

宇都宮大学地域共生研究開発センター

2014年4月号

# 先端計測分析部門NEWS

TEL & FAX 028-689-6301

HP <http://www.sangaku.utsunomiya-u.ac.jp/chiiki/section/analysis/index.html> E-MAIL [k-bun01@cia.utsunomiya-u.ac.jp](mailto:k-bun01@cia.utsunomiya-u.ac.jp)

## 先端計測分析部門について思うこと

研究・産学連携担当 理事 井本 英夫



先端計測分析部門は、高価な測定機器は1大学内に何台も買えないので、一箇所に設置して共用して利用するという考え方で設置されたものと思います。

この考え方は大筋では正しく、実際に機器はうまく使われていると思います。しかし、一步踏み込んで考えると、そう簡単ではありません。

1つの測定機器から得たいと思うデータは研究者によって異なります。

ある人は、数多くの試料を短時間で測定したい人もいれば、きわめて少量の試料からデータをとりたい人もおり、また、非常な高精度を要求する人もいます。

それに応じて機器の選択、維持管理の方法、利用の際の自由度の設定など、すべて違ってきます。

また、管理側は、機器の性能劣化や、故障が起こらないように利用者や利用方法に厳しく制限を加えたいと考え、使う側は自分の研究に特化した方法で測定したいと思います。

共同利用の機器というものは、本来、すべての人を完全に満足させるような機器の選択も管理方法もないものだから、というところから出発して考えなければなりません。

この矛盾をはらんだシステムをうまく運営していくためには、管理側と利用者側のコミュニケーションが何より重要であり、その媒体として先端計測分析部門ニュースは有用だと思います。

それでふと思うのですが、このような文章は読む人もいないので、もっと実情的な情報（例えば、個々の機器について、得られるデータの範囲や精度、使い方の要点、参考書、トラブルの例や利用上特に注意すべき点などの情報）の蓄積に本紙を使うのも一案ではないでしょうか。

## 教育研究支援事例の紹介

このコーナーでは先端計測分析部門が学内向けに行っている教育研究支援事例を毎号紹介していきます。今回は農学研究科前田先生の分析事例をご紹介します。

## 高周波誘導結合プラズマ(ICP)発光分光分析法を用いた細菌金属含量の解析

農学研究科 生物生産科学専攻  
准教授 前田 勇



ICP発光分光分析法は溶液中に存在する複数の無機態金属元素の同時定量が可能である。金属元素ごとに分けて測定する必要がある原子吸光度計よりも、多元素の一斉定量において有利である。

私の研究室では、光合成細菌を増殖させるために加えた各種金属に関して、培養によりどの程度の量が細胞とともに回収されるのかを、ICP発光分光分析法を用いて調べている。

これにより、培地中のモリブデンを細胞内に高濃縮させる微生物学的手法の開発に取り組んでいる。

モリブデンは産業上重要なレアメタルであるだけでなく、生物学的に重要なニトロゲナーゼ等の働きを維持するためにも欠くことのできない元素である。

ニトロゲナーゼは、大気中の窒素分子からアンモニアへの変換過程である窒素固定反応を触媒する酵素であり、根粒細菌やシアノバクテリアといった細菌においていく

つかのサブタイプが報告されている。

それらの中で最も普遍的に存在するタイプが、活性中心にモリブデンと鉄を配位するものである。光合成細菌はこのタイプのニトロゲナーゼを有しており、また光エネルギーを利用した増殖も可能である。

このため、光エネルギーにより希薄溶液中のモリブデンを生物濃縮する技術と、細胞を凝集沈殿させて培養液から分離する技術を組み合わせることで希薄溶液からの省エネルギーでのモリブデン回収を目指している。

ニトロゲナーゼの遺伝子はアンモニアの存在しない条件下(N(-))で発現する。このため、N(-)条件と、一定濃度の塩化アンモニウムを添加したN(+)条件でそれぞれ培養して得られた細胞の各金属含量をICP発光分光分析法により測定した。

また、検出感度の問題から、コバルトと銅、マンガンに関しては黒鉛炉原子吸光分析法、モリブデンに関しては両方の方法により定量を行った。

N(-)条件ではニトロゲナーゼの遺伝子発現が確認され、N(+)条件では遺伝子発現が認められなかったことから、N(-)条件でのみニトロゲナーゼタンパク質が生合成されていることが推察された。

これらの条件で培養後に回収された細胞の金属含量を比較したところ、図に示すように含量の比較的高いカルシウム、マグネシウムにおいては、活発な増殖が行われるN(+)条件下で高い値を示した。

一方、含量が比較的低い元素においては、マンガン以

外でN(-)条件での値が高くなった。特にモリブデンの増加が顕著であったことから、N(-)条件で培養を行うことで培地中のモリブデンの細胞内への取り込み量が增大することが示された。

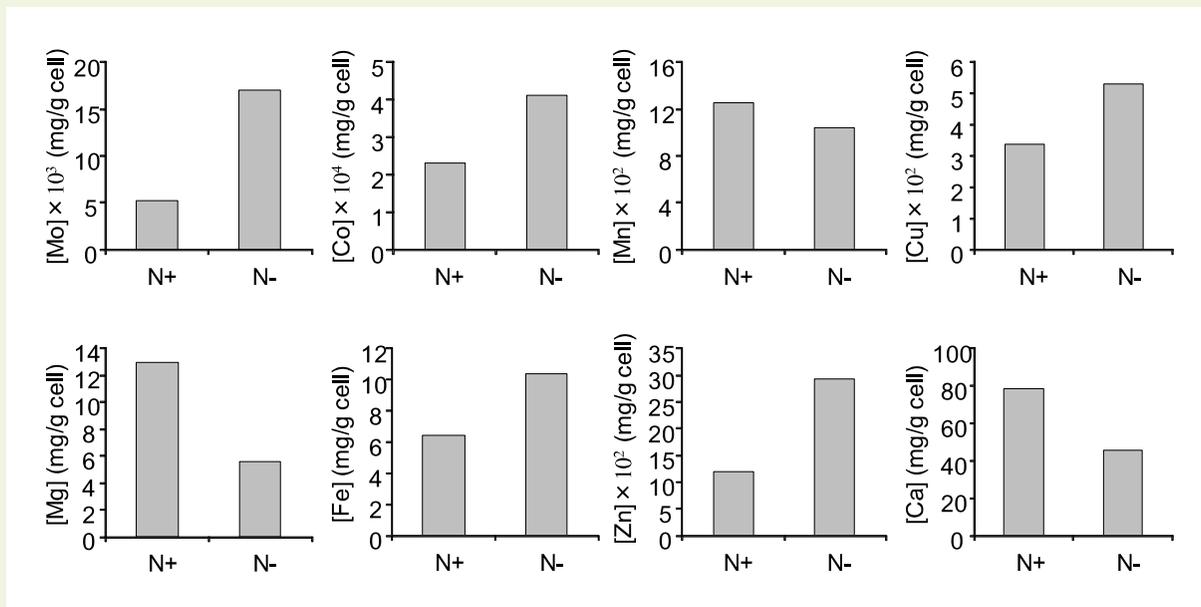
モリブデンと同様、ニトロゲナーゼの活性中心に配位する鉄でもN(-)条件で含量の増加が認められたが、鉄の含量がモリブデンの含量よりも桁違いに高いため、ニトロゲナーゼの生合成が鉄の含量増加に寄与する割合は少ないことが推察される。

ここでは、淡水性の光合成細菌を用いて金属濃縮を調べた結果を示したが、海水性の光合成細菌を用いて同様の試験を行った。その結果、含量が比較的高いカルシウムとマグネシウム、鉄においてはN(+)条件下でより高い値を示した。一方、モリブデンと銅、亜鉛ではN(-)条件での値が高くなった。

これらの傾向は異なる種である淡水性光合成細菌でも同様に認められており、培養における窒素源の有無で細胞における金属含量組成比が大きく変化することが明らかとなった。

モリブデンは植物体内の硝酸還元酵素の働きにも必要不可欠な元素であるため、モリブデンを高含量で集積した光合成細菌の細胞は、土壌へのモリブデン供給のための生物資材としての利用等が考えられる。

今後は、光合成細菌細胞の効果的な凝集沈殿法を開発し、生物資材としての有効性を検証するといった課題が考えられる。



アンモニア存在下(N+)と非存在下(N-)における培養後の光合成細菌の金属含量

## 分析機器のご紹介

### 走査型X線光電子分光分析装置 PHI 5000 VersaProbe II について

先端計測分析部門では皆様の様々な分析要求に応えるべく、新しい機器を導入する努力を常に行っています。平成25年度は以下に示す機器を更新することができました。機器の導入のためにご尽力頂きました方々にこの場を借りてお礼申し上げますと共に、多くのユーザーの皆様に、これらの機器が積極的に活用されることを望んでいます。

X線光電子分光法 (X-ray Photoelectron Spectroscopy: XPS) は、固体試料にX線を照射した際に、試料表面から放出された電子 (いわゆる光電子) のエネルギー分布 (スペクトル) を測定することにより、表面に存在する元素の同定や存在比、化学結合状態などに関する情報を得る手法です。

新たに導入されたPHI 5000 VersaProbe II (図1) は、従来の一般的な装置と比べて、機能的にも操作性の面でも多くの優位点を有しています。

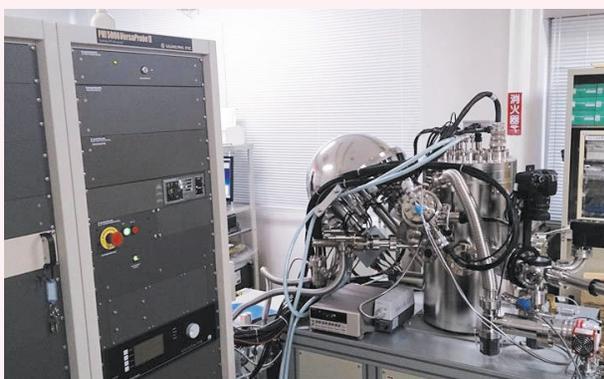


図1 走査型X線光電子分光分析装置 PHI 5000 VersaProbe

本装置の第一の特長は、走査型マイクロフォーカスX線源です。

従来は、試料表面の広い領域にX線を照射し、光電子を取り込む側のアパチャーで測定面積を制限するという機構が一般的でしたが、VersaProbe IIでは、収束された電子ビームをアノードに照射することによって発生したX線ビームを用いることで、最小分析領域10 $\mu$ mでの測定が可能となっています。

第二の特長は、測定の自動化です。X線源や測定条件を選択し、装置備え付けカメラによってあらかじめ撮影した試料画像上で、マウスクリックによって測定位置を指定した後、測定開始ボタンを押すと、5軸 (X、Y、Z、傾き、回転) モータ駆動により試料ホルダーが移動し、X線源が自動的に立ち上がり、測定が開始されます。

更には、簡単な設定で、同一試料上の複数点や複数サンプルに対する多点測定も可能です (図2)。

もちろん、個々の測定点に対して、X線の出力や測定範囲、積算回数などの条件を詳細に指定することができます。また、電子ビームを二次元的にスキャンすることによ

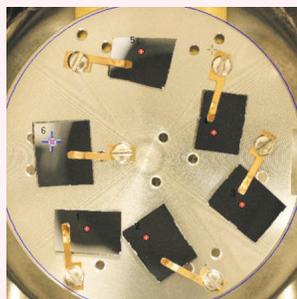


図2 2インチ試料ホルダーにセットした複数試料 (左写真) の指定位置 (赤点) ごとに、XPSスペクトル (右図) が測定されます。

り、試料表面の二次元電子像およびマップ測定も行うことが可能です。

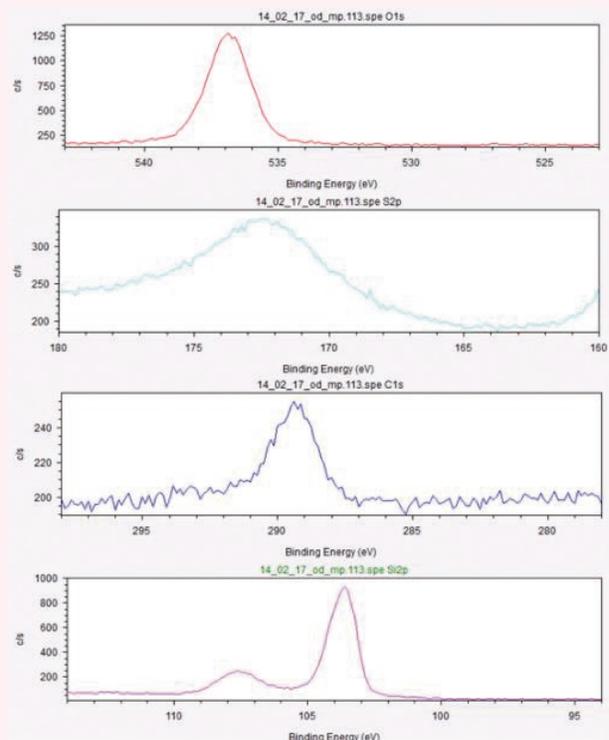
第三の特長は、紫外光電子分光 (Ultraviolet Photoelectron Spectroscopy: UPS)、Arガスクラスターイオン銃、低エネルギー電子銃、デュアルアノードX線源のオプションが装備され、幅広いニーズに対応できるようになっていることです。

XPSでは内殻準位に束縛されている電子の状態に関する情報が得られるのに対し、UPSでは主に価電子帯の電子状態に関する情報を得ることができます。

また、試料が絶縁物の場合、電子放出によって試料表面は正にチャージアップしますが、本装置ではArイオンと低エネルギー電子の同時照射により、絶縁物試料の帯電を容易かつ最適に中和することが可能です。

一方、Arガスクラスターイオン銃を用いて試料表面をスパッタすることにより、深さ分析も行うことができます。また、走査型マイクロフォーカスX線源 (単色化Al K線源) 以外に、デュアルアノードX線源としてAl K線源とMg K線源が装備されていますので、測定目的に応じたX線源を利用することができます。

専用のデータ解析ソフトウェアもインストールされており、容易かつ高度なデータ解析が可能です。



(工学研究科 准教授 飯村 兼一)

## 先端計測分析部門の取り組み

### 平成25年度導入機器のご紹介

#### 新規導入機器

走査型X線光電子分光分析装置 (XPS)

アルバックファイ *PHI 5000 VersaProbe II*

試料表面の元素や化学結合に関する情報を得る装置です。詳しくは本号3ページをご覧ください。

分光蛍光光度計 (FL)

日本分光 *FP-8300*

紫外光などの光刺激により励起状態にある物質が、基底状態へ戻る際に発する光（蛍光、りん光）を測定する装置です。物質からの発光を選択的に、且つ高感度に検出できます。粉末測定アクセサリや量子収率測定可能な積分球ユニットを備えました。

#### 機能拡張

円二色性分散計 (CD)

日本分光 *J-725*

ペルチェ式恒温装置を導入し、試料の温度依存分析が可能になりました。

## 先端計測分析部門の活動

7/27 夏季オープンキャンパス

9/9 第7回企業交流会

11/15 第17回国立大学法人機器・分析センター会議  
(東京農工大学)

11/21 ネオオスミウムコーター (メイワフォーシス) の  
デモンストレーション

## 先端計測分析部門からのお知らせ

### 更新手続き

機器使用許可証は年度毎に更新が必要です。平成26年4月以降も継続して機器使用を希望される場合には、次のURLの「機器使用許可申請書」に必要事項を記入の上、ご提出ください。なお、平成26年2月以降に新規登録された方は今回の更新は必要ありません。

<http://www.sangaku.utsunomiya-u.ac.jp/chiiki/section/analysis/useguide/form/index.html>

### トラブル時の対応

機器を利用して操作方法に疑問が生じた場合や、トラブル発生時はまず指導教員ならびに機器管理責任者に報告し、先端計測分析部門にもご連絡ください。

休日・夜間の使用については指導教員の責任のもと、特に慎重に行い、トラブルが発生した場合にはユーザーの判断で対応されないようお願い申し上げます。ユーザーの判断で対応された場合の費用はユーザー負担になることもあります。

### 分析機器のご利用は計画的に!

無駄に予約時間を長く取ったり、予約を取ったけど機器を使用しなかったり、といった無計画なことは他の使用希望の方のご迷惑になりますので止めましょう。

共同利用であることを念頭に、予約は譲り合ひましょう。

## 導入を希望する分析機器をお教えください

先端計測分析部門に導入を希望される機器等がありましたら、次の項目をA4用紙1枚程度にまとめて、先端計測分析部門まで申請してください。

機種名 装置の要求事由、装置の概要、用途、特徴  
利用者の範囲 学内における同様の機種の有無、同様の機種との比較等

## 先端計測分析部門の利用

分析機器の利用には以下3通りの方法があります。継続して使用する可能性がある場合にはをお勧めしますが、単発の測定・分析の場合にはをご利用ください。

また、学内に所望の機器がない場合はが可能です。

機器利用：教職員、学生が直接操作して測定する方法  
「実務講習」を受講し、「機器使用許可証」を取得後、次のWEBから機器を予約し使用する事ができます。

・先端計測分析部門のグループウェア

<http://yoyaku.cia.utsunomiya-u.ac.jp/>

・大学連携研究設備ネットワーク (一部の機器)

<http://chem-eqnet.ims.ac.jp/>

依頼分析：先端計測分析部門に測定を依頼する方法  
まずはお気軽に先端計測分析部門へご相談下さい。

他大学等の機器利用

・4大学機器相互利用

茨城大学、群馬大学、埼玉大学及び宇都宮大学の4大学間で、学内料金での相互利用が可能です。

<http://www.mlsrc.saitama-u.ac.jp/renkei/renkei.htm>

・大学連携研究設備ネットワーク

全国の大学法人と自然科学研究機構が連携し、所有する研究設備の相互利用・共同利用を推進している事業です。

<http://chem-eqnet.ims.ac.jp/>

### 利用料金

利用料金は先端計測分析部門が定める料金表に基づき算出、請求されます。四半期毎に集計し、年度内に振替により精算される予定です。

なお、機器利用のための「実務講習」は利用料金が免除されますが、実施後30日以内に「機器使用許可申請書」が提出されない場合は、「実務講習」として認められませんので利用料金が発生します。

先端計測分析部門は、陽東キャンパスの正門を入ってすぐ左手の建物(10号館)にあります。ご用の際は、お気軽に3階の先端計測分析部門管理室までお越しください。メールやお電話でのお問い合わせも随時受け付けております。

### 国立大学法人宇都宮大学

#### 地域共生研究開発センター 先端計測分析部門

〒321-8585 宇都宮市陽東7-1-2

10号館 (学際先端システム学専攻棟) 3階

TEL&FAX 028-689-6301

E-MAIL [k-bun01@cia.utsunomiya-u.ac.jp](mailto:k-bun01@cia.utsunomiya-u.ac.jp)

[http://www.sangaku.utsunomiya-u.ac.jp/](http://www.sangaku.utsunomiya-u.ac.jp/chiiki/section/analysis/index.html)

[chiiki/section/analysis/index.html](http://www.sangaku.utsunomiya-u.ac.jp/chiiki/section/analysis/index.html)