# **Basics in laboratory life**

- Advance in orientation -

2017/4/18 Zemi

**Takahiro Kondo** 

### **Contents**

- 1. For the safety
- 2. Zemi
- 3. Recognize your research and start planning
- 4. About research notebook
- 5. How to prepare the discussion
- 6. How to prepare the presentation

### 1.安全管理、災害時の対応、実験上の注意 (For the safety)



# **Important**

To prevent the possible accident we have to understand what the danger factors are in lab.

## 1.1 実験室での諸注意と安全確認 (for the safety)

- (1)装置設置場所: We have to make a space for work in lab, i.e. we must not put unnecessary objects in lab.
- (2)整理整頓と清掃: Always try to clean your room! Every day: We have to clean our room just before going home. We have to make time for cleaning in addition to the experiment.
- (3)電源コンセント: Power connector have to be appropriately connected and take care to remove dust around connector.
- (4)居室スペースと実験スペース: Experimental space and desk space are different. (e.g. We must not eat and drink in experimental space.)
- (5) 意志疎通: Communication each other in the same room is important to prevent the accident.
- (6)危険物の把握: We have to understand what kind of objects exists in your room, especially for gas and chemical objects.
- (7)緊急連絡先: Contact number should be shown in lab.



# Cleaning is directly related to the safety. We have to clean the room everyday!

## 1.2 自然災害時の対応 (natural disaster)

### 地震が起きた場合 (earthquake)

- Stay at the safe position (do not go around during earthquake)
   (Stop the gas, heater, and power.)
- 2. After earthquake, you should go away to the safe area, (in front of the building B)
- 3. <u>Inform your condition</u> to Nakamura-sensei, Kondo and other members

台風、強風、雷など、ある程度予期できる自然災害の場合 (expected disaster such as snow, thunder)
You should go home prior to the disaster and contact to
Nakamura-sensei and Kondo

## 1.3 試薬使用時の注意点 (reagent treatment)

- 1. 白衣・ゴーグル: When you use reagent, you must wear white lab coat and goggle to protect you from reagents
- 2. 使用前の環境確認: You must understand reagent by Material Safety Data Sheet (MSDS) and the condition of draft prior to use. You have to communicate with other member in the same room prior to use.

### 3. 試薬保管場所の把握と整理整頓と管理の責任

- You have to understand the stock position of reagent. You must put your NAME and date to the reagent cover.
- Poison reagent: You must stock and lock the poison reagent in the indicated stock room.
- Wastes must be stocked in tank with appropriate separation depending on type of waste:廃液係と連絡

### 1.4 UHV systems

- 1. Baking: You have to check the earth leakage of bake-heater prior to connect the power.
- 2. Rotary pump: You have to confirm the oil amount frequently.
- 3. Cooling fan: Cooling fan are very often be broken which causes serious damage of the apparatus and thus you have to take care and check frequently the condition of cooling fan
- 4. Liquid nitrogen and helium: It is directly related to your life. You must not take an elevator with liquid nitrogen or helium. You must not operate liquid helium alone.

## 1.5退室時check事項 (check items prior to go home)

- (1)整理整頓 (Clean the room)
- (2)部屋電気消灯 (Turn off the light)
- (3)戸締り:盗難事故防止 (lock the window and door)
- (4)装置の各種電源off(常時電源を入れている装置も雷など停電の可能性がる場合はそれぞれ対応を取る→DPバルブを閉めておくなど)(Turn off the apparatus power if need)
- (5)ガスボンベ確認(CO、H<sub>2</sub>など): COセンサ使用(COガス使用時)、ガス漏れcheck (gas cylinder, gas leak check)
- (6)He回収ライン、液体Heや液体窒素デュワーの圧力確認 (gas pressure check)

# 平成29年度低温寒剤(液体窒素・ヘリウム) 利用説明会

日時4月19日(水)10:30~12:00 4月20日(木)12:00~13:30 場所第三エリア3A204教室 ※どちらかご都合の良い日

# 平成29年度化学物質取扱者のための 環境安全衛生講習会(未受講者(B4))

日時: 平成29年4月17日(月)

15:30~(2時間程度)

場所: 第一エリア1H101講義室

\*出席票を必ず持参のこと!!

### 2. Zemi

Objective of zemi is getting NEW hot message and learn the cutting-edge science Zemi should be fruitful and made by you. Prof. Nakamura and Kondo will keep quiet during presentation and question time because this is Zemi made by you. But Kondo will just summarize with comments and confirm the important points to presenter at the moment of last 2-3 min. Prof. Nakamura finally comments to Zemi.

### 2. Zemi

### For audience STUDENTS

- (1) In Zemi, you should ask GOOD questions to presenter.

  Good question in Zemi means that the process of question and answer promotes the understanding for audience (i.e. sometimes confirmation question is OK).
- (2) At least one question should be given by each student.

  No question means you are not taking part in. If the presentation is not clear, it is chance for you to ask.
- (3) Discussion during question and answer is also welcome.
- (4) You should think about total time too (don't ask details or less important questions with many time). 12

### 2. Zemi

### For presenter

- (1) Your time is 60 min. You should prepare the Q and A time over 20 min (i.e. your presentation time should be within 40 min.). You should keep time.
- (2) Don't put everything of the paper in your presentation if contents are large or complicated.
- (3) You should present important point clearly.
- (4) You should not present what you couldn't understand (If need, you can present only conclusive points. Your unclear points should be solved before Zemi.)
- (5) Sometimes it is good to ask audience to confirm their understanding.

## 3. Recognize your research and start planning

- 研究目的の認識: We should recognize the final goal of the research and then we should understand <u>how the</u> <u>current objective is related to the final goal.</u>
- 研究手段の認識: We should understand the principle of the measurements and always carefully <u>check the</u> <u>apparatus and data by for example measuring the</u> <u>standard-sample, reproducibility, and so on</u>.
- 研究計画を立てる: We should make a time-schedule of the research with a span of 1 week, 1 month, 3 months, 6 months, 1 year and so on. Then we can understand by ourselves what the current situation of the research.

### 4. About research notebook

- Research notebook is evidence of your experiment
- The research notebook belongs to University (not to each person).
  - (1) You have to put the notebook in the lab.
  - (2) Prior to your graduation, you have to leave and inform all objects about research in lab.

# (1)研究ノートに求められること (Indispensable matters for the research notebook)

- 網羅性:実験の再現や考察のために, 必要な事柄が全て正確に書かれていること (Accurately describe every important matters)
- 一般性:他人が見ても分かるように記載されていこと(自分自身も半年後には「他人」と同じ状況)(Easy to read for other people)
- 実証性: 証拠としての価値があること。(Useful as an evidence)
- 検索性:必要なときに必要な情報が速やか且つ正確に読みだせること (Easy to search the information when you need) 付箋やTagなど
- **保存性**: デジタルではなく長期間の保存が確実であること(Stock the information without risk of lost)
- 合理性:記録する行為が思考や実験を妨げないこと("taking note" should not inhibit the experiment, you should not take too much time for note)
- <mark>視認性</mark>: データの特徴, 研究計画とのずれ等の, 研究の状況が一目でわかること(Easy to understand the character of data and situation of your research)
- 思考の整理:実験中の判断, データの処理などの思考を助けること (Support your logic and research)

### (2) 研究ノートに記載すること (What kind of things you should write)

- <u>必ず 年月日, 時間を記載</u>. (You must write year, month and date.) ノートの記載は「時間軸」. (Description should be time-sequence.) 年も忘れずに書く!
- <u>簡単なタイトルか実験内容メモ</u>. <u>何を意図した実験か分かるようにする</u>. (Title, objects or reason why you measure this condition)
- 全ての計測条件. 直接関係ない情報も後から考察する際に大事となることがあるので記録する. これにより, 装置のエラーなどに気がつくときもある. (Every experimental condition should be written even small matter so that you can notice later for the important condition)
- <u>リアルタイムデータ情報</u>. PCを信用しない. 時系列で自分の目でデータをノートにメモする. 例えば温度vs強度などは絶えずメモする. これにより, 実験時のエラーやデータ紛失時やPCのファイル操作エラー等による間違いを防ぐことができる. (During measurements, you should keep concentration and take note e.g., time vs intensity, so that you can notice error and understand the results in real-time)
- データファイル名、簡単な絵、コメント. 実験条件と対応してわかりやすいように取得データのファイル名を記載する. データの特徴やメッセージや気が付いた点のコメントも記載しておく. 実験データの特徴の簡単な絵をつけるのもよい. (Data file name should be described clearly with your condition descriptions. Comments should also be described together. It is helpful to write some schematic character by picture together.)

### (3)実験前と実験後 (Before and After the experiment)

- 装置情報なども同じ研究ノートに記載. 時系列で記載. 複数のノートにしない. (Related information such as experimental setup should also described in the same research notebook)
- 装置情報の記載箇所などはタブや付箋をつけるなどして整理. (Tabs or markings are useful)
- 実験データ(生データ)<u>は原則として全てプリントアウトして</u>ファイルに保存する. パソコンの記録媒体への保存だけではだめ. そ<u>の際にプリントアウトした</u>データに一目で分かるような実験条件の記述やファイル名を必ず書き添える. ノートとの対応が取れるようにする. (All experimental results should be printed out and stocked in folder with the descriptions of the condition and file-name.)
- 解析は測定した日もしくは翌日に行う。早く行えるほど良い。解析結果もプリントしてファイルする。(You should analyze the results as soon as possible)
- 解析結果の検算をノートに記載メモした生データと見比べて必ず行う。検算自体もノートやデータファイル内に書くとよい。(You should check your analyzed results based on your original data description in notebook, e.g. intensity vs time)

http://takahikonojima.hatenablog.jp/entry/2013/06/01/120000を改変

### 実験ノートって何だろう?

What is the experimental notebook

あなたがその実験を実際に行ったことを証明する唯一の

物的証拠

Evidence for your experiment

1,3,1,3,111,1/2

あなたが実験レポートを書くときに用いる唯一の

Information for your research

情報源

# How to write the experimental note どのようなノートが良いのか?

~指定されていない場合~

Book type (do not use loose-leaf type)

一冊の綴じ込み式専用ノート

時系列の日誌を兼ねる

time-series note

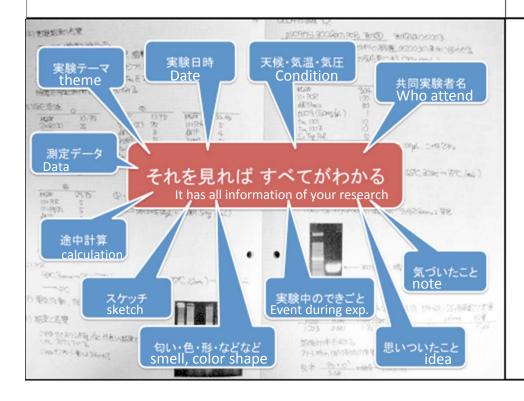
オリジナルデータ紛失のリスク回避

信用度保証

データ差し替えできない

safety

reliability



# When we should write note いつノートに記入するのか?

#### Before

実験前

- ・操作手順の箇条書き・注意事項
- ・参考事項・資料コピー貼り付け
- 実験前説明メモ

### During

実験中

- 年月日 ・基本事項(テーマ、日時、天候など)
- ・観察記録(何をやったか、どうなったか)
- ・思いついたこと(考察のネタになるかも)

#### After

実験後

- 考察
- 数値計算
- ・関連事項の自主調査結果
- 疑問点·感想

19

http://takahikonojima.hatenablog.jp/entry/2013/06/01/120000を改変 実験中に記録すること During experiment

何をやったか

どの操作を・どのように・どれだけ

What kind of thing, how to, how many,

そうしたらどうなったか

色・音・匂い・沈殿・融解・その他の現象 How about the results,

それはどれくらいか

何割か, 何倍か, 何と比較してか Quantitatively you can evaluate it

# 実験ノートをとるときの注意

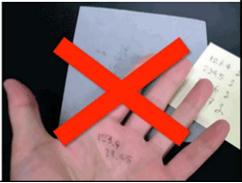
You should write "in situ" その場で記入する

### Not later but NOW

メモっておいて、あとから清書

それ、実験ノートじゃ ありません

きれいに書くのはレポート



# You should write specifically 具体的に記述しよう

「色が変わった」

「薄い黄色から青緑に徐々に変化した」 How changed

「溶けた」

「約5 mLの水に完全に溶解した」

Quantitatively

「少し加えた」

「ミクロスパーテル1/2杯分を加えた」

Quantitatively

「驚くべき効果」

論外. Quantitatively

Points Write not with pencil but with pen 実験ノートをとるときの注意



ケシゴムを使わない

二重線で訂正する

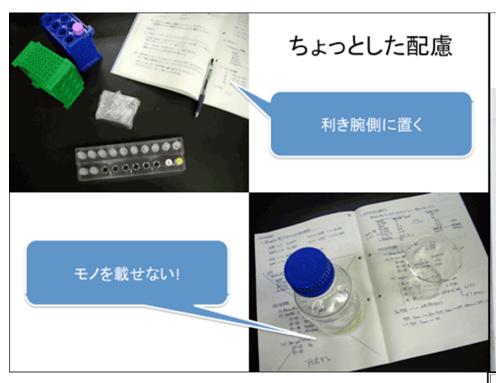
テータ改ざんを疑われない

記録者本人に理解できればOK

美しく記載しなくてよい

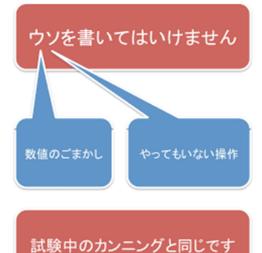
ノートの美しさは成績評価されない

体裁を整えるのはノートではなくてレポート

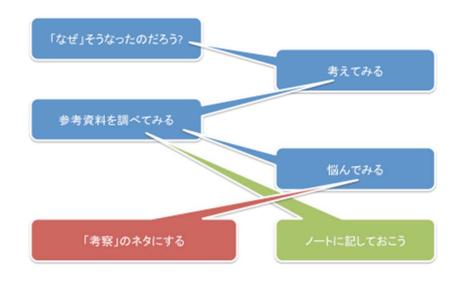


# http://takahikonojima.hatenablog.jp/entry/2013/06/01/120000 やってはいけないこと





### 実験書どおりの結果が得られなかったら・・・・・





重要

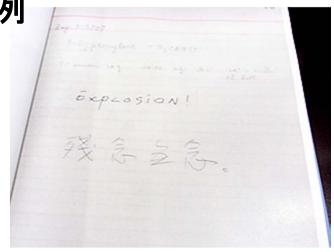
実際にどうなったか



予想どおりにならない



### 例

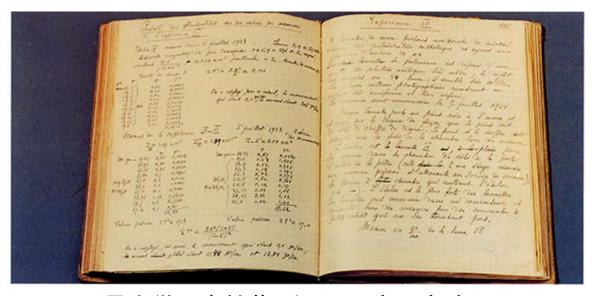


野依良治博士の研究ノート

http://www.kyotou.ac.jp/static/ja/news\_data/h/h1/2008/news7/08 0716\_2.htm

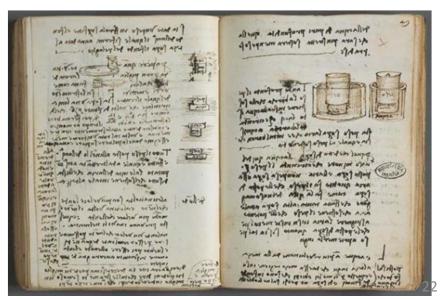


キュリー夫人実験ノート



明星大学図書館蔵、キュリー夫人実験ノート (1919~1933年)

http://www.ies.or.jp/publicity\_j/mini\_hyakka/35/mini35.html

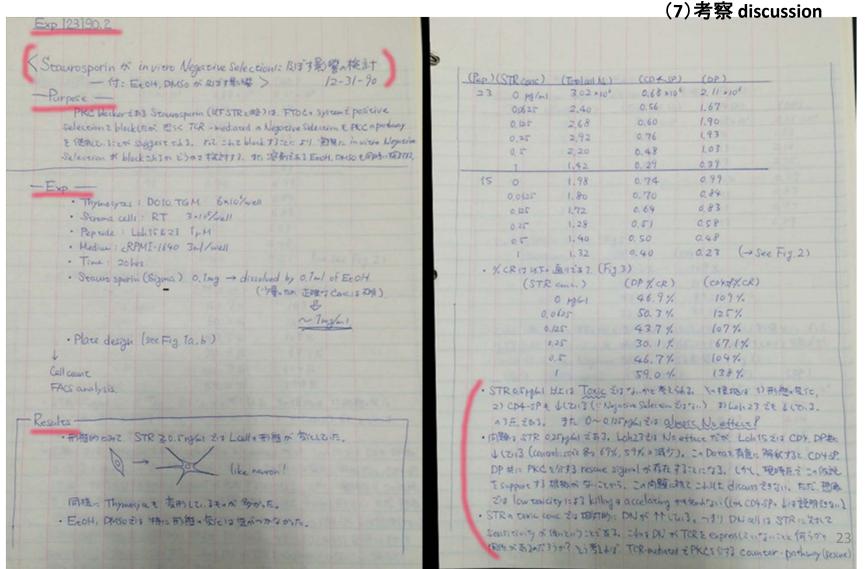


レオナルド・ダ・ヴィンチ 1508年-1509年

### その他の例:プチ論文化する

http://diamond.jp/articles/-/52057?page=4

- (1)タイトル title
- (2)日付 date
- (3)実験目的 objective
- (4)材料·方法 method
- (5)実際におこなった手技
- (6)結果 results



### 5. How to prepare the discussion

Discussion time should be fruitful time for attending members. You have to carefully prepare the discussion with clear objective and clear documents.

In the discussion documents, title, year-month-day, name and page number have to be written. It should consists of items "(1)objective", "(2)experimental method and condition", "(3)results" "(4)discussion", "(5)summary" and "(6)next possible schedule of experiment with its objective and reason".

You have to make two holes in the paper of document at the left side in order to stock the documents in file easily.

### (1)目的 Objective

議論を依頼する側の心構えとして「何を一番議論したいのか」という目的を明確にしておく、目的をはっきりさせておかないと、本当に議論したいことや相談したい事柄について話ができないまま貴重な時間が過ぎてしまう。心構えが出来たうえで、実際の資料には報告書全般に対しての適切な目的を記す。(You have to write the objective and items for the discussion)

これまでの計測結果を報告する段階では「なぜこの計測を行ったのか」を明確にする. 前回のDiscussionを引き続いた内容となる場合が多いので, 出来るだけ簡潔に前回のDiscussionで課題となった事項をまとめ, 今回のDiscussionの目的につなげるようにする. これがないと、前回どういうDiscussionをして何をなぜ測定することになっていたのかというつながりが分からないためDiscussionにならない。 (Previous discussion summary is useful to put at the beginning to connect your current objective so that all member remember the situation and what we have discussed previously)

研究活動は試行錯誤の連続であるから、様々な経緯で色々な種類の実験を行うことになる。「準備実験」や「条件出し実験」、「焦点を絞った本格的な実験」、「既に計測したデータの確認や解釈の押さえの為の実験」などである。一回の報告において多数の実験結果を示すケースも多々ある。いずれの場合も明確な目的を論理的に簡潔に書く。(The style of discussion documents becomes different depending on the circumstance of the research. But the objective should be clearly described in any case)

### (2)実験方法·条件 (Methods and condition)

実験が単純な場合でも実験方法と条件を記載する. 多数の実験に及ぶ場合でも項目を分けるなど工夫 をして、見やすく必要な実験条件を簡潔に記載する (実験条件は、なぜその条件で行ったかという理由 が必ずあるはずであり、明確にしておく、過去の実験 条件や文献の実験条件との関連がある場合、それ らの資料は根拠となる証拠書類であり. 必ず Discussionに持ってくる). (Methods and condition have to be written clearly with the reason why you choose the condition. All related documents such as raw data, reference article, reference book, previous results have to be shown together with your documents in the discussion

### (3)実験結果 (Results)

results)

実験結果は自分の解釈が入らない形でまとめ、考察と分ける。実験結果で示す図は Discussionの要となる重要な部分の一つ。解析したデータではなく生データを載せることが望ましい。ここで注意すべきは、

- <u>生データといっても軸のスケール説明やデータ点の説明や実験条件を記載する(raw data have to be shown, where the scale of graph can be modified for easy to see).</u>
- 同じ計測結果を複数示す場合は比較が容易になるように各図の軸スケール(MaxとMin) が同じになるようにする(The scale regions of the axis in every graphs have to be the same for the comparison among results)
- 何を計測した図なのかのタイトル(caption)をつける(Put the title for the graph)

などの基本的事項を省かないことである. (特に, 実験条件の項目と重複しても構わないので, 図の近くに実験条件を分かりやすく記載しておく). (To smoothly conducting the discussion, important conditions should be shown with/in the graph) 解析\*がごく一般的なものである場合は解析データもその後に示すことになる. その際, どのような解析をしたのか(生データを変換した場合は変換式を書く)を出来る限り記載する. この際も, どのような条件で行った実験なのかが分かるようにする. (Complicated analysis or analyzed results should be shown with raw data, i.e. you should not show only analyzed

\* XPSスペクトルのピーク分離解析や, 顕微鏡画像解析などには研究室にあるノウハウを踏まえて行う. 解析においては事前によく相談をする. (You have to learn and know the method of the analysis)

### (3) Example of figure

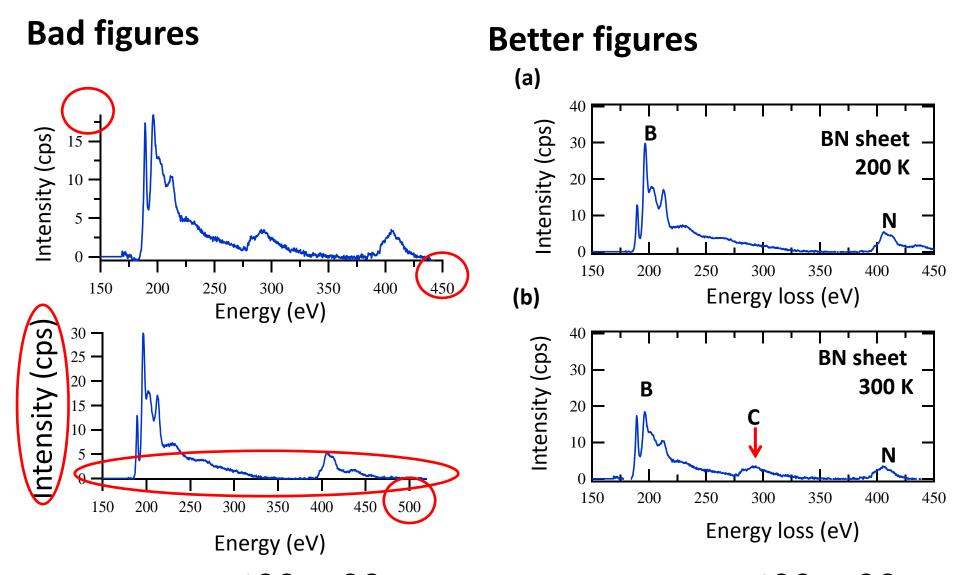


Figure 1 EELS spectra of OO and OO....

Figure 1 EELS spectra of OO and OO....

Clear comparison can be done and message is clear for good figure

### (4)考察 (Discussion)

実験結果から導き出される真理を論理的に簡潔に記載する. 計測がうまくいかない, 再現性が取れないなどの状況の場合はここでその原因と対策案を論理的に挙げる. これにより次の一手が自ずと分かるようになる. (Derived message have to be discussed. Comparison with the literature or previous results is important. If the experimental results are hard to understand, you should consider the origin and reason about the results and consider the method to solve the problem)

### <u>(5)まとめ (Summary)</u>

全体を簡潔に纏め上げると共に<u>目的の項で挙げた内容に対しての結論を下す</u>. Summarize your results and message with respect to your objective written in the first item.

### (6)今後の予定 (Next plan)

今後の予定は研究が進展する場合も困難を克服する場合も非常に重要となる. 次のDiscussionに入るまでの具体的な日程や比較的長期の日程を示すようにする. Possible next plan of your research should be described and thus we can discuss about your draft and results. It is good to write short and long range plan.

### **Example**

### title, year-month-day, name

ディスカッション資料

定常状態反応による Rh(110)上 15N<sub>2</sub>O+D<sub>2</sub> 反応 15N<sub>2</sub> 脱離のダイナミクス測定 報告書

### objective

09.7.6 櫻井雅崇

#### ■これまでの経過(前回のディスカッション内容)

CO 選元条件における 515 K 以下の角度分布変化は D. 選元の結果より、CO の影響によるものであることが分かった。表面温度 320 K 以上の D. 選元条件では角度分布にあまり変化が見られず、エネルギー移動に違いがないことが示唆された。

#### 前回のディスカッション時の話題

- CO 吸着により d-band の影響が O-M 結合に現れるために、並進速度に違いが現れるのではないか。
- N-O 結合切断直後のN-M 結合は表面温度に影響があるのか。
- 表面温度により角度分布の鋭さが同じということは、エネルギー移動に違いがなく、表面のエネルギーを吸収していないことを示しているのではないだろうか。
- ・ 次回までに水素吸着の Kinetics 解析を行う。

#### 今日のディスカッション内容

#### 実験結果

- ◆N₂脱離の速度分布測定
- ◆N,脱離角度分布のD,分圧依存性

#### 解析結果

- ◆N₂O+CO 定常状態反応
- ◆D 被覆率
- ◆N<sub>2</sub>O+D<sub>2</sub>定常状態反応

### experimental method and condition

- 1. 定常状態反応による Rh(110)上 N<sub>2</sub>O+D<sub>2</sub> 反応 N<sub>2</sub> 脱離のダイナミクス測定
- 1.1. N<sub>2</sub> 脱離の速度分布測定

#### 1.1.1 実験目的

Rh(110)上での定常状態反応による N<sub>2</sub>O+D<sub>2</sub> 反応 N<sub>2</sub>脱離の[001]方向での角度分布測定により角度 分布の D<sub>2</sub>分圧の影響について検討した。

#### 1.1.2 実験条件

- ◆サンプル温度:470 K
- ◆試料導入圧力:

N<sub>2</sub>O 1.0×10<sup>-7</sup> Torr (実効圧力 2.3×10<sup>-7</sup> Torr)

D<sub>2</sub> 5×10-7 Tom(実効圧力 1×10-6 Torr)

◆角度分解: [001]方向に沿う面内

#### 1.1.3 実験手順

一日の初め: サンブルを 850 K、 $O_2$ 5× $10^4$  Torr 条件下、5 分間加熱した。その後、600 K まで冷却した後、1100 K まで昇温脱離を行い、酸素の脱離を確認した。

毎回測定サイクル後: D<sub>2</sub> 5.0×10<sup>-7</sup>Torr(実効圧力 1.0×10<sup>-7</sup>Torr)圧力下 800 K で 5 分間加熱、さら に 1000 K まで加熱し、サンプル上に残存する酸素を取り除いた。1000 K 加熱後、470 K まで冷却 した。

毎回測定サイクル: 470 K まで冷却した後 N<sub>2</sub>O を所定圧力追加し MassNo.30 シグナルの速度分布 測定を行った。一度の測定はおよそ 10 分で行い、測定後 5 分間何もせず (チョッパーのモーター を休ませるため)、再度 10 分の測定を行った。

上記サイクルを何度か行い、得られたシグナルを平均した。

#### 1.1.4 結果

 $D_2$ の実効圧力  $1 \times 10^4$  Torr における速度分布測定結果を Fig.1  $\sim$  Fig.9 に示し、最小二乗法で求めた修正マクスウェル分布とその分布の並進温度を併記した。

### **Example**

```
2017/1/10
ディスカッションで決めたこと要点メモ
□1)190_K&210_Kでのuptake_O2-TPD
□2)280 K - 320 KでのO2 TPD
□3)CO2とO2の定量
口4)ラマンや赤外で吸着状態の分光の検討
□5)宗倉さんが以前行っていたESRでO2の吸
着やスピンが見れないかも考える(宗倉さんの
資料要チェック)
□6)carbon_blackでのO2-TPDもやる
口7)窒素がドープされていないグラフェンでも
TPDをやる(commercial grapheneがsuitable?)
```

渋谷陸

### 6. How to prepare the presentation

Mostly presentation in conference or seminar is done by representing the laboratory and collaborators and thus you have to prepare carefully with deep discussion with Nakamura-sensei and Kondo.

You have to prepare your presentation by considering the audience, i.e. what kind of audience is there. Depending on the audience, your presentation should be different. In the case of variety audience from students to professional people, good presentation is "easy matter at the beginning and later professional contents"

Practice is required at least 3 times in front of Professors!

### Guide Line and time-schedule of your preparation

- Three-two weeks before: You have to make a draft of your presentation. You have to ask Nakamura-sensei and Kondo about the schedule of the practice. If several presenters need practice, the schedule should be managed by the representing person of the presenters and make a schedule for every presenter.
- <u>Two-one week(s) before</u>: Prior to the practice, you should make a draft (describe of your sentence) of the presentation. You have to practice in front of members (e.g. senior students). You should understand the importance of the usage of words, e.g. "it is indicating" and "it is considered" are different and thus you have to use carefully. The objective and the summary should be consistent)
- One week before: You have to prepare the "expected question and your answer" by describing in word or PPT file and prepare the slide to show during answer. How to answer the question decides the quality of your presentation. You have to very carefully prepare it.)

### Summary

- 1. For the safety
- 2. Zemi
- 3. Recognize your research and start planning
- 4. About research notebook
- 5. How to prepare the discussion
- 6. How to prepare the presentation