

# 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. 1, 2004

## センター長挨拶

研究支援センター長 金政修司

九州大学・先導物質化学研究所（筑紫地区）に研究支援センターを立ち上げて1年が経過しました。我々は、研究所の有機化学系の4研究室が所有する核磁気共鳴装置、質量分析計、X線回折装置などの大型の測定装置を効率的に利用しつつ、内外からの機器の高度測定への要望に応え、機器分析技術を中心課題とする研究協同の場として機能できる研究支援センター作りをめざしています。最終目標としては、幅広い物質科学の知識と卓越した機器分析技術をもった技術職員を育成して、先導物質化学研究所で実施されている先導的研究を強力に下支えすることのできる組織を構築したいと考えています。

この1年間、以下の活動を行なって来ました。

- ・効率的な機器利用のための諸制度の設定
- ・技術職員を関係学会・講習会に参加させて研究支援体制を強化
- ・技術職員の高度な測定技術の習得
- ・新しい機器の紹介と先端機器研究会セミナーの開催
- ・センタ - 技術職員が参加する共同研究の開始

センタ - 所属の研究技術員もこれらの仕事をこなし、各自の目標をしっかりと定めることができ、明るい表情で仕事に取り組んでくれているように見えます。周囲からもおおむね好評をいただいています。機器分析の知識が乏しい大学院の新生を対象とした各種機器利用のための講習会や、研究者をも対象として先端的機器分析法を紹介する啓蒙セミナー（先端機器研究会セミナー）はセンターの定例行事として定着しつつあります。今後、高度な機器分析技術で強力にバックアップされて、先導物質化学研究所を中心とする筑紫キャンパスから優れた研究成果が世界に発信されることを切望しています。

## スタッフ紹介

センター長（兼任） 金政修司

技術職員	出田圭子（NMR, ESR 担当）	keiko@cm.kyushu-u.ac.jp
技術職員	松本泰昌（X線、TOF-MS 担当）	taisuke@cm.kyushu-u.ac.jp
技術補佐員	田中康子（磁場MS 担当）	

運営委員 田中淳二 久保勘二 石井努 砂田祐輔

## 研究支援センター運営委員会

2004.3.16	基本的運用方針 新規導入機器についての説明。
2004.4.6	ホームページの作成及びセンター説明会について。
2004.7.2	予算について
2004.10.5	機器の稼働状況報告、経理状況。共同研究の測定料金と納入方法について。
2005.2.4	残予算の用途について。
2005.2.15	270MHz NMR のバージョンアップについて。
2005.3.10	センター機器の定期メンテナンス計画、センター年報について

## 研究支援センター発足から 1 年

研究支援センター 技術職員 出田圭子

研究支援センターは平成 16 年 4 月、先導物質化学研究所春日地区において発足しました。発足時のメンバーは技術職員 2 名と技術補佐員 1 名の 3 名で、装置を用いた研究を技術面からサポートするというので研究支援センターと名付けられました。

平成 15 年度に導入の装置が次々と納入され、装置の納入講習や使用規則作りに追われる中、運営委員となっていたいただいた有機合成系の先生方に助けられながら滑り出しました。研究所図書室の廃止に伴い、南棟 1F の今の場所にメンバーが集まって活動を開始し、最初の仕事は研究支援センターの仕事や意義を知っていただくことでした。本来研究活動のサポートを主な仕事としてきた技術職員ですが、独立し、自らの仕事をアピールすることで、本来の技術職員の仕事の意味や必要性を実感として感じるようになったように思います。

メンバーの仕事はそれぞれで、磁場 MS 担当の田中は毎日多くのサンプルの測定を一手に引き受けていますし、X 線・TOF-MS 担当の松本は数種の装置を動かす他、センターのホームページを担当、NMR 担当の出田は最もユーザーの多い装置であるため講習とメンテナンスの日々(おかげで学生さんの所属と名前がかなりわかる!)です。仕事の性質上、それぞれの装置の設置室にいる時間が長いのですが、センターではお互いそれぞれの装置の使用状況を話したり、運用の相談場所になっていますし、測定の相談に来る先生方や学生さんと話しているうちに別の装置の話になってしまったり。。。このような中から新たな研究が生まれるようなことがあれば、センターはさらに面白い場所になるでしょう。

今年は 1 年目ということで、担当の装置を動かすだけで精一杯の 1 年でしたが、17 年度は新たな装置と新メンバーを迎える予定です。今後は装置の個性を生かした測定で得られる情報を補い合えるような、つまり研究者が知りたい情報を確実に引き出すための提案ができるグループとして成熟していきたいと思っています。

後のページではこの 1 年間の活動報告とセンターの管理装置が研究に役立った例をデータとともに紹介いたします。

## 管理機器の紹介

### 核磁気共鳴装置 ( N M R )



JEOL 製 JNM-ECA600, ECA400

Field gradient (FG) 機能、デジタルフィルタ付き。多核種 5mm マルチプローブ。

溶液は多核測定、温度可変測定( - 100 ~ 150 )、2次元測定その他、様々なパルスを操る特殊測定が可能。

また、パルスシーケンスの書き換えが容易で、新しい測定方法にも即、対応できる。

・折り返しが無い (デジタルフィルタ)

・軽水サンプル、液量の少ないサンプル等従来分解能調整が困難であったサンプルの測定が容易 (FG シム) などの特徴を持つ。

ECA400は固体液体共用機で、固体用は、多核種6mmMASプローブ(最大回転数 12kHz)

その他 LA400, EX270, GSX270

### X線単結晶構造解析装置



超高輝度型 CCD 単結晶 X 線構造解析装置

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 ”

高輝度迅速型の X 線単結晶構造解析装置。集光光学系コンフォーカルミラー ” Varimax Mo ” を搭載。微小焦点化・高輝度化されており迅速な測定、微小試料の測定が可能。X 線強度は従来比約 7 倍、0.05mm 角程度の微小試料も測定可能である。低温吹付装置 (窒素) で -180 まで

温度制御可能。

その他、R-AXIS RAPID (イメージングプレート、Mo, Cu) 各 1 台

## 質量分析装置 (MS)

### 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)

スプレー用の窒素ガスを用いて冷却 (-80 から 15 の範囲で精密に温度制御が可能) することにより、低温下でイオン化。化合物の原形を損なわないようにソフトにイオン化できる。従来測定困難だった不安定化合物の測定が可能。

応用分野：金属錯体、超分子、生体分子、有機反応中間体、溶液中の各種会合体、ホスト-ゲスト化合物。分解能：6000 質量範囲：10000 質量精度：5 ppm



### 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)

最高分解能 60,000。

直接導入法にて測定。質量範囲は EI 法では 800、FAB 法では 2000 まで。フラグメントパターンによる構造解析に必須である。所内から

持ち込まれる多くのサンプルを測定している。分解能が良く、精度のよいミリマス測定が可能。

サンプルの性質等によって、上記 2 台の質量分析装置を使い分けている。

## 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  $\mu$ W - 200 mW

最大磁界強度：1.3T

不対電子の定量や分子中の不対電子の位置、およびその周囲の状態を調べることができ、その応用範囲は広い。活性酸素の測定は、生体内の活性酸素生成や光触媒の効果を評価、ダイオキシン分解などの環境関連分野に用いられる。また、半導体ウエハやガラスファイバーなどには格子欠陥というタイプの不対電子があり、これも最近良く行われる測定です。

ラファイバーなどには格子欠陥というタイプの不対電子があり、これも最近良く行われる測定です。

## 管理機器の使用状況と依頼分析

機種		納入	測定件数	外部依頼 (学内・内数)	外部依頼 (学外・内数)
NMR	ECA600	2003.12	503(サンプル数)		
	ECA400	2004.2	溶液 362(サンプル数)		
			固体 50(サンプル数)	(2)	(32)
	LA400	1996.3	4660	(80)	
	EX270	1991.3	2150		
GSX270	1987.3	5510			
MS	JMS-700	1996.3	1233(うち 430 ミリマス)		
	AccuTOF	2004.2	194		
X-ray	CCD	2004.2	321		(30)
	IP-Cu	2004.2	56		
	IP Mo	1999	10		

## 研究支援センター登録機器（研究室所有）

偏光顕微鏡観察装置（顕微鏡用加熱冷却装置付き） OLYMPUS BH-2

森研究室

可視・近赤外分光光度計 日立製 自記分光光度計 U-3410

森研究室

熱分析装置	セイコー電子工業(株)製 TG/DTA 同時測定装置 TG/DTA6300	
	セイコー電子工業(株)製 示差走査熱量計 DSC6200	森研究室
高圧反応装置	光高圧機器株式会社 高圧反応装置 KP10B	森研究室
旋光度計	HORIBA SEPA-200	金政研究室
FTIR	島津製作所製 FTIP-8300	金政研究室
等温滴定型カロリメータ	ITC CSC 社製	金政研究室
ダイナミック光散乱計	大塚電子 DSL6000	金政研究室
LCMASS QP8000	島津製作所製	金政研究室
高速遠心分離機	KOKUSAN H-201F	金政研究室
ガスクロマトグラフ	SHIMADZU GC-17A	永島研究室
ガスクロマトグラフ質量分析計	四重極型質量分析計: SHIMADZU GCMS-QP5050	
	ガスクロマトグラフ: SHIMADZU GC-17A	永島研究室
偏光顕微鏡観察装置(偏光顕微鏡)	偏光顕微鏡: OLYMPUS	永島研究室
電子マイクロ天秤	SARTORIUS 4503 MP6	又賀研究室
精密天秤	Sartorius SC2/MC5	又賀研究室
紫外可視赤外分光光度計	JASCO V-570	又賀研究室
分光蛍光光度計	HITACHI F-4500	又賀研究室
サイクリックボルタンメトリー	BAS CV-50 W	又賀研究室
円二色性分散計	JASCO J-720W	又賀研究室
高速液体クロマトグラフィ	JASCO LC-2000 (紫外可視検出器 CV-2075、溶液ポンプ PU-2089i)	又賀研究室
リサイクル分取 HPLC	Japan Analytical Industry Co., Ltd LC-918 (ポリスチレンカラム (JAIGEL-1H column (20 × 600 mm) and JAIGEL-2H column (20 × 600 mm))、クロロホルム展開)	又賀研究室
フーリエ変換赤外分光光度計	JASCO FT/IR-470 plus	又賀研究室

## 先端機器研究会セミナー

- 第1回 質量分析装置におけるコールドスプレーイオン源  
 -エレクトロスプレーイオン源との比較から- 5/17  
 日本電子(株)小沼純貴氏
- 第2回 固体高分解能 NMR - 固体 NMR で何がわかるか- 6/29  
 日本電子テクノサービス(株)出口健三氏
- 第3回 電子スピン共鳴(ESR)法の基礎と常磁性励起種研究の最前線 7/14  
 静岡大学理学部化学科 村井久雄教授

第4回 磁場勾配 NMR による拡散係数測定と混合物のスペクトル分離

- これはあなたの知っている NMR ではありません - 12/17 日本電子(株)内海博明氏

年間行事 & 業務報告

新入生へのセンターの紹介 (4/12)

装置取り扱い説明会 (4月-随時)

機器・分析技術研究会 (9/16,17) への参加、発表

九州大学先導物質化学研究所研究支援センターの紹介 松本・田中  
 研究支援センターへの技術相談事例：多核 NMR 出田

16年度先導研概算要求機種選定委員会 (オブザーバー参加) にてセンター紹介

NMR 討論会への参加 (11/10-12) 出田

日本結晶学会年会への参加 (11/16-17) 松本

JEOL NMR ユーザーズミーティング参加、出田

H16 年度技術職員研修

核磁気共鳴装置を用いた有機化合物の挙動解析 出田

単結晶 X 線構造解析装置を用いた有機化合物の構造解析とその検討 松本

管理機器を利用した研究紹介

Spin-saturation transfer 法を用いた活性化パラメータの算出

利用装置 NMR ECA600 (<sup>1</sup>H 共鳴周波数 600MHz)

出田圭子

NMR による化学交換や分子内の回転障壁の活性化パラメータは NMR によって求めることができる。転移等の速度が遅く、交換前後の生成物が異なる場合には単離後一次速度論解析が可能であるし、また交換速度が速い場合は Lineshape Analysis が用いられる。その中間の速度の場合や今回のように交換前後で生成物が同じ場合にも、この Spin-saturation transfer 法が適用できる。

今回、永島研究室にて構造決定されたトリメチルアズレン(TMA)配位子を有する鉄カルボニ

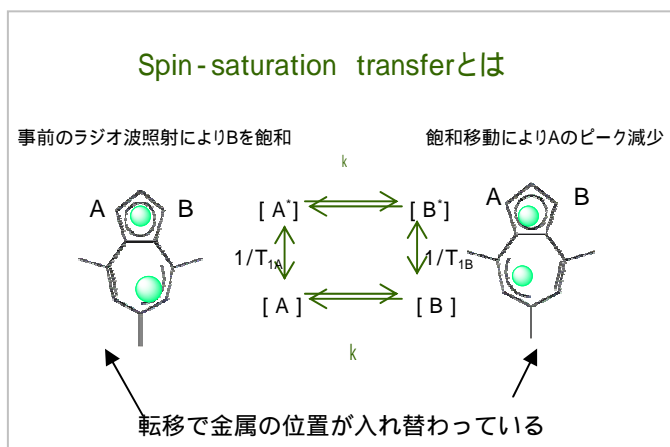


図1 TMA 金属 2 核錯体のハプトロピック転移

ルニ核錯体の反応速度及び活性化パラメータを求めたので紹介する。

化学交換の起こる系において、交換の起こる片方のピークを飽和させるともう片方のピークも交換速度

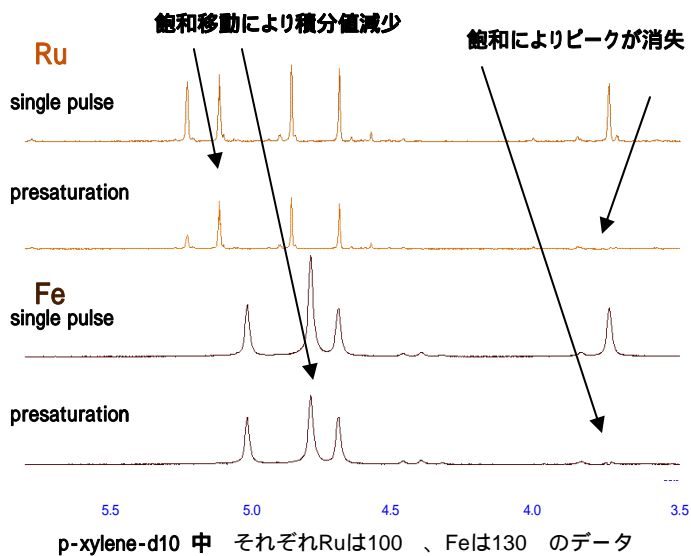


図2 TMA金属2核錯体の Saturation Transfer 実験

度に応じて一部飽和される。実験は交換の起こる温度数点において縦緩和時間(T1)と、飽和移動による積分値の変化を測定して各温度での交換速度(k)を求め、これらの結果をアレニウスプロットすることで活性化パラメータを得るものである(図1)。

T1測定はInversion Recovery法で、飽和移動量はSingle pulse法、presaturation法の積分比から求めた。Aのピークを十分な時間飽和し、ピークを消失させると、飽和移動によりBのピークも減少する。(図2)

各実験は10回繰り返した。また、積分値を正確にするため、T1の5倍の繰り返し時間で積算を行った。結果を図3にプロットし、この切片と傾きから表2のパラメータを得た。

表1 錯体のハプトトロピック転移速度

Ru TK)	Ma/Moa	T1(s <sup>-1</sup> )	k(s <sup>-1</sup> )
348.8	0.841 ± 0.006	6.540 ± 0.26	0.0289
353.4	0.742 ± 0.022	7.310 ± 0.46	0.0476
357.9	0.620 ± 0.006	7.448 ± 0.08	0.0823
362.5	0.524 ± 0.004	7.315 ± 0.13	0.1242
367.1	0.400 ± 0.002	7.110 ± 0.09	0.2110
371.6	0.333 ± 0.013	6.840 ± 0.55	0.2928

Fe T(K)	Ma/Moa	T1(s <sup>-1</sup> )	k(s <sup>-1</sup> )
380.8	0.738 ± 0.009	7.06 ± 0.19	0.0438
385.3	0.642 ± 0.020	7.30 ± 0.13	0.0711
389.9	0.570 ± 0.006	7.01 ± 0.07	0.1038
393.6	0.513 ± 0.006	6.98 ± 0.18	0.1274
398.1	0.492 ± 0.010	5.66 ± 0.09	0.1579
401.8	0.401 ± 0.009	6.22 ± 0.05	0.2303

表2 TMA金属2核錯体の活性化パラメータ

パラメータ	Ru	Fe
G <sup>‡</sup> 298(kcal/mol)	23.3 ± 2.9	24.0 ± 1.3
H <sup>‡</sup> (kcal/mol)	25.4 ± 3.2	21.4 ± 1.1
S <sup>‡</sup> (cal/mol · K)	7.0 ± 0.8	-8.6 ± 0.4

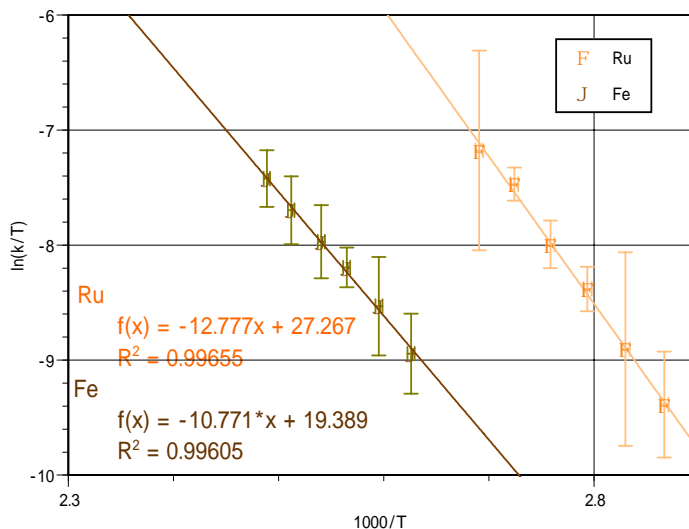


図3 転移速度のアレニウスプロット

### 結果のまとめ

エントロピーは反応における中間遷移状態の分子の形状について意味を持ち、エントロピーが正ならば拡散的、負ならば収縮的に反応が進んでいるとされる。これまで研究されてきた単核錯体のハプトトロピック転移は、



エンタルピーが 25kcal/mol 前後、エントロピーがゼロ付近であった。

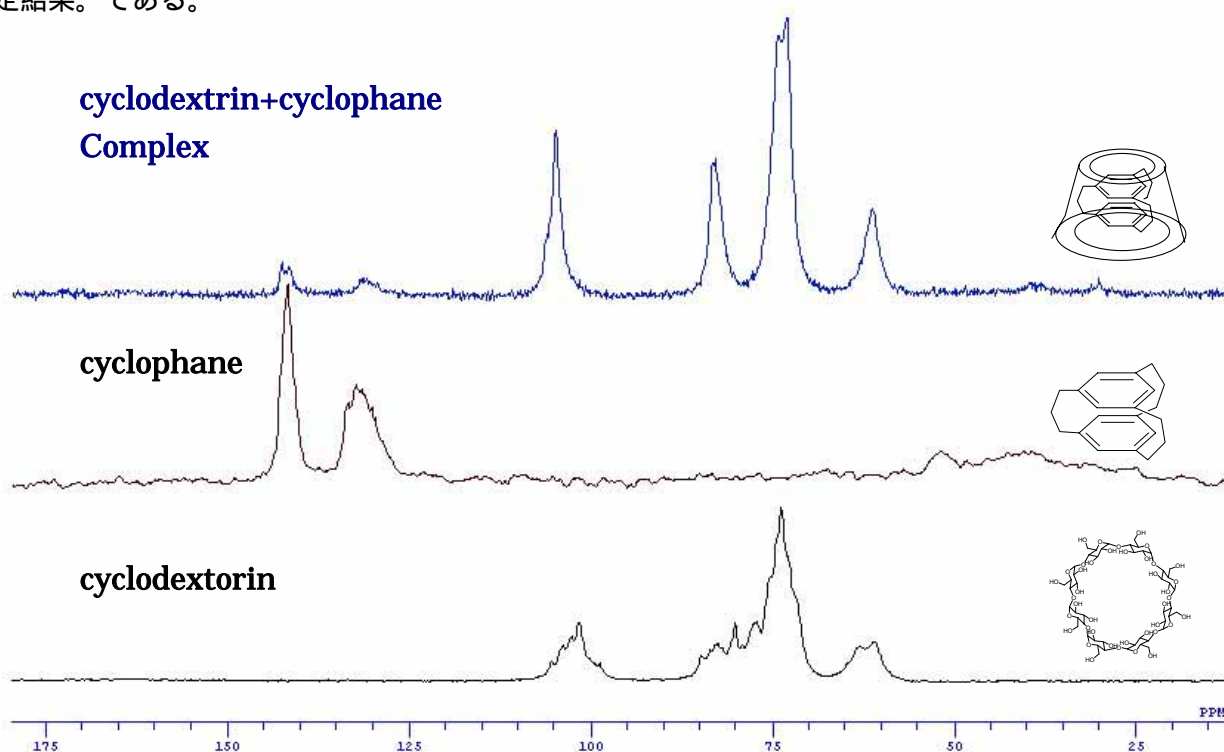
しかし、以前 1 次速度解析にて求めた構造類似の鉄 2 核錯体に引き続き、今回のトリメチルアズレン鉄錯体もエントロピーについては負に大きい値を示した。したがって Spin-saturation transfer 法を用いて求めた活性化パラメータは妥当な結果を得たと考えている。Ru<sub>2</sub>核錯体の時は正、Fe<sub>2</sub>核錯体の時は大きく負であり、金属の違いによる傾向が見られた。

(日本化学会第 85 年会 Spin-saturation transfer 測定法による 4,6,8-トリメチルアズレン Ru<sub>2</sub> 核錯体、鉄 2 核錯体のハプトトロピック異性化反応の解析 土谷和寛、出田圭子、永島英夫 より抜粋)

## 固体状態における包摂錯体の測定

利用装置 NMR ECA400 ( <sup>13</sup>C 共鳴周波数 100MHz ) 出田圭子

以下は  $\alpha$ -cyclodextrin と新名主研で合成された [3<sub>3</sub>]cyclophane との各成分のみと、その包摂錯体の測定結果。である。



測定は室温中、CP-MAS 測定。回転数 9kHz.

各成分のチャートと比較すると、一見して錯体のシグナルがシャープになっているのがわかる。

これは錯体を形成した時の動きを表しているものと推測される。

溶媒中では出入りがあり一定しない包摂錯体の状態に関する情報を、固体 NMR によって得た例である。

## X線単結晶構造解析装置による金属錯体の構造解析

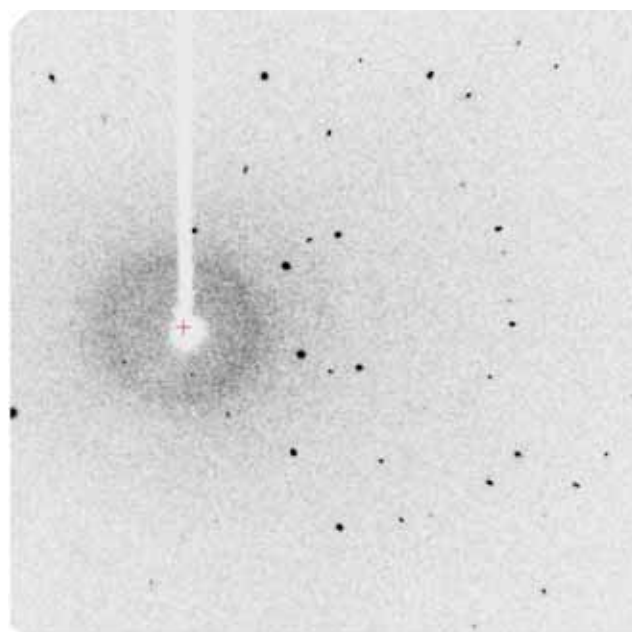
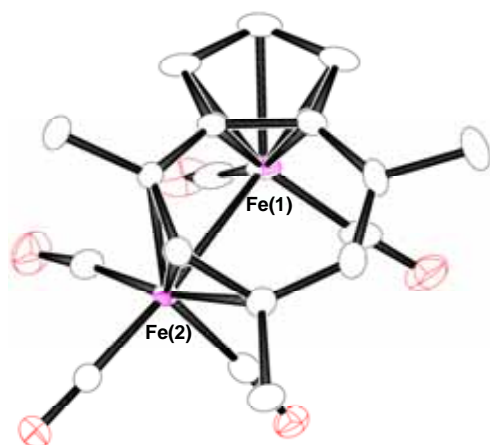
砂田祐輔

Rigaku AFC10 SATURN 70 RA-micro7

微量結晶を用いた単結晶 X 線構造解析が可能。細小で 0.02mm 角もしくはそれ以下のサイズの結晶での測定・構造解析が実現できる。

下図は、永島研究室にて構造決定されたトリメチルアズレン(TMA)配位子を有する鉄カルボニル二核錯体。この結晶サイズは  $0.13 \times 0.13 \times 0.09\text{mm}$  だが、1 イメージあたり 6 秒の露光時間、測定終了まで 4 時間弱で十分な精度の測定が行えた。下に本結晶を用いた回折像を示す(下図、右)。6 秒の露光時間で高角まで十分な強度の反射ピークがあることが分かる。

錯体の分子構造は以下の通り(下図、左)。Fe-Fe 間に結合性相互作用を有する二核錯体であることが分かる。



## 不安定金属錯体の ESI-MS スペクトル

砂田祐輔

イオン性の化合物の質量測定が可能。N<sub>2</sub> ガスを試料吹き付けに用いることで、大気中の酸素や水に対して不安定な物質の質量測定も可能である。

以下の結果は、永島研究室にて合成された、配位不飽和ルテニウムアミジナート二核錯体、 $[(\eta^5\text{-C}_5\text{Me}_5)\text{Ru}(\mu\text{-amidinate})\text{Ru}(\eta^5\text{-C}_5\text{H}_5)]^+\text{BF}_4^-$  の ESI-MS の結果を示す。

通常、配位不飽和錯体は酸素や水に対し非常に不安定であるため、その検出にはしばしば困難を伴うが、ESI-MS スペクトル測定の結果、目的物に帰属される種類のピークのみが検出され、またその同

位体パターンも計算値と良く一致している(下図、Fig2 (実測)、Fig3 (計算値))。  
この結果より、確かに配位不飽和ルテニウム二核錯体の生成が確認された。

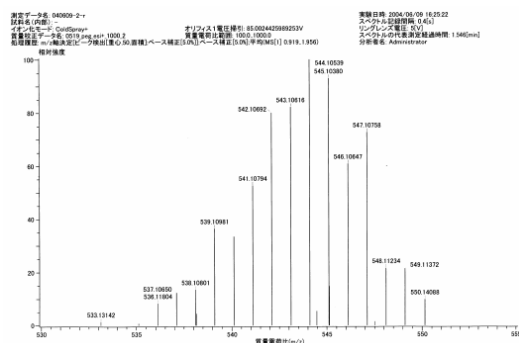


Fig 2. Actual Spectrum

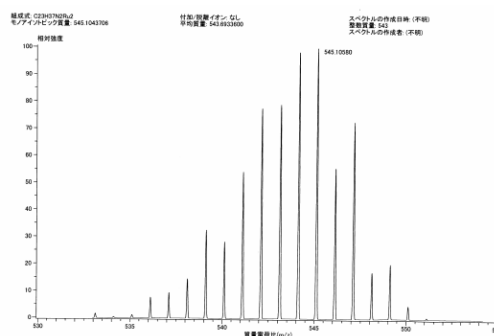


Fig 3. Simulated Spectrum

### 管理機器が大きく貢献した研究 (論文)

T. Thiemann, M. Watanabe, Y. Tanaka and S. Mataka, One pot Suzuki coupling - Wittig olefination reactions, (2004) 11,723-727

T. Thiemann, M. Watanabe, Y. Tanaka and S. Mataka, **Solvent-free Wittig olefination with stabilized phosphoranes-scope and limitations.** New Journal of Chemistry (2004), 28(5), 578-584.

J. I. Valcarel, D. J. Walton, H. Fujii, T. Thiemann, Y. Tanaka, S. Mataka, T. J. Mason, J. P. Lorimer, **The sonoelectrooxidation of thiophene S-oxides.** Ultrasonics Sonochemistry (2004), 11(3-4), 227-232.

T. Matsumoto, M. Watanabe, T. Matsumoto, S. Mataka, T. Thiemann, **3-Benzyloxy-16-[(N-methyl-N-phenylamino)methylidene]estra-1,3,5(10)-trien-17-one.** Acta Crystallographica, Section C: Crystal Structure Communications (2004),

S. Kato, T. Matsumoto, T. Ishi-i, T. Thiemann, M. Shigeiwa, H. Gorohmaru, S. Maeda, Y. Yamashita, S. Mataka, **Strongly red-fluorescent novel donor- $\pi$ -bridge-acceptor- $\pi$ -bridge-donor (D- $\pi$ -A- $\pi$ -D) type 2,1,3-benzothiadiazoles with enhanced two-photon absorption cross-sections.** Chemical Communications (Cambridge, United Kingdom) (2004), (20), 2342-2343.

A. Saitoh, K. Okinaka, K. Suzuki, A. Seno, M. Kasahara, K. Ueno, T. Matsumoto, S. Mataka, **Site-selective formation of N-arylmethylimidazoles and C-arylimines in the reaction of 4,5-diamino-2,1,3-benzothiadiazole with aromatic aldehydes. [Erratum to document cited in CA140:423626].** Tetrahedron (2004), 60(44), 10117.

T. Matsumoto, T. Matsumoto, M. Watanabe, S. Mataka, T. Thiemann, **2'-Amino-3-methoxypyrimidino[5',4':16,17]estra-1,3,5(10),16-tetraene.** Acta Crystallographica, Section

C: Crystal Structure Communications (2004), C60(7), o501-o502.

C. Yamamoto, T. Matsumoto, M. Watanabe, E. Hitzer, M. S. Eckhard, S. Mataka, T. Thiemann, **6-[3-Hydroxy-17-oxoestra-1,3,5(10)-trien-7-yl]hexanenitrile.** Acta Crystallographica, Section C: Crystal Structure Communications (2004), C60(2), o130-o132.

A. Saitoh, K. Okinaka, K. Suzuki, A. Seno, M. Kasahara, K. Ueno, T. Matsumoto, S. Mataka, **Site-selective formation of N-arylmethylimidazoles and C-arylimines in the reaction of 4,5-diamino-2,1,3-benzothiadiazole with aromatic aldehydes.** Tetrahedron (2004), 60(13), 2953-2956.

Strongly Red-fluorescent Novel Donor- $\pi$ -bridge-acceptor- $\pi$ -bridge-donor (D- $\pi$ -A- $\pi$ -D) Type 2,1,3-Benzothiadiazoles with Enhanced Two-photon Absorption Cross-sections  
Chemical Communications, No. 20, pages 2342-2343 (2004, September);  
Shin-ichiro Kato, Taisuke Matsumoto, Tsutomu Ishi-i, Thies Thiemann, Motoyuki Shigeiwa, Hideki Gorohmaru, Shuichi Maeda, Yoshiro Yamashita, Shuntaro Mataka

Combination of an Aromatic Core and Aromatic Side Chains Which Constitutes Discotic Liquid Crystal and Organogel Supramolecular Assemblies;  
Langmuir, Vol. 21, No. 4, pages 1261-1268 (2005, February);  
Tsutomu Ishi-i, Tomoyuki Hirayama, Ko-ichi Murakami, Hiroshi Tashiro, Thies Thiemann, Kanji Kubo, Akira Mori, Sumio Yamasaki, Tetsuyuki Akao, Akira Tsuboyama, Taihei Mukaide, Kazunori Ueno, Shuntaro Mataka

The Effect of Titanium Alkoxides in the Synthesis of Heterobimetallic Complexes by Titanocene(III) Alkoxide-Induced Metal-Metal Bond Cleavage of Metal Carbonyl Dimers, S. Niibayashi, K. Mitsui, Y. Motoyama, H. Nagashima, Journal of Organometallic Chemistry, 690, 276-285, 2005

Silane-Induced Polymerization of Vinyl Ethers Catalyzed by a Triruthenium Carbonyl Cluster, (m<sup>3</sup>, h<sup>2</sup>, h<sup>3</sup>, h<sup>5</sup>-Acenaphthylene)Ru<sub>3</sub>(CO)<sub>7</sub> H. Nagashima, C. Itonaga, J. Yasuhara, Y. Motoyama, K. Matsubara, Organometallics, 23, 5779-5786, 2004

Ni(II) Isocyanide Complexes as Ethylene Polymerization Catalysts M. Tanabiki, K. Tsuchiya, Y. Kumanomido, K. Matsubara, Y. Motoyama, H. Nagashima, Organometallics, 23, 3976-3981, 2004

A Cationic Diruthenium Amidinate, [(h<sup>5</sup>-C<sub>5</sub>Me<sub>5</sub>)Ru(m<sup>2</sup>-i-PrN=C(Me)Ni-Pr)Ru(h<sup>5</sup>-C<sub>5</sub>Me<sub>5</sub>)]<sup>+</sup>, as an Efficient Catalyst for the Atom-Transfer Radical Reactions. Motoyama, Y.; Gondo, M.; Masuda, S.; Iwashita, Y.; Nagashima, H. Chemistry Letters 2004, 33, 442-443.

Thermally Reversible Photochemical Haptotropic Rearrangement of Diiron Carbonyl Complexes Bearing a Bridging Acenaphthylene or Aceanthrylene Ligand. Niibayashi, S.; Matsubara, K.; Haga, M.; Nagashima, H. Organometallics 2004, 23, 635-646.

## 管理機器が大きく貢献した研究(口頭発表)

Hexaazatriphenylene-based Organogels Controlled by Aromatic Side Chains (九大先導研・九大総理工) T. Ishi-i, K. Murakami, Hi. Tashiro, S. Mataka, XIIIth International Symposium on Supramolecular Chemistry (2004.7, South Bend, USA)

蛍光性 n 型有機半導体ヘキサアザトリフェニレンの溶液中における会合特性 (九大総理工・九大先導研) 村上晃一・石井努・又賀駿太郎, 第 17 回基礎有機化学連合討論会 (2004.9, 仙台)

蛍光性ディスコティックヘキサアトリフェニレンの自己集合化 (九大院総理工・九大先導研) 村上晃一・石井努・又賀駿太郎, 第 17 回基礎有機化学連合討論会 (2004.9, 仙台)

二光子蛍光造影法を指向した赤色発光性ベンゾチアジアゾール誘導体の開発 (九大院総理工・九大先導研・三菱化学科学技術研究センター) 加藤真一郎・松本泰昌・石井努・Thies Thiemann・茂岩統之・五郎丸英貴・前田修一・又賀駿太郎, 日本化学会西日本大会 (2004.10, 大分)

N - アリールカルバゾール及びその類縁体の結晶構造と室温燐光 (九大総理工・九大先導研・キヤノン(株)) 勝木陽人・石井努・Thies Thiemann・鈴木幸一・坪山明・上野和則・又賀駿太郎  
日本化学会西日本大会 (2004.10, 大分)

大きな二光子吸収断面積を有する強赤色発光性 (九大院総理工・九大先導研・三菱化学科学技術研究センター) 加藤真一郎・松本泰昌・石井努・Thies Thiemann・茂岩統之・五郎丸英貴・前田修一・又賀駿太郎  
第 34 回複素環化学討論会 (2004.11, 金沢)

N-アリールカルバゾールのその類縁体の固体室温リン光 (九大総理工・九大先導研・キヤノン(株)) 勝木陽人・石井努・Thies Thiemann・鈴木幸一・坪山明・上野和則・又賀駿太郎, 第 34 回複素環化学討論会 (2004.11, 金沢)

One-dimensional Aggregate Composed of Discotic Hexaazatriphenylene having Aromatic Side Chains (九大先導研・九大総理工) Tsutomu Ishi-i, Koichi Murakami, Hiroshi Tashiro, Shuntaro Mataka  
The First Gunma International Symposium on Chemistry (2004.11, 桐生)

蛍光性ヘキサアザトリフェニレン円盤状分子の会合特性 (九大院総理工・九大先導研) 村上晃一・石井努・又賀駿太郎, 日本化学会第 85 春季年会 (2005.3., 横浜)

Spin-saturation transfer測定法による4,6,8-トリメチルアズレンRu<sub>2</sub>核錯体、鉄<sub>2</sub>核錯体のハプトトロピック異性化反応の解析 (九大総理工・九大先導研) 土谷和寛、 出田圭子、 永島英夫, 日本化学会第85年会 (2005.3., 横浜)

[3,3]メタシクロファンの立体配座解析 (九大先導研) 新名主 輝男、 Biary, Silvio、 島崎俊明、 出田圭子、 迫克也, 日本化学会第85年会 (2005.3., 横浜)

センター職員が貢献した研究（担当者への謝辞を含む）

固体 NMR (ECA400)

**Uenishi, Kazuya**; Sudo, Atsushi; Endo, Takeshi.

Synthesis and application as a hardening material of siloxane oligomers having cyclic dithiocarbonate pendant.

Meeting of the Chemical Society of Japan, CHEMWEST, Oita.

Preprints of the conference of the Chemical Society of Japan, (2004), 349, F2-01

**Uenishi, Kazuya**; Sudo, Atsushi; Endo, Takeshi.

Journal of Polymer Science (2005) in press

編集後記

4月に新メンバーの梅津光孝技術専門職員（電子顕微鏡担当）が着任しました。2005年度も数回の先端技術研究会セミナー（講演会）が予定されています。ホームページに情報を掲載していきますので、どうぞよろしくお願いいたします。

**九州大学先導物質化学研究所 研究支援センター**

〒820-8580 福岡県春日市春日公園 6-1

TEL&FAX 092-583-8898

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