山口大学
機器分析センター報告

Report of Center for Instrumental Analysis
Yamaguchi University

2003年３月 第11号

No.11 March 2003

目　　次

◇まえがき◇
　総合科学実験センターをよろしく　……………………………………………………　佐々木義明　…　1

◇研究報告◇
　Ｘ線回折法による混晶の原子置換率の決定　……………………………………　中島　輝三　…　2

　ペンチルアミン型ペロブスカイトへの金属イオンの交換反応　………………　今川　拓昌　…　8
村上　良子
佐々木義明
田頭　昭二

◇委員会委員◇
　山口大学機器分析センター運営委員会委員　……………………………………………………　13

◇センター利用の手引き◇　………………………………………………………………………　14

◇センター日誌◇　…………………………………………………………………………………　15

◇センタースタッフ◇　……………………………………………………………………………　16

◇山口大学機器分析センターの11年
　── 山口大学機器分析センター自己点検・評価ワーキンググループ報告書 ──

◇まえがき◇

総合科学実験センターをよろしく

機器分析センター長　　佐々木　義　明

1992年（平成４年）４月に発足した機器分析センターは，飯石一明教授（'92.4～'97.3），白木敬一教授（'97.4～'98.3），増山博行教授（'98.4～'02.3）が歴代のセンター長を務め，皆様方のご協力・ご支援とスタッフの努力により順調に実績を積み重ね，昨年３月に満10年という一つの節目を通過しました。

2002年３月末の引継において，前センター長から，センター発足以来10年間の自己点検・評価を実施するよう申し送りを受けていた私は，2002年度を自己点検・評価を踏まえた次なる10年を目指すスタートの年にしようと考えていました。

ところが，年度当初の各種予算申請作業が一段落した５月下旬，学内共同利用施設の統合を平成15年度概算要求事項とする提案が小嶋副学長からありました。この概算要求が文部科学省に認められ，永尾隆志助教授ともども，その準備に追われる１年となりました。

山口大学における機器分析，動物実験，遺伝子実験，ＲＩ実験等を有機的に結びつけ，より効果的な相互連携体制を構築し，学際的，複合的な領域研究に対応できる効率的な総合教育研究支援を行うとともに，支援に繋がる資源開発を行うことを目的（センター規則）として，機器分析センター，遺伝子実験施設，医学部附属動物実験施設，吉田地区放射性同位元素総合実験室，医学部ＲＩ実験室，医学部実験実習機器センターが統合し，山口大学総合科学実験センターとして2003年４月から装いも新たにスタートすることになりました。

総合科学実験センターは，分析実験分野，生命科学分野，資源開発分野の３分野からなり，機器分析センターと医学部実験実習機器センターは分析実験分野に組み込まれ，Ａ理工学及び生命科学における材料素材等の物性分析並びに生体成分，環境物質等の分析及び解析，Ｂ大型分析機器，専門的解析機器等の有機的な利用及び支援（センター規則）に関する業務を行うこととなります。新センターの運営が軌道に乗るには若干の時間が必要でしょうが，これまで以上のご支援を賜りたくお願い申し上げます。また，ユーザーとして大いに利用・活用していただきたいと存じます。

理学部から要求していた理工系教育高度化設備費の“地球環境解析システム”（分析走査型電子顕微鏡＋走査型プローブ顕微鏡）が認められ，2003年３月，センターに設置されました。2001年度を除き，毎年大型機器がセンターに導入されたことになり，その総額は３億３千万円を超えました。そのほとんどすべてが理学部の予算によるものでした。これらの機器は，そのまま新センターに引き継がれ，全学の共同利用機器として運用されることになります。

今年度も研究支援推進員（技術補佐員）の雇用が認められ，昨年度の今川拓昌さんに続き，今年度は中島輝三さんが研究開発部門の研究推進に力を発揮してくれました。それらの成果は，本号に収録されています。

今年度は，７月１日に事務機構の大幅改編があり，それに伴い，機器分析センターの担当部署が理学部から研究協力課に移りました。また，秋から物品請求オーダーエントリーシステムが稼働しました。新センターへの過渡期ということも重なり，森福洋二技官には，事務的な仕事にも種々携わっていただきました。一日も早く，新センターの事務体制が整うことを願っています。

機器分析センターは，今年度限りで終わりを迎えることになりましたが，その機能は新センターへ引き継がれます。同時に，専任の教官・技官も移行します。そこで，当初の予定通り，自己点検・評価を実施することとし，内海俊彦教授（農学部）を委員長とするワーキンググループにその仕事をお願いしました。その報告は本号に掲載してあります。センター設置以後，今日までの活動について高い評価をワーキンググループからいただきました。しかし，なお努力すべき項目のご指摘も受けました。現状に満足することなく更なる発展を目指し，貴重なご意見を新センターへ引き継いでいきたいと考えています。

以上，今年度の主な動きをお伝えし，最後の「機器分析センター報告」をお届けします。

◇研究報告◇

X線回折法による混晶の原子置換率の決定

中島　輝三*

Determination of the Replacing Ratios in Mixed Crystals by X-Ray Diffraction Method

Terumi Nakashima*

Crystal structures of a mixed crystal system, $(K_{1-\chi}Rb_{\chi})_2SeO_4$, were analyzed for diffracted X-ray intensities observed by a 4-circle diffractmeter. Atomic coordinates and thermal parameters were refined with fixed replacing ratios x1 and x2 for site 1 and 2 of the alkali metal ions. At the minimum position of the contour map of the residual factor R for the least squared calculations on the $\chi_1-\chi_2$ parameter plane, the replacing ratios were determined independently. The total replacing ratio for both site 1 and 2 was in agreement with that obtained by usual spectroscopic methods. Only diffraction method can give the individual replacing ratio for each site.

１．はじめに

物質の組成を決める方法には，分光分析法，プラズマ分光法，EPMA，蛍光X線分析などが一般的であり，これらの機器は本センターにも設置されており，元素分析に使用される。まず，通常の分光分析では，ペレット状に固めたサンプルや溶媒に溶かしたサンプルに可視，赤外，あるいは紫外の光を当て，原子に特有の吸収や発光の光の波長を分光することで，原子の種類や標準サンプルとの比較で存在比率を求める。プラズマ分光ではサンプルガスを高温加熱し，電子を剥離したプラズマ状態として分光することで，内殻電子状態を調べることが出来るので，化学的に類似の原子の同定が可能となる。誘導結合プラズマ質量分析では同位体を含めて，極微量分析が可能であるが，この装置は本学には未設置である。EPMAや蛍光分析では，物質に電子線やX線を照射し，サンプルから出る特性X線のエネルギーより原子の種類を，強度より構成比を知ることができる（なお，単に元素分析装置といえば，有機物の燃焼によりH, C, N, Oの組成比を求めるものであるが，ここでは重原子を含む分析について問題としている）。

分光法では数mgから数gのサンプル全体の組成の平均値が求まる。EPMAでは数ミクロン程度の微小領域の組成が分かる。他方，電子顕微鏡や原子間力顕微鏡ではサンプルの表面に近い部分の組成あるいは構造そのものを知ることが出来るが，混晶の置換原子の様子を知るには不向きである。

これに対して，X線構造解析では1mm以下のサイズの単結晶があれば，X線回折強度を測定し，これを解析することで結晶構造そのものを知ることが出来る。単位胞中で，どの原子がどの割合で置換しているのか，特に，同種原子が異なるサイトを占めているとき，どのサイトの原子が置換しているのかまで知ることが可能である。X線分析法としては粉末法が簡便であるが，後述のように，原子置換率と原子パラメータ（座標と温度因子）に相関がある場合は精密な構造解析が不可欠であり，測定と解析にかなりの時間と労力を要するが単結晶法を採用せざるを得ない。

本センターには単結晶構造解析用に，２台のX線４軸回折計と，１台のイメージングプレート装着のワイセンベルグカメラがあり，精密構造解析に供されている。このレポートではこの４軸回折

* 山口大学機器分析センター　Center for Instrumental Analysis

計を使用して，誘電体結晶においてカリウムとルビジウムの置換率の決定を試み，通常の元素分析法では分からなかったサイト毎の置換率を求めることが出来たので報告する。

２．測定方法

単結晶Ｘ線回折の手順通りに，直径0.3mm程度の球形試料を用意する。組成が確定している場合に比べて，精度の良いデータが必要であり，Ｘ線ビームの中心部にサンプルが完浴するように小さめにかつ表面をきれいに準備しなければいけない。また，出来るだけ広角まで測定する。今回はMo Kα線に対して，2θが65 °程度まで測定した。また結晶は斜方晶系であり，独立な反射は逆格子の１/８球内であるが，一つの指数は正負を測定し，等価な指数を平均化すること（正負の相関は99%以上であった）で統計精度を高めた。多重反射に起因すると思われる10数個程度の消滅則を満たさない反射は取り除いた。データ処理，最小二乗法は，測定データをパソコンに転送し，AXS89プログラムシステム（Mashiyama, 1991）を使用して解析した。

３．構造解析

今回の結晶はK_2SeO_4とRb_2SeO_4の混晶である。室温ではともに*Pnam*（Ｚ＝４）の対称性をもち，図１の構造をとる。アルカリ金属イオンは２つの等価でないサイト（サイト１と２といい，大きさの異なる小球で表現している）を占める。アルカリ金属と隣接するのはSeO_4四面体の頂点に位置する酸素である。サイト１は11個の，サイト２は９個の酸素で取り囲まれている。K_2SeO_4では前者の平均距離は3.14 Åで，後者は2.93 Åであるので，Ｋよりイオン半径の大きいRbでＫを置換すると，Rbはサイト１に入りやすいと考えられていた（重松ら：2002)。

単位胞内のｊ原子の原子形状因子をf_j，占有確率をa_j，相対座標をr_j，温度因子をW_jとすると，ミラー指数hklの回折強度は，構造因子

$$F(hkl)=\sum_j a_j f_j e^{-W_j} e^{2\pi i(hx_j+ky_j+lz_j)} \qquad \text{A}$$

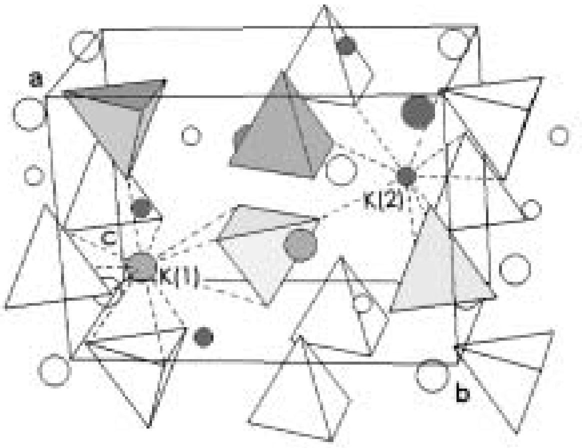


図１．K_2SeO_4結晶の単位

の絶対値の二乗に比例する。ここで，和jは単位胞内の全ての原子について行う。もし，ある原子（原子形状因子f_j）が割合χ（０＜χ＜１）で別の原子（原子形状因子f'_j）と置換されると，各原子jに相当する部分は

$$\begin{aligned}&(1-x_j)a_j f_j e^{2\pi i(hx_j+ky_j+lz_j)} e^{-W_j}\\ &\qquad + x_j a_j f'_j e^{2\pi i(hx'_j+k'_j+lz'_j)} e^{-W'_j}\end{aligned} \qquad \text{B}$$

となる。一般的には座標や温度因子が僅かであれ，変わることが予想され，'をつけて表現されている。しかし，

$$\begin{cases}\delta x_j = x'_j - x_j\\ \delta y_j = y'_j - y_j\\ \delta z_j = z'_j - z_j\\ \delta W_j = W'_j - W_j\end{cases} \qquad \text{C}$$

とおくと，B 式は

$$\begin{aligned}&a_j f_j e^{2\pi i(hx_j+ky_j+lz_j)} e^{-W_j}\\ &\times\left\{1+x_j\left[\frac{f'_j}{f_j}e^{2\pi i(h\delta x_j+k\delta y_j+l\delta z_j)}e^{-\delta W_j}-1\right]\right\}\end{aligned}$$

D

となる。これより，置換比率χ_jを変えることと，座標の変化（$\delta\chi_j$, δy_j, δz_j, δW_j）や温度因子の変化量δW_jを変えることは類似の効果を及ぼし，両者を同時に正確に決めることは容易ではないことが想起される。実際，最小二乗法を実行すると，これらのパラメータ間の相関があり，計算はなか

なか収斂しなかったり，温度因子や原子座標が発散的になることが少なくない。

そこで，置換比率 χ_j と原子パラメータ $\{\delta x_j,\ \delta y_j,\ \delta z_j,\ \delta W_j\}$ を同時に自動的に最適化することは止めて，置換比率を固定して原子パラメータを最小二乗法で最適化し，定常値となるＲ因子を求めた。ここで，Ｒ因子とは，

$$R \equiv \sum_{\boldsymbol{q}} \frac{\left| F_{\rm obs}(\boldsymbol{q}) - |F_{\rm cal}(\boldsymbol{q})| \right|}{|F_{\rm obs}(\boldsymbol{q})|} \qquad \text{E}$$

で定義され，和は，全ての観測指数 $q=(h,k,l)$ に対して取り，F_{obs} は測定した回折強度の平方根に適当なスケール因子を掛けたもので，$|F_{cal}|$ はＡとＢ式で計算した構造因子の絶対値である。もし測定に統計的な誤差がなく，また，正しい原子パラメータが推定できたならば相対残差Ｒは零となるが，実際の測定データではそれは無理である。一般に，相対残差Ｒが数%以内となるように原子パラメータが求まれば，構造解析は成功したと評価される。我々は，サイト１の置換比率 χ_1 とサイト２の置換比率を χ_2 の関数としてのＲ因子を計算し，($\chi_1,\ \chi_2$) 空間で最小のＲを与える ($\chi_1,\ \chi_2$) をサイト１,２の最もらしい置換比率と推定することにした。これは測定した結晶全体の平均の置換比率を与える。

４．混晶仕込み値50%における置換率の推定

上述のように，置換率を推定しようとする場合，原子座標，温度因子，置換率を初期値から出発して最小二乗法を実行しても，パラメータは自動的には求まりがたい。これは温度因子と置換率の畳み込みに由来するものであり，反射データにはこれらを区別できる情報はほとんど失われているためである。機械的な最小二乗法は，残差の視点のみから見て都合の良いように温度因子と置換率を変更するために，うまくいかないものと理解できる。

代わって，適当な値に置換率を固定して解析者の監視の元で最小二乗法を実行する方法が考え出された。解析者によって温度因子，原子座標を監視し，十分に収束させて相対残差Ｒを得ることを，

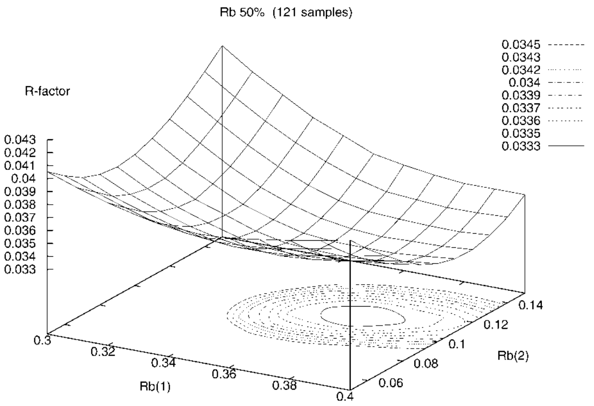


図２．混晶仕込み値50％での推定の様子。
（0.37,0.11）において最小値0.0332を得た。

複数の多重度の組について繰り返せば，最少の相対残差Ｒを与えるサイト１とサイト２の置換率の組を最適値として得ることができる。実際には，100～200の置換率の組を格子状にとり，それに対する相対残差を得て置換率の推定を行った。

一例として，混晶仕込み値50％での結果を示す。ここで，混晶仕込み値50%とは，K_2SeO_4 と Rb_2SeO_4 を１：１のモル比で仕込んだ溶液から析出した単結晶のことであり，元素分析の結果（重松：2002）はRbは46.45%であった。図2に我々のＸ線構造解析の結果を示す。ここで，面の高さは各多重度の組に対する相対残差Ｒを表しており，面の格子点の一つ一つが前述の方法で固定された置換率のサンプル点 ($\chi_1,\ \chi_2$) である。等高線の一部を底面に射影してある。図から見てとれるように，相対残差の等高線は一意な極小を示しており，その値は約3%で十分低く，構造解析の信頼性は十分高いと思われる。具体的な置換率は，サイト1のＫは約37%がRbと置換し，サイト２は約11％が置換していると推定される。これを化学式で書くと $(K_{0.52}Rb_{0.48})_2SeO_4$ となって，全体としての置換率は48%であり，元素分析の値46.45%とほぼ一致する。繰り返すようであるが，Ｘ線構造解析法では結晶全体での置換率に加えてサイト毎の置換率を求めることができる。

５．置換率推定の精密化

この例のような手順で，Rb10%からRb90%までのすべての試料について，置換率の設定値を0.01～0.02の間隔で選んで多数の組み合わせにつ

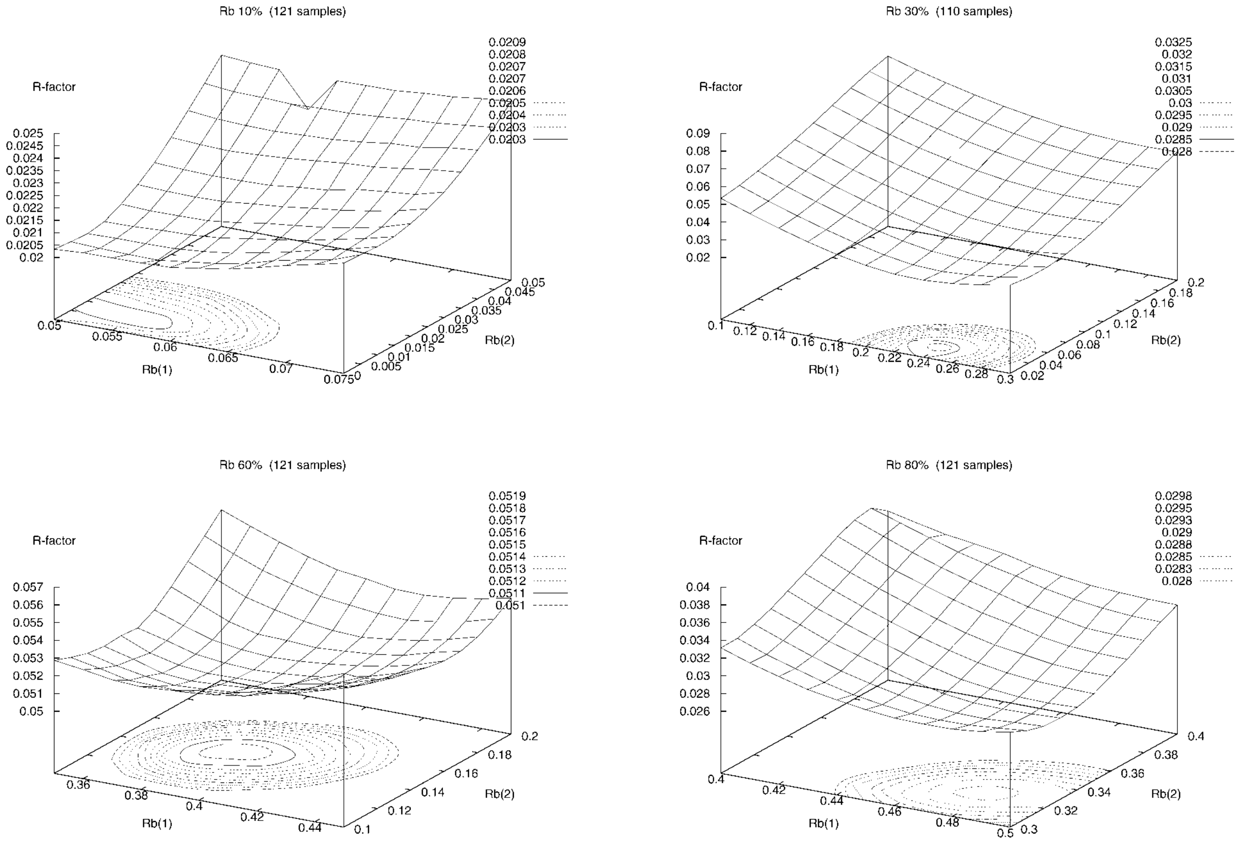


図３．その他のさまざまな仕込み値における結果。

いて構造解析の最小二乗法を実行した。その一部を図３に示す。

ところで，最小二乗法による精緻化では，若干ではあるが初期パラメータに依存する。置換率の多数の組み合わせについて相対残差が十分に収斂するまで計算することは必ずしも容易ではない。また，より細かい置換率を求めようとすると，出発点となるサイト毎の置換率の値を細かく設定しなければならなくなる。そこで，さらに細かく設定する代わりに，十数個の組み合わせの計算結果を元に，相対残差の曲面を楕円放物面で近似することによって極小を求めることにした。一般に，関数の極小値を求めるアルゴリズムは得られる精度が低くなる傾向があるため，さらに最小二乗法を繰り返して最小値を求めても精度の改善はあまり期待できない。代わりに，極小値付近９～25個の点において放物面による近似を行った方が，手軽でかつ充分正確な値が得られると考えられるからである。

このようにして，仕込み値が10%から90%の結晶について，置換率を求めた結果を表１にまとめる。置換率60％以上のサンプルは理学部４年生の澤江君と柳原君の卒論のデータである。表ではサイト１，２のRbの存在比Rb(1)とRb(2)，および残っているＫの存在比率K(1)，K(2)がまとめられているほか，混晶の化学式を（$K_{1-\chi}Rb_{\chi}$)$_2$SeO$_4$と書いたときの結晶全体のRbとＫの比率χが書かれている。この結果を元に，仕込み値に対してサイト毎の置換率を表したグラフが図４である。こ

表１．精密化した置換率の一覧

仕込み値	Rb(1)	Rb(2)	K(1)	K(2)	χ	R因子
0.1	0.05591	0.00657	0.44409	0.49343	0.06248	0.02016
0.2	0.11876	0.01294	0.38124	0.48706	0.1317	0.02478
0.3	0.23866	0.03722	0.26134	0.46278	0.27588	0.02755
0.4	0.28522	0.04052	0.21478	0.45948	0.32574	0.03279
0.5	0.36952	0.10865	0.13048	0.39135	0.47817	0.03314
0.6	0.38837	0.14459	0.11163	0.35541	0.53296	0.05091
0.7	0.44005	0.21975	0.05995	0.28025	0.6598	0.02515
0.8	0.47816	0.32381	0.02184	0.17619	0.80197	0.02787
0.9	0.48759	0.4515	0.01241	0.0485	0.93909	0.04374

れより，イオンサイズの大きいRbはサイト１のKと置換しやすい傾向が読みとれる。

６．まとめ

本研究の発端は，$(K_{1-\chi}Rb_{\chi})_2SeO_4$混晶系の物性を研究している重松氏がRbはサイト１のKとまず置換するであろうという「仮説」を提案し，この混晶の低温での物性の説明を試みたことにある。彼は粉末結晶X線解析で，格子定数がRbの仕込み値に比例して増大すること，分光分析で，平均の置換率がほぼ仕込み値に一致することを見いだした。しかし，本当にサイト１のKが優先的にRbと置換することの証拠はなかった。そこで，我々は重松氏の依頼によりX線構造解析でサイト毎の置換率を決定することを試みた。パラメータの相関のため，コンピュータ任せの自動解析ではうまくいかなかったが，解析者が置換率を固定し，数十の組み合わせについて網羅的に解析することにより（この作業のかなりの部分は自動化できるようになっているが），確かにサイト１のKがまずRbに置換することを確認できた。しかし，Rbが20%を越えるとサイト２にも入っていく。逆にRb_2SeO_4でRbをKにて置換すると，最初はサイト２が置換するが，Kが20%を越えるとサイト２にも入っていく。最も典型的な50%仕込み値のサンプルでは，サイト１での構成比はK：Rb＝0.74：0.26であり，サイト２では0.22：0.78であった。このとき，R因子は3.32%である。もし，50%仕込み値のサンプルで，サイト１が100%Rbでサイト２が100%Kだとすると，R因子は10.7%となって，そのモデルは明らかに排除されるべきである。

いずれにせよ，このKとRbの混晶ではサイト間での偏りはあるものの，原理的にランダムに原子置換が起こっている。そのため，平均構造はPnamに保たれており，ブラッグピークの半値幅が拡がるようなことはなかった。置換率により相対残差Rが系統的に変わることもなかった。

単結晶X線回折法は，時間と労力を要するが，他の方法では得られないサイト毎の置換率を求めるという，精緻な元素分析が行えることが分かり，そのための経験的ノウハウが得られたので，ここに報告する。

最後に，本研究に当たって多大のご指導を賜りました増山博行教授をはじめとする理学部構造相転移研究室の方々に感謝を申し上げます。また，未発表のデータと混晶試料を提供してくださいました島根大学教育学部理科教育研究室の重松宏武助教授に感謝いたします。

（2003/3/1）

参考文献

[1]　H. Mashiyama (1991). Journal of the Physical Society of Japan, Vol.60. No.1,

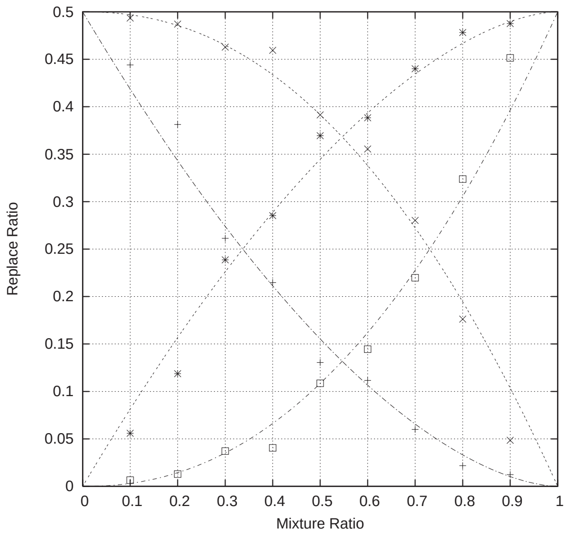


図４．仕込み値に対する各サイト毎の置換率（Rb(1)、□：Rb(2)、＋：K(1)、×：K(2)）。

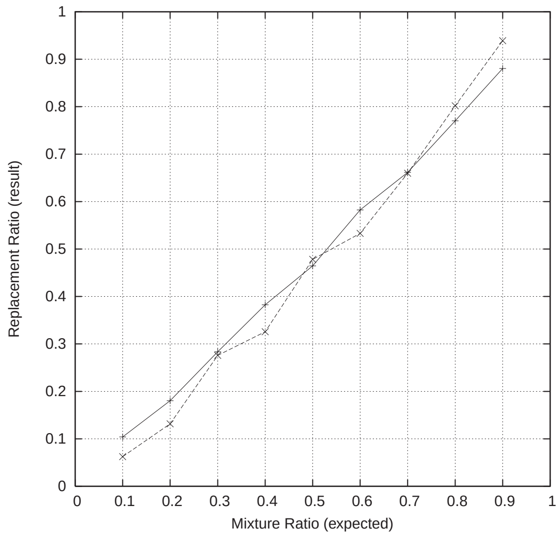


図５．科学分析値との比較。×：X線回折、＋プラズマ分光による科学分析値（重松：2002）

p180-187.および，AXS89の最新版は，

http://www.info.sci.yamaguchi-u.ac.jp/~mashi/struct/axs02/index.html

[2] 重松宏武，秋重幸邦，東條壮男，川路均，阿竹徹，松井恒雄（2002）；日本物理学会講演概要集，第57巻，第2号，第4分冊，p.791（2002年秋季大会，2002年9月，中部大学）．

[3] 澤江晋亮，柳原卓朗（2003）；平成14年度理学部卒業論文．

http://www.info.sci.yamaguchi-u.ac.jp/~mashi/struct/soturon/index.html

◇研究報告◇

ペンチルアミン型ペロブスカイトへの金属イオンの交換反応

今川拓昌*, 村上良子*, 佐々木義明*, 田頭昭二*

Ion-Exchange Reaction of n-Pentylamine-Intercalated Layered Perovskite with Metal Ions in Aqueous Solution

Hiroaki Imagawa*, Yoshiko Murakami*, Yoshiaki Sasaki* and Shoji Tagashira*

An oxide of the layered perovskite type, $HCa_2Nb_3O_{10}$, can trap mono- and divalent metal ions in aqueous solution. n-Pentylamine intercalate into the interlayer of $HCa_2Nb_3O_{10}$ and the resulting oxide had an excellent reactivity with metal ions such as Cs^+, Ca^{2+} or Sr^{2+}. The mechanism for the intercalation of metal ions into hydrophobic interlayer in aqueous medium was studied.

1　はじめに

$KCa_2Nb_3O_{10}$はニオブとカルシウムのペロブスカイト型酸化物からなる層とカリウムの層が交互に積み重なった構造を持っている。カリウム１個当たりの層面積は0.147nm^{2}と非常に狭く，スメクタイトなどの粘土鉱物に比べ高い層電荷密度を持っていることから，イオン交換容量の高い交換体となる可能性がある[1,2]。

これまでにアルカリ金属塩化物，あるいは硝酸塩との溶融条件下でのアルカリ金属イオンへの交換反応[1]や，プロトン置換体$HCa_2Nb_3O_{10}$を用いた水溶液中でのアルカリ金属イオンとの交換反応が報告されている[1,3]。溶融条件下では完全交換が達成されたが，水溶液中では60℃，18時間という条件においても30–70%の交換率で，層間イオンの完全交換は起こらなかった。これは，この化合物のような狭い層間には水和水を伴ったイオンが侵入しにくいこと，さらに層間でのイオンの拡散が困難であることを示している。この困難さを克服するためには積層構造を壊し，層を剥離することが有効であると考えられる。しかし，$[Zr(PO_4)_2]H_2・H_2O$[4]や$HTiNbO_5$[5]などのような単層剥離が容易な化合物とは異なり，この$HCa_2Nb_3O_{10}$の単層剥離操作には多くの労力を要する[6]。

我々は水溶液中の金属イオンを捕集することを目的とし，反応時間や反応温度が穏やかで且つ高い交換容量を持つ交換体の開発を行っている。ここでは$HCa_2Nb_3O_{10}$への直鎖アルキルアミンのインターカレーション現象を利用したアルカリ金属・アルカリ土類金属のイオン交換反応挙動を，アミンの役割に着目して検討した（Fig.1)。

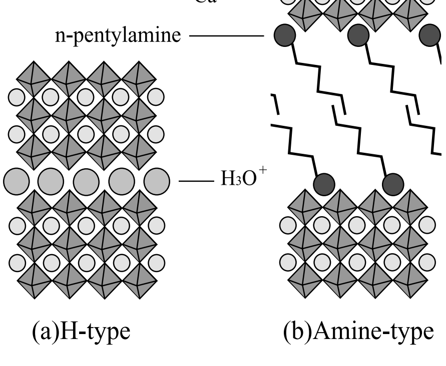


Fig.1 Schematic representation of the structure of H-type and amine-type perovskite.

* 理学部化学・地球科学科　Department of Chemistry and Earth Sciences, Faculty of Science.

2．実験

2.1　材料と試薬

化学量論に対応した量の炭酸カリウム，炭酸カルシウム及び酸化ニオブを混合・粉砕し，750 ℃で12時間加熱後，化学量論量20%に相当する炭酸カリウムを追加し，さらに1200 ℃で48時間加熱し$KCa_2Nb_3O_{10}$を得た。この$KCa_2Nb_3O_{10}$を6mol dm^{-3}塩酸で60 ℃，24時間処理し$HCa_2Nb_3O_{10}$に変換した。生成物はろ過・洗浄後，110 ℃で24時間乾燥した。

金属イオン溶液は硫酸塩から調製したセシウム以外は対応する金属イオンの塩化物から調製した。各種アミンは購入したままで使用した。

2.2　イオン交換反応

$HCa_2Nb_3O_{10}$と金属イオンの交換反応：$HCa_2Nb_3O_{10}$ 0.1gをプラスチック製遠心分離管にとり，金属溶液20cm^3を加え密栓した。60 ℃の恒温槽中で24時間反応させた後，遠心分離した。固体は水で洗浄し6mol dm^{-3}塩酸20cm^3を加え60 ℃で24時間反応させ層間イオンを溶出した。

アミンをインターカレートした$HCa_2Nb_3O_{10}$と金属イオンの交換反応：$HCa_2Nb_3O_{10}$ 0.1gをプラスチック製遠心分離管にとり，窒素気流中でアミンを適当量加え密栓した。引き続き窒素気流中で2時間放置後，金属溶液20cm^3を加え再び密栓し60 ℃の恒温槽中で24時間反応させた。遠心分離後，固体は水で洗浄し，さらに6 mol dm^{-3}塩酸20cm^3を加え60 ℃で24時間反応させ層間イオンを溶出した。

2.3　装置

イオン交換反応後の上澄み液，及び塩酸による溶出液中の金属イオン濃度は島津製AA625型原子吸光光度計あるいはVarian製Liberty Series Ⅱ型ICP-AESを用いて定量した。X線回折（XRD）パターンは理学製LINT2000（Cu Kα線）を用いて測定した。熱重量-示差熱分析にMACサイエンス製TG-DTA2010T-Rを用いた。試料表面の観察には日本電子製JSM-820型走査型電子顕微鏡（SEM）を用いた。

3．結果及び考察

$KCa_2Nb_3O_{10}$及び110 ℃乾燥した$HCa_2Nb_3O_{10}$のXRDパターンは文献値と良く一致した[1-3]。十分な水が存在する条件下では$HCa_2Nb_3O_{10}$は1.5分子の水を含んでいるが，110 ℃乾燥により無水物となることをTG-DTAにより確認した。

3.1　プロトン型$HCa_2Nb_3O_{10}$への金属イオンのイオン交換

プロトン型$HCa_2Nb_3O_{10}$のイオン交換反応はA式のように表される。

$$P\text{-}H^{+} + M^{n+} \rightleftharpoons P\text{-}M^{n+} + n\,M^{+} \quad \cdots\cdots(1)$$

Fig.2にアルカリ金属イオン及びアルカリ土類金属イオンとのイオン交換を示す。縦軸のEは交換率で、使用した$HCa_2Nb_3O_{10}$に対する交換した金属イオンの物質量の割合を示している。リチウム，ナトリウム及びカリウムイオンのイオン交換は完全には起こらず5割程度であった。また，セシウムイオンとの交換率は他のイオンの半分程度であった。これは大きなイオン半径を持つセシウムイオンは狭い層間内部での移動が困難であることを示している。一方，アルカリ土類金属イオンの交換反応は，イオン半径が大きいものほど交換性が高くなり，リン酸塩系[7]や粘土系と一致した傾向を示した。

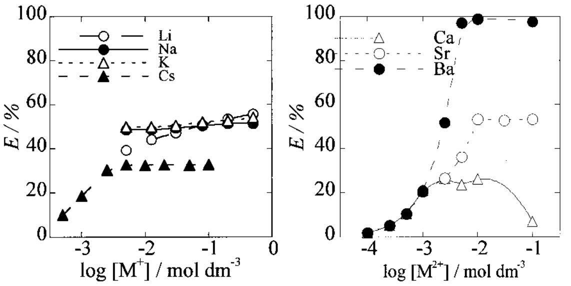


Fig.2 Ion-exchange of $HCa_2Nb_3O_{10}$ by alkali and alkaline earth metal ions.

3.2　$HCa_2Nb_3O_{10}$へのアミンのインターカレーション

$HCa_2Nb_3O_{10}$に炭素数3から10までの直鎖アルキルアミンを3倍モル量で反応させXRDパターンを測定したところ，すべての種類のアミンが

$HCa_2Nb_3O_{10}$にインターカレートすることが分かった。底面間隔h（nm）とアミンの炭素数nのプロットが，$h = 0.243\ n + 1.45$という直線を与えたこと，及び炭素-炭素結合が0.1541nmであることより，層間においてバイレイヤー構造をとったアミンは36度傾いて存在していることが推定される。

ペンチルアミンの反応比を変化させてXRD測定を行った（Fig.3)。等モル量以上のペンチルアミンを加えれば，最大かつ一定の底面間隔2.69 nmを与えることが明らかとなった。実験に用いたアルキルアミンはいずれも常温で液体である。アミンが等モル量以下の場合には，アミンを添加すると液体は直ちに$HCa_2Nb_3O_{10}$固体に吸収され，過剰の液体が観測できなかったのに対し，2倍モル量以上のアミンを添加すると固体のまわりに液体が残っているのが観測された。これらのことから，等モル量までのアミンは容易に吸収（インターカレート）され，等モル量で飽和に達し，それ以上のアミンが存在しても吸収量は増加しないと考えられる。なお，過剰のアミンは徐々に蒸発し，層内には常時一定のアミンが存在していることが，TG-DTAの結果からも示された。

層内でのアミンの位置はプロトンの位置に限定され，アンモニウムイオンとしてのみ存在しているに違いない。そうであるなら，アミンの断面積（$0.20nm^2$）はプロトン1個当たりの層面積より大きいため，アミンは層間でバイレイヤー構造をとらざるをえない。そのとき，アミンがシート面に垂直に配向するのでは層間に多くの隙間ができ不安定となるだろう。しかし，この隙間をアミン分子で満たすには狭すぎる。したがって，$HCa_2Nb_3O_{10}$中ではアミンが36度傾いたバイレイヤーで存在し，等モル量以上のアミンのインターカレーションは起こらないと考えられる。

3.3　アミン型$HCa_2Nb_3O_{10}$とストロンチウムイオンの反応

B式に示すようにアミン型$HCa_2Nb_3O_{10}$へのイオン交換反応が起こると考えられる。

$$P\text{-}H^{+}\text{-}NH_2\text{-}R + M^{n+} \rightleftharpoons P\text{-}M^{n+} + n^{+}NH_3R \cdots\cdots(2)$$

炭素数3から10までのアルキルアミンをアミン量を変化させて添加した$HCa_2Nb_3O_{10}$とストロンチウムとのイオン交換反応を調べた（Fig.4)。ストロンチウムとの反応性が低いプロピルアミン型に比べ，ペンチル，ヘキシル及びオクチルアミン型では同程度の高い交換率が得られた。さらに，最も大きな層間隔を示したデシルアミン型では，$HCa_2Nb_3O_{10}$と同程度しか交換しないことが明らかとなった。Jacobsenは，$n\text{-}C_4H_9NH_3Ca_2Nb_3O_{10}$を用いてカリウムイオンの交換を行い，$HCa_2Nb_3O_{10}$を用いるよりも交換率が増加することを見出したが，その場合でも完全交換はできなかった[3]。

アルキル基の小さなプロピルアミンは親水性が強いため水への溶解性が高く，$HCa_2Nb_3O_{10}$は金

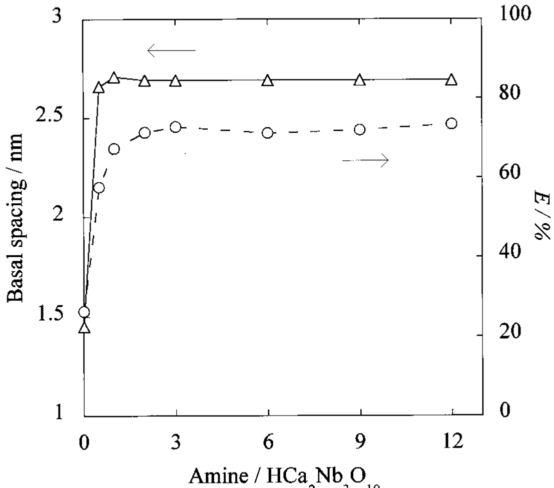


Fig.3 Variation in the molar ratio of n-pentylamine to $HCa_2Nb_3O_{10}$.

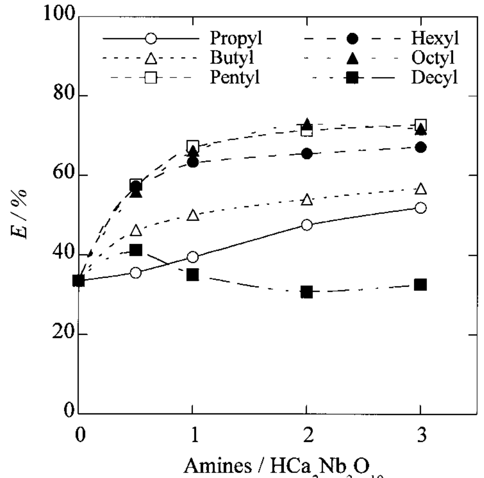


Fig.4 Effect of the molar ratio of n-alkylamines to $HCa_2Nb_3O_{10}$ on E.

属イオンと反応するときにC式のようにすでにアミンを放出し，プロトン型となってしまうのであろう。このためアミンをインターカレートした効果が見られないと考えられる。

デシルアミンは層内での安定性が大きく，交換可能なイオンが存在しても層内に留まるのではないかと考えられる。疎水基の大きなアミンは水溶液中での安定性が悪く，アミンは層内で疎水基を互いに近づけ安定化して存在する方が有利であると考えられる。

一方，炭素数4から6のアミンは水溶液中では層から脱離しにくい。しかし，交換可能な金属イオンがあるとアミンは脱離し金属イオンに置き換わる。このことは，ペロブスカイトのシートに金属イオンを取り込むことの方が，アミンをインターカレートすることによる安定性を上回るメリットがあることを示す。アミンがインターカレートするとアミンの安定性は増加するが，層間距離の増加に伴いシートの安定性は低下しているのではないかと考えられる。

3.4　ペンチルアミン型$HCa_2Nb_3O_{10}$とストロンチウムイオンの反応

アミン添加量のイオン交換反応に及ぼす影響を調べた（Fig.3)。アミン量の増加に伴って，ストロンチムのイオン交換量も増加し，$HCa_2Nb_3O_{10}$に対して3倍モル量でほぼ一定の交換量となった。しかし，$HCa_2Nb_3O_{10}$は1分子当たり1分子のアミンをインターカレートしていることから，水溶液中のイオン交換には過剰のアミンが効果的に働いていることが分かる。

反応時間が交換量に及ぼす影響を調べたところ，アミン型はプロトン型に比べ平衡に達するのが早く，また反応量も大きいことが分かった（Fig.5)。XRDパターンの経時変化をFig.6に示す。ペンチルアミン型を表す2.7nmのピークが時間とともに減少し，新たに1.6nmにピークが出現し，このピーク強度は時間が経つにつれ増加した。しかし，アミン型を示すピークは72時間後でも完全には消失しておらず，完全交換は起こっていない。

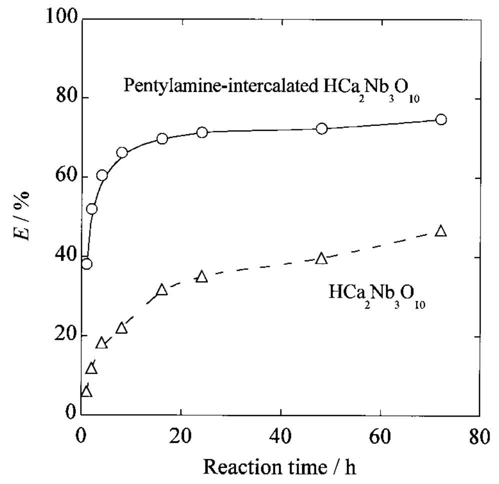


Fig.5 Effect of the reaction time on *E*.

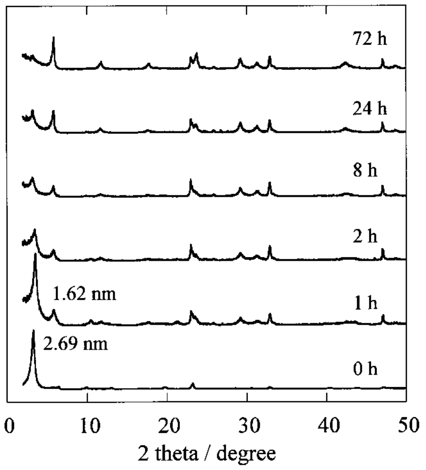


Fig.6 Effect of reaction time on the XRD patterns of n-pentylamine-intercalated $HCa_2Nb_3O_{10}$.

3.5　ペンチルアミン型$HCa_2Nb_3O_{10}$への金属イオンのイオン交換

ペンチルアミンをインターカレートした$HCa_2Nb_3O_{10}$を用いて金属イオンのイオン交換反応を行った結果をFig.7に示す。小さいアルカリ金属イオンに対して$HCa_2Nb_3O_{10}$での不完全な交換率はアミン型を用いても向上しなかった。しかし，大きなイオン半径を持つセシウムイオンでは，アミン型を用いると他のアルカリ金属イオンと同程度の交換率に増加した。また，$HCa_2Nb_3O_{10}$で反応が進みにくかった小さなカルシウムイオンではアミンの効果を用いることにより3倍の交換率となった。

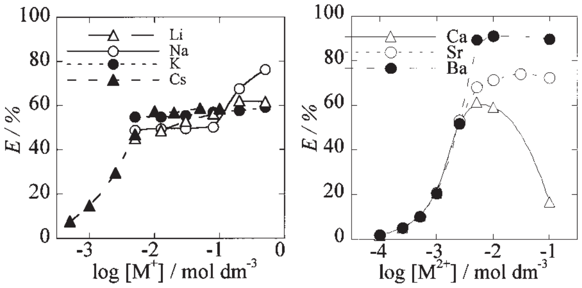


Fig.7 Ion-exchange of n-pentylamine-intercalated $HCa_2Nb_3O_{10}$ by alkali and alkaline earth metal ions.

3.6　イオン交換メカニズム

ペンチルアミン型$HCa_2Nb_3O_{10}$にSr^{2+}がイオン交換した試料のSEM画像をFig.8に示す。シート１枚の厚さは約1.5nmであり，これが何層にも重なり板状結晶を形成している。また，この積層構造が部分的に崩れている様子も見られる。イオン交換前のペンチルアミン型$HCa_2Nb_3O_{10}$には，このような画像が見られなかった。イオン交換可能な金属イオンの存在する水溶液中では，アミンの挿入により層間隔が拡げられた$HCa_2Nb_3O_{10}$は膨潤し，強固であった積層構造がゆるむ。さらにシートが一時的に剥離し，そこで金属イオンとの交換が起こり，イオン交換されたシートが再積層しているのではないかと考えられる。

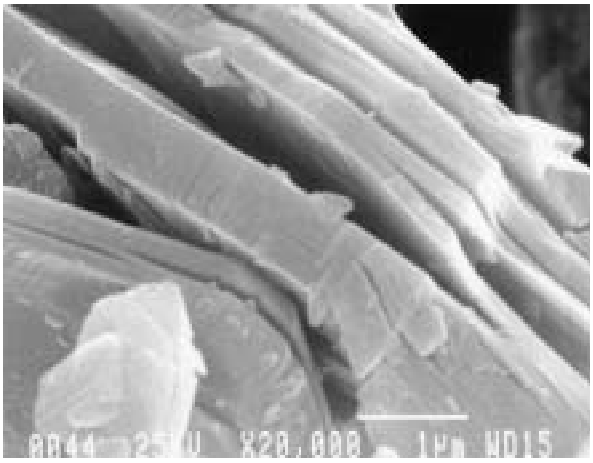


Fig.8 SEM image of ion-exchanged sample of n-pentylamine-intercalated $HCa_2Nb_3O_{10}$ by strontium ion.

参考文献

1．M. Dion, M. Ganne and M. Tournoux, *Mat. Res. Bull.*, *16*, 1429-1435（1981）.

2．A. J. Jacobson, J. W. Johnson and J. T. Lewandowski, *Inorg. Chem.*, *24*, 3727-3729（1985）.

3．A. J. Jacobson, J. T. Lewandowski and J. W. Johnson, *Mat. Res. Bull.*, *25*, 679-686（1990）.

4．G. Alberti, M. Casciola and U. Constantino, *J. Colloid Interfacial. Sci.*, *107*, 236-263（1985）.

5．H. Rebbah, M. M. Borel and B. Raveau, *Mat. Res. Bull.*, *15*, 317-321（1980）.

6．M. M. H. Treacy, S. B. Rice, A. J. Jacobson and J. T. Lewandowski, *Chem. Mater.*, *2*, 279-286（1990）.

7．L. Kullberg and A. Clearfield, *J. Phys. Chem.*, *85*,1578-1584（1981）.

◇委員会委員◇

機器分析センター運営委員会

（平成14年度）

機器分析センター	センター長	佐々木義明
機器分析センター	助教授	永尾　隆志
人文学部	教　授	近藤　喬一
教育学部	教　授	村上　清文
経済学部	教　授	立山　紘毅
理学部	教　授	岩尾　康宏
医学部	教　授	中村　和行
工学部	教　授	長岡　　勉
農学部	助教授	内海　俊彦
医学部附属病院	助教授	田中　経彦
研究開発部門担当	教　授	阿部　憲孝
研究協力課	課　長	下川　辰彦

◇センター利用の手引き◇

センター利用の手引き・依頼測定負担金・自己測定負担金について

機器分析センターを利用できるのは，山口大学の教職員・院生・学生ですが，センター長が適当と認めた場合には，その他の研究者も利用できます。また，センターによる依頼測定も行っています。

センターを利用するためには，まず機器毎に「利用登録申請書」の提出が必要です。その後，機器の「運用責任者」と測定試料や条件などを打ち合わせ，日時の設定をうけて実際に機器を使用していただきます。

なお，機器毎に「利用負担金」が決められています。機器の利用が終了した時点あるいは年度末に所定の様式の「利用報告書」を提出し，さらに公表した研究成果，論文等の別刷の提出をお願いします。

なお，センターの利用時間は平日の午前９時から午後５時までとなっています。

■依頼測定負担金

X線解析室　単結晶自動回折装置 動的構造解析装置 動的構造解析装置 オフセンター型４軸回折計	Rigaku　AFC-5R DIP-220 DIP-3000 HUBER　424+511.1	１日以内：2,000円，２日以降は１日当たり：1,500円。ただし室温の強度測定に限る。連続２週間以内。
生体高分子構造解析装置	BRUKER AVANCE 400S BRUKER AVANCE 500S	プロトン一次元測定：1,000円/検体。その他は別途定める。
電子線マイクロアナライザ	島津　EPMA-V6	１日：4,000円
誘導結合プラズマ発光分光分析装置	Varian ICP-AES	定量分析で，単一測定項目：サンプル数×2,000円， 複数測定項目：サンプル数×測定項目×1,200円。 定性分析：サンプル数×500円
元素分析装置	パーキンエルマー　2400 II CHN	１検体：1,500円
液体クロマトグラフ質量分析装置	Waters Integrity System	
ＬＣＲメータ 示差走査熱量計	Ando AG-4311 Rigaku DSC-8230B (TAS100)	１測定または２時間：500円
蛍光Ｘ線分析装置	Rigaku RIX-3000	主要10元素（Na,Mg,Al,Si,P,K,Ca,Ti.Mn,Fe）１試料：1,000円。その他の元素は相談に応じるが，別料金。
全自動強力Ｘ線回折装置	Rigaku RINT-2500V	１時間：400円

※負担金は校費の振替とする

■自己測定負担金

X線解析室　単結晶自動回折装置 動的構造解析装置 動的構造解析装置 オフセンター型４軸回折計	Rigaku　AFC-5R DIP-220 DIP-3000 HUBER　424+511.1	１日あたり 1,000円。低温装置は 500円／日
生体高分子構造解析装置	BRUKER AVANCE 400S BRUKER AVANCE 500S	１時間：200円，ただし技術指導を受けて測定する場合には，通常の利用料金に加えて別途１ 時間につき600 円。維持管理費が不足する場合には不足分を別途徴収。
電子線マイクロアナライザ	島津　EPMA-V6	１日：2,000円
透過型電子顕微鏡	フィリップス CM120	１日又は１回：1,000円。年間の保守に関わる費用は利用負担金を充当し，不足の場合は利用者で話し合う。
誘導結合プラズマ発光分光分析装置	Varian ICP-AES	１時間：1,950円
元素分析装置	パーキンエルマー　2400 II CHN	１検体：750円
走査型電子顕微鏡	JEOL　JSM-810	１時間：200円（または１検体：50円）。金蒸着装置１時間：1400円
分子細胞情報解析システム（レーザー顕微鏡）	カール・ツァイス　LSM510-1	
液体クロマトグラフ質量分析装置	Waters Integrity System	１検体：1,000円
ＬＣＲメータ 示差走査熱量計	Ando AG-4311 Rigaku DSC-8230B (TAS100)	１測定または２時間100円；消耗品実費
蛍光Ｘ線分析装置	Rigaku RIX-3000	１時間：400円（融剤などの消耗品は含まない）
全自動強力Ｘ線回折装置	Rigaku RINT-2500V	１時間：200円
生体成分分離分析装置	ファルマシア　FPLC	１日：2,000円
ＤＮＡシーケンサ	LI-CON	１年間：20,000円

※負担金は校費の振替とする

◇センター日誌◇

平成14年

4月　1日	佐々木新センター長就任
4月16日	技術補佐員　中島輝三　採用
4月17日	岐阜大学総務部，流域環境研究センターから施設見学
4月25日	「山口の火山」（山口博物館テーマ展）山口県立博物館と共催（6月2日まで）
5月14日	放射線安全管理委員会
5月29日	学内共同利用施設長懇談会（センター長），小嶋副学長が招集
6月　5日	山口大学放射線障害予防のための教育訓練（大学会館）（中島）
7月　1日	センターに関する事務が，人文学部・理学部事務部から，総務部研究協力課に移行
8月21日	学長ヒヤリング（センター長，教育研究改革・改善プロジェクト経費）
8月26日	分析化学講演会（主催　日本分析化学会中国四国支部　共催　機器分析センター・山口機器分析研究会）
9月　6日	機器分析センター機器運用部会
9月　9日	第26回　機器分析センター運営委員会（於　ＴＶ会議室）
10月21日	第1回　機器分析センター自己点検・評価ワーキンググループ会議
10月30日	山口大学放射線安全管理委員会
10月30日	第１回　総合科学実験センター設置準備委員会
11月11日	第２回　機器分析センター自己点検・評価ワーキンググループ会議
11月13日	第１回　総合科学実験センター設置準備委員会ワーキンググループ（佐々木，永尾）
11月15日	第６回　全国国立大学機器・分析センター会議（担当校　豊橋技術科学大学）（佐々木，永尾）
11月29日	第２回　総合科学実験センター設置準備委員会
12月　9日	第３回　機器分析センター自己点検・評価ワーキンググループ会議
12月12日	第27回　機器分析センター運営委員会（於　ＴＶ会議室）
12月13日	第５回　九州・山口地区機器分析センター会議（担当校　佐賀大学）（佐々木、永尾、森福）
12月16日	第2回　総合科学実験センター設置準備委員会ワーキンググループ
12月24日	第3回　総合科学実験センター設置準備委員会ワーキンググループ

平成15年

1月20日	第４回　機器分析センター自己点検・評価ワーキンググループ会議
1月23日	産・学・官新年交流会（センター長）
1月29日	第３回　総合科学実験センター設置準備委員会
2月　6日	第４回　総合科学実験センター設置準備委員会ワーキンググループ
2月10日	第５回　機器分析センター自己点検・評価ワーキンググループ会議
2月10日	第５回　総合科学実験センター設置準備委員会ワーキンググループ
2月18日	第４回　総合科学実験センター設置準備委員会
3月　7日	第５回　総合科学実験センター設置準備委員会
3月　7日	放射線安全管理委員会
3月20日	第28回　機器分析センター運営委員会（持ち回り）

◇機器分析センタースタッフ◇

センター長	佐々木義明
助　教　授	永尾　隆志
技　　　官	森福　洋二
技術補佐員	中島　輝三

研究開発部門担当（併任）

・高圧下のＸ線回折強度の測定および解析技術の確立と誘電体の構造相転移の物理的機構解明への適用

長谷部勝彦	理学部自然情報科学科	教　授
朝日　孝尚	理学部自然情報科学科	助教授

・環境型社会に対応したゲル吸着法による環境有害金属の分離・回収法の研究

阿部　憲孝	理学部化学・地球科学科	教　授
田頭　昭二	理学部化学・地球科学科	教　授
村上　良子	理学部化学・地球科学科	助　手

目　　　次

Ⅰ．はじめに　……………………………………………………………………………………………　1
Ⅱ．沿　　革　……………………………………………………………………………………………　2
Ⅲ．機器分析センターの「理念・目的」と「目標」にてらしての自己点検・評価　……………………　3
Ⅳ．機器分析センター自己点検・評価ワーキンググループの構成と活動　……………………………　7

資料編
資料１　山口大学機器分析センターの諸規則　…………………………………………………………　7
資料２　設置機器一覧　……………………………………………………………………………………　12
資料３　機器運用責任者　…………………………………………………………………………………　14
資料４　年度毎の利用登録者数　…………………………………………………………………………　15
資料５　利用報告書の例　…………………………………………………………………………………　16
資料６　2002年度の研究テーマ　…………………………………………………………………………　17
資料７　機器分析センター予算推移　……………………………………………………………………　20
資料８　機器分析センター特殊装置維持費推移　………………………………………………………　20
資料９　機器分析センターその他の予算推移　…………………………………………………………　21
資料10　機器分析センター光熱水料推移　………………………………………………………………　21

Ⅰ．はじめに

平成４年４月に全国で14番目の機器分析センターとして設置された本センターは，本年度で設置後11年を迎えた。2003年度からは本施設を含む学内の６つの付属施設が統合され「山口大学総合科学実験センター」が発足する。この節目に際し，本センター運営委員会内に設置された自己点検・自己評価ワーキンググループにおいて過去11年間のセンター活動について点検・評価を行った。本報告書は平成14年10月から平成15年２月にかけて５回にわたって開催されたワーキンググループ会議での検討結果をまとめたものである。内容は設立から現在に至る経過をまとめ，過去11年の活動について本センターの「理念・目的」と「目標」に添ってその達成度を項目ごとに検討したものである。

詳細は本文を参照されたいが，本ワーキンググループは，山口大学機器分析センターの過去11年間の活動はセンターの「理念・目的」と「目標」に照らしその達成度は高いものと判断した。しかしいくつかの点において改善すべき点も指摘されており，今後の活動の過程で改善されることが望まれる。今後本センターは「山口大学総合科学実験センター」の分析実験分野としてその役割を引き継ぐこととなるが，本点検・評価結果をもとに今後さらにその活動が改善・充実され本学の教育研究の発展に寄与することを期待する。

平成15年２月10日

機器分析センター自己点検・評価ワーキンググループ
委員長　内　海　俊　彦

Ⅱ. 沿　革

機器分析センターの構想は，1977（昭和52）年に遡る。当時，理学部から「計測機器センター」として概算要求されていたが，実現には至らなかった。その後1985年に発足した山口大学将来計画検討委員会において「共同利用機器センター」として立案され，設置準備委員会が88年6月に発足し，実現のはこびとなった。

1992（平成4）年4月　国立学校設置法に基づく学内共同教育研究施設として，全国で14番目に「山口大学機器分析センター」が設置された。

1995（平成7）年度の補正予算で機器分析センター建物新営が認められ，センター棟（3階建，1154㎡）が1996（平成8）年3月25日に竣工した。同年9月25日には，センター棟竣工記念式典及び祝賀会が開催された。

1999（平成11）年度には，学内措置（文部省の予算措置を伴わない）により，センター研究開発部門を設置した。この部門は学内教官が併任として担当し，センター職員や機器運用責任者と協力して，Ａセンター機器の保守管理，Ｂ共同利用の推進，およびＣ機器分析にかかる研究や装置の改良を分担する。同時に，センター機器を有効に利用し，研究成果をあげることが目的である。この部門の設置を盛り込んだセンター規則の改正は12年4月に行われた。

2000（平成12）年4月からの副学長制の導入を機に，地域共同研究開発センター，遺伝子実験施設，および本センターの3省令施設の管理体制の効率化と相互の連関を高めるため，管理委員会が1本化された。また，センター設立の経緯で制限されていたセンター独自の特別設備等の概算要求が，運営委員会，管理委員会を経てセンター独自でも行えることになった。

2001（平成13）年度からは，学内運営体制の改編にともない管理委員会が廃止され，新しい運営委員会において管理運営が一元的に審議されることになった。

2003年度からは，機器分析センター，遺伝子実験施設，医学部附属動物実験施設，医学部ＲＩ実験室，医学部実験実習機器センター，吉田地区放射性同位元素総合実験室が統合され，「総合科学実験センター」として再発足することになった。その中で，機器分析センターは，分析実験分野として，これまでの役割を継承し，発展させることになった。

歴代のスタッフは，表1に示すとおりである。

表1　機器分析センターのスタッフ

年　　度	センター長	専任教官	併任教官	技　　官	技術補佐員
平成4年度	飯石　一明	繁岡　　透		森福　洋二	
平成5年度	飯石　一明	繁岡　　透		森福　洋二	
平成6年度	飯石　一明	繁岡　　透		森福　洋二	
平成7年度	飯石　一明	永尾　隆志		森福　洋二	
平成8年度	飯石　一明	永尾　隆志		森福　洋二	
平成9年度	白木　敬一	永尾　隆志		森福　洋二	
平成10年度	増山　博行	永尾　隆志		森福　洋二	
平成11年度	増山　博行	永尾　隆志	（研究開発部門）	森福　洋二	
平成12年度	増山　博行	永尾　隆志	長谷部勝彦 朝日　孝尚 阿部　憲孝	森福　洋二	

平成13年度	増山　博行	永尾　隆志	長谷部勝彦 朝日　孝尚 阿部　憲孝 田頭　昭二 村上　良子	森福　洋二	今川　拓昌
平成14年度	佐々木　義明	永尾　隆志	長谷部勝彦 朝日　孝尚 阿部　憲孝 田頭　昭二 村上　良子	森福　洋二	中島　輝三

Ⅲ．機器分析センターの「理念・目的」と「目標」にてらしての自己点検・評価

本センターは山口大学機器分析センター規則（資料１）に規定されている目的を達成するため学内共同教育研究施設として平成４年に設置された。その後，平成13年７月23日開催の第22回運営委員会において，以下のような「理念・目的」と「目標」を決定した。機器分析センター自己点検・評価ワーキンググループは，この「理念・目的」と「目標」をもとにセンターの点検・評価を行うことにした。

なお，センターの管理・運営は図１に示す機構で行われており，関連する諸規則は資料１として資料編に収録してある。

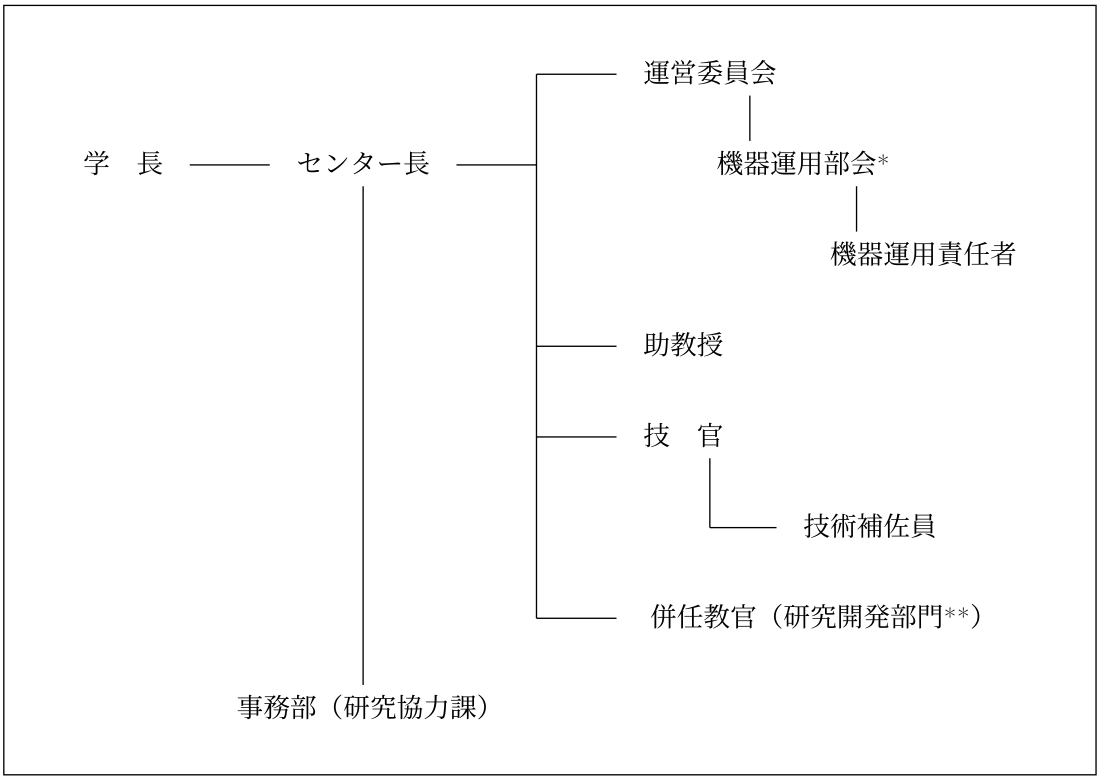


図１　機構図

* 機器運用部会；機器運用部会は，機器分析センターを円滑に運営するために設置されており，定期的に会議を開いている。機器運用部会は，センターの予算・決算，機器の維持・管理，講習会の実施，依頼分析への対応などを行なっている。機器運用部会は，センター長，専任教官，技官，技術補佐員，機器運用責任者，研究開発部門の併任教官，機器分析センター理学部選出運営委員から構成されている（機器運用

部会は，山口大学機器分析センター運営委員会規則　第７条に規定されている)。
**　研究開発部門；学内教官が併任として担当し，センター職員や機器運用責任者と協力して，A センター機器の保守管理，B 共同利用の推進，C 機器分析にかかる研究や装置の改良，を分担する。同時に，センター機器を有効に利用し，研究成果をあげることを目的としている。

センターの「理念・目的」として
１．大型分析機器を学内の共同利用に供し本学の教育研究の発展に寄与する
２．学内・外の研究者の共同研究や学際的研究を推進する
３．機器分析技術の発展・普及，利用者の研鑽・相互交流をはかることが設定されている。
この「理念・目標」のもと設定された「目標」について，以下に項を追って記述する。

１． 大型分析機器を学内の共同利用に供し本学の教育研究の発展に寄与する，に係わる「目標」

a　最新の分析機器を導入し，利用促進をはかる

理学部の概算要求，センターに対する学長裁量経費などで購入した共同利用頻度の高い最新機器を設置し，多方面のユーザーに利用された。最新の設備が設置されているので， 吉田地区の研究の中心としての役割を果たしている。また,「機器分析センター報告」やセンターのホームページ,「山口大学主要機器一覧」(冊子，ホームページ，CD-ROM）などで装置の概要，利用法などを公開し利用促進をはかっている。

参考資料として，資料２　設置機器一覧，資料３　機器運用責任者，資料４　年度毎の利用登録者数，資料５　利用報告書の例　 を添付する。

b　機器の適正な保守・管理，効率的運用を行う

機器の保守・管理はセンターの教職員が，各装置の機器運用責任者と協力して行っている。また，定期的に機器運用部会を開催し，機器の維持・管理および運用に関して相談している。さらに，年度毎に学部学生を含む全ユーザーに利用登録申請書を，また年度末には利用報告書の提出を依頼し，機器の利用状況を把握している。またその結果を編集・配付している。

c　利用者の測定を支援する

センターの教職員，技術補佐員，研究開発部門の併任教官，機器運用責任者が利用者からの相談を受け，測定方法を指導したり，測定を支援している。

d　「依頼測定」を行い，学内・外の研究者のニーズにこたえる

依頼測定の内容や分担金を公開して，依頼しやすい環境をつくった。学内はもとより，学外からも利用があった。ただし，依頼件数は必ずしも多くないので，センター利用に関する情報発信に努め，利用促進を図ることが必要である。

e　学生・教職員が利用しやすい環境を整備し，センターを運営する

外国人留学生・研究者のために，日本語・英語表記のパンフレット「山口大学機器分析センター」を発行している。

f　学生に機器測定の原理，方法を教授し，分析する知的能力を助長する教育を行う

X 線分析や液化窒素の一般的な取扱法については，機器分析センターの全てのユーザーを対象に講

習会を行っている。また，装置毎に機器運用責任者が，年度はじめ，あるいは適宜，装置の原理・測定法の講習会を行っている。新規導入機器に関しては，全学的な講習会を開催している。「機器分析センター報告」やホームページ（HP）に「新規導入機器」，「機器利用の手引き」などの解説と利用法の記事を掲載している。

2．学内・外の研究者の共同研究や学際的研究を推進する，に係わる目標

a 「研究開発部門」を中心に，先端的研究，学際的研究および共同研究を行う

研究開発部門は，センター職員や機器運用責任者と協力して，A センター機器の保守管理，B 共同利用の推進，C 機器分析にかかる研究や装置の改良，を分担すると同時に，センター機器を有効に利用し研究成果をあげることを目的として設立された。現在，物理系と化学系の２分野が設置され「高圧下のＸ線回折強度の測定および解析技術の確立と誘電体の構造転移の物理学的機構解明への適用」，「環境型社会に対応したゲル吸着法による環境有害金属の分離・回収方法」の研究を行なっている。

平成12，13年度は研究支援推進員（技術補佐員）の雇用によって研究開発部門の研究が効率的に進められた。今後も，新たな分野の参加が期待される。

b 「研究開発部門」の研究テーマに関するゼミ・シンポジウム等を開催し，学内・外の研究者と研究成果を交流する

2001年３月に，研究開発部門講演会を開催し，４件の発表が行われ50人の参加があった。また，研究成果は「機器分析センター報告」で公表されている。

c　利用者の研究を発展させた，先端的・学際的研究および共同研究テーマを奨励する

多くの機器が共同研究に利用されてきた。一例として，2002年度の登録研究テーマを資料６に示す。

3．機器分析技術の発展・普及，利用者の研鑽・相互交流をはかる，に係わる目標

a　計測・分析技術の指導や研究・開発を行う。またその成果を蓄積し，活用するとともに，技術の交流をはかる

計測・分析技術の指導や開発は，研究開発部門の併任教官や機器運用責任者を中心に行われている。その成果は，学会，学会誌や「機器分析センター報告」で公表されているが，学内の利用者が活用できるデータベースの構築ができていない。今後，「山口大学主要機器一覧」の充実とあわせて上記データベースを作成することが望まれる。

b　利用者のための講習会を開催する

毎年，Ｘ線回折装置，液化窒素の講習会を行っている。また，装置の導入時や装置ごとの講習会を適宜行っている。さらに，日本分析化学会中国四国支部，機器分析センター，山口機器分析研究会と共同で分析化学講演会を行っている。

c　研究成果や分析技術をホームページや「センター報告」を通じて学内・学外に発信する

毎年度末に研究報告，新規導入機器，利用の手引き，ニュースなどからなる「センター報告」を発行し，学内・外の利用者に情報を開示した。また，ホームページにセンター報告の内容をPDF形式で公開している。

D「山口大学主要機器一覧」やホームページなどにより，全学の分析機器の現状を正確に伝え，共同利用の促進をはかる

2000年度に，「山口大学主要機器一覧」の冊子，Web，CD-ROM版を編集・発行した。また，2002年には，Web版の改訂を行った。特にWeb版は学内はもとより学外からの問い合わせが多い。センターで対応できない場合は，山口大学全体の情報を収集し回答している。

e「国立大学機器・分析センター」のネットワークを利用し，学生・教職員の必要な情報を収集・発信する

九州・山口地区の「機器・分析センター」で利用できる装置の一覧をホームページ上で公開している。また，全国の「機器・分析センター」のデータも利用可能である。

その他，地域社会との連携協力については，

A　企業や地方公共団体からの依頼測定，技術相談が増加してきた。今後とも地域や企業からの要請に積極的に対応することが必要である。

B　研究成果を，博物館やマスコミなどと協力して，市民に公開している。

以上，山口大学機器分析センターの「理念・目的」と「目標」をもとに現状を総括したが，以下のような問題点も指摘される。

1．光熱水費に多額の費用を要し，現在の運営費では大幅な赤字がでている。現在，理学部の協力を得て対処している。センターとしても依頼測定負担金・自己測定負担金を徴収し，光熱水費の不足分の補填や装置の維持費に充てているが，十分ではない。

2．附属施設経費や特殊装置維持費が削減され，センターの維持運営経費の確保を難しくしている。特別設備費の総額の削減などを背景に，新たな共同利用の大型機器はセンターに設置する方向がより鮮明になることが予想されるとともに，機器の新規導入に際しては，共同利用の実績と研究成果をあげることが必要である。

各種予算・経費の推移を，資料７　機器分析センター予算推移，資料８　機器分析センター特殊装置維持費推移，資料９　機器分析センターその他の予算推移，資料10　機器分析センター光熱水料推移　に示す。

3．センターの役割は学内共同利用の大型分析機器等を集中して設置し，維持管理をはかり，機器の共同利用をすすめ，本学の教育・研究の発展に貢献することである。特に教育については，学生へ機器の原理，限界，ほかの手段との関連を教育することはもとより，機器の使用を通して分析技術の真随の伝授，データを分析する知的能力の助長，機器の改良や新たな技術の提案と試行なども機器分析センターの重要な役割であり，今後はそのための具体的なプログラムを作る必要がある。

機器分析センター自己点検・評価ワーキンググループは以上の点検結果から，山口大学機器分析センターの「理念・目的」にもとづく「目標」の達成度は高いと判断する。

Ⅳ．機器分析センター自己点検・評価ワーキンググループの構成と活動

委員長

内海　俊彦（農学部教授）

委　員

村上　清文（教育学部教授）

増山　博行（理学部教授）

オブザーバー

佐々木　義明（機器分析センター長）

事務局

永尾　隆志（機器分析センター専任教官）

委員会の開催日程

第1回　2002年10月21日

第2回　2002年11月11日

第3回　2002年12月 9日

第4回　2003年1月20日

第5回　2003年2月10日

【資料編】

資料１　機器分析センターの諸規則

山口大学機器分析センター規則

平成４年４月14日

規則第35号

改正

平成12年３月30日規則第52号

平成13年１月16日規則第17号

（趣旨）

第１条　この規則は，山口大学学則（昭和40年規則第13号）第７条第３項の規定に基づき，山口大学機器分析センター（以下「センター」という。）に関し，必要な事項を定める。

（目的）

第２条　センターは，大型分析機器等（以下「機器」という。）を集中管理し，学内の共同利用並びに機器を利用しての教育及び研究を推進することにより，本学の教育研究活動の活性化に寄与することを目的とする。

（業務）

第３条　センターは，前条の目的を達成するため，次の各号に掲げる業務を行う。

A　機器の管理運用に関すること。

B　計測・分析技術の研究及び開発並びにこれらの情報の収集及び提供に関すること。

C　機器の利用及びその講習に関すること。

D　学内の共同利用研究に関すること。

E　本学の学生に対する教育及び研究指導に関すること。
F　その他センターの運営に関すること。
（部　門）
第４条　センターに計測・分析技術の研究及び開発並びに機器を利用した研究を推進するため，研究開発部門を置く。
（運営委員会）
第５条　センターの管理及び運営に関する事項を審議するため，山口大学機器分析センター運営委員会（以下「運営委員会」という。）を置く。
２　運営委員会に関し必要な事項は，別に定める。
（職員）
第６条　センターに，次の各号に掲げる職員を置く。
A　センター長
B　センターの専任教官
C　その他必要な職員
（センター長）
第７条　センター長は，本学の専任の教授から選考する。
２　センター長は，センターの業務を掌理する。
３　センター長の任期は２年とし，再任を妨げない。
４　センター長に欠員が生じた場合の補欠のセンター長の任期は，前任者の残任期間とする。
（センター長の選考）
第８条　センター長の選考は，運営委員会の議に基づき，学長が行う。
（センター長の選考時期）
第９条　センター長の選考は，次の各号の一に該当する場合に行う。
A　センター長の任期が満了するとき。
B　センター長が辞任を申し出たとき。
C　センター長が欠員となったとき。
２　前項第１号に該当する場合の選考は，任期満了の30日前までに，第２号及び第３号に該当する場合は，速やかにこれを行わなければならない。
（専任教官の選考）
第10条　専任教官の選考は，運営委員会の議に基づき，学長が行う。
２　この規則に定めるもののほか，専任教官の選考に関し必要な事項は，別に定める。
（利用）
第11条　センターの利用に関し必要な事項は，センター長が別に定める。
（事務）
第12条　センターに関する事務は，人文学部・理学部事務部において処理する。
（雑則）
第13条　この規則に定めるもののほか，センターに関し必要な事項は，別に定める。
附　則
１　この規則は，平成４年４月14日から施行し，平成４年４月10日から適用する。
２　この規則施行後，最初に任命されるセンター長の選考については，第８条の規定にかかわらず，学長が行う。
３　この規則施行後，最初に任命されるセンター長の任期は，第７条第３項の規定にかかわらず，平成６

年３月31日までとする。
附　則
この規則は，平成12年４月１日から施行する。
附　則
この規則は，平成13年４月１日から施行する。

山口大学機器分析センター運営委員会規則

平成４年４月14日
規則第37号
改正
平成８年４月１日規則第44号
平成13年１月16日規則第17号
（趣旨）
第１条　この規則は，山口大学機器分析センター規則（平成４年規則第35号）第５条第２項の規定に基づき，山口大学機器分析センター運営委員会（以下「運営委員会」という。）の組織及び運営に関し，必要な事項を定める。
（審議事項）
第２条　運営委員会は，山口大学機器分析センター（以下「センター」という。）に関し，次の各号に掲げる事項について審議する。
A　管理及び運営に関する事項
B　センター長の人事に関する事項
C　専任教官の人事に関する事項
D　予算及び概算の方針に関する事項
E　その他センターの管理及び運営に関し，必要な事項
（組織）
第３条　運営委員会は，次の各号に掲げる委員をもって組織する。
A　センター長
B　センターの専任教官
C　各学部及び医学部附属病院から選出された教授又は助教授各１名
D　研究開発部門を担当する兼任教官１名
２　前項第３号の委員の任期は２年とし，再任を妨げない。ただし，委員に欠員が生じた場合の補欠の委員の任期は，前任者の残任期間とする。
（委員長）
第４条　運営委員会に委員長を置き，センター長をもって充てる。
２　委員長は，運営委員会を招集し，その議長となる。
３　委員長に事故あるときは，委員長があらかじめ指名した委員が，その職務を代行する。
（議事）
第５条　運営委員会は，委員の過半数の出席をもって成立する。
２　議事は，出席委員の過半数をもって決し，可否同数のときは，議長がこれを決する。
（委員以外の出席）

第６条　委員長が必要と認めたときは，委員以外の者を運営委員会に出席させ，意見を聴くことができる。
（機器運用部会）
第７条　運営委員会に，センターの機器の運用を円滑に行うため，機器運用部会を置くことができる。
２　機器運用部会は，機器の利用者及び管理を担当している者の意見を聴し，機器の利用調整並びに利用方法等の改善を図ることを目的とする。
３　機器運用部会に関し必要な事項は，運営委員会の議を経てセンター長が別に定める。
（幹事）
第８条　運営委員会に幹事を置き，人文学部・理学部事務長をもって充てる。
２　幹事は，運営委員会の会務について委員長を補佐する。
（事務）
第９条　運営委員会の事務は，人文学部・理学部事務部において処理する。
（雑則）
第10条　この規則に定めるもののほか，運営委員会に関し必要な事項は，運営委員会が定める。
附　則
１　この規則は，平成４年４月14日から施行し，平成４年４月10日から適用する。
２　この規則施行後，最初に委嘱される第３条第１項第３号に規定する委員の任期は，同条第３項本文の規定にかかわらず，平成６年３月31日までとする。
附　則
この規則は，平成８年４月１日から施行する。
附　則
この規則は，平成13年４月１日から施行する。

山口大学機器分析センター機器運用部会について

平成４年６月23日

１　山口大学機器分析センター運営委員会規則第７条第３項の規定に基づき，山口大学機器分析センター機器用部会（以下「運用部会」という。）に関し，必要な事項を定める。
２　運用部会は，次の各号に掲げる委員をもって組織する。
一　センター長
二　センターの専任教官
三　センターの技官
四　山口大学機器分析センター利用細則第９条に規定する機器運用責任者
３　運用部会に部会長を置き，センター長をもって充てる。
４　部会長は，運用部会を招集し，その議長となる。
５　部会長に事故あるときは，部会長があらかじめ指名した委員が，その職務を代行する。
６　部会長が必要と認めたときは，委員以外の者を運用部会に出席させ，意見を聞くことができる。
７　運用部会の事務は，人文学部・理学部の事務部において処理する。

山口大学機器分析センター利用細則

（趣旨）
第１条　この細則は，山口大学機器分析センター規則第11条の規定に基づき，山口大学機器分析センター（以下「センター」という。）の利用に関し，必要な事項を定める。
（利用の資格）
第２条　センターを利用することができる者は，次の各号に掲げる者とする。
一　本学の教職員
二　本学の学生
三　その他センター長が適当と認めた者
（利用の範囲）
第３条　センターは，次の各号に掲げる場合に，利用することができる。
一　学術研究を目的とし，かつ，その成果を公表できるとき。
二　学生の教育を目的とするとき。
三　その他センター長が特に適当と認めるとき。
（利用時間及び休業日）
第４条　センターの利用時間及び休業日は，次のとおりとする。ただし，センター長が特に必要と認めたときは，この限りでない。
利用時間
　月曜日から金曜日　午前９時から午後５時まで
休業日
　一　日曜日及び土曜日
　二　国民の祝日に関する法律（昭和23年法律第178号）に規定する休日
　三　本学創立記念日
　四　12月28日から翌年１月４日まで
（利用の申請）
第５条　センターを利用しようとする者は，利用しようとする機器ごとに所定の申請書をセンター長に提出しなければならない。
（利用の承認）
第６条　センター長は，前条の規定による申請が適当であると認めたときは，年度ごとに課題番号を付して承認するものとする。
（変更の届出）
第７条　前条の規定により承認された者（以下「利用者」という。）は，申請書の記載事項に変更が生じたときは，速やかにその変更事項をセンター長に届け出て，その承認を受けなければならない。
（機器の供用の方法）
第８条　機器は，次の各号に掲げる方法により供用するものとする。
　一　利用者が自ら機器を操作する方法
　二　利用者がセンターに測定を依頼する方法
　三　学部学生，大学院学生等の教育に利用する方法
（機器運用責任者）
第９条　センター長は，機器の操作及び維持並びに利用者の指導に関する業務を行わせるため，機器ごとに機器運用責任者を置く。

（講習会）
第10条　センターは，機器の操作方法等に関する講習会を開催するものとする。
（利用者の責務）
第11条　利用者は，機器ごとに別に定める使用心得を厳守しなければならない。
２　利用者は，センターの職員及び機器運用責任者（以下「職員等」という。）の指示に従わなければならない。
（異状時の措置）
第12条　利用者は，機器の操作中その機器に異状を認めたときは，直ちにその機器の操作を中止するとともに職員等に連絡しなければならない。
２　利用者は，機器使用による測定結果に異状を認めたときは，速やかに職員等に連絡するものとする。
３　センター長は，前項に規定する測定結果の異状が機器によるものであると認めたときは，第16条に規定する経費を徴収しないものとする。
（報告）
第13条　利用者は，機器の利用を終了し，又は中止したときは，速やかにその旨を職員等に届け出るものとする。
２　職員等は，必要に応じて，利用者に対し，その機器の稼働状況について，報告を求めることができる。
（課題番号の転用の禁止）
第14条　利用者は，課題番号を当該課題以外の測定のために利用し，又は第三者に利用させてはならない。
（利用承認の取消し等）
第15条　センター長は，利用者が次の各号の一に該当するときは，その利用の承認を取り消し，又は一定期間その者のセンターの利用を停止することができる。この場合において，停止を命ずるときは，あらかじめ　山口大学機器分析センター運営委員会の議を経るものとする。
一　この規則又は別に定める使用心得に違反したとき
二　センターの運営に重要な支障を生じさせたとき
三　その他職員等の指示に従わなかったとき
（経費の負担）
第16条　利用者は，その利用にかかる経費の一部を負担しなければならない。
２　前条に規定する経費の額及び納入方法は別に定める。
（雑則）
この規則に定めるもののほか，センターの利用に関し必要な事項は，センター長が別に定める。

資料２　設置機器一覧

装置名	型式	予算の別	金額		導入年月日	備考
単結晶自動回折装置	Rigaku　AFC-5R	理学部から移管			昭和58年 3月22日	
動的構造解析装置	マックサイエンス　DIP-3000	特別設備費	92,164,400		平成６年 3月25日	
動的構造解析装置	マックサイエンス　DIP-220					
オフセンター型極低温 ４軸回折装置	HUBER　424+511.1	一般設備費	16,789,000		平成７年 3月24日	
生体高分子構造解析装置	BRUKER　AVANCE400S	施設整備費	113,698,200		平成11年 3月25日	
	BRUKER　AVANCE500S					

電子線マイクロアナライザー	JEOL　JXA-5A	地質調査所から移管			昭和58年2月14日	平成5年度廃棄
電子線マイクロアナライザー	JEOL　JXA-50A	特別設備費			昭和52年11月30日	平成8年度廃棄
電子線マイクロアナライザー	島津　EPMA-V6	特別設備費	90,128,914		平成5年3月25日	
透過型電子顕微鏡	JEOL　JEM-100C				昭和50年9月29日	平成8年度廃棄
透過型電子顕微鏡	日立　H-700H				昭和50年9月29日	平成8年度廃棄
分析電子顕微鏡	フィリップス　CM-120	校　費	17,847,980	(評価額)	平成8年3月28日	
誘導結合プラズマ発光分光分析装置	セイコー電子工業　ICP-AES	寄附受入	910,000		平成8年10月8日	
誘導結合プラズマ発光分光分析装置	Varian ICP-AES Liberty II	校　費	6,468,000		平成10年3月27日	
蒸着装置	JEOL　JEE-4X	理学部から移管			昭和52年11月30日	
蒸着装置	JEOL　JEE-400	電子線マイクロナライザ備品			平成5年3月25日	平成14年度廃棄
電子スピン共鳴装置	BRUKER ELEXSYS E500	理工系教育高度化設備費	34,238,400		平成13年3月28日	
元素分析装置	パーキン・エルマー　2400 II CHNS-O	校　費	6,652,500		平成11年3月25日	
分子量測定装置	コロナ　114型	理学部から移管				
イオンクロマトグラフ	東ソー　8010	理学部から移管				
ＩＲスペクトロメータ	日本分光　A202	理学部から移管				
ＵＶ可視光分光計	日立　124型	理学部から移管				平成13年度廃棄
ＵＶ可視光分光計	島津　UV-260型	理学部から移管				平成13年度廃棄
原子吸光光度計	日立　AA-610	理学部から移管				平成13年度廃棄
走査型電子顕微鏡	JEOL	寄附受入	1,000,000	(評価額)	平成11年9月27日	
レーザー装置	NEC　SL115	理学部から移管	6,750,000		昭和52年10月31日	平成14年度廃棄
分光光度計	島津　QB-50	理学部から移管				平成14年度廃棄
ラマン分光光度計	JEOL　JRS-400D	理学部から移管	11,660,000		昭和58年3月18日	
ＥＷＳ・パソコン						
分光光度計	島津　UV-300					平成14年度廃棄
分子細胞情報解析システム	カール・ツァイス LSM510-1	施設整備費	10,815,000		平成11年3月25日	
液体クロマトグラフ質量分析装置	Waters 2690 Integrity Systems	科学研究費	8,431,500		平成10年9月10日	
誘電体損測定装置	Ando　TR-1C	理学部から移管				
誘電体測定装置	岩通　SS5802	理学部から移管				
ビードサンプラ装置	東京科学　TK-4100	学長裁量経費	3,874,500		平成12年12月5日	
ＬＣＲメータ	Ando　AG-4311	理学部から移管				
示差走査熱量計	Rigaku　DSC-8230B (TAS100)	理学部から移管				
クライオミニ冷凍機	イワタニプランティック D510/CW303	理学部から移管				

分析用電子天秤	メトラー　AE240	理学部から移管				
蛍光Ｘ線分析装置	JEOL　JSX-60S7	科学研究費			昭和57年 1月12日	平成８年度 佐賀大学に移管
蛍光Ｘ線分析装置	Rigaku　RIX-3000	科学研究費	24,853,900		平成10年 9月10日	
ビードサンプラ装置	東京科学　NT-2100A	蛍光X線装置備品				
電子天秤	ザルトリウス　AC-120S	蛍光X線装置備品				
全自動強力X線回折装置	Rigaku　RINT-2500V	校費	7,951,600		平成８年 11月27日	
ＦＰＬＣ	ファルマシア	理学部から移管	9,174,000		昭和63年 3月16日	
ＤＮＡシーケンサ	LI-COR　Model-400L	施設整備費	10,077,520		平成９年 1月23日	

資料３　機器運用責任者

平成14年度機器運用責任者

（機器運用責任者の任期は，原則としてセンター長の任期と連動している）.

101　Ｘ線解析室

　　単結晶自動Ｘ線回折装置　笠野裕修

　　動的構造解析装置　野崎浩二

　　オフセンター型極低温４軸回折装置　増山博行

102　核磁気共鳴測定室（NMR）　右田耕人

103　Ｘ線分析室Ｉ

　　電子線マイクロアナライザ　飯石一明

104　電子顕微鏡室

　　透過型電子顕微鏡　村上柳太郎

105　分光分析室Ｉ

　　誘導結合プラズマ発光分光分析装置　村上良子

106　試料作成準備室

201　分光分析室Ⅱ

　　電子スピン共鳴装置　右田耕人

202　分光分析室Ⅲ

　　走査型電子顕微鏡　村上良子

　　元素分析装置　石黒勝也

203　講習室

204　光測定室Ｉ　増山博行

205　データ処理室

301　細胞構造解析室

　　レーザ顕微鏡　岩尾康宏

302　光測定室２

　　高速液体クロマトグラフ質量分析計　村藤俊宏

304　電子計測室　増山博行

305　熱測定室

　　LCRメータ　増山博行

　　示差走査熱量計　増山博行

306　X 線分析室 II

　　蛍光 X 線分析装置　永尾隆志

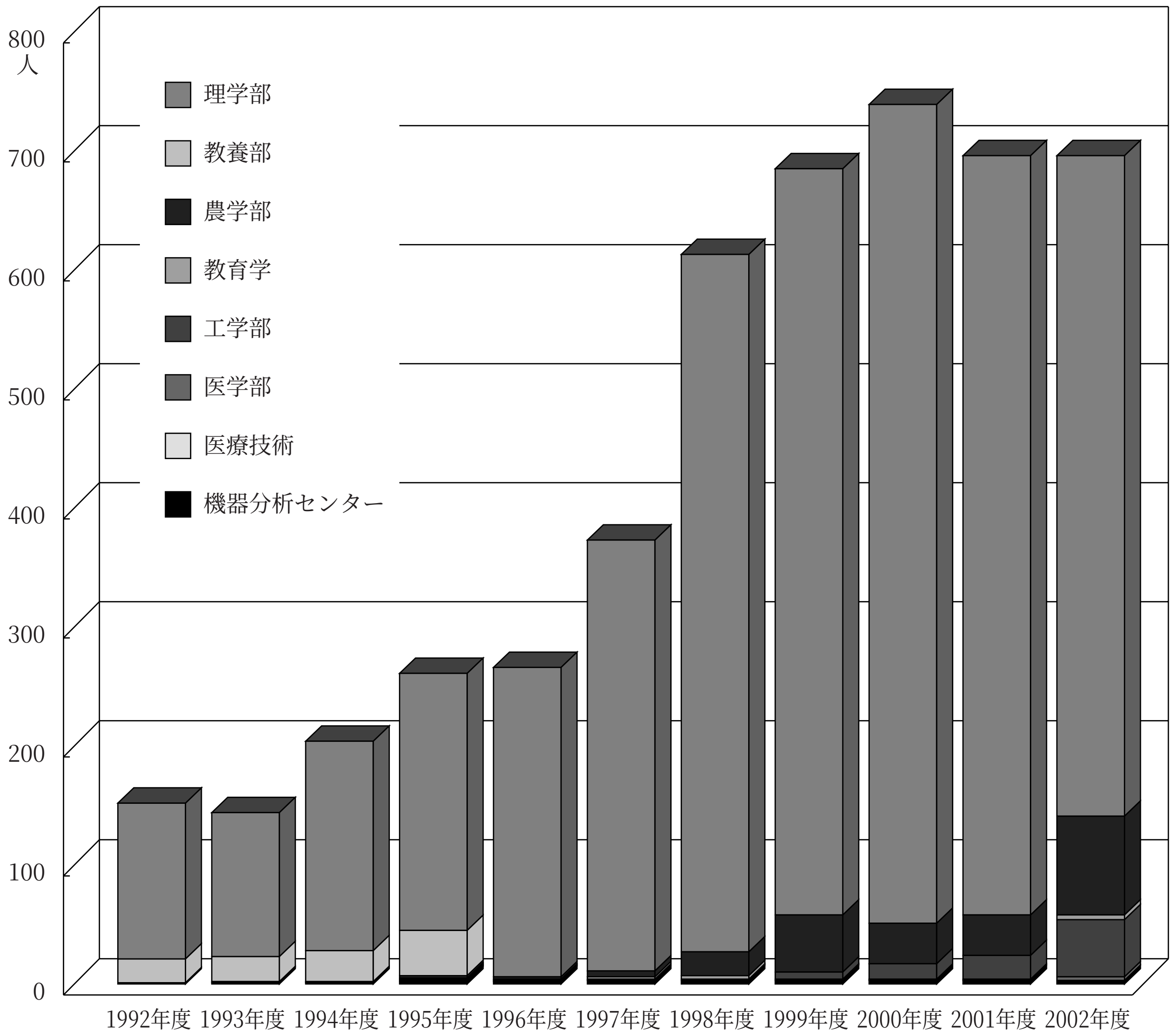
　　強力 X 線回折装置　飯石一明

307　微量成分分析室

　　ファルマシア FPLC　堀　　学

　　DNA シーケンサ　堀　　学

資料４　年度毎の利用登録者数



資料５　利用報告書の例

利用登録番号	：	306-01-03
利用登録装置名	：	永尾隆志
利用申請者	：	蛍光Ｘ線分析装置　Rigaku RIX-3000
所　属	：	山口大学　機器分析センター
Ｅ－ｍａｉｌ	：	tnagao@po.cc.yamaguchi-u.ac.jp
内線番号	：	5772
利用者	：	永尾隆志
研究課題	：	南部九州の新生代大規模安山岩マグマの成因
研究の概要	：	九州では，後期中新世～現在まで，島弧型マントルの下に，fertileな熱いアセノスフェアが存在した。fertileなアセノスフェアが部分融解するとプレート内アルカリ玄武岩～プレート内ソレアイトマグマが生成される。プレート内アルカリ玄武岩マグマと島弧型マントルが反応すると高Ｋ高Mg安山岩が生成される。マグマと島弧型マントルが反応しないか反応の程度が小さければプレート内玄武岩として噴出する。同じようにプレート内ソレアイトマグマと島弧型マントルが反応すると低Ｋ高Mg安山岩が生成される。反応しないか反応の程度が小さければプレート内ソレアイトとして噴出する。また，島弧ソレアイト類似の玄武岩は，島弧型マントルの一部を構成するかつてのマントルウエッジの破片が上昇する熱いアセノスフェアかマグマの熱によって融解されて生成されたと考えられる。さらに，背弧側に分布するアダカイト様岩石は，島弧型マントルの一部を構成するかつての海洋底が融解して生成されたものであろう。また，南部九州の1Maの中山玄武岩はプレート内アルカリ玄武岩であり，沈み込み帯のマグマ活動とは考えられない。ほぼ同じ時期に活動した玄武岩は，中山玄武岩から背弧側に向かって，島弧火山岩の特徴が強まる。また，最も背弧側の日笠山玄武岩と当時の火山フロントを形成していた吉野台玄武岩の化学的特徴は類似している。これらのことは，一般的な島弧横断方向の玄武岩の化学組成変化の特徴と異なっており，少なくとも中山玄武岩とそれより背弧側の玄武岩は，沈み込み帯のマグマティズムの枠組みとは異なったマグマプロセスを考えなければならない。
公表論文	：	○永尾隆志・長谷義隆（2002），南部九州に分布する玄武岩の島弧横断方向の化学組成変化．山口大学機器分析センター報告，10，21-27. ○永尾隆志・高島　勲・角縁　進・木村純一（2001）阿武単成火山群の熱ルミネッセンス年代．日本火山学会講演予稿集　2001年度　秋季大会，p.75. ○永尾隆志・角縁　進・田島俊彦・藤林紀枝・長谷義隆（2001）2001）天草下島，島原半島南部の島弧玄武岩とプレート内玄武岩．日本火山学会講演予稿集　2001年度　秋季大会，p.104.
卒業論文	：	
修士論文	：	
その他発表	：	

資料６　2002年度研究テーマ一覧

単結晶自動回折装置
　長鎖分子・高分子の固体構造形成
　誘電体・強弾性体の構造相転移
　地球内外物質の構造解析
　構造相転移のＸ線的研究
　強誘電体および関連物質の構造相転移

動的構造解析装置
　長鎖分子・高分子の固体構造形成
　誘電体・強弾性体の構造相転移
　無機層状化合物の反応特性
　構造相転移のＸ線的研究
　強誘電体および関連物質の構造相転移

オフセンター極低温４軸回折装置
　誘電体・強弾性体の構造相転移
　衝突性物質の構造解析
　構造相転移のＸ線的研究
　強誘電体および関連物質の構造相転移
　単結晶のＸ線結晶構造解析
　遷移金属錯体の構造と電子状態
　構造相転移のＸ線的研究
　強誘電体および関連物質の構造相転移

生体高分子構造解析装置
　縮合複素環の合成研究
　タンパク質および金属ペプチド錯体の構造と電子状態
　薬物及び核酸?薬物複合体の水溶液中における立体構造
　遷移金属錯体の構造と電子状態
　生理活性物質の合成的研究
　金属イオンの高感度分析法の開発
　有機化合物の構造解析

電子線マイクロアナライザ
　鉱石及び鉱石母岩の組成と生成条件に関する研究
　鉱物の生成条件とその組成・組織及び相互関係
　Ｃ型慢性肝炎患者肝組織の鉄含量の測定および分布の検討
　西南日本の変動地帯に関する地質学的・岩石学的研究
　惑星地球物質のキャラクタリゼーションの研究
　鉱物相平衡を用いた大陸地殻の熱史の解析

九州の新生代安山岩マグマの成因
マントルメタソマティズムの解明
下部地殻～上部マントルの岩石構成
火成岩中の微量元素の分析

透過型電子顕微鏡
下垂体の超微形態学的研究
地球惑星物質の構造・組織の研究
酵母ミトコンドリア封入体および核様体の微細構造に関する研究
ツパイ目の胎盤に関する微細構造

誘導結合プラズマ発光分光分析装置
金属イオンの高感度分析法の開発
ミニ豚体液成分に関する研究
岩石中の希土類元素の分析法の確立
九州の新生代安山岩マグマの成因
マントルメタソマティズムの解明

走査型電子顕微鏡
無機層状化合物の反応特性
各種風化土の諸化学的性質について

分子細胞情報解析システム
酵母ミトコンドリア封入体および核様体の微細構造に関する研究
昆虫左右脳葉間の相互作用
両生類の卵と精子の構造と機能解析
細胞骨格分子の動的構築構造
キチン認識レセプターの同定
細胞内共生成立機構の研究

液体クロマトグラフ質量分析装置
核酸結合性薬物の合成
有機化合物の質量分析

誘電体損測定装置強
誘電体および関連物質の構造相転移
構造相転移の誘電的研究

ＬＣＲメータ
強誘電体および関連物質の構造相転移強誘電体のＤ－Ｅループの観測

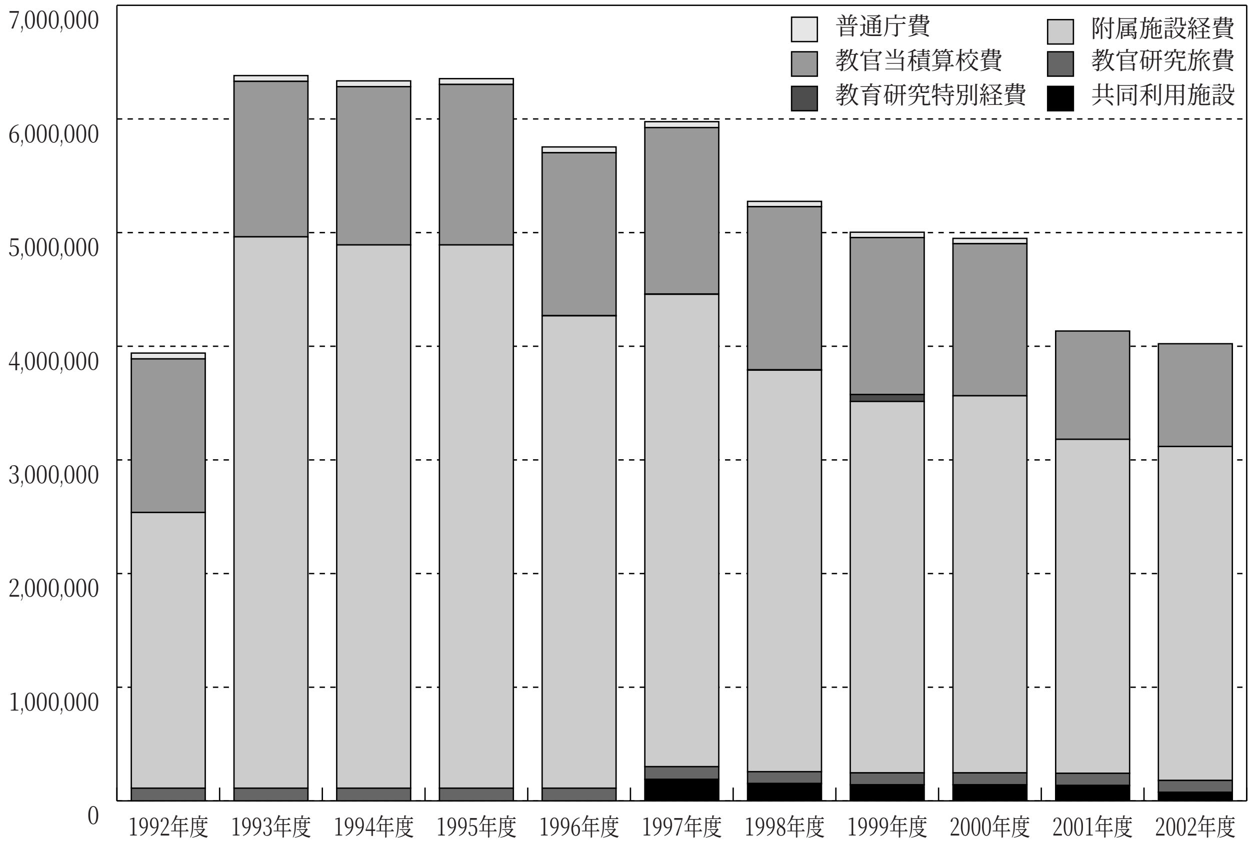
蛍光Ｘ線分析装置
金鉱床形成に関した火山岩の岩石学的研究
白亜紀から第三紀火成岩類の岩石学的研究
九州の新生代安山岩マグマの成因
マントルメタソマティズムの解明
全岩化学分析による大陸地殻構成岩の分類学的研究
地球惑星物質の構造組成の研究
無機層状化合物の反応特性
西南日本の変動地帯に関する地質学的・岩石学的研究
各種風化土の諸化学的性質について

全自動強力Ｘ線回折装置
石英結晶のＸ線回折分析
ＸＲＤによる鉱物同定の教育（実験）
鉱物の成長と分解の研究
希土類化合物の結晶構造と磁性
粘土鉱物の同定とその生成条件
造岩鉱物の構造解析
強誘電体および関連物質の構造相転移
誘電体粉末試料の評価
地球惑星物質の構造の研究
無機層状化合物の反応特性
各種風化土の諸化学的性質について誘電体・強弾性体の構造相転移
鉱物の生成条件とその組成・組織及び相互関係
鉱石及び鉱石母岩の組成と生成条件に関する研究
イライト結晶度を用いたジュラ紀付加体の古地温構造

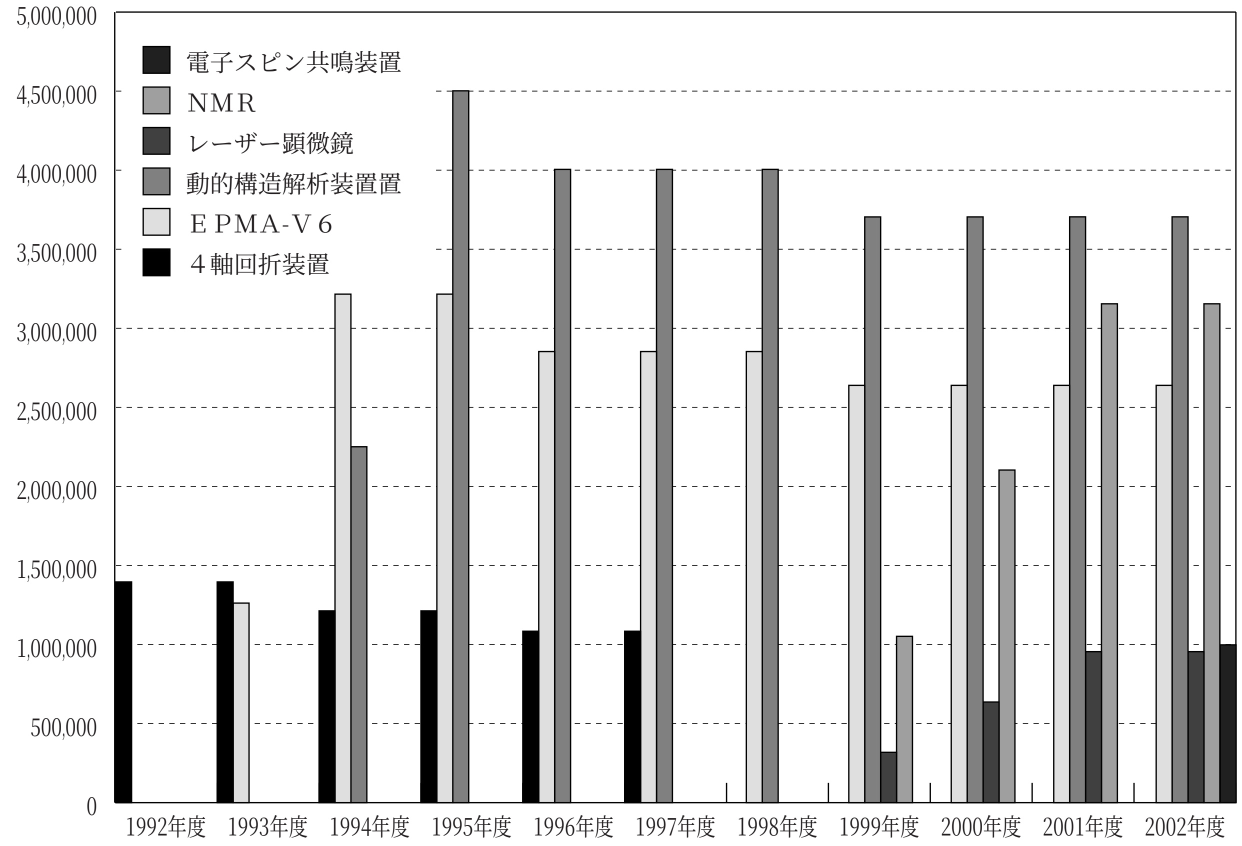
DNA シーケンサ
酵母ミトコンドリア封入体および核様体の微細構造に関する研究
両生類の遺伝子解析
キチナーゼ・β-1.3-グルカナーゼ遺伝子解析
ゾウリムシの遺伝子解析
ゾウリムシと共生細菌ホロスポラの相互作用に関する研究

生体成分分離分析装置
酵母ミトコンドリア封入体および核様体の微細構造に関する研究
繊毛虫に対する抗体の精製

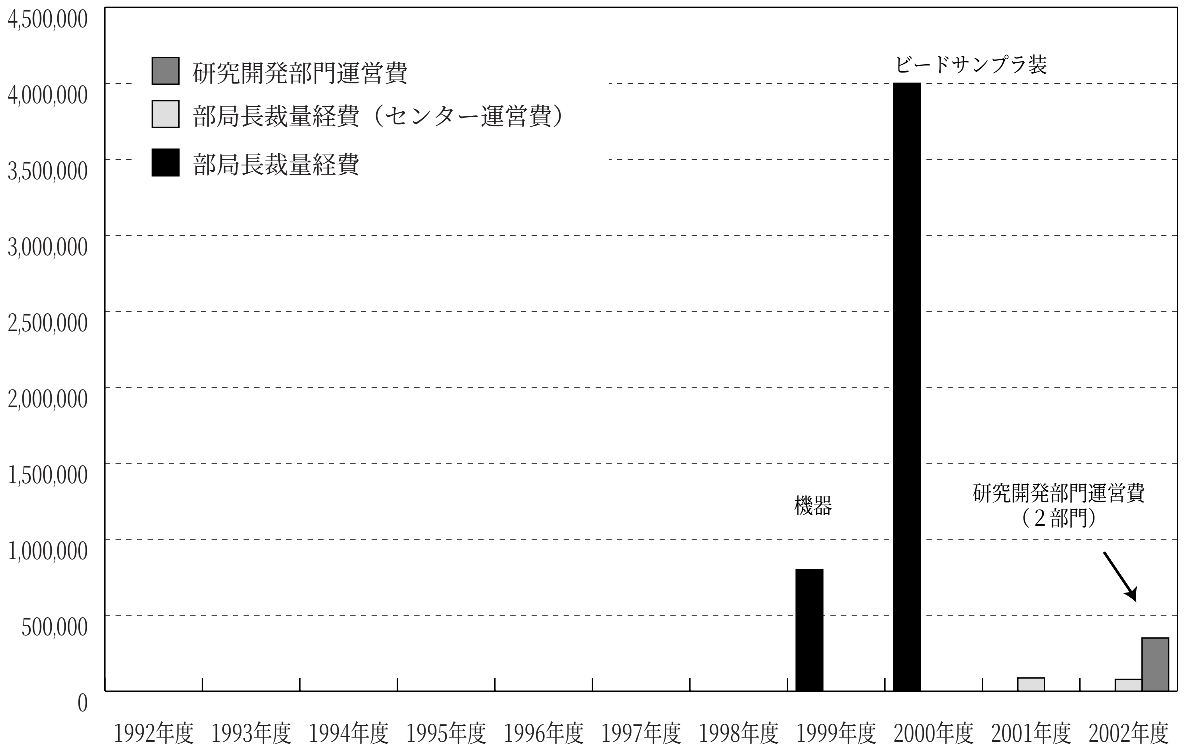
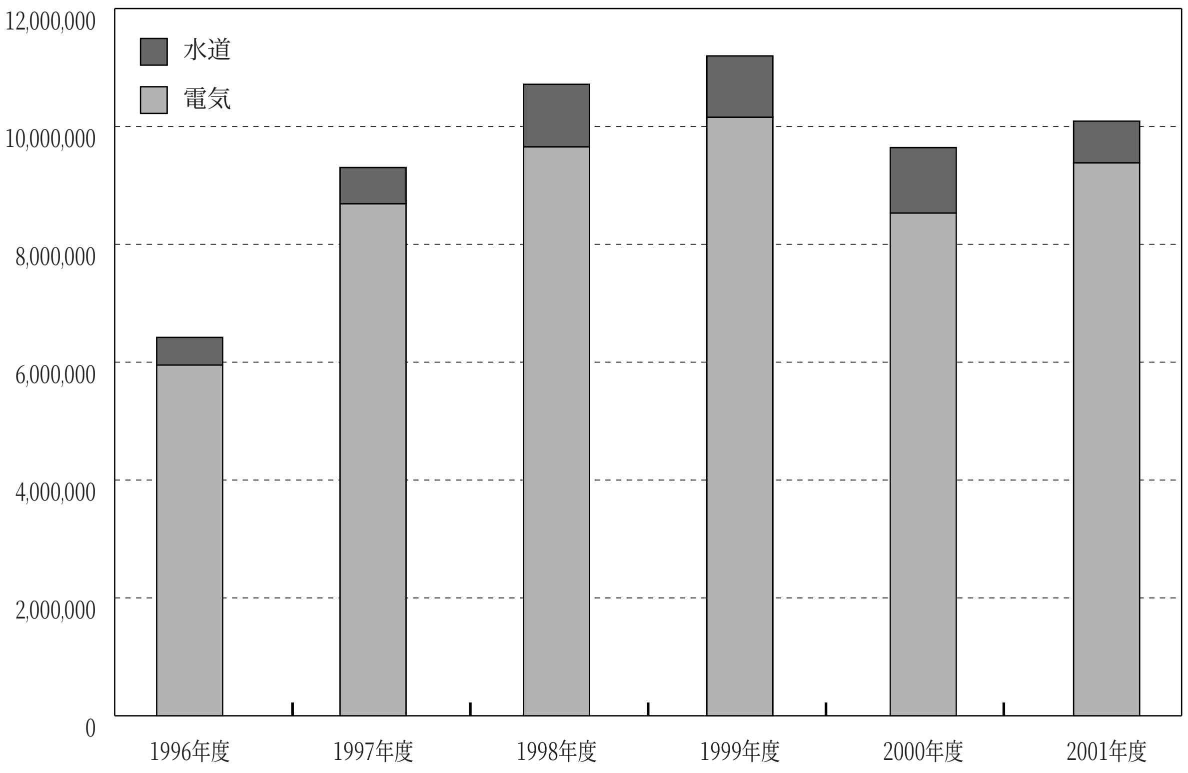
資料７　機器分析センター予算推移



資料８　機器分析センター特殊装置維持費推移



資料９　機器分析センターその他の予算推移



資料10　機器分析センター光熱水料推移