

九州大学中央分析センター

33

センター
ニュース

平成 3 年 6 月

目 次

分析機器解説シリーズ(32)	1
リニアフォトダイオードアレイ測光システムを用いた 光学的物性計測	
平成2・3年度センター委員	8
中央分析センター(筑紫地区)装置利用状況	12
中央分析センター工学分室装置利用状況	13
お 知 ら せ	14
1. 誘導結合プラズマ質量分析装置の利用について	
2. 新規登録装置について	

リニアフォトダイオードアレイ測光システムを用いた
光学的物性計測

工学部 原 一広、金谷晴一、岡部弘高、松重和美

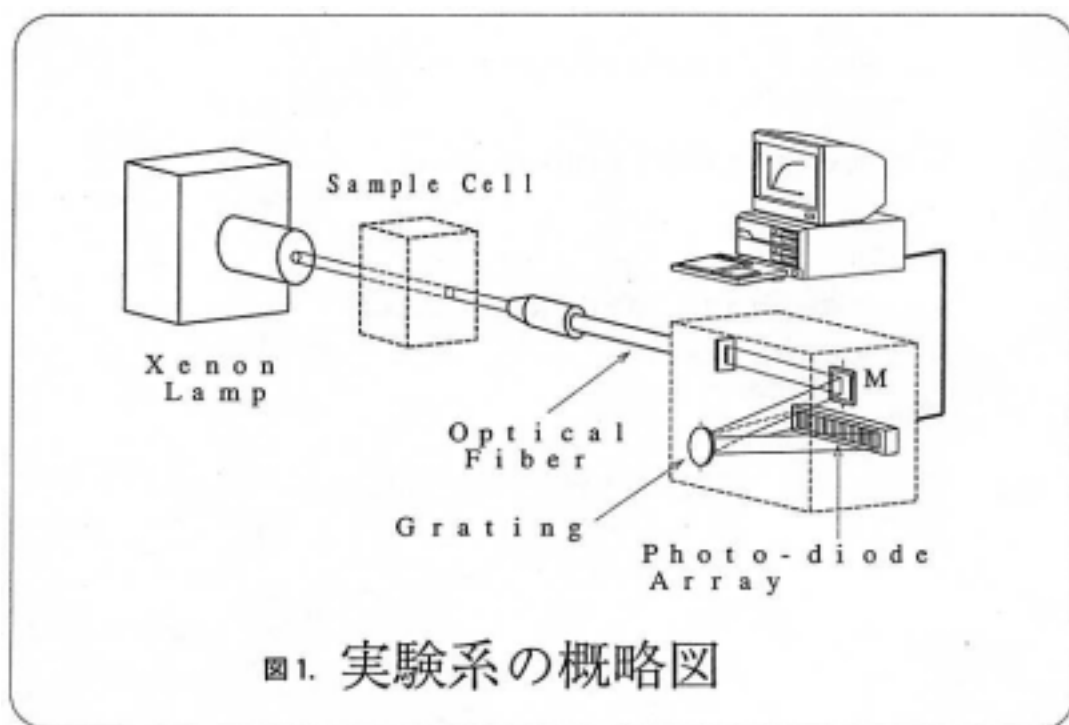
1. はじめに

近年の分光計測の対象は、微弱光の検出や時間分解計測を必要とするものが多く、これまでの様な分光素子の機械的駆動による分光計測では、測定時間・強度等の点で不十分な場合が生じてきている。このような状況から当研究室では、リニアフォトダイオードアレイを利用した瞬間マルチ測光システム(大塚電子 Photal MCPD-1000)を用い、有機物や生体・高分子物質における圧力変化に伴う光学スペクトル変化の迅速測定を行ない、興味ある結果を得てきている。この小論では、その幾つかを紹介する。

2. 実験について

2-0 実験系および実験の概略

まずはじめに、我々が用いている実験系について説明を行なう。図1に、実験系の概略を示す。白色光源として、キセノンランプを用いている。ランプハウスから放出された平行ビーム



は、サンプルセルに照射される。サンプルセルは、実験の種類に応じて、温度可変セルや高圧セルを使用している。サンプルセルからの透過光は、付属のオプティカルファイバーを通して分光器に導かれる。分光器は、グレーティングとリニアフォトダイオードアレイから構成されており、透過光のスペクトルは、リニアフォトダイオードアレイの各チャンネルの強度として出力される。分光器からの出力は、パーソナルコンピュータに入力され、モニタへのスペクトルの出力やデータの保存・演算等の処理が行われる。

光源からの入射光は、サンプルセル中でそれぞれ試料の特性・状態に応じて吸収や散乱を受けるので、透過光強度の減少を伴う。この吸収や散乱は、各々の機構により特徴的な波長依存性を持っているので、透過光強度スペクトルの観測から、これらの諸性質やその変化を明かにすることが出来る。前にも述べたように、リニアフォトダイオードアレイを用いた分光システムでは、全波長領域を短時間観測できるので、試料のこれらの性質の経時変化の観測に有効である。また、機械的な駆動部分がないために再現性にも優れており、データを直接パーソナルコンピュータに入力するために、スペクトルデータ間の演算処理等も容易に行う事が出来、特徴の抽出にも有効である。

以下の節では、これまでのシステムを用いて行ってきた研究の概略の紹介を行なう。

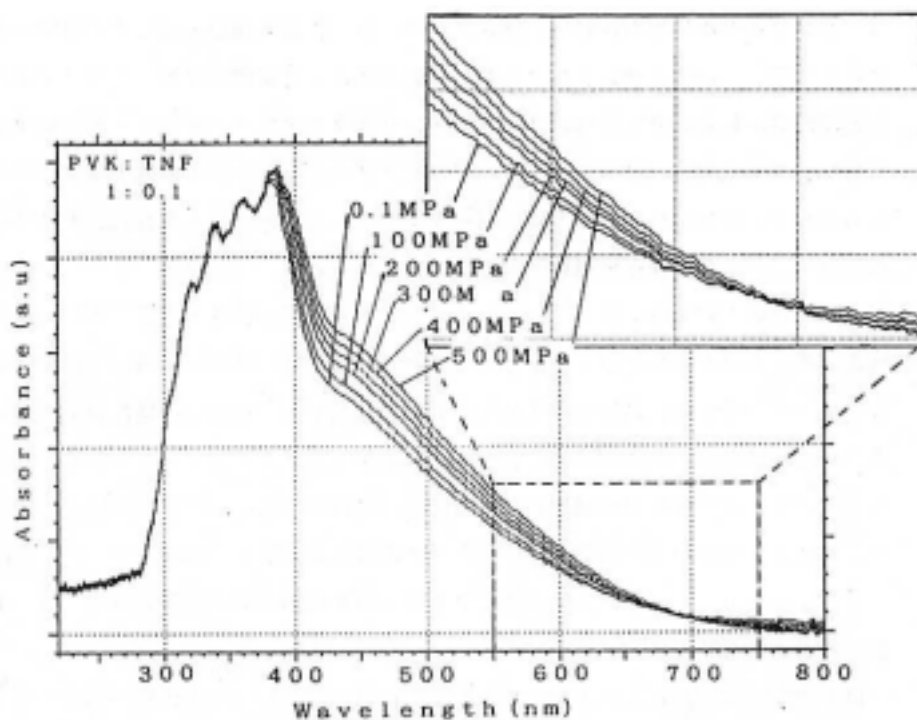
2-1 高圧下における電荷移動錯体 P V K - T N F の可視光吸収スペクトル変化¹⁾

光導電性高分子(P V K)に電子受容体(T N F)をドープすると、電荷移動(C T)錯体の形成による可視光域での吸収スペクトルの増加、およびT N Fのドープ量増加に伴う光学バンドギャップのレッドシフト化が起こることが知られている。当研究室では、試料中の自由体積の減少(電子軌道の重なり)の増大)とバンドギャップとの相関を調べるために、C T錯体について500MPaまでの光吸収スペクトルの圧力変化を観測している。図2に、P V K - T N Fのモル比が1 : 0.1の場合の試料の加圧に伴う吸収スペクトルの変化の様子を示す。得られたスペクトルの変化の特徴を明らかにするために、図3では、同じ試料について得られたスペクトルを0.1MPaの時をベースにした吸光度の増分としてプロットしている。この図から、圧力の増加とともに380nm付近に鋭いピーク、および少し長波長側のショルダーの出現、更には、その強度の増大がわかる。この変化は、T N Fの分率の高いものはど著しく、この波長領域のスペクトルは、C T錯体の助起に深く関わっていると考えられる。こうした光吸収スペクトルの圧力変化を詳細に調べることにより、光導電機構の解明の糸口が得られると期待される。

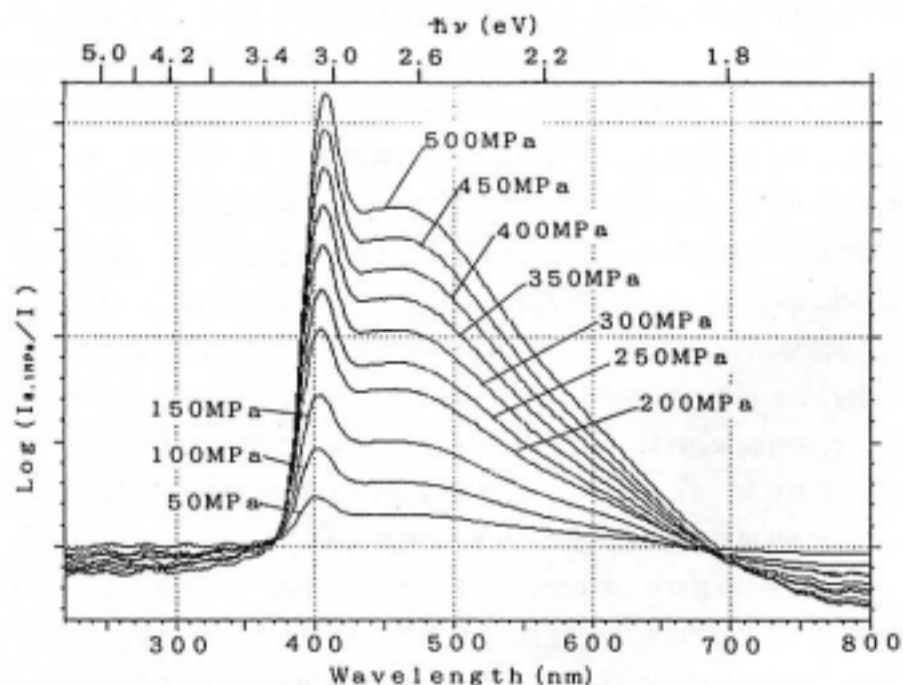
2-2 ゲル化過程における濁度スペクトルの経時変化²⁾

前節では光の吸収特性の変化に関する研究例について述べた。本節では、もう1つの透過光強度の減少の原因である(主に)散乱特性による透過光強度スペクトルの変化について述べる。

近年、食品加工の領域においては、加圧処理による加工法が注目を集めている。この方法によれば、ビタミン等の熱によって分解しやすい成分を損なうことなしに、または生の風味を残したまま加工が可能となる。この処理方法は、特に蛋白質食品について注目されているが、処



2. Photo-absorbance spectra of PVK-TNF film (1:0.1 molar ratio) at different pressures.



3. The increase in Photo-absorbance spectra of PVK-TNF film (1:0.1 molar ratio) by the application of pressure.

理に最適な条件・方法を明らかにするためには、蛋白質の加熱・加圧時におけるゲル化の機構を明らかにする必要がある。当研究室では、これまで筋肉蛋白質の主成分であるアクトミオシン(ミオシンB)について、加熱・加圧時のゲル化機構の解明を目指して、その環境依存性や加工時における物性の経時変化についての研究を行っている。

図4に温度ジャンプに伴うアクトミオシンの濁度()VS.透過光波長()の log-log プロットの時間変化を示す。各時間において $\ln(d)$ VS. $\ln(\tau)$ の直線的な振る舞いが見られ(d:試料長)、その勾配が時間の経過とともに変化している事が分かる。これは、ゲル化の進行とともにアクトミオシンの集合体のサイズが増大し、光の散乱効率が変化していることに起因するものと思われる。図5に、図4で見られた直線の勾配の時間変化を示す。温度ジャンプ直後は、傾きの時間変化の割合が大きく、その後変化が小さくなっている事が分かる。現在、最も簡単な散乱機構により解析を行っているが、これらの実験結果からゲル化の動的な機構に迫れるものと思われる。

最後に、(現在まだ予備実験の段階であるが)図6に、圧力ジャンプに伴うアクトミオシンのゲル化過程における濁度スペクトルの log-log プロットの勾配の時間変化を示す。圧力の印加直後は、(温度ジャンプの時と同時に)勾配が、急激に増加して行くが、その後、ある幅で上昇下降を繰り返す。実験後、試料を取り出してみると全体で均一にゲル化しておらず、ゲルの小塊が複数個得られた。これらの結果については、現在検討中である。印加圧力の大きさにも起因するものと思われるが、今後様々な条件下で実験を行う必要があると思われる。

図4. 各時間における τ と λ の log-log プロット

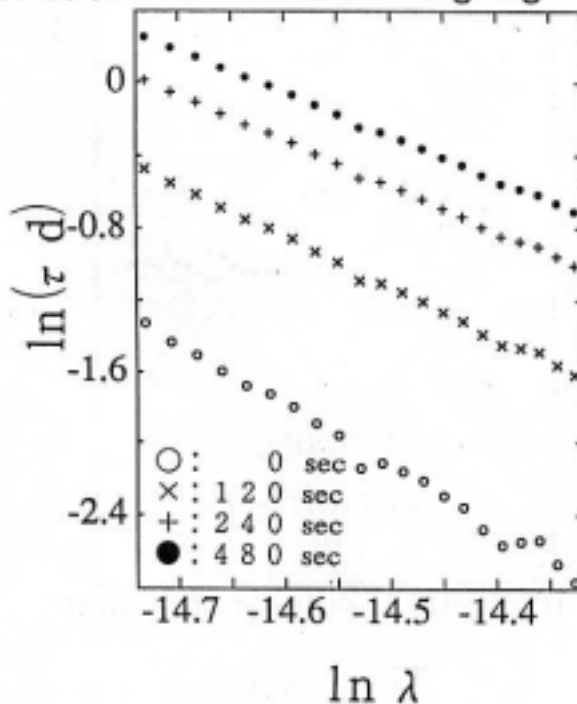


図5. 波長指数の時間変化

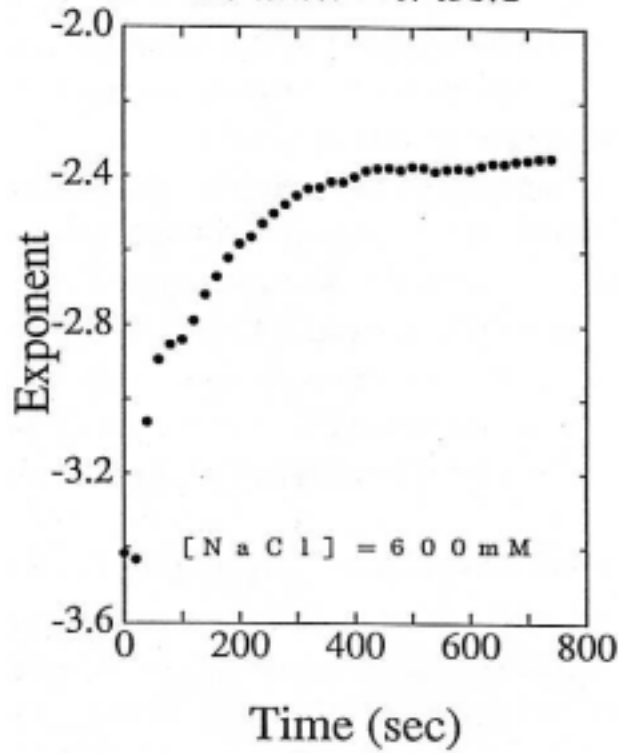
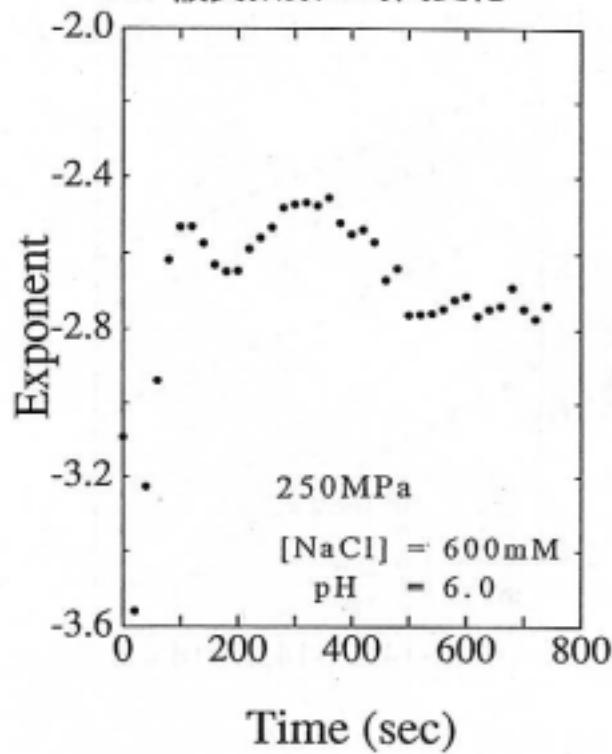


図6. 波長指数の時間変化



3 . 終わりに

当研究室におけるリニアフォトダイオードアレイを用いた分光システムを用いた研究の概略について述べて来た。これらの研究に対して、ご助言やコメント等をいただければ幸いである。ここで紹介した以外にも、この分光システムには、フラッシュランプの分光測定、反射干渉を利用した膜厚測定、顕微分光分析、物体色・色差測定等のさまざまな利用法があると思われる。測定等でお役に立ることがある場合には、気軽にご連絡いただきたい。

なお、2 - 2 のアクトミオシンのゲル化過程についての研究は、農学部畜産学科の西牟田聡氏、六事三治男氏、深沢利行教授との共同研究である事を申し添えておく。

References

1. N . Okada and K Matsushige : Rept . Prog . Polym . Phys . Jpn . 33 (1990) 473 .
2. H. Kanaya , K Hara , H . Okabe , K Matsushige , S Nishimuta , M . Muguruma and T . Fukazawa : Rept . Prog . Polym . Phys . Jpn . 34 (1991)
(to be published).

平成2・3年度センター委員

九州大学中央分析センター委員会委員
(平成2・3年度)

委 員	セ ン タ ー 長 機能物質科学研究所	教 授	小 林 宏
	工 学 部 長	〃	原 田 耕 介
	大学院総合理工学研究科長	〃	斎 藤 省 吾
	理 学 部	〃	岡 崎 篤
	理 学 部	〃	香 月 勗
	工 学 部	〃	加 藤 昭 夫
	工 学 部	〃	林 安 徳
	農 学 部	〃	箴 島 豊
	農 学 部	〃	江 藤 守 総
	医 学 部	〃	関 口 睦 夫
	歯 学 部	〃	太 田 道 雄
	薬 学 部	〃	古 森 徹 哉
	教 養 部	〃	井 手 悌
	大学院総合理工学研究科	〃	吉 永 日出男
	応用力学研究所	〃	吉 田 直 亮
	機能物質科学研究所	〃	金 政 修 司
	工 学 分 室 長	〃	梶 山 千 里

九州大学中央分析センター運営委員会委員
(平成2・3年度)

委員長	センター長	教授	小林	宏
委員	工学分室長	"	梶山	千里
	理学部	"	香月	勗
	薬学部	"	古森	徹哉
	工学部	"	高木	誠
	農学部	"	箴島	豊
	大学院総合理工学研究科	"	沖	憲典
	歯学部	"	松家	茂樹
	機能物質科学研究所	"	金政	修司
	中央分析センター	助教授	坂下	寛文

九州大学中央分析センター幹事

幹事長	センター長	教授	小林	宏
幹事	工学部	"	高木	誠
	理学部	"	岡崎	篤
幹事	大学院総合理工学研究科	"	荒井	弘通
	機能物質科学研究所	助教授	森	章
	中央分析センター	"	坂下	寛文

九州大学中央分析センター工学分室委員会委員

(平成2・3年度)

委員長	分室長	教授	梶山千里
工学部委員	(土木系)	助教授	神野健二
	(建)	教授	松藤泰典
	(電気系)	助教授	円福敬二
	(機械系)	教授	山本雄二
	(化機)	助教授	川上幸衛
	(応科)	教授	梶山千里
	(資源)	助教授	井澤英二
	(材工)	教授	福島久哲
	(鉄冶)	教授	林安德
	(造・航)	助教授	宇田暢秀
	(応原)	教授	杉崎昌和
	(応理)	教授	高見沢 徹一郎
理学部委員	地質学	教授	青木義和
	生物学	助教授	太和田勝久
農学部委員	農芸化学	教授	江藤守総
	食料化学工学	教授	箴島 豊
中央分析センター運営委員会工学部委員		教授	高木 誠

九州大学中央分析センター工学分室幹事

(平成2・3年度)

幹事長	分室長	教授	梶山千里
(応)	(科)	教授	加藤昭夫
(工)	(分)	助教授	今坂 籐太郎
(応)	(科)	教授	松尾 拓
(応)	(科)	教授	新海 征治
(材)	(工)	教授	林 安德

中央分析センター幹事

(応)	(科)	教授	高木 誠
-----	-----	----	------

中央分析センター（筑紫地区）装置利用状況

（平成2年1月～12月）

No.	セ ン タ ー 機 器 名	件 数	時 間
1	エスカ・オージェ表面分析装置	43	87
2	蛍光線分析装置	90	110
3	Weissenberg カメラ	6	2日間
4	4軸型自動X線回折計	5	65日間
5	島津X線回折計	10	27
6	集中法粉末X線回折計	183	1,044
7	示差走査熱量計	1	4
8	セイコー熱分析装置	255	377
9	雰囲気中液体急冷装置	32	88
10	高周波2極スパッタ装置	80	1,096
11	ラバープレス	99	109
12	真空蒸着装置	59	146
13	超高压物性測定装置	28	36
14	超伝導核磁気共鳴装置	43	452
15	ラウエカメラ	2	4

No.	登 録 機 器 名	件 数	時 間
1	多核種用FT型NMR	11	10
2	GSX-270H-FTNMR	1	1

中央分析センター工学分室利用状況

(平成2年1～12月)

装 置 名	管 理	件 数	時 間
超伝導核磁気共鳴吸収装置	センター	1,122	1,836
X線回折計	センター	309	650
走査型電子顕微鏡	センター	484	1,253
フーリエ変換赤外分光光度計	センター	330	292
表面張力測定装置	センター	44	518
高速液体クロマトグラフ	センター	135	193
熱天秤	センター	54	133
インピーダンス測定装置	センター	92	419
示差熱分析装置	センター	26	70
マイクロフォトメーター	センター	206	125
画像解析処理装置	センター	7	17
金属中水素分析装置	センター	125	121
原子吸光分光装置	センター	37	15
イオンコーティング装置	センター	310	118
金属顕微鏡	センター	11	22
ガラスキャピラリー作成装置	センター	1	1
シンクログラフ	合・4	221	55
核磁気共鳴吸収装置	応・4	3,907	325
精密天秤	応・4	340	45
ガスクロマトグラフ質量分析計	応・4	419	227
レーザーラマン分光光度計	合・1	62	198
核磁気共鳴吸収装置	合・5	2,908	929
直読式自動旋光計	合・5	2	2
核磁気共鳴吸収装置	工分	198	338
分光けい光光度計	工分	690	1,600
発光分析装置	材工・2	25	66
走査型電子顕微鏡	応・1	484	1,253
イオンコーティング装置	応・1	310	118
示差走査熱量計	応・2	315	870
透過型電子顕微鏡	応・2	159	866
円二色分散計	電子・4	177	429
光透過式粒度分布測定装置	応・3	193	212
表面積測定装置	応・3	23	33

お 知 ら せ

1. 誘導結合プラズマ質量分析装置の利利用について（中央分析センター工学分室）

当分は溶液導入に限定する。

(1) 利用者

- ・通常の測定(溶液導入)については、各学部・学科の講習会を受けた者の指導のもとで利用することを原則とする。但し、2回目以降はこの限りではない。
- ・付属装置による導入、特にレーザーアブレーション導入装置の使用については、同装置の講習会を受ける等の条件付きで登録した者に制限する。

(2) 利用料金

A (依頼測定): 8,000 円

B (利用者): 4,000 円 (いずれも1件又は1時間当り)

データ処理 : 1,000 円/時間

但し、以上は暫定料金とし、利用状況等により変更し得る。

(3) 利用時間

- ・利用時間は原則として午後5時迄とし、それ以降使用する場合は「時間外在室届」をセンターに提出する。

(4) 測定上の諸注意

試料の前処理

- ・試料の前処理は各研究室において行う。
- ・試料処理の酸はできるだけ硝酸を用いる。リン酸・硫酸は好ましくない。
- ・試料は完全に溶解する。粒子として残存するとネブライザが詰まる。
- ・試料中の塩濃度あるいはマトリックス濃度は0.1%以下になるようにする。濃度が高いとトーチやインターフェイスが詰まる原因となる。
- ・未知試料は1000倍以上に希釈して測定に供す。
ネブライザ、インターフェイス等が詰まると、分解・洗浄しなければならず、測定を長時間中断する必要がある。

測定一般

- ・貴金属元素(Pt, Au, Ag, etc)等メモリーしやすい元素を含む試料を測定した後は、酸(一般的には希硝酸)を流して次サンプル測定に支障がないことを確認する。
- ・カウント数は 10^6 cps(counts/sec)以下となるようにする(濃度的には100ppb以下位)。それ以上になると検出器が飽和してしまい、正しいカウント数が得られない恐れがあり、また検出器の寿命を短くする。

- ・廃液は各自で持ち帰り、処理する（廃液びんを用意すること）
U、Th の使用
- ・国際規制物資である U、Th の使用は RI 取扱者に限る。また、使用する際は、センターに届出ること。

2. 新規登録装置について

- (1) 装置名 : 超高分解能走査形電子顕微鏡
- (2) 形式 : (株)日立製作所 S - 900 形
- (3) 管理講座 : 応用物質化学科 機能物質工学
- (4) 装置管理者 : 諸岡成治
- (5) 装置責任者 : 諸岡成治
- (6) 担当オペレーター : 前田英明 (内線 5606)
- (7) 利用料金 : 20,000 円 / 1 試料
但し、依頼者は通常の SEM で撮影した写実を添付し、S - 900 で観察しなければならない理由を書く。導電膜のコーティング等の試料調製は依頼者が行なう。
- (8) 装置の性能 : 二次電子分解能 7
倍率 × 250 ~ 800,000 (高倍率モード)
× 100 ~ 500 (低倍率モード)
加速電圧 1 ~ 5kV (100V ステップ)
6 ~ 30kV (1kV ステップ)
試料サイズ 9,5mm × 5mm × 2.4mmh (標準ホルダ)
20mm × 6mm × 2.4mmh (大型ホルダ)
- (9) 付属装置 : 白金スパッタリング装置
画像処理装置

利用等についての詳細は直接管理講座に問い合わせ下さい。