

- 測定, 日本化学会第82秋季年会講演要旨集, 232 (2002).
- 3) SIMS および LA-ICP-MS による環境試料中の鉛同位体比測定, 日本化学会第81春季年会講演要旨集, 358 (2002).
- 4) ICP-MS および SIMS による環境試料中の鉛同位体比測定, 日本分析化学会第50年会講演要旨集, 115 (2001).
- 5) 環境試料中の鉛同位体比測定, 日本化学会第80秋季年会講演要旨集, 39 (2001).
- 6) 今泉幸子, 中澤綾子, 蟻川芳子: 二次イオン質量分析による鉛同位体 (^{206}Pb , ^{207}Pb , ^{208}Pb) 組成の測定法の開発 (II), 日本女子大学紀要理学部 9, 35-39 (2001).
- 7) 今泉幸子, 蟻川芳子: SIMS による環境試料中の鉛同位体比測定, 第2回分析化学東京シンポジウム講演要旨集, 98 (1998).
- 8) Imaizumi Y and Arikawa Y: Measurement of Lead in Environmental Samples by Means of SIMS, *Proc. Int. Trace Analysis Symo.* '98, 89-90 (1998).
- 9) 今泉幸子, 中川京子, 蟻川芳子: SIMS による環境鉛の同位体比測定 IV, 日本化学会第74春季年会講演要旨集, 557 (1998).
- 10) 今泉幸子, 蟻川芳子: SIMS による環境試料中の鉛同位体比測定 II, 日本分析化学会第46年会講演要旨集, 229 (1997).
- 11) 今泉幸子, 蟻川芳子: SIMS による環境鉛の同位体比測定 III, 日本化学会第73秋季年会講演要旨集, 222 (1997).
- 12) 今泉幸子, 金垣由美, 蟻川芳子: SIMS による環境鉛の同位体比測定 II, 日本化学会第72春季年会講演要旨集, 521 (1997).
- 13) 今泉幸子, 中澤綾子, 福田美絵, 蟻川芳子: SIMS による環境鉛の同位体比測定, 日本化学会第70春季年会講演要旨集, 449 (1996).
- 14) 今泉幸子, 中澤綾子, 蟻川芳子: SIMS による環境試料中の鉛同位体比測定, 日本分析化学会第44年会講演要旨集, 266 (1995).
- 15) 今泉幸子, 中澤綾子, 蟻川芳子: 二次イオン質量分析による鉛同位体 (^{206}Pb , ^{207}Pb , ^{208}Pb) 組成の測定法の開発, 日本女子大学紀要理学部 (1995).
- 16) Arikawa Y and Imaizumi Y: Discrimination of Sulfur Source in Environmental Samples by Means of Isotopic Measurement, *J. Jpn. Women's Univ. Fac. Science* 2 35-38 (1994).
- 17) Arikawa Y, Imaizumi Y et al.: The SIMS Measurement of Sulfur Isotopic Composition in Environmental Samples, *Secondary Ion Mass Spectrometry SIMS IX*, 957 (1994).
- 18) Arikawa Y and Imaizumi Y: Studies on the Discrimination of the Source of Sulfur and its Cycle in the Environment by Means of the Isotopic Measurements, *Man-Environment System Research Rep* GO 83-N10B 73-76 (1993).

mination of the Source of Sulfur and its Cycle in the Environment by Means of the Isotopic Measurements, *Man-Environment System Research Rep* GO 83-N10B 73-76 (1993).

X 線回折実験関連施設

運営委員長 数物科学科 高橋 雅江

本施設は高輝度形強力 X 線回折装置を含んだ数種の X 線回折装置から構成されており, それぞれの装置の特長を活かして, 主として有機物・無機物の構造解析を目的とした教育・研究活動に利用されている。

1. 施設の内容

(1) 高輝度形強力 X 線回折装置

装置名	RINT1500
設置年月	平成4年3月
設置場所	泉山館1階 X線室I

(2) その他

X 線微細構造測定装置
ディフラクトメーター
マイクロディフラクトゴニオメーター
ラウエカメラ
を登録した X 線発生装置 (4 台)

2. 各装置の概要

- (1) 本装置は回転対陰極式であるため, X 線最大出力 18 kW という高性能が確保され, これによって従来の封入管形の装置と比較して測定時間が大幅に短縮でき, S/N 比も著しく向上した。左右 2 方向からの X 線照射が可能で, 現在は一方に小角を, もう一方に広角のシステムを登録し, 目的に応じて双方システムの使い分けを行っている。

小角は PSPC リニアカウンタを登録しており, これを用い長時間の積算をすることにより, 散乱強度の低い溶液や薄膜等の測定が解析可能である。また光学系を Klatky 化したことにより, よりダイレクトビームに近い小角側の情報も得られるようになった。

一方広角は WS による完全制御によって, X 線作業に不慣れな研究者でも容易に測定することが可能である。広角測定用には標準の試料台の他に繊維試料測定用試料台・温度可変装置等のオプションが用意されており, 研究の巾を大いに広げている。

本装置によって得られる結果は, 高分子の高次構造の決定や, 系のマクロな構造の解析の大きな手がかり

となるもので、他の装置によって得られる結果と共に主に研究活動に利用されている。

- (2) その他にあげた装置は、封入管式のためX線出力は(1)と比較すると著しく低いが、微細構造の解析や、配向した試料の測定、単結晶のラウエパターンの撮影等、特殊な実験には有効な装置である。露光時間を十分に確保することにより、教育・研究活動に利用可能である。

3. 本装置による研究活動

- (1) 本装置によって得られる結果は、高分子の高次構造の決定や、系のマクロな構造の解析の大きな手がかかりとなるもので、他の装置によって得られる結果と共に主に研究活動に利用されている。

① 多糖類の微細構造の解析

本装置を用いてセルロース等を中心とした多糖類の構造解析を行っている。セルロースは $C_6H_{10}O_5$ という分子式以外の詳細な高次構造については様々な説が提唱されているが、決定には至っていない。こうした高次構造の解明につながる基礎的データを集積中である。セルロースはIからIVまでの4つの結晶系を持っており、それぞれ、出発原料に関わらず作成することができる。しかしコンフォメーションと結晶型の関連から、出発原料のコンフォメーションが主にセルロースの構造転移に関与していることが解明された。こうした多糖類の高次構造が解明されれば、今後応用面を更に拡大することにつながると考え、検討を行っている。

② 高分子ゲルの構造解析

高分子が溶媒に溶解してゲルを形成することは一般的に知られているが、ある種の水溶性セルロースが形成するゲルは低温ではゾル、高温でゲル化するという特殊な性質を持つことはあまり知られていない。一般にゾルからゲルに転移するということは溶液中に一樣に分散していた分子が、均一なネットワーク構造を形

成したと考えられている。このネットワーク構造を形成している架橋領域の状態についての情報を本装置による測定から検討中である。その結果、現在のところゲル領域では、溶液中に分散したセルロース分子の周りの水和水が温度上昇と共に離脱することにより、セルロースの分子が分子間水素結合を形成し、これによって形成された微結晶が架橋を形成しているのではないかと考えている。さらに架橋領域の生成の時間変化を追うことにより、ゲルのダイナミクス等に関する情報を蓄積している。

③ リオトロピックスメクティック液晶相の構造解析

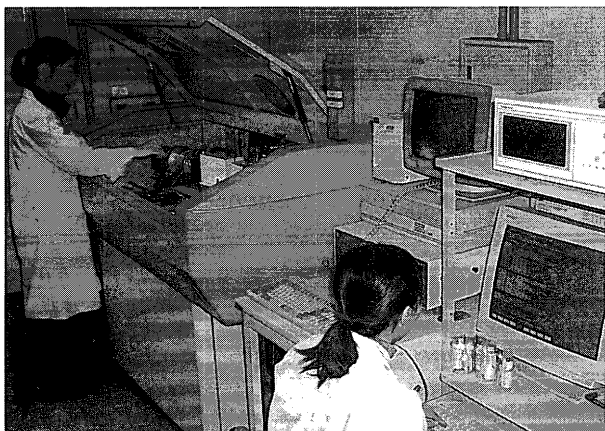
界面活性剤や脂質等に代表される両親媒性分子は、水溶液中で様々な会合体を形成する。その中で2分子膜と呼ばれる疎水基を内側に取り込んだ形で膜状になった相は、溶媒に対してマクロな1次元方向の周期構造を持つ。現在までに試料としてSDS, $C_{12}E_5$, DDAB等を用いてこの周期構造を本装置によって測定し、周期の長さや、層状構造の揺らぎの大きさ等についての検討を行っている。これによって、体積分率の変化に伴ってX線のピーク位置が変化する過程や、相転移が生じる状態が認められた。また、DDABに見られる膜間が異なる2分子膜の共存という特殊な構造についての考察を得ることができた。

現在はさらにリオトロピック液晶とサーモトロピック液晶という2種類の異なる性質を持つ液晶を混合した際に生じる新たな液晶相について、他の装置で得られた情報とともにその存在の確認をしている。

④ MgO基板上にスパッタ成膜したYBCO薄膜の結晶状態の確認

スパッタリング装置を用いて作成した高温超伝導薄膜の一種であるYBCO薄膜の結晶状態の評価に本装置を用いている。超伝導性を示すような結晶構造をもつYBCO薄膜が生成されているか否かを同定するため、本装置で測定し、現れたピークの角度についてJCPDSカードを用いた定性分析を行っている。分析後、ピークが期待される位置よりどれだけずれているかを検討し作成した薄膜の組成ずれ等を判断する。また生成すると思われる不純物についてもJCPDSカードと実際に測定したデータを比較し、良好な膜を作成するための生膜条件の検討に役立てている。

- (2) その他にあげた装置は、封入管式のためX線出力は(1)と比較すると著しく低いが、微細構造の解析や、配向した試料の測定、単結晶のラウエパターンの撮影等、特殊な実験には有効な装置である。露光時間を十分に確保することにより、教育・研究活動に利用可能である。
- ① マイクロディフラクトゴニオメータを利用した乾燥ゲルの構造解析



高輝度形強力X線回折装置

これまでに高輝度形強力X線回折装置を用いて高分子ゲルの構造解析を行ってきた。このゲルを乾燥させて膜状にした乾燥ゲルについて、膜の中心部および周辺部で測定を行ったところ、性質が異なることが確認された。また、膜を生成するための基板を親水性のものから疎水性のものに変えて測定したところ、いくつかの相違点が見られた。これについてもその他の装置から得られる情報とともに検討を行っている。

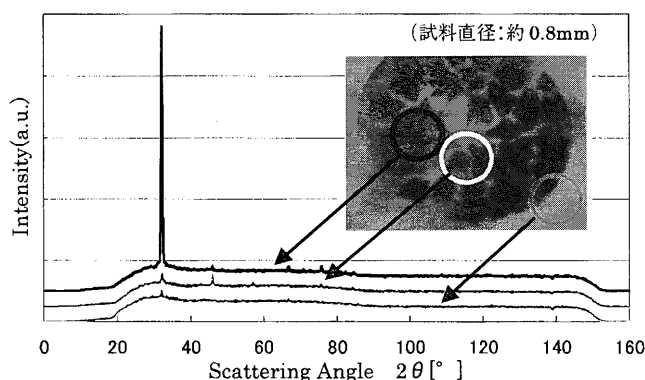


図1 メチルセルロース水溶液より作製した乾燥ゲルX線広角散乱パターン（部位による比較）

4. 教育活動

(1)

- ① 本装置は主に家政学部家政理学科Ⅰ部物理系の卒業研究に利用されてきた。
- ② 現在は理学部数物科学科および理学研究科数理物性構造科学専攻の博士課程前期研究に利用されている。

(2)

- ① 本装置は主に家政学部家政理学科Ⅰ部物理系の卒業研究に利用されてきた。
- ② 現在は主に学生実験に使用している。3年次数物科学科の応用物理学実験でX線回折の実験を行っているが、この実験中に取り扱う試料の状態や実験の目的に合わせて、装置を使用している。これと同じ試料をディフラクトメータで測定し、装置の違いによる結果の相違について、またそれぞれのデータから異なる解析手段で1つの結論を導き出し、結晶についての理解を深めている。学生実験の際にはX線用のポラロイドカメラを用いることにより、測定時間を大幅に改善した。その結果、より精度の高いデータを得ることができ、解析結果から十分な考察を得ることができるようになった。

5. 本装置を用いて行った研究活動

- ・メチルセルロースゲルの構造解析Ⅱ

- ・メチルセルロースゲルの構造解析Ⅲ
- ・多糖類の導電機構と分子運動性に及ぼすドーパイオンの影響
- ・メチルセルロースゲルの構造解析Ⅴ
- ・液晶マイクロエマルジョンの構造と相転移
- ・メチルセルロースのゾル-ゲル相分離領域におけるスピノーダル分解
- ・熱可逆性ゲルを形成するメチルセルロースの相図の分子量依存性
- ・メチルセルロースゲルの構造解析Ⅳ
- ・メチルセルロース水溶液の相分離過程
- ・Thermoreversible Gelation and Phase Separation in Aqueous Methyl Cellulose Solutions
- ・メチルセルロースゲルの乾燥過程における自己組織化
- ・コロイド状キチンの構造検討
- ・液晶マイクロエマルジョンにおける新しい相構造の解明に関する研究

高分解能 NMR 装置

運営委員長 物質生物科学科 高橋 征三

1. 装置名 Bruker AMX-400WB

設置場所 泉山館3階 高分子化学研究室

設置年月 1992年3月

2. 設置の概要

NMRとは物質中の原子核の自転速度を測定する装置である。本装置は水溶液中の ^1H 、 ^{13}C 、 ^{15}N 、 ^{31}P などを測定し、分子構造や分子運動を調べる目的に使う。装置は周囲の環境変化にきわめて鋭敏なため、除震装置や温度制御装置をつけている。さらに温度や圧力揺らぎを改善する目的で自作ユニットを付加している。NMR測定データについては、研究室にデータ転送してリモートでデータ処理するシステムが順調に稼働している。より高度なデータ処理を必要とする場合は、装置本体のコンピュータソフトを使うか、またはSunにデータ転送し自作プログラム等で処理している。

3. 本年度の状況

今年度は使用時間をめぐって食物学科と有機合成系がしばしば衝突した。有機合成関連の使用頻度は昨年度と同程度であった。学生や院生は反応の確認のために各自、毎日5、6本測定する。1検体あたりの使用時間は短い、多数の試料をランダムな時間帯で測定しすぐに結果を必要とする。昨年度までは生物物理化学研究室（高橋研）