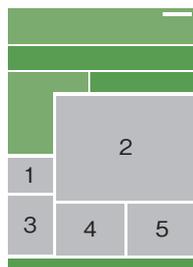


# 機器センターたより No.11

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 : フーリエ変換赤外 (FTIR) 分光光度計
- 2 : 質量分析計
- 3 : SQUID 型磁化測定装置
- 4 : 電子スピン共鳴 (ESR) 装置
- 5 : 熱分析装置

# 機器センターたより No. 1 1

分子科学研究所 機器センター

## ■目次

1. 巻頭言	1
2. 構成員	2
3. 所有設備一覧	4
4. 施設マップ	6
5. センターの利用方法	
設備利用方法	8
大学連携研究設備ネットワーク利用方法	18
液体ヘリウム利用方法	22
液体窒素利用方法	24
小型貸出機器利用方法	26
サンプル準備室利用方法	28
施設利用者控室	29
6. 所有設備紹介	
電子スピン共鳴 (ESR) 装置	30
SQUID 型磁化測定装置	32
単結晶 X 線回折装置	34
結晶スポンジ法 X 線回折装置	36
粉末 X 線回折装置	38
X 線溶液散乱測定装置	39
電子分光装置	42
電子顕微鏡	46
熱分析装置	48
質量分析計	50
有機微量元素分析装置	52
蛍光 X 線分析装置	53
核磁気共鳴 (NMR) 装置	54
ピコ秒レーザー	57
蛍光分光光度計	59
円二色性分散計	61
紫外・可視・近赤外分光光度計	62
フーリエ変換赤外 (FTIR) 分光光度計	63
顕微ラマン分光装置	64
超伝導磁石付希釈冷凍機	65
低温冷媒の供給設備	66

<b>7. 交流</b>	
所外利用者アンケート報告	68
所内利用者アンケート報告	74
一般公開 2018	77
<b>8. 研究紹介</b>	
「1,2,3-トリアゾール骨格を含むシッフ塩基多座配位子からなるスピントロニクスオーバーラップ錯体の開発」	79
岐阜大学 教育学部 准教授 萩原 宏明	
「単分子膜モット FET の開発」	84
分子科学研究所 協奏分子システム研究センター 教授 山本 浩史	
<b>9. 共同利用採択課題一覧</b>	
平成 30 年度分	88
<b>10. 設備利用状況</b>	
平成 30 年度分	95
<b>11. 研究報告一覧</b>	
平成 30 年度分	96
<b>12. 編集委員</b>	102

## 巻頭言

機器センター長 横山利彦

「機器センターたより」第11号をお届けします。平成30年4月1日より、解良前機器センター長の後任としてセンター長を拝命し2年目になりました。本年もよろしく願いいたします。

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（設備NW）事業の主体機関・事務局ならびに自然科学研究機構大学間連携推進機構（NICA）の分子研対応部課としての機能を持ちながら業務を展開しています。平成30年度の共同利用機器利用実績は、所外231件2812日（民間等の利用も含む）、所内1026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。

平成30年度は、時間分解ESR測定用の波長可変ナノ秒パルスレーザーの更新等を行い、また、本年秋には、オペランド計測も可能な高性能な粉末・薄膜X線回折装置が導入予定となりました。これらはアンケート等を通じ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。

令和元年度には、明大寺キャンパスの装置開発室棟・レーザー棟・極低温棟の改修されることになりました。そのため本年度から来年度前期にかけて、極低温機器や寒剤供給について一時利用不可などの時期も生じ、利用者の皆様に

はご不便をおかけしますが、改修後はよく整備された新しい建物で現状よりはるかに便利にご利用いただけると確信しますので、しばらくの間ご容赦いただきたく思います。

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。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。運営委員の先生方には厚くお礼申し上げますとともに、今後ともよろしく願い申し上げます。

昨年度末から本年度にかけて、機器センターの人員がかなり大きく変わりました。まず、チームリーダー（TL）として、中村敏和・分析TLと鈴木敏泰・合成TLが加わり、単なる機器利用に留まらない踏み込んだ研究支援を展開することになりました。また、山手寒剤・合成機器担当として売市幹大技術職員（配置換）、明大寺寒剤・分析機器担当として浅田瑞枝技術職員（採用）が加わり、人員不足問題が改善されました。一方で、設備ネットのマネージャーを主として担当していた東陽介特任研究員が転職しました。

ナノプラットフォーム・設備NW・NICAのいずれも令和3年度に終了となり、次の展開を検討する時期に入りました。文科省の共同利用・共用事業も始動期が過ぎ、まとまりをもった安定した体制に移行しつつあるように感じます。引き続き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、利用者の皆様にはご協力と質の高い成果を上げていただきたく、よろしくお願い致します。

## 2. 構成員

### 構成員

令和元年 8 月 1 日現在

#### 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
-------	---------------	-----	-----	-----

#### チームリーダー

中村 敏和	分析チーム（明大寺地区）	明大寺	研究棟	318
-------	--------------	-----	-----	-----

鈴木 敏泰	合成チーム（山手地区）	山 手	4 号館	502
-------	-------------	-----	------	-----

#### 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、小型貸出機器等	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
----	-------	-------------------	-----	------	-----

主任	賣市 幹大	寒剤（山手地区）、分光光度計等	山 手	5 号館	1 階
----	-------	-----------------	-----	------	-----

係員	浅田 瑞枝	寒剤（明大寺地区）、ESR、SQUID	明大寺	極低温棟	103
----	-------	---------------------	-----	------	-----

#### 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
-------	-------------------------------------	-----	-----	-----

石山 修	大学連携研究設備ネットワーク、 ナノテクノロジープラットフォーム	明大寺	研究棟	325
------	-------------------------------------	-----	-----	-----

長谷川 久	大学連携研究設備ネットワーク	明大寺	研究棟	325
-------	----------------	-----	-----	-----

#### 特任専門員

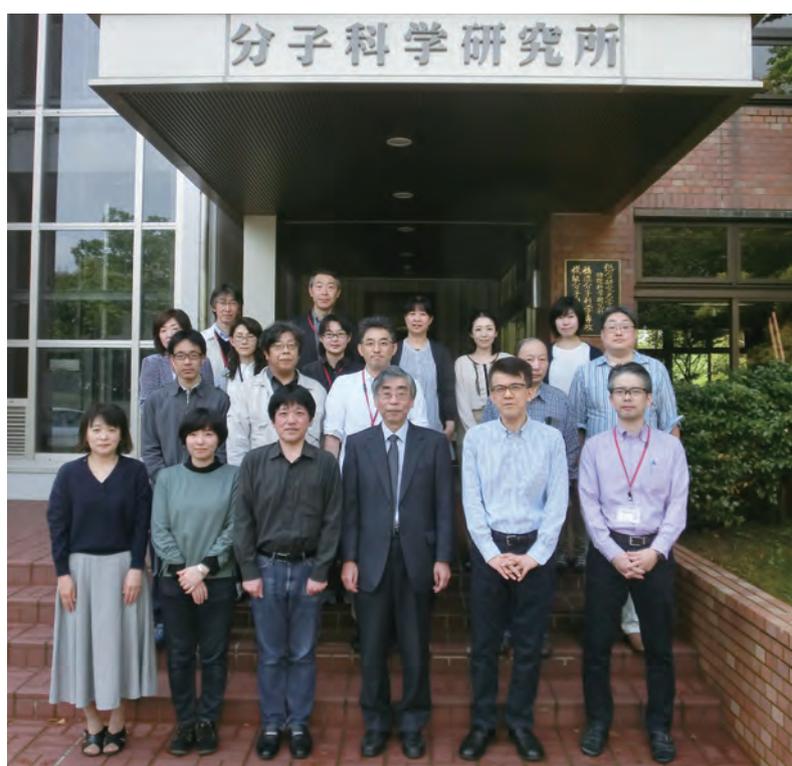
伊木志成子	ESR、SQUID、ESCA	明大寺	南実験棟	101
-------	----------------	-----	------	-----

## 技術支援員

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
外山 亜矢	SEM	明大寺	研究棟	322

## 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
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
遠山 遊	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	大学連携研究設備ネットワーク、 ナノテクノロジープラットフォーム	明大寺	研究棟	312
石川あずさ	大学連携研究設備ネットワーク、 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
<b>① 電子スピン共鳴 (ESR) 装置</b>		
Bruker EMX Plus	極低温棟 002	藤原・伊木・浅田・中村
Bruker E500	極低温棟 001	藤原・伊木・浅田・中村
Bruker E680	極低温棟 001	藤原・伊木・浅田・中村・上田
<b>② SQUID 型磁化測定装置</b>		
Quantum Design MPMS-7	極低温棟 006	藤原・伊木・浅田・中村
Quantum Design MPMS-XL7	極低温棟 006	藤原・伊木・浅田・中村
<b>③ 単結晶 X 線回折装置</b>		
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
<b>④ 結晶スポンジ法 X 線回折装置</b>		
Rigaku XtaLAB P200	山手 3 号館 4 階	三橋
Rigaku SuperNova	山手 3 号館 4 階	三橋
<b>⑤ 粉末 X 線回折装置</b>		
Rigaku RINT-UltimaIII	山手 3 号館 1 階 X 線回折測定室	藤原
<b>⑥ X 線溶液散乱測定装置</b>		
Rigaku NANO-Viewer	南実験棟 B14	秋山
<b>⑦ 電子分光装置</b>		
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	伊木
<b>⑧ 電子顕微鏡</b>		
電界放出型走査電子顕微鏡 (SEM) /JEOL JSM-6700F	山手 4 号館 103	石山・外山
低真空分析走査電子顕微鏡 (SEM) /Hitachi SU6600	実験棟 B09	石山・上田・外山
<b>⑨ 熱分析装置</b>		
MicroCal VP-DSC	山手 4 号館 101	水川・賣市・長尾
MicroCal iTC <sub>200</sub>	山手 4 号館 101	水川・賣市・長尾
Rigaku DSC8231/TG-DTA8122	極低温棟 010	藤原
<b>⑩ 質量分析計</b>		
Bruker microflex LRF	山手 4 号館 403	水川・賣市・藤川
<b>所内</b> JEOL JMS777V	山手 4 号館 405	水川・賣市・藤川
<b>⑪ 有機微量元素分析装置</b>		
<b>所内</b> J-SCIENCE LAB MICRO CORDER JM10	山手 4 号館 404	水川・賣市・藤川
<b>⑫ 蛍光 X 線分析装置</b>		
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・賣市・長尾
<b>所内</b> JEOL JNM-ECS400	山手 4 号館 408	水川・賣市・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・賣市・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

<b>所内</b> 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・浅田
液体ヘリウム自動供給装置	極低温棟 105	高山・浅田
液体ヘリウム貯槽	極低温棟 105	高山・浅田
液体窒素自動供給装置	化学試料棟前渡り廊下	高山・浅田
ヘリウム回収ライン	各実験室	高山・浅田

**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・賣市
液体ヘリウム貯槽	山手 4 号館	水川・賣市
液体窒素貯槽	山手 4 号館	水川・賣市
液体窒素自動供給装置	山手 4 号館 209	水川・賣市
ヘリウム回収ライン	各実験室	水川・賣市

※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。  
明大寺地区改修工事のため設置場所に関しては担当者にご確認ください。

## 4. 施設マップ

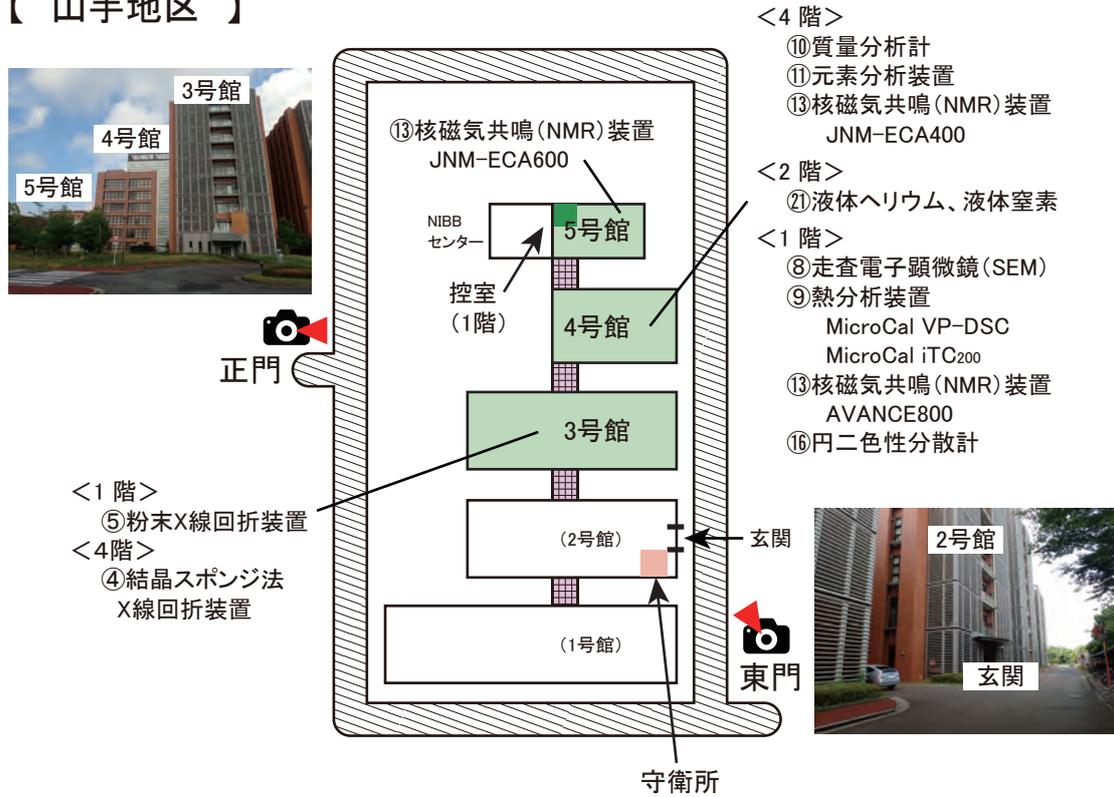
### 施設マップ

#### 【 明大寺地区 】



明大寺地区改修工事のため設置場所に関しては各担当者にご確認ください。

【 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、および大学院博士課程後期在学中の者が、当センターの設備を利用することができます。

- 国立・公立・私立大学法人（高等専門学校を含む）
- 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、下記の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し、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/service\\_h27\\_ic.html#sv](http://nanoims.ims.ac.jp/service_h27_ic.html#sv)

（HOME > 支援内容 > 機器センター施設利用）から、設備名を選択し設備担当者等をご確認ください。

〈その他、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いただきます。

## 4. 利用方法

まず、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/>) 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

利用期間	申請の種類	申込時期※ 1	申請書類	採択通知メール※ 4
通年 (4/1～翌3/31)	通常申請	前年度 12月締切	◆利用申請書： <u>Web申請</u> 共同利用申請システム※ 2 <a href="https://imsapply.ims.ac.jp/apply/">https://imsapply.ims.ac.jp/apply/</a> ◆承諾書： <u>郵送</u> ※ 3 書 式 <a href="http://nanoims.ims.ac.jp/iutilization_01.html#ut01-2">http://nanoims.ims.ac.jp/iutilization_01.html#ut01-2</a>	前年度3月下旬
前期 (4/1～9/30)	通常申請	3月下旬以降		申請から約2週間程
	随時申請			9月下旬
後期 (10/1～翌3/31)	通常申請	当年度 6月締切		申請から約2週間程
	随時申請	9月下旬以降		

※ 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、事前（遅くとも来所2週間前まで）に郵送にて提出。

〈放射線業務従事承認書 送付先〉

〒444-8585 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 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（記載の承認日以降）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。

## 5. センターの利用方法

### (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 まで、指定の書式（1人1フォーム、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）

◆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 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 申請内容に変更がある場合

申請書に記載のない方が来所する場合は ◆共同研究者追加願

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。

#### ※設備を追加で利用したい方

各設備担当者をご相談の上 ◆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。

#### (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。

#### (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いただきます。

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、いずれも有償利用となります。  
(利用料金：【成果公開型】<【成果非公開型】)
- 「支援内容」のページ [http://nanoims.ims.ac.jp/service\\_h27\\_ic.html#sv](http://nanoims.ims.ac.jp/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。
- 設備使用料は、後納でご利用いただけます。
- 見積書の発行はありません。

#### (2) 申請(郵送)

◆利用申請書を [http://nanoims.ims.ac.jp/utilization\\_02.html#ut01-2](http://nanoims.ims.ac.jp/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を来所 2 週間前までに郵送願います。

※申請から許可書発行まで、最短でも2週間かかります。利用開始日ご記入の際はご注意ください。

※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注意ください。

#### 〈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」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

#### (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】
<p>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いただきます。</p> <p>なお、成果公開を見合わせる必要がある場合は、成果公開を猶予することが可能です。公開猶予の理由を、事前に機器センター（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。</p> <p>≪利用報告書 と 業績リスト 送付先≫ ※ Web アップロードによる提出 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</p>	<p>ご利用の都度、1ヶ月以内に ◆利用報告書（成果非公開用）をご提出ください。 （書式は HP からダウンロード）</p> <p>≪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）</p>

◆設備使用料の納付

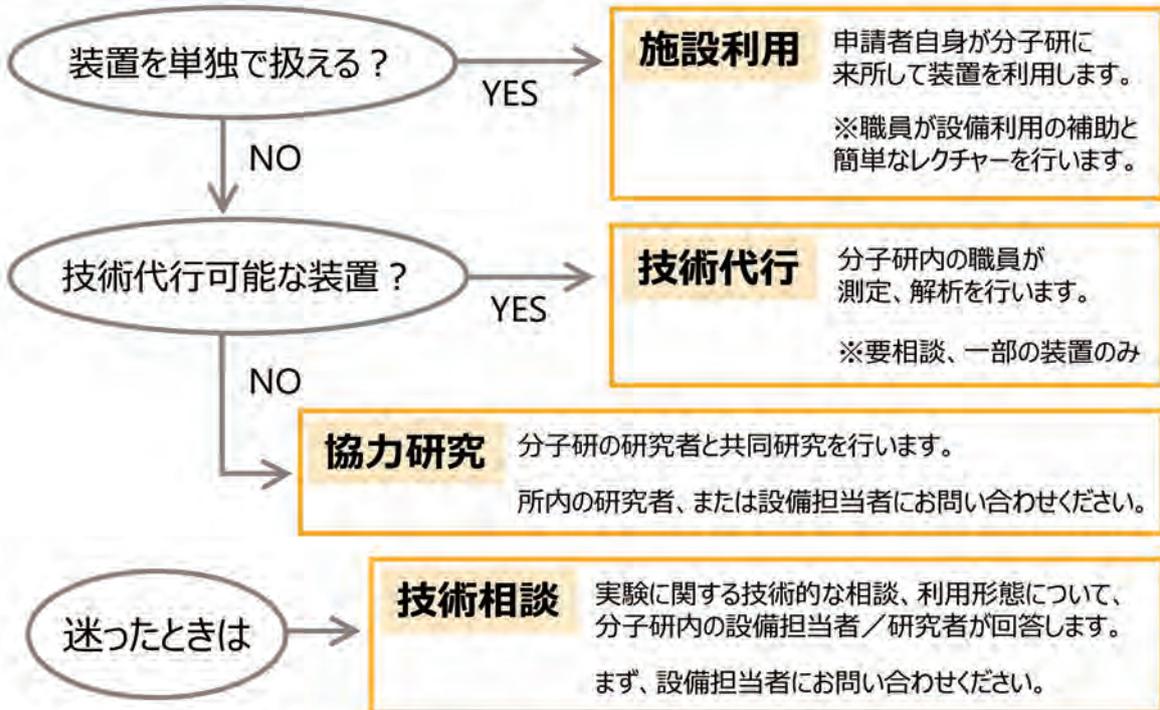
設備担当者が利用の実施を確認後、実際の利用状況をもとに金額が確定します。請求書を送付いたしますので、指定期日までに納付をお願いいたします。

## 5. センターの利用方法

### 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 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/>  
⇒ 機器センターホームページ  
<http://ic.ims.ac.jp>

## ナノプラットフォーム 利用形態



設備担当者一覧：[http://nanoims.ims.ac.jp/service\\_h27\\_ic.html#sv](http://nanoims.ims.ac.jp/service_h27_ic.html#sv)  
(HOME > 支援内容 > 機器センター施設利用)

設備担当者一斉連絡先：[ic-pub@ims.ac.jp](mailto:ic-pub@ims.ac.jp)

## 大学・官公庁の方 申請の種類

- **通常申請** (通年／半期) 利用を見越して、早めに申請してください。  
前期と通年申請：前年12月上旬締切、後期申請：当年6月末締切  
(<http://nanoims.ims.ac.jp/>にて詳細をお知らせします)

例：前期の通常申請

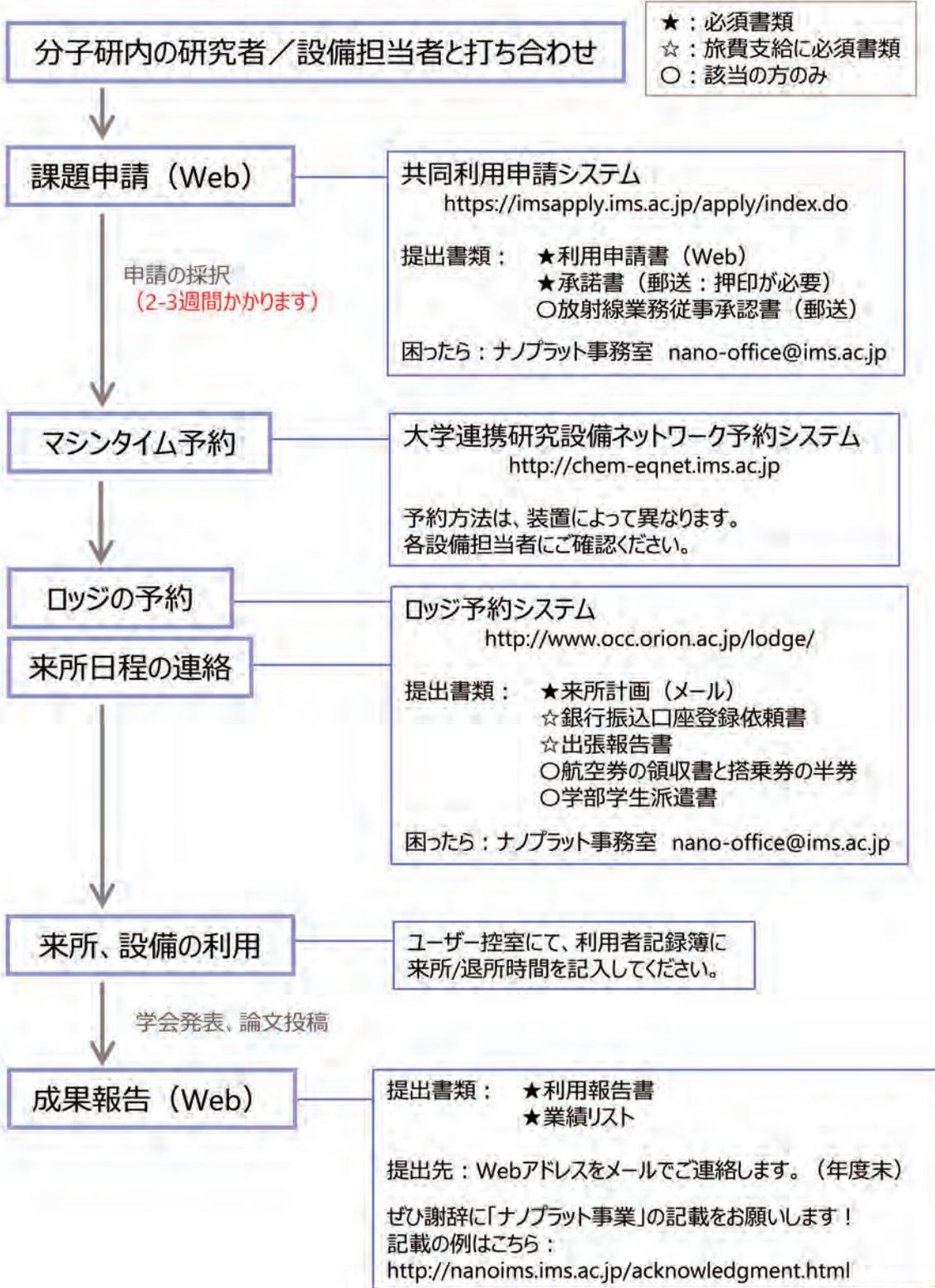


- **随時申請** (半期のみ) 申請・採択の後、利用可能です。

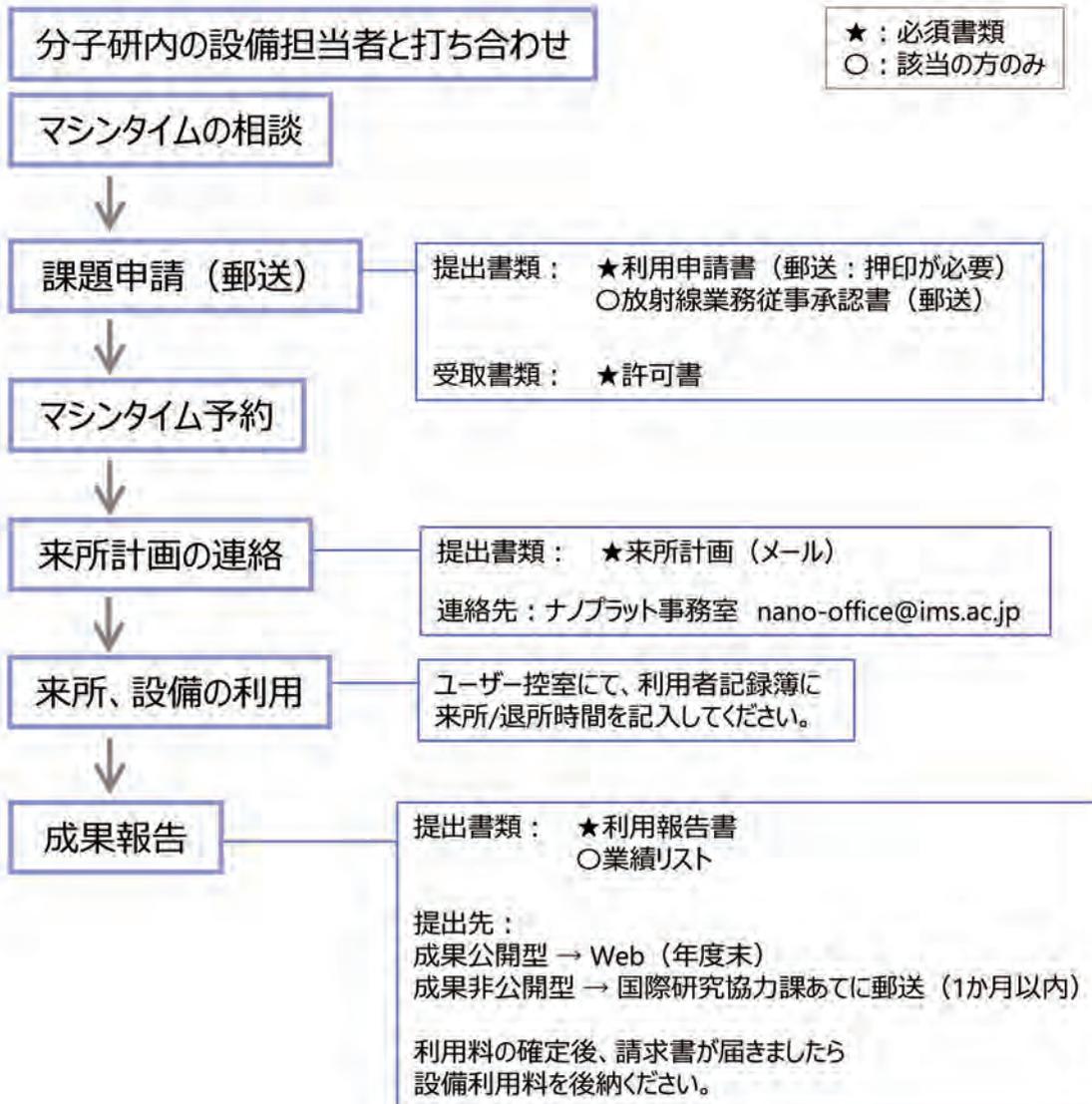
例：前期の随時申請



大学・官公庁の方 利用の流れ

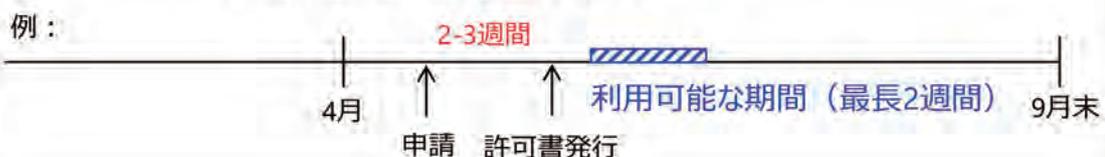


## 民間企業の方 利用の流れ



## 民間企業の方 申請の種類

- **随時申請のみ** 許可書の発行後、申請した期間内のみ利用可能です。  
利用のたびに申請をお願いします。



# 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。本システムは機器センターの設備のみならず、全国参画国立大学の登録共用設備を検索・予約する事もできます。2019年4月からは、従来の国立大学に加えて、公立大学・私立大学・高等専門学校等の参画機関も設備登録を可能とする事でネットワーク利用拡大を推進しております。また、2018年5月に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、機器センター内での設備利用に限定した利用方法について説明します。（設備ネットワークの概要は、『事業紹介：大学連携研究設備ネットワーク』を参照。）

## 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）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、お問い合わせフォームよりお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。）

- 予約システムにログインし、利用する設備を [予約] (①) - [設備を検索] (②) から分子科学研究所の装置を検索し、設備名 (③) をクリック (図2)。
- 設備詳細画面の [相互利用予約] (④) をクリック (図3)。
- 利用日時 (⑤) ・予算区分 (運営費交付金) (⑥) を選択し、[登録] (⑦) をクリック (図4)。続いて確認画面の [OK] をクリック。

大学連携研究設備ネットワーク

マイページ 予約 予約状況 課金状況

日本語(JP) 利用者

設備	公開範囲	カテゴリ	設備管理者	利用資格	相互利用	依頼測定
単結晶X線回折装置 (Rigaku社製 MERCURY CCD-1・R-Axis IV)	国学企	構造解析/元素分析 X線回折装置	分子科学研究所 機器センター 藤原 基晴	-	○	×
粉末X線回折装置 (Rigaku社製 RINT UltimateII)	国学企	構造解析/元素分析-粉末・薄膜X線回折、小角散乱 (XRD, SAXS)	分子科学研究所 機器センター 藤原 基晴	-	○	×
円二色性分散計 (日本分光 J-720WI)	国学企	光分析装置-旋光分散計・円二色性分散計	分子科学研究所 機器センター 水川 哲徳	-	○	×
高感度蛍光分光光度計 (SPEX Fluorolog 3-21)	国学企	光分析装置-蛍光分光装置 (FL)	分子科学研究所 機器センター 上田 正	-	○	×

Copyright (C) NIPPON CONTROL SYSTEM Corporation Version:2.0.0

図 2 設備検索

大学連携研究設備ネットワーク

マイページ 予約 予約状況 課金状況

日本語(JP) 利用者

設備詳細 お気に入り登録

### 設備

設備: 円二色性分散計 (日本分光 J-720WI)

設備コード: S-OT-IMS-IC-008

カテゴリ: 光分析装置  
旋光分散計・円二色性分散計

仕様: 日本分光 J-720WI (オプション) ペルチェ式恒温装置, クライオスタート, 温度コントローラ, タンパク質二次構造解析プログラム

設備所属: 分子科学研究所 機器センター

設備管理者: 水川 哲徳 管理者にメール

紹介のみ:

利用受付:  相互利用予約  依頼測定予約

備考: [所外] 要 施設利用申請, (参考URL) http://ic.ims.ac.jp

公開範囲: 国学企

Copyright (C) NIPPON CONTROL SYSTEM Corporation Version:2.0.0

図 3 設備詳細画面

## 5. センターの利用方法

The screenshot shows a web browser window with the URL [https://maintenance.eqnet.jp/top#/reservation/reservations/new?equipment\\_id=3698](https://maintenance.eqnet.jp/top#/reservation/reservations/new?equipment_id=3698). The page title is "大学連携研究設備ネットワーク" (University-linked Research Equipment Network). The main content area is titled "予約空き状況" (Reservation Availability Status) and displays a calendar for the week of May 5, 2019, to May 11, 2019. The calendar shows time slots from 7:00 to 14:00. The days are color-coded: red for the user's own reservations, purple for others, blue for maintenance, orange for breakdowns, green for scheduled maintenance, and light blue for non-usage times. Below the calendar, there is a "予約内容" (Reservation Details) section with fields for "予約開始\*" (Reservation Start) and "予約終了\*" (Reservation End), both set to 2019-05-07 13:00 and 2019-05-07 13:15 respectively. There are also fields for "通信機-利用者宛" (Communication Device - User) and "通信機-設備管理者宛" (Communication Device - Equipment Manager). A "利用予約区分\*" (Usage Reservation Category) field is set to "運営費交付金 (IMS機器センター) (費 10,000 円)" (Operating Expenses (IMS Equipment Center) (Fee 10,000 Yen)), with a "私費" (Private Expense) checkbox. At the bottom, there are buttons for "登録" (Register) and "キャンセル" (Cancel). The interface includes a navigation menu at the top with options like "マイページ" (My Page), "予約" (Reservation), "予約状況" (Reservation Status), and "課金状況" (Billing Status). The language is set to Japanese (JP) and the user is logged in.

図 4 予約テーブル

### (2) 予約の確認、修正、取消

[予約状況] (⑧) 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 (⑨) 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。

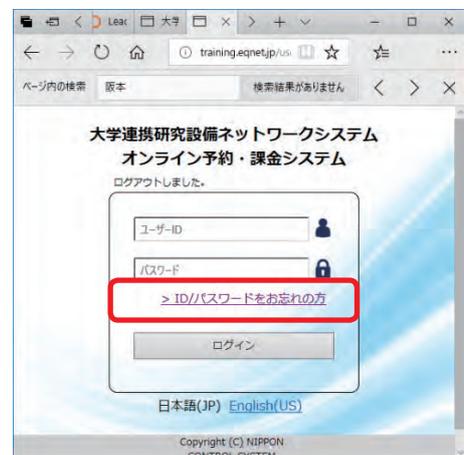


図 6 トップページのログイン部分

※ 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/howto/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](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ヤ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) スキヤナーで、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」ボタンを押し。
- (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5ℓ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30年度後期 1ℓ当たり140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](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30年度後期 1ℓ 当たり 67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30年度後期 1ℓ 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。現在（令和元年度）は、80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、令和元年度機器保管場所は、「南実験棟 3階 S321」です。  
（令和2年度は極低温棟 2階へ移る予定）

### 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、下に送り「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 選多

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 31 年 4 月 26 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いただきます。貸出期間については、原則 2 週間とさせて頂いておりますので、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。

- 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 選多

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：令和元年5月10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（80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	水銀キセノンランプ	1
ボックスカー積分器	22	標準ハロゲンランプ	1
広帯域前置増幅器	4	パルスウェーブメーター	1
高速電流増幅器	1	光スペクトラムアナライザー	1
ユニバーサルカウンター	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)	6
シンセサイズドスイーパー	1	高圧安定化電源	10
任意波形発生器	1	データロガー	1
デジタルディレイジェネレーター	5	時間軸較正器	1
デジタルマルチメーター	3	C.F. ディスクリミネーター	1
デジタルボルトメーター	1	フラックスゲート型磁力計	1
シングルモノクロメーター	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 2 階 201 号室）をご利用いただけます。（注 1：改修工事中、場所変更や使用制限等の可能性があります。）

### 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)  $\sim 3$  Pa、(DP)  $\sim 10^{-4}$  Pa、[接続] JTS15/25、 $\phi 6$  mm 管）
- 真空型グローブボックス（UNICO・UN-12L、ガス循環精製装置、自動内圧調整器）  
寸法（mm）：メインボックス 1200 × 650 × 600、パスボックス 250 × 250 × 350  
ガス循環精製装置運転時（アルゴン雰囲気）：酸素濃度 1ppm 以下、露点  $-73 \sim 76^{\circ}\text{C}$
- 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、南実験棟1階113号室、および南実験棟2階207号室（改修工事のための仮控室、UVSOR利用者と共用）にあります。令和2年度からはレーザーセンター棟2階に新設します。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。

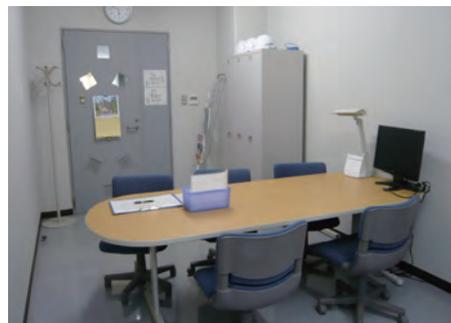
当センターの施設利用者の方であれば、どなたでもご利用いただけますが、利用の際は、設備担当者、あるいは機器センター事務室までお知らせください。来所・退所記録簿へのご記入も控室にてお願いしております。

お気軽に、ご利用くださいませ。

#### 明大寺 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、伊木、浅田、中村



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 <sub>2</sub> ] 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 <sub>2</sub> ]
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<sub>2</sub>) 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 値校正)、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  $\phi$  4 mm、長さ 250 mm、Q-band: 外径  $\phi$  2 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) 浅田、藤原、伊木、中村 レーザー担当) 上田



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 アンブ 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ド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ックスの直接測定や、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更新により 50Hz、250 ~ 2000nm での光誘起時間分解測定 (X-, Q-band) も可能。

### 測定方法

石英管 (X-band : 外径  $\phi$  4 mm、Q-band : 外径  $\phi$  1.6 mm、W-band : 外径  $\phi$  0.9 mm、長さ 100 mm) に試料を封入。

### 備考

初めての利用の方は、お問合せ下さい。

## 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、伊木、浅田、中村



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 (オープン使用時)
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プン マグネトリセット 垂直・水平サンプルローテータ トランスバース検出



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)

(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
---------	---------------------

### 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、オープン使用時、800K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φ6 mm)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。オープン利用時は、ガラス管(外径φ3 mm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<sub>2</sub>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

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

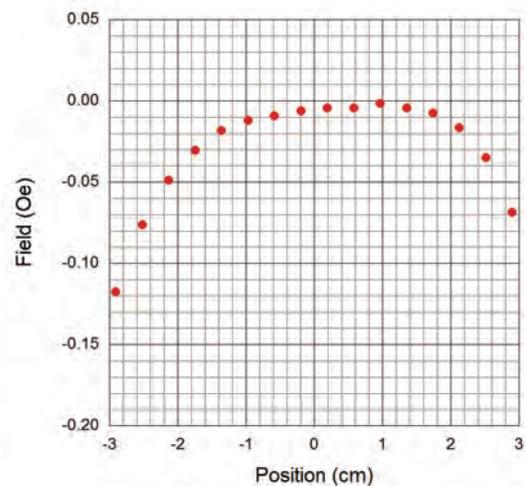


図1 磁場勾配プロフィール

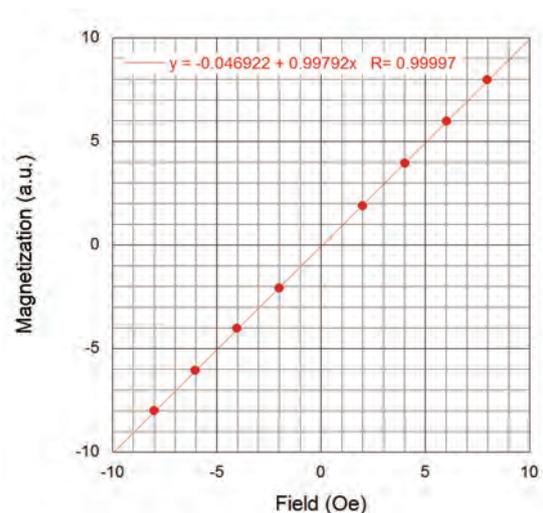


図2 磁化の磁場依存性

## 単結晶 X 線回折装置

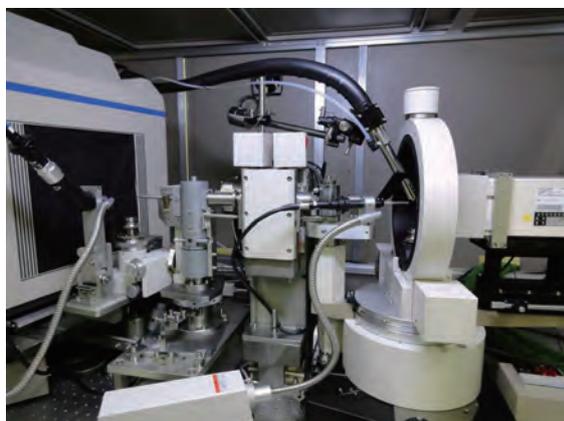
### 概要

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を得られる。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  $\mu\text{m}$  サイズの単結晶試料が作成出来れば、数十分～数時間程度で測定～解析が行える。

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

担当) 藤原



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	$\phi$ 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 $\chi$ 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、-3 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



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	回転対陰極型、Mo 50kV・16mA (0.8 kW) コンフォーカルミラー使用
コリメータ	φ 0.3 mm
ゴニオメータ	AFC10 κ
検出器	HyPix-6000HE
温度可変	・ 100 K ~ 室温 (N <sub>2</sub> 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：CrysAlis <sup>Pro</sup> , Crystal Clear 解析：Olex2, Crystal Structure

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 φ0.1 ~ 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 のものが取り付けられている。

## • 低温測定

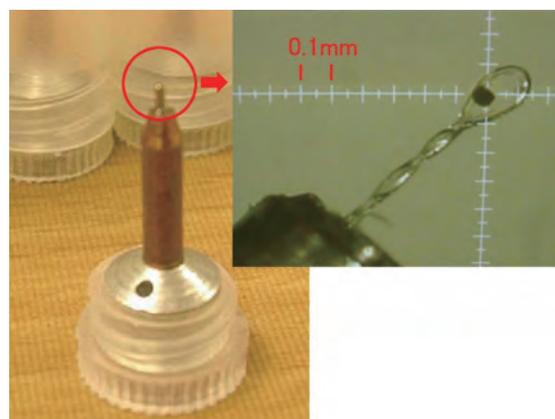
ガス吹き付け型の冷却装置で、到達温度は、N<sub>2</sub> ガスモードで 100 K、He ガスモードで 24 K (実測)。到達時間は、N<sub>2</sub> で 240 分、He で 150 分かかる。運転モードの切り替えは、He から N<sub>2</sub> には迅速に切り替え可能だが、N<sub>2</sub> から He の場合は、冷凍機を一旦室温に戻す必要がある。

N<sub>2</sub> ガスは PSA、He ガスはボンベからの供給で、He ボンベは稼働中でも交換可能。He ガス使用の場合、所内利用は実費が必要。

測定方法

## • マウント

0.1 ~ 0.2 mm 角以下の単結晶を、マグネット台座付サンプルループに、ワセリン等で固定する。

その他

ケンブリッジ結晶構造データベース (CSD) が利用可能。ID・Password 等、詳細は担当者まで。

## 結晶スポンジ法による分子構造解析

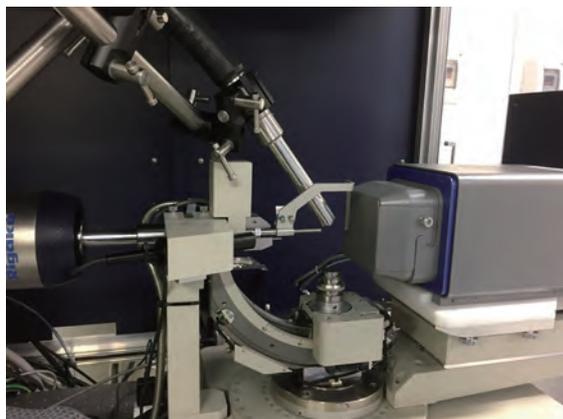
### 概要

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<sup>1</sup>。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。

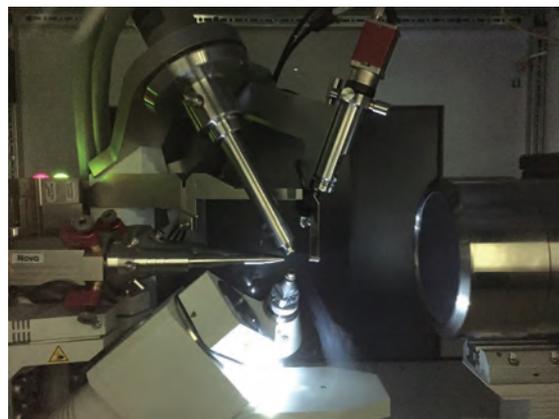
### 設備紹介 (XtaLAB P200, SuperNova)

担当) 三橋



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
カメラ長	110 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 <sup>Pro</sup>



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・24 mA (1.2 kW) Cu: 40 kV・30 mA (1.2 kW)
コリメータ	φ 0.3、0.5 mm
カメラ長	101.2 mm
ゴニオメータ	κ ゴニオメータ
検出器	直接光子検出型半導体検出器
温度可変	100 K ~ 室温
ソフトウェア	CrysAlis <sup>Pro</sup>

## 特徴

### • 結晶化不要

本手法では、予め合成した結晶スポンジに単結晶性を保ちながら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、原理的には数十 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。

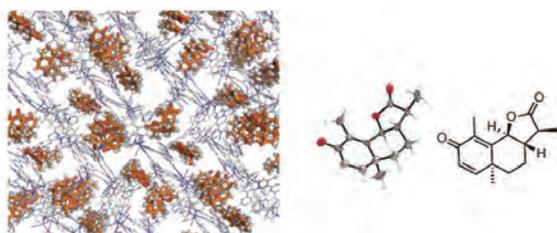


図1 サントニンの結晶構造

## 測定方法

### • 結晶スポンジ作製

既報<sup>1-3</sup>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「溶媒置換」の項目まで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, 15

## 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



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	$\theta$ s/ $\theta$ d 連動、 $\theta$ s 単独、 $\theta$ d 単独 -3 ~ +154 deg. ( $2\theta$ )
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)

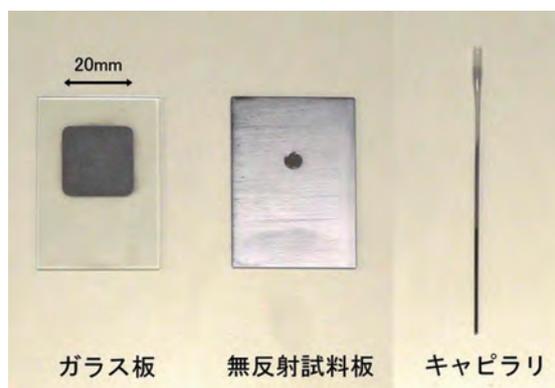
制御 PC	Windows7
ソフトウェア	PDXL (基本、定性、リートベルト、PDF-2)、Nano-Solver

### 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



メーカー：Rigaku

型式：Nano-Viewer

導入年度：平成 25 年度

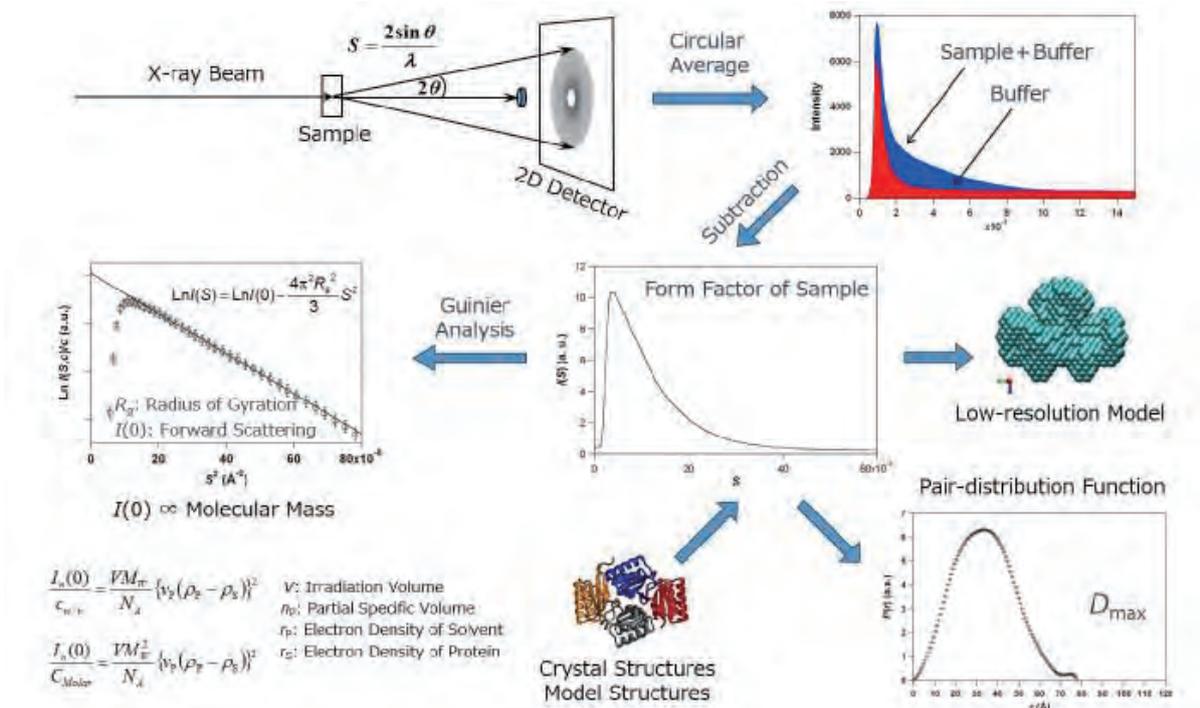
(主な仕様)

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 <sup>-1</sup> )	0.0063 ~ 1.703 Å
d (Å)	3.7 ~ 994 Å
試料体積	26 μL
試料温度	4 ~ 100°C

### X線溶液散乱について

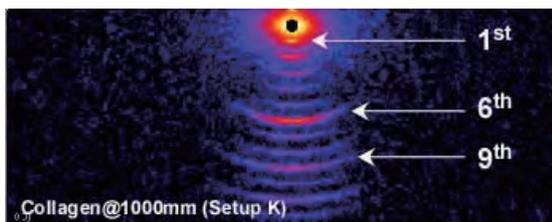
液状の試料を光軸上に設置してX線を照射し、散乱されたX線の強度や角度分布を2次元検出器で記録する。均一なタンパク質溶液試料の場合、結晶性（配向性）試料とは違って散乱像は等方的になる。したがって、散乱原点を中心に円環平均すると散乱角度 (Q) に依存した散乱X線強度  $I(Q)$  が得られる。タンパク質溶液からの散乱強度、溶媒のみからの散乱強度、これらを個別に記録して差分を取ると、溶質（タンパク質分子）の散乱曲線が得られる。この散乱曲線には構造情報が含まれており、ギニエ解析による回転半径や原点散乱強度の評価、間接フーリエ変換による動径分布距離解析、低分解能像（分子形状）の推定、既知の結晶構造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

## 6. 所有設備紹介



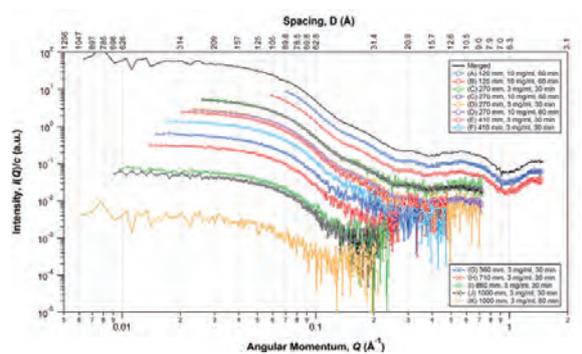
### 小角カメラ表

Camera Setup	Camera Length (mm)	1st (mm)	2nd (mm)	3rd (mm)	BS (mm)	$Q_{min}$ ( $\text{\AA}^{-1}$ )	$D_{max}$ ( $\text{\AA}$ )	$Q_{max}$ ( $\text{\AA}^{-1}$ )	$D_{min}$ ( $\text{\AA}$ )
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	0.776	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)。3mg/ml の試料濃度で 30min 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

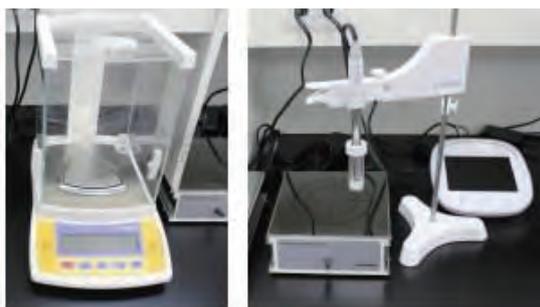
算としている。図中の散乱曲線は試料濃度と露光時間に対して規格化されているが、ビーム強度に対しては規格化されていない。小角カメラ設定が A から K となるにつれ、測定可能領域は広角（高分解能）側から小角（低分解能）側へとシフトしていき、同時に入射ビーム強度が弱くなるために信号強度が弱くなっていく。

#### 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によって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、解良



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 I $\alpha$ = 21.218 eV ・ He II $\alpha$ = 40.814 eV

エネルギー分解能	He I $\alpha$ 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 $\mu$ m)
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	$6 \times 10^{-9}$ 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

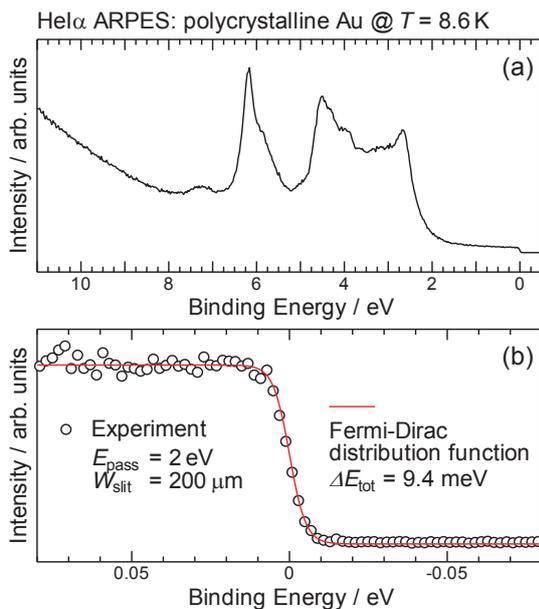


図1 He I $\alpha$ によるAu板のARUPSスペクトル。(a) 価電子帯全域, (b) フェルミ準位近傍

図1にAuのHe I $\alpha$  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  $\mu\text{m}$ 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。

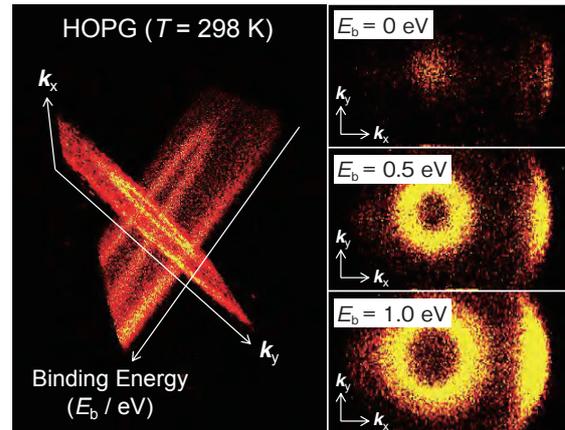


図2 He I $\alpha$ によるHOPGのARUPSスペクトルイメージとディラック点近傍 ( $k_x \sim 1.7 \text{ \AA}^{-1}$ ) における等エネルギー面マッピング。

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 $\alpha$  ARUPSイメージを示す。HOPGやグラフェンでは、 $\pi$ 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。



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-K $\alpha$ 線を用いた清浄化処理を行っていない銀板の Ag3d <sub>5/2</sub> , Entrance Slit 6 × 12mm, 半値幅は, 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 $\phi$ 6mm ③ $\phi$ 2mm ④ $\phi$ 1mm ⑤ 1 × 12 mm
真空度	4 × 10 <sup>-8</sup> 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

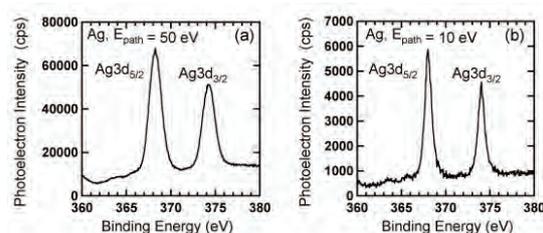


図 1 Mg-K $\alpha$ による清浄化処理を行っていない銀板の Ag3d<sub>5/2</sub> の光電子スペクトル。(a) パスエネルギー 50eV, (b) パスエネルギー 10eV

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  $6 \times 12\text{mm}$  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。

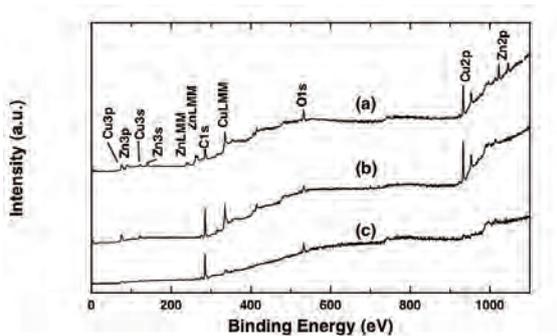


図2 銅板および真鍮板の光電子スペクトル。  
(a) ピカール研磨された真鍮板, (b) ピカール研磨された銅板, (c) 未研磨の銅板

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 Cls, O1s が観測されているが、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。

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

担当）外山、石山



### 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、カーボンコーターを提供。

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（サンヨー電子）

## 設備紹介（低真空分析走査電子顕微鏡（SEM-EDX） / SU6600）

担当）外山、上田、石山



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  
ンパインシステム

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 (<math>10^{-3}</math> 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 °C (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 <sup>2</sup> (15 mm <sup>2</sup> × 4)
検出元素範囲	B ~ Am
分解能	133 eV (Mn-K $\alpha$ ) 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 <sup>2</sup>
検出元素範囲	Be ~ Am
分解能	121 eV (Mn-K $\alpha$ ) 以下

### 特徴

- 低真空モードにより、高真空中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<sup>2</sup> 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 °C 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。

## 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などがある。

### 設備紹介 (示差走査型カロリメーター (VP-DSC))

担当) 水川、賣市、長尾



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 °C
セル容量	500 μl
スキャン	upscan mode : 0 ~ 90 °C /hr
速度	downscan mode : 0 ~ -60 °C /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<sub>200</sub>))

担当) 水川、賣市、長尾



メーカー：MicroCal  
型 式：iTC<sub>200</sub>  
導入年度：平成 21 年度

#### (主な仕様)

温度範囲	2 ~ 80 °C
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



メーカー：Rigaku

型 式：DSC8231/TG-DTA8122

導入年度：平成 29 年度

(主な仕様 :DSC)

温度範囲	-130 ~ 500 °C
サンプルパン	Al : φ5 mm × 2.5 mmh (45 μl)
昇温速度	1 °C /h ~ 20 °C /min
降温速度	20 °C /min (70 °C まで) 10 °C /min (-50 °C まで) 5 °C /min (-100 °C 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 °C
サンプルパン	アルミナ、Pt、Al: φ5 mm×2.5 mmh (45 μl)
昇温速度	1 °C /h ~ 20 °C /min
降温速度	20 °C /min (300 °C まで) 10 °C /min (200 °C まで) 5 °C /min (150 °C まで) (空冷冷却ファン使用時、 1000 から 50 °C 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 (1280x1024 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。

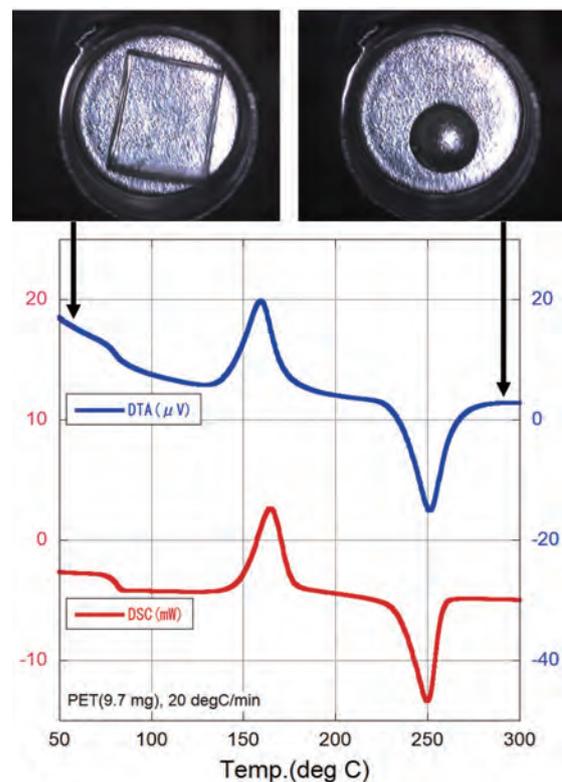


図 1 PET の TG-DTA (上)、DSC (下) 測定

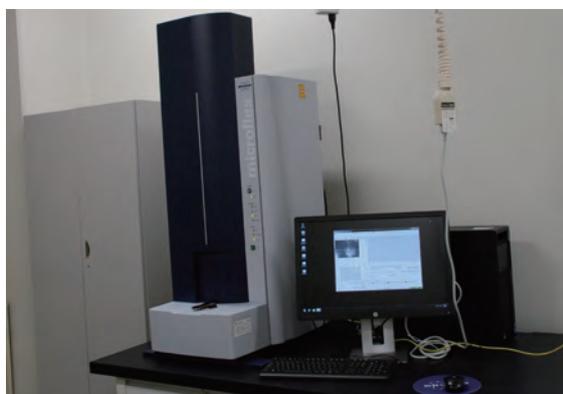
## 質量分析計

### 概要

質量分析計は試料導入部・イオン化部・質量分離部から構成される。機器センター所有の装置はイオン化部としてMALDI,FAB,EI,CIがある。サンプルの性質によって適切なものを選択すると、分子イオンから分子の質量、フラグメントイオンから分子の構造に関する情報が得られる。

### 設備紹介 (microflex LRF)

担当) 水川、賣市、藤川



メーカー：Bruker Daltonics

型式：microflex LRF

導入年度：2018年度

(主な仕様) イオン化法 MALDI

質量範囲	m/z 1-300,000
リニアモード 分解能	$\geq 400$ (insulin) $\geq 600$ (Myoglobin M 2+) $\geq 700$ (Cytochrome C) $\geq 800$ (Myoglobin)
リフレクター モード 分解能	$> 6,000$ (Angiotensin II) $> 9,000$ (Bombesin) $> 10,000$ (ACTH (1-17)) $> 12,000$ (ACTH (18-39))
リニアモード 質量精度	$\leq 200$ ppm (External Calibration) $\leq 150$ ppm (Internal Calibration)

リフレクター モード 質量精度	$\leq 75$ ppm (External Calibration) $\leq 15$ 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。

## 設備紹介 (JMS777V)

所内専用

担当) 水川、賣市、藤川



メーカー：JEOL

型 式：JMS777V

導入年度：2008 年度

(主な仕様) イオン化法 FAB,EI,CI

質量範囲	最大質量数 2,400 ダルトン (加速電圧 10kV)
分解能	EI モード $R \geq 60,000$ (10% 谷)
感度	EI モード： $4 \times 10^{-7}$ クーロン / $\mu\text{g}$ 以上 M+=298 メチルステアレート (R=1,000) CI モード： $3 \times 10^{-8}$ クーロン / $\mu\text{g}$ 以上 MH+=299 メチルステアレート (R=1,000) FAB モード： $8 \times 10^{-11}$ A 以上 MH+=369 グリセロール (R=1,000)

特徴

高速原子衝撃イオン化法 (Fast Atom Bombardment)。試料溶液、または試料をマトリックスに溶解した溶液を中性原子で衝撃しイオン化を行う。試料に対する高速原子衝撃は次の三つの過程を経て行われる。

(1) キセノンガス (Xe) がイオン銃 (3KV)

内で  $\text{Xe}^+$  イオンとなる。

- (2) 生成  $\text{Xe}^+$  イオンが電場勾配をもったイオン銃の中を高速で通過後、Xe で充たされたガスチャンバー (-3KV) へ導入される。そこで電荷交換 (Charge exchange) されて 6keV の高速中性粒子  $\text{Xe}^*$  が生じる。
- (3) この高速中性粒子はターゲット (試料表面) を約  $20^\circ$  の角度で衝撃し二次イオンを生成する。

\* 依頼分析を以下のように行っている。

- (1) 1 試料につき数 mg 程度を採取しやすいサンプル管に入れて下さい。
- (2) サンプル管には試料名を明記して下さい。
- (3) 依頼は大学連携研究設備ネットワークを通して受け付けます。質量分析依頼書に必要な事項を記入の上、PDF ファイルに変換し、アップロードしてください。希望測定期限には 1 週間以上先の日付を入力してください。
- (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。

備考

所外公開はせず、所内専用で運用している。  
相互利用で利用者自身での測定も可能。

## 有機微量元素分析装置

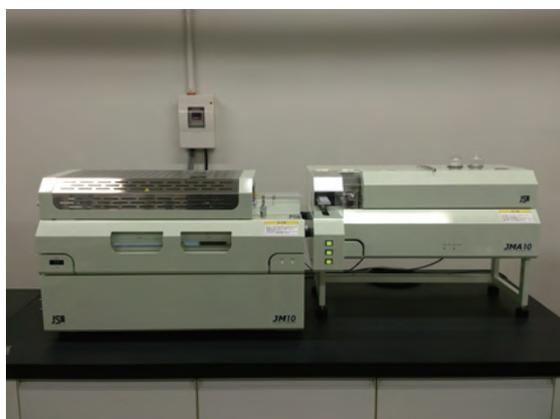
### 概要

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。

設備紹介 (MICRO CORDER JM10)

所内専用

担当) 水川、賣市、藤川



メーカー：J-SCIENCE LAB

型式：MICRO CORDER JM10

導入年度：2011 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 ~ 400 $\mu$ g 炭素 3 ~ 2600 $\mu$ g 窒素 1 ~ 1000 $\mu$ g

### 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、十分な量として 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) 依頼は大学連携研究設備ネットワークを通して受け付けます。元素分析依頼書に必要な事項を記入の上、PDF ファイルに変換し、アップロードしてください。希望測定期限には 1 週間以上先の日付を入力してください。
  - (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手山 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。
- 注) 吸湿性のある試料はユーザーにてカプセルに封入していただきます。

### 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:\MKData\2012.3.29.DIP					
サンプル No. 10					
試料名 : Sample A					
試料量 : 1868.0 [ $\mu$ g]					
気圧 : 1021.2 [hPa]					
分析時 : 2012/03/29 18:21:34					
	H	C	N		
検出感度 [ $\mu$ g/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 [ $\mu$ g]	119.10	1312.98	279.16	1711.24	
分析値 [%]	6.38	70.29	14.94	91.61	
検定値 [%]	6.43	70.19	14.68		
$\Delta$ [%]	-0.05	+0.10	+0.06		

2012/03/29			
No. 10	Sample name	Sample A	
Sample ( $\mu$ g)	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



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



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)	$^1\text{H} = 8800$ 、 $^{13}\text{C} = 1900$
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  $^1\text{H}$  および  $^{13}\text{C}$  プリアンプを搭載し、 $^1\text{H}$ 、 $^{13}\text{C}$  の高感度測定に最適化されている。

## 設備紹介 (AVANCE600)

担当) 西村



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 : $^1\text{H} \geq 1028$
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 $\mu\text{l}$
- 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:  $-50^{\circ}\text{C}$ 、固体:  $-30^{\circ}\text{C}$

## 設備紹介 (JNM-ECA600)

担当) 水川、賣市、長尾



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) : $^1\text{H} \geq 850$ 、 $^{13}\text{C} \geq 330$

プローブ	Royal、HCNFG3、T10L
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)
- 溶液の HCN 三重共鳴測定が可能
- 長時間低温測定ユニットによる長時間低温測定 ( $-30^{\circ}\text{C}$  まで) が可能
- 液体窒素 30L 容器を用いた低温測定が可能 (Royal:  $-100^{\circ}\text{C}$  まで、T10L:  $-50^{\circ}\text{C}$  まで)
- 予約は 15 分単位で、長時間測定優先

## 6. 所有設備紹介

設備紹介 (JNM-ECS400)

所内専用

担当) 水川、賣市、長尾



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)	$^1\text{H} \geq 280$ 、 $^{13}\text{C} \geq 190$
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	$^1\text{H}$	$^{13}\text{C}$ , $^{15}\text{N}$	+5~+75℃	○
AVANCE600	5 mm H-C-N TXI 型	$^1\text{H}$	$^{13}\text{C}$ , $^{15}\text{N}$	-50~+80℃	○
	2.5 mm H-C-N CPMAS	$^1\text{H}$ , $^{13}\text{C}$ , $^{15}\text{N}$	$^1\text{H}$ , $^{13}\text{C}$ , $^{15}\text{N}$	-30~+80℃	×
ECA600	5 mm Royal	$^1\text{H}$ or $^{19}\text{F}$	$^{15}\text{N} \sim ^{31}\text{P}$	-100~+150℃	○
	5 mm HCNFG3	$^1\text{H}$	$^{13}\text{C}$ , $^{15}\text{N}$	-20~+100℃	×
	10 mm T10L	$^{103}\text{Rh} \sim ^{15}\text{N}$	$^1\text{H}$	-50~+120℃	×
ECS400	5 mm TH5AT/FG	$^{15}\text{N} \sim ^{31}\text{P}$	$^1\text{H}$ or $^{19}\text{F}$	-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



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 0.7 W at 790 nm) (Pump (YLF) 9 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) 蛍光寿命測定システムを構築。(要相談)

TCSPC モジュール (ソフトウェア含)、受光素子フォトマル (PicoQuant 社製)

測定例：広帯域青緑色蛍光体  $\alpha$  サイアロン (NIMS 製)、蛍光寿命 46 ns (図 1)

### 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光学系の切り換えによって、赤外光用 OPA (TOPAS 800 : Travelling - wave Optical Parametric Amplifier of Superfluorescence 800)、或いは 2 倍波 (395 nm) の後、紫外光用 OPA (TOPAS 400) を励起し、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

## 6. 所有設備紹介

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に波長を入力することで希望の波長を出力できる。

- (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	

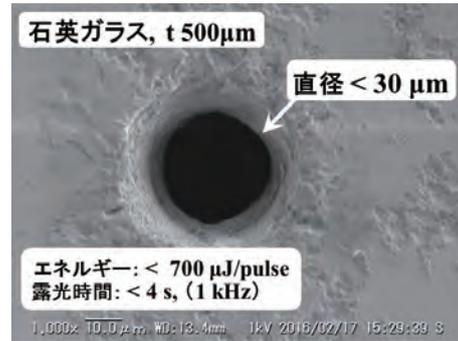


写真1 加工例

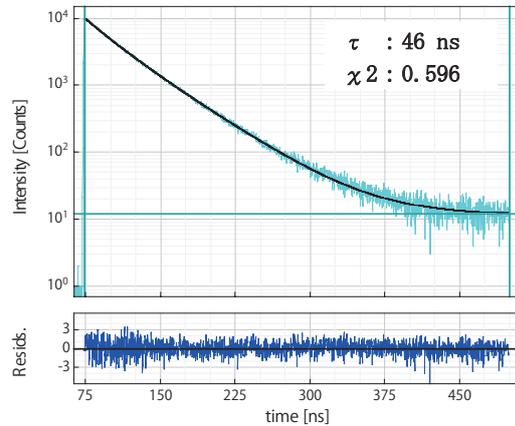


図1 広帯域青緑色蛍光体 αサイアロン (NIMS)

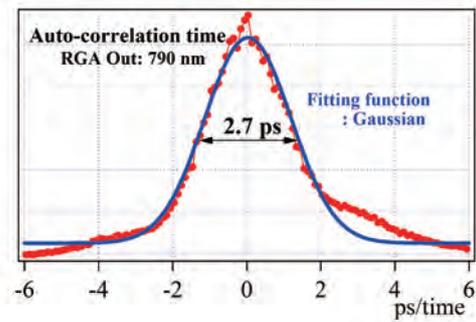


図3 パルス幅の測定

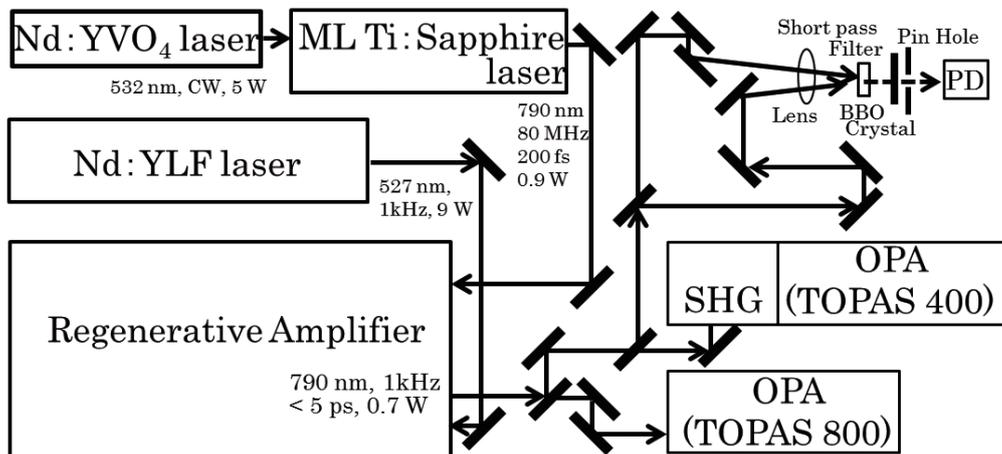


図2 ブロック図

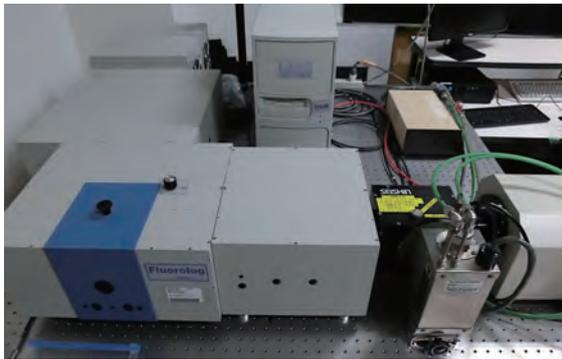
## 蛍光分光光度計

### 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



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 ソフトウェア 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。

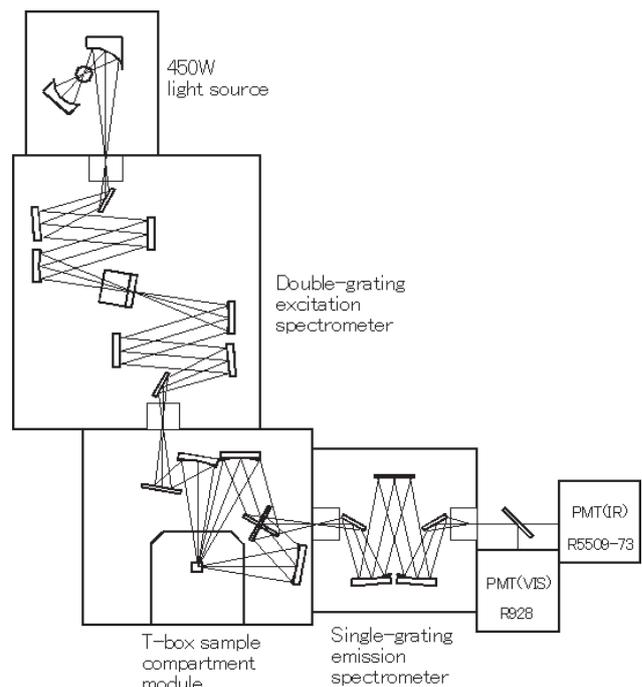


図 1 光学系概略図

## 6. 所有設備紹介

- 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雑光を実現している。
- 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、

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

で定義されている。バックグラウ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。

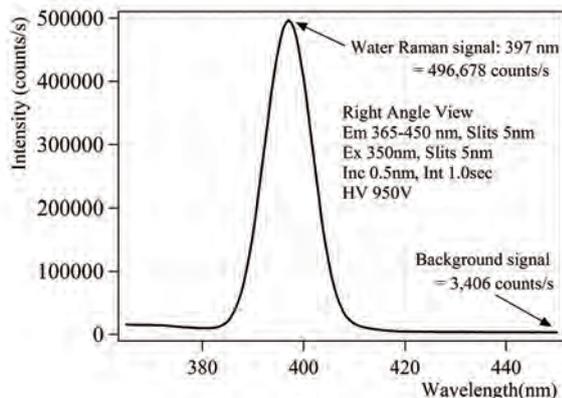


図2 水のラマンスペクトル

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。

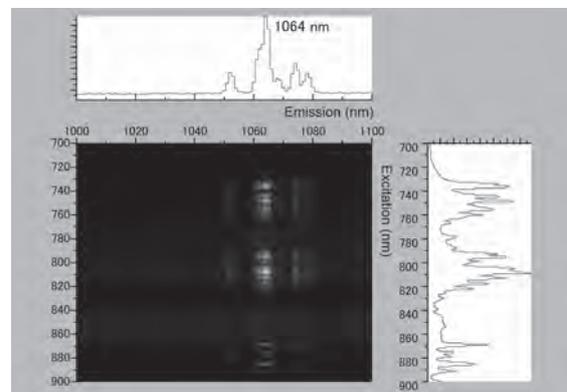


図3 蛍光励起スペクトル

## 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 $\Delta A$ （通常は楕円率 $\theta$ 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 $\theta$ をもって定義され、 $\Delta A$ が小さいと $\theta = 33 \times \Delta A$ が成り立つ。CD測定でのフルスケールは $\theta$ 表示（単位 mdeg）である。

### 設備紹介 (J-720WI)

担当) 水川、賣市、藤川



メーカー：JASCO  
 型式：J-720WI  
 導入年度：1995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 ~ 3000 $\mu$ m

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ェ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



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	スリット 5 nm
平坦度	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 ~ 2600nm)  
 鏡面反射測定装置  
 (入射角 5° 相対反射)  
 電子冷却式恒温セルホルダ  
 (7 ~ 60℃)

### 特徴

- 測定波長領域が広い。
- 光源にヨウ素タンゲステンランプ(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



メーカー：Bruker

型 式：IFS 66v/S

導入年度：平成 16 年

(主な仕様)

Beam Splitter	波長領域 (cm <sup>-1</sup> )
Far-IR Mylar	20 - 500
KBr	375 - 7000
CaF <sub>2</sub>	2800 - 12000
Quartz	2800 - 12000
検出器	検出領域 (cm <sup>-1</sup> )
Bolometer	>5
DTGS	10 - 4000
MCT	420 - 8000
光源	波長領域
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 (φ5 mm ダイス、ハンドプレス。波長範囲 300 cm<sup>-1</sup> 以上、CsI を用いた場合は 150 cm<sup>-1</sup> 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

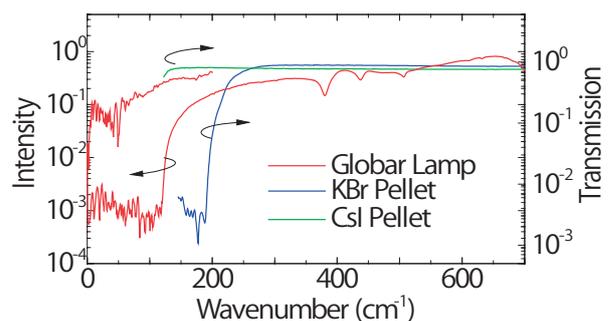


図 Globar 光源の放射強度と KBr, CsI ペレットの透過スペクトル

## 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



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 <sup>-1</sup>
	測定範囲	100 ~ 3200 cm <sup>-1</sup>
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) (x100)

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、 $^3\text{He}$  と  $^4\text{He}$  を混合するとき生じる吸熱効果を利用して、絶対零度 ( $-273\text{ °C}$ ) 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、超伝導体の極低温下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



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 $\mu\text{W}$ (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 150  $\ell$  と液体窒素 100  $\ell$  程度が必要。また 4、5日に一度、50  $\ell$  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、浅田



#### (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 <sup>3</sup> /hr、50 Nm <sup>3</sup> /hr
ガスバッグ	40 m <sup>3</sup>
ガスホルダー	50 m <sup>3</sup>
長尺カードル	60 m <sup>3</sup> × 36、75 m <sup>3</sup> × 25
バッファータンク	10 m <sup>3</sup> × 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。



## (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 <sup>3</sup> /hr × 2
ガスバッグ	35m <sup>3</sup> 、28m <sup>3</sup>
長尺カードル	75 m <sup>3</sup> × 50
バッファータンク	6 m <sup>3</sup>

## (2) 液体窒素関係

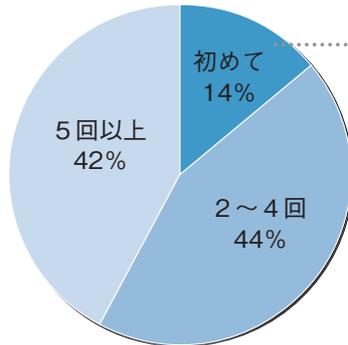
液体窒素自動供給装置 × 2

## 所外利用者アンケート報告

平成30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 56 件、配布数 88 件（回収率 64%）

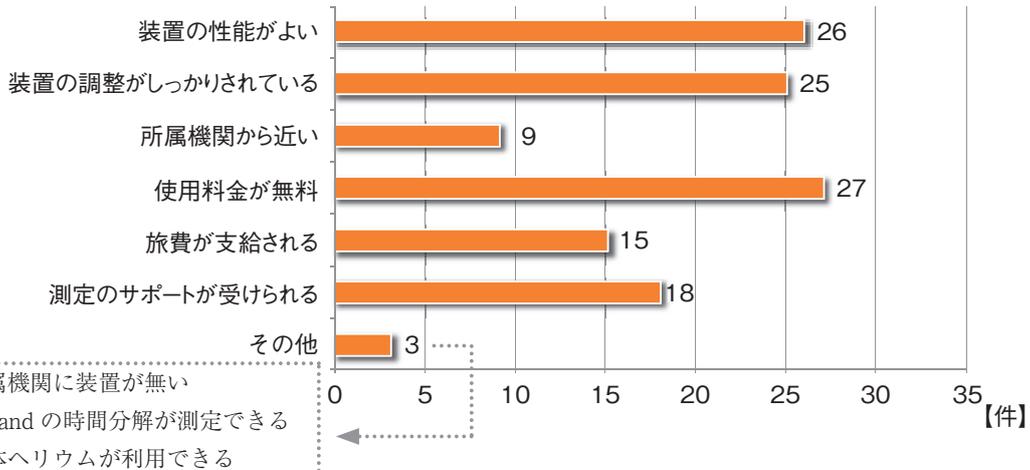
Q1. 機器センターの施設利用（ナノプラットを含む）に申請したのは何回目ですか？



どこで知りましたか？

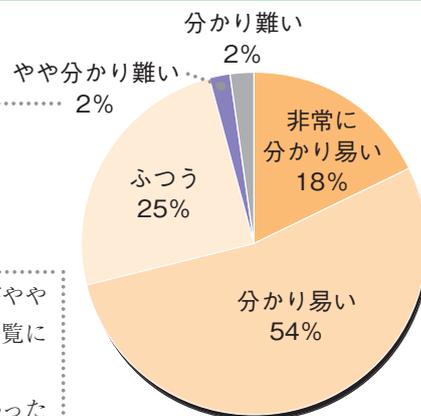
- 分子科学研究所または機器センターのホームページをみて（1件）
- ナノプラットフォームのホームページをみて（1件）
- 知人から聞いて（5件）
- その他（1件）  
中村先生から教えていただいた

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。



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	10 件
分かり易い	31 件
ふつう	14 件
やや分かり難い	1 件
分かり難い	1 件

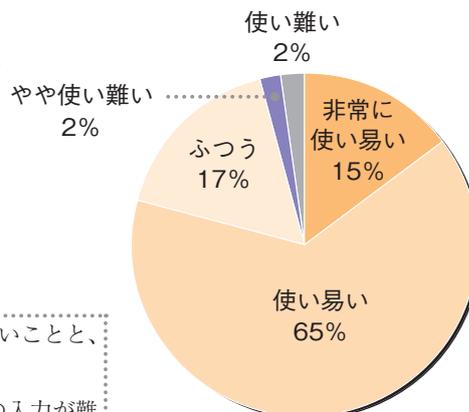


- 「大学連携研究設備ネットワーク」の研究室登録の方法がやや分かり難かったです。（特に、申請先の大学委員連絡先一覧にメールアドレス等の連絡先がなかったため）
- 当研究所は大学連携研究設備ネットワークに入っていなかったため、申請の際に大変お手数をおかけしました。岡崎3機関での機器利用に関しては改善の余地があると感じます。

## Q4. 予約システムは使い易かったですか？

・非常に使い易い	8件
・使い易い	35件
・ふつう	9件
・やや使い難い	1件
・使い難い	1件
・利用しなかった	3件

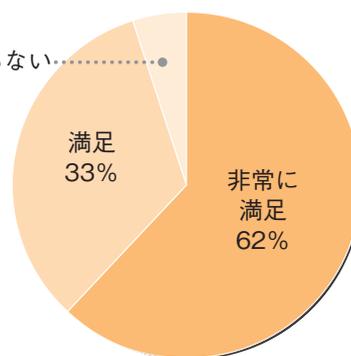
- ・新しいシステムになってから、まだ慣れていないことと、前のシステムと比較すると「重い」です。
- ・大学連携ネットワークでのマシンタイムの予約の入力が難しいです。予約画面や装置の画面にたどり着くのが一苦労という感じ。



## 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	24件
・満足	13件
・どちらでもない	2件
・やや不満	0件
・不満	0件
・利用しなかった	18件

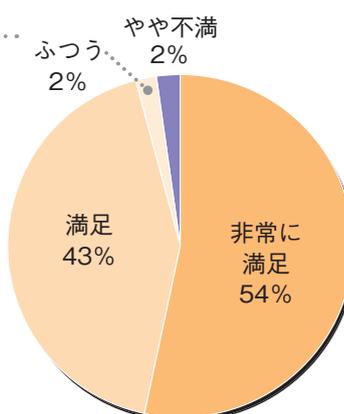
どちらでもない  
5%



## Q6. 共同利用機器の利用に満足できましたか？

・非常に満足	30件
・満足	24件
・ふつう	1件
・やや不満	1件
・不満	0件
・利用しなかった	1件

- ・【電子スピン共鳴装置】Bruker E680  
おおむね非常に満足ですが以下、御願ひ点。Qband（マイクロ波CW、時間分解用、光照射窓付き）の共振器を使いたいのですが、バックグラウンドが大きくて測定にならない新しく導入されたレーザーの安定性に期待。
- ・【核磁気共鳴装置】JEOL JNM-ECA600  
期間の途中から使用時間に関して、制限がかかり充分な測定ができなくなったから。

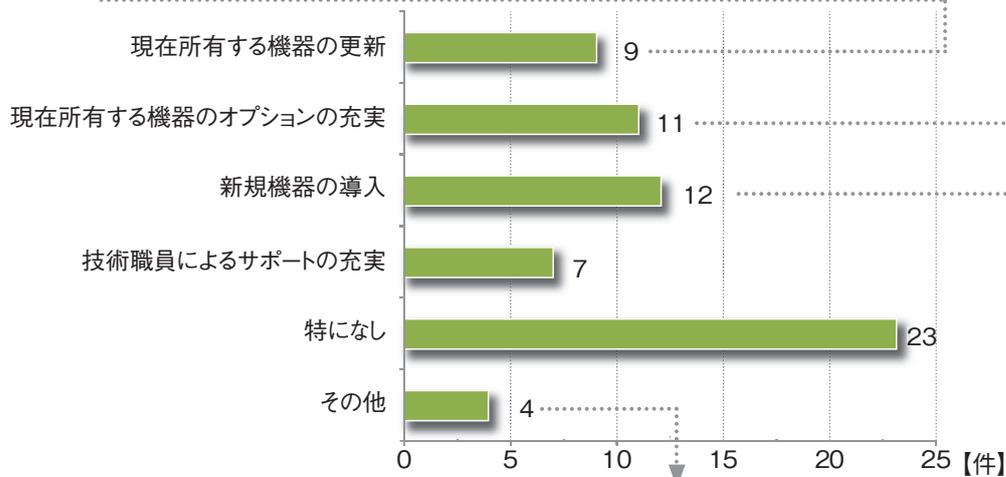


## 7. 交流

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
- 【電子分光装置】 Omicron EA-125
- 【電子スピン共鳴装置】 Bruker E500

- 【電子スピン共鳴装置】 Bruker EMX Plus (2件)  
ラピッドパッセージモード、矩形型 TE104 モードキャビティ
- 【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 (2件)  
Q-band のマイクロ波増幅器およびパルス用共振器 (3mm φ 対応)、  
Q-band 共振器 (マイクロ波 CW、光照射窓付、時間分解仕様)、  
磁場測定器
- 【ピコ秒レーザー】 Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS (2件)  
イメージ・インテンシファイア CCD (ICCD)  
当時は波長可変を使えなかった
- 【単結晶 X 線回折装置】 Rigaku MERCURY CCD-1・R-AXIS IV  
加熱ガス吹付式高温装置
- 【単結晶 X 線回折装置】 微小結晶 / Rigaku Hypix-AFC  
He 循環型冷凍機
- 【蛍光分光光度計】 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21  
低温で測定できるような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



- 今回建物改修で装置移動があるとのことなので、その際装置感度の納入時との比較校正を行っていただきたい。
- サポートしてくださった技術職員の方に何らかの業績として残るようにはできないでしょうか。
- メーリングリスト等による申請時期や最新機器情報やご担当者のお知らせをいただきたい。

- 物理特性測定装置 Quantum Design 社製 PPMS (5件)
- 単結晶 X 線回折装置 (Cu 線源)
- 卓上粉末 X 線回折装置
- 磁気特性測定装置 Quantum Design 社製 MPMS3
- 二次イオン質量分析装置
- 半導体励起ナノ秒 YAG レーザー / ナノ秒励起波長可変光源
- 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bauer分光装置 (高温、低温)
- ナノインデーター
- 動的粘弾性測定装置
- 半導体微細加工設備 (ドライエッチング装置、プラズマ CVD 装置など)

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。

- いつも技術職員の方々が親切に対応してくださり、感謝しております。
- 磁気関係の測定をする（極低温棟）時に分光光度計を使用したいことがある。南実験棟に高精度の装置はあるが、何度も往復するのはたいへん不便である。簡易型の分光光度計を極低温棟に設置してほしい。
- 特にありませんが、利用させていただいていることに感謝しております。
- 皆様、丁寧に指導していただけますので大変助かっております。ありがとうございます。
- 普段と違う設定、新しい実験を相談した時に、装置担当の皆様が非常に協力的で助かりました。（他所では嫌な顔をされるが多かったのですが。）これからも変わらず共同利用を続けて頂けることを望んでいます。
- いつもお世話になっています。2019年に共同で研究していたテーマで一つ論文を出すことができました。感謝申し上げます。私は総研大出身でもあり、分子研は懐かしい場所でも有ります。その場所でお世話になった先生と共同で仕事をさせて頂くのは、いつまでたっても一人前に成れていないと感じることも有ります。しかし、それ以上にこんな素晴らしい研究環境を活用でき、サポートも頂き、本来は未知な領域に対して専門家からサポートを頂けると言う、普通の研究者ではあり得ない、研究者とし得をしていると感じるようになりました。現勤務先の学生を連れてきて、異なる環境をみせる、世界でもトップクラスの研究環境を見せることは、学生にとっても良い経験になります。これからも分子研のような共同研究機関が国立機関として存在することは、科学技術の発展と次世代の科学技術を支える若い学生諸君の教育に貢献していると心から感じています。
- いつも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。
- 岡崎3機関での機器利用に関しては、改善の余地があると思います。ちなみに、基生研の機器を利用しておられる分子研の方もいらっしゃるようですが、特に煩雑な手続きは必要ないそうです（基生研分析室談）。どうかよろしくお願いします。
- 日本の電子スピン研究における、世界的に高いアクティビティを維持していくために、全国で実質的に唯一稼働している高磁場 ESR 装置 Bruker E680 の更新が、重要な課題だと感じます。
- 技術職員の方々にはいつも丁寧にサポートいただいており、とても感謝しております。特に、SQUID にてレーザー照射実験をできるようになったのは大変ありがたいです。今後も、機器センターの様々な設備を活用させていただき、新規化合物の光や温度への応答性を評価できればと思います。特に、最近研究室で合成している新しい化合物には高温で構造転移を示すものが増えてきており、結晶構造を決める際に CCD-1 の窒素吹付装置では到達できない温度領域のものがあります。加熱ガス吹付式高温装置の追加を（可能であれば検出器の更新も）ご検討いただけますと幸いです。また、熱分析装置の近傍に粉末 X 線回折装置がありますと、熱測定前後のサンプルの構造変化を即座に評価できるため大変有り難いです。スペースやコストの問題もありますので、卓上型装置を設置いただくと助かります。分光装置の温調オプション等に関しましても、ぜひご検討いただければと思います。学内の共有設備の新規導入や更新も困難な状況にある中、研究の幅を広げ、さらに質を高めたいとの思いで様々な要望を記載させていただきました。どうぞよろしく願いいたします。

- 前期分の申し込みが、4月にならないと WEB 上でできないようです。3月に申し込みができるようになれば便利です。
- 時々、実験しに訪れる度に、変化（改善）に気づきことがあり、それを楽しみにしています。平成 31 年度前期共同利用研究（機器利用）の申請結果が、初めて「条件付採択」となったことについて、少しショックを受けました。装置管理者様とは良くコミュニケーションをとっていますし、今回の申請内容も事前に読んでいただきました。
- きちんとメンテナンスされており、研究進展のため、大変助かっております。今後も、是非、このような提供を継続してほしいと思います。
- 初めての申請をさせていただき、測定機器の情報をお教えいただき、誠にありがとうございました。今回は測定まで実施することができず、技術相談に終わってしまいましたが、ぜひ次回は測定をさせていただきたいと存じます。メール等でやり取りをさせていただき、大変助かりました。ありがとうございました。
- 今回、蛍光分光光度計 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 の使用に際し、研究室で所有している液体窒素用クライオスタットを持ち込んで測定を行いました。液体窒素温度に下げただけでも、発光強度やスペクトル形状に違いが現れ、室温では得られないデータが得られることがわかりました。毎回大学から運搬するのは大変なので、低温で測定出来るようなクライオスタットを導入して頂けると大変有り難い。
- Bruker E680 オプション、時間分解 ESR 計測用ナノ秒ポンプレーザーを導入していただき、ありがとうございました。
- ESR 装置の充実度は国内随一である。しかし、近年の ESR 装置の進歩は目覚ましく、私が一昨年までパーマナント教員として在籍したドイツと比べると、分子研の装置は一世代前になりつつあり、早急な更新あるいはオプションの増設が期待される。特に E680 の Q-band パルス装置は、マイクロ波ブリッジおよびそのコントローラーが Bruker の初期モデルであり、試料ごとの調整（チューニング）にはかなりの経験と専門的知識を要する。最新の Q-band パルスシステムでは、汎用の E500（X-band 装置）のように、ESR を専門外とする者にもフレンドリーなシステムとなっており、実際にドイツでは新しく入った学生でも容易に使いこなせた。また、近年世界的にタンパク質など生体系の ESR による構造解析が盛んであるが、最新の Q-band パルス装置では数時間で終わる測定でも、一世代前のものでは半日から 1 日を要する。ESR の需要は近年増しており、早急な対応を分子研に期待する。
- ピコ秒レーザーを用いた発光測定システムは、短寿命の発光の減衰を観測するには非常に有用である。しかし近年、有機 EL など発光材料に対して、ある特定の寿命だけでなく、時々刻々と変化する発光スペクトル（波長依存性）などを明らかにすることは非常に重要となってきている。現在の分子研が提供する発光測定システムでは、レーザー照射後の任意の時間でのスペクトルを観測するために、発光波長をスキャンすることが容易でない。イメージ・インテンシファイア CCD (ICCD) を用いればサブナノから数ナノ秒の時間分解能を持つ光吸収や発光スペクトルを容易に測定する事ができ（発光の波長依存性と時間依存性を瞬時に調べることができ）、非常に充実した時間分解吸収・発光測定システムとなると期待できる。
- 従来の微小結晶用の Rigaku Hypix-AFC も良い装置ですが、最新の XtaLAB Synergy-R などの X 線構造解析装置はもっと強力で感度が良く、微小結晶でも短時間で測定出来るようなので、共同利用機関として、CCD-1、2 の更新の際に導入を検討して下さい。

- 大変お世話になっております。サポートも厚く大変ありがたい限りです。いろいろ申し上げるのは恐縮なのですが分子研でないと現在できない実験なのでぜひよろしくお願いいたします。要望のところに書かせていただきましたが、(1) レーザーの安定性の件、(2) Q-band 共振器の件、(3) 磁場測定器の件、(4) E680 のデータ取り込みの件のうち、(2) について補足させていただきます。現在の共振器（マイクロ波 CW モード；光照射窓付き時間分解 ESR 用）は励起波長が 450nm 以下ですと巨大なバックグラント信号のため標準サンプルさえも信号が取れない状況です。X-band と合わせて測定することで非常に有用です。（現在、金属錯体の励起状態の実験をさせていただいておりますが、ゼロ磁場分裂が大きいと、周波数の異なる装置の組み合わせが必須です）Q-band の時間分解のような実験は現在の日本ですと分子研でしかできないのでぜひご検討いただければありがたいです。(4) については短期的には難しいと思うのですが装置のメモリ（SpecJet）から PC への転送時間が長いために、実質の測定時間が長くなってしまっています（以前、首都大学東京の同様の装置では各段に早くなっていました）。更新と申し上げたのは、この部分だけ、遠い将来でも更新できたらありがたいかなと思ったことをそのまま申し上げました。勝手なことで申し訳ございません。(2) については測定できるかできないかなのでぜひご検討よろしくお願い申し上げます。長文失礼しました。よろしく御願ひ申し上げます。
- 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。
- 事務手続きに関して、丁寧にご指導いただいたのでとてもわかりやすかったです。また装置利用時には担当の方が一緒についてくださったので、初めての利用でも有意義な測定ができました。ありがとうございました。
- 今後ともよろしくお願いいたします。
- 年度末の時期にご対応いただきどうもありがとうございました。
- Bruker EMX plus ESR 装置を使用して、これまで行われたことのない、電界印可 ESR 実験を目的として施設利用させていただいた。機器センターに設置されていた電界印可用のソースメータが使用でき、それをを用いた測定系のセットアップについては、分子研の中村敏和、浅田瑞枝、藤原基靖の各氏のご協力をいただき測定が実現できた。また EMXplus の使用法については、藤原基靖、伊木志成子の両氏にご教示いただいている。これらのサポートに感謝します。
- 仮眠室もしくは仮眠スペースなどが施設内にもしありましたら大変助かります。
- いつもたいへんお世話になっております。装置の整備や寒剤の供給体制がしっかりしており、安心して測定ができます。スタッフの皆様も親切で利用しやすいです。今後も利用したいと思います。

## 所内利用者アンケート報告

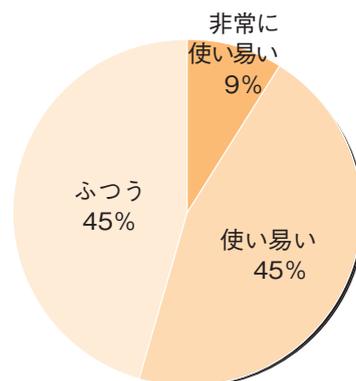
分子科学研究所の方を対象に、アンケートを実施いたしました。

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 29 件（回収率 48%）

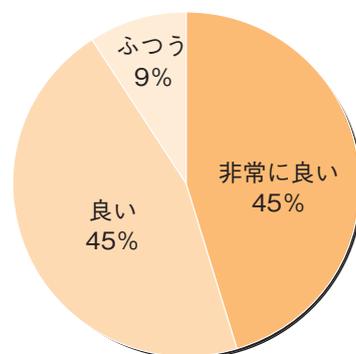
### Q1. 予約システムは使い易かったですか？

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



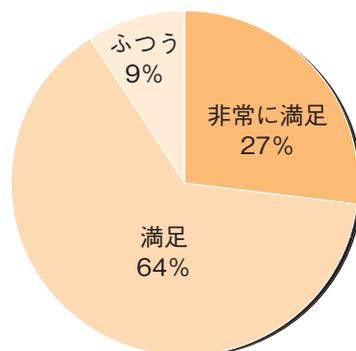
### Q2. 寒剤（液体窒素・液体ヘリウム）の供給体制はどうでしたか？

・非常に良い	5 件
・良い	5 件
・ふつう	1 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

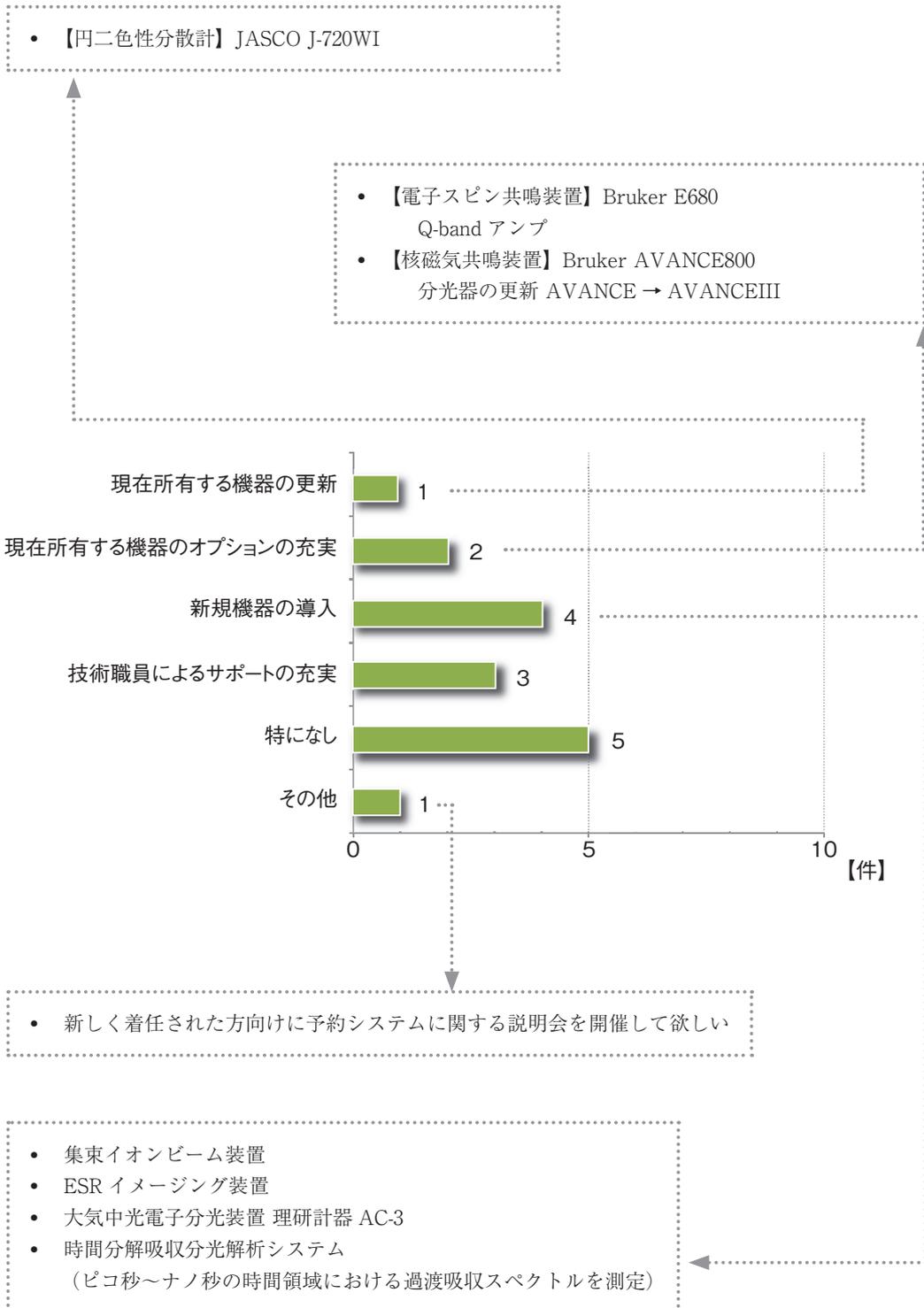


### Q3. 共同利用機器の利用に満足できましたか？

・非常に満足	3 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	3 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)。



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。

- 各G所有で、かつそのGが共用化に前向きの機器に関して所として運用することを(例えば今年度から共用化した魚住GのTEMのように)積極的に進めてはどうでしょうか?
- 現有のCD分散計は古く性能的にも現在のものよりも劣るので、更新していただけたらと思う。その際、(他の共同利用機関にもないので)長波長に対応したもの(25 $\mu$ mくらいまでの近赤外まで対応したものが市販であります)いただけると研究対象が広がります。また、現有の集束イオンビーム装置は用途が極めて限られるので、微細加工用に導入していただけたらと思います。
- 装置を管理されている技術職員と各グループの研究者との連携が重要。各グループでどのような測定が行われているのかなどを技術職員が把握し、装置のアップデートやオプションの追加などについて分子研全体で考えていく体制が必要だと思います。個人的には、藤原さんと多目的XRDの選定をしたことで非常に有意義な経験ができ、実際に他の研究機関には無い特別仕様の装置として導入できることになりました(9月導入予定)。
- Q4にも書きましたが、予約システムは慣れてしまえば問題ないのですが、着任したばかりの方にとってはややこしく感じてしまうようです。年度始めに説明会を開催すれなどの配慮があるべきだと思います。
- 研究室が5月末に本格的に立ち上がりますので、それ以降は積極的に活用させていただこうと思っています。液体窒素供給装置、元素分析、ESR、SQUID、FT-IR、MS、SEMなどを利用させていただく予定です。上記で時間分解吸収分光解析システムの導入希望を書いています。これは分子の励起状態ダイナミクスを調べるための有力な装置ですが、高価なので、機器センターで導入して共用機器としていただけると、(私を含めて)関連研究分野の研究者は喜ぶのではないかと考えました。

## 一般公開2018

10月20日(土)分子科学研究所一般公開が開催され、過去最高の3800名以上にご来場いただきました。機器センターでは、「低温の世界へようこそ」、「電子顕微鏡で観る小さな世界」をテーマに実演、展示を行いました。



### 「低温の世界へようこそ」

液体窒素を使って「磁気浮上実験」、「気体を冷やしてみよう」、「消えた文字が復活?」、身近では体験できない不思議な現象を体験してもらいました。

「磁気浮上実験」では、磁石のレールの上をすうーっと走る名鉄風バスを見ていただきました。レールなのになぜバス?はさておき、発砲スチロール製のバスに液体窒素を注ぎ入れると、バスの底に取り付けられた高温超電導体により、磁石の上で浮上。ちょこんとお尻を押すと、すうーとレールに沿って走ります。強く押しすぎて脱線することも数知れず。ツンツンして楽しむ子、じいーっと見ている子、面白かったからと閉会間際にもう一度見に来てくれた子も。テーブルの周りは常に人だかりでした。

「気体を冷やしてみよう」は、「磁気浮上実験」と交互に行う予定でしたが、「いつから?」「やらないの?」との声にフル稼働。二酸化炭素、

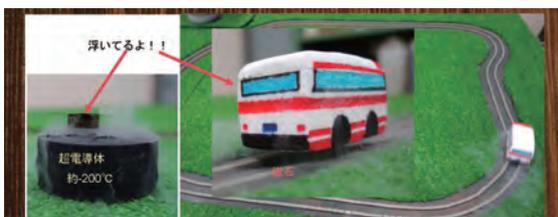


図1 磁気浮上実験

酸素、アルゴンガス等を風船に入れ、液体窒素で冷やすとどのように変化するのかを観測してもらいました。風船を液体窒素につけると萎んでぺちゃんこに、取り出すと膨らんで元に戻る様子を見て、不思議そうな顔をしていました。またドライアイスを入れた水に入れモクモクする様子、液体酸素の色や磁石に引き寄せられる様子、アルゴンが液体から固体へと変わる様子なども見てもらいました。

「消えた文字が復活?」では、紙にフリクションペンで絵や文字を書いて、消してもらいました。その紙を液体窒素につけてから取り出すと……。消したはずの絵や文字が、ふうっと浮かび上がる様子は、見ていて楽しい不思議な現象だったと思います。また消す際にドライヤーを使い、熱で消えていく様子も見てもらいました。

どのテーマも見て分かるもので、子供から大人まで楽しんでいただけたと思います。ただ狭い廊下スペースで3つの展示をしてしまった



図2 気体を冷やしてみよう

## 7. 交流

ため、大変混雑してしまいました。次回は配置等を考え、皆さんに気持ち良く見ていただけるよう検討したいと思います。

### 「電子顕微鏡で観る小さな世界」

顕微鏡といえば、一般的には光学顕微鏡を思い浮かべる方がほとんどですが、研究の現場では電子顕微鏡や走査型プローブ顕微鏡などさまざまな種類があります。光を照射して見る光学顕微鏡は数千倍にもものを拡大できるのに対して、電子顕微鏡は電子でモノを見ることで数十万倍にも拡大することができます。今回見ていただいた走査電子顕微鏡は、加速した電子を細く絞って見たい表面をなぞり、表面の凹凸を観察します。最大倍率は60万倍です。

前回の2015年度と同じように、お越しいただいた方に髪の毛を一本提供していただき、その表面を走査電子顕微鏡により500～1500倍で拡大観察し、写真サイズに印刷してお持ち帰りいただきました。前回は、希望者多数のため十分な対応ができなかったため、今回は10時から11時、13時から14時、15時から16時の

1時間ずつ各15名にさせていただきました。

光学顕微鏡のコーナーでは、星の砂、DVD-Rディスクの記録マーク、髪の毛を実際に観察してもらいました。光学顕微鏡では、星の砂は星の形、DVD-Rディスクは光っているテープ、髪の毛は細い線にししか見えませんが、電子顕微鏡では、星の砂は砂の表面のブツブツ、DVD-Rディスクはピットの有無、髪の毛はキューティクルの状態まで見る事が出来ます。子供たちは、実際に自分で観た光学顕微鏡の像と、パネルに示された電子顕微鏡の像との違いを見て、驚いていました。

髪の毛の対応に制限を設け、時間に余裕ができた分、光学顕微鏡を自分で覗いてもらったり、パネルをじっくり見てもらったり、ゆっくり過ごしてもらうことができました。

次回は、より多くの皆さまに楽しんでいただけるような企画を考えたいと思います。

**走査型電子顕微鏡(SEM)**

「加速した電子(電子線)を細く絞って見たい物の表面をなぞり、各地点の表面から飛び出てきた電子の向きと量を測ることにより、物の表面の凹凸を観察します。」

使う電子線は、「目に見える光(可視光)」よりも波長が短く、1/10,000以下です。

可視光を当ててレンズを通して拡大する「光学顕微鏡」と同じ程度の倍率のものから、ナノメートルの非常に小さな物を観察できる「走査顕微鏡」もあります。ただ、目に見えない波で観察するため、物の色はわかりません。

ここにある電子顕微鏡は、  
最大倍率 60万倍  
分解能 1.2 nm だよ

**観察画像の例**

花粉 (50 μm)

モルフォ蝶の羽の断面 (1.0 μm)

**エネルギー分散X線スペクトル(EDX)による元素分析**

電子線が原子の中を通る時、原子の持つ電子と衝突はしき飛ばすことがあります。はじき飛ばされた電子は、外側にある電子が移ってきます。その時、移動前後のエネルギーの差に相当するX線(特性X線)を出します。

エネルギーが元素ごとに違うことから、電子線と表面をなぞっていく、各地点で出てきたX線を調べれば、そこにどんな元素があるかを知ることができます。凹凸像と併せて、元素の分布像を取ることができます。

**UVカット化粧品成分**

全成分中の紫外線吸収剤

**走査電子顕微鏡(SEM)で身近な物を観察**

**星の砂**

光学顕微鏡 (500 μm)

SEM 70倍 (500 μm)

SEM 3,000倍 (10 μm)

**DVD-R**

<書き込み前>

<書き込み後>

SEM 10,000倍

ピット

ピットの有無でデータの「0」「1」を判断しています。

**人の髪の毛**

キューティクルがきれいにそろってる?

600倍 (50 μm)

1200倍 (40 μm)

光学顕微鏡

**自分の髪の毛を観察できるよ!**

【受付】

① 10時～11時  
② 13時～14時  
③ 15時～16時

各時間、15名様。番号札をお送します。

図3 電子顕微鏡で観る小さな世界

# 1,2,3-トリアゾール骨格を含むシッフ塩基多座配位子からなるスピントスオーバー錯体の開発

岐阜大学 萩原 宏明

## 1. はじめに

温度・圧力・光等の外部刺激に応答して2状態間を変換する物質群は、スイッチング材料、メモリーデバイス、センサー等への多様な応用が期待される。外場により低スピン (LS) 状態と高スピン (HS) 状態を相互に変換可能なスピントスオーバー (SCO) 錯体もそのような物質群の1つである。私の研究室では、室温近傍で巨大熱ヒステリシス ( $\Delta T$ ) を示す SCO 錯体の合理的設計・創出を研究目標の中心に据え、独自の配位子系として1-R-1*H*-1,2,3-トリアゾール基を含む様々なシッフ塩基多座配位子を設計し、日々新しい SCO 錯体の合成に取り組んでいる (図1)。1-R-1*H*-1,2,3-トリアゾール骨格は、容易な置換基 R の変換による分子構造や集積構造の設計性に加え、トリアゾール環の2位の窒素素を SCO 分子間の水素結合形成のための水素結合ドナーに利用できる可能性を有している。しかしながら、その骨格を含む SCO 錯体は僅か数例しかなく、シッフ塩基配位子にその骨格を組み込んだものは皆無であったこともあり、

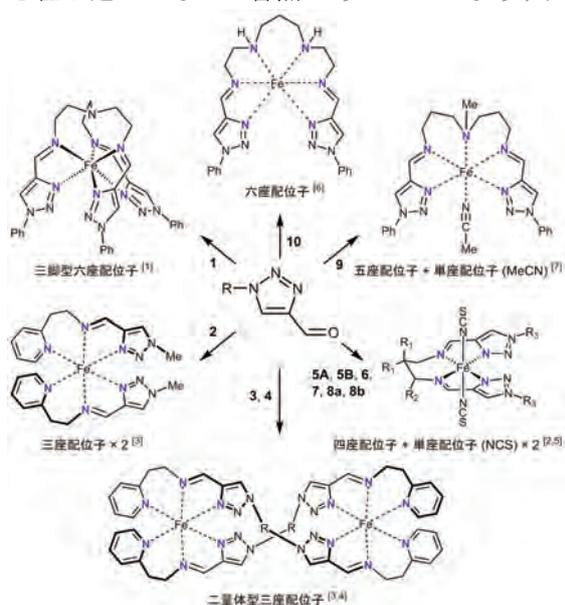


図1 1,2,3-トリアゾール基を含むシッフ塩基多座配位子鉄(II)SCO錯体の構造

2013年4月、岐阜大学での研究室立ち上げにあたり、本稿に示す分子系の開発に着手した。

研究室を立ち上げて1年が過ぎようという頃、やっと結晶化にこぎつけた三脚型六座配位子鉄(II)錯体  $[\text{FeL}^{\text{Ph}}](\text{NTf}_2)_2$  (**1**, 図1左上)が、室温近傍で緩やかな一段階SCO (スピン転移温度  $T_{1/2} = 280 \text{ K}$ ) を示すことを報告した [1]。その後、図1に示すような三座から六座までの一連の直鎖状シッフ塩基多座配位子からなる鉄(II)SCO錯体の合成に成功し [2-7]、それらの結晶構造と物性の解明のため、分子科学研究所機器センターにお世話になることとなった。本稿では、これまでの約4年半にわたる施設利用を通じて得られたデータを中心に、これらの多座配位子 SCO 錯体の研究について紹介する。

## 2. 三座配位子鉄(II)錯体 (単核錯体と二重らせん型二核錯体のつくり分け)

シッフ塩基配位子の前駆体である1-R-1*H*-1,2,3-トリアゾール-4-カルバルデヒド (図1中央) は、一般に知られる芳香族アミンやハロゲン化アルキルのアジド化、続くアジドと2-プロピン-1-オールとのクリック反応、 $\text{MnO}_2$ 酸化という3ステップの反応により比較的簡便に合成できる。ここで、Rにメチル基 (Me) のような小さな置換基を導入する場合は、L'abbéらの転移反応を利用した [8]。このようにして得られたアルデヒドを種々のアミンと反応させることで、様々なシッフ塩基多座配位子が得られる。

実際に1-メチル-1*H*-1,2,3-トリアゾール-4-カルバルデヒドと2-(2-アミノエチル)ピリジンとを反応させることで、三座配位子  $\text{L1}^{\text{Me}}$  (図1左下) が得られた。さらに、L'abbéらの転移反応を応用して  $\text{L1}^{\text{Me}}$  の合成に用いたメチルアミンをエチレンジアミンに変えれば、 $\text{L1}^{\text{Me}}$  の1,2,3-

リアゾール基の1位がエチレン架橋された二量体型配位子  $L2^{C2}$  (図1下,  $R = -CH_2CH_2-$ ) を合成できることに気づき、 $L2^{C2}$  も合成した。これらの配位子を用いて錯形成を試みたところ、単核鉄(II)錯体  $[Fe(L1^{Me})_2](PF_6)_2$  (**2**) と、錯体 **2** が2つ架橋されたような二重らせん型の二核錯体  $[Fe_2(L2^{C2})_2](PF_6)_4 \cdot 5H_2O \cdot MeCN$  (**3**) をつくり分けることに成功した(図2a) [3]。

磁化率測定の結果、単核錯体 **2** は室温でLS状態にあり、室温より高温側の170 K以上の温度範囲にわたり緩やかなHS状態へのSCOを示した(図2b)。一方、二核錯体 **3** は室温にてLS-LS状態にあり、300–432 Kの範囲の緩慢な一段階目のスピント転移と、続く432 Kを中心とした  $\Delta T = 11$  Kの急激な二段階目のSCOを示した。以上のように**3**は、SCO化合物としては初めての二重らせん型二核構造を有し、世界で6例しか報告がなかったヒステリシスをもつ二核錯体に比べて、より高温にてヒステリシスを発現した。

そこで次に、1つ炭素の多いトリメチレン架橋配位子  $L2^{C3}$  (図1下,  $R = -CH_2CH_2CH_2-$ ) を合成し、錯形成を試みたところ、やはり二重

らせん型二核錯体  $[Fe_2(L2^{C3})_2](AsF_6)_4 \cdot 3H_2O \cdot MeCN$  (**4**) が得られた(図2a) [4]。磁化率測定の結果、**4**は**3**よりもさらに高温の443 Kを中心に幅広い  $\Delta T = 84$  Kを示し(図2b)、既報の二核錯体の最高  $\Delta T = 22$  Kを大きく更新した。

このように本節では、1-R-1H-1,2,3-トリアゾール部位の置換基変換に関するL'abbéらの反応を応用することで、三座配位子骨格を基盤とした単核錯体と二重らせん型二核錯体のつくり分けが可能であること、及び二重らせん二核錯体において従来にないSCO特性が発現することを紹介した。

### 3. 四座配位子鉄(II)錯体(CH $\cdots$ X水素結合が多点多で働く超分子集積構造の構築と部分的な他の分子間相互作用の導入)

シッフ塩基反応に1,3-ジアミノプロパンを用いると四座配位子  $L^{Me}$  (図1右下,  $R_1 = H, R_2 = H, R_3 = Me$ ) が得られる。この配位子と単座配位子としてチオシアン酸イオン( $NCS^-$ )を組み合わせることで、対アニオンを含まず、水素結合ドナーとして炭素に結合した水素のみ、水素結合アクセプターとしてアゾール窒素と硫黄のみを有する中性単核錯体  $[FeL^{Me}(NCS)_2]$  (**5**) を合成した。興味深いことに、本錯体は全く色の異なる二種類の多形(橙色の**5A**, 暗赤紫色の**5B**)に結晶化したため、顕微鏡下でそれらの結晶を選り分け、それぞれの磁化率を測定した[2]。その結果、驚くべきことに**5A**は室温でHS状態、**5B**は室温でLS状態にあり、それぞれ270 K, 370 Kを中心にして  $\Delta T = 6$  Kの急激なSCOを示した(図3)。この構造的要因を明らかにするため、単結晶X線解析を行ったところ、**5A**は $[FeL^{Me}(NCS)_2]$ 分子(図4a)間に複数のCH $\cdots$ S水素結合が多点多で働く三次元超分子構造を形成していた(図4b)。一方**5B**では、CH $\cdots$ S水素結合に加え、トリアゾール環の2位の窒素が関与するCH $\cdots$ N水素結合も含まれた三次元構造を形成していた(図4c)。以上のように、本

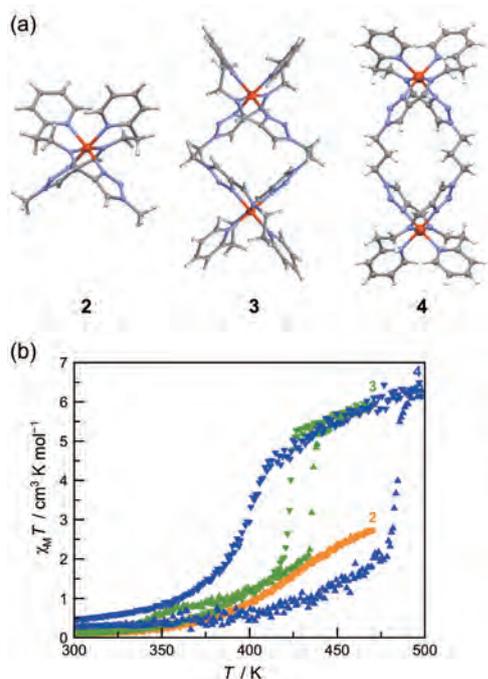


図2 **2, 3, 4**の構造(a)と磁気挙動(b)

系の二つの多形 **5A** と **5B** は全く同じ SCO 分子のみから構成されているにも関わらず、多形間で CH $\cdots$ X 型の弱い水素結合が多点多で働く集合様式が異なることで、スピン転移温度が室温を挟んで 100 K もシフトすることが明らかになった。

次に、**5A** の CH $\cdots$ S 水素結合網を基盤に、部分的に分子間の  $\pi$ - $\pi$  相互作用を取り込む目的で、**5A** のメチル基をフェニル基 (Ph) に変えた錯体 [Fe(ptm<sub>2</sub>-dmpn)(NCS)<sub>2</sub>] (**6**) を合成した (図 1 右下, R<sub>1</sub> = Me, R<sub>2</sub> = H, R<sub>3</sub> = Ph) [5]。磁化率測定の結果、**6** は室温で LS 状態にあり、401 K を中心に  $\Delta T = 22$  K の急激な SCO を示した (図 3)。また、150 K での結晶構造解析により、LS 状態では [Fe(ptm<sub>2</sub>-dmpn)(NCS)<sub>2</sub>] 分子 (図 5a) 間の三次元的な CH $\cdots$ S 水素結合網に加え、芳香環を介した分子間  $\pi$ - $\pi$  相互作用による二次元構造が形成されていることがわかった (図 5b)。さらに 448 K にて構造解析を行ったところ、HS 状態への転移により、*c* 軸方向に重なっていたフェニル基の回転に伴う  $\pi$ - $\pi$  相互作用の組み換えと CH $\cdots$  $\pi$  相互作用の形成、及び 2,2'-ジメチルトリメチレン部位の配列変化が生じることがわかった (図 5c)。以上のように **6** では、CH $\cdots$ S 水素結合網に  $\pi$ - $\pi$  相互作用が導入されるのみに留まらず、フェニル基の回

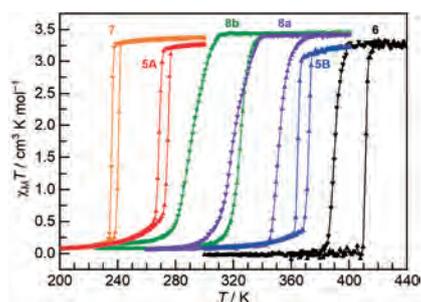


図 3 **5A**, **5B**, **6**, **7**, **8a**, **8b** の磁気挙動

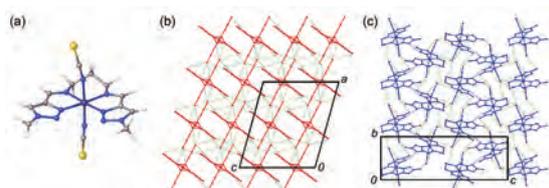


図 4 [FeL<sup>Me</sup>(NCS)<sub>2</sub>] 分子の構造 (a) と、室温近傍における **5A** (b) 及び **5B** (c) の集積構造

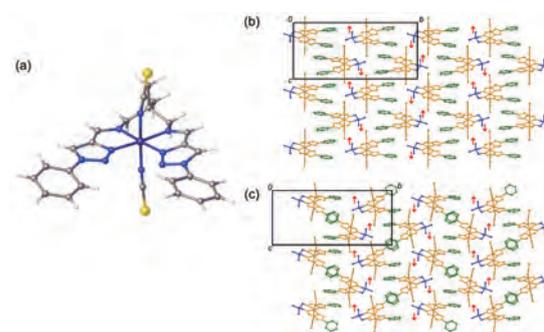


図 5 [Fe(ptm<sub>2</sub>-dmpn)(NCS)<sub>2</sub>] 分子の構造 (a) と **6** の 150 K (b) 及び 448 K (c) の集積構造

転やトリメチレン部位の動きのような分子運動が SCO に連動した結果、 $\Delta T$  の拡大につながったと考えられる。そこで次に、**6** のフェニル基を *p*-トリル基に変えた錯体 [Fe(p-ttm<sub>2</sub>-dmpn)(NCS)<sub>2</sub>] (**7**, 図 1 右下, R<sub>1</sub> = Me, R<sub>2</sub> = H, R<sub>3</sub> = *p*-tolyl) を合成したところ、**6** に比べてスピン転移温度が大きく下がり、238 K を中心に  $\Delta T = 2$  K の急激な SCO を示した (図 3) [5]。さらに、**7** を基盤に R<sub>1</sub> のメチル基を除き、R<sub>2</sub> にエチル基 (Et) を導入して配位子を非対称構造にした錯体 [Fe(p-ttm<sub>2</sub>-etpn)(NCS)<sub>2</sub>] (**8**) を合成したところ、溶媒条件に依存して二種類の溶媒多形 **8**·0.5H<sub>2</sub>O (**8a**) と **8**·0.5MeCN·0.5MeOH·H<sub>2</sub>O (**8b**) (図 1 右下, R<sub>1</sub> = H, R<sub>2</sub> = Et, R<sub>3</sub> = *p*-tolyl) が得られた [5]。磁化率測定の結果、**8a** は 336 K を中心に  $\Delta T = 31$  K、**8b** は 308 K を中心に  $\Delta T = 33$  K の SCO を示した (図 3)。なお、紙面の都合上詳細は割愛するが、**7**, **8a**, **8b** も各々異なる CH $\cdots$ S 水素結合網と芳香環が関与する  $\pi$ - $\pi$  相互作用や CH $\cdots$  $\pi$  相互作用を形成していた。

このように、本節で紹介した四座配位子を用いた中性単核分子系では、置換基、多形、溶媒多形等を巧みに制御することで、スピン転移温度やヒステリシス幅を非常に広い温度範囲にわたって制御可能であり、特に **8b** において、室温を跨ぐ 33 K のヒステリシス発現に成功した。

#### 4. 五座配位子鉄 (II) 錯体 (結晶→非晶質転移に連動したスピン転移)

原料に 3,3'-ジアミノ-*N*-メチルジプロピルアミ

## 8. 研究紹介

ンを用いると五座配位子  $L_{3-Me-3}^{Ph}$  (図1右上) が得られる。この配位子と MeCN 単座配位子を組み合わせて、錯体  $[FeMeCN(L_{3-Me-3}^{Ph})](BPh_4)_2 \cdot MeCN \cdot H_2O$  (**9**) を合成した (図6a) [7]。図6bに**9**のTG/DTA曲線を示す。室温からの昇温に伴い408 KでMeCNの脱離に相当する質量減少が見られた。このとき、サンプルの同時観察画像から、400 K付近でサンプルの収縮が始まり、その後410 K付近から融解することがわかった。そこで、本結果を考慮して400 Kまでの温度範囲で磁化率を測定したところ、室温でのLS状態から400 K付近で90%程がHS状態への不可逆なスピントランスを示した (図6c)。磁化率測定前後のサンプルの粉末X線回折 (PXRD) パターンを比較した結果、測定後のサンプルは非晶質化しており (図6d)、TG測定時に観察された400 K付近のサンプル変化が非晶質化に対応していることが明らかになった。以上のように**9**は、結晶から非晶質への転移を伴ってSCOする珍しい分子系であることがわかった。

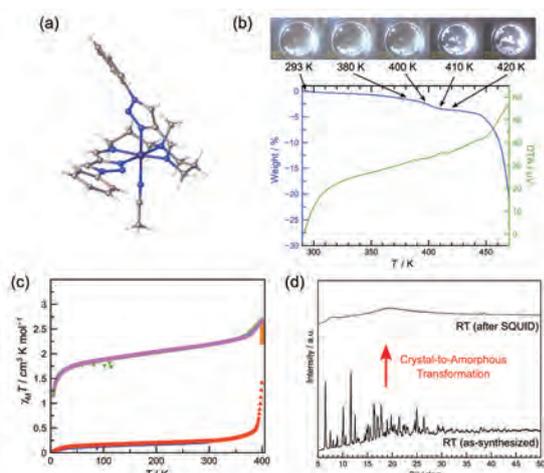


図6 **9**の構造 (a)、TG/DTA 曲線と同時観察画像 (b)、磁気挙動 (c) 及び PXRD パターン (d)

### 5. 六座配位子鉄 (II) 錯体 (高温スピントランス)

原料に  $N,N'$ -ビス(2-アミノエチル)-1,3-プロパンジアミンを用いることで、六座配位子  $L_{2,3,2}^{Ph}$  (図1上) が配位した錯体  $[Fe(L_{2,3,2}^{Ph})](AsF_6)_2$  (**10**)

が得られる (図7a) [6]。磁化率測定の結果、**10**は室温でLS状態にあり、468 Kを中心とした緩やかな一段階SCOを示した (図7b)。このように、**10**は急激なスピントランスやヒステリシスは示さないものの、これまでの節で紹介してきた単核錯体に比べて高温でスピントランスしており、今後の誘導体合成によって、未だ知見の少ないSCO錯体の高温物性や高温耐久性評価の進展が期待できる。

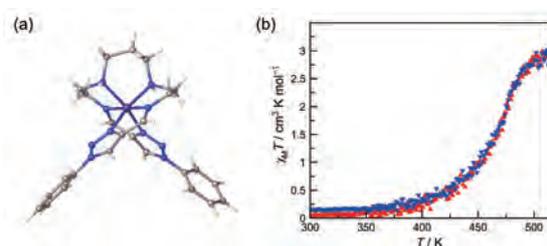


図7 **10**の構造 (a) と磁気挙動 (b)

### 6. 三脚型六座配位子鉄 (II) 錯体の LIESST

これまでの節では熱によるSCO挙動を示してきたが、デバイス化を考える上では光によるスピントランス制御が重要となる。SCO錯体が示す光誘起スピントランス現象はLIESST (light-induced excited spin state trapping の略) と呼ばれ、解決すべき課題として、低温下での光照射によりトラップされた準安定HS状態からの熱緩和の抑制が挙げられる。我々の分子系にもLIESSTを示す錯体があり、その一例として**1**のLIESST挙動を紹介する。**1**を10 Kに冷却し、532 nm光を照射すると、10分程でLSから完全なHSへのLIESSTを示した (図8)。なお、光照射停止後の昇温時の熱緩和温度は

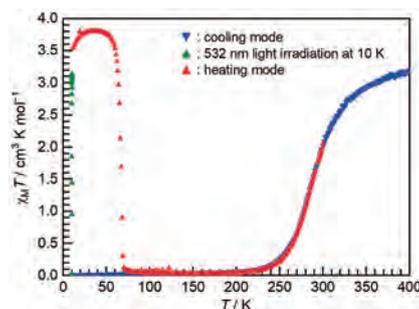


図8 **1**のLIESST

68 K であり、室温近傍で熱的 SCO を示す錯体としては比較的高い温度であった。今後も本稿に示した分子系や新規錯体の光照射実験を継続し、熱緩和温度が高い分子の設計指針を見出していく予定である。

## 7. おわりに

本稿では、我々がこれまでに合成してきた 1-R-1H-1,2,3-トリアゾール基を含むシッフ塩基多座配位子からなる SCO 錯体について、その分子設計の狙いや特徴的な構造とスピン転移特性の一部を紹介した。これらの錯体の多くは、日々の学生の実験努力の賜物として生み出されたものであるが、分子科学研究所の施設利用制度がなければ、それらの構造や物性を解明し、世に送り出すことは不可能であった。また、原則無料でメンテナンスの行き届いた装置や寒剤を利用できる現行制度がなければ、新規化合物の測定に積極的に挑戦することも叶わなかった。この制度はぜひ継続していただきたいと強く願っている。SQUID 型磁化測定装置や単結晶 X 線構造解析装置は我々の研究の生命線になっており、高温測定や光照射実験も行えるようなオプション設備も充実した現環境は非常に有り難い。さらに、最近更新された熱分析装置の画像観察機能のおかげで、錯体 **9** のような結晶から非晶質への転移にも気づくことができたので、今後とも継続的な機器更新や新規設備導入、オプションの充実等をお願いしたい。

本稿で紹介することができなかった化合物の中には、多段階 SCO を示す鉄 (II) 錯体や中心金属に鉄 (III)、コバルト (II) を含む SCO 錯体もあり、1,2,3-トリアゾール系シッフ塩基配位子の非常に柔軟かつ多様な物性発現能力に驚いている。また、SCO 錯体の研究途上で偶然結晶として得られた平面型コバルト錯体が、加熱により飛び跳ねるジャンピングクリスタルであったことから、SCO 錯体に留まらない新たな物質開拓も進んでいる [9]。今後も分子研の機器

を活用させていただき、研究室から生み出された様々な錯体の構造と機能を解き明かしていきたい。

## 謝辞

本稿にて紹介した一連の研究は、文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業をはじめ、科学研究費補助金（若手研究 No.18K14240）や小川科学技術財団、越山科学技術振興財団、遠藤斉治朗記念科学技術振興財団の支援のもとに実施しました。また、共同研究者の砂月幸成助教（岡山大学）、宇田川太郎助教（岐阜大学）、村井啓一郎准教授（徳島大学）をはじめ、多くの方々の助けによりこの研究を進めることができました。最後になりますが、施設利用にあたり、機器の維持管理に日々ご尽力いただくとともに、高温測定や光照射実験等にも親身に対応していただいた分子科学研究所機器センターの技術職員の皆様に厚く御礼申し上げます。

## 参考文献

- [1] H. Hagiwara, R. Minoura, S. Okada, Y. Sunatsuki, *Chem. Lett.* **2014**, 43, 950.
- [2] H. Hagiwara, S. Okada, *Chem. Commun.* **2016**, 52, 815.
- [3] H. Hagiwara, T. Tanaka, S. Hora, *Dalton Trans.* **2016**, 45, 17132 (inside front cover).
- [4] S. Hora, H. Hagiwara, *Inorganics* **2017**, 5, 49.
- [5] H. Hagiwara, T. Masuda, T. Ohno, M. Suzuki, T. Udagawa, K. Murai, *Cryst. Growth Des.* **2017**, 17, 6006.
- [6] H. Hagiwara, *Magnetochemistry* **2019**, 5, 10.
- [7] T. Matsuyama, K. Nakata, H. Hagiwara, T. Udagawa, *Crystals* **2019**, 9, 276.
- [8] G. L'abbé, M. Bruynseels, P. Delbeke, S. Toppet, *J. Heterocycl. Chem.* **1990**, 27, 2021.
- [9] Y. Kamo, I. Nagaya, R. Sugino, H. Hagiwara, *Chem. Lett.* **2019** (in press).

## 単分子膜モット FET の開発

協奏分子システム研究センター 山本浩史

### 1. はじめに

有機電界効果トランジスタ (FET) は曲がるディスプレイなどのフレキシブルデバイスに適合性が高く、アモルファスシリコンより高い性能 (電界効果移動度) が得られることから活発な開発が続いている。しかしながら材料コストの面では、分子合成にかかる手間を考えると必ずしも低コストとは言えず、なるべく少量の分子でデバイスを作る手法が模索されている。自己組織化単分子膜 (SAM) や液晶性分子の 1~2 層膜は、そのような状況下で大幅に分子の使用量を減らせる可能性があり、いくつかの分子を使った研究がすでに展開されている。

筆者のグループでは、通常の有機 FET に使われる中性分子ではなく、イオン性分子からなる有機モット絶縁体を用いて、有機 FET の一種である「有機 Mott-FET」を開発してきた。これらのトランジスタにおいては、モットギャップと呼ばれる電荷ギャップが比較的小さいため、基本的にその動作は低温に限られてきた。ギャップの小ささに加えて、用いている単結晶のバルク伝導が界面抵抗をシャントしてしまい、本来出せるはずの ON/OFF 比が電気回路構成上の理由で失われてしまっているという事情もある。そこで我々は、最近開発の進んでいる単分子膜作製技術を利用して単分子膜からなる有機モット絶縁体を作り、室温動作可能な低コスト有機 Mott-FET の開発を着想したので、以下にその結果を紹介する。

### 2.1 SAM Mott-FET

モット絶縁体の母物質である BEDT-TTF (= bis(ethylenedithio)tetrathiafulvalene) にアルキル基とホスホン酸を修飾することによって、SAM を使った Mott-FET を作製した (図 1 a; 正確には、BEDT-TTF の片側の 6 員環は開環

しているが、簡単のために本稿ではこのような表現を使用する)。デバイスの構造を図 1 b に示そう。分子末端に付いているホスホン酸は、基板表面のアルミナと反応性が良いことが知られている。THF 中で分子と基板を反応させると、約 2 時間で図 1 c の DFM 像にあるような平坦な膜が得られる (DFM = Dynamic force microscope)。

薄膜の内部構造を知るためには X 線反射率測定を用いることができるため、機器センターの粉末用 X 線装置を使って測定を試みた。しかし、少し試したところ性能が十分でないこと

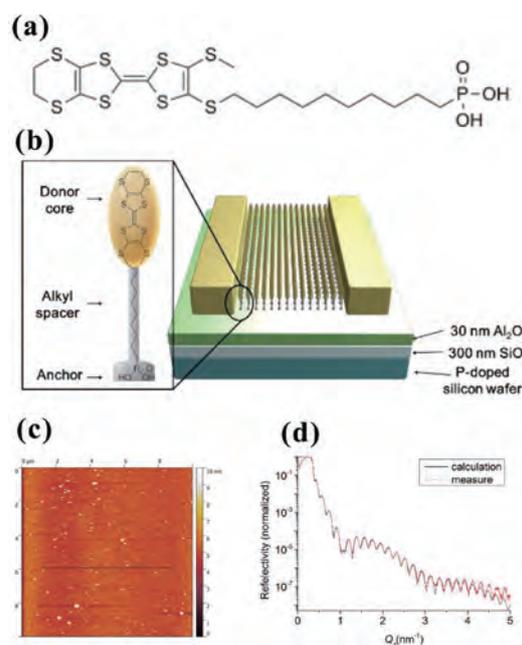


図 1 (a)SAM 作製用のドナー分子 (b)SAM FET の概念図。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub>/Si 基板の上に金電極 (黄色) をパターニングして、ドナー分子のリン酸部位を反応させるとこのような単分子膜デバイスが完成する。(c) デバイス表面の DFM 像。白い突起部分を除くと、表面の凹凸は 1 nm 程度であり、1 分子の高さよりも小さな高低差しか観察されない。(d) X 線反射率測定の結果。黒線が実測で赤線がシミュレーション結果。この数値シミュレーションは表 1 に掲載の多層膜構造を用いたものである。

が分かり、今回はナノプラットフォームを使って他大学の装置を使うこととなった。その結果得られたデータが図 1 d である。この振動パターンをフィッティングすることにより、多重薄膜の内部構造を知ることが可能で、今回は表 1 に示すような均一な SAM ができていることが明らかとなった。今年度、機器センターには新しい粉末・薄膜用の X 線装置が導入されるとのことなので、今後このような測定にはそちらの装置が使えるのではないかと期待している。

以上のようにして作製した膜は、図 2 に示すような p 型の FET 特性を示した。この FET の ON/OFF 比は  $10^4$  程度、モビリティは  $10^{-7} \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$  程度である。FET としてはそれほど性能の良いものではないが、今回はコンセプト実証が目的であるので、このままこの SAM を用いてさらに実験を続けた。モット絶縁体は BEDT-TTF を部分酸化することによって得られるため、次に酸化剤である F4TCNQ (= 2,3,5,6-Tetrafluoro-7,7,8,8-tetracyanoquinodimethane) の塗布を行い、FET 動作の測定を行った。

その結果を図 3 に示そう。図から分かるように FET は両極性を示すようになり、スピコートで塗布する F4TCNQ 溶液の濃度が増すたびに n 型の領域が増えるといった挙動が見られた。このような挙動は、もし通常の p 型 FET にドーピングを行っていると考えれば、おかしなことになる。即ち、BEDT-TTF 層にホールが入っていくと、通常の FET では p 型の領域が拡大するはずであり、n 型領域はむしろ減ると推測される。一方、両極性動作は典型的な Mott-FET の動作として知られており、ドーピングが進むにつれて中性 BEDT-TTF が示す p 型の領域が減り、Mott-FET の領域が増えていくと考えれば本 FET の挙動の説明がつく。

ON/OFF 比は期待したほど大きくならなかったが、室温動作する Mott-FET ができたということは言うてよいのではないかと考えている。FET 動作の温度変化を測定すると、n

Layer	$d$ (nm)	$\rho$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	$\sigma$ (nm)
Additional layer	0.8101	0.24	0.11
EDT-DMT-TTF core	1.41	1.85	1.10
C9 alkyl group	0.701	0.7	0.45
Alumina	31.54	2.71	0.68

表 1 X 線反射率測定から得られた膜厚情報。Additional layer は密度も低く、反転したドナー分子のアルキル鎖部分が飛び出しているのではないかと推測される。

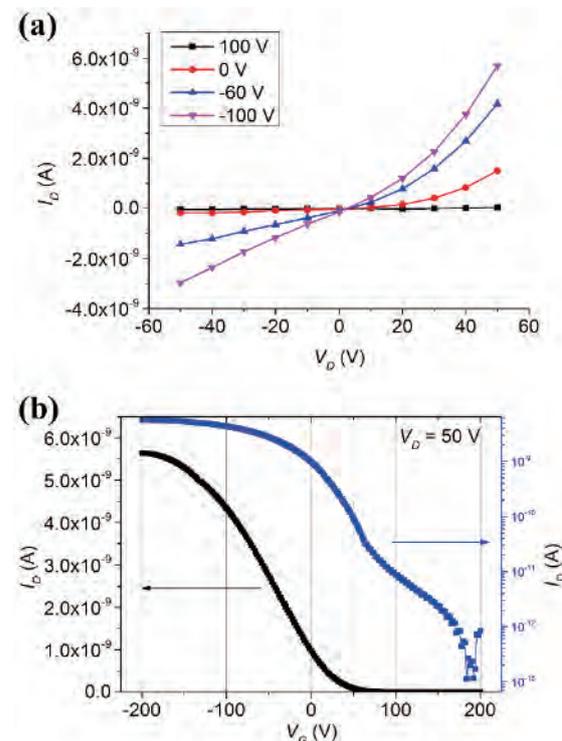


図 2 (a) 各ゲート電圧におけるソース電圧 ( $V_D$ )-ソース電流 ( $I_b$ ) 特性。凡例内の数字はゲート電圧を表している。(b) FET のトランスファ特性 (左は線形、右は対数スケール)

型領域ではゲート電圧をあげていった時に、一度活性化エネルギーが減少したあと、再び活性化エネルギーが上昇するといった奇妙な挙動も見られており、このような結果も本 FET が単純なバンド絶縁体による FET ではないことを示唆している。

## 2.2 液晶性分子単分子膜

モット絶縁体は BEDT-TTF のようなドナー分子を酸化するだけではなく、アクセプター分

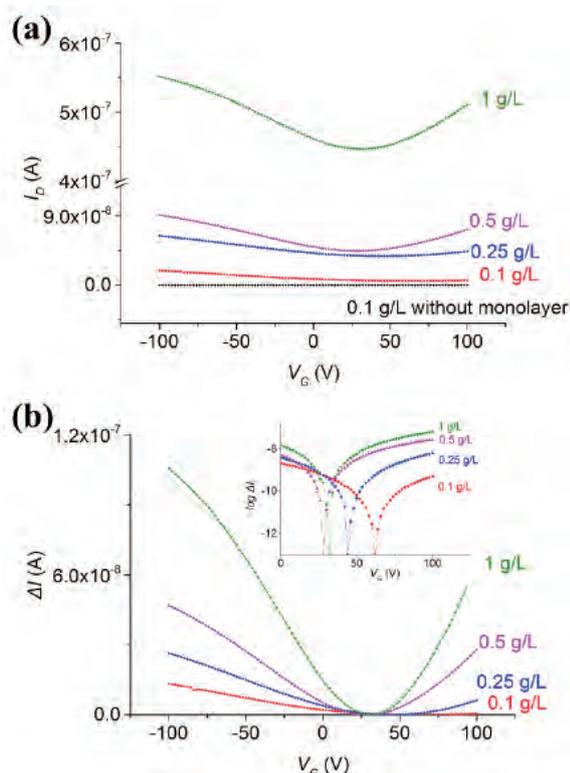


図3 (a)SAM Mott-FETのトランスファー曲線。それぞれの曲線の右にある濃度は、スピノコートしたF4TCNQ溶液の濃度を表す。(b)トランスファー曲線のうちOFF電流を除いたもの。挿入図は対数スケール表示。

子を還元することによっても合成することができる。そこでアクセプター型の液晶性単分子膜を作製し、その単分子膜にドーピングを行う手法を試みた。図4に示す分子(DB-PTCDI-C13)を合成し、その液晶性を機器センターのDSC装置によって測定した(DSC = Differential Scanning Calorimetry)。その結果、本分子は148°Cで結晶から液晶へ相転移し、188°Cで融解することが分かった。これを室温に冷却すると、すぐには結晶化せず、しばらくは液晶状態を保つようである。そこで、本デバイスでは、スピノコート後およそ160°Cで1時間、アニールを行うこととした。

さらに機器センターのX線回折装置を使って単結晶構造解析を行った(図4c)。分子は立体障害によって臭素原子が面外に飛び出した形となっており、この構造はDFTによる量子化

学計算と一致している。この分子をトルエンに溶解してスピノコートとアニールを行ったところ、図5のDFM像に示すような単分子膜を得ることができた。

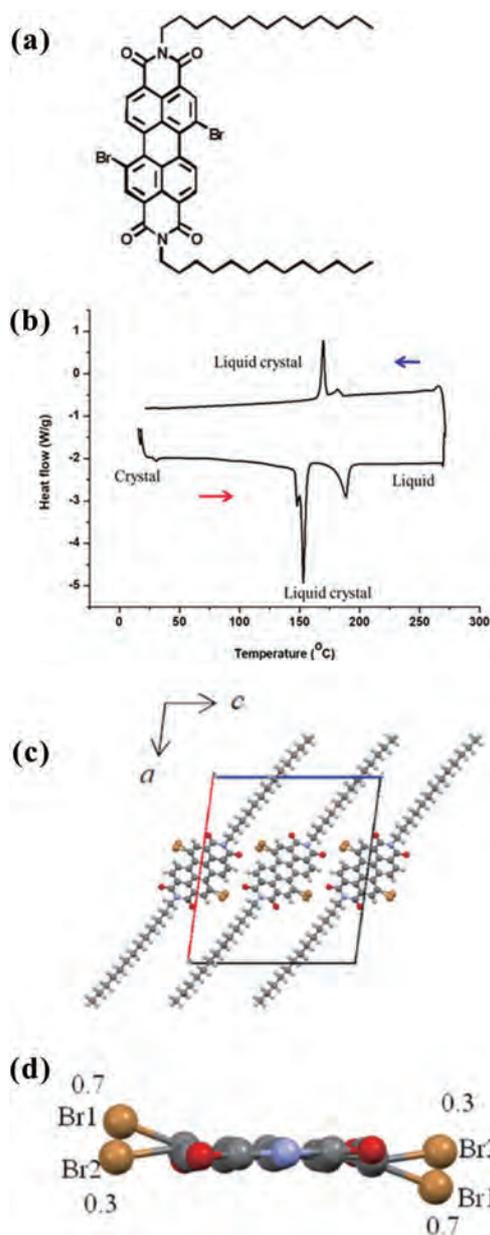


図4 (a)DB-PTCDI-C13の分子構造。(b)DB-PTCDI-C13の熱測定結果。(c)DB-PTCDI-C13の結晶構造と、(d)結晶中の分子構造。簡単のため、末端アルキル鎖は省略してある。臭素は $\pi$ 平面から飛び出したBr1と、 $\pi$ 平面内に存在するBr2が7:3の存在比で観測された。量子化学計算では、Br1の構造が正しいことが分かっているので、Br2は熱振動による見かけの配置と思われる。

期待通り、この単分子膜はn型のFET挙動を示し、そのON/OFF比は $10^5$ 程度、モビリティは $10^{-3} \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ 程度であった(図5c)。この膜を元にMott-FETを作製するため、カリウムの真空蒸着を行った。しかし蒸着後の膜をDFM観察すると、残念ながら薄膜構造は保持されず、電荷移動錯体の微結晶が形成されていた。微結晶どうしは孤立しているため、電気伝導は得られなかった。

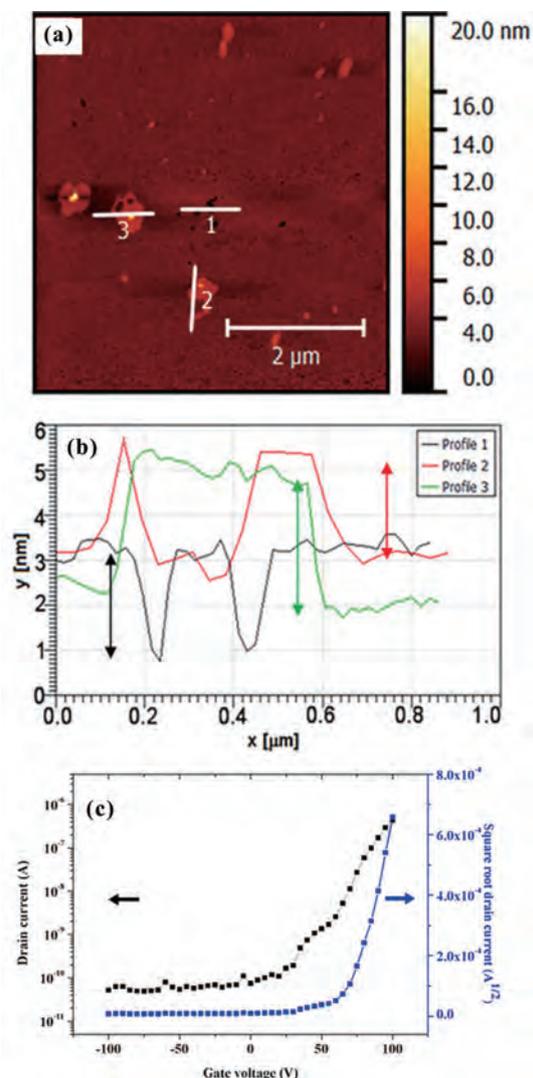


図5 (a)DB-PTCDI-C13単分子膜のDFM像(b)上記DFM像の白線部分における段差プロファイル。概ね2 nm程度の、分子長と同じ高さのステップ構造が確認できる。(c)DB-PTCDI-C13を用いたn型FETのトランスファー曲線。

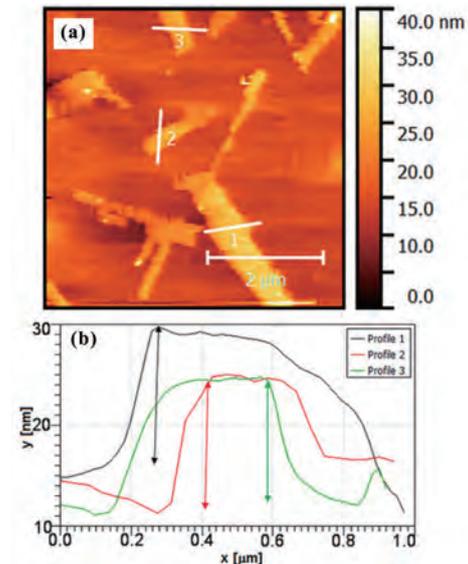


図6 (a)DB-PTCDI-C13の単分子膜にカリウムを蒸着した後のDFM像。膜構造が壊れて結晶化が起きている。(b)上記DFM像白線部分の段差プロファイル。

### 3. まとめ

本研究により、単分子膜 Mott-FET の概念的検証は達成できたと思われるが、その性能向上や多様なプロセス開発はまだ途上である。分子サイズの薄膜構造や電子構造を見るためには、様々な計測装置の活用が必要であり、今後も機器センターには既存装置のアップグレードと新規設備の導入をお願いできれば幸いである。最後に本稿の研究を実施するにあたっては、研究室の須田助教、大学院生の楊君・Chooppawa 君、売市技官ほか共同研究者の皆さま、そして機器センターの皆さまにお世話になりました。この場を借りてお礼を申し上げ、本稿の結びといたします。

### 【参考文献】

1. F. Yang, M. Suda and H. M. Yamamoto, *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **90**, 1259 (2017).
2. T. Chooppawa, M. Suda, M. Uruichi, M. Kunaseth, S. Namuangruk, P. Rashatasakhon and H. M. Yamamoto, *Mol. Cryst. Liq. Cryst.* **669**, 94 (2018).

## 平成30年度共同利用採択課題一覧

課題番号 (S-18-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	名古屋工業大学	准教授	小野 晋吾	CeF3 薄膜ショットキー型光センサ開発	【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 【紫外・可視・近赤外分光光度計】Shimadzu UV-3600Plus
1002	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】
1003	通年	日本大学文理学部化学科	准教授	周 彪	単一分子性伝導体 [M (dmdt) 2] (M = Ni, Pd, Pt, Au) の合成および物性研究	【SQUID 型磁化測定装置】
1004	通年	日本大学生物資源科学部	准教授	高野 英晃	光センサータンパク質のクロモフォアに関する研究	【熱分析装置】MicroCal iTc200
1005	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定量的解析	【電子スピン共鳴装置】 【核磁気共鳴装置】(NMR) JEOL JNM-ECA600
1006	通年	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	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【粉末 X 線回折装置】Rigaku RINT-UltimaIII 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1007	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】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC
1008	通年	名古屋大学大学院工学研究科物質科学専攻	助教	浦田 隆広	122 構造を有すマンガン化合物群における新奇磁性半導体物質の開拓	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F 【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600 【SQUID 型磁化測定装置】 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex 【ピコ秒レーザー】Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1009	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	有効磁気モーメント法によるフリーラジカル数分析	【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】
1010	通年	成蹊大学理工学部共通基礎	教授	藤田 涉	強電場下における水素結合性磁性体の物性研究	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1011	通年	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 【紫外・可視・近赤外分光光度計】Shimadzu UV-3600Plus 【ピコ秒レーザー】Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1012	通年	浜松医科大学 総合人間科学講座 (化学)	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】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【核磁気共鳴装置】(NMR) JEOL JNM-ECA600
1013	通年	岐阜大学工学部機能材料工学科	教授	嶋 睦宏	Ni/Cu 多層細線, NiMnGa ナノ粒子の磁気的性質の解明	【SQUID 型磁化測定装置】
1014	通年	名古屋工業大学大学院物質工学専攻	教授	濱中 泰	硫化物半導体ナノ粒子の光学特性の研究	【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【紫外・可視・近赤外分光光度計】Shimadzu UV-3600Plus 【ピコ秒レーザー】Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex

9. 共同利用採択課題一覧

課題番号 (S-18-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	名城大学理工学部	教授	丸山 隆浩	Ir 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
1016	通年	奈良女子大学大学院自然科学系	教授	藤井 浩	金属酵素およびそのモデル錯体の電子構造の研究	【電子スピン共鳴装置】 【核磁気共鳴装置】 (NMR) JEOL JNM-ECA600
1017	通年	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 【電子スピン共鳴装置】
1018	通年	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 <sub>200</sub>
1019	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】 (微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【MALDI-TOF 質量分析】 Bruker microflex LRF
1020	通年	愛知工業大学 工学部 応用化学科	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
1021	通年	岐阜大学 工学部 化学・生命工学科	准教授	植村 一広	異種金属一次元鎖錯体中の第一遷移金属の磁気物性	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】 (微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【SQUID 型磁化測定装置】
1022	通年	東京工業大学生命理工学院	助教	門之園 哲哉	構造ゆらぎを抑制した抗体代替分子と標的分子の熱力学的結合解析	【熱分析装置】 MicroCal iTC <sub>200</sub>
1023	通年	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
1024	通年	大阪府立大学大学院理学系研究科	教授	藤原 秀紀	キノン部位を有する新規な D-A 型分子を用いた機能性物質の結晶構造解析	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】 (微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC
1025	通年	山形大学大学院理工学研究科電気電子工学分野	准教授	有馬 ポシールアハンマド	希土類金属ドーパ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】
1026	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】 (微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【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 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus
1027	通年	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 <sub>200</sub>
1028	通年	静岡大学 工学部	教授	植田 一正	広領域光吸収有機固体の実現を目指したジチアシクロペンテンテトラマーの合成と固体状態の電子状態解明	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】 (微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】

## 9. 共同利用採択課題一覧

課題番号 (S-18-MS)	申請区分	所属	職名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1029	通年	法政大学生命科学部	教授	緒方 啓典	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】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【蛍光X線分析装置】 JEOL JSX-3400RII 【電子分光】 Omicron EA-125 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】 【MALDI-TOF 質量分析】 Bruker microflex LRF 【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 SPECT Fluorolog 3-21 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus 【ピコ秒レーザー】 Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1030	通年	広島大学大学院工学研究科	准教授	姜 舜徽	動的錯体分子の構造相転移解析	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【SQUID 型磁化測定装置】
1031	前期	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 の微視的結晶構造、光伝導とフォノンの相関の解明	【SQUID 型磁化測定装置】 【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus
1032	通年	名古屋工業大学大学院工学研究科物理工学専攻	准教授	宮崎 秀俊	Fe <sub>2</sub> VAl 合金における 3d 重い電子系の起源の解明	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【SQUID 型磁化測定装置】
1033	通年	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	希土類イオンを微量添加したホウ酸リチウム焼結体の発光特性の研究	【蛍光分光光度計】 HORIBA SPECT Fluorolog 3-21 【ピコ秒レーザー】 Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus
1034	通年	横浜国立大学大学院工学府	D2	坂倉 響	Cu-X (X=Ni,Co) 合金を用いた析出組織と磁気物性の調査	【SQUID 型磁化測定装置】
1035	通年	群馬大学大学院理工学府分子科学部門	教授	浅野 素子	Cu(I) 錯体の励起状態の時間分解 ESR による解明	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus
1036	通年	北海道大学大学院工学研究院	助教	粕本 史郎	Zn-Ag- (希土類) 系準結晶の形成条件と磁気特性	【単結晶X線回折装置】 【粉末 X 線回折装置】 Rigaku RINT-UltimaIII 【SQUID 型磁化測定装置】
1037	通年	大阪府立大学大学院理学系研究科	教授	細越 裕子	有機ラジカル結晶の低温構造と量子磁気状態の解明	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1038	通年	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金属母相中に自己形成させたナノグラニューラ磁性体の組織及び磁気特性の検討	【SQUID 型磁化測定装置】
1039	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シサイドの化学状態の研究	【電子顕微鏡】 (SEM) HITACHI SU6600 【電子分光】 Omicron EA-125
1040	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	フェライト磁性薄膜および複合体のフェリ磁気特性の研究	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1041	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	Nb <sub>3</sub> Sn 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】
1042	通年	島根大学大学院総合理工学研究科	D2	矢野 なつみ	合成後修飾法による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】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【熱分析装置】 Rigaku DSC8231/TG-DTA8122

9. 共同利用採択課題一覧

課題番号 (S-18-MS)	申請区分	所属	職名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1043	通年	島根大学大学院総合理工学研究科物質化学領域	助教	片岡 祐介	アミジナート架橋ルテニウム(II,III) 二核錯体の構造解析と電子状態に関する研究	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【SQUID 型磁化測定装置】
1044	通年	東京農工大学	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 【粉末 X 線回折装置】 Rigaku RINT-UltimaIII 【蛍光 X 線分析装置】 JEOL JSX-3400RII
1045	通年	静岡大学大学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磁性の評価	【SQUID 型磁化測定装置】
1046	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
1046 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
1047	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
1047 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
1048	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	革新型蓄電池用電極材料の磁性(後期: FeF <sub>3</sub> 電極材料の磁性への化学修飾効果)	【SQUID 型磁化測定装置】
1048 b	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	FeF <sub>3</sub> 電極材料の磁性への化学修飾効果	【SQUID 型磁化測定装置】
1049	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	酸フッ化物の単結晶 X 線回折	【単結晶 X 線回折装置】
1050	前期	大阪市立大学理学部	特任准教授	松岡 秀人	光エネルギー変換システムの電子スピン共鳴研究	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680
1050 b	後期	大阪市立大学理学部	特任准教授	松岡 秀人	光応答性化合物の励起状態研究	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【蛍光分光光度計】 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【ピコ秒レーザー】 Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1051	前期	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 【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600
1051 b	後期	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 【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600
1052	前期	芝浦工業大学 工学部 共通学群化学科目	教授	幡野 明彦	逆転写酵素のテンプレートとなる長鎖散在性反復配列 RNA の動的構造解析のためのスピナラベル測定	【電子スピン共鳴装置】
1053	前期	信州大学先鋭領域融合研究群 環境・エネルギー材料科学研究所	特別特任教授	金子 克美	グラフェンのナノ窓における窒素と酸素の補足状態解析	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex
1054	前期	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
1055	前期	名古屋大学大学院薬学科学研究科	准教授	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
1087	後期	名古屋大学大学院薬学科学研究科	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
1056	前期	島根大学大学院総合理工学研究科	准教授	池上 崇久	MauG タンパク質のモデル錯体の反応メカニズムの解明	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】

## 9. 共同利用採択課題一覧

課題番号 (S-18-MS)	申請区分	所属	職名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1056b	後期	島根大学大学院総合理工学研究科	准教授	池上 崇久	新規ポルフィリン、コロール鉄 (III) 多核錯体の磁気的性質	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1057	前期	愛媛大学理工学研究科	准教授	山本 貴	[Pt (dmit) <sub>-2</sub> ] <sub>-2</sub> 塩の軌道準位逆転効果の多様性	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex
1057b	後期	愛媛大学理工学研究科	准教授	山本 貴	[Pt (dmit) <sub>-2</sub> ] <sub>-2</sub> 塩の軌道準位逆転効果の多様性	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex
1058	前期	島根大学大学院 総合理工学研究科 総合理工学専攻 数理・物質創成科学コース	D3	藤城 零	フタロシアニン類縁体への光照射によって発生した活性酸素種の特定	【電子スピン共鳴装置】
1058b	後期	島根大学大学院 総合理工学研究科 総合理工学専攻 数理・物質創成科学コース	D3	藤城 零	フタロシアニン類縁体への光照射によって発生した活性酸素種の特定	【電子スピン共鳴装置】
1059	前期	愛媛大学大学院理工学研究科 (工学系)	准教授	白旗 崇	低対称性電子供与体を成分とする分子性導体の構造と物性	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】 (微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【SQUID 型磁化測定装置】
1059b	後期	愛媛大学大学院理工学研究科 (工学系)	准教授	白旗 崇	拡張 $\pi$ 電子系化合物の構造と物性に関する研究	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】 (微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【SQUID 型磁化測定装置】
1060	前期	島根大学大学院総合理工学研究科	教授	半田 真	アセトアミド及びホルムアミジナト架橋配位子のランタン型二核とシアニド金属塩からなる集積錯体の磁気特性	【SQUID 型磁化測定装置】
1060b	後期	島根大学大学院総合理工学研究科	教授	半田 真	ランタン型ルテニウム (II,III) 二核錯体の磁気特性に及ぼす軸配位子の影響	【SQUID 型磁化測定装置】
1061	前期	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	配座設計に基づくタンパク質高親和性糖鎖の創出	【熱分析装置】 MicroCal iTC <sub>200</sub>
1061b	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	配座設計に基づくタンパク質高親和性糖鎖の創出	【熱分析装置】 MicroCal iTC <sub>200</sub>
1062	前期	神戸大学農学研究科	助教	木村 行宏	超低エネルギー吸収特性を示す紅色光合成細菌の特性解析	【熱分析装置】 MicroCal VP-DSC 【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex 【蛍光分光光度計】 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus 【円二色性分散計】 JASCO J-720WI
1062b	後期	神戸大学農学研究科	准教授	木村 行宏	超低エネルギー応答性を示す紅色光合成細菌における Ca イオンの役割	【熱分析装置】 MicroCal VP-DSC 【熱分析装置】 MicroCal iTC <sub>200</sub>
1063	前期	京都大学生命科学研究科	准教授	酒巻 和弘	c-FLIP タンパク質の新規機能獲得に関する検証	【電子スピン共鳴装置】
1063b	後期	京都大学生命科学研究科	准教授	酒巻 和弘	c-FLIP タンパク質の新規機能獲得に関する検証 (第 2 期)	【電子スピン共鳴装置】
1064	前期	名古屋工業大学ナノ材料・機能分子創製研究所	プロジェクト教授	増田 秀樹	一酸化窒素を選択的に捕捉するコバルト (III) 錯体の反応挙動	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1064b	後期	名古屋工業大学ナノ材料・機能分子創製研究所	プロジェクト教授	増田 秀樹	一酸化窒素を選択的に捕捉するコバルト (III) 錯体の反応挙動	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1065	前期	東京大学物性研究所	助教	上田 頌	高温 X 線回折実験による無水有機プロトン伝導体中の分子ダイナミクスの調査	【単結晶 X 線回折装置】
1065b	後期	東京大学物性研究所	D 2	砂入 允哉	高温 X 線回折実験による無水有機プロトン伝導体中の分子ダイナミクスの研究	【単結晶 X 線回折装置】

9. 共同利用採択課題一覧

課題番号 (S-18-MS)	申請区分	所属	職名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1066	前期	都城工業高等専門学校 物質工学科	准教授	高橋 利幸	微細藻類バイオマス含有マイクロカプセルの化学特性分析と当該藻類増殖促進物質の構造解析	【熱分析装置】 MicroCal VP-DSC 【熱分析装置】 Rigaku DSC8231/TG-DTA8122 【MALDI-TOF 質量分析】 Bruker microflex LRF 【核磁気共鳴装置】 (NMR) JEOL JNM-ECA600
1066b	後期	都城工業高等専門学校 物質工学科	准教授	高橋 利幸	微細藻類バイオマス含有マイクロカプセルの化学特性分析と当該藻類増殖促進物質の構造解析	【熱分析装置】 MicroCal VP-DSC 【熱分析装置】 Rigaku DSC8231/TG-DTA8122 【MALDI-TOF 質量分析】 Bruker microflex LRF
1067	前期	静岡大学グリーン科学技術研究所	教授	朴 龍洙	Magnetic property analysis of AgMNP-GRP	【SQUID 型磁化測定装置】
1068	前期	広島大学大学院理学研究科 化学専攻	教授	安倍 学	アジド化合物の光照射により生成する中間体の観測	【電子スピン共鳴装置】
1069	前期	千葉大学グローバルプロミネント研究基幹	特任研究員	水津 理恵	強相関分子結晶が示す特異な磁気転移と構造に関する研究	【単結晶X線回折装置】 (微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC
1070	前期	名古屋工業大学大学院工学研究科 (分子研 特別共同利用研究員)	修士課程 M2	富田 紗穂子	光駆動 Na イオン輸送タンパク質 NaR のレチナール発色団のラマンスペクトル解析	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex
1071	前期	東北大学大学院環境科学研究科	D2	関 亜美	石炭フライアッシュ含有成分の可視分析による有害成分不溶化メカニズムの解明	【電子顕微鏡】 (FIB) JEOL JEM-9310FIB 【電子顕微鏡】 (SEM) HITACHI SU6600
1071b	後期	東北大学大学院環境科学研究科	D2	関 亜美	石炭フライアッシュ含有成分の可視分析	【電子顕微鏡】 (SEM) HITACHI SU6600
1072	前期	広島大学大学院理学研究科 化学専攻	教授	井上 克也	強弾性を有する有機-無機複合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】
1072b	後期	広島大学大学院理学研究科 化学専攻	教授	井上 克也	強弾性を有する有機-無機複合磁性体における磁気弾性効果の研究	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1073	前期	島根大学総合理工学部	准教授	池上 崇久	重質油中のポルフィリン誘導体の物性評価	【電子スピン共鳴装置】
1073b	後期	島根大学総合理工学部	准教授	池上 崇久	重質油中のポルフィリン誘導体の物性評価	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1074	後期	山梨大学大学院総合研究部 教育学域	准教授	森長 久豊	固体酸触媒によるポリマー合成	【MALDI-TOF 質量分析】 Bruker microflex LRF
1075	前期	名古屋市立大学大学院薬学研究科	教授	樋口 恒彦	カルコゲン型アニオン配位ヘムの磁気的特性に関する研究	【電子スピン共鳴装置】
1075b	後期	名古屋市立大学大学院薬学研究科	教授	樋口 恒彦	カルコゲン型アニオン配位ヘムの磁気的特性に関する研究	【電子スピン共鳴装置】
1076	後期	信州大学農学部	助教	梅澤 公二	タウタンパク質と予測結合物質の熱量測定	【熱分析装置】 MicroCal VP-DSC 【熱分析装置】 MicroCal iTC <sub>200</sub> 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus 【円二色性分散計】 JASCO J-720WI
1077	前期	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】 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus
1077b	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	【蛍光X線分析装置】 JEOL JSX-3400RII 【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【電子スピン共鳴装置】
1078	前期	京都大学化学研究所	特定研究員	井手 雄紀	スピン化学種を有するフラーレン誘導体の磁気的性質の検討	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1079	前期	高エネルギー加速器研究機構 加速器研究施設	助教	許斐 太郎	窒素中熱処理を行った多結晶二オプの表面観察	【電子顕微鏡】 (SEM) HITACHI SU6600

## 9. 共同利用採択課題一覧

課題番号 (S-18-MS)	申請区分	所属	職名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1080	後期	山梨大学大学院医工農学総合教育部博士課程工学専攻エネルギー物質科学コース物質化学分野	D1	久保田 恒喜	ESR法を用いたアンモニウム形Y型ゼオライトの酸素欠損評価	【電子スピン共鳴装置】
1081	後期	東京理科大学 理学部第二部	教授	秋津 貴城	高分子膜中のアゾベンゼン含有錯体への偏光・光渦UV照射による波長選択的分子配向誘導	【円二色性分散計】 JASCO J-720WI
1082	後期	九州大学 先端物質化学研究所	学術研究員	中西 匠	SCOと運動した光誘起プロトン移動を示す鉄二価錯体のアニオン置換効果	【単結晶X線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC
1083	後期	京都大学国際高等教育院	教授	加藤 立久	一酸化窒素ラジカルを内包するフラレンのパルス電子スピン共鳴によるスピン緩和過程の研究	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【電子スピン共鳴装置】
1084	後期	大分大学医学部消化器小児外科	病院特任助教	小川 雄大	ラマン分光法を用いたヒルシュブルグ病における無神経節腸管の可視化	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex
1085	後期	豊田理化学研究所	フェロー	黒田 新一	高移動度有機トランジスタ中のキャリアの電場誘起ESRによる研究	【電子スピン共鳴装置】
1086	後期	大阪市立大学理学部理学科	准教授	鐘本 勝一	有機半導体の電子スピン緩和時間計測	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680
1096	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	深紫外発光デバイスの高効率化のためのa軸配向Fe添加AlN薄膜の単結晶化研究	【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600 【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex
1097	後期	静岡大学 大学院総合科学技術研究科 工学専攻 電子物質科学コース	助教	中嶋 聖介	新規ファラデー材料に向けたナノ構造薄膜及びナノ磁性微粒子分散キセロゲルの磁気的性質	【SQUID型磁化測定装置】
1098	後期	広島大学原爆放射線医科学研究所	助教	廣田 誠子	生体物質のESR測定を用いた緊急被ばく時線量評価手法の開発	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID型磁化測定装置】
1099	後期	三重大学大学院地域イノベーション工学研究科	助教	林 侑介	窒化物半導体の光学特性評価	【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus

### 【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
- ◎ 【単結晶X線回折装置】 : Rigaku MERCURY CCD-1・R-AXIS IV または Rigaku MERCURY CCD-2

## 平成30年度設備利用状況

(2018.4.1～2019.3.31)

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	13	3	16	40	11	51	51
E500	28	4	32	115	24	139	137
E680	14	0	14	165	0	165	160
SQUID 型磁化測定装置							
MPMS-7	24	3	27	268	9	277	247
MPMS-XL7	23	3	26	243	52	295	260
単結晶 X 線回折装置							
MERCURY CCD-1	12	1	13	122	7	129	122
MERCURY CCD-2	11	0	11	102	0	102	97
MERCURY CCD-3	11	2	13	100	29	129	124
結晶スポンジ法 X 線回折装置							
Rigaku XtaLAB P200	9	2	11	67	22	89	89
Rigaku SuperNova	5	1	6	51	9	60	60
粉末 X 線回折装置							
RINT-UltimaIII	2	4	6	6	35	41	39
X 線溶液散乱測定装置							
NANO-Viewer	2	2	4	11	63	74	74
電子分光装置							
機能性材料バンド構造顕微分析システム	4	3	7	62	63	125	125
Omicron EA-125	2	3	5	9	11	20	20
電子顕微鏡							
SEM / JSM-6700F	3	0	3	19	0	19	19
SEM / SU6600	8	11	19	62	16	78	75
熱分析装置							
Rigaku DSC8231/TG-DTA8122	2	6	8	22	14	36	36
VP-DSC	2	0	2	3	0	3	3
iTC <sub>200</sub>	7	0	7	38	0	38	38
質量分析計							
Bruker microflex LRF	2	7	9	5	114	119	109
所内 JEOL JMS777V		4	4		32	32	31
有機微量元素分析装置							
所内 MICRO CORDER JM10		5	5		84	84	69
蛍光 X 線分析装置							
JSX-3400RII	1	4	5	3	6	9	9
核磁気共鳴 (NMR) 装置							
AVANCE800 (溶液)	11	1	12	378	2	380	341
AVANCE600 (固体)	2	0	2	320	0	320	320
JNM-ECA600	3	11	14	64	77	141	125
所内 JNM-ECS400		5	5		375	375	195
ピコ秒レーザー							
Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS	5	1	6	29	4	33	33
蛍光分光光度計							
SPEX Fluorolog 3-21	8	3	11	24	19	43	42
円二色性分散計							
J-720WI	3	4	7	9	6	15	15
紫外・可視・近赤外分光光度計							
UV-3600 Plus	9	4	13	20	15	35	35
フーリエ変換赤外 (FTIR) 分光光度計							
IFS 66v/S	0	0	0	0	0	0	0
顕微ラマン分光装置							
RENISHAW inVIA Reflex	10	1	11	72	2	74	72
超伝導磁石付希釈冷凍機							
所内 Kelvinox 400		2	2		8	8	8

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 <sup>3</sup> )
明大寺地区	41,882.0	20,929.0	
山手地区	3,724.0	17,839.0	768.0

※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30年度研究報告一覧

学術論文 (71 報)

H. S. A. MANDOUR, Y. NAKAGAWA, M. TONE, H. INOUE, N. OTOG, I. FUJISAWA, S. CHANTHAMATH, S. IWASA, "Reusable and highly enantioselective water-soluble Ru(II)-Amm-Pheox catalyst for intramolecular cyclopropanation of diazo compounds," *beilstein J. Org. Chem.* **15**, 357-363 (2019).

Y. NAKAGAWA, N. NAKAYAMA, H. GOTO, I. FUJISAWA, S. CHANTHAMATH, K. SHIBATOMI, S. IWASA, "Computational chemical analysis of Ru(II)-Pheox-catalyzed highly enantioselective intramolecular cyclopropanation reactions," *CHIRALITY* **31**,52-61 (2019).

Y. NAKAGAWA, Y. IMOKAWA, I. FUJISAWA, N. NAKAYAMA, H. GOTO, S. CHANTHAMATH, K. SHIBATOMI, S. IWASA, "Ligand Exchange Reaction on a Ru(II)-Pheox Complex as a Mechanistic Study of Catalytic Reactions," *ACS OMEGA* **3**, 11286-11289 (2018).

M. TONE, Y. NAKAGAWA, S. CHANTHAMATH, I. FUJISAWA, N. NAKAYAMA, H. GOTO, K. SHIBATOMI, S. IWASA, "Highly stereoselective spirocyclopropanation of various diazooxindoles with olefins catalyzed using Ru(ii)-complex," *RSC ADVANCES* **8**, 39865-39869 (2018).

I. FUJISAWA, Y. KITAMURA, Y. KATO, K. AOKI, "Crystal structures of resorcin[4]arene and pyrogallol[4]arene complexes with proline: A model for proline recognition through C-H $\cdots\pi$  interaction," *J. Mol. Struct.* **1163**, 336-344 (2018).

H. HAGIWARA, "High-temperature Spin Crossover of a Solvent-Free Iron(II) Complex with the Linear Hexadentate Ligand [Fe(L<sub>2-3,2</sub><sup>Ph</sup>)](AsF<sub>6</sub>)<sub>2</sub> (L<sub>2-3,2</sub><sup>Ph</sup> = bis[N-(1-Phenyl-1H-1,2,3-triazol-4-yl)methylidene-2-aminoethyl]-1,3-propanediamine)," *Magnetochemistry* **5**, 10 (2019).

H. YAMAGUCHI, D. YOSHIZAWA, T. KIDA, M. HAGIWARA, A. MATSUO, Y. KONO, T. SAKAKIBARA, Y. TAMEKUNI, H. MIYAGAI AND Y. HOSOKOSHI, "Magnetic-field-induced Quantum Phase in S = 1/2 Frustrated Trellis Lattice," *J. Phys. Soc. Jpn.* **87**(4), 043701/1-5 (2018).

H. YAMAGUCHI, Y. TAMEKUNI, Y. IWASAKI, AND Y. HOSOKOSHI, "Candidate for a fully frustrated square lattice in a verdazyl-based salt," *Phys. Rev. B*, **97**(20), 201109(R)/ 1-4 (2018).

H. YAMAGUCHI, Y. SASAKI, T. OKUBO, M. YOSHIDA, T. KIDA, M. HAGIWARA, Y. KONO, S. KITTAKA, T. SAKAKIBARA, H. TAKIGAWA, Y. IWASAKI, AND Y. HOSOKOSHI, "Field-enhanced quantum fluctuation in an S = 1/2 frustrated square lattice," *Phys. Rev. B* **98**(9), 094402/1-6 (2018).

N. UEMOTO, Y. KONO, S. KITTAKA, T. SAKAKIBARA, T. YAJIMA, Y. IWASAKI, S. MIYAMOTO, Y. HOSOKOSHI, AND H. YAMAGUCHI, "S = 1/2 ferromagnetic Heisenberg chain in a verdazyl-based complex," *Phys. Rev. B* **99**(9), 094418/1-6 (2019).

S. HASEGAWA, Y. HASHIKAWA, T. KATO, Y. MURATA, "Construction of a Metal-Free Electron Spin System by Encapsulation of an NO Molecule inside an Open-Cage Fullerene," *Angew. Chem., Int. Ed.* **57**, 12804-12808 (2018).

B. ZHOU, S. ISHIBASHI, T. ISHII, T. SEKINE, R. TAKEHARA, K. MIYAGAWA, K. KANODA, E. NISHIBORI, A. KOBAYASHI, "Single-component molecular conductor [Pt(dmdt)<sub>2</sub>] — A three-dimensional ambient-pressure molecular Dirac electron system," *Chemical Communications* **55**(23),3327-3330 (2019).

**T. ASAJI, Y. ITO, H. FUJIMORI, B. ZHOU**, “Ring-Puckering Motion of Azetidinium Cations in a Metal–Organic Perovskite  $[(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2][\text{M}(\text{HCOO})_3]$  (M = Zn, Mg) - A Thermal and  $^1\text{H}$  NMR Relaxation Study,” *The Journal of Physical Chemistry C* **123**(7),4291-4298 (2019).

**S. SUGIURA, K. SHIMADA, N. TAJIMA, Y. NISHIO, T. TERASHIMA, T. ISONO, R. KATO, B. ZHOU, S. UJI**, “Magnetocaloric Effect in Layered Organic Conductor  $\lambda$ -(BETS) $_2$  FeCl $_4$ ,” *Journal of the Physical Society of Japan* **87**(4),044601 (2018).

**T. UEDA**, “Electrochemistry of Polyoxometalates: From Fundamental Aspects to Applications,” *ChemElectroChem* **5**(6), 823-838 (2018).

**S. TSUBAKI, S. HAYAKAWA, T. UEDA, T. MITANI, E. SUZUKI, S. FUJII, Y. WADA**, “Proton-enhanced dielectric properties of polyoxometalates in water under radio-frequency electromagnetic waves,” *Materials* **11**(7), 1202 (2018).

**Y. TANAKA, T. HASEGAWA, T. SHIMAMURA, H. UKEDA, T. UEDA**, “Potentiometric evaluation of antioxidant capacity using polyoxometalate-immobilized electrodes ,” *Journal of Electroanalytical Chemistry* **828**, 102-107 (2018).

**JZ. LI, CL. BENTLEY, T. UEDA, AM. BOND, J. ZHANG**, “Electrolyte cation dependence of the electron transfer kinetics associated with the [SVW11 O40 ] $^{3-}$ / $^{4-}$  (VV/IV ) and [SVW11 O40 ] $^{4-}$ / $^{5-}$  (WVI/V ) processes in propylene carbonate,” *Journal of Electroanalytical Chemistry* **819**, 193-201 (2018).

**R. MITSUHASHI, K S. PEDERSEN, T. UEDA, T. SUZUKI, J. BENDIX, M. MIKURIYA**, “Field-induced single-molecule magnet behavior in ideal trigonal antiprismatic cobalt(II) complexes: precise geometrical control by a hydrogen-bonded rigid metalloligand ,” *Chem. Comm.* **54**(64), 8869-8872 (2018).

**R. MITSUHASHI, S. HOSOYA, T. SUZUKI, Y. SUNATSUKI, H. SAKIYAMA, M. MIKURIYA**, “Hydrogen-bonding interactions and magnetic relaxation dynamics in tetracoordinated cobalt(II) single-ion magnets,” *Dalton Trans.* **48**(2),395-399 (2019).

**R. MITSUHASHI, T. UEDA, M. MIKURIYA**, “Stepwise synthesis, hydrogen-bonded supramolecular structure and magnetic property of a Co-Mn heterodinuclear complex,” *Magnetochemistry* **5**(5),doi:10.3390 (2019).

**M. MIKURIYA, S. KURAHASHI, S. TOMOHARA, Y. KOYAMA, D. YOSHIOKA, R. MITSUHASHI, H. SAKIYAMA**, “Synthesis, Crystal Structures and Magnetic Properties of Mixed-Valent Tetranuclear Complexes with Y-Shaped MnII 2 MnIII 2 Core ,” *Magnetochemistry* **5**,8 (2019).

**N. MATSUMOTO, N. ITOH**, “Measuring Number of Free Radicals and Evaluating the Purity of di (phenyl)-(2,4,6-trinitrophenyl)iminoazanium [DPPH] Reagents by Effective Magnetic Moment Method ,” *ANALYTICAL SCIENCES* **34**(8),965-971 (2018).

**N. MATSUMOTO, CL. DENNIS, RD. SHULL**, “Improvement of reproducibility of magnetic moment detected by a SQUID magnetometer through radial offset measurement on a YIG sphere ,” *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS* **55**(2),9400305 (2019).

**T. NAKANE, S. YONEYAMA, T. KODAMA, K. KIKUCHI, A. NAKAO, T. OHHARA, R. HIGASHINAKA, T. D. MATSUDA, Y. AOKI, W. FUJITA**, “Magnetic, Thermal, and Neutron Diffraction Studies of a Coordination Polymer: Bis(glycolato)cobalt(II) ,” *Dalton Trans.* **48**, 333-338 (2019).

**W. FUJITA**, "Crystal structures, and magnetic and thermal properties of basic copper formates with two-dimensional triangular-lattice magnetic networks," *RSC Adv.* **8**, 32490-32496 (2018).

**W. NBILI, K. KAABI, F. LEFEBVRE, W. FUJITA, C. JELSCH, C. BEN NASR**, "A Hirshfeld surface analysis, crystal structure and physicochemical studies of a new Cu(II) complex with the 1,10-phenanthroline ligand," *J. Coord. Chem.* **71**, 2526-2539 (2018).

**T. OKADA, T. SAIDA, S. NARITSUKA, T. MARUYAMA**, "Vertically Aligned Single-Walled Carbon Nanotube Growth from Ir Catalysts by Alcohol Gas Source Method," *MRS Advances* **4**, 225-230 (2019).

**S. YOKOTA AND H. FUJII**, "Critical Factors in Determining the Heterolytic versus Homolytic Bond Cleavage of Terminal Oxidants by Iron(III) Porphyrin Complexes," *J. Am. Chem. Soc.* **140**(15), 5127-5137 (2018).

**H. NAGASHIMA, S. KAWAOKA, S. AKIMOTO, Y. MATSUI, T. TACHIKAWA, H. IKEDA, Y. KOBORI**, "Singlet-Fission-Born Quintet State: Sublevel Selections and Trapping by Multiexciton Thermodynamics," *The journal of physical chemistry letters* **9**(19), 5855-5861 (2018).

**H. SAKAI, R. INAYA, H. NAGASHIMA, S. NAKAMURA, Y. KOBORI, N. V. TKACHENKO, T. HASOBE**, "Multiexciton Dynamics Depending on Intramolecular Orientations in Pentacene Dimers: Recombination and Dissociation of Correlated Triplet Pairs," *The journal of physical chemistry letters* **9**(12), 3354-3360 (2018).

**Y. KOKUBO, C. YAMAMOTO, K. TSUZUKI, T. NAGAI, A. KATAYAMA, T. OHTA, T. OGURA, Y. WASADA-TSUTSUI, YUJI KAJITA, S. KUGIMIYA, H. MASUDA**, "Dinitrogen Fixation by Vanadium Complexes with a Triamidoamine Ligand," *Inorganic Chemistry* **57**(19), 11884-11894 (2018).

**K. UEMURA**, "Magnetic Behavior in Heterometallic, One-dimensional Chains or Octanuclear Complex Regularly Aligned with Metal-Metal Bonds as -Rh-Rh-Pt-Cu-Pt," *Journal of Molecular Structure* **1162**, 31-36 (2018).

**水野浩輔, 久保田繁, 廣瀬文彦, 有馬ボシールアハンマド**, "Pr,Gd 共添加ビスマスフェライトの合成及び磁化特性評価," *電子情報通信学会技術研究報告* **118**,(461) 15-17 (2019).

**K. MORITA, Y. YAMAMOTO, A. HORI, T. OBATA, Y. UNO, K. SHINOHARA, K. NOGUCHI, K. NOI, T. OGURA, K. ISHII, K. KATO, M. KIKUMOTO, R. ARRANZ, JM. VALPUESTA, M. YOHDA**, "Expression, Functional Characterization, and Preliminary Crystallization of the Cochaperone Prefoldin from the Thermophilic Fungus *Chaetomium thermophilum*," *Int J Mol Sci.* **19**(8), 2452 (2018).

**T. TAKAMI, Y. MORITA, M. YONEMURA, Y. ISHIKAWA, S. TANAKA, M. MORI, T. FUKUNAGA, AND E. MATSUBARA**, "Appearance of lithium-ion conduction in a La-Li-Co-O band insulator: Possible route to oxide electrolyte," *ACS Applied Energy Materials* **1**(6), 2546-2554 (2018).

**T. TAKAMI, K. MATSUI, H. SENOH, N. TAGUCHI, M. SHIKANO, H. SAKAEBE, AND T. FUKUNAGA**, "Magnetic behavior of Fe nanoparticles driven by phase transition of FeF<sub>3</sub>," *J. Alloys Compd.* **769**, 539-544 (2018).

**T. TAKAMI, K. MATSUI, H. SENOH, M. SHIKANO, H. SAKAEBE, AND T. FUKUNAGA**, "Role of the particle size of Fe nanoparticles on capacity of FeF<sub>3</sub> batteries," *AIP Advances* **9**, 045301 (2019).

**A. HATANO, N. TERADO, Y. KANNO, T. NAKAMURA & G. KAWAI**, "Synthesis of a protected ribonucleoside phosphoramidite-linked spin label via an alkynyl chain at the 5' position of uridine," *Synthetic Communications* **49**(1), 136-145 (2019).

**D. SHIMIZU, Y. IDE, T. IKEUE**, "Coordination-Induced Spin-State Switching of an Aminyl-Radical-Bridged Nickel(II) Porphyrin Dimer between Doublet and Sextet States," *Angew. Chem. Int. Ed.* **58**(15), 5023-5027 (2019).

**S. OOI, T. TANAKA, T. IKEUE, K. YAMASUMI, K. UETA, D. SHIMIZU, M. ISHIDA, H. FURUTA, AND A. OSUKA**, "Bis-copper(II) Complex of Triply-linked Corrole Dimer and Its Dication," *Chem. Asian J.* **14**, 1771-1776 (2019).

**R. FUJISHIRO, H. SONOYAMA, Y. IDE, T. FUJIMURA, R. SASAI, A. NAGAI, S. MORI, N. E. M. KAUFMAN, Z. ZHOU, M. G. H. VICENTE, AND T. IKEUE**, "Synthesis, photodynamic activities, and cytotoxicity of new water-soluble cationic gallium(III) and zinc(II) phthalocyanines," *Journal of Inorganic Biochemistry* **192**, 7-16 (2019).

**M. WATANABE, N. KINOSHITA, T. SHIRAHATA, Y. MISAKI**, "Structures and Conducting Properties of Molecular Conductors Based on EO-ST-STP," *Chem. Lett.* **47** (8), 982-984 (2018).

**N. KINOSHITA, T. SHIRAHATA, Y. MISAKI**, "Structures and Conducting Properties of Molecular Conductors Based on DM-TTP," *Bull. Chem. Soc. Jpn.* **91**(10), 1553-1555 (2018).

**M. KATO, Y. FUJITA, T. YAMAUCHI, S. MORI, T. SHIRAHATA, Y. MISAKI**, "Redox-Switchable Bis-fused Tetrathiafulvalene Analog: Observation and Control of Two Different Reduction Processes from Dication to Neutral State," *Org. Lett.* **20**(17), 5121-5125 (2018).

**M. UEDA, A. TAHARA, M. HASEGAWA, T. SHIRAHATA, Y. MAZAKI, Y. MISAKI**, "Hydration of Polycationic [5]Radialene with Quintuple 1,3-Dithiol-2-ylidenes Leads to a New Class of  $\pi$ -Extended Tetrathiafulvalene Scaffold," *Chem. Eur. J.* **25**(19), 4984-4991 (2019).

**D. OGI, Y. FUJITA, M. KATO, T. YAMAUCHI, T. SHIRAHATA, M. YAO, Y. MISAKI**, "Tris-fused Tetrathiafulvalenes Extended with an Anthraquinoid Spacer as New Positive Electrode Materials for Rechargeable Batteries," *Eur. J. Org. Chem.* **2019**(16), 2725-2728 (2019).

**M. HANDA, H. YAIRI, N. YANO, M. MITSUMI, H. SAKIYAMA, M. KITASHIMA, K. INOUE, R. MITSUHASHI, M. MIKURIYA, H. AKASHI, Y. KATAOKA**, "Magnetic and Electrochemical Properties of Lantern-Type Dinuclear Ru(II,III) Complexes with Axial Chloride Ions or Water Molecules," *Magnetochemistry* **5**, 18 (2019).

**S. HASEGAWA, Y. HASHIKAWA, T. KATO AND Y. MURATA**, "Construction of a Metal-Free Electron Spin System by Encapsulation of an NO Molecule Inside an Open-Cage Fullerene C60 Derivative," *Angew. Chem. Int. Ed.* Vol. **57**, 12804-12808 (2018).

**S. HASHIYADA, T. NARUSHIMA and H. OKAMOTO**, "Imaging Chirality of Optical Fields near Achiral Metal Nanostructures Excited with Linearly Polarized Light," *ACS Photon.* **5**, 1486-1492 (2018).

**S. HASHIYADA, T. NARUSHIMA and H. OKAMOTO**, "Active Control of Chiral Optical Near Fields on a Single Metal Nanorod," *ACS Photon.* **6**, 677-683 (2019).

**H. KATSUKI, N. TAKEI, C. SOMMER AND K. OHMORI**, "Ultrafast Coherent Control of Condensed Matter with Attosecond Precision," *Acc. Chem. Res.* **5**, 1174-1184 (2018).

**C. LIU, J. MANZ, K. OHMORI, C. SOMMER, N. TAKEI, J. C. TREMBLAY AND Y. ZHANG**, "Attosecond Control of Restoration of Electronic Structure Symmetry," *Phys. Rev. Lett.* **121**, 173201 (2018).

S. A. REZVANI, M. SUZUKI, P. MALEVICH, C. LIVACHE, J. V. DE MONGOLFIER, Y. NOMURA, N. TSURUMACHI, A. BALTUŠKA, and T. FUJI, “Millijoule femtosecond pulses at 1937 nm from a diode-pumped ring cavity Tm:YAP regenerative amplifier,” *Opt. Express* **26**, 29460–29470 (2018).

T. YOKOYAMA, A. KOIDE and Y. UEMURA, “Local thermal expansions and lattice strains in Elinvar and stainless steel alloys,” *Phys. Rev. Materials* **2**, 023601 (2018).

T. YOKOYAMA and S. CHAVEANGHONG, “Anharmonicity in elastic constants and extended x-ray-absorption fine structure cumulants,” *Phys. Rev. Materials* **3**, 033607 (2019).

S. KATAOKA, H. FUKUMOTO, T. KAWASAKI-TAKASUKA, T. YAMAZAKI, K. NISHIMURA, T. AGOU, and T. KUBOTA, “Effective Synthesis and Their Copolymerization of Fluorine-Containing Phenanthrene with Hydroxyl Group,” *Journal Fluorine Chemistry* **218**, 84-89 (2019).

S. KITOU, A. NAKANOI, S. KOBAYASHI, K. SUGAWARA, N. KATAYAMA, N. MAEJIMA, A. MACHIDA, T. WATANUKI, K. ICHIMURA, S. TANDA, T. NAKAMURA and H. SAWA, “Effect of Cu intercalation and pressure on excitonic interaction in 1T-TiSe<sub>2</sub>,” *Phys. Rev. B* **99**, 104109 (2019).

S. KITOU, S. KOBAYASHI, T. KANEKO, N. KATAYAMA, S. YUNOKI, T. NAKAMURA and H. SAWA, “Honeycomb Lattice Type CDW Formed by Cooperative Interaction in Cu Intercalated 1T-TiSe<sub>2</sub>,” *Phys. Rev. B* **99**, 081111(R) (2019).

A. HATANO, N. TERADO, Y. KANNO and T. NAKAMURA, “Synthesis of a protected ribonucleoside phosphoramidite-linked spin label via an alkynyl chain at the 5' position of uridine,” *Synthetic Communications* **49**, 136-145 (2019). [共]

T. NAKAMURA, M. ASADA, M. YOSHIDA, M. KONDO and S. MASAOKA, “Possibility of Dielectric Material: Magnetic Resonance Study of Oxo-Bridged Dinuclear Ruthenium Mixed-Valence Complex,” *ChemistrySelect* **3**, 10526-10531 (2018).

T. ENOMOTO, M. KONDO, M. ASADA, T. NAKAMURA and S. MASAOKA, “Near-IR Light-Induced Electron Transfer via Dynamic Quenching,” *J. Phys. Chem. C* **122**, 11282-11287 (2018).[共]

Y. FURUKAWA, C. LIM, T. TOSHA, K. YOSHIDA, T. HAGAI, S. AKIYAMA, S. WATANABE, K. NAKAGOME, Y. SHIRO, “Identification of a novel zinc-binding protein, C1orf123, as an interactor with a heavy metal-associated domain,” *PLoS One* **13**, e0204355; doi: 10.1371/journal.pone.0204355 (2018). [共]

M. KIKUCHI, M. HIROTA, T. KUNAWONG, Y. SHINMURA, M. ABE, Y. SADAMITSU, A. M. MOH, S. IZAWA, M. IZAKI, H. NAITO and M. HIRAMOTO, “Lateral Alternating Donor/Acceptor Multilayered Junction for Organic Solar Cells,” *ACS Appl. Energy Mater.* **2**, 2087–2093 (2019).

S. IZAWA, A. PERROT, JI-HYUN LEE and M. HIRAMOTO, “Organic pn homojunction solar cell,” *Org. Electron.* **71**, 45-49 (2019).

S. PAN, S. YAN, T. OSAKO and Y. UOZUMI, “Controlled Aerobic Oxidation of Primary Benzylic Alcohols to Aldehydes Catalyzed by Polymer-Supported Triazine-Based Dendrimer-Copper Composites” *Synlett* **29**, 1152-1156 (2018).

G. SHEN, T. OSAKO, M. NAGAOSA and Y. UOZUMI, “Aqueous Asymmetric 1,4-Addition of Arylboronic Acids to Enones Catalyzed by an Amphiphilic Resin-Supported Chiral Diene Rhodium Complex under Batch and Continuous-Flow Conditions,” *J. Org. Chem.* **83**, 7380-7387 (2018).

T. OSAKO, M. NAGAOSA, G. HAMASAKA and Y. UOZUMI, “Asymmetric Copper-Catalyzed C(sp)-H Bond Insertion of Carbenoids Derived from N-Tosylhydrazones,” *Synlett* **29**, 2251-2256(2018).

**G. KAWAGUCHI, A. A. BARDIN, M. SUDA, M. URUICHI, AND H.M. YAMAMOTO**, “An Ambipolar Superconducting Field-Effect Transistor Operating above Liquid Helium Temperature,” *Adv. Mater.* **2018**, 1805715 (2019).

**H. OIKE, M. SUDA, M. KAMITANI, A. UEDA, H. MORI, Y. TOKURA, H. M. YAMAMOTO, AND F. KAGAWA**, “Size effects on supercooling phenomena in strongly correlated electron systems: IrTe<sub>2</sub> and θ-(BEDT - TTF)<sub>2</sub>RbZn(SCN)<sub>4</sub>,” *Phys. Rev. B*, **97**, 085102 (2018).

**Y. KAWAKAMI, T. AMANO, Y. YONEYAMA, Y. AKAMINE, H. ITOH, G. KAWAGUCHI, , H. KISHIDA, K. ITOH, T. SASAKI, S. ISHIHARA, Y. TANAKA, K. YONEMITSU, AND S. IWAI**, “Non-linear charge oscillation driven by single-cycle light-field in an organic superconductor,” *Nature Photonics* **12**, 474 (2018). [共]

## 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・賣市 幹大 (所有設備紹介担当)
	岡野 芳則 (研究紹介担当)
	浅田 瑞枝・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. 11

発行日	令和元年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

本誌記載記事の無断転載を禁じます



## 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](mailto:ic-office@ims.ac.jp)