

岡山大学

自然生命科学研究支援センター

Department of Instrumental Analysis Advanced Science
Research Center

分析計測・極低温部門 分析計測分野



OKAYAMA
UNIVERSITY

依頼分析サービスのご案内

分析計測分野では学内共同利用機器を用いた依頼分析を受け付けております。
装置ごとに手続き、担当者が異なりますので、まずは担当者までお問い合わせください。



測定装置	担当者	連絡先(直通)
<責任者>	教授 多田 宏子	086-251-8746
NMR(核磁気共鳴)	准教授 砂月 幸成	086-251-8745
元素分析	技術専門職員 小林 元成	086-251-7908
単結晶X線結晶構造解析 X線回折測定(粉末・薄膜)	准教授 砂月 幸成 サイテック・コーディネーター 堀金 和正	086-251-8745 086-251-8743
質量分析(精密質量・LC/MS) (GC/MS)	技術職員 塩川 つぐみ サイテック・コーディネーター 中野 知佑	086-251-8748
ペプチドシーケンサー	技術職員 塩川 つぐみ	086-251-8748
FE-SEM/SEM-EDX	サイテック・コーディネーター 中野 知佑	086-251-8748
SQUID/VSM	サイテック・コーディネーター 堀金 和正	086-251-8743
外部放射光施設利用相談	サイテック・コーディネーター 堀金 和正	086-251-8743

FE-SEM / SEM-EDX 依頼分析サービス

SU9000型 電界放出形走査電子顕微鏡は、**世界最高性能の分解能**(注1)を有するインレンズ形のハイエンドSEMです。二次電子検出器(SE)、反射電子検出器(BSE)に加えて走査透過電子(STEM)観察と、エネルギー分散型X線分析(EDX)も付属しており1台で4役を担えます。粉末、薄膜観察に加えて切片・断面観察にも対応しています。

*注1 ; 2022年3月時点

分解能:0.4nm (30 kV)

* 低加速電圧領域でも 0.8 nm (照射電圧 1 kV)

測定モード: SE(二次電子), BSE(反射電子),

STEM(走査透過電子観察), EDX(元素分析)

測定倍率: 1.3 K ~ 3000 K

測定可能な試料の形態: 固体(粉末, 薄膜, 切片)

* サイズに制限があります(要問合せ)

* 磁性材料は測定が困難です(要相談)

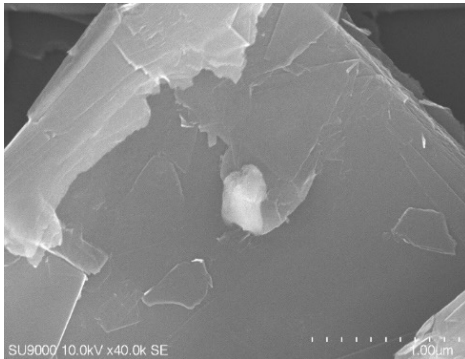
観察条件を打ち合せたのち、本学のオペレーターが観察・測定を実施します(来学立ち会い、リモート(Web会議)立ち会いも可能)。



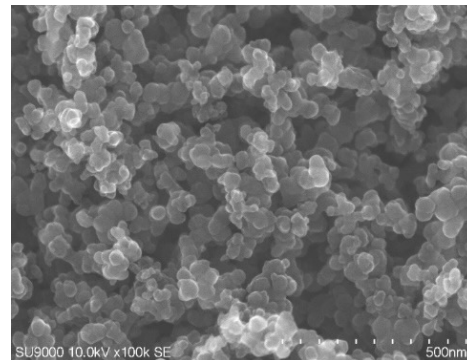
日立ハイテク SU9000型
令和4年2月設置

分析例

～ SEM観察 ～

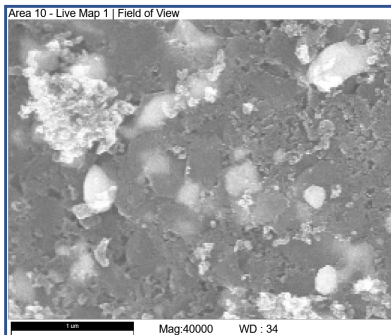


サンプル; 黒鉛
倍率; 4万倍

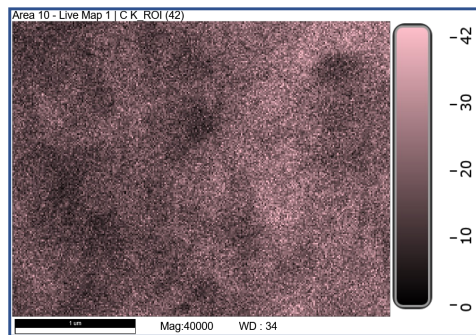


サンプル;
カーボンブラック
倍率; 10万倍

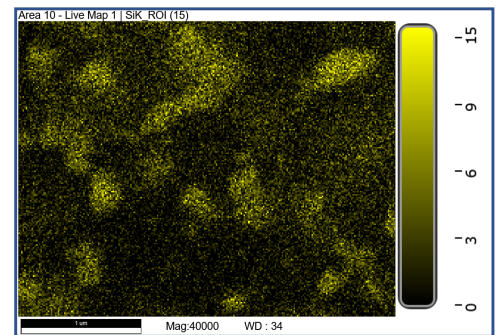
～ EDX分析(元素マッピング) ～
SEM画像



C



Si



主な依頼分析実施例

- ・粉末試料の表面形態観察 / EDX分析
- ・粒試料の表面形態観察 / EDX分析
- ・膜試料の表面観察 / 断面観察

令和4年度利用実績

依頼測定 51サンプル
(うち学外依頼 39サンプル)

本件担当: 中野

SQUID / VSM 依頼測定サービス

SQUID/VSMはSQUID(超伝導量子干渉素子)を使用することにより超高感度の測定を可能とした磁気測定装置です。本装置では低温(1.8K)かつ高磁場(7T)を印加した状態で容易に試料の磁気的性質を測定することが可能です。

温度範囲: 1.8K~400K

冷却速度: 30K/min (300Kから10K安定状態まで15分)

10K/min (10Kから1.8K安定状態まで5分)

磁場範囲: $\pm 70,000$ Oe (± 7 T)

最大レンジ: 2emu (DC), 100emu (VSM)

感度 (VSM): 1×10^{-8} emu (2500 Oe以下において)

8×10^{-8} emu (2500 Oe超において)

感度 (DC): 5×10^{-8} emu (2500 Oe以下において)

6×10^{-7} emu (2500 Oe超において)

実験条件を打ち合せ(web会議も可能)を行った後、本学のオペレーターが測定を実施します。



日本カンタムデザイン MPMS3

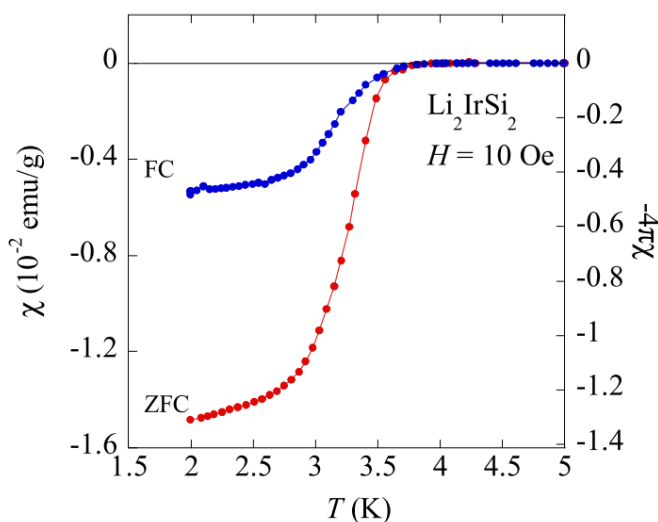
利用料金

9,900円/日 (学内、税込)

49,500円/日 (学外、税込)

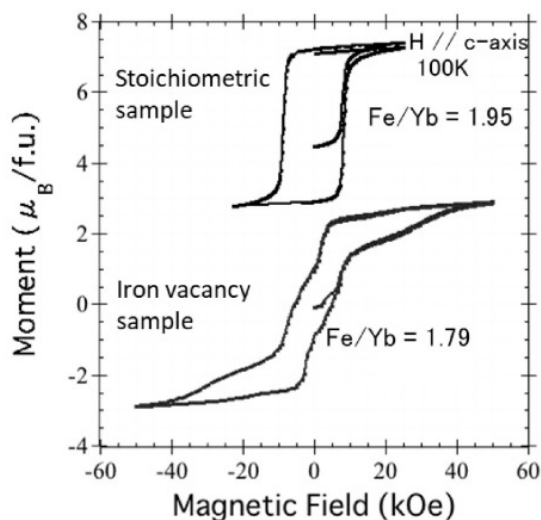
測定例

～ M-T測定～



Li_2IrSi_2 粉末試料におけるマイスナー反磁性
K. Horigane et al., New J. Phys. 21, 093056 (2019)

～ M-H測定～



YbFe_2O_4 試料におけるMHカーブのFe欠損の影響
K. Fujiwara et al., JPSJ 88, 044701 (2019)

※測定可能な試料形状やサンプル量は測定温度範囲や試料の磁化の大きさによって異なります。どのような形状(粉末、薄膜、バルク)の試料の測定をご希望かをご相談ください(溶液の測定は行う事はできません)。

本件担当:堀金

NMR(核磁気共鳴) 依頼分析サービス

400MRとSystem600は平成22年に導入されたVarian社の高分解能NMR装置です。オペレーターによる溶液NMR依頼分析サービスを受付けています。有機合成、天然物抽出等で得られた溶液サンプルの構造解析、純度評価にご利用頂けます。

400MRはルーチン測定による共同利用で活躍しており、ATBプローブを装備することから、 ^1H と ^{19}F の同時チューニングを取ることができ ^1H - ^{19}F 相関のような特殊な測定も可能です。

System600はoneプローブとオートチューニングユニットを備え、 ^1H と ^{19}F に加え、多くのLF核(^{15}N ~ ^{31}P)を高精度で観測することが出来ます。昇温測定や低温測定、400MRでは検出の難しい少量サンプルの測定も可能な応用機種です。



Varian社 400-MR

受託内容

オペレーターによる 1次元NMR測定(^1H 、 ^{13}C 、 ^{19}F)

以下の項目については事前相談が必要です

- 1次元NMR: ^{15}N ~ ^{31}P 、 ^{13}C -DEPT
- 2次元NMR: H-H 相関 (COSY、NOESY、ROESY)
C-H 相関 (HSQC、HMQC、HMBC)
- 温度可変測定: $-80 \sim 80^\circ\text{C}$



Varian社 System 600

本件担当: 砂月

元素分析依頼分析サービス

専任オペレーターによる CHN、CHNS 元素分析の依頼分析を受付けています。学内外から依頼をいただき、年間、約1,000件を超える分析を行っています。

- 【申込方法】 測定依頼書とサンプルを 分析計測分野職員室まで提出して下さい。
- 【測定日】 火曜日、木曜日
- 【必要試料量】 固体サンプル 10mg以上、液体サンプル 20mg以上。固体サンプルは十分乾燥して下さい。容器は、ガラス容器でお願いします。
- 【試料番号】 サンプルには、試料名ではなく試料番号を付けて下さい。3桁の研究室番号—2桁の個人番号—3桁の通し番号です。初めてご利用の方は、申込みの時にお問い合わせ下さい。



パーキンエルマー社 2400II型
平成16年度設置

【測定】

CHN・CHNS 標準測定：固体の化学合成物質はこれに該当します。

特殊測定：空気中で不安定な試料、燃焼条件を上げなければならない試料、液体試料、植物や土壌の試料、CHNのバランスが悪い試料、ポリマー、活性炭等 が該当します。

精密条件検討：C・H・N 各々が1%以下の試料の条件検討。

その他のご要望があれば、申込書「その他特記すべき事項」欄へお書き下さい。

【結果とサンプルの返却】 申込みの時に、ご相談させていただきます。

※装置のメンテナンスのため、予告なしに業務を中断することがあります。その際はご容赦ください。

本件担当:小林

質量分析依頼分析サービス

質量分析装置は、分子をイオン化し、その質量とイオン強度を測定することにより、物質の構造確認や同定および定量を行う装置です。少量の試料で、信頼性のある分子量を測定できます。標品と比較することにより、試料中の物質の特定や定量が可能です。測定目的や試料内容に応じて複数の質量分析システムを使い分けることで、化学・材料系から生物・医学系研究まで、測定ニーズにお応えします。

分析例

- ・合成化合物(精製品)の質量決定(精密質量測定)
- ・タンパク質等の高分子の質量決定
- ・トリプシン消化物を用いたタンパク質同定(Mascot解析)
- ・化合物・代謝物(精製品)の構造解析(MSMS測定、MSⁿ測定)
- ・化合物・代謝物の定量(LC/MS測定)

イオン源: ESI, LC/ESI, APCI, FAB, EI, GC/EI



JEOL JMS-700
平成21年度設置



島津 OP2020 Plus
平成21年度設置

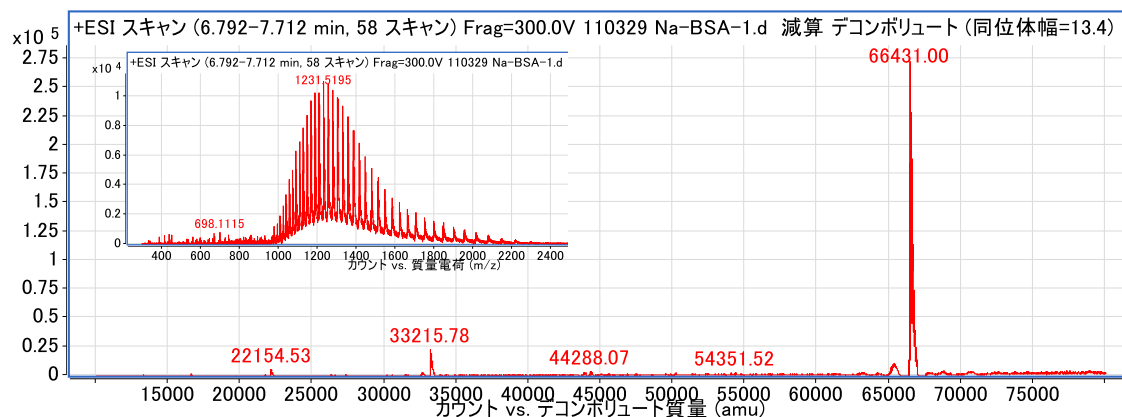


Bruker Daltonics
micrOTOFII, HCT 平成21年度設置



アジレントテクノロジー
G6520型+G4240型
平成21年度設置

測定例



Intact protein の分析 (MSスペクトル、デコンボリュート解析)

2021年度利用実績
依頼測定 87件
(うち学外依頼 43件)

本件担当:塩川、中野

X線回折測定(単結晶・粉末・薄膜) 依頼測定サービス

単結晶X線構造解析の依頼測定(受託測定)を受け付けています。良好な単結晶さえあれば、詳細な構造解析結果が得られます。また、粉末・薄膜試料も依頼測定を受け付けており、Rietveld解析による結晶構造解析やPDXLを用いた結晶相の同定も行う事も可能です。

【使用装置】

- 微小結晶単結晶X線構造解析装置
(RIGAKU社 Rapid-II with VariMax-Cu)
- 単結晶X線構造解析装置
(RIGAKU社 VariMax with Saturn)
- 水平型粉末X線回折装置 (RIGAKU RINT-TTR III)
- 薄膜試料X線回折装置 (RIGAKU Smart Lab-Pro)



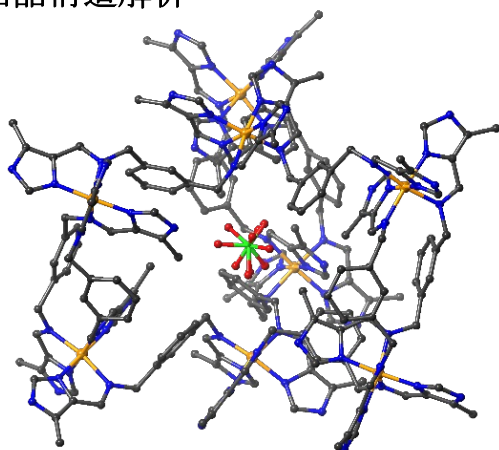
RIGAKU社 VariMax with Saturn

【主な受託内容】

- 単結晶構造解析 ・2次元回折像測定 ・画像データ処理 ・分子構造解析
- 粉末、薄膜： ・プロファイル測定(温度依存性も可) ・定性、同定分析(PDXLによるデータ照合)
- ・結晶化度評価分析(非結晶 または 結晶質)
- ・配向性評価 ・格子定数解析 ・結晶方位解析

測定例

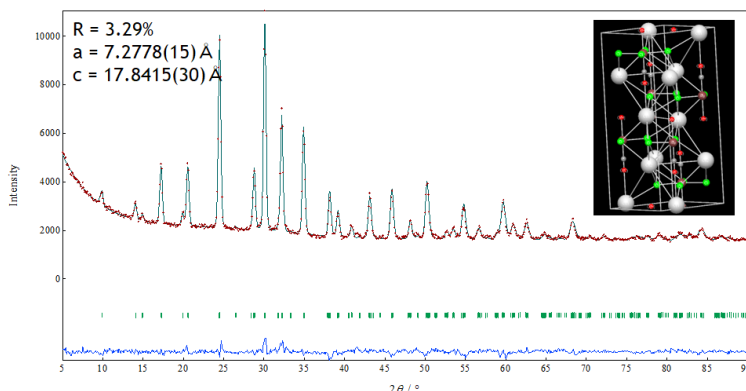
～ 単結晶構造解析～



VariMaxを利用したFe(II)錯体の
結晶構造決定

T. Tanaka et al., Bull. Chem. Soc. Jpn. 93, 427 (2020)

～ リートベルト解析(粉末)～



$\text{Cs}_3(\text{Cu,Fe})_2\text{Cl}_9$ のリートベルト解析

令和4年度実績: 65サンプル

(うち構造解析8サンプル)

※事前にお電話もしくはメールにて担当者あてにお問合わせください。評価目的に応じた測定手法、料金の見積もりなどについて説明させていただきます。

本件担当: 砂月(単結晶構造解析)
堀金(粉末・薄膜)

ペプチドシーケンサー依頼分析サービス

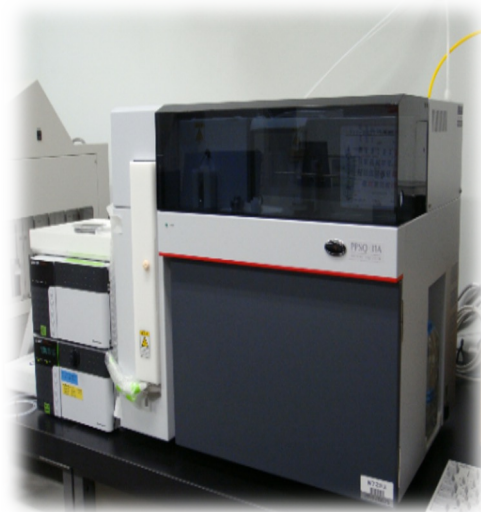
数 pmol レベルのタンパク質(ペプチド)試料について、N末端からのアミノ酸配列を 20 残基程度まで自動的に決定する装置です。

特徴

- タンパク質そのまま、分析する事が可能です。
- まったく同じ質量数を有する Ile と Leu を識別できます。
- Disulfide 結合の有無とその位置が決定できます。
- 決定された配列の信頼性が非常に高く、確実なアミノ酸配列が決定できます。
- 特にデータベースに登録されていないタンパク質の同定・アミノ酸配列の確定には有用です。

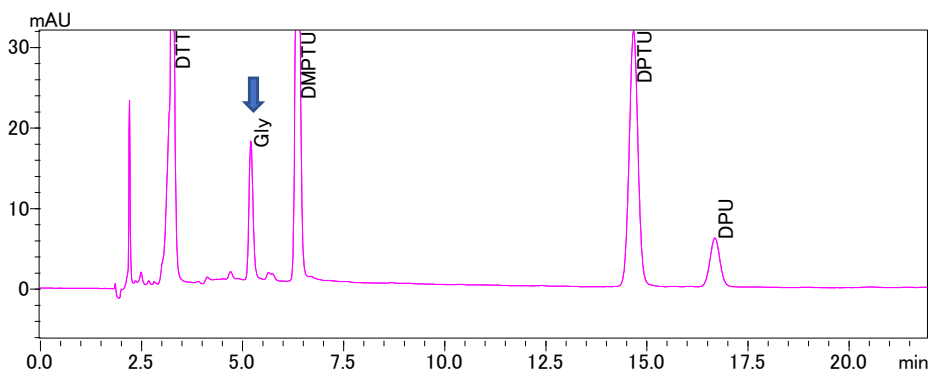
分析できる試料

サンプル形態: PVDF 膜にブロットした蛋白質、または液体
サンプル量の目安: 読みたい残基数 × 1 pmol 以上
(数 pmol ~ 200 pmol 程度まで)



島津 PPSQ-31A 平成22年度設置

測定例



クロマトグラム (Glyの検出)

2021年度利用実績
依頼測定 53サンプル
(うち学外依頼 33サンプル)

注意

- 高純度に精製されたタンパク質サンプルが必要です。
- SDS-PAGE ゲルから PVDF 膜へのブロッティング収率は、10%以下になる事があります。
- N末端修飾 (アセチル化、ピログルタミン化等) された蛋白質は、そのままでは分析できません。

本件担当: 塩川

アクセスマップ

コラボレーション棟外観



津島キャンパス(北)
N22:コラボレーション棟

210 機器分析室 3	211 教員研究室 2	212 機器分析室 4	213 機器分析室 5	214-2 分析準備室	214-1 機器分析室 6
WC	階段	EV	205 実験室 1	207 更衣室	209 準備室 2
201 講習室	リフレッシュ コーナー	202 設備・技術サポート推進 室長室	203 分析計測分野 教員室	206 実験室 1	208 クリーンルーム
			204 分析計測分野 職員室		

コラボレーション棟2階
204号室

お問合せ窓口：
自然生命科学研究支援センター
分析計測・極低温部門、分析計測分野
TEL&FAX:086-251-8748(直通)
E-mail: kikibun@okayama-u.ac.jp
<https://dia.kikibun.okayama-u.ac.jp>



OKAYAMA
UNIVERSITY

岡山大学 自然生命科学研究支援センター

〒700-8530 岡山市北区津島中3丁目1番1号
コラボレーションセンター棟 2階 204号室



分析計測分野 HP