

九州大学先導物質化学研究所 研究支援センター一年報

No. 3, 2006

スタッフ紹介

センター長(兼任)	永島英夫	
技術職員	梅津光孝 (TEM 担当)	umezu@cm.kyushu-u.ac.jp
	出田圭子 (NMR、ESR 担当)	keiko@cm.kyushu-u.ac.jp
	松本泰昌 (X線、TOF-MS 担当)	taisuke@cm.kyushu-u.ac.jp
	田中 雄 (TEM 担当)	t-tanaka@cm.kyushu-u.ac.jp
技術補佐員	田中康子 (磁場 MS 担当)	

管理機器の紹介



透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope, TEM)
JEOL 製 JEM-2100XS(JEM-2100 高分解能(HR)構成)



核磁気共鳴装置 (NMR)
JEOL 製 JNM-ECA600, ECA400, LA400, EX270, GSX270
ECA400は固体液体共用機 固体用は、多核種6mmMASプローブ(最大回転数 12kHz
(写真は ECA600))



X線単結晶構造解析装置(CCD/Mo)
Rigaku 製 “AFC10 / SATURN70” 微小焦点X線源 “RA-Micro7”
コンフォーカルミラー “Varimax Mo” その他、IP/Mo, IP/Cu 各1台



コールドスプレーイオン化飛行時間型質量分析装置 (CSI-TOFMS)
JEOL 製 JMS-T100CS
測定モード: 電子スプレーイオン化 (ESI) コールドスプレーイオン化(CSI)



磁場型質量分析装置 (MStation)
JEOL 製 JMS-700 二重収束型質量分析計
測定モード: 電子衝撃イオン化法 (EI) 高速原子衝撃法 (FAB)



電子スピン共鳴装置(E S R)

JEOL 製 JES-FA200 基準周波数：8.8-9.6GHz

マイクロ波出力：0.1 μ W - 200 mW 最大磁界強度：1.3T

管理機器の使用状況と依頼分析

	機種	納入	測定件数または時間	外部依頼 (学内・内数)	外部依頼 (学外・内数)
NMR	ECA600	2003.12	2951 時間	(1 件)	(16 件)
	ECA400	2004.2	溶液 1508 時間	-	(5 件)
			固体 1776 時間	(42 件)	(10 件)
	LA400	1996.3	7177 件	(19 件)	
	EX270	1991.3	7338 件		
	GSX270	1987.3	2460 件		
MS	JMS-700	1996.3	1020 件(うち 425HM)	-	-
	AccuTOF	2004.2	211 時間	-	(20 件)
単結晶X線	CCD/Mo IP/Cu	2004.2	422 件	(2 件)	(42 件)
TEM	2100XS	2005.2	1034 時間	-	-
ESR	FA200		62 件		(45 件)

PFG-NMR による高分子の自己拡散係数

出田圭子

利用装置 核磁気共鳴装置(NMR) JEOL ECA600 & 30A FG電源

各種ポリエチレングリコール (PEG)の拡散係数を PFG-NMR により求めた。

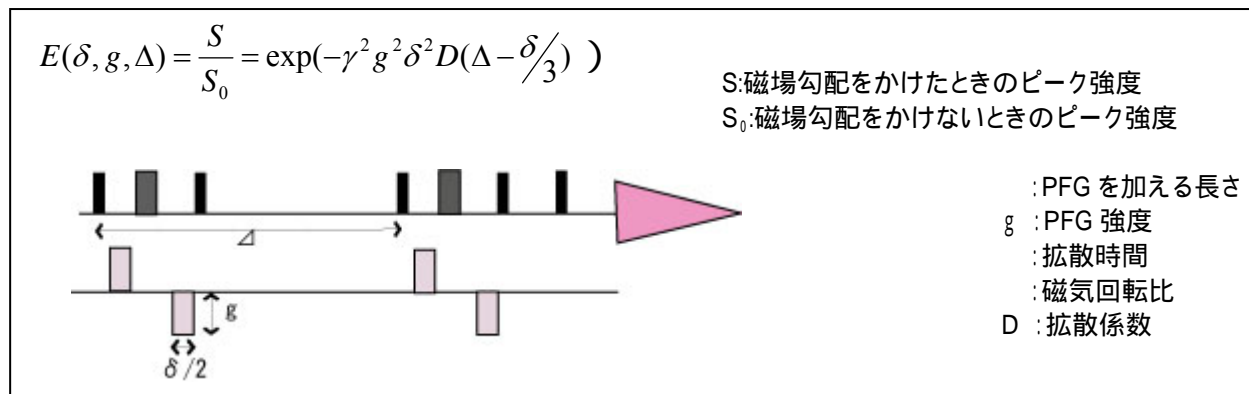


Fig.1 Stejskal の式と bpp-led-dosy 測定のパルスダイヤグラム

溶液中の分子の自由拡散は PFG-NMR により印加する磁場勾配強度を変化させながらエコー測定することにより求めることが出来る。これは Stejskal の式に従うとされる。

今回用いた PEG は各種の分子量のものが市販されており、また水に良く溶けるため、昔からよく研究がなされている。それらの文献値と比較して高分子の拡散係数を求める方法を検討した。

Tab.1 水の自己拡散係数の文献値

純水の自己拡散係数		
Weingärtner 25		2.30×10^{-9}
30		2.55×10^{-9}
重水の自己拡散係数		
Weingärtner 25		2.11×10^{-9}
H ₂ O/D ₂ O=1:1	² H測定	2.11×10^{-9}
D ₂ O	² H測定	1.872×10^{-9}
Hayamizu 30		
D ₂ O中のHDO	¹ H測定	2.15×10^{-9}
D ₂ O	² H測定	2.10×10^{-9}
Ando 30		
D ₂ O中のHDO		2.22×10^{-9}

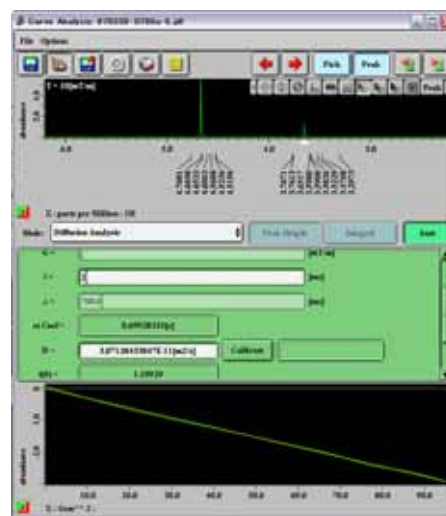


Fig.2 ピーク強度のプロット (delta Curve Analysis)

Tab.1 に水の拡散係数の文献値をいくつか載せたが、重水・軽水の混合比、温度によりかなり変化することがわかる。今回測定した各種 PEG の結果 (Tab.2)をみると、各サンプルとも、拡散時間、PFG 印加時間等の測定条件を変えて測定を行っているが、同一サンプルに関しては条件を変えてもほぼ同じ値が得られたと考えている。しかし、1wt%の Mw=20000 のサンプルに関していうと、Ando らの結果 ($4.4 \times 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$) と今回測定した結果 ($3.7 \times 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$) には大きく開きがある。正確なサンプリングと温度制御等はきちんと確認する必要があるであろう。

Tab.2 各種 PEG の自己拡散係数の比較

	分子量 Mw	D (m ² /s)	(ms)	(ms)	G(T/m)
無限希釈時の予測データ in D ₂ O at 25 R.A.Waggoner et.al.	2960	9.71×10^{-11}			0.05-0.2
	5660	6.23×10^{-11}			
	15.1 k	4.41×10^{-11}			
in D ₂ O at 30 I. Ando et.al.	1wt% 4250	12.4×10^{-11}	30	0.06-2.0	5.9
	1wt% 10890	8.2×10^{-11}			
	1wt% 20000	4.4×10^{-11}			
今回の結果 in D ₂ O at 30	2wt% 6000	7.28×10^{-11}	400	2.0	0.005-0.5
		6.82×10^{-11}	700	2.0	
		6.83×10^{-11}	1000	1.6	
	1wt% 20000	3.75×10^{-11}	400	2.0	0.005-0.7
		3.74×10^{-11}	700	1.6	
		3.70×10^{-11}	1000	1.6	
	数% 20000	3.54×10^{-11}	400	2.4	0.005-0.6
		3.38×10^{-11}	700	2.0	
		3.23×10^{-11}	1000	1.6	

とはいえ、今回の結果も分子量・濃度に応じて拡散係数の増減があることがみてとれる。Fig.3 は分子量と拡散係数の関係をプロットしたもので、同系統のサンプル群は同じ傾きになることから分子量を見積ることが可能である。

分子の集合や各種溶媒との相関等考慮しなければならないことは多くあるものの、高分子の分子量測定には有用なツールとなっている。これらについては、今後分子量未知のサンプル等にも取り組み、詳しく報告したい。

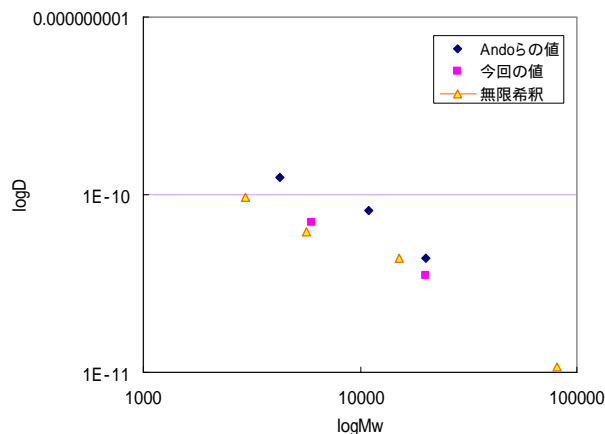


Fig.3 PEG の分子量と拡散係数の相関関係

測定条件

装置 JEOL 製 ECA600 最大 FG 強度 0.9T/m TH5atfg2 プローブ

サンプル管 シゲミ製 磁化率補正 5mm 試料管 (重水用) を使用。

すべての測定は 30 °, bpp_led_dosy シーケンス、4096point × 12point で行い、各データポイントにつき 3 回以上測定した。

データ処理は delta ver.4.3.7 を用い、1 次元処理は window 関数 single-exponential 1Hz

拡散係数 D は curve analysis tool を用い、重水中の HDO (30 °) の拡散係数 $2.22 \times 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ を基準として求めた。

window 関数は通常のプロトン測定より強くかかっているが、DOSY に限らずピーク高さをプロットするような測定 (T1 測定など) の場合はポイント落ちによる誤差を防ぐためこのようにする場合が多いようである。

Fig.2 の下方が実験データ (緑) とフィッティング (黄) であるがよくデータが得られている、

(参考文献)

R. A. Waggoner, F.L. Blum, J.C. Lang Macromolecules 1995, 28, 2658-2664

S. Matsukawa, I. Ando Macromolecules 1996, 29, 7136-7140

PGF-NMR 法による拡散現象測定の手引書(第 2 版) <http://www.jeol.co.jp> より

2002 日本電子分析機器・NMR ユーザーズミーティング資料「拡散係数測定における注意点」

長鎖アルキル基を有する液晶分子の結晶構造 ～微小結晶 (0.15 × 0.10 × 0.04 mm) の構造解析～

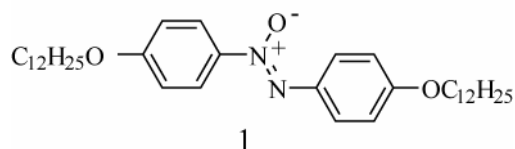
松本泰昌

利用装置 Rigaku 製 “VariMax AFC10 / SATURN70”

微小焦点X線発生装置と多層膜ミラーを組み合わせた“VariMax”は、従来よりも非常に強い強度のX線が得ることができます。結晶化が困難なために、これまで構造解析ができなかった化合物の構造解析に期待されます。今回は、結晶になりにくい液晶分子の微小結晶の構造解析について報告します。

この報告における構造解析は、北海道医療大学久保勲二先生との共同研究の一環として行いました。ご指導いただきましたことを、この場を借りて厚くお礼申し上げます。

X線結晶構造解析は機能性分子の分子構造だけではなく、分子間相互作用や集合形態を知るために有力な手段である。近年、久保らと共に様々な機能性分子（液晶分子、農薬、蛍光材料、色素など）の結晶構造を解明した。液晶の研究において、分子構造と液晶性の関係を解明することは非常に重要なことである。特に、液晶分子のX線結晶構造解析による結晶構造の解明は液晶相を規定する分子間相互作用に関して有益な情報を得ることができる。しかしながら、長鎖アルキル基を有する液晶分子の結晶構造の解析例は少ない。そこで、本研究では、炭素数 12 の長鎖アルキル側鎖を有する液晶分子(ビス(4-ドデシルオキシフェニル)ジアゼンオキサイド (1))の結晶構造¹⁾を解明した。



1 の単結晶 (黄色板状結晶 0.15 × 0.10 × 0.04 mm) はヘキサン-酢酸エチル(1:1 v/v)混合溶液から育成した。1 の結晶構造解析の結果を Fig. 1 に示す。

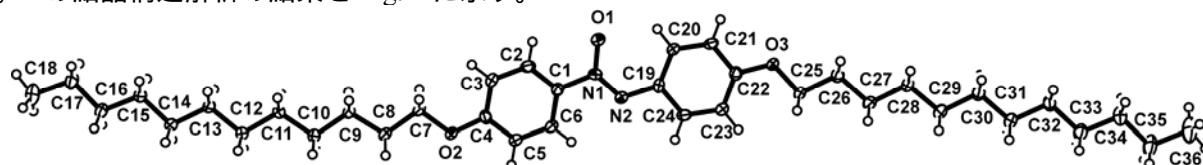


Fig. 1. Molecular structure of **1** showing 50% probability displacement ellipsoids.

1 のアルキル基は全てトランス体であり、各々の側鎖の全ての炭素 (C7-C18, C25-C36) はほぼ平面上に存在し、分子長(C18…C36)は 41.595 (6) Å であった。興味深いことに、1 は結晶格子中で分子長軸が層法線に対して傾いて層を形成していることが判った(Fig. 2)。

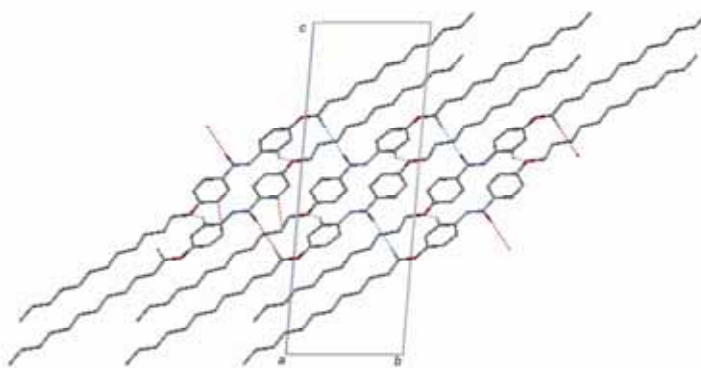


Fig. 2. Packing diagram of **1** viewed down the *a* axis.

1 はスメクティック C 相を発現することが知られていることから、液晶相に類似したパッキング構造で存在することが判った。さらに、1 の分子間相互作用として、 $\pi \cdots \pi$ 、C-H \cdots O 並びに C-H \cdots π 相互作用が認められた。

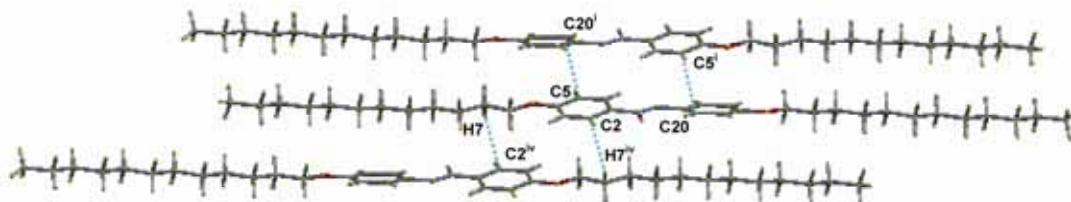


Fig. 3. The $\pi \cdots \pi$ and C-H \cdots π interactions for 1.

以上のように、このような液晶分子の微小結晶でも、Rigaku 製 “VariMax AFC10 / SATURN70” を用いることにより、International Union of Crystallography (IUCr) の checkCIF に通用する高い精度の解析結果を得ることができることがわかった。

1) K. Kubo, T. Matsumoto, A. Mori, H. Takahashi, H. Takechi, *Acta Cryst.*, **E61**, o3056-o3058 (2005).

VBA マクロを用いた Excel グラフ自動作成

田中 雄

はじめに

先導物質化学研究所内の電力量について、各研究室ごとの使用量に応じた負担を目指して電力使用量の調査を行う事となりました。研究所内の各階の配電盤には USB メモリに記録可能な電力監視モニター(河村電機産業株式会社製 e-monitor)が設置されており、そのデータを用いて各階における電力使用量のグラフを作成しました。

マクロとは

エクセルなどにおける一連の作業をプログラミング言語で記録することで、作業を自動的に行う機能の事をマクロといいます。そのときに使われるプログラム言語は VBA と呼ばれ、マイクロソフト社の office 製品などにおいて広く用いられています。この機能を用い、繰り返して行うような作業をマクロで記述することによって作業工程を簡略化することが出来ます。本報では OS は windows XP Professional Version5.1、エクセルは Microsoft Office Excel2003 を使用して、マクロを作成しました。

マクロ作成の前に

今回のデータは電力監視モニターの付属ソフトで読み出したデータを SQL で処理し CSV(カンマ区切り)

形式のものを使用しました。Excel でこの CSV 形式データを読み込むと Fig.1 に示したように各セルにメータ毎・日付毎のデータが入力されます。このデータをもとにして各フロアごとに集計しグラフを作成します。メータは全部で 108 個あり、各メータごとに 66 日分のデータが格納されています。

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1			2007/4/2	21						
2			4/1	4						
3			2/1	5						
4			7/30	4						
5			2007/3/29	4						
6			2007/3/28	3						
7			2007/3/27	27						
8			2007/3/26	6						
9			2007/3/25	2						
10			2007/3/24	2						
11			2007/3/23	2						
12			2007/3/22	3						
13			2007/3/21	3						
14			2007/3/20	3						
15			2007/3/19	4						
16			2007/3/18	3						
17			2007/3/17	3						
18			2007/3/16	4						
19			2007/3/15	7						
20			2007/3/14	5						
21			2007/3/13	7						

Fig.1 CSV データの読み込み

- ・ A 列：メータNO、1~108 番まで存在する。

- ・ B列：ひとつのメーターにつき 66 日分の日付が入力される。
- ・ C列：電力量の値が入力される。

マクロ概要

以下の手順でグラフを作成するマクロを作成しました。

- 1: 前処理 日付をコピーする
- 2: 各階、フロアごとの電力値を算出する
- 3: 算出したデータ中から、目的とする月データのみを表示する
- 4: データをグラフ作成用に並び替えて、名前を付ける
- 5: グラフを作成する

マクロ作成

各手順ごとに主要部分のマクロの内容を示します。

(1) 前処理 日付をコピーする。

セル B1~B66 までに入力されている日付をコピー & ペーストする。

1~2 行目でコピー、3~4 行目でペースト

- 1: Range("B1:B66").Select
- 2: Selection.Copy
- 3: Range("d1").Select
- 4: ActiveSheet.Paste

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
46	1	2007/2/16	3.2	2007/2/16					
47	1	2007/2/15	3.1	2007/2/15					
48	1	2007/2/14	7.5	2007/2/14					
49	1	2007/2/13	8	2007/2/13					
50	1	2007/2/12	6.2	2007/2/12					
51	1	2007/2/11	3.5	2007/2/11					
52	1	2007/2/10	10.2	2007/2/10					
53	1	2007/2/9	19.1	2007/2/9					
54	1	2007/2/8	7.6	2007/2/8					
55	1	2007/2/7	11.2	2007/2/7					
56	1	2007/2/6	16	2007/2/6					
57	1	2007/2/5	8	2007/2/5					
58	1	2007/2/4	3.8	2007/2/4					
59	1	2007/2/3	10.4	2007/2/3					
60	1	2007/2/2	28.3	2007/2/2					
61	1	2007/2/1	46.1	2007/2/1					
62	1	2007/1/31	29	2007/1/31					
63	1	2007/1/30	37.6	2007/1/30					
64	1	2007/1/29	22.9	2007/1/29					
65	1	2007/1/28	4.8	2007/1/28					
66	1	2007/1/27	4.5	2007/1/27					
67	2	2007/1/26	0.9	2007/1/26					
68	2	2007/1/25	0.7	2007/1/25					
69	2	2007/1/24	0.7	2007/1/24					
70	2	2007/1/23	0.7	2007/1/23					
71	2	2007/1/22	0.7	2007/1/22					
72	2	2007/1/21	0.6	2007/1/21					
73	2	2007/1/20	0.6	2007/1/20					
74	2	2007/1/19	0.7	2007/1/19					
75	2	2007/1/18	0.7	2007/1/18					
76	2	2007/1/17	0.7	2007/1/17					
77	2	2007/1/16	0.7	2007/1/16					
78	2	2007/1/15	0.7	2007/1/15					
79	2	2007/1/14	0.7	2007/1/14					
80	2	2007/1/13	0.7	2007/1/13					

Fig.2 日付のコピー

(2) 各階フロアごとに、メーターの値を集計する。

2 行目でフロアの日分のデータを求め、3 行目でそのデータをコピーし、66 日分を求める。

- 1: Range("e1").Select
- 2: ActiveCell.FormulaR1C1="=RC[-2]+R[66]C[-2]"
- 3: Selection.AutoFill Destination:=Range("e1:e66"), Type:=xlFillDefault (以上、各フロア毎に繰り返し)

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	
46	1	2007/2/17	2.7	2007/2/17	3.3	198.3	513.6	373.9	183.7	376.7
47	1	2007/2/16	3.2	2007/2/16	3.9	323.7	370.4	385.5	213	464.5
48	1	2007/2/15	3.1	2007/2/15	3.9	274.2	452.9	424.9	204.6	435
49	1	2007/2/14	7.5	2007/2/14	8.1	327.8	387.2	338.5	219.7	427.8
49	1	2007/2/13	8	2007/2/13	8.7	272.1	360.8	289.5	209.4	455.7
50	1	2007/2/12	6.2	2007/2/12	6.9	218.4	375.2	339.6	193.6	444.4
51	1	2007/2/11	3.5	2007/2/11	4.2	251.5	306.9	278.9	152.4	370.7
52	1	2007/2/10	10.2	2007/2/10	10.8	240.6	299.9	343.3	195.2	388.9
53	1	2007/2/9	19.1	2007/2/9	19.8	259.6	302.3	309.6	211.2	402.7
54	1	2007/2/8	7.6	2007/2/8	8.5	290.7	363.7	344.9	237.5	444.9
55	1	2007/2/7	11.2	2007/2/7	11.9	260.5	423.3	371.5	221.4	445.5
56	1	2007/2/6	16	2007/2/6	16.6	355.1	473.4	441.3	321.8	471.6
57	1	2007/2/5	8	2007/2/5	8.7	326.9	417.1	408.9	224.4	498.8
58	1	2007/2/4	3.8	2007/2/4	4.5	271.5	314.9	311.8	190	440.3
59	1	2007/2/3	10.4	2007/2/3	11	463.5	443.6	512.4	182	504.1
60	1	2007/2/2	28.3	2007/2/2	29	391.4	505.2	542.9	279.2	604.5
61	1	2007/2/1	46.1	2007/2/1	46.7	431.9	498.8	490.9	291.6	548.4
62	1	2007/1/31	29	2007/1/31	29.7	301.5	505.6	521	273.8	472.6
63	1	2007/1/30	37.6	2007/1/30	38.3	337.3	447.9	440.8	290.8	547.9
64	1	2007/1/29	22.9	2007/1/29	23.5	384.1	323.5	433.7	297.9	510.6
65	1	2007/1/28	4.8	2007/1/28	5.5	279.2	299.1	253.5	256	426.6
66	1	2007/1/27	4.5	2007/1/27	5.2	303.2	301.5	411.9	245.6	407.5
67	2	2007/1/26	0.9	2007/1/26	0.9	2007/1/26	0.9	2007/1/26	0.9	2007/1/26
68	2	2007/1/25	0.7	2007/1/25	0.7	2007/1/25	0.7	2007/1/25	0.7	2007/1/25
69	2	2007/1/24	0.7	2007/1/24	0.7	2007/1/24	0.7	2007/1/24	0.7	2007/1/24
70	2	2007/1/23	0.7	2007/1/23	0.7	2007/1/23	0.7	2007/1/23	0.7	2007/1/23
71	2	2007/1/22	0.7	2007/1/22	0.7	2007/1/22	0.7	2007/1/22	0.7	2007/1/22
72	2	2007/1/21	0.6	2007/1/21	0.6	2007/1/21	0.6	2007/1/21	0.6	2007/1/21
73	2	2007/1/20	0.6	2007/1/20	0.6	2007/1/20	0.6	2007/1/20	0.6	2007/1/20
74	2	2007/1/19	0.7	2007/1/19	0.7	2007/1/19	0.7	2007/1/19	0.7	2007/1/19
75	2	2007/1/18	0.7	2007/1/18	0.7	2007/1/18	0.7	2007/1/18	0.7	2007/1/18

Fig.3 電力量データの集計

(3) 算出したデータの中から目的とする月のデータのみを表示する。

2 行目でオートフィルター機能を用いて 2 月分のデータだけに絞り込む。

- 1: Columns("D:D").Select
- 2: Selection.autofilter Field:=1, Criteria1:=">=2007/2/1", Operator:=xlAnd, Criteria2:="<=2007/2/28"

1	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
34	1	2007/2/28	7.7	2007/2/28	8.4	224.5	500.9	269.3	213.6	405.7
35	1	2007/2/27	5.6	2007/2/27	6.3	242.6	454.7	325	211.6	398.2
36	1	2007/2/26	3.8	2007/2/26	4.5	240.7	400.6	282.5	212.9	388.5
37	1	2007/2/25	3.5	2007/2/25	4.1	184.9	366.3	141.6	187.1	365.3
38	1	2007/2/24	3.6	2007/2/24	4.2	203.3	387.2	206.9	189.7	312.1
39	1	2007/2/23	4.2	2007/2/23	4.9	220.5	360.5	262.4	214.1	345.6
40	1	2007/2/22	4.1	2007/2/22	4.8	293.8	391	309.1	232.4	341.2
41	1	2007/2/21	34.6	2007/2/21	35.2	291.4	405.5	346.9	209.2	378.3
42	1	2007/2/20	6.6	2007/2/20	7.3	265.2	423.6	336.6	210.7	416.8
43	1	2007/2/19	15.1	2007/2/19	15.8	251.4	510.4	299	319.9	454.7
44	1	2007/2/18	2.7	2007/2/18	3.4	214.9	375.7	275.7	188.8	375.6
45	1	2007/2/17	3.5	2007/2/17	4.2	183.3	313.6	373.9	193.7	376.1
46	1	2007/2/16	3.2	2007/2/16	3.9	323.7	370.4	385.5	213	464.5
47	1	2007/2/15	3.1	2007/2/15	3.9	274.2	452.8	424.3	204.6	435
48	1	2007/2/14	7.5	2007/2/14	8.1	327.8	387.2	338.5	219.7	427.8
49	1	2007/2/13	8	2007/2/13	8.7	272.1	360.8	289.5	209.4	455.7
50	1	2007/2/12	6.2	2007/2/12	6.9	218.4	375.2	339.6	193.6	444.4
51	1	2007/2/11	3.5	2007/2/11	4.2	251.5	306.9	278.9	152.4	370.7
52	1	2007/2/10	10.2	2007/2/10	10.8	240.6	299.9	343.3	195.2	388.9
53	1	2007/2/9	19.1	2007/2/9	19.8	259.6	302.3	309.6	211.2	402.7
54	1	2007/2/8	7.6	2007/2/8	8.5	290.7	363.7	344.9	237.5	444.9
55	1	2007/2/7	11.2	2007/2/7	11.9	260.5	423.3	371.5	221.4	445.5
56	1	2007/2/6	16	2007/2/6	16.6	355.5	473.4	441.3	321.8	471.6
57	1	2007/2/5	8	2007/2/5	8.7	326.9	417.1	408.9	224.4	498.8
58	1	2007/2/4	3.8	2007/2/4	4.5	271.5	314.9	311.8	190	440.3
59	1	2007/2/3	10.4	2007/2/3	11	463.5	443.6	512.4	182	504.1
60	1	2007/2/2	28.3	2007/2/2	29	391.4	505.2	542.9	279.2	604.5
61	1	2007/2/1	46.1	2007/2/1	46.7	431.9	498.8	490.9	291.6	548.4
71										
72										
73										
74										
75										

Fig.4 データの絞り込み(2月)

(4) データをグラフ作成用に並び替え、名前をつける

1~6 行目で日付をコピー & ペースト、7~12 行目で名前を付ける

```

1: Range("d1:w31").Selectlection.copy
2: Sheets("Sheet2").Select
3: Range("A1").Select
4: Selection.PasteSpecial paste:=xlPasteValues,
   Operation:=xlNone,
   SkipBlanks:=False, Transpose:=False
5: Rows("1:1").Select
6: Selection.ClearContents
7: Range("B1").Select
8: ActiveCell.FormulaR1C1 = "南棟 1F 西"
9: Range("C1").Select
10: ActiveCell.FormulaR1C1 = "南棟 3F 西"
11: Range("D1").Select
12: ActiveCell.FormulaR1C1 = "南棟 4F 西"
    
```

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1		南棟1F西	南棟3F西	南棟4F西	南棟5F西	南棟1F東	南棟2F東	南棟3F東	南棟4F東	南棟5F東
2	2007/2/28	0.4	224.5			213.0	405.7	409.3	236.9	82.1
3	2007/2/27	6.3	242.6	名前を付ける		211.0	398.2	420.6	211.4	80.7
4	2007/2/26	4.5	240.7	444.0	262.5	212.9	388.5	432.6	261.7	84.9
5	2007/2/25	4.1	184.9	366.3	141.6	187.1	365.3	266.6	206.8	75
6	2007/2/24	4.2	203.3	387.3	209.9	189.7	312.1	370.7	222.8	68.7
7	2007/2/23	4.9	220.5	360.5	262.4	214.1	345.6	421.3	201.8	70.9
8	2007/2/22	44.8	233.8	381	308.1	232.4	341.2	418.8	226.6	76.6
9	2007/2/21	35.2	291.4	405.5	346.9	209.2	379.3	417.5	219.9	79.3
10	2007/2/20	7.9	265.2	423.6	336.6	210.7	414.9	479.9	366.6	79.5
11	2007/2/19	15.8	251.4	510.4	288	219.9	454.7	404.9	371.8	87.9
12	2007/2/18	3.4	214.9	576.7	275.7	188.8	375.8	316.8	258.2	87.4
13	2007/2/17	3.3	198.3	513.6	373.9	183.7	374.7	498	291	88.7
14	2007/2/16	3.9	323.7	370.4	389.5	219	444.5	542.5	381	95.9
15	2007/2/15	3.8	274.2	452.8	424.3	204.6	435	504.5	367.8	95.5
16	2007/2/14	8.1	327.8	387.2	338.5	219.7	427.8	543	297.8	74.1
17	2007/2/13	8.7	272.1	380.8	289.5	208.4	455.7	484.9	265.9	75.1
18	2007/2/12	6.9	218.4	375.2	339.9	193.6	444.4	444.9	375.2	83.8
19	2007/2/11	4.2	251.5	306.9	278.9	192.4	370.7	336.6	264.5	84.6
20	2007/2/10	10.8	240.6	299.9	343.3	195.2	388.9	445.6	267.7	80.7
21	2007/2/9	19.8	259.6	302.3	329.6	211.2	402.7	365.8	273.7	81.1
22	2007/2/8	8.5	280.7	363.7	344.9	237.5	444.9	497.9	291.6	83.5
23	2007/2/7	11.9	280.5	423.3	371.5	231.4	445.5	514.6	272.4	104.9
24	2007/2/6	18.6	355.5	473.4	441.3	221.9	471.6	483.4	311.4	105.7
25	2007/2/5	8.7	328.9	417.1	408.9	224.4	488.8	529.5	280.7	120.7
26	2007/2/4	4.5	271.5	314.9	311.8	190	440.3	403.5	359.4	80.3
27	2007/2/3	11	463.5	443.6	512.4	182	504.1	659.9	348	156.2
28	2007/2/2	29	391.4	506.2	542.9	279.2	604.5	746.5	488.5	155.5
29	2007/2/1	46.7	431.9	498.8	480.9	281.6	548.4	755.3	495.7	147.9
30										
31										
32										
33										

Fig.5 データの整理

(5) グラフを作成する。

グラフにタイトルを付け、Y軸に電力量の単位を付けてグラフを作成。

```

1: Range("A1:J29").Select
2: Charts.Add
3: ActiveChart.ChartType = xlLineMarkers
4: ActiveChart.SetSourceData Source:=
   Sheets("Sheet2").Range("A1:J29"),
   PlotBy:=xlColumns
ActiveChart.Location Where:=xl
LocationAsNewSheet, Name:="南棟"
With ActiveChart .HasTitle = True
   .ChartTitle.Characters.Text = "南棟電力量"
   .Axes(xlCategory, xlPrimary).HasTitle = False
   .Axes(xlValue, xlPrimary).HasTitle = True
   .Axes(xlValue, xlPrimary).AxisTitle.Characters.Text = "kwh"
    
```

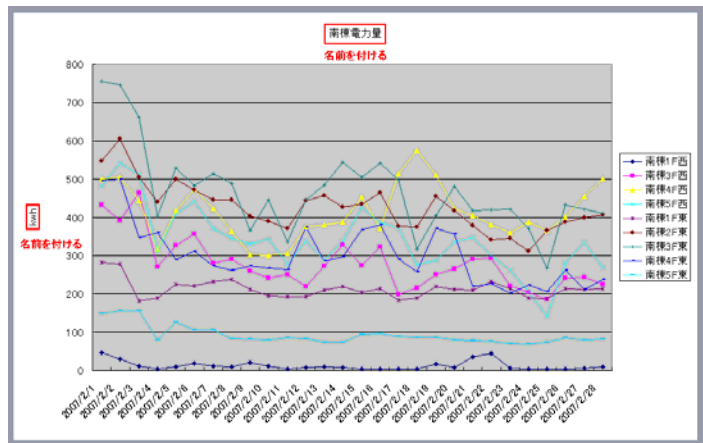


Fig.6 グラフの作成

改善点

現在のマクロでは作成する月が替わるとマクロ本文の書き換えが必要となるため、その対策が必要と考えられます。フォーム機能を用いて対策を検討しています。

センター職員の業務及び研修・発表報告

装置取り扱い説明会 (4月-随時)	各装置担当
平成18年度 機器・分析技術研究会 ポスター発表 「LINUXを用いた簡易ネットワークセキュリティ」	田中(雄)
第56会 錯体討論会 口頭発表 「第一遷移金属(II)イオン <i>N,N</i> -ジメチルプロピオンアミド溶媒和錯体の構造」	松本
第23回 JEOL NMR ユーザーズミーティング 2007.1.19 講演「試してみたくなる！プチ応用 NMR 測定」	出田
第3回電子顕微鏡セミナー 日本電子株式会社 2007.2.6-7	梅津
第一種 作業環境測定士登録 (共通・有機・特化)	出田

管理機器が貢献した論文等

論文リスト

- Tsuji, T; Tatsuyama, Y; Tsuji, M; Ishida, K; Okada, S; Yamaki, **Preparation of LiMn2O4 nanoparticles for Li ion secondary batteries by laser ablation in water** *J Materials Letters*, 61, 10, 2062 - 2065 (2007)
- Tsuji, T; Okazaki, Y; Higuchi, T; Tsuji, **Laser-induced morphology changes of silver colloids prepared by laser ablation in water-Enhancement of anisotropic shape conversions by chloride ions** *M Journal of Photochemistry and Photobiology A*, 183, 3, 297 - 303 (2006)
- H. Takahashi, H. Takechi, K. Kubo, T. Matsumoto, **Ethyl 8-methoxy-2-oxo-2H-1-benzopyran-3-carboxylate**, *Acta Cryst.* **E62**, o2553-o2555 (2006).
- K. Kubo E. Fukeda, K. Endo, T. Matsumoto, A. Mori, **2-Methacryloxypone**, *Acta Cryst.* **E62**, o2986-o2987 (2006).
- H. Takahashi, K. Kubo, H. Takechi, T. Matsumoto, K. Ideta, **Crystal Structure and Emission Properties of 4,4'-Dimethoxy-2,2'-Dihydroxybenzalazines**, *J. Oleo Sci.*, **55**, 483-486 (2006).
- K. Kubo, T. Matsumoto, M. Hashimoto, A. Mori, **Methyl 4-amino-5-oxo-1,3,6-cycloheptatriene-1-carboxylate**, *Acta Cryst.* **E62**, o3584-o3586 (2006).
- H. Takechi, K. Kubo, H. Takahashi, T. Matsumoto, **Methyl 4-[7-(diethylamino)-2-oxo-2H-1-benzopyran-3-yl]benzoate**, *Acta Cryst.* **E62**, o3826-o3828 (2006).
- M. Tanaka, T. Haino, K. Ideta, K. Kubo, A. Mori, Y. Fukazawa, **Combinatorial synthesis of isoxazole library and their liquid crystalline properties**, *Tetrahedron*, **63**, 652-665 (2007).
- H. Takechi, K. Kubo, H. Takahashi, T. Matsumoto, **1,3,5-Trimethyl-5-(phenylmethyl)-2,4,6(1H,3H,5H)-pyrimidinetrithione**, *Acta Cryst.*, **E63**, o701-o703 (2007).
- K. Kubo, T. Matsumoto, A. Mori, **3-Hydroxytropone (2,7-Dihydroxy-2,4,6-cycloheptatrien-1-one)**, *Acta Cryst.*, **E63**, o941-o943 (2007).
- K. Kubo, T. Matsumoto, A. Mori, **5-Methyltropone**, *Acta Cryst.*, **E63**, o1063-o1064 (2007).

- K. Kubo, T. Matsumoto, A. Mori, **2-Hydroxy-7-iodo-2,4,6-cycloheptatrien-1-one**, *Acta Cryst.*, **E63**, o1297-o1299 (2007).
- K. Kubo, T. Matsumoto, D. Kuribayashi, A. Mori, **5-Iodotropolone**, *Acta Cryst.*, **E63**, o1570-o1572 (2007).
- K. Kubo, T. Matsumoto, K. Yuhi, J. Kubo, T. Sakurai, **N-Hydroxy-N-phenyl- 2-naphthalenecarboxamide**, *Acta Cryst.*, **E63**, o1942-o1944 (2007).
- M. Shibahara, M. Watanabe, T. Iwanaga, K. Ideta, T. Shinmyozu, **Synthesis, Structure, and Transannular - Interaction of Multilayered [3.3]Metacyclophanes**. *Journal of Organic Chemistry* (2007), 72(8), 2865-2877.
- T. Shimasaki, S. Kato, K. Ideta, K. Goto, T. Shinmyozu, **Synthesis and Structural and Photoswitchable Properties of Novel Chiral Host Molecules: Axis Chiral 2,2'-Dihydroxy-1,1'-binaphthyl-Appended stiff-Stilbene**. *Journal of Organic Chemistry* (2007), 72(4), 1073-1087.
- S. Kato, T. Matsumoto, K. Ideta, T. Shimasaki, K. Goto, T. Shinmyozu, **Supramolecular Assemblies and Redox Modulation of Pyromellitic Diimide-Based Cyclophane via Noncovalent Interactions with Naphthol**. *Journal of Organic Chemistry* (2006), 71(13) 4723-4733.
- T. Thiemann, Y. Tanaka, K. Ideta, S. Mataka, **Solvent reduced Wittig olefination reactions with halo containing conjugated phosphoranes**. *Central European Journal of Chemistry* (2006), 4(3), 403-427.
- S. Niibayashi, H. Hayakawa, R. -H. Jin, H. Nagashima, **Reusable and environmentally friendly ionic trinuclear iron complex catalyst for atom transfer radical polymerization**. *Chem. Commun.*, 2007, in press
- K. Tsuchiya, H. Kondo, H. Nagashima, **Ring Expansion of a Platinacyclopropane to a Platinacyclopentane by Double Insertion of Isocyanides into Pt-C Bonds**. *Organometallics* 2007, 26, 1044-1051
- K. Tsuchiya, H. Nagashima, **Spectroscopic and Crystallographic Studies on the Insertion Reaction of Aryl Isocyanides into the Bond between Palladium and Carbon, which Contribute to Understanding the trans-[Br₂Ni(CNAr)₂]-catalyzed Ethylene Polymerization**, 総理工報告, in press
- Trifluoromethanesulfonate (triflate) as a moderately coordinating anion: Studies from chemistry of the cationic coordinatively unsaturated mono- and diruthenium amidinates**. T. Hayashida, H. Kondo, J. Terasawa, K. Kirchner, Y. Sunada, H. Nagashima, *J. Organomet. Chem.*, **2007**, 692, 382-394.
- Y. Motoyama, M. Takasaki, K. Higashi, S. -H. Yoon, I. Mochida, H. Nagashima, **Highly-dispersed and size-controlled ruthenium nanoparticles on carbon nanofibers: preparation, characterization, and catalysis**. *Chem. Lett.*, **2006**, 35, 876-877.
- S. Hanada, Y. Motoyama, H. Nagashima, **Dual Si-H effects in platinum-catalyzed silane reduction of carboxamides leading to a practical synthetic process of tertiary amines involving self-encapsulation of the catalyst species into the insoluble silicone resin formed**. *Tetrahedron Lett.*, **2006**, 47, 6173-6177.
- Y. Sunada, T. Sue, T. Matsumoto, H. Nagashima, **Titanium(IV) phosphinoamide as a unique bidentate ligand for late transition metals II: TiRu heterobimetallics bearing a bridging chlorine atom**. *J. Organomet. Chem.*, **2006**, 691, 3176-3182.
- Y. Motoyama, S. Hanada, K. Shimamoto, H. Nagashima, **A coordinatively unsaturated ruthenium methoxide as a highly effective catalyst for the halogen atom-transfer radical cyclization of N-allyl dichloroacetamides and related reactions**. *Tetrahedron* **2006**, 62, 2779-2788.
- H. Nagashima, T. Sue, T. Oda, A. Kanemitsu, T. Matsumoto, Y. Motoyama, Y. Sunada, **Dynamic Titanium Phosphinoamides as Unique Bidentate Phosphorus Ligands for Platinum**. *Organometallics* **2006**, 25, 1987-1994.

講演リスト

炭素ナノ繊維担持ルテニウムクラスター触媒による水素化反応：ポリエチレングリコールを用いた相分離システムによる触媒再利用法の開発（九大総理工）○高崎 幹大・本山 幸弘・尹 聖昊・持田 勲・永島 英夫 日本化学会第 86 春季年会、2006

Tripod 型メタロリガンドとして作用する新規 Zr ホスフィノアミド錯体の合成と ELHB 錯体の開発
末 隆志・砂田 祐輔・永島 英夫 日本化学会第 86 春季年会、2006

イソシアニド配位子を持つ 10 族遷移金属錯体の化学の新展開：合成と特異的挿入反応
土谷 和寛・近藤 英雄・茂木 孝一・永島 英夫 日本化学会第 86 春季年会、2006

白金触媒とポリメチルヒドロシロキサンによるアミド化合物の還元
花田 汐理・本山 幸弘・永島 英夫 日本化学会第 86 春季年会、2006

アザニッケラシクロペンテン錯体を触媒としたエチレン重合におけるハロゲン配位子とアルミニウム助触媒の効果、野田 大輔・田摩 正雄・土谷 和寛・砂田 祐輔・永島 英夫 日本化学会第 86 春季年会、2006

選択的触媒被毒：ルテニウムクラスター触媒によるアミドの選択的還元反応
笹熊 英博・本山 幸弘・永島 英夫、日本化学会第 86 春季年会、2006

ルテニウムクラスター錯体とポリメチルヒドロシロキサンを用いたアミド化合物の効率的還元反応：2 級アミドの還元的 N - アルキル化による 3 級アミンの新規合成法、石田 寿樹・本山 幸弘・永島 英夫 日本化学会第 86 春季年会、2006

ポリメチルヒドロシロキサンを用いた 3 級アミド化合物の還元反応における触媒の効果
高岡 直樹・本山 幸弘・永島 英夫、日本化学会第 86 春季年会、2006

Tripod 型メタロリガンドとして機能する tris-ホスフィノアミド Zr 錯体を用いた新規 ELHB 錯体の開発、砂田祐輔・末隆志・永島英夫、第52回有機金属化学討論会、2006

ルテニウムクラスター錯体を触媒とする 2 級アミドの還元反応：ポリメチルヒドロシロキサンを用いた還元的 N-アルキル化による 3 級アミンの新規合成法
本山幸弘・石田俊樹・花田汐理・永島英夫 第52回有機金属化学討論会、2006

フルオロアルキル基を有する 10 族遷移金属錯体の合成とその配位不飽和錯体の合成研究
池田 綾、砂田 祐輔、永島 英夫 第 56 回錯体化学討論会、2006

アザニッケラシクロペンテン骨格を有するニッケル錯体のエチレン重合における助触媒効果
野田大輔・田摩正雄・土谷和寛・砂田祐輔・永島英夫 第98回触媒討論会、2006

Selective Catalyst Poisoning: Selective Reduction of Carboxamides by a Ruthenium Cluster-catalyzed Reaction with Hydrosilanes
Nagashima, H.; Sasakuma, H.; Motoyama, Y.
The 10th International KYOTO Conference on New Aspects of Organic Chemistry

Ruthenium Catalyzed Hydrosilane-reduction and Reductive-alkylation of Secondary Amides
Hanada, S.; Ishida, T.; Motoyama, Y.; Nagashima, H.
The 10th International KYOTO Conference on New Aspects of Organic Chemistry

CNF-Supported Palladium- and Platinum Catalysts: Preparation, Characterization, and Catalytic Properties
Takasaki, M.; Higashi, K.; Motoyama, Y.; Yoon, S -H.; Mochida, I.; Nagashima, H.
4th China-Japan-Korea Joint Symposium on Carbon Materials to Save the Earth

蛍光性液晶分子の結晶構造 (1)

久保勘二・高橋 大・武智春子・松本泰昌・出田圭子、日本化学会第 87 春季年会 (2007.3) 3PA-114

第一遷移金属(II)イオン *N,N*-ジメチルプロピオンアミド溶媒和錯体の構造

松本泰昌・小倉崇裕・浅田光則・梅林泰宏・石黒慎一 第 56 回錯体討論会

鬼木良彦・出田圭子・五島健太・新名主輝男

剛直な骨格を有する新規環状テトラフェニルポルフィリン類の合成および包接挙動 (A1-03) 第一回ホスト・ゲスト化学シンポジウム,筑波大, 2006/5/29-30

島崎俊明・出田圭子・加藤真一郎・五島健太・新名主輝男

光駆動型キラルホスト分子の合成とその光異性化挙動 (P 4_5.55) 第 43 回化学関連支部合同九州大会,2006/7/8

加藤真一郎・松本泰昌・島崎俊明・五島健太・新名主輝男

新規ピロメリットジイミド基盤シクロファンの超分子配列と電気化学的水素結合制御 (P 4_5.77) 第 43 回化学関連支部合同九州大会,2006/7/8

鬼木良彦・ Cui Xuedong・出田圭子・五島健太・新名主輝男

剛直な骨格を有する新規環状テトラフェニルポルフィリン類の合成および包接挙動 (2) (2PA29) 第 18 回基礎有機化学連合討論会,2006/10/7-9

科学研究費補助金 2006 年度基盤研究(B) 「新規ホスト分子としての 電子系分子チューブ類の合成、構造、及び機能」 研究代表者 新名主 輝男、分担者 五島健太 芝原雅彦 出田圭子

九州大学先導物質化学研究所 研究支援センター

Analytical Center, Institute for Material Chemistry, Kyushu University

〒816-8580 福岡県春日市春日公園 6-1

TEL & FAX 092-583-8898

URL <http://shien.cm.kyushu-u.ac.jp>