



# センターだより

第 8 号

平成 17 年 6 月発行

機器の詳細な性能、ご利用方法は下記ホームページでご覧下さい。

<http://www.ric.ous.ac.jp>

## 目 次

センターだより発行にあたって	センター所長 橘高茂治	• • • • P 3
新しく導入した分析機器の紹介		
MPMS 高感度磁化率測定装置	生物地球システム学科	
	鳥居雅之	• • • • P 5
機器概要および研究実績（平成 14 年 11 月～平成 17 年 2 月）		
ARX-NMR 超伝導核磁気共鳴装置		• • • • • • • • • • • • • • • P 7
NMR 核磁気共鳴装置		• • • • • • • • • • • • • • • P 11
HR-NMR 高分解能核磁気共鳴装置		• • • • • • • • • • • • • • • P 14
CMA-SEM コンバインマイクロアナライザ		• • • • • • • • • • • • • • • P 18
CL-SEM カソードルミネッセンスマイクロスコープ		
HR-SEM 高分解能走査型電子顕微鏡		• • • • • • • • • • • • • • • P 22
LV-SEM 低真空走査電子顕微鏡		
FE-TEM200 電界放射型透過電子顕微鏡		• • • • • • • • • • • • • • • P 23
TEM400 原子直視電子顕微鏡		
TEM200 高分解能透過電子顕微鏡		• • • • • • • • • • • • • • • P 26
H8100 高分解能透過電子顕微鏡		
XRD 4 軸、2 結晶、IP X 線構造解析装置		• • • • • • • • • • • • • • • P 29
AXIS-HS(XPS) X 線光電子分析装置		• • • • • • • • • • • • • • • P 31
R-AXIS イメージングプレート型 X 線構造解析装置		• • • • • • • • • • • • • • • P 32
HR-MS 高分解能質量分析装置		• • • • • • • • • • • • • • • P 37
LSM 共焦点レーザ顕微鏡		• • • • • • • • • • • • • • • P 38
ネイティブ生体高分子解析システム		• • • • • • • • • • • • • • • P 40
3960Tsunami 蛍光寿命測定装置		• • • • • • • • • • • • • • • P 43
LGM (He),(N <sub>2</sub> ) 液化ガス製造装置		• • • • • • • • • • • • • • • P 44
ESR 電子スピニン共鳴装置		• • • • • • • • • • • • • • • P 51
LCmate 液体クロマトグラフ質量分析計		• • • • • • • • • • • • • • • P 53
MPMS 高感度磁化率測定装置		• • • • • • • • • • • • • • • P 54

## センターだより発行に当たって

現代は、どのような身の回りの器械、器具、食品、衣料品、医薬品、家具、自動車等を見てもナノテクノロジー、エレクトロニクス、遺伝子操作等ハイテク技術を利用していないものはないといってよい。このような先端技術、およびそれを支える基礎研究の進歩は加速度的である。その進展は、最新の高性能機器の利用が保証され、液体ヘリウム、液体窒素など研究を支える資材の安定した提供があって初めて可能になる。岡山理科大学では、このような研究のサービス機関として分析センター、低温センターが設立され、これらが併合されて現在の総合機器センターとなっている。センターの機器は、理科大学での最先端技術の創生と、その基礎科学の発展のための研究に大きな貢献してきた。また学生諸君は、最新の機器の利用を通じて研究の最前線にふれてきた。

総合機器センターに設置されている機器は、学内の教員によって選択、導入されたものである。その運用は、センターの技術職員 2 名（内 1 名が分析部門、1 名は低温部門）と教員 2 名（自然科学研究所との兼任）それに各装置の責任者を含めて開かれる利用者会議によって行われている。新規の機器利用者希望者に対しては、年度の初めに初心者講習会を開いており、ライセンス取得後利用が可能となる。一時的な利用を希望する場合は装置責任者等に申し出て利用することができる。

また、近年の先端的研究は大学、あるいは企業等の研究室だけで行うことが難しくなっており、他機関との機器の相互利用、人的交流を必要としている。機器センターでは、共同研究という形で外部機関に対して機器の利用を可能にしている。

最後に、岡山理科大学が研究に重心を置く大学としてさらなる発展をするためには、最新型の機器だけでなく、最新の分析技術を必要とする野心的、先駆的研究が不可欠である。総合機器センターの活力がその尺度となると思われる。これらは鶏と卵の関係ともいえるが、鶏も卵もあるふれる研究の場を支えるセンターにしたいと考えている。

総合機器センター所長

橘高茂治

## 新しく導入した分析機器の紹介

# MPMS Magnetic Property Measurement System (高感度磁化率測定装置) について

生物地球システム学科 鳥居 雅之

## 【機器概要】

米国 Quantum Design 社製 MPMS XL5

印加磁場範囲 -50 kOe から +50 kOe

温度可変範囲 1.9 K ~ 400 K (300 K ~ 800 K 高温炉使用時)

相対感度：  $2 \times 10^{-7}$  emu (@50 kOe) ; 最大測定値： ± 5 emu

RSO 測定, 連続温度スイープ測定

ヘリウムガス再凝縮装置 (EverCool) による自動液化運転

## 【機器紹介】

MPMSは、SQUID(量子干渉磁束計)と超伝導マグネットを組み合わせた万能型の磁気特性測定装置である。SQUIDを用いることで磁化(磁化率)や磁気ヒステリシス特性、それらの温度変化を極めて高感度に測定できる。印加磁場は超伝導マグネットを用いることで、最大±50 kOeまで可能である。この50 kOeという大きな磁場中でも、SQUIDを安定に動作させて微弱な磁化を測定できるのが本器の最大の特長である。試料の温度は、ヘリウムガスにより1.9 Kから400 Kの範囲で変えることができる。オプションの高温用オープンを組み込めば、300 Kから800 Kの範囲でヘリウムガス雰囲気中での加熱測定が可能である。測定速度を向上させるRSO(試料振動型)測定と、温度を連続的に可変させるスイープ測定の組み合わせにより、1K/min程度の速度で安定に測定可能である。また、蒸発したヘリウムガスは自動的に液化されるため、最長2年間液体ヘリウムを補給することなしに連続運転でき、使用効率が大幅に向上している。



## 機器概要および研究実績

## ARX-NMR 超伝導核磁気共鳴装置

核磁気共鳴装置（ブルカ） ARX-NMR

基準磁場 9.4 テスラ

基準周波数  $^1\text{H}$  400MHz  $^{13}\text{C}$  100 MHz

有機化合物の構造解析 一次元、二次元、多核 NMR が可能

### 【機器概要】



物質を磁場の中に置き、ラジオ波領域の電磁波を照射すると、特定の波長が吸収されるが、その様子を詳細に解析し、物質の構造に関する情報を得る。炭素や水素の化学的環境や位置関係のみならず、分子の動的な情報も得られるため、広く分子レベルでの研究において必須の機器となっている。2種類のプローブがあり、他核、温度変化など多様な測定ができる。装置は、液体窒素と液体ヘリウムに囲まれた超伝導磁石と電磁波を発生させるプローブ、および、測定を制御し、データを処理するコンピュータ部分とからなる。構造を知りたい物質数ミリグラムを数ミリリットルの重水素化溶媒に溶かし、NMR サンプルチューブに入れて測定する。

### 【研究実績】

1. Stereocontrolled synthesis of the aminocyclitol moiety of (+)-trehzolin via C-H insertion reaction of alkylidene carbene  
Akiyama, M., Awamura, T., Kimura, K., Hosomi, Y., Kobayashi, A., Tsuji, K., Kuboki, A. and Ohira, S. *Tetrahedron Letters*, 2004. 45(38): p. 7133-7136.
2. Synthesis and structure of diastereomers of pentenocin B produced by *Trichoderma hamatum* FO-6903.  
Ohira, S., Fujiwara, H., Maeda, K., Habara, M., Sakaedani, N., Akiyama, M. and Kuboki, A. *Tetrahedron Letters*, 2004. 45(8): p. 1639-1641.
3. Concise synthesis of 3-deoxy- $\delta$ -manno-oct-2-ulosonic acid (KDO) as a protected form based on a new transformation of  $\alpha,\beta$ -unsaturated ester to  $\alpha$ -oxocarboxylic acid ester via diol cyclic sulfite.  
Kuboki, A., Tajimi, T., Tokuda, Y., Kato, D.-i., Sugai, T. and Ohira, S. *Tetrahedron Letters*, 2004. 45(23): p. 4545-4548.
4. Total synthesis of (+)-aiphanol, a novel cyclooxygenase-inhibitory stilbenolignan.  
Kuboki, A., Yamamoto, T. and Ohira, S. *Chemistry Letters*, 2003. 32(5): p. 420-421.
5. Stereoselective synthesis of (1S,3R)-1-aminocyclopentane-1,3-dicarboxylic acid via C-H insertion of alkylidene carbene.  
Ohira, S., Akiyama, M., Kamihara, K., Isoda, Y. and Kuboki, A. *Bioscience, biotechnology, and biochemistry*, 2002. 66(4): p. 887-91.
6. M. Kodama, Y. Kawasaki, H. Aoki, and Y. Furukawa,  
Components and Fractions for Differently Bound Water Molecules of Dipalmitoylphosphatidylcholine – Water System as Studied by DSC and  $^2\text{H}$ -NMR Spectroscopy.  
*Biochim. Biophys. Acta* 1667, 55-66(2004)
7. M. Kodama, Y. Kawasaki, H. Aoki, E. Yamamoto, and Y. Furukawa,  
Hydration Properties of Lipid Bilayer Systems Studied Using DSC and  $^2\text{H}$ -NMR Spectroscopy.  
*Recent Res. Devel. Chem. Phys. Lipids* 1, 85-98(2003).
8. H. Aoki and M. Kodama,  
Estimation of Differently Bound Water Molecules for the Gel Phase of Dimyristoylphosphatidylethanolamine – Water System as Studied by DSC and  $^2\text{H}$ -NMR Spectroscopy.  
*J. Biol. Phys.* 28, 237-252(2002).
9. Xinhua Dai, Ken-ichoro Hayashi, Hiroshi Nozaki, Youfa Cheng, Yunde Zhao.  
Genetic and chemical analysis of the action mechanism of sirtinol in *Arabidopsis*.  
*Proc Natl Acad Sci USA*. 2005, 102(8), 3129-3134

10. Liaw CC, Chang FR, Wu CC, Chen SL, Bastow KF, Hayashi KI, Nozaki H, Lee KH, Wu YC.  
Nine New Cytotoxic Monotetrahydrofuranic Annonaceous Acetogenins from *Annona montana*., *Planta Med.* 2004, 70(10), 948-959
11. Atsushi Yamazoe, Ken-ichiro Hayashi, Atsuhiro Kuboki, Susumu Ohira and Hiroshi Nozaki.  
The isolation, structural determination, and total synthesis of terfestatin A, a novel auxin signaling inhibitor from *Streptomyces* sp.  
*Tetrahedron Letters*. 2003, 45(45), 8359-8362
12. Hayashi K, Chang FR, Nakanishi Y, Bastow KF, Cragg G, McPhail AT, Nozaki H, Lee KH.  
Antitumor agents. 233. Lantalucratins A-F, new cytotoxic naphthoquinones from *Lantana involucrata*.  
*J Nat Prod.* 2004, 67(6):990-993.
13. Chang FR, Hayashi K, Chen IH, Liaw CC, Bastow KF, Nakanishi Y, Nozaki H, Cragg GM, Wu YC, Lee KH.  
Antitumor agents. 228. five new agarofurans, Reissantins A-E, and cytotoxic principles from *Reissantia buchananii*.  
*J Nat Prod.* 2003, 66(11):1416-1420.
14. Hayashi K, Jones AM, Ogino K, Yamazoe A, Oono Y, Inoguchi M, Kondo H, Nozaki H  
Yokonolide B, a novel inhibitor of auxin action, blocks degradation of AUX/IAA factors.  
*J Biol Chem.* 2003, 278(26), 23797-806.
15. Wu JH, Chang FR, Hayashi K, Shiraki H, Liaw CC, Nakanishi Y, Bastow KF, Yu D, Chen IS, Lee KH.  
Antitumor agents. Part 218: Cappamensin A, a new In vitro anticancer principle, from *Capparis sikkimensis*.  
*Bioorg Med Chem Lett.* 2003 Jul 7;13(13):2223-5.
16. Oono Y, Ooura C, Rahman A, Aspuria ET, Hayashi K, Tanaka A, Uchimiya H.  
p-Chlorophenoxyisobutyric acid impairs auxin response in *Arabidopsis* root.  
*Plant Physiol.* 2003;133(3):1135-47.
17. Hayashi K, Nakanishi Y, Bastow KF, Cragg G, Nozaki H, Lee KH.  
Antitumor agents. 221.1 buceracidins A and B, two new flavanones from *Bucida buceras*.  
*J Nat Prod.* 2003, 66(1):125-127.
18. Hayashi K, Nakanishi Y, Bastow KF, Cragg G, Nozaki H, Lee KH.  
Antitumor agents. Part 212 Bucidarasin A-C, three new cytotoxic clerodane diterpenes from *Bucida buceras*.  
*Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters* (2002), 12(3), 345-348.
19. The First and Highly Enantioselective Crotylation of Aldehydes via an Allyl-Transfer Reaction from Chiral Crotyl-Donor  
Junzo Nokami, Masanori Ohga, Hitoshi Nakamoto, Tadashi Matsubara, Iqbal Hussain, and Kazuhide Kataoka,  
*J. Am. Chem. Soc.* 2001, 123, 9168-9169.
20. Convenient Formation of 4-Hydroxyalk-2-en-1-one Functionality via Knoevenagel-type Carbon Chain Elongation  
Reaction of Aldehyde with 1-Arylsulfinylalkan-2-one  
Junzo Nokami, Kazuhide Kataoka, Kazuhiro Shiraishi, Masahiro Osafune, Iqbal Hussain, and Shin-ichi Sumida,  
*J. Org. Chem.* 2001, 66, 1228-1232.
21. Racemization of Homoallyl Alcohols via an Allyl-Transfer Reaction  
Iqbal Hussain, Tatsuhiko Komasa, Masanori Ohga, and Junzo Nokami  
*Synlett* 2002, 640-642.
22. Preparation of highly optically active substituted 2,3-methanocinnamyl alcohols Nobuyuki Imai, Tetsuro Nomura, Shinya  
Yamamoto, Yoshihiro Ninomiya, Junzo Nokami,  
*Tetrahedron Asym.* 2002, 13, 2433-2438.
23. Highly Enantioselective Alk-2-enylation of Aldehydes through an Allyl-Transfer Reaction  
Junzo Nokami, Kenta Nomiyama, Seiji Matsuda, Nobuyuki Imai, Kazuhide Kataoka,  
*Angew. Chem. Int. Ed.* 2003, 42 , 1273-1276.
24. A Novel Enantioselective (2Z)-Alk-2-enylation of Aldehydes via an Allyl-Transfer Reaction from Chiral Allyl Donors  
Prepared from (+)-Isomenthone  
Junzo Nokami, Kenta Nomiyama, Siddiqi M. Shafi, Kazuhide Kataoka  
*Org. Lett.* 2004, 6, 1261-1264.
25. T. Yokoyama, G. Murakami, H. Akashi, and M. Zenki, "Crystal structure of zwitterionic trimethylammoniopropane

- sulfonate," *Anal. Sci.*, 19, 805-806 (2003).
26. T. Yokoyama, A. Yanase, K. Kanazawa, and M. Zenki, "Determination and pre-concentration of copper(II) with N,N'-bis[2-(salicylideneamino)ethyl]ethane-1,2-diamine by flame atomic absorption spectrophotometry," *岡山理科大学紀要*, 39A, 41-46 (2003).
27. T. Yokoyama, G. Murakami, H. Akashi, and M. Zenki, "Crystal structure of zwitterionic surfactant 3-(N,N-dimethylmyristylammonio)propane sulfonate," *Anal. Sci.*, 20, x31-x32 (2004).
28. 横山 崇, 善木道雄, M. Macka, and P. R. Haddad, "キャピラリー電気クロマトグラフィーにおける無機イオの分離能選択性の向上に関する研究," *分析化学*, 54, 107-120 (2005).
29. Y. Naoshima, T. Kimura, Y. Mori, M. Kamezawa, H. Tachibana, K. Kohara, and T. Ohtani,  
The First Synthesis of Chiral Azulene Alcohols Possessing  
a Trifluoromethyl Group By Lipase-Mediated Biotransformation,  
*Recent Res. Devel. Org. Bioorg. Chem.*, 6, 1-9 (2004)
30. Intramolecular C=O ··· B Interactions in o-Boron Substituted Benzaldehyde, Acetophenone, and Benzophenone.  
S. Toyota, M. Asakura, and T. Sakaue, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, 75, 2667-2671 (2002).
31. Enantiomeric Resolution of Intramolecular Amine–Borane Complex with a Chiral Boron Center.  
S. Toyota, T. Hakamata, N. Nitta, and F. Ito, *Chem. Lett.*, 33, 206-207 (2004).
32. Facile Dissociation of B–S Coordination Bonds in [2,6-Bis(ethylthiomethyl)phenyl]diethylborane by an S<sub>N</sub>2-Type Mechanism.  
S. Toyota, N. Uemitsu, and M. Oki, *Heteroatom Chem.*, 15, 241-245 (2004).
33. Substituent Effects on Configurational Stabilities at Tetrahedral Boron Atoms in Intramolecular Borane–Amine Complexes — Structures, Enantiomeric Resolution, and Rates of Enantiomerization of [2-(Dimethylaminomethyl)phenyl]phenylboranes.  
S. Toyota, F. Ito, N. Nitta, and T. Hakamata, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, 77, 2081-2088 (2004).
34. Metal-Assisted Assembly of Pyridine-Containing Arylene Ethynylene Strands to Enantiopure Double Helicates.  
Orita, Akihiro; Nakano, Takehiro; An, De Lie; Tanikawa, Kazumi; Wakamatsu, Kan; Otera, Junzo.  
*Journal of the American Chemical Society* (2004), 126(33), 10389-10396.
35. Rate acceleration of the reaction between solid reactants by premixing in solution: Application to the efficient synthesis of a [2]rotaxane.  
Orita, Akihiro; Okano, Junji; Tawa, Yoshiki; Jiang, Lasheng; Otera, Junzo.  
*Angewandte Chemie, International Edition* (2004), 43(28), 3724-3728.
36. High birefringent bisdiynes and hexatriynes based on double elimination of b-substituted sulfones.  
Ye, Fangguo; Orita, Akihiro; Yaruva, Jayamma; Hamada, Tatsuya; Otera, Junzo.  
*Chemistry Letters* (2004), 33(5), 528-529.
37. Intermittent molecular shuttle as a binary switch.  
Jiang, Lasheng; Okano, Junji; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
*Angewandte Chemie, International Edition* (2004), 43(16), 2121-2124.
38. Unusual carbonyl differentiation in the Lewis acid-catalyzed allylation of aldehydes with tetraallyltin. Applications to parallel recognition and shotgun process. Nagano, Yoshifumi; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
*Bulletin of the Chemical Society of Japan* (2003), 76(11), 2183-2189.
39. Assessment of fluoroalkyltin compounds as fluoro lewis acid catalysts.  
Imakura, Yasuo; Nishiguchi, Satoru; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
*Applied Organometallic Chemistry* (2003), 17(10), 795-799.
40. Double elimination protocol for access to unsymmetrically substituted aromatic polyynes starting from sulfones and aldehydes.  
Ye, Fangguo; Orita, Akihiro; Doumoto, Atsushi; Otera, Junzo.  
*Tetrahedron* (2003), 59(30), 5635-5643.
41. Diversification of shotgun process.  
Nagano, Yoshifumi; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.

- Tetrahedron (2003), 59(29), 5569-5578.
42. High atom efficiency in Sc(OTf)3-catalyzed allylation of aldehydes with tetraallyltin. Nagano, Yoshifumi; Orita, Akihiro; Otera, Junzo. Advanced Synthesis & Catalysis (2003), 345(5), 643-646.
43. Quantitative Evaluation of Lewis Acidity of Metal Ions with Different Ligands and Counterions in Relation to the Promoting Effects of Lewis Acids on Electron Transfer Reduction of Oxygen. Ohkubo, Kei; Menon, Saija C.; Orita, Akihiro; Otera, Junzo; Fukuzumi, Shunichi. Journal of Organic Chemistry (2003), 68(12), 4720-4726.
44. (R)-2,2'-Bis{[5-(2-phenylethynyl)thienyl]ethynyl}-1,1'-binaphthyl. Loehr, Sandra; Yonemura, Makiko; Orita, Akihiro; Imai, Nobuyuki; Akashi, Haruo; Otera, Junzo. Acta Crystallographica, Section E: Structure Reports Online (2003), E59(5), o594-o595.
45. Shotgun process through differentiation of aliphatic and aromatic aldehyde functions: The first synthesis of ferulic acid hexan-3-onyl ether. Nagano, Yoshifumi; Orita, Akihiro; Otera, Junzo. Synlett (2003), (5), 684-688.
46. Double elimination protocol for access to unsymmetrical bis(phenylethynyl)benzenes. Orita, Akihiro; Ye, Fangguo; Doumoto, Atsushi; Otera, Junzo. Chemistry Letters (2003), 32(1), 104-105.
47. Hexacarbonyldicobalt(0) complex of 5,6,11,12-tetradehydrodibenzo[a,e]cyclooctene, [(h<sub>2</sub>-C<sub>16</sub>H<sub>8</sub>)Co<sub>2</sub>(CO)<sub>6</sub>]. Orita, Akihiro; Jiang, Lasheng; Ye, Fangguo; Imai, Nobuyuki; Akashi, Haruo; Otera, Junzo. Acta Crystallographica, Section E: Structure Reports Online (2002), E58(12), m748-m749.
48. Fluorous biphasic esterification directed towards ultimate atom efficiency. Xiang, Jiannan; Orita, Akihiro; Otera, Junzo. Angewandte Chemie, International Edition (2002), 41(21), 4117-4119.
49. A hexacarbonyldicobalt(0) complex of a ‘magazine-rack’ molecule, [(h<sub>2</sub>-C<sub>32</sub>H<sub>20</sub>)Co<sub>2</sub>(CO)<sub>6</sub>]×CH<sub>22</sub>Cl<sub>2</sub>. Orita, Akihiro; Jiang, Lasheng; Ye, Fangguo; Imai, Nobuyuki; Akashi, Haruo; Otera, Junzo. Acta Crystallographica, Section E: Structure Reports Online (2002), E58(11), m681-m683.
50. Combined Lewis acid catalysts in shotgun process: a convenient synthesis of the female sex pheromone of the red-bollworm moth. Nagano, Yoshifumi; Orita, Akihiro; Otera, Junzo. Tetrahedron (2002), 58(41), 8211-8217.
51. Parallel recognition by kinetic control with imino aldehyde substrates that are prone to redistribution. Orita, Akihiro; Nagano, Yoshifumi; Nakazawa, Koichi; Otera, Junzo. Advanced Synthesis & Catalysis (2002), 344(5), 548-555.
52. Solventless reaction dramatically accelerates supramolecular self-assembly. Orita, Akihiro; Jiang, Lasheng; Nakano, Takehiko; Ma, Nianchun; Otera, Junzo. Chemical Communications (2002), (13), 1362-1363.

## NMR 核磁気共鳴装置

核磁気共鳴装置（日本電子） JNM-GSX400

基準磁場 9.4 テスラ

基準周波数  $^1\text{H}$  400MHz

$^{13}\text{C}$  100 有機化合物の構造解析

一次元、二次元、多核 NMR が可能。



### 【機器概要】

物質を磁場の中に置き、ラジオ波領域の電磁波を照射すると、特定の波長が吸収されるが、その様子を詳細に解析し、物質の構造に関する情報を得る。炭素や水素の化学的環境や位置関係のみならず、分子の動的な情報も得られるため、広く分子レベルでの研究において必須の機器となっている。2種類のプローブがあり、他核、温度変化など多様な測定ができる。装置は、液体窒素と液体ヘリウムに囲まれた超伝導磁石と電磁波を発生させるプローブ、および、測定を制御し、データを処理するコンピュータ部分とからなる。構造を知りたい物質数ミリグラムを数ミリリットルの重水素化溶媒に溶かし、NMR サンプルチューブに入れて測定する。

### 【研究実績】

- Reactivity of *N*-alkanoyloxy-2,2,6,6-tetramethylpiperidines (*O*-acylTEMPOs) towards hydride-transferring or metallic alkylating reagents; unprecedented stability and application to chemoselective transformations  
Inokuchi, T.; Kawafuchi, H.; Nokami, J.  
*Chem. Commun.* **2005**, 537-539.
- A Novel Enantioselective (2*Z*)-Alk-2-enylation of Aldehydes via an Allyl-Transfer Reaction from Chiral Allyl Donors Prepared from (+)-Isomenthone  
Nokami, J.; Nomiyama, K.; Shafi, S. M.; Kataoka, K.  
*Org. Lett.* **2004**, 6, 1261-1264.
- Isolation and synthesis of a new natural lactone in apple juice (*Malus x domestica* var. Orin)  
Kitaura, T.; Endo, H.; Nakamoto, H.; Ishihara, M.; Kawai, T.; Nokami, J.  
*Flavour Fregr. J.* **2004**, 19, 221-224.
- Highly Stereoselective Alk-2-enylation of Aldehyde via Allyl-Transfer Reaction  
Nokami, J.  
*J. Synth. Org. Chem. Jpn.* **2003**, 61, 991-1001.
- Highly Enantioselective Alk-2-enylation of Aldehydes through an Allyl-Transfer Reaction  
Nokami, J.; Nomiyama, K.; Matsuda, S.; Imai, N.; Kataoka, K.  
*Angew. Chem. Int. Ed.* **2003**, 42, 1273-1276.
- Stereocontrolled synthesis of the aminocyclitol moiety of (+)-trehzolin via C-H insertion reaction of alkylidenecarbene.  
Akiyama, M.; Awamura, T.; Kimura, K.; Hosomi, Y.; Kobayashi, A.; Tsuji, K.; Kuboki, A.; Ohira, S.  
*Tetrahedron Lett.* **2004**, 45, 7133-7136.
- Synthesis and structure of diastereomers of pentenocin B produced by *Trichoderma hamatum* FO-6903.  
Ohira, S.; Fujiwara, H.; Maeda, K.; Habara, M.; Sakaedani, N.; Akiyama, M.; Kuboki, A.  
*Tetrahedron Lett.* **2004**, 45, 1639-1641.
- Concise synthesis of 3-deoxy-d-manno-oct-2-ulosonic acid (KDO) as a protected form based on a new transformation of  $\alpha,\beta$ -unsaturated ester to  $\alpha$ -oxocarboxylic acid ester via diol cyclic sulfite.  
Kuboki, A.; Tajimi, T.; Tokuda, Y.; Kato, D.-i.; Sugai, T.; Ohira, S.  
*Tetrahedron Lett.* **2004**, 45, 4545-4548.
- Total synthesis of ( $\pm$ )-aiphanol, a novel cyclooxygenase-inhibitory stilbenolignan.  
Kuboki, A.; Yamamoto, T.; Ohira, S.  
*Chem. Lett.* **2003**, 32(5): 420-421.

10. Stereoselective synthesis of (*1S,3R*)-1-aminocyclopentane-1,3-dicarboxylic acid via C-H insertion of alkylidene carbene.  
Ohira, S.; Akiyama, M.; Kamihara, K.; Isoda, Y.; Kuboki, A.  
*Biosci. Biotech. Biochem.* **2002**, *66*, 887-891.
11. Asymmetric hydrogenation of *N*-substituted maleimides by cultured plant cells.  
Hirata, T.; Takarada, A.; Matsushima, A.; Kondo, Y.; Hamada, H.  
*Tetrahedron Asym.* **2004**, *15*, 15-16.
12. Biotransformation of (+)-catechin by plant cultured cells of *Eucalyptus perriniana*.  
Otani, S.; Kondo, Y.; Asada, Y.; Furuya, T.; Hamada, H.; Nakajima, N.; Ishihara, K.; Hamada, H.  
*Plant Biotech.* **2004**, *21*, 407-409.
13. Stereoselective Biotransformation of Limonene and Limonene Oxide by Cyanobacterium, *Synechococcus* sp. PCC 7942.  
Hamada, H.; Kondo, Y.; Ishihara, K.; Nakajima N.; Hamada, H.; Kurihara, R.; Hirata, T.  
*J. Biosci. Bioengin.* **2003**, *96*, 581-584.
14. Phytoremediation of bisphenol A by cultured suspension cells of *Eucalyptus perrinina*-regioselective hydroxylation and Glycosylation.  
Hamada, H.; Tomi, R.; Asada, Y.; Furuya, T.  
*Tetrahedron Lett.* **2002**, *43*, 4087-4089.
15. Macroyclic 1,8-Anthrylene—Ethyneylene Oligomers: A Novel Three-dimensional δ Conjugated Architecture.  
Toyota, S.; Goichi, M.; Kotani, M.  
*Angew. Chem., Int. Ed.* **2004**, *43*, 2248-2251.
16. Substituent Effects on Configurational Stabilities at Tetrahedral Boron Atoms in Intramolecular Borane–Amine Complexes — Structures, Enantiomeric Resolution, and Rates of Enantiomerization of [2-(Dimethylaminomethyl)phenyl] phenylboranes.  
Toyota, S.; Ito, F.; Nitta, N.; Hakamata, T.  
*Bull. Chem. Soc. Jpn.* **2004**, *77*, 2081-2088.
17. Enantiomeric Resolution of Intramolecular Amine–Borane Complex with a Chiral Boron Center.  
Toyota, S.; Hakamata, T.; Nitta, N.; Ito, F.  
*Chem. Lett.* **2004**, 206-207.
18. Facile Dissociation of B–S Coordination Bonds in [2,6-Bis(ethylthiomethyl)phenyl]diethylborane by an S<sub>N</sub>2-Type Mechanism.  
Toyota, S.; Uemitsu, N.; Oki, M.  
*Heteroatom Chem.* **2004**, *15*, 241-245.
19. Rotational Isomerism Involving an Acetylenic Carbon IV: Synthesis and structure of bis(1,1';3',1"-terphenyl-2'-yl)ethynes: molecular design of sterically congested alkynes toward restricted rotation about acetylenic axis.  
Toyota, S.; Iida, T.; Kunizane, C.; Tanifuji, N.; Yoshida, Y.  
*Org. Biomol. Chem.* **2003**, *1*, 2298-2302.
20. Rotational isomerism involving an acetylenic carbon. V. Restricted rotation about acetylenic axis in sterically crowded bis(1-phenyl-9-anthryl)ethynes.  
Toyota, S.; Makino, T.  
*Tetrahedron Lett.* **2003**, *44*, 7775-7778.
21. Intramolecular C=O ··· B Interactions in *o*-Boron Substituted Benzaldehyde, Acetophenone, and Benzophenone.  
Toyota, S.; Asakura, M.; Sakaue, T.  
*Bull. Chem. Soc. Jpn.* **2002**, *75*, 2667-2671.
22. Genetic and chemical analysis of the action mechanism of sirtuin in *Arabidopsis*.  
Dai, X.; Hayashi, K.; Nozaki, H.; Cheng, Y.; Zhao, Y.  
*Proc. Natl. Acad. Sci. USA* **2005**, *102*, 3129-3134.
23. Nine New Cytotoxic Monotetrahydrofuranic Annonaceous Acetogenins from *Annona montana*.  
Liaw, C.; Chang, F.; Wu, C.; Chen, S.; Bastow, K.; Hayashi, K.; Nozaki, H.; Lee, K.; Wu, Y.  
*Planta Med.* **2004**, *70*, 948-959.

24. The isolation, structural determination, and total synthesis of terfestatin A, a novel auxin signaling inhibitor from *Streptomyces* sp.  
Yamazoe, A.; Hayashi, K.; Kuboki, A.; Ohira, S.; Nozaki, H.  
*Tetrahedron Lett.* **2003**, *45*, 8359-8362.
25. Antitumor agents. 233: Lantalucratins A-F, new cytotoxic naphthoquinones from *Lantana involucrata*.  
Hayashi, K.; Chang, F.; Nakanishi, Y.; Bastow, K.; Cragg, G.; McPhail, A.; Nozaki, H.; Lee, K.  
*J. Nat. Prod.* **2004**, *67*, 990-993.
26. Antitumor agents. 228: five new agarofurans, Reissantins A-E, and cytotoxic principles from *Reissantia buchananii*.  
Chang, F.; Hayashi, K.; Chen, I.; Liaw, C.; Bastow, K.; Nakanishi, Y.; Nozaki, H.; Cragg, G.; Wu, Y.; Lee, K.  
*J. Nat. Prod.* **2003**, *66*, 1416-1420.
27. Yokonolide B, a novel inhibitor of auxin action, blocks degradation of AUX/IAA factors.  
Hayashi, K.; Jones, A.; Ogino, K.; Yamazoe, A.; Oono, Y.; Inoguchi, M.; Kondo, H.; Nozaki, H.  
*J. Biol. Chem.* **2003**, *278*, 23797-23806.
28. Antitumor agents. Part 218: Cappamensin A, a new In vitro anticancer principle, from *Capparis sikkimensis*.  
Wu, J.; Chang, F.; Hayashi, K.; Shiraki, H.; Liaw, C.; Nakanishi, Y.; Bastow, K.; Yu, D.; Chen, I.; Lee, K.  
*Bioorg. Med. Chem. Lett.* **2003**, *13*, 2223-2225.
29. *p*-Chlorophenoxyisobutyric acid impairs auxin response in *Arabidopsis* root.  
Oono, Y.; Ooura, C.; Rahman, A.; Aspuria, E.; Hayashi, K.; Tanaka, A.; Uchimiya, H.  
*Plant Physiol.* **2003**, *133*, 1135-1147.
30. Antitumor agents. 221: Buceracidins A and B, two new flavanones from *Bucida buceras*.  
Hayashi K, Nakanishi Y, Bastow KF, Cragg G, Nozaki H, Lee KH.  
*J. Nat. Prod.* **2003**, *66*, 125-127.
31. Antitumor agents. Part 212: Bucidarasins A-C, three new cytotoxic clerodane diterpenes from *Bucida buceras*.  
Hayashi, K.; Nakanishi, Y.; Bastow, K.; Cragg, G.; Nozaki, H.; Lee, K.  
*Bioorg. Med. Chem. Lett.* **2002**, *12*, 345-348.

## HR-NMR 高分解能核磁気共鳴装置

日本電子製 LNM-LA500 および LNM-LA300

基準磁場 11.74 および 7.05 テスラ

基準周波数  $^1\text{H}$  500 および 300MHz

$^{13}\text{C}$  125 および 75MHz

有機化合物の構造解析



L N M -



LNM-LA300

### 【機器概要】

有機溶媒あるいは水に溶解した有機化合物の主に水素核、炭素核を測定することが可能な FT NMR 装置。超伝導マグネット中に置かれたサンプルに電磁波を照射し、サンプルから発せられる電磁波をフーリエ変換することで、有機化合物に含まれる観測核の化学的な環境の違いを調べることができる。一次元 NMR と二次元 NMR の測定が可能。液体窒素を用いれば、低温測定もできる。また、強力なマグネットを持つことから通常は測定が困難なアセチレン炭素や 4 級炭素の測定も可能である。

### 【研究実績】

1. Photochemical deprotection of nitro-substituted benzenesulfenates via photoinduced electron transfer  
Kan Wakamatsu, Mitsuru Kouda, Kazuyoshi Shimaoka, and Haruo Yamada,  
*Tetrahedron Lett.* **2004**, *45*, 6395-6398.
2. Quinone imine dye formation via photocycloaddition between isocyanates and chloranil  
Kan Wakamatsu,  
*Tetrahedron Lett.* **2004**, *45*, 4627-4630.
3. Intramolecular C=O...B Interactions in *o*-Boron Substituted Benzaldehyde, Acetophenone, and Benzophenone.  
S. Toyota, M. Asakura, and T. Sakaue.  
*Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **75**, 2667-2671 (2002).
4. Preparation and Separation of All Possible Rotamers of a Stereochemical Analog of *meso*-Tartaric Acid: Optically Inactive and Optically Active Isomers of (*R,S*)-2,2'-Bis(methoxycarbonyl)-6,6'-dimethyl-9,9'-bitriptycyl.  
S. Toyota, T. Nakagawa, M. Kotani, M. Oki, H. Uekusa, and Y. Ohashi.  
*Tetrahedron*, **58**, 10345-10351 (2002).
5. Experimental and theoretical investigations of absolute stereochemistry and chiroptical properties of enantiopure 2,2'-substituted 9,9'-bianthrlyls.  
S. Toyota, T. Shimasaki, N. Tanifuji, and K. Wakamatsu.  
*Tetrahedron: Asymmetry*, **14**, 1623-1629 (2003).
6. Rotational Isomerism Involving an Acetylenic Carbon IV: Synthesis and structure of bis(1,1';3',1"-terphenyl-2'-yl)ethynes: molecular design of sterically congested alkynes toward restricted rotation about acetylenic axis.  
S. Toyota, T. Iida, C. Kunizane, N. Tanifuji, and Y. Yoshida.  
*Org. Biomol. Chem.*, **1**, 2298-2302 (2003).
7. Rotational isomerism involving an acetylenic carbon. V. Restricted rotation about acetylenic axis in sterically crowded bis(1-phenyl-9-anthryl)ethynes.  
S. Toyota and T. Makino.

- Tetrahedron Lett.*, **44**, 7775-7778 (2003).
8. Enantiomeric Resolution of Intramolecular Amine–Borane Complex with a Chiral Boron Center.  
S. Toyota, T. Hakamata, N. Nitta, and F. Ito.  
*Chem. Lett.*, **33**, 206-207 (2004).
  9. Macroyclic 1,8-Anthrylene—Ethynylene Oligomers: A Novel Three-dimensional  $\pi$  Conjugated Architecture.  
S. Toyota, M. Goichi, and M. Kotani.  
*Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, **43**, 2248-2251 (2004).
  10. Facile Dissociation of B–S Coordination Bonds in [2,6-Bis(ethylthiomethyl)phenyl]diethylborane by an S<sub>N</sub>2-Type Mechanism.  
S. Toyota, N. Uemitsu, and M. Oki.  
*Heteroatom Chem.*, **15**, 241-245 (2004).
  11. Absolute Stereochemistry and Chiroptical Properties of 3,3'-Bis(methoxycarbonyl)-9,9'-bianthryl.  
S. Toyota, T. Shimasaki, T. Ueda, N. Tanifuji, and K. Wakamatsu.  
*Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **77**, 2065-2070 (2004).
  12. Substituent Effects on Configurational Stabilities at Tetrahedral Boron Atoms in Intramolecular Borane–Amine Complexes — Structures, Enantiomeric Resolution, and Rates of Enantiomerization of [2-(Dimethylaminomethyl)phenyl]phenylboranes.  
S. Toyota, F. Ito, N. Nitta, and T. Hakamata.  
*Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **77**, 2081-2088 (2004).
  13. Genetic and chemical analysis of the action mechanism of sirtinol in Arabidopsis.  
Xinhua Dai, Ken-ichoro Hayashi, Hiroshi Nozaki, Youfa Cheng, Yunde Zhao.  
*Proc Natl Acad Sci USA*. 2005, 102(8), 3129-3134
  14. Nine New Cytotoxic Monotetrahydrofuranic Annonaceous Acetogenins from *Annona montana*.  
Liaw CC, Chang FR, Wu CC, Chen SL, Bastow KF, Hayashi KI, Nozaki H, Lee KH, Wu YC.  
*Planta Med.* 2004, 70(10), 948-959
  15. The isolation, structural determination, and total synthesis of terfestatin A, a novel auxin signaling inhibitor from *Streptomyces* sp.  
Atsushi Yamazoe, Ken-ichiro Hayashi, Atsuhiro Kuboki, Susumu Ohira and Hiroshi Nozaki.  
*Tetrahedron Letters*. 2003, 45(45), 8359-8362
  16. Antitumor agents. 233. Lantalucratins A-F, new cytotoxic naphthoquinones from *Lantana involucrata*.  
Hayashi K, Chang FR, Nakanishi Y, Bastow KF, Cragg G, McPhail AT, Nozaki H, Lee KH.  
*J Nat Prod.* 2004, 67(6): 990-993.
  17. Antitumor agents. 228. five new agarofurans, Reissantins A-E, and cytotoxic principles from *Reissantia buchananii*.  
Chang FR, Hayashi K, Chen IH, Liaw CC, Bastow KF, Nakanishi Y, Nozaki H, Cragg GM, Wu YC, Lee KH.  
*J. Nat Prod.* 2003, 66(11): 1416-1420.
  18. Yokonolide B, a novel inhibitor of auxin action, blocks degradation of AUX/IAA factors.  
Hayashi K, Jones AM, Ogino K, Yamazoe A, Oono Y, Inoguchi M, Kondo H, Nozaki H.  
*J. Biol Chem.* 2003, 278(26), 23797-806.
  19. Antitumor agents. 221.1 buceracidins A and B, two new flavanones from *Bucida buceras*.  
Hayashi K, Nakanishi Y, Bastow KF, Cragg G, Nozaki H, Lee KH.  
*J. Nat Prod.* 2003, 66(1): 125-127.
  20. Double elimination protocol for convenient synthesis of dihalodiphenylacetylenes: Versatile building blocks for tailor-made phenylene-ethynylanes.  
Orita, Akihiro; Miyamoto, Kazuhiko; Nakashima, Mikio; Ye, Fangguo; Otera, Junzo.  
*Advanced Synthesis & Catalysis* (2004), 346(7), 767-776.
  21. Metal-Assisted Assembly of Pyridine-Containing Arylene Ethynylene Strands to Enantiopure Double Helicates.  
Orita, Akihiro; Nakano, Takehiro; An, De Lie; Tanikawa, Kazumi; Wakamatsu, Kan; Otera, Junzo.  
*Journal of the American Chemical Society* (2004), 126(33), 10389-10396.

22. Rate acceleration of the reaction between solid reactants by premixing in solution: Application to the efficient synthesis of a [2]rotaxane.  
 Orita, Akihiro; Okano, Junji; Tawa, Yoshiki; Jiang, Lasheng; Otera, Junzo.  
*Angewandte Chemie, International Edition* (2004), 43(28), 3724-3728.
23. High birefringent bisdiynes and hexatriynes based on double elimination of  $\square$ -substituted sulfones.  
 Ye, Fangguo; Orita, Akihiro; Yaruva, Jayamma; Hamada, Tatsuya; Otera, Junzo.  
*Chemistry Letters* (2004), 33(5), 528-529.
24. Intermittent molecular shuttle as a binary switch.  
 Jiang, Lasheng; Okano, Junji; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
*Angewandte Chemie, International Edition* (2004), 43(16), 2121-2124.
25. Unusual carbonyl differentiation in the Lewis acid-catalyzed allylation of aldehydes with tetraallyltin.  
 Applications to parallel recognition and shotgun process. Nagano, Yoshifumi; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
*Bulletin of the Chemical Society of Japan* (2003), 76(11), 2183-2189.
26. Assessment of fluoroalkyltin compounds as fluoro lewis acid catalysts.  
 Imakura, Yasuo; Nishiguchi, Satoru; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
*Applied Organometallic Chemistry* (2003), 17(10), 795-799.
27. Double elimination protocol for access to unsymmetrically substituted aromatic polyynes starting from sulfones and aldehydes.  
 Ye, Fangguo; Orita, Akihiro; Doumoto, Atsushi; Otera, Junzo.  
*Tetrahedron* (2003), 59(30), 5635-5643.
28. Diversification of shotgun process.  
 Nagano, Yoshifumi; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
*Tetrahedron* (2003), 59(29), 5569-5578.
29. High atom efficiency in  $\text{Sc}(\text{OTf})_3$ -catalyzed allylation of aldehydes with tetraallyltin.  
 Nagano, Yoshifumi; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
*Advanced Synthesis & Catalysis* (2003), 345(5), 643-646.
30. Quantitative Evaluation of Lewis Acidity of Metal Ions with Different Ligands and Counterions in Relation to the Promoting Effects of Lewis Acids on Electron Transfer Reduction of Oxygen.  
 Ohkubo, Kei; Menon, Saija C.; Orita, Akihiro; Otera, Junzo; Fukuzumi, Shunichi.  
*Journal of Organic Chemistry* (2003), 68(12), 4720-4726.
31. Bibliographic Information  
 (R)-2,2'-Bis{[5-(2-phenylethynyl)thienyl]ethynyl}-1,1'-binaphthyl.  
 Loehr, Sandra; Yonemura, Makiko; Orita, Akihiro; Imai, Nobuyuki; Akashi, Haruo; Otera, Junzo.  
*Acta Crystallographica, Section E: Structure Reports Online* (2003), E59(5), o594-o595.
32. Shotgun process through differentiation of aliphatic and aromatic aldehyde functions: The first synthesis of ferulic acid hexan-3-onyl ether.  
 Nagano, Yoshifumi; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
*Synlett* (2003), (5), 684-688.
33. Double elimination protocol for access to unsymmetrical bis(phenylethynyl)benzenes.  
 Orita, Akihiro; Ye, Fangguo; Doumoto, Atsushi; Otera, Junzo.  
*Chemistry Letters* (2003), 32(1), 104-105.
34. Hexacarbonyldicobalt(0) complex of 5,6,11,12-tetrahydrodibenzo[a,e]cyclooctene,  $[(\text{h}_2\text{-C}_{16}\text{H}_8)\text{Co}_2(\text{CO})_6]$ .  
 Orita, Akihiro; Jiang, Lasheng; Ye, Fangguo; Imai, Nobuyuki; Akashi, Haruo; Otera, Junzo.  
*Acta Crystallographica, Section E: Structure Reports Online* (2002), E58(12), m748-m749.
35. Fluorous biphasic esterification directed towards ultimate atom efficiency.  
 Xiang, Jiannan; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
*Angewandte Chemie, International Edition* (2002), 41(21), 4117-4119.
36. A hexacarbonyldicobalt(0) complex of a ‘magazine-rack’ molecule,  $[(\text{h}_2\text{-C}_{32}\text{H}_{20})\text{Co}_2(\text{CO})_6] \diamondsuit \text{CH}_2\text{Cl}_2$ .

- Orita, Akihiro; Jiang, Lasheng; Ye, Fangguo; Imai, Nobuyuki; Akashi, Haruo; Otera, Junzo.  
Acta Crystallographica, Section E: Structure Reports Online (2002), E58(11), m681-m683.
37. Combined Lewis acid catalysts in shotgun process: a convenient synthesis of the female sex pheromone of the red-bollworm moth.  
Nagano, Yoshifumi; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
*Tetrahedron* (2002), 58(41), 8211-8217.
38. Parallel recognition by kinetic control with imino aldehyde substrates that are prone to redistribution.  
Orita, Akihiro; Nagano, Yoshifumi; Nakazawa, Koichi; Otera, Junzo.  
*Advanced Synthesis & Catalysis* (2002), 344(5), 548-555.
39. Solventless reaction dramatically accelerates supramolecular self-assembly.  
Orita, Akihiro; Jiang, Lasheng; Nakano, Takehiko; Ma, Nianchun; Otera, Junzo.  
*Chemical Communications* (2002), (13), 1362-1363.
40. Sulfoximine version of double elimination protocol for synthesis of chiral acetylenic cyclophanes.  
Orita, Akihiro; An, De Lie; Nakano, Takehiko; Yaruva, Jayamma; Ma, Nianchun; Otera, Junzo.  
*Chemistry--A European Journal* (2002), 8(9), 2005-2010.
41. Double elimination protocol for synthesis of 5,6,11,12-tetradehydronbenzo[a,e]cyclooctene.  
Orita, Akihiro; Hasegawa, Daiki; Nakano, Takehiko; Otera, Junzo.  
*Chemistry--A European Journal* (2002), 8(9), 2000-2004.

## CMA-SEM コンバインマイクロアナライザ

日本電子 JXA-8900

性能 : 元素分析範囲	$^5\text{B} \sim ^{92}\text{U}$
加速電圧	0.2 ~ 40kV
最大倍率	30 万倍
二次電子分解能	6nm
凹凸像、組成像	



### 【機器の概要】

試料 : 固体、半導体、金属材料、鉱物、セラミック、ガラスなど

説明 : 電子顕微鏡像 (SEM) を観察しながら微少部 ( $\mu\text{m}$  オーダー) の元素分析ができる。試料からの特性 X 線や映像信号 (二次電子、反射電子) などの情報を元に二次濃度分布カラー画像 (面分析) として表示可能。エネルギー分散型分光器 (EDS) を用いた定性分析や半定量分析は、簡便で結果をリアルタイムに得られる。位置再現性がよいので分析位置をプリセットし分析条件を決めれば、多数の分析操作をワークステーションから自動で行い大量の定量分析を高速で実行し分析データを収集・処理できる。

## CL-SEM カソードルミネッセンスマイクロスコープ

日本電子 JSM-5410CL

性能 : 加速電圧	0.5 ~ 30kV
最大倍率	20 万倍
二次電子分解能	3.5nm



### 【機器概要】

試料 : 金属材料、半導体、鉱物、セラミックスなど

説明 : サンプル表面の拡大写真および電子を照射することにより発生する蛍光を観察し原子の欠陥、不純物などを調べることができる。

### 【研究実績】

1. Kim, S.W., Oh, C.W., Hyodo, H., Itaya, T. and Liou, J.G. :  
Metamorphic evolution of the SW Okcheon metamorphic belt in South Korea and its regional tectonic implications.  
International Geology Review, (2005) 47, 344-370.
2. Kim, S.W., Oh, C.W., Choi, S.G., Ryu, I.C. and Itaya, T. :  
Ridge subduction-related Jurassic plutonism in and around the Okcheon metamorphic belt, South Korea and implications for northeast Asian tectonics.  
International Geology Review, (2005) 47, 248-269.
3. Nishimura, Y., Hirota, Y., Shiozaki, D., Nakahara N. and Itaya, T. :  
The Nagasaki metamorphic rocks and their geotectonics in Mogi area, Nagasaki Prefecture, Southwest Japan -Juxtaposition of the Suo belt with the Sanbagawa belt-.  
Jour. Geol. Soc. Japan, (2005) 110(6), 372-383.
4. Nishimura, Y., Black, P.M. and Itaya, T. : Metamorphism and metamorphic K-Ar ages of the Mesozoic accretionary complex in Northland.  
New Zealand. Island Arc, (2004) 13 (3), 416-431.
5. Kawakami, G., Arita, K., Okada, T. and Itaya, T. :  
Early exhumation of the collisional orogen and concurrent infill of foredeep basins in the Miocene Eurasian - Okhotsk plate boundary, central Hokkaido, Japan: Inferences from K-Ar dating of granitoid clasts.

- Island Arc, (2004) 13, 359-369.
6. Oh, C.W., Kim, S.W., Ryu, I-C., Okada, T., Hyodo, H. and Itaya, T. (2004):  
Tectono-metamorphic evolution of the Okcheon Metamorphic Belt, South Korea: Tectonic implications in East Asia.  
Island Arc, (2004) 13, 387-402.
7. Takeshita, H., Gouzu C. and Itaya, T. :  
Chemical features of white micas from the Piemonte calcschists, western Alps and implications for K-Ar ages of metamorphism.  
Gondwana Research, (2004) 7(2), 457-466.
8. Imaoka, T. and Itaya, T. :  
K-Ar geochronology of a Middle Miocene submarine volcano-plutonic complex in SW Japan. Geological Magazine, (2004) 141, 1-13.
9. T. Ohtani, M. Araki, and M. Shohno:  
Formation of Cu<sub>3</sub>Se<sub>2</sub> and Ag<sub>2</sub>Se by sonochemical solid-state reactions at room temperature,  
Solid State Ionics, (2004) 172 (1-4), 197-203.
10. Ohtani,T. and Shohno, M. :  
Room temperature formation of Cu<sub>3</sub>Se<sub>2</sub> by solid state reaction between a-Cu<sub>2</sub>Se and a-CuSe,  
Journ. Solid State Chem. (2004) 177 (11), 3886-3890.
11. 酒井宏司、日野 実、平松 実、金谷 輝人：  
マグネシウム製品への環境調和型陽極酸化処理の開発  
まてりあ、(2004)43, 52-54.
12. 日野 実、平松 実、村上 浩二、金谷 輝人：  
アルミニウム合金上への無電解 Ni - P めっきの密着性に及ぼすジンケート処理の影響  
軽金属、(2004)54, 169-174.
13. 日野 実、平松 実、村上 浩二、陳 江、高見沢 政男、金谷 輝人：  
硫酸浴からの Zn - Ni - シリカ複合めっきとシランカップリング処理  
表面技術、(2004)55, 434-438.
14. 日野 実、村上 浩二、平松 実、西本 克治、前田 利啓、金谷 輝人：  
AZ91D マグネシウムチクソモールド品への振動バレル研磨の適用  
軽金属、(2004)54, 499-502.
15. Kusachi, I., Kobayashi, S., Tanabe, M., Kishi, S. and Yamakawa, J.:  
Inyoite from Fuka, Okayama Prefecture, Japan.  
Journal of Mineralogical and Petrological Science, (2004) 99 (2), 67-71.
16. Xue, M., Chitrakar, R., Sakane, K., Ooi, K., Kobayashi, S., Ohnishi, M. and Doi, A. :  
Synthesis of ktenasite, a double hydroxide of zinc and copper, and its intercalation reaction.  
Journal of Solid State Chemistry, (2004) 177, (4-5), 1624-1630.
17. 大前暁政・草地 功・小林祥一：  
岡山県布賀のモンゾ閃緑岩に伴うゼノリス中のケルストート閃石およびパーガス閃石  
岩石鉱物科学, (2004) 33, 46-50.
18. Ohnishi, M., Kobayashi, S., Kusachi, I., Yamakawa, J. and Shirakami, M.:  
Ramsbeckite from the Hirao mine at Minoo, Osaka, Japan.  
Journal of Mineralogical and Petrological Science, (2004) 99 (1), 19-24.
19. Kihara, S., Watanabe, M., Hoshino, K., Nishido, H. and Ishihara, S.  
K-Ar ages of granitic magmatism and related pegmatite formation at the Umanotani-Shiroyama mine, Shimane Prefecture, SW Japan.  
Resource Geology,(2004)(in print).
20. Inoue,T., Hiraoka, Y., Naka, M. and Akiyoshi, N.:  
Brazing of tungsten-copper composites using Ag-Cu alloys.  
Proceedings of the International Conference on Brazing, High Temperature Brazing and Diffusion Welding,

- Aachen/Germany , (2004) DVS231, 296-299.
21. Hanado,H., Inoue, T., Hiraoka, Y., Naka, M. and Akiyoshi, N.:  
 Microstructure and Strength of the Brazement of W-Cu Composites Using Ag-Cu Alloy.  
 Proceedings of the 14th Iketani Conference on New Frontiers of Process  
 Science and Engineering in Advanced Materials, Kyoto/Japan, (2004) part 2, 554-559.
22. Fukuhara, M.:  
 History of Carbonation Techniques and Applications in the Development of Large Steel Making Slag Blocks.  
*Journ. Inorg. Mater.*, (2004) 11, 179-183.
23. Kusano, Y., Fukuhara, M., Fujii, T., Takada, J., Murakami, R., Doi, A., Anthony, L., Ikeda, Y. and Takano M.:  
 Microstructure and Formation Process of the Characteristic Reddish Color PatternHidasuki on Bizen Stoneware:  
 Reactions Involving Rice Straw.  
*Chem. Mater.* (2004) 16, 3641-3646.
24. Nakano,Y., Ioku, K., Fujimori, H., Goto, S., Fukuhara, M., Watanabe, K. and Takahashi,T.:  
 Heat Liberation of Carbonation Reaction of Steel-Making Slag.  
*Journ. Ceram. Soc. Jap.*, (2004) 112, 1381-1383.
25. Itaya, T. Okada, T., Hyodo, H., Endo, Y. and Tomiyama, H. :  
 New type of gas mass spectrometer for K-Ar dating of Quaternary volcanic rocks. *Geochim. Cosmochim. Acta*, (2003) 67, 18(S1), A177
26. Gouzu, C., Takeshita, H. and Itaya, T. :  
 Interlayer cation defect of phengites in HP calcschists from western Alps, Italy.  
*Geochim. Cosmochim. Acta*, (2003) 67. 18(S1). A124
27. Ahmad, T., Tanaka, T., Sachan, H., Gouzu, C., Hyodo, H. and Itaya, T. :  
 Geochemical and isotopic constrains on the protolith of ultra high pressure eclogitic rocks from the  
 Tso-Morari crystallines, Ladakh Himalaya, India.  
*Geochim. Cosmochim. Acta*, (2003) 67. 18(S1). A8
28. 平松 実、日野 実、金谷 輝人：  
 シランカップリング剤を利用したクロメート処理代替 Zn - Ni - シリカ / ハイブリッドコーティングの  
 開発までりあ、(2003) 42、61 - 63.
29. 中川 恵友、金谷 輝人、伊藤 吾朗、細川 智生、谷本 雅：  
 Al - 4% Ge 合金の時効組織と疲労強度  
*軽金属*、(2003) 53、104 - 109.
30. Kaneda, H., Okamoto, T., Kobayashi, S. and Gu, L.:  
 Ti and V distribution of the Panzhihua iron deposit, Sichuan, China.  
 Proc. IGCP-473, Paleozoic Geodynamic Processes and Metallogeny of Chinese Altay (Altai) and Tianshan, in  
 Urumqui, Xianjiang, China, (2003) 45-46.
31. Kato, M. and Nishido, H.  
 Simulation of  $^{29}\text{Si}$  MAS NMR spectra and modeling of aluminum ordering in the zeolites with PHI type  
 framework..  
*Microporous Mesoporous Materials*, 61, 261-271(2003).
33. 岡村 聰・八幡正弘・西戸裕嗣 .  
 北海道北部、愛別一上川周辺の後期新生代火成岩類の K-Ar 年代 .  
*地球科学* , 57, 129-135 (2003).
34. 横山 光・八幡正弘・岡村 聰・西戸裕嗣 .  
 西南北海道、赤井川カルデラの火山層序とカルデラ形成史 .  
*岩石鉱物科学* , 32, 80-95 (2003).
35. 豊田 新・日高清彦・西戸裕嗣・高松信樹・井上源喜 .  
 堆積物の電子スピン共鳴信号によるバイカル湖における環境変動研究の可能性 .  
*月刊 地球* , 号外 42, 143-148 (2003).
36. Sawada, Y., Pickford, M., Senut, B., Itaya, T., Hyodo, M., Miura, T., Kashine, C., Chujo, T. and Fujii, H. :

- The age of Orrorin tugenensis, an early hominid from the Tugen Hills, Kenya.  
 C. R. Palevol, (2002) 1, 293-303.
37. Miyashita, A. and Itaya, T. :  
 K-Ar age and chemistry of phengite from the Sanbagawa schists in the Kanto Mountains, central Japan, and  
 their implication for exhumation tectonics.  
*Gondwana Research*, (2002) 5(4), 837-848.
38. Nam, T.N., Hyodo, H., Itaya, T. and Matsuda, T. :  
 40Ar/39Ar single grain dating and mineral chemistry of hornblendes south of the Red River shear zone  
 (Vietnam): New evidence for Early Proterozoic tectonothermal event.  
*Gondwana Research*, (2002) 5(4), 801-812.
39. Kim, S.W., Itaya, T., Hyodo, H. and Matsuda, T. :  
 Metamorphic K-feldspar in low-grade meta-sediments from the Ogcheon metamorphic belt in South Korea.  
*Gondwana Research*, (2002) 5(4), 849-856.
40. Fujii, Y., Koyakumaru, T., Ohtani, T., Miyoshi, Y., Sunagawa, S. and Sugino, M. :  
 Characteristic inter-grain superconducting transition in quasi-one-dimensional sulfide AV<sub>6</sub>S<sub>8</sub> (A = In, Tl).  
*Solid State Commun.*, (2002) 121, 165-169.
41. Miyazaki, I., Ohori, S., Kishi, S., Kobayashi, S. and Kusachi, I.:  
 Lindgrenite from the Sansei mine, Nara Prefecture, Japan.  
*Journal of Mineralogical and Petrological Science.*, 97(4), (2002) 207-210.
42. Ohnishi, M., Kobayashi, S. and Kusachi, I. :  
 Ktenasite from the Hirao mine at Minoo, Osaka, Japan.  
*Journal of Mineralogical and Petrological Science*, (2002) 97(4), 185-189.
43. Shirage, K., Kusachi, I., Kobayashi, S. and Takechi, Y.:  
 Cahnite from Fuka, Okayama Prefecture, Japan.  
*Journal of Mineralogical and Petrological Science*, (2002) 97(2), 70-73.
44. 大前暁政、草地 功、小林祥一：  
 岡山県布賀に産する高压型スカルンを形成した火成岩類の岩石学的研究  
*岩石鉱物科学*、(2002) 31(1)、1 ~ 14.
45. 村松容一・佐々木宗建・西戸裕嗣・新井文明 .  
 カソードルミネッセンスの地熱探査への応用 .  
*地熱学会誌* , (2002) 24(1) 13-27.
46. Takahashi,T. and Fukuhara,M.:  
 Production of Steelmaking Slag Blocks by Carbon Dioxide and Their Durability in the Sea.  
*Key Engineering Materials*, (2002) 206, 879-882.

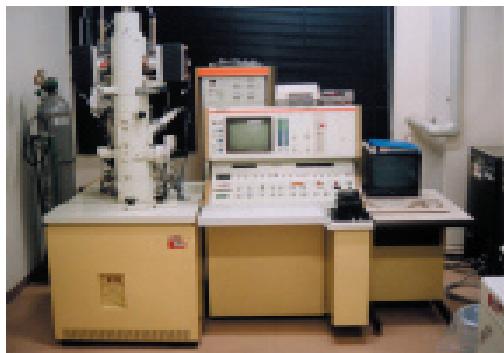
## HR-SEM 高分解能走査型電子顕微鏡

高分解能走査型電子顕微鏡（日本電子）890

分解能 0.7nm 加速電圧 0.7 ~ 40kV

倍率 約 100 万倍

金属、セラミックス、鉱物、生物試料等の表面微細構造観察



### 【機器概要】

走査型電子顕微鏡は、表面の凹凸や模様を観察するのに適した装置である。焦点深度が大きいため、立体的に鮮明な像を得ることができる。試料は、金属・セラミックス・鉱物・生物など、あらゆるものを対象とすることができる。現在本装置を使って研究されている試料は、銀ナノワイヤ・花粉胞子・多孔性材料などである。

## LV-SEM 低真空走査型電子顕微鏡

低真空走査型電子顕微鏡（日本電子）JSM-5300LV

分解能 4.5nm 加速電圧 0.5 ~ 30kV 倍率 約 5 万倍



### 【機器概要】

試料：固体、粉末状の金属、半導体、植物、生体、昆虫等あらゆるもの

説明：半導体の表面に導電性の薄膜をコーティングすることなく、微小領域の電子像による拡大を観察できる。

### 【研究実績】

1. M. Xue, R. Chitrakar, K. Sakane, K. Ooi, S. Kobayashi, M. Ohnishi and A. Doi  
Synthesis of ktenasite, a double hydroxide of zinc and copper, and its intercalation reaction  
Journal of Solid State Chemistry, 177, issues 4-5, 1624-1630, April-May 2004.
2. Kunimitsu Morishige and Takanobu Hamada,  
“Iron Oxide Pillared Graphite”,  
Langmuir, in press.
3. 澤野 弘、森重 国光  
「酸化コバルトおよび酸化クロム架橋架橋グラファイト多孔体」  
第 57 回コロイドおよび界面化学討論会（小野田）、2004 年 9 月

## FE-TEM200 電界放射透過電子顕微鏡

電界放射透過電子顕微鏡（日本電子）JSM-2010F

分解能 0.18nm

加速電圧 80 から 200kV

最大倍率 100 万倍

金属材料、半導体、鉱物、セラミックスなどの構造解析、HREM 観察像

TEM 観察像、EDS 分析、ナノビーム回折、収束電子回折

### 【機器概要】



電界放射型ナノサイズ領域の組成分析・構造解析用高分解能電子顕微鏡

仕様: 加速電圧 200kV、高分解能像観察、組成分析、収束電子回折、ナノ電子回折。

特徴: サーマル・エミッション電子銃から生じた電子線を用いているので、電子線の波長が一定に近い。このため、色収差が少なく、電子ビームを有効に絞ることが可能であり、公称最小ビーム径 0.5 ナノ・メーター。高輝度が容易に得られる。このビームを用いることによりナノ・メーターサイズの領域に電子線を照射することができる。このため、ナノ・メーターサイズの領域の組成分析、収束電子回折、ナノ電子回折が可能である。また、高分解能電子顕微鏡像観察が可能であり、公称分解能は 0.18nm。これらの機能により、結晶・非結晶材料の諸物性解明のために必要な情報を得ることができる。試料加熱・冷却ホルダーの使用により、高温度から低温度領域までの現象を電子顕微鏡内で再現させ、直接観察が可能である。

## TEM400 原子直視電子顕微鏡

透過型電子顕微鏡（日本電子）JEM-4000EX

加速電圧 400kV、保証点間分解能 1.8Å 倍率 約 200 万倍

イメージ・インテンシファイヤ付き TV カメラ付属

高分解能構成では、トップエントリー型試料交換機構、± 20° 試料傾斜が可能。

分析仕様構成ではサイドエントリー型試料交換機構となる。

高温試料ホルダーの使用により室温から 1000°C の広い温度範囲で観察が可能

### 【機器概要】

原子直視高分解能分析電子顕微鏡

仕様: 加速電圧 400kV、高分解能像観察、エネルギー損失電子線分光。

特徴: 加速電圧が高く、電子線の波長が短く、高分解能電子顕微鏡像観察が可能であり、公称分解能は 0.18 nm である。また、試料ホルダーが「トップエントリー方式」であるため、高分解能像観察が精度良く実施できる。また、電子線が試料を透過する際、試料構成原子との相互作用によって生ずるエネルギー



損失の情報を得ることができる「エネルギー損失電子線分光装置 (EELS)」が設置されている。これを活用することにより、結晶・非結晶材料の諸物性値を決定する構成原子の結合電子状態に関する情報を得ることが可能である。従来、物性値の解釈が原子構造から行われてきた分野に、電子論に基づく考察が可能になり、ナノテクノロジーの発展が、さらに進歩する可能性を有している。

## 【研究実績】

1.  $\beta$  to  $\omega$  phase transformation due to aging in a Ti-Mo alloy deformed in impact compression: E. Sukedai, D. Yoshimitsu, H. Matsumoto, H. Hashimoto, M. Kiritani, Materials Science and Engineering A350 133-138.
2. In-situ observation of the formation of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> in Fe<sub>4</sub>N (001) due to electron irradiation: Z. Q. Liu, H. Hashimoto, E. Sukedai, M. Song, K. Mitsuishi, K. Furuya, Physical Review Letters 90 (2003) 255504-1 – 255504-4.
3. 焼入れ  $\omega$  相を Ti-15mass%Mo 合金の時効  $\omega$  相生成初期過程およびその成長機構に関する分析電子顕微鏡学的研究：松本 創、助台榮一、橋本初次郎、日本金属学会誌 67(2003) 635-642.
4. Electron microscopy study on a new phase in  $\beta$ -titanium alloys aged at a high temperature: E. Sukedai, H. Yagi, D. Yoshimitsu, H. Matsumoto, T. Ando, W. F. Xu, H. Hashimoto, Ultramicroscopy 98 (2004) 209-218.
5. Aging behaviour of Ti-Mo alloys heavily compressed in ultra-high strain rate mode: E. Sukedai, T. Yukihiko, D. Muyaji, H. Matsumoto, H. Nishizawa, H. Hashimoto, Materials Science and Engineering A387-389 (2004) 249-253.
6.  $\beta$  型チタン合金の二段時効による新しい析出相の出現：助台榮一、橋本初次郎、吉光大将、日本金属学会会報；までりあ、43 (2004) 1021
7. 中川 恵友、金谷 輝人、伊藤 吾朗、細川 智生、谷本 雅  
「Al - 4% Ge 合金の時効組織と疲労強度」  
軽金属、53 (2003)、104 - 109.
8. 中川 恵友、金谷 載人、橋本 初次郎  
「Al - 1.2%Si 合金の析出初期段階の微細組織変化」  
日本金属学会誌、67 (2003)、521 - 527.
9. 中川 恵友、金谷 載人、伊藤 吾朗  
「Al - Ge 系合金の繰返し負荷による微細組織変化」  
までりあ、42 (2003)、855.
10. K. Nakagawa T. Kanadani, N. Hosokawa, T. Tanimoto, L. Anthony and G. Itoh  
Effect of Microstructure on Fatigue Fracture in Aged Al 4wt%Ge Alloy  
Proceedings of The 9th International Conference on Aluminium Alloys (2004), 470-475.
11. T. Kanadani, A. Saijo, W. Shindoh, K. Nakagawa, A. Sakakibara, G. Itoh, M. Hino and S. Sakai  
Age Hardening and Fatigue Strength of Al-Mg-Si Alloys  
Proceedings of The International Conference on New Frontiers of Process Sciense and  
Engineering in Advanced Materials-The 14th Iketani Conference-(2004), 104-109.
12. High Strain-rate Compressive Characteristics of Carbon/Epoxy  
Laminated Composites in Through-Thickness Direction  
Applied Mechanics and Materials, Vol.1-2, (2004), 11-16
13. M. Fukuhara, "History of Carbonation Techniques and Applications in the Development of Large Steel Making Slag Block,s"J. Inorg. Mater., 11, 179-183(2004)
14. "Y. Kusano, M. Fukuhara, T. Fujii, J. Takada, R. Murakami, A. Doi, L. Anthony, Y. Ikeda and M. Takano,  
"Microstructure and Formation Process of the Characteristic Reddish Color Pattern Hidasuki on Bizen Stoneware : Reactions Involving Rice Straw," Chem. Mater. 16, 3641-3646 (2004)
15. "Y. Nakano, K. Ioku, H. Fujimori, S. Goto, M. Fukuhara, K. Watanabe and T. Takahashi, "Heat Liberation of Carbonation Reaction of Steel-Making Slag," J. Ceram. Soc. Jap., 112, 1381-1383(2004)  
"T. Takahashi and M. Fukuhara, "Production of Steelmaking Slag Blocks by Carbon Dioxide and Their Durability in the Sea," Key Engineering Materials, 206, 879-882(2002)
16. T.Inoue, Y.Hiraoka, M.Nagae, J.Takada  
Hardening of Mo-Ti alloys by internal carburizing  
Proceedings of the 14th Iketani Conference on New Frontiers of Process  
Science and Engineering in Advanced Materials, Part 2, (2004), pp.425-430
17. Y.Kusano, A.Doi, M.Nakanishi, T.Fujii, J.Takada, Y.Ikeda and M.Takano, Synthesis and Properties of Pb-doped Bi-2212 Phase, Key Engineering Materials, 206-213 (2002) 1469-1472.

18. Y.Ikeda, K.Yamada, Y.Kusano and J.Takada, A new tetragonal phase in La-rich Pr<sub>2-x</sub>LaxCuO<sub>4</sub> (1.35<x<1.5), *Physica C*, 378-381 (2002) 395-398.
19. I.Nedkov, T.Merodiiska, S.Kolev, K.Krezhov, D.Niarchos, E.Moraitakis, Y.Kusano and J.Takada, Microstructure and Magnetic Behavior of Nonosized Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Powders and Polycrystalline Films, *Monatshefte fur Chemie*, 000 (2002) 1-6.
20. I.Nedkov, T.Merodiiska, S.Kolev, K.Krezhov, D.Niarchos, E.Moraitakis, Y.Kusano and J.Takada, Microstructure and magnetic behaviour of nanosized Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> powders and polycrystalline films, *Chemical Monthly* 2002, 133 (2002) 823-828.
21. I.Nedkov, T.Merodiiska, S.Kolev, I.Mitov, Y.Kusano, J.Takada, Microstructure and magnetic behavior of nanosized Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> powders, Proc. Workshop Nanoscience & Nanotechnology, pp. 158-160, Heron Press Ltd., Sofia, Bulgaria, 2002.
22. Y.Kusano, A.Doı, M.Nakanishi, T.Fujii, J.Takada, M.Fukuhara and R.Murakami, Microstructure and formation mechanism of fire-mark pattern on Japanese traditional “Bizen” earthenware, Proc. Science for New Technology of Silicate Ceramics, Edited by P.Vincenzini and M.Dondi, (2003) 39-42.
23. A.Muto, T.Bhaskar, Y.Kaneshiro, Md.A.Uddin, Y.Sakata, Y.Kusano and K.Murakami, Utilization of waste biomass and replacement of stoichiometric reagents for the synthesis of nanocrystalline CeO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub> and CeO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub>, *Green Chemistry*, 5 [4] (2003) 480-483.
24. 浅岡裕史, 草野圭弘, 中西 真, 藤井達生, 高田 潤, 吹屋ベンガラのキャラクタリゼーションと Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 系赤色顔料の合成, 粉体および粉末冶金, 50 (2003) 1062-1067.
25. Y.Uchida, M.Nakanishi, T.Fujii, J.Takada, A.Muto, Y.Sakata, Y.Kusano and T.Kikuchi, Crystalline Control of Bincho Charcoalby using Catalytic Graphitization and Electromagnetic Wave Absorption Characteristics of Derived Carbon, *Transactions of the Materials Research Society of Japan*, 29 [5] (2004) 2511-2514.
26. Y.Kusano, M.Fukuhara, T.Fujii, J.Takada, R.Murakami, A.Doı, L.Anthony, Y.Ikeda, and M.Takano, Microstructure and Formation Process of the Characteristic Reddish Color Pattern Hidasuki on Bizen Stoneware: Reactions Involving Rice Straw, *Chem. Mater.* 16 [19], (2004) 3641-3646.
27. A.Muto, T.Bhaskar, Y.Kaneshiro, Y.Sakata, Y.Kusano, K.Murakami, Preparation and characterization of nanocrystalline CeO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> catalysts by dry method: effect of oxidizing conditions, *Appl. Catal. A-Gen*, 275 [1-2] (2004) 173-181.

## TEM200 高分解能透過電子顕微鏡

透過型電子顕微鏡（日本電子）JEM-2000EX 型

加速電圧 75-200kV 点間分解能 0.26nm 格子分解能 0.14nm

2 軸傾斜ホルダー ± 20° 室温から 1000°Cまで試料温度可変

走査アタッチメントにより反射電子像、2 次電子像、STEM 像の観察可能



### 【機器概要】

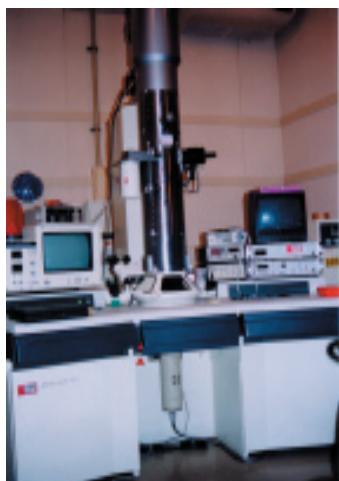
この電子顕微鏡は、最大加速電圧 200kV、格子分解 0.14 nm の透過型電子顕微鏡である。通常は LaB<sub>6</sub> フィラメントを装着している。試料ホルダーに 2 軸、加熱、極低温用のものを準備してある。H8100 に比べて若干像が暗いが、性能は全く劣らない。金属、金属酸化物を用いる研究、および学生実験などに利用されている。

## H8100 高分解能透過電子顕微鏡

200 kV 高分解能透過電子顕微鏡 日立製作所製 H-8100 型 加速電圧 75-200kV

点間分解能 0.26nm 格子分解能 0.14nm 2 軸傾斜ホルダー ± 30°

室温、8K-1270Kまで試料温度可変



### 【機器概要】

この電子顕微鏡は、最大加速電圧 200kV、格子分解 0.14 nm の透過型電子顕微鏡である。通常はタンゲステンフィラメントを装着しているが、従来の顕微鏡に装着した高エミッション LaB<sub>6</sub> フィラメントに劣らない像の明るさで試料観察できる。像の観察は、テレビモニターによって行うことも可能であり、ビデオテープに記録することができる。また試料位置が、倍率を変えても移動しないユーセントリックになっている。現在の利用者の研究テーマは、金属、金属酸化物超伝導体、層状物質、超微粒子、リン脂質集合体に関するものになっている。これらの研究用のため、試料ホルダーに 2 軸、加熱、極低温用のものなどを準備してある。

### 【研究実績】

1. T. Ohtani, N. Takayama, K. Ikeda and M. Araki, Unusual Crystallization Behavior of Selenium in the Presence of Organic Molecules at Room Temperature, *Chem. Lett.*, **33** (2), 100-101 (2004).
2. T. Ohtani, H. Sawada, and M. Chikamori, Phase transitions in quasi-one-dimensional chalcogenides of BaNb<sub>x</sub>S<sub>3</sub> and BaTa<sub>x</sub>Se<sub>3</sub>, *Mater. Res. Bull.*, **39** (4-5), 561-569 (2004).
3. T. Ohtani, M. Araki, and M. Shohno, Formation of Cu<sub>3</sub>Se<sub>2</sub> and Ag<sub>2</sub>Se by sonochemical solid-state reactions at room temperature, *Solid State Ionics*, **172** (1-4), 197-203 (2004).
4. T. Ohtani and M. Shohno, Room temperature formation of Cu<sub>3</sub>Se<sub>2</sub> by solid state reaction between α-Cu<sub>2</sub>Se and α-CuSe, *J. Solid State Chem.* **177** (11), 3886-3890 (2004).
5. 中川 恵友, 金谷 輝人, 伊藤 吾朗, 細川 智生, 谷本 雅, 「Al-4% Ge 合金の時効組織と疲労強度」軽金属, **53**, 104 - 109 (2003) .
6. 中川 恵友, 金谷 載人, 橋本 初次郎「Al - 1.2%Si 合金の析出初期段階の微細組織変化」日本金属学会誌 ,

- 67, 521 - 527 (2003) .
7. 中川 恵友 , 金谷 輝人 , 伊藤 吾朗 「Al - Ge 系合金の繰返し負荷による微細組織変化」 までりあ , 42, 855 (2003) .
  8. K. Nakagawa, T. Kanadani, N. Hosokawa, T. Tanimoto, L. Anthony and G.. Itoh, "Effect of Microstructure on Fatigue Fracture in Aged Al-4wt%Ge Alloy", Proceedings of The 9<sup>th</sup> International Conference on Aluminium Alloys, 470-475 (2004).
  9. T. Kanadani, A. Saijo,W. Shindoh, K. Nakagawa, A. Sakakibara, G.. Itoh, M. Hino, and S. Sakai, "Age Hardening and Fatigue Strength of Al-Mg-Si-Alloys", Proceedings of The International Conference on New frontiers of Process Sciense and Engineering in Advanced Materials-The 14<sup>th</sup> Iketani Conference-, 104-109(2004).
  10. A. Sakakibara, A. Saijo,T. Kanadani, K.Nakagawa and M.Hino, Fatigue Strength of Aged and Reversion-Treated Al-Zn Alloys", Proceedings of The 9<sup>th</sup> International Conference on Aluminium Alloys, 640-646(2004).
  11. 宇野義幸 , 岡田 晃 , 久野智之 , 金枝敏明 , バイオマシニングにおける加工メカニズムの解明および加工速度向上に関する試み , 精密工学会誌 , 68 (12), 1585-1589 (2002).
  12. 金枝敏明 , 高槻昇平 , 松下 聰 , 田中雅次 , 軟質金属切削における塗布効果 (第 4 報) 一油剤圧力注入実験によるすくい面潤滑効果との比較 , 70 (3), 417-422 (2004).
  13. 樋口誠宏 , 山口智実 , 島田尚一 , 金枝敏明 , 横溝精一 , 無酸素銅のダイヤモンド切削における工具摩耗の監視 (第 1 報) 一工具 摩耗と切削力のカオス変動 , 70 (5), 661-665 (2004).
  14. T.Kaneeda, J. Hayashi, S. Yokomizo, S. Shimada, and M.Higuchi, Effects of Nitrogen Gas Atmosphere in Oxigen-free Copper precision Cutting, Proceedings of American Society of Precision Machining 2004 Annual Meeting, 479-483 (2003).
  15. T. Kaneeda, Y. Okada, L.Anthony, Lubricant Applying Effect in Stainless Steel Cutting, Proceedings of International Conference of Progress on Machining Technology, 185-190 (2004).
  16. T. Kaneeda, and Y. Okada, Near Dry Machining Utilizing Lubircant Applying Effect Required Minimum Quantity of Oil Mist,Proceedings of American Society of Precision Engineering 2004 Annual Meeting, 605-608 (2004).
  17. S. Shimada, M. Higuchi., T. Kaneeda, and S. Yokomizo, Mechanism of cuttong Edge Chipping and Its Suppression in Daimond Turning of Copper, Proceedings of American Society of Precision Engineering 2004 Annual Meeting, 650-653 (2004).
  18. S. Takahara, S. Kittaka, T. Mori, Y. Kuroda, T. Yamaguchi, and K. Shibata, Neutron Scattering Study on the Dynamics of Water Molecules Adsorbed on SrF<sub>2</sub> and ZnO Surfaces, *J. Phys. Chem. B*, **106**, No.22, 5689-5694 (2002).
  19. S. Kittaka, S. Nishida, and T. Ohtani, Reactivity and Structural Properties of Mechanochemically Treated Ag<sub>2</sub>O-V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Systems, *J. Solid State Chem.*, **169**, 139-142 (2002).
  20. Hirokazu Maruyama, Toshiaki Takamuku, Toshio Yamaguchi, Shigeharu Kittaka, and Shuichi Takahara, A Study on Structure of Methanol Confined in Mesoporous MCM-41 by X-ray Diffraction, X- 線分析の進歩 , **34**, 227-239 (2003).
  21. S. Takahara, S. Kittaka, T. Mori, Y. Kuroda, T. Yamaguchi and M.-C. Bellissent-Funel, Neutron Scattering Study on Dynamics of Water Molecules Confined in MCM-41, *Adsorption*, **11**, 479-483 (2005).
  22. S. Kittaka, S. Takahara, T. Yamaguchi and M.-C. Bellissent-Funel, In terlayer Water Molecules in Vanadium Pentoxide Hydrate. 8. Dynamic Properties by Quasi Elastic Neutron Scattering, *Langmuir*, **21**, 1389-1397 (2005).
  23. T. Takamuku, H. Maruyama, S. Kittaka, S. Takahara, and T. Yamaguchi, Structure of Methanol Confined in MCM-41 Investigated by Large Angle X-ray Scattering Technique, *J. Phys. Chem. B*, **109**, No 2, 892-899 (2005).
  24. Y. Kawasaki, H. Nishikido, A. Kuboki, S. Ohira, and M. Kodama, Powerful Property of Unsaturated N-Nervonoylsphingomyelin (C24:1-SM) for the Formation of Unilamellar Vesicles as Studied by Microcalorimetry and Electron Microscopy, *Biochim. Biophys. Acta* (2005), accepted.
  25. Y. Kawasaki, H. Nishikido, A. Kuboki, S. Ohira, and M. Kodama, Unilamellar Vesicle-Forming Property of N-Nervonoylsphingomyelin (C24:1-SM) as Studied by Differential Scanning Calorimetry and Negative Stain Electron Microscopy, *Thermochim. Acta*, **431**, 124-130 (2005).
  26. D. Ibano, Y. Yokota, T. Tominaga, Preparation of Gold Nanoplates Protected by an Anionic Phospholipid, *Chem. Lett.*, **32**, 574-575 (2003).

27. S-W. Kim, , M-Y., Jo, Y. Yokota, Y-J. Chung, C-U. Park, and K-S. Kim, Reconstitution of iron cores in horse spleen and yeast-derived recombinant human H-and L-chain ferritins, *Bul. Korean Chem. Soc.* **25** (2), 237-242 (2004).
28. K. Hayashi, S. Fukuoka, S. Iba, N. Maeda, Mixed layer phase in the RuS<sub>2</sub>-NbS<sub>2</sub> system”, *J. Alloys Compnds*, **383**, 69-73 (2004).

## XRD 4 軸、2 結晶、IP X 線構造解析装置

### X線構造解析装置（マックサイエンス）

#### (1) 4 軸型单結晶 X 線構造解析装置

強力 X 線発生装置 (18KW) ・ 4 軸ゴニオメーター

検出器 (シンチレーション・カウンター)

制御、測定、データ処理 (32 ビットワークステーション)

#### (2) 2 結晶法 X 線回折装置

強力 X 線発生装置 (18KW) ・ 検出器 (シンチレーション・カウンター)

2 結晶ゴニオメーター ( $\omega$ ,  $2\theta$ ,  $\omega/2\theta$  モード)

制御、測定、データ処理 (パーソナル・コンピュータ)

#### (3) IP (イメージングプレート)



4 軸型单結晶 X 線構造解析装置

#### IP (イメージングプレート)



2 結晶法 X 線回折装置

### 【機器概要】

この X 線回折システムは 3 種類の装置 (2 結晶法 X 線回折装置、粉末 X 線回折装置、高圧 X 線回折装置、4 軸型单結晶 X 線構造解析装置) で構成されています。すべての装置は回転対陰極型で、強力な X 線 (18 kW) を発生することができます。ターゲットには Mo、Cu を使用しています。2 結晶法は分解能が非常に高いので薄膜試料などの評価に使用されます。また、粉末 X 線回折法は、常温の粉末測定だけでなく高温下においても測定できるようになっています。一方、高圧 X 線装置はダイヤモンドアンビルセルを用いて低温高圧下での測定が可能です。微量試料からの X 線回折が測定できるように検出器にイメージングプレートを用いているのが特徴です。また 4 軸型では单結晶の構造解析をすることが出来ます。このように多種多様な目的・試料に応じて装置を使い分けて実験を行なえる装置です。

### 【研究実績】

#### 1. Kato, M. and Nishido, H.

Simulation of 29Si MAS NMR spectra and modeling of aluminum ordering in the zeolites with PHI type framework..

Microporous Mesoporous Materials, 61, 261-271(2003).

#### 2. 論文題名 (英語) High-pressure X-ray structural study of BeO and ZnO up to 2 Mbar

全著者名 (原文順) Y. Mori, N. Niiya, K. Ukegawa, T. Mizuno, K. Takarabe and A. L. Ruoff

掲載誌名 phys. stat. sol. (b) 卷 241 ページ pp. 3198 - 3202 発行年月 2004 年 12 月

#### 3. 論文題名 (英語) Structural Study of FeSi2 under Pressure

全著者名 (英語) K. Takarabe, T. Ikai, and Y. Mori et. al.

掲載誌名 Journal Applied Physics 卷 96 ページ pp. 4903 - 4908 発行年月 2004 年 11 月

4. 論文題名 (原文) High-pressure phase in the chalcopyrites CuGaTe<sub>2</sub> and CuInTe<sub>2</sub>  
全著者名 (英語) Y. Mori, T. Ikai, R. Teranishi, and K. Takarabe  
掲載誌名 phys. stat. sol. (b) 卷 235 ページ pp. 317 - 320 発行年月 2003 年
5. 論文題名 (英語) Electronic and structural study of  $\beta$ -FeSi<sub>2</sub> under high pressure  
全著者名 (英語) Y. Mori, T. Ikai, and K. Takarabe  
掲載誌名 phys. stat. sol. (b) 卷 235 ページ pp. 302 - 306 発行年月 2003 年

## AXIS-HS(XPS) X線光電子分析装置

島津 / KRATPS 製 光電子分光分析装置 AXIS-HS

加速電圧 15KV 電流 10mA

エネルギー範囲 0 ~ 1500eV

分析面積 30 μ m φ、60 μ m φ、120 μ m φ、Slot、Survey

試料ステージ 最大 15mm φ × 4mm

デュアルアノート Mg/Al モノクロメータ X線銃

極表面原子間の結合エネルギー



### 【機器概要】

本X線光電子分光分析装置（X P S）は固体表面の元素および化学結合状態を調べる表面分析機器である。高真空中で固体試料表面に軟X線（Al Ka または Mg Ka 線）が照射されると、光電効果によって試料から光電子が放出される。試料表面の深い領域から放出される光電子は、表面に到るまでに非弾性散乱を受けて運動エネルギーを失い、スペクトルのバックグラウンドとなる。数 nm の深さ領域から非弾性散乱を受けずに脱出してくる光電子のみがピークとして検出される。原子の内殻電子は原子ごとに固有な結合エネルギーを持っているので、ピークのエネルギーから元素の種類が、シグナル強度から元素の比率が調べられる。

検出可能な元素は Li から U までで、検出限界は元素によって異なるが、0.1%程度である。なお、Ar イオンエッティングをすれば、最表面上の汚染物が除去された清浄面の元素分析やサブミクロンオーダーにおける深さ方向の元素分布の分析も可能である。

現在、「硫黄架橋クラスター錯体の電子状態」、「三元銅カルコゲナイト中の銅の電子状態」、「積層不整層状遷移金属ダイカルコゲナイトの合成」、「酸化チタンの表面状態の解析」、「アルミナ触媒化学発光と触媒表面状態の相関」、「窒化炭素の電子状態」などの研究に使われている。

### 【研究実績】

1. T. Ohtani, M. Taniguchi, S. Sasaki, H. Kishi, and T. Nakata:  
Electrical properties of low-dimensional chalcogenides  $TlCu_{2-x}X_2$  ( $X = Se, Te$ ) and  $(Tl_{1-x}Ba_x)Cu_2Se_2$ ,  
*J. Alloys & Comp.*, 383 (1-2), (2004) 245-250.
2. H. Saito, M. Taguchi, M. Ohishi, M. Yoneta and K. Imai  
Molecular beam epitaxial growth of GaN using ammonia cluster ion beam as a nitrogen source  
*Phys. stat. sol. C* 1, 2478-2482 (2004)
- 3.. H. Tabuchi, T. Kwahara, K. Takrabe, K. Kitagaito, O. Ariyada  
Microwave application for synthesizing carbon nitrides  
Proceedings of International Symposium on Microwave Science  
and Its Application on Related Fields  
July 27-30, 2004, Takamatasu, Japan
4. 池井清光、舟橋武俊、片岡 令、花田太一、高倉孝一  
リン脂質極性基含有メタクリル酸エステルのアミン化膜へのマイケル付加と抗タンパク吸着性  
岡山理科大学技術科学研究所年報、22号、20 – 26 (2004)
5. Kaneeda, T , Okada, Y , Yokomizo, S , Shimada, S. and Higuchi, M, and Anthony. L,  
Near Dry Maching Utilizing Lubricant Applying Effect  
---Required Minimum Quantity of Oil Mist---  
Proc. of American Society for Precision Engineering 2004 Annual Meeting(2004) 605-608.
6. Kaneeda, T , Okada, Y. and Anthony. L,  
Lubrication at Tool-Chip Interface by Oil-Injection  
Proc. of American Society for Precision Engineering 2004 Annual Meeting(2004) 571-574.

## R-AXIS X線構造解析装置

理学製 イメージングプレート X 線回折装置  
 R-AXIS IVRAXIS-IV  
 X 線出力最大 1.2 k W  
 300 × 300mm 大型イメージングプレート搭載  
 読取り分解能 100 μ m  
 試料吹付低温・高温装置



### 【機器概要】

R-AXIS IV は、単結晶からのX線回折データを迅速に測定するシステムです。また、単結晶の構造解析用装置としてだけでなく、高空間分解能の2次元検出器として、多目的に利用できます。300 × 300mm の大型 IP に対応しており、従来の4軸型 X 線回折計では測定が難しかった微小結晶や不安定化合物の結晶からの X 線回折データの収集が可能になりました。

システムに付属したコンピュータプログラムを利用することにより、最適な測定条件をシミュレーションすることが可能であり、良質な単結晶が得られれば、ほぼ全自動で X 線結晶構造解析に必要なデータの収集が可能です。

本システムは、吹付け試料低温装置により、-180°Cまでの低温測定が可能です。

### 【研究実績】

1. H. Akashi, K. Isobe, and T. Shibahara, Inorg. Chem. (2005), 44, 3494 - 3498.  
 “Synthesis and Characterization of a Twin Cubane-Type Molybdenum-Rhodium-Sulfur Cluster,  
 $[\{Mo_3RhCp^*S_4(H_2O)_7(O)\}_2]^{8+}$ . X-ray Structure of  $[\{Mo_3RhCp^*S_4(H_2O)_7(O)\}_2](CH_3C_6H_4SO_3)_8 \cdot 14H_2O$ ”
2. H. Akashi, T. Yamauchi and T. Shibahara, Inorg. Chim. Acta (2004), 357, 325-330.  
 “Hydrogen bonding: further evidence for the cause of the color change of nitrosylpentaamminechrominium (III) compounds.  
 Crystal structures of  $[Cr(NO)(NH_3)_5](PF_6)_2$  and  $[Cr(NO)(NH_3)_5]Cl(PF_6)$ ”
3. H. Akashi, J. Chen, H. Hasegawa, M. Hashimoto, T. Hashimoto, T. Sakuraba and A. Yagasaki, POLYHEDRON (2003), 22, 2847-2854.  
 “Synthesis and structural characterization of  $[HxCp^*TiMo_5O_{18}]^{(3-x)}$  ( $x = 0, 1, 2$ ); new insights into protonation patterns in polyoxometalates”
4. H. Akashi and T. Yamauchi, Acta Cryst. (2003). E59, m336-m338.  
 “Tetrasodium tetrahydroxytetrathiocalix[4]arenenetetrasulfonate tetradecahydrate”
5. Y. Miki, H. Takagi, A. Ichimura, H. Akashi, and T. Shibahara, Chem. Lett., (2002), 482-483.  
 “Redox Chemistry of Dinuclear Molybdenum Dithiolene Complexes. Interconversion of the Bridging Disulfide and Sulfides”
6. H. Akashi, M. Nishiura, M. Mori, T. Shibahara, Inorg. Chim. Acta (2002), 331, 290 - 295.  
 “Effect of outer sphere anions on the structure and color of nitrosylpentaamminechrominium complex”
7. Orita, Akihiro; Miyamoto, Kazuhiko; Nakashima, Mikio; Ye, Fangguo;  
 Otera, Junzo, Double elimination protocol for convenient synthesis of  
 dihalodiphenylacetylenes: Versatile building blocks for tailor-made  
 phenylene-ethynylanes. Advanced Synthesis & Catalysis (2004), 346(7), 767-776.
8. Orita, Akihiro; Nakano, Takehiro; An, De Lie; Tanikawa, Kazumi;  
 Wakamatsu, Kan; Otera, Junzo, Metal-Assisted Assembly of  
 Pyridine-Containing Arylene Ethynylene Strands to Enantiopure Double  
 Helicates. Journal of the American Chemical Society (2004), 126(33), 10389-10396.
9. Orita, Akihiro; Okano, Junji; Tawa, Yoshiki; Jiang, Lasheng; Otera,  
 Junzo. Rate acceleration of the reaction between solid reactants by  
 premixing in solution: Application to the efficient synthesis of a  
 [2]rotaxane. Angewandte Chemie, International Edition (2004), 43(28),  
 3724-3728.

10. Ye, Fangguo; Orita, Akihiro; Yaruva, Jayamma; Hamada, Tatsuya; Otera, Junzo. High birefringent bisdiynes and hexatriynes based on double elimination of b-substituted sulfones. *Chemistry Letters* (2004), 33(5), 528-529.
11. Jiang, Lasheng; Okano, Junji; Orita, Akihiro; Otera, Junzo. Intermittent molecular shuttle as a binary switch. *Angewandte Chemie, International Edition* (2004), 43(16), 2121-2124.
12. Imakura, Yasuo; Nishiguchi, Satoru; Orita, Akihiro; Otera, Junzo, Assessment of fluoroalkyltin compounds as fluoro lewis acid catalysts. *Applied Organometallic Chemistry* (2003), 17(10), 795-799.
13. Ye, Fangguo; Orita, Akihiro; Doumoto, Atsushi; Otera, Junzo, Double elimination protocol for access to unsymmetrically substituted aromatic polyynes starting from sulfones and aldehydes. *Tetrahedron* (2003), 59(30), 5635-5643.
14. Antiferromagnetism Induced by Successive Protonation of Terminal Phenol Groups of a Bis( $\mu$ -phenoxide)-Bridged Dicopper(II,II) Complex  
H. Saimiya, Y. Sunatsuki, M. Kojima, S. Kashino, T. Kambe, M. Hirotsu, H. Akashi, K. Nakajima, and T. Tokii, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, **2002**, 3737 - 3742.
15. Spin Crossover in a Supramolecular Fe<sup>II</sup>-Fe<sup>III</sup> System  
H. Ohta, Y. Sunatsuki, Y. Ikuta, N. Matsumoto, S. Iijima, H. Akashi, T. Kambe, and M. Kojima, *Materials Science*, **21**, 191 – 198 (2003).
16. A Tripodal Ligand Containing Three Imidazole Groups Inducing Spin Crossover in Both Fe(II) and Fe(III) Complexes; Structures and Spin Crossover Behaviors of the Complexes  
H. Ohta, Y. Sunatsuki, M. Kojima, S. Iijima, H. Akashi, and N. Matsumoto, *Chem. Lett.*, **33**, 350 - 351 (2004).
17. Ferromagnetic Ni<sup>II</sup>-Gd<sup>III</sup> Interactions in Complexes with NiGd, NiGdNi, and NiGdGdNi Cores Supported by Tripodal Ligands  
T. Yamaguchi, Y. Sunatsuki, M. Kojima, H. Akashi, M. Tsuchimoto, N. Re, S. Osa, and N. Matsumoto, *Chem. Commun.*, **2004**, 1048 - 1049.
18. Supramolecular Spin-Crossover Iron Complexes Based on Imidazole-Imidazolate Hydrogen Bonds  
Y. Sunatsuki, H. Ohta, M. Kojima, Y. Ikuta, Y. Goto, N. Matsumoto, S. Iijima, H. Akashi, S. Kaizaki, F. Dahan, and J.-P. Tuchagues, *Inorg. Chem.*, **43**, 4154 - 4171 (2004).
19. 善木道雄, 伊藤裕昭, 姫野新典, 横山 崇, “ポリウレタンフォームを用いる鉄(II)-1,10-フェナントロリン錯体の目視定量,” *分析化学*, **52**, 201-203 (2003).
20. T. Yokoyama, G. Murakami, H. Akashi, and M. Zenki, “Crystal structure of zwitterionic trimethylammoniopropane sulfonate,” *Anal. Sci.*, **19**, 805-806 (2003).
21. 善木道雄, 南澤一慶, 横山 崇, “サイクリックフローインジェクション法による陽イオン交換カラムを用いる銅(II)の連続定量と試薬の再生利用,” *分析化学*, **52**, 1131-1136 (2003).
22. T. Yokoyama, A. Yanase, K. Kanazawa, and M. Zenki, “Determination and pre-concentration of copper(II) with *N,N'*-bis[2-(salicylideneamino)ethyl]ethane-1,2-diamine by flame atomic absorption spectrophotometry,” *岡山理科大学紀要*, **39A**, 41-46 (2003).
23. T. Yokoyama, H. Tsuji, T. Akamatsu, and M. Zenki, “Relation between electrophoretic behavior and molecular shapes of aromatic ions,” *Anal. Sci.*, **20**, 657-662 (2004).
24. T. Yokoyama, G. Murakami, H. Akashi, and M. Zenki, “Crystal structure of zwitterionic surfactant 3-(*N,N*-dimethylmyristylammonio)propane sulfonate,” *Anal. Sci.*, **20**, x31-x32 (2004).
25. 南澤一慶, 横山 崇, 善木道雄, “ポリウレタンフォームと1,10-フェナントロリンを用いる鉄(II)のサイクリックフローインジェクション分析法,” *分析化学*, **53**, 1021-1024 (2004).
26. M. Zenki, A. Tanishita, and T. Yokoyama, “Repetitive determination of ascorbic acid using iron(III)-1,10-phenanthroline-peroxodisulfate system in a circulatory flow injection method,” *Talanta*, **64**, 1273-1277 (2004).
27. 横山 崇, 善木道雄, M. Macka, and P. R. Haddad, “キャピラリー電気クロマトグラフィーにおける無機イオ

- ンの分離能選択性の向上に関する研究," *分析化学*, **54**, 107-120 (2005).
28. Experimental and theoretical investigations of absolute stereochemistry and chiroptical properties of enantiopure 2,2'-substituted 9,9'-bianthrays.  
S. Toyota, T. Shimasaki, N. Tanifuji, and K. Wakamatsu, *Tetrahedron: Asymmetry*, **14**, 1623–1629 (2003).
29. Reactivities of Stable Rotamers. XLIV. Ring-Opening Reactions of 1-(9-Fluorenyl)-2-(2-methyl-2-oxiranyl)naphthalene Rotamers with Acids and The Structures of Oxiranes.  
M. Oki, Y. Toyofuku, T. Sakaue, T. Hirose, M. Asakura, N. Morita, and S. Toyota, *Russ. J. Org. Chem.*, **39**, 542–553 (2003).
30. Rotational Isomerism Involving an Acetylenic Carbon IV: Synthesis and structure of bis(1,1';3',1"-terphenyl-2'-yl)ethynes: molecular design of sterically congested alkynes toward restricted rotation about acetylenic axis.  
S. Toyota, T. Iida, C. Kunizane, N. Tanifuji, and Y. Yoshida, *Org. Biomol. Chem.*, **1**, 2298–2302 (2003).
31. Rotational isomerism involving an acetylenic carbon. V. Restricted rotation about acetylenic axis in sterically crowded bis(1-phenyl-9-anthryl)ethynes.  
S. Toyota and T. Makino, *Tetrahedron Lett.*, **44**, 7775–7778 (2003).
32. Acid-catalyzed cyclization reactions of 2,2'-bis(diarylhydroxymethyl)biphenyls to 5,5,7,7-tetraaryl-5,7-dihydrodibenzo[*c,e*]oxepins in the solid state.  
S. Hirano, S. Toyota, and F. Toda, *Heterocycles*, **62**, 749–756 (2004).
33. Enantiomeric Resolution of Intramolecular Amine–Borane Complex with a Chiral Boron Center.  
S. Toyota, T. Hakamata, N. Nitta, and F. Ito, *Chem. Lett.*, **33**, 206–207 (2004).
34. Macroyclic 1,8-Anthrylene—Ethynylene Oligomers: A Novel Three-dimensional  $\delta$  Conjugated Architecture.  
S. Toyota, M. Goichi, and M. Kotani, *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, **43**, 2248–2251 (2004).
35. Isolation of equatorial conformers of chloro- and bromocyclohexane in a pure state as inclusion complexes with a host compound.  
S. Hirano, S. Toyota, and F. Toda, *Chem. Commun.*, **2004**, 2354–2355.
36. Absolute Stereochemistry and Chiroptical Properties of  
3,3'-Bis(methoxycarbonyl)-9,9'-bianthryl.  
S. Toyota, T. Shimasaki, T. Ueda, N. Tanifuji, and K. Wakamatsu, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **77**, 2065–2070 (2004).
37. Substituent Effects on Configurational Stabilities at Tetrahedral Boron Atoms in Intramolecular Borane–Amine Complexes — Structures, Enantiomeric Resolution, and Rates of Enantiomerization of [2-(Dimethylaminomethyl)phenyl]phenylboranes.  
S. Toyota, F. Ito, N. Nitta, and T. Hakamata, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **77**, 2081–2088 (2004).
38. A new [2+2] photodimerization of 5-chloro- and 5-methyl-2-pyridone in their inclusion complexes with 1,1'-biphenyl-2,2'-dicarboxylic acid as a model for DNA damage by photodimerization of its thymine component.  
S. Hirano, S. Toyota, and F. Toda, *Chem. Commun.*, **2005**, 643–644.
39. Syntheses, spectroscopic properties, and Cu(I) complexes of all possible symmetric bi-1,10-phenanthrolines.  
S. Toyota, A. Goto, K. Kaneko, and T. Umetani, *Heterocycles*, **65**, 551–562 (2005).
40. S. A. Bourne, K. C. Corin, L. R. Nassimbeni, and F. Toda  
Selective Enclathration of Picroires  
*Cryst. Growth & Design*, **5**, 379–382 (2005).
41. M. R. Cairia, A. Jacobs, L. R. Nassimbeni, and F. Toda  
Complexation with Diol Host Compounds. Part 35: Inclusion Compounds of 1,1,6,6-Tetraphenylhexa-2,4-diyne-1,6-diol with CCl<sub>4</sub>, CHCl<sub>3</sub>, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> and CH<sub>3</sub>CN  
*Supramol. Chem.*, **16**, 107–112 (2004).
42. S. Hirano, S. Toyota, and F. Toda  
Acid-catalyzed cyclization reactions of 2,2'-bis(diarylhydroxymethyl)biphenyls to 5,5,7,7-tetraaryl-5,7-dihydrodibenzo[*c,e*]oxepins in the solid state  
*Heterocycles*, **62**, 749–756 (2004).
43. F. Toda, K. Yoshizawa, S. Hyoda, S. Toyota, S. Chatziefthimiou, I. M. Mavridis  
Efficient resolution of 2,2'-dihydroxy-1,1'-binaphthyl by inclusion complexation with chiral *N*-(3-chloro-2-hydroxypropyl)-*N,N,N*-trimethylammonium chloride

- Org. Biomol. Chem.*, **2**, 449–451 (2004).
49. I. Csöregh, S. Hirano, S. Toyota, P. Bombicz, and F. Toda  
Versatility in stabilization of crystalline inclusion complexes of a bulky diol host by various closely related acidic and ester guests  
*CrystEngComm*, **6**, 60–69 (2004).
50. K. Yoshizawa, S. Toyota, and F. Toda  
Enantiomer separation of *rac*-2,2'-dihydroxy-1,1'-binaphthyl (BNO) by inclusion complexation with racemic or achiral ammonium salts and a novel transformation of a 1:1:1 racemic complex of BNO, Me<sub>4</sub>N<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup> and MeOH into a conglomerate complex in the solid state  
*Tetrahedron*, **60**, 7767–7774 (2004).
51. K. Yoshizawa, S. Toyota, and F. Toda  
A novel transformation of a 1 : 1 : 1 racemic complex of 2,2-dihydroxy-1,1-bi-naphthyl, Me<sub>4</sub>N<sup>+</sup> Cl<sup>-</sup> and MeOH into a conglomerate in the solid state by heating or contact with MeOH vapour  
*Chem. Commun.*, 2004, 1844–1845.
52. S. Hirano, S. Toyota, and F. Toda  
Isolation of equatorial conformers of chloro- and bromocyclohexane in a pure state as inclusion complexes with a host compound  
*Chem. Commun.*, 2004, 2354–2355.
53. M. Yagi, S. Hirano, S. Toyota, F. Toda, P. Giastas, I. Marvidis  
PHOTOREACTIONS OF 2- AND 4-PYRIDONES IN THEIR INCLUSION CRYSTAL WITH A HOST COMPOUND  
*Heterocycles*, **59**, 735–744 (2003).
54. Z. Urbanczyk-Lipkowska, K. Yoshizawa, S. Toyota, and F. Toda  
Easy isolation of the enol form of acetylacetone as an inclusion complex with host compounds  
*CrysEngComm*, **5**, 114–116 (2003).
55. K. Yoshizawa, S. Toyota, F. Toda, and I. Csöregh  
Preparative and mechanistic studies of solvent-free Rap-Stoermer reactions  
*Green Chem.*, **5**, 353–356 (2003).
56. S. Nakamatsu, K. Yoshizawa, S. Toyota, F. Toda and I. Matijasic  
Isolation of an inclusion complex of naphthol and its benzoate as an intermediate in the solvent-free benzoylation reaction of naphthol  
*Org. Biomol. Chem.*, **1**, 2231–2234 (2003).
57. S. Hirano, K. Yoshizawa, S. Toyota, F. Toda, and Z. Urbanczyk-Lipkowska  
Chiral switching and fast reversible molecular movement phenomena in crystals  
*Mendeleev Commun.*, **2003**, 141–144.
58. F. Guo, W.-S. Guo, and F. Toda  
Supramolecular stereoisomer-conformational isomer of 1,1,6,6-tetraphenylhexa-2,4-diyne-1,6-diol in the different inclusion compounds  
*CrystEngComm.*, **5**, 45–47 (2003).
59. M. R. Caira, A. Jacobs, L. R. Nassimbeni, and F. Toda  
Inclusion compounds of 1,1,6,6-tetraphenylhexa-2,4-diyne-1,6-diol with DMF and DMSO: structures, selectivity and kinetics of desolvation  
*CrystEngComm.*, **5**, 150–153 (2003).
60. F. Toda and Y. Schemers  
Selective solid-state brominations of anilines and phenols  
*Green Chem.*, **5**, 701–703 (2003).
61. K. Yoshizawa, S. Toyota, and F. Toda  
Efficient solvent-free Thorpe reactions  
*Green Chem.*, **4**, 68 (2002).

62. M. Yagi , S. Hirano , S. Toyota , M. Kato, and F. Toda  
Freezing of Equilibrium of Imidazoles by Inclusion Crystallization with a Host Compound: Isolation of the Different Tautomeric Types in a Pure State  
*CrystEngComm*, **4**, 143-145 (2002).
63. F. Toda, S. Hirano, S. Toyota, M. Kato, Y. Sugio, and T. Hachiya  
A novel host compound, 9,9-bis(4-hydroxy-3-methylphenyl)fluorene, which binds volatile guests tightly and non-volatile guests loosely  
*CrystEngComm*, **4**, 171-173 (2002).
64. G. Kaupp, J. Schmeyers, K. Kato, K. Tanaka, and F. Toda  
Space-demanding intramolecular isomerizations in the solid state  
*J. Phys. Org. Chem.*, **15**, 148-153 (2002).
65. F. Toda, M. Senzaki, and R. Kuroda  
A new supramolecular system of racemic-bis- $\alpha$ -naphthol, benzoquinone and aromatic hydrocarbon, which shows high molecular recognition ability  
*Chem. Commun.*, 1788-1789 (2002).
66. N. Shan, F. Toda, and W. Jones  
Mechanochemistry and co-crystal formation: effect of solvent on reaction kinetics  
*Chem. Commun.*, 2372-2373 (2002).
67. F .Toda  
Crystal Engineering for molecular dynamics  
*CrystEngComm.*, **4**, 215-222 (2002).
68. F. Toda  
Chiral Inclusion Crystal Constructed with Achiral Host and Achiral Guest Molecules  
*Enantiomer*, **7**, 59-65 (2002).

## HR-MS 高分解能質量分析装置

高分解能質量分析計（日本電子製）JMS-700 MStation

分解能

60,000

感度

S/N 400 以上 (EI モード：メチルステアレート 200pg)

質量範囲

2,400 ダルトン以上 ( 加速電圧 10KV)、24,000( 加速電圧 1kV)

イオン化法

EI、CI、FAB 法

サンプル導入法 ガスクロマトグラフ、直接導入、LCmass、TLC



### 【機器概要】

高分解能質量分析装置は、有機化合物の質量数を測定する分析装置である。イオン源でイオン化した試料を、磁場を利用してイオンの電荷に対する質量比 ( $m/e$ ) に応じて分離することにより、試料の質量数を直接求めることができる。この値から、分子量、元素組成など有機化合物の基本的な物性データを算出することができる。また、同時に観測されるフラグメントイオンの質量数から、分子の部分構造を明らかにすることもできる。質量分析装置は極微量 (p mol オーダー) のサンプルで質量数が測定できることから、微量に存在する環境汚染物質や生体内の代謝物などの同定にも利用されている。本装置では、EI, CI, FAB 法などのイオン化法が適用できるため、幅広い有機化合物の分子量測定に利用できる。

### 【研究実績】

編集中

## LSM 共焦点レーザ顕微鏡

共焦点レーザ顕微鏡（カールツァイス） LSM-410

高画像解析システム（カールツァイス） IBAS

仕様：(1) 倒立顕微鏡 Axiovert 135 FL/DIC/Ph

(2) 正立型顕微鏡 Axioskop FL/DIC/Ph

(3) LSM レーザ光源 HeNe 543nm, Ar 365nm, Ar 488/514nm

(4) 連続画像取り込みによる 3 D セクショニング

(5) 多重蛍光解析

(6) 高感度冷却 CCD カメラ装置



### 【機器概要】

試料：生体細胞、植物細胞など

粹明：生体細胞および生体組織の三次元解析、蛍光ラベルされた DNA, タンパク質の検出、染色体の解析などができる。

### 【研究実績】

1. O.Yano, T.Katsuyama, H.Tsubota and T.Hoshino, "Molecular phylogeny of Japanese *Eleocharis* (Cyperaceae) based on ITS sequence data, and chromosomal evolution", Journal of Plant Research 117(5):409-419. (2004)
2. T. Hoshino and H. Ikeda, A new species of *Carex* (Cyperaceae), *C. bitchuensis*, from Okayama Prefecture, Japan. Journal of Japanese Botany, 78(1): 24-28. (2003)
3. H. Ogura, T. Aizawa, T. Hoshino, K. Kondo, T. Funamoto, S. Zhou and D. Hong, Marking and identification of nucleolar chromosomes in *Allium grayi* tetraploids by Ag-NOR staining and fluorescence in situ hybridization. Chromosome Science 6: 35-39. (2002)
4. 池田正五、哺乳類 DNA 修復酵素遺伝子の両方向性プロモーターによる転写制御放射線生物研究 . 39, 130-139. (2004)
5. Ikeda, S.,Ayabe, H., Seki, Y., and Seki, S.: Gene structure and transcription regulation of mammalian O-sialoglycoprotein endopeptidase gene. Recent Res. Devel. Biophys. Biochem. 3, 791-799. (2003)
6. Ikeda, S.,Tabata, R. and Kasuu, E. :Overexpression of human NTH1 DNA glycosylase and its catalysis-defective mutant in HeLa cells: Effect on sensitivity to oxidative and alkylation DNA damage.Bull. Okayama Univ. Sci. 39A: 57-62 .(2003)
7. Umechiyo Tokumoto, Shinobu Nomura, Yoshiko Minami, Hisaaki Mihara, Shin-ichiro Kato, Tatsuo Kurihara, Nobuyoshi Esaki, Hiroshi Kanazawa, Hiroshi Matsubara, and Yasuhiro Takahashi: Network of Protein-Protein Interactions among Iron-Sulfur Cluster Assembly Proteins in *Escherichia coli*. Journal of Biochemistry 131:713-719. (2002)
8. Yoshiko Minami1, Yu-ji Sekimoto, Takeshi Kohama, Kenichi Akasaka and Hiroshi Matsubara: Isolation and Characterization of Glutathione Reductase from *Physarum polycephalum* and Stage-specific Expression of the Enzyme in Life-Cycle Stages with Different Oxidation-Reduction Levels. J. Eukaryot. Microbiol. 50: 317-323. (2003)
9. 南 善子, 藤田圭亮, 松原 央: タデ科植物アイの Transketolase の cDNA クローニングと mRNA 発現解析. 岡山理科大学紀要 40: 59-66. (2004)
10. 守田益宗・八木浩司・井口 隆・山崎友子: 山形県白鷹湖沼群荒沼の花粉分析からみた東北地方南部の植生変遷. 第四紀研究, 41: 375-387. (2002)

11. 守田益宗: チベット高原 Puma Yum Co 湖の花粉分析 . 2001 チベット・ポマユムツォ湖学術調査・研究報告書, 東海大学ヒマラヤ遠征委員会, 129-145. 2003)
12. Yasuda, Y., Fujiki, T., Nasu, H., Kato, M., Morita, Y., Mori, Y., Kanehara, M., Toyama, S., Yano, A., Okuno, M., Jiejun, H., Ishihara, S., Kitagawa, H., Fukusawa, H. & Naruse, T.: Environmental archaeology at the Chengtoushan site, Hunan Province, China, and implications for environmental change and the rise and fall of the Yangtze River civilization. *Quaternary International*, 23-125:149-158. (2004)
13. 守田益宗: 北海道東端ユルリ島における表層堆積物の花粉スペクトル . *植生史研究*, 13: 3-12. (2004)
14. 志知幸治、河室公康、三好教夫: 第四紀後半(パラミロイイベント)以降の氷期・間氷期サイクルと植生変遷の特徴 . *月刊地球* 42:165-172.(2003)
15. Kataoka, H., Takahara, H., Krivonogov, S., Bezrukova, E., Orlova, L., Krpivina, S., Miyoshi, N. and Kawamuro, K.: Pollen record from the Chivrkui Bay outcrop on the eastern shore of Lake Baikal since the late glacial. *Long Continental Records from Lake Baikal* (Ed. Kashiwaya, K.) 207-218. Springer- Verlag Tokyo.(2003)
16. 服部 央、岡野光博、三好教夫: 秋期スギ花粉飛散と秋期スギ花粉症 . *ライフ・サイエンス* 23(12):101-104. (2003)
17. Li, C.L., Ikeda, H. and Ohba, H.: *Kerria; Rhodotypos; Filipendula; Dryas; Geum; Acomastylis; Taihangia; Coluria; Waldsteinia; Potentilla; Comarum; Sibbaldia; Chamaerhodos; Fragaria; Duchesnea; Potaninia; Agrimonia; Spenceria; Sanguisorba; Alchemilla*. In: Wu, Z. Y. & Raven, P. H. (eds.), *Flora of China*, 9, 192-195; 286-339; 381-389. *Science Press (Beijing) & Missouri Botanical Garden (St. Louis)*. (2003)
18. Akiyama, S., H. Ohba, H. Ikeda, F. Miyamoto, H. Tsukaya & Wu, S.-K.: An enumeration of the flowering plants collected in NW Yunnan and E Tibet between 1999 and 2001-Crassulaceae, Asteraceae, Juncaceae, Eriocaulaceae, and Orchidaceae, *Bull. Natn. Sci. Mus.*, Tokyo, Ser. B, 29, 109-122. (2003)
19. Ikeda, H., Ohba, H. & Subedi, M. N.: *Sibbaldia minutissima* Kitam. (*Rosaceae*) is conspecific to *S. adpressa*. *Studies of the flora of Mustang, central Nepal*, 2, *J. Jpn. Bot.*, 79, 91-95. (2004)
20. Fujikawa, K., Ikeda, H., Murata, K., Kobayashi, T., Nakano, T., Ohba, H. & Wu, S.-G.: Chromosome numbers of fifteen species of the genus *Saussurea* DC. (*Asteraceae*) in the Himalayas and the adjacent regions, *J. Jpn. Bot.*, 79, 271-280. (2004)

## ネイティブ生体高分子解析システム

### (1) 飛行型時間質量測定装置

Voyager-DE PRO, BioCAD 700E

ほとんどの生体高分子の分子量を測定できます。ペプチドのアミノ酸配列や糖の配列解析にも使える。



Voyager-DE PRO



BioCAD 700E

### (2) 分子間相互作用解析装置

BIACORE 2000

量子力学理論を応用した表面プラズモン共鳴技術を導入し、分子間相互作用をリアルタイムモニターできるシステム。抗体と抗原、DNA とタンパク質、酵素と基質など、さまざまな分子の間の関係を調べることが可能。



BIACORE 2000

### (3) Non-RI 生体高分子解析装置

FMBIO II, LAS-1000

電気泳動で分離したタンパク質や核酸などを標識にして、直接見ることができる装置。RI を用いない全ての測定方法（蛍光、化学発光、可視検出）を使うことが可能。また、蛍光ラベルを用いた DNA 配列解析も可能。



FMBIO II



LAS-1000

### (4) 自動細胞解析分取装置

FACSCalibur

細胞の表面タンパク質や細胞内の核酸量、含まれる酵素の活性などを指標として、細胞の機能解析を行う装置です。また、特定の細胞を分取することもできる。



FACSCalibur

## 【研究実績】

1. 池田正五、哺乳類 DNA 修復酵素遺伝子の両方向性プロモーターによる転写制御 放射線生物研究 39, 130-139 (2004).
2. S. Ikeda, H. Ayabe, Y. Seki, and S. Seki: Gene structure and transcription regulation of mammalian O-sialoglycoprotein endopeptidase gene. Recent Res. Devel. Biophys. Biochem. 3, 791-799 (2003).
3. S. Ikeda, R. Tabata, and E. Kasuu :Overexpression of human NTH1 DNA glycosylase and its catalysis-defective mutant in HeLa cells: Effect on sensitivity to oxidative and alkylation DNA damage. Bull. Okayama Univ. Sci. 39A: 57-62 (2003).
4. U. Tokumoto, S. Nomura, Y. Minami, H. Mihara, S. Kato, T. Kurihara, N. Esaki, H. Kanazawa, H. Matsubara, and Y. Takahashi, Network of Protein-Protein Interactions among Iron-Sulfur Cluster Assembly Proteins in *Escherichia coli*. J. Biochem. 131, 713-719 (2002).

5. **Y. Minami**, Y. Sekimoto, T. Kohama, K. Akasaka and **H. Matsubara**, Isolation and Characterization of Glutathione Reductase from *Physarum polycephalum* and Stage-specific Expression of the Enzyme in Life-Cycle Stages with Different Oxidation-Reduction Levels. *J. Eukaryot. Microbiol.* 50, 317-323(2003).
6. 南 善子, 藤田圭亮, 松原 央, タデ科植物アイのTransketolase の cDNA クローニングと mRNA 発現 解析 岡山理科大学紀要 40, 59-66 (2004).
7. **R. Mitsui**, Y. Kusano, H. Yurimoto, Y. Sakai, N. Kato, and **M. Tanaka**: Formaldehyde Fixation Contributes to Detoxification for Growth of a Nonmethylotroph, *Burkholderia cepacia* TM1, on Vanillic Acid. *Applied and Environmental Microbiol.* 69 (10), 6128-6132 (2003).
8. **R. Mitsui**, T. Okada, T. Shirai, and **M. Tanaka**: Effective Production of Hyaluronic Acid Oligosaccharides from Hyaluronic Acid. *日本食品工学会誌（英文）* 5 (1), 41-43 (2004).
9. **R. Mitsui**, M. Omori, H. Kitazawa, and **M. Tanaka**: Formaldehyde-limited Cultivation of a Newly Isolated Methylotrophic Bacterium, *Methylobacterium* sp. MF1: Enzymatic Analysis Related to C1 Metabolism. *Journal of Bioscience and Bioengineering* 99 (1), 18-22 (2005).
10. X. Dai, **K. Hayashi**, **H. Nozaki**, Y. Cheng, Y. Zhao, Genetic and chemical analysis of the action mechanism of sirtinol in Arabidopsis, *Proc Natl Acad Sci USA* 102 (8), 3129-3134 (2005)
11. C.C. Liaw, F.R. Chang, C.C. Wu, S.L. Chen, K.F. Bastow, **K. Hayashi**, **H. Nozaki**, K.H. Lee, Y.C. Wu, Nine New Cytotoxic Monotetrahydrofuranic Annonaceous Acetogenins from *Annona montana*., *Planta Med.* 70 (10), 948-959 (2004)/
12. A. Yamazoe, **K. Hayashi**, A. Kuboki, S. Ohira and **H. Nozaki**, The isolation, structural determination, and total synthesis of terfestatin A, a novel auxin signaling inhibitor from *Streptomyces* sp., *Tetrahedron Letters* 45 (45), 8359-8362 (2004).
13. **K. Hayashi**, F.R. Chang, Y. Nakanishi, K.F. Bastow, G. Cragg, A.T. McPhail, **H. Nozaki**, K.H. Lee, Antitumor agents. 233. Lantalucratins A-F, new cytotoxic naphthoquinones from Lantana involucrata. *J. Nat. Prod.* 67 (6), 990-993 (2004).
14. F.R. Chang, **K. Hayashi**, I.H. Chen, C.C. Liaw, K.F. Bastow, Y. Nakanishi, **H. Nozaki**, G.M. Cragg, Y.C. Wu, K.H. Lee, Antitumor agents. 228. five new agarofurans, Reissantins A-E, and cytotoxic principles from *Reissantia buchananii*., *J. Nat. Prod.* 66 (11), 1416-1420 (2003).
15. Y. Oono, C. Ooura, A. Rahman, E.T. Aspuria, **K. Hayashi**, A. Tanaka, H. Uchimiya, p-Chlorophenoxyisobutyric acid impairs auxin response in Arabidopsis root. *Plant Physiol.* 133 (3), 1135-47 (2003).
16. **K. Hayashi**, A.M. Jones, K. Ogino, A. Yamazoe, Y. Oono, **M. Inoguchi**, **H. Kondo**, **H. Nozaki**, Yokonolide B, a novel inhibitor of auxin action, blocks degradation of AUX/IAA factors. *J. Biol. Chem.* 278 (26), 23797-806 (2003).
17. **K. Hayashi**, Y. Nakanishi, K.F. Bastow, G. Cragg, **H. Nozaki**, K.H. Lee, Antitumor agents. 221.1 buceracidins A and B, two new flavanones from Bucida buceras. *J. Nat. Prod.* 66 (1), 125-127 (2003).
18. **K. Hayashi**, Y. Nakanishi, K.F. Bastow, G. Cragg, **H. Nozaki**, K.H. Lee, Antitumor agents. Part 212. Bucidarasins A-C, three new cytotoxic clerodane diterpenes from Bucida buceras. *Bioorg. Med. Chem. Lett.* 12 (3), 345-348 (2002).
19. **S. Toyota**, M. Goichi, and M. Kotani, Macroyclic 1,8-Anthrylene—Ethynylene Oligomers: A Novel Three-dimensional  $\delta$  Conjugated Architecture. *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* 43, 2248-2251 (2004).
20. **J. Odo**, H. Yamaguchi, H. Ohsaki, and N. Ohmura, Catalytic activity for decomposition of hydrogen peroxide by metal complexes of water-soluble thiocalix[4]arenenetetrasulfonate on the modified anion-exchangers. *Chem. Pharmace. Bul.* 52 (2), 266-269 (2004).
21. **A. Orita**, K. Miyamoto, M. Nakashima, F. Ye, **J. Otera**, Double elimination protocol for convenient synthesis of dihalodiphenylacetylenes: Versatile building blocks for tailor-made phenylene-ethynyles. *Advanced Synthesis & Catalysis* 346 (7), 767-776 (2004).
22. **A. Orita**, T. Nakano, D.L. An, K. Tanikawa, K. Wakamatsu, **J. Otera**, Metal-Assisted Assembly of Pyridine-Containing Arylene Ethynylene Strands to Enantiopure Double Helicates. *Journal of the American Chemical Society* 126 (33), 10389-10396 (2004).
23. **A. Orita**, J. Okano, Y. Tawa, L. Jiang, **J. Otera**, Rate acceleration of the reaction between solid reactants by

- premixing in solution: Application to the efficient synthesis of a [2]rotaxane. *Angewandte Chemie, International Edition* 43 (28), 3724-3728 (2004).
- 24. F. Ye, **A. Orita**, J. Yaruva, T. Hamada, **J. Otera**, High birefringent bisdiynes and hexatriynes based on double elimination of b-substituted sulfones. *Chemistry Letters* 33 (5), 528-529 (2004).
  - 25. L. Jiang, J. Okano, **A. Orita**, **J. Otera**, Intermittent molecular shuttle as a binary switch. *Angewandte Chemie, International Edition* 43 (16), 2121-2124 (2004).
  - 26. Y. Nagano, **A. Orita**, **J. Otera**, Unusual carbonyl differentiation in the Lewis acid-catalyzed allylation of aldehydes with tetraallyltin. Applications to parallel recognition and shotgun process. *Bulletin of the Chemical Society of Japan* 76 (11), 2183-2189 (2003)
  - 27. Y. Imakura, S. Nishiguchi, **A. Orita**, **J. Otera**, Assessment of fluoroalkyltin compounds as fluoro lewis acid catalysts. *Applied Organometallic Chemistry* 17 (10), 795-799 (2003).
  - 28. F. Ye, **A. Orita**, A. Doumoto, **J. Otera**, Double elimination protocol for access to unsymmetrically substituted aromatic polyynes starting from sulfones and aldehydes. *Tetrahedron* 59 (30), 5635-5643 (2003).
  - 29. Y. Nagano, A. **Orita**, **J. Otera**, Diversification of shotgun process. *Tetrahedron* 59 (29), 5569-5578 (2003).

### 3960Tsunami 蛍光寿命測定装置

半導体励起 Nd:YVO<sub>4</sub> レーザー (Spectra-Physics Millennia-V)  
 Ti:Sapphire レーザー (Spectra-Physics Tsunami 3960/50-M2S)  
 2 倍波発生装置 (Spectra-Physics 3980-6S)  
 回折格子制御装置 (浜松 C5094)  
 ストリークカメラ (浜松 C4334)

#### 【機器概要】

試料：液体および固体



パルスレーザー光（波長約 400 nm）を照射し、試料からなる発光を励起波長から 800 nm の間の多波長（350 ~ 1300 nm の領域）で高速（2 × 10 - 12 秒 ~ 10 - 6 秒毎）に測定し、測定データをコンピュータに転送する。発光強度の時間変化をコンピュータで解析することにより、サンプルの発光の半減期を求めることができる。スペクトルも同時に測定し、10 - 9 ~ 10 - 6 秒オーダーのスペクトルの時間変化も得られる。発光強度の時間・波長依存性の 3 次元図も作成可能。また、単一指数関数でない減衰の場合でも、コンピュータで解析することにより反応速度定数などのパラメーターを得ることができる。例えば蛍光体から受容体へのエネルギーや電子の移動速度を求める 것도できる。

#### 【研究実績】

1. S. Toyota, M. Goichi, M. Kotani,  
 “Macrocyclic 1,8-Anthrylene—Ethynylene Oligomers: A Novel Three-dimensional  $\delta$  Conjugated Architecture,”  
*Angew. Chem., Int. Ed. Engl.*, **43**, 2248-2251 (2004).
2. K. Wakamatsu,  
 “Quinone imine dye formation via photocycloaddition between isocyanates and chloranil,”  
*Tetrahedron Lett.*, **45**, 4627-4630 (2004).
3. M. Takezaki, T. Tominaga,  
 “Fluorescence quenching reaction of porphyrins in micelles: ionic porphyrins quenched by nitrobenzene in ionic micelles,”  
*J. Photochem. Photobiol. A: Chem.*, in press.

## LGM (He),(N2) 液化ガス製造装置

スルーザ TFC-20 (液体ヘリウム製造能力 : 30 liter/hour)

フィリップ PW-7170LN2(液体窒素製造能力 : 5 liter/hour)

高圧ガス製造所規模

ヘリウム貯蔵量 3,977m<sup>3</sup>

液体窒素 2041.2Kg

処理能力 25067.8Nm<sup>3</sup>/day



スルーザ TFC-20



フィリップ PW-7170LN2

### 【機器概要】

説明 : ミ 269℃の液体ヘリウムやミ 196℃の液体窒素は、極低温での物性研究や超伝導磁石を用いたNMRなどの装置の寒剤として、学内で広く利用されています。この液体ヘリウム、液体窒素を製造しています。

## 【研究実績】

1. Yoshihiro Kusano, Minoru Fukuahara, Tatsuo Fujii, Jun Takada, Ryu Murakami, Akira Doi, Laurence Anthony, Yasunori Ikeda, and Mikio Takano:  
“Microstructure and Formation Process of the Characteristic Reddish Color Pattern Hidasuki on Bizen Stoneware: Reactions Involving Rice Straw”  
Chem. Mater. **16** (2004) 3641-3646.
2. Y. Nakano, K. Ioku, H. Fujimori, S. Goto, M. Fukuahara, K. Watanabe, T. Takahashi:  
“Heat Liberation of Carbonation Reaction of Steel-Making Slag.”  
J. Ceram. Soc. Jap. **112** (2004) 1381-1383.
3. M. Fukuahara:  
“History of Carbonation Techniques and Applications in the Development of Large Steel Making Slag Blocks”  
J. Inorg. Mater. **11** (2004) 79-183.
4. S. Goto, K. Ioku, H. Fujimori, M. Fukuahara, K. Watanabe and T. Takahashi:  
“Solidification of Carbon Dioxide with Calcium Silicates”  
11 th. Intern'l Congress on the Chemistry of Cement (2003) 1960-68.
5. T. Takahashi, M. Fukuahara:  
“Production of Steelmaking Slag Blocks by Carbon Dioxide and Their Durability in the Sea”  
Key Engineering Materials **206** (2002) 879-882
6. Ikeda, S., Tabata, R. and Kasuu, E.:  
“Overexpression of human NTH1 DNA glycosylase and its catalysis-defective mutant in HeLa cells: Effect on sensitivity to oxidative and alkylation DNA damage”  
Bull. Okayama Univ. Sci. **39A** (2003) 57-62.
7. Ikeda, S., Ayabe, H., Seki, Y., and Seki, S.:  
“Gene structure and transcription regulation of mammalian O-sialoglycoprotein endopeptidase gene”  
Recent Res. Devel. Biophys. Biochem. **3** (2003) 791-799.
8. M. Takezaki, T. Tominaga:  
“Fluorescence quenching reaction of porphyrins in micelles: ionic porphyrins quenched by nitrobenzene in ionic micelles”

- J. Photochem. Photobiol. A: Chem., in press.
9. Y. Nogami, M. Iwata, T. Tominaga:  
“Tracer and mutual diffusion of nonionic and ionic mixed micellar systems: octa- and hexa-ethylene glycol monododecyl ether and long-chain ionic surfactants”  
*J. Mol. Liq.*, **119** (2005) 83-87.
10. D. Ibano, Y. Yokota, T. Tominaga:  
“Preparation of gold nanoplates protected by an anionic phospholipid”  
*Chem. Lett.* **32** (2003) 574-575.
11. Y.Hiraoka, H.Iwasawa, T.Inoue, M.Nagae, J.Takada:  
“Application of fractography to the study of carbon diffusion in molybdenum”  
*Journal of Alloys and Compounds* **377** (2004) 127-132.
12. Y.Hiraoka, T.Ogusu, N.Yoshizawa:  
“Decrease of yield strength in molybdenum by adding small amounts of group VIII elements”  
*Journal of Alloys and Compounds* **381** (2004) 192-196.
13. Oda, H., and M. Torii:  
“Sea level change and remagnetization of continental shelf sediments off New Jersey (ODP Leg 174A): magnetite and greigite diagenesis”  
*Geophys. J. Int.*, **156** (2004) 443-458.
14. Shau, Y.-H., M. Torii, C.-S. Horng, and W.-T. Liang:  
“Magnetic properties of mid-ocean basalts from the Ocean Drilling Program”  
Leg 187, In R.B. Pedersen, D.M. Christie, and D.J. Miller, eds., Proc. ODP, Sci. Results, **187**, College Station, TX (Ocean Drilling Program)(2004) 1-25
15. Kim, S.W., Oh, C.W., Hyodo, H., Itaya, T. and Liou, J.G.:  
“Metamorphic evolution of the SW Okcheon metamorphic belt in South Korea and its regional tectonic implications”  
*International Geology Review*, **47**(2005) 344-370.
16. Kim, S.W., Oh, C.W., Choi, S.G., Ryu, I.C. and Itaya, T.:  
“Ridge subduction-related Jurassic plutonism in and around the Okcheon metamorphic belt, South Kore and implications for northeast Asian tectonics”  
*International Geology Review*, **47**(2005) 248-269.
17. Nishimura, Y., Black, P.M. and Itaya, T.:  
“Metamorphism and metamorphic K-Ar ages of the Mesozoic accretionary complex in Northland, New Zealand”  
*Island Arc*, **13** (3), (2004)416-431.
18. Panaiotu, CG., Pecsakay, Z., Hamback, U., Seghedi, I., Paniotu, CE., Itaya, T., Orleanu, M. and Szakacs,A.  
“Short-lived Quaternary volcanism in the Persani mountains (Romania) revealed by combined K-Ar and Paleomagnetic data”  
*Geologica Carpathica*, **55**, 4,(2004) 333-339.
19. Kawakami, G., Arita, K., Okada, T. and Itaya, T.  
“Early exhumation of the collisional orogen and concurrent infill of foredeep basins in the Miocene Eurasian - Okhotsk plate boundary, central Hokkaido, Japan: Inferences from K-Ar dating of granitoid clasts”  
*Island Arc*, **13** (2004) 359-369.
20. Oh, C.W., Kim, S.W., Ryu, I-C., Okada, T., Hyodo, H. and Itaya, T.:  
“Tectono-metamorphic evolution of the Okcheon Metamorphic Belt, South Korea: Tectonic implications in East Asia”  
*Island Arc*, **13** (2004) 387-402.
21. Takeshita, H., Gouzu C. and Itaya, T.:  
“Chemical features of white micas from the Piemonte calcschists, western Alps and implications for K-Ar ages of metamorphism”

- Gondwana Research, **7**(2) (2004) 457-466.
22. Imaoka, T. and Itaya, T.:  
“K-Ar geochronology of a Middle Miocene submarine volcano-plutonic complex in SW Japan.” Geological Magazine, **141**(2004) 1-13.
23. Itaya, T., Okada, T., Hyodo, H., Endo, Y. and Tomiyama, H.:  
“New type of gas mass spectrometer for K-Ar dating of Quaternary volcanic rocks”  
Geochim. Cosmochim. Acta, **67**, 18(S1), (2003) A177
24. Gouzu, C., Takeshita, H. and Itaya, T.:  
“Interlayer cation defect of phengites in HP calcschists from western Alps, Italy”  
Geochim. Cosmochim. Acta, **67**, 18(S1).(2003) A124.
25. Ahmad, T., Tanaka, T., Sachan, H., Gouzu, C., Hyodo, H. and Itaya, T.:  
“Geochemical and isotopic constrains on the protolith of ultra high pressure eclogitic rocks from the Tso Morari crystallines, Ladakh Himalaya, India”  
Geochim. Cosmochim. Acta, **67**, 18(S1).(2003) A8
26. Sawada, Y., Pickford, M., Senut, B., Itaya, T., Hyodo, M., Miura, T., Kashine, C., Chujo, T. and Fujii, H.:  
“The age of Orrorin tugenensis, an early hominid from the Tugen Hills, Kenya”  
C. R. Palevol, **1** (2002) 293-303.
27. K Miyashita, A. and Itaya, T.:  
“K-Ar age and chemistry of phengite from the Sanbagawa schists in the anto Mountains, central Japan, and their implication for exhumation tectonics”  
Gondwana Research, **5**(4), (2002) 837-848.
28. Nam, T.N., Hyodo, H., Itaya, T. and Matsuda, T.:  
“40Ar/39Ar single grain dating and mineral chemistry of hornblendes south of the Red River shear zone (Vietnam)  
New evidence for Early Proterozoic tectonothermal event”  
Gondwana Research, **5**(4), (2002) 801-812.
29. Kim, S.W., Itaya, T., Hyodo, H. and Matsuda, T.:  
“Metamorphic K-feldspar in low-grade meta-sediments from the Ogcheon metamorphic belt in South Korea”  
Gondwana Research, **5**(4) (2002) 849-856.
30. T. Ohtani, H. Sawada, and M. Chikamori:  
“Phase transitions in quasi-one-dimensional chalcogenides of  $\text{BaNb}_x\text{S}_3$  and  $\text{BaTa}_x\text{Se}_3$ ”  
Mater. Res. Bull. **39** (4-5), (2004) 561-569.
31. A. V. Powell, A. McDowall, P. Vaqueiro, R. I. Smith, T. Ohtani, and Y. Okuya:  
“The influence of intralayer structural distortions on the electrical and magnetic properties of  $\text{V}_{1+x}\text{Mo}_{2-x}\text{S}_4$   
( $0 \leq x \leq 2$ )”  
J. Mater. Chem., **14** (2004) 3051-3057.
32. T. Ohtani, M. Taniguchi, S. Sasaki, H. Kishi, and T. Nakata:  
“Electrical properties of low-dimensional chalcogenides  $\text{TlCu}_{2-x}\text{X}_2$  ( $\text{X} = \text{Se, Te}$ ) and  $(\text{Tl}_{1-x}\text{Ba}_x)\text{Cu}_2\text{Se}_2$ ”  
J. Alloys & Comp., **383** (1-2), (2004) 245-250.
33. K. Morishige and H. Uematsu:  
“The proper structure of cubic ice confined in mesopores”  
J.Chem.Phys., **122** (2005) 044711(1-4).
34. K. Morishige, H. Uematsu, and N. Tateishi,  
“Comparative study of liquid-solid phase transitions of nitrogen in controlled pore glass and SBA-15: accurate pore size of conventional mesoporous materials”  
J.Phys.Chem.,**B108** (2004) 7241-7246.
35. K. Morishige and Y. Nakamura:  
“Nature of adsorption and desorption branches in cylindrical pores”  
Langmuir, **20**, (2004) 4503-4506.
36. K. Morishige and N. Tateishi:

- “Adsorption hysteresis in ink-bottle pore”  
*J.Chem.Phys.* **119** (2003) 2301-2306.
37. K.Morishige, N.Tateishi, and S.Fukuma:  
 “Capillary condensation of nitrogen in MCM-48 and SBA-16”  
*J.Phys.Chem.B* **107** (2003) 5177-5181.
38. K.Morishige and H.Iwasaki:  
 “X-ray study of freezing and melting of water confined within SBA-15”  
*Langmuir*, **19**,2808-2811(2003) 2808-2811.
39. Orita, Akihiro; Miyamoto, Kazuhiko; Nakashima, Mikio; Ye, Fangguo; Otera, Junzo:  
 “Double elimination protocol for convenient synthesis of dihalodiphenylacetylenes: Versatile building blocks for tailor-made phenylene-ethynylenes”  
*Advanced Synthesis & Catalysis* **346**(7) (2004)767-776.
40. Orita, Akihiro; Nakano, Takehiro; An, De Lie; Tanikawa, Kazumi; Wakamatsu, Kan; Otera, Junzo:  
 “Metal-Assisted Assembly of Pyridine-Containing Arylene Ethynylene Strands to Enantiopure Double Helicates”  
*Journal of the American Chemical Society* **126**(33) (2004) 10389-10396.
41. Orita, Akihiro; Okano, Junji; Tawa, Yoshiki; Jiang, Lasheng; Otera, Junzo:  
 “Rate acceleration of the reaction between solid reactants by premixing in solution: Application to the efficient synthesis of a [2]rotaxane”  
*Angewandte Chemie, International Edition* **43**(28) (2004) 3724-3728.
42. Ye, Fangguo; Orita, Akihiro; Yaruva, Jayamma; Hamada, Tatsuya; Otera, Junzo:  
 “High birefringent bisdiynes and hexatriynes based on double elimination of  $\square$ -substituted sulfones”  
*Chemistry Letters* **33**(5) (2004)528-529.
43. Jiang, Lasheng; Okano, Junji; Orita, Akihiro; Otera, Junzo:  
 “Intermittent molecular shuttle as a binary switch.”  
*Angewandte Chemie, International Edition* **43**(16) (2004)2121-2124.
44. Nagano, Yoshifumi; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
 “Unusual carbonyl differentiation in the Lewis acid-catalyzed allylation of aldehydes with tetraallyltin.  
 Applications to parallel recognition and shotgun process”  
*Bulletin of the Chemical Society of Japan* **76**(11) (2003) 2183-2189.
45. Imakura, Yasuo; Nishiguchi, Satoru; Orita, Akihiro; Otera, Junzo:  
 “Assessment of fluoroalkyltin compounds as fluoro lewis acid catalysts”  
*Applied Organometallic Chemistry* **17**(10) (2003)795-799.
46. Ye, Fangguo; Orita, Akihiro; Doumoto, Atsushi; Otera, Junzo:  
 “Double elimination protocol for access to unsymmetrically substituted aromatic polyynes starting from sulfones and aldehydes”  
*Tetrahedron* **59**(30) (2003) 5635-5643.
47. Nagano, Yoshifumi; Orita, Akihiro; Otera, Junzo:  
 “Diversification of shotgun process”  
*Tetrahedron* **59**(29) (2003) 5569-5578.
48. NaganoYoshifumi, Orita Akihiro, Otera, Junzo:  
 “High atom efficiency in Sc(OTf)<sub>3</sub>-catalyzed allylation of aldehydes with tetraallyltin”  
*Advanced Synthesis & Catalysis* **345**(5) (2003) 643-646.
49. Ohkubo, Kei; Menon, Saija C.; Orita, Akihiro; Otera, Junzo; Fukuzumi, Shunichi.  
 “Quantitative Evaluation of Lewis Acidity of Metal Ions with Different Ligands and Counterions in Relation to the Promoting Effects of Lewis Acids on Electron Transfer Reduction of Oxygen”  
*Journal of Organic Chemistry* **68**(12) (2003)4720-4726.
50. Loehr, Sandra; Yonemura, Makiko; Orita, Akihiro; Imai, Nobuyuki; Akashi, Haruo; Otera, Junzo.  
 “(R)-2,2'-Bis{[5-(2-phenylethylnyl)thienyl]ethynyl}-1,1'-binaphthyl”  
*Acta Crystallographica, Section E: Structure Reports Online* **E59**(5) (2003) o594-o595.

51. Nagano, Yoshifumi; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
 “Shotgun process through differentiation of aliphatic and aromatic aldehyde functions: The first synthesis of ferulic acid hexan-3-onyl ether”  
*Synlett* (**5**) (2003)684-688.
52. Orita, Akihiro; Ye, Fangguo; Doumoto, Atsushi; Otera, Junzo.  
 “Double elimination protocol for access to unsymmetrical bis(phenylethylnyl)benzenes”  
*Chemistry Letters* **32**(1) (2003)104-105.
53. Orita, Akihiro; Jiang, Lasheng; Ye, Fangguo; Imai, Nobuyuki; Akashi, Haruo; Otera, Junzo.  
 “Hexacarbonyldicobalt(0) complex of 5,6,11,12-tetrahydrodibenzo[a,e]cyclooctene, [(h<sub>2</sub>-C<sub>16</sub>H<sub>8</sub>)Co<sub>2</sub>(CO)<sub>6</sub>]”  
*Acta Crystallographica, Section E: Structure Reports Online* **E58**(12)(2002) m748-m749.
54. Xiang, Jiannan; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
 “Fluorous biphasic esterification directed towards ultimate atom efficiency”  
*Angewandte Chemie, International Edition* **41**(21) (2002) 4117-4119.
55. Orita, Akihiro; Jiang, Lasheng; Ye, Fangguo; Imai, Nobuyuki; Akashi, Haruo; Otera, Junzo.  
 “A hexacarbonyldicobalt(0) complex of a ‘magazine-rack’ molecule,  
 [(h<sub>2</sub>-C<sub>32</sub>H<sub>20</sub>)Co<sub>2</sub>(CO)<sub>6</sub>] ◇ CH<sub>22</sub>Cl<sub>2</sub> “  
*Acta Crystallographica, Section E: Structure Reports Online* **E58**(11)(2002) m681-m683.
56. Nagano, Yoshifumi; Orita, Akihiro; Otera, Junzo.  
 “Combined Lewis acid catalysts in shotgun process: a convenient synthesis of the female sex pheromone of the red-bollworm moth”  
*Tetrahedron* **58**(41) (2002)8211-8217.
57. Orita, Akihiro; Nagano, Yoshifumi; Nakazawa, Koichi; Otera, Junzo.  
 “Parallel recognition by kinetic control with imino aldehyde substrates that are prone to redistribution”  
*Advanced Synthesis & Catalysis* **344**(5) (2002)548-555.
58. Orita, Akihiro; Jiang, Lasheng; Nakano, Takehiko; Ma, Nianchun; Otera, Junzo.  
 “Solventless reaction dramatically accelerates supramolecular self-assembly”  
*Chemical Communications* (**13**)(2002) 1362-1363.
59. Orita, Akihiro; An, De Lie; Nakano, Takehiko; Yaruva, Jayamma; Ma, Nianchun; Otera, Junzo.  
 “Sulfoximine version of double elimination protocol for synthesis of chiral acetylenic cyclophanes”  
*Chemistry--A European Journal* **8**(9) (2002)2005-2010.
60. Orita, Akihiro; Hasegawa, Daiki; Nakano, Takehiko; Otera, Junzo.  
 “Double elimination protocol for synthesis of 5,6,11,12-tetrahydrodibenzo[a,e]cyclooctene”  
*Chemistry—A European Journal* **8** (9) (2002) 2000-2004.
61. S. Toyota, M. Asakura, and T. Sakaue:  
 “Intramolecular C=O · · · B Interactions in *o*-Boron Substituted Benzaldehyde, Acetophenone, and J-Benzophenone”  
*Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **75** (2002) 2667-2671.
62. S. Toyota and T. Makino:  
 “Rotational isomerism involving an acetylenic carbon. V. Restricted rotation about acetylenic axis in sterically crowded bis(1-phenyl-9-anthryl)ethynes”  
*Tetrahedron Lett.*, **44** (2003) 7775-7778 .
63. S. Toyota, T. Hakamata, N. Nitta, and F. Ito:  
 “Enantiomeric Resolution of Intramolecular Amine–Borane Complex with a Chiral Boron Center”  
*Chem. Lett.*, **33** (2004) 206-207.
64. M. Tei, Y. Mizuno, Y. Manmoto, R. Sawae and K. Takarabe:  
 “Study of Decoherence in a NMR Quantum Computer using Tetrafluoropyridine”

- Int. J. Quantum Chem. **95** (2003) 554-557
65. R. Sawae, T. Sakata, M. Tei, K. Takarabe and Y. Manmoto:  
“Gray Code and the Initialization Problem of NMR Quantum Computers”  
Int. J. Quantum Chem. **95** (2003) 558-560
66. M. Kawamura, R. Sawae, T. Kumaya, K. Takarabe, Y. Manmoto and T. Sakata:  
Fast Preparation Method of Effective Pure States for NMR-Quantum Computer with Controlled-Not Gates”  
Int. J. Quantum Chem. **100**(2004) 1033-1037.
67. K. Murai, J. Hori, Y. Fujii, J. Shaver, G. Kozlowski:  
“Magnetic flux pinning and flux jumps in polycrystalline MgB<sub>2</sub>”  
Cryogenics (2005) in press.
68. Masanori Katagiri, Minoru Maeda, Yoshiko Fujii  
“Visualization of <sup>3</sup>He Nucleate Boiling”  
Physica B **329-333** (2003) 120 – 121.
69. Kouta Maeda, Takahiro Suzuki, Michinori Kim, Yoshiko Fujii  
“Magnetic Torque in the Vortex State of Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub> Single Crystal below 30 K”  
Physica C **388-389** (2003) 769 – 770.
70. Masahiro Sugino, Toshiyuki Ueoka, Yoshiko Fujii, Tsukio Ohtani, Minoru Yamaguchi:  
“Superconducting transition in quasi-one-dimensional sulfide A<sub>x</sub>V<sub>6</sub>S<sub>8</sub> (A=In,Tl) under magnetic field”  
Physica C **388-389** (2003) 575 – 576.
71. Masaki Nakamura, Yoshiko Fujii, Masanori Yamamoto, Makoto Kinoshita, Minoru Yamaguchi:  
“Measurement of the Solubility of <sup>4</sup>He in Liquid <sup>3</sup>He in the Fermi-Liquid Region”  
Journal of Low Temperature Physics **129** (2002) 1 – 6.
72. Y. Fujii, T. Koyakumaru, T. Ohtani, Yhuji Miyoshi, S. Sunagawa, M. Sugino:  
“Characteristic inter-grain superconducting transition in quasi-one-dimensional sulfide  
AV<sub>6</sub>S<sub>8</sub> (A=In,Tl)”  
Solid State Communications **121** (2002) 165 – 169
73. Masanori Katagiri, Minoru Maeda, Yoshiko Fujii, Minoru Yamaguchi:  
“Visualization of <sup>3</sup>He Nucleate Boiling below 1 K “  
Journal of Low temperature Physics **126** (2002) 719 – 724.
74. 金谷 輝人、榎原 精、田代 勤  
「Al - 0.3% Ag 合金の時効に及ぼす溶質クラスタの影響」  
軽金属、53 (2003)、74 - 75.
75. 中川 恵友、金谷 輝人、伊藤 吾朗、細川 智生、谷本 雅  
「Al - 4 % Ge 合金の時効組織と疲労強度」  
軽金属、53 (2003)、104 - 109.
76. 中川 恵友、金谷 輝人、橋本 初次郎  
「Al - 1.2%Si 合金の析出初期段階の微細組織変化」  
日本金属学会誌、67 (2003)、521 - 527.
77. A. Sakakibara, A. Saijo, T. Kanadani, K. Nakagawa and M. Hino:  
“ Fatigue Strength of Aged and Reversion-Treated Al-Zn Alloys”  
Proceedings of The 9<sup>th</sup> International Conference on Aluminium Alloys (2004) 640 – 646.
78. T. Kanadani, A. Saijo, W. Shindoh, K. Nakagawa, A. Sakakibara, G. Itoh, M. Hino and S. Sakai:  
“ Age Hardening and Fatigue Strength of Al – Mg – Si Alloys”  
Proceedings of The International Conference on New Frontiers of Process Science and Engineering in Advanced Materials – The 14<sup>th</sup> Iketani Conference (2004) 104 – 109.
79. E. Sukedai, D. Yoshimitsu, H. Matsumoto, H. Hashimoto, M. Kiritani :  
“ β to ω phase transformation due to aging in a Ti-Mo alloy deformed in impact compression”  
Materials Science and Engineering A**350** (2003) 133 – 138.

80. Z. Q. Liu, H. Hashimoto, E. Sukedai, M. Song, K. Mitsuishi, K. Furuya :  
“In-situ observation of the formation of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> in Fe4N (001) due to electron irradiation”  
Physical Review Letters **90** (2003) 255504-1 – 255504-4.
81. 松本 創、助台榮一、橋本初次郎：  
「焼入れ  $\omega$  相を Ti-15mass%Mo 合金の時効  $\omega$  相生成初期過程およびその成長機構に関する分析電子顕微鏡学的研究」  
日本金属学会誌 **67**(2003) 635-642.
82. E Sukedai, H. Yagi, D. Yoshimitsu, H. Matsumoto, T. Ando, W. F. Xu, H. Hashimoto :  
“Electron microscopy study on a new phase in  $\alpha$ -titanium alloys aged at a high temperature”  
Ultramicroscopy **98** (2004) 209-218.
83. E Sukedai, T. Yukihiko, D. Muyaji, H. Matsumoto, H. Nishizawa, H. Hashimoto:  
“Aging behaviour of Ti-Mo alloys heavily compressed in ultra-high strain rate mode”  
Materials Science and Engineering **A387-389** (2004) 249-253.
84. 助台榮一、橋本初次郎、吉光大将：  
「 $\beta$  型チタン合金の二段時効による新しい析出相の出現」  
日本金属学会会報；までりあ、**43** (2004) 1021.

## ESR 電子スピン共鳴測定装置

パルス電子スピン共鳴測定装置（日本電子） PX-2300  
 Xバンド (9GHz), Qバンド (26GHz) における連続波電子スピン共鳴測定  
 パルス電子スピン共鳴測定  
 測定温度 4 – 473 K (Xバンド及びパルス ESR 測定)  
 室温のみ (Qバンド)

### 【機器概要】

磁場中に置かれた不対電子が、ゼーマンエネルギー分裂に相当するエネルギーのマイクロ波を吸収する（電子スピン共鳴）ことを利用して、物質中の不対電子を測定する装置である。不対電子のまわりに存在する、磁気モーメントをもつ原子核による超微細構造などを手がかりにして、ラジカルの種類を特定し、その量を測定できる。また、同様に結晶中の常磁性格子欠陥の構造を決めたり、それらが放射線によって生成することを利用して、試料の過去の被曝線量を計測して事故被曝線量を求めたり、自然放射線による被曝線量から地質学的、人類学的試料の年代を求めたりできる。



粉末試料の場合、標準の石英試料管に入れて測定するが、ゴニオメータ（一軸）による単結晶の測定、特殊セルを用いることによって水溶液の測定も可能である。

### 【研究実績】

1. T. Hirata, A. Takarada, A. Matsushima, Y. Kondo, and H. Hamada  
*Asymmetric hydrogenation of N-substituted maleinides by cultured plant cells, Tetrahedron: Asymmetry*, **2004**, 15, 15-16.
2. S. Otani, Y. Kondo, T. Asada, T. Furuya, H. Hamada, N. Nakajima, K. Ishihara, and H. Hamada  
*Biotransformation of (+)-catechin by plant cultured cells of Eucalyptus perriniana Plant Biotechnology*, **2004**, 21, 407-409.
3. J. Odo, K. Matsumoto, E. Shinmoto, Y. Hatae, and A. Shiozaki  
*Spectrofluorometric determination of hydrogen peroxide based on oxidative reactions of p-hydroxyphenyl derivatives with metal complexes of thiocalix[4]arenemetetrasulfonate on a modified anion-exchanger Analytical Sciences*, **2004**, 20(4), 707-710.
4. J. Odo, H. Yamaguchi, H. Ohsaki, and N. Ohmura  
*Catalytic activity for decomposition of hydrogen peroxide by metal complexes of water-soluble thiocalix[4]arenemetetrasulfonate on the modified anion-exchangers Chemical & Pharmaceutical Bulletin*, **2004**, 52(2), 266-269.
5. 島田愛子, 豊田新  
*石英の不純物中心の ESR 測定に適切な温度及びマイクロ波の条件, Advances in ESR Applications*, **2004**, 21, 13-16.
6. 豊田新  
*ウラン鉱床の生成過程及び古環境変動についての研究への応用 一石英中の酸素空孔に関連した ESR 信号を用いてー放射線と産業*, **2004**, 101, 18-24.
7. S. Toyoda, Y. Ueda, H. Imata, A. Romanyukha, M. Hoshi, N. Lyubashevskiy, and C. Miyazawa  
*ESR dosimetry and <sup>90</sup>Sr concentration of cow teeth from Southern Urals Proceedings for the 11<sup>th</sup> International Congress of the International Radiation Protection Association, 3f18*, **2004**.

8. 横山正・島田愛子・梅村崇志・豊田新  
神津島流紋岩質単成火山群の E S R 年代  
*火山*, **2004**, 49, 23-32.
9. T. Hatta, G. Mukerjee-Dhar, J. Damborsky, H. Kiyohara, and K. Kimbara  
Characterization of a Novel Thermostable Mn(II)-dependent 2,3-Dihydroxybiphenyl  
1,2-Dioxygenase from a Polychlorinated Biphenyl- and Naphthalene-degrading *Bacillusspp.* *JF8* The Journal of Biological Chemistry, **2003**, 278 (24), 21483–21492.
10. P. Voinchet, C. Falguères, M. Laurent, S. Toyoda, J. J. Bahain and J. M. Dolo J.M.  
Artificial optical bleaching of the aluminium center in quartz. Implications to ESR dating of sediments.  
Quaternary Geochronology (Quaternary Science Reviews), **2003**, 22, 1335-1338.
11. S. Toyoda and C. Falguères  
The method to represent the ESR signal intensity of the aluminum hole center in quartz for the purpose of dating,  
Advances in ESR Applications, **2003**, 20, 7-10.
12. 前田達也・豊田新  
Skinflint dating の原理を用いた捏造遺跡における石器判別法の試み ,  
Advances in ESR Applications, **2003**, 20, 11-13.
13. 豊田新、日高清彦、西戸裕嗣、高松信樹、井上源喜  
堆積物の電子スピン共鳴信号によるバイカル湖における環境変動研究の可能性  
月刊地球号外, **2003**, 42, 143-148.
14. S. Toyoda, H. Tanizawa, A. A. Romanyukha, C. Miyazawa, M. Hoshi, Y. Ueda, and Y. Nitta  
Gamma ray dose response of ESR signals in tooth enamel of cows and mice  
Radiation Measurements, **2003**, 37, 341-346.
15. S. Toyoda, H. Tanizawa, E. Tielewuhan, M. Hoshi, C. Miyazawa, and A. A. Romanyukha  
Electron spin resonance (ESR) dosimetry of human tooth enamel of low dose region using a numerical method with matrices  
Proceedings of the 36<sup>th</sup> Midyear Topical Meeting of the Health Physics Society, **2003**, 282-287.
16. K. Komuro, Y. Horikawa, and S. Toyoda  
Development of radiation-damage halos in low-quartz: cathodoluminescence measurement after He<sup>+</sup> ion implantation  
Mineralogy and Petrology, **2002**, 76, 261-266.
17. S. Toyoda and T. Naruse  
Eolian dust from the Asian deserts to the Japanese Islands since the Last Glacial Maximum; the basis for the ESR method  
地形 (Transactions, Japanese Geomorphological Union), **2002**, 23, 811-820.

## LC-mate 液体クロマトグラフ質量分析計

### 【機器概要】

日本電子製：JMS-LCmate

最高分解能：5,000（半値幅レセルピン m/z609 APCI）

感度 APCI：レセルピン 50pg S/N 10 以上

(m/z609 SIM R = 750 MeOH 100%)

質量範囲： $\sim$  1,500amu (加速電圧 2.5kV 時)

バイオテクノロジーに代表されるペプチド、たんぱく質の分析や薬物・代謝物分析、農薬などの強極性化合物から非強極性化合物まで幅広い分析



### 【質量分析法】

LC / MS は、ESI, APCI の方法でイオン化した化合物を質量／電荷数 (n/z) に応じて分離したのち検出記録し、化合物の分子量および構造に関する情報を得る分析法である。

MS の前に LC をつけることで MIX のサンプルをカラムで分離しそれぞれの組成の分子量を分析することができます。

また、UV 検出器で検出された信号は MS データ・システムに送られ、UV クロマトグラムとマスクロマトグラムを同時に表示して、データ処理を行なうことができます。

LC / MS の概略を下図に示す。

### 【研究実績】

1. S. Otani, Y. Kondo, Y. Asada, T. Furuya, H. Hamada, N. Nakajima, K. Ishihara, and H. Hamada, Biotransformation of (+)-catachin by plant cultured cells of *Eucalyptus perriniana*. *Plant Biotechnology*, **21**(5), pp. 407-409 (2004)
2. H. Hamada, K. Ishihara, N. Nakajima, H. Hamada, H. J. Williams, and A. I. Scott, Enzymatic Oxidation of 1,4- and 1,8-Cineole using Plant Cultured Cells of *Catharanthus roseus*. *Letters in Organic Chemistry*, **1**, pp. 171-172 (2004).
3. H. Hamada, Y. Kondo, K. Ishihara, N. Nakajima, H. Hamada, R. Kurihara and T. Hirata, Stereoselective Biotransformation of Limonene and Limonene Oxide by Cyanobacterium, *Synechococcus* sp. PCC 7942. *Journal of Bioscience and Bioengineering*, **96**(6), pp. 581-584 (2003).

## MPMS 高感度磁化率測定装置

米国 Quantum Design 社製 MPMS XL5

印加磁場範囲 -50 kOe から +50 kOe

温度可変範囲 1.9 K ~ 400 K (300 K ~ 800 K 高温炉使用時)

相対感度:  $2 \times 10^7$  emu (@50 kOe); 最大測定値:  $\pm 5$  emu

RSO 測定, 連続温度スイープ測定

ヘリウムガス再凝縮装置 (EverCool) による自動液化運転



### 【機器概要】

MPMS は、SQUID(量子干渉磁束計)と超伝導マグネットを組み合わせた万能型の磁気特性測定装置である。SQUID を用いることで磁化(磁化率)や磁気ヒステリシス特性、それらの温度変化を極めて高感度に測定できる。印加磁場は超伝導マグネットを用いることで、最大  $\pm 50$  kOe まで可能である。この 50 kOe という大きな磁場中でも、SQUID を安定に動作させて微弱な磁化を測定できるのが本器の最大の特長である。試料の温度は、ヘリウムガスにより 1.9 K から 400 K の範囲で変えることができる。オプションの高温用オープンを組み込めば、300 K から 800 K の範囲でヘリウムガス雰囲気中の加熱測定が可能である。測定速度を向上させる RSO(試料振動型)測定と、温度を連続的に可変させるスイープ測定の組み合わせにより、1K/min 程度の速度で安定に測定可能である。また、蒸発したヘリウムガスは自動的に液化されるため、最長 2 年間液体ヘリウムを補給することなしに連続運転でき、使用効率が大幅に向上している。

### 【研究実績】

1. K. Hayashi, H. Hayashida, and Y. Nakanno, Metastable phase of Delafossite type oxide, *J. Mater. Nano. Mater.*, 20-21, 563-568, 2004..
2. K. Hayashi, S. Fukuoka, S. Iba, N. Maeda, and Mixed layer phase in the RuS<sub>2</sub>-NbS<sub>2</sub> system, *J. Alloys Compnds*, 383, 69-73, 2004.
3. K. Murai, J. Hori, Y. Fujii, J. Shaver, and G. Kozlowski, Magnetic flux pinning and flux jumps in polycrystalline MgB<sub>2</sub>, *Cryogenics*, 2005 (accepted)
4. H. Oda and M. Torii, Sea level change and remagnetization of continental shelf sediments off New Jersey (ODP Leg 174A): magnetite and greigite diagenesis, *Geophys. J. Int.*, 156, 443-458, 2004.
5. T. Sato, K. Terashima, S. Soma, H. Matsui, T. Takahashi, H. Yang, S. Wang, H. Ding, N. Maeda, and K. Hayashi, Three-dimensional Fermi-surface nesting in 1T-VSe<sub>2</sub> studied by angle-resolved photoemission spectroscopy, *J. Phys. Soc. Jpn.*, 73(12), 3331-3334, 2004.
6. T. Sato, H. Komatsu, K. Terashima, T. Takahashi, M. Shimakawa, and K. Hayashi, Electronic structure of layered transition-metal dichalcogenides Nb<sub>1</sub>-X<sub>i</sub>XX<sub>c</sub><sub>2</sub> (X<sub>c</sub>=S, Se, Te) studied by angle-resolved photoemission spectroscopy, *J. Phys. Condens. Matter*, 16, 1-10, 2004.
7. Y.-H. Shau, M. Torii, C.-S. Horng, and W.-T. Liang, Magnetic properties of mid-ocean basalts from the Ocean Drilling Program, Leg 187, In R.B. Pedersen, D.M. Christie, and D.J. Miller, eds., *Proc. ODP, Sci. Results*, vol. 187, 1-25, College Station, TX (Ocean Drilling Program), 2004.