機器センターたより No.5

自然科学研究機構 **分子科学研究所**

機器センター











1 4 5 2 3

【表紙の写真】

- 1:低温冷媒の供給設備
- 2:核磁気共鳴装置
- 3: 有機微量元素分析装置
- 4:フーリエ変換赤外分光光度計
- 5:ナノ秒レーザー

(本文 所有設備紹介 P23~参照)



自然科学研究機構 **分子科学研究所**



目次

機器センターたより No.5

分子科学研究所 機器センター

1.	巻頭言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	1
2.	構成員・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	2
З.	所有設備一覧・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	3
4.	センターの利用方法	
	施設利用方法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	7
	ナノテクノロジープラットフォーム事業・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	11
	大学連携研究設備ネットワーク利用方法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	12
	液体ヘリウム利用方法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	15
	液体窒素利用方法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	17
	小型貸出機器利用方法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	19
	サンプル準備室利用方法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	21
	施設利用者控室・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	22
5.	所有設備紹介	
	電子スピン共鳴装置・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	23
	SQUID 型磁化測定装置 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	25
	単結晶 X 線回折装置 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	27
	粉末 X 線回折装置 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	29
	X 線光電子分光装置・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	30
	電子顕微鏡・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	32
	熱分析装置・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	34
	マトリックス支援レーザー脱離イオン化 - 飛行時間型質量分析計 ・・・・・・・・・	36
	有機微量元素分析装置・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	37
	蛍光 X 線分析装置 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	38
	核磁気共鳴装置 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	39
	ピコ秒レーザー・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	42
	ナノ秒レーザー・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	44
	蛍光分光光度計 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	46
	円二色性分散計 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	48
	可視紫外分光光度計 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	49
	フーリエ変換赤外分光光度計・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	50
	顕微ラマン分光装置・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	51
	15T 超伝導磁石付希釈冷凍機・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	52
	低温冷媒の供給設備・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	53

目次

6		交	流
-	-		** **

6.	交流
	所外利用者アンケート報告・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 55
	所内利用者アンケート報告・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 59
	機器センター長からのコメント・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 61
7.	研究紹介
	「Pt 触媒を用いた単層カーボンナノチューブの細径化」 ・・・・・・・・・・・ 62
	名城大学 理工学部 材料機能学科 教授 丸山 隆浩
	「フタロシアニンを増感剤とするキノンの光還元」・・・・・・・・・・・・・・・66
	分子科学研究所 分子スケールナノサイエンスセンター 准教授 永田 央
	「分子のおわん、バッキーボウル」・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 70
	分子科学研究所 分子スケールナノサイエンスセンター 准教授 櫻井 英博
8.	平成 23 年度共同利用採択課題一覧 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 74
9.	平成 23 年度設備利用状況 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 80
10.	平成 23 年度研究報告一覧 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 81
11.	編集後記 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·

1. 巻頭言

卷頭言

本年度も「機器センターたより」をお届けす る時季になりました。年1回発行しているこの たよりも、本号で第5号になります。機器セン ターをご利用の皆様にも、お馴染みになったこ とと思います。

それでは、機器センターのこの1年の動きを ご紹介しましょう。まずは前号でもお伝えした 通り、明大寺地区のヘリウム液化機が昨年11月 に新規納入されました。以来、順調に稼働して おり、ようやく液体ヘリウムを安定して供給す る体制が整いました。また、特別に予算措置し て頂いて、有機微量元素分析装置の新規交換や ESRおよびSQUIDへのオプション導入を実現 することができました。以前の元素分析装置は 導入以来10年を優に過ぎて老朽化が著しいもの でしたが、ようやく長年の懸案事項が1つ解決 しました。とはいえ、同様に老朽化が進む装置 はまだ多数存在しますので、分子研全体として 共用設備に関するプランをしっかり策定して、 計画的に整備を進めることが重要となります。 その点で、所内外の研究者の方々からのご意見 は、ますます大きな意味を持ちます。実際、今 回の新規オプションはユーザーのご要望をもと に導入を決定したもので、既に「他では得難い データが得られる」との声を頂いています。

ユーザーの方々の利便性向上という点では、 平成21~22年度に明大寺地区で実施された実験 棟改修を受けて装置の配置を抜本的に見直し、 寒剤供給と物性測定機器は極低温棟、ナノ秒レ ーザー関連はレーザーセンター棟1階、ピコ秒 レーザーシステムは実験棟地下、X線回折や分 光計測機器は南実験棟、という集約化を図りま した。また、南実験棟に、ご要望の高かった所 外利用者のための控室をようやく確保すること ができました。本誌にも簡単にご紹介しており ますが、是非、ご活用頂ければ幸いです。

機器センター長 大島 康裕

分子研全体の大きな動きとして、「ナノテク ノロジーネットワーク事業」が昨年末に終了し、 その発展である「ナノテクノロジープラットフ ォーム事業」が7月より本格的に始動しました。 このプロジェクトは分子スケールナノサイエン スセンターが運営の中心となります。一方で、 汎用設備を集中的・経常的に管理する組織とし ては機器センターがその任にあたるべきと位置 付けられました。そこで、「ナノネットワーク」 の装置群を機器センターに移管した上で、他の 機器センター所有の装置も含めて、「ナノプラ ットフォーム」で利用して頂く体制となりまし た。組織としてやや複雑ですが、機器センター とナノプラットフォームが緊密に連携し、ユー ザーの方々にはストレスフリーなシステムとな るよう整備したいと考えています。

以上のような動きに対応して、研究所外のコ ミュニティの方々から広くご意見を頂く必要性 がますます増大しています。そこで、機器セン ターの運営委員会がこれまでは所内委員のみで 構成されていたものを、所外委員も含めた構成 に変更致しました。第1回の委員会を8月に開 催し、所外委員の方々から「機器センターが中 心となって研究会を実施し、潜在的なユーザー も含めて情報・意見交換の場を提供すべき」等 の様々な貴重なご意見を頂きました。

今、機器センターは、長期的なビジョンを持 ってその進路を定める時期に来ているようで す。(これは、単なる1組織に留まらず、政 治・社会システムを含めた日本全体の問題でも あるとは思いますが。)「大局観」を養うため には、実は、具体的事例の検討がおおもととな るのではないでしょうか。機器センターを利用 されている多くの方々との交流こそがそのおお もとであり、「機器センターたより」がその交 流の一助となることを願っています。

構成員

機器センター長(併任)							
	大島康裕	光分子科学研究領域 教授	明大寺	研究棟 107			
技術職員							
班長	山中孝弥	レーザー	明大寺	南実験棟 111			
班長	高山敬史	寒剤(明大寺地区)	明大寺	極低温棟 103			
主任	水川哲徳	寒剤(山手地区)	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			
	上田 正	レーザー、分光光度計等	明大寺	南実験棟 111			
	牧田誠二	元素分析、質量分析等	山手	4号館 401			
	藤原基靖	ESR、SQUID、X 線回折装置等	明大寺	極低温棟 102			
	中野路子	NMR、熱分析装置等	山手	4号館 401			
	齊藤 碧	電子顕微鏡、分光光度計等	明大寺	南実験棟 111			
事務支援員							
	中川信代	施設利用対応等	明大寺	南実験棟 111			
	太田明代	大学連携研究設備ネットワーク	明大寺	南実験棟 111			



所有設備一覧

▼ 所内専用設備

<u></u> <i> ナノ</i> ナノテクノロジープラットフォーム	事業対応設備(11ペー:	ジ参照)
分類名/型式	設置場所	担当者
1.電子スピン共鳴装置		
Bruker EMX Plus	極低温棟 002	藤原
Bruker E500 オプション追加	極低温棟 001	藤原
FIRE FOR STATES FOR ST	極低温棟 001	藤原
2.SQUID 型磁化測定装置		
Quantum Design MPMS-7	極低温棟 006	藤原
Quantum Design MPMS-XL7 オプション追加	極低温棟 006	藤原
3. 単結晶 X 線回折装置		
Rigaku MERCURY CCD-1 · R-AXIS IV	南実験棟 BO4	藤原
Rigaku MERCURY CCD-2	南実験棟 BO4	藤原
微小結晶 /Rigaku MERCURY CCD-3	南実験棟 BO4	岡野
4. 粉末 X 線回折装置		
Rigaku RINT-Ultimalli	山手3号館1階X線回折測定室	藤原
5.X線光電子分光装置(XPS)		
J Omicron EA-125	実験棟 215	酒井
6. 電子顕微鏡		
ナノ 高分解能透過分析電子顕微鏡(TEM)/JEOL JEM-3100FEF	実験棟 B10	齊藤
ナノ 走査電子顕微鏡(SEM)/JEOL JSM-6700F(1), JED-2201F	山手 4 号館 103	中尾
▶▶ 集束イオンビーム加工装置(FIB)/JEOL JEM-9310FIB(P)	山手 4 号館 103	中尾
7. 熱分析装置		
MicroCal VP-DSC	山手4号館101	中野
MicroCal iTC ₂₀₀	山手 4 号館 101	中野
TA Instruments TGA2950 SDT2960 DSC2920	極低温棟 010	藤原
8. マトリックス支援レーザー脱離イオン化 - 飛行時間型質量分析計		
Applied Biosystems Voyager DE-STR	山手 4 号館 403	牧田
9. 有機微量元素分析装置		
▼ J-SCIENCE LAB MICRO CORDER JM10 新規購入	山手 4 号館 404	牧田
10. 蛍光 X 線分析装置		
▼ JEOL JSX-3400RII	南実験棟 101	齊藤
11. 核磁気共鳴装置		
JEOL JNM-ECA920	山手 5 号館	中野
JEOL JNM-ECA600	山手 5 号館 予備測定室	中野
JEOL JNM-LA500	山手 4 号館 408	中野
▼ JEOL JNM-ECS400 新規購入	山手 4 号館 408	中野

12. ピコ秒レーザー		
Spectra-Physics, Quantronix Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS	実験棟 B08	上田
13. ナノ秒レーザー		
エキシマー励起色素レーザー /Coherent, Lambda Physik Compex Pro 110, LPD3002	レーザー棟 103	山中
Nd:YAG 励起 OPO レーザー /Spectra-Physics, Lambda Physik GCR-250, Scanmate OPPO	レーザー棟 102	山中
フッ素系エキシマーレーザー /Lambda Physik Compex 110F	レーザー棟 105	山中
14. 蛍光分光光度計		
HORIBA SPEX Fluorolog 3-21	南実験棟 101	上田
15. 円二色性分散計		
JASCO J-720WI	山手 4 号館 406	牧田
16. 可視紫外分光光度計		
Hitachi U-3500	南実験棟 101	上田
17. フーリエ変換赤外分光光度計		
チノ Bruker IFS 66v/S 新規登録	南実験棟 101	賣市·山本
18. 顕微ラマン分光装置		
F/ RENISHAW inVia Reflex	南実験棟 101	賣市·山本
19. 超伝導磁石付希釈冷凍機		
▼ Oxford Kelvinox 400	極低温棟 004	藤原
20. 低温冷媒の供給設備		
明大寺地区極低温施設		
ヘリウム液化システム 新システム導入	極低温棟 104	高山
液体ヘリウム自動供給装置	極低温棟 105	高山
液体ヘリウム貯槽	極低温棟 105	高山
液体窒素自動供給装置	化学試料棟前渡り廊下	高山
ヘリウム回収ライン	各実験室	高山
山手地区極低温施設		
全自動ヘリウム液化機	山手4号館	水川
液体ヘリウム貯槽	山手4号館	水川
液体窒素貯槽	山手4号館	水川
液体窒素自動供給装置	山手4号館 209	水川
ヘリウム回収ライン	各実験室	水川

※設備のある場所については、次ページの施設マップをご参照ください。

3. 所有設備一覧

施設マップ





【 明大寺 一 山手 マップ 】



施設利用方法

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、全 国の大学等の研究者の研究を推進するため、それら設備を利用して頂ける施設利用を実施しておりま す。なお、各機器の使用料は、原則無料(所外からの利用者に限る)で、規定の範囲内ですが旅費も 支給させて頂きます。また、共同利用研究者宿泊施設(有料)もご利用頂けます。

ナノテクノロジープラットフォーム事業対応設備につきましては、利用申請書類など事務関係が異 なります。11ページをご参照ください。

2. 利用方法

2.1 機器利用の申込資格

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

- •国立・公立大学法人(高等専門学校を含む)
- •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

2.2 機器利用の流れ

当センターの機器を利用する場合の手順を、図1に示すフローに沿ってご説明いたします。

- (1) 当センター技術職員へ問い合わせ
- (a) 当センターを初めて利用される研究者の方は、利用申請書類提出の前に、センター技術職員 宛にメール、或いは電話で利用希望機器、実験内容、利用希望日等をお問い合わせください。

≪問い合わせ先≫

E-mail: ic-pub@ims.ac.jp TEL: 0564-55-7470

上記メールアドレスは、当センター職員全員に送られます。お問い合わせ内容に応じて、機器担当職員等から返信いたします。

- (b) 当センターを利用されたことのある研究者の方は、次の申請書類の提出から手続きを進めて ください。
- (2) 申請書類の提出

施設利用申請書を所属機関(部局)の長を通じて1部提出してください。申請書類は、 http://www.ims.ac.jp/use/joint_syosiki.html の(G)機器センター施設利用(様式6-1)か らダウンロードしてください。X線回折装置を利用する場合は、申込書と併せて放射線業務 従事承認書(様式第4号)を提出してください(同アドレスからダウンロードできます)。 利用申請は半期毎で随時受け付けておりますが、事務手続き上、申請を受理してから採択決 定・通知まで半月から1ヶ月の期間を要しますこと、ご承知おきください。また、通年の利 用申請も受け付けておりますが、締切りが前年度12月となっておりますのでご注意ください。

なお、平成25年度よりwebシステムを利用した電子申請となる予定です。

≪ 申請書類の送付先 ≫

〒444-8585 岡崎市明大寺町字西郷中38番地

自然科学研究機構 岡崎統合事務センター

総務部国際研究協力課 共同利用係 (0564-55-7133)



図1 機器利用の手順

4. センターの利用方法

(3) 採択通知

提出して頂いた申請書類に不備がなければ、採択通知が送付されます。

なお、研究期間が半期を超える分については,次年度以降も新規公募手続に従って改めて申 請書の提出が必要となります。

(4) 機器の予約

採択通知を受け取られましたら来所計画を立て、機器の予約システムにアクセスして予約を 行ってください。予約システムのアドレスは以下の通りです。

≪ 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 (利用方法については12ページ参照) 注)予約システムにログインするためには、アカウントが必要となります。アカウ ントをお持ちで無い方は、施設事務室(E-mail:ic-office@ims.ac.jp)までお問い合わ せください。

(5) 宿泊手続き

宿泊を伴う場合は、共同利用研究者宿泊施設を利用できます。宿泊施設の利用を希望され る時は、ロッジ予約システム(http://www.occ.orion.ac.jp/lodge/)で予約してください。な お、利用登録を行って頂く必要があります。その際、"関係研究室"は[機器センター(分)]・[機 器センター施設利用「施設利用申込書」申請者]を選択し、ロッジの予約へ進んでください。

≪ お問い合わせ先 ≫

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ロッジ担当(0564-55-7138)

(6) 必要書類の提出(来所前)

提出書類	提出が必要な方	提出期限
施設利用実施計画書	旅費請求される方の代表者	来所の2週間前
出張命令簿の写し*1	旅費請求される教職員の方	来所の2週間前
銀行振込口座登録依頼書	<u>初めて</u> 旅費請求される方	来所の <u>3</u> 週間前
大学院生派遣書*2	旅費請求される大学院生の方	来所の2週間前
学部学生派遣書*2	学部学生の方 (来所ごと)	来所の2週間前
放射線管理区域立入申請書	放射線を利用される学部学生の方(来所ごと)	来所の2週間前

表1 提出書類一覧

*1 所属機関にて出張命令の手続きが困難な方は、施設事務室までお問い合わせ下さい。

**²大学院学生、及び学部学生は、(財)日本国際教育支援協会の学生教育研究災害傷害保険(付帯賠 償責任保険を含む)、又はこれと同等以上の保険に加入していることが来所の条件となります。 表1に示す書類のうち、必要なものを期日までに提出してください。事務処理の円滑化のため、早期提出をお願いします。また、日程等変更が生じた場合は速やかにお知らせください。

≪ 提出先 ≫

機器センター施設事務室 TEL:0564-55-7470 FAX:0564-55-7448 E-mail:ic-office@ims.ac.jp

(7) 来所·機器利用

来所の際は、以下の点に留意してください。

- ・来所当日、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。
- 機器の利用は、原則的に申込者本人に使用して頂きますが、機器の使用目的を熟知していない方は機器担当職員が説明いたします。
- ロッジを予約された方は宿泊当日11:00~15:30までの間に、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。
- •山手地区カードキーを希望される方は、平日8:30 ~ 17:15の間に、機器担当職員に申し 出てください。その他の時間となる場合は、事前に施設事務室(E-mail:ic-office@ims.ac.jp) までご連絡ください。
- ・施設利用1回の利用日数は原則7日以内とします。
- ・施設利用終了後は、使用ノート等に必要事項を記入の上、必ず機器担当職員に測定が終了した旨を報告してください。また、アンケートにもご協力頂ければ幸いです。
- (8) 施設利用実施報告書の提出

施設利用実施報告書を機器センター長へ提出してください。提出期限は、施設利用年度(前 期あるいは後期)が終了してから1ヶ月以内です。

書式は次のURLからダウンロードできます。

Word ⇒ http://ic.ims.ac.jp/tebiki/shisetsu_download/report.doc PDF ⇒ http://ic.ims.ac.jp/tebiki/shisetsu_download/report.pdf

- 2.3 お問い合わせ先
 - 事務的なお問い合わせ ⇒ ic-office@ims.ac.jp, TEL: 0564-55-7470
 - •技術的なお問い合わせ ⇒ ic-pub@ims.ac.jp, TEL: 0564-55-7470
 - 「施設利用の手引き」 ⇒ 機器センターHP (http://ic.ims.ac.jp/index.html)
 - ・機器センター施設事務室 ⇒ 南実験棟1階 111室

ナノテクノロジープラットフォーム事業

1. 概要

「ナノテクノロジープラットフォーム」事業は、ナノテクノロジーに関する最先端の研究設備とその活用のノウハウを有する機関が緊密に連携し、全国的な設備の共用体制を共同で構築することを目的として、文部科学省において平成24年7月より開始されました。分子科学研究所は分子・物質合成の技術領域に参加しており、機器センターの一部の設備はこの事業を通して提供しています。

2. 支援内容

2.1 提供設備一覧

機器センターの設備のうち、以下の設備をナノテクノロジープラットフォームで提供しています。

提供設備	設備担当者
電子スピン共鳴装置(Bruker E680)	藤原基靖
X線光電子分光装置 (XPS) (Omicron EA-125)	酒井雅弘(※)
高分解能透過分析電子顕微鏡(TEM)(JEOL JEM-3100FEF)	齊藤 碧
走查電子顕微鏡(SEM)(JEOL JSM-6700F(1),JED-2201F)	中尾 聡 (※)
集束イオンビーム加工装置(FIB)(JEOL JEM-9310FIB(P))	中尾 聡 (※)
核磁気共鳴装置(JEOL JNM-ECA920)	中野路子、山口拓実(※)
フーリエ変換赤外分光光度計(Bruker IFS 66v/S)	賣市幹大(※)、山本 薫(※)
顕微ラマン分光装置(RENISHAW inVia Reflex)	賣市幹大(※)、山本 薫(※)

(※)機器センター職員以外が担当しています

2.2 利用形態

設備の利用には、共同研究^(*)、機器利用^(*)、技術代行、技術相談の4形態があります。ただし、利用できる形態が設備によって異なりますので、ご注意ください。

- ・共同研究 データの解析や学術的な議論を含めた設備の利用を研究所スタッフと共同で行います。
- ・機器利用 利用者が設備を自ら操作、データ解析や学術的議論は利用者が独自に行います。
- ・技術代行 実験・測定を研究所スタッフに依頼して行います。
- ・技術相談 研究所スタッフと実験・測定について検討します。
- (*) 分子科学研究所においては、「共同研究」「機器利用」はそれぞれ「協力研究」「施設利用」として 実施しています。

2.3 利用方法

申請方法など設備の利用に関しては、分子科学研究所ナノテクノロジープラットフォームの ホームページをご参照ください。

≪分子科学研究所 ナノテクノロジープラットフォーム≫

http://nanoims.ims.ac.jp/ims/index.html

大学連携研究設備ネットワーク利用方法

1. 概要

大学連携研究設備ネットワーク(以下、設備ネットワーク)とは、「全国の各大学が所有する研究 設備の相互利用・共同利用を推進し、将来の新しい共同研究の促進」を目的としたプロジェクトで す。現在、参加機関として分子研(全国事務局担当)の他、国立大学72機関、公・私立大学13機関、 公的研究機関2機関、民間企業7機関が登録され、国立大学等68機関の提供する337の設備が利用され ています。

機器センターの設備はこの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頂いております。ここでは、機器センターの設備利用を前提とした利用方法に ついて説明します。

2. 利用方法

2.1 ホームページ

設備ネットワークのホームページは以下の通りです。ここから予約システムにログインします。 ホームページアドレス: http://chem-eqnet.ims.ac.jp/

2.2 アカウント

予約システムを使う為にはアカウントが必要です。アカウントをお持ちでない場合は下記までお問 い合わせください。

> 機器センター施設事務室 TEL : 0564-55-7470 E-mail : ic-office@ims.ac.jp

なお施設利用申請者は、利用申請時に機器センター事務室で状況をチェックし登録方法等をご連絡 しております。

- (1) 所属機関が設備ネットワークに登録済みの場合 → 研究室登録・利用者登録の方法をご案内しますのでそれに従って登録手続をしてください。
- (2) 所属機関が未登録の場合 → 臨時アカウントを発行しております。この臨時アカウントは分子 研・機器センターの設備利用のみにお使いください。

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に、 協力研究の場合は所内受入担当者に、予約を行ってもらうようにしてください。
 - (a) 予約システム(http://chem-eqnet.ims.ac.jp/) にログインし、利用する設備を設備検索画面 で検索してください(図1)。

4. センターの利用方法

- (b) 設備詳細画面の [相互利用予約]をクリックしてください(図2)。
- (c) 利用日時·予算区分(運営費交付金)を選択し、[予約確認]をクリックしてください(図3)。 続いて確認画面の[予約]をクリックしてください。

利用者用	"情報修正 利用予約 予約状況 課金物	Ю Я									
1 設備特	検索 お気に入り										
一覧 カレンダー											
設備検索											
(2)		(3)									
地域 その他 ▼		機関·部局 73 分子科	学研究所(24台)▼ 全て ▼								
カテゴリ 全て	▼.										
フリーワード検 索 ※フリーワード	●全てを含む ◎い 検索は設備名、カテゴリ、仕様、備考より検索し	ずれかを含む 。ます。大文字と小文字は区別さ	れませんが、全角と半角は区別されます。								
検索 クリア											
〈前へ 12 <u>3</u> 次へ〉											
4 設備名	カテゴリ	所属	設備管理者	状態							
<u>電子スピン共鳴装置(Bruker</u> <u>社製 E-500)</u>	電子スピン共鳴装置(ESR)	分子科学研究所 機器センター	藤原 基靖	相互: 〇 依頼: ×							
電子フレ ^ト 」出車注置(Praikor		公子科学研究所		相互・〇							

図1 設備検索

利用者用	ユーザ情報修正 利用予約 予約状況 課金状況			
	設備検索 お気に入り			
設備詳細				<u>*=:10:주위</u>
設備名	電子スピン共鳴装置 (Bruker社製 E-500)	カテゴリ	電子スピン共鳴装置(ESR)	の気に入りに豆鉢
仕様	[[周波数] 9.4GHz帯(X-band) CW, 34GHz帯(Q-band) CW [磁場] -50G~145kG [温度] 38~300K(ESR900), 1.9~300K(ESR910) [オブション] 一軸回転ゴニオメータ, 光照射			
設備管理者 所属	藤原 基靖 🔄 (fujiwara@ims.ac.jp) 分子科学研究所 機器センター			
設備ニュース	現在ニュースの登録はありません。			
利用受付			(5	相互利用予約
簡易予約ページURL	https://chem-eqnet.ims.ac.jp/system2/openreseInput.do?searchCondition	.equipmentIdEncrypted=2f	a918a85417cc66	

図2 設備詳細画面

<u><前の B</u>	3付10日																		<u>次の日1</u>	<u> </u>
月	11月																			
в	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
	Q	0	0	0	$\underline{\times}$	$\underline{\times}$	$\underline{\times}$	<u> </u>	$\underline{\times}$	$\underline{\times}$	×	$\underline{\times}$	<u> </u>	<u> </u>	$\underline{\times}$	$\underline{\times}$	$\underline{\times}$	$\underline{\times}$	$\underline{\times}$	$\underline{\times}$
• 予約	 予約内容 																			
				_																
	秉	川用開始			2011	▼ 3	₹ 11	-	月 10		• 日 0	時から	(6)							
利用終了				2011	→ 3	₹ 11	•	月 11	•	• 日 0	時まで					(7	1			
利用予算区分				運営費交付金 ・ 回私費								१∽वक्र≣स								
予算				0													ľ	# JOHNS		

図3 予約テーブル

(2) 予約の確認、修正、取消

予約状況確認画面で現在の予約状況の確認、および修正・取消が出来ます(図4)。

「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。

ID	設備・設備コード	所属	予約期間	状態	操作
共 10586	<u>600MHZ 核磁気共鳴装置 (日本電子(株)・JNM-ECA型)</u> <u>S-HU-B-B-B</u>	北海道大学仮想部局B 仮想研究室B仮想専攻B	2011/11/15 09:00 ~ 2011/11/16 09:00	承認待ち	修正 取消
共 10582	透過型電子 <u>顕微鏡 JEOL(株)製 JEM-2101F</u> <u>S-MIT-B-B-B</u>	室蘭工業大学仮想部局B 仮想研究室B仮想専攻B	2011/11/14 10:00 ~ 2011/11/14 15:00	予約中	修正 取消
共 10580	透過型電子顕微鏡 JEOL(株)製 JEM-2101F S-MIT-B-B-B	室蘭工業大学仮想部局B 仮想研究室B仮想専攻B	2011/10/04 10:15 ~ 2011/10/04 10:30	完了	
共 10581	<u>透過型電子顕微鏡 JEOL(株)製 JEM-2101F</u> <u>S-MIT-B-B-B</u>	室蘭工業大学仮想部局B 仮想研究室B仮想専攻B	2011/10/04 10:00 ~ 2011/10/04 10:15	キャンセル	

図4 予約状況

2.4 アカウントについて

(1) アカウントの変更

アカウント(ユーザーID、パスワード)は、ログイン後、ユーザー情報修正画面から、随時変更 出来ます。臨時アカウントの場合、ランダムな英数字でIDが割り当てられますので適宜変更してご 利用ください。

(2) アカウントを忘れた方へ

ID・パスワードを忘れてしまった場合は、ログイン窓にある「ID、 パスワードを忘れた方はこちら」のリンクをクリックして下さい(図5)。 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ので記載 URL にアクセスしてパスワー ドを再設定してください。



図5 ログイン窓

※ 予約システムの操作の詳細はマニュアルをご覧ください。(マニュアルURL: http://chem-eqnet.ims.ac.jp/manuals/)

液体ヘリウム利用方法

1. 概要

平成23年11月から明大寺地区の新しいヘリウム液化機が稼働しています。故障期間中は、大変ご不 便をお掛けし申し訳ございませんでした。新液化システム稼働後の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/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) 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。

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

4.3 ベッセルの返却手順

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

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、平日午前9時~午後5時までである。
 - •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。
 - 液体ヘリウム供給価格:平成24年度前期 1ℓ当たり201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/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」の項をご覧下さい。

以下では、要点を抜粋し、簡単に記しておきます。

2. 特に注意すべき点

- 凍傷を防ぐ:保護眼鏡、革手袋を使用すること。
- 酸欠を防ぐ:実験室内の換気に注意すること。
- ・爆発を防ぐ:容器を密封しないこと。
- 3. 液体窒素容器について
 - ・容器には開放型と密封型があり、密封型を使用するときは取扱説明書をよく読んでおくことが 必要である。
 - ・容器を購入する場合、あらかじめ供給が可能な容器かどうかを寒剤担当者に確認すること。
 - ・容器は登録しなければ使用できない。登録した容器には容器バーコード(ベッセルバーコード) が発行される。
- 4. 液体窒素汲み出しの前に
 - 毎年年度初めに実施される「液体窒素利用者講習会」に参加申請し、受講する。この時受講で きなかった人は後日随時液体窒素利用者講習を実施するので寒剤担当者に連絡する。
 - ・受講修了者にはユーザーバーコードが発行される。
- 5. 明大寺地区液体窒素汲み出し手順
- 5.1 汲み出し場所
 - ・化学試料棟2階入り口の渡り廊下
 - •極低温棟105室(大型容器充填専用)
 - UVSOR 棟地階(UVSOR 利用者専用)

4. センターの利用方法

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「START」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24年度前期 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24年度前期 1ℓ当たり84円(山手地区)。

小型貸出機器利用方法

1. 概要

小型貸出機器として、各種実験に利用できる汎用性の高いものを保有しています。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は、一時的に使用できる機器を備えておくことは、無駄 な投資を防ぐ意味でも有用であるといえます。例えば、共通性の高い機器として、電源・ボックス カー・発振器・エレクトロメーターなどがあり、また光スペクトラムアナライザー・オシロスコープ などの高価なものも備えています。現在は88台を保有しておりますが、その約80%は貸出されている 状況です。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、所内の方を通じて利用して頂くことは可能です。

保管場所は、H24年度より「南実験棟地 下1階B10」になりました。

2,利用方法

利用の手続きについては、小型貸出機器 専用の利用・予約システム

http://haruka.ims.ac.jp/kogata/yoyaku/ kogatayoyaku.htm から、クリック操作 で簡単に行えるようになっています(図1 参照)。画面の内容に従って進んで頂けれ ば、機器の予約や利用の手続き、検索閲覧 ができます。既に利用、あるいは予約され ている機器の場合であっても、同様に手続 きをして頂ければ、利用して頂けるよう当 センターで出来る限り日程調整をさせて頂 きます。貸出期間については、原則2週間 とさせて頂いていますので、返却予定日を 設定される方は利用開始日から2週間以内 の日を入力してください。返却予定日が決 まっていない場合は、「継続使用を希望」 と設定して頂ければ新たな予約が入るまで 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に、新たな 予約が入った時点で、出来る限り速やかに 返却して頂くようお願いしております。返 却の際も、同ページから返却手続きが行う ことができます。また、本予約システムを ご利用頂くほかに、お電話やメール、或い



図1 利用・予約・返却方法の手順

は直接声を掛けてご連絡頂いても構いません。なお、利用の際の機器の持ち出し、及び返却は、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。詳細は、 http://haruka.ims.ac.jp/kogata/silist/kogatacl.html をご参照ください。

お気軽に、ご利用ください。

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

表1 小型貸出機器(88台) 機器名別リスト

サンプル準備室利用方法

1. 概要

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

2. 利用方法

- •利用の都度、ノートに記入をお願いします。
- •予約制ではありませんが、利用予約が必要な場合は、担当者までご連絡下さい。
- •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下さい。
- 整理整頓を心がけて下さい。
- ・廃液処理は各自で行って下さい。

3. 設置設備

- ・真空ライン(自作、[真空度](RP)~3 Pa、(DP)~10⁴ Pa、[接続]TS15/25、φ6 mm管)
- ・ドラフトチャンバー(Yamato KFC2180)
- グローブボックス(IUCHI、ガス置換可能、真空引き不可)
- 定温恒温乾燥機 (EYELA NDO-400)
- ・超音波洗浄機(アズワンUS-1R)
- 天秤(島津 UW620H)



真空ライン



ドラフトチャンバー

施設利用者控室

平成23年度までの実験棟改修工事に伴い、明大寺地区における機器センターの設備の部屋割りの見 直しが行われ、分光の関係設備を南実験棟1階に集中して配置しました。その結果、機器センターの 設備は一部を除き、極低温棟と南実験棟に集約することができました。

そこで当センターでは、以前からあった極低温棟の施設利用者控室(2階202室)に加え、今回新 たに南実験棟の一室を改修して控室を設けました(1階113室)。測定の合間の休息にご利用くださ い。個人用のデスクもいくつか用意しておりますのでデータの解析などにもご利用頂けると思いま す。また、会議用机やホワイトボードも設置しました。当センターの施設利用者の方であれば、どな たでもご利用頂けますが、利用の際は、設備担当者、或いは事務室(南実験棟1階111室)まで声をか けてください。

お気軽に、ご利用くださいませ。



電子スピン共鳴装置

<u>概要</u>

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

設備紹介(EMX Plus、E500)

担当)藤原 基靖



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 (\sim 9.4 GHz)
マグネット	$-5 \text{ mT} \sim 1.45 \text{ T}$
	高感度(Q~9000)
共振器	デュアルモード
	二重矩形、光透過
	(ESR900) 3.8~300 K
温度可変	(ER4131VT) 100~300 K [LN2]
	$RT \sim 500 \ K[Air]$
	テスラメーター
オプション	ゴニオメーター
	光照射



$\lambda - \pi - $: Bruker		
型 式:E500		
尊入年度:平成10年度		
(主な仕様)		
周波数	X-band (\sim 9.4 GHz)	
共振器	ENDOR、※他はEMXと共用	
温度可変	(ESR900) 3.8~300 K	
	(ESR910) $1.5 \sim 300 \text{ K}$	
周波数	Q-band (~34 GHz)	
温度可変	4~300 K (CF935)	
(共通部)		
マグネット	-5mT ~ 1.45T	
オプション	テスラメーター	
	ゴニオメーター	
	光照射、CW時間分解測定	

担当)藤原 基靖

<u>特徴</u>

- 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時間分解測定の他、新たに CW-ENDOR測定も可能となった。またX-band に加えQ-bandでの高分解能測定も可能。
- EMX、E500とも、X-bandでは、高感度、 デュアルモード(許容・禁制遷移の観測)、
 二重矩形(定量・g値較正)、光透過の各種
 共振器を、測定に応じて選択でき、温度可変
 測定にも対応している。

<u>測定方法</u>

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

<u>備考</u>

毎月マシンタイム打合会にて、翌月の予約を 調整している。当月1日より、空いているマシ ンタイムは随時予約可能。

設備紹介(E680) **ナノプラット**



メーカ	- :	Bruk	ter	
型	式:	E680)	
導入年	度:	平成	10 年度	Ŧ
(主な作	士様)	1		

周波数	W-band (\sim 94 GHz)
	[cw.pluse]
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)
	X-band (\sim 9.4 GHz)
周波数	[cw.pluse]
	Q-band (\sim 34 GHz)
	[pluse]

温度可変	$4 \sim 300 \text{ K} (\text{CF935})$
マグネット	$-5 \text{ mT} \sim 1.45 \text{ T}$
オプション	ゴニオメーター
	テスラメーター
	ENDOR用RFアンプ

<u>特徴</u>

X-、W-bandのcw測定の他、X-、Q-、W-bandの パルス測定が可能。時間平均を観測している cw測定に対して、パルス測定ではスピンダイナ ミックスを直接観測できる。また、核スピンや 電子スピンの緩和時間などのダイナミクスを 直接測定することができるENDOR(X-、Q-band) や、電子スピン間の相互作用の強さから距離情 報が得られるELDOR (Q-band)測定にも対応し ている。

<u>測定方法</u>

W-bandでは、石英管(外径 ϕ 0.9 mm)に試料 を封入。

<u>備考</u>

利用は、「高周波・高磁場およびパルスESR の使用経験があること」が条件。

SQUID型磁化測定装置

<u>概要</u>

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

設備紹介(MPMS-7、MPMS-XL7)

担当)藤原 基靖





- 型 式: MPMS-7
- 導入年度:平成7年度

(主な仕様)

温度範囲	$1.9{\sim}400~{\rm K}$
	350~800 K(オーブン使用時)
超伝導磁石	7 T
	(液体窒素ジャケット付)
トランスポ	スタンダード、RSO
— ŀ	
オプション	サンプルスペースオーブン
	マグネットリセット
	垂直試料回転用ロッド
	外部機器制御ソフト(EDC)



 $\lambda - \pi - :$ Quantum Design

導入年度:平成14年度

(主な仕様)

温度範囲	$1.9 \sim 400 {\rm K}$
超伝導磁石	7 T
トランスポ	スタンダード
- ŀ	
	AC測定
オプション	(周波数:0.1 Hz~1 kHz)
	(交流磁場:~6G)
	超低磁場
	マグネットリセット

(MPMS-7、-XL7 共用オプション)

共用オプシ	光照射用ロッド
ョン	圧力セル用ロッド

型 式: MPMS-XL7

5. 所有設備紹介

<u>特徴</u>

- 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を狭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-XL7では、AC 測定により、緩和時間等・スピンのダイナミックスを調べることが可能。また新たに追加された、超低磁場オプションおよびマグネットリセットにより、サンプル中心における残留磁場を50 mG 以下に抑えた低残留磁場中での測定が可能。

<u>測定方法</u>

- ストロー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。
- ・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の場合、週末利用者は、LN2トランスファーも行うこと。)

<u>備考</u>

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
$50 \sim 100 \%$	7 T
$40 \sim 50 \%$	1 T
40%以下	実験不可

- •マシンタイムの切り替えは、午前10時。
- 毎月マシンタイム打合会にて、翌月の予約を 調整している。当月1日より、空いているマ シンタイムは随時予約解禁。



磁場勾配プロファイル





単結晶X線回折装置

<u>概要</u>

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

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

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

担当)藤原 基靖



メーカー: Rigaku

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

導入年度:平成8年度

(主な仕様)

X線源	回転対陰極型、Mo	
	50kV · 100mA (5 kW)	
(CCD1、CCD-2)		
コリメータ	φ 0.3, 0.5, 1.0 mm	
ゴニオメータ	AFC-7 型χサークル	
検出器	Mercury CCD	
温度可変	$100 \sim 400 \text{ K}$	
ソフトウェア	測定 :Crystal Clear	
	解析 :Crystal Structure	
(R-AXIS)		
コリメータ	φ 0.3、0.5 mm	
ブニオメータ	→ 神回転 (み軸)	

検出器	平板 IP (2枚)
ソフトウェア	測定:RAPID
	解析 :teXsan

<u>測定方法</u>

・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、冷 却を始める。最低温 100 K まで、約 2 時間 かかる。

設備紹介(微小結晶/MERCURY CCD-3)



メーカー: Rigaku

型 式: MERCURY CCD-3 導入年度: 平成 14 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	AFC-8型 1/4 χサークル
検出器	Mercury CCD
温度可変	・100 K ~室温
	(N ₂ ガス :PSA より供給)
	\cdot 24 \sim 100 K
	(He ガスボンベ:1 本 /8
	時間)
ソフトウェア	測定:Crystal Clear
	解析 :Crystal Structure

<u>特徴</u>

• 高輝度X線

光学系にコンフォーカルミラーを用いており、 CCD-1、-2に比べ、約10倍の高輝度X線ビーム が得られ、測定が難しかった微小結晶でも測 定が可能。ビーム径は ϕ 0.1~0.2 mmで、コリ メータはバックグラウンド低減のためビーム 径よりやや大きめの0.3 mmのものが取り付 けてある。

- 担当)岡野 芳則
- 低温測定

ガス吹き付け型の冷却装置で、到達温度は、N₂ ガスモードで100 K、He ガスモードで24 K (実 測)。到達時間は、N₂で240分、He で150分か かる。運転モードの切り替えは、He から N₂に は迅速に切り替え可能だが、N₂からHe の場合 は、冷凍機を一旦室温に戻す必要がある。 N₂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。

<u>測定方法</u>

•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。



<u>その他</u>

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

粉末X線回折装置

<u>概要</u>

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)



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

X線源	Cu管球
	40 kV·40 mA (1.6 kW)
光学系	集中法、平行ビーム法、小角
	散乱
ゴニオメータ	$\theta \mathrm{s} / \theta \mathrm{d} \mathrm{i} \mathrm{m}$
	θ s単独、 θ d単独
	–3 \sim +154 deg. (2 θ)
検出器	シンチレーションカウンタ
オプション	モノクロメーター
	高分解能PSA
	回転試料台
	キャピラリ回転試料台

	小角散乱試料台
	低温試料台(40~300 K)
制御 PC	WindwosXP
ソフトウェア	JADE7+
	Nano-Solver

担当)藤原 基靖

<u>特徴</u>

- 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)

<u>測定方法</u>

- 試料準備
 - ガラス板やキャピラリ等に試料を充填



X線光電子分光装置(XPS)

<u>概要</u>

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

特徴として 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、フラッドガンと呼 ばれる低加速の電子線シャワーを照射する中和銃によりチャージアップを補正する。

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。

設備紹介(EA-125) **ナノプラット**



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	Mg-K a 線を用いた清浄化
解能と計数率	処理を行っていない銀板の
	Ag3d_{5/2},Entrance Slit 6 \times
	12mm, 半分値幅は, パスエ
	ネルギー10eVで0.9eV (計
	数率5500cps), パスエネル
	ギー50eVで1.4eV (計数率
	60000cps)。図1(a),(b)参照
Entrance Slit	(1) $6 \times 12 \text{ mm}$
	(2) Φ 6mm
	(3) Φ 2mm
	(4) Φ 1mm
	(5) $1 \times 12 \text{ mm}$
真空度	4×10 ⁻⁸ Pa程度(測定槽主排
	気はイオンポンプ、粗引き
	はターボ分子ポンプ)
制御系	フラッドガン(試料中和用)

担当)酒井雅弘

5. 所有設備紹介

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。

<u>測定例</u>



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

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



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

図2に銅板および真鍮板の光電子スペクトル を示す。(c)の未研磨のものは、表面付着物によ りCu由来のピークが非常に小さい。(b)は表面 研磨により表面付着物がある程度除去できたた めCu由来のピークがはっきり見えるようにな った。(a)でも研磨により表面付着物がある程 度除去できたため、真鍮の構成元素である Cu, Zn が観測されている。(a), (b), (c)のいずれに も Cls, Ols 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。

<u>備考</u>

本設備は平成24年7月より、「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」分子物性支援・X線光電子分光支援 にて利用が可能となっている。また本設備の紹 介を、平成24年度機器・分析技術研究会大分大 会にてポスター発表を行った。
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、大きく分けて透過型電子顕微鏡と 走査型電子顕微鏡の2種類がある。透過型電子顕微鏡では試料を透過した電子によって得られる拡大 像を観察し、走査型電子顕微鏡では試料からの反射電子や二次電子を用いて表面構造を観察する。入 射する電子線と試料との間では、相互作用によって様々な情報が放出されており、これらを利用する ことで結晶構造や化学組成等も調べることができる。

集束イオンビーム加工装置は、細く絞ったイオンビームを当てて試料を加工する装置で、電子顕微 鏡用の試料作製等に用いられる。集束イオンビームを用いることで、試料表面の様子の観察や、試料 への蒸着も行うことができる。

設備紹介(高分解能透過分析電子顕微鏡(TEM)/JEM-3100FEF) /ナノプラット 担当)齊藤 碧



メーカー: JEOL 型 式: JEM-3100FEF 導入年度:平成14年度 (主な仕様)

加速電圧	300 kV
分解能	0.17 nm (粒子像)
倍率	$ imes$ 2,500 \sim 1,500,000

<u>特徴</u>

インカラム式オメガフィルターを備えてお り、明瞭な像や回折図形を得ることが可能。電 子エネルギー損失スペクトルによる元素分析や マッピングもできる。

また、エネルギー分散型X線分光装置も装備 されており、B~Uの範囲でエネルギーと強度 から、試料を構成する元素と濃度を調べること が可能である。さらに走査像観察装置と組み合 わせることでライン分析や元素マッピングも行 える。

<u>測定方法</u>

試料は電子顕微鏡用グリッド(直径3 mm) に載せるため、試料が大きい場合には、直径3 mm以下にする必要がある。また、試料を電子 線が透過できる厚さ(~100 nm)に加工する 必要がある。高倍率で観察する場合には、数10 nmの厚さにする。

電子顕微鏡用グリッドは、様々な材質、規 格、支持膜のものを備えている。

設備紹介(走査電子顕微鏡(SEM)/JSM-6700F(1)、JED-2201F) **ナノプラット** 担当)中尾 聡



- メーカー: JEOL
- 型 式:JSM-6700F(1)、JED-2201F

導入年度:平成14年度

(主な仕様)

電子銃	冷陰極電界放射形
加速電圧	$0.5 \sim 30 \text{ kV}$

照射電流	$10^{-13} \sim 2 \times 10^{-9} \text{ A}$
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
EDS検出範囲	$0 \sim 20 \text{ keV}$
検出可能元素	$B \sim U$
エネルギー分解能	133 eV以下

<u>特徴</u>

- 大型試料に対応し、微細構造の高分解能観察が 可能な、電界放射走査電子顕微鏡(FE-SEM)。
- •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。
- エネルギー分散型X線分析装置(EDS)により、
 含有元素の定性・定量分析、マッピングが可能。

設備紹介(集束イオンビーム加工装置(FIB)/JEM-9310FIB(P)) **ナノプラット** 担当) 中尾 聡



 $\varkappa - \neg - : JEOL$

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

イオン源	Ga液体金属イオン源
加速電圧	$0.5 \sim 30 \text{ kV}$

イオン電流	1 pA~10 nA(10段階切替)
加工形状	矩形、直線、点
デポジション	カーボン化合物
試料サイズ	最大直径2インチ
試料サイズ	最大20mm角

<u>特徴</u>

- Gaイオンビームを集束し、指定した微小領域(通常は数µm~数+µm)を走査させることによって、局所的なエッチング加工を行なうことが可能な、集束イオンビーム試料加工装置(FIB)。
- 特定の化合物ガスを試料表面に吹き付けなが
 ら走査すると、その領域に薄膜がデポジションされる。
- 主として、TEM観察用薄膜試料、断面SEM観 察用試料の作製に用いる。

熱分析装置

<u>概要</u>

熱分析とは、物質の温度を一定のプログラムによって変化させながら、その物質のある物理的性質 を温度の関数として測定する分析法である。

熱流差を検出する示差走査熱量測定(DSC)による融解・結晶化や比熱の測定、質量(重量変化)を 検出する熱重量測定(TGA)による脱水・熱分解の測定などがある。

設備紹介(VP-DSC)

担当) 中野 路子

担当) 中野 路子



メーフ	カー:]	MicroC	al
型	式:	VP-DSC	2
導入全	手度:	平成 21	年度
(主な	仕様)		
温度	範囲	-10 ~	- 130 °C

セル容量	500 µl	
スキャン	upscan mode: 0 \sim 90 $^\circ C$ /hr	
速度	downscan mode: 0~-60 $^\circ\!\! C/hr$	
付属品	ThermoVac	
システム	OS:WindowsXP	
	Software : VPViewer 2000 VP-	
	DSC ver.1.04.0027、	
	ORIGIN ver.7.10 (analysis)	

<u>特徴</u>

設備紹介(iTC200)



メーカー: MicroCal 型 式: iTC₂₀₀ 導入年度: 平成 21 年度

(主な仕様)

温度範囲	$2 \sim 80 \ {\rm C}$
セル容量	200 µl
滴定シリ	volume :40 µl
ンジ	Stirring Rate: 500-1500 rpm
	OS:WindowsXP
システム	Software:iTC200 ver.1.24.0.2
	ORIGIN ver.7.10 (analysis)

<u>特徴</u>

 一定温度下で、リガンド滴下によって生じる 相互作用の熱変化を測定できる。

 [・]温度変化による試料の転移または変性の熱変 化を測定できる。

設備紹介(TGA2950、SDT2960、DSC2920)

担当)藤原 基靖



 $\lambda - \pi -$: TA Instruments



 $\lambda - \pi -$: TA Instruments

型	式:	TGA	2950
導入	年度:	平成	7 年度

(主な仕様)

温度範囲	$RT \sim 1000 $ °C
重量範囲	$0.1 \ \mu g \sim 100 \ mg$
サンプルパン	100 μl (プラチナ)
昇温速度	0.1~100 °C /min

<u>特徴</u>

- 重量変化に応じて昇温速度を変化させる高分 解能測定が可能。
- 型 式:SDT2960

導入年度:平成7年度

(主な仕様)

温度範囲	$RT \sim 1500 $ °C	
サンプルパン	90 μl (アルミナ)	
目泪冲电	$0.1 \sim 100^{\circ} \text{C} / \text{min}(\sim 1000^{\circ} \text{C})$	
升価述度	$0.1 \sim 25 ^{\circ} \text{C} / \min(\sim 1500 ^{\circ} \text{C})$	

<u>特徴</u>

• TGA と DTA の同時測定が可能。



メーカー: TA Instruments
 型 式: DSC2920
 導入年度: 平成7年度

(ナカ)	4 (4)

(上る比称)	
温度範囲	-130~600 ℃
サンプルパン	ノンハーメチック、ハーメ
	チック(アルミニウム)
システム	OS:WindowsXP(更新)
(TGA, SDT,	制御:Thermal Advantage
DSC 共通)	解析:Universal Analysis

<u>特徴</u>

- モジュレーティッド DSC により、可逆的成 分と非可逆成分の分離が可能。
- •液体窒素冷却システムにより低温測定が可 能。

マトリックス支援レーザー脱離イオン化-飛行時間型質量分析計

<u>概要</u>

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

設備紹介(Voyager DE-STR)



メーカー: Applied Biosystems 型 式: Voyager DE-STR 導入年度:平成 11 年度 (主な仕様)

Mass range	≧ 300000Da		
Linear mode	$\geq 80 (BSA)$		
Resolution	$\geq 1000 $ (Myoglobin)		
	≥ 3000 (Angiotensin I)		
	$\geq 3500 \text{ (ACTH 18-39)}$		
Reflector mode	≥ 15000 (bovine insulin)		
Resolution	\geq 1200 (E.coli Thioredoxin)		
	\geq 7000 (Angiotensin I)		
	≥ 10000 (ACTH Clips)		

Linear mode	0.05%	
Mass accuracy	(External Calibration)	
	0.02%	
	(Internal Calibration)	
Reflector mode	0.008%	
Mass accuracy	(External Calibration)	
	0.001%	
	(Internal Calibration)	

<u>特徴</u>

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 10000Da 程度になるので注意が必要である。

担当)牧田 誠二

有機微量元素分析装置

概要

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

設備紹介(MICRO CORDER JM10)





メーカー:J-SCIENCE LAB 型 式:MICRO CORDER JM10

導入年度:平成23年度

(主な仕様)

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

<u>特徴</u>

平成23年度に従来使用していた Yanaco 社 製、CHN コーダー MT-6の後継機種として、 本装置を新規購入した。従来通り依頼分析を以 下のように行っている。

(1)1試料につき10mg程度を採取しやすい サンプル管に入れて下さい。 【補足】通常、1回の測定につき2mg程度使 用します。試料によっては確認のため数回 測定する場合があるので、充分な量として 10mgとしてありますが、用意できる範囲の 試料量でも構いません。

- (2) サンプル管には試料名を明記して下さい。
- (3) 元素分析依頼書に必要事項を記入の上、 メールに添付し元素分析担当者まで送信 して下さい。

(牧田:E-mail:makita@ims.ac.jp)

- (4) 測定日をメールにてお知らせしますので
 指定された日に試料を山手4号館4F404
 号室入口にある箱に入れて下さい。
- (5) 測定終了後にメールにてお知らせしますの で測定結果、残余試料を回収して下さい。

<u>測定例</u>



未知試料の測定結果を図1に記載する。

図1 未知試料の測定結果

担当) 齊藤 碧

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-3400RI)



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	$1 \operatorname{mm} \phi / 3 \operatorname{mm} \phi / 7 \operatorname{mm} \phi$	
検出器	Si (Li)半導体検出器	
試料室サイズ	$300 \text{ mm}(\phi) \times 150 \text{ mm}(\text{H})$	
試料室雰囲気	大気または真空	

<u>特徴</u>

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。

<u>測定方法</u>

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。

<u>備考</u>

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

核磁気共鳴装置

概要

核磁気共鳴(NMR)とは磁気モ-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(JNM-ECA920) **ナノプラット**



メーカー: JEOL 型 式: JNM-ECA920 導入年度: 平成 16 年度

(主な仕様)

磁場	21.6T		
感度 (S/N)	Liquid : ${}^{1}\text{H} \ge 2500$		
	Solid : ${}^{13}C \ge 600$		
	Liquid : HCNFG3、CHFG3		
プローブ	Solid: 4mm-13C-CPMAS、		
	4mm-13C-CPMAS温度可変、		
	4mm-15N-CPMAS、4mm-MQMAS		

システム	OS : Red Hat Linux7.3、		
	Mac OS10.4		
	Software : Delta4.3.4		

担当) 中野 路子

<u>特徴</u>

- 溶液の HCN3 重共鳴測定が可能
- 固体測定が可能
- •長時間低温測定ユニットによる0℃までの低 温測定が可能
- ・ 測定操作は担当職員が行う
- •1回あたりの予約は最長1週間まで

<u>備考</u>

文部科学省・ナノサイエンス支援プロジェク トによって平成16年に分子科学研究所に導入 された、¹Hの共鳴周波数920MHzという超高 磁場のNMR装置である。平成24年7月から はナノテクノロジープラットフォームプロジェ クトによって運営されており、共同利用装置と して大学から民間企業まで広く公開している。 昨年度から新たに固体の温度可変測定もできる ようになったので、生体試料の固体測定にもぜ ひ利用していただきたい。詳細はHPで紹介し ているので、参考にしていただきたい。 http://nano.ims.ac.jp/ims920nmr/920nmr.html

担当) 中野 路子

設備紹介(JNM-ECA600)



メーカー:JEOL

型 式: JNM-ECA600 導入年度: 平成 21 年度

(主な仕様)

磁場	14.1T	
感度(S/N)	Liquid : ${}^{1}\text{H} \ge 1050$	
	Solid : ${}^{13}C \ge 280$	
プローブ	Liquid : HCNFG3	
	Solid : 4mm-CPMAS	
システム	OS: WindowsXP、	
	Software : Delta4.3.6	

<u>特徴</u>

- 固体測定が可能
- 溶液の HCN3 重共鳴測定が可能
- ・長時間低温測定ユニットによる-60℃までの 低温測定が可能
- ・予約は1日単位

<u>備考</u>

毎月1週間のみを公開しており、前の月の 21日から予約ができる。

また、固体測定には経験と専門知識を必要す るため、初めて利用される方は分子研の固体 NMR専門の先生との『協力研究』での利用を お願いしている。その後は通常の『施設利用』 での利用も可能。

設備紹介(JNM-LA500)



メーカー: JEOL型 式: JNM-LA500導入年度:平成7年度

(主な仕様)

磁場	11.7T		
感度(S/N)	$^{1}\text{H} \ge 250, \ ^{13}\text{C} \ge 150$		
プローブ	TH5AT、H5XFG2、C5FH、10TL		
システム	OS: WindowsXP、		
	Software:winLambda ver2.0		

<u>特徴</u>

- 溶液の各種多核測定が可能
- ¹H/¹⁹F の同時照射が可能
- 液体窒素 30L 容器を用いた -100℃までの低 温測定が可能
- 予約は15分単位

担当) 中野 路子

設備紹介(JNM-ECS400)



 $\varkappa - \pi -$: JEOL

型 式: JNM-ECS400 導入年度: 平成 23 年度

(主な仕様)

磁場	9.4T	
感度(S/N)	$^{1}\text{H} \ge 280$, $^{13}\text{C} \ge 190$	
プローブ	TH5AT/FG	
システム	OS: Windows7,	
	Software : Delta5.0.1	

担当) 中野 路子

<u>特徴</u>

- 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

<u>備考</u>

これまでのLambda400に代わって、平成23 年度に新しく納入された。マグネットの磁場 はこれまでと同じ9.4テスラだが、ここ十数年 の間に大きく技術は進歩し、測定感度は上昇 した。ECAシリーズと同等の機能を有しなが ら、2チャンネルに限定することで分光計は小 型化した。また磁場勾配(PFG:Pulse Field Gradient)も標準搭載となったため、PFGを 使った様々な応用測定も間単にできるように なった。オプションでAutotuningユニットが ついているため、簡単に多核測定も行える。た だし、現在は所外には公開していない。

装置	プローブ	観測核	照射核	温度範囲	Auto Tune
ECA920	5 mm HCN/FG	¹ H	¹³ C, ¹⁵ N	$0 \sim +60^{\circ} \text{C}$	×
	5 mm CH/FG	¹³ C	$^{1}\mathrm{H}$	$0 \sim +60^{\circ} \text{C}$	×
	4 mm 13C-CPMAS	¹³ C	$^{1}\mathrm{H}$	×	×
	4 mm 13C-CPMAS 温度可変	¹³ C	$^{1}\mathrm{H}$	$0 \sim +50^{\circ}\mathrm{C}$	×
	4 mm 15N-CPMAS	¹³ C	$^{1}\mathrm{H}$	×	×
	4 mm M レンジ MQMAS	23 Na \sim 35 Cl	—	×	×
ECA600	5 mm HCNFG3	¹ H	¹³ C, ¹⁵ N	$-20 \sim +100^{\circ}\mathrm{C}$	×
	4 mm CPMAS	$^{15}\mathrm{N}\sim ^{31}\mathrm{P}$	$^{1}\mathrm{H}$	室温~+80℃	×
LA500	5 mm TH5AT	$^{15}\mathrm{N}\sim ^{31}\mathrm{P}$	$^{1}\mathrm{H}$ or $^{19}\mathrm{F}$	$-100 \sim +150^{\circ}\text{C}$	\bigcirc
	5 mm H5XFG2	$^{1}\mathrm{H}$	$^{15}\mathrm{N}\sim ^{31}\mathrm{P}$	$-100 \sim +150^{\circ}\text{C}$	×
	5 mm C5FH	¹³ C	¹ H, ¹⁹ F	$-100 \sim +150^{\circ}$ C	×
	10 mm 10TL	$^{103}\mathrm{R}\sim ^{15}\mathrm{N}$	$^1\mathrm{H}$ or $^{19}\mathrm{F}$	$-50 \sim +120^\circ C$	×
ECS400	5 mm TH5AT/FG	$^{15}\mathrm{N}\sim ^{31}\mathrm{P}$	¹ H or ¹⁹ F	$-100 \sim +150^{\circ}\mathrm{C}$	0

表1 所有プローブ一覧

(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とされている。そのためピコ秒レーザーは、物理化学分光研究にお ける超高速時間分解実験の分光用光源として用いられ、超高速時間分解吸収、或いは蛍光スペクトル を高い分解能で観測するための最も重要なツールである。

また、ピコ秒レーザーは、パルス幅が短くピークパワーが高いため、熱影響の少ない精密微細加工 を実現できるツールとしても応用されている。

設備紹介 (Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS)

担当)上田正



メーカー: Spectra-Physics, Quantronix 型 式: Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS 導入年度: 平成 10 年度

(主な仕様)

波長	490~800 nm at TOPAS 400			
(Main Curve)	$1180{\sim}1700$ nm at TOPAS 800			
パルスエネルギー	> 80 mW at 550 nm (S+I)			
	$>100\ \mathrm{mW}$ at 1300 $\mathrm{nm(S+I)}$			
	(RGA 1.7 W at 790 nm)			
	(Pump (YLF) 13 W)			
パルス幅	< 5 ps			
繰り返し	l kHz			

<u>特徴</u>

本システムは、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。また、紫外 光と赤外光の2波長を同時に出力できるため、 ポンプ・プローブ実験にも適用できる。

•装置の構成

本システムは、図1に示すようにすべて固体レ ーザーで構成されている。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。この再生増幅器の 出力を2つに分け、一方(約 1.08 mJ)で2倍 波(395 nm)を発振させ紫外光用OPA(TOPAS 400: Travelling - wave Optical Parametric Amplifier of Superfluorescence 400)を励起 し、残りのもう一方(約 0.57 mJ)で赤外光用 OPA(TOPAS 800)を励起し、チューナブル な紫外光、及び赤外光を発振させている。

• レーザー出力

 (1)発振波長:得られる波長を表1に示す。 TOPAS 800 からシグナル光、アイドラ

光が得られ、外付けのBBO Crystalを取
り替えることでそれぞれの2倍波発生
(SHS,SHI)や、ポンプ光(790 nm)とシグ ナル光、或いはアイドラ光との和周波発
生(SFS,SFI)、シグナル光、アイドラ光そ れぞれの4倍波発生(FHS,FHI)、さらには
シグナル光とアイドラ光との差周波発生
(DFG)によって、紫外光から赤外光のレー
ザー光を得ることができる。また、TOPAS
400からも同様にシグナル光、アイドラ光、 それぞれの2倍波発生を得ることができる。
希望する波長は、パソコンにその値を入力 することで、簡単に出力することができる。
(2)出力値:図2に、TOPAS 400 と TOPAS
800のパワースペクトル(メインカーブの

み)を示す。

(3) パルス幅(時間分解能):図1に示すよう に、オプティカルディレイステージを利用 した自己相関法で測定した。その結果、お よそ2ps(図3)であった。

得られる波長(nm)

表1

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







ナノ秒レーザー

概要

ナノ秒レーザーとは、時間幅が数ナノ秒から数十ナノ秒の光パルスを発生させることができるレー ザーで、エキシマーレーザーやパルスNd:YAGレーザー及び、それらを励起レーザーとする波長可変 レーザーの総称である。非常に強い紫外線、安定した光パルス特性、高い波長分解能及び広い波長可 変性などの特性を利用して様々な分光実験の光源として利用されている。

設備紹介(エキシマー励起色素レーザー / Compex Pro 110, LPD3002) 担当)山中 孝弥



 $\lambda - \pi -$: Coherent, Lambda Physik 型 式: Compex Pro 110, LPD3002 導入年度:平成20年度,平成4年度 (主な仕様)

波長範囲	基本波 320 – 970 nm 2 倍波 260 – 348 nm
パルスエネルギー	10mJ/pulse at 580 nm
	1mJ/pulse at 290 nm
波長分解能	0.2 cm ⁻¹
パルス幅	$\sim 10 \text{ ns}$
発振繰り返し	単発~ 50 Hz

設備紹介	(Nd:YAG 励起 OPO	レーザー /GCR-250	, Scanmate OPP	O) 担当)山中	孝弥
メーカー:	Spectra-Physics, Lam	bda Physik	パルスエネルギー	10mJ/pulse at 580	nm
型 式:	GCR-250, Scanmate C)PPO	波長分解能	0.15 cm ⁻¹	
導入年度:平成7年度			パルス幅	$\sim 12~{\rm ns}$	
(主な仕様))		発振繰り返し	10 Hz	
波長範囲	Signal 426	- 710 nm			
似以中的四	Idler 710 -	- 2135 nm			

設備給力(ノッ系未エキシャーレーリー/Compe	ex IIUF)	担当/ 山中 字 沙
メーカー:Lambda Physik	(主な仕様)	
型 式:Compex 110F	発振繰り返し	単発~ 100Hz
導入年度:平成7年度	発振波長	193 nm (200mJ/pulse) 248 nm (400mJ/pulse)
	$(1^{\circ} 1^{\circ} 7 - 7 - 1^{\circ} 1^{\circ} + 1^{\circ})$	

(パルスエネルギー)

測定例

高性能ではあるが、単なる光源に過ぎないナ ノ秒レーザーは、単独で実験データを得ること はできない。このため、担当者(山中孝弥)に おいて、機器センターが保有するデジタルオシ ロ、積分器及び分光器など、小型貸出機器を使 用した観測システムを構築して、各種分光実験 を可能にしている。紙面の都合により結果のみ であるが、実際に得られたスペクトル等を測定 例として紹介する。なお、構築した観測システ ムは、時間分解分光など、ピコ秒波長可変レー ザーへの適応も可能である。

351 nm (150mJ/pulse)

(1) 高分解能分光

超音速ジェット中のフェナンスレン分子の励 起スペクトル。



(2) 微弱光分光

超音速ジェット中のナフタレン分子の単一振 動バンドを励起し、光子計数法で得られた分散 蛍光スペクトル。



(3) 時間分解分光

(a) 過渡吸収

装置の構成等は、分光研究 第60券 第5号 (2011)の189ページを参照。

測定例は本号66ページの分子研・永田准教授 による研究紹介を参照。

(b) 蛍光減衰曲線

時間相関マルチ光子計数法(計測法の概念 は、分光研究 第37巻 第6号を参照)により、 希薄な濃度の凝縮相試料など、微弱な発光の蛍 光減衰曲線を、極めて良好なS/Nかつ広いダイ ナミックレンジで測定することが出来る。

測定例は本誌No.4の41ページを参照。

(c)時間分解蛍光スペクトル

スマネンの蛍光減衰曲線を各観測波長で自動 測定し、測定後のデータ処理によって作成され た時間分解蛍光スペクトル。

(試料提供:分子研・櫻井准教授)



(4) 飛行時間質量分析

アンモニア分子とアルゴンの気相クラスター NH₃-Ar_nのビームを発生させ、フッ素系エキシ マーレーザーによる多光子イオン化信号を飛行 時間質量分析計により観測したスペクトル。

(データ提供:東北大学・美齊津教授)



(5) 2波長分光

2台の波長可変レーザーを使用して、一方の レーザーを単一振動バンドの波長に合わせてプ ローブ光として発振させ、もう一方のレーザー をポンプ光として発振及び波長走査を行う測定 で、蛍光Dipスペクトルなどが得られる。

測定例は本誌No.4の41ページを参照。

蛍光分光光度計

<u>概要</u>

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

設備紹介(SPEX Fluorolog 3-21)

担当)上田正



メーカー: HORIBA
 型 式: SPEX Fluorolog 3-21
 導入年度:平成8年度(平成21年度更新)
 (主な仕様)

波長範囲	250 nm \sim 1500 nm
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
光電子增倍管	紫外可視用:R928
	(電子冷却)
	近赤外用: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

<u>特徴</u>

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



図1 光学系概略図

- フォトンカウンティング検出によって、超微 弱蛍光測定が可能である。
- 近赤外(~1500 nm)の領域まで測定できる 光電子増倍管も備えており、紫外可視用検出 器との切換機構は本装置独自のもので、ワン タッチで切り換えることが可能である。
- ・励起側はダブルグレーティング分光器となっており低迷光を実現している。

- 高速スキャンによって測定時間が短縮でき、
 時間とともに劣化する試料についても、より
 信頼性の高いデータが得られる。
- ・装置の制御やデータ収集は、科学分野で広 く利用されている「Origin」ベースのソフト ウェア「FluorEssence」によって、操作が 簡単便利になっており、蛍光励起スペクトル 測定(3Dマトリックススキャン)も容易で ある。

<u>測定例</u>

 (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、

> <u>ピークシグナル値-バックグランド値</u> √バックグランド値

で定義されている。バックグランド値とはラ マン光シグナルが現われない波長 450 nm の 時の値である。測定結果を図2に示す。 グラフから、S/N 比 8033:1 となった。



 $\frac{512,690 - 4010}{\sqrt{4010}} = 8033$

(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($Y_{3x}Nd_xAl_5O_{12}$)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 ~ 900nm、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 1 時 間(Increment: 2 nm)であった。





図3 蛍光励起スペクトル

円二色性分散計

<u>概要</u>

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、試料が光学活性分子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 $\triangle A$ (通常は楕円率 θ で表される)が観測される。楕円率とは直線偏光を光学活性物質の吸収波長で通過させると楕円偏光 になるが、その楕円の短軸長軸の正接角 θ をもって定義され、 $\triangle A$ が小さいと θ =33× $\triangle A$ が成り立 つ。CD測定でのフルスケールは θ 表示(単位mdeg)である。

設備紹介(J-720WI)



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

光源	450W Xe ランプ水冷方式
検出器	ヘッドオン型光電子増倍管
変調器	ピエゾエラスティックモデ
	ュレータ
測定波長範囲	$165 \sim 1100$ nm
波長正確さ	$165 \sim 180$ nm ± 0.2nm
	$180 \sim 250$ nm ± 0.1nm
	$250 \sim 500$ nm ± 0.3nm
	$500 \sim 800$ nm ± 0.8nm
	$800 \sim 1100 \mathrm{nm} \pm 2.0 \mathrm{nm}$
バンド幅	$0.1 \sim 10$ nm
スリット幅	$1 \sim 3000 \mu m$

走査速度 1 ~ 5000nm/min フルスケール ± 200mdeg		
フルスケール ± 200mdeg		
(卡古100 1 の时)		
(感度 100mdeg の時)		
± 2000mdeg		
(感度 1000mdeg の時)		
縦軸分解能 0.01mdeg	0.01mdeg	
(感度 100mdeg の時)		
0.1mdeg	0.1mdeg	
(感度 1000mdeg の時)		
185nm 0.05mdeg		
RMSノイズ 200nm 0.04mdeg		
500nm 0.035mdeg		
ベースライン 0.2mdeg/hr		
安定性 0.2Indeg/ In		
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		

<u>特徴</u>

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
- MCD

担当)牧田 誠二

可視紫外分光光度計

<u>概要</u>

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

設備紹介(U-3500)



メーカー: Hitachi
 型 式: U-3500
 導入年度: 平成8年度

 (平成18年ソフトウエア更新)

(主な仕様)

波長範囲	200 nm \sim 3200 nm
分光器	プリズム・回折格子型ダブ
	ルモノクロメータ
検出器	光電子增倍管 R-928
	(紫外可視域)
	冷却型 Pbs(近赤外域)
波長設定	± 0.1 nm (紫外可視域)
繰返し精度	± 0.5 nm (近赤外域)
測定モード	吸光度、透過率、反射率、
	リファレンス側エネルギー、
	サンプル側エネルギー

ベースライン	$<\pm$ 0.002 Abs:240 \sim 850nm
平坦度	(スリット6nm)
	$<\pm$ 0.004 Abs:850 \sim 2200nm
	(スリット自動)
	< ± 0.008 Abs:220 ~ 2600nm]
	(スリット自動)

担当)上田 正

<u>特徴</u>

- ・ 測定波長領域が広い。
- ・光源にヨウ素タングステンランプ(可視域)
 と重水素ランプ(紫外域)を使用し、測定波
 長に応じて自動切り換え。
- 分光器をシリーズに結合したダブルモノクロ メータとなっているため、超低迷光で高い吸 光度まで測定が可能。
- 分光された単色光は、回転ミラーによって対 照側と試料側とに分岐して試料室に導かれる ダブルビーム方式となっているため、高精度 測定を迅速に行うことが可能で、経時変化や 温度変化に伴う吸光度変化を測定する場合に も有用。
- 冷却形の近赤外検知器の採用によって、測定
 感度が良好。
- ・付属装置として、固体試料(ガラスフィル ターやフィルム)測定用ホルダー、5度正反 射率測定用ホルダー、電子冷熱式恒温セルホ ルダー等も装備。

フーリエ変換赤外分光光度計

<u>概要</u>

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。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。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) **ナノプラット**

デ成24年度から 登録されました!

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 ⁻¹)
Far-IR Mylar	20 - 500
KBr	375 - 7000
CaF2	2800 - 12000
Quartz	2800 - 12000
検出器	検出領域(cm ⁻¹)
DTGS	10 - 700
MCT	420 - 8000
Bolometer	>5
光源	波長領域
Mercury	遠赤外

Globar 中赤外

<u>測定方法</u>

固体試料測定のためKBr錠剤形成装置(真空 排気ペレットダイス, φ13 mmダイス, 真空 ポンプ, 10 ton油圧プレス)を用意しておりま す。波長範囲250 cm⁻¹以上の測定にご活用くだ さい(推奨圧力 8 ton以上)。液体セル, ATR 光学系等はメーカーオプションです。使用者個 人でご準備ください。

担当)賣市幹大・山本

董

参考データ



図 Globar光源の放射強度とKBrペレットの
 透過スペクト

顕微ラマン分光装置

<u>概要</u>

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。機器センターのラマン装置に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が装備されており、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 が効率化されている。これにより,これまで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い可能となっている。ユニークな共焦点光学系により低背景雑音と高 感度とが両立されており、高い空間分解能を生かしての2次元あるいは3次元マッピング測定も可能であ る。本装置の最大の特徴は波長校正や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。

設備紹介(inVia Reflex) ナノプラット



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
分光器	分光器	シングルモノクロメ ータ(f=250 mm)
	分解能	1 cm ⁻¹
	測定範囲	$100 \sim 4000 \text{ cm}^{-1}$
検出器	CCD	Back-illuminated deep-depletion (578x386 Channel)

担当) 賣市幹大·山本 薫

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	$4 \sim 300 \mathrm{K}$

<u>測定方法</u>

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 測定は困難。

担当)藤原 基靖

15T 超伝導磁石付希釈冷凍機

<u>概要</u>

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

設備紹介(Kelvinox 400)





メーカー:Ox	ford	
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 mW (100 mK)	

冷却能力	$400 \ \mu W \ (100 \ mK)$
最大磁場	15 T
	(16 T: ラムダプレート使用時)

<u>特徴</u>

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

<u>備考</u>

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。

機器センターたより | 52

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。

明大寺地区のヘリウム液化機は平成23年11月に、新液化機が稼働している。両地区における液体 ヘリウムの供給体制が整い、現在は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)

•液体ヘリウム貯槽 4000ℓ

(d) その他

- 回収圧縮機 $40 \text{Nm}^3/\text{hr}$
 - 50 Nm³/hr

担当)高山敬史

- 40m^3 • ガスバッグ
- ガスホルダー
- $60m^3 \times 36$, $75m^3 \times 25$ ・長尺カードル

 $50m^3$

• バッファータンク $10m^3 \times 2$

(2) 液体窒素関係

•液体窒素自動供給装置

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へ 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。

- (b) ヘリウム液化機
 - ・メーカー Linde社
 - 型式 L280
 - 導入年度 平成23年
 - 仕様 液化率 187 ℓ /hr (純ガス、液体窒素使用時)、 消費電力3kW
- (c) 液化圧縮機
 - メーカー Kaeser 社
 - 型式 DSDX302
 - 仕様 消費電力160 kW

L280

- (1) 液体ヘリウム関係

新しいシステムとなりました!

- (a) 液体ヘリウム自動供給装置

担当)水川 哲徳

設備紹介(山手地区極低温施設)



- (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社
 - •型式 TCF-20
 - 導入年度 平成16年
 - ・仕様 液化率 42 ℓ /hr
 (純ガス、液体窒素使用時)、
 消費電力1.5kW

- (c) 液化圧縮機
 - メーカー Kaeser社
 - •型式 OSD171
 - 仕様 消費電力90kW
- (d) その他
 - •液体ヘリウム貯槽 5000 ℓ
 - 回収圧縮機 40Nm³/hr×2
 - ガスバッグ 35m³、28m³
 - 長尺カードル 75m³×50
 - ・バッファータンク 6m³
- (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23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 34 件、配布数 57 件(回収率 60%)



6. 交流

非常に満足 47%(16件)

満足 50%(17件)



2:やや不満、1:不満、0:利用しなかった

Q6. 寒剤(液体窒素・液体ヘリウム)の供給体制はどうでしたか? (5:非常に満足、4:満足、3:どちらでもない 2:やや不満、1:不満、0:利用しなかった) どちらでもない 3%(1件) #常に満足 33%(16件) 満足 17%(5件)



6. 交流



Q9. その他ご要望やご希望がありましたら、自由にお書きください。

- ご担当者の方が丁寧にご指導くださり円滑に実験を進めることができました。
- 機器センターのサポートは非常に良く感謝しております。今後ともどうか宜しくお願い申し上 げます。
- いつもお世話になっております。装置利用については特に要望はないのですが、分子研本館の2階にあったカップコーヒーの自動販売機がなくなって缶飲料のみになったのが少し残念です。復活はないのでしょうか?
- Q4は、2つに限られていたため、「旅費が支給される」と「測定のサポートが受けられる」を選びましたが、「装置の性能がよい」ものが選ばれ購入されていること、「装置の調整がしっかりされている」ので、行けば必ず測定できること、「使用料金が無料」なので、試し実験のような場合でも気軽に測定に行けることも重要で、複数回答可であれば、この5つを選びます。これからもよろしくお願いいたします。
- XバンドのESRは所有していますが、老朽化して安定性に欠けたり、温度依存性の測定では 諸処の事情からメンテナンスが仕切れなかったところを、分子研の共同利用に助けてもらっ ています。最後になりますが、分子研の更なるご発展をお祈り申し上げます。
- 次期もよろしくお願いいたします。

- 共同利用にあたり、多大なサポートをいただき、実験が順調に進みました。心より感謝申し 上げます。
- 1人2泊3日分しか旅費が出ないので、複数人で出張して測定したり、再測定がしにくい。
 同じ課題で再測定が必要な場合でも、利用手続きがしやすいようにしてほしい。
- 装置の操作方法等の講習についても丁寧にしていただきました。また、旅費支給や装置予約の面でも当方の要望に対して柔軟に対応してくださり、満足して施設を利用することができました。今後ともよろしくお願い申し上げます。
- 利用させていただき大変ありがとうございます。
- 通年で申請できるように改善していただき、ありがとうございました。
- 施設利用者and/or共同研究者控室の整備。低温センタ-2階にも清潔な簡易ソファーベッドがあれば助かります。
- いつもお世話になっております。貴センターには小生に研究に対して多大なご尽力を頂戴しまして大変感謝しております。今後もSQUIDを用いた研究を推進していきたいと考えております。 最近、SQUID装置の予約が多くなっているようなので、できましたら、SQUID装置の増設を希望しております。
- 他大学より安めだが、ある程度の料金を取って、計測サービスを(設備によっては)行う時期 に来ているような気がします。但し、旅費のサポートが可能な程度の範囲で利用者の来所を条 件とすることが必須かもしれません。一方的なサービスは研究所の目的に沿わないでしょう。
- 知人(所員や利用者)の紹介が無ければ、新規では利用し難いように思う。
- こちらの大学で利用できない測定装置を、課題申請を出して利用できる分子科学研究所の 施設利用制度は、私にとって欠くことのできない実験手段となっており、非常に有難く使用 させていただいております。しかしながら、一点だけ、要望を述べさせていただきたいと思 います。私は、こちらの研究室のX線回折計で測定できない小さな結晶の反射データ収集を 分子科学研究所のCCD 3X線回折計を使用して行っております。導入後10年程度経過した CCD1やCCD2の回折計を、最新型の高輝度X線発生装置のあるCCD型X線回折計に更新して いただければ、CCD3X線回折計を利用して測定している結晶よりさらに小さな結晶を短時 間で測定でき、これまでSpring-8などの放射光を使用してしか測定できなかった回折実験が 実験室系で可能になります。是非、最新型の高輝度X線発生装置のあるCCD型X線回折計の 導入を希望いたします。
- Q4では経費面の理由を選びましたが、その他にも装置の性能、設備状況、サポートいずれ も満足しております。今後とも利用しやすい状態を維持していただきたく存じます。
- これほどまでに充実した技術スタッフのサポートを受けられる共同利用施設は、全国を見て も比肩するものなし、の感ありです。これからも、この充実した支援体制を、どうか維持し て頂きたいと思います。
- CCD-3のデータ処理速度が遅いため、制御系ソフトCrysta Clearのバージョンアップ、また はPCの更新をお願いしたいと思います。
- お世話になりました。自転車とても助かりました。

所内利用者アンケート報告

分子科学研究所内の方を対象に、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 11 件、配布数 39 件(回収率 28%)

6. 交流



- Q6. 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。
- 予約システムそのものは使いやすくなっていますが、若干、動作が重たいように感じます。
 改善を検討いただければありがたく思います。
- ECS400 および LA500 の使用ルールを機器の傍に印刷して貼っておいていただけると助か ります。

機器センター長からのコメント

利用者の皆様からのアンケートの結果は、機器センターの運営を改善していく上で参考にさせ て頂いています。昨年度頂いたご意見に対しては、通年申請の実施、南実験棟の施設利用控室 の整備、等を実施致しました。また、機器の充実・性能向上に関するご要望にお応えする形で、 電子スピン共鳴装置へのCW-ENDOR測定オプションの導入、SQUID (Quantum Design MPMS-XL7) への超低磁場オプションの導入、TA Instruments 社の熱分析装置の制御用パソコンの更 新、ESCAの分光器の更新、を行いました。さらに、設備ネットワークに関しては、サーバーを 冗長化構成としてハードウエア障害等に対しても耐性を持たせること、発電機を利用して計画停 電時もシステム稼働を維持すること、等の対応を実施する予定です。とはいえ、全てのご要望に お応えできているわけではありません。特に、装置の新規購入や大規模なアップグレードには相 応の予算的な措置が必要で、分子研全体として検討しなければならない問題です。このような長 期的プランを策定する上でも、ユーザーの方々からのご意見は貴重な指針の1つとなるものです。 また、旅費支給の在り方、潜在的ユーザーへ周知し利用をencourageする手だて等も、是非、検 討すべき事項です。すみやかに具体的なアクションを起こしたいと考えています。

Pt 触媒を用いた単層カーボンナノチューブの細径化

1. はじめに

2002年に文部科学省の21世紀 COE プログ ラム(現グローバル COE プログラム)が始まり、 その最初の年に、"情報・電気・電子系"分野 として採択された20テーマの1つに、名城大 学大学院理工学研究科の"ナノファクトリー (Nanofactory)が選ばれた。カーボンナノチュー ブ(CNT)と窒化物半導体が研究対象とされ、 これらの材料への本学の研究者の貢献が認めら れたことによると思われる。当時、私は名城大 学に着任したばかりで、CNT に関しては全く 扱ったこともなかったが、新しい分野に入るよ い機会と考え CNT の研究を開始した。

CNT は 1991 年に飯島澄男氏(現名城大学終 身教授)により発見された、日本発のナノカー ボン材料である [1]。最近、同じナノカーボン 材料であるグラフェンに関する研究が急速に進 んでいるが、微細な 1 次元構造をもつことや、 構造に応じて金属にも半導体にもなることか ら、Si に置き換わる次世代の電子デバイス材 料として、依然期待が大きい。

CNT の電子構造は、そのカイラリティ(螺 旋度)により決定され、半導体型の単層 CNT (SWNT)の場合、バンドギャップはその直 径に反比例する [2]。したがって、トランジス タ用途には直径の細い半導体型 SWNTが望 ましい。しかし、特定のカイラリティをもつ SWNTを選択的に作製することは現在の成長 技術でも不可能であり、CNT デバイス実用化 への大きな課題となっている。現在、デバイス 作製には半導体型 SWNT と金属型 SWNTが 混合した試料から、半導体型 SWNT のみ分離 して使用する方法がとられているが、作製時に 半導体型 SWNT のみを選択的に生成させるこ とができれば、分離プロセスが不要となりデバ イス作製コストが大幅に削減できる。

名城大学理工学部 丸山 隆浩

本研究では、直径が1 nm 程度以下の細い半導体 SWNT の作製を目指し、Pt 触媒を用いた SWNT 成長を試みた [3-5]。

2. 実験

SWNT 作製には、我々のグループが独自に 作製した高真空型のガスソース成長装置を用い た。本装置は、到達真空度が 10⁷ Pa 台の高真 空チェンバー内で、触媒の堆積した基板表面上 にのみエタノールガスを照射し、SWNT を成 長させる。通常の化学気相成長(CVD)装置 が反応管全体を加熱するのに対し、基板のみを 加熱する、いわゆるコールドウォールタイプの CVD 装置の一種である。本装置では、残留ガ スが極度に少ない条件下で CNT を成長を行う ことができるため、不純物の混入が避けられる とともに、成長用の炭素源ガス(本研究の場合 エタノール)を、精細に制御することが可能で ある。

本研究では、約100 nmの膜厚のSiO₂層を 表面に形成したSi基板上に、電子ビーム蒸着 法によりPt触媒を平均膜厚0.1 nm相当堆積 させ、その直上からエタノールガスを照射し、 SWNT成長を行った。成長時のエタノール圧 力は、チェンバー内壁に設置した真空計により モニターした。そのため、基板直上の真空度に



図1 SWNT作製に使用した高真空ガスソース成 長装置

9. 研究紹介

比べると2桁程度低い値が計測されている。

作製した SWNT は、走査電子顕微鏡 (SEM)、 顕微ラマン分光法、および透過電子顕微鏡 (TEM) により評価を行った。その大部分は、 分子科学研究所において実施した。

3. 結果と考察

Pt 触媒を用いて、様々な成長温度、エタノー ル圧力下で SWNT を作製したところ、成長温 度 700 ~ 800℃付近で最も生成量が多くなるこ とがわかった。通常のアルコール CVD 法によ る SWNT 作製の場合も、ほぼ同様の成長温度 依存性を示すことが報告されている。

成長温度 700℃ で作製した SWNT に対し、 生成量を評価するため、励起波長633 nmのレー ザを用いて顕微ラマン分光測定を行った。図2 にラマンスペクトルにおけるGバンドピーク 強度のエタノール圧力依存性を示す。G バンド は SWNT を構成するグラフェンシートの sp² 結合の伸縮振動に由来し、その強度は SWNT の量が増えるほど増加する。そのため、Gバ ンドピーク強度は、SWNT 生成量の指標とな る。図には Pt 触媒に加え、比較のため Co 触 媒を用いた場合の結果も示してあるが、Co触 媒の場合エタノール圧力が増加するほどGバ ンド強度が増加するのに対し、Pt 触媒では 10⁻³ ~ 10⁴ Pa 付近で G バンドのピーク 強度が最大 となっている。すなわち、Pt 触媒の場合、よ り低いエタノール圧力下においても効率よく SWNT を生成することがわかる。

一方、SWNT の電子状態密度には1次元 van Hove 特異点による発散が存在し、そのエ ネルギー準位は、SWNT のカイラリティによっ て決定される[2]。そのため、1つの励起波長 でのみラマン分光測定を行った場合、特定の カイラリティの SWNT のみに光吸収が強く生 じ、ラマンスペクトルの形状にもそれが反映さ れている可能性がある。これを避けるため波長 568、785 nm のレーザを用いてのラマン測定も



図2 成長温度700°CにてPtおよびCo触媒を用いて成長を行ったSWNTのラマンスペクトルのGバンドピーク強度のエタノール圧力依存性(励起波長633 nm).最適成長圧力(Pt: 10⁻⁴ Pa、Co:10⁻¹ Pa)で作製した試料に対しては、励起波長568、785 nmの結果も記す.(Gバンドピーク強度は、基板のSiに由来するピークを用いて強度を規格化済み).

行った(図2の \triangle と□)。結果はどちらの励起 波長においても、Pt 触媒を用いて 10⁴ Pa で作 製した SWNT は、10¹ Pa 下で Co 触媒から生 成した場合よりもGバンドピーク強度が強く、 Pt 触媒が低圧力成長に適していることが確認 された。

次に成長温度 700℃、エタノール圧力 10⁴ Pa で作製した試料に対し、ラマンスペクトル中の Radial Breathing Mode (RBM) 領域のピークの 振動数から、SWNT の直径分布を見積もった。 一般に RBM ピークの振動数は、SWNT の直 径に反比例し、その間には以下の関係式が成立 することが知られている [6]。

$$d[nm] = \frac{248}{\omega[cm^{-1}]} \qquad \cdots \qquad (1)$$

(ω:RBMピークの振動数、d:SWNTの直径)。 RBMピークにおいても、一つの励起波長に対し ては特定のカイラリティをもつSWNTのみが共 鳴条件を満足し、そのピーク強度が増大する。 したがって、なるべく正確に直径分布を見積も るため、4種類の励起波長(532、568、633、785 nm)のレーザを用いてラマン分光測定を行った。



図3 成長温度700℃で作製したSWNTのラマンス ペクトルのRBMピークの振動数から算出し た直径分布. PtとCo触媒の両方の結果示す.

得られた結果を図3に示す。比較のため、成長 温度700℃、成長圧力10⁻¹ Paの最適条件下でCo 触媒を用いて作製したSWNTに対する結果も 示してある。励起波長により検出されるカイラ リティが異なるため、SWNTの直径分布も大き く変化しているが、いずれの励起波長において もPt触媒から生成したSWNTの直径のほうが、 Co触媒から生成したものよりも細いことがわ かる。また、Co触媒を用いて作製したSWNT は直径0.8から1.8 nmの間に広く分布している のに対し、Pt触媒から生成したSWNTは主に 直径1.2 nm以下に分布している。一般に成長温 度700~800℃でアルコールCVD法により作製 したSWNTは、直径1 nm以上のものも多く含 まれている。これに対し、Pt触媒からは主に直 径1 nm以下の細いSWNTが成長することがわ かった。

SWNTの直径は、触媒粒径が小さくなるほ ど細くなると考えられており[7]、Pt触媒の場 合、触媒堆積量が同程度にもかかわらず、Co に比べると小さな粒径の触媒粒子が形成されて いることが予想されるが、TEM観察から、こ の推測を裏付ける結果が得られている。原因と して、Ptは高融点金属であるため、基板表面で のマイグレーション距離が短く、SWNT成長 時の触媒粒子の拡大が抑制され、その結果、細 い直径のSWNTが多数生成したと考えられる。

さらに、ラマンスペクトルにおけるRBMピー クの振動数と測定に使用したレーザの励起波 長の関係から、いわゆるKataura Plotを用いて SWNTのカイラル指数の決定を行った。得ら れた結果を図4に示す。本図では、SWNTのカ イラルマップ上に、生成したカイラル指数のみ 色付けしている(青色:金属型SWNT、赤色: 半導体型SWNT)。また、生成割合が大きいカ イラル指数は、太線で示している。図の左側の SWNTほど、低指数になるため、SWNTの直 径が細くなるが、Pt触媒から生成したSWNT は、Co触媒に比べると直径が細いため、全体 的に分布が左側に寄っている様子がわかる。 また、Co触媒の場合、金属型SWNTと半導体 SWNTがまんべんなく含まれている傾向があ るが、Pt触媒から生成したSWNTは、Co触媒 に比べると半導体型SWNTの割合が高かった。 ただし、カイラル指数の決定をラマン測定を用 いて行っているため、細い直径の金属型SWNT が測定にかかっていない可能性がある。今後、 光吸収測定などを用いて、半導体型SWNTの 割合を正確に決定していく予定である。

4. まとめと今後の展望

SWNT 作製用に一般に用いられる Co など 遷移金属触媒に比べ、Pt 触媒が直径の細い SWNT の作製に有効であることを明らかにし

7. 研究紹介



図 4 成長温度700℃で(a)Pt触媒、および(b)Co触 媒を用いて作製したSWNTのカイラルマップ.

た。また、2桁以上低いエタノール圧力下にお いても Co 触媒と同程度の SWNT が生成され るという興味深い結果が得られた。今後は半導 体型 SWNT の割合を正確に見積もるとともに、 その比率の増加を目指し、触媒粒子の堆積方法 や担持方法など作製手法を改良していきたい。

5. 謝辞

本研究の一部は科学研究費補助金基盤研究 (c)の援助により行われた。また、文部科学省 ナノテクノロジーネットワークプロジェクトの 支援により、分子科学研究所において TEM お よび SEM 観察を行わせていただいた。

SWNTの評価では、特に分子科学研究所機器センターの顕微ラマン分光装置に大変お世話になった。SWNTの結晶性や直径の評価には顕微ラマン分光が強力なツールとなる。名城大学にもラマン分光装置を保有する研究室はある

が、4種類の励起波長がそろっていること、顕 微分光ができること、(本学の学生でも何とか 測定できるほど)取り扱いが容易であること、 そして何といっても、常に整備状況がよく信頼 できるデータが迅速に得られることは、研究を 円滑に進めるにあたり大きな助けとなった。関 連のスタッフの方々には深く感謝したい。本学 のある名古屋市内から分子科学研究所までは往 復3時間程度かかるが、今後も頻繁に活用させ ていただきたい。

参考文献

- [1] S. Iijima, Nature 354 (1991) 56.
- [2] R. Saito, "Physical Properties of Carbon Nanotubes", World Scientific Publishing Company (1998).
- [3] T. Maruyama, Y. Mizutani, S. Naritsuka, S. Iijima, "Single-Walled Carbon Nanotube Growth in High Vacuum using Pt catalyst in Alcohol Gas Source Method", Mater. Express 1 (2011) 267.
- [4] N. Fukuoka, Y. Mizutani, S. Naritsuka, T. Maruyama, S. Iijima, Jpn. J. Appl. Phys. 51 (2012) 06FD23.
- [5] Y. Mizutani , N. Fukuoka, S. Naritsuka, T. Maruyama, S. Iijima, Diamond & Relat. Mater. 26 (2012) 78.
- [6] R. Saito, G. Dresselhaus, M. S. Dresselhaus, Phys. Rev. B61 (2000) 2981.
- S. -H. Jeong, S. Suzuki, Y. Kobayashi, A. Yamazaki, H. Yoshimura, Y. Homma, J. Appl. Phys. 98 (2005) 124311.

フタロシアニンを増感剤とするキノンの光還元

分子科学研究所 分子スケールナノサイエンスセンター 遊佐 仁暁・永田 央

1. はじめに

ポルフィリン・フタロシアニンなどのテトラ ピロール系分子(図1)は、光合成明反応のモデ ル系色素としてよく利用されている。その理由 は、生物の光合成で使われているクロロフィル 色素と構造・光化学・酸化還元挙動がよく似て いる上に、化学的にクロロフィル類より安定で 扱いやすい点にある。また、化学合成が容易で 多様な誘導体が入手可能である利点も大きい。



図1 ポルフィリンとフタロシアニン。

ポルフィリン(ZnPor)とフタロシアニン(ZnPc, H₂Pc)の吸収スペクトルを図2に示す。ポル フィリンは強い吸収を紫外部(400 nm)に持ち、 可視部の吸収(500~600 nm)が比較的弱いのに 対し、フタロシアニンは可視部の長波長領域 (600~700 nm)に強い吸収を持つ。このため、 フタロシアニンは可視部全領域の光を(原理的 には)利用できるという利点がある。一方、励 起状態のエネルギーが低いため、光反応の駆動 が難しいという欠点もある。しかしながら、光 合成のクロロフィルの吸収極大も700 nm付近 であることから、適切な反応系を組み立てれ ば、この領域の光でも化学反応を駆動できるは ずである。



図2 ポルフィリン(上)とフタロシアニン(下)の 吸収スペクトル(室温、CH₂Cl₂溶液)。

ポルフィリンやフタロシアニンを用いた光合 成モデル研究は、主に電子移動や励起エネル ギー移動のダイナミクスに興味を持って進め られてきた[1,2]。しかし、光合成の重要な役割 は、光のエネルギーを利用して物質生産を行っ ている点である。これを実現するためには、電 子移動系と後続の化学反応系をうまく組み合わ せる必要がある。

私たちは、キノンの光励起電子移動と酸化還 元反応を組み合わせる研究を進めている。キノ ンは、二電子還元体であるヒドロキノンとの間 で可逆的に変換する分子(図3)で、この特性 を生かして生物の光合成・呼吸など酸化還元過 程における電子の貯蔵場所になっている。





7.研究紹介

これまでに、ポルフィリン一分子に多数のキ ノンを結合して多段階の酸化還元を行う系 [3]、 キノンの還元とアルコールの酸化を共役させた 系 [4]、およびヒドロキノンの酸化とハロゲン 化炭化水素の還元を共役させた系 [5] について 報告してきた。これらはいずれもポルフィリン を光増感剤として用いたものである。本稿では、 増感剤として亜鉛フタロシアニン (ZnPc)を用 いたキノンの還元反応について述べる(図4)。



図4 亜鉛フタロシアニンを増感剤とするキノン の光還元反応。

2. 実験

亜鉛フタロシアニンZnPcは文献[6]に従って 合成した。このフタロシアニンは有機溶媒に対 する溶解度が高く、溶液中の光反応を研究する のに好都合である。

光反応は、重クロロホルム溶媒中にキノン (13 mM)、ArSH (Ar=4-t-ブチルフェニル, 42 mM)、ZnPc(0.42 mM)を溶かし、窒素雰囲気下 で500 nm より長波長の光を照射した。反応の 進行を追跡するため、機器センターのJEOL LA-500, MCA-400 を用いて¹H NMRを測定した。

室温での蛍光スペクトルの測定は、 Shimadzu RF-5300PC を用いた。低温でのリ ン光スペクトルの測定には、機器センターの HORIBA SPEX Fluorolog 3-21を用いた(光源 450 W キセノンランプ、光電子倍増管 R5509-73)。スペクトル用トルエン中 2 μM のZnPc 溶液を8 mm φパイレックス管中で凍結脱気し て封管し、77 K で測定した。蛍光寿命の測定 は、同じサンプルについて、機器センターで過 去に開発された装置[7]の改良版を用いて、室 温で行った。

三重項減衰の測定には、最近開発された過 渡吸収測定システムを用いた[8]。過渡吸収の 測定は、スペクトル用トルエンを溶媒として ZnPc 20 μM, キノン0~320 μMを含む溶液を10 mm φ パイレックス管中で凍結脱気して封管 し、室温で行った。

3. 結果と考察

¹H NMRの解析から、副反応はほとんど起こ らず、ヒドロキノンとジスルフィドが定量的に 生成していることがわかった。ヒドロキノンの 生成量の時間経過を図5に示す。



図5 ヒドロキノン生成の時間経過。

キノンに対してほぼ一次反応と見なすことが できるので、その仮定のもとで見かけの速度 定数を求めた。ただし、光源強度のばらつき を補正するため、キノン=2,5-di-t-butylbenzoquinone, ArSH = 4-t-butylbenzenethiolの反応 を標準条件として毎回同時に測定し、これに対 する相対速度で議論することとした。

異なるキノンに対する光反応の結果を表1に 示す。還元電位がより負の(還元されにくい) キノンほど反応が遅くなっている。このことか ら、フタロシアニンからキノンへの光励起電子 移動が反応に関与していることが示唆される。
7. 研究紹介



表1 異なるキノンに対する光反応の相対速度と キノンの第一還元電位(フェロセン基準)。

そこで、フタロシアニンの励起状態とキノン の相互作用について検討するため、一連の測定 を行った。まず、励起一重項について考察する ため、蛍光寿命の測定(図6)を行い、キノンに よる蛍光消光の Stern-Volmer プロットから消 光の速度定数を 2.7×10⁹ M⁻¹s⁻¹と見積もった。



図 6 ZnPcの蛍光減衰曲線(室温、トルエン溶液)。 励起 600 nm, 観測 800 nm。

一方、三重項経由の反応を検討するため、77 Kでリン光スペクトルを測定し(図7)、三重 項エネルギーを 1.13 eV と決定した。低い値だ が、キノンとの電子移動はエネルギー的には可 能である($\Delta G = -0.14 \text{ eV}$)。次に、マイクロ 秒の過渡吸収でフタロシアニンの三重項減衰を 観測し(図8、図9)、キノンを加えた時の減 衰速度定数の変化から、三重項からの電子移動 の速度定数を $4.6 \times 10^8 \text{ M}^{-1}\text{s}^{-1}$ と見積もった。



図7 ZnPc の低温発光スペクトル (77 K、トル エン溶液)。励起波長 620 nm。



図8 ZnPcの過渡吸収スペクトル (室温、トルエン溶液)。励起波長 670 nm。



図 9 ZnPcの過渡吸収の減衰 (室温、トルエン溶 液)。励起 670 nm、観測 450 nm。

紙面の都合で詳細は略すが、これらの速度定 数と、キノン濃度を変化させたときの光反応速

7.研究紹介

度の変化から、この光反応は三重項経由で進行 すると考えている。また、異なるキノンを加え て過渡吸収を測定したところ、三重項からの電 子移動速度がキノンの酸化還元電位に依存する ことがわかった。しかし、この速度変化だけで は光反応の速度変化は説明できないことも明ら かとなった。このため、この光反応の速度を決 めているのは、電子移動の後続反応、おそらく はキノンアニオンラジカルに対するプロトン化 反応であろうと考えている。この仮説を証明す るための実験を現在進めているところである。

4. 結語

励起エネルギーが低いフタロシアニンでも、 光合成と同型の光化学反応を駆動できることが わかった。この反応では、キノンに対するプロ トン化が反応の熱力学だけでなく速度も支配し ていることが明らかになりつつある。これらの 成果は、より有用な光化学反応系に展開するた めの基礎データとして重要な意味を持つ。

5. 謝辞

過渡吸収と蛍光寿命の測定では機器センター の山中班長から、低温近赤外発光の測定では同 じく上田技術職員から多大なるご協力をいただ きました。ご両人に深く感謝いたします。今後 ともよろしくお願いいたします。

6. 補足: 蛍光寿命の解析

蛍光寿命の解析には、装置応答関数のデコン ボリューションが必要である。データ処理には Igor を用い、フィッティング関数として下の ようなものを定義して用いた。ただし、EXC_ PULSEは装置応答関数の wave 名である。二成 分の指数関数を仮定しているが、図6のデータ は一成分で解析することができた。

```
Function deconv(w,x) : FitFunc
Wave w
Variable x
wave lamp = root:EXC_PULSE
variable val
variable i
variable xi
variable xn = x2pnt(lamp,x)
val = 0.0
for (i = 0; i < xn; i += 1)
   xi = pnt2x(lamp,i) - pnt2x(lamp,0)
   val += lamp[xn+w[4]-i]*(w[0]*
exp(-w[1]*xi)+w[2]*exp(-w[3]*xi))
endfor
return val
</pre>
```

End

7. 参考文献

- Review: Wasielewski, M. R. Chem. Rev. 1992, 92, 435-461.
- [2] D' Souza, F.; Ito, O. Coord. Chem. Rev. 2005, 249, 1410-1422.
- [3] Nagata, T.; Kikuzawa, Y. Biochim. Biophys. Acta 2007, 1767, 648-652.
- [4] Nagasawa, T.; Allakhverdiev, S. I.; Kimura, Y.; Nagata, T. Photochem. Photobiol. Sci. 2009, 8, 174-180.
- [5] Kon, H.; Nagata, T. Chem. Eur. J. 2012, 18, 1781-1788.
- [6] Maree, M. D.; Nyokong, T. J. Porphyrins Phthalocyanines 2001, 5, 782-792.
- [7] 山中孝弥、吉田久史、「分光研究」1988, 37,455-457.
- [8] 山中孝弥、馬場正昭、「分光研究」2011, 60, 189-190.

分子のおわん、バッキーボウル

分子科学研究所 分子スケールナノサイエンスセンター 東林 修平・櫻井 英博

1. はじめに

世の中には、様々な形、深さ、材質、模様の おわんがあり、我々の食生活を豊かにしてくれ ている。一方、分子の世界にもバッキーボウル (buckybowl) と呼ばれるおわんがある。主に 炭化水素から構成される分子のおわん、バッ キーボウルは、おわんの形をしているだけでな く、 π 共役構造を持っていることが特徴であ る。従って、バッキーボウルはフラーレンの一 部、あるいはカーボンナノチューブの先端部 のキャップに相当し、フラーレンの約1/3の大 きさを持つC3v対称のスマネン(1)、C5v対称のコ ラヌレン(2)などが代表的である(図1)。フ ラーレンの発見後、その独特の構造から注目を 集めたバッキーボウルは、1990年代以降今日に 至るまで、合成、基礎物性から近年は材料科学 まで多岐にわたって研究が行われ、発展を示し ている[1-4]。

バッキーボウルはフラーレン、カーボンナノ チューブと同様の曲がった π 共役構造を持つ化 合物であるが、燃焼法やCVD法などでは合成 できない。一方、おわん型に曲がった共役構造 は歪んだ構造であることから、平面型の π 共役 化合物より不安定であり、平面型共役化合物の 合成法もそのままでは通用しない。従って、歪 んだおわん型の π 共役構造をどのように構築す るかという合成化学的な問題が、バッキーボウ ル研究の出発点となる。おわんの作り方に一定 の進展が得られた近年では、単純におわんの形 を作るだけでなく、キラリティを持つおわん⁵⁵、 ヘテロ原子を持つおわん⁶⁶、種々の官能基を持 つおわん^{ITI}、等々の様々な彩りを持つおわんを 作ることが必要とされる。このようなおわんの 性質に関する根本的な問いは、平面のπ共役化 合物と何が異なるのか?おわんに特有の性質と は何か?という点である。最近、我々が合成に

成功したキラルアザバッキーボウルというおわ ん分子について、その合成と性質に関する研究 成果を紹介する⁶⁶。



図1 スマネン(1)とコラヌレン(2)

2. キラリティを持つアザバッキーボウル

機能性材料分子の教科書を開くとヘテロ原 子、ヘテロ環に溢れている。ヘテロ原子、ヘテ ロ環を導入すると分子の電子状態を容易に変化 させることができるため、近年のπ電子系分子 の機能発現と有機材料化学分野の発展には不可 欠である。ところが、これまでヘテロ原子を含 むバッキーボウルの合成例は数えるほどしかな かった。フラーレンの部分構造という先行イ メージから、炭化水素のみで構成されるバッ キーボウルが主なターゲットとされ、合成法が 開発されてきた影響は大きい。歪んだおわん構

7.研究紹介

造を何とか作るので精一杯、ヘテロ原子まで考 える心の余裕がなかったかもしれない。しか し、前述の通り、今日のπ電子系材料分子にお けるヘテロ原子の重要性は言うまでもなく、 バッキーボウルにおいてもその例外であるはず がない。今後のバッキーボウルの化学の発展に はヘテロ原子を有するヘテロバッキーボウルの 寄与が必須である。しかし、炭化水素のバッ キーボウルを作るために開発されてきた合成法 は必ずしも、ヘテロバッキーボウルの合成に適 してはいない。原子各々の反応性を考慮した合 成法が必要とされる。また、歪んだおわん構造 においては、ヘテロ原子の種類によって平面型 共役分子とは異なる問題が生じてくる。おわん 分子周縁部の炭素の代わりにヘテロ原子を導入 した場合、硫黄やケイ素など結合長の長いヘテ ロ原子ではおわん構造が浅くなって平たくなり 歪みが小さくなるが^[1]、窒素のような結合長の 短いヘテロ原子を導入した場合はおわんが深く なって歪みがさらに大きくなるという点であ る。分子の歪みが大きい方が合成し難いのはも ちろんで、窒素原子を持つアザバッキーボウル がこれまで合成できなかった大きな理由の一つ である。



図2 トリアザスマネン(3)

そのような背景の下、我々はスマネン骨格に窒 素原子を導入したトリアザスマネンの合成を達 成した(図2)^[6]。トリアザスマネンは窒素原 子を持つだけでなく、おわん不斉と我々の呼ぶ 固有のキラリティも持っており、1つのおわん で2つの味わい方が楽しめる。トリアザスマネ ンの不斉は窒素原子の位置に由来しており、 (*A*)と(*C*)はおわんを重ねても、窒素の位置が一 致しない。



図3 トリアザスマネンの合成

合成のポイントは、窒素原子を持つ原料から 出発する、歪みを持つ原料から立体選択的に非 共役のおわんをまず作る、最終工程で酸化的に 共役化する、原料の不斉炭素に由来する不斉情 報がおわんの不斉に転写される、等が挙げられ る(図3)。簡単に述べているが、上述の高い おわんの歪みと窒素原子の反応性を勘案した合 成計画の下、最新のPdクラスター触媒¹⁸、酵素 反応、マイクロウェーブ反応装置など様々な合 成反応とテクニックを駆使して、7年程の歳月 をかけて完成した至高の一品である。

合成したトリアザスマネンの構造は5と3の単 結晶X線構造解析によって確かめられた(図 4、5)。予想通り窒素原子の短い結合長に由

7. 研究紹介

来して5、3共におわんの深さが約1.3 Åと、炭 化水素のみのスマネンの1.1 Åよりおわん構造 が深くなっている。また、5は嵩高いメタンス ルホニル基がお互いのおわんの中に収まったペ アを形成し、隣のおわんとは外側で接したパッ キング構造を取っている。一方、置換基を有し ない3はおわんが積み重なったカラム状パッキ ング構造をしている。スマネン(1)も同様にカ ラム状パッキング構造を示すが(図6)⁹、お わんがずれることなく真っすぐにおわんが積 上っているのに対して、3はおわん不斉に由来 しておわんがらせん状に回転しながら積上って おり、3分子で一回転している。スマネンがカ ラム状結晶構造に由来してn型半導体特性を示 すことから、電子受容性のピリジン環を持ち、 カラム状結晶構造を持つ3の特性は興味深い。



図4 トリアザスマネン(5)の結晶構造



図5 トリアザスマネン(3)の結晶構造



図6 スマネン(1)の結晶構造



図7 トリアザスマネン(C)-3と(A)-3の円二色性ス ペクトル

トリアザスマネンはおわん不斉を持つと述べ た。原料に由来する不斉情報がおわん不斉に首 尾よく転写されて、その不斉が失われていなけ れば、生成物は片方のエナンチオマーのみのは ずである。実際、単結晶のX線結晶構造は一方 のエナンチオマーから構成されている。また3、 4、5の溶液は旋光性、円二色性を示し、室温 では1週間経っても変化しない(図7)。逆の絶 対配置の原料から出発して合成したものは逆の 符号を示す。これらの結果より、原料の不斉は トリアザスマネンのおわん不斉に転写されてお り、室温ではラセミ化しないことがわかる。

バッキーボウルの性質の一つにおわん構造が 熱的に平面構造を経由して反転するボウル反転 運動と呼ばれる性質がある。スマネンやコラヌ レンのようなおわん不斉を持たないアキラルな バッキーボウルにおいては、2つの同じ構造間 の変換であるが、トリアザスマネンのようなキ ラルバッキーボウルの場合、ボウル反転によっ てエナンチオマーが相互に変換する。即ち、ボ ウル反転運動はキラルバッキーボウルではラセ ミ化に相当し、おわん構造と遷移状態の平面構 造のエネルギー差がボウル反転、即ちラセミ化 エネルギーに当たる(図8)。私たちが以前に初 めて合成した炭化水素のキラルバッキーボウ

7.研究紹介

ル、トリメチルスマネンではボウル反転エネル ギーが溶液状態では約22 kcal/mol程度である ために、室温では数十分でラセミ化してしまっ た⁵⁵。一方、トリアザスマネンは深いおわん構 造に由来して、このボウル反転エネルギーが極 めて高くなる。しかし、トリアザスマネンも高 温で加熱することによりボウル反転運動によっ てラセミ化することを確認できる。3のテトラ リン溶液を204 ℃で加熱し、CDスペクトルの時 間変化を測定すると、時間の経過と共に徐々に スペクトルが減衰し、ラセミ化が進行している ことを確認できた(図9)。この減衰の速度から3 のボウル反転/ラセミ化エネルギーを求めると 38.2 kcal/molとスマネンの20 kcal/molのほぼ倍 であることがわかった。これぐらい高いと室温 では私たちの一生の間にはラセミ化しない。



図8 トリアザスマネンのボウル反転によるラセ ミ化



図9 トリアザスマネン(3)のラセミ化による円二 色性スペクトルの減衰

以上、キラルアザバッキーボウルに関する私 たちの最近の成果の一部を簡単に紹介した。先 にトリアザスマネンは1つのおわんで2つの味 わい方が楽しめるおわんと書いたが、実際はま だまだいろいろな景色がありそうである。今後 も多彩なおわんの化学を展開していきたい。

3. おわりに

本研究の一部は分子科学研究所、機器セン ターの装置を用いて行われました。合成実験に とって汎用機器の充実は極めて重要です。核磁 気共鳴スペクトル等については大変充実してき ていますので、今後は質量分析装置などの重点 化を強く望みます。

References

- S. Higashibayashi, H. Sakurai, Chem. Lett. 2011, 40, 122.
- [2] A. Sygula, Eur. J. Org. Chem. 2011, 1611.
- [3] Y.-T. Wu, J. S. Siegel, Chem. Rev. 2006, 106, 4843.
- [4] V. M. Tsefrikas, L. T. Scott, Chem. Rev. 2006, 106, 4868.
- [5] S. Higashibayashi, H. Sakurai, J. Am. Chem. Soc. 2008, 130, 8592.
- [6] Q. Tan, S. Higashibayashi, S. Karanjit, H. Sakurai, Nat. Commun. 2012, 3, 891.
- [7] S. Higashibayashi, N. Baig R. B., Y. Morita, H. Sakurai, Chem. Lett. 2012, 41, 84.
- [8] S. Higashibayashi, A. F. G. M. Reza, H. Sakurai, J. Org. Chem. 2010, 75, 4626.
- [9] H. Sakurai, T. Daiko, H. Sakane, T. Amaya, T. Hirao, J. Am. Chem. Soc. 2005, 127, 11580.

平成23年度共同利用採択課題一覧

施設利用

【前期】

整理 番号	所属	職名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1	東京理科大学 理学部第二部化学科	講師	秋津 貴城	キラルシッフ塩基3d- 4f金属錯体の磁性測定	【SQUID 型磁化測定装置】
2	東京工芸大学 工学部生命環境化学科	准教授	比江島俊浩	TEMPO ラジカルを側 鎖に導入したポリグル タメートの磁気特性	【SQUID 型磁化測定装置】, 【電子スピン共鳴装置】, 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
З	新潟大学 工学部	准教授	太田 雅壽	希土類イオン付活蛍光 体における希土類イオン の価電子状態の特定(2)	【電子スピン共鳴装置】
4	熊本大学 発生医学研究所	助教	江崎雅俊	AAAタンパク質による ATP加水分解の分子機 構の解明	【熱分析装置】 MicroCal iTC ₂₀₀
5	静岡県立大学 環境科学研究所	教授	坂口 眞人	ナノ粒子化に伴うセル ロースの高機能化	【電子スピン共鳴装置】
6	生理学研究所 脳形態解析研究部門	准教授	田渕 克彦	シナプスタンパク質の フォールディングが精神 機能に及ぼす作用の検出	【熱分析装置】 MicroCal iTC ₂₀₀ , 【熱分析装置】 MicroCal VP-DSC
7	名古屋工業大学 大学院工学研究科	助教	小野 克彦	新規なキャリア輸送材 料の合成と電子デバイ スへの応用	【単結晶 X 線回折装置】 ^{*1} , 【単結晶 X 線回折装置】微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3, 【粉末 X 線回折装置】 Rigaku RINT-UltimaIII
8	岐阜大学 工学部	教授	嶋睦宏	Co P d 微粒子複合材、 Co/Pt ナ ノ 細 線、Co/ Pt ナノ粒子の磁性	【SQUID 型磁化測定装置】
9	東京工業大学 ソリューション研究機 構	研究員	実近 翔	抗多発性骨髄腫薬と催 奇形性標的因子との相 対的親和性の評価に関 する研究	【熱分析装置】 MicroCal iTC ₂₀₀
10	法政大学 生命科学部	教授	緒方 啓典	ナノマアテリアルの構 造と物性評価	【電子スピン共鳴装置】, 【質量分析計】Applied Biosystems Voyager DE-STR, 【SQUID 型磁化測定装置】, 【熱分析装置】 ^{*2} , 【蛍光分光光度計】 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21
11	広島大学 大学院理学研究科	教授	井上 克也	有機スピンラダー構造に おける磁気物性の解明	【電子スピン共鳴装置】, 【SQUID 型磁化測定装置】
12	名古屋工業大学 大学院工学研究科	准教授	安達信泰	希土類磁性薄膜におけ る磁気特性および磁気 共鳴に関する研究	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
13	名古屋工業大学 大学院工学研究科	准教授	山本勝宏	新規相分離構造を有す るブロック共重合体の ガラス転移温度評価	【熱分析装置】 ^{*2}
14	兵庫県立大学 大学院物質理学研究科	准教授	小林本忠	窒化ボロン化合物のX 線回折と磁気特性性	【粉末X線回折装置】Rigaku RINT-Ultimall, 【電子スピン共鳴装置】, 【SQUID 型磁化測定装置】
15	名古屋工業大学 大学院工学研究科	准教授	小野 晋吾	フッ化物レーザー材料 開発に関する研究	【蛍光分光光度計】 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21

8. 平成23年度共同利用採択課題一覧

	1	. <u> </u>	1	7	1
16	九州大学 稲盛フロンティア研究 センター	特任助教	石元 孝佳	ベンゼン重水素置換体 の分子構造精密決定	【ナノ秒レーザー】 エキシマー励起色素レー ザー/ Compex Pro 110, LPD3002
17	京都大学大学院 工学研究科	教授	清水 芳久	琵琶湖難分解性有機物 の NMR 法によるキャ ラクタリゼーション	【核磁気共鳴装置】 JEOL JNM-LA500, JEOL JNM-ECA600
18	基礎生物学研究所 時空制御研究室	研究員	大嶋佑介	生体の無染色イメージ ングを目的とした光 シート型ラマン顕微鏡 の開発と性能評価	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex
19	京都大学 大学院理学研究科	大学院生	小若泰之	コンパクト多環芳香族 炭化水素 (PAH)の励起 分子ダイナミクス	【ナノ秒レーザー】 エキシマー励起色素レー ザー/ Compex Pro 110, LPD3002
20	核融合科学研究所 炉工学研究センター	助教	菱沼 良光	MgB2 超伝体の超伝導 特性におけるホウ素同 位体効果	【SQUID 型磁化測定装置】
21	東京工業大学 有機・高分子物質専攻	助教	芦沢 実	新規な機能性有機分子の構造解明	【単結晶 X 線回折装置】*1
22	愛媛大学 大学院理工学研究科	助教	白旗崇	拡張型電子供与体を用い た機能性有機結晶の構造 と物性に関する研究	【単結晶 X 線回折装置】 ^{*1} , 【SQUID 型磁化測定装置】, 【電子スピン共鳴装置】
23	静岡大学 創造科学技術大学院	特任助教	尾形慎	合成糖鎖リガントのレクチ ンおよび加水分解酵素に 対する結合親和性の解析	【熱分析装置】 MicroCal iTC ₂₀₀
24	名古屋市立大学 大学院薬学研究科	助教	矢木 宏和	NMR を利用した複合糖質 およびマルチドメインタ ンパク質の動的構造解析	【核磁気共鳴装置】 JEOL JNM-ECA600
25	名古屋大学 大学院理学研究科	講師	清水 康弘	遷移金属酸化物の軌道 状態解明のための単結 晶 X 線構造解析	【単結晶 X 線回折装置】*1
26	東京大学 物性研究所	教授	森初果	圧力誘起超伝導 beta- (meso-BEDT-TTF) ₂ PF ₆ の低温電荷秩序構造	【単結晶 X 線回折装置】 微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3
27	京都大学 低温物質科学研究セン ター	助教	中野 義明	顕微ラマン分光法による (ET) ₂ N(SO2F) ₂ の 相転移の解析	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex
28	豊橋技術科学大学 環境・生命工学系	助手	藤澤 郁英	複雑な有機化合物のX 線結晶構造解析	【単結晶 X 線回折装置】*1
29	信州大学 理学部	准教授	太田 哲	可逆的な構造変化を示 す新規有機酸化還元系 の設計と合成	【単結晶 X 線回折装置】*1
30	兵庫県立大学 大学院物質理学研究科	助教	圷 広樹	90K で金属絶縁体転移 を示す有機伝導体の微 小結晶の精密構造解析	【単結晶 X 線回折装置】 微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3
31	大阪府立大学 理学系研究科	教授	細越 裕子	有機 ラジカル単結晶の 低温結晶構造解析	【単結晶 X 線回折装置】微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3
32	兵庫県立大学 大学院物質理学研究科	助教	満身 稔	キラルー次元ロジウム (I) -セミキノナト錯 体の磁気特性の解明	【SQUID 型磁化測定装置】
33	兵庫県立大学 大学院物質理学研究科	助教	満身 稔	μ-オキソ三核鉄錯体に 基づく配位高分子の結 晶構造解析	【単結晶 X 線回折装置】微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3
34	首都大学東京 理工学研究科	教授	溝口 憲治	金属を導入した DNA の 電子状態の解明	【SQUID 型磁化測定装置】 【電子スピン共鳴装置】
35	大阪大谷大学 薬学部	教授	谷本能文	B e I o u s o v - Zhabotinsky 反応の磁 場効果	【電子スピン共鳴装置】

8. 平成23年度共同利用採択課題一覧

36	室蘭工業大学 大学院工学研究科	助教	馬渡康輝	π 共役系ラセン分子の 溶液中における高次構 造の温度依存性	【円二色性分散計】 JASCO J-720WI
37	大阪薬科大学 薬学部	助教	山沖留美	医薬品原料由来有機ラ ジカル種の ESR 解析	【電子スピン共鳴装置】
38	名城大学 総合研究所	助教	吉田 幸大	新規機能性分子性固体 の開発	【単結晶 X 線回折装置】 微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3
39	東邦大学 医学部 化学研究室	准教授	大胡 惠樹	ポルフィリン類縁鉄(Ⅲ) 錯体における電子構造 の外部刺激応答性に関 する研究	【SQUID 型磁化測定装置】. 【電子スピン共鳴装置】
40	島根大学 総合理工学部	助教	池上 崇久	コロラジン鉄(Ⅲ)錯体の 磁気的挙動	【電子スピン共鳴装置】
41	名古屋工業大学 大学院工学研究科	プロジェクト 教授	西信之	メソ他孔性炭素材料の 新規合成と評価	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex, 【熱分析装置】 ^{*2} , 【粉末 X 線回折装置】 Rigaku RINT-UltimalII
42	富山大学 大学院医学薬学研究部	助教	岡 芳美	フラビン発色団を有す る化合物における光誘 起ラジカルペアの3重 項状態の寿命評価	【電子スピン共鳴装置】

【後期】

整理 番号	所属	職名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1	東京理科大学 理学部第二部化学科	講師	秋津 貴城	キラルシッフ塩基希土 類遷移金属複核錯体の 磁性測定	【SQUID 型磁化測定装置】
2	核融合科学研究所 炉工学研究センター	助教	菱沼 良光	MgB2 超伝体の超伝導 特性におけるホウ素同 位体効果	【SQUID 型磁化測定装置】
3	新潟大学 工学部	准教授	太田 雅壽	希土類イオン付活蛍光体 における希土類イオンの 価電子状態の特定(3)	【電子スピン共鳴装置】
4	首都大学東京 大学院理工学研究科	准教授	藤田 渉	新規分子磁性体の結晶 構造と磁気的性質	【SQUID 型磁化測定装置】, 【電子スピン共鳴装置】, 【単結晶 X 線回折装置】微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3,
5	京都大学大学院 工学研究科	教授	清水 芳久	琵琶湖難分解性有機物 の NMR 法によるキャ ラクタリゼーション	【核磁気共鳴装置】 JEOL JNM-LA500, JEOL JNM-ECA600
6	北海道大学 大学院工学研究科	助教	柏本 史郎	Mn-Si-(Cr,V) 系準結晶 関連物質の磁性特性	【SQUID 型磁化測定装置】
7	名古屋工業大学 大学院工学研究科	プロジェクト 教授	西信之	メソ他孔性炭素材料の 新規合成と評価	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex, 【熱分析装置】 ^{*2} , 【粉末 X 線回折装置】 Rigaku RINT-UltimalII
8	岐阜大学 工学部	教授	嶋 睦宏	CMC-NiFe 複 合 材、 Co/Pt ナノ細線、Fe/ Pt ナノ粒子の磁気的性 質の解明	【SQUID 型磁化測定装置】
9	名古屋工業大学 大学院工学研究科	助教	小野 克彦	新規なキャリア輸送材 料の合成と電子デバイ スへの応用	【単結晶 X 線回折装置】 ^{*1} , 【単結晶 X 線回折装置】微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3, 【粉末 X 線回折装置】 Rigaku RINT-UltimalII

8. 平成23年度共同利用採択課題一覧

10	東北大学 応用物理学専攻	大学院生	岩崎謙一郎	新規希土類フリー発光 材料の創製および機構 解明	【電子スピン共鳴装置】, 【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex, 【蛍光分光光度計】 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21, 【可視紫外分光光度計】 Hitachi U-3500
11	法政大学 生命科学部	教授	緒方 啓典	新規ナノマアテリアル の構造および物性評価	【電子スピン共鳴装置】, 【質量分析計】Applied Biosystems Voyager DE-STR, 【SQUID 型磁化測定装置】, 【粉末 X 線回折装置】 Rigaku RINT- Ultimall, 【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21
12	名古屋工業大学 大学院工学研究科	准教授	安達 信泰	希土類磁性薄膜におけ る磁気特性および磁気 共鳴に関する研究	【SQUID 型磁化測定装置】. 【電子スピン共鳴装置】
13	東邦大学 医学部 化学研究室	准教授	大胡 惠樹	外部刺激応答性を持つ ポルフィリン類縁体錯 体の開発	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
14	東京工業大学 有機 · 高分子物質専攻	助教	芦沢 実	機能性有機半導体分子 の構造解明	【単結晶 X 線回折装置】微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3
15	九州大学 先導物質化学研究所	特任助教	姜舜徹	相転移を示す金属錯体 の極低温結晶構造解析	【単結晶 X 線回折装置】微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3
16	九州大学 稲盛フロンティア研究 センター	特任助教	石元 孝佳	ベンゼン重水素置換体 の振動エネルギーと分 子構造の精密決定	【ナノ秒レーザー】 エキシマー励起色素レー ザー/ Compex Pro 110, LPD3002
17	東京工芸大学 工学部生命環境化学科	准教授	比江島俊浩	TEMPO ラジカルを側 鎖に導入したポリグル タミンのらせん磁性に 関する研究	【SQUID 型磁化測定装置】, 【電子スピン共鳴装置】, 【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex
18	名城大学 理工学部	教授	丸山隆浩	高真空アルコールガス ソース法による単層カー ボンナノチューブの低圧 力成長に関する研究	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex
19	首都大学東京 理工学研究科	教授	溝口 憲治	金属を導入した DNA の 電子状態の解明	【SQUID 型磁化測定装置】, 【電子スピン共鳴装置】
20	兵庫県立大学 大学院物質理学研究科	准教授	小林 本忠	アルカリ土類金属添加 窒化硼素化合物の構造 と磁気特性	【粉末 X 線回折装置】Rigaku RINT-Ultimalll, 【電子スピン共鳴装置】, 【SQUID 型磁化測定装置】
21	富山大学 先端ライフサイエンス 拠点	特命助教	岡芳美	フラビン発色団を有する 化合物における光誘起ラ ジカルペアの寿命評価	【電子スピン共鳴装置】
22	兵庫県立大学 大学院生命理学研究科	准教授	辻 暁	PH ドメインの脂質膜界 面における構造転移お よび機能の解析	【円二色性分散計】 JASCO J-720WI
23	九州大学 大学院農学研究院	助教	中島崇	リボ核タンパク質複合 体酸素リボヌクレアー ゼPの蛋白質核酸相互 作用の熱力学的解析	【熱分析装置】 MicroCal iTC ₂₀₀
24	大阪市立大学 理学研究科	准教授	塩見 大輔	有機ラジカル磁性体の X線結晶構造解析	【単結晶 X 線回折装置】微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3
25	東京大学 物性研究所	特任 研究員	磯野 貴之	圧力誘起超伝導 bete-(meso-BEDT- TTF) ₂ X,X=PF ₆ とその周辺 物質(X=AsF ₆ ,SbF ₆ ,NdF ₆) の低温電荷秩序構造	【単結晶 X 線回折装置】微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3, 【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex

26	京都大学 大学院理学研究科	大学院生	小若泰	Ż	フェナンスレン分子構 造と励起分子ダイナミ クス	【ナノ秒レーザー】 エキシマー励起色素レー ザー/ Compex Pro 110, LPD3002
27	名古屋工業大学 大学院工学研究科	准教授	山本勝	宏	新規ミクロ相分離構造を 有するブロック共重合体 のガラス転移温度評価	【熱分析装置】 ^{*2}
28	静岡大学 工学部	教授	植田一	Ē	X線結晶構造解析によ る扇型分子の分子配列 の解明	【単結晶 X 線回折装置】微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3
29	東京工芸大学 工芸部	講師	實方 真	Ē	着相クラスターの共鳴 イオン化解離過程のピ コ秒時間分解システム の整備と観測	【ナノ秒レーザー】エキシマー励起色素レー ザー/ Compex Pro 110, LPD3002,Nd:YAG 励起 OPO レーザー/ GCR-250, ScanmateOPPO
30	兵庫県立大学 大学院物質理学研究科	助教	圷 広樹		純有機磁性金属 κ-β"- (BEDT-TTF) ₂ (PO-CONHC ₂ H ₄ SO ₃) の低温 ESR 測定	【電子スピン共鳴装置】
31	愛媛大学 大学院理工学研究科	助教	白旗崇		拡張型電子供与体を用 いた導電性有機結晶の 構造と物性に関する研究	【単結晶 X 線回折装置】 ^{*1} . 【SQUID 型磁化測定装置】. 【電子スピン共鳴装置】
32	名古屋市立大学大学院 薬学研究科	助教	矢木 宏	和	NMR を利用した複合糖質 およびマルチドメインタ ンパク質の動的構造解析	【核磁気共鳴装置】 JEOL JNM-ECA600
33	大阪大学 工学研究科	助教	大洞光	;司	非天然構造を有するへ ムタンパク質の熱安定 性評価	【熱分析装置】MicroCal VP-DSC
34	神戸大学大学院 理学研究科	准教授	高橋一	·志	新奇な磁気緩和現象を 示す単核金属錯体の結 晶構造解析	【単結晶 X 線回折装置】微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3, 【SQUID 型磁化測定装置】
35	愛知学院大学 薬学部	助教	小川法	子	シクロデキストリン類 と低分子薬物の包接複 合体結晶の単結晶 X 線 構造解析	【単結晶 X 線回折装置】*1
36	兵庫県立大学 大学院物質理学研究科	助教	満身 稔		ー次元ロジウム(I)- ジオキソレン錯体の結 晶構造解析	【単結晶 X 線回折装置】 微小結晶/ Rigaku MERCURY CCD-3
37	兵庫県立大学 大学院物質理学研究科	助教	満身 稔		ー次元ロジウム(I)- ジオキソレン錯体の磁 気特性の解明	【SQUID 型磁化測定装置】
38	大阪大学大学院 理学研究科	助教	田中大	:輔	ポルフィリンダブル デッカー型錯体の単分 子磁石特性評価	【SQUID 型磁化測定装置】
39	生理学研究所 脳形態解析研究部門	准教授	田渕克	彦	シナプスタンパク質の フォールディングが精神 機能に及ぼす作用の検出	【熱分析装置】 MicroCal VP-DSC, MicroCal ITC ₂₀₀
40	室蘭工業大学 大学院工学研究科	助教	馬渡康	輝	π 共役系ラセン分子の 溶液中における構造の 温度及び溶媒依存性	【円二色性分散計】 JASCO J-720WI
41	大阪大学 大学院理学研究科	助教	山本貴		半強磁性状態に近接した 分子性超伝導体におけ る電荷不均一世の探索	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex

【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】^{*1} : Rigaku MERCURY CCD-1 または CCD-2
 【熱分析装置】^{*2} : TA Instruments TGA2950 または SDT2960 または DSC2920

協力研究『岡崎 3 機関 共同利用研究特別プロジェクト』 【前期】

所属	職名	提案代表者	研究課題	
東北大学 大学院理学研究科	GCOE 助教	平郡 諭	新寄縮合多環系芳香族化合物の合成と構造	
東北大学 大学院理学研究科	教授	美齊津 文典	気相原子分子小集団の共鳴他光子イオン化解離過程のピコ秒時間分離観測	

【後期】

所属	職名	提案代表者	研究課題
東北大学 大学院理学研究科	GCOE 助教	平郡 諭	新寄縮合他環系芳香族化合物の合成と構造
東北大学 大学院理学研究科	教授	美齊津 文典	気相原子分子小集団の共鳴他光子イオン化解離過程のピコ秒時間分離観測

平成23年度設備利用状況

(2011.4.1 ~ 2012.3.31)						
機器名	禾	リ用グループ数	牧		利用件数	A = 1
	施設利用	所内利用	合計	施設利用	所内利用	合計
電子スピン共鳴装置	4	4	0	10	10	01
EMIX Plus	4	4	8	18	13	31
E500	13	4	17	66	51	11/
	0	2	2	0	48	48
SQUID 型础化测定装直	0		10	05	15	F0
	9	/	16	35	15	50
MPMS-XL/	13	6	19	50	15	65
		0	10		01	
MERCURY-CCD-1	8	8	16	23	31	54
MERCURY-CCD-2	4	2	6	9	8	
MERCURY-CCD-3	13	/	20	25	22	4/
粉木 X 線回折装直	-	0	10	10	055	005
	3	9	12	40	255	295
熱分析装置						
VP-DSC	1	1	2	1	19	20
iTC200	2	2	4	2	31	33
TGA2950/ DSC2920/ SDT2960	4	1	5	20	22	42
マトリックス支援レーザー脱離イオン化 - 飛行時	間型質量分析	rit -				
Voyager DE-STR	2	7	9	7	753	760
有機微量元素分析装置						[
MT-6		10	10		172	172
蛍光X線分析装置	1			1		1
JSX-3400RII	1	3	4	4	91	95
核磁気共鳴装置						
JNM-ECA600	2	3	5	10	74	84
JNM-LA500	1	9	10	1	1429	1430
JNM-ECS400		11	11		3282	3282
ピコ秒レーザー	r			r		
Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS	0	1	1	0	13	13
ナノ秒レーザー						
エキシマー励起色素レーザー	4	2	6	25	53	78
Nd:YAG 励起 OPO レーザー	3	2	5	5	25	30
フッ素系エキシマーレーザー	2	1	3	3	19	22
蛍光分光光度計						
SPEX Fluorolog3-21	2	1	3	5	8	13
円二色性分散計						
J-720WI	2	5	7	13	19	32
可視紫外分光光度計						
U-3500	2	6	8	12	24	36
顕微ラマン分光装置						
inVIA Reflex	8	6	14	28	14	42
超伝導磁石付希釈冷凍機						
Oxford Kelvinox400	0	0	0	0	0	0

作泪冷惊开绘韵借	供給量				
	液体ヘリウム(L)	液体窒素(L)	窒素ガス(㎡)		
明大寺地区	41744.0	20919.8			
山手地区	11691.9	34907.6	1278.0		

機器センターたより | 80

平成23年度研究報告一覧

1. 学術論文(54報)

N. ADACHI, K. YOGO, T. OTA, M. TAKAHASHI and K. ISHIYAMA, "Magneto-optical effect and ferromagnetic resonance of Bi-Fe garnet for high frequency electromagnetic sensor," *J. Appl. Phys.* **109**, 07A506 (3 pages) (2011).

Z. P. WANG, M. SHOJI and H. OGATA, "Facile low-temperature growth of carbon nanosheets toward simultaneous determination of dopamine, ascorbic acid and uric acid," *Analyst* **136**, 4903-4905 (2011).

Z. P. WANG, M. SHOJI and H. OGATA, "Growth and Electrochemical Properties of Carbon Nanosheets via Microwave Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition," *Fullerences, Nanotubes, and Carbon Nanostructures* **20**, 473-481 (2012).

H. AKUTSU, Y. MARUYAMA, J. YAMADA, S. NAKATSUJI and S. S. TURNER, "A new BEDT-TTFbased organic metal with an anionic weak acceptor 2-sulfo-1,4-benzoquinone," *Synthetic Metals* 161, 2339-2343 (2011).

Y. LI, M. ASHIZAWA, S. UCHIDA and T. MICHINOBU, "A Novel Polymeric Chemosensor: Dual Colorimetric Detection of Metal Ions Through Click Synthesis," *Macromol. Rapid Commun.* **32**, 1804-1808 (2011).

M. ASHIZAWA, T. NIIMURA, Y. YU, K. TSUBOI, H. MATSUMOTO, R. YAMADA, S. KAWAGUCHI, A. TANIOKA and T. MORI, "Improved stability of organic field-effect transistor performance in oligothiophenes including β -isomers," *Tetrahedron* 68, 2790-2798 (2012).

M. ASHIZAWA, K. ISHIDZU, M. WATANABE, T. TANAHASHI, T. SHIRAHATA, T. KAWAMOTO, T. MORI and Y. MISAKI, "Novel Bis-fused π -Electron Donor Composed of Tetrathiafulvalene and Tetraselenafulvalene," *Chem Lett.* **39**, 1093-1095 (2010).

T. SHIRAHATA, T. MORIKAWA, H. MIYAMOTO, Y. NAKANO, H. YAMOCHI and Y. MISAKI, "Syntheses, structure and properties of vinylogous EDO-TTFs," *Physica B*. **405**, 61-64 (2010).

T. ITO, K. NAKAMURA, T. SHIRAHATA, T. KAWAMOTO, T. MORI and Y. MISAKI, "New Molecular Metals Based on a Tetrathiapentalene Donor with Peripheral Methoxy Groups," *Chem. Lett.* **40**, 81-83 (2011).

M. NISHIWAKI, K. NAKAMURA, T. SHIRAHATA and Y. MISAKI, "Novel Molecular Conductors Based on Cyclopenteno-TTP Showing Strong Self-aggregation," *Chem. Lett.* 40, 452-454 (2011).

K. NAKAMURA, T. TAKASHIMA, T. SHIRAHATA, S. HINO, M. HASEGAWA, Y. MAZAKI and Y. MISAKI, "Dimeric and Trimeric Tetrathiafulvalenes with Strong Intramolecular Interactions in the Oxidized States," *Org. Lett.* **12**, 3122-3125 (2011).

H. TSUJI, M. YASUDA, T. SHIRAHATA, H. FUJIWARA, T. SUGIMOTO and Y. MISAKI, "Structures and electrical properties of a new molecular conductor (BSM-TTP)₄(PF₆)₃(C₆H₅Cl)₂," *Phys. Status Solidi C* 9, 1149-1151 (2012).

T. SHIRAHATA, T. ITO, S. TOKI and Y. MISAKI, "Synthesis of a new donor, MOET-TTP, and the crystal structure, electrical, and magnetic properties of (MOET-TTP)₂MCl₄ (M=Fe and Ga)," *Phys. Status Solidi B* **249**, 929-932 (2012).

S. KASHIMOTO, A. KOCJAN, Z. JAGLIČIČ, S. JAZBEC, H. IGA, T. ISHIMASA, and J. DOLINŠEK, "Magnetic properties of σ - and hexagonal-Mn₇₆Si₁₈Cr₆ approximant phases of a dodecagonal quasicrystal," *Phys. Rev. B* 84, 224201 (11 pages) (2011).

D. TANAKA, T. INOSE, H. TANAKA, S. LEE, N. ISHIKAWA and T. OGAWA, "Proton-induced switching of the single molecule magnetic properties of a porphyrin based TbIII double-decker complex," *Chem. Commun.* 48, 7796-7798 (2012). [Back Cover of Issue 63]

Y. KOWAKA, T. YAMANAKA and M. BABA, "Electronic, vibrational, and rotational structures in the $S_0^{-1}A_1$ and $S_1^{-1}A_1$ states of phenanthrene," *J. Chem. Phys.* **136**, 154301 (9 pages) (2012).

K. YAMAMOTO and Y. MIWA, "電子スピン共鳴のマイクロ波出力飽和現象を利用した高分子のガラス転移温度評価,"*高分子論文集* **69**, 366-372 (2012).

M. MITSUMI, T. YAMASHITA, Y. AIGA, K. TORIUMI, H. KITAGAWA, T. MITANI and M. KURMOO, "On the Nature of the Multiple Ground States of the MMX Mixed-Valence Chain Compound, $[PtI^{I/III}_{2}(n-PenCS_{2})_{4}I]\infty$," *Inorg Chem.* **50** (10), 4368–4377 (2011).

H. KON and T. NAGATA, "Syntheses, Properties and Photoreactions of the Hybrid Molecules Consisting of a Co(II) Mononuclear Complexes and Porphyrins," *Chem. Eur. J.* **18**, 1781-1788 (2012).

T. KURAHASHI and H. FUJII, "One-Electron Oxidation of Electronically-Diverse Manganese(III) and Nickel(II) Salen Complexes: Transition from Localized to Delocalized Mixed-Valence Ligand Radicals," *J. Am. Chem. Soc.* **133**, 8307-8316 (2011).

A. TAKAHASHI, T. KURAHASHI and H. FUJII, "Redox Potentials of Oxoiron(IV) Porphyrin π -Cation Radical Complexes: Participation of Electron Transfer Process in oxygenation Reactions," *Inorg. Chem.* **50**, 6922-6928 (2011).

Z. CONG, T. KURAHASHI and H. FUJII, "Oxidation of Chloride Ion and Subsequent Chlorination of Organic Compounds by Oxoiron(IV) Porphyrin π -Cation Radical Complexes," *Angew. Chem. Int. Ed.* **50**, 9935-9939 (2011).

M. TOMURA and Y. YAMASHIRA, "Bis(tetra-n-butylammonium)

Bis(5,6-dicyanopyrazine-2,3-dithiolato- $\kappa^2 S,S'$) palladium(II)," *Acta Crystallogr., Sect. E: Struct. Rep. Online* **68**, m57–m58 (2012).

W. FU, J. ZHANG, T. FUHRER, H. CHAMPION, K. FURUKAWA, T. KATO, J. MAHANEY, B. BURKE, K. WILLIAMS, K. WALKER, C. DIXON, J. GE, C. SHU, K. HARICH and H. DORN, " $Gd_2@C_{79}N$: A Very Stable Heterofullerene Encapsulating Two Gadolinium Ions with a Magnetic Spin State of S = 15/2," *J. Am. Chem. Soc.* **133**, 9741-9750 (2011).

F. HAJJAJ, K. TASHIRO, H. NIKAWA, N. MIZOROGI, T. AKASAKA, S. NAGASE, K. FURUKAWA, T. KATO and T. AIDA, "Ferromagnetic Spin Coupling between Endohedral Metallofullerene La@C₈₂ and a Cyclodimeric Copper Porphyrin upon Inclusion," *J. Am. Chem. Soc.* **133**, 9290-9292 (2011).

K. FURUKAWA, K. SUGIURA, F. IWASE and T. NAKAMURA, "Structural Investigation of the Spinsinglet Phase in (TMTTF)₂I," *Phys. Rev. B* **83**, 184419 (5 pages) (2011).

F. IWASE, K. SUGIURA, K. FURUKAWA and T. NAKAMURA, "¹³C NMR study of the magnetic properties of the quasi-one-dimensional conductor (TMTTF)₂SbF₆," *Phys. Rev. B* **84**, 115140 (7 pages) (2011).

A. FUNABIKI, H. SUGIYAMA, T. MOCHIDA, K. ICHIMURA, T. OKUBO, K. FURUKAWA and T. NAKAMURA, "Physical Properties of a Molecular Conductor (BEDT-TTF)₂I₃ Nanohybridized with Silica Nanoparticles by Dry Grinding," *RSC Advances* **2**, 1055–1060 (2012).

10. 平成23年度研究報告一覧

Y. YAMADA, M. OKAMOTO, K. FURUKAWA, T. KATO and K. TANAKA, "Switchable Intermolecular Communication in a Four-Fold Rotaxane," *Angew. Chem. Int. Ed.* **51**, 709–713 (2012).

J. CHEN, K. MAKABE, T. NAKAMURA, T. INOBE and K. KUWAJIMA, "Dissecting a bimolecular process of MgATP²⁻ binding to the chaperonin GroEL," *J. Mol. Biol.* **410**, 343-356 (2011).

P. PREEDASURIYACHAI, W. CHAVASIRI and H. SAKURAI, "Aerobic Oxidation of Cyclic Amines to Lactams Catalyzed by PVP-stabilized Nanogold," *Synlett* 1121-1124 (2011).

A. MURUGADOSS and H. SAKURAI, "Chitosan-Stabilized Gold, Gold-Palladium, and Gold-Platinum Nanoclusters as Efficient Catalysts for Aerobic Oxidation of Alcohols", *J. Mol. Catal. A: Chemical* **341**, 1-6 (2011).

K. MAEYAMA, T. TSUKAMOTO, M. SUZUKI, S. HIGASHIBAYASHI and H. SAKURAI, "Synthesis of Aromatic Polyketones Bearing 1,1'-Binaphthyl-2,2'-dioxy Units through Suzuki-Miyaura Coupling Polymerization," *Chem. Lett.* **40**, 1445-1446 (2011).

R. N. DHITAL, A. MURUGADOSS and H. SAKURAI, "Dual Roles of Polyhydroxy Matrices for Homocoupling of Arylboronic Acid Catalysed by Gold Nanoclusters Under Acidic Conditions," *Chem. Asian J.* **7**, 55-59 (2012).

S. HIGASHIBAYASHI, R. B. N. BAIG, Y. MORITA and H. SAKURAI, "Selective Synthesis of C_3 Symmetric Functionalized Sumanenes," *Chem. Lett.* **41**, 84-86 (2012).

R. SHOMURA, S. HIGASHIBAYASHI, H. SAKURAI, Y. MATSUSHITA, A. SATO and M. HIGUCHI, "Chiral Phenylazomethine Cage," *Tetrahedron Lett.* **53**, 783-785 (2012).

A. MURUGADOSS, N. KAI and H. SAKURAI, "Synthesis of Bimetallic Gold-Silver Alloy Nanoclusters by Simple Mortar Grinding," *Nanoscale* 4, 1280-1282 (2012).

H. KITAHARA and H. SAKURAI, "*Anti*-Addition Mechanism in the Intramolecular Hydroalkoxylation of Alkene Catalyzed by PVP-Stabilized Nanogold," *Molecules* 17, 2579-2586 (2012).

Z. WENG, S. MURATSUGU, N. ISHIGURO, S. OHKOSHI and M. TADA, "Preparation of Surface Molecularly Imprinted Ru-Complex Catalysts for Asymmetric Transfer Hydrogenation in Water Media," *Dalton Trans.* **40**, 2338-2347 (2011).

M. TADA, N. ISHIGURO, T. URUGA, H. TANIDA, Y. TERADA, S. NAGAMATSU, S. OHKOSHI and Y. IWASAWA, "μ-XAFS of A Single Particle of A Practical NiO_x/Ce₂Zr₂O_y Catalyst," *Phys. Chem. Chem. Phys.* **13**, 14910-14913 (2011). [Front Cover of Issue 33]

Y. YANG, Z. WENG, S. MURATSUGU, N. ISHIGURO, S. OHKOSHI and M. TADA, "Preparation and Catalytic Performances of a Molecularly Imprinted Ru-Complex Catalyst with an NH₂ Binding Site on a SiO₂ Surface," *Chem. Eur. J.* **18**, 1142-1153 (2012).

N. MAITY, C. WATTANAKIT, S. MURATSUGU, N. ISHIGURO, Y. YANG, S. OHKOSHI and M. TADA, "Sulfoxidation on a SiO₂-supported Ru Complex Using O₂/Aldehyde System," *Dalton Trans.* **41**, 4558-4565 (2012).

N. ISHIGURO, T. SAIDA, T. URUGA, O. SEKIZAWA, S. NAGAMATSU, K. NITTA, T. YAMAMOTO, S. OHKOSHI, Y. IWASAWA, T. YOKOYAMA and M. TADA, "Operando Time-resolved X-ray Absorption Fine Structure Study for Surface Events on a Pt₃Co/C Cathode Catalyst in a Polymer Electrolyte Fuel Cell during Voltage-Operating Processes," *ACS Catal.* **2**, 1319-1330 (2012).

S. ZHANG, S. MURATSUGU, N. ISHIGURO, S. OHKOSHI and M. TADA, "Perovskite NaCeTi₂O₆-Supported Ni Catalysts for CH₄ Steam Reforming," *ChemCatChem,* in press.

M. TADA, S. ZHANG, S. MALWADKAR, N. ISHIGURO, J. SOGA, Y. NAGAI, K. TEZUKA, H. IMOTO, S. O.-Y.-MATSUO, S. OHKOSHI and Y. IWASAWA, "Unique Discontinuous Property and Active Phase of Ni/Ordered Ce₂Zr₂O_x (x=7-8) Catalysts in Methane Steam Reforming," *Angew. Chem. Int. Ed.*, accepted. [Hot Paper]

S. MURATSUGU and M. TADA, "Molecularly Imprinted Ru Complex Catalyst Systems Integrated on Oxide Surfaces," *Acc. Chem. Res.*, accepted.

T. SAIDA, O. SEKIZAWA, N. ISHIGURO, K. UESUGI, M. HOSHINA, T. URUGA, S. OHKOSHI, T. YOKOYAMA and M. TADA, "4D Visualization of Structures/Chemical States of Pt/C Cathode Catalyst Layer in Polymer Electrolyte Fuel Cells by 3D-Laminography-XAFS," *Angew. Chem. Int. Ed.*, accepted.

Y. KAMIYA, S. YAMAMOTO, Y. CHIBA, Y. JIGAMI and K. KATO, "Overexpression of a homogeneous oligosaccharide with ¹³C labeling by genetically engineered yeast strain," *J. Biomol. NMR* **50**, 397–401 (2011).

S. YAMAMOTO, T. YAMAGUCHI, M. ERDÉLYI, C. GRIESINGER and K. KATO, "Paramagnetic lanthanide tagging for NMR conformational analyses of N-linked oligosaccharides," *Chem. Euro. J.* **17**, 9280–9282 (2011).

T. HIRANO, O. SERVE, M. YAGI-UTSUMI, E. TAKEMOTO, T. HIROMOTO, T. SATOH, T. MIZUSHIMA and K. KATO, "Conformational dynamics of wild-type Lys-48-linked diubiquitin in solution," *J. Biol. Chem.* **286**, 37496–37502 (2011).

L. MAURI, R. CASELLATO, M. G. CIAMPA, Y. UEKUSA, K. KATO, K. KAIDA, M. MOTOYAMA, S. KUSUNOKI and S. SONNINO, "Anti-GM1/GD1a complex antibodies in GBS sera specifically recognize the hybrid dimer GM1-GD1a," *Glycobiology* **22**, 352–360 (2012).

S. YAMAMOTO, Y. ZHANG, T. YAMAGUCHI, T. KAMEDA and K. KATO, "Lanthanide-assisted NMR evaluation of a dynamic ensemble of oligosaccharide conformations," *Chem. Commun.* 48, 4752–4754 (2012).

Y. KAMIYA, Y. UEKUSA, A. SUMIYOSHI, H. SASAKAWA, T. HIRAO, T. SUZUKI and K. KATO, "NMR characterization of the interaction between the PUB domain of peptide:N-glycanase and ubiquitin-like domain of HR23," *FEBS Lett.* **586**, 1141–1146 (2012).

H. YAGI, K. ISHIMOTO, T. HIROMOTO, H. FUJITA, T. MIZUSHIMA, Y. UEKUSA, M. YAGI-UTSUMI, E. KURIMOTO, M. NODA, S. UCHIYAMA, F. TOKUNAGA, K. IWAI and K. KATO, "A non-canonical UBA-UBL interaction forms the linear-ubiquitin-chain assembly complex," *EMBO Rep.* **13**, 462–468 (2012)

2. 学会発表 (120件)

西信之,「ミクロスコピックな相分離現象の発見とその自動車用電池電極への応用」,第5回分子科 学討論会,北海道,2011年9月.[招待講演]

Z. P. WANG and H. OGATA, "Nitrogen-doped carbon nanosheets and their electrochemical applications," The 42nd Fullerenes-Nanotubes-Graphene General Symposium, Tokyo (Japan), March 2012.

庄司真雄, 関根亮典, 伊藤寿之, 緒方啓典, 「半導体カーボンナノチューブ/Si ヘテロ接合ダイオードの作製と特性」, 第 42 回フラーレン・ナノチューブ・グラフェン総合シンポジウム, 東京, 2012 年 3 月.

10. 平成23年度研究報告一覧

Z. P. WANG and H. OGATA, "Electron Transfer Kinetics Electrodes Modified by Carbon Nanosheets," 第 59 回応用物理学関係連合講演会, 東京, 2012 年 3 月.

庄司真雄,関根亮典,伊藤寿之,緒方啓典,「半導体特性単層カーボンナノチューブを用いた太陽電 池の作製および特性評価(II)」,第59回応用物理学関係連合講演会,東京,2012年3月.

田中正樹,伊藤寿之,田所誠,緒方啓典,「アクセプター分子 5,6,11,12-tetraazanaphthacene 薄膜の構造 とヘテロ接合型有機薄膜太陽電池のデバイス特性」,第 59回応用物理学関係連合講演会,東京,2012 年 3月.

中村惟允, 兒玉健, 菊池耕一, 藤田渉, 「1,3,2-Dithiazole 基を有する金属ジチオレン錯体の構造と性質」, 日本化学会第92春季年会, 神奈川, 2012年3月.

藤田渉,森和亮,菊池耕一,「加水分解による層状遷移金属水酸化物の単結晶作成」,日本化学会第 92 春季年会,神奈川,2012年3月.

吉田圭介, 樋原康浩, 白旗崇, 御崎洋二, 「ヘテロ環が縮環した DT-TTF 誘導体の合成と性質」, 第5 回分子科学討論会, 北海道, 2011 年 9月.

乾智恵,高島弘明,白旗崇,御崎洋二,大谷裕之,「9-ドデシル-1,8ジエチニルアントラセンで拡張 したトロポノイド二量体から誘導した遷移金属錯体の合成と性質」,第22回基礎有機化学討論会,茨 城,2011年9月.

T. SHIRAHATA, "Development of Organic Conductors Based on Novel π-Extended Electron Donors," MDF International Workshop: Open-shell Organic Molecules —Synthesis and Electronic Structure Freedom—, Umeda Sky Building, Osaka (Japan), October 2011. [Invited]

粂田翼, 圓谷淳, 坂本浩一, 溝口憲治, 「凍結乾燥法で作製した Zn-DNA の電子状態の解明」, 日本物 理学会 2011 年秋季大会, 富山, 2011 年 9 月.

粂田翼,坂本浩一,溝口憲治,「凍結乾燥法で作製した Zn-DNA の電子状態 II」,日本物理学会第 67 回年次大会,兵庫,2012 年 3 月.

柏本史郎、「準結晶および近似結晶における磁気秩序」,第164回エンレイソウの会,北海道,2012年1月.

柏本史郎, J. DOLINŠEK, 石政勉,「Mn-Si-(V,Cr) 系 12 角形相近似結晶のにおけるスピングラス転移」, 日本物理学会第 67 回年次大会, 兵庫, 2012 年 3 月.

高橋一志,森初果,田島裕之,山本崇史,栄長泰明,佐藤治,「局在スピンを有する単核鉄錯体の構造 と磁性」,日本化学会第92春季年会,神奈川,2012年3月.

大矢智士,松谷泰斗,藤川雅道,山本勝宏,櫻井伸一,宮崎司,「ポリスチレン-b-ポリヒドロキシス チレンブロック共重合体/親水性オリゴマーブレンド薄膜の溶媒アニールによるシリンダー状ミクロ 相分離構造の垂直配向化」,第60回高分子討論会,岡山,2011年9月.

河尾真宏,永田央,「ポルフィリンを連結したキノンプール分子の合成とその性質」, 錯体化学会第 61回討論会, 岡山, 2011年9月.

三浦崇宏,永田央,「双性イオン型ポルフィリン二量体の合成と溶液内挙動」, 錯体化学会第61回討 論会,岡山,2011年9月.

遊佐仁暁,永田央,「フタロシアニン・キノンプール結合化合物の合成」,錯体化学会第61回討論会, 岡山,2011年9月.

今宏樹,永田央,「N4架橋部位を有する新規三成分連結型配位子とその複核錯体の合成」,錯体化学 会第 61回討論会,岡山,2011年9月. T. NAGATA, "Building Photosynthesis from Synthetic Organic Molecules," The Winter School of Asian-Core Program "Self-Assembly and Functions of Molecular Materials: Experiment and Theory", Beijing (China), February 2012.

H. KON and T. NAGATA, "Synthesis, Properties and Photoreactions of the Hybrid Compounds Consisting of Cobalt(II) and Porphyrins," The Winter School of Asian-Core Program "Self-Assembly and Functions of Molecular Materials: Experiment and Theory", Beijing (China), February 2012.

遊佐仁暁,永田央,「フタロシアニンの光増感によるキノンの還元反応」,日本化学会第92春季年会, 神奈川,2012年3月.

河尾真宏,永田央、「ポルフィリンを連結した2種のキノンを有するデンドリマー状キノンプール分子の合成とその性質」,日本化学会第92春季年会,神奈川,2012年3月.

今宏樹,永田央,「N4架橋部位を有する新規三成分連結型配位子とその複核錯体の合成」,日本化学 会第92春季年会,神奈川,2012年3月.

C. Zhiqi, 藤井浩,「高原子価鉄オキソ錯体による炭化水素水酸化反応における水素原子トンネル効果の研究」,第38回生体分子科学討論会,茨城,2011年6月.

C. Zhiqi, 倉橋拓也,藤井浩,「高原子価鉄オキソ錯体による炭化水素水酸化反応における水素原子トンネル効果の研究」, 錯体化学会第 61 回討論会, 岡山, 2011 年 9 月.

倉橋拓也,藤井浩,「マンガンサレン錯体から合成した配位子ラジカルの混合原子価特性の解明」,第 61回錯体化学会,岡山,2011年9月.

W. CHUNLAN, T. KURAHASHI and H. FUJII, "Synthesis and Characterization of Iodosobenzene Adducts of a Salen Manganese(IV) Complex as a Reactive Intermediate for Assymmetric Oxidation," 錯体化学会第 61 回 討論会, 岡山, 2011 年 9 月.

C. Zhiqi, 倉橋拓也,藤井浩,「Compound Iモデル錯体による塩素イオンの酸化及び有機化合物の塩素化に関する研究」,第44回酸化反応討論会,大阪,2011年11月.

高橋寛子,山本靖,小野克彦,戸村正章,多賀圭次郎,「ビス四級アンモニウム (4-14)-サリチル酸塩の構造と物性」,第42回中部化学関係学協会支部連合秋季大会,長野,2011年11月.

古川貢, 辻本啓次郎, 藤原秀紀, 中村敏和, 「光誘起機能性物質の時間分解 ESR によるスピンダイナ ミクス研究」, 第5回分子科学討論会, 北海道, 2011年9月.

K. FURUKAWA, "Spin Dynamics Study of Functional Materials," MDF International Workshop: Open-shell Organic Molecules —Synthesis and Electronic Structure Freedom—, Osaka (Japan), October 2011.

古川貢,平岡和佳子,稲波修,中村敏和,「パルス Q-band システムを利用した生体系物質の PELDOR による距離測定の試み」,第 50 回電子スピンサイエンス学会年会,宮城,2011年11月.

T. NAKAMURA, "Pulsed ESR Study on Material and Biofunctional Spin Science," International Workshop "Advanced ESR Studies for New Frontiers in Biofunctional Spin Science and Technology" (AEBST 2011), Hyogo (Japan), December 2011.

K. FURUKAWA, S. TAKAHASHI and T. NAKAMURA, "Multi-frequency and Pulsed ESR Study on Electricand Bio-functional Materials," International Mini-Symposium On "Softinterface" -Interface Between Bio And Materials-, Ibaraki (Japan), March 2012.

古川貢, 辻本啓次郎, 藤原秀紀, 高橋誠弥, 中村敏和, 「時間分解 ESR による光誘起伝導性 TTF 誘導体の電荷分離状態の研究」, 日本化学会第 92 春季年会, 神奈川, 2012 年 3 月.

10. 平成23年研究報告一覧

江口敬太郎,高木康多,中川剛志,横山利彦,「Si₃N₄/Si(111) 基板上における鉄ナノ粒子の形成と磁気 特性」,ナノ学会第9回大会,北海道,2011年6月.

J. CHEN, K. MAKABE and K. KUWAJIMA, "Dissecting a bimolecular mechanism of ATP binding to the chaperonin GroEL," The 3rd Asia Pacific Protein Association Conference, Shanghai University, Shanghai (China), May 2011.

J. CHEN, K. MAKABE and K. KUWAJIMA, "Dissecting a bimolecular process of ATP binding to the chaperonin GroEL," 第 11 回日本蛋白質科学会年会,大阪, 2011 年 6 月.

J. CHEN, K. MAKABE and K. KUWAJIMA, "Dissecting a bimolecular mechanism of ATP binding to the chaperonin GroEL," 第 49 回日本生物物理学会年会, 兵庫, 2011 年 9 月.

T. FUJI and Y. NOMURA, "Ultrabroadband mid-infrared source based on four-wave mixing in gases," 20th International Laser Physics Workshop 2011, Sarajevo (Bosnia and Herzegovina), July 2011. [Invited]

T. FUJI, Y. NOMURA, A. A. VORONIN and A. M. ZHELTIKOV, "Ultrabroadband mid-infrared source basedon four-wave rectification in gases," Ultrafast Optics 2011, Monterey (USA), September 2011.

藤貴夫,「単一サイクル中赤外光パルス発生」,理研シンポジウム,埼玉,2011年12月.[招待講演]

野村雄高,藤貴夫,白井英登,鶴町徳昭,ヴォローニン・アレキサンダー,ジェルティコフ・アレク セイ,「フィラメンテーションによる単一サイクル中赤外光パルス発生」,第59回応用物理学会関係 連合講演会,東京,2012年3月.

T. FUJI, Y. NOMURA, H. SHIRAI, N. TSURUMACHI, A. A. VORONIN and A. M. ZHELTIKOV, "Phase-stable sub-single-cycle mid-infrared pulses generated through filamentation," Berlin (Germany), March 2012.

H. SAKURAI, "Matrix Effect in the quasi-Homogeneous Nanogold Catalyst," PERCH-CIC VII, Pattaya (Thailand), May 2011. [Invited]

S. HIGASHIBAYASHI, "Asymmetric Synthesis of Chiral Buckybowls," 2nd Annual World Congress of Catalytic Asymmetric Synthesis 2011, Beijing (China), August 2011.

D. LENTZ, B. SCHMIDT and H. SAKURAI, "Fluorine meets Bucky-bowls," 242nd ACS National Meeting, Denver (USA), August 2011. [Invited]

H. SAKURAI, "Bimetallic Gold/Palladium Nanoclusters Catalyze the Suzuki-Miyaura-Type Reaction of Chloroarene at Room Temperature," 14th Asian Chemical Congress, Bangkok (Thailand), September 2011. [Invited]

小野木覚,東林修平,櫻井英博,陳政志,呉耀庭,「Pd 触媒による炭化水素2級ベンジル位の直接アリール化と置換スマネン合成への応用」,第58回有機金属化学討論会,愛知,2011年9月.

H. SAKURAI, "Bimetallic Gold/Palladium Nanoclusters Catalyze the Suzuki Miyaura Cross Coupling of Chloroarenes at Room Temperature," XV. International Symposium on Relations between Homogeneous and Heterogeneous Catalysis, Berlin (Germany), September 2011.

東林修平, Q.-T. Tan, S. KARANJIT, 櫻井英博, 「C₃対称キラルトリアザスマネンの不斉合成」, 第 22回基礎有機化学討論会, 茨城, 2011年9月.

S.HIGASHIBAYASHI, Q.-T.TAN, S.KARANJIT and H.SAKURAI, "The First Synthesis of Nitrogen-Containing Buckybowl," The 10th International Symposium on Functional π -Electron Systems, Beijing (China), October 2011.

10. 平成23年度研究報告一覧

R. N. DHITAL and H. SAKURAI, "Unique Reactivity of Gold/Palladium Bimetallic Nanoclusters toward the Suzuki-Miyaura-Type Coupling Reaction," 7th IUPAC International Symposium on Novel Materials and their Synthesis and 21th International Symposium on Fine Chemistry and Functional Polymers, Shanghai (China), October 2011. [Invited]

Q.-T. Tan, S. HIGASHIBAYASHI and H. SAKURAI, "Enantioselective Synthesis of C₃ Symmetric Chiral Triazasumanenes," 7th IUPAC International Symposium on Novel Materials and their Synthesis and 21th International Symposium on Fine Chemistry and Functional Polymers, Shanghai (China), October 2011.

R. N. DHITAL, A. MURUGADOSS and H. SAKURAI, "Matrix Effect in the quasi-Homogeneous Nanogold Catalyst," International Conference on Advanced Materials and Nanotechnology, Kathmandu (Nepal), October 2011. [Invited]

R. N. DHITAL and H. SAKURAI, "Bimetallic gold/palladium nanoclusters catalyse the Suzuki-Miyaura cross-coupling chloroarenes at room temperature under aqueous conditions," International Conference onAdvanced Materials and Nanotechnology, Kathmandu (Nepal), October 2011.

B. B. SHRESTHA, S. KARANJIT, 東林修平, 櫻井英博,「求電子置換反応による置換スマネンの合成」, 第92日本化学会春季年会, 神奈川, 2012年3月.

櫻井英博, R. N. DHITAL, C. KAMONSATIKUL, E. SOMSOOK, 「金/パラジウム合金クラスター触 媒による新形式のカップリング反応」, 第 92 日本化学会春季年会, 神奈川, 2012 年 3 月.

小野木覚,東林修平,櫻井英博,陳政志,呉耀庭,「Pd 触媒によるフルオレンベンジル位の直接アリール化と置換スマネン合成への応用」,第92日本化学会春季年会,神奈川,2012年3月.

東林修平, 櫻井英博, G. N. SASTRY, Y. SOUJANYA, U. PURUSHOTHAM, 「スマネンのおわん構 造とボウル反転に対する置換基効果」, 第92日本化学会春季年会, 神奈川, 2012年3月.

Q.-T. Tan, 東林修平, S. KARANJIT, 櫻井英博,「アザバッキーボウル、C₃対称キラルトリアザスマネンの不斉合成」, 第 92 日本化学会春季年会, 神奈川, 2012 年 3 月.

森田悠紀, S. HAESUWANNAKIJ, 東林修平, 櫻井英博,「スマネンおよびスマネントリオンのコアーシェル型ナノ結晶凝集体の作成および選択的発光増幅作用」, 第92日本化学会春季年会, 神奈川, 2012年3月.

G. Hao, 木村哲就, 古谷祐詞,「島状の金薄膜におけるハロロドプシン単分子層の SEIRA 分光法」, 日本生物物理学会第 49 回年会, 兵庫, 2011 年 9 月.

H. GUO, T. KIMURA and Y. FURUTANI, "SEIRA difference spectroscopy on a halorhodopsin monolayer tethered on gold surface," 5th Asia and Oceania Conference on Photobiology, Nara (Japan), July 2011.

H. GUO, T. KIMURA and Y. FRUTANI, "Surface-Enhanced ATR FTIR Difference Spectroscopy from a Halorhodopsin Monolayer on Gold: Dependence of Spectral Features on Film Properties," 5th International Symposium on Nanomedicine, Aichi (Japan), March 2012.

石黒志,才田隆広,宇留賀朋哉,永松伸一,関澤央輝,山本孝,岩澤康裕,大越慎一,横山利彦,唯美 津木,「In-situ時間分解 XAFS 法を用いた Pt/C および PtCo/C 燃料電池カソード触媒の触媒構造反応 解析」,第14回 XAFS 討論会,愛知,2011年9月.

S. MURATSUGU, Z. WENG, N. ISHIGURO and M. TADA, "Preparation and Selective Catalytic Behavior of Molecularly Imprinted Ru Catalysts on a SiO₂ Surface Acting in Water Media," International Symposium on Relations between Homogeneous and Heterogeneous Catalysis, Berlin (Germany), September 2011.

10. 平成23年度研究報告一覧

邨次智,翁志換,唯美津木,「表面を媒体とした新しい Mn クラスター選択酸化触媒の創出」,第61 回錯体化学討論会,岡山,2011年9月.

石黒志,宇留賀朋哉,谷田肇,寺田靖子,大越慎一,唯美津木,「走査型顕微 XAFS 法による Ni 担持 セリア - ジルコニア酸化物固溶体触媒粒子構造解析」第 47 回 X 線分析討論会,福岡,2011 年 10 月.

N. ISHIGURO, T. SAIDA, T. URUGA, S. NAGAMATSU, O. SEKIZAWA, T. YAMAMOTO, S. OHKOSHI, T. YOKOYAMA and M. TADA, "In-situ Time-resolved XAFS Study on Pt-Co/C Fuel Cell Catalyst," International Symposium and the Third Iwasawa Conference on Catalysis and Surface Science for Efficient Utilization of Carbon Resources and Related Topics, Xiamen (China), December 2011.

S. ZHANG, S. MURATSUGU, N. ISHIGURO and M. TADA, "Steam Reforming of Methane on Ni-loaded Perovskite NaCeTi₂O₆," International Symposium and the Third Iwasawa Conference on Catalysis and Surface Science for Efficient Utilization of Carbon Resources and Related Topics, Xiamen (China), December 2011.

石黒志,才田隆広,永松伸一,関澤央輝,宇留賀朋哉,新田清文,山本孝,大越慎一,岩澤康裕,横山 利彦,唯美津木,「In-situ時間分解 XAFS 法による Pt-Co/C 燃料電池カソード触媒の触媒構造速度論 解析」,第 25 回日本放射光学会年会放射光科学合同シンポジウム,佐賀,2012 年1月.

・ 邨次智,翁志換,唯美津木,「表面マトリックスで保護された酸化物表面固定化 Mn クラスター触媒の調製とそのエポキシ化反応特性」,日本化学会第92春季年会,神奈川,2012年3月.

王飛, 邨次智, 石黒志, 唯美津木, 「Ru クラスター固定化触媒を用いたニトリル類の水素化反応特性」, 日本化学会第92春季年会, 神奈川, 2012年3月.

石黒志,才田隆広,永松伸一,関澤央輝,宇留賀朋哉,山本孝,横山利彦,大越慎一,唯美津木,「In-situ時間分解 XAFS 法を用いた燃料電池 Pt-Co/C カソード触媒の触媒構造速度論解析」,日本化学会第92 春季年会,神奈川,2012年3月.

張勝紅,石黒志,邨次智,唯美津木,「Ni/NaCeTi₂O₆を用いた CH₄ スチームリフォーミング」,日本 化学会第 92 春季年会,神奈川,2012 年 3 月.

才田隆広,石黒志,関澤央輝,宇留賀朋哉,永松伸一,長澤兼作,今泉吉明,山本孝,岩澤康裕,横山 利彦,唯美津木,「In-situ 空間分解顕微 XAFS 法による白金触媒微粒子の空間分解構造解析」,電気化 学会第79回大会,静岡,2012年3月.

加藤晃一,「天然及び非天然変性状態にあるタンパク質のNMR研究の実際」,新学術領域研究「天然 変性タンパク質の分子認識と機能発現」第二回若手育成講習会,大阪,2011年4月.

加藤晃一,「糖鎖によるタンパク質の運命と機能の制御」,第27回日本 DDS 学会,東京,2011年6月.

加藤晃一,「Molecular mechanisms underlying neurodegenerative disorders as studied by NMR spectroscopy NMR で探る神経変性疾患の分子メカニズム」, 第8回原子・分子・光科学(AMO) 討論会, 東京, 2011年6月.

加藤晃一,「NMR を利用したタンパク質・複合糖質の揺らぎの検出とその機能連関の探査」,新学術 領域「揺らぎと生体機能」平成 23 年度合同班会議,北海道,2011 年 6 月.

矢木真穂,加藤晃一,「ガングリオシドクラスターを舞台とするアミロイドβの構造転移と分子間相 互作用」,第11回日本蛋白質科学会年会,大阪,2011年6月.

矢木真穂,「GM1 クラスターを舞台とするアミロイドβの重合開始機構」,第12回若手 NMR 研究会, 滋賀,2011年6月.

矢木真穂,加藤晃一,「ガングリオシドクラスターが誘起するアミロイドβ重合の開始機構の解明」, 第 30 回日本糖質学会年会,新潟,2011 年 7 月. **矢木真穂**,「ガングリオシドクラスターを舞台とするアミロイドβの重合開始機構」,第1回認知症 研究を知る若手研究者の集まり,愛知,2011年7月.

K. KATO, "Structural and molecular basis of carbohydrate-protein interaction systems as potential therapeutic targets," The 31st Naito Conference: Glycan Expression and Regulation [II] Metabolites, Stress Response, Microdomains, and Beyond, Hokkaido (Japan), September 2011.

K. KATO, "A Systematic Approach for Structural Glycoproteomics," The 23rd Annual Meeting of the Korean Society for Molecular and Cellular Biology, Seoul (Korea), October 2011.

K. KATO, H. YAGI, T. YAMAGUCHI, S. YAMAMOTO, Y. KAMIYA and M. YAGI-UTSUMI, "NMR analyses of carbohydrate-protein interaction systems as potential therapeutic targets," Glycobiology Japan-Netherland Joint Seminar 2011, Aichi (Japan), October 2011.

K. KATO, "Structural views of functional and pathological roles of sugar chains," The 71st Okazaki Conference on "New perspectives on molecular science of glycoconjugates", Aichi (Japan), October 2011.

S. YAMAMOTO, T. YAMAGUCHI, M. ERDÉLYI, C. GRIESINGER and K. KATO, "Paramagnetic NMR approach to analyses of conformations and dynamics of oligosaccharides in solution," The 71st Okazaki Conference on "New perspectives on molecular science of glycoconjugates", Aichi (Japan), October 2011.

Y. KAMIYA, S. YAMAMOTO, Y. CHIBA, Y. JIGAMI and K. KATO, "Development of metabolic ¹³C-labeling techniques for NMR analyses of high-mannose-type oligosaccharides using genetically engineered yeast strains," The 71st Okazaki Conference on "New perspectives on molecular science of glycoconjugates", Aichi (Japan), October 2011.

M. YAGI-UTSUMI and K. KATO, "NMR spectroscopic characterization of the pathogenic interaction of amyloid b peptide with ganglioside clusters," The 71st Okazaki Conference on "New perspectives on molecular science of glycoconjugates", Aichi (Japan), October 2011.

神谷由紀子,山本さよこ,千葉靖典,喜多島敏彦,地神芳文,加藤晃一,「遺伝子改変酵母を用いて安 定同位体標識を施した高マンノース型糖鎖の超高磁場 NMR 解析」,糖鎖科学名古屋拠点"第9回若 手の力フォーラム",岐阜,2011年10月.

山口拓実,Z.Ying,山本さよこ,加藤晃一,「常磁性プローブを用いた糖鎖のNMR 立体構造解析」, 糖鎖科学名古屋拠点"第9回若手の力フォーラム",岐阜,2011年10月.

K. KATO, "Structural and Molecular Basis of Carbohydrate-Protein Interaction Systems as Potential Therapeutic Targets," 3rd Asian Communications of Glycobiology and Glycotechnology (ACGG 3rd Conference), Shanghai (China), October 2011.

M. YAGI-UTSUMI and K. KATO, "NMR characterization of interaction modes of amyloid β with ganglioside clusters," 3rd Asian Communications of Glycobiology and Glycotechnology (ACGG 3rd Conference), Shanghai (China), October 2011.

Y. ZHANG, T. YAMAGUCHI, S. YAMAMOTO and K. KATO, "NMR Study of the Conformation and Dynamics of GM3 Sugar Moiety by Paramagnetic-tagging," 3rd Asian Communications of Glycobiology and Glycotechnology (ACGG 3rd Conference), Shanghai (China), October 2011.

加藤晃一,「多次元 HPLC 法および NMR 法による糖鎖解析技術」,技術情報協会セミナー抗体 / バイオ医薬品における各種分析手法とバリデーション,東京,2011年11月.

加藤晃一,「第3の生命鎖=糖鎖の分子科学」,計算分子科学研究拠点第1回実験化学との交流シンポジウム,京都,2011年11月.

10. 平成23年度研究報告一覧

M. YAGI-UTSUMI and K. KATO, "Conformational transition and intermolecular interaction of amyloid β molecules promoted on ganglioside clusters," The International Symposium on Nuclear Magnetic Resonance 2011 (ISNMR 2011), Kanagawa (Japan), November 2011.

Y. KAMIYA, S. YAMAMOTO, Y. CHIBA, Y. JIGAMI and K. KATO, "Development of metabolic isotopelabeling techniques for NMR spectroscopic analyses of highmannose-type oligosaccharides," The International Symposium on Nuclear Magnetic Resonance 2011 (ISNMR 2011), Kanagawa (Japan), November 2011.

S. YAMAMOTO, T. YAMAGUCHI, Y. ZHANG, M. ERDÉLYI, C. GRIESINGER and K. KATO, "Application of paramagnetic NMR to analyses of conformations and dynamics of oligosaccharides," The International Symposium on Nuclear Magnetic Resonance 2011 (ISNMR 2011), Kanagawa (Japan), November 2011.

矢木真穂,「GM1 クラスター誘起するアミロイドβ重合の開始機構の解明」,特定領域研究「タンパ ク質の社会」平成23年度班会議,大分,2011年11月.

Y. ZHANG, T. YAMAGUCHI, S. YAMAMOTO and K. KATO, "Investigation of conformations and dynamics of gangliosides by NMR technique," The 8th SOKENDAI student seminar, Shizuoka (Japan), December 2011.

Y. ZHANG, T. YAMAGUCHI, S. YAMAMOTO and K. KATO, "Conformational dynamics of ganglioside GM3 as studied by NMR spectroscopy," The 5th International Symposium: Molecular Science of Fluctuations toward Biological Functions, Nara (Japan), January 2012.

K. KATO, "Conformational dynamics of sugar-protein interaction systems as potential therapeutic targets," The 5th International Symposium: Molecular Science of Fluctuations toward Biological Functions, Nara (Japan), January 2012.

M. YAGI-UTSUMI, P. BOONSRI, Y. YAMAGUCHI and K. KATO, "Spectroscopic characterization of conformational transitions of membrane-binding peptides upon their specific interactions with glycolipids," 4th Japan-Korea Seminar on Biomolecular Science: Experiments and Simulations, Nara (Japan), January 2012.

Y. ZHANG, T. YAMAGUCHI, S. YAMAMOTO and K. KATO, "Application of lanthanide ions for NMR characterization of oligosaccharides," SOKENDAI Asian Winter School "Basics and Frontiers in Molecular Science", Aichi (Japan), January 2012.

稲垣宏弥,神谷由紀子,植草義徳,加藤晃一,「プロテインジスルフィドイソメラーゼの活性部位の ミクロ変化とドメイン間相互作用の連関」,2011年度生物物理学会中部支部講演会,愛知,2011年3月.

山口拓実,山本さよこ,E. MÁTÉ,G. CHRISTIAN,加藤晃一,「常磁性効果を応用した糖鎖のNMR 立体構造解析法の開発」,日本化学会第92春季年会,神奈川,2012年3月.

Z. YING, 山本さよこ,山口拓実,加藤晃一,「NMR によるダイナミクス解析のためのガングリオシ ド糖鎖の常磁性タグ修飾」,日本化学会第92春季年会,神奈川,2012年3月.

植草義徳,加藤晃一,「NMR を用いたガングリオシドの糖鎖間相互作用解析」,日本化学会第92春季 年会,神奈川,2012年3月.

宇野剛, 矢木真穂,山口拓実,加藤晃一,「糖脂質含有バイセルを用いたガングリオシドとα-シヌクレインとの NMR 相互作用解析」,日本化学会第92春季年会,神奈川,2012年3月.

神谷由紀子,住吉晃,植草義徳,鈴木匡,加藤晃一,「小胞体関連分解に関わる脱糖鎖酵素はPUBドメインを介してユビキチンおよびユビキチン様ドメインと結合する」,日本薬学会第132年会,北海道, 2012年3月. **矢木真穂**, B. PORNTHIP, 山口芳樹, 加藤晃一, 「安定同位体 NMR 法を用いたザルコトキシン IA と リピドA との相互作用解析」, 日本薬学会第 132 年会, 北海道, 2012 年 3 月.

廣本武史, 矢木真穂, 植草義徳, 佐藤匡史, 水島恒裕, 佐伯泰, 田中啓二, 加藤晃一, 「プロテアソームの 19S 複合体基底部の形成を介助するシャペロン分子 Nas2 の構造生物学研究」, 日本薬学会第 132 年会, 北海道, 2012 年 3 月.

植草義徳, S. SANDRO, 加藤晃一, 「920MHz NMR を用いたガングリオシド糖鎖間相互作用の解析」, 文部科学省先端研究施設共用イノベーション創出事業ナノテクノロジー・ネットワーク中部地区ナ ノテク総合支援:ナノ材料創製加工と先端機器分析「平成 23 年度成果報告会」, 愛知, 2012 年 3 月.

3. 総説、著書 (5件)

O. SERVE, Y. KAMIYA and K. KATO, "Redox-dependent chaperoning, following PDI footsteps," *Protein Folding*, NOVA Science Publishers, E. C. Walters Eds., 489–500 (2011).

加藤晃一,「920MHz 超高磁場 NMR 装置を用いた神経変性疾患関連タンパク質の構造解析」, Nanotech Japan Bulletin, Vol.4, No.2 (2011).

Y. KAMIYA, M. YAGI-UTSUMI, H. YAGI and K. KATO, "Structural and molecular basis of carbohydrate-protein interaction systems as potential therapeutic targets," *Curr. Pharm. Des.* **17**, 1672–1684 (2011).

柳澤勝彦, 松崎勝巳, 加藤晃一,「アミロイド蓄積開始機構の解明と治療薬開発への展開」, *最新医学*, 67, 138–158 (2012).

加藤晃一,「タンパク質の翻訳後修飾の構造生物学研究」, 薬学雑誌, 132, 563-573 (2012).

4. 国際会議のプロシーディングス (2件)

Y. UEKUSA, M. KAMIHARA-ISHIJIMA, O. SUGIMOTO, T. ISHII, S. KUMAZAWA, K. NAKAMURA, K. TANJI, K. KATO, A. NAITO and T. NAKAYAMA, "The study of catechin-phospholipid membranes interaction by solution and solid-state NMR spectroscopy," *Proceedings of The 4th International Conference on O-CHA (Tea) Culture and Science (ICOS 2010)*, HB-P-28 (2011).

K. KATO, "Structural glycomic approaches to molecular recognition events on cell surfaces," *Biochemical Roles of Eukaryotic Cell Surface Macromolecules: 2011 ISCSM Proceedings (Advances in Experimental Medicine and Biology)*, Springer Science+Business Media (New York), pp.15–32 (2012).

11. 編集後記

編集後記

機器センターたより No.5 を刊行するにあた り、ご多用中のところご執筆くださいました先 生方に深くお礼申し上げます。また、アンケー トにご協力くださいました利用者の皆様にもお 礼申し上げます。ありがとうございました。

さて、当センターでは皆様からご意見を頂い た内容を基に、設備の新規導入や機能の追加に ついて検討重ね、可能な限り利用者の声に沿え るよう運営しています。加えて、事務的な手続 きやセンターの利用に関してなどの利便性の向 上にも努めているところです。本誌においても、 「センターの利用方法」と「所有設備一覧」に 多くのページを割き、利用者の立場から当セン ターをより分かり易く知って頂ける内容として います。初めて利用して頂く方にも、利用の手 引書として参考にして頂けるものと思います。 特に本号では、新規購入した装置や新規登録装 置、或いは機能を追加した装置について、説明 も加え一目でわかるようにいたしました。本誌 によって、当センターに興味を持って頂きご利 用頂くきっかけとなれば幸いです。

また皆様から、当センターの設備を利用した 研究成果についてもたくさんお寄せ頂きまし た。この上なくうれしい限りです。「平成23年 度研究報告一覧」として掲載いたしました。あ りがとうございました。

今後も、利用者の皆様の研究業績の助けとな れるよう、職員一同一丸となって努めて参る所 存です。引き続き、ご意見、ご要望などお聞か せください。

機器センターたより No.5

発行	F日	平成 2	4年12月1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	员崎市明大寺町字西郷中38
編	集	大島	康裕(センター長)
		高山	敬史
		岡野	芳則
		上田	正
		中野	路子
		齊藤	碧
		中川	信代

Instrument Center

38 Nishigo-naka, Myodaiji, Okazaki 444-8585, JAPAN TEL:+81-564-55-7470 FAX:+81-564-55-7448 http://ic.ims.ac.jp/ mail to : ic-office@ims.ac.jp