先端研究基盤共用促進事業

大阪大学ナノ構造量子解析ソリューション成果報告会

総合解析センター設立十周年記念セミナー

講演要旨集

会場:產業科学研究所 管理棟 1F 講堂

令和元年6月27日(木) 13:00~

大阪大学

産業科学研究所総合解析センター

プログラム

- 12:30 受付
- 13:00 オープンファシリティ推進支援室長挨拶高木 淳一(大阪大学)
- 13:05 所長挨拶菅沼 克昭(阪大 産研)

座長 中谷 和彦 (阪大 産研)

- 14:50 ポスターセッション 先端研究基盤共用促進事業 大阪大学ナノ構造量子解析ソリューション成果報告会

座長 笹井 宏明(阪大 産研)

- 17:00 センター長閉会挨拶古澤 孝弘(阪大 産研)
- 17:15 懇親会(サロン・ド・サンケン)

ポスターセッション

先端研究基盤共用促進事業 大阪大学ナノ構造量子解析ソリューション

- P-01 刺激応答性フェノチアジンラジカルカチオン塩の創製〇鈴木 修一・真屋 良地・内田 幸明・直田 健(阪大 基礎工)
- P-02 光触媒反応を用いた中空状酸化チタン粒子の内部環境の制御と有機合成反応への利用 原田 隆史(阪大 太陽エネ)
- P-03 理学研究科の共通機器紹介川村 和司(阪大 院理)
- P-04 Ti0₂ナノ粒子を担持した水酸アパタイトの水熱合成と光触媒特性
 ○後藤 知代・趙 成訓・関野 徹(阪大 産研)
- P-05 最近 NMR 技術の応用○周 大揚・羽子岡 仁志(阪大 産研)
- P-06 産業科学研究所総合解析センター 質量分析室 10 年の歩み○朝野 芳織・松崎 剛(阪大 産研)
- P-07 X線光電子分光法の基礎と応用羽子岡 仁志(阪大 産研)
- P-08 マイクロ粒子の TEM 用薄片試料作製法村上 洋輔(阪大 産研)
- P-09 X線回折装置利用者への技術支援○嵩原 綱吉・鈴木 健之(阪大 産研)

Michio Murata

Department of Chemistry, Graduate School of Science, Osaka University Toyonaka, Osaka 560-0043, Japan Fax: (81) 06-6850-5774 E-mail address: murata@sci.chem.osaka-u.ac.jp



Education

Ph. D. (December, 1986), M. S. (March, 1983), B.A. (March, 1981): Tohoku University

Academic Background

Michio Murata graduated from Tohoku University, and joined the Suntory Insti-tute for Bioorganic Research (director: Koji Nakanishi). He returned to Tohoku University and obtained his Ph.D. in1986 (adviser: Prof. Takeshi Yasumoto). In 1993, he moved to the University of Tokyo (Prof. Kazuo Tachibana) as an associate professor. In1999, he was promoted to a professor at the Graduate School of Science, Osaka University.

Awards

The CSJ Award for Creative Work from the Chemical Society of Japan (2007); JSBBA Award for the Encouragement of Young Scientist from Japan Society for Bioscience and Biotechnology and Agrochemistry (1991)

Selected Publications, Books

Original Papers:

Sphingomyelin distribution in lipid rafts of artificial monolayer membranes visualized by Raman microscopy. Ando J., Kinoshita, M., Cui, J., Yamakoshi, H., Dodo, K., Fujita K., Murata M. and Sodeoka, M. Proc. Natl. Cad Sci. USA. 2015, 112, 4558-4563.

Water-mediated recognition of simple alkyl chains by heart-type fatty acid-binding protein. Matsuoka, S., Sugiyama, S., Matsuoka, D., Hirose, M., Lethu, S., Ano, H., Hara, T., Ichihara, O., Kimura, S. R., Murakami, S., Ishida, H., Mizohata, E., Inoue, T. and Murata, M. Angew. Chem. Int. Ed. 2015, 54, 1508-1511.

Raft-based sphingomyelin interactions revealed by new fluorescent sphingomyelin analogs. Kinoshita, M., Suzuki, K. G. N., Matsumori, N. Takada, M., Ano, H., Morigaki, K., Abe, M., Kobayashi, T., Hirosawa, K. M., Fujiwara, T., Kusumi, A. and Murata, M. J. Cell. Biol. 2017, 216, 1183-1204.

Reviews:

Bioactive structure of membrane lipids and natural products elucidated by a chemistry-based approach. Murata, M., Sugiyama, S., Matsuoka, S., Matsumori, N. The Chemical Record 2015, 15, 675-690.

Recent Solid-state NMR Studies of Hydrated Lipid Membranes. Umegawa, Y., Matsumori, N., Murata, M. Annual Reports on NMR spectroscopy 2018, 94, 41-72.

A synthetic approach to the channel complex structure of antibiotic in a membrane: backbone 19F-labeled amphotericin B for solid-State NMR analysis.

Tsuchikawa, H., Umegawa, Y., Murata, M., Oishi, T. J. Synth. Org. Chem. Jpn. 2018, 76, 1197-1205.

Chemistry-based approach to lipid-protein interactions

<u>Michio Murata,</u>¹ Yo Yano, ¹ Tomokazu Yasuda, ¹ Yuichi Umegawa, ^{1,2} Hiroshi Tsuchikawa, ¹ Shinya Hanashima¹

¹Department of Chemistry, Graduate School of Science, Osaka University, Toyonaka, Osaka, 560-0043 Japan. 2Japan Science and Technology Agency, ERATO Lipid Active Structure Project, Osaka University, Toyonaka, Osaka, 560-0043 Japan. E-mail: murata@chem.sci.osaka-u.ac.jp

The lipid raft, which functions as a platform for various signal transductions in the cell membrane, takes an ordered liquid phase (Lo phase) with an intermediate property between the gel phase and the liquid crystal phase. Sphingomyelin (SM) is the main component of lipid rafts and often used together with cholesterol (Cho) to constract a model membrane of lipid rafts. These mixed membranes are considered to reproduce the raft part (Lo phase) and the non-raft part (Ld phase) of the cell membrane to some extent. We have studied the molecular conformation and the interactions between lipid molecules involved in the physical properties of Lo phase.¹ The molecular basis of the Lo phase has been discussed on the assumption that strong specific interactions exist between SM and Cho, called the 'umbrella effect' where Cho resides under the SM headgroup on the membrane surface. We investigated in detail the Lo phase containing SM and its derivatives (such as dihydro and stereoisomers) mainly by solid-state NMR spectra. The experimental results show that the SM-Cho interaction at the headgroup region is not particularly important while the SM-SM head interaction is essential for the Lo phase formation. In particular, the intermolecular hydrogen bond between the amide moieties of SMs is the main cause for the nanodomains (SM clusters) which compirse Lo phase.² These findings are expected to enable a deeper understanding of lipid rafts in biolmembranes.

We next developed a lipid-protein model system to investigate the lipid interaction with membrane-integral proteins which form dimeric or trimeric complexes in biomembranes. Phosphatidylcholine (PC) and phosphatidylglycerol (PG) were used as neutral and acid lipids, respectively.³ As a result of the solid-state NMR measurement using a new technique called COARSE⁴, PC was fond to surround the protein complex as a annular lipid while PG preferentially interacts with the protein-protein interface (PPI) to induce the dissociation of protein trimers. It is well known that functions of GPCR are modulated by taking monomeric and dimeric (oligomeric) forms, which is also related to the localization of these proteins inside and outside lipid rafts. The result implies that the aggregation state of membrane proteins can be controlled by partitionaing to lipid rafts with different lipid compositions.

References

- 1. Matsumori, N., Yamaguchi, T., Maeta, Y. and Murata. M. (2015) Orientation and order of the amide group of sphingomyelin in lipid bilayers determined using solid-state NMR. *Biophys. J.* **108**, 2816-24.
- 2. Yano, Y., Hanashima, S., Yasuda, T., Tsuchikawa, H., Matsumori, N., Kinoshita, M., Md. Abdullah, A.- S., Slotte, J. P., Murata, M. (2018) Sphingomyelin stereoisomers reveal that homophilic interactions cause nanodomain formation. *Biophys. J.* **115**, 1530-40.
- 3. Kawatake, S., Umegawa, Y., Matsuoka, S., Murata, M. and Sonoyama, M. (2016) Evaluation of diacylphospholipids as boundary lipids for bacteriorhodopsin from structural and functional aspects. *Biochim. Biophys. Acta, Biomembranes* **1858**, 2106-15.
- 4. Umegawa, Y., Yamaguchi, T., Murata, M. and Matsuoka, S. (2015) Centerband-only analysis of rotor-unsynchronized spin-echo for measurement of lipid 31P chemical shift anisotropy. *Magn. Res. Chem.* **53**, 514-19.

Seiji Takeda

Institution	Osaka University, The Institute of NanoScience Design
Address	1-3 Machikane-yama, Toyonaka, Osaka 560-8531, Japan
Telephone	81-6-6850-6996/6398
E-mail	takeda@insd.osaka-u.ac.jp



Education

1976	B.S.	Yokohama City University, Faculty of Literature and Science
1982	Ph.D.	Hiroshima University, Graduate School of Science

Academic Background

1983	JSPS Postdoctoral Fellow (Hiroshima University)
1983-1990	Research Associate (College of General Education, Osaka University)
1990-1994	Associate Professor (College of General Education, Osaka University)
1994-1996	Associate Professor (Faculty of Science, Osaka University)
1996-2000	Associate Professor (Graduate School of Science, Osaka University)
2000-2010	Professor (Graduate School of Science, Osaka University)
2010-2019	Professor (ISIR, Osaka University)
2016-2018	Director, Nanoscience and Nanotechnology Center (ISIR, Osaka University)
2019-present	Professor of Special Appointment (INSD, Osaka University)

Selected Publications, Books

- 1. N. Kamiuchi, K.Sun, R. Aso, M. Tane, T.Tamaoka, H. Yoshida, S. Takeda, *Nat. Commun.* **9** (2018) 2060.
- 2. K. Soma, Stan Konings, R. Aso, N. Kamiuchi, G. Kobayashi, H. Yoshida, S. Takeda, *Ultramicroscopy* **181** (2017) 27-41.
- 3. S. Takeda, Y. Kuwauchi, and H. Yoshida, Ultramicroscopy 151 (2015) 178-190.
- 4. H. Yoshida, Y. Kuwauchi, J.R. Jinschek, K. Sun, S. Tanaka, M. Kohyama, S. Shimada, M. Haruta, and S. Takeda, *Science* **335** (2012) 317-319.
- 5. Y. Kuwauchi, H. Yoshida, T. Akita, M. Haruta, and S. Takeda, *Angew. Chem. Int. Ed.* **51** (2012) 7729-7733.
- 6. T. Uchiyama, H. Yoshida, Y. Kuwauchi, S. Ichikawa, S. Shimada, M. Haruta and S.Takeda, *Angew. Chem. Int. Ed.* **50** (2011) 10157-10160.
- 7. H. Yoshida, S. Takeda, T. Uchiyama, H. Kohno, and Y. Homma, *Nano Letters* 8 (2008) 2082-2086.
- 8. J. Kikkawa, Y. Ohno and S. Takeda, Appl. Phys. Lett. 86 (2005) 123109.
- 9. S. Takeda and J. Yamasaki, Phys. Rev. Lett. 83 (1999) 320-323.
- 10. N. Ozaki, Y. Ohno and S. Takeda, Appl. Phys. Lett. 73 (1998) 3700-3702.
- 11. N. Arai, S. Takeda and M. Kohyama, Phys. Rev. Lett. 78 (1997) 4265-4268.
- 12. Y. Ohno and S. Takeda, Rev. Sci. Instruments 66 (1995) 4866-4869.
- 13. S. Takeda, M. Kohyama and K. Ibe, *Philos. Mag.* A 70 (1994) 287-312.
- 14. S. Takeda, Jpn. J. Appl. Phys. 30 (1991) L639-L642.

Environmental TEM: From the search for a new natural phenomenon to *in-situ*/operando characterization

Seiji Takeda

The Institute of NanoScience Design, Osaka University and Nanoscience and Nanotechnology Center, The Institute of Scientific and Industrial Research (ISIR), Osaka University e-mail: takeda@insd.osaka-u.ac.jp

Science and technology have been advanced by the discovery of a new natural phenomenon frequently using a new scientific instrument to explore. Among various analytical methodologies, microscopy is the experiment that provides us with the imaging data of matter in real space and time at the resolution that is available in a microscopy apparatus to use. While ordinary transmission electron microscopy (TEM) is already established as a useful methodology in the field of materials science and bioscience for revealing the static characteristic of a specimen at the atomic scale, in-situ TEM has recently advanced to reveal the dynamic characteristic of matter at both atomic scale and ms to ps time scale [1-4]. In-situ environmental TEM (ETEM) is regarded best to search new dynamic phenomena of matter in not vacuum but gas and liquid. After having developed ETEM for over fifteen years [5, 6], we recently find an unexpected gas-solid transition that is occurring reversibly on a metal surface under a strong electrostatic field [7]. Furthermore, it is revealed that the unpredicted atomic dynamics is induced on a catalytically active metal surface by the electronic interaction with gas [2]. Behind any scientific measurement, a specimen undergoes the perturbation more or less that potentially drives the specimen from the intrinsic state to excited states in both electronically and atomically. During (E)TEM observation, a specimen is under the irradiation of high energy electrons (in the range of 100 keV) of high electron current density, typically around 10A/cm². We have been developing the methodology to evaluate the perturbation quantitatively, in order to derive the intrinsic atomic characteristics from (E)TEM observation [8]. We will summarize the development of atomic resolution and time resolved ETEM up to now and suggest various applications made possible by this methodology in the future such as insitu/operando characterization of materials and devices.

References

- 1. K. Soma, S. Konings et al., *Ultramicroscopy* **181** (2017) 27-41.
- 2. N. Kamiuchi et al., Nat. Commun. 9 (2018) 2060.
- 3. M. L. Taheri et al., Ultramicroscopy 170 (2016) 86-95.
- 4. C. Kisielowski et al., Adv. Funct. Mater., 29 (2019) 1807818.
- 5. H. Yoshida and S. Takeda, Phys. Rev. B 72 (2005) 195428/1-7.
- 6. S. Takeda et al., *Ultramicroscopy* **151** (2015) 178-190.
- 7. T. Tamaoka, R.Aso, et al., *Nanoscale*, **11** (2019) 8715-8717.
- 8. For instance, Y. Kuwauchi et al., Angew. Chem. Int. Ed. 51 (2012) 7729-7733.

Makoto Fujita

Makoto Fujita is University Distinguished Professor at The University of Tokyo, Japan. He received his Ph. D. degree from Tokyo Institute of Technology in 1987. After working in Chiba University and Institute for Molecular Science (IMS) at Okazaki, in 1999, he was appointed as a full professor of Nagoya University. In 2002, he moved to the University of Tokyo as a full professor, where he was appointed as University Distinguished Professor in 2019. Since 2018, he has also been appointed as Distinguished Professor at Institute for Molecular Science.



<u>**His research interests</u>** include: (1) Coordination Self-Assembly: Construction of nano-scale discrete frameworks, including M_nL_{2n} Archimedian/non-Archimedian solids, by transition-metal ions induced elf-assembly. (2) Molecular Confinement Effects: Developing/creating new properties and new reactions in the confined cavities of self-assembled coordination cages. (3) Crystalline Sponge Method: Single-crystal-to-single-crystal guest exchange in the pores of self-assembled coordination networks is applied to a new X-ray technique that does not require crystallization of target compounds.</u>

<u>Selected Awards</u> he has received are: Imperial Prize and the Japan Academy Prize, 2019; Wolf Prize in Chemistry, 2018; Naito Foundation Merit Award, 2017; Medal with Purple Ribbon, 2014; Fred Basolo Medal (ACS), 2014; Arthur C. Cope Scholar Award (ACS), 2013; The Chemical Society of Japan (CSJ) Award, 2013; Thomson Reuters Research Front Award, 2012; Reona Ezaki Award, 2010; Japan Society of Coordination Chemistry Award, 2010; The Commendation for Science and Technology by MEXT, 2009; International Izatt-Christensen Award in Macrocyclic Chemistry, 2004: Silver Medal of Nagoya Medal Seminar, 2003; Japan IBM Award, 2001; Gold Medal of Tokyo Techno Forum 21, 2001; The Divisional Award of the Chemical Society of Japan, 2000.

結晶スポンジ法:天然物化学、創薬研究への応用

藤田 誠

東京大学大学院工学系研究科

(兼) 分子科学研究所特別研究部門

分子構造を正確に知ることは,分子が関与するあらゆる自然科学研究における最重要かつ不可 欠な基本工程である。歴史が証明するとおり,新しい分子構造解析技術の登場は過去に数々の自 然科学研究のブレイクスルーをもたらした。

数多い分子構造解析法のなかで,最も信頼性の高いのは,分子の3次元構造を直接情報として 与えてくれる単結晶X線構造解析法である。1913年のラウエによるX線回折現象の発見から100年以 上の時を経て,X線構造解析は,装置の性能やコンピュータによる解析速度の劇的な向上に伴い飛 躍的な発展を遂げ,今日では最も確実な分子構造解析手法として位置付けられている。その科学 に果たす役割の大きさは,過去に10名以上のノーベル賞受賞者を生み出したことからも容易に計 り知ることができる。しかし,X線構造解析には「試料の結晶化」という測定技術上の不可欠条件 があり,この「結晶化の壁」が長年研究者を悩ませ続けてきた。小分子からタンパク質に至るま で,単結晶を作成するという作業は試行錯誤の繰り返しであり,いわば運任せで最適な結晶化条 件を探し出すしかないとも言える。この結晶化の壁は,X線結晶構造解析の「100年問題」と言え るほどの難題であった。

我々は、2013年に結晶スポンジ法(Crystalline Sponge method: 以下、CS法)と呼ぶ 「結晶化を必要としないX線構造解析手法」を創出した(図1)¹⁾。CS法は、結晶スポン ジと呼ばれる細孔性の金属錯体単結晶に対象試料を溶液状態から吸蔵させ、錯体の細孔を 鋳型として吸蔵された試料化合物の周期配列を作り出す手法で、結晶化の工程を経ること なくX線回折の測定を行える。得られた回折データを解析すると、もともと周期配列を有 していたホスト骨格に加え、吸蔵によりあとから周期配列をつくり出した試料化合物の構 造が浮かび上がる。この「あらかじめ周期配列した空間に試料を流し込む」という原理で、 我々はX線構造解析の100年問題を解決した(図2)。

CS法は驚くほどの汎用性を有し、発表から1-2年後にはさまざまな研究の現場で威力を 発揮しはじめた。分子構造解析を日常的に必要とする有機合成化学において、核磁気共鳴 (NMR)手法では決まらない反応生成物の構造や立体化学を、CS法により速やかに決定する ことができた²⁾。また、CS法による有機化合物の容易な絶対配置決定は、不斉合成研究の ボトルネックを解消した。³⁾

CS法では、1µm角程度の微小な結晶スポンジ1粒を用いて回折実験を行えることから、 測定に必要な試料の量をナノからマイクログラムオーダーに下げることができる。この特 徴は、天然資源から微少量単離される天然化合物の構造決定を行う天然物化学分野に大き な衝撃を与えた。短期間で30件を超える天然化合物の構造決定がなされ、新規な天然物や 構造に誤りのあった天然物も数多く見出された(図3)⁴⁾。また、天然資源に含まれる多

8

数成分混合物からCS結晶との親和性をスクリーニングすることで、天然物の単離構造決定のワークフローを実験スケールで2桁、実験期間で1桁以上効率化した⁵⁾。

最近我々は、ゲノム情報を活用する最新のバイオ技術研究にCS法を活用した。解読ゲノム配列情報から、隠された合成酵素発現の遺伝子配列を探し出すゲノム情報探索が、ゲノム解読の劇的な高速化を背景に、新しい創薬技術として近年急速に発展している。この最新バイオ技術の律速段階は、見つかった合成酵素が生産する天然物の構造決定にあった。

これらの化合物をCS法で次々と構造解析することで、最新バイオ研究を劇的に加速した⁶⁾ (図4)。ごく最近、CS法の医学研究における活用も始まった。生物・医学の研究の最先 端は分子構造レベルでの現象の理解に到達しているが、多くの研究が驚くほど構造決定と いう激しい渋滞区間を抱え、その展開が阻まれている。CS法はその渋滞を解消する「高速 道路」である。

このような新しいX線解析手法に対して、産業界も大きな期待を寄せている。製薬企業 では、新薬の開発過程で微量活性成分の特定や微量代謝物の構造決定、さらには品質管理 のための不純物の解析が常時必要であり、微量化合物の迅速な構造解析手法を強く求めて いた。食品、飲料、香料、化学、等々の業界も同様のニーズを抱えていた。社会からの強 い要請を背景に、CS法技術はイノベーション創出を目指す国の大型研究事業(JST-ACCEL) に採択され、その実用化に拍車がかかった。産業界活用の機運が生まれ,さらにはCS法発 展研究の場となる東京大学社会連携講座の設立や,文科省ナノテクプラットフォームへの CS法技術移転までが瞬く間に実現した。発表からわずか5年,CS法は着実に「後生に残る 技術」として成長を遂げている。本講演で示す多くの化合物の解析例は、いずれも現在進 行形の研究で得られたものであり、天然化合物や微量成分が関与する様々な研究にリアル タイムで貢献できたことに大きな意義と喜びを感じている。

文献

- (a) Y. Inokuma, S. Yoshioka, J. Ariyoshi, T. Arai, Y. Hitora, K. Takada, S. Matsunaga, K. Rissanen, M. Fujita, *Nature* 2013, 495, 461-466.
 (b) M. Hoshino, A. Khutia, H. Xing, Y. Inokuma, M. Fujita, *IUCrJ* 2016, 3, 139-151.
- 2. (a) A. G. O'Brien, A. Maruyama, Y. Inokuma, M. Fujita, P. S. Baran, D. G. Blackmond, *Angew. Chem. Int. Ed.* 2014, 53, 11868-11871. (b) A. B. Cuenca, V. Duplan, N. Zigon, M. Hoshino, M. Fujita, E. Fernández, *Chem. Eur. J.* 2016, 22, 4723-4726.
- (a) S. Takizawa, K. Kishi, Y. Yoshida, S. Mader, F. Arteaga, S. Lee, M. Hoshino, M. Rueping, M. Fujita, H. Sasai, *Angew. Chem. Int. Ed.* 2015, *54*, 15511-15515. (b) S. Yoshioka, Y. Inokuma, M. Hoshino, T. Sato, M. Fujita, *Chem. Sci.* 2015, *6*, 3765-3768. (c) S. S. Goh, P. A. Champagne, S. Guduguntla, T. Kikuchi, M. Fujita, K. N. Houk, B. L. Feringa, *J. Am. Chem. Soc.* 2018, *140*, 4986-4990. (d) S. Sairenji, T. Kikuchi, M. A. Abozeid, S. Takizawa, H. Sasai, Y. Ando, K. Ohmatsu, T. Ooi, M. Fujita, *Chem. Sci.* 2017, *8*, 5132-5136.
- 4.(a) S.Urban, R. Brkljača, M. Hoshino, S. Lee, M. Fujita, Angew. Chem. Int. Ed. 2016, 55, 2678-2682. (b) S. Lee, M. Hoshino, M. Fujita, S. Urban, Chem. Sci. 2017, 8, 1547-1550.
- 5.N. Wada, R. Kersten, T. Iwai, S. Lee, F. Sakurai, T. Kikuchi, D. Fujita, M. Fujita, J.-K. Weng, *Angew. Chem. Int. Ed.* 2018, 57, 3671-3675.
- 6.(a) Y. Matsuda, T. Mitsuhashi, S. Lee, M. Hoshino, T. Mori, M. Okada, H. Zhang, F. Hayashi, M. Fujita, I. Abe, *Angew. Chem. Int. Ed.* 2016, 55, 5785-5788. (b) R. D. Kersten, S. Lee, D. Fujita, T. Pluskal, S. Kram, J. E. Smith, T. Iwai, J. P. Noel, M. Fujita, M., J. K. Weng, *J. Am. Chem. Soc.* 2017, 139, 16838–16844



図1. CS法の概念図:細孔性錯体(結晶スポンジ)にサンプルを吸収させX線測定を行うと、結晶スポンジ内に捕捉されたゲストの構造が観測される。



図2. CS法の原理:あらかじめ「結晶化した」空間に、試料を流し込む。



図3. (a) 最も汎用なCS結晶の合成スキーム。(b) CS法の活用例: (上段) 有機合成研究における構造解 析例。(下段) 天然物化学研究における構造解析例。



図4. 結晶スポンジ法で求めた新規天然化合物アステリファジエンの絶対構造。ゲノムデータバンクからの情報検索 で見出された新しい環化酵素により生合成された。

山口 健太郎 (やまぐち けんたろう)

徳島文理大学香川薬学部 〒769-2193 香川県さぬき市志度 1314-1 電話 087-899-7436 FAX 087-894-0181 E-mail kyamaguchi@kph.bunri-u.ac.jp

学歴·職歴等:

1982年 薬学博士(東京大学)
1983年 米国立衛生研究所(NIH)博士研究員
1984年 昭和大学薬学部講師
1994年 千葉大学分析センター助教授
2004年 徳島文理大学教授
2004年 放送大学客員教授 (2007まで)
2008年 東京大学客員教授 (2011まで)

受賞:

2009 年 日本分析化学会 先端分析技術賞 日本分析機器工業会 機器開発賞

2010年 日本質量分析学会 技術賞

最近の主な原著論文

- 1. Hayashi, Y.; *Ohara, K.; Taki, R.; Saeki, T.; *Yamaguchi, K. *Analytica Chimica Acta*, **2019**,*1064*, 80-86.
- *Tominaga, M.; Kawahata, M.; Itoh, T.; *Yamaguchi, K. Cryst. Growth Des., 2019, 19, 1118-1124.
- Hyodo, T.; Kawahata, M.; Hikami, Y.; Komatsu, A.; Tominaga, M.; *Yamaguchi, K. CrystEngComm, 2019, 21, 1548-1554.
- Hirao, T.; Kim, D-S.; Chi, X.; Lynch, V-M., Ohara, K.; *Park, J-S.; *Yamaguchi, K.;
 *Sessler, J-L., *Nat. Commun.*, 2018, 9, 823.
- *Tominaga, M.; Takahashi, E.; Ukai, H.; Ohara, K.; Itho, T.; *Yamaguchi, K. Org. Lett., 2017, 19(7), 1508-1511.
- Wang, D-Y.; Kawahata, M.; Yang, Z-K.; Miyamoto, K.; Komagawa, S.; *Yamaguchi, K.; *Wang, C.; *Uchiyama, M., *Nat. Commun.*, **2016**, *7*, 12937



結晶スポンジーレーザー脱離イオン化質量分析 (CS-LDI MS)

山口 健太郎

徳島文理大学香川薬学部 〒769-2193 香川県さぬき市志度 1314-1 *e-mail: kyamaguchi@kph.bunri-u.ac.jp*

質量分析法において、Matrix-Assisted Laser Desorption Ionization (MALDI) は高感度、且つ、 ソフトなイオン化法として知られており、タンパク質をそのまま検出できる手法である。 しかしながら、分析種に対して適切なマトリクスを選ぶ際には実験者の経験に基づいて試 行錯誤する必要がある。また、イオン化効率が非常に良い場所 (ホットスポット) が存在 し、従来実験者の経験や勘が重要であった。それらの問題を解決する方法として、表面支 援レーザー脱離イオン化 (Surface-Assisted Laser Desorption Ionization: SALDI) 法が用いら れるようになった。この手法は、金属ナノ粒子やゼオライトのような細孔を有する周期構 造体の表面を化学的に修飾することで、静電的相互作用や抗原抗体反応といった相互作用 点を導入する方法である。これにより、一般的に検出が難しい翻訳後修飾タンパク質を検 出できるようになった。しかしながら、分析種とマトリクスの相互作用を直接観測するこ とや、その取込量の評価といった定量的な議論は容易ではない。これまでに当研究室では 結晶性を有する細孔性錯体である結晶スポンジ (Crystalline Sponge: CS)¹⁾を用いて、その 細孔内ヘスチルベン誘導体の取り込みを行い、レーザー脱離イオン化 (LDI)を試みた。導 入された置換基に関わらず、スチルベンは CS 内へ取り込まれた。単結晶 X 線構造解析の 結果から、①分析種の立体構造、②分析種と骨格との相互作用、そして③単結晶内ゲスト 量を求めた。また、スチルベン包接錯体の LDI によりスチルベン誘導体のイオンピークを 直接得ることに成功した。以上から、CS はイオン化場となることが分かり、この手法を結 晶スポンジ-レーザー脱離イオン化質量分析 (Crystalline Sponge – Laser Desorption Ionization Mass Spectrometry: CS-LDI MS) 法²⁾と呼ぶことにした。

本講演では、CS-LDI MS が「単一の結晶」から単結晶 X 線構造解析法と LDI 質量分析法 という二つの分析手法の単なる組み合わせではなく、互いの分析情報から分子構造解析を 可能にできる超高感度微量分析手法であることを示す。まず初めに、LDI 法としての特徴 を調べるために、両末端に phenyl 基を有する直鎖状共役 ene 化合物 (二重結合数 1~3)の 取り込みを行った。その結果、すべての ene 化合物が CS 内へ取り込まれたことを単結晶 X 線構造解析により確かめた。これらの単結晶を LDI 法によりイオン化を試みたところ、全 ての結晶において取り込まれた化合物由来のイオンピークを与えることが IMS (Imaging Mass Spectrometry) より示された。一方、DHB (2,5-dihydroxyl benzoic acid)を用いた MALDI 法では化合物によってホットスポットの分布が異なっていた。このことから、CS-LDI 法で は化合物が適切に取り込まれた場合、ゲスト分子のイオンピークを簡便に検出できること

がわかった (Fig. 1)。



Fig. 1. ene 化合物の CS 内取り込みと単結晶 X 線構造解析, MALDI, CS-LDI MS(IMS).

CS 内へ取り込まれる分子群を探索したところ、1,3-benzodioxole 誘導体、単環状化合物 および indole 誘導体が取り込まれる傾向にあることを見出した。そこでまず、piribedil に 着目して、CS 法に基づく単結晶 X 線構造解析行い、CS-LDI MS からも分子構造情報を得 ることができた。構造解析から、独立分子として三つの piribedil を観測した結果、これら のうちのひとつは骨格分子に巻き付くように V 字に折れ曲がっていた。また、CS-LDI MS から、分子イオンピークを観測しただけでなく、複雑なフラグメンテーションを観測した。 このフラグメンテーションから骨格である 1,3-benzodioxole のイオンピークが観測された³⁾。 既存法である電子イオン化 (EI) 法と類似した点があるので、フラグメンテーションのデー タベース解析から骨格構造を類推できると考えられる。一方で 10 員環を越える単環状化合 物も細孔内へ取り込まれたが、分子イオンは検出されなかった。これは静電的相互作用と イオン化の関係を直接観測した例といえる ⁴⁾。さらに単一結晶の µm 領域からレーザー照 射によってイオンが生成することから、用いた試料量が fmol オーダーであると見積もるこ とができた。

以上より、CS-LDI MS はゲスト包接結晶の単結晶 X 線構造解析において disorder 等で解 析が困難な場合、LDI による質量分析から構造情報を補うことができる。同時に未知化合 物の構造解析の可能性を示していることから、本手法のさらなる応用について考察し、さ らにイオン化機構について議論する。

References

- 1) Y. Inokuma, S. Yoshioka, J. Ariyoshi, T. Arai, Y. Hitora, K. Tanaka, S. Matsunaga, K. Rissanen and M. Fujita, *Nature*, **2013**, 495, 461-466.
- 2) K. Ohara, A. Nakai, and K. Yamaguchi, Eur. J. Mass Spectrom., 2015, 21(3), 413-421.
- 3) Y. Hayashi, K. Ohara, R. Taki, T. Saeki, and K. Yamaguchi, Analyst, 2018, 143, 1475-1481.
- Y. Hayashi, K. Ohara, R. Taki, T. Saeki, and K. Yamaguchi, *Anal. Chim. Acta*, **2019**, 3, 1064, 80-86.

先端研究基盤共用促進事業

大阪大学ナノ構造量子解析ソリューション成果報告

産学共創A棟 共通機器室内設置機器15
産学共創本部 片野 公也
全自動多目的 X 線回折装置 Xpert-PRO-MPD
基礎工学研究科 廣田 雄一朗
単結晶 X 線回折装置 XtaLAB P200
基礎工学研究科 鈴木 修一・川守田 創一郎
光電子分光装置 KRATOS AXIS ULTRA
太陽エネルギー化学研究センター 原田 隆史
電界放出形走查電子顕微鏡(FE-SEM)高真空・低真空対応 日立 SU660019
理学研究科 戸所 泰人
電子顕微鏡(JSM-7600F、JEM-2100)
理学研究科 伊藤 彰厚
単結晶 X 線回折装置(VariMax RAPID II 、RAPID 191R/FR-E、R-AXIS7/FR-E) …21
理学研究科 川村 和司
ICP 発光分光分析装置 ICPS-8100
科学機器リノベーション・工作支援センター 江口 奈緒
電界放射型走查電子顕微鏡 JSM-6335F
産業科学研究所「村上」洋輔
多目的 X 線回折装置 SmartLab ····································
産業科学研究所「嵩原」綱吉
単結晶 X 線回折装置 高輝度 X 線・CCD
産業科学研究所「嵩原」綱吉
熱分析装置 (TG8120・DSC8270)
産業科学研究所「嵩原」綱吉
X線光電子分光分析装置 JPS-9010MC
産業科学研究所 羽子岡 仁志

産学共創A棟 共通機器室内設置機器 大阪大学 産学共創本部 片野 公也

*機器の種類・概要

- ・熱総合分析システム(リガク Thearmo Plus EVOⅡ): DSC(-125~450°C)、TMA(室温~1350°C)、 TG-DTA(室温~1350°C)
- ・X線光電子分光分析装置(島津/Kratos AXIS-165x): 励起X線源(モノクロメーター(Al)、Mg/Al)、 出てくる光電子を測定し、試料最表面から1~2原子層の定性・定量・化学結合状態を分析。
- ・原子間力顕微鏡(キーエンス VN-8000/VN-8010): 観察範囲(X-Y 200nm-200 µ m)、Z 分解能 0.3nm 。大気中で測定を行い、簡単に操作できる。
- ・絶対 PL 量子収率測定装置(浜松ホトニクス Quantaurus-QY):励起波長(250-850nm)、PL 計測波長 範囲(300-950nm)。フォトルミネッセンス法により発光材料の絶対発光量子収率を測定。
- ・ 蛍光 X 線分析装置(リガク Supermini): 波長分散型蛍光 X 線分析、検出元素(F~U)。 試料の分析面を下に向け、下からX線を照射して測定する水平下面照射方式。

* 共同利用の効果など

今まで利用経験の無かった研究室からの問合せや利用があったこと。

弊所の装置の仕様では測定の対応ができない試料の場合や弊所の装置が不調の場合、産研解 析センター等の同様の装置で仕様の異なるところを紹介したり、逆に紹介してもらったりと双方の利 便性を高めることが出来た。



熱総合分析システム



X線光電子分光分析装置

原子間力顕微鏡



絶対 PL 量子収率測定装置

蛍光 X 線分析装置

全自動多目的 X 線回折装置 Xpert-PRO-MPD 大阪大学 基礎工学研究科 廣田 雄一朗

*機器の概要

粉末試料の定性、定量分析、薄膜試料の組成、配向、膜厚などを測定可能な XRD である。 当該装置では、加熱ホルダー、液体窒素コントローラーを備え付けており、低温から高温 (300度)までの連続測定が可能であることが大きな特徴である。高速検出器との一体運用 により、X線回折ピークの温度変化を高速かつ自動で測定することができ、例えば、液晶サ ンプルの相転位前後での配向性の違い、セラミックサンプルの熱膨張変化など、多くの分 野での材料開発研究に有用な装置である。

*共同利用の効果

本年度の実施予定の検出器を含む保守により、装置の一層の安定動作が期待できる。 *利用実績など

H29年度(計653時間)

• 学内共同利用:653時間

H30年度(計682時間)

• 学内共同利用:682時間

H31/R1 年度の予定

・新規利用者向けの装置利用講習会を随時実施予定。



単結晶 X 線回折装置 XtaLAB P200 大阪大学大学院基礎工学研究科 鈴木 修一・川守田 創一郎

*機器の概要

XtaLAB P200 はハイブリッドピクセル 検出器 PILATUS3 R 200K を搭載した単結 晶構造解析用システムである。高速読み 取り可能な検出器の特徴を活かし、シャ ッターレス測定を行える。読み出しノイ ズがないために S/N 比が良く、さらにダ イナミックレンジも広いことから、サイ ズの小さな結晶などの回折 X 線強度が 弱い結晶に対して強力な構造解析ツール となった。



* 共同利用の効果

装置の保守契約により、常時質の高い回折像が得られ、多くの新規化合物の単結晶構造 解析が達成された。当該装置を用いて解析された単結晶構造の代表例を以下に示す。



Ref. 1

Ref. 2

Ref. 3

*利用実績

H29	年度	:	共同利用時間	2, 387	時間
H30	年度	:	共同利用時間	3, 112	時間

* References

 Nagae, H.; Aoki, R.; Akutagawa, S.; Kleemann, J.; Tagawa, R.; Schindler, T.; Choi, G.; Spaniol, T. P.; Tsurugi, H.; Okuda, J.; Mashima, K. Angew. Chem., Int. Ed. 2018, 57, 2492–2496.

2) Arikawa, S.; Shimizu, A.; Shintani, R. Angew. Chem., Int. Ed. 2019, 58, 6415-6419.

3) Suzuki, S.; Nakamura, F.; Naota, T. Mater. Chem. Front. 2018, 2, 591–596.

光電子分光装置 KRATOS AXIS ULTRA 大阪大学 太陽エネルギー化学研究センター 原田 隆史

*機器の概要

本装置は、試料表面にX線を照射し、試料表面から放出される光電子の運動エネルギー を計測することで、試料表面近傍に存在する構成元素の組成、電子状態、化学結合状態を 分析することができます。X線源として Mg Ka、Al Ka、単色化 X線(Al Ka)の切換え が可能であり、プローブ径最小15µmからの測定ができます。測定可能元素はLi~Uです。 表面中和機構を有しており、絶縁物試料に対して均一に中和する機能を有しています。ま た、Ar イオンを用いたエッチングによる深さ方向分析もできます。有機材料や無機材料の 定性・定量分析などに利用できるため、多くの分野で有効です。

*共同利用の効果

学内で共同利用できる光電子分光装置は多くない。また、Z,Y,Z, θ 4 軸自動ステージ、 15 mm×130 mmの大きな試料固定ステージを有しているため、一度の設定で複数の試料を自 動で測定可能であり、試料交換などの手間が少ない。依頼分析も可能であるが、自主分析 時のユーザーの負担が少ない装置です。

*利用実績など

H29 年度

学内共同利用:1456時間(稼働率 85%)

H30 年度

学内共同利用:1212時間(稼働率 84%)



電界放出形走査電子顕微鏡(FE-SEM)高真空・低真空対応 日立 SU6600 大阪大学 理学研究科 戸所 泰人

*機器の概要

走査電子顕微鏡(SEM)は、電子を利用して物質表面の微小な構造を鮮明に観察する装置である。その活用分野は広く、金属、半導体、セラミックスなどのエレクトロニクス、各種機能性材料から 医学、生物学など、あらゆる研究から品質管理に至るまで利用されている。

日立 SU6600 形 FE-SEM は低真空機能付き高分解能走査電子顕微鏡であり、通常の高真空観 察だけでなく、低真空観察まで対応している。低真空観察では試料室内の圧力を高くして残留気 体分子と電子の衝突により発生したイオンが試料表面の帯電を中和することにより、絶縁物(非導 電性試料)が前処理不要で観察できる。また、ガス放出の多い試料や含水試料の観察にも用いら れる。低真空観察は本学の他の共用利用装置にない本装置だけの特徴となる。

*共同利用の効果

本装置は本事業の開始以前から共用化され、部局内外で広く利用されている。そのため、新規 ユーザーに対して初期講習を行い、安全にきれいな画像が取得できるように努めている。本事業 により新たに学生を特任研究員として雇用していただいた。簡単なメンテナンスや簡易マニュアル (日本語、英語)の作成していただき、円滑に利用講習をおこなえるようになった。また、利用者にと っても煩雑なマニュアルを見ることなしに簡便に測定をおこなえ、操作ミス軽減などにも効果もあり、 大変有意義であった。

*今後の展開

本年度、定期メンテナンス費用を拠出していただける予定である。本装置は一昨年度大規模な メンテナンスをおこなった以降、定期メンテナンスをおこなっていない。定期メンテナンスをおこなえ ることにより、機能維持および回復が見込まれ、今後も良好な状態が保てると考えている。

現在、測定データを持ち帰る方法として、USB 等をPC に接続し、各自データを取得してもらって いた。この方式では簡単に大量のデータを取得することができるが、電子顕微鏡操作 PC および利 用者 PC にコンピュータウィルス感染等のリスクは非常に高くなる。理学研究科の NMR で利用して いるファイルサーバーを利用した方式を電子顕微鏡にも適応することで、電子顕微鏡においても 安全に測定データを取得するシステムを構築する。ユーザーの利便性を向上させ、また、装置の

故障などのリスクを下げることで利用者拡大につなげる。

本年度から本装置においても本事業で立ち上げ た予約システムを利用するようになった。このメリット は全学の共用機器がシームレスに予約でき、また自 分の利用できる装置の存在に気がつきやすくなった ことにある。今後、本装置の利用者が増えることに期 待したい。



電子顕微鏡(JSM-7600F、JEM-2100) 大阪大学 理学研究科 伊藤 彰厚

*概要

理学研究科では以下の4台の電子顕微鏡、セミインレンズ型サーマルFE-SEM(JEOL社、 JSM-7600F)および高加速TEM(JEM-2100)に加えソフトマテリアル用のアウトレンズ型サーマル FE-SEM(日立ハイテク社、SU-6600)および低加速TEM(日立ハイテク社、H-7650)を管理・運営 しその全てを共通機器としている。本要旨ではそのうちJSM-7600F及びJEM-2100について、現 在の状況や先端研究基盤共用促進事業(以下、本事業とする)による成果を述べる。 *共同利用の効果

上述の通り、JSM-7600F、JEM-2100 いずれも本事業以前から共通機器として学内外での共用 可能機器としていた。本事業では主に定期メンテナンスにおける経費を捻出して頂け、導入から10 年近く経つが装置の状態は非常に良好な状態で運用できている。加えて、学生特任研究員 S とし て2名を雇用でき、実験講習補助・簡易メンテナンス・マニュアル作成をしてもらい、より安定して共 通機器として運用することができた。

*利用実績・本事業における成果など

·共用稼働実績

	H29年度利用実績	H30年度利用実績
JSM-7600F	計 151 時間	計 205 時間
JEM-2100	計 164 時間	計 336 時間

講習など

	H29年度実績	H30年度実績
JSM-7600F	5回(延べ12人)	17回(延べ46人、うち英語講
		習は7回、述べ13人)
JEM-2100	4回(延べ7人)	11回(延べ29人、うち英語講
		習は2回、延べ6人)

・本事業における成果

本事業の特任研究員 Sとして、雇用させていただいた学生さん2名によりそれぞれの装置のマニ ュアル JSM-7600 は日本語版と英語版、JEM-2100 は英語版のマニュアル化ができ、また彼らのサ ポートによりビギナーユーザーの初回講習や自主利用も円滑に進むようになった。H29 年度から H30 年度にかけて利用実績・講習実績ともに増えているのは、本事業により彼らのサポートが得ら れたおかげであるといえる。

*R1年度以降の計画及び展望

本事業にて雇用させて頂いた学生さんのサポートもあり、より安定して運用ができる状況となった。 また彼ら自身がビギナーユーザーを育成可能なレベルに到達していることもあり、今後も継続的な 共用利用が可能であると考えている。

単結晶 X 線回折装置(VariMax RAPIDⅡ、RAPID 191R/FR-E、R-AXIS7/FR-E) 大阪大学 理学研究科 川村 和司

*機器の概要

理学研究科では3台のX線回折装置を共通機器としている。検出器はイメージングプレート、発 生装置は回転対陰極型で集光ミラーを搭載しており、微小結晶の測定にも適した装置である。 R-AXIS7/FR-E(Mo線源)は高輝度型の装置でカメラ長と2θの変更ができる特殊な機種である。 他には無い機能を持った装置で、長い格子をもつ結晶の測定に適している。

* 共同利用の効果

上記 3 台の単結晶 X 線回折装置は本事業の開始前より学内で共通機器として運用していた (RAPID 191R/FR-E は学外利用も可能)。各装置の定期メンテナンスにより安定した測定が行えて いる。

保守内容

・RAPID 191R/FR-E ターゲット保守(H29年度)

•RAPID 191R/FR-E TMP 保守(H30 年度)

- •R-AXIS7/FR-E TMP 保守(H30 年度)
- ・VariMax RAPID II 保守(R1 年度予定)

*利用実績など

·共同利用実績

	H29年度利用実績	H30年度利用実績
VariMax RAPID II	882 時間	1,199 時間
RAPID 191R/FR-E	1,072 時間	770 時間
R-AXIS7/FR-E	971 時間	758 時間

*R1 年度の予定

各装置で随時講習会を開催していく予定である。



ICP 発光分光分析装置 ICPS-8100

大阪大学 科学機器リノベーション・工作支援センター 江口 奈緒

*装置の概要

ICPS-8100(島津製作所)はツェルニ・ターナー型の分光器を2台搭載したツインシ ーケンシャル型のICP発光分光分析装置であり、分解能においては最高の性能を有し た装置です。およそ70元素を分析可能であり、かつ70元素の定性分析を非常に高速・ 簡便に行うことが可能です。真空計分光器を搭載しているため、他のICP発光分光分 析装置では検出が難しいリン、硫黄、ホウ素、塩素や臭素も検出可能であり非常に汎 用性のある装置です。有機溶媒導入系も備えており、有機溶媒をそのまま測定するこ とが可能です。

*共同利用の効果

従前より本機器はリユース機器として科学機器リノベーション・工作支援センター に登録し全学開放を行っていました。それに伴い、前処理に使用するドラフトの整備、 測定制御 PC のアップデートおよびマイクロ波による前処理装置の導入など利用を促進 するための支援を受け、共同利用機器として広く使われるようになりました。

先端研究基盤共用促進事業の登録装置となり、本機器のメーカー保守契約を継続し て行えるようになり装置を非常によい状態で保つことができました。故障や機器トラ ブルの際も迅速な修理を行うことができ、利用者に不便をかけることなく運用するこ とができました。

*2019年度の予定

科学機器リノベーション・工作支援センターおよび解析センター共催の講習会を6月 および11月に開催予定



ICPS-8100 で検出可能な元素

装置写真

電界放射型走查電子顕微鏡 JSM-6335F 大阪大学 産業科学研究所 村上 洋輔

*機器の概要

・JSM-6335F(日本電子)は、電界放射型電子銃により試料表面の微細構造を高分解能観察 できる走査電子顕微鏡です。電界放射型電子銃は極めて輝度が高く、各加速電圧で高倍率 の立体的な画像を容易に得ることができます。また、エネルギー分散型 X 線分光器(EDS) が付属しており、試料を破壊することなく、試料表面または断面部の極めて微小な領域の 元素分析や元素分布の観察を、高精度かつ効果的に行うことができます。

*共同利用の成果

・エネルギー分散型 X 線分光器(EDS)の増設により、試料表面の形状観察に加えて微小領域の元素分析が可能になりました。EDS が付属している走査電子顕微鏡の数はある程度限られるので、学内の幅広いニーズを集める結果に繋がっています。

・走査電子顕微鏡の断面試料作製装置であるイオンミリング装置(日立ハイテク、IM4000) を導入しました。ある試料の断面を観察する場合、一般的にその試料を切断・割断し断面 を研磨する必要がありますが、いずれの手順も試料の断面構造を変形、破壊する可能性が あります。しかしイオンミリング装置を使うと、イオンビームによるスパッタリング効果 で応力をかけずに断面を作成でき、本来の構造を走査電子顕微鏡で観察できます。

*利用実績など H29 年度(計 728 時間) 産研所内··· 452 時間 学内共同利用···276 時間

H30 年度(計 1153 時間) 産研所内··· 891 時間 学内共同利用···262 時間

H29・H30 講習会参加者産研所内… 9 研究室、23 名学内共同利用…13 研究室、47 名



H31 年度の予定

・産研所内・学内共同利用者向けの講習会を 5~6 月、10 月に開催予定

多目的 X 線回折装置 SmartLab 大阪大学 産業科学研究所 嵩原 綱吉

*機器の概要

Cuの特性X線を試料に照射し、回折されたX線を測定する装置。粉末、薄膜試料に対応し、 結晶相の同定や定量、配向性、結晶性、結晶子サイズ、格子定数の精密化、残留応力等、種々 の評価が可能。試料温度可変測定や微小領域測定、小角散乱測定のためのアタッチメントも備 えている。

*共同利用の効果

X線ターゲット、フィラメント、X線源高圧接続部品の保守により、性能が維持された。 また、装置が密集していた部屋から移設されたことにより、余裕のあるスペースが得られ、 講習会により多くの利用者が参加できる環境が整った。

*利用実績など

H29年度(計2275時間)

- · 学内共同利用: 2193 時間
- ・ 全学対象講習会:82時間 (7部局 22研究室、60人の参加)

H30年度(計144時間)

- · 学内共同利用:1553 時間
- ・ 全学対象講習会:132時間 (7部局24研究室、87人の参加)

H31年度・令和元年度の予定

・科学機器リノベーション・工作支援センターおよび総合解析センター共催の講習会を 平成31年4月、令和元年5、10月に実施予定



単結晶 X 線回折装置 高輝度 X 線・CCD 大阪大学 産業科学研究所 嵩原 綱吉

*機器の概要

特性 X 線を単結晶試料に照射し、あらゆる方向に回折される X 線を 2 次元検出器により計測 する装置。結晶を構成する原子・分子の 3 次元配列を解析することができ、結合長や結合角度、 原子間相互作用に関する情報が得られる。高輝度単結晶 X 線回折装置(高輝度 X 線)では、 Cu Ka 線を使用し、イメージングプレート検出器を備えている。0.1 mm 以下の微小結晶や、軽 元素で構成される分子の絶対構造評価に有効である。また、CCD 単結晶 X 線回折装置(CCD) では、Mo Ka 線を使用し、読取り速度の速い CCD 検出器を備えている。金属錯体など重元素 が含まれる結晶の測定に多用されている。

*共同利用の効果

X線ターゲット、フィラメントの保守により、高真空やX線強度が維持された。また、装置の移設により、余裕のあるスペースが得られ、講習会により多くの利用者が参加できる 環境が整った。

*利用実績など

H29年度(計4003時間)

- 学内共同利用: 3988 時間
- ・ 全学対象講習会:15時間 4部局7研究室、14人の参加)

H30年度(計2790時間)

- 学内共同利用: 2766 時間
- ・ 全学対象講習会:24時間 (5部局6研究室、8人の参加)

令和元年度の予定

 科学機器リノベーション・工作支援センターおよび総合解析センター共催の講習会を 令和元年6、11月に実施予定



高輝度 X 線



CCD

熱分析装置(TG8120・DSC8270) 大阪大学 産業科学研究所 嵩原 綱吉

*機器の概要

試料温度を定められたプログラムに従って変化させながら、試料(あるいはその反応生成物)の物理的性質を、温度(あるいは時間)の関数として測定するための装置。新規材料の熱挙動や熱容量の評価に使用される。熱重量測定-示差熱分析計(TG-DTA)、示差走査熱量計(DSC)があり、各々、試料温度を室温から1500℃まで昇温させることができる。雰囲気を制御することも可能。

*共同利用の効果

試料ホルダー、炉内の石英管の保守により汚染が除去され、本来の性能が維持できた。

*利用実績など

H29年度(計531時間)

· 学内共同利用:531時間

H30年度(計545時間)

- 学内共同利用: 523 時間
- ・ 全学対象講習会: 22 時間 (4 部局 10 研究室、17 人の参加)

令和元年度の予定

・科学機器リノベーション・工作支援センターおよび総合解析センター共催の講習会を 令和元年 5、11月に実施予定



X線光電子分光分析装置 JPS-9010MC 大阪大学 産業科学研究所 羽子岡 仁志

※機器の概要

紫外光電子分光分析装置を備えた X 線光電子分光分析装置(XPS)で試料表面の元素の組 成や化学結合状態を分析する装置です。本装置の分析領域は表面から数 nm までとなってい ますが、イオンスパッタ銃を用いることによって数 μ m までの分析情報を得ることが可能で す。また中和銃も備えており帯電しやすい絶縁物の試料を正しいエネルギー位置で測定す ることが可能です。

※共同利用の効果

XPS の保守により試料準備室における規定真空到達時間が大幅に短縮された。また X 線源 の調整により X 線強度が大幅に向上し感度が上がった。これにより試料を試料準備室に導 入する時間、感度上昇による効果などから、より短時間で測定が可能となった。

※利用実績など

- ·2017年度(計1940時間)
- · 産研対象講習会:24時間

2018年度(計 2089時間)(※2018年度より学内共同利用装置として登録)

- ·学内共同利用:174時間
- ・全学対象講習会(産研含む):42時間(5部局8研究室、21人の参加)

2019 年度の予定

・全学対象の講習会を 2019 年度 6 月に実施予定

