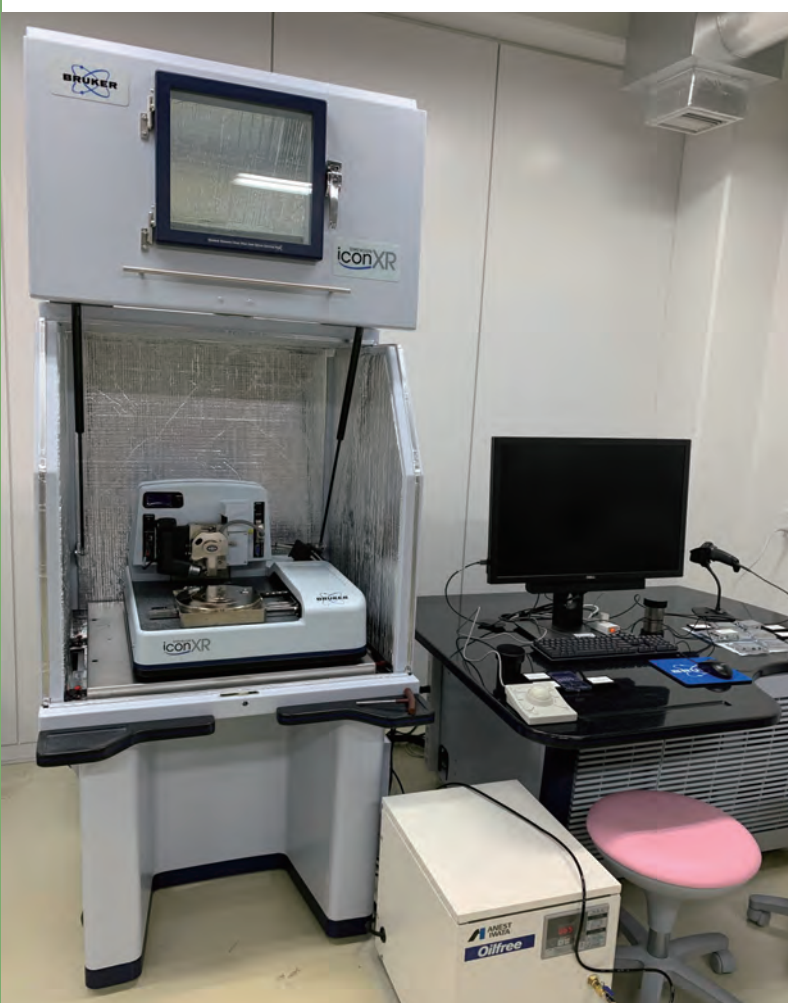


機器センターたより No.12

自然科学研究機構
分子科学研究所 機器センター





【表紙の写真】

1：走査型プローブ顕微鏡

2：X線回折装置

3：共同研究棟A棟

4：ICP発光分光分析装置（ICP-OES）

5：蛍光分光光度計

機器センターたより No.1 2

分子科学研究所 機器センター

■目 次

1. 巻頭言	1
2. 構成員	2
3. 所有設備一覧	4
4. 施設マップ	6
5. センターの利用方法	
設備利用方法	8
大学連携研究設備ネットワーク利用方法	18
液体ヘリウム利用方法	22
液体窒素利用方法	24
小型貸出機器利用方法	26
試料準備室利用方法	28
共同利用控室	29
6. 所有設備紹介	
電子スピン共鳴 (ESR) 装置	30
SQUID 型磁化測定装置	32
単結晶 X 線回折装置	34
結晶スポンジ法による分子構造解析	36
粉末・薄膜 X 線回折装置	38
X 線溶液散乱装置	40
電子分光装置	43
電子顕微鏡・走査型プローブ顕微鏡	45
熱分析装置	50
質量分析計	52
有機微量元素分析装置	55
ICP 発光分光分析装置 (ICP-OES)	56
核磁気共鳴 (NMR) 装置	57
ピコ秒レーザー	60
蛍光分光光度計	62
円二色性分散計	64
紫外・可視・近赤外分光光度計	65
絶対 PL 量子収率測定装置	66
フーリエ変換赤外 (FTIR) 分光光度計	67
顕微ラマン分光装置	68
超伝導磁石付希釈冷凍機	69
低温冷媒の供給施設	70

7. 交流	
所外利用者アンケート報告	72
所内利用者アンケート報告	77
8. 研究紹介	
「中心対称性を持たない有機無機ハイブリッド磁性体の磁気弾性効果」	80
広島大学 大学院先進理工系科学研究科 教授 井上 克也	
「安定有機ラジカルを基とする発光・磁気機能開拓」	83
分子科学研究所 生命・錯体分子科学研究領域 准教授 草本 哲郎	
9. 共同利用採択課題一覧	
令和元年度分	87
10. 設備利用状況	
令和元年度分	94
11. 研究報告一覧	
令和元年度分	95
12. 編集委員	100

巻頭言

機器センター長 横山利彦

「機器センターたより」第12号をお届けします。2018年4月1日より機器センター長を拝命し3年目になりました。2020年5月現在、新型コロナウイルス感染防止のための緊急事態宣言が発令中で、機器センターも新たな共同利用を停止している現況であり、皆様にも大変な状況にあると察しますが、この災禍が一段落した暁には、これまで以上になにとぞよろしくお願いいたします。

機器センターは、i) 所内研究者の研究遂行上で不可欠な共通基盤的機器の整備、特色のある先端機器の高度化あるいは汎用化の推進、ii) 全国の共同利用研究推進のための各種共同利用事業の代表機関としての事業運営の2つの大きなミッションを基軸とし、現在は、文部科学省ナノテクノロジープラットフォームプログラムの分子・物質合成プラットフォームの代表機関並びに実施機関の分子研運営母体、大学連携研究設備ネットワーク（設備NW）事業の主体機関・事務局ならびに自然科学研究機構大学間連携推進機構（NICA）の分子研対応部課としての機能を持ちながら業務を展開しています。2019年度の共同利用機器利用実績は、所外227件2549日（民間等の利用も含む）、所内932日を数え、少なくとも量的には十分な業務が展開できたと考えています。

2019年度は、秋にオペランド計測も可能な高性能な粉末・薄膜X線回折装置、さらに、年度末に電気化学計測も可能な多目的オペランド原子間力顕微鏡2基が導入されました。これらはアンケート等を通じた皆様からの貴重なご意見から判断して導入を決定したものであり、全部のご意見を反映させることはできそうもありませんが、今後とも活発なご意見を賜りたくよろしくお願いいたします。

2019年度には、明大寺キャンパスの装置開発室棟（共同研究棟B棟に改称）・レーザー棟（共同研究棟C棟）・極低温棟（共同研究棟A棟）が改修され、2020年度も引き続き新棟への引越しと化学試料棟の改修が行われることになりました。そろそろ明大寺キャンパスでの寒剤供給も再稼働すると思います。もうしばらくの間ご容赦いただきたく思います。

機器センターは主として共同利用を担う部署であり、外部の先生方を含めた運営委員会を設けています。運営委員の先生方には機器センターの方向性についてのご意見をいただくことが重要なところですが、現実的な業務として、年間200件を優に超える機器センター共同利用申請書の審査がかなり大量であり、大変なご尽力をお願いしています。運営委員の先生方には厚くお礼申し上げますとともに、今後ともよろしくお願い申し上げます。

2019年度に、チームリーダー（TL）として中村敏和・分析TLと鈴木敏泰・合成TLが加わりましたが、2020年度も6月から原子間力顕微鏡の共同研究を強力に推進する目的で湊丈俊主任研究員が着任することになりました。機器利用に限らず一歩踏み込んだ質の高い共同研究を新たに展開する所存です。

ナノプラットフォーム・設備NW・NICAのいずれも2021年度に終了となり、次の展開を検討する時期に入りました。文科省の共同利用・共用事業も始動期が過ぎ、まとまりをもった安定した体制に移行しつつあるように感じます。引き続き共同利用を通じて我が国の活性化に資すべく精進してまいりたいと思いますので、利用者の皆様にはご協力と質の高い成果を上げていただきたく、よろしくお願い致します。

2. 構成員

構成員

令和2年6月1日現在

機器センター長（併任）

横山 利彦	物質分子科学研究領域 教授	明大寺	研究棟	320
-------	---------------	-----	-----	-----

チームリーダー

中村 敏和	分析チーム（明大寺地区）	明大寺	C 棟	202
-------	--------------	-----	-----	-----

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

主任研究員

湊 丈俊	走査型プローブ顕微鏡（AFM）	明大寺	研究棟	308
------	-----------------	-----	-----	-----

技術職員

班長	高山 敬史	寒剤（明大寺地区）、希釈冷凍機	明大寺	C 棟	203
----	-------	-----------------	-----	-----	-----

主任	水川 哲徳	寒剤（山手地区）、質量分析等	山 手	4 号館	204
----	-------	----------------	-----	------	-----

主任	岡野 芳則	微小結晶用X線回折装置、 大学連携研究設備ネットワーク	明大寺	C 棟	203
----	-------	--------------------------------	-----	-----	-----

主任	上田 正	レーザー、分光光度計、AFM、 小型貸出機器等	明大寺	C 棟	203
----	------	----------------------------	-----	-----	-----

主任	藤原 基靖	ESR、SQUID、X線回折装置等	明大寺	C 棟	203
----	-------	-------------------	-----	-----	-----

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

係員	浅田 瑞枝	寒剤（明大寺地区）、ESR、SQUID	明大寺	C 棟	203
----	-------	---------------------	-----	-----	-----

マネージャー

大原 三佳	ナノテクノロジープラットフォーム、 大学連携研究設備ネットワーク	明大寺	研究棟	322
-------	-------------------------------------	-----	-----	-----

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

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

特任専門員

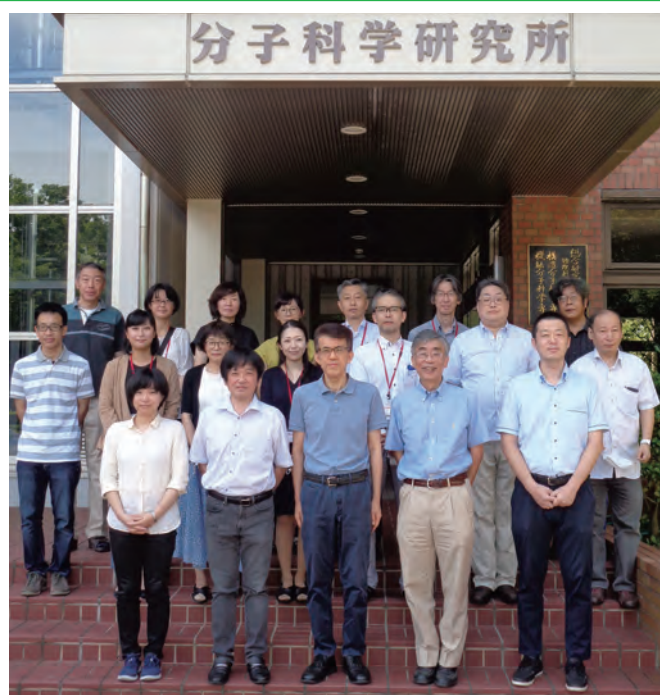
伊木志成子	ESR、SQUID、TEM	明大寺	C 棟	203
長尾 春代	NMR、熱分析等	山 手	4 号館	401

技術支援員

藤川 清江	元素分析、質量分析等	山 手	4 号館	401
外山 亜矢	SEM	明大寺	研究棟	323

事務支援員

兵藤由美子	総務、施設利用対応等	明大寺	C 棟	204
船木 弓子	ナノテクノロジープラットフォーム	明大寺	研究棟	312
遠山 遊	ナノテクノロジープラットフォーム	明大寺	研究棟	312
石川あずさ	大学連携研究設備ネットワーク、 ナノテクノロジープラットフォーム	明大寺	研究棟	323



所有設備一覧

所内 所内専用設備

分類名／型式	設置場所	担当者
① 電子スピン共鳴 (ESR) 装置		
Bruker EMX Plus	共同研究棟 A 棟 B01	藤原・伊木・浅田・中村
Bruker E500	共同研究棟 A 棟 B01	藤原・伊木・浅田・中村
Bruker E680	共同研究棟 A 棟 B12	藤原・伊木・浅田・中村・上田
② SQUID 型磁化測定装置		
Quantum Design MPMS-7	共同研究棟 A 棟 B06	藤原・伊木・浅田・中村
Quantum Design MPMS-XL7	共同研究棟 A 棟 B06	藤原・伊木・浅田・中村
③ 単結晶 X 線回折装置		
Rigaku MERCURY CCD-1・R-AXIS IV	実験棟 207-209	岡野
Rigaku MERCURY CCD-2	実験棟 207-209	岡野
Rigaku HyPix-AFC	実験棟 207-209	岡野
④ 結晶スポンジ法 X 線回折装置		
Rigaku XtaLAB P200	山手 3 号館 4 階	三橋
Rigaku SuperNova	山手 3 号館 4 階	三橋
⑤ 粉末・薄膜 X 線回折装置		
Rigaku RINT-UltimaIII	実験棟 210	藤原
Panalytical Empyrean	実験棟 210	藤原・竹入・小林
⑥ X 線溶液散乱測定装置		
Rigaku NANO-Viewer	南実験棟 B14	秋山
⑦ 電子分光装置		
機能性材料バンド構造顕微分析システム	実験棟 216	田中・解良
⑧ 電子顕微鏡・走査型プローブ顕微鏡		
JEOL JSM-6700F	山手 4 号館 103	外山・石山
Hitachi SU6600	実験棟 B09	外山・上田・石山
JEOL JEM-2100F	山手 3 号館 1 階 TEM 室	伊木・上田・賣市
所内 Bruker Dimension XR Icon Nano E, Nano EC	実験棟 106-108	湊・上田・杉本
⑨ 熱分析装置		
MicroCal VP-DSC	山手 4 号館 101	水川・賣市・長尾
MicroCal iTC ₂₀₀	山手 4 号館 101	水川・賣市・長尾
Rigaku DSC8231/TG-DTA8122	共同研究棟 A 棟 102	藤原
⑩ 質量分析計		
Bruker microflex LRF	山手 4 号館 403	水川・賣市・藤川
所内 JEOL JMS777V	山手 4 号館 405	水川・賣市・藤川
所内 Bruker maXis	山手 4 号館 406	水川・賣市・藤川
⑪ 有機微量元素分析装置		
所内 J-SCIENCE LAB MICRO CORDER JM10	山手 4 号館 404	水川・賣市・藤川

⑫ ICP 発光分光分析装置 (ICP-OES)

所内 Agilent 5110 ICP-OES 山手 4 号館 305 水川・賣市・長尾

⑬ 核磁気共鳴 (NMR) 装置

Bruker AVANCE800 山手 4 号館 102 加藤

Bruker AVANCE600 実験棟 119 西村

JEOL JNM-ECA600 山手 5 号館 予備測定室 水川・賣市・長尾

所内 JEOL JNM-ECS400 山手 4 号館 408 水川・賣市・長尾

⑭ ピコ秒レーザー

Spectra-Physics, Quantronix 実験棟 B08 上田

Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS

⑮ 蛍光分光光度計

HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 共同研究棟 A 棟 B02 上田

⑯ 円二色性分散計

JASCO J-720WI 山手 4 号館 101 水川・賣市・藤川

⑰ 紫外・可視・近赤外分光光度計

Shimadzu UV-3600Plus 共同研究棟 A 棟 B02 上田

⑱ 絶対 PL 量子収率測定装置

所内 Hamamatsu Photonics 共同研究棟 A 棟 B02 上田

Quantaurs-QY C11347-01

⑲ フーリエ変換赤外 (FTIR) 分光光度計

Bruker IFS 66v/S 共同研究棟 A 棟 B07 賣市

⑳ 顕微ラマン分光装置

RENISHAW inVia Reflex 共同研究棟 A 棟 B07 賣市

㉑ 超伝導磁石付希釈冷凍機

所内 Oxford Kelvinox 400 共同研究棟 A 棟 B04 高山

㉒ 低温冷媒の供給設備

所内 明大寺地区極低温施設

ヘリウム液化システム 共同研究棟 A 棟 104 高山・浅田

液体ヘリウム自動供給装置 共同研究棟 A 棟 105 高山・浅田

液体ヘリウム貯槽 共同研究棟 A 棟 105 高山・浅田

液体窒素自動供給装置 共同研究棟 D 棟 2 階 高山・浅田

渡り廊下

ヘリウム回収ライン 各実験室 高山・浅田

所内 山手地区極低温施設

全自動ヘリウム液化機 山手 4 号館 水川・賣市

液体ヘリウム貯槽 山手 4 号館 水川・賣市

液体窒素貯槽 山手 4 号館 水川・賣市

液体窒素自動供給装置 山手 4 号館 209 水川・賣市

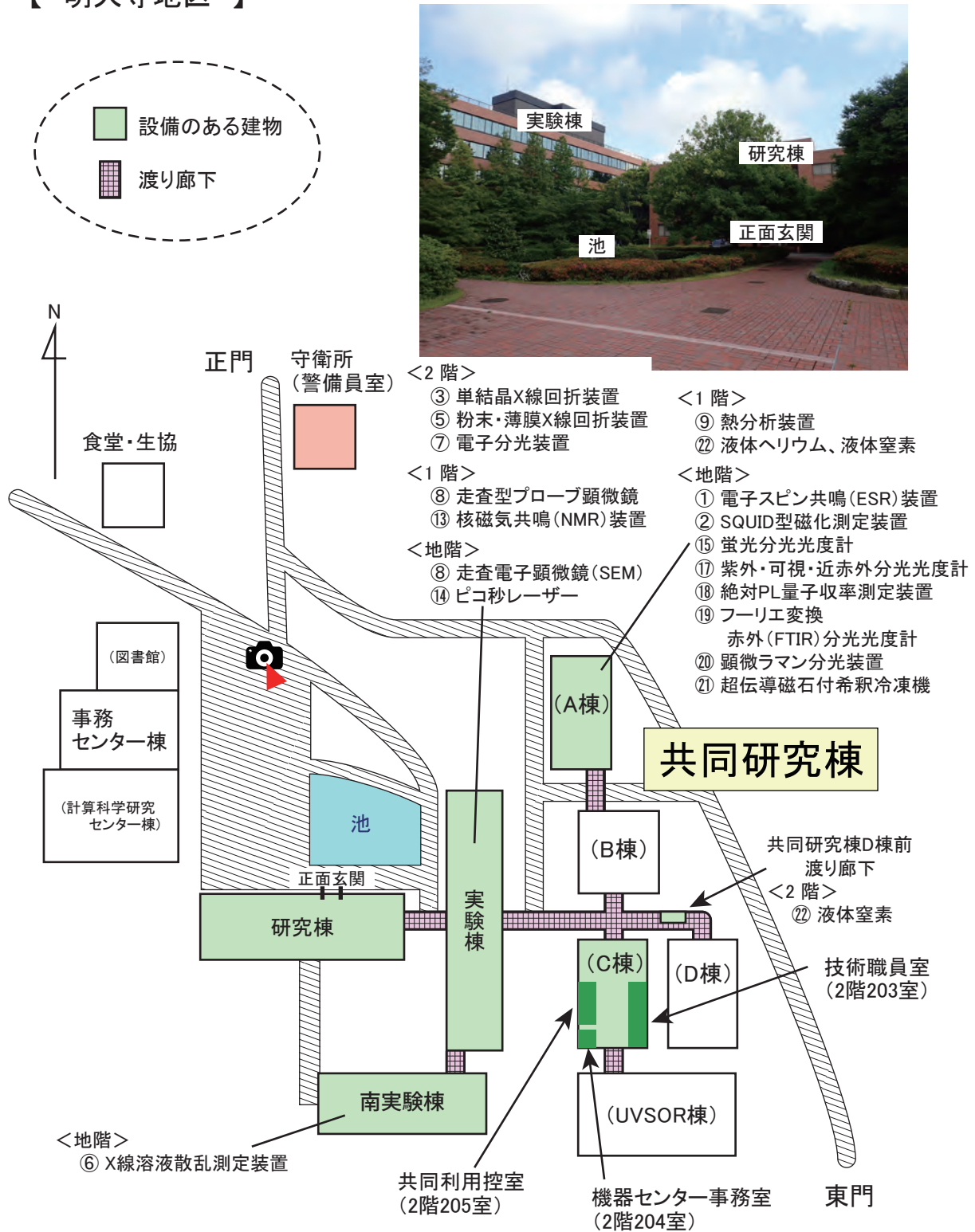
ヘリウム回収ライン 各実験室 水川・賣市

※設備のある場所については、次ページの施設マップをご参照ください。①～㉒が対応しています。

4. 施設マップ

施設マップ

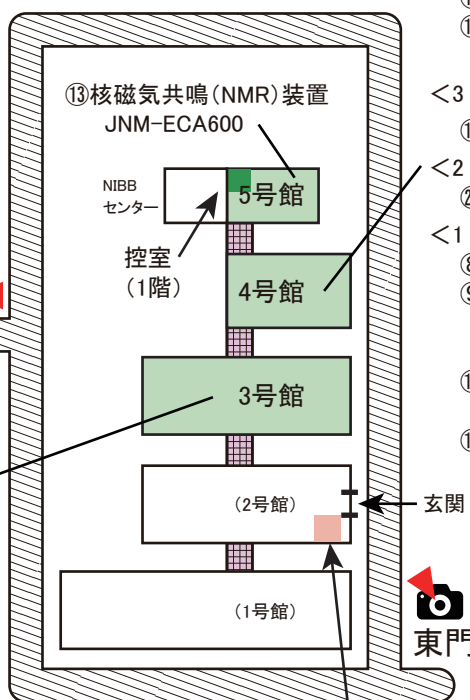
【 明大寺地区 】



【 山手地区 】



- <1 階>
⑧ 透過電子顕微鏡(TEM)
<4 階>
④ 結晶スポンジ法
X線回折装置



守衛所

<4 階>

- ⑩ 質量分析計
⑪ 元素分析装置
⑬ 核磁気共鳴(NMR)装置
JNM-ECA400

<3 階>

- ⑫ 発光分光分析装置

<2 階>

- ⑫ 液体ヘリウム、液体窒素

<1 階>

- ⑧ 走査電子顕微鏡(SEM)
⑨ 熱分析装置
MicroCal VP-DSC
MicroCal iTC200
⑬ 核磁気共鳴(NMR)装置
AVANCE800
⑯ 円二色性分散計



2号館

玄関

【 明大寺ー山手マップ 】



... 距離: 約 800 m

設備利用方法

1. 概要

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

2. 申込資格・支援内容

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

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

設備の利用には、下記の4種類があります。ただし、利用できる内容は設備によって異なります。

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

3. 初めて利用される方

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

《各設備担当者への問い合わせ先》

「支援内容」のページ http://nanoims.ims.ac.jp/ims/service_h27_ic.html#sv

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

《その他、技術的な問い合わせ先》

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

上記メールアドレスは、当センター設備担当者全員に送られます。お問い合わせ内容に応じて、設備担当者等から回答させていただきます。

4. 利用方法

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

4. 1 大学・官公庁の方の利用方法

(◆：提出して頂く書類等)

(1) 申請 → 採択

利用期間	申請の種類	申込時期※ 1	申請書類	採択通知メール※ 4
通年 (4/1～翌3/31)	通常申請	前年度 12月締切	◆利用申請書： <u>Web申請</u> 自然科学研究機構 共同利用・ 共同研究統括システム NOUS※ 2	前年度3月下旬
前期 (4/1～9/30)	通常申請	3月下旬以降	https://www.nins.jp/site/nous/	申請から約2週間程
後期 (10/1～翌3/31)	通常申請	当年度 6月締切	◆承諾書： <u>郵送</u> ※ 3 書式 http://nanoims.ims.ac.jp/ims/ utilization_01.html#ut01-2	9月下旬
	随時申請	9月下旬以降		申請から約2週間程

※ 1 申込受付・締切日は HP にてお知らせします。

※ 2 申請書で放射線業務に従事するとした場合の ◆放射線業務従事承認書（書式は NOUS 申請ページからダウンロード）は、郵送にて提出。

《放射線業務従事承認書 送付先》

〒444-8585 岡崎市明大寺町字西郷中38

自然科学研究機構 分子科学研究所 機器センター（ナノプラット）事務室

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

※ 3 《承諾書 送付先》

〒444-8585 岡崎市明大寺町字西郷中38

自然科学研究機構 岡崎統合事務センター 国際研究協力課共同利用係

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

※ 4 利用開始日は、採択通知メール後の「採択通知書」発行後（記載の承認日以降）になります。

<補足>

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

5. センターの利用方法

(2) 来所計画

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

① 設備の予約：各設備担当者までお問い合わせください。

一部の設備を除き「大学連携研究設備ネットワーク予約システム (<http://chem-eqnet.ims.ac.jp>)」から予約をお願いいたします。

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

③ 共同利用研究者宿泊施設（三島ロッジ）を利用希望の方

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

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

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

（ロッジチェックイン 15:00、チェックアウト 9:30）

④ 旅費を支給させて頂く方

下記書類を、提出してください（書式はナノプラットHPからダウンロード）。

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

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

◆学部学生派遣書：郵送 来所ごと、2週間前までに

◆出張報告書 ※提出日の日付は、来所後の平日を記載のこと

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

※航空機金額確認のため、領収書または領収金額を、事前にご連絡ください。

※お二人以上で購入した場合、購入内容のわかるものを添付してください。

《送付先》

〒444-8585 岡崎市明大寺町字西郷中38

自然科学研究機構 分子科学研究所 機器センター（ナノプラット）事務室

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

支給額（上限）は、採択通知時に連絡します。

（目安）協力研究：1 件の申請につき、30 人日相当（ただし上限 40 万円）

施設利用：1 件の申請につき 2 泊 3 日 4 回分相当

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

※半期申請については、上記の 2 分の 1 相当

⑤ 申請内容に変更がある場合

申請書に記載のない方が来所する場合は ◆共同研究者追加願

代表者の方に変更がある場合は ◆代表者所属変更届

共同研究者の方に変更がある場合は ◆共同研究者所属変更届

を機器センター（ナノプラット）事務室まで郵送してください。

※設備を追加で利用したい方

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

利用形態・研究題目が異なる場合は、改めて申請を行ってください。

(3) 来所

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

航空機ご利用の方は、往路半券もご提出をお願いいたします。

（復路分は郵送をお願いいたします。）

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

(4) 成果報告等の提出（年度末）

改めて、文部科学省提出の ◆利用報告書 と ◆業績リスト の作成、ご提出の連絡をさせていただきます。

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

4. 2 民間企業の方の利用方法

(◆：提出して頂く書類等)

(1) 申請の前に

- ご利用申請は、随時受付しております。
- ご利用は【成果公開型】と【成果非公開型】の2種類があり、いずれも有償利用となります。
(利用料金：【成果公開型】＜【成果非公開型】)
- 「支援内容」のページ http://nanoims.ims.ac.jp/ims/service_h27_ic.html#sv から、
設備名を選択し仕様・利用料金・担当者等をご確認ください。
- 各設備担当者に、実験内容・利用希望日（装置の利用予約）等をお問い合わせください。
- 研究題目が同じであれば、1件の申請に複数の設備を利用いただけます。
- 申請は利用期間（ご利用希望日程）ごとに必要となります。年度を越える分については改めて申請してください。
- 申請から利用開始までの日数は、最短でも2週間を要します。
- 利用可能日は「許可書」に記載の期間内となります。
- 設備使用料は、後納でご利用いただけます。
- 見積書の発行はありません。

(2) 申請（郵送）

◆利用申請書を <http://nanoims.ims.ac.jp/pattern.html>（ナノプラット HP）よりダウンロードし、ご記入の上、郵送にてご提出ください。

放射線が発生する X 線装置を利用する方は ◆放射線業務従事承認書を来所 2 週間前までに郵送願います。

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

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

《利用申請書、放射線業務従事承認書 送付先》

〒444-8585 愛知県岡崎市明大寺町字西郷中38

自然科学研究機構 分子科学研究所 機器センター（ナノプラット）事務室

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

(3) 採択の決定

採択となりましたら、「許可書」を郵送いたします。

（「許可書」が発行されるまでは装置をご利用いただけません）

(4) 来所の前に

以下の連絡・手続き等をお願いします。

①設備の予約の確認：各設備担当者までお問い合わせください。

一部の設備を除き、「大学連携研究設備ネットワーク予約システム（<http://chem-eqnet.ims.ac.jp>）」

からご予約できます。

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

(5) 来所

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

(6) 成果報告等の提出

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

◆設備使用料の納付

設備担当者が利用の実施を確認後、実際の利用状況をもとに金額が確定します。

請求書を送付いたしますので、指定期日までに納付をお願いいたします。

5. センターの利用方法

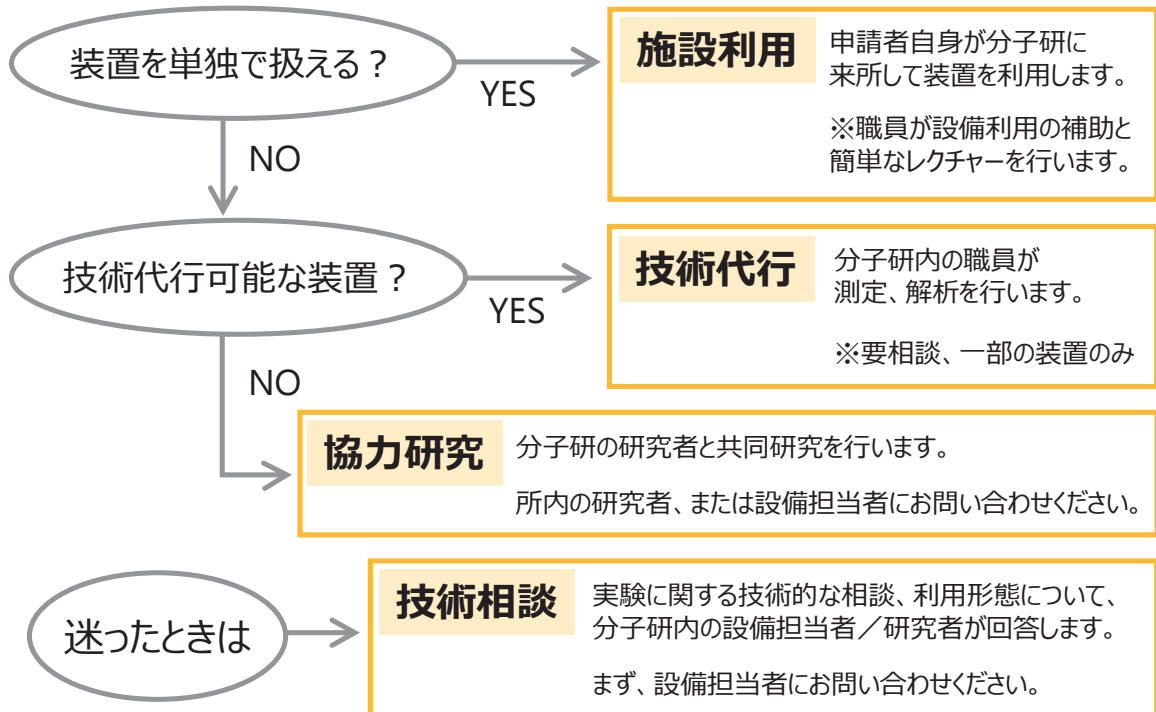
5. お問い合わせ先

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

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

- 各種案内、書類ダウンロード ⇒ ナノテクノロジープラットフォーム
分子・物質合成プラットフォームホームページ
<http://nanoims.ims.ac.jp/ims/>
⇒ 機器センターホームページ
<http://ic.ims.ac.jp>
⇒ 共同利用・共同研究統括システム NOUS ホーム
ページ
<https://www.nins.jp/site/nous/>

ナノプラットフォーム 利用形態



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

設備担当者一斉連絡先：ic-pub@ims.ac.jp

大学・官公庁の方 申請の種類

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

例：前期の通常申請

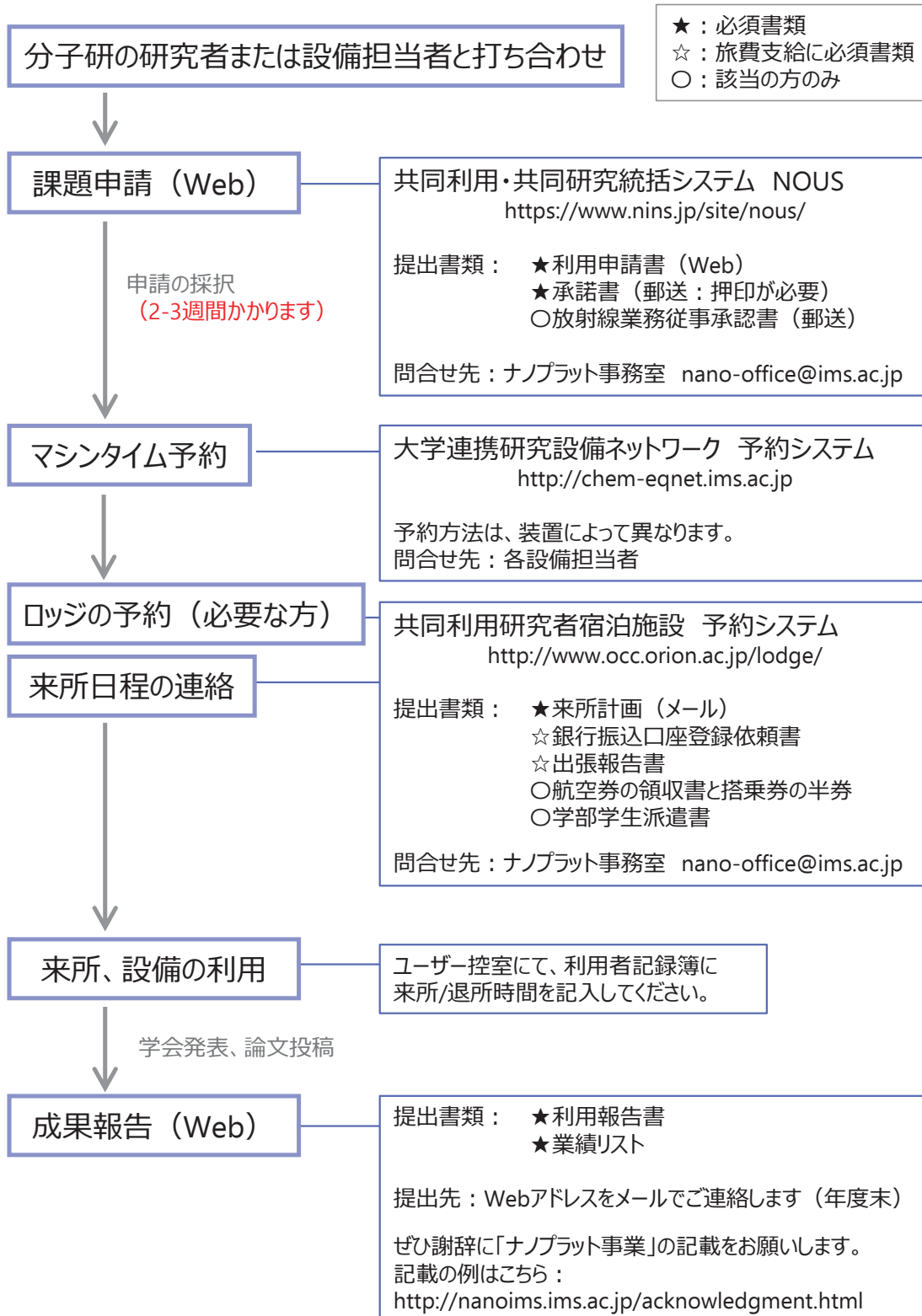


- **随時申請** (半期のみ) 申請・採択の後、利用可能です。

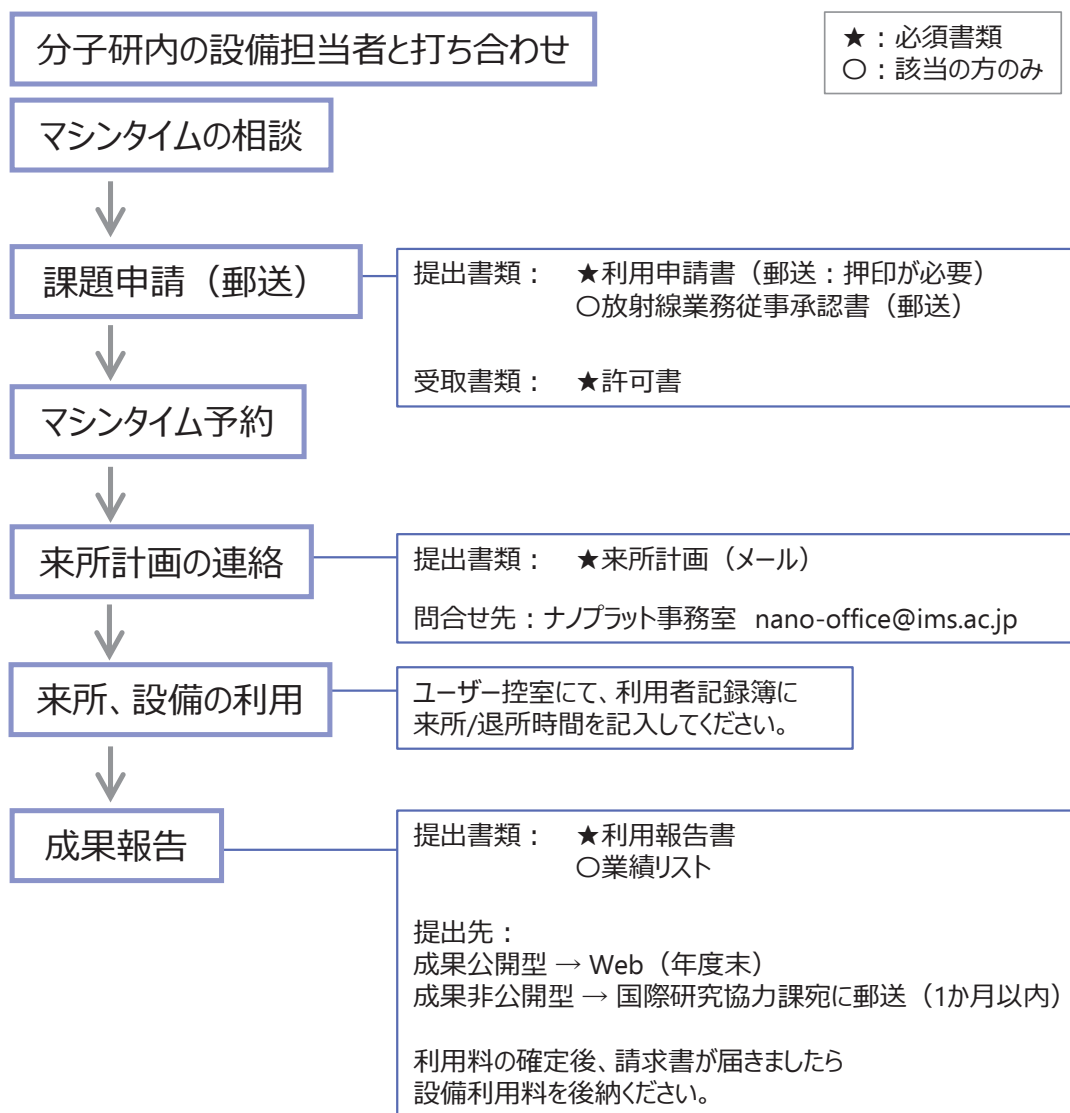
例：前期の随時申請



大学・官公庁の方 利用の流れ



民間企業の方 利用の流れ

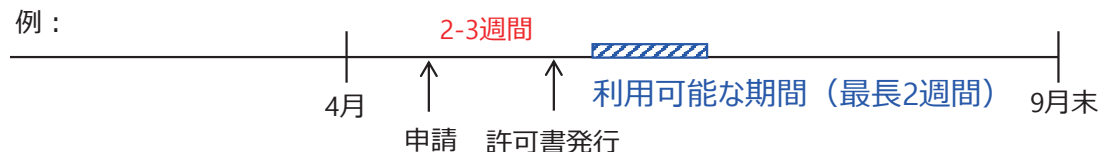


民間企業の方 申請の種類

- **随時申請のみ** 許可書の発行後、申請した期間内のみ利用可能です。

利用のたびに申請をお願いします。

例：



大学連携研究設備ネットワーク利用方法

1. 概要

機器センターの設備は、大学連携研究設備ネットワーク（以下、設備ネットワーク）に登録されており、予約も設備ネットワークの予約システムを通じて行っていただいております。本システムは機器センターの設備のみならず、全国参画機関の登録共用設備を検索・予約する事もできます。2019年4月からは、従来の国立大学に加えて、公立大学・私立大学・高等専門学校等の参画機関も設備登録を可能とする事でネットワーク利用拡大を推進しております。また、2018年5月に利用者増に伴う情報の大容量化への対応、セキュリティ強化、操作性向上を目的に、予約システムをリニューアルしました。ここでは、機器センター内での設備利用に限定した利用方法について説明します。（設備ネットワークの概要は、『事業紹介：大学連携研究設備ネットワーク』を参照。）

2. 利用方法

2. 1 ホームページ

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

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



図1 設備ネットワークホームページ

2. 2 アカウント

予約システムを利用するためにはアカウント（ユーザーID）が必要です。アカウントをお持ちでない方は、所属機関でアカウントを作成していただく場合や機器センターでアカウントを発行する場合などがございます。アカウントの発行方法は、ホームページの「利用案内＞登録方法」をご参照ください。不明点は、お問い合わせフォームよりお問い合わせください。

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が予約を行ってください。協力研究の場合は受け入れ研究室側で対応をお願いします。（外部ユーザーを研究室メンバーとしてアカウントを発行するか、受け入れ研究室内の対応者が予約を入れる。）

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

設備	公開範囲	カテゴリ	設備を検索	設備管理者	利用資格	相互利用	依頼測定
単結晶X線回折装置 (Rigaku社製 MERCURY CCD-1・R-Axis IV)	国学企	構造解析/元素分析/粉末・薄膜X線回折・小角散乱 (XRD, SAXS)	お気に入り よく使う設備	藤原 基靖	-	○	x
粉末X線回折装置 (Rigaku社製 RINT UltimateII)	国学企	構造解析/元素分析/粉末・薄膜X線回折・小角散乱 (XRD, SAXS)		藤原 基靖	-	○	x
円二色性分散計 (日本分光 J-720WI)	国学企	光分析装置-旋光分散計・円二色性分散計		水川哲徳	-	○	x
高感度蛍光分光光度計 (SPEX Fluorolog 3-21)	国学企	光分析装置-蛍光分光装置 (FL)		上田 正	-	○	x

図 2 設備検索

設備詳細

設備

円二色性分散計 (日本分光 J-720WI)

設備コード

S-OT-IMS-IC-008

カテゴリ

光分析装置

旋光分散計・円二色性分散計

仕様

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

設備所属

分子科学研究所 機器センター

設備管理者

水川哲徳

管理者にメール

紹介のみ

☐

利用受付

☒ 相互利用予約 ☐ 依頼測定予約

備考

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

相互利用予約

戻る

図 3 設備詳細画面

5. センターの利用方法

The screenshot shows a web browser window with the URL https://maintenance.eqnet.jp/top#/reservation/reservations/new?equipment_id=3698. The page title is "大学連携研究設備ネットワーク". The navigation bar includes "マイページ", "予約", "予約状況", and "課金状況". The user is logged in as "利用者".

The main content area is titled "予約空き状況" (Reservation Availability Status). It includes instructions: "※ 予約したい空き時間をクリックしてください。" and "※ 既にある予約をクリックすると、開始/終了時間が表示されます。". The calendar shows dates from 2019年5月5日 to 2019年5月11日. The time slots range from 7:00 to 14:00. The calendar is color-coded: red for "自分の予定" (My schedule), purple for "他人の予定" (Others' schedule), blue for "メンテナンス" (Maintenance), orange for "故障" (Breakdown), green for "依頼決定" (Request decision), and grey for "利用時間外" (Outside usage time).

Below the calendar is the "予約内容" (Reservation Details) section. It shows "予約開始*" (Reservation Start) as 2019-05-07 13:00 and "予約終了*" (Reservation End) as 2019-05-07 13:15. There are buttons for "予約" (Reservation) and "キャンセル" (Cancel).

At the bottom, there are two input fields for "通信機-利用者宛" (Communication device - User) and "通信機-設備管理者宛" (Communication device - Equipment manager). Below these is a section for "利用予約区分*" (Usage reservation category) with a dropdown menu showing "運営費交付金 (IMS機器センター) (残 10,000 円)" and a checkbox for "私費" (Private fee). At the very bottom, there are buttons for "登録" (Register) and "キャンセル" (Cancel).

図 4 予約テーブル

(2) 予約の確認、変更、取消

[予約状況] (⑧) で、予約状況の確認、予約の変更（利用日時等の変更）、予約の取消 (⑨) ができます (図 5)。予約の変更では図 4 のような画面で日時の再設定ができます。

「承認待ち」：設備管理者が予約を確認中です。

「予約中」：設備の利用が出来る状態です。



図 5 予約状況

2. 4 参考

(1) ID・パスワードの変更

ID、パスワードは、ログイン後、[マイページ] から、[個人設定] [パスワード変更] で随時変更できます。

(2) ID・パスワードを忘れた方へ

ID・パスワードを忘れてしまった場合は、トップページログイン部分の直下にある「ID・パスワードを忘れた方」のリンクをクリックしてください（図6）。「パスワード再設定メール送信」画面で、氏名とメールアドレスを入力するとシステムからメールが届きます。メールにはIDとパスワード再設定用ページのURLが記載されています。記載ページにアクセスしてパスワードの再設定を行ってください。（機関管理者、会計責任者からも、アカウントを指定して再設定メールを送付することができます。）

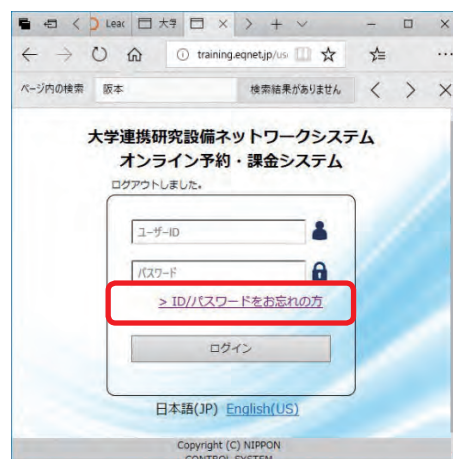


図 6 トップページのログイン部分

※ 予約システムの操作の詳細やヒントは、マニュアル等をご覧ください。

- ・マニュアル URL : <https://chem-eqnet.ims.ac.jp/howto/manuals/>
- ・Q&A URL : <https://chem-eqnet.ims.ac.jp/howto/qa/>
- ・リファレンス URL : <https://chem-eqnet.ims.ac.jp/howto/labchief/>

液体ヘリウム利用方法

1. 概要

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

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

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

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

2. 液体ヘリウム利用の前に

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

3. 明大寺地区液体ヘリウム利用方法

3. 1 設置場所

- 共同研究棟A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 QR コードを読み取り、次に容器 QR 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 QR コードを読み取り、「計量」にタッチする。
- (3) 表示内容を確認の上、「確認」にタッチして、ベッセルを返却場所に置き、回収配管につなぐ。
- (4) 返却完了。

ベッセルの持出・返却の際は、回収用のバルブ操作に十分注意してください。

4. 山手地区液体ヘリウム利用方法

4. 1 設置場所

- 山手4号館207号室

4. 2 ベッセル持ち出し手順

- (1) 所定の場所にあるベッセルを持ち出す。
- (2) ベッセルをロードセルに載せる。
- (3) スキャナーでグループコードおよび容器用バーコードを読み込む。
- (4) 「供給データ」の表示が安定したらタッチパネルの「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、グループコード及び容器コードを読み取る。
- (3) 「供給データ」の表示が安定したらタッチパネルの「返却」ボタンを押す。
- (4) 容器を返却場所に置き、回収配管につなぐ。
- (5) 返却完了。

ベッセルの持出・返却の際は、回収用のバルブ操作に十分注意してください。

5. 異常時

異常時は、直ちに機器センター寒剤担当者（明大寺地区：内線：7471 または 4563、携帯：090-4082-6162、山手地区：内線：5516、携帯：090-9025-1928）に連絡すること。

6. その他

- 供給可能時間は、充填済みの持ち出すベッセルがある場合は終日可能である。
- 研究室で所有するベッセルも上記方法で利用可能である。
- 使用期間の長期化は、貸し出し容器の不足が発生し液体ヘリウムの供給に支障が出るため、容器はなるべく早めに返却すること。
- 液体ヘリウムは必ず5ℓ以上残した状態で返却すること。
- ヘリウムの回収ロスが直接供給価格に反映されるため、蒸発ガスの回収100%を心がけること。
- 回収ガスに、なるべく空気を混入させないように十分注意すること。
- ベッセルへの空気混入は絶対に避けること。
- 液体ヘリウム供給価格：令和元年度後期 1ℓ 当たり 186 円。

液体窒素利用方法

1. 概要

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

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

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

以下では、要点を抜粋し、簡単に記しておきます。

2. 特に注意すべき点

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

3. 液体窒素容器について

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

4. 液体窒素汲み出しの前に

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

5. 明大寺地区液体窒素汲み出し手順

5. 1 汲み出し場所

- 共同研究棟D棟2階入り口の渡り廊下
- 共同研究棟A棟105室（大型容器充填専用）
- UVSOR 棟地階（UVSOR 利用者専用）

5. 2 手順

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

5. 3 注意

異常時は緊急閉止弁を閉め、直ちに緊急時連絡先（内線：7471 または 4563、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：令和元年度後期 1ℓ 当たり 64 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9時～午後5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：令和元年度後期 1ℓ 当たり 85 円（山手地区）。

小型貸出機器利用方法

1. 概要

共同利用機関であり流動性も高い分子科学研究所において、一時的に使用する機器を備え貸出できる環境を整えることは、無駄な投資を防ぐ意味でも有用です。そこで機器センターでは、各種実験に利用できる汎用性の高い機器を中心に、小型貸出機器として保有しています。例えば、電源・ボックスカー・発振器・エレクトロメーターなどの共通性の高い汎用機器から、光スペクトラムアナライザー・オシロスコープなどの比較的高価な機器も備えています。現在（令和2年度）は、80台を保有しております。所内の方のみの貸出とさせて頂いておりますが、所外の方でも施設利用や協力研究等の実験の際には、所内の方を通じて利用して頂くことが可能です。

なお、令和2年度機器保管場所は、「共同研究棟 A 棟 2 階 201」に変更となりました。

2. 利用方法

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

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

● 電子メール送り先： ueda@ims.ac.jp

Subject：「小型貸出機器の利用」とご記入ください。

--- <送信事項（記入例：コピー＆ペーストしてお使いください）> ---

機器名：5-101 ロックイン増幅器 SRS SR830

利用者氏名：小型 利用

利用者所属：○× G

利用者メールアドレス：kogata@ims.ac.jp

利用開始日：令和2年4月10日

返却予定日：継続使用を希望

● お電話の場合：担当 上田、内線 7226 までご連絡ください。

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

返却の際も、メール、またはお電話にて以下の内容のご連絡をお願いいたします。

● 電子メール送り先： ueda@ims.ac.jp

Subject： 「小型貸出機器の返却」とご記入ください。

--- <送信事項（記入例：コピー＆ペーストしてお使いください）> ---

機器名：5-101 ロックイン増幅器 SRS SR830

利用者氏名：小型 利用

利用者所属：○× G

利用者メールアドレス：kogata@ims.ac.jp

返却年月日：令和2年5月15日

● お電話の場合：担当 上田、内線 7226 までご連絡ください。

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

お気軽に、ご利用ください。

表1 小型貸出機器（80台）機器名別リスト

機器名	台数	機器名	台数
ロックイン増幅器	5	水銀キセノンランプ	1
ボックスカー積分器	22	標準ハロゲンランプ	1
広帯域前置増幅器	4	パルスウェーブメーター	1
高速電流増幅器	1	光スペクトラムアナライザー	1
ユニバーサルカウンター	1	デジタルオシロスコープ	7
ファンクションジェネレーター	1	オシロスコープ用高圧プローブ	1
ファンクションシンセサイザー	1	直流定電圧／定電流電源（ソースメタ）	6
シンセサイズドスイーパー	1	高圧安定化電源	10
任意波形発生器	1	データロガー	1
デジタルディレイジェネレーター	5	時間軸較正器	1
デジタルマルチメーター	3	C.F. ディスクリミネーター	1
デジタルボルトメーター	1	フラックスゲート型磁力計	1
シングルモノクロメーター	1	マルチチャンネルアナライザ	1

試料準備室利用方法

1. 概要

来所後に試料調整や準備が必要な場合、試料準備室（明大寺地区・共同研究棟 A 棟 2 階 202 号室）をご利用いただけます。

2. 利用方法

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

2. 1 設置設備

- 真空ライン（自作、[真空度]（RP） ~ 3 Pa、（DP） $\sim 10^{-4}$ Pa、[接続]TS15/25、 $\phi 6$ mm 管）
- 真空型グローブボックス（UNICO・UN-12L、ガス循環精製装置、自動内圧調整器）
寸法（mm）：メインボックス 1200 × 650 × 600、パスボックス 250 × 250 × 350
ガス循環精製装置運転時（アルゴン雰囲気）：酸素濃度 1ppm 以下、露点 $-73 \sim 76^{\circ}\text{C}$
- 上皿天秤（島津・UW620H）
- 実体顕微鏡（ニコン・SMZ745T）
- 超音波洗浄機（アズワン・US-1R）
- ホットスターラー（IKA・C-MAG HS7 digital）
- ボルテックスミキサー（サイエンティフィックインダストリーズ・SI-0286）
- 定温恒温乾燥機（EYELA・NDO-400）
- 電気炉（Yamato・FO510）
- ドラフトチャンバー（Yamato・KFC2180）



真空ライン



真空型グローブボックス

共同利用控室

1. 概要

施設利用者の方にご利用いただけますよう、共同利用控室を設置しております。明大寺地区では、令和2年度から UVSOR、装置開発室利用者と同室となり共同研究棟 C 棟 2 階に新設しました。山手地区では、山手 5 号館 1 階にあります。会議机やホワイトボード、個人用机もございますので、打ち合わせや測定の合間の休息にご利用ください。また共用パソコン、プリンター、コピー機もご利用いただけます。パソコン持込みの場合、所内ネットワーク接続に必要なアカウントも発行可能です。ネットワーク利用上の注意に従ってご利用ください。

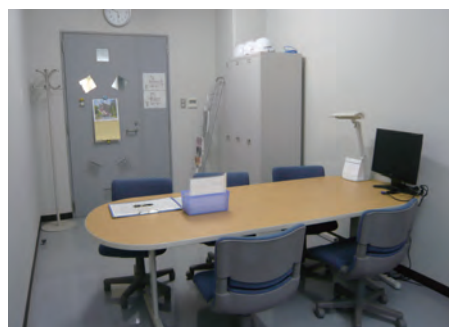
当センターの施設利用者の方であれば、どなたでもご利用いただけますが、利用の際は、設備担当者、あるいは機器センター事務室までお知らせください。来所・退所記録簿へのご記入も控室にてお願いしております。

お気軽に、ご利用くださいませ。

明大寺 共同研究棟 C 棟 2 階 205 号室



山手 5 号館 1 階



電子スピン共鳴 (ESR) 装置

概要

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

設備紹介 (EMX Plus、E500)

担当) 藤原・伊木・浅田・中村



メーカー：Bruker

型 式：EMX Plus

導入年度：平成 17 年度

(主な仕様)

周波数	X-band (～ 9.4 GHz)
マグネット	–5 mT～1.45 T
共振器	高感度 (Q ～ 9000) デュアルモード 光透過
温度可変	(ESR900) 3.8 ～ 300 K (ER4131VT) 100 ～ 300 K [LN ₂] RT ～ 500 K [Air]
オプション	テスラメーター ゴニオメーター 光照射



メーカー：Bruker

型 式：E500

導入年度：平成 10 年度

(主な仕様)

周波数	X-band (～ 9.4 GHz)
共振器	二重矩形、光透過、ENDOR
温度可変	(ESR900) 3.8 ～ 300 K (ESR910) 1.5 ～ 4 K (ER4131VT) 100 ～ 300 K [LN ₂]
周波数	Q-band (～ 34 GHz)
温度可変	5 ～ 300 K (CF935)

(共通部)

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

特徴

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

測定方法

- 粉末、液体の場合は、石英管 (X-band : 外径 $\phi 4$ mm、長さ 250 mm、Q-band : 外径 $\phi 2$ mm、長さ 100 mm) に試料を封入。
- 単結晶の場合は、少量のアピエゾン N グリースで石英棒に固定。

備考

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

設備紹介 (E680)

担当) 浅田・藤原・伊木・中村 レーザー担当) 上田



メーカー : Bruker

型 式 : E680

導入年度 : 平成 10 年度

(主な仕様)

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

特徴

パルス測定が可能。時間平均を観測している cw 測定に対して、パルス測定ではスピンドYNAMIX を直接観測できる。ENDOR 測定や ELDOR 測定 (X-, Q-band) にも対応しており、核スピンや電子スピンの緩和時間などのダイナミクスの直接測定や、電子スピン間の相互作用の強さから距離情報も得られる。任意波形発生器 (AWG) により、照射するマイクロ波の周波数・振幅・位相を自由に制御でき、広帯域・選択的励起が可能。またナノ秒波長可変レーザーの更新により 30 Hz、250 $\sim$ 2000 nm での光誘起時間分解測定 (X-, Q-band) も可能。

測定方法

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

備考

初めての利用の方は、お問合せ下さい。

SQUID 型磁化測定装置

概要

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

設備紹介（MPMS-7、MPMS-XL7）

担当）藤原・伊木・浅田・中村



メーカー：Quantum Design

型 式：MPMS-7

導入年度：平成 7 年度

（主な仕様）

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



メーカー：Quantum Design

型 式：MPMS-XL7

導入年度：平成 14 年度

（主な仕様）

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

（MPMS-7、-XL7 共用オプション）

共用オプション	光照射用ロッド 圧力セル用ロッド
---------	---------------------

特徴

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

測定

- ストロウ（外径φ6 mm）の中央にサンプルを固定。サンプル形状等により、カプセルやラップ、アルミホイルなどを利用。上記以外に必要なものは、各自で用意すること。オープン利用時は、ガラス管（外径φ3 mm 以下）にサンプルを固定し、銅線でロッドに吊す。
- サンプル交換は、300 K で行うこと。
- 終了時に LHe トランスファーを行い、満タンにすること。（MPMS-7 の週末利用者は、LN₂ トランスファーも行うこと。）
- He レベルは、超伝導磁石を冷却するために 40 % 以上に保持する必要がある。特に高磁場をかける場合は、He レベルに注意すること。

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

備考

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

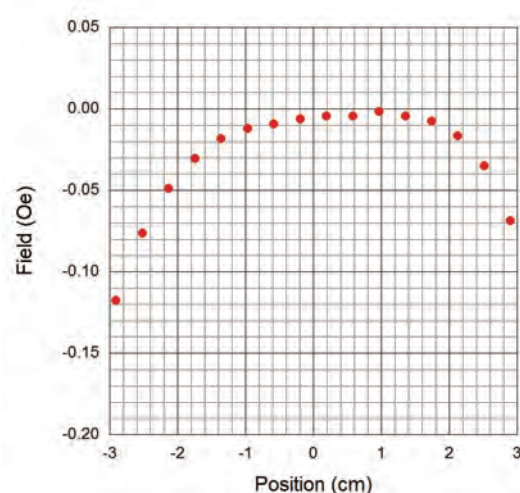


図 1 磁場勾配プロファイル

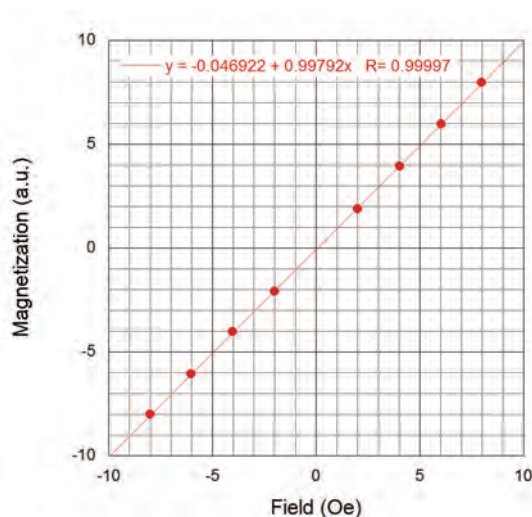


図 2 磁化の磁場依存性

単結晶 X 線回折装置

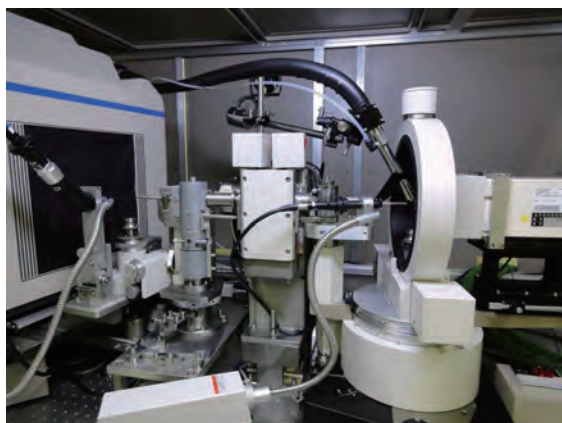
概要

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

数十～数百 μm サイズの単結晶試料が作成出来れば、数十分～数時間程度で測定～解析が行える。

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

担当）岡野



メーカー：Rigaku

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

導入年度：平成 8 年度

（主な仕様）

X 線源	回転対陰極型、Mo 50 kV・100 mA（5 kW）
------	---------------------------------

（CCD1、CCD-2 共通）

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

※ R-AXIS は故障中。現在のところ、修理・更新予定はありません。

測定方法

・マウント

0.1 ～ 0.5 mm 角の単結晶を、ビットに取り付けたガラス棒の先端、またはマグネット台座付サンプルループに、接着剤・ワセリン等で固定。（ゴニオヘッドは、ビット用とマグネット用があり、CCD-1、-2、-3 で共用可能）



・X 線の立上げ・停止

手順書に沿って、使用の度に X 線の立上げ・停止を行うこと。

・温度可変測定

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

設備紹介 (HyPix-AFC)

担当) 岡野



メーカー：Rigaku

型 式：HyPix-AFC

導入年度：平成 29 年度

(主な仕様)

X 線源	回転対陰極型、Mo 50kV・16mA (0.8 kW) コンフォーカルミラー使用
コリメータ	φ 0.3 mm
ゴニオメータ	AFC10 κ 型
検出器	HyPix-6000HE
温度可変	・ 100 K ~ 室温 (N ₂ ガス：PSA より供給) ・ 24 ~ 100 K (He ガスボンベ：1 本 / 8 時間)
ソフトウェア	測定：CrysAlis ^{Pro} , Crystal Clear 解析：Olex2, Crystal Structure

特徴

- 高輝度 X 線

光学系にコンフォーカルミラーを用いており、CCD-1、2 に比べ、約 10 倍の高輝度 X 線ビームが得られ、測定が難しかった微小結晶でも測定が可能。ビーム径はφ 0.2 mm 程度で、コリメータはやや大きめの 0.3 mm のものが取り付けられている。

- 検出器

平成 29 年度、半導体検出器 HyPix-6000HE に更新。呼称を「MERCURY CCD-3」から現行名に変更した。検出器取付けの都合からゴニオメータも更新、測定・解析ソフトウェアも従来のソフトに加え表記のものが利用できる。

- 低温測定

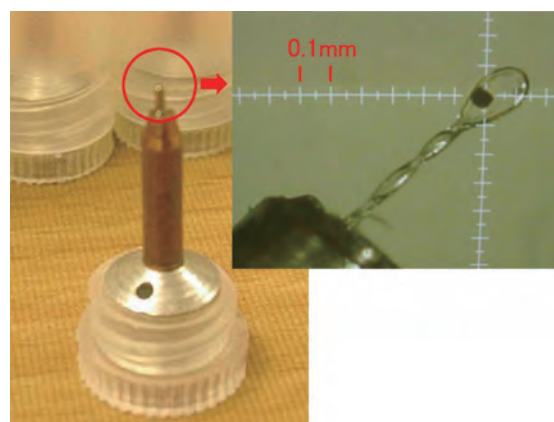
ガス吹き付け型の冷却装置で、到達温度は、N₂ ガスモードで 100 K、He ガスモードで 24 K (実測)。到達時間は、N₂ で 240 分、He で 150 分かかる。運転モードの切り替えは、He から N₂ には迅速に切り替え可能だが、N₂ から He の場合は、冷凍機を一旦室温に戻す必要がある。

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。

測定方法

- マウント

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



その他

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

結晶スポンジ法による分子構造解析

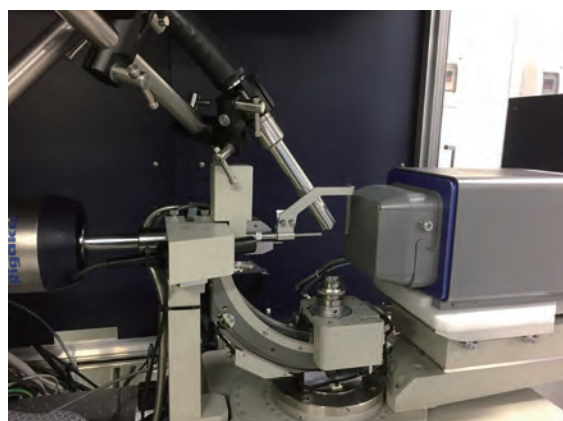
概要

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

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

設備紹介 (XtaLAB P200, SuperNova)

担当) 三橋



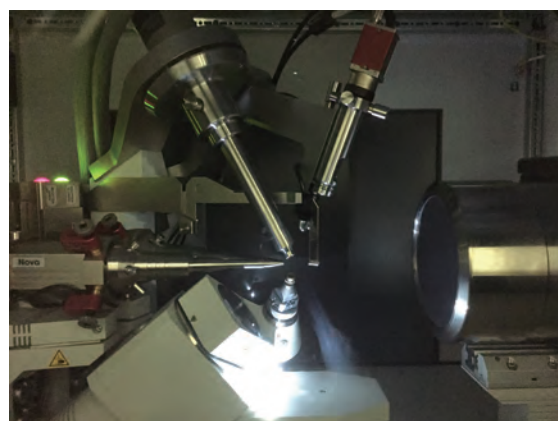
メーカー：Rigaku

型 式：XtaLAB P200

導入年度：平成 25 年度

(主な仕様)

X 線源	回転対陰極型、Mo/Cu デュアル線源 Mo: 50 kV・24 mA (1.2 kW) Cu: 40 kV・30 mA (1.2 kW)
コリメータ	φ 0.3、0.5 mm
カメラ長	110 mm
ゴニオメータ	1/4 χ ゴニオメータ
検出器	PILATUS 200K
温度可変	100 K ~ 室温
ソフトウェア	CrysAlis ^{Pro}



メーカー：Rigaku

型 式：SuperNova

導入年度：平成 27 年度

(主な仕様)

X 線源	封入管型、Mo/Cu デュアル線源 Mo: 50 kV・24 mA (1.2 kW) Cu: 40 kV・30 mA (1.2 kW)
コリメータ	φ 0.3、0.5 mm
カメラ長	101.2 mm
ゴニオメータ	κ ゴニオメータ
検出器	直接光子検出型半導体検出器
温度可変	100 K ~ 室温
ソフトウェア	CrysAlis ^{Pro}

特徴

• 結晶化不要

本手法では、予め合成した結晶スポンジに単結晶性を保ちながら試料分子を包接させるため、試料の結晶化が不要である。そのため、結晶化が困難な試料や、原理的に結晶化できない油状の化合物の構造解析も可能である。

• 微量分析が可能

単結晶 1 個分に包接されるだけの試料量でも測定できるため、原理的には数十 ng の試料から構造決定が可能である。実際には、種々の包接条件を検討するため、試料量は多いほうが望ましい。

• 絶対構造決定に有効

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

測定例

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

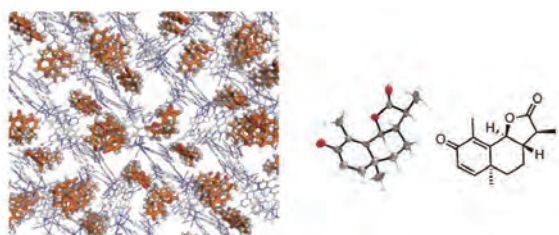


図1 サントニンの結晶構造

測定方法

• 結晶スポンジ作製

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

• 溶媒置換

結晶スポンジ作製後は、作成時に用いた溶

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

• 包接(ソーキング)

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

• 測定

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



図2 ループに載せた結晶スポンジ

• 解析

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

備考

※予め「溶媒置換」の項目までは済ませておりますので、利用者からの試料提供を受けて「包接」以降を行います。

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

参考文献

1. Y. Inokuma *et al.*, *Nature* **2013**, 495, 461.
2. Y. Inokuma *et al.*, *Nat. Protoc.* **2014**, 9, 246.
3. F. Sakurai *et al.*, *Chem. Eur. J.* **2017**, 23, 15.

粉末・薄膜 X 線回折装置

概要

試料（粉末、薄膜、溶液など）に X 線を照射し、回折・反射・散乱された X 線を観測する。得られた回折パターンを既知試料の回折パターンと比較することで同定を行う。同じ物質でも結晶構造が異なれば回折パターンも異なるため、結晶相を識別できる。また回折線の有無や強度により配向性の評価可能。薄膜試料の振動パターンから膜厚・粗さ、溶液試料の散乱パターンから粒径・空孔径分布などの情報も得られる。

設備紹介（RINT-Ultima III）

担当）藤原



メーカー：Rigaku

型 式：RINT-Ultima III

導入年度：平成 17 年度

（主な仕様）

X 線源	Cu : 40 kV ・ 40 mA (2 kW)
光学系	集中法、平行ビーム法、小角散乱
ゴニオメータ	試料水平 $\theta - \theta$ 型
検出器	シンチレーション検出器
ステージ	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)
オプション	モノクロメーター 高分解能 PSA
制御 PC	Windows7

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

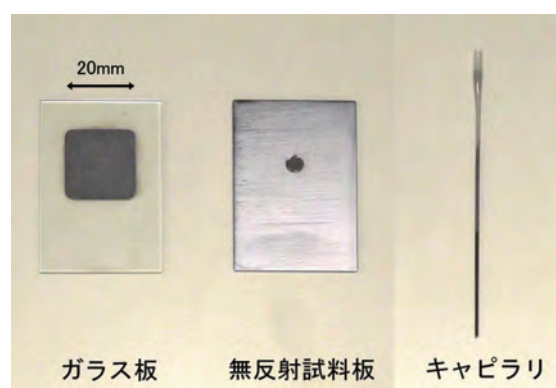
特徴

- 主に粉末試料における定性分析（同定）に用いられる。粉末回折データベース（PDF-2）と照合することで同定を行う。
- 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。
- 自動可変スリットにより、ソフトウェア上からスリット幅を設定可能。

測定方法

- 試料準備

ガラス板や無反射試料板、キャピラリ等に試料を充填。（ガラス板、無反射試料板は貸出可）



設備紹介 (Empyrean)

担当) 藤原・竹入・小林



メーカー：Panalytical

型 式：Empyrean

導入年度：令和元年度

(主な仕様)

X 線源	Cu	45 kV・40 mA (1.8 kW)
	Mo	60 kV・50 mA (3 kW)
光学系	Cu	Bragg-Bretano HD 集光ミラー 2 結晶 Ge (220) ハイブリッドモノクロメータ X 線レンズ
	Mo	集光ミラー 2 結晶 Ge (220) ハイブリッドモノクロメータ
ゴニオメータ	試料水平 $\theta - \theta$ 型	
検出器	プロポーショナル検出器、半導体検出器 (PIXcel3D 2X2、GaliPIX3D)	
ステージ	反射 / 透過スピナー 3 軸 (Chi-Phi-Z) クレードル + X-Y ステージ キャピラリ試料台	
オプション	DCS500 (−180 ~ 500 °C) HTK1200N (RT ~ 1200 °C) ScatterX78	
制御 PC	Windows10	

ソフトウェア	Data Collector
	HighScorePlus
	XRD 2D Scan
	AMASS
	EasySAXS
	PDF-4+

特徴

- 複数の光学系、ステージ、検出器により、様々な材料(粉末、薄膜、ナノ材料、電池、有機・無機材料など)に対応。
- PreFIX (Pre-aligned Fast Interchangeable X-ray) 機構により、光学系やステージを容易に交換可能。
- ドーム型中低温アタッチメント (DCS500) や高温アタッチメント (HTK1200N) は、早い昇降温・優れた温度安定性を持ち、反応中・素子動作中のオペランド計測へも対応可能。DCS500は反射測定、HTK1200Nは反射測定および透過測定に対応。
- 真空チャンバーを搭載した ScatterX78により、空気散乱を抑えた高感度の小角および広角 X線散乱 (SAXS/WAXS) 測定が可能。
- CdTe半導体を用いた GaliPIX 3D検出器は、Moに対しほぼ 100%の検出効率をもつ。PDF (Pair Distribution Function: 二体分布関数) 測定に対応し、局所構造の評価が可能。

測定方法

- 試料準備
ガラス板や無反射試料板、キャピラリ等に試料を充填。(ガラス板、無反射試料板は貸出可)

備考

初めての利用の方は、お問合せ下さい。

X線溶液散乱装置

概要

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

設備紹介（NANO-Viewer）

担当）秋山



メーカー：Rigaku

型 式：Nano-Viewer

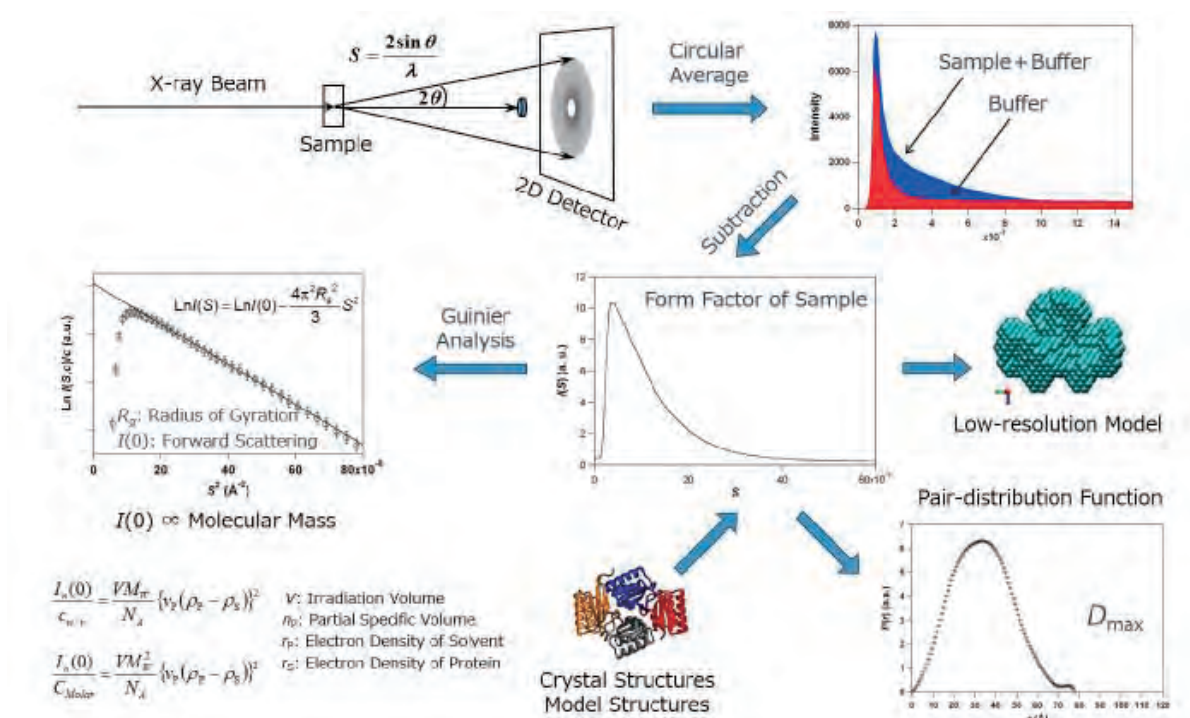
導入年度：平成 25 年度

（主な仕様）

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

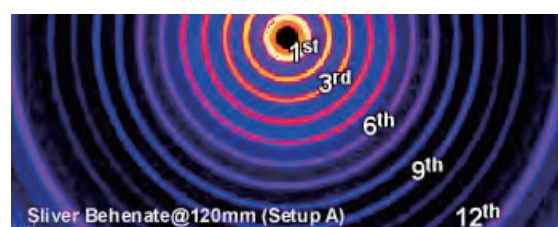
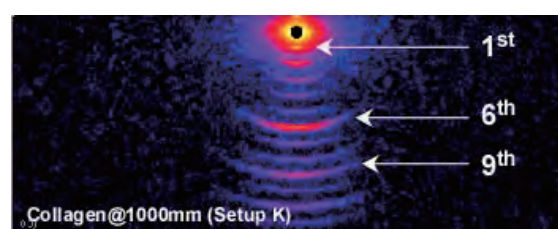
X線溶液散乱について

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



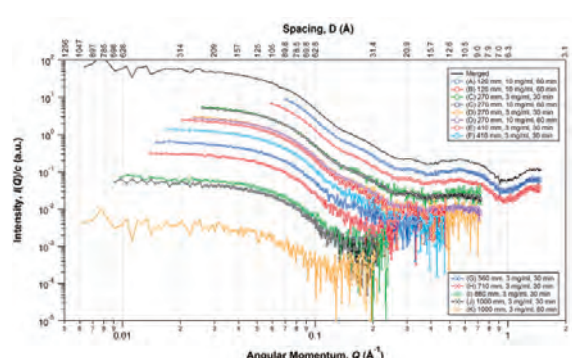
小角カメラ表

Camera Setup	Camera Length (mm)	1st (mm)	2nd (mm)	3rd (mm)	BS (mm)	$Q_{\min}$ (Å ⁻¹)	$D_{\max}$ (Å)	$Q_{\max}$ (Å ⁻¹)	$D_{\min}$ (Å)
A1	100	0.70	0.40	1.00	2.5	0.0895	70.2	1.703	3.7
A2	120	0.70	0.40	1.00	2.5	0.0706	89.0	1.476	4.3
B	120	0.60	0.30	0.80	2.0	0.0590	106.6	1.469	4.3
C	270	0.70	0.40	1.00	2.5	0.0251	241.0	0.726	8.6
D	270	0.60	0.30	0.80	2.0	0.0234	268.2	0.725	8.7
E	410	0.70	0.40	1.00	3.0	0.0206	305.5	0.474	13.3
F	410	0.60	0.30	0.80	2.5	0.0172	366.4	0.474	13.2
G	560	0.60	0.30	0.80	3.0	0.0151	417.2	0.343	18.3
H	710	0.50	0.30	0.80	3.0	0.0139	453.3	0.270	23.3
I	860	0.40	0.20	0.50	3.0	0.0098	641.1	0.241	26.0
J	1000	0.40	0.20	0.50	4.0	0.0091	688.9	0.210	30.0
K	1000	0.20	0.10	0.25	2.0	0.0063	994.2	0.210	30.0



検出器は DECTRIS 社の PILATUS 200K を採用している。検出器を平行移動させることで、モジュール間の継ぎ目のない散乱・回折パターン

ンを記録することもできる。各スリットのピンホール径、ビームストッパー径、試料と検出器の距離などを変化させて、試料に最適な小角カメラを選ぶ。上表のように、現状では A ~ K で区別される 12 段階の小角カメラで運用している。それ以外的小角カメラ設定については管理者と要相談。



BSA 標準散乱

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

6. 所有設備紹介

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

セルと試料ホルダ



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

試料準備室



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

URL：

https://groups.ims.ac.jp/organization/akiyama_g/equipment/imsaxs.html

電子分光装置

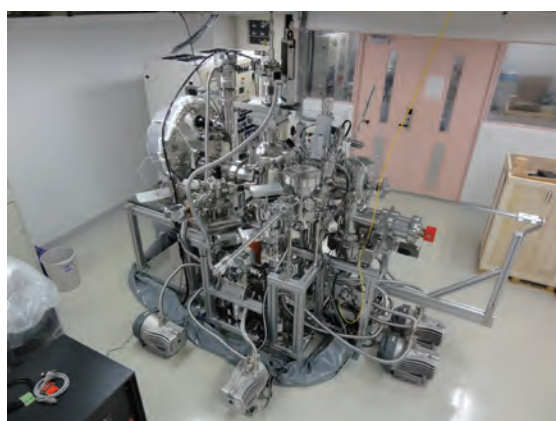
概要

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

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

設備紹介（ARUPS）

担当）田中・解良



メーカー：VG Scienta

型式：DA30

導入年度：平成 26 年度

（主な仕様）

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

エネルギー分解能	He I α 線を用いた金基板のフェルミ端の半値幅は、9 meV 程度 （温度：8.6 K、パスエネルギー：2 eV、入射スリット：200 μ m）
Entrance Slit	(1) 0.1 mm (2) 0.2 mm (3) 0.3 mm (4) 0.5 mm (5) 0.8 mm (6) 1.5 mm (7) 2.5 mm (8) 4.0 mm
真空度	6×10^{-9} Pa 以下
装備機器	低速電子線回折（LEED） Ar イオンスパッタガン 各種加熱機構（通電・電子衝撃・セラミックヒーター）

6. 所有設備紹介

制御系	OS: Windows 8, 実験データは、バイナリー形式やテキストファイル形式など。専用解析ソフトを提供可能。
-----	--

特徴

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

測定例

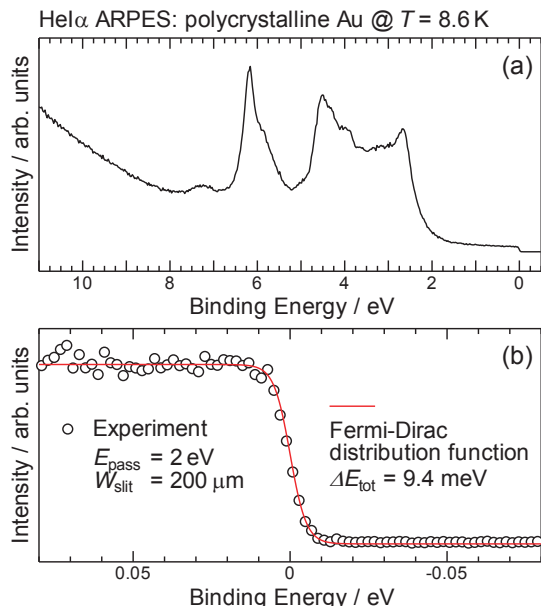


図1 He I α による Au 板の ARUPS スペクトル。
(a) 価電子帯全域, (b) フェルミ準位近傍

図1に Au の He I α ARUPS スペクトルを示す。測定は、温度 8.6 K, パスエネルギー (E_{pass}) 2 eV, スリット幅 (W_{SLIT}) 200 μm で行った。角度積分モードでは 5 分程度の測定時間で十分

な SN 比のデータが得られた。Fermi-Dirac 分布関数を用いたフェルミエッジのフィッティング解析よりエネルギー分解能は 9.4 meV と見積った。 E_{pass} と W_{slit} の組み合わせによって、より高分解能な測定が可能である。

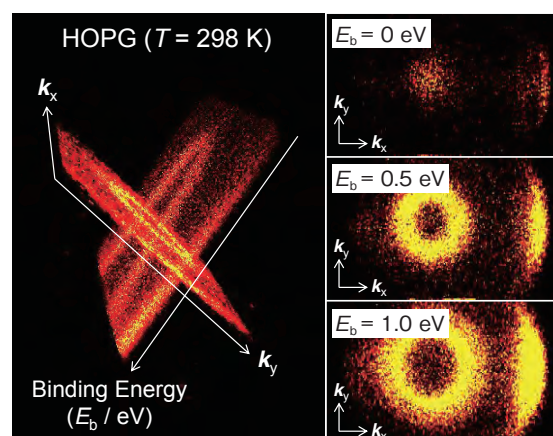


図2 He I α による HOPG の ARUPS スペクトルイメージとディラック点近傍 ($k_x \sim 1.7 \text{ \AA}^{-1}$) における等エネルギー面マッピング

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

電子顕微鏡

概要

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

設備紹介（JSM-6700F(1)）

担当）外山・石山



特徴

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

メーカー：JEOL

型 式：JSM-6700F（1）

導入年度：平成14年度

（主な仕様）

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

設備紹介 (SU6600)

担当) 外山・上田・石山



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

導入年度：平成 25 年度

(主な仕様)

(SEM : SU6600)

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

(EDX 検出器 : QUANTAX XFlash 5060FQ)

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

(EDX 検出器 : QUANTAX XFlash6|10)

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

特徴

- 低真空モードにより、高真空中で脱ガスのある試料を観察したり、絶縁物を導電処理無しで観察したりすることが可能。
- 対物レンズがアウトレンズ系のため、磁性材料の観察も可能。
- 最大で直径 150 mm までの試料を観察可能。ただし直径によって、重量や高さ、使用可能な機能に制約があるため要相談。
- 二次電子像の他、組成コントラストを持つ反射電子像、明視野透過電子像が観察可能。
- エネルギー分散型 X 線 (EDX) 分析により、含有元素の定性分析、およその定量分析、元素マッピングが可能。
- EDX 検出器として、検出面積 60 mm² で高感度の検出器 XFlash5060FQ と、エネルギー分解能の高い検出器 XFlash6|10 の 2 台を搭載。
- オプションの MK3 形クールステージを装着した時は、ステージ温度を -20 ~ 50 °C に制御することが可能。ただし、試料サイズは直径 10 mm までとなる。また、クールステージの着脱時や、使用中の試料交換の度に試料室の大気開放 (ドローアウト) が必要となるなど、制約があるため要相談。

設備紹介 (JEM-2100F)

担当) 伊木・上田・賣市



メーカー：JEOL

型 式：JEM-2100F

導入年度：平成 15 年

(主な仕様)

電子銃	フィールドエミッション
加速電圧	200 kV
分解能	0.23 nm (粒子像)、 0.1 nm (格子像)
倍率	× 2,000 ~ × 1,500,000
試料	3 mmφ 以内

特徴

- 高輝度で高い干渉性の電子線が得られるフィールドエミッション電子銃 (FEG) を搭載した電子顕微鏡
- ナノスケールオーダーの超高分解能の像観察や分析ができる
- エネルギー分散型 X 線分析装置 (EDS) による微小部の元素分析、組成マップが測定できる
- STEM 機能により走査透過像測定が可能

走査型プローブ顕微鏡

概要

走査プローブ顕微鏡 (Scanning Probe Microscope : SPM) は、試料表面と探針間の微小電流（トンネル電流）を測定する走査型トンネル顕微鏡 (Scanning Tunneling Microscope : STM) や原子間力を測定する原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope : AFM) に代表される。大気、及び溶液環境下において、原子・分子レベルの分解能で試料表面の情報を得ることができる。金属や半導体のみならず、絶縁体や有機材料、さらには生体物質の表面観測が可能である。

設備紹介 (Dimension XR Icon NanoE、NanoEC) 所内専用(R2年度) 担当) 湊・上田・杉本



メーカー：Bruker

型 式：Dimension XR Icon NanoE
Dimension XR Icon NanoEC

導入年度：令和元年度

(主な仕様)

走査範囲	XY:> 85 μm , Z:> 9 μm ノイズフロア0.035 nm以下
試料サイズ	最大直径 200 mm, 厚さ 15 mm
自動 ステージ	駆動範囲：180 x 150 mm 繰返し精度：3 μm
高解像 CCD カメラ	5 メガピクセル (デジタルズーム)

測定モード	形状測定 機械特性測定（位相モード、水平力顕微鏡モード、フォースカーブモード、ピークフォースマッピングモード等） 電気特性測定 電気化学原子間力顕微鏡動作 走査型電気化学顕微鏡動作
付属装置	密閉型大気非曝露測定用ボックス 環境制御ユニット (温度：-35 $^{\circ}\text{C}$ ~ 250 $^{\circ}\text{C}$, 湿度：5% ~ 50% で設定可能) 電気化学条件下では 最大 60 $^{\circ}\text{C}$ まで加熱可能

特徴

- 形状測定、機械特性計測とキャパシタンス・電流・ケルビンフォース・磁気力等の物性計測や電気化学特性の同時測定が可能

- 加熱 / 冷却、雰囲気制御(ガス・湿度・溶液中)、
光照射、電気化学反応下、磁場印加等に対応
可能
- 大型自動ステージ (8 inch)
- ドリフトレート 0.2 nm/min(X-Y)

備考

令和2年度前期より立ち上げ・測定環境の整備を行い、令和2年度後期より所内運用を始める。令和3年度より所外利用を開始する予定である。

熱分析装置

概要

熱分析装置では物質を温度制御しながら、その熱変化などを測定する。示差走査型カロリーメーター（VP-DSC）による分子の構造変化時の熱変化を直接測定する方法や、等温滴定型カロリーメーター（iTC200）による分子間の結合時の熱変化を直接測定する方法などがある。

設備紹介（VP-DSC）

担当 水川・賣市・長尾



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

（主な仕様）

温度範囲	1 ～ 130 ℃
セル容量	500 μl (試料必要量 600 ～ 750 μl 以上)
スキャン速度	upscan mode : 0 ～ 90 ℃ /hr downscan mode : 0 ～ -60 ℃ /hr
付属品	ThermoVac

特徴

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

設備紹介（iTC₂₀₀）

担当 水川・賣市・長尾



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

（主な仕様）

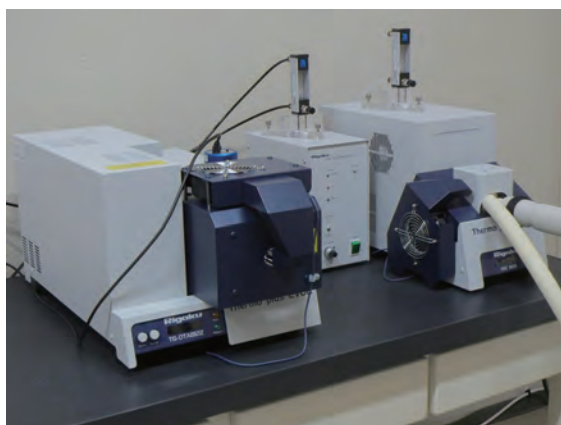
温度範囲	2 ～ 80 ℃
セル容量	200 μl (試料必要量 300 ～ 350 μl 以上)
滴定シリ ンジ容量	40 μl

特徴

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

設備紹介 (DSC8231/TG-DTA8122)

担当) 藤原



メーカー：Rigaku

型 式：DSC8231/TG-DTA8122

導入年度：平成 29 年度

(主な仕様:DSC)

温度範囲	-130 ~ 500 °C
サンプルパン	Al: $\phi 5$ mm $\times$ 2.5 mmh (45 μ l)
昇温速度	1 °C /h ~ 20 °C /min
降温速度	20 °C /min (70 °C まで) 10 °C /min (-50 °C まで) 5 °C /min (-100 °C まで)
DSC スケール	± 100 mW
オプション	液体窒素冷却ユニット

(主な仕様:TG-DTA)

温度範囲	RT ~ 1000 °C
サンプルパン	アルミナ、Pt、Al: $\phi 5$ mm $\times$ 2.5 mmh (45 μ l)
昇温速度	1 °C /h ~ 20 °C /min
降温速度	20 °C /min (300 °C まで) 10 °C /min (200 °C まで) 5 °C /min (150 °C まで) (空冷冷却ファン使用時、 1000 から 50 °C まで 20 分)
測定レンジ	TG 最大 ± 250 mg DTA 最大 ± 1000 μ V
オプション	試料観察アタッチメント 15fps (1280x1024 pixel)

特徴

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

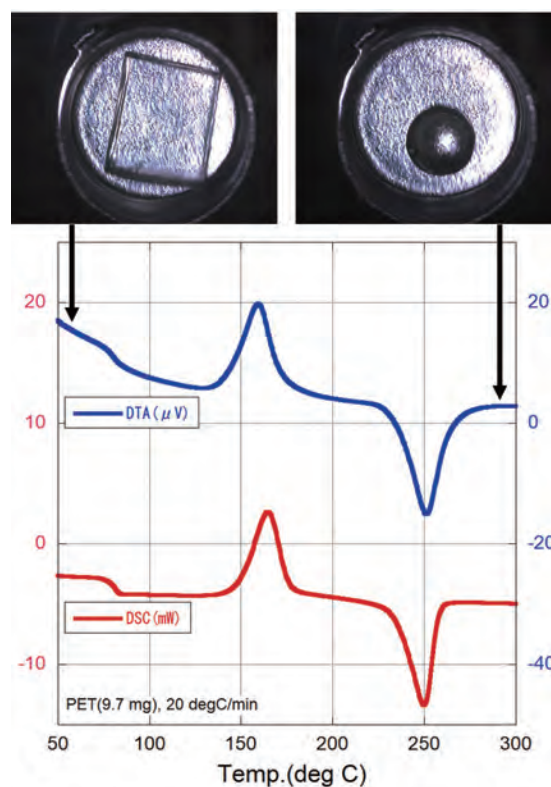


図 1 PET の TG-DTA (上)、DSC (下) 測定

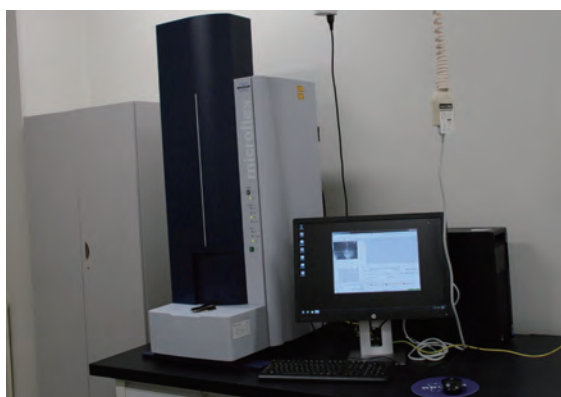
質量分析計

概要

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

設備紹介 (microflex LRF)

担当) 水川・賣市・藤川



メーカー：Bruker Daltonics

型 式：microflex LRF

導入年度：2018 年度

(主な仕様) イオン化法 MALDI

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

リフレクター モード 質量精度	≤ 75 ppm (External Calibration) ≤ 15 ppm (Internal Calibration)
-----------------------	--

特徴

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

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

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

設備紹介 (JMS777V)

所内専用

担当) 水川・賣市・藤川



メーカー：JEOL

型 式：JMS777V

導入年度：2008 年度

(主な仕様) イオン化法 FAB,EI,CI

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

特徴

高速原子衝撃イオン化法 (Fast Atom Bombardment)

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

(1) キセノンガス (Xe) がイオン銃 (3KV) 内で

Xe⁺ イオンとなる。

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

* 依頼分析を以下のように行っている。

- (1) 1 試料につき数 mg 程度を採取しやすいサンプル管に入れて下さい。
- (2) サンプル管には試料名を明記して下さい。
- (3) 依頼は大学連携研究設備ネットワークを通して受け付けます。質量分析依頼書に必要な事項を記入の上、PDF ファイルに変換し、アップロードして下さい。希望測定期限には 1 週間以上先の日付を入力して下さい。
- (4) 測定日をメールにてお知らせしますので指定された日に試料を山手 4 号館 4F404 号室入口にある箱に入れて下さい。
- (5) 測定終了後にメールにてお知らせしますので測定結果、残余試料を回収して下さい。

測定例

未知試料の測定結果を図 1 に記載する。

Data : Erythromycin.FAB-HR002	Date : 30-Oct-2017 11:28
Sample : Erythromycin-FABHR	
Note : PEG600-NBA	
Inlet : Direct Ion Mode : FAB+	
RT : 2.17 min Scan# : 14	
Elements : C 37/0, H 68/0, N 1/0, O 13/0	
Mass Tolerance : 10ppm, 3mmu if m/z < 300, 5mmu if m/z > 500	
Unsaturation (U.S.) : -0.5 - 20.0	
Observed m/z	Int%
1 734.4678	100.00
Err [ppm / mmu]	U.S. Composition
-1.7 / -1.3	4.5 C37 H68 N O13

図 1 未知試料の測定結果

備考

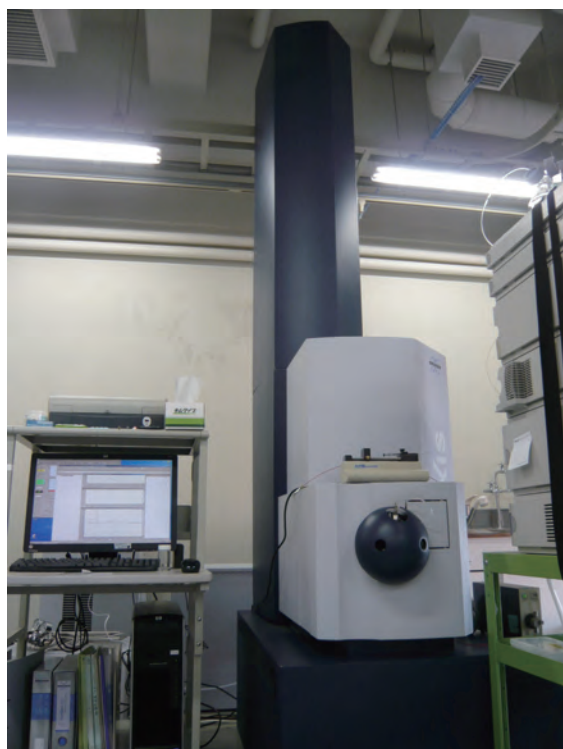
所外公開はせず、所内専用で運用している。
相互利用で利用者自身での測定も可能。

6. 所有設備紹介

設備紹介 (maXis)

所内専用

担当) 水川・賣市・藤川



メーカー：Bruker Daltonics

型式：maXis

導入年度：2018 年度

(主な仕様) イオン化法 ESI

質量範囲	m/z 20-20,000
分解能	40,000 (Agilent Tuning mix 1222 のピーク、positive 測定)
質量精度	≤2ppm

特徴

maXis はエレクトロスプレーイオン化法飛行時間型質量分析計 (ESI TOF MS) である。小分子 (配位子等) の HRMS (ハイレゾリユーシオンマス) の測定に用いられる。また、他の質量分析装置に比べ穏和なイオン化条件を用いているため、超分子錯体など不安定な分子の質量分析もおこなうことが可能である。非常に感度の良い測定法 (ppm オーダーのサンプルでも測定可能) であるため、測定時には濃度が濃いサンプルをうたないこと。

備考

所外公開はせず、所内専用で運用している。

有機微量元素分析装置

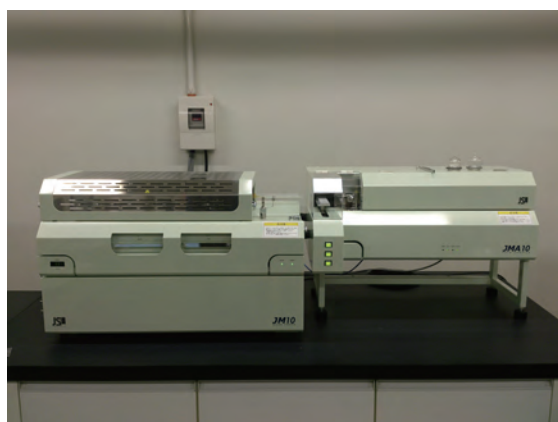
概要

試料を Pregl-Dumas 法に基づいて熱分解し、有機物を構成する主要元素である水素、炭素、窒素を定量的に水、二酸化炭素、窒素に変換し、これらを熱伝導法によって検出する。実際の分析では水素、炭素、窒素の含有率が既知の標準試料を分析し、その検出感度から未知試料の含有率を決定する。

設備紹介 (MICRO CORDER JM10)

所内専用

担当) 水川・賣市・藤川



メーカー：J-SCIENCE LAB

型 式：MICRO CORDER JM10

導入年度：2011 年度

(主な仕様)

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

特徴

依頼分析を以下のように行っている。

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

【補足】通常、1 回の測定につき 2mg 程度使用します。試料によっては確認のため数回測定する場合があるので、十分な量として 10mg としてありますが、用意できる範囲の試料量でも構いません。

- (2) サンプル管には試料名を明記して下さい。
 - (3) 依頼は大学連携研究設備ネットワークを通して受け付けます。元素分析依頼書に必要な事項を記入の上、PDF ファイルに変換し、アップロードして下さい。希望測定期限には 1 週間以上先の日付を入力して下さい。
 - (4) 測定日をメールにてお知らせしますので指定された日に試料を山手 4 号館 4F404 号室入口にある箱に入れて下さい。
 - (5) 測定終了後にメールにてお知らせしますので測定結果、残余試料を回収して下さい。
- 注) 吸湿性のある試料はユーザーにてカプセルに封入していただきます。

測定例

未知試料の測定結果を図 1 に記載する。

** Analytical Data **		2012/04/13 18:32:23			
ファイル名: C:\MSData\2012.3.29.D1P					
Aポンプ					
サンプル No. 10					
試料名: Sample A					
試料量: 1868.0 [μg]					
気 圧: 1021.2 [hPa]					
分析時: 2012/03/29 16:21:34					
		H	C	N	
検出感度 [μg/100counts]		0.44906	3.22275	1.42045	
シグナル [counts]		28399	43875	24514	
ベース [counts]		2660	3102	4416	Total
分析値 [μg]		119.10	1312.98	279.16	1711.24
分析値 [%]		6.38	70.29	14.94	91.61
測定値 [%]		6.43	70.19	14.88	
Δ [%]		-0.05	+0.10	+0.06	

2012/03/29					
No. 10	Sample name Sample A				
Sample (μg)	H%	C%	N%		
1868.0	6.38	70.29	14.94		

図 1 未知試料の測定結果

備考

所外公開はせず、所内専用で運用している。

ICP 発光分光分析装置 (ICP-OES)

概要

高周波誘導結合プラズマを光源とする発光分光分析法。霧状にした溶液サンプルを Ar プラズマに導入し元素固有のスペクトルを発光させ、波長から元素の定性を行い、発光強度から元素濃度を求める。高感度で多元素同時分析が可能であり、金属、化学、薬品、食品、環境など幅広い分野で用いられ、その精度の高さから JIS や ISO 等の公定法でも採用されている。

設備紹介 (Agilent 5110 ICP-OES) **所内専用**

担当) 水川・賣市・長尾



特徴

- デュアルビューによる全波長同時分析。
- 装置の起動時間が短い。

備考

- 所外公開はしていません。

メーカー：Agilent

型 式：Agilent 5110 ICP-OES

導入年度：2018 年度

(主な仕様)

プラズマ光源	デュアルビュー、垂直配置 トーチ
光学系	エッセルクロス分散ポリ クロメータ
波長範囲	167 ～ 785nm
分解能	0.007nm (@ 200nm)
検出器	Vista Chip II CCD 検出器
測定可能濃度	サブ ppb ～ 数千 ppm
ソフトウェア	Agilent ICP Expert

核磁気共鳴 (NMR) 装置

概要

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

設備紹介 (AVANCE800)

担当) 加藤



メーカー：Bruker

型 式：AVANCE800

導入年度：平成 25 年度

(主な仕様)

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

特徴

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

備考

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

6. 所有設備紹介

設備紹介 (AVANCE600)

担当) 西村



メーカー：Bruker

型 式：AVANCE600

導入年度：平成 25 年度

(主な仕様)

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

特徴

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

設備紹介 (JNM-ECA600)

担当) 水川・賣市・長尾



メーカー：JEOL

型 式：JNM-ECA600

導入年度：平成 21 年度(平成 22 年度システム・ソフトウェア更新)

(主な仕様)

磁場	14.1 T
感度 (S/N)	Liquid (Royal) : $^1\text{H} \geq 850$ 、 $^{13}\text{C} \geq 330$

プローブ	Royal、T10L、HCNFG3
システム	OS : Windows7 、 Software : Delta5.0.4

特徴

- 溶液の多核測定が可能(低周波数核種を含む)
- 長時間低温測定ユニットによる長時間低温測定 (-30℃まで) が可能
- 液体窒素 30L 容器を用いた低温測定が可能 (Royal : -100℃まで、T10L : -50℃まで)
- 溶液の HCN 三重共鳴測定は応相談
- 長時間測定優先、予約は 15 分単位

設備紹介 (JNM-ECS400)

所内専用

担当) 水川・賣市・長尾



メーカー：JEOL

型 式：JNM-ECS400

導入年度：平成 23 年度

(主な仕様)

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

特徴

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

備考

所外公開はしていません。

表 1 所有プローブ一覧

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

(装置やプローブの選択について、不明な点がありましたらご相談ください。)

ピコ秒レーザー

概要

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

設備紹介（Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS）

担当）上田



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

（平成 26 年度 Millennia のみ更新）

（主な仕様）

波長 (Main Curve)	490 ~ 800 nm at TOPAS 400 1180 ~ 1700 nm at TOPAS 800
パルスエネルギー	50 mW at 550 nm (S+I) 60 mW at 1300 nm (S+I) (RGA 0.7 W at 790 nm) (Pump (YLF) 9 W)
パルス幅	< 5 ps
繰り返し	1 kHz

特徴

- (1) 紫外光から赤外光の広範囲に渡って、波長を任意に出力できる。

- (2) レーザー加工が可能。（要相談）

加工例：描画 SUS t 40 μm 貫通（写真 1）、
貫通穴 石英ガラス t 500 μm （写真 2）

- (3) 蛍光寿命測定システムを構築。（要相談）

TCSPC モジュール（ソフトウェア含）、
受光素子フォトマル（PicoQuant 社製）、
測定例：TPPZn/ トルエン溶液、
蛍光寿命 2.0 ns（図 1）

装置の構成

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

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

Crystal を取り替えることでそれぞれの2倍波 (SHS,SHI) のレーザー光を得ることができる。また、TOPAS 400 から同様にシグナル光、アイドラ光、それぞれの2倍波発生によって、紫外光から赤外光のレーザー光を得ることができる。波長帯によって光軸調整が必要となるが、PC に波長を入力すれば希望の波長を出力できる。

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

結果、約 2.7 ps (図3) であった。

表1 発振波長 (nm)

TOPAS 800		TOPAS 400	
Signal	1180 ~ 1700	Signal	490 ~ 800
Idler	2385 ~ 1475	Idler	2030 ~ 780
SHS	590 ~ 850	SHS	300 ~ 400
SHI	1180 ~ 740	SHS	245 ~ 355
		SHI	510 ~ 395



写真1 描画
SUS t 40 μ m 貫通、
(裏面より光照射)

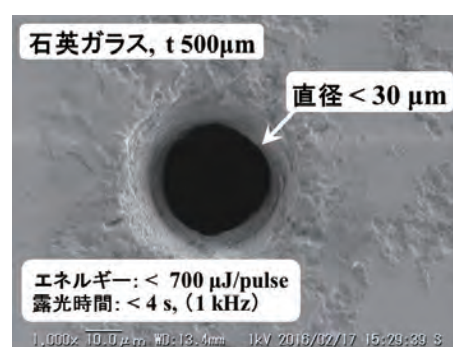


写真2 貫通穴加工

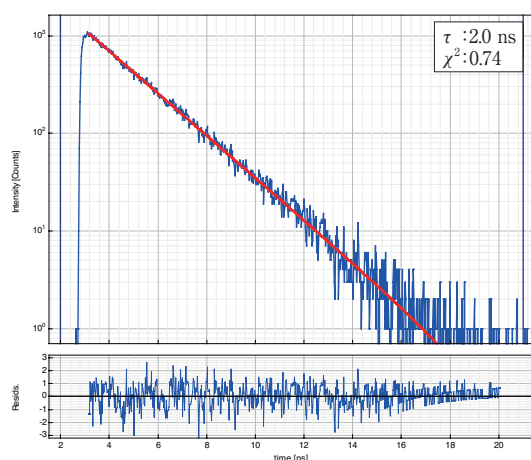


図1 TPPZn/トルエン溶液

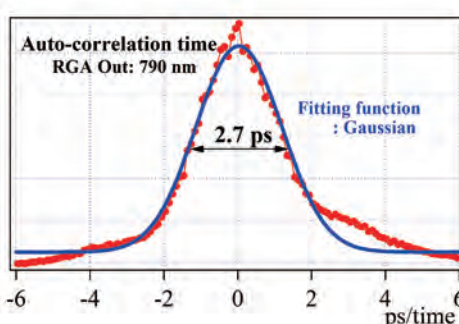


図3 パルス幅の測定

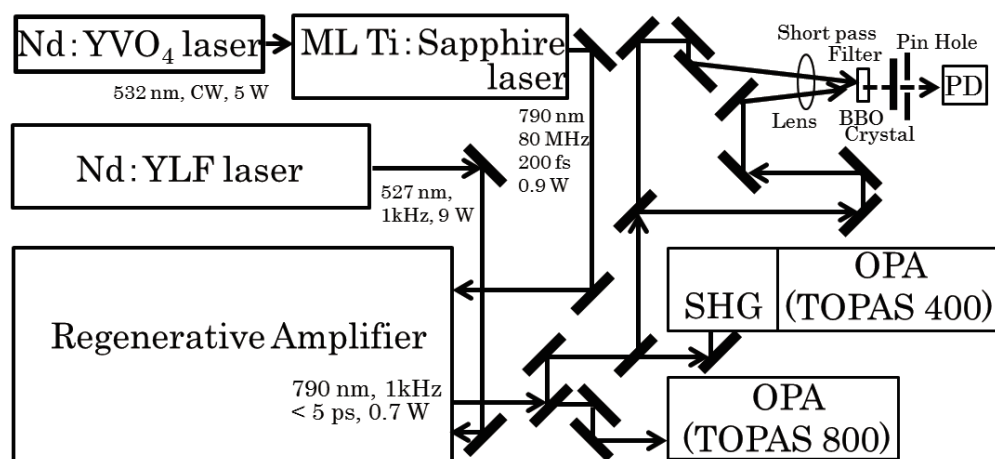


図2 ブロック図

蛍光分光光度計

概要

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

設備紹介（SPEX Fluorolog 3-21）

担当) 上田



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

特徴

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

メーカー：HORIBA

型 式：SPEX Fluorolog 3-21

導入年度：平成 8 年度

（平成 21 年度 更新、

平成 25 年度 ソフトウェア Win 7 化）

（主な仕様）

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

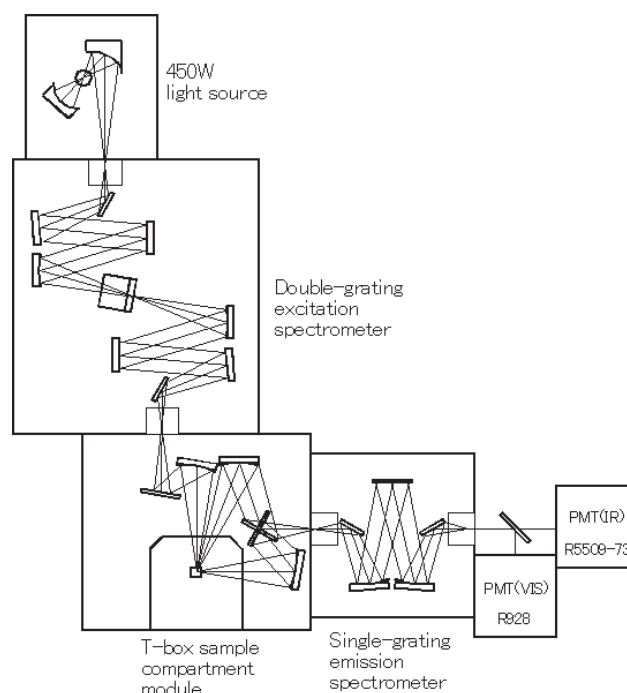


図 1 光学系概略図

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

測定例

(1) 水のラマンスペクトル

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

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

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

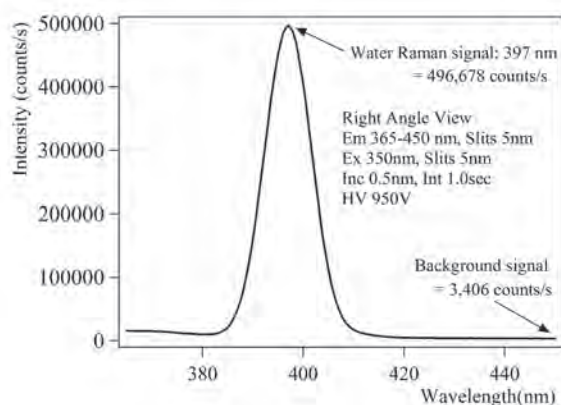


図 2 水のラマンスペクトル

グラフから、S/N 比 8452 : 1 となった。

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

(2) 近赤外 - 蛍光励起スペクトル

(3D マトリックススキャン)

レーザー媒質としてよく知られる Nd : YAG の結晶 ($\text{Y}_{3-x}\text{Nd}_x\text{Al}_5\text{O}_{12}$) を用いて、3D マトリックススキャン測定を行った。この結晶は、730 nm と 800 nm 付近の光を吸収して基底状態から高いエネルギー準位に遷移し、その後速い無放射遷移を経て 1064 nm でレーザー発振が起こる。励起波長を 700 nm ～ 900 nm、蛍光波長を 1000 nm ～ 1100 nm として自動測定した結果を図 3 に示す。3D 表示によって、励起波長に対する蛍光のピーク波長が 1064 nm であることがよく分かる。なお、高速スキャン化によって、測定時間は約 70 分 (Increment : 1 nm) であった。

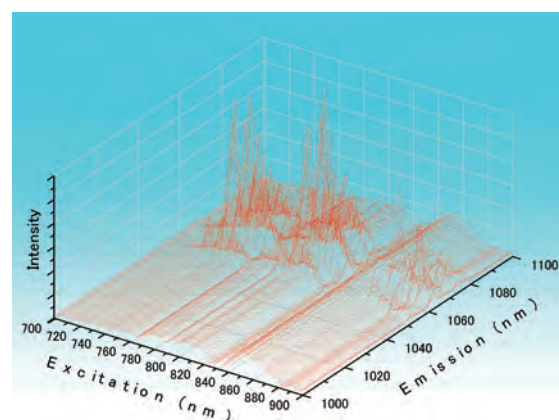
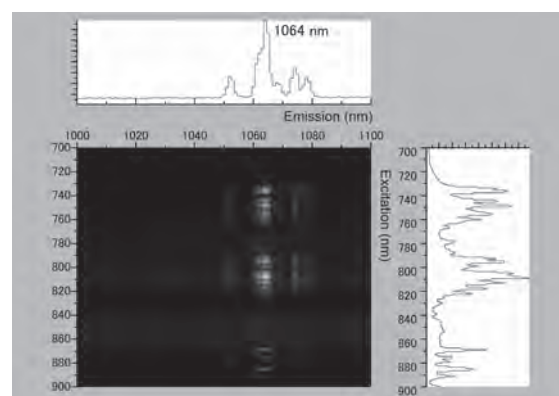


図 3 蛍光励起スペクトル

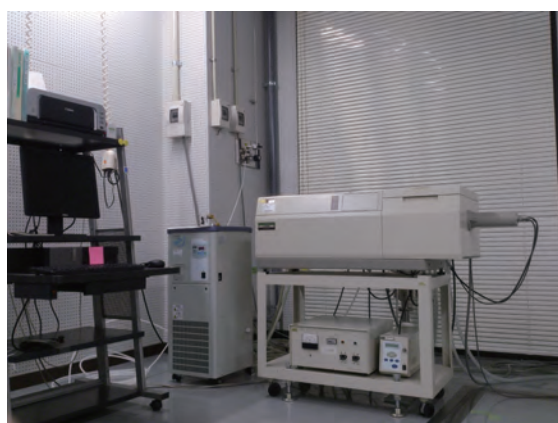
円二色性分散計

概要

円二色性分散計は光学活性分子の立体構造（相対～絶対配置、立体配座、生体高分子の高次構造）を解析する手段として利用される。分光器から出た光は偏光子で直線偏光にされ、円偏光変調器で左右円偏光が交互に作られ試料を通過する。この時、試料が光学活性物質であると円偏光の不等吸収が起こり（この現象を円二色性またはCDと呼ぶ）、その左右円偏光の差吸光度 ΔA （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、 ΔA が小さいと $\theta = 33 \times \Delta A$ が成り立つ。CD測定でのフルスケールは θ 表示（単位 mdeg）である。

設備紹介（J-720WI）

担当）水川・貢市・藤川



メーカー：JASCO

型 式：J-720WI

導入年度：1995 年度

（主な仕様）

光源	450W Xe ランプ水冷方式
検出器	ヘッドオン型光電子増倍管
変調器	piezoエラストティックモジュレータ
測定波長範囲	165 ～ 1100nm
波長正確さ	165 ～ 180nm ± 0.2nm 180 ～ 250nm ± 0.1nm 250 ～ 500nm ± 0.3nm 500 ～ 800nm ± 0.8nm 800 ～ 1100nm ± 2.0nm
バンド幅	0.1 ～ 10nm
スリット幅	1 ～ 3000 μ m

レスポンス	0.5msec ～ 16sec
走査速度	1 ～ 5000nm/min
フルスケール	± 200mdeg (感度 100mdeg の時) ± 2000mdeg (感度 1000mdeg の時)
縦軸分解能	0.01mdeg(感度 100mdeg の時) 0.1mdeg(感度 1000mdeg の時)
RMS ノイズ	185nm 0.05mdeg 200nm 0.04mdeg 500nm 0.035mdeg
ベースライン 安定性	0.2mdeg/hr
UV 測定	シングルビーム測定 測光レンジ 0 ～ 5Abs 測光正確さ ± 0.01Abs

特徴

以下の付属品を所有している。

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

紫外・可視・近赤外分光光度計

概要

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

設備紹介（UV-3600Plus）

担当）上田



メーカー：Shimadzu

型 式：UV-3600 Plus

導入年度：平成 29 年度

（主な仕様）

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

付属品

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

特徴

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

絶対 PL 量子収率測定装置

概要

物質に光を照射し励起された電子が基底状態に戻る際に発光する光（フォトルミネッセンス：PL）を観測することで、発光材料の絶対発光量子収率を測定する装置である。PL 量子収率とは、吸収した光の光子数に対して分子から放出される発光光子数の割合で、発光の効率を表す。有機 EL、LED などの発光材料の評価や、蛍光プローブの効率測定などに使われている。

設備紹介（Quantaurs-QY C11347-01）

所内専用

担当）上田



特徴

- サンプルとして、溶液、粉末、固体、薄膜に対応。
- 測定時間が短い（数分程度）。
- 量子収率の励起波長依存性や励起スペクトルの測定も可能。

メーカー：Hamamatsu Photonics

型 式：Quantaurs-QY C11347-01

導入年度：平成 22 年度

（主な仕様）

PL 波長範囲	300 nm ～ 950 nm
光源部	150 W Xe ランプ 250 nm ～ 850 nm FWHM 10 nm 以下
検出器	マルチチャンネル分光器 200 nm ～ 950 nm 波長分解能 < 2 nm, 1024 ch, AD 分解能 16 bit, 素子冷却温度 -15 °C
積分球	3.3 型 (inch)
付属品	溶液用セル 粉末（薄膜）用シャーレ

フーリエ変換赤外 (FTIR) 分光光度計

概要

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

設備紹介 (IFS 66v/S)

担当) 賣市



メーカー：Bruker

型 式：IFS 66v/S

導入年度：平成 16 年

(主な仕様)

Beam Splitter	波長領域 (cm ⁻¹)
Far-IR Mylar	20 – 500
KBr	375 – 7000
CaF ₂	2800 – 12000
Quartz	2800 – 12000
検出器	検出領域 (cm ⁻¹)
Bolometer	>5
DTGS	10 – 4000
MCT	420 – 8000
光源	波長領域
Mercury	遠赤外
Globar	中赤外

特徴

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

測定方法

固体試料測定のため KBr 錠剤形成装置 (φ5 mm ダイス、ハンドプレス。波長範囲 300 cm⁻¹ 以上、CsI を用いた場合は 150 cm⁻¹ 以上の測定に活用できる)、フィルム測定用ホルダー、反射率測定用ホルダーを用意している。測定は透過または反射配置。液体セル、ATR 光学系等のメーカーオプションは使用者個人で準備が必要である。

参考データ

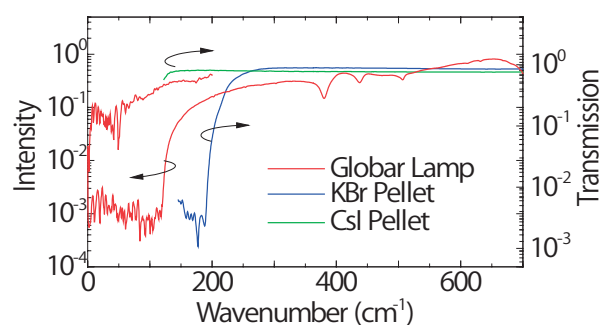


図 Globar 光源の放射強度と KBr, CsI ペレットの透過スペクトル

顕微ラマン分光装置

概要

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

設備紹介 (inVia Reflex)

担当) 賣市



メーカー：RENISHAW

型式：inVia Reflex

導入年度：平成 21 年度

(主な仕様)

レーザー	波長	488, 532, 633, 785 nm
分光器	分光器	シングルモノクロメータ (f=250 mm)
	分解能	1 cm ⁻¹
	測定範囲	100 ~ 3200 cm ⁻¹
検出器	CCD	Back-illuminated deep-depletion (578 × 386 Channel)
顕微鏡	顕微鏡	Leica 製 (アダプター使用により Mitutoyo 社製長作動距離対物レンズ使用可)
	対物レンズ倍率	5, 10, 20, 50, 100
	空間分解能	1 μm (lateral), 2 μm (depth) (x100)

冷却器	冷却方式	ヘリウム連続フロー (試料室は真空)
	温度領域	4 ~ 350 K

特徴

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

測定方法

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

超伝導磁石付希釈冷凍機

概要

希釈冷凍機とは、 ^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 ($-273\text{ }^{\circ}\text{C}$) 近くまで温度を下げられる機器である。この希釈冷凍機を超伝導磁石に組み込み、有機導体、半導体、超伝導体の極低温下における電子物性研究に用いられる。

設備紹介 (Kelvinox 400) **所内専用**

担当) 高山



メーカー：Oxford

型 式：Kelvinox 400

導入年度：平成 12 年度

(主な仕様)

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

特徴

- 全自動ガスハンドリングシステム (Kelvinox IGH) の採用により、冷却工程が自動化されている。
- 冷却には、液体ヘリウム 150 ℓ と液体窒素 100 ℓ 程度が必要。また 4、5日に一度、50 ℓ 程度の液体ヘリウムが必要。

備考

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



低温冷媒の供給施設

概要

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

設備紹介（明大寺地区極低温施設）

所内専用

担当）高山・浅田



(1) 液体ヘリウム関係

- (a) 液体ヘリウム自動供給装置 × 2
(うち 1 台はセルフ供給用)

(b) ヘリウム液化機

メーカー：Linde

型 式：L280

導入年度：平成 23 年度

(主な仕様)

液化率	187 ℓ /hr (純ガス、液体窒素使用時)
消費電力	3 kW

(c) 液化圧縮機

メーカー：Kaeser

型 式：DSDX302

(主な仕様)

消費電力	160 kW
------	--------

(d) その他

(主な仕様)

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

(2) 液体窒素関係

液体窒素自動供給装置 × 4

(うち 1 台は UVSOR 利用者専用)

特徴

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

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



(1) 液体ヘリウム関係

(a) 液体ヘリウム自動計量装置

(b) ヘリウム液化機

メーカー：Linde

型 式：TCF-20

導入年度：平成 16 年度

(主な仕様)

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

(c) 液化圧縮機

メーカー：Kaeser

型 式：OSD171

導入年度：平成 16 年度

(主な仕様)

消費電力	90 kW
------	-------

(d) その他

(主な仕様)

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

(2) 液体窒素関係

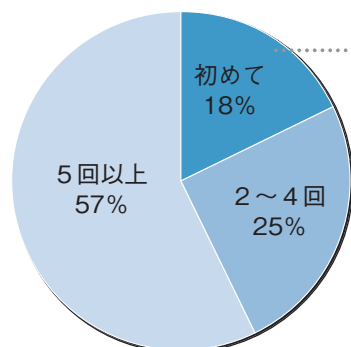
液体窒素自動供給装置 × 2

所外利用者アンケート報告

2019 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 60 件、配布数 93 件（回収率 65%）

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

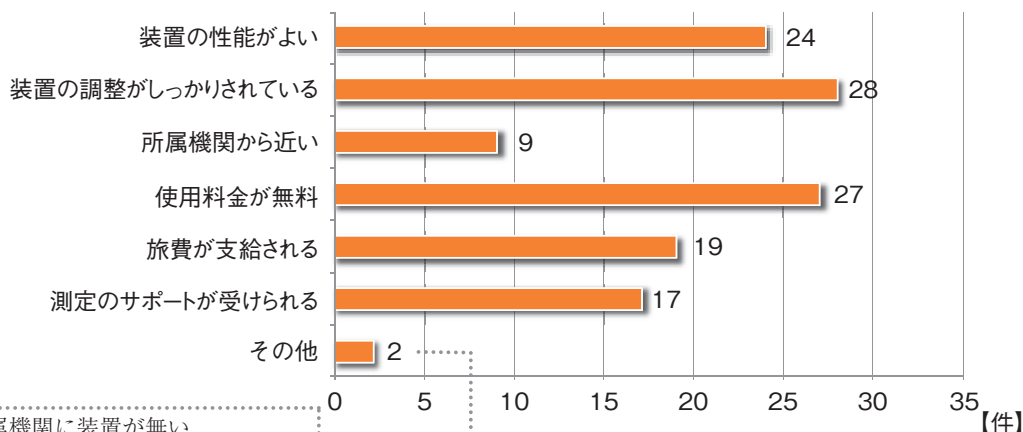


どこで知りましたか？

- 分子科学研究所または機器センターのホームページをみて（2件）
- ナノプラットフォームのホームページをみて（3件）
- 知人から聞いて（5件）
- その他（1件）

当該申請の審査委員をやっていたので知っていた

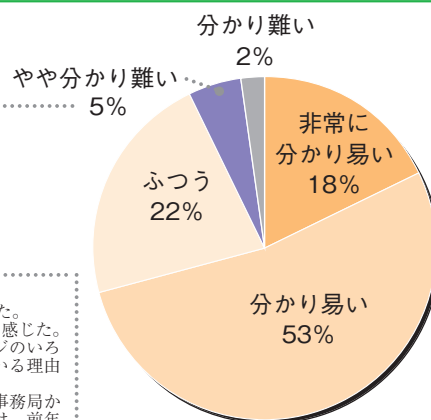
Q2. 当センターの施設利用を利用した理由を2つまで選んでください。



- 所属機関に装置が無い
- 極低温での測定が可能

Q3. 申請・事務手続きは分かり易かったですか？

- | | |
|----------|------|
| 非常に分かり易い | 11 件 |
| 分かり易い | 32 件 |
| ふつう | 13 件 |
| やや分かり難い | 3 件 |
| 分かり難い | 1 件 |

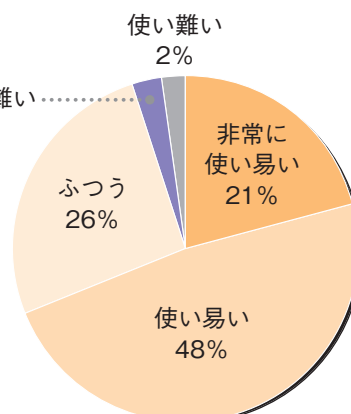


- 手続きの際、どこに何を送るのか。
- ホームページから目的の手続きをするためのページにたどり着けませんでした。
- 手続きするところが複数あり、どこを見れば良いのが少しくわかりにくい用を感じた。
- 旅費、ロジ予約、事前連絡などがばらばらに書かれていて、ホームページのいろいろなところをみないとわからない状態になっている。ばらばらになっている理由もなんとなくはわかるのですが。
- Web上で紛らわしい名称の申請が縦に並んでいて、どれが該当するものか事務局から申請の誤りの指摘を受けるまで分らなかった。特に年度末に近い時期は、前年度の申請と次年度の申請が混在しているので、ユーザーにとっては間違えやすいのでは？オンライン入力だと途中で保存ができず、最初から入力直しになるため、ワードファイルなどの申請書でダウンロード&アップロードの形式にしてはいかがでしょうか？

Q4. 予約システムは使い易かったですか？

・非常に使い易い	12 件
・使い易い	28 件
・ふつう	15 件
・やや使い難い	2 件
・使い難い	1 件
・利用しなかった	2 件

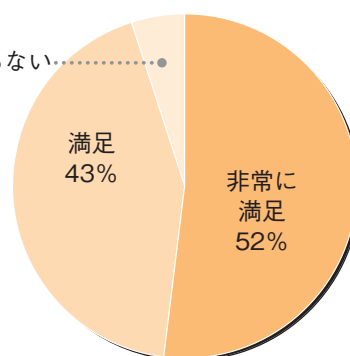
- ・システム自体はさほど問題ないが、今回の SQUID の予約の取り方（ルール）が分かりにくかった。つまり、メールで複数の装置担当者とやり取りした後、オンラインで予約を取るというのが最初は全体像が見えなかったため、意味が分からなかった。使ってみて、装置の管理体制等が分かったため、今は納得している。
- ・1ヶ月の予約状況を表示できないこと。3日使うのに1日ごとに予約しないといけない。



Q5. 寒剤（液体窒素・液体ヘリウム）の供給体制はどうでしたか？

・非常に満足	21 件
・満足	17 件
・どちらでもない	2 件
・やや不満	0 件
・不満	0 件
・利用しなかった	20 件

どちらでもない
5%

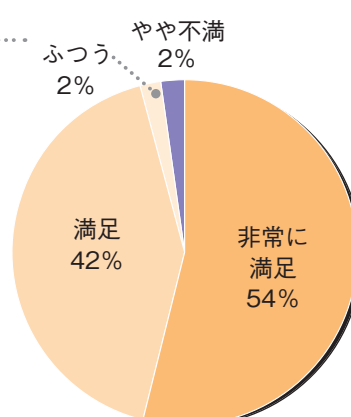


Q6. 共同利用機器の利用に満足できましたか？

・非常に満足	33 件
・満足	25 件
・ふつう	0 件
・やや不満	1 件
・不満	1 件
・利用しなかった	0 件

やや不満
2%

ふつう
2%

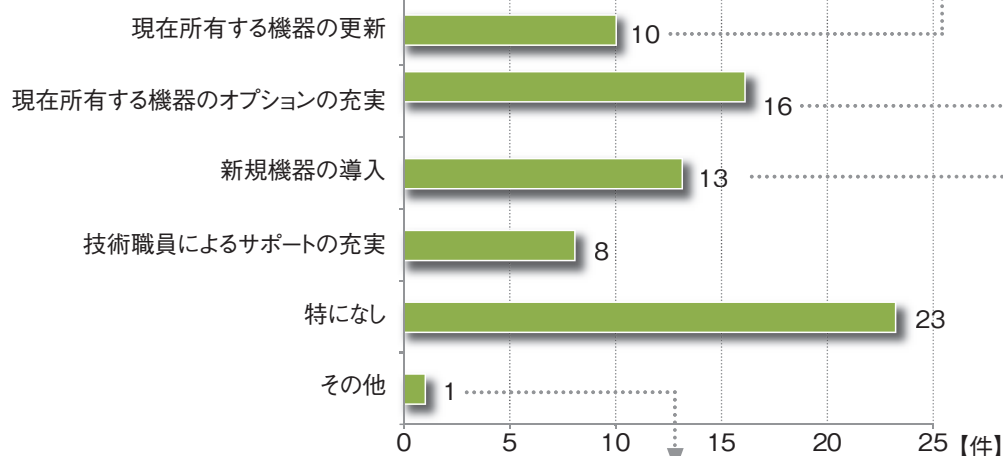


- ・【単結晶 X 線回折装置】微小結晶／ Rigaku HyPix-AFC せっかくカメラは性能の良いものを使用しているのに、光源がとても弱いのでカメラの良さを活かせていない点。
エックス線源が古く弱いため、ミクロンサイズの結晶では構造解析できない。

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

- ・【SQUID 型磁化測定装置】 Quantum Design MPMS-XL7 (2 件)
- ・【単結晶 X 線回折装置】 微小結晶 / Rigaku Hypix-AFC (2 件)
- ・【電子スピン共鳴装置】 Bruker EMX Plus
- ・【電子スピン共鳴装置】 Bruker E500
- ・【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680
- ・【単結晶 X 線回折装置】 Rigaku MERCURY CCD-1
- ・【単結晶 X 線回折装置】 Rigaku MERCURY CCD-2
- ・【SQUID 型磁化測定装置】 Quantum Design MPMS-7

- ・【電子スピン共鳴装置】 Bruker EMX Plus (2 件)
ラピッドパッセージユニット、円筒形キャビティ (TE₀₁₁ モード)
- ・【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 (2 件)
Q バンドパルス用マイクロ波増幅器 (アンプ)
- ・【SQUID 型磁化測定装置】 Quantum Design MPMS-XL7 (2 件)
iQuantum (0.5K までの測定)、無冷媒希釈冷却機
- ・【ピコ秒レーザー】 Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS (2 件)
発光測定検出器 ICCD カメラの導入、高温・低温測定
- ・【蛍光分光光度計】 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 (2 件)
高温・低温測定
- ・【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex (2 件)
ノッチフィルター
- ・【電子スピン共鳴装置】 Bruker E500
ゴニオメータ
- ・【SQUID 型磁化測定装置】 Quantum Design MPMS-7
- ・【単結晶 X 線回折装置】 Rigaku MERCURY CCD-1
加熱ガス吹付式高温装置
- ・【単結晶 X 線回折装置】 微小結晶 / Rigaku Hypix-AFC
Cu 線源の導入
- ・【粉末・薄膜 X 線回折装置】 Rigaku RINT-UltimaIII
300℃ 程度まで測定
- ・【熱分析装置】 Rigaku DSC8231/TG-DTA8122
ハーメチックパンの導入
- ・【核磁気共鳴装置】 JEOL JNM-ECA600
ソフトウェア (Delta) を最新のものに更新



- ・エックス線源を最新の強いものに更新してほしい。

- ・ Quantum Design 社 物理特性測定システム PPMS (7 件)
- ・ 単結晶 X 線回折装置 (3 件)
XtaLAB Synergy-R/DW、Cu 線源、Liquid METALJET D2 PLUS X-ray Source
- ・ メスバウアー分光装置 (高温、低温)
- ・ ナノインデント (Agilent Nano Indenter G200)
- ・ 動的粘弾性測定装置
- ・ 強誘電特性測定装置
- ・ 遊星ボールミル FRITSCH 社 PULVERISETTE7 premium line

Q8. その他ご要望やご意見がありましたら、自由にお書きください。

- ありがとうございます。
- 測定現場でのサポートも含め、素晴らしいと思います。6年かかってようやく自分の手でデータ所得に成功し、とても喜んでます。今後も引き続き利用したいと思っています。
- Bruker EMX plus を用いて、バイオ系サンプル（金属タンパク質）の EPR を 2020 年 1 月に測定する予定であったが、測定対象範囲 (3000-4000G) で、バックグラウンドが非常に大きく、サンプルのシグナルと重なってしまったため、結局 Bruker E500 で測定することにした。もし、EMX plus 装置の状態（キャビティーの掃除？）を改善できるのであれば、改善してもらえると、助かります。また、今後より高度な測定をするかもしれないので（parallel mode や 500-1000G 程度の $S=3/2$ 由来の微弱なシグナル）サポート体制+ご指導など、が充実していると助かります。（現場での学生の教育もしたいので）
- 緊急事態宣言がでるような状況になると、測定に伺うことができません。寒剤の有効利用等も考え、試料を送れば測定していただけるようなシステムの構築は難しいでしょうか。
- いつも非常に満足しております。分子研には他の大学には無い物を導入していただけると幸いで、X 線の He 温度までの測定装置はこれに当たります。SQUID の 0.5 K までの測定も簡単には利用できないので、導入いただければ大変ありがたいです。
- 大変お世話になりました。また試料を準備しておりますので、コロナウィルスの関係が収まったら、またお邪魔させていただきます。よろしくお願いします。
- 貴所のご支援に感謝申し上げます。南実験棟の控室環境が悪くなってきているように思います。流しの臭い、つまりだけでなく流し下戸棚の無数のゴキブリの死骸などです。機器センターのスタッフの方々の責任ではなく利用者のモラルの低下が原因です。再度利用者に利用の心得を促していただきたく存じます。近年益々食事をとることが困難になって来ております。女子学生を同行させることも多く収益性の問題は残りますが、特に夜間安全性の観点から食事が摂れる環境があればと思います。ご検討いただけますと幸甚です。
- いつも岡野様、藤原様を始めとする分子研の方々には大変お世話になり、感謝しています。しかしながら、Q6 で書いた様に、単結晶 X 線回折装置 (Hypix-AFC) のカメラは良いのに、光源が弱くて以前から残念に思っています。最近の単結晶 X 線回折装置は、封入管タイプの光源でも良いものも出ていますと聞きますし、Q7 で記載したブルカー社の光源は非常に強く、また格子体積の大きい結晶も測定及び解析ができると聞いております。単結晶 X 線回折装置をぜひ充実させていただけますと幸いです。
- いつも親切丁寧にご指導いただき、感謝してます。これからも変わりなく、よろしくお願いいたします。
- 特にありません。サービスに感謝しております。
- 大変お世話になっており、ありがとうございます。引き続き、どうぞよろしくお願い致します。
- いつも、丁寧にメンテナンスされている装置を使用させて頂き感謝しております。今後も、このような機会を継続して頂きたいと思っております。
- いつもお世話になり、大変ありがとうございます。

- いつもありがとうございます。
- SQUID が去年頃から利用者が結構増えたのでマシンタイム予約や利用時間が以前よりも制限される状況になっていると思っています。各大学ともかつてのように概算要求で研究用装置を更新・新規導入することが最近難しくなっている事情も背景としてあると思いますが、その代わりとしてせめて分子研などの共用施設で更新や新規導入し装置利用の機会をもっと増やしてもらうことを研究者として期待しています。それからこれは分子研にお願いすることではないかもしれませんが、以前に分子研から比較的近いところにローソンがあったのに少し前に閉店してしまいました。駅前のファミリーマートまで行けばよいといえばその通りですが、やはり坂の上に1件あれば、雨の日や夜などありがたいところです。
- 2018～2019年度の【電子スピン共鳴装置】BrukerE680 オプションのOPOレーザーの改良により、パワーが長時間一定に維持されるようになった。そのため、TR-ESR測定で精度や信頼度の高い結果に繋がり、また、夜間測定も実質的に可能となったため、施設利用期間中、有意義に時間を過ごしやすくなった点で恩恵を受けた。
- 昨年度は機器センターの改修工事が実施されましたが、一時的に引っ越しされたESR・SQUID等が実験室内に適切に配置されていたのを見て、感動しました。一般的に、新築工事・改修工事終了直後は、揮発性有機化合物の匂いが強いと思いますが、機器センター改修工事後は、室内環境が良好な状態になっていればと思います。
- 機器のメンテナンスもしっかりされており、技術職員の方の知識も豊富で、いつも有意義な議論をさせていただきたいへん助かっております。今後とも変わらぬご支援を賜りますようよろしくお願いいたします。
- いつも大変お世話になっており、感謝しております。新しく導入されたオペランド多目的X線回折装置も早速利用させていただき、今後の温度変化測定を楽しみにしているところです。今後ともどうぞよろしくお願い致します。
- 技術職員、事務職員の方々にサポートしてもらい感謝しております。今後ともどうぞよろしくお願いいたします。
- 技術職員の方も親切でとてもありがたいです
- サポートも機器も充実しており、研究の進展に大いに役立ちました。今後も、このようなシステムを是非活用したいと考えております。
- 質の高い測定実施可能な体制の整備に感謝致します。
- Bruker EMX plus ESR装置を使用して、これまで行われたことのない電界印可ESR実験を目的として、前年度の11月より施設利用させていただいている。機器センターに設置されていた電界印可用のソースメータが使用でき、それを用いた測定系のセットアップについて、分子研の中村敏和、浅田瑞枝、藤原基靖の各氏のご協力をいただき測定が実現できている。またEMX plusの使用法については、藤原基靖、伊木志成子の両氏にご教示いただいている。これらのサポートに感謝します。
- 多様な装置が揃っているだけでなく、スタッフの親切なサポートもありいつもとても助かります。今後ともよろしくお願いいたします。
- 広報がもっとあれば使用者も増えるかなと思いました。

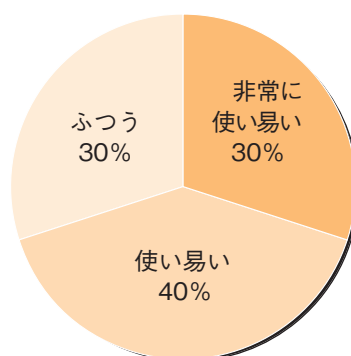
所内利用者アンケート報告

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

回答数 14 件、配布数 31 件（回収率 45%）

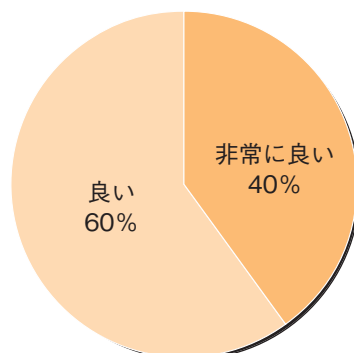
Q1. 予約システムは使い易かったですか？

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



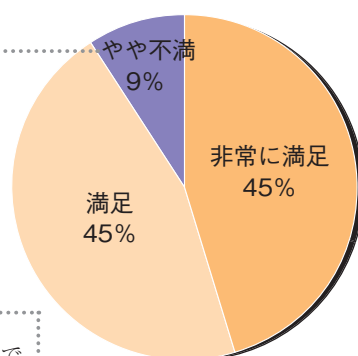
Q2. 寒剤（液体窒素・液体ヘリウム）の供給体制はどうでしたか？

・非常に良い	4 件
・良い	6 件
・ふつう	0 件
・あまり良くない	0 件
・良くない	0 件
・使用しなかった	4 件



Q3. 共同利用機器の利用に満足できましたか？

・非常に満足	5 件
・満足	5 件
・ふつう	0 件
・やや不満	1 件
・不満	0 件
・利用しなかった	3 件

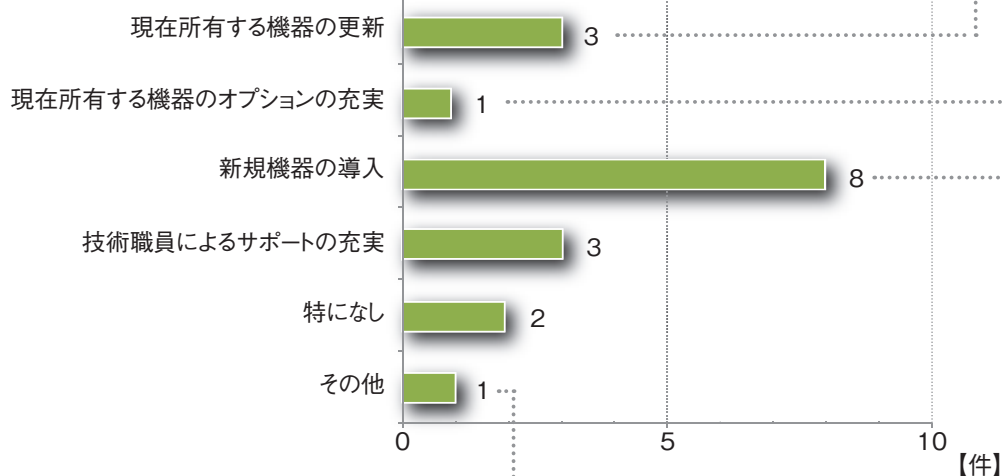


・【核磁気共鳴装置】JEOL JNM-ECS400（所内専用）
データの取り出しをサーバー経由でできるようにしてほしいです（SD カードが面倒）

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

- 【円二色性分散計】JASCO J-720WI (2件)
- 【SQUID 型磁化測定装置】Quantum Design MPMS-7
- 【SQUID 型磁化測定装置】Quantum Design MPMS-XL7
制御 PC の OS を Windows 7 から Windows 10 にアップデート

- 【核磁気共鳴装置】Bruker AVANCE800
分光器の更新 AVANCE → AVANCEIII



- ESR を一台山手キャンパスに移設してほしいです

- MicroED 用電子顕微鏡 (5件)
- 固体用 CD 装置
- 円偏光発光(CPL) 測定装置
- 旋光度測定装置
- 大気中光電子分光装置 AC-3 理研計器
- Nanotemper Monolith NT. 115
- 原子層堆積装置(例:サムコ)
- イオンミリング装置
- 卓上電磁石(例:GMW)

Q5. その他ご要望やご意見がありましたら、自由にお書きください。

- ごく最近、発光性有機ラジカルのキラルな結晶を作成することに成功し、そのサンプルの評価のために固体 CD および MCD 測定を行いたいと考えております。山手 4 号館にある円二色性分散計は固体測定を行うためのセットアップが整っておらず、また固体測定で問題となる直線二色性 (LD) の有無を判断できません。日本分光の最新機種である J-1500 は LD を同時検出できる機能を有し、測定波長範囲も従来のものから大きく広がられます。近年、円偏光発光 (CPL) など、キラルな物質の示す物性や機能は大きな注目を集めており、キラル物質の性質を調べる最新の CD 装置や CPL 装置が導入されれば、所内外の多くの研究者に利用されると期待されます。ぜひ導入の検討をお願いいたします。
- MicroED は現有の古い TEM の改造では苦しい（無理がある）と思われます。しかし高価なものであり、便利そうな新技術であることは自明であるものの、具体的に何を測定するのか、それによってどのような分子科学研究の新生面が切り拓くのか「ずばり」とした焦点を当てるところまでは至っていないように思います。導入のチャンスを見逃さないアンテナを張りつつ、MicroED に関心の高いグループからの具体的な利用実態、使用実態の提示を見定める、という感じでしょうか？

中心対称性を持たない有機無機ハイブリッド磁性体の磁気弾性効果

広島大学大学院先進理工系科学研究科 土屋 直人、石貫 達也、井上 克也

研究の背景

磁場と磁化、電場と電気分極、応力場と歪みの関係に履歴現象が生じるとき、それぞれ、強制的秩序の強磁性、強誘電性、強弾性状態であるという。これら3種の強制的秩序のうち、2つ以上を同時に持つ物質は強秩序間に交差相関を持つことから興味もたれる^[1-2]。これらの物質はのちにマルチフェロイクスと名付けられた^[3]。このような物質では、ある物理量をそれとは非共役な外場による制御が可能となる。例えば、磁化（電気分極）を外部電場（外部磁場）によって制御できるようになる（電気磁気効果）。そのため、マルチフェロイクス研究は物性物理と新しい機能性材料の観点から関心を集めている。この研究分野は、ペロブスカイト型無機化合物における電気磁気効果の報告^[4]を契機として、強磁性－強誘電性秩序の結合に関して多数報告されている。一方、強磁性－強弾性秩序の結合（磁気弾性効果）は理論・実験含めほとんど研究がなされていないのが現状である。

筆者らの研究グループでは、ペロブスカイト型構造をもつ有機無機複合化合物 A_2TX_4 (A : アルキルアンモニウム、 T : 遷移金属、 X : ハロゲン)^[5]を用いた物性研究を行ってきた^[6-8]。近年、数種類の化合物で磁気弾性効果を示唆する内容が得られている。本稿では代表として $(C_6H_5C_2H_4NH_3)_2Fe^{II}Cl_4$ ^[8] についてこれまでに得られた結果を以下に紹介する。

合成・結晶構造

2-フェニルエチルアミン二塩酸塩と塩化鉄(II) 四水和物および少量の酸化防止剤^[9]を加え、さらに窒素雰囲気にして加熱したエタノールに溶解させた。数日間放置することで3-5

mm程度の大きさをもつ単結晶が得られた。単結晶X線構造解析を行ったところ、300 Kでは直方晶 $Pbca$ であった。次に示差走査熱量測定を行い、相転移の有無を評価した。その結果、345 Kと433 Kのところに構造相転移を示唆する、吸熱（発熱）ピークが観測された。構造解析を行い、高温側のピークは、正方晶 $I4/mmm$ から直方晶 $Bbcm$ であり、低温側のピークは $Bbcm$ から直方晶 $Pbca$ への構造相転移に対応していることが明らかとなった（図1）。

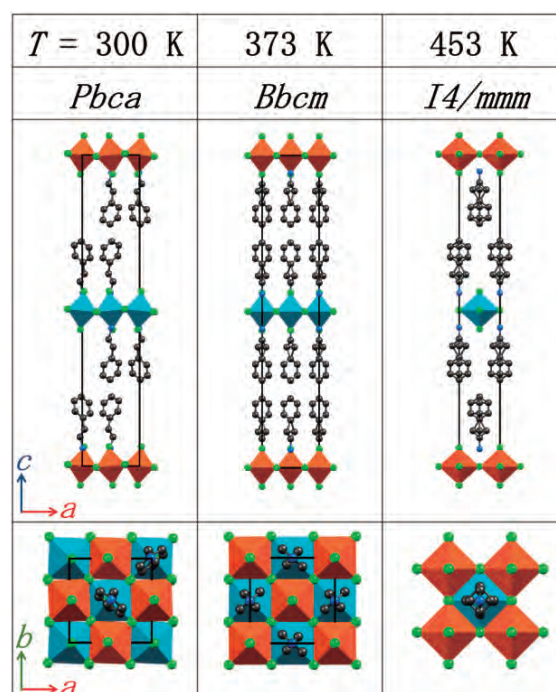


図1 $(C_6H_5C_2H_4NH_3)_2Fe^{II}Cl_4$ の結晶構造

物性

正方晶から直方晶への晶系の変化を伴う構造相転移は、強弾性相転移であるため^[10]、 $Bbcm$ 相は強弾性相となる。また、晶系の変化がない $Pbca$ 相も強弾性相である。強弾性相転移に伴い形成される、結晶学的に配向が異なるドメイン構造は偏光顕微鏡により観察することができ

るため、温度変化偏光顕微鏡観察を行った。クロスニコル下において c 軸方向から単結晶を観察した。光を透過する方向に結晶を配置した状態で昇温させた結果、直方晶から正方晶への構造相転移により消光の様子が観測された。その後、降温させると強弾性マルチドメイン状態となることが明らかとなった。また、この状態は室温に戻した後でも維持していた (図 2a)。一方、強弾性マルチドメイン結晶の a 軸または b 軸方向から圧縮応力を印加した状態で加熱・冷却操作を行った場合では、シングルドメイン状態であった (図 2b)。単結晶 X 線構造解析の結果、印加した方向が短軸である a 軸、その垂直方向が長軸である b 軸となっていた。以上の結果より、この化合物では a 軸と b 軸を応力により変換可能である強弾性体であることが明らかとなった。

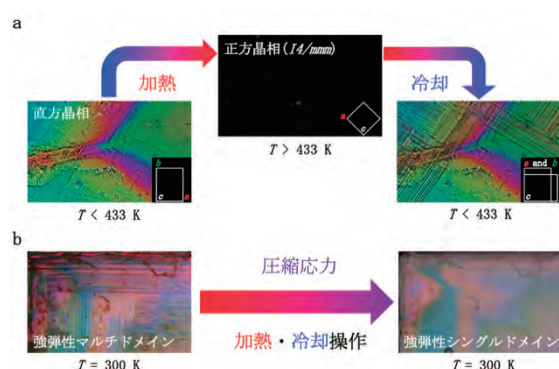


図2 偏光顕微鏡観察

a. 温度依存性、b. 強弾性ドメイン構造の制御

次に、SQUID 磁束計を用いて各軸の磁気測定を行った。磁化の温度依存性測定の結果、98 K 以下で異方性が観測された (図 3)。そのため、磁気転移点温度は 98 K であることが明らかとなった。転移点温度以下の挙動を見ると、 a 軸方向での磁化の立ち上がりは b 軸と c 軸方向の場合に比べ大きかった。また、25 K での磁化の磁場依存性では、 a 軸に平行に磁場を印加したときのみ残留磁化 $0.0361 \mu_B$ 、保磁力 5000 Oe の磁気ヒステリシスが観測された (図 4)。

以上の結果より、この化合物は a 軸方向に自発磁化を示す傾角反強磁性体であることが判明した。傾角反強磁性体でヒステリシスが正・負磁場にあることはないため、このヒステリシスは明らかに異常である。この化合物では、強弾性相への構造相転移の際、隣接する Fe(II) イオン間の中心対称性が失われる。これにより 2 つの磁気スピン間に交換相互作用に加え、スピン間の角度を 90 度に近づけようとするジャロシンスキー・守谷相互作用 (DM 相互作用) ^[11-12] が働く。この化合物では、DM ベクトルが c 軸対して交互に配向している。2 つの相互作用の競合により、傾角反強磁性が発現したと考えられる ^[13]。

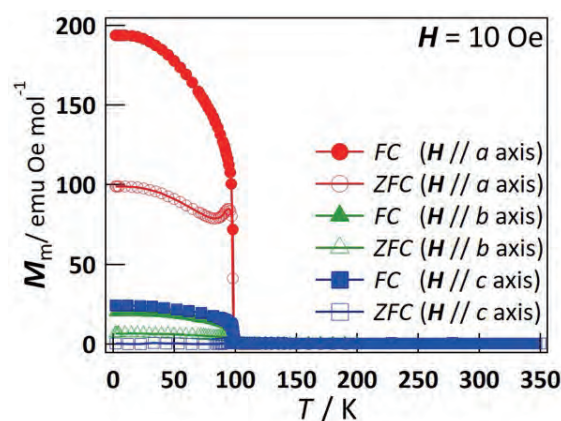


図3 磁化の温度依存性 ($H = 10$ Oe)

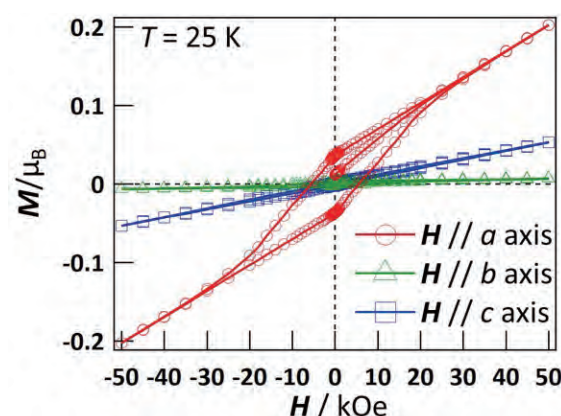


図4 磁化の磁場依存性 ($T = 25$ K)

これまでに、この化合物は強弾性と傾角反強磁性を示す化合物であることが判明したことが

ら、相関物性を検討するべく結晶配向の制御による磁気挙動の制御に試みた。まず初めに、作成したばかりの強弾性シングルドメイン結晶に対し、 a 軸と平行に外部磁場を印加したときの磁化の磁場依存性測定を行った。次に結晶を取り出した後、圧縮応力および加熱・冷却操作により、配向を入れ替えた。操作後の結晶において、シングルドメイン結晶と同一方向から磁場印加した場合で同様の測定を行った。この結果、応力印加前には観測されていた磁気ヒステリシスが応力印加後の結晶では観測されなかった(図5)。したがって、この化合物では、圧縮応力、加熱・冷却操作により結晶軸の変換とともに磁気異方性も変化することが明らかとなった。

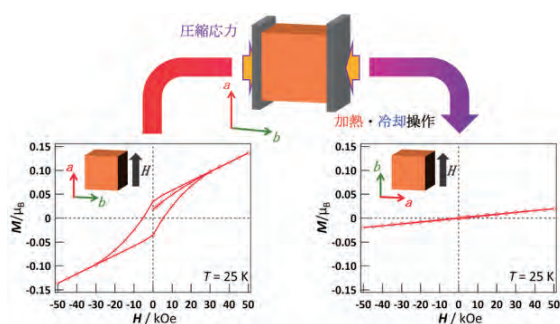


図5 磁化曲線の応力制御
(左: 応力・加熱操作前の結晶、右: 操作後の結晶)

まとめ

本研究は、磁気弾性効果の可能性を考慮し研究を実施した。その結果 $(\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_2\text{H}_4\text{NH}_3)_2\text{Fe}^{\text{II}}\text{Cl}_4$ では、強弾性と傾角反強磁性を示すことおよび、圧縮応力により磁気異方性を制御できることが明らかとなった。得られる知見を活かし、さらなる機能を付加した物質の開拓を行っていきたい。最後に、本研究を実施する上で機器センターの技術職員の皆様には測定方法の相談や装置のセッティングに対応していただくなど大変お世話になりました。この場を借りて深く感謝申し上げます。

参考文献

[1] C. N. R. Rao, K. Rao, *J. Solid State*

Chemistry: Compounds; (Eds.: P. Day, A. K. Cheetham), Oxford University Press, Oxford, 1992, pp. 281–284.

[2] N. A. Hill, *J. Phys. Chem. B*, **104**, 6694 (2000).

[3] H. Schmid, *Ferroelectrics*, **162**, 317 (1994).

[4] T. Kimura, T. Goto, H. Shintani, K. Ishizuka, T. Arima and Y. Tokuya, *Nature*, **426**, 55 (2003).

[5] T. Suzuki, M. Yoshizawa, T. Goto, T. Yamakami, M. Takahashi, T. Fujimura, *J. Phys. Soc. Jpn.*, **52**, 1669 (1983).

[6] J. Han, S. Nishihara, K. Inoue, and M. Kurmoo, *Inorg. Chem.*, **53**, 2068 (2014).

[7] J. Han, S. Nishihara, K. Inoue, and M. Kurmoo, *Inorg. Chem.*, **54**, 2866 (2015).

[8] Y. Nakayama, S. Nishihara, K. Inoue, T. Suzuki, and M. Kurmoo, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **56**, 9367 (2017).

[9] L (+) - アスコルビン酸

[10] K. Aizu, *J. Phys. Soc. Jpn.*, **27**, 387 (1969); K. Aizu, *Phys. Rev. B*, **2**, 754 (1970).

[11] I. E. Dzyaloshinskii, *J. Phys. Chem. Solids*, **4**, 241 (1958).

[12] T. Moriya, *Phys. Rev.*, **120**, 91 (1960).

[13] J. Kishine, K. Inoue, Y. Yoshida, *Prog. Theor. Phys. Supp.*, **159**, 82 (2005).

安定有機ラジカルを基とする発光・磁気機能開拓

分子科学研究所 草本哲郎

1. はじめに

ラジカルは不対電子を有する開殻電子系分子であり、一般に高い化学反応性を示す化学種(不安定化学種)として知られている。これまでにラジカルの高反応性を利用した有機合成反応が様々に開発されてきた。一方で、室温、大気中でも安定に存在できるラジカル=安定ラジカルは、不対電子に基づき様々な物理物性を示す機能性分子材料として注目を集めている。これまでに、金属伝導性 [1]、超伝導 [2]、強磁性 [3]、量子スピン液体 [4] など、ユニークな電気・磁気物性を示すラジカルが様々に開発されてきた。

我々のグループでは、これらの固体物性に加え、ラジカルの発光機能に着目した研究を進めている。通常の閉殻分子は、 S_1 から S_0 の蛍光あるいは T_1 から S_0 のへのりん光を示す(図1) [5]。蛍光では S_1 から T_1 への項間交差を抑制することで発光効率が向上する。他方、二重項基底状態を有するラジカルでは、 D_1 から D_0 への蛍光が期待できる。ここで、 D_1 と D_0 の間にスピン多重度の異なる他の励起状態が無い点が、閉殻分子との大きな違いとなる。この違いが、ラジカルならではの光特性(例えば電界発光における高効率な電子→光子変換や重原子効果が見られない等)を生み出す源になると考えられる。しかしながら、ラジカルの発光機能は

理解が十分には進んでいない。その理由は○一般にラジカルは非発光性物質である、あるいは○励起状態で分解する、という点にある。本稿では、我々が開発した高光安定な発光ラジカル PyBTM の機能について説明した後、PyBTM 類縁体が示す発光・磁気機能を紹介する。

2. 光安定な発光性ラジカル PyBTM

ポリクロトリフェニルメチルラジカルは発光を示す珍しいラジカルであるが、光照射により共に急速に分解するという問題があった[6]。我々は高い光耐久性と発光特性を兼ね備えた安定ラジカルの創製を目指し、ピリジル基を有するポリクロトリフェニルメチルラジカルである PyBTM ((3,5-ジクロロ-4-ピリジル)ビス(2,4,6-トリクロロフェニル)メチルラジカル) [7] を開発した(図2)。PyBTM は室温・大気下において極めて高い化学安定性を示す。PyBTM の中心の炭素原子は sp^2 性を有し、6つの塩素原子により立体的に保護されているという構造的特徴がある。スピン密度は中心炭素原子上のみならず、3つの芳香環上にまで非局在している。PyBTM のジクロロメタン溶液は、 $\lambda = 585 \text{ nm}$ を極大とする蛍光を示し、その発

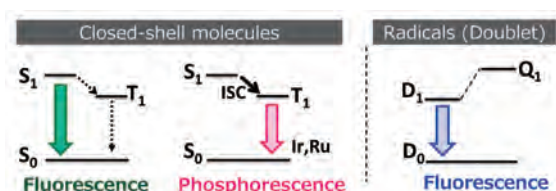


図1 閉殻分子およびモノラジカルの発光過程。
 S_0 : 基底一重項、 S_1 : 最低励起一重項、 T_1 : 最低励起三重項、ISC: 項間交差、 D_0 : 基底二重項、 D_1 : 最低励起二重項、 Q_1 : 最低励起四重項

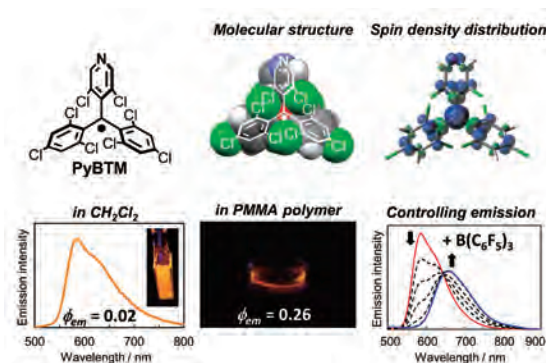


図2 PyBTM の化学構造式および分子構造、スピン密度分布、ジクロロメタン中およびPMMA 中での発光の様子、 $B(C_6F_5)_3$ による発光制御。

光量子収率(ϕ_{em})および寿命は0.022および6.4 nsである。PyBTMをPMMA膜中にドーブすると試料の ϕ_{em} は0.26まで向上する。またPyBTMの窒素原子に基づく酸応答性および金属イオンへの配位能を利用して、プロトン、ルイス酸、金属イオン等の化学刺激によりPyBTMの発光特性を制御することが可能である[8]。PyBTMの特筆すべき特徴はその光安定性にある。図3に示すように、PyBTMと既報の発光ラジカルであるTTM(tris(2,4,6-trichlorophenyl)methyl radical)のアセトン溶液に紫外光を照射し続けたところ、TTMの溶液はラジカルの光分解により発光性を失ってしまうが、PyBTMの溶液は光り続けることが分かった。より定量的に、両者の半減期を見積もったところ、PyBTMはTTMよりも100倍以上半減期が長い、すなわち高い光安定性を有していることが明らかとなった。PyBTMは、その高い光安定性に基づき二重項あるいは多重項に基づく発光機能の開拓を可能とする有力物質である。

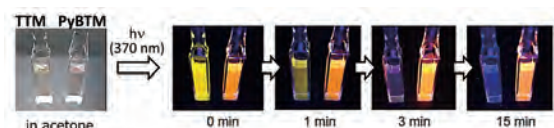


図3 PyBTMとTTMのアセトン溶液に紫外光を照射し続けた際の発光の様子。

3. 発光ラジカルをドーブした結晶における magnetoluminescence の実現

スピンと発光の協奏に基づく機能の開拓は、閉殻分子では実現困難な物性の創出につながるため重要である。しかしながらこれまでこのような機能は実現されてこなかった。我々は非発光性閉殻分子である *aH*-PyBTM の結晶中にPyBTMをドーブした試料を作製し、ドーブ量を変えることで発光特性がどのように変化するかを調べた(図4)[9]。その結果、0.05wt%ドーブ量の結晶試料は、孤立したラジカルに由来する発光を示し、 ϕ_{em} が0.89と驚異的に高いこ

とを明らかにした。さらに10wt%ドーブ量の結晶試料では、孤立したラジカルに由来する発光帯に加えエキシマーに由来する発光帯が観測された(図4a緑点線)。また4.2 Kにおいて、これらの二つの発光帯の強度比が磁場印加により変化する(=発光スペクトルの形状が大きく変化する)事を見出した(図4c)。これはラジカルの発光の磁場効果(magnetoluminescence)の初観測である。発光スペクトル測定に加えて、発光寿命測定、ODMR測定、および量子力学シミュレーションなどを進め、magnetoluminescence挙動のメカニズムを検討した。その結果、ラジカル二量体のスピン状態が、基底状態および励起状態の両方において磁場変調を受けることが、本現象発現の鍵要因であることを突き止めた[10]。このように、ラジカルにおけるスピンと発光が協奏した物性を初めて実現することができた。

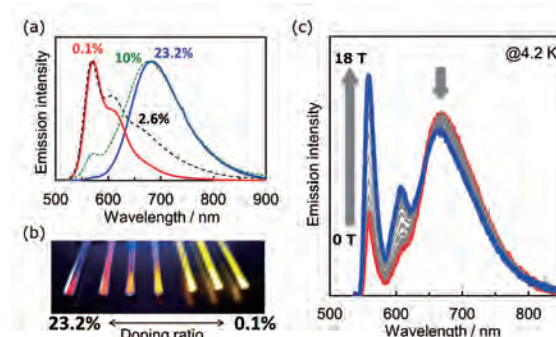


図4 PyBTMをドーブした結晶の(a)発光スペクトルおよび(b)発光の様子。(c)10wt%ドーブ量の試料の4.2 Kにおける発光スペクトルの磁場依存性。

4. ピリジル基を2個有する発光性ラジカル bisPyTM

ピリジル基を二つ有するラジカル bisPyTMを合成し、化学的および物理的特性を様々に調べた(図5)。その結果、PyBTMに比べ長波長の蛍光を示すこと(ジクロロメタン中における発光極大波長は650 nm)、また77 Kにおいて固体発光を示すことを見出した[11]。注目すべきはその光安定性であり、bisPyTMは

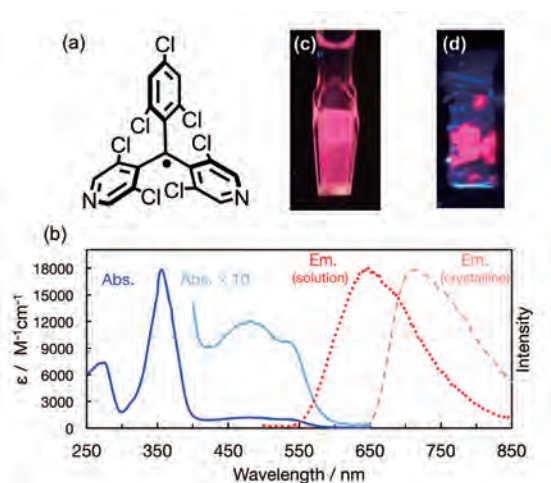


図5 bisPyTM の (a) 化学構造式、(b) ジクロロメタン中における吸収（青、水色）および発光スペクトル（赤）、ならびに 77 K における微結晶試料の発光スペクトル（ピンク）。(c) ジクロロメタン溶液ならびに (d) 77 K における微結晶試料の発光の様子。

PyBTM よりも高い光安定性を有するのみならず、光安定性の物差しとして知られる TIPS-ペンタセンよりも高いことがわかった。加えて、密度汎関数理論および振電相互作用密度解析により、bisPyTM や PyBTM の輻射および無輻射失活の相対的な速度を理論的に見積もることが可能であることを明らかにした。

bisPyTM は二つの窒素原子を有することから、金属イオンとの錯形成反応により一次元鎖

構造、すなわち PyBTM からなる金属錯体よりも高次元構造を有する金属錯体を構築できる。我々は bisPyTM と $\text{Cu}^{\text{II}}(\text{hfac})_2$ (hfac = hexafluoroacetylacetonato) との錯形成反応により、一次元鎖構造を有するラジカル-銅金属錯体を合成した [12]。単結晶 X 線構造解析を用いて一次元鎖錯体の構造の温度依存性を詳細に調べた結果、銅イオン回りの Jahn-Teller 歪みが温度に依存して変化する（特定の銅-配位原子間の距離が温度に依存して大きく変化する）ことを見出した（図 6）。興味深いことに、温度を下げていくと、120 K 付近を境に、銅イオンの Jahn-Teller 軸の配向方向が、銅-窒素結合方向から銅-酸素結合方向へと変化する。本錯体では、銅イオンは $3d_{x^2-y^2}$ 軌道に不対電子を有しているが、上記の Jahn-Teller 軸の配向変化は、この $3d_{x^2-y^2}$ 軌道の配向変化を通して、錯体の磁気特性に変調を与えると予想できる。そこで ESR および SQUID を用いて本錯体の磁気特性の温度依存性を調べた。その結果、100 K 付近において、Jahn-Teller 軸の配向変化に対応すると考えられる明瞭な anomaly が観測され、100 K 以下の低温領域では、銅イオンとラジカルのスピン間に働く強磁性相互作用 ($J/k_B = 46$ K) が高温領域のそれ ($J/k_B = 11$ K)

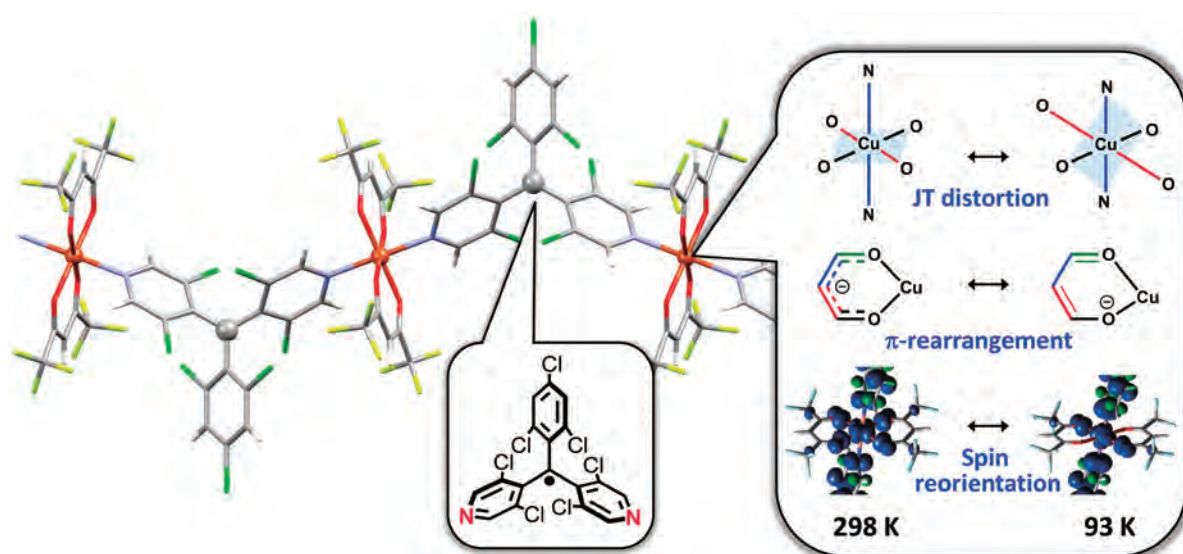


図6. bisPyTM と銅イオンからなる一次元鎖錯体の構造と 298 および 93 K における構造および電子状態。

よりも増大することを見出した。この交換相互作用の変化は、電子状態計算からも支持された。これらの結果から、本錯体は、銅イオンの Jahn-Teller 歪み・配位子の π 共役・磁気特性が協奏したユニークな物性を示す物質であることを明らかにした。

5. まとめ

本稿では、ラジカルの発光・磁気機能に関する我々の最近の研究成果をまとめた。開殻電子状態ならではの発光機能を創出する研究は、まだまだ黎明期にあり、新物質開発が研究発展の鍵となることは間違いない。新物質の同定、さらに、新たに発見した機能およびその機構を解明するためには、機器センターが所有する装置が欠かせない。実際に我々が今進めている研究においても、機器センターの装置（例えば NMR、質量分析装置、ESR、SQUID、単結晶 X 線回折装置、円二色性スペクトル測定装置等）の利用無しでは進めることができず、機器センターのありがたさを日々感じながら実験を進めている。多様多彩な装置を維持・管理し、ユーザーに適切な実験環境を提供して下さっている機器センターの皆さまに厚く御礼申し上げますとともに、今後も継続的な機器更新や新規設備導入をお願いいたします。本稿で紹介した研究は、東京大学大学院理学系研究科化学専攻の西原研究室にて進めたものである。西原寛教授、研究を進めてくれた学生の皆さま、共同研究者の皆さまにこの場を借りて御礼申し上げ、本稿の結びといたします。

参考文献

1. A. J. Epstein, S. Etemad, A. F. Garito, A. J. Heeger, *Phys. Rev. B* **1972**, 5, 952-977.
2. D. Jerome, A. Mazaud, M. Ribault, K. Bechgaard, *J. Phys. Lett.* **1980**, 41, 95-98.
3. M. Tamura, Y. Nakazawa, D. Shiomi, K. Nozawa, Y. Hosokoshi, M. Ishikawa, M.

Takahashi, M. Kinoshita, *Chem. Phys. Lett.* **1991**, 186, 401-404.

4. Y. Shimizu, K. Miyagawa, K. Kanoda, M. Maesato, G. Saito, *Phys. Rev. Lett.* **2001**, 91, 1007001.
5. ここでは簡単のため、分子は Kasha 則に従い最低励起状態から発光するとし、また遅延蛍光などは考慮しないこととする。
6. M. A. Fox, E. Gaillard, C. chung Chen, *J. Am. Chem. Soc.* **1987**, 109, 7088-7094.
7. Y. Hattori, T. Kusamoto, H. Nishihara, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2014**, 53, 11845-11848.
8. T. Kusamoto, S. Kimura, Y. Ogino, C. Ohde, H. Nishihara, *Chem. Eur. J.* **2016**, 22, 17725-17733.
9. S. Kimura, T. Kusamoto, S. Kimura, K. Kato, Y. Teki, H. Nishihara, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2018**, 57, 12711-12715.
10. K. Kato, S. Kimura, T. Kusamoto*, H. Nishihara, and Y. Teki. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2019**, 58, 2606-2611.
11. S. Kimura, A. Tanushi, T. Kusamoto, S. Kochi, T. Sato, H. Nishihara, *Chem. Sci.* **2018**, 9, 1996-2007.
12. S. Kimura, H. Uchida, T. Kusamoto, and H. Nishihara, *Dalton Trans.* **2019**, 48, 7090-7093.

令和元年度共同利用採択課題一覧

課題 番号 (S-19-MS-)	申請 区分	所 属	職 名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1001	通年	日本大学生物資源科学部	准教授	高野 英晃	バクテリア光センサータンパク質群の機能解析	【熱分析装置】MicroCal iTC ₂₀₀
1002	通年	埼玉大学大学院理工学研究科	助教	長嶋 宏樹	パルス EPR を用いた一重項分裂により生じる五重項状態の構造に関する研究	【電子スピン共鳴装置】Bruker E680
1003	通年	豊橋技術科学大学 応用化学・生命工学系	助手	藤沢 郁英	X 線結晶構造解析による新規合成有機化合物の構造決定	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC
1004	通年	愛知工業大学 工学部 応用化学科	大学教員 (准教授)	梶田 裕二	常温常圧での人工窒素固定を目指した新規窒素錯体の合成と電子的性質	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】 【核磁気共鳴装置】(NMR) JEOL JNM-ECA600
1005	通年	高知大学教育研究部総合科学系複合領域科学部門	教授	上田 忠治	新規金属導入ポリオキソメタレート錯体の酸化還元反応メカニズムの定量的解析	【電子スピン共鳴装置】 【核磁気共鳴装置】(NMR) JEOL JNM-ECA600
1006	通年	愛知教育大学教育学部	准教授	日野 和之	ラマン分光法による有機結晶のドミノ転移の分子ダイナミクスの研究	【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
1007	通年	愛知教育大学教育学部	准教授	日野 和之	新しいメソ多孔性炭素の開発	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F 【熱分析装置】MicroCal VP-DSC 【熱分析装置】MicroCal iTC ₂₀₀ 【熱分析装置】Rigaku DSC8231/TG-DTA8122
1008	通年	岐阜大学教育学部理科教育講座(化学)	助教	萩原 宏明	1,2,3- トリアゾール含有シッフ塩基配位子を用いた金属錯体の結晶構造と磁気的性質の解明	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【SQUID 型磁化測定装置】 【熱分析装置】Rigaku DSC8231/TG-DTA8122 【オペランド多目的 X 線回折装置】Panalytical Empyrean
1009	通年	名古屋工業大学大学院物理工学専攻	教授	濱中 泰	多元化合物半導体ナノ粒子の光学特性および構造評価	【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex 【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【紫外・可視・近赤外分光光度計】Shimadzu UV-3600Plus 【ピコ秒レーザー】Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1010	通年	東京理科大学理理学部第二部	教授	秋津 貴城	アソベンゼン含有磁性錯体へ光渦 UV 照射による超分子らせん分子配向誘起の CD 測定	【円二色性分散計】JASCO J-720WI 分散 【オペランド多目的 X 線回折装置】Panalytical Empyrean
1011	通年	金沢大学国際基幹教育院	助教	三橋 了爾	非共有結合性相互作用を用いた金属錯体の配位構造制御と磁気的性質	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【粉末 X 線回折装置】Rigaku RINT-UltimaIII 【蛍光 X 線分析装置】JEOL JSX-3400RII 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1012	通年	京都大学 先端イノベーション拠点施設	特定 准教授	高見 剛	フッ化物正極の磁気的性質の解明	【SQUID 型磁化測定装置】
1013	通年	島根大学大学院総合理工学研究科	助教	矢野 なつみ	三座配位子を有する新規イリジウム錯体の構造解析	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【熱分析装置】Rigaku DSC8231/TG-DTA8122
1014	通年	岐阜大学工学部機能材料工学科	教授	嶋 睦宏	Co/Cu 多層細線, NiPd ナノ粒子の磁気的性質の解明	【SQUID 型磁化測定装置】
1015	通年	自然科学研究機構 核融合科学研究所	准教授	菱沼 良光	Nb3Sn 超伝導線材の高磁場特性改善に向けた添加元素効果	【SQUID 型磁化測定装置】

9. 共同利用採択課題一覧

課題 番号 (S-19-MS)	申請 区分	所 属	職 名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1016	通年	奈良女子大学大学院自然科学系	教授	藤井 浩	金属酵素活性部位のモデル錯体による電子構造解析	【電子スピン共鳴装置】 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus 【核磁気共鳴装置】 (NMR) JEOL JNM-ECA600
1017	通年	愛知学院大学 薬学部 製剤学講座	講師	小川 法子	シクロデキストリン類と薬物の包接複合体の構造解析	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】 (微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【MALDI-TOF 質量分析】 MALDI-TOF
1018	通年	大阪府立大学理学系研究科物理科学専攻光物性研究グループ	准教授	河相 武利	KI 結晶中に生成した AgI ナノ結晶の光学応答の研究	【蛍光X線分析装置】 JEOL JSX-3400RII 【蛍光分光光度計】 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus 【ピコ秒レーザー】 Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1019	前期	大阪市立大学理学部	特任准教授	松岡 秀人	光エネルギー変換物質の励起状態の研究	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【蛍光分光光度計】 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【ピコ秒レーザー】 Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1019b	後期	大阪市立大学理学部	特任准教授	松岡 秀人	光エネルギー変換物質の励起状態の研究	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【ピコ秒レーザー】 Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1020	通年	名古屋大学理学研究科物質理学	准教授	三野 広幸	多周波 EPR 法を用いた光合成反応過程の解析	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1021	通年	日本大学文理学部化学科	教授	周 彪	単一分子性伝導体 $[M(etdt)_2]$ ($M = Ni, Pd, Pt, Au$) の合成および物性研究	【SQUID 型磁化測定装置】
1022	通年	成蹊大学理工学部共通基礎	教授	藤田 渉	幾何フラストレーション磁性体の合成と電場効果	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】 (微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【SQUID 型磁化測定装置】 【熱分析装置】 Rigaku DSC8231/TG-DTA8122
1023	前期	名古屋工業大学大学院工学研究科	准教授	古谷 祐詞	光受容タンパク質ロドプシン類 KR2 のレチナール構造の水和依存性解析	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex
1024	通年	大分大学医学部消化器小児外科	病院特任助教	小川 雄大	ラマン分光法を用いたヒルシュスブルング病における無神経節腸管の可視化	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex
1025	通年	大阪府立大学大学院理学系研究科	教授	藤原 秀紀	含窒素複素環部位を有する新規な D-A 型分子を用いた機能性物質の結晶構造解析	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】 (微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC
1026	通年	豊田理化学研究所	フェロー	黒田 新一	高移動度有機トランジスタ中のキャリアの電場誘起 ESR による研究	【電子スピン共鳴装置】
1027	通年	名古屋大学大学院工学研究科物質科学専攻	助教	浦田 隆広	反転対称性の破れた反強磁性体における精密輸送特性測定に向けた試料加工法の確立	【電子顕微鏡】 (SEM) JEOL JSM-6700F 【電子顕微鏡】 (SEM) HITACHI SU6600 【SQUID 型磁化測定装置】 【ピコ秒レーザー】 Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1028	通年	名古屋工業大学	准教授	小野 晋吾	超短パルスレーザー照射によるカーボン表面の撥水性制御	【電子顕微鏡】 (SEM) JEOL JSM-6700F 【電子顕微鏡】 (SEM) HITACHI SU6600 【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex 【フーリエ変換赤外分光光度計】 Bruker IFS66v 【蛍光分光光度計】 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus 【ピコ秒レーザー】 Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1029	通年	島根大学大学院自然科学研究科	助教	片岡 祐介	アミノビリジンを配位子とする二核金属錯体の構造解析と電子状態	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】 (微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【SQUID 型磁化測定装置】

9. 共同利用採択課題一覧

課題 番号 (S-19-MS)	申請 区分	所 属	職 名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1030	通年	群馬大学大学院理工学府分子科学部門	教授	浅野 素子	Cu(II) 錯体の励起状態構造の時間分解 ESR による解明	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【電子スピン共鳴装置】 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus
1031	通年	岐阜大学 工学部 化学・生命工学科	准教授	植村 一広	異種金属一次元状多核錯体の構造解析と磁気物性	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【SQUID 型磁化測定装置】
1032	通年	大阪府立大学大学院理学系研究科	教授	細越 裕子	有機磁性体の低温構造と量子磁気状態の解明研究	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】 【熱分析装置】 Rigaku DSC8231/TG-DTA8122
1033	通年	法政大学生命科学部	教授	緒方 啓典	機能性ナノマテリアルの構造および物性評価	【単結晶 X 線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【粉末 X 線回折装置】 Rigaku RINT-UltimaIII 【蛍光 X 線分析装置】 JEOL JSX-3400RII 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】 【熱分析装置】 Rigaku DSC8231/TG-DTA8122 【MALDI-TOF 質量分析】 MALDI-TOF 【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex 【フーリエ変換赤外分光光度計】 Bruker IFS66v 【蛍光分光光度計】 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus 【円二色性分散計】 JASCO J-720WI 分散 【ピコ秒レーザー】 Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1034	通年	山形大学大学院理工学研究科電気電子工学分野	准教授	有馬 ポシールアハナムド	希土類金属ドーピング型ビスマスフェライトナノ粒子の磁性に関する研究	【SQUID 型磁化測定装置】
1035	通年	関西学院大学 理工学部 環境・応用化学科	教授	橋本 秀樹	金属ナノ粒子担持型グラフェンオキシサイドの化学状態の研究	【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600 【電子分光】 Omicron EA-125
1036	通年	北海道大学大学院工学研究院	助教	柏本 史郎	Zn 基準結晶のスピングラスを含む磁気秩序と抵抗発散	【単結晶 X 線回折装置】 【粉末 X 線回折装置】 Rigaku RINT-UltimaIII 【SQUID 型磁化測定装置】 【熱分析装置】 Rigaku DSC8231/TG-DTA8122 【オペランド多目的 X 線回折装置】 Panalytical Empyrean
1037	通年	静岡大学大学院工学領域電子物質科学系列	助教	川口 昂彦	トポロジカル半金属候補材料マグネシウムタンタル窒化物薄膜の作製と物性評価	【SQUID 型磁化測定装置】
1038	通年	静岡大学 工学部	教授	植田 一正	ニトリル置換ジチアシクロペンテンオリゴマーの合成と固体状態での分子配列と電子状態の解明	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1039	通年	広島大学大学院理学研究科化学専攻	教授	井上 克也	強弾性を有する有機-無機複合磁性体でのスピンドYNAMIXの研究	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1040	通年	愛媛大学大学院理工学研究科(工学系)	准教授	白旗 崇	複合機能材料を志向した有機結晶の構造と物性	【単結晶 X 線回折装置】 【単結晶 X 線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【SQUID 型磁化測定装置】
1041	前期	京大生命科学研究科	准教授	酒巻 和弘	c-FLIP タンパク質の新規機能獲得に関する検証(第3期)	【電子スピン共鳴装置】
1042	前期	京都工芸繊維大学 大学院工芸科学研究科 電気電子工学系	准教授	今田 早紀	深紫外発光デバイスの高効率化のための a 軸配向 Fe 添加 AlN 薄膜の単結晶化研究	【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600 【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex

9. 共同利用採択課題一覧

課題 番号 (S-19-MS)	申請 区分	所 属	職 名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1042b	後期	京都工芸繊維大学大学院 工芸科学研究科	准教授	今田 早紀	深紫外発光デバイスの高効率化のための a 軸配向 Fe 添加 AlN 薄膜の単結晶化研究	【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
1043	前期	埼玉大学大学院理工学研究科生命科学部門分子生物学領域	助教	藤城 貴史	新奇鉄硫黄クラスター含有酵素の EPR による性状解析	【電子スピン共鳴装置】
1043b	後期	埼玉大学大学院理工学研究科生命科学部門分子生物学領域	助教	藤城 貴史	新奇鉄硫黄クラスター含有酵素の EPR による性状解析	【電子スピン共鳴装置】
1044	前期	基礎生物学研究所	助教	安藤 俊哉	昆虫のクチクラの微細構造の解析	【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600
1045	前期	名古屋工業大学 先進セラミックス研究センター	教授	安達 信泰	フェリ磁性フェライト薄膜およびナノ粒子における磁気配列に関する研究	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1045b	後期	名古屋工業大学 先進セラミックス研究センター	教授	安達 信泰	フェリ磁性フェライト薄膜およびナノ粒子における磁気配列に関する研究	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1046	前期	大阪大学 大学院 理学研究科 化学専攻	准教授	坪 広樹	キラル有機伝導体の極低温 X 線構造解析	【単結晶 X 線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC
1046b	後期	大阪大学 大学院 理学研究科 化学専攻	准教授	坪 広樹	キラル有機伝導体の ESR 測定	【電子スピン共鳴装置】
1047	前期	東北大学大学院医工学研究科	学術研究員	大嶋 佑介	ラマン分光法による腫瘍の細胞外マトリクス動態解析	【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
1048	前期	北九州市立大学 国際環境工学部	准教授	天野 史章	ラマン分光法による電極触媒の結晶構造評価	【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex
1050	前期	大阪大学大学院基礎工学研究科	助教	高橋 英史	トポロジカル磁性体での磁気特性の測定	【SQUID 型磁化測定装置】
1050b	後期	大阪大学大学院基礎工学研究科	助教	高橋 英史	空間反転対称性を持つトポロジカル磁性体の新規開拓	【SQUID 型磁化測定装置】
1051	前期	岐阜大学大学院工学研究科 電子情報システム工学専攻	D2	林 兼輔	$\text{Co}_3\text{-XNi}_x\text{O}_4$ ($x = 0-1.28$) の磁性の解明	【SQUID 型磁化測定装置】
1051b	後期	岐阜大学大学院工学研究科 電子情報システム工学専攻	D2	林 兼輔	$\text{Co}_3\text{-XNi}_x\text{O}_4$ ($x = 0-1.28$) の磁性の解明	【SQUID 型磁化測定装置】
1052	前期	名古屋大学大学院理学研究科物質理学専攻	講師	邨次 智	酸化物固定化金属ナノクラスター・ナノ粒子触媒の表面構造解析	【蛍光 X 線分析装置】 JEOL JSX-3400RII 【電子分光】 Omicron EA-125 【熱分析装置】 Rigaku DSC8231/TG-DTA8122
1052b	後期	名古屋大学大学院理学研究科物質理学専攻	講師	邨次 智	酸化物固定化金属ナノクラスター・ナノ粒子触媒の表面構造解析	【蛍光 X 線分析装置】 JEOL JSX-3400RII 【電子分光】 Omicron EA-125 【熱分析装置】 Rigaku DSC8231/TG-DTA8122
1054	前期	島根大学大学院総合理工学研究科	准教授	池上 崇久	コロール多核錯体を利用した分子ワイヤーの開発	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1054b	後期	島根大学大学院総合理工学研究科	准教授	池上 崇久	コロール多核錯体を利用した分子ワイヤーの開発	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1055	前期	国立研究開発法人産業技術総合研究所 物質計測標準研究部門	主任研究員	松本 信洋	有効磁気モーメント法によるフリーラジカル数分析	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1055b	後期	国立研究開発法人産業技術総合研究所 物質計測標準研究部門	主任研究員	松本 信洋	有効磁気モーメント法によるフリーラジカル数分析	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1056	前期	新潟大学 研究推進機構	准教授	古川 貢	光誘起複合機能性物質 TTF-R 系におけるアドバンスド ESR 法によるメカニズム解明	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】

9. 共同利用採択課題一覧

課題 番号 (S-19-MS)	申請 区分	所 属	職 名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1056b	後期	新潟大学 研究推進機構	准教授	古川 貢	光誘起複合機能性物質 TTF-R 系におけるアドバンスド ESR 法によるメカニズム解明	【単結晶X線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1057	前期	名古屋大学 理学研究科 物質理学専攻	D1	榊原 えりか	金属錯体を捕捉した人工蛋白質の創成と評価	【電子スピン共鳴装置】 【熱分析装置】 MicroCal VP-DSC
1057b	後期	名古屋大学 理学研究科 物質理学専攻	D1	榊原 えりか	金属錯体を捕捉した人工蛋白質の創成と評価	【電子スピン共鳴装置】 【熱分析装置】 MicroCal VP-DSC
1058	前期	城西大学理学部化学科	教授	秋田 素子	キノイド骨格を有するジフルオレノフラン誘導体の電子状態	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1059	前期	静岡大学 大学院総合科学技術研究科 工学専攻 電子物質科学コース	准教授	中嶋 聖介	新規ファラデー材料に向けたナノ構造薄膜及びナノ磁性微粒子分散キセロゲルの磁気的性質	【SQUID 型磁化測定装置】
1059b	後期	静岡大学工学部電子物質科学科	准教授	中嶋 聖介	新規ファラデー材料に向けたナノ構造薄膜及びナノ磁性微粒子分散キセロゲルの磁気的性質	【SQUID 型磁化測定装置】
1062	前期	山梨大学大学院総合研究部 教育学域	准教授	森長 久豊	植物由来成分を用いた多価アルコールの合成とその架橋反応	【MALDI-TOF 質量分析】 MALDI-TOF
1063	前期	神戸大学大学院理学研究科 化学専攻	教授	内野 隆司	MgO/MgB ₂ ナノ複合体の超伝導特性	【SQUID 型磁化測定装置】
1063b	後期	神戸大学大学院理学研究科 化学専攻	教授	内野 隆司	半導体 / 超伝導体ナノ複合材料の磁気構造	【SQUID 型磁化測定装置】
1064	後期	国立研究開発法人海洋研究開発機構 海域地震火山部門	研究員	臼井 洋一	強磁性共鳴分析による白亜紀末北太平洋における生物源磁鉄鉱形状の変動の解読	【電子スピン共鳴装置】
1065	後期	金沢大学理工研究域	助教	川本 圭祐	3d 遷移金属水酸化物ナノシートの水溶液中での安定化と磁性制御	【SQUID 型磁化測定装置】 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus
1066	前期	京都工芸繊維大学大学院工芸科学研究科物質・材料化学専攻	D1	盛田 雅人	近赤外発光材料を志向したハロゲン結合性超分子錯体の構造解明	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC
1066b	後期	京都工芸繊維大学大学院工芸科学研究科物質・材料化学専攻	D1	盛田 雅人	近赤外発光材料を志向したハロゲン結合性超分子錯体の構造解明	【単結晶X線回折装置】 【単結晶X線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【蛍光分光光度計】 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【ピコ秒レーザー】 Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1067	後期	山形大学理学部	教授	北浦 守	光照射電子スピン共鳴によるガーネットシンチレータ結晶における浅い電子捕獲中心の解明	【電子スピン共鳴装置】
1068	後期	名古屋大学未来社会創造機構	特任教授	宇理須 恒雄	神経細胞ネットワークハイスループットスクリーニング装置の性能評価	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F 【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600 【ピコ秒レーザー】 Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS
1069	前期	神戸大学分子フォトサイエンス研究センター	准教授	大久保 晋	ペロブスカイト化合物における電子状態の研究	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1070	前期	大阪府立大学 大学院理学系研究科	准教授	小菅 厚子	0.5eV より小さいバンドギャップを持つ熱電材料のバンドギャップ評価	【フーリエ変換赤外分光光度計】 Bruker IFS66v

9. 共同利用採択課題一覧

課題 番号 (S-19-MS)	申請 区分	所 属	職 名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1071	前期	大阪工業大学工学部環境工 学科	准教授	平部 論	グラフェンを付加させたハイ ブリッドポリマーの特性評価	【電子顕微鏡】(SEM) JEOL JSM-6700F 【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】 【熱分析装置】 Rigaku DSC8231/TG- DTA8122 【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex 【フーリエ変換赤外分光光度計】 Bruker IFS66v 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus
1072	前期	神戸大学大学院理学研究科 化学専攻	准教授	高橋 一志	複合機能性鉄錯体の波長依存 した光誘起相の極低温構造解 析	【単結晶X線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC
1073	前期	大阪大学 大学院工学研究科 応用化学専攻 物質機能化学 コース 物理有機化学領域	准教授	焼山 佑美	開裂活性分子の加熱によるス ピン生成	【電子スピン共鳴装置】
1074	前期	神戸大学大学院農学研究科	助教	木村 行宏	新規紅色細菌 Blastochloris tepada の耐熱性メカニズム の解明	【熱分析装置】 MicroCal VP-DSC
1075	後期	名古屋工業大学ナノ材料・ 機能分子創製研究所	プロジェ クト教授	増田 秀樹	一酸化窒素を選択的に捕捉す るコバルト(III) 錯体の反応挙 動	【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1076	後期	熊本大学 大学院 先端科 学研究部	教授	松田 元秀	黒色 ZrO _{2-x} における酸素欠 損の結合状態、電子状態の解 明	【電子分光】 Omicron EA-125 【電子スピン共鳴装置】
1077	後期	大阪市立大学大学院理学研 究科	准教授	鐘本 勝一	有機半導体における電子スピ ン緩和時間計測	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【電子顕微鏡】(TEM) JEOL JEM-2100F
1078	後期	首都大学東京理学部化学科	准教授	兒玉 健	複核金属内包フラレーンアニ オンのスピン状態の解明	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1079	後期	東京理科大学基礎工学部材 料工学科	助教	岩崎 謙一郎	光照射 ESR 測定を用いた残 光体の準安定キャリアの微細 構造分析	【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
1080	後期	名古屋工業大学	准教授	浅香 透	層状強誘電体酸化物 Sr ₂ Nb ₂ O ₇ の低温結晶構造解析	【単結晶X線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC
1081	後期	京都大学大学院理学研究科 化学専攻	助教	中野 義明	ハロゲン化 EDO-TTF の陽イ オンラジカル塩における振動 分光学的研究	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex
1082	後期	京都大学化学研究所	非常勤 研究員	加藤 立久	CPP(シクロパラフェニレン) 関連分子の正イオン・負イオ ンラジカル生成とその ESR 測定	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【電子スピン共鳴装置】 【SQUID 型磁化測定装置】
1083	後期	信州大学繊維学部	教授	浅尾 直樹	黒色酸化チタンの物性解析と 光触媒機能	【電子スピン共鳴装置】
1084	後期	大分大学全学研究推進機構	助教	岡 芳美	DNA 構造を利用したフラビ ン・トリプトファン光誘起ラ ジカルペア・システムの構築	【電子スピン共鳴装置】 Bruker E680 【蛍光分光光度計】 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 【紫外・可視・近赤外分光光度計】 Shimadzu UV-3600Plus
1085	後期	愛媛大学 大学院理工学研究 科環境機能科学専攻	教授	内藤 俊雄	相対論的振る舞いが期待され る電子系の磁化率	【SQUID 型磁化測定装置】
1086	後期	岡山大学大学院自然科学研 究科 応用化学専攻	講師	押木 俊之	183W NMR による樹脂製造 用のタングステン錯体触媒系 の分析	【核磁気共鳴装置】(NMR) JEOL JNM- ECA600
1087	後期	信州大学学術研究院工学系	教授	天野 良彦	超耐熱性酵素の熱変性に関す る研究	【熱分析装置】 MicroCal VP-DSC 【熱分析装置】 MicroCal iTC ₂₀₀ 【円二色性分散計】 JASCO J-720WI 分散
1088	後期	物質材料研究機構	主幹 研究員	小林 由佳	有機電子材料の低温ラマン分 光分析	【顕微ラマン分光装置】 RENISHAW inVIA Reflex

9. 共同利用採択課題一覧

課題 番号 (S-19-MS)	申請 区分	所 属	職 名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1089	後期	沼津工業高等専門学校物質 工学科	准教授	三留 規誉	等温滴定型熱量測定をATP 合成酵素のヌクレオチド解離 定数の解析	【熱分析装置】MicroCal iTC ₂₀₀ 【円二色性分散計】JASCO J-720WI 分散
1093	後期	兵庫県立大学 大学院生命 理学研究科	助教	西川 幸志	Hyb 型ヒドロゲナーゼの HybA サブユニットの鉄硫黄 クラスターの酸化還元状態に 関する研究	【電子スピン共鳴装置】
1094	後期	高エネルギー加速器研究機 構 加速器研究施設	助教	許斐 太郎	Nb ₃ Sn 薄膜の超伝導特性測 定	【SQUID 型磁化測定装置】
1095	後期	九州大学 先端物質化学研究 所	学術 研究員	中西 匠	分子内プロトン移動とスピン 転移を発現する新規鉄二価錯 体の磁気的挙動	【SQUID 型磁化測定装置】 【単結晶 X 線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 用
1096	後期	名古屋市立大学・大学院薬 学研究科	教授	樋口 恒彦	ヘム-セレンラート錯体とヘ ム-チオラート錯体のスピン 状態の比較研究	【SQUID 型磁化測定装置】
1097	後期	名三工業株式会社	取締役	久野 一	ドライミスト噴霧器 噴霧成 分分析及び、原料 CaO の炭 素化 (経時変化)	【電子顕微鏡】(SEM) HITACHI SU6600
1098	後期	東京工業大学科学技術創成 研究院	特任助教	脇坂 聖憲	Fe クラスターの磁気特性の 解明	【SQUID 型磁化測定装置】
1099	後期	名古屋大学大学院工学研究 科物質科学専攻	助教	羽尻 哲也	新奇磁気伝導特性を示す窒化 物薄膜の磁気特性評価	【SQUID 型磁化測定装置】
1100	後期	岡山理科大学 理学部 化 学科	教授	満身 稔	フラーレン包接白金ポルフィ リン錯体の精密結晶構造解析 とロジウム-ジオキソレン錯 体の原子価状態の解明	【単結晶 X 線回折装置】(微小結晶用) Rigaku HyPix-AFC 【電子分光】Omicron EA-125

【機器の表記について】

- ◎【SQUID 型磁化測定装置】： Quantum Design MPMS-7 または MPMS-XL7
- ◎【電子スピン共鳴装置】： Bruker EMX Plus または E500
- ◎【単結晶 X 線回折装置】： Rigaku MERCURY CCD-1・R-Axis IV または Rigaku MERCURY CCD-2

10. 設備利用状況

令和元年度設備利用状況

(2019.4.1～2020.3.31)

2019.4.1～2020.3.31

設備名	利用グループ数			利用日数			実利用 日数
	所外利用	所内利用	合計	所外利用	所内利用	合計	
電子スピン共鳴（ESR）装置							
EMX Plus	18	3	21	67	5	72	69
E500	26	4	30	111	16	127	124
E680	10	0	10	108	0	108	105
SQUID 型磁化測定装置							
MPMS-7	27	7	34	246	47	293	241
MPMS-XL7	26	4	30	284	102	386	306
単結晶 X 線回折装置							
MERCURY CCD-1	9	1	10	118	2	120	116
MERCURY CCD-2	10	0	10	76	0	76	73
Rigaku HyPix-AFC	17	2	19	122	20	142	134
Rigaku HyPix-AFC(He)	7	1	8	50	5	55	53
結晶スポンジ法 X 線回折装置							
Rigaku SuperNova 他	6	0	6	45	0	45	43
粉末 X 線回折装置							
RINT-UltimaIII	1	3	4	11	26	37	37
Panalytical Empyrean	2	3	5	4	14	18	18
X 線溶液散乱測定装置							
NANO-Viewer	0	4	4	0	12	12	12
電子分光装置							
機能性材料バンド構造顕微分析システム	5	4	9	36	81	117	117
Omicron EA-125	3	2	5	8	2	10	10
電子顕微鏡							
SEM / JSM-6700F	1	3	4	9	8	17	17
SEM / SU6600	7	9	16	23	37	60	57
TEM / JEM-2100F	0	1	1	0	14	14	14
熱分析装置							
Rigaku DSC8231/TG-DTA8122	5	4	9	26	13	39	39
VP-DSC	3	0	3	6	0	6	6
iTC ₂₀₀	3	3	6	5	15	20	20
質量分析計							
Bruker microflex LRF	3	6	9	7	58	65	59
所内 JEOL JMS777V		4	4		30	30	29
所内 ESI-TOF 型 Bruker maXis		2	2		21	21	21
有機微量元素分析装置							
所内 MICRO CORDER JM10		6	6		37	37	34
ICP 発光分光分析装置							
所内 Agilent 5110 ICP-OES		1	1		16	16	16
核磁気共鳴（NMR）装置							
AVANCE800（溶液）	12	1	13	375	33	408	358
AVANCE600（固体）	1	0	1	221	0	221	221
JNM-ECA600	3	11	14	58	72	130	118
所内 JNM-ECS400		5	5		146	146	117
ピコ秒レーザー							
Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS	6	3	9	25	18	43	43
蛍光分光光度計							
SPEX Fluorolog 3-21	8	3	11	28	46	74	73
円二色性分散計							
J-720WI	1	5	6	3	32	35	34
紫外・可視・近赤外分光光度計							
UV-3600 Plus	4	6	10	13	16	29	29
フーリエ変換赤外（FTIR）分光光度計							
IFS 66v/S	1	0	1	2	0	2	2
顕微ラマン分光装置							
RENISHAW inVIA Reflex	8	1	9	25	1	26	26
超伝導磁石付希釈冷凍機							
所内 Kelvinox 400		0	0		0	0	0
真空型グローブボックス							
UNICO / UN-12L	2	1	3	20	8	28	27

低温冷媒供給設備	供給量		
	液体ヘリウム（L）	液体窒素（L）	窒素ガス（m ³ ）
明大寺地区	45,182.0	16,706.0	751.0
山手地区	3,645.0	15,045.0	

※所内利用に協力研究者等の所外研究者を含む場合もあり

※利用日数：同日の重複利用も含む

令和元年度研究報告一覧

学術論文 (54 報)

S. SUMI, Y. SUZUKI, T. MATSUKI, T. YAMAMOTO, Y. TSURUTA, K. MISE, T. KAWAMURA, Y. ITO, Y. SHIMADA, E. WATANABE, S. WATANABE, M. TORIYABE, H. TAKANO (SHIRATORI), K. UEDA, H. TAKANO, “Light-inducible carotenoid production controlled by a MarR-type regulator in *Corynebacterium glutamicum*,” *Scientific Reports* **9**, 13136 (2019).

H. INOUE, N. P. T. THANH, I. FUJISAWA, and S. IWASA, “Synthesis of Forms of a Chiral Ruthenium Complex Containing a Ru-Colefin(SP2) Bond and Their Application to Catalytic Asymmetric Cyclopropanation Reactions,” *Organic Letters* **22**(4), 1475-1479 (2020).

N. P. T. THANH, M. TONE, H. INOUE, I. FUJISAWA, and S. IWASA, “Highly stereoselective intramolecular Buchner reaction of diazoacetamides catalyzed by a Ru(II)-Pheox complex,” *Chemical Communications* **55** (89), 13398-13401 (2019).

L. D. HO, N. OTOG, I. FUJISAWA, and S. IWASA, “Catalytic Asymmetric Carbene Transfer Reactions of Diazo Oxime Ethers with Olefins and Their Synthetic Applications,” *Organic Letters* **21**(18), 7470-7474 (2019).

Y. KOKUBO, Y. WASADA-TSUTSUI, S. YOMURA, S. YANAGISAWA, M. KUBO, S. KUGIMIYA, Y. KAJITA, T. OZAWA, H. MASUDA, “Syntheses, Characterizations, and Crystal Structures of Dinitrogen-Divanadium Complexes Bearing Triamidoamine Ligands,” *Eur. J. Inorg. Chem.***15-16**, 1456-1464 (2020).

Y. WASADA-TSUTSUI, H. WASADA, T. SUZUKI, A. KATAYAMA, Y. KAJITA, T. INOMATA, T. OZAWA, H. MASUDA, “Efficient Electronic Structure to Stabilize N₂-Bridged Dinuclear Complexes Intended For N₂ Activation: Iminophosphorane Iron(I) and Cobalt(I),” *Eur. J. Inorg. Chem.* **15-16**, 1411-1417 (2020).

T. MATSUYAMA, K. NAKATA, H. HAGIWARA, T. UDAGAWA, “Iron(II) Spin Crossover Complex with the 1,2,3-Triazole-Containing Linear Pentadentate Schiff-Base Ligand and the MeCN Monodentate Ligand,” *Crystals*, **9**(6), 276 (2019).

Y. KAMO, I. NAGAYA, R. SUGINO, H. HAGIWARA, “Jumping Crystals of Stacked Planar Cobalt Complexes: Thermosolvent Effect Promoted by Hydrogen-bonded Lattice Solvent Release,” *Chemistry Letters*, **48** (9), 1077-1080 (2019).

Y. HAMANAKA, K. WATANABE, T. KUZUYA, “Luminescence enhancement mechanisms of AgInS₂/ZnS core/shell nanoparticles fabricated by suppressing quaternary alloying,” *Journal of Luminescence* **217**, 116794 (2019).

R. MITSUHASHI, M. MIKURIYA, “Synthesis and Crystal Structure of Bis[2-(1,4,5,6-tetrahydropyrimidin-2-yl)-phenolato]zinc(II),” *X-ray Struct. Anal. Online* **35**, 37-38 (2019).

T. TAKAMI, T. TAKEUCHI, and T. FUKUNAGA, “Spin polarization in the phase diagram of a Li-Fe-S system,” *Scientific Reports* **9**, 19947 (2019).

K. YAMADA, Y. KUROKAWA, K. KOGISO, H. YUASA, M. SHIMA, “Observation of longitudinal spin seebeck voltage in YIG films chemically prepared by co-precipitation and spin coating,”

IEEE Transactions on Magnetics, **55**(2, Pt. 1), 4500104/1-4500104/4 (2019).

T. MORIYAMA, K. HAYASHI, K. YAMADA, M. SHIMA, Y. OHYA, T. ONO, “Intrinsic and extrinsic antiferromagnetic damping in NiO,” *Physical Review Materials*, **3**(5), 051402. (2019).

Y. ISHIMIZU, Z. MA, M. HADA, and H. FUJII, “Experimental and Theoretical Studies of the Porphyrin Ligand Effect on the Electronic Structure and Reactivity of Oxoiron(IV) porphyrin π -Cation Radical Complexes,” *J. Biol. Inorg. Chem.* **24**(4), 483-494 (2019).

K. NISHIKAWA, Y. HONDA, H. FUJII, “Spectroscopic Evidence for Acid-Catalyzed Disproportionation Reaction of Oxoiron(IV) Porphyrin to Oxoiron(IV) Porphyrin π -Cation Radical and Iron(III) Porphyrin,” *J. Am. Chem. Soc.* **142**,11, 4980-4984 (2020).

H. MINO, and H. NAGASHIMA, “Orientation of Ligand Field for Dangling Manganese in Photosynthetic Oxygen-Evolving Complex of Photosystem II,” *J. Phys. chem. B* **124**,1, 128-133 (2020).

K. OSHIMOTO, B. ZHOU, H. TSUJI, M. KAWATSURA, “Synthesis of Substituted Benzo [b][1, 4] oxazepine Derivatives by the Reaction of 2-Aminophenols with Alkynes,” *Organic & Biomolecular Chemistry* **18** 415-419 (2020).

T. TAKAHASHI, K. SUNAMI, K. MIYAGAWA, R. TAKAGI, B. ZHOU, A. KOBAYASHI, K. KANODA, “ ^{13}C NMR evidence for strong electron correlation and antiferromagnetic order in the single-component molecular material $\text{Pd}(\text{tmdt})_2$,” *Physical Review B* **100**, 075117 (2019).

K. KLAI, S. SOUDANI C. JELSCH, F. LEFEBVRE, W. KAMINSKY, W. FUJITA, C. BEN NASR, K. KAABI, “Crystal structure, Hirshfeld surface analysis, and physicochemical studies of a new Cu(II) complex with 2-amino-4-methylpyrimidine.” *J. Mol. Struct.* **1194**, 297-304 (2019) .

E. JAZIRI, L. KHEDHIRI, S. SOUDANI, V. FERRETTI, F. LEFEBVRE, W. FUJITA, C. BEN NASR, “A New Organic-Inorganic Hybrid Compound $(\text{C}_5\text{H}_8\text{N}_3)_2[\text{Cu}_2\text{Cl}_6]$: Synthesis, Crystal Structure, Hirshfeld Surface Analysis, Vibrational Properties and DFT Calculations.” *J. Cluster Sci.* <https://doi.org/10.1007/s10876-020-01771-1> (2020).

Y. KATAOKA, N. IMASAKI, K. ARAKAWA, N. YANO, H. SAKIYAMA, T. SUGIMORI, M. MITSUMI, M. HANDA, “Paddlewheel-type Diruthenium(III, III) Tetrakis(2-aminopyridinate) Complexes with NIR Absorption Features: Combined Experimental and Theoretical Study,” *Dalton Transactions* **48**, 12421-12429 (2019).

K. UEMURA, R. MIYAKE, “Paramagnetic One-Dimensional Chain Complex Consisting of Three Kinds of Metallic Species Showing Magnetic Interaction through Metal-Metal Bonds,” *Inorg. Chem.* **59**, 1692-1701 (2019).

Y. KONO, T. OKABE, N. UEMOTO, Y. IWASAKI, Y. HOSOKOSHI, S. KITAKA, T. SAKAKIBARA, and H. YAMAGUCHI, “Magnetic properties of a spin-1/2 honeycomb lattice antiferromagnet,” *Phys. Rev. B* **101**(1) 014437 (2020).

S. MIYAMOTO, Y. IWASAKI, N. UEMOTO, Y. HOSOKOSHI, H. FUJIWARA, S. SHIMONO, and H. YAMAGUCHI, “Magnetic properties of honeycomb-based spin models in verdazyl-based salts,” *Phys. Rev. Mater.* **3**, 064410 (2019).

久保田 直人、久保田 繁、廣瀬 文彦、有馬 ボシール アハンマド, “希土類金属ドーブ型ビスマスフェライトの磁性に関する研究,” *電子情報通信学会技術研究報告* **119**(431), 35-38 (2020).

永田一成、齊藤健太郎、鹿又健作、有馬ボシールアハンマド、三浦正範、久保田繁、廣瀬文彦, “室温原子層堆積法による酸化鉄薄膜の試作と評価,” *電子情報通信学会技術研究報告* **119(431)**, 5-7 (2020).

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

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

N. KINOSHITA, T. SHIRAHATA, Y. MISAKI, “Structures and Conducting Properties of Molecular Conductors Based on Dimethyl-substituted ST-STP,” *Chem. Lett.* **48** (8), 985-988 (2019).

T. NAITO, N. WATANABE, Y. SAKAMOTO, Y. MIYAJI, T. SHIRAHATA, Y. MISAKI, S. KITOU, H. SAWA, “A molecular crystal with an unprecedentedly long-lived photoexcited state,” *Dalton Trans.* **48** (34), 12858-12866 (2019).

T. YAMAUCHI, M. KATO, T. SHIRAHATA, M. YAO, Y. MISAKI, “A Tris-Fused Donor System Composed of Two Tetrathiafulvalenes and an Extended Tetrathiafulvalene with an Anthraquinoid Spacer,” *Chem. Lett.* **48** (12), 1507-1510 (2019).

N. TATEMIZO, S. IMADA, K. OKAHARA¹, H. NISHIKAWA, K. TSURUTA, T. INA, Y. MIURA, K. NISHIO, and T. ISSHIKI, “Electronic structure of AlFeN films exhibiting crystallographic orientation change from c- to a-axis with Fe concentrations and annealing effect,” *Scientific Reports* **10**, 1819 (2020).

F. AMANO, A. UCHIYAMA, Y. FURUSHO, A. SHINTANI, “Effect of Conductive Substrate on the Photoelectrochemical Properties of Cu₂O Film Electrodes for Methyl Viologen Reduction,” *J. Photochem. Photobiol. A: Chemistry*, **389**, Article 112254 (2020).

S. IKEMOTO, X. HUANG, S. MURATSUGU, S. NAGASE, T. KOITAYA, H. MATSUI, G. YOKOTA, T. SUDO, A. HASHIMOTO, Y. TAN, S. YAMAMOTO, J. TANG, I. MATSUDA, J. YOSHINOBU, T. YOKOYAMA, S. KUSAKA, R. MATSUDA, M. TADA, “Reversible Low-temperature Redox Activity and Selective Oxidation Catalysis Derived from Concerted Activation of Multiple Metal Species on Cr and Rh-incorporated Ceria Catalysts,” *Physical Chemistry, Chemical Physics* **21** (37), 20868-20877 (2019).

T. UCHINO, N. TERAMACHI, R. MATSUZAKI, E. TSUSHIMA, S. FUJII, Y. SETO, K. TAKAHASHI, T. MORI, Y. ADACHI, Y. NAGASHIMA, Y. SAKAGUCHI, K. OHISHI, A. KODA, T. SAKURAI, and H. OHTA, “Proximity coupling of superconducting nanograins with fractal distributions,” *Physical Review B* **101** (3), 035146 (2020).

M. MORITA, S. YAMADA, T. KONNO, “Fluorine-induced emission enhancement of tolanes via formation of tight molecular aggregates,” *New Journal of Chemistry* **44**, 6704-6708 (2020).

S. DALE, N. M. BONANNO, M. PELACCIA, A. J. LOUGH, A. MIYAWAKI, K. TAKAHASHI, M. T. LEMAIRE, “Ligand Mixed-Valence and Electrical Conductivity in Coordination Complexes Containing a Redox-Active Phenalenol-Substituted Ligand,” *Dalton Trans.* **48**, 8053-8056 (2019).

H. YOSHINO, A. HASEGAWA, N. KURODA, M. ISHIKAWA, R. TANAKA, M. KOZAKI, Y. NAKANO, A. OTSUKA, H. YAMACHI, “Disorder-Enhanced Dimensionless Thermoelectric Figure of Merit zT of Non-stoichiometric Organic Conductor (TTT)₂I₃+ δ ($\delta \leq 0.1$),” *J. Phys. Soc. Jpn.*

88, 104708 (2019).

J. MORIMOTO, Y. FUKUDA, D. KURODA, T. WATANABE, F. YOSHIDA, M. ASADA, T. NAKAMURA, A. SENOO, S. NAGATOISHI, K. TSUMOTO, and S. SANDO, “A Peptoid with Extended Shape in Water,” *J. Am. Chem. Soc.* **141**(37), 14612-14623 (2019).

T. NAKANISHI, Y. HORI, H. SATO, S. WU, A. OKAZAWA, N. KOJIMA, T. YAMAMOTO, Y. EINAGA, S. HAYAMI, Y. HORIE, H. OKAJIMA, A. SAKAMOTO, Y. SHIOTA, K. YOSHIKAWA, and O. SATO, “Observation of Proton Transfer Coupled Spin Transition and Trapping of Photoinduced Metastable Proton Transfer State in an Fe(II) Complex,” *Journal of the American Chemical Society* **141**(36), 14384-14393 (2019).

M. SUDA, Y. THATHONG, V. PROMARAK, H. KOJIMA, M. NAKAMURA, T. SHIRAOGAWA, M. EHARA, H. M. YAMAMOTO, “Light-driven Molecular Switch for Reconfigurable Spin Filters,” *Nat. Commun.* **10**, 2455/1-7 (2019).

G. KAWAGUCHI, A. A. BARDIN, M. SUDA, M. URUICHI, H. M. YAMAMOTO, “An Ambipolar Superconducting Field-Effect Transistor Operating above Liquid Helium Temperature,” *Adv. Mater.* **31**, 1805715/1-6 (2019).

H. ITO, Y. EDAGAWA, J. PU, H. AKUTSU, M. SUDA, H. M. YAMAMOTO, Y. KAWASUGI, R. HARUKI, R. KUMAI, T. TAKENOBU, “Electrolyte-Gating-Induced Metal-Like Conduction in Nonstoichiometric Organic Crystalline Semiconductors under Simultaneous Bandwidth Control,” *Phys. Stat. Sol. RRL* **13**, 1900162/1-6 (2019).

T. CHOOPAWA, M. SUDA, M. URUICHI, M. KUNASETH, S. NAMUANGRU, P. RASHATASAKHON, H. M. YAMAMOTO, “Development of highly soluble perylenetetracarboxylic diimide derivative for n-type monolayer field-effect-transistor,” *Mol. Cryst. Liq. Cryst. Mol. Cryst. Liq. Cryst.* **669**(1), 94-105 (2019).

C. JONGWOHAN, Y. HONDA, T. SUZUKI, T. FUJINAMI, K. ADACHI, N. MOMIYAMA, “Brønsted Acid-Initiated Formal [1,3]-Rearrangement Dictated by β -Substituted Ene-Aldimines,” *Org. Lett.* **21**, 4991-4995 (2019).

S. IZAWA, A. PERROT, J. LEE, M. HIRAMOTO, “Organic *pn* Homojunction Solar cell” , *Org. Electron.*, **71**, 45-49 (2019).

S. IZAWA, N. SHINTAKU, M. KIKUCHI, M. HIRAMOTO, “Importance of Interfacial Crystallinity to Reduce Open-Circuit Voltage Loss in Organic Solar Cells,” *Appl. Phys. Lett.*, **115**, 153301 (4 pages) (2019).

T. SATOH, M. YAGI-UTSUMI, K. OKAMOTO, E. KURIMOTO, K. TANAKA and K. KATO, “Molecular and structural basis of the proteasome subunit assembly mechanism mediated by the proteasome-assembling chaperone PAC3-PAC4 heterodimer,” *Int. J. Mol. Sci.* **20**, 2231 (2019).

Y. YUNOKI, K. ISHII, M. YAGI-UTSUMI, R. MURAKAMI, S. UCHIYAMA, H. YAGI, and K. KATO, “ATP hydrolysis by KaiC promotes its KaiA binding in the cyanobacterial circadian clock system,” *Life Sci. Alliance* **2**, e201900368 (2019).

S. YANAKA, R. YOGO, R. INOUE, M. SUGIYAMA, S.G. ITOH, H. OKUMURA, Y. MIYANOIRI, H. YAGI, T. SATOH, T. YAMAGUCHI, and K. KATO, “Dynamic views of the Fc region of immunoglobulin G provided by experimental and computational observations,” *Antibodies* **8**, 39 (2019).

S. YANAKA, R. YOGO, H. WATANABE, Y. TANIGUCHI, T. SATOH, N. KOMURA, H. ANDO, H. YAGI, N. YUKI, T. UCHIHASHI, and K. KATO, “On-Membrane Dynamic Interplay between Anti-GM1 IgG Antibodies and Complement Component C1q,” *Int. J. Mol. Sci.* **21**, 147 (2020).

M. YAGI-UTSUMI, A. SIKDAR, C. SONG, J. PARK, R. INOUE, H. WATANABE, R.N. BURTON-SMITH, T. KOZAI, T. SUZUKI, A. KODAMA, K. ISHII, H. YAGI, T. SATOH, S. UCHIYAMA, T. UCHIHASHI, K JOO, J. LEE, M. SUGIYAMA, K. MURATA and K. KATO, “Supramolecular tholos-like architecture constituted by archaeal proteins without functional annotation,” *Sci. Rep.* **10**, 1540 (2020).

H. YAGI, M. YAGI-UTSUMI, R. HONDA, Y. OHTA, T. SAITO, M. NISHIO, S. NINAGAWA, K. SUZUKI, T. ANZAI, Y. KAMIYA, K. AOKI, M. NAKANISHI, T. SATOH, and K. KATO, “Improved secretion of glycoproteins using an N-glycan-restricted passport sequence tag recognized by cargo receptor,” *Nature Commun.* **11**, 1368 (2020).

T. SUZUKI, S. YANAKA, T. WATANABE, G. YAN, T. SATOH, H. YAGI, T. YAMAGUCHI, and K. KATO, “Remodeling of the oligosaccharide conformational space in the prebound state to improve lectin-binding affinity,” *Biochemistry* in press (2020).

編集委員

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

機器センターたより No.12

発行日	令和2年9月30日(年1回発行)
発行	大学共同利用機関法人 自然科学研究機構 分子科学研究所 機器センター 〒444-8585 愛知県岡崎市明大寺町字西郷中 38
編集	横山 利彦 (センター長) 高山 敬史 (編集長)
印刷	株式会社エニウェイ

本誌記載記事の無断転載を禁じます

Instrument Center

Nishigonaka 38, Myodaiji, Okazaki 444-8585 Aichi, Japan

TEL : +81-564-55-7470

FAX : +81-564-55-7229

<http://ic.ims.ac.jp/>

mailto:ic-office@ims.ac.jp