理 7827)	大嶋 孝吉 (理 7827)
	大気圧対応 STM/AFM 装置	"	内田 哲也 (工 8104)
磁性分析室	パルス ESR 装置	大嶋 孝吉 (理 7827)	味野 道信 (理 7823)
	CW-ESR 装置	"	神戸 高志 (理 8612)
	SQUID式高感度磁化測定分析装置	"	"
分光分析室Ⅰ	電子プローブマイクロアナライザー	野坂 俊夫 (理 7883)	野坂 俊夫 (理 7883)
	表面電離型質量分析装置	岡野 修 (理 7888)	岡野 修 (理 7888)
質量分析室	レーザーイオン化4重極イオントラップ飛行時間型質量分析装置	豊田 和弘 (農 8357) 田村 隆 (農 8293)	金尾 忠芳 (農 8298)
	HPLC-Chip/QTOF質量分析システム	多田 宏子 (セ 8746)	塩川つぐみ (セ 8747)
	ペプチドシーケンサー	"	"
電子顕微鏡室	分析走査電子顕微鏡	難波 徳郎 (環 8896)	早川 聰 (工 8213)



## ◇◆◇ 主な動き ◇◆◇

### 自然生命科学研究支援センター分析計測部門（2011年4月～2012年3月）

2011年 4月21日 平成23年度 第1回分析計測分野職員連絡会  
5月19日 平成23年度 第2回分析計測分野職員連絡会  
6月16日 平成23年度 第3回分析計測分野職員連絡会  
6月24日 第9回分析計測分野講演会  
「生体イメージの新手法開発－混雑系の有機化学に向けて－」  
青山 安宏先生（同志社大学）  
7月 1日 見学会 放送大学講義「タンパク質科学と医療応用」  
7月 8日 平成23年度 第2回自然生命科学研究支援センター運営委員会  
7月21日 平成23年度 第4回分析計測分野職員連絡会  
7月21日 平成23年度 第1回自然生命科学研究支援センター分析計測・極低温部門  
分析計測分野運営会議  
1. 協議事項  
(1) 平成22年度分析計測分野光熱水料等の決算額について  
(2) 分析計測分野要項の改定について  
(3) 光熱水料費および機器利用料金の支払い法について  
(4) 機器予約システムの移行について  
(5) 平成23年事業計画について  
(6) その他  
2. 報告事項  
(1) 平成22年度事業報告について  
(2) その他  
9月15日 平成23年度 第5回分析計測分野職員連絡会  
10月20日 平成23年度 第6回分析計測分野職員連絡会  
10月28日 第15回国立大学法人機器・分析センター会議  
(於 岡山ロイヤルホテル 岡山)  
11月2日 知恵の見本市  
11月16日 平成23年度 第7回分析計測分野職員連絡会  
12月15日 平成23年度 第8回分析計測分野職員連絡会  
12月16日 自然生命科学研究支援センター第7回公開コロキウム  
(於：岡山大学インキュベーションセンター)

2012年 1月19日 平成23年度 第9回分析計測分野職員連絡会  
2月10日 平成23年度 第3回自然生命科学研究支援センター運営委員会  
2月16日 平成23年度 第10回分析計測分野職員連絡会  
3月15日 平成23年度 第11回分析計測分野職員連絡会

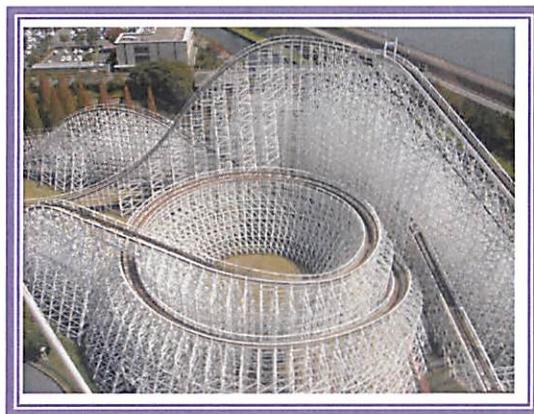
## ◇◆◇ 職員名簿 ◇◆◇

分析計測分野長	山田 秀徳	内 8215	yamadah☆cc.okayama-u.ac.jp
准教授	多田 宏子	内 8746	tadahrk☆cc.okayama-u.ac.jp
助 教	砂月 幸成	内 8969	sunatuki☆cc.okayama-u.ac.jp
助 手	小坂 恵	内 8217	kosakamg☆cc.okayama-u.ac.jp
技術専門職員	小林 元成	内 7908	kobay-mi☆cc.okayama-u.ac.jp
技術職員	塩川つぐみ	内 8747	shioka-t☆cc.okayama-u.ac.jp
技術職員	太田 弘道	内 8747	h-ota☆cc.okayama-u.ac.jp
事務職員	田中 順子	内 8747	tanaka-j☆cc.okayama-u.ac.jp
受付・お問い合わせ		内 8747	kikibun☆cc.okayama-u.ac.jp

※ご注意：スパム防止のため@を☆にしています。

### ■編■集■後口記■

機器分析ニュース12号をお届けします。本号はX線回折装置のご紹介を掲載しました。依頼分析も行っています。お気軽にご相談、ご利用いただきますようにお願いします。（MK）



岡山大学  
機器分析NEWS No.12 2012.3  
平成24年3月発行  
岡山大学 自然生命科学研究支援センター  
分析計測分野  
〒700-8530 岡山市北区津島中3-1-1  
TEL: (086) 251-8747  
E-Mail:kikibun@cc.okayama-u.ac.jp