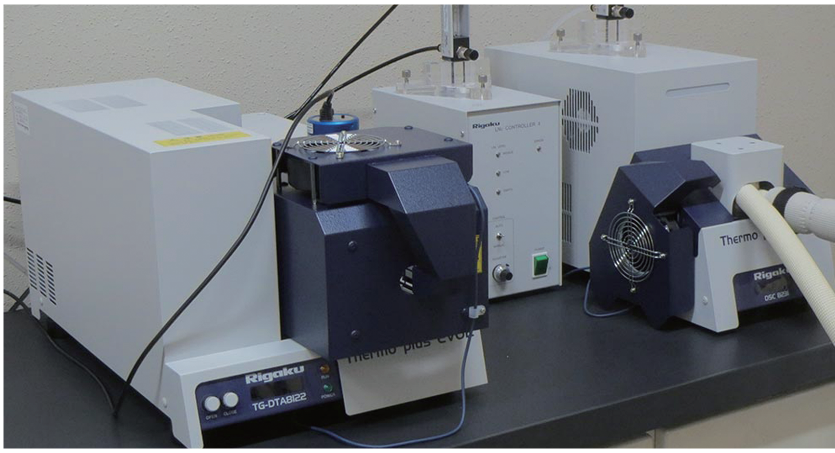
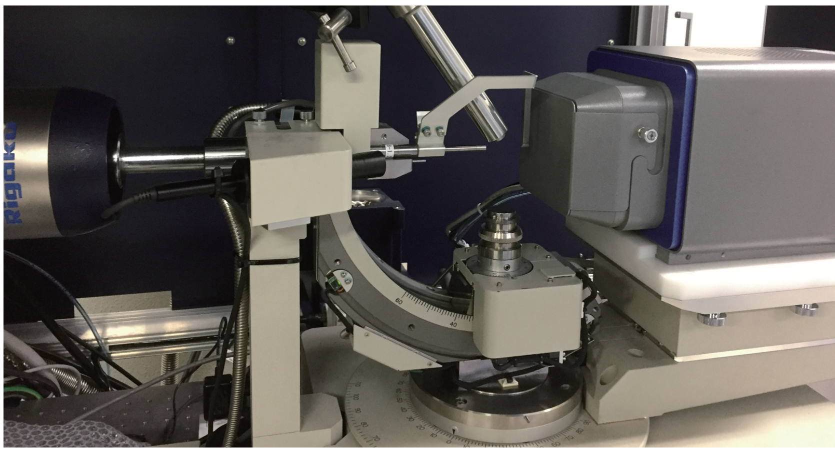
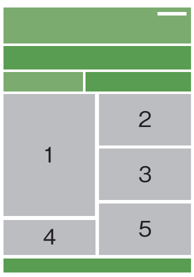
ISSN　1884−1627

機器センターたより No.10

自然科学研究機構
分子科学研究所　機器センター







【表紙の写真】

１：マトリックス支援レーザー脱離イオン化
　　- 飛行時間型質量分析計（MALDI- TOF-MS）

２：単結晶X線回折装置

３：熱分析装置

４：紫外・可視・近赤外分光光度計

５：結晶スポンジ法X線回折装置

機器センターたより　No.１０

分子科学研究所　機器センター

■目　次

目次

巻頭言

機器センター長　横山 利彦

「機器センターたより」第 10 号をお届けします。2018 年 4 月 1 日より、解良聡前機器センター長の後任としてセンター長を拝命しました。大峯前所長時の 2014 年 9 月から 2016 年 3 月までセンター長を務めた経験があり二度目の拝命になりました。よろしくお願いいたします。

機器センターは、i）所内研究者の研究遂行上で不可欠な共通基盤的機器の整備、特色のある先端機器の高度化あるいは汎用化の推進、ii）全国の共同利用研究推進のための各種共同利用事業の代表機関としての事業運営の２つの大きなミッションを基軸とし、現在は、文部科学省ナノテクノロジープラットフォームプログラムの分子・物質合成プラットフォームの代表期間並びに実施機関の分子研運営母体、大学連携研究設備ネットワーク事業の主体機関・事務局としての機能を持ちながら業務を展開しています。2017 年度の利用実績は、所外 222 件 3134 日、所内 453 件 8194 日を数え、少なくとも量的には十分な業務が展開できたと考えています。

2017 年は、解良前センター長のもと、2002 年度に導入され多くの成果が挙がっていた超高磁場（920 MHz）核磁気共鳴装置の利用を終了し、これに要していた年間の保守費用を使って、機器センターの最大の特色ともいえる極低温機能を活かして低温単結晶構造解析装置（CCD-3 装置）の高感度化を目的とした検出器の更新を行い、既に皆様に利用いただけるようになりました。また、トラブルの多かった固体熱分析設備を新規設備購入により更新できました。これらはアンケート等を通した皆様からの貴重なご意見から判断して導入を決定したものであり、全部のご意見を反映させることはできそうもありませんが、今後とも活発なご意見を賜りたくよろしくお願いいたします。

機器センターは主として共同利用を担う部署であり、外部の先生方を含めた運営委員会を設けています。2018 年度は委員の先生方の交代時期であったため、所内外ともかなりのメンバーが入れ替わりました。運営委員の先生方には機器センターの方向性についてのご意見をいただくことが重要なところですが、現実的な業務として、年間 200 件を優に超える機器センター共同利用申請書の審査がかなり大量であり、大変なご尽力をお願いしています。昨年度まで所外委員を務められた、先生方には厚くお礼申し上げます。また、継続ならびに新たに運営委員をお願いした先生方にはよろしくお願い申し上げます。

この２年間は、教員として、解良前センター長と私の２名が運用に携わってきましたが、一旦、私１名の状態に戻ってしまい当面手のつかないことが多かろうと思いますが、徐々に立て直していければと思っていますので、しばらくの間の不手際はお許しいただければと思います。

2018 年度の新たな試みとして、藤田誠卓越教授が新設の特別研究部門に着任（東大と併任）し、結晶スポンジ法による単結晶 X 線回折による分子構造解析をナノテクノロジープラットフォームの支援の一つとして始めることになりました。構造が未知の複雑な有機分子の分子構造を決定できる手法として藤田教授が開発した手法であり、化学のみならず生物・農・医薬分野の大学・研究機関・民間企業から注目されているもので、合成を含めた支援を機器センターもお手伝いする計画になっています。

共同利用を通じて我が国の活性化に資すべく精進してまいりたいと思いますので、ご協力のほど、よろしくお願い致します。

構成員

機器センター長（併任）				
	横山　利彦	物質分子科学研究領域　教授	明大寺	研究棟　320
研究員				
マネージャー	大原　三佳	ナノテクノロジープラットフォーム、 大学連携研究設備ネットワーク	明大寺	研究棟　322
マネージャー	東　　陽介	大学連携研究設備ネットワーク	明大寺	研究棟　325
特任研究員	足立　精宏	結晶スポンジ法による分子構造解析	山　手	３号館　420
技術職員				
班長	高山　敬史	寒剤（明大寺地区）、希釈冷凍機	明大寺	極低温棟 103
主任	水川　哲徳	寒剤（山手地区）、質量分析等	山　手	４号館　204
主任	岡野　芳則	微小結晶用X線回折装置、 大学連携研究設備ネットワーク	明大寺	南実験棟 111
主任	上田　　正	レーザー、分光光度計、小型貸出機器	明大寺	南実験棟 101
主任	藤原　基靖	ESR、SQUID、X線回折装置等	明大寺	南実験棟 101
特任専門員				
	松尾友紀子	SEM、FIB	明大寺	南実験棟 101

技術支援員				
伊木志成子	ESR、SQUID	明大寺	南実験棟 101
長尾　春代	NMR、熱分析等	山　手	４号館　401
藤川　清江	元素分析、質量分析等	山　手	４号館　401
事務支援員				
兵藤由美子	総務、施設利用対応等	明大寺	南実験棟 101
岩野由季絵	大学連携研究設備ネットワーク	明大寺	研究棟　323
横田　光代	ナノテクノロジープラットフォーム	明大寺	研究棟　312
船木　弓子	ナノテクノロジープラットフォーム	明大寺	研究棟　312
柴田　有香	ナノテクノロジープラットフォーム	明大寺	研究棟　312

所有設備一覧

所内 所内専用設備

分類名／型式	設置場所	担当者
① 電子スピン共鳴（ESR）装置		
Bruker EMX Plus	極低温棟 002	藤原・伊木
Bruker E500	極低温棟 001	藤原・伊木
Bruker E680	極低温棟 001	藤原・伊木
② SQUID 型磁化測定装置		
Quantum Design MPMS-7	極低温棟 006	藤原・伊木
Quantum Design MPMS-XL7	極低温棟 006	藤原・伊木
③ 単結晶 X 線回折装置		
Rigaku MERCURY CCD-1･R-AXIS Ⅳ	南実験棟 B04	藤原
Rigaku MERCURY CCD-2	南実験棟 B04	藤原
微小結晶 /Rigaku　HyPix-AFC	南実験棟 B04	岡野
④ 結晶スポンジ法 X 線回折装置		
Rigaku XtaLAB P200	山手 3 号館 4 階	足立
Rigaku SuperNova	山手 3 号館 4 階	足立
⑤ 粉末 X 線回折装置		
Rigaku RINT-UltimaII	山手 3 号館 1 階 X 線回折測定室	藤原
⑥ X 線溶液散乱測定装置		
Rigaku NANO-Viewer	南実験棟 B14	秋山
⑦ 電子分光装置		
機能性材料バンド構造顕微分析システム	実験棟 216	田中・解良
Omicron EA-125	実験棟 215	酒井
⑧ 電子顕微鏡		
電界放出型走査電子顕微鏡（SEM）/JEOL JSM-6700F（1）	山手 4 号館 103	松尾
低真空分析走査電子顕微鏡（SEM）/Hitachi SU6600	実験棟 B09	松尾・酒井
集束イオンビーム加工機（FIB）/JEOL JEM-9310FIB（P）	山手 4 号館 103	松尾
⑨ 熱分析装置		
MicroCal VP-DSC	山手 4 号館 101	水川・長尾
MicroCal iTC$_{200}$	山手 4 号館 101	水川・長尾
Rigaku DSC8231	極低温等 010	藤原
Rigaku TG-DTA8122	極低温等 010	藤原
⑩ マトリックス支援レーザー脱離イオン化 - 飛行時間型質量分析計（MALDI-TOF-MS）		
Bruker microflex LRF	山手 4 号館 403	水川・藤川

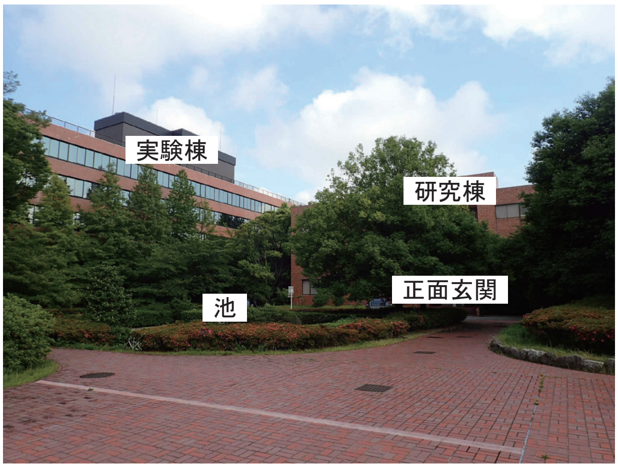
⑪ 有機微量元素分析装置			
所内	J-SCIENCE LAB MICRO CORDER JM10	山手４号館 404	水川・藤川
⑫ 蛍光Ｘ線分析装置			
	JEOL JSX-3400RII	南実験棟 105	上田
⑬ 核磁気共鳴（NMR）装置			
	Bruker AVANCE800	山手４号館 102	加藤
	Bruker AVANCE600	実験棟 119	西村
	JEOL JNM-ECA600	山手５号館 予備測定室	水川・長尾
所内	JEOL JNM-ECS400	山手４号館 408	水川・長尾
⑭ ピコ秒レーザー			
	Spectra-Physics, Quantronix　Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS	実験棟 B08	上田
⑮ 蛍光分光光度計			
	HORIBA SPEX Fluorolog 3-21	南実験棟 105	上田
⑯ 円二色性分散計			
	JASCO J-720WI	山手４号館 101	水川・藤川
⑰ 紫外・可視・近赤外分光光度計			
	Shimadzu UV-3600Plus	南実験棟 105	上田
⑱ フーリエ変換赤外（FTIR）分光光度計			
	Bruker IFS 66v/S	南実験棟 105	賣市
⑲ 顕微ラマン分光装置			
	RENISHAW inVia Reflex	南実験棟 105	賣市
⑳ 超伝導磁石付希釈冷凍機			
所内	Oxford Kelvinox 400	極低温棟 004	高山
㉑ 低温冷媒の供給設備			
所内	明大寺地区極低温施設		
	ヘリウム液化システム	極低温棟 104	高山
	液体ヘリウム自動供給装置	極低温棟 105	高山
	液体ヘリウム貯槽	極低温棟 105	高山
	液体窒素自動供給装置	化学試料棟前渡り廊下	高山
	ヘリウム回収ライン	各実験室	高山
所内	山手地区極低温施設		
	全自動ヘリウム液化機	山手４号館	水川
	液体ヘリウム貯槽	山手４号館	水川
	液体窒素貯槽	山手４号館	水川
	液体窒素自動供給装置	山手４号館 209	水川
	ヘリウム回収ライン	各実験室	水川

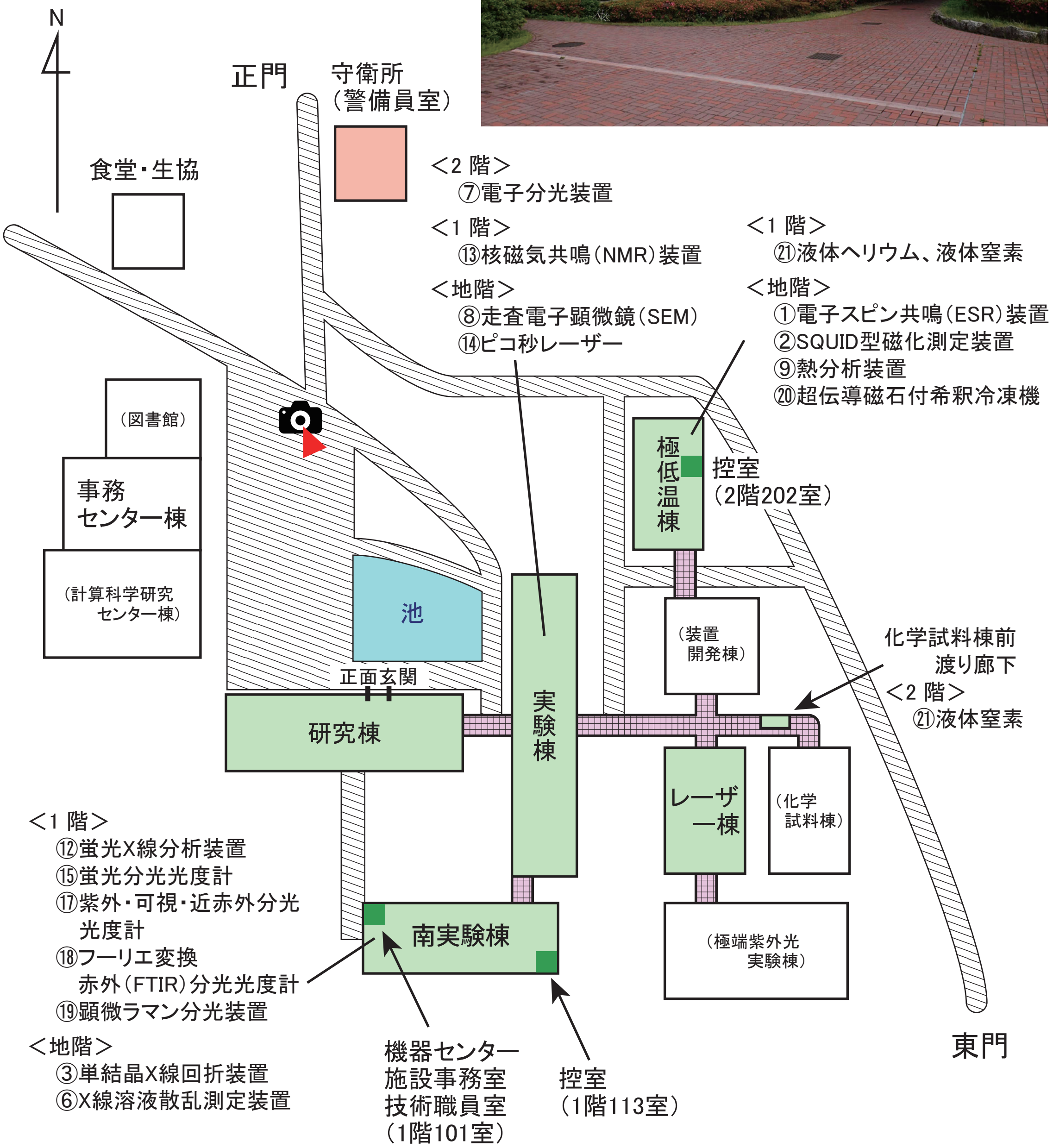
※設備のある場所については、次ページの施設マップをご参照ください。①～㉑が対応しています。

４．施設マップ

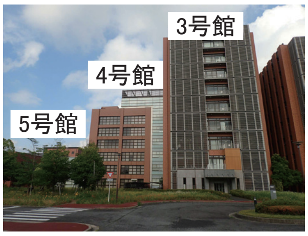
施設マップ

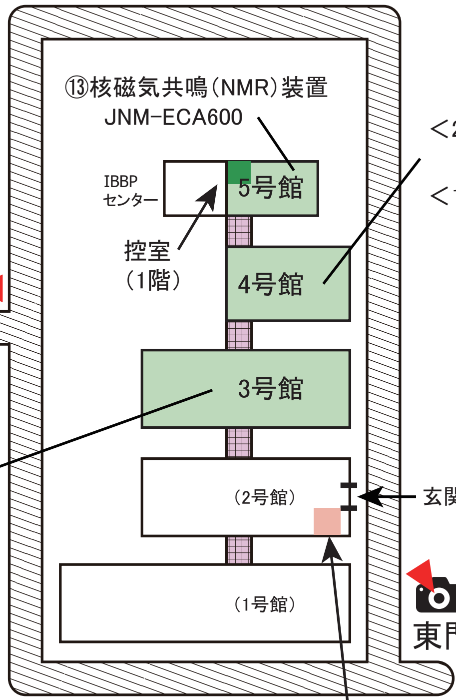
【 明大寺地区 】





【 山手地区 】





【 明大寺ー山手マップ 】

設備利用方法

１． 概要

機器センターは、磁気・物性、化学分析、分子分光の研究に必要な種々の設備を保守・管理し、ナノテクノロジープラットフォーム事業を通じて、それら設備をご利用いただける機会を提供しております（一部設備は除く）。所外利用者（大学および国・公立研究所等の研究者）の方には、設備の使用料は原則無料で公開しており、規定の範囲内ですが旅費も支給させていただきます。また、共同利用研究者宿泊施設（有料）もご利用いただけます。

２． 申込資格・支援内容

以下に所属する研究者（ただし、大学院博士課程後期在学中の者を含む）が、当センターの設備を利用することができます。

- 国立・公立大学法人（高等専門学校を含む）
- 私立大学法人（　　　　〃　　　　）
- 国・公立研究所（独立行政法人を含む）等
- 所長が上記研究者と同等の研究能力を有すると認められた者
- 民間企業

設備の利用には、協力研究（共同研究）、施設利用（機器利用）、技術代行、技術相談の４種類があります。ただし、利用できる内容は設備によって異なります。

- 協力研究（共同研究）　データ解析や学術的議論を含めた設備の利用を所内研究者と共同で行う。
- 施設利用（機器利用）　利用者が設備を操作、データ解析や学術的議論は利用者が独自に行う。
- 技術代行　　実験・測定を研究所スタッフに依頼する。
- 技術相談　　研究所スタッフと実験・測定について検討する。

３． 初めて利用される方

当センターを初めて利用される方は、利用申請をする前に設備担当者宛に利用希望設備、実験内容、利用希望日等をお問い合わせください。

≪各設備担当者への問い合わせ先≫
「支援内容」のページ　http://nanoims.ims.ac.jp/ims/service_h27_ic.html#sv　から、
設備名を選択し設備担当者等をご確認ください。

≪技術的な問い合わせ先≫
TEL：0564-55-7470　　　E-mail：ic-pub@ims.ac.jp
上記メールアドレスは、当センター設備担当者全員に送られます。お問い合わせ内容に応じて、設備担当者等から回答させて頂きます。

4． 利用方法

利用については各設備担当者までお問い合わせください。所内の方のみの場合は、申請は必要ありません。所外利用者は、ナノテクノロジープラットフォーム　分子・物質合成プラットフォーム HP（http://nanoims.ims.ac.jp/ims/）を参照してください。以下に概要を示します。

4．1　大学・官公庁の方の利用方法

（◆：提出して頂く書類等）

（1）申請　→　採択

<table>
<tr><th>利用期間</th><th>申請の種類</th><th>申込時期※ 1</th><th>申請書類</th><th>採択通知メール※ 4</th></tr>
<tr><td>通年
（4/1 ～翌 3/31）</td><td>通常申請</td><td rowspan="2">前年度
12 月締切</td><td rowspan="5">◆利用申請書：Web 申請
共同利用申請システム※ 2
https://imsapply.ims.ac.jp/apply/
◆承諾書：　郵送※ 3
書式 http://nanoims.ims.ac.jp/ims/utilization_01.html#ut01-2</td><td rowspan="2">前年度 3 月下旬</td></tr>
<tr><td rowspan="2">前期
（4/1 ～ 9/30）</td><td>通常申請</td></tr>
<tr><td>随時申請</td><td>3 月下旬以降</td><td>申請から 2 週間後</td></tr>
<tr><td rowspan="2">後期
（10/1 ～翌 3/31）</td><td>通常申請</td><td>当年度
6 月締切</td><td>9 月下旬</td></tr>
<tr><td>随時申請</td><td>9 月下旬以降</td><td>申請から 2 週間後</td></tr>
</table>

※ 1 申込受付・締切日は HP にてお知らせします。

※ 2 申請書で放射線業務に従事するとした場合の ◆放射線業務従事承認書 は、郵送にて提出。

≪放射線業務従事承認書　送付先≫

〒444-8585　愛知県岡崎市明大寺町字西郷中 38

自然科学研究機構　分子科学研究所　機器センター（ナノプラット）事務室

（TEL：0564-55-7337,　E-mail：nano-office@ims.ac.jp）

※ 3 ≪承諾書　送付先≫

〒444-8585　愛知県岡崎市明大寺町字西郷中 38

自然科学研究機構　岡崎統合事務センター　国際研究協力課共同利用係

（TEL：0564-55-7133,　E-mail：r7133@orion.ac.jp）

※ 4 利用開始日は、採択通知メール後の「採択通知書」発行後（記載の利用期間以降）になります。

＜補足＞

- 申請 1 件で複数の設備を利用可能。
- 大学院学生、および学部学生は、（財）日本国際教育支援協会「学生教育研究災害損害保険」および「学研災付帯賠償責任保険」または同等以上の保険加入のこと。
- 学部学生来所の場合は、指導教員の同行が必要。

（2）来所計画

各設備担当者と打ち合わせの上、来所日程を決め、以下の連絡・手続き・書類の提出をお願いいたします。

① 設備の予約：各設備担当者までお問い合わせください。

一部の設備を除き、

「大学連携研究設備ネットワーク予約システム（http://chem-eqnet.ims.ac.jp）」

から予約をお願いします。

② 来所日程の連絡：メールにて、機器センター（ナノプラット）事務室：nano-office@ims.ac.jp

（1 人 1 フォーム）まで指定の書式（HP 参照）にてご連絡ください。

③ 共同利用研究者宿泊施設（三島ロッジ）を利用希望の方

ロッジ予約システム（http://www.occ.orion.ac.jp/lodge/）でアカウント取得後、予約してください。

注）利用登録の際、『関係研究室』は [機器センター施設利用（「施設利用申込書」申請者）] を選択してください。

ロッジの鍵・許可証の受け取りは、宿泊初日平日の 11：00 ～ 15：30 です。時間内に受け取り出来ない方は、事前に機器センター（ナノプラット）事務室へご相談ください。

（ロッジチェックイン 15：00、チェックアウト 9：30）

④ 旅費を支給させて頂く方

下記書類を、提出してください（書式は HP からダウンロード）。

◆銀行振込口座登録依頼書：メールにて（nano-office@ims.ac.jp）

（口座登録の手続き約 1 週間、来所後の支払い手続き後、振込みまで約 1 ヶ月要する）

◆大学院生派遣依頼書：郵送　来所ごと、２週間前までに

◆学部学生派遣書：郵送　来所ごと、２週間前までに

◆出張報告書　※提出日の日付は、来所後の平日を記載のこと

◆航空機利用の方－領収書（原本）と搭乗券の往路半券は来所時、復路分半は後日郵送

※航空機金額確認のため、領収書または領収金額を、事前にご連絡ください。

※お二人以上で購入した場合、購入内容のわかるものを添付してください。

≪送付先≫

〒444-8585　愛知県岡崎市明大寺町字西郷中 38

自然科学研究機構　分子科学研究所　機器センター（ナノプラット）事務室

TEL：0564-55-7337,　E-mail：nano-office@ims.ac.jp

支給額（上限）は、採択通知時に連絡します。

（目安）協力研究：1件の申請につき、30人日相当（ただし上限40万円）

施設利用：1件の申請につき　2泊3日4回分相当

戦略的機器利用（NMR、ESR E680）の場合は2泊3日6回分相当（ただし上限40万円）

※半期申請については、上記の2分の1相当

⑤　その他：申請内容に変更がある場合

来所する方で申請書に記載のない方は ◆共同利用者追加願、
代表者の方に変更がある場合は ◆代表者所属変更届、
共同研究者の方に変更がある場合は ◆共同研究者所属変更届、
を機器センター（ナノプラット）事務室まで郵送してください。

(3) 来所

- 来所当日、正門守衛所で身分証明書を提示後、ネームプレートの交付を受け着用してください。
- 施設利用者控室にて来所時、および退所時に記録簿に記入してください。
- ロッジを予約された方は、宿泊初日 11：00 ～ 15：30 までの間に、事務センター棟3階：国際研究協力課共同利用係に来訪し、ロッジの鍵の受け取りと宿泊料金の支払いを済ませてください。
- ロッジチェックアウト後、鍵は返却ボックスへお返しください。
- 旅費申請に必要な書類の提出がある方は、機器センター（ナノプラット）事務室（南実験棟1階S101号室）までお越しください。

  航空機ご利用の方は、往路半券もご提出をお願いいたします。

  （復路分は郵送をお願いいたします。）
- 時間外（平日 8：30 ～ 17：30 以外）に山手地区を利用される方は、設備担当者または機器センター（ナノプラット）事務室に申し出てください。
- 設備利用終了後は、各設備の置かれている使用ノート等に必要事項を記入の上、必ず設備担当者に測定が終了した旨を報告してください。

※設備を追加で利用されたい方

各設備担当者とご相談の上 ◆利用設備追加届（書式はHPからダウンロード）を機器センター（ナノプラット）事務室へ提出してください。

利用形態・研究題目が異なる場合は、改めて申請を行ってください。

(4) 成果報告等の提出（年度末）

改めて、文部科学省提出の ◆利用報告書 と ◆業績リスト（書式はHPからダウンロード）の作成、ご提出の連絡をさせて頂きます。

なお、成果公開を見合わせる必要がある場合は、成果の公開を猶予することが可能です。事前に公開猶予とする理由を、機器センター（ナノプラット）事務室へご連絡ください。公開猶予期間は最大2年です。公開猶予終了後、提出頂いている成果報告書等は公開となります。

4．2　民間企業の方の利用方法

（◆：提出して頂く書類等）

(1) 申請の前に

- ご利用申請は、随時受付けしております。
- ご利用は、【成果公開型】と【成果非公開型】の２種類があり、いずれも有償利用（利用料金：【成果公開型】＜【成果非公開型】）となります。
- 「支援内容」のページ　http://nanoims.ims.ac.jp/ims/service_h27_ic.html#sv　から、設備名を選択し仕様・利用料金・担当者等をご確認ください。
- 各設備担当者に、実験内容・利用希望日（装置の利用予約）等をお問い合わせください。
- 研究題目が同じであれば、１件の申請に複数の設備を利用いただけます。
- 申請は利用期間（ご利用希望日程）ごとに必要となります。年度を越える分については改めて申請してください。
- 申請から利用開始までの日数は、最短でも２週間を要します。
- 利用可能日は「許可書」に記載の期間内となります。
- 設備使用料を前納した上で、ご利用をお願いいたします。（後納に改定を予定）（設備利用前の納付が難しい場合については、所定の手続きの上、後納も可能です）

(2) 申請（郵送）

利用申請書は、http://nanoims.ims.ac.jp/ims/utilization_02.html#ut01-2 よりダウンロードし、ご記入の上、郵送にてご提出ください。

放射線を発生する単結晶Ｘ線回折装置、粉末Ｘ線回折装置、Ｘ線溶液散乱測定装置、蛍光Ｘ線分析装置を利用する方は ◆放射線業務従事承認書 も郵送願います。

※利用開始日ご記入の際は、申請から許可書発行までに最短でも２週間かかりますので、ご注意願います。

※申請内容に追加・変更等が生じた場合、代表者・共同研究者の方に変更がある場合は、改めて申請書の提出が必要となりますのでご留意ください。

≪利用申請書、放射線業務従事承認書　送付先≫

〒444-8585　愛知県岡崎市明大寺町字西郷中38
自然科学研究機構　分子科学研究所　機器センター（ナノプラット）事務室
（TEL：0564-55-7337　　E-mail：nano-office@ims.ac.jp）

(3) 採択の決定

採択となりましたら、「許可書」および「有償利用請求書」を郵送いたします。
（「許可書」が発行されるまでは装置をご利用いただけません）

◆設備使用料の納付（後納に改定を予定）

前納した上でご利用をお願いいたします。指定期日までに納付をお願いいたします。なお、設備利用前の納付が難しい場合は後納も可能ですが ◆徴収指定期日延期申請書（記入例参照）の

提出が必要です。（事前に機器センター（ナノプラット）事務室までご相談ください。）

≪徴収指定期日延期申請書　送付先≫
〒444-8585　愛知県岡崎市明大寺町字西郷中 38
自然科学研究機構　岡崎統合事務センター　国際研究協力課共同利用係
（TEL：0564-55-7133　　E-mail：r7133@orion.ac.jp）

(4) 来所の前に

以下の連絡・手続き等をお願いします。

①設備の予約の確認：各設備担当者までお問い合わせください。
一部の設備を除き、「大学連携研究設備ネットワーク予約システム（http://chem-eqnet.ims.ac.jp）」からご予約できます。

②来所日程の連絡：メールにて、機器センター（ナノプラット）事務室：nano-office@ims.ac.jp（1 人 1 フォーム）まで指定の書式（HP 参照）にてご連絡ください。

(5) 来所

- 来所当日、正門守衛所で身分証明書を提示後、ネームプレートの交付を受け着用してください。
- 施設利用者控室にて来所時、および退所時に記録簿に記入してください。
「非公開利用」については、記録簿の指示にしたがって必要情報のみの記載で結構です。
- 時間外（平日 8:30 ～ 17:30 以外）に山手地区を利用される方は、設備担当者または機器センター（ナノプラット）事務室に申し出てください。
- 設備利用終了後は、各設備の置かれている使用ノート等に必要事項を記入の上、必ず設備担当者に測定が終了した旨を報告してください。

(6) 成果報告等の提出

【成果公開型】	【成果非公開型】
年度末が近づきましたら、改めて文部科学省提出の ◆利用報告書 と ◆業績リスト の作成、ご提出の連絡をさせて頂きます。 なお、成果公開を見合わせる必要がある場合は、成果の公開を猶予することが可能です。事前に公開猶予とする理由を、機器センター（ナノプラット）事務室へご連絡ください。公開猶予期間は最大 2 年です。公開猶予終了後、提出頂いている成果報告書等は公開となります。 ≪利用報告書 と 業績リスト　送付先≫ ※ Web アップロードによるご提出 自然科学研究機構　分子科学研究所 機器センター（ナノプラット）事務室	ご利用の都度、「利用報告書」（成果非公開用）を 1 ヶ月以内にご提出ください。 （書式は HP からダウンロード） ≪利用報告書　送付先≫ 〒444-8585　愛知県岡崎市明大寺町字西郷中 38 自然科学研究機構　岡崎統合事務センター 国際研究協力課共同利用係 （TEL：0564-55-7133, E-mail：r7133@orion.ac.jp）

５． お問い合わせ先

- 技術的なお問い合わせ ⇒ 自然科学研究機構　分子科学研究所
  機器センター
  TEL：0564-55-7470
  E-mail：ic-pub@ims.ac.jp

- 申請・利用についてのお問い合わせ ⇒ 自然科学研究機構　分子科学研究所
  機器センター（ナノプラット）事務室
  〒444-8585　愛知県岡崎市明大寺町字西郷中 38
  TEL：0564-55-7337　　FAX：0564-55-7448
  E-mail：nano-office@ims.ac.jp

- 各種案内、書類ダウンロード ⇒ ナノテクノロジープラットフォーム
  分子・物質合成プラットフォームホームページ
  http://nanoims.ims.ac.jp/ims/
  ⇒ 機器センターホームページ
  http://ic.ims.ac.jp

大学連携研究設備ネットワーク利用方法

1. 概要

機器センターの設備は、大学連携研究設備ネットワーク（以下、設備ネットワーク）に登録されており、予約も設備ネットワークの予約システムを通じて行っていただいております。本システムは平成 30 年 5 月より利用者増に伴う情報の大容量化への対応、セキュリティー強化、操作性向上を目的に、予約システムをリニューアルしました。ここでは、機器センターの設備利用を前提とした利用方法について説明します。

2. 利用方法

2. 1 ホームページ

設備ネットワークのホームページ（図 1）の URL は以下の通りです。ここから予約システムにログインします。

https://chem-eqnet.ims.ac.jp/

図 1 設備ネットワークホームページ

2. 2 アカウント

予約システムを利用するためにはアカウントが必要です。所属機関でアカウントを作成していただく場合や機器センターでアカウントを発行する場合などがございますので、アカウントをお持ちでない場合は、ホームページ右上のお問い合わせフォームより問い合わせ願います。

2. 3 利用の流れ

(1) 予約

※利用者自身のアカウントで予約を行ってください。ただし、施設利用の場合は申請代表者が予約を行ってください。協力研究の場合は受け入れ研究室側で対応をお願いします。（外部ユーザーを研究室メンバーとしてアカウントを発行するか、受け入れ研究室の対応者が予約を入れる。）

(a) 予約システムにログインし、利用する設備を [予約] － [設備を検索] から分子科学研究所機器センターの装置を検索し、設備名をクリック（図 2）。

(b) 設備詳細画面の [相互利用予約] をクリック（図 3）。

(c) 利用日時・予算区分（運営費交付金等）を選択し、[登録] をクリック（図 4）。続いて確認画面の［OK］をクリック。

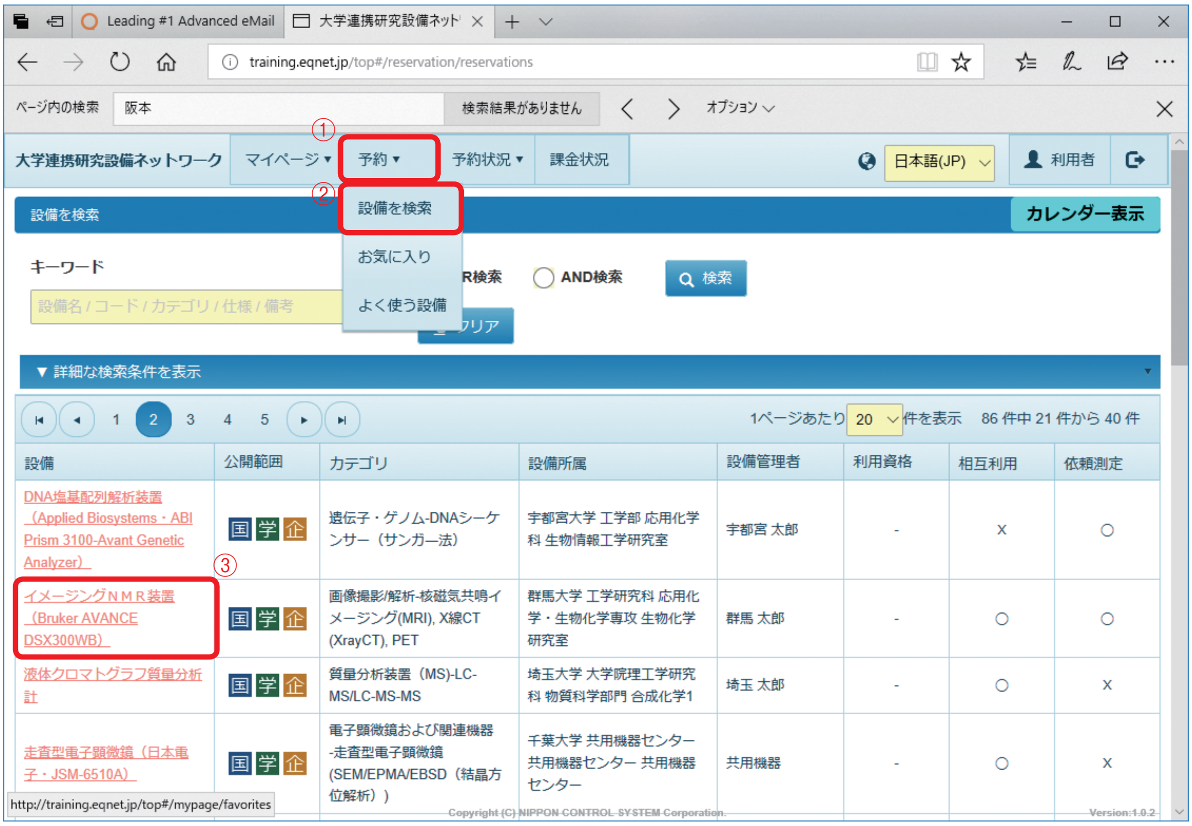


図 2 設備検索

図 3 設備詳細画面

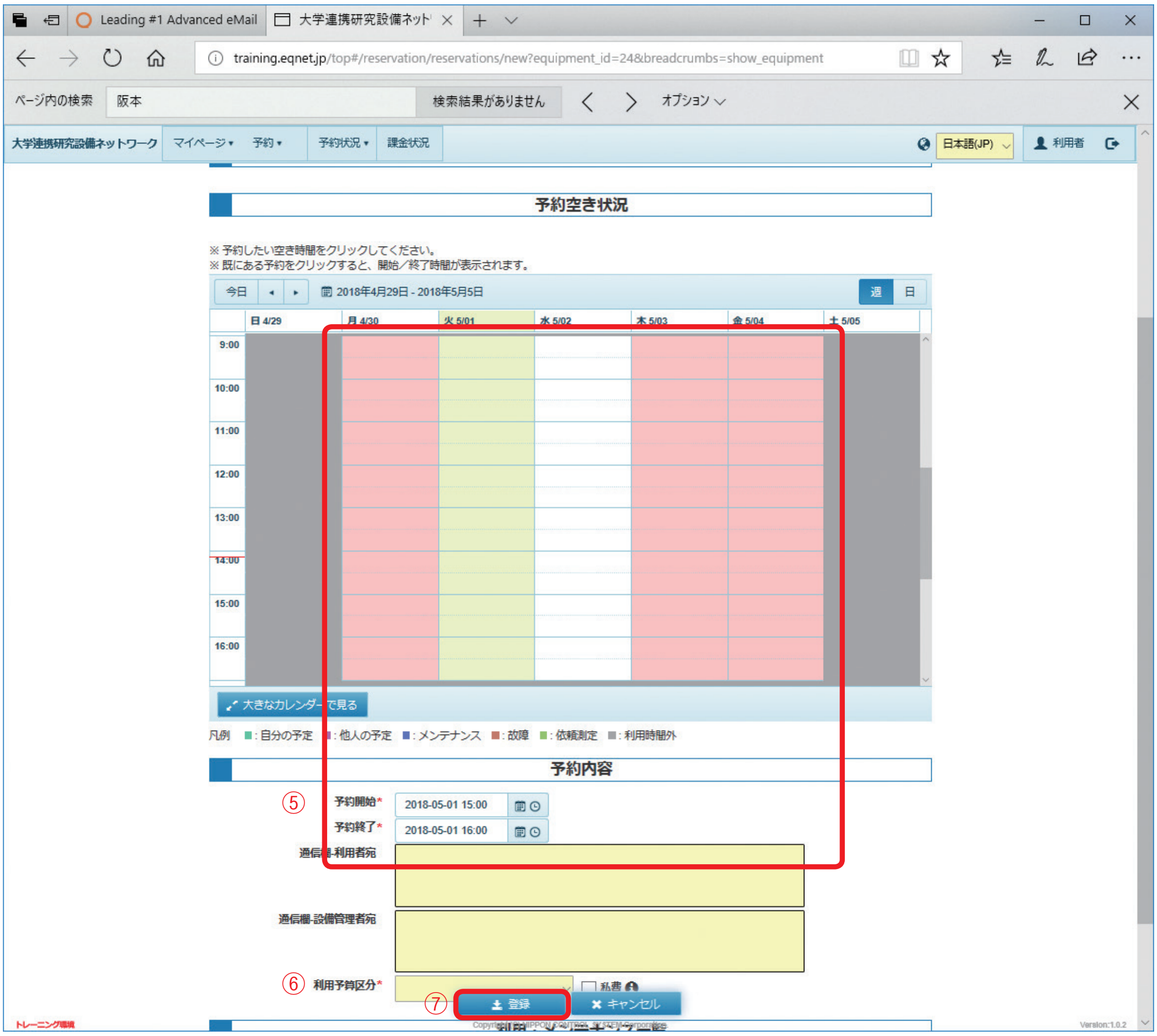


図 4 予約テーブル

(2) 予約の確認、修正、取消

［予約状況］で、予約状況の確認、(利用日時の変更等の) 予約修正、予約の取消が出来ます (図 5)。予約の修正では図 4 のような画面で日時の再設定ができます。

「承認待ち」　：設備管理者が予約を確認中です。

「予約中」　　：設備の利用が出来る状態です。

図５ 予約状況

２．４　参考

（1）ＩＤ・パスワードの変更

ＩＤ、パスワードは、ログイン後、[マイページ]から、[パスワードの変更]で随時変更出来ます。

（2）ＩＤ・パスワードを忘れた方へ

ＩＤ・パスワードを忘れてしまった場合は、トップページログイン部分の直下にある「ID・パスワードを忘れた方」のリンクをクリックしてください(図6)。設定ページでメールアドレスと名前を入力するとシステムからメールが届きます。ID はメールに記載されています。パスワードは再設定用ページの URL が記載されています。記載ページにてパスワードの再設定をしてください。

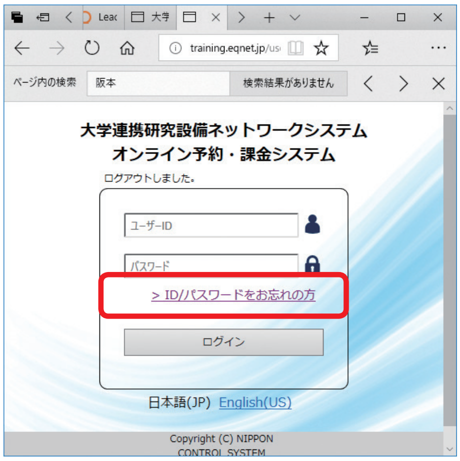


図６ トップページのログイン部分

※　予約システムの操作の詳細はマニュアルをご覧ください。

（マニュアル URL：http://chem-eqnet.ims.ac.jp/manuals/）

液体ヘリウム利用方法

1． 概要

現在、明大寺地区および山手地区のヘリウム液化機は順調に稼働しています。液体ヘリウム供給方法については以下の通りご案内します。

従来の利用方法を踏襲して、予め液体ヘリウム充填済みのベッセルを何台か用意させて頂き、ベッセルの持ち出し及び返却で液体ヘリウムをご利用頂くシステムの変更はございません。ただし、研究室所有の専用容器への供給はセルフ方式となりますので、ご了承ください。

以下では、現在行われている利用方法を中心に記しておきます。その他、利用規程や液体ヘリウム取り扱い上の注意等につきましては、機器センターホームページ内の液体ヘリウム利用者のためのマニュアル（http://ic.ims.ac.jp/kiki/teion/He_user_manual2008.pdf）に詳しく書かれておりますので、ご参照頂ければ幸いです。

山手地区での液体ヘリウムご利用方法については、以下の「山手地区液体ヘリウム利用方法」をご参照ください。

2． 液体ヘリウム利用の前に

- 液体ヘリウム使用者は、「液体ヘリウム利用者講習会」を受講し、液体ヘリウム利用者として登録すること。（必要があれば「液体ヘリウム利用者講習会」は随時行う）
- 実験室のヘリウム回収配管を利用する場合、早めに機器センターの寒剤担当者に連絡すること。

3． 明大寺地区液体ヘリウム利用方法

3．1　設置場所

- 極低温棟 1 階 105 室

3．2　ベッセル持ち出し手順

(1) 所定の場所にあるベッセルを手前から順に持ち出す。
(2) 備え付けの「ベッセル持ち出し・返却入力用パソコン」の画面の「持出」にタッチする。
(3) スキャナーでユーザーコードを読み取り、次に容器コードを読み取り、「確認」にタッチする。
(4) ベッセルを持ち出す。

3．3　ベッセルの返却手順

(1) ベッセルをロードセル中央に載せる。
(2) パソコンの画面の「返却」にタッチし、スキャナーで容器コードを読み取り、「計量」にタッチする。
(3) 表示内容を確認の上、「確認」にタッチして、ベッセルを返却場所に置き、回収配管につなぐ。
(4) 返却完了。

ベッセルの持出・返却の際は、回収用のバルブ操作に十分注意してください。

４． 山手地区液体ヘリウム利用方法

４．１ 設置場所

- 山手４号館 207 号室

４．２ ベッセル持ち出し手順

(1) 所定の場所にあるベッセルを持ち出す。
(2) 液体ヘリウム自動計量装置のコントローラー付属のスキャナーでユーザーコード及び容器コードを読み取る。
(3) ベッセルをロードセルに載せる。
(4)「持出」ボタンを押し、ベッセルを持ち出す。

４．３ ベッセルの返却手順

(1) ベッセルをロードセル中央に載せる。
(2) スキャナーで、ユーザーコード及び容器コードを読み取る。
(3)「返却」ランプが点滅するので、「現在量」の表示が安定したら「返却」ボタンを押す。
(4) 容器を返却場所に置き、回収配管につなぐ。
(5) 返却完了。

ベッセルの持出・返却の際は、回収用のバルブ操作に十分注意してください。

５． 異常時

異常時は、直ちに機器センター寒剤担当者（明大寺地区：内線：7471 または 4553、携帯：090-4082-6162、山手地区：内線：5516、携帯：090-9025-1928）に連絡すること。

６． その他

- 供給可能時間は、充填済みの持ち出すベッセルがある場合は終日可能である。
- 研究室で所有するベッセルも上記方法で利用可能である。
- 使用期間の長期化は、貸し出し容器の不足が発生し液体ヘリウムの供給に支障が出るため、容器はなるべく早めに返却すること。
- 液体ヘリウムは必ず５ ℓ 以上残した状態で返却すること。
- ヘリウムの回収ロスが直接供給価格に反映されるため、蒸発ガスの回収 100％を心がけること。
- 回収ガスに、なるべく空気を混入させないように十分注意すること。
- ベッセルへの空気混入は絶対に避けること。
- 液体ヘリウム供給価格：平成 29 年度後期　１ ℓ 当たり 139 円。

液体窒素利用方法

1． 概要

液体窒素の汲み出しは、セルフサービス及び自動供給・自動計量です。液体窒素に関しては、大学で死亡事故もあり、ユーザーが液体窒素を安心して利用するためには、単に供給装置の利用講習だけでなく液体窒素自体の安全教育も重要です。

明大寺地区液体窒素利用者のためのマニュアルは、機器センターホームページ（http://ic.ims.ac.jp/kiki/teion/N2_user_manual2011.pdf）にあります。当マニュアルには、分子研における液体窒素汲み出しの手順だけでなく、液体窒素を取り扱う上での注意点や液体窒素容器の種類と使用方法についても詳細に書かれておりますので、是非ご参照ください。

なお、山手地区での汲み出し手順は明大寺地区と少し異なりますので、以下の「山手地区液体窒素汲み出し手順」の項をご覧ください。

以下では、要点を抜粋し、簡単に記しておきます。

2． 特に注意すべき点

- 凍傷を防ぐ：保護眼鏡、革手袋を使用すること。
- 酸欠を防ぐ：実験室内の換気に注意すること。
- 爆発を防ぐ：容器を密封しないこと。

3． 液体窒素容器について

- 容器には開放型と密封型があり、密封型を使用するときは取扱説明書をよく読んでおくことが必要である。
- 容器を購入する場合、あらかじめ供給が可能な容器かどうかを寒剤担当者に確認すること。
- 容器は登録しなければ使用できない。登録した容器には容器バーコード（ベッセルバーコード）が発行される。

4． 液体窒素汲み出しの前に

- 毎年年度初めに実施される「液体窒素利用者講習会」に参加申請し、受講する。この時受講できなかった人は後日、随時液体窒素利用者講習を実施するので寒剤担当者に連絡する。
- 受講修了者にはユーザーバーコードが発行される。

5． 明大寺地区液体窒素汲み出し手順

5．1　汲み出し場所

- 化学試料棟 2 階入り口の渡り廊下
- 極低温棟 105 室（大型容器充填専用）
- UVSOR 棟地階（UVSOR 利用者専用）

５．２　手順

(1) 容器をロードセルに載せフレキシブルチューブを挿入する。（革手袋着用のこと）
(2) ベッセルバーコードとユーザーバーコードをバーコードリーダーで読み取る。
(3) 操作画面上の「READY」にタッチすると充填が開始する。満量充填でも必要量充填でも可能。
(4) 充填終了時、電子ブザーが鳴る。
(5) 容器をロードセルから降ろすと電子ブザーが止まる。

５．３　注意

異常時は緊急閉止弁を閉め、直ちに緊急時連絡先（内線：7471または4553、携帯：090-4082-6162）に連絡すること。

５．４　その他

- 汲み出しの時間は、原則平日午前９時～午後５時までである。
- 無登録の所外研究者（液体窒素利用者講習会未受講者）が液体窒素の汲み出しを行う場合は、「液体窒素利用者講習会」受講修了者立ち会いのもとで行うこと。
- エレベーターに人と液体窒素容器とを同乗させてはいけない。
- 液体窒素供給価格：平成29年度後期　１ ℓ　当たり63円（明大寺地区）。

６．山手地区液体窒素汲み出し手順

６．１　汲み出し場所

- 山手４号館２階液体窒素供給室

６．２　手順

(1) 容器をロードセルに載せフレキシブルチューブを挿入する。（革手袋着用のこと）
(2) 容器バーコードとユーザーバーコードをコントローラー付属のバーコードリーダーで読み取る。
(3) コントローラーの「開始」ボタンが点滅する。
(4)「開始」ボタンを押すと充填が開始する。
(5) 充填途中で止めたいときは「停止」ボタンを押す。
(6) 充填終了時、電子ブザーが鳴る。
(7) 容器をロードセルから降ろすと電子ブザーが止まる。

６．３　注意

異常時は直ちに緊急時連絡先（内線：5516、携帯：090-9025-1928）に連絡すること。

６．４　その他

- 汲み出しの時間は、原則午前７時～午後７時までである。
- 「液体窒素取り扱い講習」を受けていない人は、汲み出すことはできない。
- エレベーターに人と液体窒素容器とを同乗させてはいけない。
- 液体窒素供給価格：平成29年度後期　１ ℓ　当たり85円（山手地区）。

小型貸出機器利用方法

１． 概要

共同利用機関であり流動性も高い分子科学研究所において、一時的に使用する機器を備え貸出できる環境を整えることは、無駄な投資を防ぐ意味でも有用です。そこで機器センターでは、各種実験に利用できる汎用性の高い機器を中心に、小型貸出機器として保有しています。例えば、電源・ボックスカー･発振器･エレクトロメーターなどの共通性の高い汎用機器から､光スペクトラムアナライザー･オシロスコープなどの比較的高価な機器も備えています。昨年度（H29 年度）は、ソースメーター、水銀キセノンランプ等を更新し、現在は 93 台を保有しております。所内の方のみの貸出とさせて頂いておりますが、所外の方でも施設利用や協力研究等の実験の際には、所内の方を通じて利用して頂くことが可能です。

なお、機器保管場所は、「南実験棟 3 階 S321」です。

２． 利用方法

小型貸出機器については、機器センター HP（http://ic.ims.ac.jp/）から「所有設備一覧」を開いて頂き、下に送って頂き「所内専用」のところの「小型機器　→ 機器リスト・利用方法はこちら」をご参照ください。機器の利用状況表もご確認頂けます。

機器の利用の際は、メール、またはお電話にて以下の内容のご連絡をお願いいたします。

● 電子メール送り先：　ueda@ims.ac.jp

　Subject：　「小型貸出機器の利用」とご記入ください。

--- ＜送信事項（記入例：コピー＆ペーストしてお使いください）＞ ---

　　機器名：5-101 ロックイン増幅器 SRS SR830

　　利用者氏名：機器 千太

　　利用者所属：○×　G

　　利用者メールアドレス：kiki@ims.ac.jp

　　利用開始日：平成 30 年 4 月 3 日

　　返却予定日：継続使用を希望

● お電話の場合：担当　上田、内線 7226　までご連絡ください。

既に利用されている機器の場合であっても､ご連絡頂ければ出来る限り日程調整をさせて頂きます。貸出期間については、原則 2 週間とさせて頂いていますので、返却予定日を設定される方は利用開始日から 2 週間以内の日としてください。返却予定日が決まっていない場合は「継続使用を希望」として頂ければ、次の利用希望が入るまで継続してご利用頂けます。但し、利用期間が 2 週間以上経過している場合、次の利用希望が入った時点で出来る限り速やかに返却して頂くようお願いいたします。

返却の際も、メール、またはお電話にて以下の内容のご連絡をお願いいたします。

5．センターの利用方法

● 電子メール送り先：　ueda@ims.ac.jp

Subject：　「小型貸出機器の返却」とご記入ください。

--- <送信事項（記入例：コピー＆ペーストしてお使いください）> ---

機器名：5-101 ロックイン増幅器 SRS SR830

利用者氏名：機器 千太

利用者所属：○×　G

利用者メールアドレス：kiki@ims.ac.jp

返却年月日：平成 30 年 4 月 28 日

● お電話の場合：担当　上田、内線 7226　までご連絡ください。

なお、利用の際の機器の持ち出し、及び返却は、お手数ですが利用者ご自身でお願いします。参考までに、小型貸出機器のリスト（機器名別）を表 1 に示します。

お気軽に、ご利用ください。

表 1　小型貸出機器（93 台）機器名別リスト

機器名	台数	機器名	台数
ロックイン増幅器	5	標準ハロゲンランプ	1
ボックスカー積分器	22	波長較正用水銀ランプ	1
広帯域前置増幅器	4	デジタルフォトメーター	1
高速電流増幅器	1	パルスウェーブメーター	1
ユニバーサルカウンター	1	光スペクトラムアナライザー	1
関数信号発信器	1	デジタルオシロスコープ	7
ファンクションジェネレーター	1	オシロスコープ用高圧プローブ	1
ファンクションシンセサイザー	1	直流定電圧／定電流電源(ソースメータ)	5
シンセサイズドスイーパー	1	2 出力直流定電圧電源	1
任意波形発生器	1	直流安定化電源	1
デジタルディレイジェネレーター	6	高圧安定化電源	10
デジタルマルチメーター	5	X-Y-t 記録計	2
デジタルボルトメーター	1	データロガー	1
シングルモノクロメーター	1	時間軸較正器	1
水銀キセノンランプ	1	C.F. ディスクリミネーター	1
重水素ランプ	1	フラックスゲート型磁力計	1
分光光度計波長較正用ランプセット	1	ライトチョッパー	1
		マルチチャンネルアナライザ	1

サンプル準備室利用方法

1． 概要

機器センター設備の利用時、測定可能な状態での試料持ち込みを推奨しますが、来所後に試料調整や準備が必要な場合、サンプル準備室（明大寺地区・極低温棟 201 号室）をご利用いただけます。

2． 利用方法

- 利用の都度、ノートに記入をお願いします。
- 予約制ではありませんが、利用予約が必要な場合は、担当者までご連絡ください。
- 長時間場所を離れる場合や、危険物等がある場合は、付箋等で分かるようにしてください。
- 整理整頓を心がけてください。
- 廃液処理は各自で行ってください。

2．1 設置設備

- 真空ライン（自作、[真空度](RP) ～ 3 Pa、(DP) ～ 10^{-4} Pa、[接続]TS15/25、ϕ 6 mm 管）
- 真空型グローブボックス（UNICO・UN － 12L、自動内圧調整器・酸素濃度計・露点計付き）
  寸法 (mm)：メインボックス 1200 × 650 × 600、パスボックス 250 × 250 × 350
  立ち上げ時（一般窒素）：酸素濃度 1ppm 以下、露点－30℃
- 上皿天秤（島津・UW620H）
- 実体顕微鏡（ニコン・SMZ745T）
- 超音波洗浄機（アズワ・US－1R）
- ホットスターラー（IKA・C-MAG HS7 digital）
- 定温恒温乾燥機（EYELA・NDO－400）
- 電気炉（Yamato・FO510）
- ドラフトチャンバー（Yamato・KFC2180）

真空ライン

真空型グローブボックス

施設利用者控室

1． 概要

施設利用者の方にご利用いただけますよう、施設利用者控室を設置しております。明大寺地区では、極低温棟 2 階 202 号室、および南実験棟 1 階 113 号室に、山手地区では、山手 5 号館 1 階にあります。会議机やホワイトボード、個人用机もございますので、打ち合わせや測定の合間の休息にご利用ください。また共用パソコン、プリンターもご利用いただけます。パソコン持込みの場合、所内ネットワーク接続に必要なアカウントも発行可能です。ネットワーク利用上の注意に従ってご利用ください。

当センターの施設利用者の方であれば、どなたでもご利用いただけますが、利用の際は、設備担当者、あるいは機器センター事務室までお知らせください。来所・退所記録簿へのご記入も控室にてお願いしております。

お気軽に、ご利用くださいませ。

明大寺 極低温棟 2 階 202 号室

明大寺 南実験棟 1 階 113 号室

山手 5 号館 1 階

電子スピン共鳴（ESR）装置

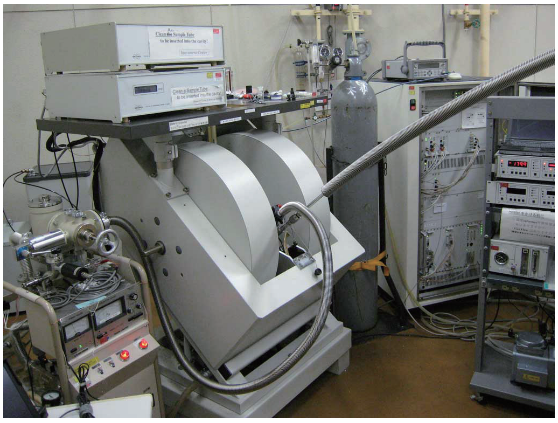
概要

電子スピン共鳴（ESR）装置は、不対電子（電子スピン）をプローブとした分光装置である。静磁場中に置かれた電子スピンのエネルギー準位は分裂し、一定のマイクロ波を加えながら静磁場を掃引すると、このエネルギー差に相当する磁場で共鳴が起こる。この共鳴磁場や吸収強度などの観測から、電子スピンを持つ原子や分子の量、構造、電子状態などに関する情報が得られる。ESR装置は、有機ラジカルや遷移金属などを含む物質の物性研究の他にも、放射線や酸化などにより不対電子が生じた岩石や食品の評価、触媒や重合反応などのプロセス追跡にも利用される。

設備紹介（EMX Plus、E500）　　担当）藤原　基靖、伊木　志成子

メーカー：Bruker
型　　式：EMX Plus
導入年度：平成17年度
（主な仕様）

周波数	X-band（～9.4 GHz）
マグネット	−5 mT ～ 1.45 T
共振器	高感度（Q～9000） デュアルモード 光透過
温度可変	（ESR900）3.8～300 K （ER4131VT）100～300 K[LN_2] RT～500 K[Air]
オプション	テスラメーター ゴニオメーター 光照射



メーカー：Bruker
型　　式：E500
導入年度：平成10年度
（主な仕様）

周波数	X-band（～9.4 GHz）
共振器	二重矩形、光透過、ENDOR
温度可変	（ESR900）3.8～300 K （ESR910）1.5～4 K （ER4131VT）100～300 K[LN_2]
周波数	Q-band（～34 GHz）
温度可変	5～300 K（CF935）

（共通部）

マグネット	− 5 mT ～ 1.45 T
オプション	テスラメーター ゴニオメーター、光照射

特徴

- EMXでは、磁場・シグナル強度ともに24bit対応で高解像度測定が可能。
- E500では、CW-ENDOR測定（LHeおよびLN_2）が可能。またX-bandに加えQ-bandでの高分解能測定も可能。
- X-bandでは、高感度、デュアルモード（許容・禁制遷移の観測）、二重矩形（定量・g値較正）、光透過の各種共振器を、測定に応じて選択でき、温度可変測定にも対応。

測定方法

- 粉末、液体の場合は、石英管（X-band：外径φ4 mm、長さ250 mm、Q-band：外径φ2 mm、長さ100 mm）に試料を封入。
- 単結晶の場合は、少量のアピエゾンNグリースで石英棒に固定。

備考

毎月マシンタイム調整にて、翌月の予約を決定している。当月1日より、空いているマシンタイムは随時予約解禁。

設備紹介（E680）　担当）藤原　基靖、伊木　志成子

メーカー：Bruker
型　　式：E680
導入年度：平成10年度
（主な仕様）

周波数	W-band（～ 94 GHz）
温度可変	3.8 ～ 300 K
マグネット	超伝導マグネット （6 Tスプリット型） 掃引コイル（700 mT）
周波数	X-band（～ 9.4 GHz） Q-band（～ 34 GHz）
温度可変	4 ～ 300 K（CF935）
マグネット	−5 mT ～ 1.45 T
オプション	AWG（任意波形発生器） ゴニオメーター テスラメーター ENDOR用RFアンプ ナノ秒波長可変レーザー

特徴

パルス測定が可能。時間平均を観測しているcw測定に対して、パルス測定ではスピンダイナミックスを直接観測できる。ENDOR測定やELDOR測定（X-､Q-band）にも対応しており、核スピンや電子スピンの緩和時間などのダイナミクスの直接測定や、電子スピン間の相互作用の強さから距離情報も得られる。任意波形発生器（AWG）により、照射するマイクロ波の周波数・振幅・位相を自由に制御でき、広帯域・選択的励起が可能。またナノ秒波長可変レーザーの導入により時間分解測定（X-、Q-band）も可能。

測定方法

石英管（X-band：外径φ4 mm、Q-band：外径φ1.6 mm、W-band：外径φ0.9 mm、長さ100 mm）に試料を封入。

備考

利用は、「高周波・高磁場およびパルスESRの使用経験があること」が条件。

SQUID 型磁化測定装置

概要

　磁場または温度を変えながら磁化測定を行い、物質の磁気特性を調べる装置である。微少な磁化変化を検出できるよう SQUID（超伝導量子干渉素子）を用いている。有機磁性体の研究、超伝導体の新素材研究や記録媒体の評価など、磁気物性や材料工学などの広い研究分野で利用されている。

設備紹介（MPMS-7、MPMS-XL7）　　担当）藤原　基靖、伊木　志成子

メーカー：Quantum Design
型　　式：MPMS-7
導入年度：平成 7 年度
（主な仕様）

温度範囲	1.8 ～ 400 K 300 ～ 800 K（オーブン使用時）
超伝導磁石	7 T （液体窒素ジャケット付）
トランスポート	スタンダード、RSO
オプション	サンプルスペースオーブン マグネットリセット 垂直・水平サンプルローテータ トランスバース検出

（MPMS-7、-XL7 共用オプション）

共用オプション	光照射用ロッド 圧力セル用ロッド

メーカー：Quantum Design
型　　式：MPMS-XL7
導入年度：平成 14 年度
（主な仕様）

温度範囲	1.8 ～ 400 K
超伝導磁石	7 T
トランスポート	スタンダード
オプション	AC 測定 （周波数：0.01 Hz ～ 1 kHz） （交流磁場：～ 6 G） 超低磁場 マグネットリセット 電気抵抗測定用ロッド 外部機器制御ソフト（EDC）

６．所有設備紹介

特徴

- 測定はシーケンス（測定プログラム）に従って自動的に行われる。
- 4.2 K 以下において時間制限なく温度保持でき、4.2 K を挟んで滑らかな温度変化が可能。
- 光照射や圧力下における磁化測定が可能。
- MPMS-7 では、オーブン使用時、800 K までの高温測定が可能。トランスバース検出システムにより、横磁化（磁場と直交した磁化）の測定が可能。
- MPMS-XL7 では、AC 測定により、緩和時間等・スピンのダイナミックスを調べることが可能。また超低磁場オプションおよびマグネットリセットにより、サンプル中心における残留磁場を 50 mG 以下に抑えた低残留磁場中での測定が可能。（図 1、2 参照）
  EDC により、電流源とナノボルトメーターを用いた電気抵抗測定など､外部機器の制御･データ取込が可能。

測定

- ストロー（外径 φ 6mm）の中央にサンプルを固定。サンプル形状等により、カプセルやラップ、アルミホイルなどを利用。上記以外に必要なものは、各自で用意すること。オーブン利用時は、ガラス管（外径 φ 3mm 以下）にサンプルを固定し、銅線でロッドに吊す。
- サンプル交換は、300 K で行うこと。
- 終了時に LHe トランスファーを行い、満タンにすること。（MPMS-7 の週末利用者は、LN_2 トランスファーも行うこと。）
- He レベルは、超伝導磁石を冷却するために 40% 以上に保持する必要がある。特に高磁場をかける場合は、He レベルに注意すること。

He Level	使用可能な最大磁場
50 ～ 100 %	7 T
40 ～ 50 %	1 T
40 % 以下	実験不可

備考

- マシンタイムの切り替えは、午前 10 時。
- 毎月マシンタイム調整にて、翌月の予約を決定している。当月 1 日より、空いているマシンタイムは随時予約解禁。

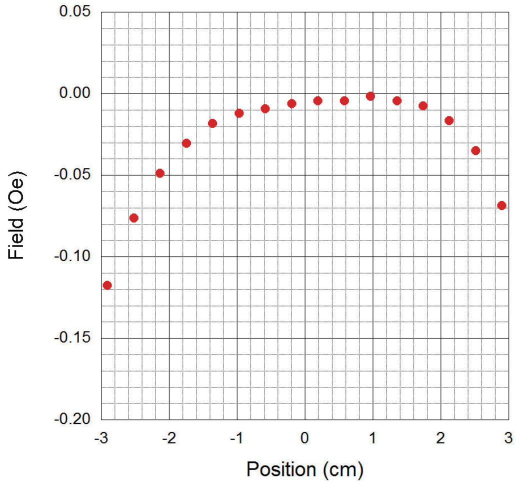


図 1　磁場勾配プロファイル

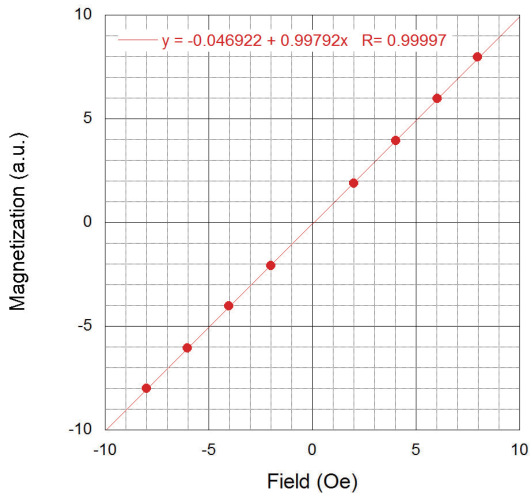


図 2　磁化の磁場依存性

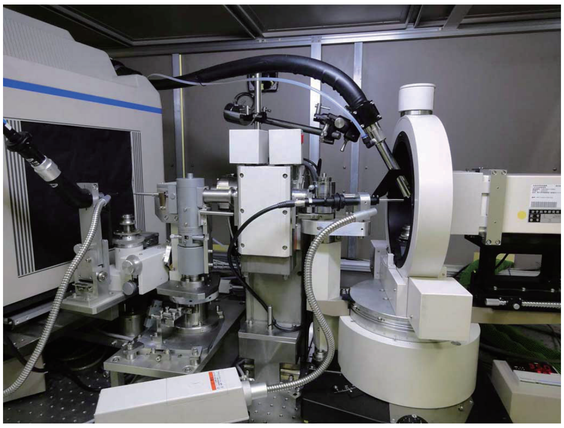
単結晶 X 線回折装置

概要

単結晶試料に X 線を入射すると、結晶構造を反映した回折点が得られる。この回折点の位置および強度から、結晶構造解析が行われる。構造解析により、原子の三次元座標（立体構造）や原子間距離・結合距離、三次元の電子密度などの情報が得られる。

数十～数百 μm サイズの単結晶試料が作成出来れば、3 時間程度で測定～解析が行える。

設備紹介（MERCURY CCD-1・R-AXIS Ⅳ、MERCURY CCD-2）　担当）藤原　基靖



メーカー：Rigaku

型　　式：MERCURY CCD-1・R-AXIS Ⅳ、MERCURY CCD-2

導入年度：平成 8 年度

（主な仕様）

X 線源	回転対陰極型、Mo 50 kV・100 mA（5 kW）

（CCD1、CCD-2 共通）

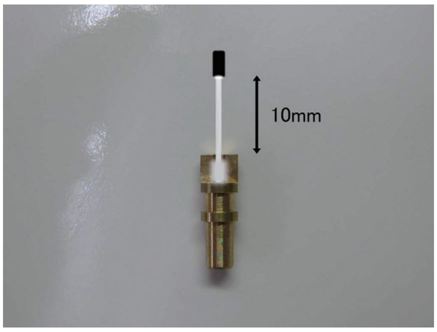
コリメータ	ϕ 0.3、0.5、1.0 mm
カメラ長	35 mm、55 mm、75 mm
ゴニオメータ	AFC-7 型 χ サークル
検出器	Mercury CCD
温度可変	100 ～ 400 K
ソフトウェア	測定 : Crystal Clear データ処理：CrysAlis 解析 : Crystal Structure、Olex2

※ R-AXIS は故障中。現在のところ、修理・更新予定はありません。

測定方法

- マウント

  0.1 ～ 0.5 mm 角の単結晶を、ビットに取り付けたガラス棒の先端、またはマグネット台座付サンプルループに、接着剤・ワセリン等で固定。（ゴニオヘッドは、ビット用とマグネット用があり、CCD-1、-2、HyPix で共用可能）



- X 線の立上げ・停止

  手順書に沿って、使用の度に X 線の立上げ・停止を行うこと。
- 温度可変測定

  PSA を起動させ、1 時間程度おいてから、コンプレッサーを起動して冷却を始める。最低温 100 K まで、約 2 時間かかる。CCD-1 はボタン一つで自動停止。CCD-2 は冷却水、手動停止が必要。

設備紹介（微小結晶 /HyPix-AFC）　担当）岡野　芳則

メーカー：Rigaku
型　　式：HyPix-AFC
導入年度：平成 29 年度
（主な仕様）

X 線源	回転対陰極、Mo 50 kV・16 mA（0.8 kW） コンフォーカルミラー使用
コリメータ	ϕ 0.3 mm
検出器	HyPix6000
温度可変	・100 K ～室温 （N_2 ガス：PSA より供給） ・24 ～ 100 K （He ガスボンベ：1 本 /8 時間）
ソフトウェア	測定：Crystal Clear、CrysAlis 解析：Crystal Structure、Olex2

特徴

- 高輝度 X線
  光学系にコンフォーカルミラーを用いており、CCD-1、-2 に比べ、約 10 倍の高輝度 X 線ビームが得られ、測定が難しかった微小結晶でも測定が可能。ビーム径は ϕ 0.1 ～ 0.2 mm で、コリメータはバックグラウンド低減のためビーム径よりやや大きめの 0.3 mm のものが取り付けてある。
- 低温測定
  ガス吹き付け型の冷却装置で、到達温度は、N_2 ガスモードで 100 K、He ガスモードで 24 K（実測）。到達時間は、N_2 で 240 分、He で 150 分かかる。運転モードの切り替えは、He から N_2 には迅速に切り替え可能だが、N_2 から He の場合は、冷凍機を一旦室温に戻す必要がある。

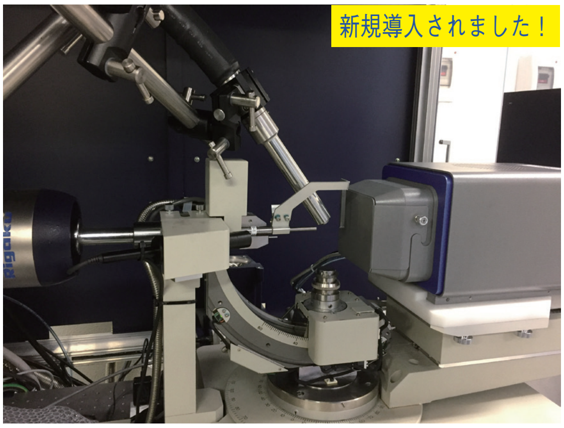
結晶スポンジ法による分子構造解析

概要

単結晶 X 線構造解析は、分子の立体構造を決定する上で最も強力な分析手法である。しかしながら、この手法を用いるためには、構造を明らかにしたい試料の単結晶が不可欠であり、単結晶作製は時として大きな困難を伴う。

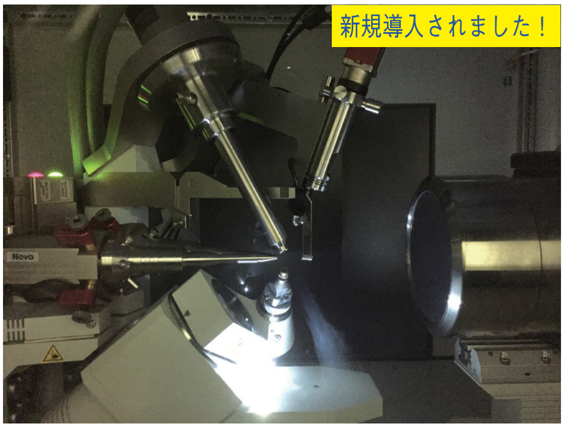
「結晶スポンジ法」は、細孔性錯体の結晶（結晶スポンジ）を目的試料の溶液に浸すことで試料分子を結晶スポンジの細孔内に導入し、単結晶 X 線構造解析により試料分子の立体構造を明らかにするという「結晶化不要の単結晶 X 線構造解析法」である[1]。当センターでは、結晶スポンジ法を用いて、提供を受けた試料の立体構造を明らかにする。

設備紹介（XtaLAB P200, SuperNova）　担当）足立　精宏



メーカー：Rigaku
型　　式：XtaLAB P200
導入年度：平成 25 年度
（主な仕様）

X 線源	回転対陰極型、Mo/Cu デュアル線源 Mo: 50 kV・24 mA（1.2 kW） Cu: 40 kV・30 mA（1.2 kW）
コリメータ	ϕ 0.3、0.5 mm
ゴニオメータ	1/4 χ ゴニオメータ
検出器	PILATUS 200K
温度可変	100 K ～室温
ソフトウェア	CrysAlis^{Pro}



メーカー：Rigaku
型　　式：SuperNova
導入年度：平成 27 年度
（主な仕様）

X 線源	封入管型、Mo/Cu デュアル線源 Mo: 50 kV・0.8 mA（40 W） Cu: 50 kV・0.8 mA（40 W）
コリメータ	ϕ 0.3、0.5 mm
ゴニオメータ	κ ゴニオメータ
検出器	Atlas S2 CCD 検出器
温度可変	100 K ～室温
ソフトウェア	CrysAlis^{Pro}

特徴

• 結晶化不要

本手法では、予め合成した結晶スポンジの単結晶性を保ったままその細孔内に試料分子を包接させるため、試料の結晶化が不要である。そのため、結晶化が困難な試料や、原理的に結晶化できない油状の化合物の構造解析も可能である。

• 微量分析が可能

単結晶１個分に包接されるだけの試料量でも測定できるため、原理的には数 ng の試料から構造決定が可能である。実際には、種々の包接条件を検討するため、試料量は多いほうが望ましい。

• 絶対構造決定に有効

結晶スポンジの骨格には、ヨウ素や亜鉛と言った重原子が含まれている。キラルな試料の包接させた際に骨格がキラルな構造に変形することがあり、重原子由来の大きな異常分散が期待できる。この異常分散から、試料の絶対構造決定が可能である。

測定例

下記のサントニンをはじめとして、約 300 種以上の有機化合物の（絶対立体配置を含む）立体構造を決定した。

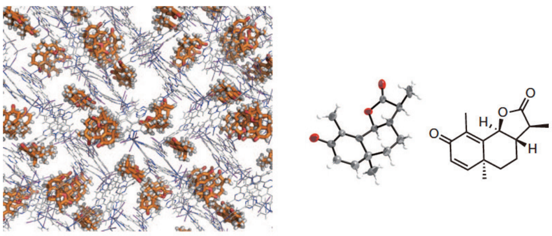


図１　サントニンの結晶構造

測定方法

• 結晶スポンジの作製

既報[1-3]の手順に従い、有機三座配位子と金属塩の溶液から液—液拡散法により結晶スポンジを作製する（３日～１週間）。

• 溶媒置換

結晶スポンジ作製後は、作成時に用いた溶媒が細孔内を満たしている。それらは結晶スポンジの骨格と強く相互作用しており、そのままでは細孔内に試料を導入することができない。そのため、相互作用の弱い溶媒（ヘキサン等）で結晶スポンジ細孔内を置換する必要がある（１週間）。

• 包接（ソーキング）

測定したい試料の溶液を、溶媒置換後の結晶スポンジが入ったバイアルに滴下し、細孔内に試料分子を取り込ませる（１日～数週間）。

• 測定

ループ（図２）に試料包接後の結晶スポンジを載せ、単結晶 X 線回折装置で測定する（数時間～２日）。

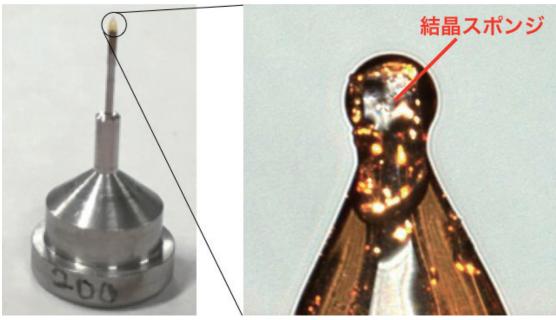


図２　ループに載せた結晶スポンジ

• 解析

必要に応じて他の分析手法で得られた情報も併せながら、試料分子の構造モデルを構築し、構造精密化を行う（数日）。

備考

※予め「結晶スポンジの作製」および「溶媒置換」の項目は済ませておりますので、利用者からの試料提供を受けて「包接」以降を行います。

※結晶スポンジ法以外で本項の単結晶 X 線回折装置（XtaLAB P200, SuperNova）の利用を希望される場合は担当者までご相談ください。

備考

1. Y. Inokuma *et al. Nature* **2013**, 495, 461.
2. Y. Inokuma *et al. Nat. Protoc.* **2014**, 9, 246.
3. F. Sakurai *et al. Chem. Eur.* J. **2017**, 23. 15035.

粉末 X 線回折装置

概要

粉末試料に X 線を照射し、回折された X 線の角度および強度を測定する。主な利用法は定性分析（同定）である。既知試料の回折パターン（PDF：Powder Diffraction File）と照合することで測定試料の同定を行う。その他にも、ピークの有無や強度による結晶性や配向評価、ピーク幅による結晶子サイズ評価、小角領域の測定による粒子径の評価などにも用いられる。また測定精度によっては未知構造解析も可能である。

設備紹介（RINT-Ultima Ⅲ）　担当）藤原　基靖

メーカー：Rigaku
型　　式：RINT-Ultima Ⅲ
導入年度：平成 17 年度
（主な仕様）

X 線源	Cu 管球 40 kV・40 mA（2 kW）
光学系	集中法、平行ビーム法、小角散乱
ゴニオメータ	θ s/ θd 連動、 θ s 単独、θ d 単独 −3 ～ +154 deg.（2 θ）
検出器	シンチレーションカウンタ
オプション	モノクロメーター 高分解能 PSA 回転試料台 キャピラリ回転試料台 小角散乱試料台 低温試料台（40 ～ 300 K）

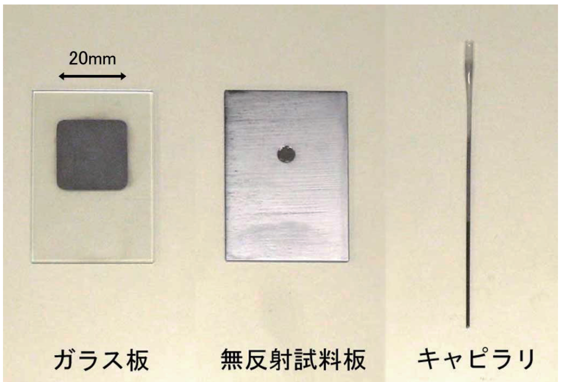
制御 PC	Windows7
ソフトウェア	PDXL（基本、定性、リートベルト、PDF-2）、Nano-Solver

特徴

- CBO ユニットにより、集中法、平行ビーム法、小角散乱光学系の切り替えが可能
- 平行ビーム法により、試料成形の難しい試料でも、容易に測定可能
- 小角散乱測定により、ナノ粒子の粒径分布を求めることが可能（1 ～ 50 nm）

測定方法

- 試料準備
  ガラス板やキャピラリ等に試料を充填

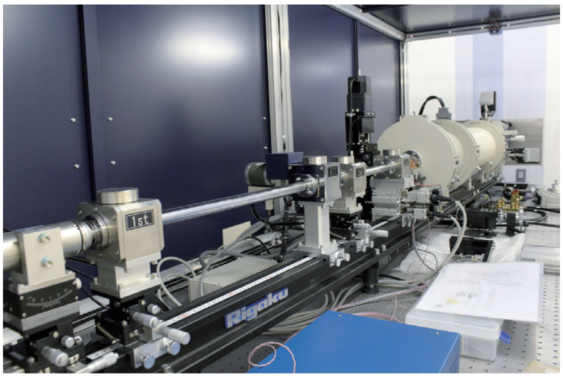


X線溶液散乱装置

概要

サブナノ～サブミクロンにわたる広い空間スケールを扱う本装置は、多階層からなる分子システム（生体高分子やソフトマター）の研究に貢献する。共同研究にとどまらず、X線溶液散乱実験に関心のある研究者・学生への指導、実験計画段階での相談、放射光ビームラインへの橋渡し、課題申請書の作成、などについて可能な限り支援をしている。

設備紹介（Rigaku NANO-Viewer）　担当）秋山　修志

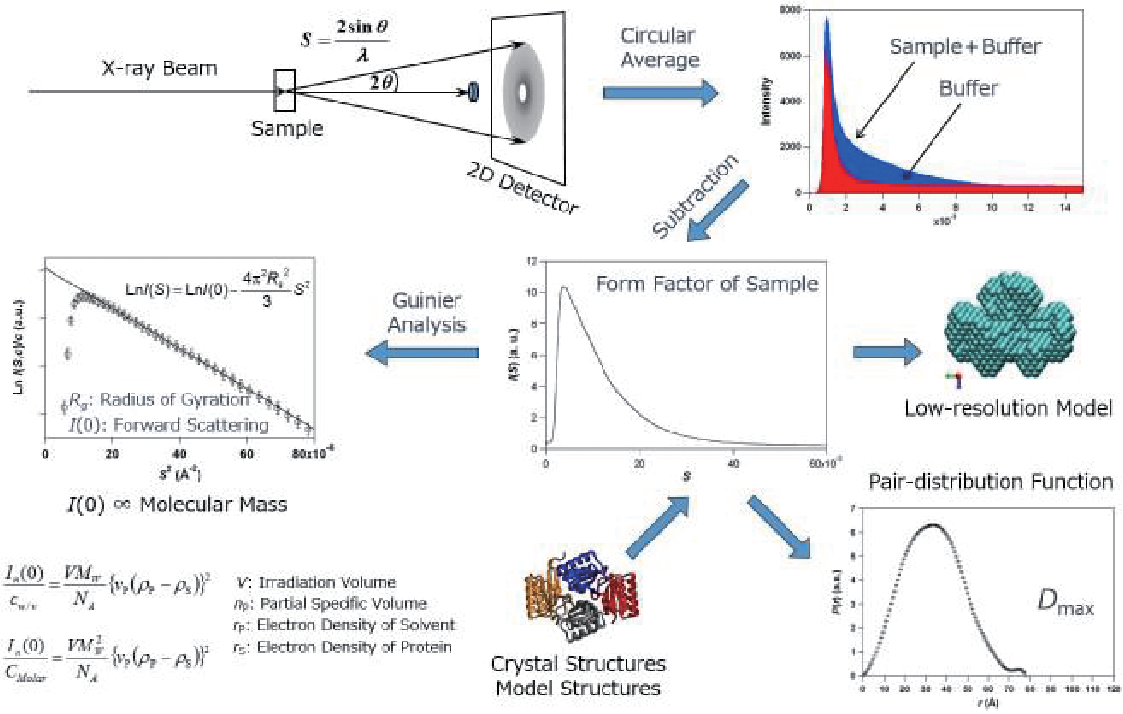


メーカー：Rigaku
型　　式：Nano-Viewer
導入年度：平成 25 年度
（主な仕様）

X線	1.5418 Å
検出器	PILATUS 200K
試料／検出器距離	100 ～ 1000 mm
Qレンジ（$Å^{-1}$）	0.0063 ～ 1.703 Å
d（Å）	3.7 ～ 994 Å
試料体積	26 μL
試料温度	4 ～ 100℃

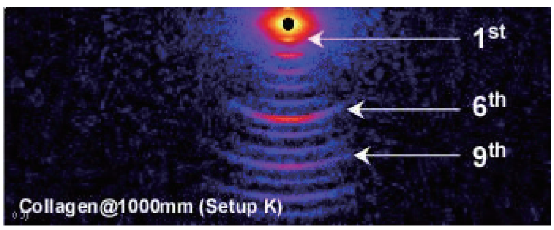
X線溶液散乱について

溶液状の試料を光軸上に設置してX線を照射し、散乱されたX線の強度や角度分布を２次元検出器で記録する。均一なタンパク質溶液試料の場合、結晶性（配向性）試料とは違って散乱像は等方的になる。したがって、散乱原点を中心に円環平均すると散乱角度（Q）に依存した散乱X線強度 I（Q）が得られる。タンパク質溶液からの散乱強度、溶媒のみからの散乱強度、これらを個別に記録して差分を取ると、溶質（タンパク質分子）の散乱曲線が得られる。この散乱曲線には構造情報が含まれており、ギニエ解析による回転半径や原点散乱強度の評価、間接フーリエ変換による動径分布距離解析、低分解能像（分子形状）の推定、既知の結晶構造との比較、などを通してタンパク質分子の大きさや形状を見積もることができる。

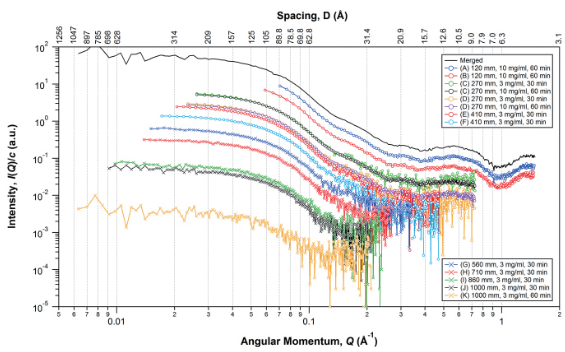


小角カメラ表

Camera Setup	Camera Length (mm)	1st (mm)	2nd (mm)	3rd (mm)	BS (mm)	Q_{min} ($Å^{-1}$)	D_{max} (Å)	Q_{max} ($Å^{-1}$)	D_{min} (Å)
A1	100	0.70	0.40	1.00	2.5	0.0895	70.2	1.703	3.7
A2	120	0.70	0.40	1.00	2.5	0.0706	89.0	1.476	4.3
B	120	0.60	0.30	0.80	2.0	0.0590	106.6	1.469	4.3
C	270	0.70	0.40	1.00	2.5	0.0261	241.0	0.726	8.6
D	270	0.60	0.30	0.80	2.0	0.0234	268.2	0.725	8.7
E	410	0.70	0.40	1.00	3.0	0.0206	305.5	0.474	13.3
F	410	0.60	0.30	0.80	2.5	0.0172	366.4	0.474	13.2
G	560	0.60	0.30	0.80	3.0	0.0151	417.2	0.343	18.3
H	710	0.50	0.30	0.80	3.0	0.0139	453.3	0.270	23.3
I	860	0.40	0.20	0.50	3.0	0.0098	641.1	0.241	26.0
J	1000	0.40	0.20	0.50	4.0	0.0091	688.9	0.210	30.0
K	1000	0.20	0.10	0.25	2.0	0.0063	994.2	0.210	30.0



検出器は DECTRIS 社の PILATUS 200K を採用している。検出器を平行移動させることで、モジュール間の継ぎ目のない散乱・回折パターンを記録することもできる。各スリットのピンホール径、ビームストッパー径、試料と検出器の距離などを変化させて、試料に最適な小角カメラを選ぶ。上表のように、現状では A ～ K で区別される 12 段階の小角カメラで運用している。それ以外の小角カメラ設定については管理者と要相談。

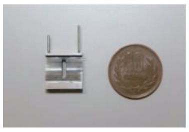
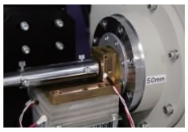


BSA 標準散乱

標準試料として用いられる牛血清アルブミン（BSA）の散乱パターンを A ～ K の小角カメラで記録した（上図）。3 mg/ml の試料濃度で 30 min 積算を基本とし、広角測定（A, B）と極小角測定（K）では 10 mg/ml で 60 min の

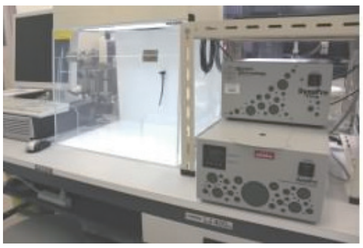
積算としている。図中の散乱曲線は試料濃度と露光時間に対して規格化されているが、ビーム強度に対しては規格化されていない。小角カメラ設定がＡからＫとなるにつれ、測定可能領域は広角（高分解能）側から小角（低分解能）側へとシフトしていき、同時に入射ビーム強度が弱くなるために信号強度が弱くなっていく。

セルと試料ホルダ


溶液試料には専用セルとセルホルダが準備されている。標準セルの容量は26マイクロリットルである。試料体積のより小さいセルでも測定可能だが、その場合は管理者と事前に相談のこと。試料温度は4～100℃の範囲で制御可能である。個体試料（フィルム、ファイバーなど）についても専用の試料ホルダを用いて測定できる（温調はなし）。

試料準備室




iMSaxsの周囲には生化学実験を行うための機器類が整備されており、タンパク質をはじめとする生体高分子試料の調製や評価ができる。主な機器としては、微量分光光度計（NanoPhotometer P330, Implen）、電子天秤（CP3202S, CP224S, Sartorius）、pH計（LAQUA F-73, HORIBA）、高速液体クロマトグラフィー（AKTA － FPLC, GE）、動的光散乱（DynaPro Titan, Wyatt）、卓上クリーンベンチ（Clean Booth BB-100, AS ONE）、超音波洗浄機（1510J-MT, BRANSON）、微量透析システム（Bio-Tech, COSMO BIO）などがある。

URL:
http://bms.ims.ac.jp/AkiyamaG/imsaxs.html

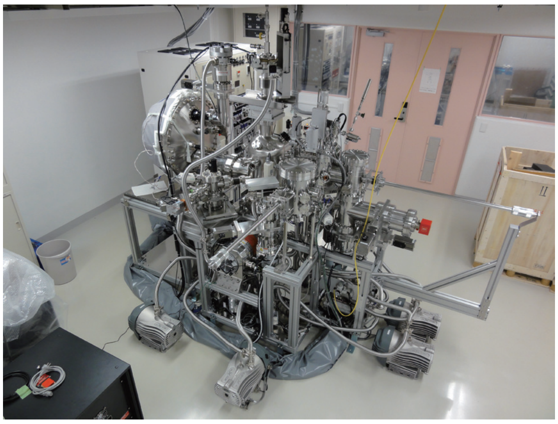
電子分光装置

概要

機能性材料バンド構造分析システムは、角度分解紫外光電子分光法（ARUPS: Angle-Resolved Ultraviolet Photoelectron Spectroscopy）を用い、固体・薄膜試料の価電子バンド構造を決定することができる装置である。希ガス共鳴線による外部光電効果で機能性材料から放出された電子（光電子）のエネルギー分布と放出角度分布を計測することでバンド構造が得られ、これにより機能性材料の電子機能（例えば、最も基本的なイオン化エネルギーや仕事関数、伝導電荷の有効質量やスピン軌道相互作用など）を調べることが出来る。

X 線光電子分光（XPS: X-ray Photoelectron Spectroscopy）装置は、超高真空中で試料に X 線を照射し、放出される電子（光電子）を検出する装置である。放出される光電子は、対象となる原子の内殻電子に起因するものであり、そのエネルギーは元素ごとに定まることから、エネルギー値を知ることで定性分析を行うことができる。原子の置かれている環境（化学状態）によって電子状態が変わることからピーク位置が僅かにシフトすることを利用して、化学構造解析を行うことができることから ESCA（Electron Spectroscopy for Chemical Analysis）とも呼ばれる。

設備紹介（ARUPS）　担当）田中　清尚、解良　聡



メーカー：VG Scienta
型　　式：DA30
導入年度：平成 26 年度
（主な仕様）

電子分光器	静電半球型 200 mm 電子レンズ（ディフレクター搭載）
紫外光源	マイクロ波放電方式 He I, He II 共鳴線単色化機構 ・He Iα ＝ 21.218 eV ・He IIα ＝ 40.814 eV

エネルギー分解能	He Iα 線を用いた金基板のフェルミ端の半値幅は，9 meV 程度（温度：8.6 K、パスエネルギー：2 eV、入射スリット：200 μm）
Entrance Slit	（1）0.1 mm （2）0.2 mm （3）0.3 mm （4）0.5 mm （5）0.8 mm （6）1.5 mm （7）2.5 mm （8）4.0 mm
真空度	6 × 10^{-9}Pa 以下
装備機器	低速電子線回折（LEED） Ar イオンスパッタガン 各種加熱機構（通電・電子衝撃・セラミックヒーター）
制御系	OS: Windows 8，実験データは、バイナリー形式やテキストファイル形式など。専用解析ソフトを提供可能。

特徴

①一般的な静電半球型電子分析器では困難な微小試料の二次元波数空間マッピングが可能 ②広い温度領域（8-400 ケルビン）における電子状態測定が可能 ③低速電子線回折法による二次元結晶構造を決定することが可能 ④様々な試料形態の表面処理が可能な機器（Ar イオンスパッタ機構、電子衝撃加熱機構、通電加熱機構）を搭載 などが挙げられ、様々な分野の機能性材料の電子状態評価に対応可能な実験装置となっている。

測定例

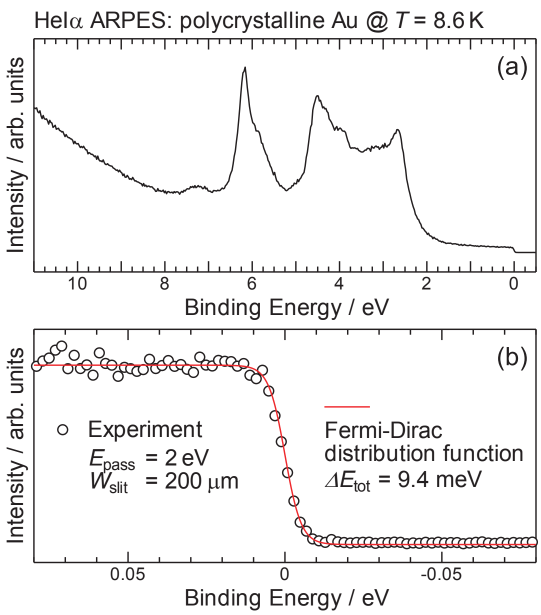


図１ He I α による Au 板の ARUPS スペクトル。(a) 価電子帯全域，(b) フェルミ準位近傍

図１に Au の He I α ARUPS スペクトルを示す。測定は、温度 8.6 K, パスエネルギー (E_{pass}) 2 eV, スリット幅（W_{slit}）200 μm で行った。角度積分モードでは５分程度の測定時間で十分な SN 比のデータが得られた。Fermi-Dirac 分布関数を用いたフェルミエッジのフィッティング解析よりエネルギー分解能は 9.4 meV と見積った。E_{pass} と W_{slit} の組み合わせによって、より高分解能な測定が可能である。

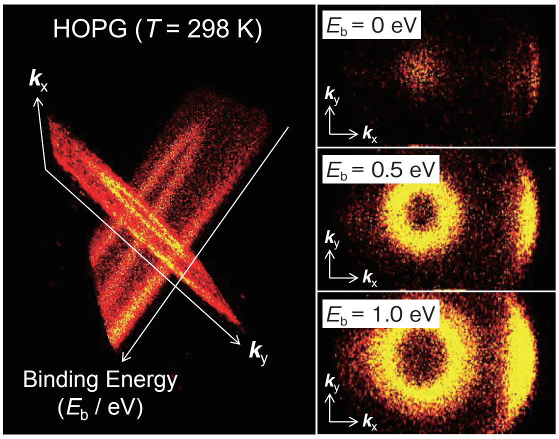
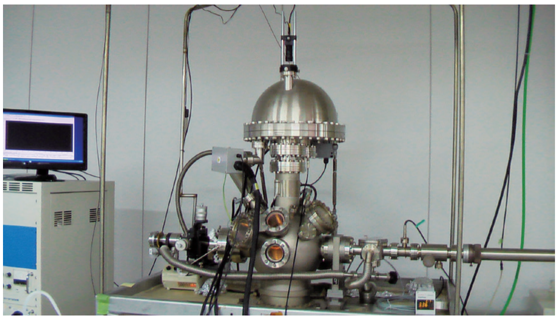


図２ He Iα による HOPG の ARUPS スペクトルイメージとディラック点近傍（k_x ～ 1.7 Å^{-1}）における等エネルギー面マッピング。

本装置の大きな特徴として、DA30 アナライザーのディフレクター機能を用いることで、ARUPS スペクトルの２次元波数空間（k_x, k_y）マッピングを容易に得ることが出来る点が挙げられる（※ 一般的なアナライザーは k_x のみ）。図２に高配向性熱分解グラファイト（HOPG）の He I α ARUPS イメージを示す。HOPG やグラフェンでは、π 電子系が円錐状の分散（ディラックコーン）を示すことが知られている。本装置を用いることで、このような電子状態を高精度かつ容易に得ることが可能である。

設備紹介（EA-125）

担当）酒井　雅弘



メーカー：Omicron
型　　式：EA-125
導入年度：平成 23 年度
（主な仕様）

電子分光器	静電半球型 125mm、電子レンズ（静電 + 磁気レンズ）
X 線源	ツインアノード（Mg, Al），分光器なし。出力 15kV, 20mA（Mg）または 15kV, 34mA（Al）。

エネルギー分解能と計数率	Mg-Kα線を用いた清浄化処理を行っていない銀板の $Ag3d_{5/2}$,Entrance Slit 6 × 12mm, 半分値幅は，パスエネルギー 10eV で 0.9eV（計数率 5500cps），パスエネルギー 50eV で 1.4eV（計数率 60000cps）。 図 1（a），(b）参照。
Entrance Slit	(1)　6 × 12 mm (2)　ϕ 6mm (3)　ϕ 2mm (4)　ϕ 1mm (5)　1 × 12 mm
真空度	4 × 10^{-8}Pa 程度（測定槽主排気はイオンポンプ、粗引きはターボ分子ポンプ）
装備機器	Ar イオンスパッタガン
制御系	OS: Windows XP，制御ソフト : Omicron EIS。データの持ち帰りは、テキストファイル形式など。

特徴

①水素、He 以外の全ての元素が検出できる ②化学状態に関する情報を得ることができる ③極表面（数 nm 程度）の情報を得ることができる ④導体だけでなく、絶縁物も測定可能である ⑤エッチング装置と併用することで深さ方向分析が可能　が挙げられる。有機物などの絶縁物の場合には徐々に正に帯電するチャージアップ現象が起きてしまうことがあるので、測定試料の固定方法を工夫する必要がある。

XPS は、絶縁物から導体まで幅広くほとんどの材料に対して分析可能なことから、さまざまな表面物性の関係する場面で使用され、主な用途として、半導体や金属などの無機物から有機物までほとんどの材料について、極表面の組成、化学状態解析、汚染解析などが行われている。また、表面改質や接着・剥離解析など表面が関与する数多くの物性や機能の評価にも用いられている。

測定例

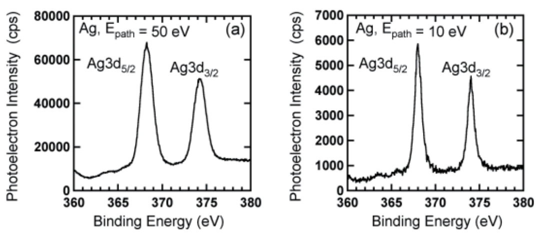


図 1　Mg-Kαによる清浄化処理を行っていない銀板の $Ag3d_{5/2}$ の光電子スペクトル。(a）パスエネルギー 50eV，(b）パスエネルギー 10eV

図１に清浄化処理を行っていない銀板の $Ag3d_{5/2}$ の光電子スペクトルを示す。X 線源は Mg, X 線出力 15kV20mA（300W）, Entrance Slit 6 × 12mm の条件下で（a）パスエネルギー 50eV,（b）パスエネルギー 10eV で測定した。半分値幅はそれぞれ 1.4eV,0.9eV であった。

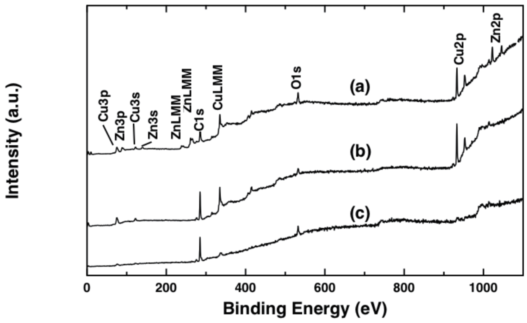


図２　銅板および真鍮板の光電子スペクトル。
(a) ピカール研磨された真鍮板 , (b) ピカール研磨された銅板 , (c) 未研磨の銅板

図２に銅板および真鍮板の光電子スペクトルを示す。（c）の未研磨のものは、表面付着物により Cu 由来のピークが非常に小さい。（b）は表面研磨により表面付着物がある程度除去できたため Cu 由来のピークがはっきり見えるようになった。（a）でも研磨により表面付着物がある程度除去できたため、真鍮の構成元素である Cu, Zn が観測されている。（a），（b），（c）のいずれにも C1s, O1s が観されているが、これは大気中の C, O が表面に付着していることを示している。これら大気由来の元素の除去は、真空中での Ar イオンスパッタリングが必要となる。

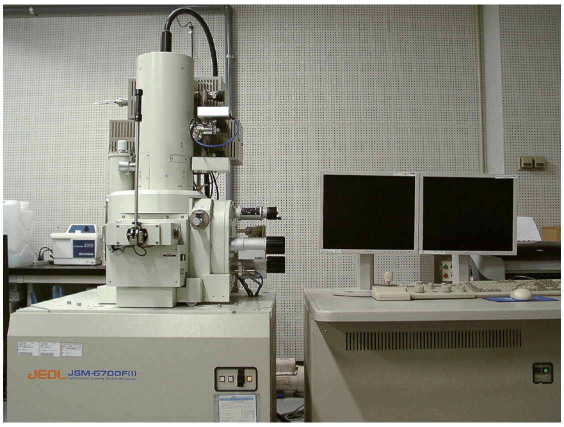
電子顕微鏡

概要

電子顕微鏡は、電子線を試料に当てて拡大像を観察する装置で、大きく分けて透過電子顕微鏡（TEM: Transmission Electron Microscope）と走査電子顕微鏡（SEM: Scanning Electron Microscope）の2種類がある。透過電子顕微鏡では試料を透過した電子をレンズ系で拡大し結像させて内部構造を観察し、走査電子顕微鏡では試料からの反射電子や二次電子を検出して表面構造を観察する。また、電子線と試料との間の相互作用によって特性X線や非弾性散乱電子なども放出されており、これらを分析することで化学組成など様々な情報を得ることができる。

集束イオンビーム（FIB: Focused Ion Beam）加工機は、細く絞ったイオンビームを当てて試料を局所的に加工する装置で、電子顕微鏡観察用の試料作製等に用いられる。またイオンビームのエネルギーを利用し、発生する二次電子から試料の表面を観察したり、化学気相蒸着で表面に薄膜を作製したりすることができる。

設備紹介（電界放出形走査電子顕微鏡（FE-SEM）/ JSM-6700F（1））　担当）松尾　友紀子



メーカー：JEOL
型　　式：JSM-6700F（1）
導入年度：平成14年度
（主な仕様）

電子銃	冷陰極電界放出形
加速電圧	0.5 ～ 30 kV
照射電流	0.1 pA ～ 2 nA
倍率	25 ～ 650000 倍
像分解能	1.0nm（15kV）、2.2nm（1kV）
試料サイズ	最大直径2インチ
検出器	二次電子検出器、反射電子検出器
導電処理用装置	カーボンコーター：SC-701CT（サンユー電子）オスミウムコーター：NL-OPC80AS（日本レーザ電子）

特徴

- 電子線のエネルギー幅の小さい電界放出形電子銃とセミインレンズ系対物レンズにより、低加速電圧での高分解能観察に対応。
- 最大で直径2インチまでの試料を観察可能。ただし高さは約10mmまで。
- 二次電子像の他、組成コントラストを持つ反射電子像が観察可能。
- 絶縁性試料の導電処理用として、カーボンコーターおよびオスミウムコーターを提供。

6．所有設備紹介

設備紹介（低真空分析走査電子顕微鏡（SEM-EDX）/ SU6600）　担当）松尾　友紀子、酒井　雅弘

メーカー：日立ハイテクノロジーズ、
　　　　　ブルカー・エイエックスエス
型　　式：SU6600、
　　　　　QUANTAX XFlash 5060FQ+XFlash6|10
　　　　　コンバインシステム
導入年度：平成 25 年度

（主な仕様）
（SEM：SU6600）

電子銃	ZrO/W ショットキーエミッション形
加速電圧	0.5 ～ 30 kV
照射電流	1 pA ～ 200 nA
倍率	10 ～ 600000 倍
像分解能	1.2 nm（30 kV、高真空モード（$<10^{-3}$ Pa）） 3.0 nm（30 kV、低真空モード（60 Pa））
低真空範囲	10 ～ 300 Pa
試料サイズ	最大直径 150mm（要相談）
検出器	二次電子検出器、低真空用二次電子検出器、反射電子検出器、透過電子検出器
試料温度制御	オプションの MK3 形クールステージ装着時のみ－20 ～ 50 ℃（要相談）

（EDX 検出器：QUANTAX XFlash 5060FQ）

検出器	シリコンドリフト検出器
検出面積	60 mm^2（15 mm^2 × 4）
検出元素範囲	B ～ Am
分解能	133 eV（Mn-Kα）以下

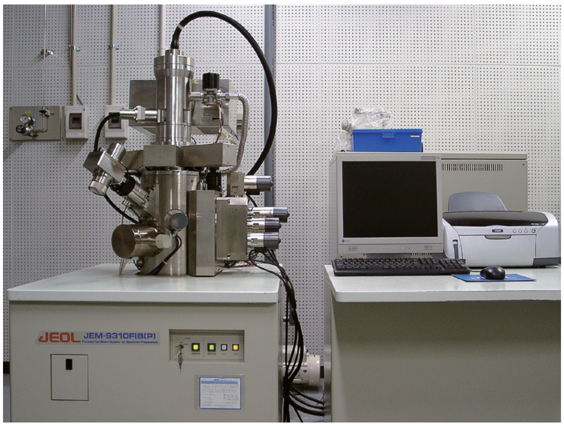
（EDX 検出器：QUANTAX XFlash6|10）

検出器	シリコンドリフト検出器
検出面積	10 mm^2
検出元素範囲	Be ～ Am
分解能	121 eV（Mn-Kα）以下

特徴

- 低真空モードにより、高真空で脱ガスのある試料を観察したり、絶縁物を導電処理無しで観察したりすることが可能。
- 対物レンズがアウトレンズ系のため、磁性材料の観察も可能。
- 最大で直径 150mm までの試料を観察可能。ただし直径によって、重量や高さ、使用可能な機能に制約があるため要相談。
- 二次電子像の他、組成コントラストを持つ反射電子像、明視野透過電子像が観察可能。
- エネルギー分散型 X 線（EDX）分析により、含有元素の定性分析、おおよその定量分析、元素マッピングが可能。
- EDX 検出器として、検出面積 60mm^2 で高感度の検出器 XFlash5060FQ と、エネルギー分解能の高い検出器 XFlash6|10 の 2 台を搭載。
- オプションの MK3 形クールステージを装着した時は、ステージ温度を－20 ～ 50 ℃に制御することが可能。ただし、試料サイズは直径 10mm までとなる。また、クールステージの着脱時や、使用中の試料交換の度に試料室の大気開放（ドローアウト）が必要となるなど、制約があるため要相談。

設備紹介（集束イオンビーム加工機（FIB）/ JEM-9310FIB（P））　担当）松尾　友紀子

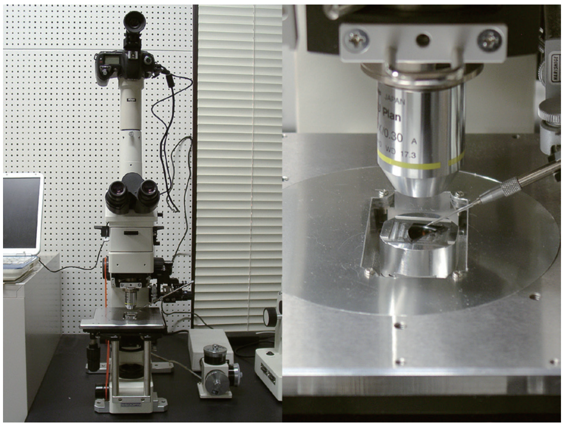


メーカー：JEOL
型　　式：JEM-9310FIB（P）
導入年度：平成 14 年度
（主な仕様）

イオン源	Ga 液体金属イオン源
加速電圧	5 ～ 30 kV
イオン電流	1 pA ～ 10 nA（10 段階切替）
加工形状	矩形、直線、点
デポジション	カーボン化合物
試料サイズ	最大 20mm 角

特徴

- Ga イオンビームを集束し、指定した微小領域（通常は数 µm ～数十 µm）を走査させることによって、局所的なエッチング加工を行なうことが可能。
- 加工形状は、矩形、直線、点の３種類で、複雑な形状の加工には非対応。
- 特定の化合物ガスを試料表面に吹き付けながら走査すると、その領域に薄膜がデポジションされる。本装置ではフェナントレンガスからのカーボン化合物薄膜のみ対応。
- 主として、透過電子顕微鏡（TEM）観察用薄膜試料、走査電子顕微鏡（SEM）観察用断面試料の作製に用いる。
- FIB 装置内で加工し切り離した試料切片を、装置外の光学顕微鏡視野下でピックアップし TEM 用グリッドメッシュ上に搬送する、ピックアップシステム（下写真）を提供。プローブはガラス管とタングステン（0.5, 1, 10, 30 µm）を用意。
- 今年度より技術代行については要相談。

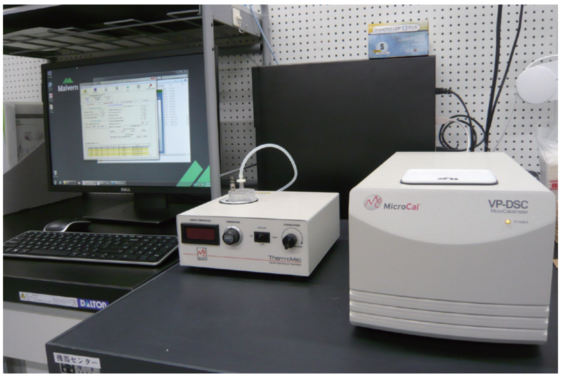


熱分析装置

概要

熱分析装置では物質を温度制御しながら、その熱変化などを測定する。示差走査型カロリメーター（DSC）による分子の構造変化時の熱変化を直接測定する方法や、等温滴定型カロリメーター（ITC）による分子間の結合時の熱変化を直接測定する方法がある。

設備紹介（示差走査型カロリメーター /VP-DSC）　担当）水川　哲徳、長尾　春代



メーカー：MicroCal
型　　式：VP-DSC
導入年度：平成 21 年度

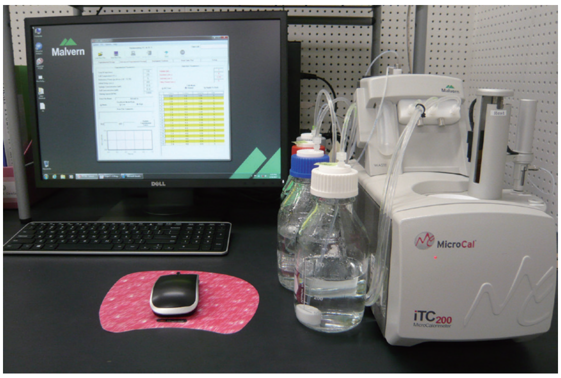
（主な仕様）

温度範囲	1 ～ 130 ℃
セル容量	500 μl
スキャン速度	upscan mode : 0 ～ 90 ℃ /hr downscan mode : 0 ～－60 ℃ /hr
付属品	ThermoVac

特徴

- 温度を一定速度で変化させ、試料物質の転移もしくは変性に伴う熱変化を測定する。溶液中の生体高分子に特化した仕様となっている。

設備紹介（等温滴定型カロリメーター /iTC$_{200}$）　担当）水川　哲徳、長尾　春代



メーカー：MicroCal
型　　式：iTC$_{200}$
導入年度：平成 21 年度

（主な仕様）

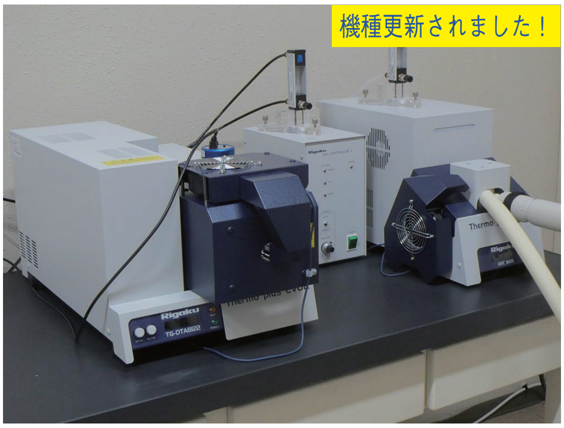
温度範囲	2 ～ 80 ℃
セル容量	200 μl
滴定シリンジ容量	40 μl

特徴

- 温度一定下の条件において、リガンド滴下により２種の分子が相互作用する時に生じる反応熱を測定する。溶液中の生体高分子に特化した仕様となっている。

設備紹介（DSC8231 / TG-DTA8122）

担当）藤原　基晴



メーカー：Rigaku
型　　式：DSC8231/TG-DTA8122
導入年度：平成 29 年度
（主な仕様）

温度範囲	− 130 ～ 500 ℃
サンプルパン	Al： ϕ5 mm × 2.5 mmh（45 μl）
昇温速度	1 ℃ /h ～ 20 ℃ /min
降温速度	20 ℃ /min（70 ℃まで） 10 ℃ /min（−50 ℃まで） 5 ℃ /min（− 100 ℃まで）
DSC スケール	± 100 mW
オプション	液体窒素冷却ユニット

（主な仕様 :TG-DTA）

温度範囲	RT ～ 1000 ℃
サンプルパン	アルミナ、Pt、Al： ϕ5 mm×2.5 mmh（45 μl）
昇温速度	1 ℃ /h ～ 20 ℃ /min
降温速度	20 ℃ /min（300 ℃まで） 10 ℃ /min（200 ℃まで） 5 ℃ /min（150 ℃まで） （空冷冷却ファン使用時、 1000 から 50 ℃まで 20 分）
測定レンジ	TG　最大± 250 mg DTA 最大± 1000 μV
オプション	試料観察アタッチメント 15fps（1280×1024 pixel）

特徴

- 示差走査熱量計（DSC）は、液体窒素冷却ユニットにより、広範囲の昇降温測定が可能。
- 差動型示差熱天秤（TG-DTA）は、リアルタイムで試料の形状や色彩変化、流動性等を観察でき、最短 1秒間隔でキャプチャ画像を保存できる。ソフトウェア上では、時間や温度等の数値読取りと連動した画像表示、寸法計測も可能。
- 一定温度ホールド測定を行う際、オーバーシュートやアンダーシュートをさせないように温度を制御することが可能です。
- 解析ソフトウェアは、自動ピークトップ解析やガラス転移温度解析、熱量計算解析機能、複数測定データの多重表示や Excelへの解析データ書き出しも可能です。

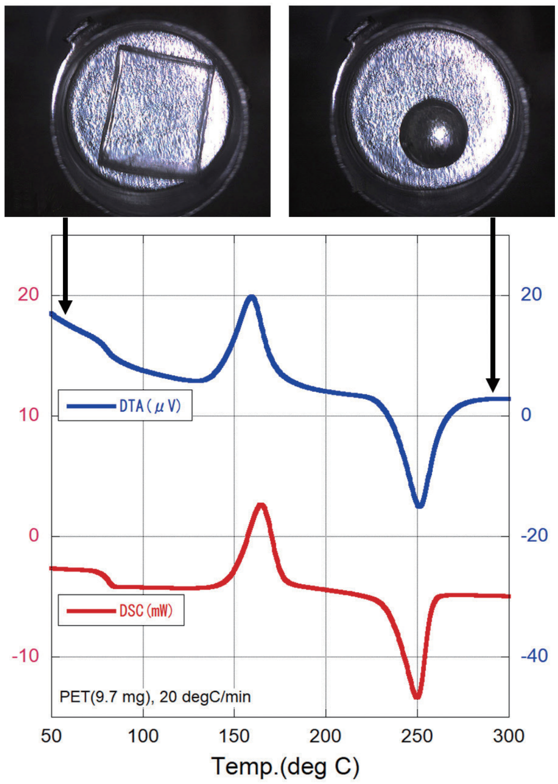


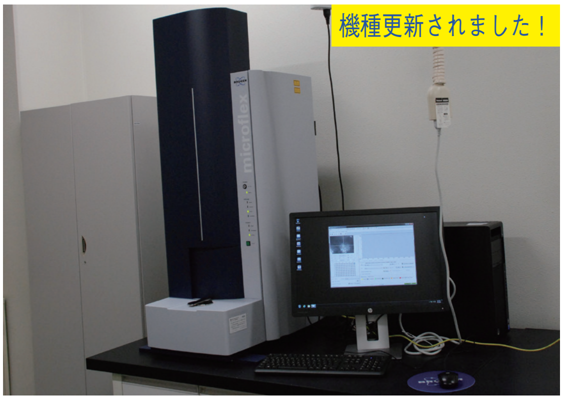
図 1　PET の TG-DTA（上）、DSC（下）測定

マトリックス支援レーザー脱離イオン化 - 飛行時間型質量分析計（MALDI-TOF-MS）

概要

イオン化部はマトリックス支援レーザー脱離イオン化（MALDI）、質量分離部が飛行時間型の質量分析計（TOF-MS）。MALDI はマトリックスと呼ばれるイオン化を促進する試薬を試料と共にサンプルプレート上に結晶化させ、そこにレーザー光を照射する。マトリックスはレーザー波長に対して吸収を持っているので急速に加熱され試料と共に気化される。試料は気相反応（プロトン移動など）によってイオン化し、TOF-MS と呼ばれるイオン源で発生したイオンがフライトチューブ内を飛行し検出器まで到達する時間によって質量を測定する装置により分離、検出される。MALDI によるイオン化は穏和で試料分子の分解が起こりにくく、TOF-MS は分子量が数万～十数万のタンパク質のような高分子を測定することが可能であり、発生したイオンの大部分が検出器に到達するため感度も高い点が挙げられる。

設備紹介（microflex LRF）　担当）水川　哲徳、藤川　清江



メーカー：Bruker Daltonics
型　　式：microflex LRF
導入年度：平成 30 年度
（主な仕様）

Mass range	m/z 1-300,000
Linear mode Resolution	≥400（insulin） ≥600（Myoglobin M 2+） ≥700（Cytochrome C） ≥800（Myoglobin）
Reflector mode Resolution	>6,000（Angiotensin Ⅱ） >9,000（Bombesin） >10,000（ACTH（1-17）） >12,000（ACTH（18-39））

Linear mode Mass accuracy	≤200 ppm （External Calibration） ≤150 ppm （Internal Calibration）
Reflector mode Mass accuracy	≤75 ppm （External Calibration） ≤15 ppm （Internal Calibration）

特徴

測定には感度、分解能が異なる Linear mode と Reflector mode の 2 種類がある。

Linear mode による測定は一般的に高感度、低分解能であり、Reflector mode はフライトチューブ内でイオンを反転させることによって、初期運動エネルギーの広がりを収束させる効果と飛行距離を伸ばす効果により高分解能を実現している。しかし、感度の点においては Linear mode より低下する。測定の際には、初めに Linear mode で目的のピークの有無を確認した後、分解能が不足している場合には更に Reflector mode での測定をすることを薦めたい。

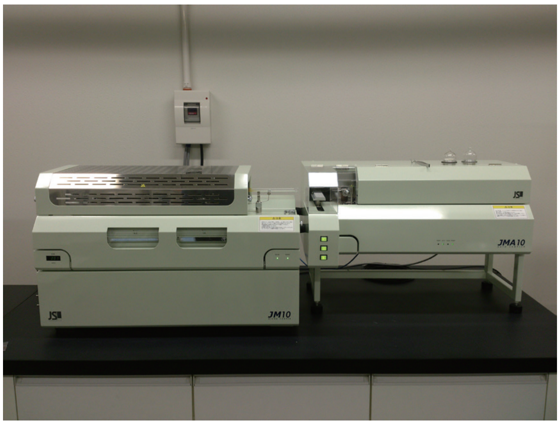
また、Reflector mode による mass range は約 24,000 Da 程度になるので注意が必要である。

有機微量元素分析装置

概要

試料を Pregl-Dumas 法に基づいて熱分解し、有機物を構成する主要元素である水素、炭素、窒素を定量的に水、二酸化炭素、窒素に変換し、これらを熱伝導法によって検出する。実際の分析では水素、炭素、窒素の含有率が既知の標準試料を分析し、その検出感度から未知試料の含有率を決定する。（品質管理分析）（石油、石炭、コークスなどの燃料分析）（土壌、ヘドロの分析）（水中の浮遊物質および底質の分析）（大気汚染など公害測定）（無機物の分析）等の用途が挙げられる。

設備紹介（MICRO CORDER JM10）　所内専用　担当）水川　哲徳、藤川　清江



メーカー：J-SCIENCE LAB
型　　式：MICRO CORDER JM10
導入年度：平成 23 年度
（主な仕様）

測定元素	水素、炭素、窒素
測定精度	絶対誤差　± 0.3％以内
測定範囲	水素　0.5 ～ 400μg
	炭素　3 ～ 2600μg
	窒素　1 ～ 1000μg

特徴

依頼分析を以下のように行っている。

（1）1 試料につき 10mg 程度を採取しやすいサンプル管に入れて下さい。

【補足】通常、1 回の測定につき 2mg 程度使用します。試料によっては確認のため数回測定する場合があるので、充分な量として 10mg としてありますが、用意できる範囲の試料量でも構いません。

（2）サンプル管には試料名を明記して下さい。

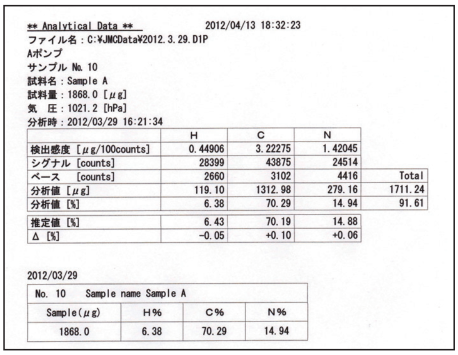
（3）元素分析依頼書に必要事項を記入の上、メールに添付し元素分析担当者まで送信して下さい。
（E-mail:ic-ea@ims.ac.jp）

（4）測定日をメールにてお知らせしますので指定された日に試料を山手 4 号館 4F404 号室入口にある箱に入れて下さい。

（5）測定終了後にメールにてお知らせしますので測定結果、残余試料を回収して下さい。

測定例

未知試料の測定結果を図 1 に記載する。



** Analytical Data **　　2012/04/13 18:32:23
ファイル名：C:¥JMCData¥2012.3.29.D1P
Aポンプ
サンプル No. 10
試料名：Sample A
試料量：1868.0 [μg]
気　圧：1021.2 [hPa]
分析時：2012/03/29 16:21:34

	H	C	N	
検出感度 [μg/100counts]	0.44906	3.22275	1.42045	
シグナル [counts]	28399	43875	24514	
ベース [counts]	2660	3102	4416	Total
分析値 [μg]	119.10	1312.98	279.16	1711.24
分析値 [%]	6.38	70.29	14.94	91.61
推定値 [%]	6.43	70.19	14.88	
Δ [%]	−0.05	+0.10	+0.06	

2012/03/29

No. 10　Sample name Sample A			
Sample(μg)	H%	C%	N%
1868.0	6.38	70.29	14.94

図 1　未知試料の測定結果

備考

所外公開はせず、所内専用で運用している。

蛍光 X 線分析装置

概要

物質に X 線を照射すると、物質を構成する元素固有のエネルギー（波長）を持つ蛍光 X 線（特性 X 線）が発生する。この蛍光 X 線のエネルギーを測定することにより、測定物質を構成する元素の分析（定性分析）を行うことができ、またそのエネルギーの X 線強度から目的元素の濃度を求める（定量分析）ことができる。蛍光 X 線分析装置とは、対象となる試料に X 線を照射し、そこから発生する蛍光 X 線のエネルギーを測定することで、試料を構成する元素の種類や濃度を判断するために用いる装置である。この装置の大きな特徴として、対象試料の範囲が広く、固体・液体・粉末など種々の形態で測定が可能であること、非破壊分析であること、測定作業が簡便で短時間で分析を行えることが挙げられる。

応用範囲は多岐にわたり、金属、鉱物の組成分析の他、食品分析や土壌分析、環境分析でも利用されている。

設備紹介（JSX-3400R Ⅱ）　担当）上田　正

メーカー：JEOL
型　　式：JSX-3400R Ⅱ
導入年度：平成 20 年度
（主な仕様）

検出元素範囲	Na - U
X 線発生装置	5 - 50 kV, 1 mA, 50 W
ターゲット	Rh
フィルタ	4 種自動交換（オープン含む）
コリメータ	1 mm ϕ / 3 mm ϕ / 7 mm ϕ
検出器	Si（Li）半導体検出器
試料室サイズ	300 mm（ϕ）× 150 mm（H）
試料室雰囲気	大気または真空

特徴

CCD カメラ（38 万画素、10.8 mm × 8.2 mm）で観察しながら試料の分析位置を調整でき、そのデータは測定データと一緒に保存できる。

また、WEEE 指令、RoHS 指令、ELV 指令、日本の土壌汚染対策法などの有害物質規制に対応している。極微量の Cd、Pb、Hg、Cr などの有害元素の測定が簡単にでき、分析結果報告書作成ソフトによって、報告書が容易に作成可能である。

測定方法

固体試料は X 線照射位置に載せるだけで分析可能。試料が粉末や液体の場合は専用のセルに試料を満たすことで分析ができる。ただし、セル表面には高分子フィルムが貼られており、軽元素の X 線が吸収されてしまうため、軽元素の感度は低下する。粉末試料の場合は加圧整形器でペレットを作製してもよい。

備考

液体試料の測定をする際は、装置の故障、検出器の性能劣化の恐れがあるため、真空排気は行わないこと。

核磁気共鳴（NMR）装置

概要

核磁気共鳴（NMR）とは磁気モーメントをもつ原子核を含む物質を磁場の中におき、これに共鳴条件を満足する周波数の電磁波を加えたときにおこる共鳴現象である。核磁気共鳴装置はこの共鳴現象を観測することによって、原子の化学的環境を反映した原子個々の情報（どの原子とどの原子が隣り合っているか、原子間の距離がどの程度かなど）が得られるので、化合物の分子構造や組成、物理化学的性質を分析する方法として様々な分野で日常的に用いられる。

設備紹介（AVANCE800）　担当）加藤　晃一

メーカー：Bruker
型　　式：AVANCE800
導入年度：平成25年度

（主な仕様）

磁場	18.79 T
感度（S/N）	^{1}H = 8800、^{13}C = 1900
プローブ	H-C-N 三重共鳴 TCI 型クライオプローブ
システム	OS：CentOS 5 Software：TopSpin2.1

特徴

- 溶液の HCN 三重共鳴測定が可能
- 極低温プローブによる超高感度計測に対応

備考

TCI 型クライオプローブは低温下に保たれた ^{1}H および ^{13}C プリアンプを搭載し、^{1}H、^{13}C の高感度測定に最適化されている。

６．所有設備紹介

設備紹介（AVANCE600）　担当）西村　勝之

メーカー：Bruker
型　　式：AVANCE600
導入年度：平成 25 年度

（主な仕様）

磁場	14.1T
感度（S/N）	Liquid：^{1}H ≧ 1028
プローブ	Liquid：5 mm H-C-N 三重共鳴 TXI 型 Solid：2.5 mm H-C-N 三重共鳴 CPMAS
システム	OS：CentOS 5 Software：TopSpin2.1

特徴

- 溶液の HCN 三重共鳴測定が可能（核種固定）
- 固体の HCN 三重共鳴測定が可能（核種固定）
- 固体の試料体積 15 μl
- 固体 MAS 最高回転周波数 35kHz
- 長時間低温測定ユニットによる長時間低温測定が可能　溶液：－50℃、固体：－30℃

設備紹介（JNM-ECA600）　担当）水川　哲徳、長尾　春代

メーカー：JEOL
型　　式：JNM-ECA600
導入年度：平成 21 年度（平成 22 年度システム・ソフトウェア更新）

（主な仕様）

磁場	14.1 T
感度（S/N）	Liquid（Royal）：^{1}H ≧ 850、^{13}C ≧ 330
プローブ	Royal、T10L、HCNFG3
システム	OS：Windows7 、 Software：Delta5.0.4

特徴

- 溶液の各種多核測定が可能（低周波数核種を含む）
- 長時間低温測定ユニットによる長時間低温測定（－30℃まで）が可能
- 液体窒素 30L 容器を用いた－100℃までの低温測定が可能
- 予約は 15 分単位で、長時間測定優先

設備紹介（JNM-ECS400）　所内専用　担当）水川　哲徳、長尾　春代

メーカー：JEOL
型　　式：JNM-ECS400
導入年度：平成 23 年度

（主な仕様）

磁場	9.4 T
感度（S/N）	^{1}H ≧ 280、^{13}C ≧ 190
プローブ	TH5AT/FG
システム	OS：Windows7 、 Software：Delta5.0.4

特徴

- 溶液の各種多核測定が可能
- 液体窒素 10L 容器を用いた－100℃までの低温測定が可能
- 予約は 15 分単位

備考

所外公開はしていません。

表 1　所有プローブ一覧

装置	プローブ	観測核	照射核	温度範囲	Auto Tune
AVANCE800	5 mm H-C-N TCI 型 cryo	^{1}H	^{13}C,^{15}N	＋5 ～＋75℃	○
AVANCE600	5 mm H-C-N TXI 型	^{1}H	^{13}C,^{15}N	－50 ～＋80℃	○
	2.5 mm H-C-N CPMAS	^{1}H,^{13}C,^{15}N	^{1}H,^{13}C,^{15}N	－30 ～＋80℃	×
ECA600	5 mm Royal	^{1}H or ^{19}F	^{15}N ～ ^{31}P	－100 ～＋150℃	○
	5 mm HCNFG3	^{1}H	^{13}C,^{15}N	－20 ～＋100℃	×
	10 mm T10L	^{103}Rh ～ ^{15}N	^{1}H	－50 ～＋120℃	×
ECS400	5 mm TH5AT/FG	^{15}N ～ ^{31}P	^{1}H or ^{19}F	－100 ～ +150℃	○

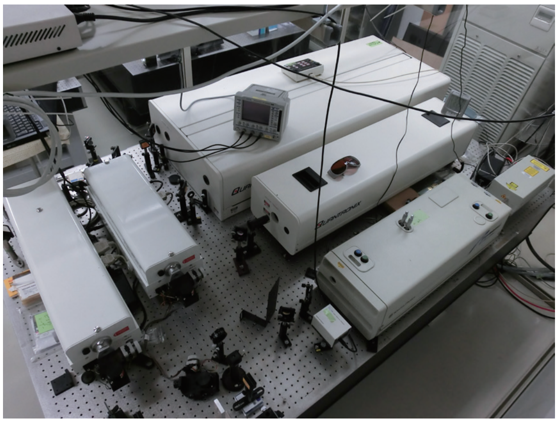
（装置やプローブの選択について、不明な点がありましたらご相談ください。）

ピコ秒レーザー

概要

超短パルスレーザーでは、不確定性原理によってパルスの時間幅と波長幅（バンド幅）を同時に狭くすることは相反するが、ピコ秒のレーザーはその両者、つまり時間分解能とエネルギー分解能の両方において高い分解能が得られる。そのためピコ秒レーザーは、分光研究における超高速時間分解実験の分光用光源として用いられ、吸収、或いは蛍光スペクトルを高い分解能で観測するための重要なツールである。また、パルス幅が短くピークパワーが高いことから、熱影響の少ない精密微細加工を実現できるツールとしても応用されている。

設備紹介（Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS） 担当）上田　正



メーカー：Spectra-Physics,Quantronix
型　　式：Millennia-Tsunami,TITAN-TOPAS
導入年度：平成10年度
（平成26年度 Millennia のみ更新）
（主な仕様）

波長 （Main Curve）	490～800 nm at TOPAS 400 1180～1700 nm at TOPAS 800
パルスエネルギー	50 mW at 550 nm（S+I） 60 mW at 1300 nm（S+I） （RGA 0.9 W at 790 nm） （Pump（YLF）8 W）
パルス幅	＜ 5 ps
繰り返し	1 kHz

特徴

（1）紫外光から赤外光の広範囲に渡って、波長を任意に出力できる。
（2）レーザー加工が可能。（要相談）
加工例：石英ガラス SEM 像（写真1）
（3）ポンプ・プローブ過渡吸収測定システムを構築している。（要相談）
測定例：ペリレン / トルエン溶液の励起状態の吸収時間変化（図1）
（蛍光寿命測定システム立ち上げ中）

装置の構成

ブロック図を図2に示す。CW 半導体レーザーを励起光源としたモードロック Ti:Sapphire レーザーの出力光をシード光として、ポンプ光には Q-Switch Nd:YLF レーザーを用い、チタンサファイア再生増幅器からピコ秒赤外光（790 nm）を発振させている。その再生増幅器の出力を赤外光用 OPA（TOPAS 800: Travelling - wave Optical Parametric Amplifier of Superfluorescence 800）を励起、或いは2倍波（395 nm）にし紫外光用 OPA（TOPAS 400）を励起するか光学系を切り換えることで、紫外から赤外のレーザー光を発振させることができる。

（1）発振波長：原理的には、表1に示す波長が得られる。TOPAS 800 からシグナル光、アイドラ光が得られ、外付けの BBO

Crystal を取り替えることでそれぞれの2倍波発生（SHS,SHI）や、ポンプ光（790 nm）とシグナル光、或いはアイドラ光との和周波発生（SFS,SFI）、シグナル光、アイドラ光それぞれの4倍波発生（FHS,FHI）、さらにはシグナル光とアイドラ光との差周波発生（DFG）によって、紫外光から赤外光のレーザー光を得ることができる。また、TOPAS 400 からも同様にシグナル光、アイドラ光、それぞれの2倍波発生を得ることができる。波長帯によって光軸調整が必要となるが、PC に波長を入力すれば出力される。

(2) パルス幅（時間分解能）：オプティカルディレイステージを利用した自己相関法で LabView による自動測定を行った。その結果、約 2.7 ps（図3）であった。

表1　発振波長（nm）

TOPAS 800		TOPAS 400	
Signal	1180 ～ 1700	Signal	490 ～ 800
Idler	2385 ～ 1475	Idler	2030 ～ 780
SHS	590 ～ 850	SHS	300 ～ 400
SHI	1180 ～ 740	SHS	245 ～ 355
SFS	474 ～ 538	SHI	510 ～ 395
SFI	593 ～ 515		
FHS	295 ～ 425		
FHI	500 ～ 370		
DFG	2400 ～ 10500		

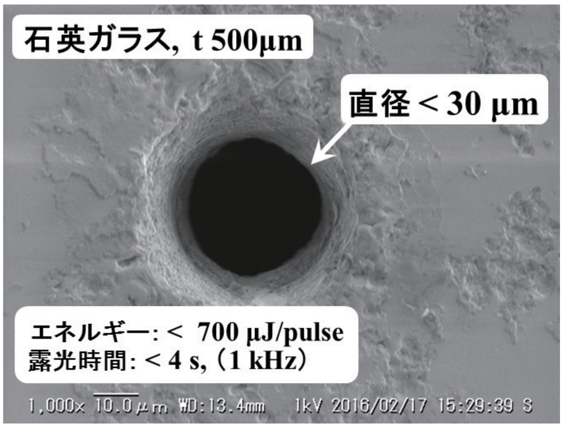


写真1　加工例

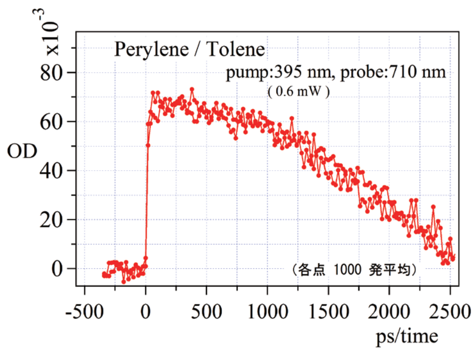


図1 測定例（ペリレン / トルエン溶液の励起状態の吸収時間変化）

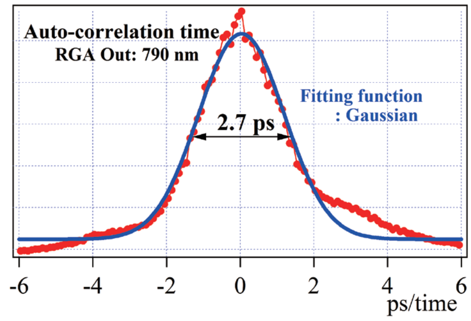


図3　パルス幅の測定

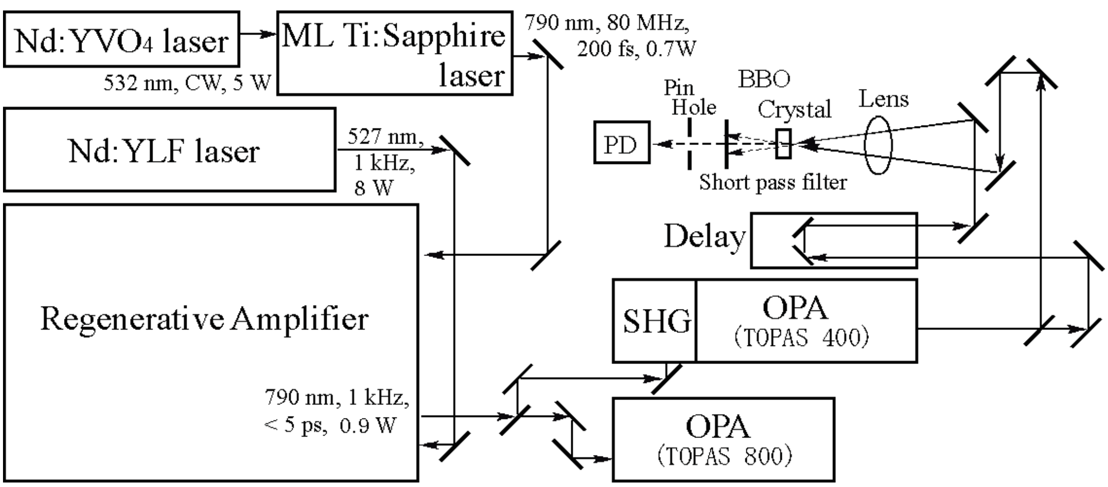


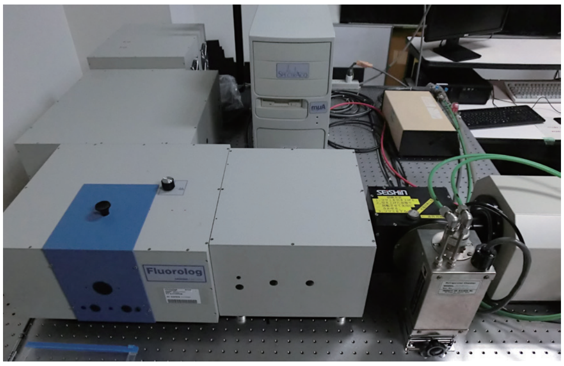
図2　ブロック図

蛍光分光光度計

概要

蛍光分光光度計は、励起光を試料に当て、放出される蛍光強度やスペクトルを測定して物質の定量、定性分析を行う装置で、吸光分析である分光光度計よりも非常に高い感度で測定が可能である。観測側（蛍光側）の分光器の波長を蛍光波長に固定し、励起側の分光器の波長をスキャンすると励起スペクトルが得られる。励起側の波長を固定（最も強い蛍光を生じる励起波長）し、観測側の分光器の波長をスキャンすると蛍光スペクトルが得られる。また、励起側分光器と観測側分光器の両方の波長をスキャンさせて測定できる装置もあり、簡単に蛍光励起スペクトルの測定が可能である。

設備紹介（SPEX Fluorolog 3-21）　担当）上田　正



メーカー：HORIBA
型　　式：SPEX Fluorolog 3-21
導入年度：平成 8 年度
（平成 21 年度 更新、
平成 25 年度 ソフトウエア Win 7 化）
（主な仕様）

波長範囲	Ex. 250 ～ 1000 nm Em. UV-VIS：290 ～ 800 nm IR：500 nm ～ 1.6 μm
波長精度	± 0.5 nm
検出方式	フォトンカウンティング検出
励起光分光器	ダブルモノクロ分光器
信号対雑音比率	4000：1
光電子増倍管	UV-VIS：R928（電子冷却） IR：R5509-73 （液体窒素冷却）

光源	450 W　Xe ランプ
スキャンスピード	最大 150 nm/sec
その他	リファレンス検出器有

特徴

- 米国の SPEX 社製モジュール方式で、光源部、励起側分光器、試料室、観測側分光器、光検出部、制御部から構成されている。本装置の光学系概略図を図 1 に示す。

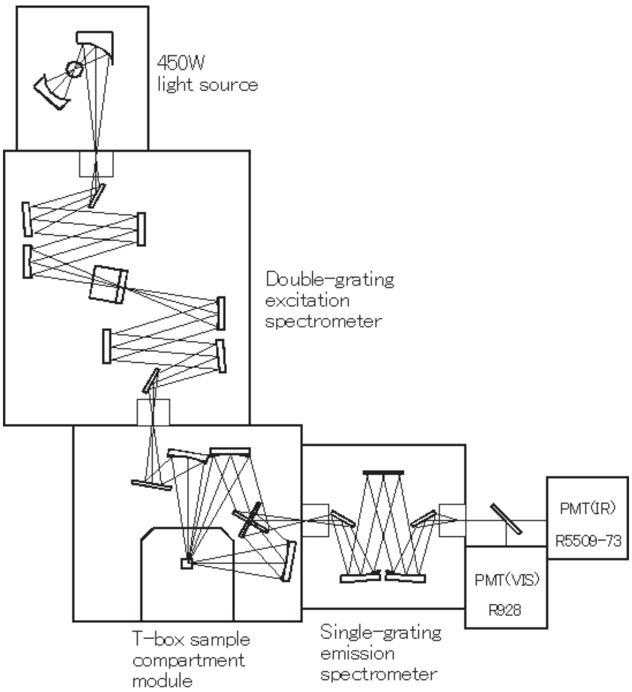


図 1　光学系概略図

- フォトンカウンティング検出によって、超微弱蛍光測定が可能である。
- 近赤外（～ 1600 nm）の領域まで測定できる光電子増倍管も備えており、紫外可視用検出器との切換機構は本装置独自のもので、ワンタッチで切り換えることが可能である。
- 励起側はダブルグレーティング分光器となっており低迷光を実現している。
- 高速スキャンによって測定時間が短縮でき、時間とともに劣化する試料についても、より信頼性の高いデータが得られる。
- 装置の制御やデータ収集は、科学分野で広く利用されている「Origin」ベースのソフトウェア「FluorEssence」によって、操作が簡単便利になっており、蛍光励起スペクトル測定（3Dマトリックススキャン）も容易である。

測定例

(1)水のラマンスペクトル

蛍光分光光度計の感度の評価方法として、水のラマンスペクトルのS/N比（信号対雑音比率）の値が用いられ、

$$\frac{\text{ピークシグナル値}-\text{バックグランド値}}{\sqrt{\text{バックグランド値}}}$$

で定義されている。バックグランド値とはラマン光シグナルが現われない波長450 nmの時の値である。測定結果を図2に示す。

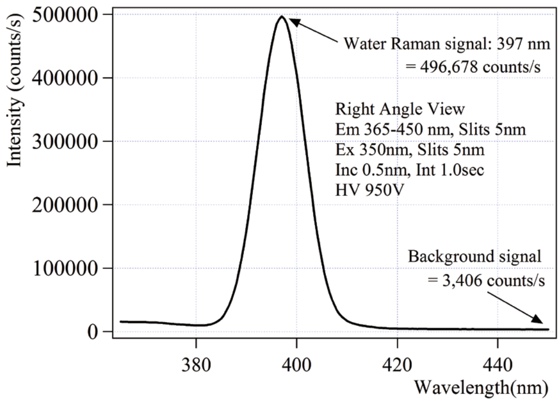


図２　水のラマンスペクトル

グラフから、S/N比8452：1となった。

$$\frac{496{,}678-3{,}406}{\sqrt{3{,}406}}=8{,}452$$

(2)近赤外 － 蛍光励起スペクトル
（3Dマトリックススキャン）

レーザー媒質としてよく知られるNd:YAGの結晶（$Y_{3-x}Nd_xAl_5O_{12}$）を用いて、3Dマトリックススキャン測定を行った。この結晶は、730 nmと800 nm付近の光を吸収して基底状態から高いエネルギー準位に遷移し、その後速い無放射遷移を経て1064 nmでレーザー発振が起こる。励起波長を700 nm ～ 900 nm、蛍光波長を1000 nm ～ 1100 nmとして自動測定した結果を図3に示す。3D表示によって、励起波長に対する蛍光のピーク波長が1064 nmであることがよく分かる。なお、高速スキャン化によって、測定時間は約70分（Increment: 1 nm）であった。

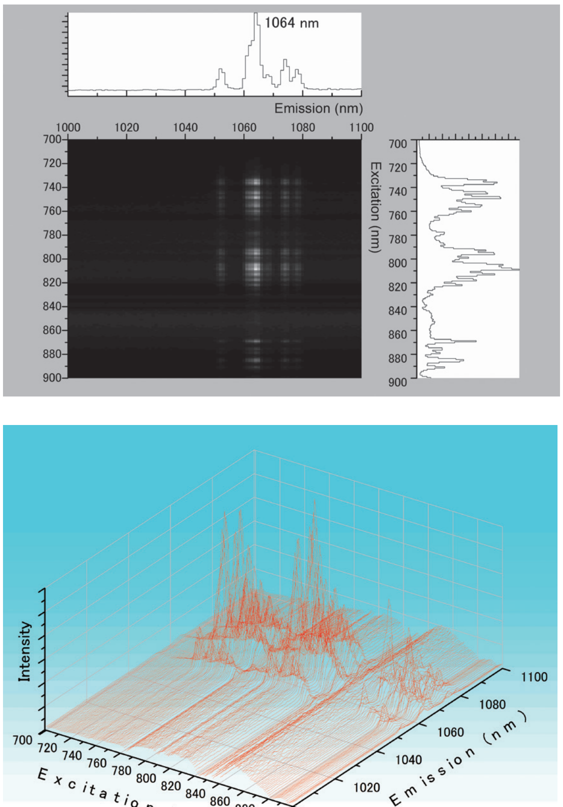


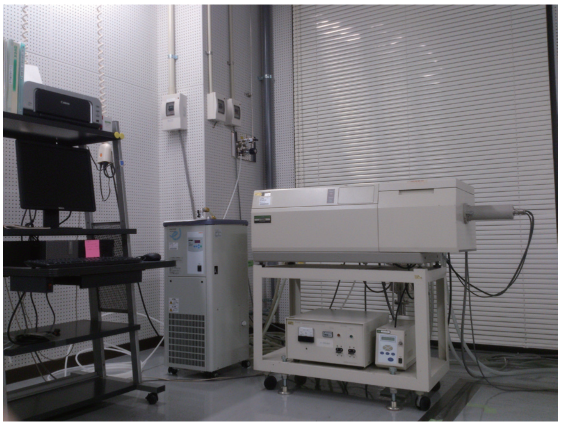
図３　蛍光励起スペクトル

円二色性分散計

概要

円二色性分散計は光学活性分子の立体構造（相対～絶対配置、立体配座、生体高分子の高次構造）を解析する手段として利用される。分光器から出た光は偏光子で直線偏光にされ、円偏光変調器で左右円偏光が交互に作られ試料を通過する。この時、試料が光学活性物質であると円偏光の不等吸収が起こり（この現象を円二色性または CD と呼ぶ）、その左右円偏光の差吸光度⊿ A（通常は楕円率 θ で表される）が観測される。楕円率とは直線偏光を光学活性物質の吸収波長で通過させると楕円偏光になるが、その楕円の短軸長軸の正接角 θ をもって定義され、⊿ A が小さいと θ =33 ×⊿ A が成り立つ。CD 測定でのフルスケールは θ 表示（単位 mdeg）である。

設備紹介（J-720WI）　　担当）水川　哲徳、藤川　清江



メーカー：JASCO
型　　式：J-720WI
導入年度：平成 7 年度
（主な仕様）

光源	450W Xe ランプ水冷方式
検出器	ヘッドオン型光電子増倍管
変調器	ピエゾエラスティックモデュレータ
測定波長範囲	165 ～ 1100nm
波長正確さ	165 ～ 180nm　± 0.2nm 180 ～ 250nm　± 0.1nm 250 ～ 500nm　± 0.3nm 500 ～ 800nm　± 0.8nm 800 ～ 1100nm ± 2.0nm
バンド幅	0.1 ～ 10nm
スリット幅	1 ～ 3000μm
レスポンス	0.5msec ～ 16sec
走査速度	1 ～ 5000nm/min
フルスケール	± 200mdeg （感度 100mdeg の時） ± 2000mdeg （感度 1000mdeg の時）
縦軸分解能	0.01mdeg（感度 100mdeg の時） 0.1mdeg（感度 1000mdeg の時）
RMS ノイズ	185nm　0.05mdeg 200nm　0.04mdeg 500nm　0.035mdeg
ベースライン安定性	0.2mdeg/hr
UV 測定	シングルビーム測定 測光レンジ 0 ～ 5Abs 測光正確さ ± 0.01Abs

特徴

以下の付属品を所有している。

- ペルチェ式恒温装置
- 温度コントローラー
- タンパク質二次構造解析プログラム
- クライオスタット

紫外・可視・近赤外分光光度計

概要

　測定する物質がどの程度光を吸収するかを波長分布として測定する装置である。実際は、透過率を測定しソフトウエアで計算によって吸光度を求めており、物質の同定や性質、あるいは濃度（定量分析）を調べることができる。付属装置によって、半導体・薄膜・ガラスやフィルムなどの固体試料の反射率・透過率測定ができる。

設備紹介（UV-3600Plus）　　担当）上田　正

メーカー：Shimadzu
型　　式：UV-3600 Plus
導入年度：平成 29 年度

（主な仕様）

波長範囲	185 nm ～ 3300 nm
分光器	グレーティング式ダブル モノクロメータ
検出器	UV/VIS 領域：PMT NIR 領域：冷却型 Pbs, InGaAs
波長正確さ	UV/VIS 領域：± 0.2 nm 以下 NIR 領域：± 0.8 nm 以下
分解能	0.1 nm min
ノイズ	＜ 0.00003 Abs @1500 nm
ベースライン平坦度	スリット 5 nm 3300 ～ 3000 nm: ＜± 0.005 Abs 3000 ～ 200 nm：＜± 0.001 Abs 200 ～ 185 nm：＜± 0.004 Abs

付属品	フィルムフォルダ 粉末試料ホルダ メッシュフィルター ミクロ用マスク付セルホルダ 超ミクロセルホルダ 積分球付属装置 （220 ～ 2600 nm） 鏡面反射測定装置 （入射角 5° 相対反射） 電子冷熱式恒温セルホルダ （7 ～ 60℃）

特徴

- 測定波長領域が広い。
- 光源にヨウ素タングステンランプ（可視域）と重水素ランプ（紫外域）を使用し、測定波長に応じて自動切り換え。
- ３つの検出器を搭載し、測定波長全域で高感度化。
- 高性能ダブルモノクロメータにより、高分解能（0.1 nm）、超低迷光（＜ 0.00005 %）。

フーリエ変換赤外（FTIR）分光光度計

概要

分子や固体結晶を構成する原子は化学結合の状態を反映した振動数で振動している。その固有振動数は経験則や量子化学計算により体系的に理解されており、赤外領域に現れるこれらの共鳴吸収を調べることで物質の局所構造を詳しく解析することができる。主な用途として、単分子膜等における微弱な赤外信号の観測や、金属配位結合やイオン結合、分子全体の集団運動等の低波数振動、結晶の格子フォノン等の解析が挙げられる。

設備紹介（IFS 66v/S）　担当）賣市　幹大

メーカー：Bruker
型　　式：IFS 66v/S
導入年度：平成 16 年

（主な仕様）
（Beam Splitter）

Far-IR Mylar	20 – 500 cm^{-1}
KBr	375 – 7000 cm^{-1}
CaF_2	2800 – 12000 cm^{-1}
Quartz	2800 – 12000 cm^{-1}

（検出器）

Bolometer	>5 cm^{-1}
DTGS	10 – 4000 cm^{-1}
MCT	420 – 8000 cm^{-1}

（光源）

Mercury	遠赤外
Globar	中赤外

特徴

本装置は検出感度と波長安定性に優れた研究用フーリエ変換赤外分光器（FT-IR）であり、光学系全体を真空排気できる筐体の採用により、汎用装置では検出困難な遠赤外領域の信号を含めた広い波長領域のスペクトルを最高の精度で測定することが可能である。

測定方法

固体試料測定のため KBr 錠剤形成装置（ϕ 5 mm ダイス、ハンドプレス。波長範囲 300 cm^{-1} 以上、CsI を用いた場合は 150 cm^{-1} 以上の測定に活用できる）、フィルム測定用ホルダー、反射率測定用ホルダーを用意している。測定は透過または反射配置。液体セル、ATR 光学系等のメーカーオプションは、使用者個人で準備が必要である。

参考データ

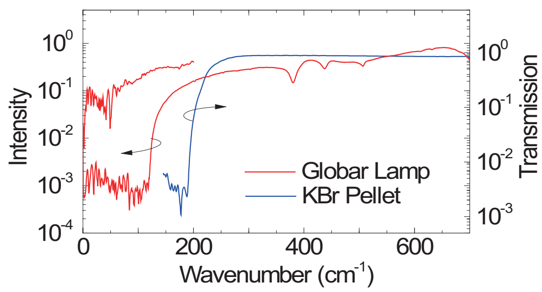


図　Globar 光源の放射強度と KBr ペレットの透過スペクトル

顕微ラマン分光装置

概要

ラマン分光は赤外分光と共に最も広く応用されている振動分光法である。２光子過程であるラマン散乱は１光子過程の赤外吸収と光学的な選択律が異なっており赤外吸収と相補的な情報を与えることから両者は併用されることも多い。ラマン信号は通常微弱だが励起光が中間状態と共鳴するときに顕著な増幅をしめす。この効果を利用することで混合物質中の目的物質を選択的にキャラクタリゼーションする等、赤外分光では不可能な高度な観測が可能である。

設備紹介（inVia Reflex）　担当）賣市　幹大

メーカー：RENISHAW
型　　式：inVia Reflex
導入年度：平成 21 年度

（主な仕様）

レーザー	波長	488, 532, 633, 785 nm
分光器	分光器	シングルモノクロメータ（f=250 mm）
	分解能	1 cm^{-1}
	測定範囲	100 ～ 3200 cm^{-1}
検出器	CCD	Back-illuminated deep-depletion（578 × 386 Channel）
顕微鏡	顕微鏡	Leica 製（アダプター使用により Mitutoyo 社製長作動距離対物レンズ使用可）
	対物レンズ倍率	5, 10, 20, 50, 100
	空間分解能	1 μm（lateral），2 μm（depth）（× 100）
冷却器	冷却方式	ヘリウム連続フロー（試料室は真空）
	温度領域	4 ～ 350 K

特徴

本装置は近赤外から紫外に近い領域までの複数の励起レーザーを装備し、多数の励起光を駆使した共鳴ラマン測定が可能である。特に、最新の CCD カメラの採用により、近赤外励起光を利用する蛍光を回避しながらのラマン観測が効率化され、従来のラマン測定は難しいとされてきた発光性クロモファーを含む多くのバイオ系試料なども取り扱うことができる。ユニークな共焦点光学系により低背景雑音と高感度とが両立され、高い空間分解能を生かし２次元あるいは３次元マッピング測定も可能である。最大の特徴は波長校正、光路調整等の多くの作業がすべて自動化されたユーザーフレンドリーな操作環境にあり、装置操作の習熟に時間を費やすことなく有効なデータを素早く収集可能である。

測定方法

信号検出は実体顕微鏡を通じた後方散乱配置で行う。顕微鏡観測できる物質は形態を問わず試料として用いることができるが、散乱光が拡散されにくい平坦な面を持つ試料が有利。低温測定には熱伝導型の光学クライオスタットを使用する。試料空間を脱気するため揮発性試料の測定はキャピラリーに封じるなどの利用者による工夫が必要。

超伝導磁石付希釈冷凍機

概要

希釈冷凍機とは、^{3}He と ^{4}He を混合するときに生じる吸熱効果を利用して、絶対零度（-273 ℃）近くまで温度を下げられる機器である。この希釈冷凍機を超伝導磁石に組み込み、有機導体、半導体、超伝導体の極低温における電子物性研究に用いられる。

設備紹介（Kelvinox 400）　所内専用　　担当）高山　敬史

メーカー：Oxford
型　　式：Kelvinox 400
導入年度：平成 12 年度
（主な仕様）

最低温度	21 mK
冷却能力	400 μW（100 mK）
最大磁場	15 T （16 T: ラムダプレート使用時）

特徴

- 全自動ガスハンドリングシステム（Kelvinox IGH）の採用により、冷却工程が自動化されている。
- 冷却には、液体ヘリウム 100 ℓ と液体窒素 30 ℓ 程度が必要。また 4、5 日に一度、40 ℓ 程度の液体ヘリウムが必要。

備考

利用は、「希釈冷凍機の使用経験があり、セルやプログラム等の必要な装置の組み込みが行えること」が条件。

低温冷媒の供給施設

概要

低温冷媒の供給施設は明大寺地区、山手地区それぞれにあり液体ヘリウム及び液体窒素を供給している。明大寺地区、山手地区のヘリウム液化機は順調に稼働しており、両地区における液体ヘリウムの供給体制は確立され、現在も安定した供給を維持している。

設備紹介（明大寺地区極低温施設）　所内専用　担当）高山　敬史

(1)液体ヘリウム関係

（a）液体ヘリウム自動供給装置× 2

（うち 1 台はセルフ供給用）

（b）ヘリウム液化機

メーカー：Linde

型　　式：L280

導入年度：平成 23 年度

(主な仕様)

液化率	187 ℓ /hr (純ガス､液体窒素使用時)
消費電力	3 kW

（c）液化圧縮機

メーカー：Kaeser

型　　式：DSDX302

(主な仕様)

消費電力	160 kW

（d）その他

(主な仕様)

液体ヘリウム貯槽	4000 ℓ
回収圧縮機	40 Nm^3/hr、50 Nm^3/hr
ガスバッグ	40 m^3
ガスホルダー	50 m^3
長尺カードル	60 m^3 × 36 、75 m^3 × 25
バッファータンク	10 m^3 × 2

(2) 液体窒素関係

液体窒素自動供給装置× 4

（うち 1 台は UVSOR 利用者専用）

特徴

ヘリウム液化機の心臓部である膨張タービンの効率が良くなり、液体窒素予冷が無くてもヘリウムの液化ができる最新のシステム構成となっている。また、液化圧縮機の省エネ化が進み製造時におけるランニングコストも減少した。

現在は、液体窒素予冷無しの運転をメインに行っており、60 ℓ/hr の液化率を維持している。

６．所有設備紹介

設備紹介（山手地区極低温施設）　所内専用　担当）水川　哲徳

（1）液体ヘリウム関係

（a）液体ヘリウム自動計量装置

（b）ヘリウム液化機

メーカー：Linde

型　　式：TCF-20

導入年度：平成 16 年度

（主な仕様）

液化率	42 ℓ /hr （純ガス、液体窒素使用時）
消費電力	1.5 kW

（c）液化圧縮機

メーカー：Kaeser

型　　式：OSD171

導入年度：平成 16 年度

（主な仕様）

消費電力	90 kW

（d）その他

（主な仕様）

液体ヘリウム貯槽	5000 ℓ
回収圧縮機	40 Nm^3/hr × 2
ガスバッグ	$35m^3$、$28m^3$
長尺カードル	75 m^3 × 50
バッファータンク	6 m^3

（2）液体窒素関係

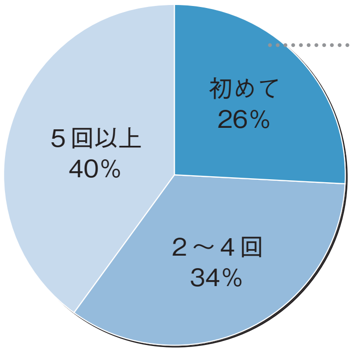
液体窒素自動供給装置× 2

所外利用者アンケート報告

平成 29 年度に施設利用申請を頂きました方を対象に、アンケートを実施いたしました。お忙しい中ご協力頂き、ありがとうございました。

回答数 58 件、配布数 87 件（回収率 67％）

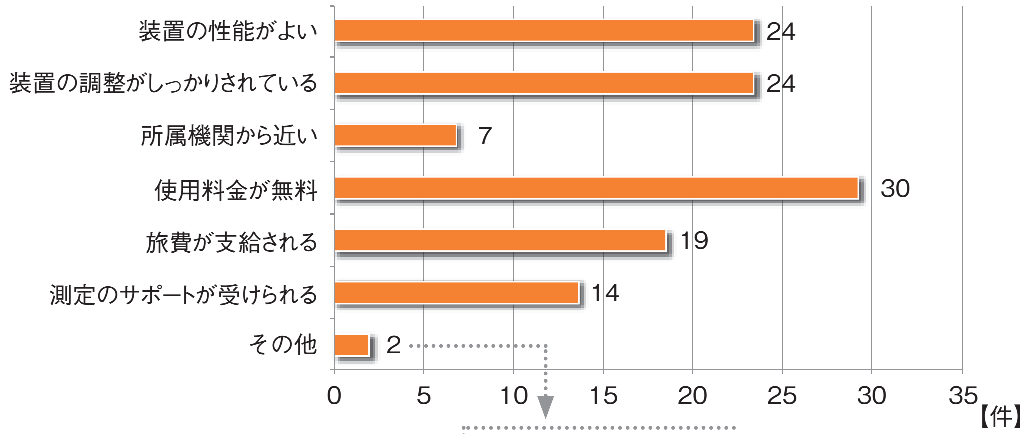
Q1. 機器センターの施設利用（ナノプラットを含む）に申請したのは何度目ですか？



どこで知りましたか？

- 分子科学研究所または機器センターのホームページをみて （2 件）
- ナノプラットフォームのホームページをみて （3 件）
- 大学連携研究設備ネットワークのホームページをみて （1 件）
- 知人から聞いて （7 件）
- 機器センターたよりをみて （1 件）
- 以前分子科学研究所に所属していたので知っていた （1 件）

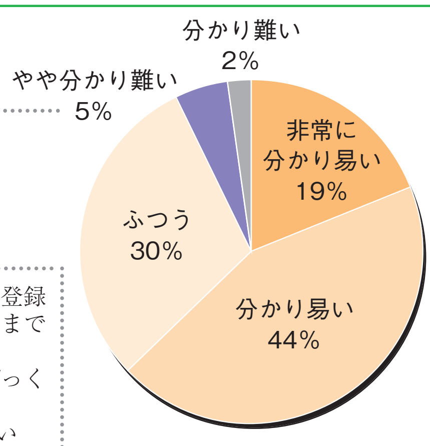
Q2. 当センターの施設利用を利用した理由を 2 つまで選んでください。



- 所属機関に装置が無い

Q3. 申請・事務手続きは分かり易かったですか？

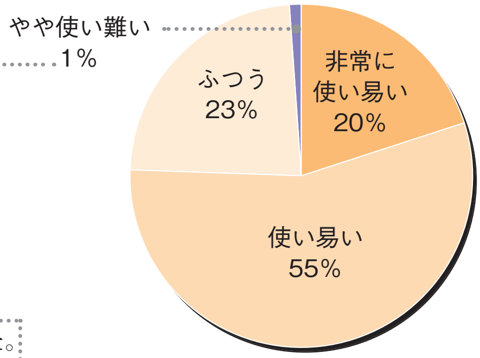
- 非常に分かり易い 11 件
- 分かり易い 25 件
- ふつう 17 件
- やや分かり難い 3 件
- 分かり難い 1 件



- 大学連携研究設備ネットワークに登録しておらず、また、登録が必要なことを知らなかったので、登録事務手続きと利用までに時間を要した。
- 事前に訪問して相談していたが、申請を一旦否認され、びっくりした。また時間がかかった。もう慣れました。
- 様式が変更された際の、ウェブサイトのアップデートが遅い
- どの web ページから、どの項目をたどれば目的の装置にたどり着けるのか、煩雑で非常にわかりづらい

Q4. 予約システムは使い易かったですか？

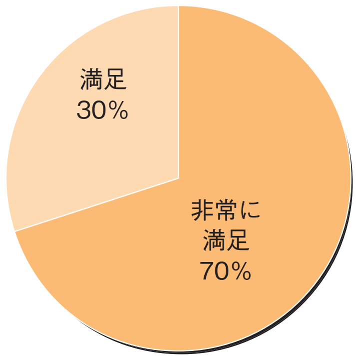
- 非常に使い易い　11 件
- 使い易い　31 件
- ふつう　13 件
- やや使い難い　1 件
- 使い難い　0 件
- 利用しなかった　2 件



- 予約変更操作が分かりにくく、質問をした。

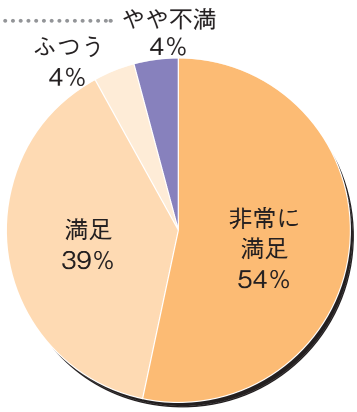
Q5. 寒剤（液体窒素・液体ヘリウム）の供給体制はどうでしたか？

- 非常に満足　34 件
- 満足　8 件
- どちらでもない　0 件
- やや不満　1 件
- 不満　0 件
- 利用しなかった　26 件



Q6. 共同利用機器の利用に満足できましたか？

- 非常に満足　31 件
- 満足　22 件
- ふつう　2 件
- やや不満　2 件
- 不満　0 件
- 利用しなかった　0 件

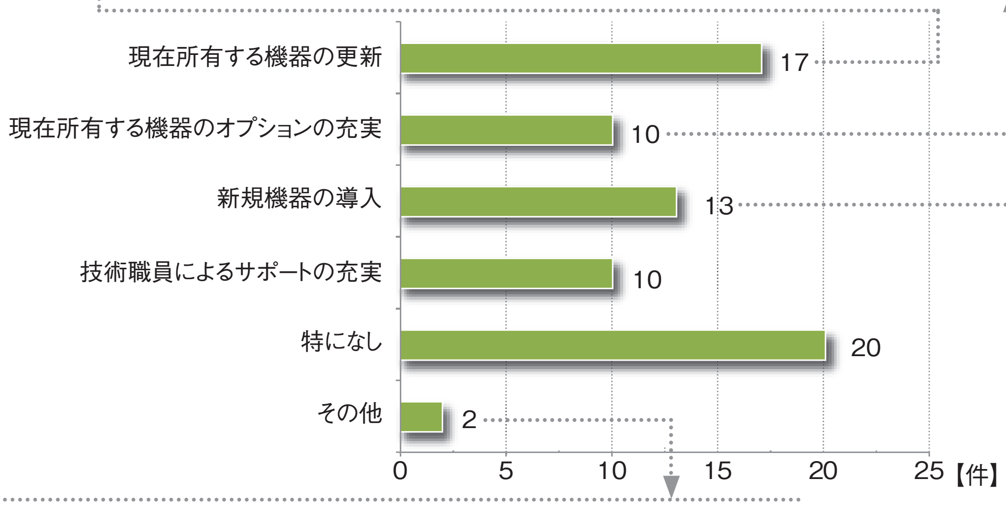


- 【単結晶 X 線回折装置】微小結晶／ Rigaku MERCURY CCD-3 修理のため、長期停止した。CCD1, CCD2 も調子が悪い時期があり、利用の多い汎用装置は、相互に補えるように整備して欲しい。
- 【質量分析計】Applied Biosystems Voyager DE-STR 質量分析後、構造決定のための MS/MS 分析までを期待していたが、利用した機器は、MS/MS 分析ができなかったので、その点が満足度が若干低かった点です。

Q7.　今後の機器センターに期待することを教えてください。具体的にあれば装置名なども記入してください（複数回答可）。

- 【電子スピン共鳴装置】Bruker E680　（3 件）
- 【単結晶 X 線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-1・R-AXIS IV　（2 件）
- 【単結晶 X 線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-2　（2 件）
- 【電子顕微鏡】電界放出形走査電子顕微鏡（SEM）/JEOL JSM-6700F
- 【電子顕微鏡】集束イオンビーム加工機（FIB）/JEM-9310FIB
- 【電子顕微鏡】低真空分析走査電子顕微鏡（SEM）/Hitachi SU6600
- 【電子分光装置】Omicron EA-125
- 【電子スピン共鳴装置】Bruker EMX Plus
- 【SQUID 型磁化測定装置】Quantum Design MPMS-7
- 【SQUID 型磁化測定装置】Quantum Design MPMS-XL7
- 【ピコ秒レーザー】Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
- 【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21

- 【電子スピン共鳴装置】Bruker E680　（2 件）
  レーザーの更新、時間分解測定用 Nd:YAG レーザ及び OPO
- 【紫外・可視・近赤外分光光度計】Shimadzu UV-3600Plus　（2 件）
  低温測定（10-5K 程度までの温度依存測定）、クライオスタット
- 【電子顕微鏡】低真空分析走査電子顕微鏡（SEM）/Hitachi SU6600
  大気遮断試料導入システム
- 【電子スピン共鳴装置】Bruker EMX Plus
  ラピッドパッセージモード
- 【SQUID 型磁化測定装置】Quantum Design MPMS-XL7
  0.5 K までの低温、および 800 K までの高温オプション
- 【質量分析計】Bruker Microflex LRF
  イナートな雰囲気でのサンプル取り扱い
- 【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21
  温度依存性の測定への対応（クライオスタットの導入）
- 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
  ノッチフィルター



- 控室やトイレの衛生状態の確保
- 嫌気測定をメインに行うので、サンプル調整のための器具などがあると良い

- 物理特性測定装置　Quantum Design 社製　PPMS　（5 件）
- 透過型電子顕微鏡
- 集束イオンビーム加工装置（マイクロサンプリングシステム）
- 粉末 X 線回折装置　キャピラリ測定対応型
- 電子スピン共鳴装置　ミリ波 EPR（Bruker E780）
- 磁気特性測定装置　Quantum Design 社製　MPMS3
- 波長可変レーザー（（ナノ秒）ミリ J ／パルス（以前所有されていた）
- 動的粘弾性試験装置
- フォトルミネッセンス測定装置
- メスバウアー分光装置（高温、低温）
- ナノインデンター
- 粒度分布測定器
- グローブ box

Q8. その他ご要望やご意見がありましたら、自由にお書きください。

- 控室の水回りが食べ残しのラーメンのカスなどで詰まっていることが多々ありました。できるだけユーザーの皆様が快適に使用できる環境が望ましいと思います。
- 機器のメンテナンスもしっかりされており、技術職員の方の知識も豊富で、いつも有意義な議論をさせていただき大変助かっております。今後ともナノプラットフォームの事業が継続できることを強く望んでおります。
- X 線の検出器が新しくなったこと、大変喜ばしいことです。岡野先生の調整がうまく行き、順調に動き出したらまた利用させていただきますので、どうかよろしくお願いいたします。
- 高磁場電子スピン共鳴（ESR）装置 E680 は日本全国にポテンシャルユーザーが存在するが、既に購入から 15 年以上が経過して、超伝導マグネット・マイクロ波共振器・液体 He クライオスタットなど全体的に老朽化が散見される。同じ 90GHz 高磁場 ESR 装置を更新するか、さらに高い周波数マイクロ波を用いた超高磁場 ESR 装置の導入を検討される時期ではないでしょうか？
- 手続きも含めて、昨年度まではとても利用しやすかったのですが、今年度から事務手続きが 2 つ増えて煩雑になりました。予約ホームページも試行版を見ましたが、色々な機能を付けたためかもしれませんが、複雑になったため、使いにくそうです。また、URL が分かれば外部からパスワードなしでも施設ユーザーの使用状況が見れるように思われ、セキュリティーが逆に下がる心配があります。
- 技術職員のサポートは必須です。人を減らす方向にだけは行かないで欲しい。よろしくお願いします。また、大気遮断システムは今後の燃料電池や地球外試料の分析には必須です。どうぞよろしくお願いします。
- Bruker E680 とレーザーを用いた時間分解電子スピン共鳴測定やパルス電子スピン共鳴測定を行いましたが、レーザーの調子が悪く、測定ができないなどのトラブルが特に年度後半に何度かありました。また、レーザーを用いると時々 EPR の装置にエラーが出るため、長時間の測定は困難な状況でした。そのため、レーザーの更新が必要かと思います。
- 磁気測定で低温棟にお邪魔するが、分光光度計が南実験棟でたいへん離れている。低温棟近傍に 1 台分光光度計があると助かる。
- 測定に当たり、担当職員の方によるサポートが充実しておりました。感謝申し上げます。
- 中尾聡さんには大変お世話になりましたので、感謝申し上げます。今後も、別の方になりますが、計測など、ご支援を賜りたく思います。
- 発光分析を行いたいので、フォトルミネッセンスやカソードルミネッセンス測定装置があるとありがたいです。
- 大変お世話になっております。今後ともどうぞ宜しくお願い申し上げます。
- 前回の利用では、嫌気測定でサンプル調整の際に、窒素ガスとビニール製グローブバッグを貸していただき、大変に助かりました。サポート体制には満足しています。アクリル製の簡易グローブボックスなどが近くにあって使えれば、よりいいかもしれません。
- いつも、大変気持ちよく使用させて頂いており、今後とも利用していきたいと思っています。

- 装置メンテナンスや技術職員の方のサポートが大変丁寧であり、いつも感謝しながら利用させていただいております。ありがとうございます。おかげさまで研究実績も少しずつ積み重なってきて、新しい測定に挑戦できるようになってきました。技術職員の方々には測定に関する議論の中でご相談させていただいておりますが、光照射実験用の小型オプションや分光計用の温調セル等をさらに充実いただけますと、研究の幅が大きく広がり非常にありがたいです。「分子科学研究所に行けば、光や温度等への応答性を様々な分析法で一通り評価できる」ようになれば、研究設備や資金の乏しい研究生活初期の若手研究者にとってもメリットになるのではないかと思いますので、今後ご検討いただけますと幸いです。
- 貴所近隣におけるコンビニエンスストアの閉店に伴い、食事をとることがますます困難な状況にあります。所内の食堂が事実上崩壊していること、小職が自動車で訪所していないこと、から貴重な測定時間をさいて遠方の店舗に赴くしかない状況です。甚だ勝手な意見ではありますが、訪所者の食事事情を鑑み所内施設の充実をご検討いただけますと幸甚です。
- 外出用の電動機付き自転車が夜間、土日にも利用できると大変助かります。
- 今まで UVSOR の施設利用で色々と分光測定を行ってきましたが、真空紫外光領域が重要でない場合は、蛍光分光光度計で十分に測定できることが分かりました。ただ、現状では温度依存性が測定できませんので、低温測定を必要とする場合は UVSOR を利用せざるを得ないのかなあと思っています。【ピコ秒レーザー】Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS を用いて、発光寿命が測定できるようになればと期待しています。
- Bruker E680 時間分解測定用 Nd:YAG レーザ及び OPO（特に OPO）の調子が悪く、450 nm 付近の励起後の測定ができなかったため、上記オプションを更新していただけると有難いです。また、施設利用の枠を超えるかもしれませんが、ESR 測定と共に、蛍光寿命測定や時間分解過渡吸収測定等も併せてさせていただけると、相補的に光誘起電子移動反応を理解できるため、もし可能性があるのであれば、相談に乗っていただければと思っています。
- いつもありがとうございます。
- 機器センター様と直接の関連はありませんが、今年 4 月から生協売店で取り扱っている弁当類の種類が充実しているため、昼は食堂、夜はその弁当を食べる事ができ、便利さを感じました。
- 丁寧な対応、ありがとうございます。新規に導入された装置（MALDI）での測定に期待しています。
- 岡野芳則技術職員には、測定相談から実際の測定まで大変お世話になりました。ありがとうございました。
- SQUID MPMS-7 に液体ヘリウムを補充するときに使えるトランスファーチューブを引っかけておけるハンガーがあると少し助かります。MPMS-XL7 の方には既設のもので天井からぶら下げてあるものです。
- いつもお世話になっております。機器センタ－のご尽力に大変感謝申し上げます。設置している機器の管理体制が良く、いつもトラブル無く、利用させて頂いております。今後とも宜しくお願い申し上げます。また、アンケ－トでこちらの希望あるいは意見ということなので、勝手申し上げて恐縮ですが、今後もし機器の増強ということがありましたら、粒度分布測定器の導入をご検討頂ければ幸いです。

7. 交流

- サポート等を非常に良くして頂いて大変感謝しておりますとともに、研究の面でも大変助かっています。
- 放射線業務従事承認書の日付を勝手に記入されて、それが誤りだと言って、再提出を求められるのは、全く不愉快であり、システムが理解できない。改善を求む。
- いつも大変お世話になり、有り難うございます。
- 他では公開されていないような装置が整備されており、ユーザーが滞在時間を有効に使えるのが非常にありがたいとかんじております。ただ上に上げさせていただいたピコ秒レーザーの場合は、レーザーの調整にほとんどの時間をとられるに困っております。このような超短波長で波長可変なレーザーを使わせていただける施設は唯一といってもよいのですが、最新のメンテナンスフリーで使えるレーザーシステムに更新していただけるとユーザー、管理者ともに有益と感じます。

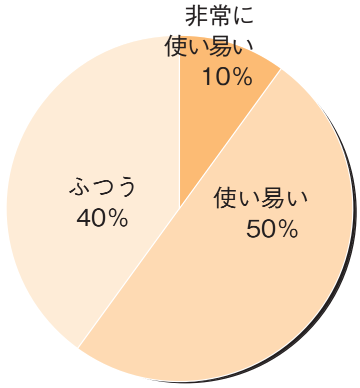
所内利用者アンケート報告

分子科学研究所の方を対象に、アンケートを実施いたしました。
お忙しい中、ご協力頂きありがとうございました。

回答数 14 件、配布数 40 件（回収率 35%）

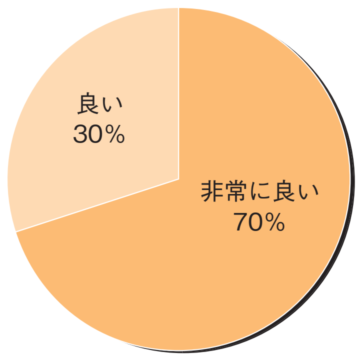
Q1. 予約システムは使い易かったですか？

- 非常に使い易い　1 件
- 使い易い　5 件
- ふつう　4 件
- やや使い難い　0 件
- 使い難い　0 件
- 利用しなかった　3 件



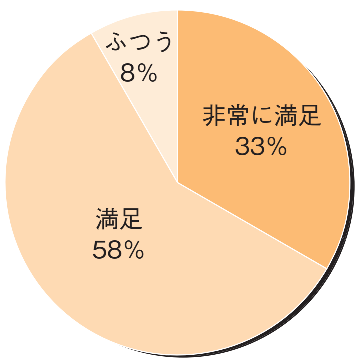
Q2. 寒剤（液体窒素・液体ヘリウム）の供給体制はどうでしたか？

- 非常に良い　7 件
- 良い　3 件
- ふつう　0 件
- あまり良くない　0 件
- 良くない　0 件
- 使用しなかった　3 件



Q3. 共同利用機器の利用に満足できましたか？

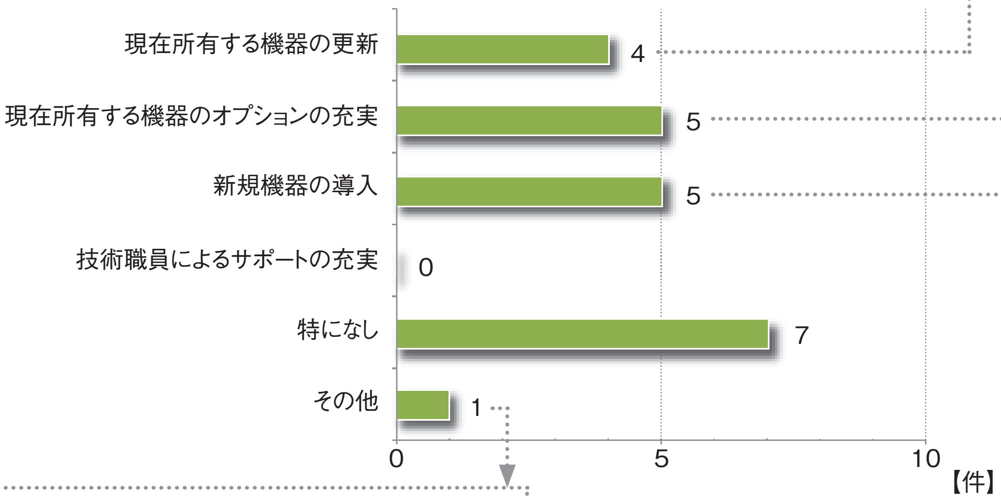
- 非常に満足　4 件
- 満足　7 件
- ふつう　1 件
- やや不満　0 件
- 不満　0 件
- 利用しなかった　1 件



Q4. 今後の機器センターに期待することを教えてください。
具体的にあれば装置名なども記入してください(複数回答可)。

- 【電子顕微鏡】集束イオンビーム加工機（FIB）/JEM-9310FIB
- 【電子スピン共鳴装置】Bruker E680
- 【元素分析装置】J-SCIENCE LAB MICRO CORDER JM10
- 【核磁気共鳴装置】Bruker AVANCE600

- 【電子スピン共鳴装置】Bruker E680
  Q-band アンプ
- 【SQUID 型磁化測定装置】Quantum Design MPMS-XL7
  振動式高感度磁化率測定（RSO）オプション
- 【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21
  蛍光寿命
- 【核磁気共鳴装置】Bruker AVANCE800
  15N 直接観測プローブ、分光器（AVANCE NEO）
- 【核磁気共鳴装置】Bruker AVANCE600
  1H-X 二重共鳴 MAS 固体 NMR プローブ



- PPMS が所内外に公開されると嬉しい

- 薄膜 X 線回折装置（二次元検出器搭載）　（2 件）
- 透過電子顕微鏡
- 大気中光電子分光装置 AC-3
- 電子スピン共鳴装置　Bruker E780
- ICP-MS
- 元素分析装置（硫黄、ハロゲン対応）
- Biacore T200
- 原子層堆積（ALD）装置

Q5. その他ご要望やご意見がありましたら、自由にお書きください。

- 技術職員や技術支援員の方々には凄く支えられています。一報で研究動向を掴むためにも、専任教員が居るほうが望ましいです（なかなか難しいですが)。
- 試料や探針等の加工に、FIB を利用できたらと思うことがあるのですが、現有の FIB 装置は加工の自由度にかなりの制限があるので、更新していただきたい。使用経験がない装置だと、最初の使用に際し抵抗があると思うので、半年に一回等、定期的にごく初歩的なチュートリアルと開いてもらえたらよいかと思っています。

PELDOR 法による光センサータンパク質の構造解析

名古屋大学理学研究科　三野　広幸

はじめに

電子スピン共鳴法（ESR）は分子科学における強力な解析手法である。ESR 法を用いた生物試料の研究では特にタンパク質の機能解析に威力を発揮する。ESR 法によって得られる情報は他の分光法では得られない分子レベルでの機能を直接反映するものであり貴重な情報を与える。分光法は遷移と緩和時間とのバランスの上に立っている。緩和時間は格子系へのエネルギー散逸であり、仮想溶媒としてみたタンパク質系での緩和時間は結晶系や溶液系に比べると ESR には適したオーダーであり、分光法として優れた応用対象になりうる。しかし、生体試料の測定において問題になるのは少量試料での測定とそれに伴う信号強度の弱さにある。一般に市販の ESR は X-band（9 GHz）帯のマイクロ波が用いられている。凍結状態での測定を仮定するとサンプル量は有機ラジカルで体積量 100-200 μL, 濃度にして 20 μM 程度が目安である。高度な信号解析や、金属中心の測定ではさらに 3-10 倍程度の濃度が必要である。貴重な試料を大量に用意することは大きな労力がかかり研究障壁になっている。その解決法の一つが多周波 ESR の活用である。分子研では標準的な 9 GHz（X-band）の他に 35 GHz（Q-band）および 95 GHz（W-band）の ESR 分光器を備えている。高周波の ESR 法の利点は得られる情報量が増えることだけでなく、Q-band では 10 μl 程度 W-band では 1-2 μl 程度と少量の試料で測定可能な点にある。これは生体系試料での測定にとって大きなメリットである。本稿では最近分子研で行ったセンサータンパク質の研究を紹介する。

光制御型転写因子 Photozipper

フラビンラジカルは ESR 法での研究の歴史では最初に検出された生体関連ラジカルである。フラビンは生体内の様々な酵素反応の場において酸化還元を担う分子として機能をもっており、ESR 法による研究も盛んにおこなわれてきた。2000 年代にはいると bioinformatics の発展によりフラビンに光センサーとしての役割を担うタンパク質が多数発見されるに至った。走行性を担う BLUF, 概日リズムをになう cryptochrome などである。オーレオクロムは黄色植物において強光下における分枝機能を担うセンサータンパク質として発見された。タンパク質青色光による分枝誘導と生殖器官の形成阻害を制御する転写因子（DNA に結合しコントロールを行うタンパク質）である。強光条件下では分枝機能を低下させることによって防御機構を働かせている。Photozipper は久冨らによってオーレオクロムの一部を改変した機能モジュール（bzip ドメインと LOV ドメインからなるタンパク質）であり、光によって DNA を制御する分子ツールとしての役割が期待されている（図１）[1]。

X 線結晶解析はタンパク質研究において非常に強力な構造解析手段である。しかし、構造が生理条件下での構造を反映しているのかどうかは常に考慮すべき点である。特にセンサータンパク質のように構造のフレキシブルさが機能的に直結しているタンパク質では注意が必要である。実際、オーレオクロムについては３つのグループが異なった結晶構造を報告している。

Photozipper の光反応は、LOV ドメイン上のフラビン分子が励起されて三重項を生ずることより始まる。その後近傍システイン上の電子が三重項上に移動しフラビン－システインのラジカル対を生成後、共有結合を形成する（図２）。その際フラビン分子上の窒素にプロトンを供給することにより水素結合を介してプロトンによ

り外部に情報を送る。LOV ドメインのセンサー機構はこのプロトン制御が鍵となっていると考えられる。Photozipper の場合、青色光をうけた LOV ドメインが２量体化し、bZIP が　DNA と結合することにより光制御による転写因子としての機能をもっていると考えられている（図１）。

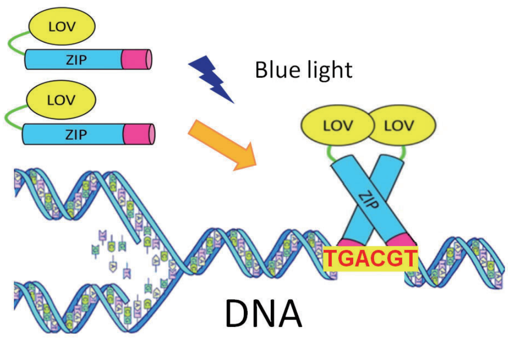


図１．Photozipper の反応モデル

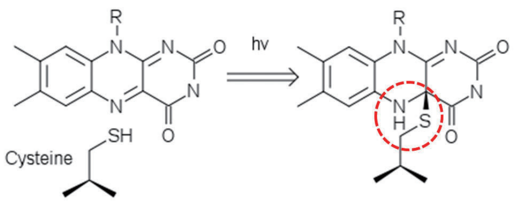


図２．LOV ドメイン中のフラビンとシステイン残基は光反応により電子およびプロトン移動をおこし adduct を形成する

Phtotozipper の反応でも LOV 中のフラビン分子が三重項の形成を経て近傍のシステイン残基と電子およびプロトンのやりとりを行い共有結合する。この反応によってフラビン近傍のグルタミン Gln 側鎖の配置が反転することを引き金にタンパク質全体の構造変化を招くと考えられている（図３）。

システインをセリンに置換することにより電子とプロトンの受け渡しを制限した変異体（C254S）では人工的な電子とプロトンの供与体を加えることによりラジカル生成反応を観測することができる。本研究では電子常磁性共鳴（EPR）法を用いて C254S 上で生成したラジカルを用いている。

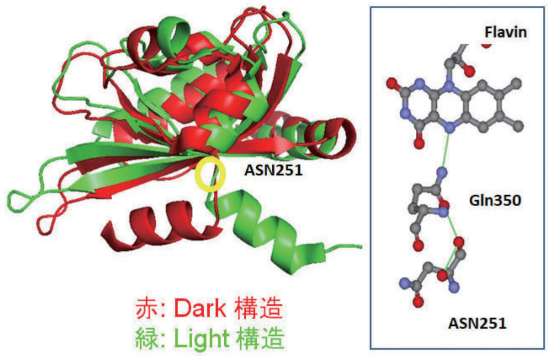


図３：結晶中に見られる dark 構造（PDB:5dkk）と light 構造（PDB:5dkl）の変化

PELDOR 法を用いいたによる構造解析

パルス ESR 法は短時間マイクロ波を照射することにより電子スピンの配向を操作する手法である。通常の定常波 ESR（CW-ESR）法に比べてシンプルかつ詳細に内部パラメータを決定することができる。なかでも、パルス電子 - 電子二重共鳴（PELDOR, DEER）法は、２つの異なる周波数のマイクロ波を用いて２種類の電子スピン間に働く双極子相互作用を測定し、10-100 Å の電子スピン間距離を 0.1 Å 程度で精度よく決定することができる優れた手法である。図４に典型的な４パルス PELDOR のパルス系列を示す。

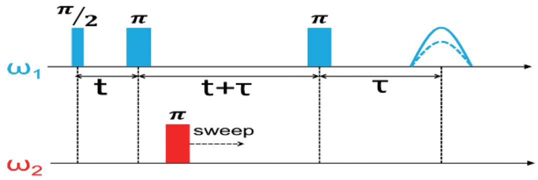


図４：4 pulse PELDOR のマイクロ波パルス sequence　共鳴条件 w_1 をもった電子スピンの信号を共鳴条件 w_2 をもった電子スピンを共鳴させることにより攪乱し、スピン間の相互作用を検出する

PELDOR 信号は外部マイクロ波を照射するタイミングの時間 T に対して $\cos(2\pi DT)$ の周期振動を示す。D は磁気的双極子相互作用で以下の式で書かれる。

$$D = \frac{3}{2}\frac{g_1 g_2 \mu_B^2}{hR^3}(1 - 3\cos^2\Theta) \qquad (2)$$

g_1, g_2 は g スピン 1, 2 それぞれの g 値、μ_B はボーア磁子、Θは２つのスピンを結ぶ直線と外部磁場 H のなす角度である。PELDOR 法ではこれによってラジカル間の距離を求めることができる。

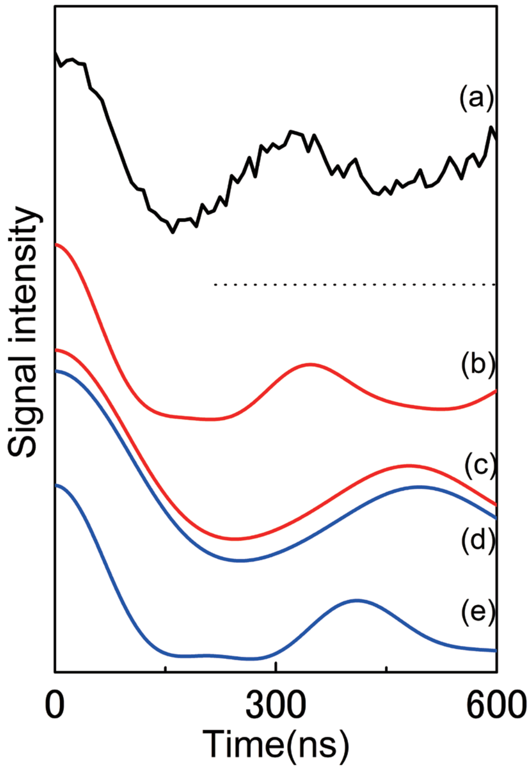


図５：LOV 上のフラビンラジカル間の PELDOR 信号　(a) PELDOR による実験結果 , (b-e) 異なる結晶構造を基にした simulation 信号　結晶構造はそれぞれ b) PDB:5dkl,(c) PDB: 3ulf, (d) PDB: 3ue6 (e) 5a8b

図５（a）に LOV-C254S の光照射により生成した FMN ラジカルの Q-band による PELDOR 信号を示す。およそ３ MHz の周期をもった振動パターンをもつことがわかる。これはおよそ 25 Å離れたフラビンラジカルが相互作用をしていることを示している。これによって２量体構造でのラジカル状態を持っているラジカル状態をとらえていることがわかる。一般に、測量において座標を決定する場合には異なった座標からの距離と角度の３点が必要である。今の場合電子スピンはフラビン分子上の空間に広がっているためスピン分布を用いれば配置を詳細に求めることができる。式（2）は次のように書き換えられる。

$$D = \sum_{i,j} \rho_i \rho_j \frac{3}{2}\frac{g_1 g_2 \mu_B^2}{hR_{ij}^3}(1 - 3\cos^2\Theta_{ij}) \qquad (3)$$

ρ_i は i 番目の原子上の電子スピン分布を示す。R_{ij} は異なる分子上の原子間の距離である。フラビン分子上の電子スピン分布は量子化学計算により求めることができる。これを用いてこれまでに報告されている３つの結晶構造と PELDOR の計算結果の比較を行った。図 5b-e はオーレオクロムで報告されている異なる結晶構造に基づく計算結果である。（b,e）は珪藻 ,（c,d）はフシナシミドロである。b と e は異なるグループにより報告された構造である。PELDOR の実験結果と比較した結果２量体の分子構造は（b）の構造とよく一致することがわかった。このように PELDOR 法では溶液状態での構造を決めることができる。

phtozipper に DNA が結合した状態での測定結果もほぼ同じ結果を示している。これは photozipper の２量体の構造形成が LOV 部位のみによって特徴づけられていることを示している。DNA 結合側の bzip 部位は結晶構造でも消失しており構造は明らかになっていない。これらについても近傍にシステイン残基を導入することによってスピンラベルをとりつけることにより photozipper の動作をとらえる試みを行っている。

最近 photozipper のラジカル生成に奇妙な時間依存性があることがわかった。図６に光照射によるフラビンラジカルの生成の時間依存性を示す。光照射後ラジカルはすぐには生成せず分オーダーでの lagtime が生じることがわかっている。今後さらなる研究をすすめ反応機構の全容解明を目指している。

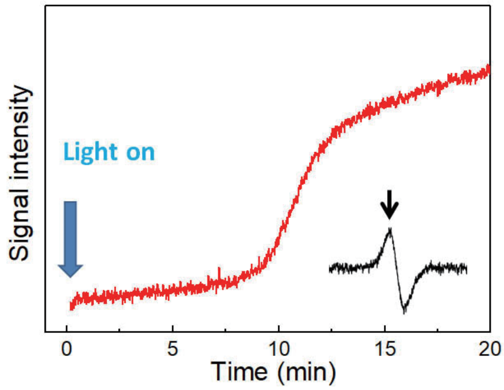


図６：LOV 上のフラビンラジカル生成の時間依存性。光照射開始後すぐには生成せず lagtime を経過後 logistic 応答で生成する。

最後に

今後も生物科学への ESR 法の潜在的需要は高いと考えられる。特に PELDOR 法は直接長距離の測定を高い精度で溶液状態での測定が可能なことから、解釈もわかりやすく広い応用範囲が考えられる。そろえた分子研の果たす役割は国内においてますます高いものになってくるだろう。高周波 ESR を使うもう一つの利点は低周波で観測出来ない整数スピンをもった ESR 遷移を観測できる可能性にある。生物系では有機ラジカルだけでなく金属が主要な働きをしているケースが多々ある。この稿では紹介しなかったが、現在筆者は、高周波 ESR を用いて光合成系の酸素発生系マンガンクラスターの信号の解析を行っている。マンガンクラスターの研究では５つの中間状態のうち酸素発生直前の中間状態 S_3 の構造に注目が集まっているが、この状態はスピン $S = 3$ を持ちゼロ磁場分離が大きいため X-band や Q-band ではほとんど観測ができない。そのため W-band での測定が必須である。

分子研の W-band はかなり早い時期に導入され先端的な研究がすすめられてきた。その反面、初期に導入されたがゆえに現在ではマイクロ波の出力不足など世界の趨勢に対して性能がやや立ち遅れていることも事実である。また、測定中に大量のヘリウムを消費する。幸い分子研では外部利用者にはヘリウムの使用に制限がない。この点については世界で最も恵まれた研究環境ではないかと考えている。世界水準の研究と対峙するためにはこの利点を大いに生かすべきだと考えている。

高周波パルス ESR は複雑な装置であり故障やトラブルも多い。分子研での研究はそれらの装置の維持管理を担当してくださっているスタッフの献身的なサポートがあればのことである。現在このような研究環境が整えられているのは分子研をおいてほかにはない。これからも日本の基礎研究の支えとなってほしいと切に願っています。

謝辞

ここで紹介した研究は主に大阪大学理学研究科の久冨修先生との共同研究によるものです。また、光合成タンパク質の研究においては岡山大学理学部の沈建仁先生、名古屋大学理学研究科の野口巧先生に感謝申し上げます。また、分子科学研究所の中村敏和先生、浅田瑞枝先生、藤原基靖さん、伊木志成子さんには、この場を借りて深く感謝申し上げます。

参考文献

[1] 久冨 修“bZIP 型転写因子の光制御機構とその応用”, 2014 年 54 巻 6 号 p. 307-310

[2] Ozeki, K.; Tsukuno, H.; Nagashima, H.; Hisatomi, O.; Mino, H., Dimeric Structure of the Blue Light Sensor Protein Photozipper in the Active State. Biochemistry 2018, 57, 494-497.

独自の触媒機能を有するキラル有機分子触媒の開発

分子科学研究所　椴山　儀恵

1．はじめに

1．1　触媒的不斉合成とキラル有機分子触媒

キラルな有機化合物の効率的供給は、科学全体の発展に関わる基幹課題のひとつである。キラル有機分子触媒［1］は、触媒中に希少金属元素を含まないことから、キラル有機小分子を供給する環境調和型触媒として注目されている。

触媒的不斉合成の歴史は、1960年代の野崎、野依ら（於：京都大）による不斉誘起の発見に始まる［2］。その後、1980年代の高谷（於：分子研）、野依ら（於：名古屋大）による不斉水素化反応［3］、Sharplessらによる不斉酸化反応［4］の報告を契機に、金属を触媒活性中心として用いるキラル分子性触媒の開発研究が大きく進展した。一方、1990年代に入ると、ケトンを触媒として用いる不斉酸化反応［5-7］、水素結合供与体による不斉ストレッカー反応［8］、相関移動触媒による不斉炭素－炭素結合形成反応［9］など、金属触媒を用いない不斉合成反応に関する研究成果が、相次いで報告された。尚、分子間プロリン触媒反応の原型であるHajos–Parris反応［10］は、1974年に報告されている。2000年、List、Lerner、Barbasは、プロリン触媒による直截的不斉分子間アルドール反応［11］を、同年、MacMillanらは、イミニウム触媒による高立体選択的なDiels–Alder反応［12］を報告した。これら2報の論文は、有機分子触媒による不斉反応の開発研究が爆発的に加速する契機となっており、有機分子触媒による不斉合成のマイルストーンとされている。現在、私たちの研究分野を示す化学用語“Organocatalysis”は、MacMillanの論文で誕生した。

1．2　キラルブレンステッド酸触媒

私たちは、様々な有機分子触媒うち、キラルブレンステッド酸触媒の開発研究を進めてきた。活性中心の役割を酸性官能基のプロトンが、不斉環境の構築を酸性官能基のキラル共役塩基が担う触媒を、キラルブレンステッド酸触媒という。キラルブレンステッド酸触媒による不斉合成の歴史は15年程であるものの、2000年頃から数多くのキラルブレンステッド酸触媒が開発されている［13］。しかし、活性中心として機能する酸性官能基は限られており、キラルブレンステッド酸触媒の不斉触媒機能は、未だに十分ではない。

1．3　キラルブレンステッド酸触媒の高機能化に向けて

キラルブレンステッド酸触媒において、強力な触媒活性は、活性中心のプロトンがキラルな共役塩基と乖離することで達成される。一方で、活性中心のプロトンとキラルな共役塩基との水素結合は希薄になり、立体選択性の獲得が困難となる。高効率性と高立体選択性の両方を実現する触媒設計戦略の確立が望まれる。高度な機能を有するキラルブレンステッド酸触媒の開発に向けて、私たちは、2つの戦略を立てた。第1の戦略は、キラル源として常用している光学活性ビナフトールの完全フッ素化［14］、第2の戦略は、触媒および反応基質・反応剤との多点水素結合の活用である［15-17］。本稿では、紙面の都合上、後者の多点水素結合を用いたキラルブレンステッド酸触媒の開発研究について紹介する。

2．多点水素結合相互作用を活用する戦略

触媒分子内に、水素結合供与部位となる酸性官能基を隣接位で2つ以上導入する場合、ひとつの酸性官能基のプロトンが、他方の酸性官能

基のルイス塩基部位と水素結合することができる。その結果、2つ以上の酸性官能基を隣接位で導入したキラルブレンステッド酸触媒は、ひとつの酸性官能基の場合に比べ、強力かつ独自の触媒活性を有するものと期待される。さらに、水素結合は、強さと方向性を有する非共有結合性の相互作用である。そのため、触媒分子内への置換基導入により、水素結合を強化するとともに水素結合の方向性を制御することで、精緻な不斉触媒反応場を構築することが可能になると考えた（図1）。

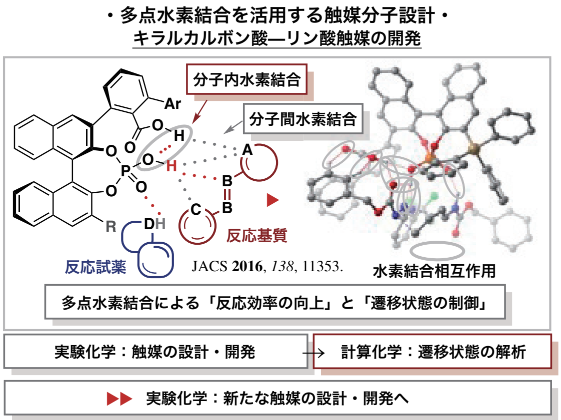


図１　多点水素結合を活用する触媒分子設計

３．キラルビスリン酸触媒の開発

３．１　C_2 対称キラルビスリン酸触媒の開発

多点水素結合の活用を念頭に、まず、C_2 対称キラルビスリン酸触媒の開発に着手した[15]。既存の合成法にしたがって、光学活性ビナフトールからテトラフェノールへと誘導し、リン酸化を行った。その結果、目的とする C_2 対称ビスリン酸触媒を問題なく合成することができた。続いて、単結晶X線構造解析により、触媒の三次元構造を確認した。触媒母骨格に、環状リン酸基を隣接位で2つ導入した場合、光学活性ビナフトールに由来する静的な軸不斉に加え、フェニル－ナフチル間に、2つの動的な軸不斉が生じる。単結晶X線構造解析により触媒構造を確認したところ、新たに生じた2つの軸不斉は、ビナフトールの (*R*) 軸に対し、ともに (*S*) 軸であることがわかった（図2）。さらに、2つの環状リン酸基の水素－酸素の原子間距離は、水素結合の存在を示唆する位置関係にあった。すなわち、C_2 対称キラルビスリン酸触媒は、ビナフトールの (*R*) 軸に対し、新たに生じた2つの不斉軸として、(*R,R*)、(*S,S*)、(*R,S*) の3種類が考えられたが、リン酸基間の分子内水素結合を介することで、単一のアトロプジアステレオマー触媒として機能することが推察された。

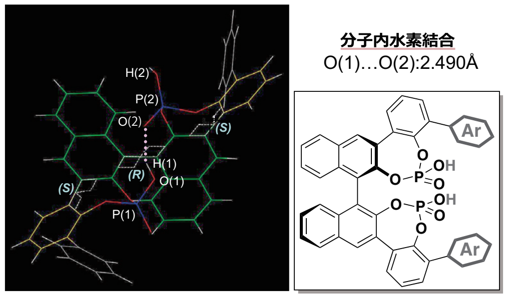


図２　C2対称ビスリン酸の触媒三次元構造

合成した C_2 対称キラルビスリン酸（C_2-BISPA）の触媒機能を明らかにするため、アクロレインとアミドジエンとの触媒的不斉 Diels–Alder 反応を検討した。その結果、2,4,6-トリイソプロピルフェニル基を有する C_2 対称キラルビスリン酸触媒の場合、2.5 mol% の触媒量で良好な収率ならびに完全なエナンチオ選択性が得られた。一方、2,4,6-トリイソプロピルフェニル基を有するモノリン酸触媒の場合は、5.0 mol% の触媒量を用いても、収率は30%程度に留まり、エナンチオ選択性も、対応する C_2 対称キラルビスリン酸触媒に比べて10%程度劣る結果となった。

C_2 対称キラルビスリン酸触媒の開発において、２つのリン酸基間の水素結合を活用する戦略が、触媒活性の向上と不斉反応場の構築に有効であることが明らかとなった。

３．２　C_1対称キラルビスリン酸触媒の開発

C_2対称キラルビスリン酸触媒の開発において、水素結合を活用する戦略の有効性が確かめられたことから、本触媒の設計戦略をC_1対称型の触媒開発に応用することにした［16］。キラルビスリン酸触媒では、2つの環状リン酸基のうち、ひとつの環状リン酸基が反応基質の活性化を担う。もうひとつの環状リン酸基は、水素結合を介して触媒の三次元構造の安定化に寄与する。もうひとつのリン酸基側に電子求引性基を導入することで、触媒活性のさらなる向上と不斉環境の精密制御が実現できると考えた。

C_2対称キラルビスリン酸触媒の開発研究で得られた知見をもとに、ビスリン酸触媒のひとつの置換基を2,4,6-トリイソプロピルフェニル基、もうひとつを電子求引性基として、いくつかのC_1対称キラルビスリン酸触媒を合成した。続いて、合成したビスリン酸触媒をハロアクロレインとアミドジエンとのDiels–Alder反応に適用して触媒機能を評価した。その結果、ペンタフルオロフェニル（C_6F_5）基を導入した場合に、目的とするDiels–Alder環化体が良好な収率およびエナンチオ選択性で得られた。これらの結果は、C_6F_5基の導入に伴ってリン酸基間の水素結合が強化され、触媒活性の向上、触媒のアトロプ異性の制御に加え、不斉反応場の識別も実現していることを示唆している。

本研究では、触媒と反応基質、反応剤との相互作用の詳細、立体選択性の発現に関する遷移状態を解明するため、立教大学山中グループとの共同研究を実施した。密度汎関数理論（DFT）計算においても、私たちが想定した環状リン酸基間の水素結合が、C_1対称性のキラル反応場の構築に重要な役割を果たしていることが実証された（図3）。

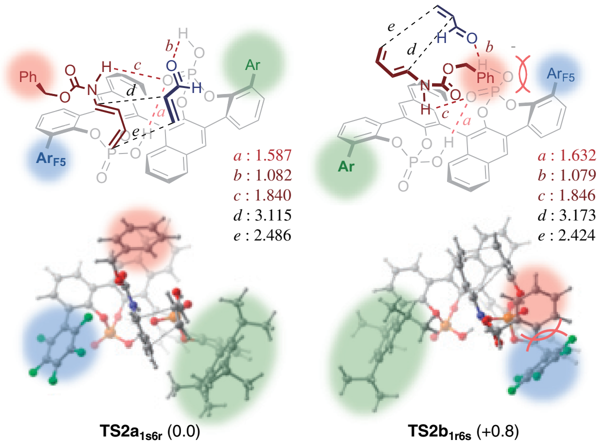


図３　DFT計算による遷移状態の考察

４．異なる酸性官能基と環状リン酸を組み合わせるキラルブレンステッド酸触媒の開発

キラルビスリン酸触媒の開発研究、さらに、計算科学の研究者との共同研究を通じて、多点間の水素結合相互作用が、触媒活性の向上と遷移状態の制御に有効であることを明らかにすることができた。特筆すべきは、酸性官能基間の分子内水素結合によって、非対称性の触媒設計が機能した点である。1980年代以降、キラル分子性触媒の設計は、野依らによるBINAP－金属錯体触媒の卓越した不斉触媒機能によって、“対称性”が確固たる触媒設計指針となった。これに対し､私たちが有用性を見出した“非対称性（C_1対称性）”の触媒設計は、金属の配位結合に比べ柔軟な水素結合を活用するキラルブレンステッド酸触媒独自の設計戦略である。そこで、本設計戦略を異なる酸性官能基の組み合わせへと拡張することにした。触媒分子内に異なる酸性官能基を隣接位で導入することができれば、同種の酸性官能基では達成されなかった多彩な触媒活性を触媒に付与できるものと考えた。

まず、キラルブレンステッド酸触媒のビナフチル母骨格に、異なる酸性官能基“環状リン酸基”と“カルボキシ基”を導入するキラルブレンステッド酸触媒の合成に着手した［17］。触媒の合成は、逆ブルック転位反応を鍵反応として、(*R*)-3,3'-Dibromo-1,1'-bi-2-naphthol から、7工程で、目的とするカルボン酸－リン酸を合成

することができた。続いて、アゾピリジン炭酸エステルとアミドジエンとのヘテロ Diels–Alder 反応に、合成した触媒を適用して、触媒機能を評価した。その結果、ピリジル基の６位にトリフルオロメチル基を有するアゾピリジン炭酸エステルを用いた反応において、合成した触媒は、良好な収率、完全な位置選択性、完全なエナンチオ選択性を与えた。さらに、触媒の三次元構造の決定、DFT 計算による遷移状態の解析から、リン酸－カルボン酸間の分子内水素結合、リン酸、カルボン酸各々と反応基質、反応剤との分子間水素結合を示唆することができた。異なる２つの酸性官能基を組み合わせ、多点水素結合を活用することによって、従来では困難であった高次選択性を制御することに成功した（図４)。

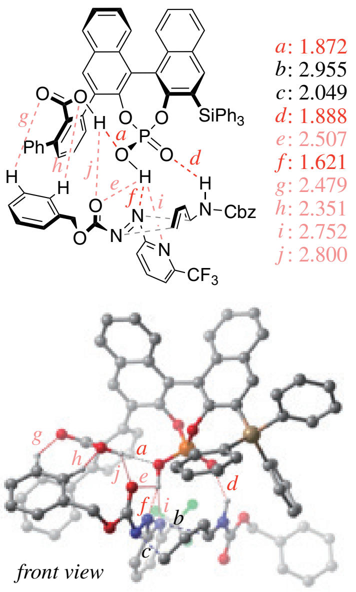


図４　単結晶Ｘ線構造解析と DFT 計算から導かれた遷移状態と水素結合相互作用

５．おわりに

以上、本稿では、著者が 10 年間ほど取り組んできたキラルブレンステッド酸触媒の最近の研究成果を紹介した。本稿の研究成果は、有機化学を基盤とした触媒分子設計と合成に、異分野研究者による触媒三次元構造の解明と遷移状態ならびに相互作用の解析が加わったことで、結実したものである。

現在、私たちの研究課題は、水素結合よりも弱い非共有結合性相互作用を駆使した有機分子変換システムの構築、触媒材料の開発にシフトしつつある。分子科学研究所で研究室を立ち上げたのを機に開始した研究課題の推進に、機器センターの装置は欠かすことができない。このような設備が身近にあり利用できることに感謝し、機器センター、計算科学センターの設備を存分に活用しながら、新たな触媒システムを創り出していきたい。

参考文献

1. D. W. C. MacMillan, *Nature,* **455**, 304 (2008).
2. H. Nozaki, S. Moriuti, H. Takaya, R. Noyori, *Tetrahedron Lett.* **59**, 5239 (1966).
3. A. Miyashita, A. Yasuda, H. Takaya, K. Toriumi, T. Ito, T. Souch, R. Noyori, *J. Am. Chem. Soc.*, **102**, 7932 (1980).
4. Y. Gao, R. M. Hanson, J. M. Klunder, S. Y. Ko, H. Masamune, K. B. Sharpless, *J. Am. Chem. Soc.*, **109**, 5765 (1987).
5. Tu, Y., Wang, Z., Shi, Y. *J. Am. Chem. Soc.,* **118**, 9806 (1996).
6. S. E. Denmark, Z. Wu, C. Crudden, H. Matsuhashi, *J. Org. Chem.,* **62**, 8288 (1997).
7. D. Yang, et al. *J. Am. Chem. Soc.* **118**, 491 (1996).
8. M. Sigman, E. N. Jacobsen, *J. Am. Chem.* Soc., **120**, 4901 (1998).
9. E. Corey, M. J. Grogan, *Org. Lett.,* **1**, 157 (1999).
10. Z. G. Hajos, D. R. Parrish, *J. Org. Chem.* **39**, 1615 (1974).
11. B. List, R. A. Lerner, C. F. Barbas, III. *J. Am. Chem. Soc.*, **122**, 2395 (2000).
12. K. A. Ahrendt, C. J. Borths, D. W. C. MacMillan, *J. Am. Chem. Soc.*, **122**, 4243 (2000).
13. T. Akiyama, K. Mori, *Chem. Rev.* **115**, 9277 (2015).
14. N. Momiyama, et al., *ACS Catal.,* **6**, 1198 (2016).
15. N. Momiyama, et al., *J. Am. Chem. Soc.,* **133**, 2395 (2011).
16. N. Momiyama, et al., *ACS Catal.*, **6**, 949 (2016).
17. N. Momiyama, et al., *J. Am. Chem. Soc.,* **138**, 11353 (2016).

平成29年度共同利用採択課題一覧

施設利用

課題番号 (S-17-MS-)	申請区分	所　属	職　名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1001	通年	高知大学教育研究部総合科学系複合領域科学部門	教授	上田　忠治	新規ポリオキソメタレート錯体の電気化学的酸化還元反応メカニズムの解析	【電子スピン共鳴装置】 【核磁気共鳴装置】(NMR) JEOL JNM-ECA600
1002	通年	日本大学生物資源科学部	准教授	高野　英晃	バクテリア光センサーのアンテナ分子に関する研究	【熱分析装置】MicroCal iTC$_{200}$
1003	通年	豊橋技術科学大学　環境・生命工学系	助手	藤沢　郁英	X線結晶構造解析による不斉合成化合物の絶対構造の決定	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3
1004	通年	山梨大学大学院総合研究部教育学域	准教授	森長　久豊	メタルフリー・ハロゲンフリーイモータル重合	【熱分析装置】 【MALDI-TOF質量分析】Applied Biosystems Voyager DE-STR
1005	通年	千葉大学大学院融合科学研究科	准教授	城田　秀明	非芳香族系イオン液体の分子科学的研究：分子間振動と粘度・ガラス転移温度の関係	【熱分析装置】
1006	通年	成蹊大学理工学部共通基礎講座	教授	藤田　渉	金属水酸化物を舞台とする新規量子スピン系の構築	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3 【粉末X線回折装置】Rigaku RINT-UltimaII 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID型磁化測定装置】 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex 【フーリエ変換赤外分光光度計】Bruker IFS66v 【可視紫外分光光度計】Hitachi U-3500
1007	通年	名城大学理工学部	教授	丸山　隆浩	Ru触媒を用いた単層カーボンナノチューブの作製	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F 【電子顕微鏡】(FIB) JEOL JEM-9310FIB 【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600 【電子分光】Omicron EA-125 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
1008	通年	名古屋大学未来社会創造機構	客員教授	宇理須　恒雄	神経細胞ネットワークハイスループットスクリーニング装置の開発	【電子顕微鏡】(FIB) JEOL JEM-9310FIB 【ピコ秒レーザー】Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1009	通年	山形大学大学院理工学研究科電気電子工学分野	助教	有馬　ボシールアハンマド	希土類金属ドープ型マンガン酸化物ナノ粒子の磁性に関する研究	【SQUID型磁化測定装置】
1010	通年	名古屋工業大学大学院物質工学専攻	准教授	濱中　泰	硫化物半導体ナノ粒子の光物性の解明	【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【可視紫外分光光度計】Hitachi U-3500 【ピコ秒レーザー】Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1011	通年	岐阜大学工学部化学・生命工学科	准教授	植村　一広	常磁性異種金属一次元鎖錯体の磁気物性評価	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3 【SQUID型磁化測定装置】
1012	通年	東北大学大学院医工学研究科	研究支援者	大嶋　佑介	ラマン分光法による骨粗鬆症・変形性関節症の分子組成の解析	【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
1013	通年	岐阜大学教育学部理科教育講座（化学）	助教	萩原　宏明	1,2,3-トリアゾール含有シッフ塩基配位子を用いた金属錯体の結晶構造と磁気的性質の解明	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3 【粉末X線回折装置】Rigaku RINT-UltimaII 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID型磁化測定装置】 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
1014	通年	静岡大学工学部	教授	植田　一正	分子構造と分子配列の制御による近赤外光の吸収可能な有機半導体の開発とその電子状態の解明	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID型磁化測定装置】

課題番号(S-17-MS-)	申請区分	所　属	職　名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1015	通年	大阪府立大学大学院理学系研究科	教授	細越　裕子	有機ラジカルが形成する量子磁性体の低温磁気構造の解明	【単結晶Ｘ線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3 【電子スピン共鳴装置】 【熱分析装置】
1016	通年	名古屋工業大学　先進セラミックス研究センター	教授	安達　信泰	液相法で作製した磁性薄膜および複合体の磁気的性質の研究	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】 【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21
1017	通年	東京農工大学大学院工学研究院先端物理工学部門	准教授	嘉治　寿彦	共蒸発分子誘起結晶化法により作製した薄膜の構造・成分分析	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F 【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600 【蛍光Ｘ線分析装置】JEOL JSX-3400RII 【粉末Ｘ線回折装置】Rigaku RINT-UltimaII
1018	通年	愛知学院大学 薬学部 製剤学講座	講師	小川　法子	シクロデキストリン類と薬物の包接複合体の構造解析	【単結晶Ｘ線回折装置】 【単結晶Ｘ線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3
1019	通年	城西大学理学部化学科	教授	見附　孝一郎	過渡吸収法と過渡発光法による有機太陽電池の初期過程に関する速度論的研究	【ピコ秒レーザー】Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1020	通年	国立研究開発法人産業技術総合研究所　物質計測標準研究部門	主任研究員	松本　信洋	SQUID による粉末試料の磁気モーメント測定法の検討および ESR 測定	【電子スピン共鳴装置】 【電子スピン共鳴装置】Bruker E680 【SQUID 型磁化測定装置】
1021	通年	法政大学生命科学部	教授	緒方　啓典	新規機能性ナノマテリアルの構造および物性評価	【単結晶Ｘ線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3 【蛍光Ｘ線分析装置】JEOL JSX-3400RII 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】 【熱分析装置】 【MALDI-TOF 質量分析】Applied Biosystems Voyager DE-STR 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex 【フーリエ変換赤外分光光度計】Bruker IFS66v 【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【可視紫外分光光度計】Hitachi U-3500
1022	通年	関西学院大学理工学部環境・応用化学科	教授	橋本　秀樹	金属ナノ粒子担持型グラフェンオキサイドの化学状態分析	【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600 【電子分光】Omicron EA-125
1023	通年	愛媛大学大学院理工学研究科 (工学系)	准教授	白旗　崇	導電性有機材料の構造と物性に関する研究	【単結晶Ｘ線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3 【SQUID 型磁化測定装置】
1024	通年	自然科学研究機構　核融合科学研究所	准教授	菱沼　良光	Nb3Sn 超伝導線材の高磁場特性改善に向けた添加元素効果	【SQUID 型磁化測定装置】
1025	通年	兵庫県立大学大学院物質理学研究科	客員研究員	小林　本忠	窒化硼素層間化合物の物性	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
1026	通年	名城大学理工学部応用化学科	助教	才田　隆広	種々の還元性酸化物の合成とその物性評価	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F 【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
1027	通年	静岡大学学術院工学領域電子物質科学系列	助教	川口　昂彦	高結晶性逆ペロブスカイト型窒化物磁性薄膜の成長と評価	【SQUID 型磁化測定装置】
1028	通年	福岡大学理学部	助教	武藤　梨沙	多周波 ESR 法による祖先型光合成反応中心反応機構の解析	【電子スピン共鳴装置】Bruker E680
1029	通年	名古屋大学理学研究科物質理学	准教授	三野　広幸	多周波 EPR 法を用いた光合成反応過程の解析	【電子スピン共鳴装置】Bruker E680 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1030	前期	岐阜大学工学部	教授	嶋　睦宏	FeNi/Cu 多層細線，NiPt ナノ粒子の磁気的性質の解明	【SQUID 型磁化測定装置】
1030b	後期	岐阜大学工学部	教授	嶋　睦宏	FeNi/Cu 多層細線，NiPt ナノ粒子の磁気的性質の解明	【SQUID 型磁化測定装置】
1031	前期	京都大学　先端イノベーション拠点施設	特定准教授	高見　剛	フッ化物電池材料の磁性	【SQUID 型磁化測定装置】

9．共同利用採択課題一覧

課題番号 (S-17-MS-)	申請区分	所　　属	職　名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1032	前期	神戸大学　先端融合研究環	助教	青木　画奈	磁場アセンブリ法による自己組織的ナノ配列構造形成技術の開発	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F 【電子顕微鏡】(FIB) JEOL JEM-9310FIB 【SQUID 型磁化測定装置】
1033	前期	関西学院大学理工学部	助教	三橋　了爾	非共有結合性相互作用を用いた金属錯体の配位構造制御と磁気的性質	【SQUID 型磁化測定装置】 【電子スピン共鳴装置】
1033 b	後期	関西学院大学理工学部	助教	三橋　了爾	非共有結合性相互作用を用いた金属錯体の配位構造制御と磁気的性質	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】 【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21
1034	前期	岡山大学大学院医歯薬学総合研究科	准教授	加来田　博貴	核内受容体と低分子の相互作用に関する研究	【熱分析装置】MicroCal　iTC_{200}
1035	前期	埼玉大学大学院理工学研究科生命科学部門分子生物学領域	助教	藤城　貴史	CD スペクトルを利用した鉄硫黄クラスター生合成酵素群の立体構造変化の解析	【円二色性分散計】JASCO J-720WI
1036	前期	京都大学大学院理学研究科	教授	馬場　正昭	コラヌレン分子の超音速ジェットレーザー分光	【ナノ秒レーザー】エキシマー励起色素レーザー 【ナノ秒レーザー】Nd：YAG 励起 OPO レーザー
1037	前期	愛知教育大学教育学部	准教授	日野　和之	ラマン分光法による有機結晶のドミノ転移の分子ダイナミクスの研究	【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
1037 b	後期	愛知教育大学教育学部	准教授	日野　和之	ラマン分光法による有機結晶のドミノ転移の分子ダイナミクスの研究	【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
1038	前期	愛知教育大学教育学部	准教授	日野　和之	新しいメソ多孔性炭素の開発	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F
1038 b	後期	愛知教育大学教育学部	准教授	日野　和之	新しいメソ多孔性炭素の開発	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F
1039	前期	横浜国立大学大学院工学研究院	准教授	竹田　真帆人	固相相変態を用いて自己形成させたナノグラニュラー磁性体の組織及び磁気特性の検討	【SQUID 型磁化測定装置】
1039b	後期	横浜国立大学大学院工学研究院	准教授	竹田　真帆人	固相相変態を用いて自己形成させたナノグラニュラー磁性体の組織及び磁気特性の検討	【SQUID 型磁化測定装置】
1040	前期	名古屋工業大学	准教授	小野　晋吾	CeF3 薄膜を用いた紫外線センサにおけるフッ素欠陥の影響	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F 【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600 【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【可視紫外分光光度計】Hitachi U-3500
1040b	後期	名古屋工業大学	准教授	小野　晋吾	CeF3 薄膜を用いた紫外線センサにおけるフッ素欠陥の影響	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F 【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600 【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【可視紫外分光光度計】Hitachi U-3500
1041	前期	㈱鈴木化学工業所　管理課開発 Gr		井下　邦之	オンラインブレンドで射出成形した炭素繊維製品の物性評価	【電子分光】Omicron EA-125 【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex 【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600
1042	前期	名古屋大学　物質科学国際研究センター	研究員	前島　尚行	固体高分子型燃料電池の膜電極接合体のＸ線イメージングと SEM 観察	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F 【電子顕微鏡】(FIB) JEOL JEM-9310FIB 【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600
1042 b	後期	名古屋大学　物質科学国際研究センター	研究員	前島　尚行	固体高分子型燃料電池の膜電極接合体のＸ線イメージングと SEM 観察	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F 【電子顕微鏡】(FIB) JEOL JEM-9310FIB 【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600
1044	前期	島根大学大学院総合理工学研究科	准教授	池上　崇久	ポルフィリン鉄 (IV) π ラジカルカチオン錯体の磁気物性	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1045	前期	島根大学大学院総合理工学研究科総合理工学専攻	D3	井手　雄紀	様々な軸配位子を有する鉄 (III) コロール二量体の構造および磁気的性質	【単結晶Ｘ線回折装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1045 b	後期	島根大学大学院総合理工学研究科総合理工学専攻	D3	井手　雄紀	軸位に様々な置換基を有するオキシピリポルフィリン鉄 (III) 錯体の構造と磁気的性質の検討	【単結晶Ｘ線回折装置】 【単結晶Ｘ線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3 【SQUID 型磁化測定装置】
1046	前期	神戸大学分子フォトサイエンス研究センター	学術振興会特別研究員（PD）	長嶋　宏樹	チオフェン－チアゾロチアゾールポリマー薄膜に生成した光電荷分離状態のパルス EPR による構造解析	【電子スピン共鳴装置】Bruker E680

課題番号(S-17-MS-)	申請区分	所　属	職　名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1047	前期	公益財団法人高輝度光科学研究センター　利用研究促進部門	研究員	上椙　真之	南極宇宙塵の FE-SEM-EDS による表面組織観察と組成分析	【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600
1048	前期	東北大学大学院理学研究科物理専攻	客員研究者	平郡　諭	芳香族モット絶縁体の磁気特性	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】 【MALDI-TOF 質量分析】Applied Biosystems Voyager DE-STR 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex 【フーリエ変換赤外分光光度計】Bruker IFS66v
1048 b	後期	東北大学大学院理学研究科物理専攻	研究員	平郡　諭	芳香族モット絶縁体のスピン磁化率	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
1049	前期	基礎生物学研究所・多様性生物学教室	助教	鎌田　芳彰	酵母トア複合体 1 の活性制御機構の解析	【熱分析装置】MicroCal iTC$_{200}$
1050	前期	筑波大学数理物質系化学域	助教	小谷　弘明	テトラアニオン性配位子を有する鉄錯体の高酸化状態における電子構造解明	【電子スピン共鳴装置】
1051	前期	広島大学大学院理学研究科化学専攻	教授	井上　克也	新しいマルチフェロイクスの磁性	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1052	前期	大阪市立大学大学院理学研究科　物質分子研究系	特任教授	中島　信昭	重元素のレーザーによる新規分離法	【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【可視紫外分光光度計】Hitachi U-3500 【ナノ秒レーザー】エキシマー励起色素レーザー
1052 b	後期	大阪市立大学大学院理学研究科　物質分子研究系	特任教授	中島　信昭	重元素のレーザーによる新規分離法	【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【可視紫外分光光度計】Hitachi U-3500 【ナノ秒レーザー】エキシマー励起色素レーザー
1053	前期	神戸大学大学院理学研究科化学専攻	准教授	高橋　一志	双安定性を示す分子性伝導体の極低温構造解析	【単結晶 X 線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3 【SQUID 型磁化測定装置】
1054	前期	福岡大学理学部	教授	御園　雅俊	多環芳香族炭化水素分子のレーザー分光	【ナノ秒レーザー】エキシマー励起色素レーザー 【ナノ秒レーザー】Nd:YAG 励起 OPO レーザー
1054b	後期	福岡大学理学部	教授	御園　雅俊	多環芳香族炭化水素分子のレーザー分光	【ナノ秒レーザー】エキシマー励起色素レーザー 【ナノ秒レーザー】Nd:YAG 励起 OPO レーザー
1055	前期	九州大学 先導物質化学研究所	学術研究員	中西　匠	光誘起プロトン移動を示すスピン転移錯体の開発	【単結晶 X 線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3
1056	前期	国立研究開発法人日本原子力研究開発機構　高速炉サイクル研究開発センター燃料サイクル	研究員	宮﨑　康典	放射線劣化吸着材の薄片切出し	【電子顕微鏡】(FIB) JEOL JEM-9310FIB
1057	前期	富山大学理学部	准教授	榎本　勝成	Yb_2 分子のレーザー分光	【ナノ秒レーザー】エキシマー励起色素レーザー 【ナノ秒レーザー】Nd:YAG 励起 OPO レーザー
1057 b	後期	富山大学理学部	准教授	榎本　勝成	Yb_2 分子のレーザー分光	【ナノ秒レーザー】エキシマー励起色素レーザー 【ナノ秒レーザー】Nd:YAG 励起 OPO レーザー
1058	前期	広島大学大学院工学研究科	共同研究講座准教授	石元　孝佳	多環芳香族炭化水素分子とその重水素置換体のレーザー分光	【ナノ秒レーザー】エキシマー励起色素レーザー 【ナノ秒レーザー】Nd:YAG 励起 OPO レーザー
1058 b	後期	広島大学大学院工学研究科	共同研究講座准教授	石元　孝佳	多環芳香族炭化水素分子とその重水素置換体のレーザー分光	【ナノ秒レーザー】エキシマー励起色素レーザー 【ナノ秒レーザー】Nd:YAG 励起 OPO レーザー
1059	前期	島根大学総合理工学研究科物質化学領域	助教	片岡　祐介	芳香族配位子を有する塩素架橋四核ロジウム錯体およびそれらを前駆体とした多核錯体の単結晶 X 線構造解析	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3

9．共同利用採択課題一覧

課題番号 (S-17-MS-)	申請区分	所　属	職　名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1060	前期	大阪府立大学大学院理学系研究科	教授	藤原　秀紀	複素環を有する新規な TTF 誘導体を用いた磁性伝導体の結晶構造解析	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3
1060 b	後期	大阪府立大学大学院理学系研究科	教授	藤原　秀紀	複素環を有する新規な TTF 誘導体を用いた磁性伝導体の結晶構造解析	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3
1061	前期	大阪大学大学院理学研究科化学専攻	准教授	圷　広樹	純有機磁性伝導体κ - β -(BEDT-TTF)$_2$(PO-CONHC$_2$H$_4$SO$_3$)の低温 X 線構造解析	【単結晶 X 線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3
1062	前期	大阪大学大学院工学研究科応用化学専攻	教授	櫻井　英博	高分子保護金属クラスターの電子状態に関する測定	【電子分光】Omicron EA-125
1062 b	後期	大阪大学大学院工学研究科応用化学専攻	教授	櫻井　英博	高分子保護金属クラスターの電子状態に関する測定	【電子分光】Omicron EA-125
1063	前期	愛知工業大学　工学部　応用化学科	大学教員（准教授）	梶田　裕二	常温常圧での人工窒素固定を目指した新規窒素錯体の合成と電子的性質	【SQUID 型磁化測定装置】 【核磁気共鳴装置】（NMR）JEOL JNM-ECA600
1063 b	後期	愛知工業大学　工学部　応用化学科	大学教員（准教授）	梶田　裕二	常温常圧での人工窒素固定を目指した新規窒素錯体の合成と電子的性質	【SQUID 型磁化測定装置】 【核磁気共鳴装置】（NMR）JEOL JNM-ECA600
1064	後期	神戸大学分子フォトサイエンス研究センター	学術振興会特別研究員（PD）	長嶋　宏樹	パルス EPR 法による一重項開裂に伴う三重項励起子間相互作用の解明	【電子スピン共鳴装置】Bruker E680
1065	後期	都城工業高等専門学校　物質工学科	准教授	高橋　利幸	微細藻類増殖促進因子の化学特性と分子構造解析	【熱分析装置】MicroCal VP-DSC 【MALDI-TOF 質量分析】Applied Biosystems Voyager DE-STR
1066	後期	関西学院大学理工学部	教授	御厨　正博	有機配位子の単核および複核金属錯体の磁気的性質	【SQUID 型磁化測定装置】
1067	後期	京都工芸繊維大学　大学院工芸科学研究科　電気電子工学系	准教授	今田　早紀	3d 遷移金属添加 AlN の光吸収・光伝導とフォノンの相関の解明	【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex 【SQUID 型磁化測定装置】
1068	後期	大分大学　全学研究推進機構	助教	岡　芳美	フラビン - トリプトファン連結分子を用いた光誘起ラジカルペア・システムの構築	【電子スピン共鳴装置】Bruker E680 【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【可視紫外分光光度計】Hitachi U-3500
1069	後期	広島大学大学院理学研究科化学専攻	教授	井上　克也	空間反転対称性の破れた磁性体の合成とその物性測定	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1070	後期	横浜国立大学大学院工学府	D2	坂倉　響	析出現象を用いたナノグラニュラー磁性体における組織と磁気物性の調査	【SQUID 型磁化測定装置】
1071	後期	京都大学環境安全保健機構	研究員	石川　学	全 TTF 型電荷秩序絶縁体の構造および分光学的性質	【単結晶 X 線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
1072	前期	名古屋大学	教授	阿波賀　邦夫	有機 2 次元ラジカル結晶の相転移	【単結晶 X 線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3
1073	前期	奈良女子大学研究院自然科学系	教授	藤井　浩	金属酵素モデル錯体の電子構造の研究	【単結晶 X 線回折装置】 【電子スピン共鳴装置】 【核磁気共鳴装置】（NMR）JEOL JNM-ECA600
1073 b	後期	奈良女子大学研究院自然科学系	教授	藤井　浩	金属酵素モデル金属錯体の電子構造の解析	【電子スピン共鳴装置】 【核磁気共鳴装置】（NMR）JEOL JNM-ECA600
1074	前期	静岡大学グリーン科学技術研究所	教授	朴　龍洙	Magnetic plasmonic graphene for fluoroassay	【SQUID 型磁化測定装置】
1075	前期	東京理科大学　理学部第二部	教授	秋津　貴城	シッフ塩基金属錯体と高分子膜との複合系における光誘起分子配向	【円二色性分散計】JASCO J-720WI
1076	前期	北陸先端科学技術大学院大学	教授	江　東林	(C$_6$H$_5$-N=N-C$_6$H$_4$)$_2$-C$_6$H$_2$-(C$_6$H$_5$-N=CH-C$_6$H$_4$)$_2$ の単結晶 X 線構造解析	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1077	前期	浜松医科大学	准教授	黒野　暢仁	酸素酸化反応による合成手法の開発および DNA 付加体の合成研究	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3 【核磁気共鳴装置】（NMR）JEOL JNM-ECA600

課題番号(S-17-MS-)	申請区分	所　属	職　名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1077b	後期	浜松医科大学	准教授	黒野　暢仁	酸素酸化反応による合成手法の開発および DNA 付加体の合成研究	【単結晶Ｘ線回折装置】 【単結晶Ｘ線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3 【核磁気共鳴装置】(NMR) JEOL JNM-ECA600
1078	前期	宇宙科学研究所地球外物質研究グループ	プロジェクト研究員	松本　徹	小惑星イトカワの微粒子表面の衝突痕の化学組成分析	【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600
1078 b	後期	宇宙科学研究所地球外物質研究グループ	プロジェクト研究員	松本　徹	小惑星イトカワの微粒子表面の衝突痕の化学組成分析	【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600
1079	前期	東京農工大学大学院工学府生命工学専攻	教授	養王田　正文	熱量測定によるプレフォルディン－２型シャペロニンシステムのシャペロン機構の解明	【熱分析装置】MicroCal iTC$_{200}$
1079 b	後期	東京農工大学大学院工学府生命工学専攻	教授	養王田　正文	熱量測定によるプレフォルディン－グループ２型シャペロニンシステムのシャペロン機構の解明	【熱分析装置】MicroCal iTC$_{200}$
1080	後期	京都大学　先端イノベーション拠点施設	特定准教授	高見　剛	硫化物・酸化物電池材料の磁性	【SQUID 型磁化測定装置】
1081	後期	新潟大学 研究推進機構	准教授	古川　貢	ESR を利用した米糠による環境計測の試み	【電子スピン共鳴装置】Bruker E680 【電子スピン共鳴装置】
1082	後期	自然科学研究機構国立天文台先端技術センター	准教授	早野　裕	30m 望遠鏡 TMT の第１期観測装置 IRIS のための駆動機械系の耐久試験後の成分分析	【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600
1083	後期	島根大学大学院総合理工学研究科	Ｄ１	矢野　なつみ	新規シクロメタレート型イリジウム錯体の構造解析	【単結晶Ｘ線回折装置】 【単結晶Ｘ線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3
1084	後期	京都大学大学院理学研究科	教授	馬場　正昭	非平面多環芳香族炭化水素分子のレーザー分光	【ナノ秒レーザー】エキシマー励起色素レーザー 【ナノ秒レーザー】Nd:YAG 励起 OPO レーザー
1085	後期	大阪府立大学理学系研究科物理科学専攻光物性研究グループ	准教授	河相　武利	Eu^{3+} イオンを微量添加したホウ酸リチウムの発光特性の研究	【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【可視紫外分光光度計】Hitachi U-3500
1086	後期	島根大学総合理工学研究科物質化学領域	助教	片岡　祐介	カウンターイオンを有するベンズアミジナート架橋ルテニウム二核錯体の単結晶Ｘ線構造解析と磁化率測定	【単結晶Ｘ線回折装置】 【単結晶Ｘ線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3 【SQUID 型磁化測定装置】
1087	後期	京都大学国際高等教育院	教授	加藤　立久	新規配位子型人工 DNA 中に配列した金属イオンのスピン測定	【電子スピン共鳴装置】Bruker E680 【電子スピン共鳴装置】
1088	後期	島根大学大学院総合理工学研究科	教授	半田　真	ランタン型二核とシアニド金属塩からなる集積型錯体の磁気特性	【SQUID 型磁化測定装置】
1089	後期	島根大学大学院総合理工学研究科	准教授	池上　崇久	ノルコロール金属錯体の磁気的性質	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1090	後期	九州大学 先導物質化学研究所	学術研究員	中西　匠	外場誘起プロトン移動を示す新規スピン転移錯体の開発	【単結晶Ｘ線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-3
1091	後期	岐阜大学研究推進・社会連携機構生命の鎖統合研究センター	教授	安藤　弘宗	糖鎖 - 蛋白質相互作用を利用した薬物送達技術の開発	【熱分析装置】MicroCal iTC$_{200}$
1092	後期	北陸先端科学技術大学院大学　先端科学技術研究科	准教授	山口　拓実	合成学的アプローチによる複合糖質の動的相互作用解析	【熱分析装置】MicroCal iTC$_{200}$
1093	後期	名古屋大学　未来材料システム研究所	客員教授	原田　勝可	シリコン化合物の分子量測定	【MALDI-TOF 質量分析】Applied Biosystems Voyager DE-STR
1094	後期	国立感染症研究所	研究員	谷生　道一	固体 NMR による系統的構造解析のための高効率参照試料の調製法確立	【核磁気共鳴装置】(NMR) Bruker AVANCE600
1095	後期	名古屋市立大学大学院薬学研究科	講師	矢木　宏和	糖鎖脂質含有二重膜表面で誘起されるアミドイドβ会合状態の固体 NMR を用いた構造解析	【核磁気共鳴装置】(NMR) Bruker AVANCE600
1101	後期	東北大学大学院　理学研究科	教授	中村　智樹	始原隕石中のリン酸塩球粒物質の形成過程	【電子顕微鏡】(FIB) JEOL JEM-9310FIB

9．共同利用採択課題一覧

課題番号(S-17-MS-)	申請区分	所　属	職　名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1102	後期	防衛大学校　機能材料工学科	教授	阿部　洋	イオン液体中の自発的ポリヨウ素イオン形成	【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
1103	後期	名城大学理工学部	教授	西山　桂	毒劇物フリーな量子ナノ構造体の開発と光電変換機能発現	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F 【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600
1104	後期	名古屋工業大学　名工大スマートマテリエル創成研究所	プロジェクト教授	増田　秀樹	窒素を活性化する金属錯体の電子状態	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1105	後期	静岡大学グリーン科学技術研究所	教授	朴　龍洙	金ナノ粒子 / 磁性ナノ粒子複合体のウイルス検出への応用	【SQUID 型磁化測定装置】

【機器の表記について】
◎【SQUID 型磁化測定装置】　:　Quantum Design MPMS-7　または　MPMS-XL7
◎【電子スピン共鳴装置】　:　Bruker EMX Plus　または　E500
◎【熱分析装置】　:　TA Instruments TGA2950 または SDT2960 または DSC2920

平成29年度設備利用状況

(2017.4.1 ～ 2018.3.31)

設備名		利用グループ数			利用日数			実利用日数
		所外利用	所内利用	合計	所外利用	所内利用	合計	
電子スピン共鳴（ESR）装置								
	EMX Plus	14	2	16	42	2	44	44
	E500	21	1	22	155	2	157	153
	E680	10	0	10	151	0	151	150
SQUID 型磁化測定装置								
	MPMS-7	27	2	29	315	3	318	279
	MPMS-XL7	25	1	26	302	3	305	269
単結晶 X 線回折装置								
	MERCURY CCD-1	10	2	12	73	25	98	97
	MERCURY CCD-2	8	1	9	40	3	43	43
	MERCURY CCD-3	14	1	15	83	28	111	105
粉末 X 線回折装置								
	RINT-UltimaII	1	6	7	4	57	61	59
X 線溶液散乱測定装置								
	NANO-Viewer	3	1	4	6	12	18	18
電子分光装置								
	機能性材料バンド構造顕微分析システム	7	1	8	93	8	101	101
	Omicron EA-125	4	1	5	18	2	20	20
電子顕微鏡								
	SEM ／ JSM-6700F	3	0	3	22	0	22	22
	SEM ／ SU6600	13	11	24	91	16	107	106
	FIB ／ JEM-9310FIB	3	1	4	22	1	23	23
熱分析装置								
	VP-DSC	2	3	5	6	10	16	16
	iTC_{200}	7	2	9	43	7	50	50
マトリックス支援レーザー脱離イオン化 - 飛行時間型質量分析計（MALDI-TOF-MS）								
	Voyager DE-STR	3	6	9	8	161	169	142
有機微量元素分析装置								
所内	MICRO CORDER JM10		5	5		53	53	47
蛍光X線分析装置								
	JSX-3400RII	1	1	2	4	1	5	5
核磁気共鳴（NMR）装置								
	AVANCE800（溶液）	6	2	8	275	41	316	314
	AVANCE600（固体）	3	0	3	252	0	252	252
	JNM-ECA600	3	5	8	60	29	89	84
所内	JNM-ECS400		3	3		435	435	221
ピコ秒レーザー								
	Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS	2	2	4	16	3	19	19
ナノ秒レーザー								
	エキシマー励起色素レーザー	5	0	5	42	0	42	34
	Nd:YAG 励起 OPO レーザー	3	0	3	6	0	6	4
	フッ素系エキシマーレーザー	0	0	0	0	0	0	0
蛍光分光光度計								
	SPEX Fluorolog 3-21	8	2	10	48	13	61	57
円二色性分散計								
	J-720WI	3	3	6	8	11	19	19
可視紫外分光光度計								
	U-3500	7	4	11	26	21	47	47
フーリエ変換赤外（FTIR）分光光度計								
	IFS 66v/S	1	1	2	2	1	3	3
顕微ラマン分光装置								
	RENISHAW inVIA Reflex	9	1	10	93	1	94	89
超伝導磁石付希釈冷凍機								
所内	Kelvinox 400		1	1		6	6	6

低温冷媒供給設備	供給量		
	液体ヘリウム（L）	液体窒素（L）	窒素ガス（m^3）
明大寺地区	49,366.0	22,241.7	
山手地区	4,256.0	18,800.5	605.0

※所内利用に協力研究等の所外研究者を含む場合もあり
※利用日数：同日の重複利用も含む

平成29年度研究報告一覧

学術論文（68 報）

K. SHIBATOMI, K. KITAHARA, N. SASAKI, Y. KAWASAKI, I. FUJISAWA, S. IWASA, "Enantioselective decarboxylative chlorination of β-ketocarboxylic acids ," *Nature Communications* **8**, Article number: 15600 (2017).

I.ESSID, S.SOUDANI, F.LEFEBVRE, W.KAMINSKY, W.FUJITA, C.B. NASR, S. TOUIL, "A Hirshfeld surface analysis, crystal and geometry-optimized structure, and solid state NMR studies of two novel α-hydroxyphosphonates $C_{17}H_{21}O_4P$ (I) and $C_{19}H_{25}O_4P$ (II)," *Journal of Molecular Structure* **1149**, 99-111 (2017).

T.MARUYAMA, A. KOZAWA, T. SAIDA, S. NARITSUKA S. IIJIMA, "Low temperature growth of single-walled carbon nanotubes from Rh catalysts, "*Carbon* **116**, 128-132 (2017).

M.KUMAKURA, A.KOZAWA, T. SAIDA, S. NARITSUKA, T. MARUYAMA, "Spectroscopic study of X-ray absorption near-edge structure of chemical states of Pt catalyst during growth of single-walled carbon nanotubes, "*J.Cryst. Growth* **468**, 155-158 (2017).

H. KIRIBAYASHI, T. FUJII, A. KOZAWA, S. OGAWA, T. SAIDA, S. NARITSUKA, T. MARUYAMA, "Effects of fabrication method of Al_2O_3 buffer layer on Rh-catalyzed growth of single-walled carbon nanotubes by alcohol-gas-source chemical vapor deposition, "*J.Cryst. Growth* **468**, 114-118 (2017).

H. KIRIBAYASHI, T. FUJII, T. SAIDA, S. NARITSUKA, T. MARUYAMA, "Effects of Al_2O_3 Type on Activity of Al_2O_3 -Supported Rh Catalysts in Single-Walled Carbon Natnoutbes Growth by CVD, "*MRS Advances* **2**, 89-95 (2017).

T. FUJII, H. KIRIBAYASHI, T. SAIDA, S. NARITSUKA, T. MARUYAMA, "Low temperature growth of single-walled carbon nanotubes from Ru catalysts by alchol catalytic chemical vapor deposition, "*Diamond Relat. Mater.* **77**, 97-101 (2017).

T. FUJII, T. OKADA, T. SAIDA, S. NARITSUKA, "Growth of single-walled carbon nanotube at a low temperature by alcohol catalytic chemical vapor deposition using Ru catalysts, "*MRS Advances* **3**, 53-59 (2018).

M. KUMAKURA, H. KIRIBAYASHI, T. SAIDA, S. NARITSUKA, T. MARUYAMA, "In situ XANES Analysis of Co and Ni Catalysts during Single-Walled Carbon Nanotube Growth, "*MRS Advances* **3**, 13-18 (2018).

T. MARUYAMA, "Current status of single-walled carbon nanotube synthesis from metal catalysts by chemical vapor deposition, "*Mater. Express* **8**, 1-20 (2018).

Y. HAMANAKA, T. HIROSE, K. YAMADA, K. MIYAGAWA, & T. KUZUYA, "Plasmonic Optical Nonlinearities of Copper Sulfide Nanoparticles, "*MRS Advances* **3** 741-746 (2018).

N. MATSUMOTO, T. SHIMOSAKA, "Low-temperature Electronic Paramagnetic Resonance Measurements of TEMPO and 4-Hydroxy-TEMPO Benzoate for Purity Analyses by the Effective Magnetic-moment Method, "*ANALYTICAL SCIENCES* **33**(**9**), 1059-1065 (2017).

M. UEDA, T. SHIRAHATA, Y. MISAKI, "Crystal and Electronic Structures of [5]Radialene Substituted with Quintuple 1,3-Dithiol-2-ylidenes and Its Oxidative Species, "*ChemistrySlect* **2**(**12**), 3490-3495 (2017).

K.OZEKI, H.TSUKUNO, H.NAGASHIMA, O.HISATOMI, AND H.MINO, "Dimeric Structure of the Blue Light Sensor Protein Photozipper in the Active State," *Biochemistry* **57**(**5**), 494-497 (2018).

R. MITSUHASHI, T. SUZUKI, M. MIKURIYA, "Geometric Isomerism and Redox Properties of Ruthenium(II/III) Complexes with 3-Hydroxypicolinamide, "*Chemistry Letters* **47**(**4**), 479-482 (2018).

Y.KISHI, L.CORNET, F.POINTILLART, F.RIOBÉ, B.LEFEUVRE, O.CADOR, B.LE GUENNIC, O.MAURY, H.FUJIWARA, L.OUAHAB, "Luminescence and Single-Molecule Magnet Behaviour in Lanthanide Coordination Complexes Involving Benzothiazole-Based Tetrathiafulvalene Ligands," Eur. J. *Inorg. Chem*. **3**(**4**), 458-468 (2018).

J.-B.HARLÉ, S.ARATA, S.MINE, T.KAMEGAWA, V.T.NGUYEN, T.MAEDA, H.NAKAZUMI, H.FUJIWARA, "Malachite Green Derivatives for Dye-sensitized Solar Cells: Optoelectronic Characterizations and Persistence on TiO_2," *Bull. Chem. Soc. Jpn*. **91**(**1**), 52-64 (2018).

J.-B. HARLÉ, S. MINE, T. KAMEGAWA, V. T. NGUYEN, T. MAEDA, H. NAKAZUMI, H. FUJIWARA, "Deep Blue Asymmetrical Streptocyanine Dyes. Synthesis, Spectroscopic Characterizations and Ion-Specific Cooperative Adsorption at the Surface of TiO_2 Anatase Nanoparticles, "*J. Phys. Chem. C*. **121**(**28**), 15049-15062 (2017).

Y. OKA, H. SHISHINO, "Fluorescence imaging of disrupted interfaces between liquid-ordered and liquid-disordered domains by a flavin-labeled PNA duplex," *ACS Omega* **2**(**6**), 2912-2915 (2017).

Y.OKA, H. SHISHINO, "Fluorescence quenching of Alexa Fluor 488-labeled DNA by the complementary Trp-containing PNA partitioned in liquid-ordered domains, "*Chem. Lett.* **46**(**11**), 1672-1675 (2017).

坂倉響，金俊燮，竹田真帆人，" Cu-Ni-X (X=Co,Fe) 合金の微細組織と磁気特性に対する添加元素の影響 ," *銅と銅合金* 第 56 巻 1 号 106-110 (2017).

Y. NAKANO, Y. TAKAHASHI, K. ISHIDA, M. ISHIKAWA, H. YAMOCHI AND M. URUICHI, "Crystal structure and physical properties of radical cation salt based on 4,5-ethylenedioxy-4'-iodotetrathiafulvalene (EDO-TTF-I) with iodine bonding ability, "*Material Chemistry Frontier* **2**, 752-759 (2018).

I. ARAKI, K. FUKUI, AND H. FUJII, "Preparation, Characterization and Reactivity of a Bis-hypochlorite Adduct of a Chiral Manganese(IV) Salen Complex," *Inorg. Chem.***57**, 1685-1688 (2018).

Y. KATAOKA, K. OKUNO, N. YANO, H. UEDA, T. KAWAMOTO, M. HANDA, "New luminescent cyclometalated iridium complexes prepared by the post-synthetic modification, "*Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* **358**, 345-355 (2018).

Y.YAMADA, T.KATO AND K.TANAKA, "Assembly of Multi-Phthalocyanines on a Porphyrin Template by Fourfold Rotaxane Formation, "*Chem. Eur. J.* **22**, 12371-12380 (2016).

T.FUTAGOISHI, T.AHAREN, T.KATO, A.KATO, T.IHARA, T.TADA, M.MURATA, A.WAKAMIYA, H.KAGEYAMA, Y.KANEMITSU, AND Y.MURATA, "A Stable, Soluble, and Crystalline Supramolecular System with a Triplet Ground State, "*Angew. Chem. Int. Ed.* **129**, 4325-4329 (2017).

Y.MORINAKA, R ZHANG, S SATO, H.NIKAWA, T.KATO, K.FURUKAWA, M.YAMADA, Y. MAEADA, M.MURATA, A.WAKAMIYA, S.NAGASE, T.AKASAKA, AND Y.MURATA, "Fullerene C70 as a Nanoflask that Reveals the Chemical Reactivity of Atomic Nitrogen, "*Angew. Chem. Int. Ed.* **129**, 6588-6591 (2017).

Y.YAMADA, R.ITO, S.OGINO, T.KATO, AND K.TANAKA, "Dynamic Molecular Invasion into a Multiply Interlocked Catenane, "*Angew. Chem. Int. Ed.* **56**, 1-7 (2017).

S.NUNOKAWA, K.OKI, K.YAMASHITA, A.OKUYAMA, T.UEDA, K.NAKANO, Y.ICHIKAWA, H. KOTSUKI, "Heteropoly Acid Supported on Silica Gel as Catalyst for the Asymmetric Transfer Allylation of Aromatic Aldehydes under Solvent-Free Conditions," *Synlett* **28**(**5**), 597-600 (2017).

T. UEDA, K. KODANI, H. OTA, M. SHIRO, S. X. GUO, J. F. BOAS, A. M BOND, "Voltammetric and Spectroscopic Studies of α- and β-$[PW_{12}O_{40}]^{3}$- Polyoxometalates in Neutral and Acidic Media: Structural Characterization as Their $[(n\text{-}Bu_4N)_3][PW_{12}O_{40}]$ Salts, "*Inorg. Chem.* **56**, 3990-4001 (2017).

S. TSUBAKI, K. OONO, A. ONDA, T. UEDA, T. MITANI, M. HIRAOKA, "Microwave-assisted hydrolysis of biomass over activated carbon supported polyoxometalates," *RSC Advances* **7**, 12346-12350 (2017).

S. S.CHOWDHURY, A. H. M. KAMAL, R. HOSSAIN, M. HASAN, M. F.ISLAM, B.AHMMAD, M. A. BASITH, "Dy doped $BiFeO_3$: A bulk ceramic with improved multiferroic properties compared to nano counterparts, "*Ceramics International* **43**(**12**), 9191-9199 (2017).

M A BASITH, M A ISLAM, B. AHMMAD , M D S. HOSSAIN AND K. MØLHAVE, "Preparation of high crystalline nanoparticles of rare-earth based complex pervoskites and comparison of their structural and magnetic properties with bulk counterparts, "*Materials Research Express* **4**(**7**) , 075012 (2017).

K. UEMURA, M. TAOKA, "Isolation and Characterization of Tetranuclear Pt-Fe---Fe-Pt Intermediate en Route to the Trinuclear Pt-Fe-Pt Cluster, "*Dalton Trans.* **46**, 14012-14020 (2017).

S. HORA, H. HAGIWARA, "High-Temperature Wide Thermal Hysteresis of an Iron(II) Dinuclear Double Helicate, "*Inorganics* **5**(**3**), 49 (2017).

H. HAGIWARA, T. MASUDA, T. OHNO, M. SUZUKI, T. UDAGAWA, K. MURAI, "Neutral Molecular Iron(II) Complexes Showing Tunable Bistability atAbove, Below, and Just Room Temperature by a Crystal EngineeringApproach: Ligand Mobility into a Three-Dimensional FlexibleSupramolecular Network, "*Crystal Growth & Design* **17**, 6006-6019 (2017).

H. YAMAGUCHI, M. OKADA, Y. KONO, S. KITTAKA, T. SAKAKIBARA, T. OKABE, Y. IWASAKI, AND Y. HOSOKOSHI, "Randomness-induced quantum spin liquid on honeycomb lattice, "*Scientific Reports* **7**, 16144/1-6 (2017).

H. YAMAGUCHI, Y. TAMEKUNI, Y. IWASAKI, R. OTSUKA, Y. HOSOKOSHI, T. KIDA, AND M. HAGIWARA, "Magnetic properties of a quasi-two-dimensional S = 1/2 Heisenberg antiferromagnet with distorted square lattice," *Phys. Rev. B* **95**(**23**) , 235135/1-11 (2017).

N. AMAYA, T. ONO, Y. OKU, H. YAMAGUCHI, A. MATSUO, K. KINDO, H. NOJIRI, F. PALACIO, J. CAMPO, AND Y. HOSOKOSHI, "Spin-1/2 Quantum Antiferromagnet on a Three-dimensional Honeycomb Lattice Formed by a New Organic Biradical F4BIPBNN," *J. Phys. Soc. Jpn.* **86**(**7**), 074706/1-7 (2017).

Y. SERA, T. HORIBE, K. ISOBE , E.YAMASHITA, H. HASHIMOTO , "Synthesis of amorphous Fe_2O_3/RGO composite and its application to photoinduced hydrogen evolution, "*Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* **353**, 631-638 (2018).

X. YU, S. TERAKAWA, S. HAYASHI, T. ASAKA, F. ITOIGAWA, S. ONO, J. TAKAYANAGI, "Carbonization of Silicon Nanoparticles via Ablation Induced by Femtosecond Laser Pulses in Hexane," *Arabian Journal for Science and Engineering* **42,** 4221-4226 (2017).

Y.INOUE, S.MURAMATSU, F.ITOIGAWA, S.ONO, M.SUDO, K.FUKUDA, T.YANAGIDA, "Size control and luminescence properties of Eu^{2+}:$LiCaAlF_6$ particles prepared by femtosecond pulsed laser ablation, "*Journal of Applied Physics* **122,** 133107 (2017).

H. MATSUI, N. ISHIGURO, T. URUGA, O. SEKIZAWA, K. HIGASHI, N. MAEJIMA, M. TADA , "Operando 3D Visualization of Migration and Degradation of a Platinum Cathode Catalyst in a Polymer Electrolyte Fuel Cell," *Angewante Chemie International Edition* **129**, 9499-9503 (2017).

Y. IDE, Y. YAMADA, S. MORI, T. IKEUE, "Crystal Structure of Six-coordinated (2,3,7,8,12,13,17,18-Octaethylporphyrinato) iron(III) Complex with Two 4-methylpyridine N-oxides, "*X-ray Struct. Anal. Online* **33**, 25-27 (2017).

Y. IDE, H. HOSODA, H. ISHIMAE, S. MORI, T. IKEUE , "Crystal Structure of a Six-coordinated [5,10,15,20-Tetrakis (2,4,6-trimethylphenyl) porphyrinato-k^4N] iron(III) Complex with Two 3,5-dimethylpyridine N-oxides, "*X-ray Struct. Anal. Online* **33**, 49-51 (2017).

Y. IDE, T. KUWAHARA, S. TAKESHITA, R. FUJISHIRO, M. SUZUKI, S. MORI, H. SHINOKUBO, M. NAKAMURA, K. YOSHINO, T. IKEUE, "Nickel(II) pyrrocorphin: Enhanced binding ability in a highly reduced porphyrin complexs," *J. Inorg. Biochem.* **178**,115-124 (2018).

T.YOSHIDA, K. TAKAHASHI, Y. IDE, R. KISHI, J.FUJIYOSHI, S. LEE, Y. HIRAOKA, D. KIM, M. NAKANO, T. IKEUE, H.YAMADA, H. SHINOKUBO, "Benzonorcorrole Ni(II) Complexes: Enhancement of Paratropic Ring Current and Singlet Diradical Character by Benzo-Fusion," *Angew. Chem. Int. Ed.* **57**(**8**) 2209-2213 (2018).

T. Takenaka, T. Nakamura, S. Yanaka, M. Yagi-Utsumi, M.S. Chandak, K. Takahashi, S. Paul, K. Makabe, M. Arai, K. Kato and K. Kuwajima, "Formation of the chaperonin complex studied by 2D NMR spectroscopy," *PLOS ONE* **12**, e0187022 (2017).

S. Yanaka, T. Yamazaki, R. Yogo, M. Noda, S. Uchiyama, H. Yagi and K. Kato, "NMR detection of semi-specific antibody interactions in serum environments," *Molecules* **22**, Article number: 1619 (2017).

G. Yan, T. Yamaguchi, T. Suzuki, S. Yanaka, S. Sato, M. Fujita and K. Kato, "Hyper-assembly of self-assembled glycoclusters mediated by specific carbohydrate–carbohydrate interactions," *Chem. Asian J.* **12**, 968-972 (2017).

F. YANG, M. SUDA, AND H. M. YAMAMOTO, "Fabrication and operation of monolayer Mott FET at room temperature," *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **90**, 1259-1266 (2017). (Selected of BCSJ Award Article)

M. SUDA, N. TAKASHINA, S. NAMUANGRUK, N. KUNGWAN, H. SAKURAI, H. M. YAMAMOTO, "N-Type Superconductivity in an Organic Mott Insulator Induced by Light-Driven Electron-Doping," *Adv. Mater.* **29**, 1606833 (2017).

H. SHIRAI, Y. NOMURA, and T. FUJI, "Self-Referenced Measurement of Light Waves," *Laser Photon. Rev.* **11**, 1600244 (6 pages) (2017).

Y. SATO, J. AKIYAMA and T. TAIRA, "Process design of microdomains with quantum mechanics for giant pulse lasers," *Sci. Rep.* **7**, 10732 (2017).

M. ASADA AND T. NAKAMURA, "Magnetic resonance investigation for possible antiferromagnetic subphase in $(TMTTF)_2Br$," *Phys. Rev. B* **96**, 125120 (2017).

E. JIN, M. ASADA, Q. XU, S. DALAPATI, M. A. ADDICOAT, M. A. BRADY, H. XU, T. NAKAMURA, T. HEINE, Q. CHEN, D. JIANG, "Two-dimensional sp^2 carbon–conjugated covalent organic frameworks," *Science* **357**, 673-676 (2017).[共]

H. TSUKAMOTO, I-S. CHEN, Y. KUBO, Y. FURUTANI, "A ciliary opsin in the brain of a marine annelid zooplankton is ultraviolet-sensitive, and the sensitivity is tuned by a single amino acid residue," *J. Biol. Chem.* **292**, 12971-12980 (2017).

S. HAESUWANNAKIJ, T. KIMURA, Y. FURUTANI, K. OKUMURA, K. KOKUBO, T. SAKATA, H. YASUDA, Y. YAKIYAMA, and H. SAKURAI, "The Impact of the Polymer Chain Length on the Catalytic Activity of Poly(N-vinyl-2-pyrrolidone)-supported Gold Nanoclusters," *Sci. Rep.* **7**, 9579 (2017).

I. ANZAI, E. TOKUDA, A. MUKAIYAMA, S. AKIYAMA, F. ENDO, K. YAMANAKA, H. MISAWA, Y. FURUKAWA, "A misfolded dimer of Cu/Zn-superoxide dismutase leading to pathological oligomerization in amyotrophic lateral sclerosis, "*Protein Science* **26**, 484-496 (2017).

A. NAITO, K. OKUSHITA, K. NISHIMURA, G. S. BOUTIS, A. AOKI, and T. ASAKURA, "Quantitative Analysis of Solid-State Homonuclear Correlation Spectra of Antiparallel β-Sheet Alanine Tetramers, "*J. Phys. Chem. B* **122**, 2715-2724 (2018).

M. TOMURA, "2-Sulfanylidene-1,3-dithiolo[4,5-*b*]pyrazine-5,6-dicarbonitrile, "*IUCrData* **2** x171023 (2017).

M.TOMURA,"Bis(tetra-*n*-butylammonium)Bis(5,6-dicyanopyrazine-2,3-dithiolato-k^2S,S')nickelate(II)," *IUCrData* **2**, x171059 (2017).

K.ONO, S.KARASUDA and M.TOMURA, "Synthesis and Crystal Structure of 4^5,8^5-Di-*tert*-butyl-1,3,5,7(2,5)-tetraoxadiazola-2,6(2,6)-dipyridina-4,8(1,3)-dibenzenacyclooctaphane, "*Heterocycles* **94** 2209-2214 (2017)

T. OSAKO, K. TORII, S. HIRATA, AND Y. UOZUMI, "Chemoselective Continuous-Flow Hydrogenation of Aldehydes Catalyzed by Platinum Nanoparticles Dispersed in an Amphiphilic Resin, "*ACS Catal.* **7**, 7371-7377 (2017).

S. PAN, S. YAN, T. OSAKO, AND Y. UOZUMI, "Batch and Continuous-Flow Huisgen 1,3-Dipolar Cycloadditions with An Amphiphilic Resin-Supported Triazine-Based Polyethyleneamine Dendrimer Copper Catalyst, "*ACS Sustainable Chem. Eng.* **5**, 10722-10734 (2017).

Y. HIRAI AND Y. UOZUMI, "Preparation of Aryl(dicyclohexyl)phosphines by C-P Bond-Forming Cross-Coupling in Water Catalyzed by an Amphiphilic-Resin-Supported Palladium Complex, "*Synlett* **28**, 2966-2970 (2017).

G. HAMASAKA, S. ICHII, AND Y. UOZUMI, "A Palladium NNC-Pincer Complex as an Efficient Catalyst Precursor for the Mizoriki-Heck Reaction, "*Adv. Synth. Catal.* **360**, 1833–1840 (2018).

J.-P. YANG, M. MEISSNER, T. YAMAGUCHI, X.-Y. ZHANG, T. UEBA, L.-W. CHENG, S. IDETA, K. TANAKA, X.-H. ZENG, N. UENO, AND S. KERA, "Band Dispersion and Hole Effective Mass of Methylammonium Lead Iodide Perovskite, " *Sol. RRL* **1800132** (2018).

編集委員

編集担当	横山	利彦	（委員長）
	高山	敬史	（編集担当）
	水川	哲徳	（所有設備紹介担当）
	岡野	芳則	（研究紹介担当）
	上田	正	（センターの利用方法担当）
	藤原	基靖	（利用者アンケート報告担当）
	兵藤	由美子	（研究報告一覧・事務担当）

機器センターたより　No.10

発行日　平成30年9月30日（年1回発行）
発　行　大学共同利用機関法人　自然科学研究機構
分子科学研究所　機器センター
〒444-8585
愛知県岡崎市明大寺町字西郷中38
編　集　横山　利彦　（センター長）
高山　敬史　（編集長）
印　刷　株式会社エニウェイ

Instrument Center

Nishigonaka 38, Myodaiji, Okazaki 444-8585 Aichi, Japan
TEL : +81-564-55-7470
FAX : +81-564-55-7229
http://ic.ims.ac.jp/
mail to:ic-office@ims.ac.jp