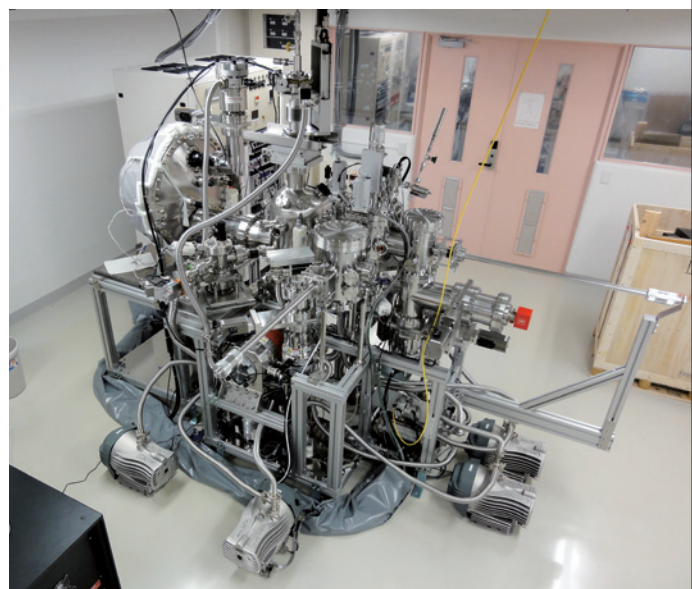
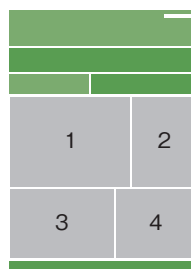


機器センターたより No.7

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：電子顕微鏡
- 2：NMR
- 3：X線溶液散乱装置
- 4：電子分光装置

(本文 所有設備紹介 P27～参照)

機器センターたより No.7

自然科学研究機構

分子科学研究所 機器センター

機器センターたより No.7

分子科学研究所 機器センター

■目 次

1. 巻頭言	1
2. 構成員	3
3. 所有設備一覧	5
4. 施設マップ	7
5. センターの利用方法	
設備利用方法	9
ナノテクノロジープラットフォーム事業について	15
大学連携研究設備ネットワーク利用方法	16
液体ヘリウム利用方法	19
液体窒素利用方法	21
小型貸出機器利用方法	23
サンプル準備室利用方法	25
施設利用者控室	26
6. 所有設備紹介	
電子スピン共鳴 (ESR) 装置	27
SQUID 型磁化測定装置	29
単結晶 X 線回折装置	31
粉末 X 線回折装置	33
X 線溶液散乱装置	34
電子分光装置	37
電子顕微鏡	41
熱分析装置	44
マトリックス支援レーザー脱離イオン化-飛行時間型質量分析計 (MALDI-TOF-MS)	46
有機微量元素分析装置	47
蛍光 X 線分析装置	48
核磁気共鳴 (NMR) 装置	49
ピコ秒レーザー	53
ナノ秒レーザー	55
蛍光分光光度計	57
円二色性分散計	59
可視紫外分光光度計	60
フーリエ変換赤外 (FTIR) 分光光度計	61
顕微ラマン分光装置	62
超伝導磁石付希釈冷凍機	63
低温冷媒の供給設備	64

7. 交流

所外利用者アンケート報告	66
所内利用者アンケート報告	71
機器センター長からのコメント	74

8. 研究紹介

「糖鎖の生命分子科学の新展開」	75
岡崎統合バイオサイエンスセンター 生命動秩序形成研究領域 教授 加藤 晃一	
「時間分解 ESR によるドナー・アクセプター型 COF のスピンドYNAMIX 解明研究」 . .	80
新潟大学 教授 古川 貢	

9. 共同利用採択課題一覧

平成 26 年度分	84
---------------------	----

10. 設備利用状況

平成 26 年度分	86
---------------------	----

11. 研究報告一覧

平成 26 年度分	87
---------------------	----

12. 編集委員	95
--------------------	----

巻頭言

機器センター長 横山 利彦

「機器センターたより」第7号をお届けします。大島前機器センター長が分子研を去られたことを受けて、2014年9月1日にセンター長を拝命いたしました。それ以来だいぶ月日経ったものの、まだまだわからない点が多く、かつ、難題も蓄積されていて、前途多難を感じる毎日ですが、微力ながら時間をかけても機器センターの発展に尽くしたく思いますので、ご指導ご協力のほどよろしくお願い申し上げます。

機器センターの目的は、自然科学研究機構分子科学研究所機器センター規則第2条によると、「センターは、分子科学分野及び関連分野の研究に必要な汎用性の高い装置及び機器を集中的に管理するとともに、分子科学研究所内外の共同利用に供することを目的とする。」となっています。実際、さまざまな汎用性の高い機器あるいは先端性の高い設備所有機器を所有しており、施設利用を通して所外研究者の方々が非常に頻繁に来所され、また、所内研究者の方々にも日常的に利用していただけています。

また、平成19年度から始まった全国の大学の機器の相互利用を目的とする「大学連携研究設備ネットワーク」事業（19～21年度は事業名称が化学系研究設備有効活用ネットワーク）の幹事機関・事務局を分子研が務めており、機器センターが実際の運用を担当しています。これは、分子研に来所いただくだけでなく、全国の国立大学の所有共通機器を、国公私立大学・公的研究機関・民間企業の研究者の方々が広く利用できる全国共用ネットワークシステムであり、資源の有効活用と社会への貢献を目的とした事業です。

さらに、平成24年度から始まった文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業において、分子研は分子・物質合成プラットフォーム（全国11機関が共同参画）の代表機関と実施機

関の両方を務めており、機器センターは25年度から分子研の共用設備運用組織として登録されました。平成25～26年度のプラットフォーム運用は、別途ナノプラットフォーム運営室を設けて行ってきましたが、27年度からはナノプラットフォーム運営室を機器センターに統合し、機器センターが実質上もナノプラットフォームを運営する組織に変更されました。利用者の方々には、装置毎にわかりにくく区分されていた利用申請などでご迷惑をおかけしてきましたが、この一本化は今後の煩雑さを軽減すると期待しています。もっとも、再三の変更でまたご迷惑をおかけすることになる点はお詫び申し上げる必要があります。ご理解ご協力をお願いする次第です。27年度以降は、すべての機器センター管理の所外公開機器は、すべてナノテクノロジープラットフォーム登録機器として、民間企業の方々の利用も可能になりました。

平成26年度は、ナノテクノロジープラットフォームの24年度補正予算で導入された機器の運用が始まりました。導入された機器のうち、機器センターが管理する機器は、2次元波数空間バンドマッピングが可能な角度分解紫外光電子分光器（機能性材料バンド構造顕微分析システム）、広立体角X線検出器を備え絶縁体の測定も可能な低真空分析走査電子顕微鏡、生体関連物質の構造解析のためのX線溶液散乱システムで、フォトリソグラフによる微細加工と3次元プロファイラーによる表面評価が行えるマクロストラクチャー製作評価システムは装置開発室が運用を担当しています。いずれも先端的な高性能機器であり、既に多くの方々に利用していただけていますが、ますますの利用拡大と大きな成果が挙がることを期待しています。

平成27年度の機器センターの直近の方針として、老朽汎用機器の更新と新しいタイプの共同

利用推進を挙げておきます。前者としては、老朽化の深刻な質量分析器と粉末X線回折の更新に向けて検討を進めるというものです。後者としては、技術職員の専門性を活かして、有機合成や有機伝導体バンド計算など、機器利用とは異なる観点からの研究支援を試験的に進めたく思っています。また、もう少し先には、機器センター専任教員（研究員）を配置することにより先端機器利用支援を推進し、新分野開拓へ繋げる一助としてさらなる貢献を目指します。そのためにも皆様方からの忌憚のないご意見をお待ちする次第です。今後ともよろしくお願い申し上げます。

構成員

機器センター長（併任）

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

技術職員

班長	高山 敬史	寒剤（明大寺地区）	明大寺	極低温棟	103
----	-------	-----------	-----	------	-----

主任	水川 哲徳	寒剤（山手地区）	山 手	4 号館	204
----	-------	----------	-----	------	-----

主任	岡野 芳則	微小結晶用 X 線回折装置、 大学連携研究設備ネットワーク	明大寺	南実験棟	111
----	-------	----------------------------------	-----	------	-----

主任	上田 正	レーザー、TEM、分光光度計等	明大寺	南実験棟	111
----	------	-----------------	-----	------	-----

主任	牧田 誠二	元素分析、質量分析等	山 手	4 号館	401
----	-------	------------	-----	------	-----

藤原 基靖	ESR、SQUID、X 線回折装置等	明大寺	極低温棟	102
-------	--------------------	-----	------	-----

研究員

奥下 慶子	920MHz NMR	山 手	4 号館	401
-------	------------	-----	------	-----

中尾 聡	SEM、FIB	山 手	4 号館	SEM
------	---------	-----	------	-----

技術支援員

長尾 春代	NMR、熱分析等	山 手	4 号館	401
-------	----------	-----	------	-----

伊木志成子	TEM 等	明大寺	研究棟	312
-------	-------	-----	-----	-----

事務支援員

太田 明代	大学連携研究設備ネットワーク	明大寺	研究棟	324
-------	----------------	-----	-----	-----

中川 信代	施設利用対応等	明大寺	研究棟	312
-------	---------	-----	-----	-----

横田 光代	経理	明大寺	研究棟	312
-------	----	-----	-----	-----

NanoPlatform 代表機関

マネージャー

金子 靖	明大寺	研究棟	322
井上 三佳	明大寺	研究棟	322

事務支援員

船木 弓子	明大寺	研究棟	323
青木 純子	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	極低温棟 002	藤原
Bruker E500	極低温棟 001	藤原
Bruker E680	極低温棟 001	藤原
② SQUID 型磁化測定装置		
Quantum Design MPMS-7	極低温棟 006	藤原
Quantum Design MPMS-XL7	極低温棟 006	藤原
③ 単結晶 X 線回折装置		
Rigaku MERCURY CCD-1・R-AXIS IV	南実験棟 B04	藤原
Rigaku MERCURY CCD-2	南実験棟 B04	藤原
微小結晶 /Rigaku MERCURY CCD-3	南実験棟 B04	岡野
④ 粉末 X 線回折装置		
Rigaku RINT-UltimaIII	山手 3号館 1階 X線回折測定室	藤原
⑤ X 線溶液散乱測定装置		
Rigaku NANO-Viewer	南実験棟 B14	秋山
⑥ 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	山根
Omicron EA-125	実験棟 215	酒井
⑦ 電子顕微鏡		
高分解能透過型電子顕微鏡 (TEM) /JEOL JEM-3100FEF	実験棟 B10	上田・伊木
低真空分析走査電子顕微鏡 (SEM) /HITACHI SU6600	実験棟 B09	中尾・酒井
走査電子顕微鏡 (SEM) /JEOL JSM-6700F (1), JED-2201F	山手 4号館 103	中尾
集束イオンビーム加工装置 (FIB) /JEOL JEM-9310FIB (P)	山手 4号館 103	中尾
⑧ 熱分析装置		
MicroCal VP-DSC	山手 4号館 101	牧田・長尾
MicroCal iTC ₂₀₀	山手 4号館 101	牧田・長尾
TA Instruments TGA2950/SDT2960/DSC2920	極低温棟 010	藤原
⑨ マトリックス支援レーザー脱離イオン化 - 飛行時間型質量分析計 (MALDI-TOF-MS)		
Applied Biosystems Voyager DE-STR	山手 4号館 403	牧田
⑩ 有機微量元素分析装置		
所内 J-SCIENCE LAB MICRO CORDER JM10	山手 4号館 404	牧田
⑪ 蛍光 X 線分析装置		
JEOL JSX-3400RII	南実験棟 101	上田

⑫ 核磁気共鳴 (NMR) 装置

JEOL JNM-ECA920	山手 5 号館	奥下
Bruker AVANCE800	山手 4 号館 102	山口
Bruker AVANCE600	実験棟 119	西村
JEOL JNM-ECA600	山手 5号館 予備測定室	牧田・長尾
所内 JEOL JNM-ECS400	山手 4 号館 408	牧田・長尾

⑬ ピコ秒レーザー

Spectra-Physics, Quantronix Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS	実験棟 B08	上田
--	---------	----

⑭ ナノ秒レーザー

エキシマー励起色素レーザー/Coherent, Lambda Physik Compex Pro 110, LPD3002	レーザー棟 103	山中
Nd:YAG 励起 OPO レーザー /Spectra-Physics, Lambda Physik GCR-250, Scanmate OPPO	レーザー棟 102	山中
フッ素系エキシマーレーザー /Lambda Physik Compex 110F	レーザー棟 105	山中

⑮ 蛍光分光光度計

HORIBA SPEX Fluorolog 3-21	南実験棟 101	上田
----------------------------	----------	----

⑯ 円二色性分散計

JASCO J-720WI	山手 4 号館 101	牧田
---------------	-------------	----

⑰ 可視紫外分光光度計

Hitachi U-3500	南実験棟 101	上田
----------------	----------	----

⑱ フーリエ変換赤外 (FTIR) 分光光度計

Bruker IFS 66v/S	南実験棟 101	賣市
------------------	----------	----

⑲ 顕微ラマン分光装置

RENISHAW inVia Reflex	南実験棟 101	賣市
-----------------------	----------	----

⑳ 超伝導磁石付希釈冷凍機

所内 Oxford Kelvinox 400	極低温棟 004	藤原
-------------------------------	----------	----

㉑ 低温冷媒の供給設備

所内 明大寺地区極低温施設

ヘリウム液化システム	極低温棟 104	高山
液体ヘリウム自動供給装置	極低温棟 105	高山
液体ヘリウム貯槽	極低温棟 105	高山
液体窒素自動供給装置	化学試料棟前渡り廊下	高山
ヘリウム回収ライン	各実験室	高山

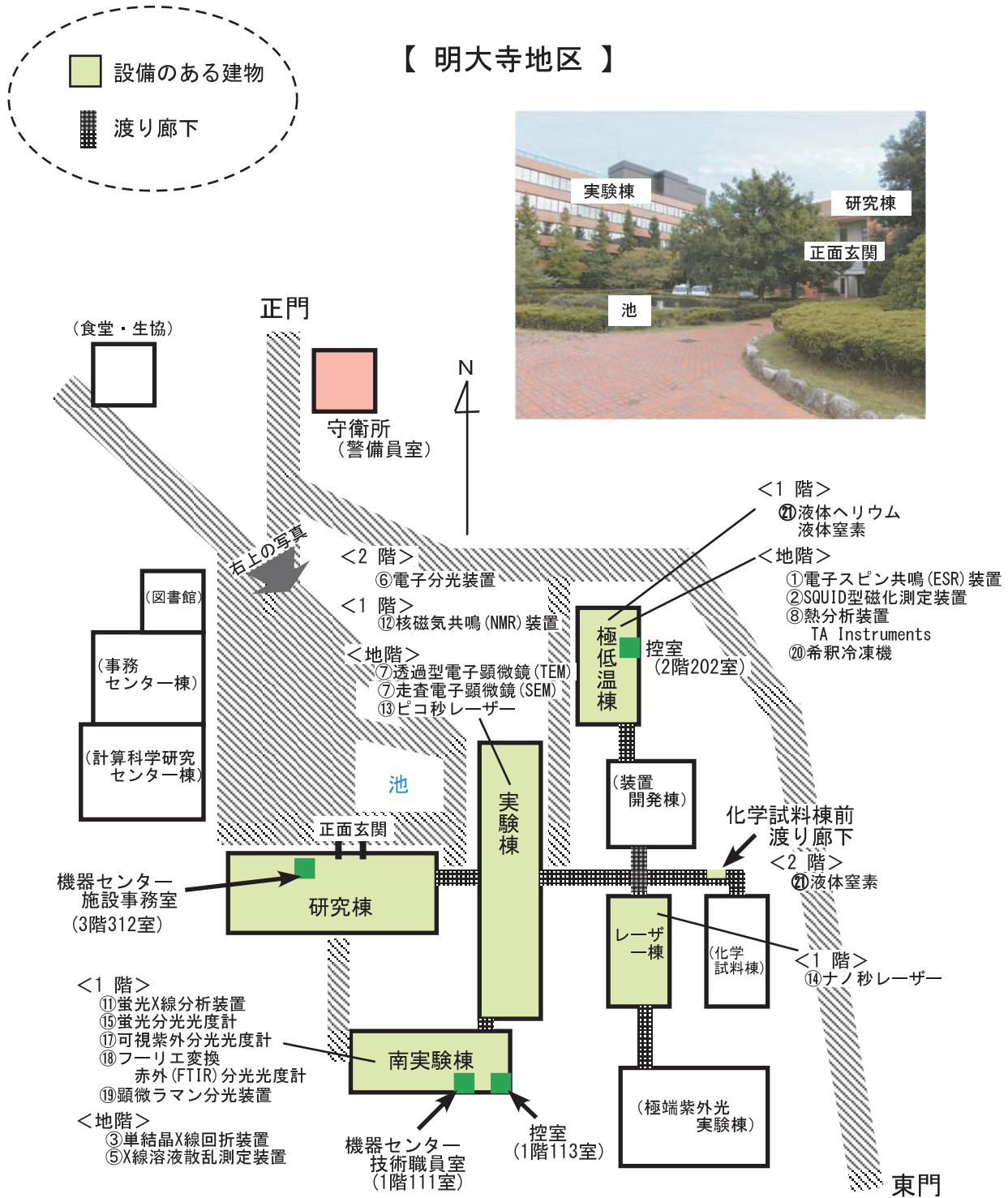
所内 山手地区極低温施設

全自動ヘリウム液化機	山手4号館	水川
液体ヘリウム貯槽	山手4号館	水川
液体窒素貯槽	山手4号館	水川
液体窒素自動供給装置	山手4号館 209	水川
ヘリウム回収ライン	各実験室	水川

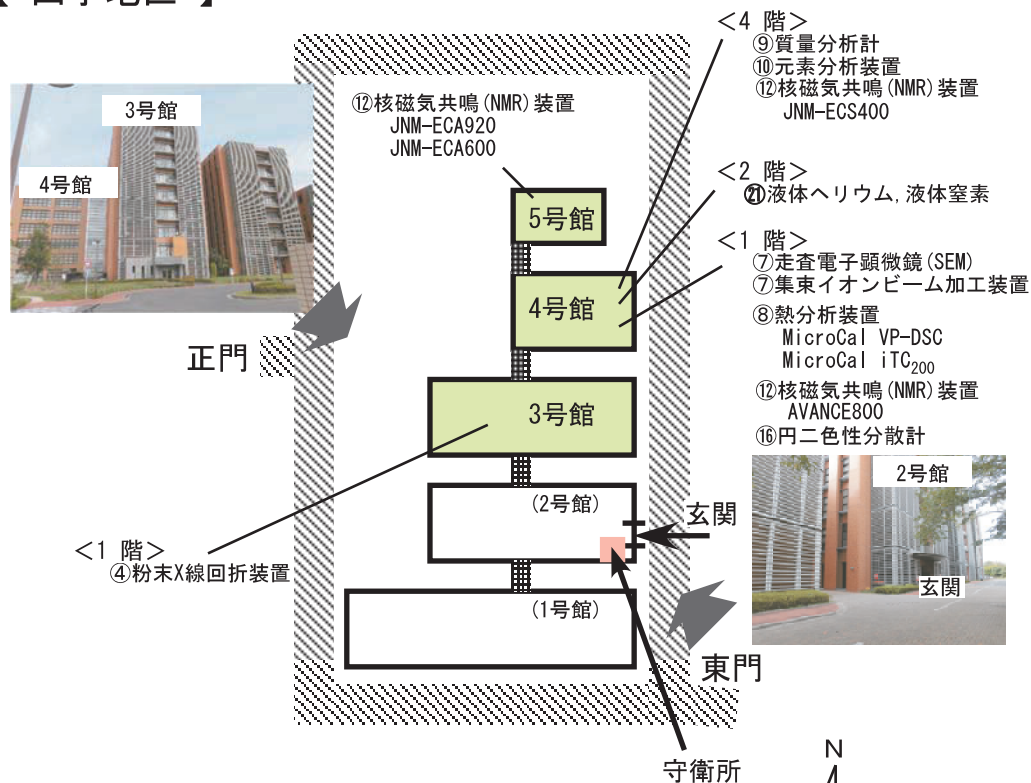
※設備のある場所については、次ページの施設マップをご参照ください。①～㉑が対応しています。

4. 施設マップ

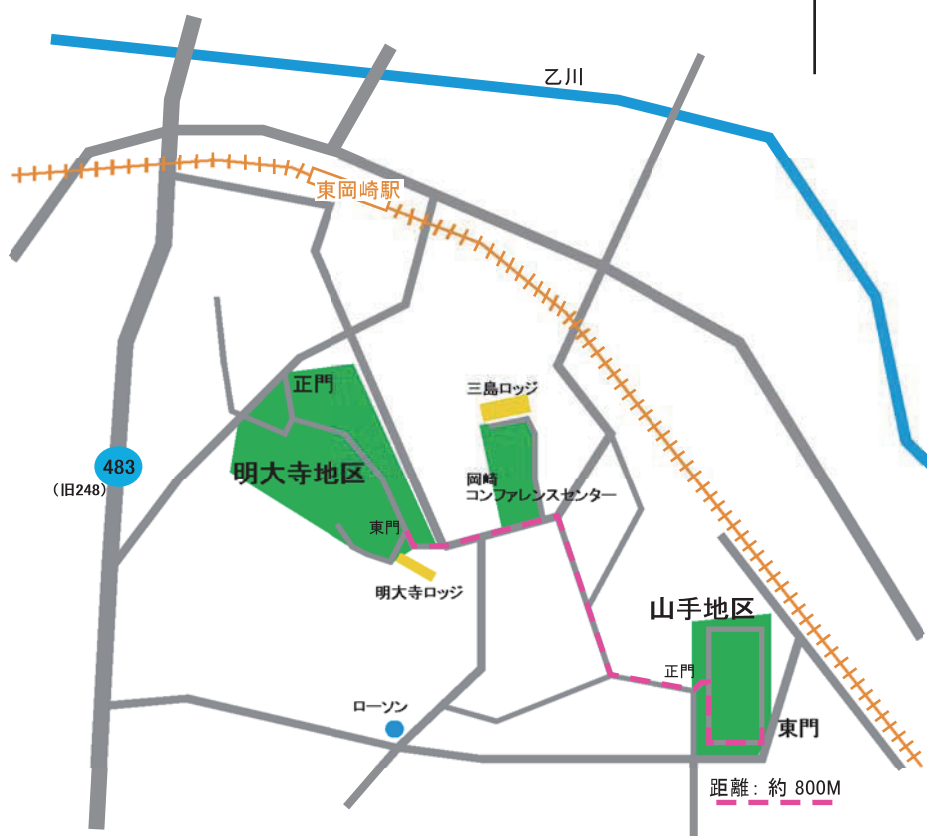
施設マップ



【 山手地区 】



【 明大寺 — 山手 マップ 】



設備利用方法

1. 概要

機器センターは、磁気・物性、化学分析、分子分光の研究に必要な種々の設備を保守・管理し、それら設備をナノテクノロジープラットフォーム事業を通じて提供しております（一部設備は除く）。所外利用者の方には、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・利用形態

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

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

設備の利用には、協力研究、施設利用、技術代行、技術相談の4形態があります。ただし、利用できる形態は設備によって異なります。

- 協力研究 データ解析や学術的な議論を含めた設備の利用を所内研究者と共同で行います。
- 施設利用 利用者が設備を自ら操作、データ解析や学術的議論は利用者が独自に行います。
- 技術代行 実験・測定を研究所スタッフに依頼して行います。
- 技術相談 研究所スタッフと実験・測定について検討します。

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。

《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、設備担当者等から返信いたします。

4. 利用方法

所内の方のみの場合は、申請は必要ありません。利用については各設備担当者までお問い合わせください。所外利用者は**所外利用者の利用方法**を参照してください。

4. 1 所外利用者の利用方法（手順）

(1) 申請

共同利用申請システム（<https://imsapply.ims.ac.jp/apply/>）による Web 申請となります。

申請メニュー

- 協力研究（ナノテクノロジープラットフォーム）
- 機器センター施設利用（ナノテクノロジープラットフォーム）

なお、Web 申請完了後、「承諾書」の提出も必要です。

※「放射線業務従事承認書」が必要な場合も同様です。

《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
総務部国際研究協力課 共同利用係
TEL：0564-55-7133

(2) 採否の決定

採否結果は、登録メールへご連絡の上、採否結果通知書を郵送いたします。

※採否審査中は、設備の利用はできません。

(3) 来所計画

各設備担当者と事前に十分打ち合わせを行ってください。

(4) 設備予約

各設備の予約方法に従ってください。詳細は各設備担当者までお問い合わせください。

(5) 宿泊予約

宿泊を伴う場合は、共同利用研究者宿泊施設を利用できます。宿泊施設の利用を希望される時は、ロッジ予約システム（<http://www.occ.orion.ac.jp/lodge/>）でご予約を行ってください。

(6) 事務手続き

機器センター事務室（研究棟 3 階 312 号室）

〒 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

事務担当：中川 信代

TEL：0564-55-7337 FAX：0564-55-7448

E-mail：nano-office@ims.ac.jp

(7) 来所

(8) 成果報告等の提出

5. センターの利用方法

4. 2 所外利用者の利用方法（詳細）

(1) 申請

共同利用申請システム（<https://imsapply.ims.ac.jp/apply/>）よりアカウントを取得してください。設備によって申請メニューが異なります。設備に対応した申請メニューを選択してください。

申請メニュー

- 協力研究（ナノテクノロジープラットフォーム）
- 機器センター施設利用（ナノテクノロジープラットフォーム）

申請完了後、登録アドレスに「登録完了メール」が届きます。添付されている「承諾書」にご記入の上、送付願います。承諾書が届いて正式な申請となります。

単結晶 X 線回折装置、粉末 X 線回折装置、X 線溶液散乱測定装置、蛍光 X 線分析装置を利用する方は、承諾書と併せて「放射線業務従事承認書」を送付願います。

※半期毎（前期：4/1～9/30、後期：10/1～翌3/31）の申請は、随時受け付けておりますが、
通年（4/1～翌3/31）の申請は、前年度12月の締め切りとなります。

《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
総務部国際研究協力課 共同利用係
TEL：0564-55-7133

自然科学研究機構 分子科学研究所
共同利用申請システム

アカウント作成

初めてご利用の提案代表者の方は、上記ボタンをクリックしてアカウントを作成して下さい。

ユーザ名

パスワード

ログイン

ユーザ名、パスワードを忘れた方

アカウントを作成しログイン

申請メニュー

- カテゴリー別
- ▶ 協力研究
- ▶ 施設利用
- ▶ 研究会（院生用、国際交流を含む）
- 施設・事業別
- ▶ UVSOR
- ▶ 機器センター
- ▶ 装置研究室
- ▶ 計算科学研究センター
- ▶ ナノテクノロジープラットフォーム

申請メニュー

■■■■2015年度協力研究（ナノテクノロジープラットフォーム） 前期申請■■■■

分子科学研究所は、ナノテクノロジープラットフォーム「分子・物質合成」の事業を展開しております。産学官の研究者に対して、以下のような設備利用、共同研究、技術代行、技術相談等を通じて、特異な機能や優れた特性を有する有機・無機材料・金属材料・ナノ材料の探索・開発のための分子・物質合成、構造解析、分子設計等を支援しています。

●ナノテクノロジープラットフォームとして行う電子スピン共鳴（中村Q）X線溶液散乱（秋山Q）、高磁場NMR（加藤晃一Q、西村Q）、機能性分子システム創製（平本Q、山本Q、江原Q、横山Q、正岡Q）に関する協力研究は、協力研究（ナノテクノロジープラットフォーム）を選択してください。協力研究は、前提として所内PI（教授、准教授）との共著の研究を行っていただくものです。所内研究者と十分な打合せをして申請してください。

なお、X線溶液散乱（秋山Q）の申請については、次の1）～4）の項目についても実施計画の欄に記載してください。1）カメラ設定、小角分解能（ Q_{min} Å⁻¹）、最大測定領域（ Q_{max} Å⁻¹）、カメラ長、2）試料セルの持ち込みの有無及び測定温度、3）測定試料及びその他の持ち込み物質質名、形態（液体、粉末、結晶など）、性質（放射性、毒性、可燃性、病原性、無害など）、量、測定後の処理方法及び安全対策、4）持ち込み機器類の装置名、仕様及び安全対策。

▶ 2015年度 協力研究（ナノテクノロジープラットフォーム）

■■■■2015年度機器センター施設利用（ナノテクノロジープラットフォーム） 前期申請■■■■

●機器センターでは、以下に示す装置をナノテクノロジープラットフォームに登録して施設利用を受け付けております。

---ナノテクノロジープラットフォーム事業に対応する装置一覧---

▶ 2015年度 機器センター施設利用（ナノテクノロジープラットフォーム）

いずれかを選択

各設備に対応する申請メニューを選択

図1 共同利用申請システム（Web申請）

(2) 採否の決定

申請受理から約2週間を要します。結果は、登録メールへご連絡の上、採否結果通知書を郵送いたします。

※採否審査中は設備の利用はできません。

(3) 来所計画

各設備担当者と事前に十分打ち合わせて日程を確定してください。

※学部学生の来所は、指導教員の同行が必要です。

※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への加入が必要となります。

旅費必要の有無にかかわらず、下記事項を機器センター事務室までメールにてご連絡ください。

1. 課題番号
2. 来所者名
3. 来所日程 月 日 ～ 月 日 (日間)
4. 旅費必要の有・無
5. 航空機利用の有・無
6. 宿泊 (ロッジ、ホテル)
7. ロッジネットワークアカウントの要・不要

(4) 設備の予約

各設備の予約方法に従ってください。詳細は、各設備担当者までお問い合わせください。

※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>) を利用する場合は、アカウントが必要となります (『大学連携研究設備ネットワーク利用方法』を参照)。

(5) 宿泊予約

宿泊を伴う場合は、共同利用研究者宿泊施設を利用できます。宿泊施設の利用を希望される時は、ロッジ予約システム (<http://www.occ.orion.ac.jp/lodge/>) でご予約を行ってください。

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

※ロッジの鍵の受け取りは、宿泊初日の11:00～15:30です。到着が15:30以降または土日祝日になる場合は、事前に機器センター事務室へご相談ください。

※ロッジのチェックインは15:00、チェックアウトは9:30です。

※周辺ホテルは、各自でご予約ください。

5. センターの利用方法

(6) 事務手続き

(a) 旅費手続き

採択された金額の範囲内において自然科学研究機構旅費支給規程により支給いたします。下記書類のうち、必要なものを機器センター事務室まで提出してください。事務処理円滑化のため、早期提出をお願いします。また、日程等変更が生じた場合は速やかにお知らせください。

旅費は来所後に支払い手続きを行い、登録いただいた銀行口座に振り込みいたします。口座登録の手続きは約1週間、振り込みまでの所要日数は手続き後、約1ヶ月かかります。

下記書類は、ホームページからダウンロードできます。

提出書類	提出が必要な方
銀行振込口座登録依頼書	旅費請求される方（新規・変更がある都度）
大学院生派遣依頼書	旅費請求される大学院生の方（2週間前までに提出）
航空機利用の領収書（原本）	航空機利用の方
搭乗券（往・復分半券）	
出張報告書	旅費請求される方全員
宿泊証明書 以下のうち、いずれか1つ ①宿泊施設が発行する証明書 ②宿泊施設が発行する領収書 ③旅行代理店の領収書 ④クレジットカード利用控え （該当する出張で利用したことが確認できるもの） ⑤宿泊施設が発行する宿泊者カード ⑥宿泊施設が発行するカードキー	宿泊を伴う方 ※ロッジにご宿泊の方は不要です。

(b) その他必要書類

提出書類	提出が必要な方
学部学生派遣書	学部学生の方（来所ごと、2週間前までに提出）
放射線業務従事承認書	放射線を利用される方で未提出の方（2週間前までに提出）
放射線管理区域立入申請書（学部学生）	放射線を利用される学部学生で、「放射線業務従事承認書」を提出できない方（来所ごと、2週間前までに提出）

(7) 来所

- ・来所当日、守衛所で身分証明書を提示後、ネームプレートの交付を受け着用してください。
- ・ロッジを予約された方は、宿泊初日 11:00 ～ 15:30 までの間に、国際研究協力課共同利用係（事務センター棟3階）に来訪し、ロッジの鍵の受け取りと宿泊料金の支払いを済ませてください。
- ・ロッジチェックアウト後、鍵は返却ボックスへお返しください。
- ・山手地区カードキーを希望される方は、平日 8:30 ～ 17:15 の間に、設備担当者に申し出てください。

- 利用終了後は、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。

(8) 成果報告等の提出

年度末に文部科学省提出の『利用報告書』と『業績リスト』を作成していただくこととなっております。年度末が近付きましたら、申請代表者の方へご連絡させていただきます。なお、協力研究で申請の場合は、所内担当教員へ確認の上、連絡いたします。

※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。事前に公開猶予とする理由を機器センター事務室へご連絡ください。なお、猶予期間は2年間です。猶予期間終了後には上記の書類を提出していただきます。

5. お問い合わせ先

- 技術的なお問い合わせ ⇒ TEL : 0564-55-7470
E-mail : ic-pub@ims.ac.jp
- 機器センター事務室 ⇒ 〒 444-8585 岡崎市明大寺町字西郷中 38
(研究棟 3 階 312 号室) 自然科学研究機構 分子科学研究所
事務担当 : 中川 信代
TEL : 0564-55-7337 FAX : 0564-55-7448
E-mail : nano-office@ims.ac.jp
- ホームページ ⇒ <http://ic.ims.ac.jp>

ナノテクノロジープラットフォーム事業について

1. 概要

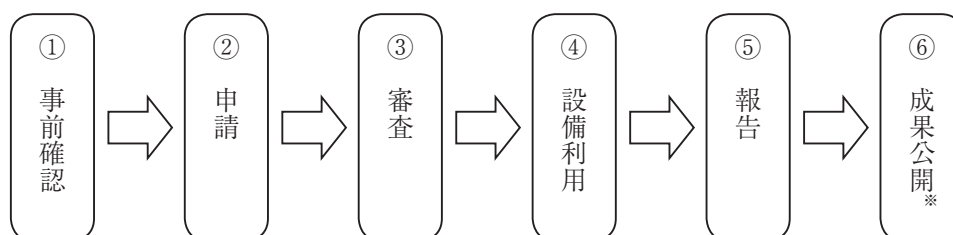
「ナノテクノロジープラットフォーム事業」は、ナノテクノロジーに関する最先端の研究設備とその活用のノウハウを有する機関が緊密に連携して、全国的な設備の共用体制を共同で構築するものです。ナノテクノロジー関連科学技術において基本となる3つの技術領域（微細構造解析、微細加工、分子・物質合成）から構成されており、分子科学研究所は、「分子・物質合成」技術領域の代表機関として参加しています。

「分子・物質合成」領域では、産学官の研究者に対して、実施機関にある最先端の研究設備の利用機会を提供し、共同研究^{*}、機器利用^{*}、技術代行、技術相談を通じて、特異な機能や優れた特性を有する有機・無機材料・金属系ナノ材料の探索・開発のための分子・物質合成、構造解析、分子設計等を支援しています。

^{*} 分子科学研究所においては、「共同研究」「機器利用」をそれぞれ「協力研究」「施設利用」として実施しています。

2. 利用方法

詳細については、各実施機関にお問い合わせください。



^{*} 成果公開の猶予について

特許申請等の理由で利用者が公開の延期を希望する場合は、成果の公開を最大2年間延期できます。

3. 問い合わせ先

- ナノテクノロジープラットフォーム

ホームページ ⇒ <https://nanonet.go.jp>

- 分子・物質合成プラットフォーム

ホームページ ⇒ <http://mms-platform.com/>

- 分子科学研究所 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/>

事務室 ⇒ 〒444-8585 愛知県岡崎市明大寺町字西郷中 38 番地
自然科学研究機構 分子科学研究所 機器センター事務室
事務担当：中川 信代

TEL：0564-55-7337 FAX：0564-55-7448

E-mail：nano-office @ ims.ac.jp

大学連携研究設備ネットワーク利用方法

1. 概要

大学連携研究設備ネットワーク（以下、設備ネットワーク）とは、「全国の各大学が所有する研究設備の相互利用・共同利用を推進し、将来の新しい共同研究の促進」を目的としたプロジェクトです。現在、参加機関として分子研（全国事務局担当）の他、国立大学72機関、公・私立大学30機関、公的研究機関3機関、民間企業23機関が登録され、国立大学等67機関の提供する385の公開設備が利用されています。

機器センターの設備はこの設備ネットワークに登録されており、予約も設備ネットワークの予約システムを通じて行って頂いております。ここでは、機器センターの設備利用を前提とした利用方法について説明します。

2. 利用方法

2. 1 ホームページ

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

ホームページアドレス：

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

2. 2 アカウント

予約システムを使う為にはアカウントが必要です。アカウントをお持ちでない場合は問い合わせフォームよりお問い合わせ願います。



図1 設備ネットワークホームページ

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、協力研究の場合は所内受入担当者が、予約を行ってください。

- 予約システム（<http://chem-eqnet.ims.ac.jp/>）にログインし、利用する設備を「利用予約」－「設備検索」から検索し、設備名をクリック（図2）。
- 設備詳細画面の「相互利用予約」をクリック（図3）。
- 利用日時・予算区分（運営費交付金）を選択し、「予約確認」をクリック（図4）。続いて確認画面の「予約」をクリック。

5. センターの利用方法

利用者用 ユーザ情報修正 利用予約 予約状況 課金状況

① 設備検索 お気に入り

一覧 カレンダー

設備検索

② 地域: その他 ③ 機関・部局: 73 分子科学研究所 (24台) 全て

カテゴリ: 全て

フリーワード検索: ※フリーワード検索は設備名、カテゴリ、仕様、備考より検索します。大文字と小文字は区別されませんが、全角と半角は区別されます。

検索 クリア

-- 件表示 全 24 件

< 前へ 1 2 3 次へ >

④ 設備名	カテゴリ	所属	設備管理者	状態
電子スピン共鳴装置 (Bruker 社製 E-500)	電子スピン共鳴装置 (ESR)	分子科学研究所 機器センター	藤原 基晴	相互: ○ 依頼: ×
電子スピン共鳴装置 (Bruker 社製 E-500)	電子スピン共鳴装置 (ESR)	分子科学研究所 機器センター	藤原 基晴	相互: ○ 依頼: ×

図2 設備検索

利用者用

[ユーザ情報修正](#)
[利用予約](#)
[予約状況](#)
[課金状況](#)

[設備検索](#)
[お気に入り](#)

設備詳細

[お気に入りに登録](#)

設備名	電子スピン共鳴装置 (Bruker社製 E-500)	カテゴリ	電子スピン共鳴装置(ESR)
仕様	[周波数] 9.4GHz帯(X-band) CW, 34GHz帯(Q-band) CW [磁場] -50G~14.5kG [温度] 3.8~300K(ESR900), 1.9~300K(ESR910) [オプション] 一軸回転ゴニオメータ, 光照射		
設備管理者 所属	藤原 基晴  (fujiwara@ims.ac.jp) 分子科学研究所 機器センター		
設備ニュース	現在ニュースの登録はありません。		
利用受付	⑤ 相互利用予約		
簡易予約ページURL	https://chem-eqnet.ims.ac.jp/system2/openreseInput.do?searchCondition.equipmentIdEncrypted=2fa918a95417cc66		

図3 設備詳細画面

<前の日付10日> 次の日付10日>

月	11月																				
日	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
	Q	Q	Q	Q	×	×	×	Q	×	×	×	×	Q	Q	×	×	×	×	×		

・ 予約内容

利用開始	2011 年 11 月 10 日 0時から	⑥	⑦
利用終了	2011 年 11 月 11 日 0時まで		
利用予算区分	運営費交付金 ☐ 私費		
予算	0		予約確認

図4 予約テーブル

(2) 予約の確認、修正、取消

「予約状況」一覧で、現在の予約状況、および修正・取消が出来ます（図5）。

「承認待ち」：設備管理者が予約を確認中です。

「予約中」：設備の利用が出来る状態です。

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

図5 予約状況

2. 4 アカウントについて

(1) アカウントの変更

アカウント（ユーザーID、パスワード）は、ログイン後、「ユーザー情報修正」から、随時変更出来ます。

(2) アカウントを忘れた方へ

ID・パスワードを忘れてしまった場合は、ログイン窓にある「ID、パスワードを忘れた方はこちら」のリンクをクリックしてください（図6）。設定ページでメールアドレスと名前を入力するとシステムからメールが届きます。IDはメールに記載されています。パスワードは再設定用ページのURLが記載されていますので記載URLにアクセスしてパスワードを再設定してください。

予約課金システム ログイン

ユーザID :

パスワード :

[ログイン](#) [リセット](#)

[ID、パスワードを忘れた方はこちら](#)

[マニュアル](#)

[Q & A](#)

[大学事務担当者ページ](#)

図6 ログイン窓

※ 予約システムの操作の詳細はマニュアルをご覧ください。

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

液体ヘリウム利用方法

1. 概要

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/He_user_manual2008.pdf) に詳しく書かれておりますので、ご参照頂ければ幸いです。

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

2. 液体ヘリウム利用の前に

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

3. 明大寺地区液体ヘリウム利用方法

3. 1 設置場所

- 極低温棟1階105室

3. 2 ベッセル持ち出し手順

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

3. 3 ベッセルの返却手順

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

ベッセルの持出・返却の際は、回収用のバルブ操作に十分注意してください。

4. 山手地区液体ヘリウム利用方法

4. 1 設置場所

- 山手4号館207号室

4. 2 ベッセル持ち出し手順

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

4. 3 ベッセルの返却手順

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

ベッセルの持出・返却の際は、回収用のバルブ操作に十分注意してください。

5. 異常時

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

6. その他

- 供給可能時間は、充填済みの持ち出すベッセルがある場合は終日可能である。
- 研究室で所有するベッセルも上記方法で利用可能である。
- 使用期間の長期化は、貸し出し容器の不足が発生し液体ヘリウムの供給に支障が出るため、容器はなるべく早めに返却すること。
- 液体ヘリウムは必ず5 ℓ 以上残した状態で返却すること。
- ヘリウムの回収ロスが直接供給価格に反映されるため、蒸発ガスの回収100%を心がけること。
- 回収ガスに、なるべく空気を混入させないように十分注意すること。
- ベッセルへの空気混入は絶対に避けること。
- 液体ヘリウム供給価格:平成26年度後期 1 ℓ 当たり180円。

液体窒素利用方法

1. 概要

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

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

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

以下では、要点を抜粋し、簡単に記しておきます。

2. 特に注意すべき点

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

3. 液体窒素容器について

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

4. 液体窒素汲み出しの前に

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

5. 明大寺地区液体窒素汲み出し手順

5. 1 汲み出し場所

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

5. 2 手順

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

5. 3 注意

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

5. 4 その他

- ・汲み出しの時間は、原則平日午前9時～午後5時までである。
- ・無登録の所外研究者（液体窒素利用者講習会未受講者）が液体窒素の汲み出しを行う場合は、「液体窒素利用者講習会」受講修了者立ち会いのもとで行うこと。
- ・エレベーターに人と液体窒素容器とを同乗させてはいけない。
- ・液体窒素供給価格：平成26年度後期 1 ℓ 当たり65円（明大寺地区）。

6. 山手地区液体窒素汲み出し手順

6. 1 汲み出し場所

- ・山手4号館2階液体窒素供給室

6. 2 手順

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

6. 3 注意

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

6. 4 その他

- ・汲み出しの時間は、原則午前7時～午後7時までである。
- ・「液体窒素取り扱い講習」を受けていない人は、汲み出すことはできない。
- ・エレベーターに人と液体窒素容器とを同乗させてはいけない。
- ・液体窒素供給価格：平成26年度後期 1 ℓ 当たり85円（山手地区）。

小型貸出機器利用方法

1. 概要

小型貸出機器として、各種実験に利用できる汎用性の高いものを保有しています。共同利用機関であり流動性も高い分子科学研究所においては、一時的に使用できる機器を備えておくことは、無駄な投資を防ぐ意味でも有用であるといえます。例えば、共通性の高い機器として、電源・ボックスカー・発振器・エレクトロメーターなどがあり、また光スペクトラムアナライザー・オシロスコープなどの高価なものも備えています。現在は88台を保有しておりますが、その約80%は貸出されている状況です。所内の方のみの貸出とさせて頂いておりますが、所外の方でも施設利用や協力研究等の実験の際に、所内の方を通じて利用して頂くことは可能です。

保管場所は、H24年度より「南実験棟地下1階B10」になりました。

2. 利用方法

利用の手続きについては、小型貸出機器専用の利用・予約システム

<http://haruka.ims.ac.jp/kogata/yoyaku/kogatayoyaku.htm> から、クリック操作で簡単に行えるようになっていきます（図1参照）。画面の内容に従って進んで頂ければ、機器の予約や利用の手続き、検索閲覧ができます。既に利用、あるいは予約されている機器の場合であっても、同様に手続きをして頂ければ、利用して頂けるよう当センターで出来る限り日程調整をさせていただきます。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週間以内の日を入力してください。返却予定日が決まっていない場合は、「継続使用を希望」と設定して頂ければ新たな予約が入るまで継続してご利用頂けます。但し、利用期間が2週間以上経過している場合に、新たな予約が入った時点で、出来る限り速やかに返却して頂くようお願いしております。返却の際も、同ページから返却手続きを行うことができます。また、本予約システム

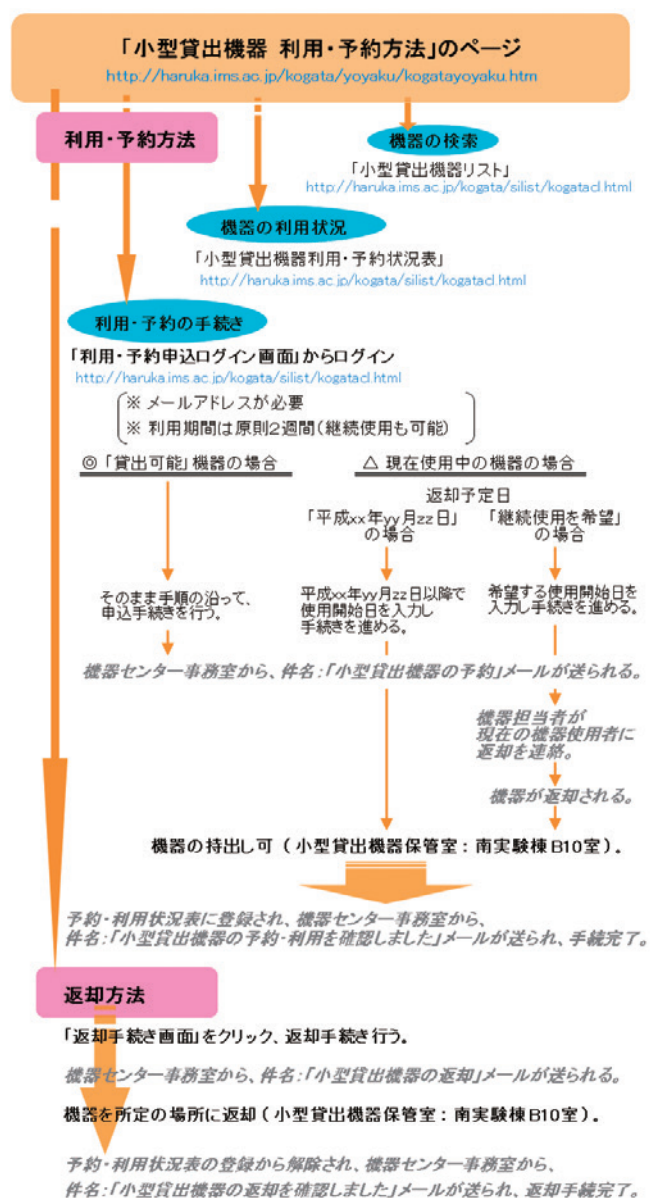


図1 利用・予約・返却方法の手順

をご利用頂くほかに、お電話やメール、或いは直接声を掛けてご連絡頂いても構いません。なお、利用の際の機器の持ち出し、及び返却は、利用者ご自身でお願いします。参考までに、小型貸出機器のリスト（機器名別）を表1に示します。詳細は、<http://haruka.ims.ac.jp/kogata/silist/kogatacl.html> をご参照ください。

お気軽に、ご利用ください。

表1 小型貸出機器(88台) 機器名別リスト

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

サンプル準備室利用方法

1. 概要

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

2. 利用方法

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

2. 1 設置設備

- 真空ライン（自作、[真空度]（RP） ~ 3 Pa、（DP） $\sim 10^{-4}$ Pa、[接続]TS15/25、 $\phi 6$ mm管）
- 真空型グローブボックス（UNICO UN-12L、自動内圧調整器・酸素濃度計・露点計）
寸法（mm）：メインボックス1200×650×600、パスボックス250×250×350
立ち上げ時（一般窒素）：酸素濃度1ppm以下、露点 -30°C
- ドラフトチャンバー（Yamato KFC2180）
- 定温恒温乾燥機（EYELA NDO-400）
- 超音波洗浄機（アズワンUS-1R）
- 天秤（島津 UW620H）



真空ライン



真空型グローブボックス

施設利用者控室

1. 概要

明大寺地区における機器センターの設備は、極低温棟と南実験棟にほぼ集約されています。

施設利用者控室を、極低温棟2階202号室、および南実験棟1階113室に設けております。会議机やホワイトボード、個人用机も用意しておりますので、打ち合わせや測定の合間の休息にご利用ください。また共用パソコンもご利用いただけます。なおパソコン持込みの場合、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（研究棟3階312号室）まで声をかけてください。

お気軽に、ご利用くださいませ。

極低温棟 2 階 202 室



南実験棟 1 階 113 室



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

設備紹介（EMX Plus、E500）

担当）藤原 基靖



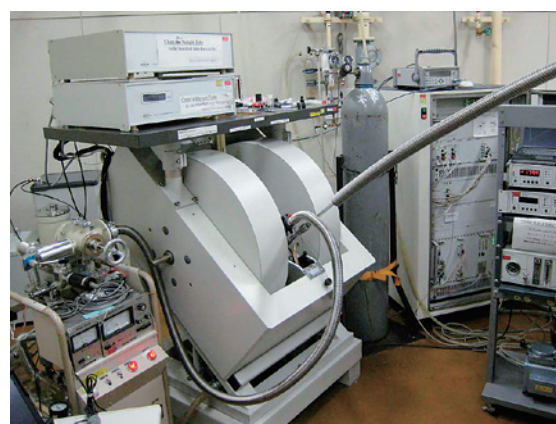
メーカー：Bruker

型 式：EMX Plus

導入年度：平成 17 年度

（主な仕様）

周波数	X-band（～ 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 ～ 300 K (ER4131VT) 100 ～ 300 K[LN_2]
周波数	Q-band（～ 34 GHz）
温度可変	4 ～ 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LN₂)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

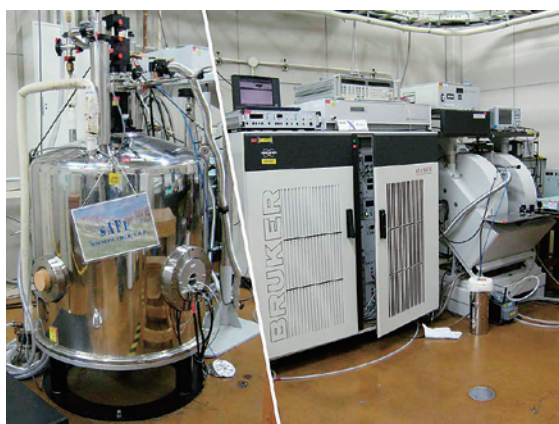
- 粉末、液体の場合は、石英管(X-band: 外径φ4 mm、長さ250 mm、Q-band: 外径φ2 mm、長さ100 mm)に試料を封入。
- 単結晶の場合は、少量のアピエゾンNグリースで石英棒に固定。

備考

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

設備紹介 (E680)

担当) 藤原 基靖



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) [cw, pluse]
温度可変	3.8 ～ 300 K
マグネット	超伝導マグネット (6 T スプリット型) 掃引コイル (700 mT)
周波数	X-band (～ 9.4 GHz) [cw, pluse] Q-band (～ 34 GHz) [pluse]
温度可変	4 ～ 300 K (CF935)

マグネット	-5 mT ～ 1.45 T
オプション	ゴニオメーター テスラメーター ENDOR 用 RF アンプ ナノ秒波長可変レーザー

特徴

X-, W-band の cw 測定のほか、X-, Q-, W-band のパルス測定が可能。時間平均を観測している cw 測定に対して、パルス測定ではスピンドynaミックスを直接観測できる。ENDOR測定(X-, Q-band) やELDOR測定(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。またナノ秒波長可変レーザーの導入により時間分解測定(X-band)も可能となった。

測定方法

W-bandでは、石英管(外径φ0.9 mm)に試料を封入。

備考

利用は、「高周波・高磁場およびパルスESRの使用経験があること」が条件。

SQUID型磁化測定装置

概要

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

設備紹介（MPMS-7、MPMS-XL7）

担当）藤原 基靖



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	1.9 ~ 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 マグネットリセット 垂直試料回転用ロッド

（MPMS-7、-XL7共用オプション）

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



メーカー：Quantum Design

型 式：MPMS-XL7

導入年度：平成14年度

（主な仕様）

温度範囲	1.9 ~ 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：0.1 Hz ~ 1 kHz) (交流磁場：~ 6 G) 超低磁場 マグネットリセット 電気抵抗測定用ロッド 外部機器制御ソフト (EDC)

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-XL7 では、AC 測定により、緩和時間等・スピンのダイナミクスを調べることが可能。また超低磁場オプションおよびマグネトリセットにより、サンプル中心における残留磁場を 50 mG 以下に抑えた低残留磁場中での測定が可能。（右図参照）
- 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。

測定方法

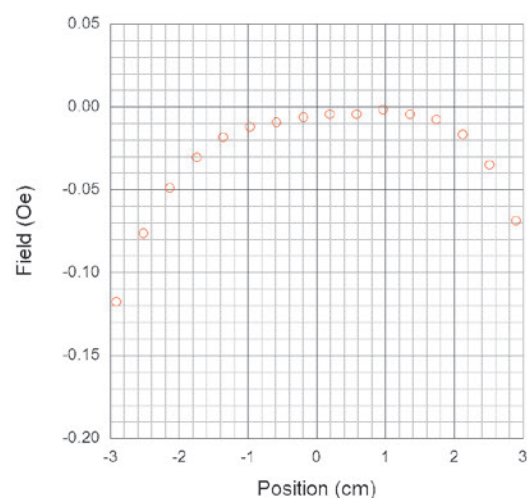
- ストロウの中央にサンプルを固定。サンプル形状等により、カプセルやラップ、アルミホイルなどを利用。上記以外に必要なものは、各自で用意すること。
- サンプル交換は、300 K で行うこと。
- 終了時に LHe トランスファーを行い、満タンにすること。（MPMS-7 の場合、週末利用者は、LN₂ トランスファーも行うこと。）

備考

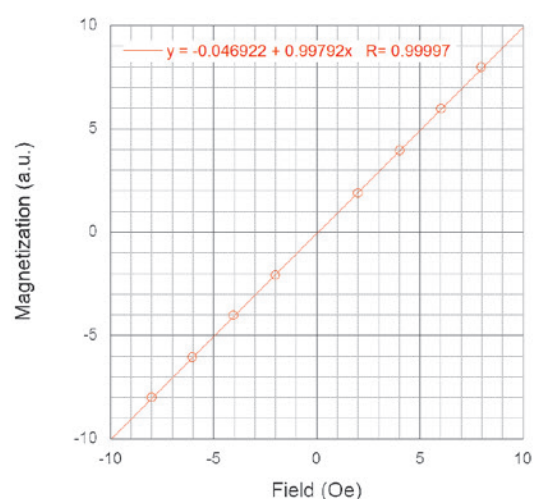
- He レベルは、超伝導磁石を冷却するために 40% 以上に保持する必要がある。特に高磁場をかける場合は、He レベルに注意すること。

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

- 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。



磁場勾配プロファイル



磁化の磁場依存性

単結晶X線回折装置

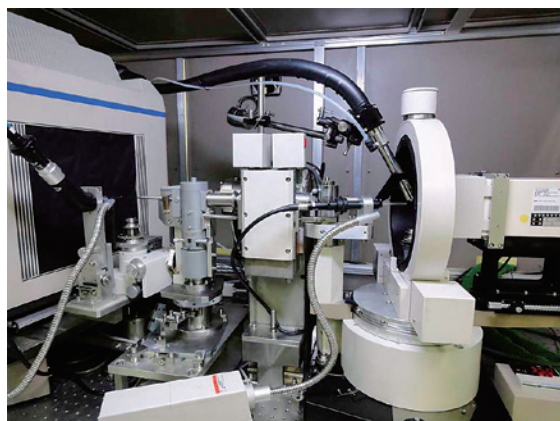
概要

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、3 時間程度で測定～解析が行える。

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

担当）藤原 基靖



メーカー：Rigaku

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

導入年度：平成 8 年度

（主な仕様）

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

（CCD1、CCD-2）

コリメータ	$\phi 0.3$ 、0.5、1.0 mm
ゴニオメータ	AFC-7 型 χ サークル
検出器	Mercury CCD
温度可変	100 ～ 400 K
ソフトウェア	測定 :Crystal Clear 解析 :Crystal Structure

（R-AXIS）

コリメータ	$\phi 0.3$ 、0.5 mm
ゴニオメータ	一軸回転（ ϕ 軸）

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

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、冷却を始める。最低温 100 K まで、約 2 時間かかる。

設備紹介（微小結晶 /MERCURY CCD-3）

担当）岡野 芳則



メーカー：Rigaku

型 式：MERCURY CCD-3

導入年度：平成 14 年度

（主な仕様）

X 線源	回転対陰極型、Mo 50 kV・16 mA（0.8 kW） コンフォーカルミラー使用
コリメータ	φ0.3 mm
ゴニオメータ	AFC-8 型 1/4 χ サークル
検出器	Mercury CCD
温度可変	・ 100 K ～室温 （N ₂ ガス:PSA より供給） ・ 24 ～ 100 K （He ガスボンベ：1 本 /8 時間）
ソフトウェア	測定：Crystal Clear 解析：Crystal Structure

特徴

• 高輝度X線

光学系にコンフォーカルミラーを用いており、CCD-1、-2に比べ、約10倍の高輝度X線ビームが得られ、測定が難しかった微小結晶でも測定が可能。ビーム径はφ0.1～0.2 mmで、コリメータはバックグラウンド低減のためビーム径よりやや大きめの0.3 mmのものが取り付けられている。

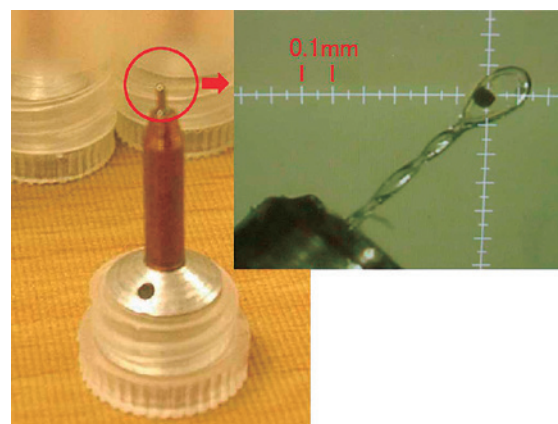
• 低温測定

ガス吹き付け型の冷却装置で、到達温度は、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。

粉末X線回折装置

概要

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

設備紹介（RINT-UltimaⅢ）

担当）藤原 基靖



メーカー：Rigaku

型 式：RINT-Ultima Ⅲ

導入年度：平成 17 年度

（主な仕様）

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

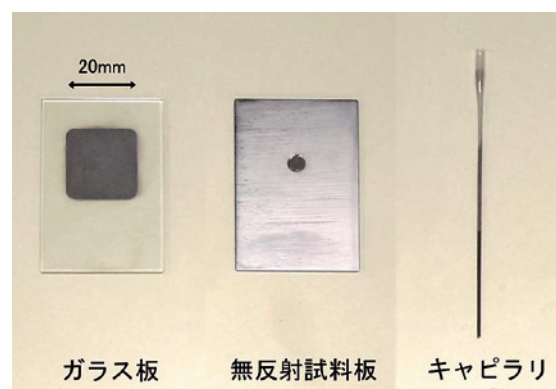
	小角散乱試料台 低温試料台 (40 ~ 300 K)
制御 PC	Windows7（更新）
ソフトウェア	PDXL（基本、定性、リートベルト、PDF-2）、Nano-Solver

特徴

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

測定方法

- 試料準備
ガラス板やキャピラリ等に試料を充填



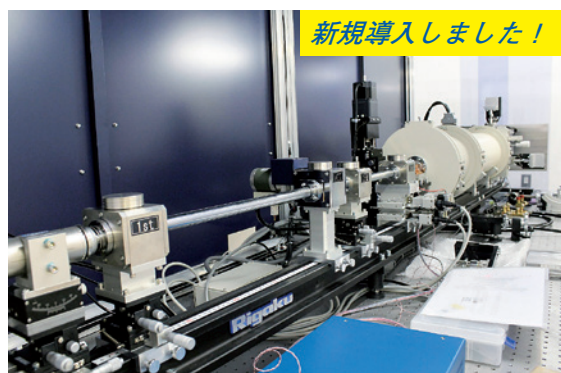
X線溶液散乱装置

概要

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

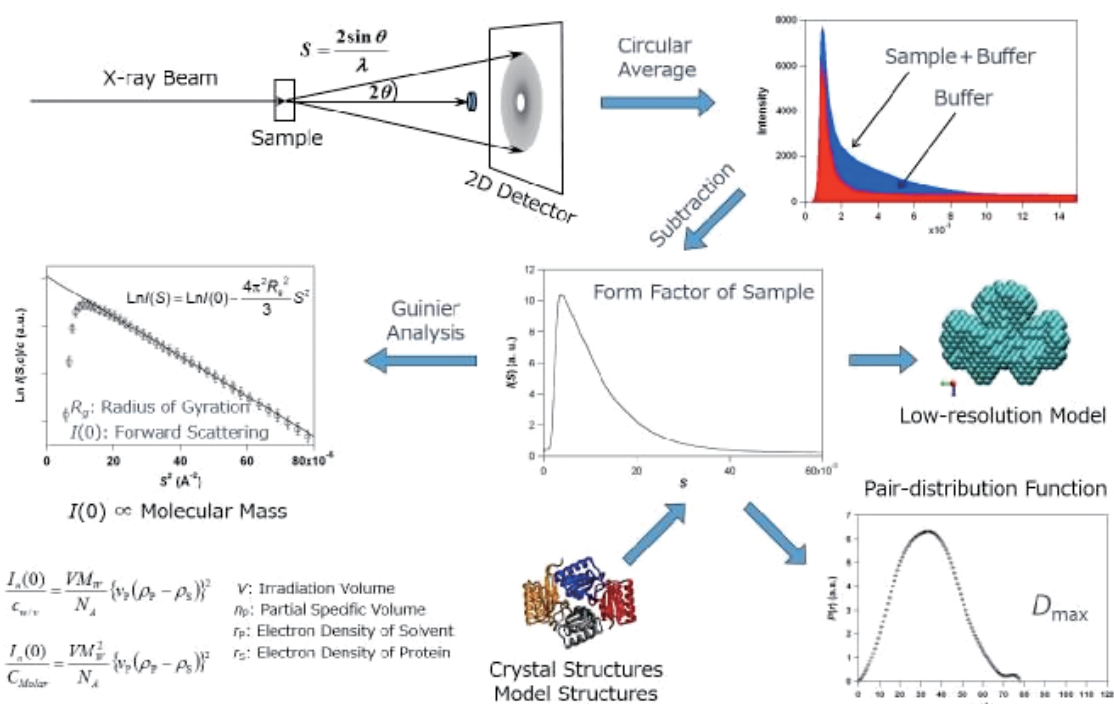
設備紹介（Rigaku NANO-Viewer）

担当）秋山 修志



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

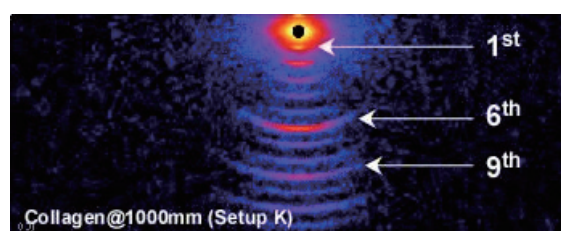


6. 所有設備紹介

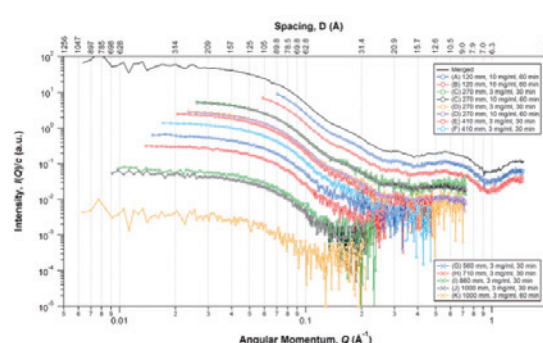
度、これらを個別に記録して差分を取ると、溶質（タンパク質分子）の散乱曲線が得られる。この散乱曲線には構造情報が含まれており、ギニエ解析による回転半径や原点散乱強度の評価、間接フーリエ変換による動径分布距離解析、低分解能像（分子形状）の推定、既知の結晶構造との比較、などを通してタンパク質分子の大きさや形状を見積もることができる。

小角カメラ表

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



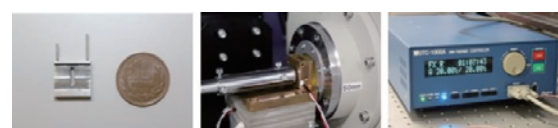
検出器はDECTRIS社のPILATUS 200Kを採用している。検出器を平行移動させることで、モジュール間の継ぎ目のない散乱・回折パターンを記録することもできる。各スリットのピンホール径、ビームストッパー径、試料と検出器の距離などを変化させて、試料に最適な小角カメラを選ぶ。上表のように、現状ではA～Kで区別される11段階の小角カメラで運用している。それ以外の小角カメラ設定については管理者と要相談。



BSA 標準散乱

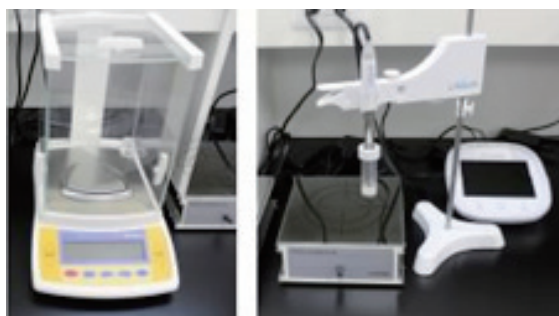
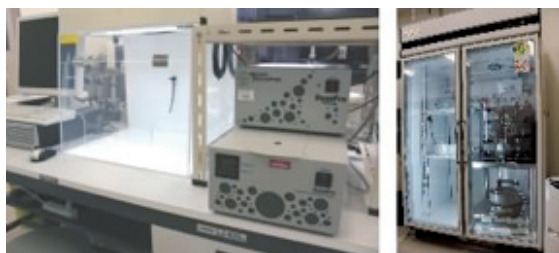
標準試料として用いられる牛血清アルブミン（BSA）の散乱パターンをA～Kの小角カメラで記録した（上図）。3mg/mlの試料濃度で30min積算を基本とし、広角測定（A, B）と極小角測定（K）では10 mg/mlで60 minの積算としている。図中の散乱曲線は試料濃度と露光時間に対して規格化されているが、ビーム強度に対しては規格化されていない。小角カメラ設定がAからKとなるにつれ、測定可能領域は広角（高分解能）側から小角（低分解能）側へとシフトしていき、同時に入射ビーム強度が弱くなるために信号強度が弱くなっていく。

セルと試料ホルダ



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

試料準備室



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

URL：

<http://bms.ims.ac.jp/AkiyamaG/saxs.html>

電子分光装置

概要

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

本装置の特徴として 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。

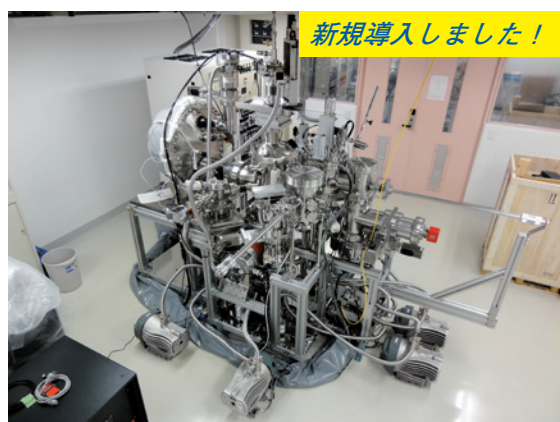
X線光電子分光（XPS: X-ray Photoelectron Spectroscopy）装置は、超高真空中で試料にX線を照射し、放出される電子（光電子）を検出する装置である。放出される光電子は、対象となる原子の内殻電子に起因するものであり、そのエネルギーは元素ごとに定まることから、エネルギー値を知ることと定性分析を行うことができる。原子の置かれている環境（化学状態）によって電子状態が変わることからピーク位置が僅かにシフトすることを利用して、化学構造解析を行うことができることからESCA（Electron Spectroscopy for Chemical Analysis）とも呼ばれる。

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

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

設備紹介 (ARUPS)

担当) 山根宏之、田中清尚、解良聡、小杉信博



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)
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。

測定例

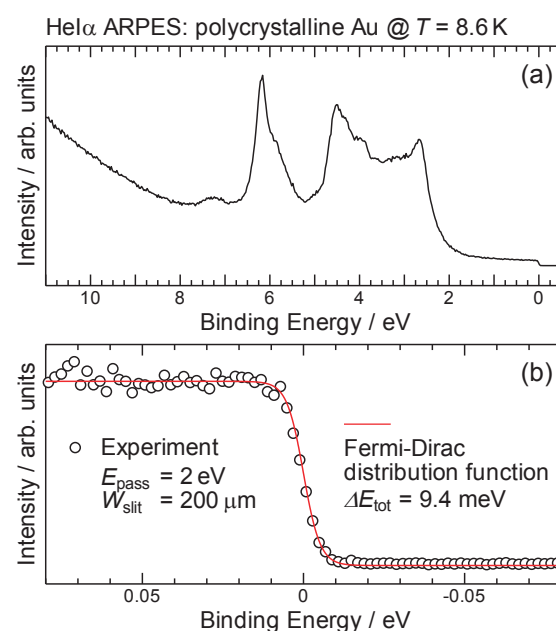


図1 He I α によるAu板のARUPSスペクトル。
(a) 価電子帯全域, (b) フェルミ準位近傍

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 μ mで行った。角度積分モードでは5分程度の測定時間で十分なSN比のデータが得られた。Fermi-Dirac分布関数を用いたフェルミエッジのフィッティング解析よりエネルギー分解能は9.4 meVと見積った。 E_{pass} と W_{slit} の組み合わせによって、より高分解能な測定が可能である。

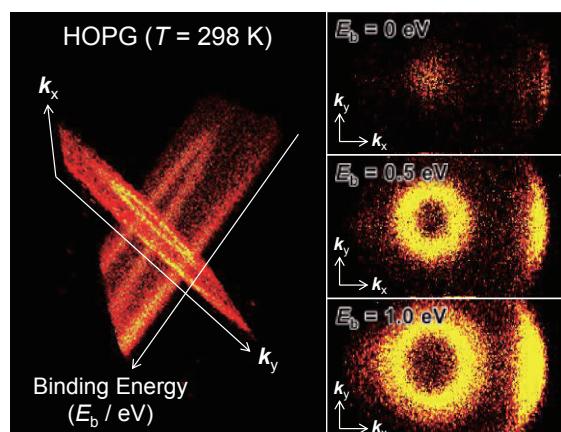


図2 He I α によるHOPGのARUPSスペクトルイメージとディラック点近傍 ($k_x \sim 1.7 \text{ \AA}^{-1}$) における等エネルギー面マッピング。

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

設備紹介 (XPS)

担当) 酒井 雅弘



メーカー：Omicron

型 式：EA-125

導入年度：平成23年度

(主な仕様)

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

エネルギー分解能と計数率	Mg-K α 線を用いた清浄化処理を行っていない銀板の Ag3d $_{5/2}$, Entrance Slit 6 ×
--------------	--

	12mm, 半分値幅は, パスエネルギー10eVで0.9eV (計数率 5500cps), パスエネルギー50eVで1.4eV (計数率 60000cps)。図1(a),(b)参照。
Entrance Slit	(1) 6 × 12 mm (2) $\phi 6$ mm (3) $\phi 2$ mm (4) $\phi 1$ mm (5) 1 × 12 mm
真空度	4×10^{-8} Pa 程度 (測定槽主排気はイオンポンプ、粗引きはターボ分子ポンプ)
装備機器	Ar イオンスパッタガン
制御系	OS: Windows XP, 制御ソフト: Omicron EIS。データの持ち帰りは、テキストファイル形式など。

測定例

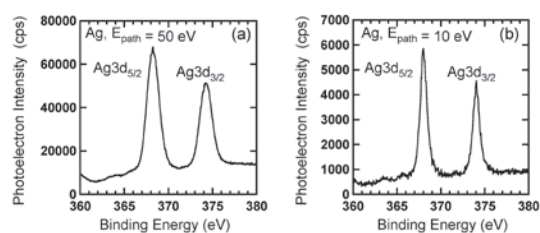


図1 Mg-K α による清浄化処理を行っていない銀板のAg3d_{5/2}の光電子スペクトル。(a) パスエネルギー50eV, (b) パスエネルギー10eV

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

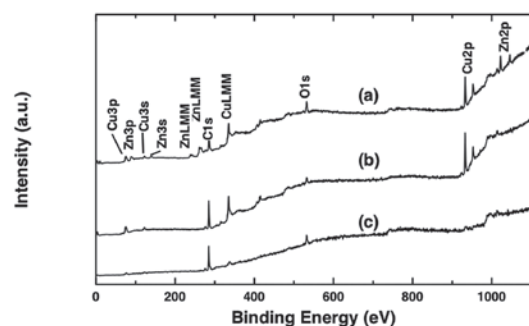


図2 銅板および真鍮板の光電子スペクトル。
(a) ピカール研磨された真鍮板, (b) ピカール研磨された銅板, (c) 未研磨の銅板

図2に銅板および真鍮板の光電子スペクトルを示す。(c)の未研磨のものは、表面付着物によりCu由来のピークが非常に小さい。(b)は表面研磨により表面付着物がある程度除去できたためCu由来のピークがはっきり見えるようになった。(a)でも研磨により表面付着物がある程度除去できたため、真鍮の構成元素であるCu, Znが観測されている。(a), (b), (c)のいずれにもCl1s, O1sが観測されている

が、これは大気中のC, Oが表面に付着していることを示している。これら大気由来の元素の除去は、真空中でのArイオンスパッタリングが必要となる。

電子顕微鏡

概要

電子顕微鏡は、電子線を試料に当てて拡大像を観察する装置で、大きく分けて透過型電子顕微鏡と走査型電子顕微鏡の2種類がある。透過型電子顕微鏡では試料を透過した電子によって得られる拡大像を観察し、走査型電子顕微鏡では試料からの反射電子や二次電子を用いて表面構造を観察する。入射する電子線と試料との間では、相互作用によって様々な情報が放出されており、これらを利用することで結晶構造や化学組成等も調べることができる。

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

設備紹介（高分解能透過型電子顕微鏡（TEM）/JEM-3100FEF）

担当）上田 正



特徴

電界放出形電子銃（FEG）とインカラム式オメガフィルターを備えているため、高分解能で明瞭な像を得ることが可能。高感度カメラシステムも備えている。

測定方法

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

（※ EDX は対応していません）

メーカー：JEOL

型 式：JEM-3100FEF

導入年度：平成 14 年度

（主な仕様）

加速電圧	300 kV
分解能	0.17 nm（粒子像）
倍率	× 2,500 ～ 1,500,000

設備紹介 低真空電界放射走査電子顕微鏡 (SEM) /HITACHI SU6600

担当) 中尾 聡、酒井 雅弘



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

(主な仕様)

(SEM：SU6600)

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

(EDX 検出器：QUANTAX XFlash 5060FQ)

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

(EDX 検出器：QUANTAX XFlash6|10)

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

特徴

- 低真空モードにより、高真空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型であるため、磁性材料の観察も可能。
- 最大で直径150mmまでの試料を観察可能。ただし直径によって、重量や高さ、使用可能な機能に制約があるため要相談。
- 二次電子像の他、組成コントラストを持つ反射電子像、明視野透過電子像が観察可能。
- エネルギー分散型X線(EDX)分析により、含有元素の定性分析、おおよその定量分析、元素マッピングが可能。
- EDX 検出器として、検出面積60mm²で高感度の検出器 XFlash5060FQ と、エネルギー分解能の高い検出器 XFlash6|10の2台を搭載。
- オプションのMK3形クールステージを装着した時は、ステージ温度を-20～50℃に制御することが可能。ただし、試料サイズが直径10mmまでとなることや、頻繁に試料室の大気開放が必要となるなど、制約があるため要相談。

6. 所有設備紹介

設備紹介（走査電子顕微鏡 (SEM) /JSM-6700F (1)、JED-2201F)

担当) 中尾 聡



メーカー：JEOL

型 式：JSM-6700F(1)、JED-2201F

導入年度：平成 14 年度

(主な仕様)

電子銃	冷陰極電界放射形
加速電圧	0.5 ～ 30 kV

照射電流	0.1 pA ～ 2 nA
倍率	25 ～ 650000 倍
像分解能	1.0nm (15kV)、2.2nm (1kV)
試料サイズ	最大直径 2 インチ
EDS 検出範囲	0 ～ 20 keV
検出可能元素	B ～ U
エネルギー分解能	133 eV 以下

特徴

- 大型試料に対応し、微細構造の高分解能観察が可能な、電界放射走査電子顕微鏡 (FE-SEM)。
- 二次電子像の他、組成コントラストを持つ反射電子像が観察可能。
- エネルギー分散型 X 線分析装置 (EDS) により、含有元素の定性・定量分析、マッピングが可能。

設備紹介（集束イオンビーム加工装置 (FIB) /JEM-9310FIB (P))

担当) 中尾 聡



メーカー：JEOL

型 式：JEM-9310FIB(P)

導入年度：平成 14 年度

(主な仕様)

イオン源	Ga 液体金属イオン源
加速電圧	0.5 ～ 30 kV
イオン電流	1 pA ～ 10 nA (10段階切替)

加工形状	矩形、直線、点
デポジション	カーボン化合物
試料サイズ	最大 20mm 角

特徴

- Ga イオンビームを集束し、指定した微小領域（通常は数 μm ～ 数十 μm ）を走査させることによって、局所的なエッチング加工を行なうことが可能。
- 加工形状は、矩形、直線、点の 3 種類で、複雑な形状の加工には非対応。
- 特定の化合物ガスを試料表面に吹き付けながら走査すると、その領域に薄膜がデポジションされる。本装置ではカーボンのみ対応。
- 主として、TEM 観察用薄膜試料、断面 SEM 観察用試料の作製に用いる。

熱分析装置

概要

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

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

設備紹介（VP-DSC）

担当）牧田誠二・長尾春代



メーカー：MicroCal

型 式：VP-DSC

導入年度：平成21年度

（主な仕様）

温度範囲	1 ~ 130 °C
------	------------

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

特徴

- 温度変化による試料の転移または変性の熱変化を測定できる。

設備紹介（iTC₂₀₀）

担当）牧田誠二・長尾春代



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 °C
セル容量	200 µl
滴定シリンジ	volume : 40 µl Stirring Rate : 500-1500 rpm
システム	OS : WindowsXP Software : iTC ₂₀₀ ver.1.24.0.2、 ORIGIN ver.7.10 (analysis)

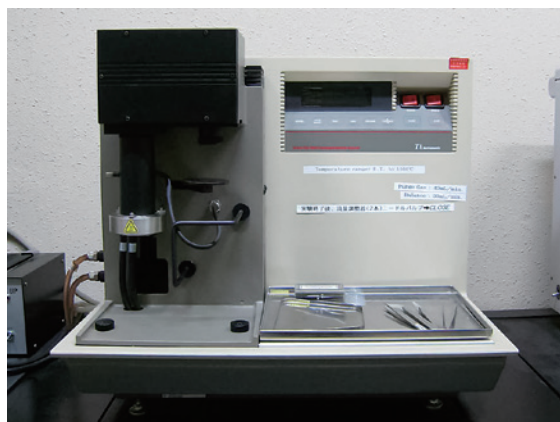
特徴

- 一定温度下で、リガンド滴下によって生じる相互作用の熱変化を測定できる。

6. 所有設備紹介

設備紹介 (TGA2950、SDT2960、DSC2920)

担当) 藤原 基靖



メーカー：TA Instruments

型 式：TGA2950

導入年度：平成7年度

(主な仕様)

温度範囲	RT～1000℃
重量範囲	0.1 μg～100 mg
サンプルパン	100 μl (プラチナ)
昇温速度	0.1～100℃ /min

特徴

- 重量変化に応じて昇温速度を変化させる高分解能測定が可能。



メーカー：TA Instruments

型 式：SDT2960

導入年度：平成7年度

(主な仕様)

温度範囲	RT～1500℃
サンプルパン	90 μl (アルミナ)
昇温速度	0.1～100℃ /min (～1000℃) 0.1～25℃ /min (～1500℃)

特徴

- TGA と DTA の同時測定が可能。



メーカー：TA Instruments

型 式：DSC2920

導入年度：平成7年度

(主な仕様)

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

特徴

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

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

概要

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

設備紹介 (Voyager DE-STR)

担当) 牧田 誠二



メーカー: Applied Biosystems

型 式: Voyager DE-STR

導入年度: 平成11年度

(主な仕様)

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

Linear mode Mass accuracy	0.05% (External Calibration) 0.02% (Internal Calibration)
Reflector mode Mass accuracy	0.008% (External Calibration) 0.001% (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収束させる効果と飛行距離を伸ばす効果により高分解能を実現している。しかし、感度の点においては Linear mode より低下する。測定の際には、初めに Linear mode で目的のピークの有無を確認した後、分解能が不足している場合には更に Reflector mode での測定をすることを薦めたい。また、Reflector mode による mass range は約 10000Da 程度になるので注意が必要である。

有機微量元素分析装置

概要

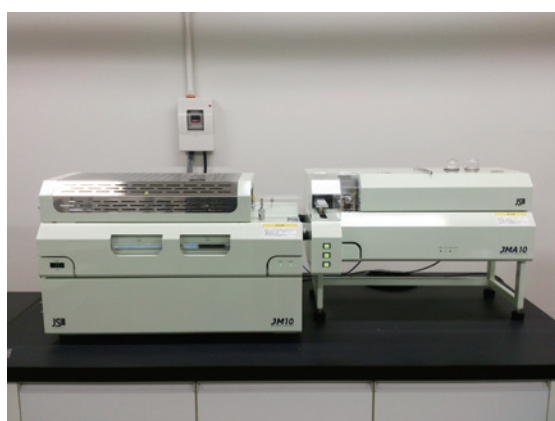
試料を Pregl-Dumas 法に基づいて熱分解し、有機物を構成する主要元素である水素、炭素、窒素を定量的に水、二酸化炭素、窒素に変換し、これらを熱伝導法によって検出する。実際の分析では水素、炭素、窒素の含有率が既知の標準試料を分析し、その検出感度から未知試料の含有率を決定する。

（品質管理分析）（石油、石炭、コークスなどの燃料分析）（土壌、ヘドロの分析）（水中の浮遊物質および底質の分析）（大気汚染など公害測定）（無機物の分析）等の用途が挙げられる。

設備紹介（MICRO CORDER JM10）

所内専用

担当）牧田 誠二



メーカー：J-SCIENCE LAB

型式：MICRO CORDER JM10

導入年度：平成 23 年度

（主な仕様）

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

特徴

依頼分析を以下のように行っている。

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

【補足】通常、1 回の測定につき 2mg 程度使用します。試料によっては確認のため数回測定する場合があるので、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) 元素分析依頼書に必要な事項を記入の上、メールに添付し元素分析担当者まで送信して下さい。

（牧田：E-mail:makita@ims.ac.jp）

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

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.DIP				
A01セン				
サンプル No. 10				
試料名 : Sample A				
試料量 : 1868.0 [μg]				
気 圧 : 1021.2 [hPa]				
分析時 : 2012/03/29 16:21:34				
	H	C	N	
検出感度 [μg/100counts]	0.44906	3.22275	1.42045	
シグナル [counts]	28399	43875	24514	
ベース [counts]	2660	3102	4416	Total
分析値 [μg]	119.10	1312.98	279.16	1711.24
分析値 [%]	6.38	70.29	14.94	91.61
推定値 [%]	6.43	70.19	14.88	
Δ [%]	-0.05	+0.10	+0.06	

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

図1 未知試料の測定結果

備考

所外公開はせず、所内専用で運用している。

蛍光X線分析装置

概要

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

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

設備紹介（JSX-3400RⅡ）

担当）上田 正



メーカー：JEOL

型 式：JSX-3400RⅡ

導入年度：平成20年度

（主な仕様）

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

特徴

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

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

測定方法

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

備考

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

核磁気共鳴（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（JNM-ECA920）

担当）奥下 慶子



メーカー：JEOL

型 式：JNM-ECA920

導入年度：平成 16 年度

（主な仕様）

磁場	21.6 T
感度 (S/N)	Liquid : ^1H = 2500 Solid : ^{13}C = 600
プローブ	Liquid : HCNFG3、CHFG3 Solid : 4mm- ^{13}C -CPMAS、 4mm- ^{13}C -CPMAS 温度可変、 4mm-MQMAS、8mm-XMAS
システム	OS : Red Hat Linux7.3、 Mac OS10.4 Software : Delta4.3.4

特徴

- 溶液の HCN 三重共鳴測定が可能
- 固体測定が可能
- 長時間低温測定ユニットによる 0℃ までの低温測定が可能
- 測定操作は担当職員が行う
- 1 回あたりの予約は最長 1 週間まで

設備紹介 (AVANCE800)

担当) 山口 拓実



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。

設備紹介 (AVANCE600)

担当) 西村 勝之



メーカー：Bruker

型 式：AVANCE600

導入年度：平成 25 年度

(主な仕様)

磁場	14.1T
感度 (S/N)	Liquid : $^1\text{H} \geq 1028$

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℃

6. 所有設備紹介

設備紹介 (JNM-ECA600)

担当) 牧田誠二・長尾春代



メーカー：JEOL

型 式：JNM-ECA600

導入年度：平成21年度（平成22年度システム・ソフトウェア更新）

(主な仕様)

磁場	14.1 T
感度 (S/N)	Liquid (Royal) : $^1\text{H} \geq 850$ 、 $^{13}\text{C} \geq 330$
プローブ	Liquid : Royal、HCNFG3、T10L
システム	OS : Windows7、 Software : Delta5.0.3

特徴

- 溶液の各種多核測定が可能（低周波数核種を含む）
- 溶液の HCN 三重共鳴測定が可能
- 長時間低温測定ユニットによる長時間低温測定 (-30℃まで) が可能
- 液体窒素 30L 容器を用いた -100℃ までの低温測定が可能
- 予約は 15 分単位で、長時間測定優先

設備紹介 (JNM-ECS400)

所内専用

担当) 牧田誠二・長尾春代



メーカー：JEOL

型 式：JNM-ECS400

導入年度：平成 23 年度

(主な仕様)

磁場	9.4 T
感度 (S/N)	$^1\text{H} \geq 280$ 、 $^{13}\text{C} \geq 190$
プローブ	TH5AT/FG
システム	OS : Windows7、 Software : Delta5.0.3

特徴

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

備考

所外公開はしていません。

表1 所有プローブ一覧

装置	プローブ	観測核	照射核	温度範囲	Auto Tune
ECA920	5 mm HCN/FG	^1H	$^{13}\text{C}, ^{15}\text{N}$	0 ~ +60℃	×
	5 mm CH/FG	^{13}C	^1H	0 ~ +60℃	×
	4 mm ^{13}C -CPMAS	^{13}C	^1H	×	×
	4 mm ^{13}C -CPMAS 温度可変	^{13}C	^1H	0 ~ +50℃	×
	4 mm MLEV MQMAS	$^{35}\text{Cl} \sim ^{23}\text{Na}$	—	×	×
	8 mm XMAS	(予定: $^{49}\text{Ti} \sim ^{15}\text{N}$)	—	×	×
AVANCE800	5 mm H-C-N TCI 型 cryo	^1H	$^{13}\text{C}, ^{15}\text{N}$	+5 ~ +75℃	○
AVANCE600	5 mm H-C-N TXI 型	^1H	$^{13}\text{C}, ^{15}\text{N}$	-50 ~ +80℃	○
	2.5 mm H-C-N CPMAS	$^1\text{H}, ^{13}\text{C}, ^{15}\text{N}$	$^1\text{H}, ^{13}\text{C}, ^{15}\text{N}$	-30 ~ +80℃	×
ECA600	5 mm Royal	^1H or ^{19}F	$^{15}\text{N} \sim ^{31}\text{P}$	-100 ~ +150℃	○
	5 mm HCNFG3	^1H	$^{13}\text{C}, ^{15}\text{N}$	-20 ~ +100℃	×
	10 mm T10L	$^{103}\text{Rh} \sim ^{15}\text{N}$	^1H	-50 ~ +120℃	×
ECS400	5 mm TH5AT/FG	$^{15}\text{N} \sim ^{31}\text{P}$	^1H or ^{19}F	-100 ~ +150℃	○

(装置やプローブの選択について、不明な点がございましたらご相談ください。)

ピコ秒レーザー

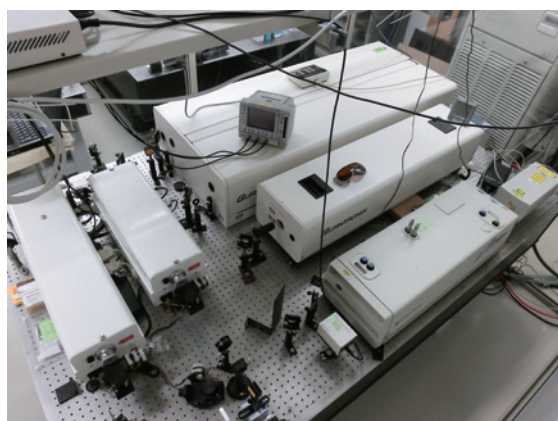
概要

超短パルスレーザーでは、不確定性原理によってパルスの時間幅と波長幅（バンド幅）を同時に狭くすることは相反するが、ピコ秒のレーザーはその両者、つまり時間分解能とエネルギー分解能の両方において高い分解能が得られるとされている。そのためピコ秒レーザーは、物理化学分光研究における超高速時間分解実験の分光用光源として用いられ、超高速時間分解吸収、或いは蛍光スペクトルを高い分解能で観測するための最も重要なツールである。

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

設備紹介（Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS）

担当）上田 正



メーカー：Spectra-Physics, Quantronix

型式：Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS

導入年度：平成10年度

（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	> 80 mW at 550 nm (S+I) > 100 mW at 1300 nm (S+I) (RGA 1.7 W at 790 nm) (Pump (YLF) 13 W)
パルス幅	< 5 ps
繰り返し	1 kHz

特徴

本システムは、紫外光から赤外光の広範囲に渡って、波長を任意に出力できる。また、紫外光と赤外光の2波長を同時に出力できるため、ポンプ・プローブ実験にも適用できる。

・装置の構成

本システムは、図1に示すようにすべて固体レーザーで構成されている。CW半導体レーザーを励起光源としたモードロックTi:Sapphireレーザーの出力光をシード光として、ポンプ光にはQ-Switch Nd:YLFレーザーを用い、チタンサファイア再生増幅器からピコ秒赤外光（790 nm）を発振させている。この再生増幅器の出力を2つに分け、一方（約 1.08 mJ）で2倍波（395 nm）を発振させ紫外光用OPA（TOPAS 400: Travelling-wave Optical Parametric Amplifier of Superfluorescence 400）を励起し、残りのもう一方（約 0.57 mJ）で赤外光用OPA（TOPAS 800）を励起し、チューナブルな紫外光、及び赤外光を発振させている。

・レーザー出力

(1) 発振波長：得られる波長を表1に示す。

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

- (2) 出力値：図2に、TOPAS 400 と TOPAS 800 のパワースペクトル（メインカーブのみ）を示す。

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

表1 発振波長 (nm)

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

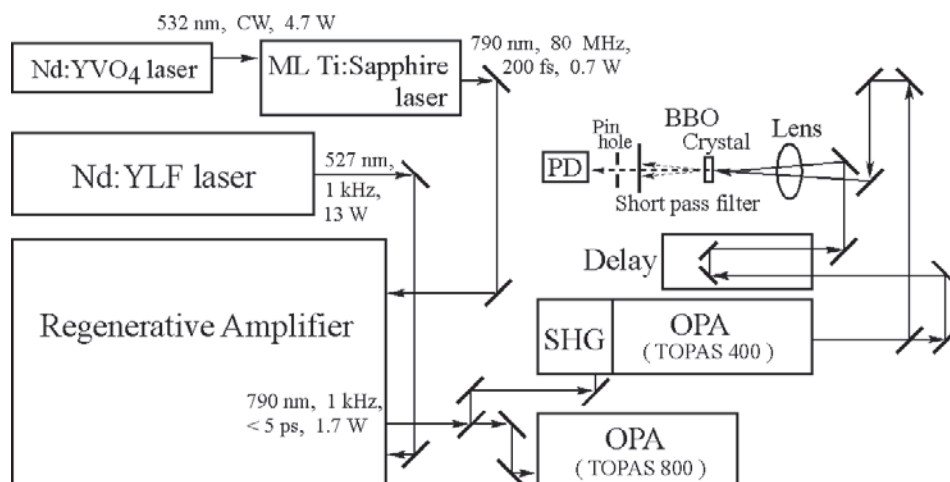


図1 ブロック図

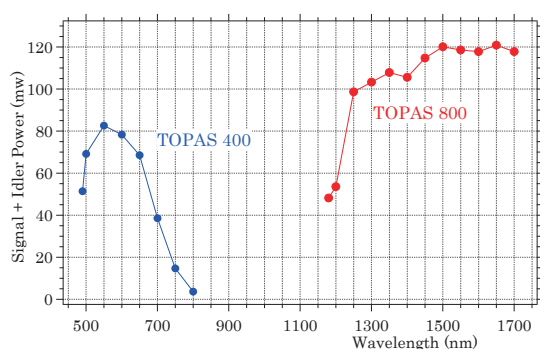


図2 パワースペクトル（メインカーブのみ）

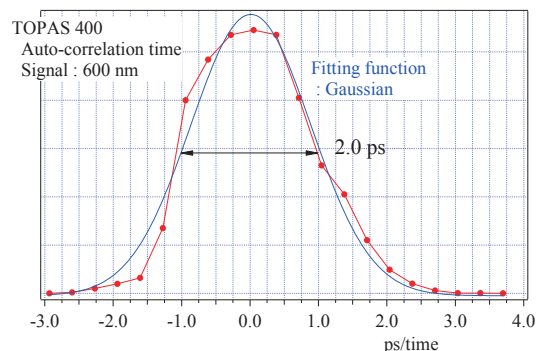


図3 パルス幅の測定

ナノ秒レーザー

概要

ナノ秒レーザーとは、時間幅が数ナノ秒から数十ナノ秒の光パルスが発生させることができるレーザー装置で、エキシマーレーザーやパルスNd:YAGレーザー及び、それらを励起レーザーとする波長可変レーザーの総称である。

エキシマーレーザーは、アルゴン、クリプトン、キセノンなどの希ガスと、フッ素、塩素などのハロゲンの混合ガスを用いてレーザー光が発生させる装置である。Nd:YAGレーザーは、1064nmを発生させる固体レーザー装置であるが、本センターでは波長可変レーザー装置の励起光源として用いるために、2倍波あるいは3倍波が発生させている。エキシマーレーザー及びNd:YAGレーザーは共に非常に強い紫外領域のレーザー光が得られる装置である。

分子科学の実験では、さまざまな分子の光吸収領域等に応じて、あらゆる光領域のレーザー光が求められる。色素レーザーは、蛍光を発する色素溶液をレーザー媒体とするレーザー装置で、実験に求められる発振波長に応じて色素溶液の種類を選択することによって紫外から近赤外の広い波長範囲にわたってレーザー光が発生させることができる。OPOレーザーは、色素レーザーの色素に代わって、非線形結晶で起きるパラメトリック増幅を応用したレーザーである。本センターのOPOレーザーは、発振器に色素レーザーを用い、発生したレーザー光を光パラメトリック増幅することによって、Signal光とIdler光を得ている。色素レーザー及びOPOレーザー共に、安定した光パルス特性、高い波長分解能及び広い波長可変性などの特性を利用して様々な分光実験や光化学反応などの励起光源として利用されている。

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



メーカー：Coherent, Lambda Physik
型 式：Compex Pro 110, LPD3002
導入年度：平成20年度, 平成4年度

（主な仕様）

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

測定例

超音速ジェット中における多環芳香族化合物などの高分解能分光や微弱光分光などの励起光源に用いられている。

設備紹介 (Nd:YAG 励起 OPO レーザー /GCR-250, Scanmate OPPO)

担当) 山中 孝弥



メーカー：Spectra-Physics, Lambda Physik

型 式：GCR-250, Scanmate OPPO

導入年度：平成 7 年度

(主な仕様)

波長範囲	Signal 426 – 710 nm Idler 710 – 2135 nm
パルスエネルギー	10mJ/pulse at 580 nm
波長分解能	0.15 cm ⁻¹
パルス幅	～ 12 ns
発振繰り返し	10 Hz

測定例

気相あるいは凝縮相などの過渡吸収、蛍光減衰曲線及び時間分解蛍光スペクトルなどの測定における励起光源に用いられている。エキシマ励起色素レーザーと組み合わせた同期励起が可能であり、2 波長分光等にも応用されている。

設備紹介 (フッ素系エキシマレーザー /Compex 110F)

担当) 山中 孝弥



メーカー：Lambda Physik

型 式：Compex 110F

導入年度：平成 7 年度

(主な仕様)

発振繰り返し	単発～ 100Hz
発振波長 (パルスエネルギー)	193 nm (200mJ/pulse)
	248 nm (400mJ/pulse)
	351 nm (150mJ/pulse)

測定例

光化学反応や光イオン化などの励起光源に用いられている。

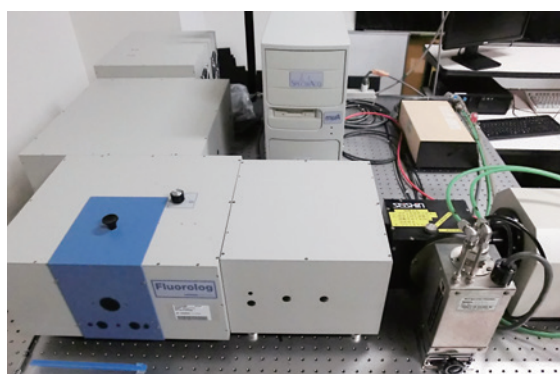
蛍光分光光度計

概要

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

設備紹介（SPEX Fluorolog 3-21）

担当）上田 正



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	250 nm ~ 1500 nm
波長精度	± 0.5 nm
検出方式	フォトンカウンティング検出
励起光分光器	ダブルモノクロ分光器
信号対雑音比率	4000 : 1
光電子増倍管	紫外可視用：R928 （電子冷却） 近赤外用：R5509-73 （液体窒素冷却）
光源	450 W Xe ランプ

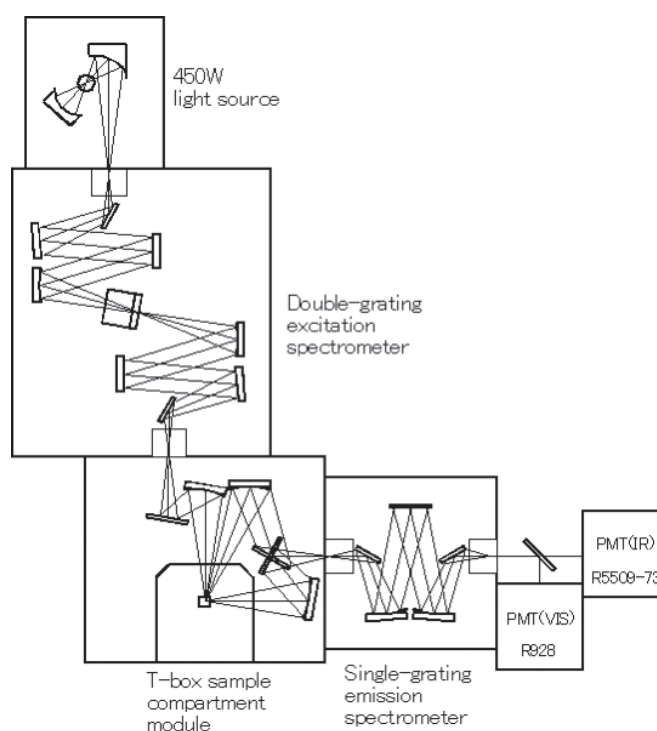


図 1 光学系概略図

- フォトンカウンティング検出によって、超微弱蛍光測定が可能である。
- 近赤外（～1500 nm）の領域まで測定できる光電子増倍管も備えており、紫外可視用検出器との切換機構は本装置独自のもので、ワンタッチで切り換えることが可能である。
- 励起側はダブルグレーティング分光器となっており低迷光を実現している。
- 高速スキャンによって測定時間が短縮でき、時間とともに劣化する試料についても、より信頼性の高いデータが得られる。
- 装置の制御やデータ収集は、科学分野で広く利用されている「Origin」ベースのソフトウェア「FluorEssence」によって、操作が簡単便利になっており、蛍光励起スペクトル測定（3Dマトリックススキャン）も容易である。

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。

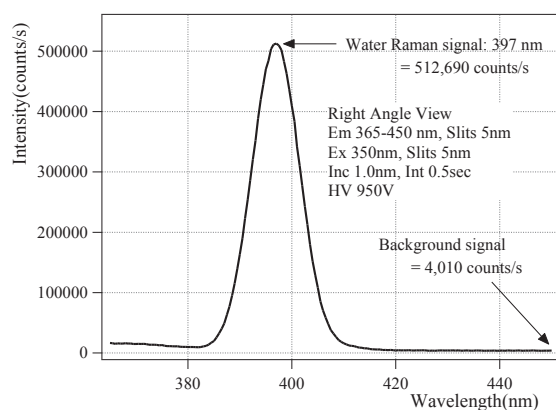


図2 水のラマンスペクトル

グラフから、S/N比 8033:1 となった。

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

(2) 近赤外 - 蛍光励起スペクトル

(3Dマトリックススキャン)

レーザー媒質としてよく知られるNd:YAGの結晶（ $\text{Y}_{3-x}\text{Nd}_x\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ）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～900nm、蛍光波長を1000 nm～1100 nmとして自動測定した結果を図3に示す。3D表示によって、励起波長に対する蛍光ピーク波長が1064 nmであることがよく分かる。なお、高速スキャン化によって、測定時間は約1時間（Increment: 2 nm）であった。

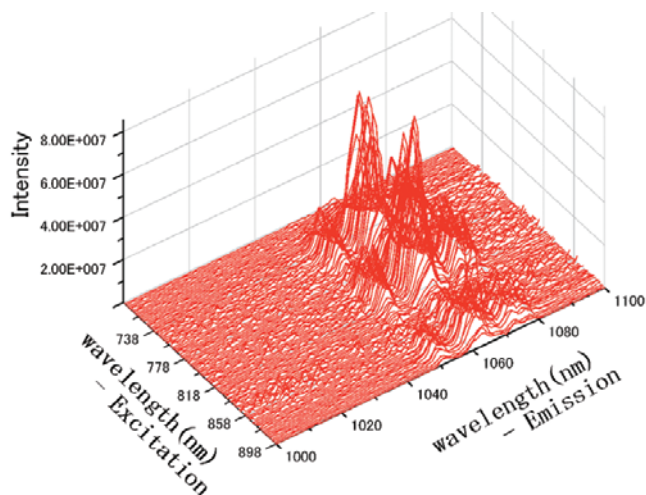
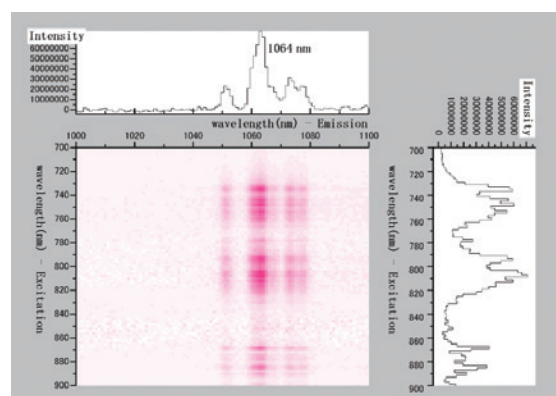


図3 蛍光励起スペクトル

円二色性分散計

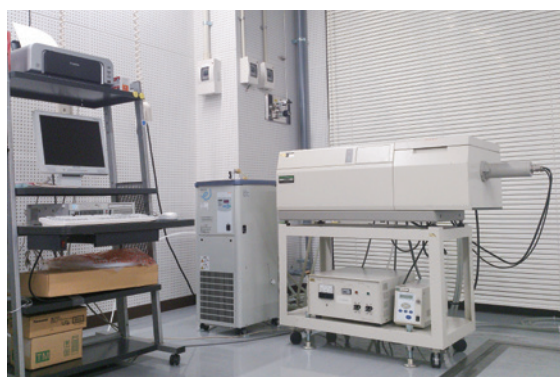
概要

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）牧田 誠二



メーカー：JASCO

型 式：J-720WI

導入年度：平成7年度

（主な仕様）

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

可視紫外分光光度計

概要

可視紫外分光光度計は、測定する物質が可視紫外領域の光に対してどの程度その光を吸収するかを波長分布として測定する装置である。実際は、透過率を測定しソフトウ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装置もある。

設備紹介（U-3500）

担当）上田 正



メーカー：Hitachi

型 式：U-3500

導入年度：平成8年度

（平成18年ソフトウェア更新）

（主な仕様）

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

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

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。
- 分光器をシリーズに結合したダブルモノクロメータとなっているため、超低迷光で高い吸光度まで測定が可能。
- 分光された単色光は、回転ミラーによって対照側と試料側とに分岐して試料室に導かれるダブルビーム方式となっているため、高精度測定を迅速に行うことが可能で、経時変化や温度変化に伴う吸光度変化を測定する場合にも有用。
- 冷却形の近赤外検知器の採用によって、測定感度が良好。
- 付属装置として、固体試料（ガラスフィルターやフィルム）測定用ホルダー、5度正反射率測定用ホルダー、電子冷熱式恒温セルホルダー等も装備。

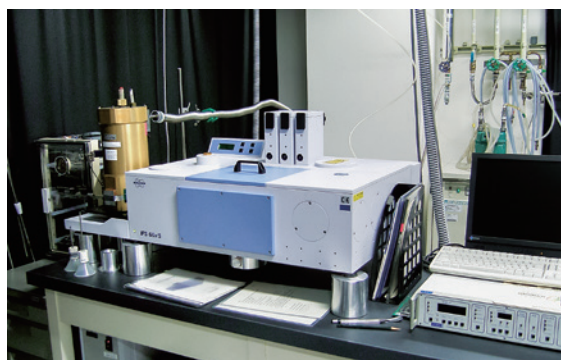
フーリエ変換赤外（FTIR）分光光度計

概要

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

設備紹介（IFS 66v/S）

担当）賣市 幹大



メーカー：Bruker

型 式：IFS 66v/S

導入年度：平成16年

（主な仕様）

Beam Splitter	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)
DTGS	10 - 4000
MCT	420 - 8000
Bolometer	>5
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（真空排気ペレットダイス、φ13 mmダイス、真空ポンプ、10 ton油圧プレス、またはφ5 mmダイス、ハンドプレス）を用意している。波長範囲300 cm⁻¹以上の測定に活用できる。測定は透過配置のみで、液体セル、ATR光学系等のメーカーオプションは、使用者個人で準備が必要である。

参考データ

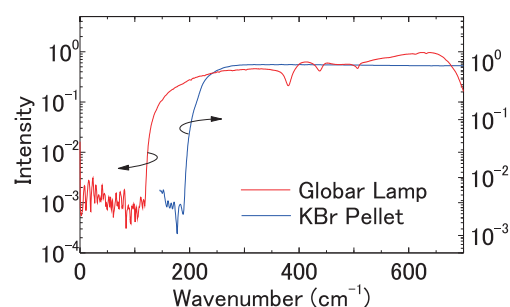


図 Globar光源の放射強度とKBrペレットの透過スペクトル

顕微ラマン分光装置

概要

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

設備紹介 (inVia Reflex)

担当) 賣市 幹大



メーカー：RENISHAW

型 式：inVia Reflex

導入年度：平成 21 年度

(主な仕様)

レーザー	波長	488, 532, 633, 785 nm
分光器	分光器	シングルモノクロメータ (f=250 mm)
	分解能	1 cm ⁻¹
	測定範囲	100 ~ 3200 cm ⁻¹
検出器	CCD	Back-illuminated deep-depletion (578x386 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 ~ 350K

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) 藤原 基靖



メーカー：Oxford

型 式：Kelvinox 400

導入年度：平成 12 年度

(主な仕様)

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

特徴

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

担当) 高山 敬史



(1) 液体ヘリウム関係

(a) 液体ヘリウム自動供給装置 × 2

(b) ヘリウム液化機

- ・メーカー Linde 社
- ・型式 L280
- ・導入年度 平成 23 年
- ・仕様 液化率 187 ℓ/hr
(純ガス、液体窒素使用時)、
消費電力 3kW

(c) 液化圧縮機

- ・メーカー Kaeser 社
- ・型式 DSDX302
- ・仕様 消費電力 160kW

(d) その他

- ・液体ヘリウム貯槽 4000 ℓ
- ・回収圧縮機 40Nm³/hr、50Nm³/hr
- ・ガスバッグ 40m³
- ・ガスホルダー 50m³
- ・長尺カードル 60m³× 36、75m³× 25
- ・バッファータンク 10m³ × 2

(2) 液体窒素関係

- ・液体窒素自動供給装置 × 3

特徴

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

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

6. 所有設備紹介

設備紹介（山手地区極低温施設）担当）

担当）水川 哲徳



(1) 液体ヘリウム関係

(a) 液体ヘリウム自動計量装置

(b) ヘリウム液化機

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

(c) 液化圧縮機

- メーカー Kaeser社
- 型式 OSD171
- 仕様 消費電力90kW

(d) その他

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

(2) 液体窒素関係

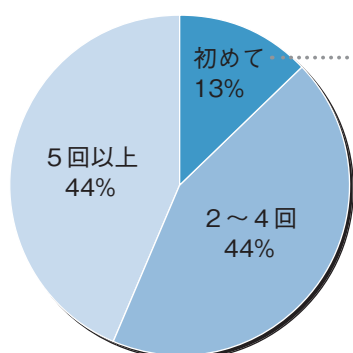
- 液体窒素自動供給装置×2

所外利用者アンケート報告

平成 25 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 39 件、配布数 70 件（回収率 56%）

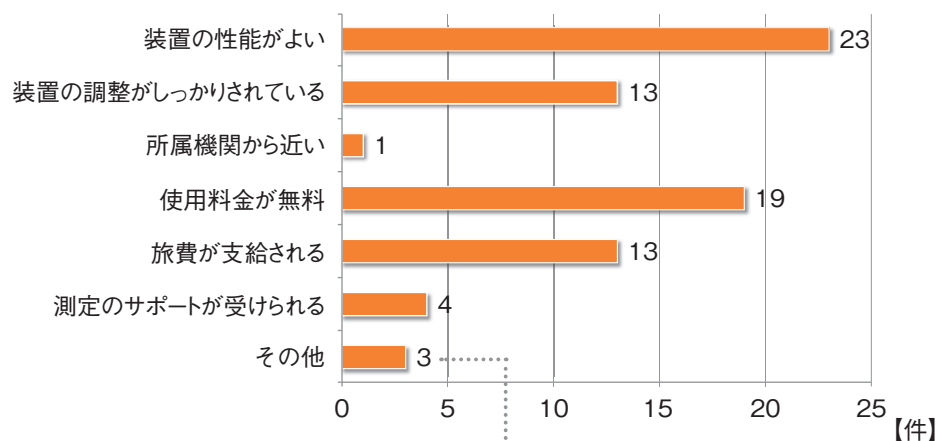
Q1. 機器センターの施設利用（ナノプラットを含む）に申請したのは何回目ですか？



どこで知りましたか？

- 分子科学研究所または機器センターのホームページをみて（1件）
- ナノプラットフォームのホームページをみて（0件）
- 大学連携研究設備ネットワークのホームページをみて（0件）
- 知人から聞いて（2件）
- 機器センターたよりをみて（0件）
- 以前分子科学研究所に所属していたので知っていた（0件）
- その他（2件）

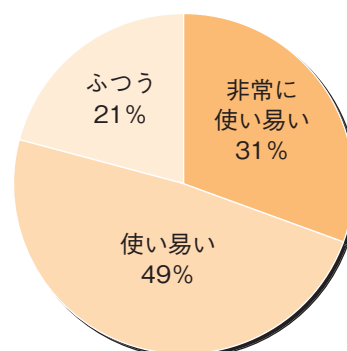
Q2. 当センターの施設利用を利用した理由を2つまで選んでください。



- 所属機関が装置を所有していない
- 装置が非常に使いやすい
- 他の機関にない仕様

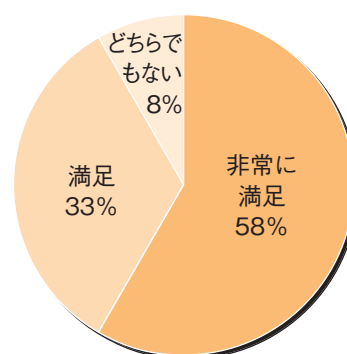
Q3. 予約システムは使い易かったですか？

・非常に使い易い	12 件
・使い易い	19 件
・ふつう	8 件
・やや使い難い	0 件
・使い難い	0 件
・利用しなかった	0 件



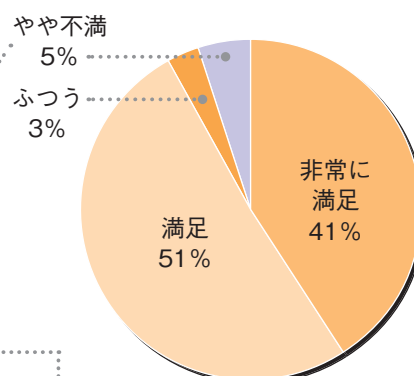
Q4. 寒剤(液体窒素・液体ヘリウム)の供給体制はどうでしたか？

・非常に満足	14 件
・満足	8 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	15 件



Q5. 共同利用機器の利用に満足できましたか？

・非常に満足	16 件
・満足	20 件
・ふつう	1 件
・やや不満	2 件
・不満	0 件
・利用しなかった	0 件



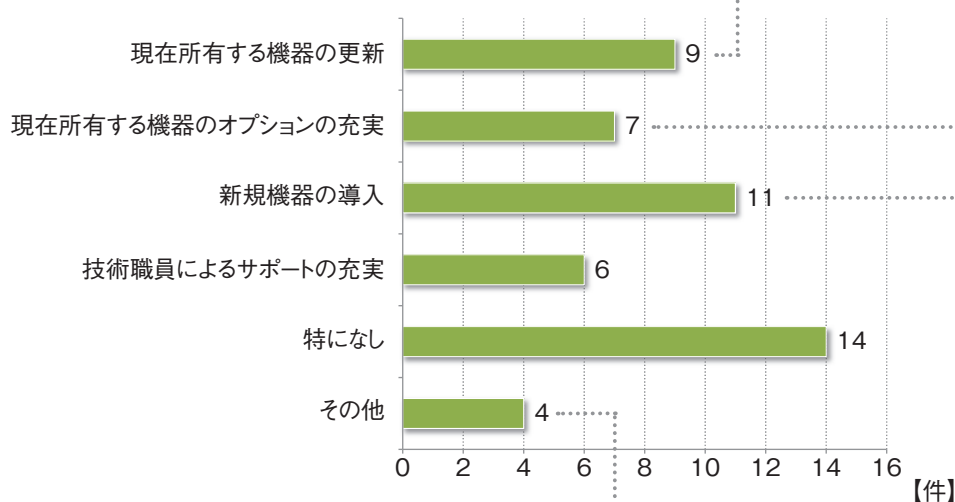
・【熱分析装置】TA Instruments TGA2950/ DSC2920/ SDT2960 感度が低い。

・【単結晶X線回折装置】微小結晶／Rigaku MERCURY CCD-3 もう少しX線の輝度が高い回折計を導入していたければ有難いです。

Q6. 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)。

- 【可視紫外分光光度計】Hitachi U-3500 (2件)
- 【単結晶 X 線回折装置】Rigaku MERCURY CCD-1・R-AXIS IV (2件)
- 【単結晶 X 線回折装置】微小結晶 / Rigaku MERCURY CCD-3
- 【電子スピン共鳴装置】Bruker E680
- 【核磁気共鳴装置】Bruker AVANCE800
- 【電子スピン共鳴装置】Bruker E500
- 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex

- 【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21 :
低温 (クライオスタット)、高温での測定 (3件)
- 【フーリエ変換赤外分光光度計】Bruker IFS 66v/S :
嫌気性物質の ATR、あるいは顕微反射測定
- 【核磁気共鳴装置】JEOL JNM-ECA920 : 固体低周波数用 MQMAS プロープ
- 【顕微ラマン分光装置】RENISHAW inVIA Reflex :
紫外および近赤外レーザーの充実
- 【単結晶 X 線回折装置 CCD 1 ~ 3】: 結晶マウント用関連ツール



- (嫌気性) 粉末状物質を用いた UV-Vis の拡散反射測定が可能な装置
- 元素分析装置を所外にも公開頂けると幸いです。研究対象のものがどの程度測定できるのかはわからないのですが。
- 測定データの処理方法などに関するセミナーを開催して頂けたら嬉しいです。
- 使用した低周波溶液用プロープ NMR が廃止されるため、今後が不安。

- 振動試料型磁力計 (高感度)
- カンタムデザイン社 PPMS DynaCool (3件)
- メトラー・トレド社 TGA/DSC
- MALLS 付 GPC- 多角度光散乱検出器システム
- キャピラリー測定用集光型粉末 X 線回折装置 (Mo、ヨハンソン)
- 蛍光寿命測定 (近赤外-可視)
- R-AXIS RAPID II (線源が銅の単結晶 X 線回折装置)
- 光電子収量分光装置 (AC-2、AC-3 など)
- SEC-MALS

Q7. その他ご要望やご意見がありましたら、自由にお書きください。

- いつもありがとうございます。今後ともよろしくお願いします。
- 1：試料調整用スペース 2：試料調整用溶媒 3：廃液処理容器 以上が利用できると現地で試料の最終調整ができ助かります。
- 低温棟2階の装置利用者控室にあるPCがたぶんXPのままかと思います。できれば8とかに更新をお願いします。
- SQUID MPMS-7にも液体ヘリウム充填時に使うトランフアーチューブをつるすハンガー（MPMS-XL7にはある）があると、少し作業がやりやすくなるように思います。
- 朝から晩遅くまで実験した場合、食事を採るのが不便である。ずっと以前に明大寺町の施設を利用していた際には食堂が利用できたし、地理的にも学外の食堂に割と近かった。売店の弁当もすぐ売り切れる。
- いつもご支援賜り御礼申し上げます。

貴研究所は従来より分子に注目した研究に注力されている為、「化学」的な設備・施設が充実していると思われます。一方近年では分子を用いた物理的物性研究も加速発展し、またデバイス構造を応用した新たな機能発現への挑戦や、基礎物性研究はその可能性と有用性から大きな注目を集めており大型科研費の一舞台ともなっております。これらの基礎物性研究の為の設備・施設の拡充は貴研究所内のみならず、新たな共同利用者の開拓にも繋がり、貴研究所の価値を飛躍的に高めるものと考えられます。ご検討いただけますと幸いです。

- 装置の性能の高さ、技術職員によるサポート、利用料金（無料）、旅費支給という点から、有り難く使用させていただいております。電子スピン共鳴装置 Bruker E680の更新に加えて、単結晶X線回折装置 Rigaku MERCURY CCD-3の更新も検討いただけるとありがたいです。よろしくお願いします。
- 装置利用はまことにありがたく担当の方のサポートにはいつも感謝しております。
- 食事等で出かけるときに、自転車の貸し出しがあると助かります。
- サポートして頂く方がたのお心使いに感謝しています。
- センターを利用した理由の補足と致しまして、選択した理由以外に、技術職員様方のご協力が得られ、かつ無料での装置利用ができ、さらに旅費の支給までして頂けるという事で大変助かり、また満足しております。今後とも変わらぬご支援を頂きます様何卒よろしくお願い申し上げます。
- ラマン装置を利用させてもらっているが、利用頻度が高いので旅費のサポートを増やしてもらえるとありがたいです。
- 貴施設を使用した理由は他に所属機関から近く、使用料金が無料だったからです。使用料が高く、遠いところだと1回の測定にお金がかかりすぎて実験になりません。
- 機器センター共同利用のシステムの使いやすさも、装置の調整がよくなされていることも、もちろん、無償で利用させていただけることも大変にありがたいですが、なにより技術職員の方々が大変丁寧に親切に対応していただけることがすばらしいと思います。

- SQUID型磁束計（MPMS-7, XL7）を利用していますが、2台同時に測定できるのと豊富なオプションが使えるのでとても便利です。引き続きこの環境で使用できるよう今後ともよろしくをお願いいたします。Q6であげたPPMSは、既存のMPMSでは測定できない比熱等も測定できるので導入されるととても助かります。ただし、不特定多数のユーザーが使用する状況ではMPMSよりは管理がたいへんかも知れません。
- 大変お世話になります。今度ともよろしく願い申し上げます。
- 溶液用の10mm径の低周波NMRプローブを備えた500MHz NMRが廃止されることをセンターのホームページで知った。確かにニーズは少ないのかも知れない。全国の大学で同様の低周波溶液プローブが置いてあることは事実だが、低感度核種であるがゆえに、肝心のマシンタイムの確保が非常に難しいはずである。その点で、機器センターのマシンはセンター外のユーザーに十分なマシンタイムが配分されるしくみになっており、非常にありがたかった。私が試した測定は必ずしも望んだ結果につながらなかったが、今後、必要性に迫られたとき、どこで測定したら良いのか非常に不安が残る。特殊測定のための仕様とマシンタイムが確保できるような体制を、今後も機器センターに望みたい。
- 引き続き、今後も利用したい
- Q6でCCD-1・R-AXIS IVの更新を挙げたが、欲しいのは良質の粉末X線回折データ。R-AXIS IVの修理or更新又はMo光源で高い分解能を持つ粉末X線回折装置の新規導入を希望。所内用となっていますが、希釈冷凍機Oxford Kelvinox 400は動いているのでしょうか。

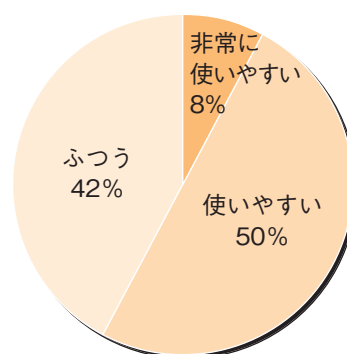
所内利用者アンケート報告

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 21 件、配布数 38 件（回収率 55%）

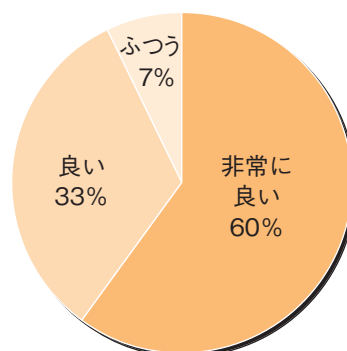
Q1. 予約システムは使い易かったですか？

・非常に使い易い	1 件
・使い易い	6 件
・ふつう	5 件
・やや使い難い	0 件
・使い難い	0 件
・利用しなかった	9 件



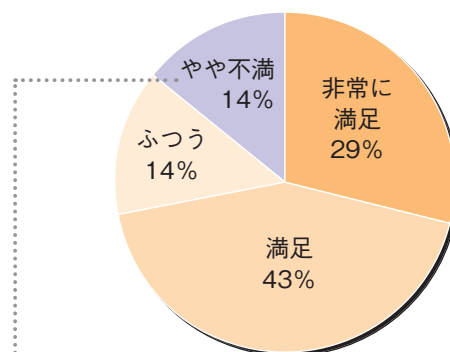
Q2. 寒剤(液体窒素・液体ヘリウム)の供給体制はどうでしたか？

・非常に満足	9 件
・満足	5 件
・どちらでもない	1 件
・やや不満	0 件
・不満	0 件
・利用しなかった	6 件



Q3. 共同利用機器の利用に満足できましたか？

・非常に満足	4 件
・満足	6 件
・ふつう	2 件
・やや不満	2 件
・不満	0 件
・利用しなかった	7 件

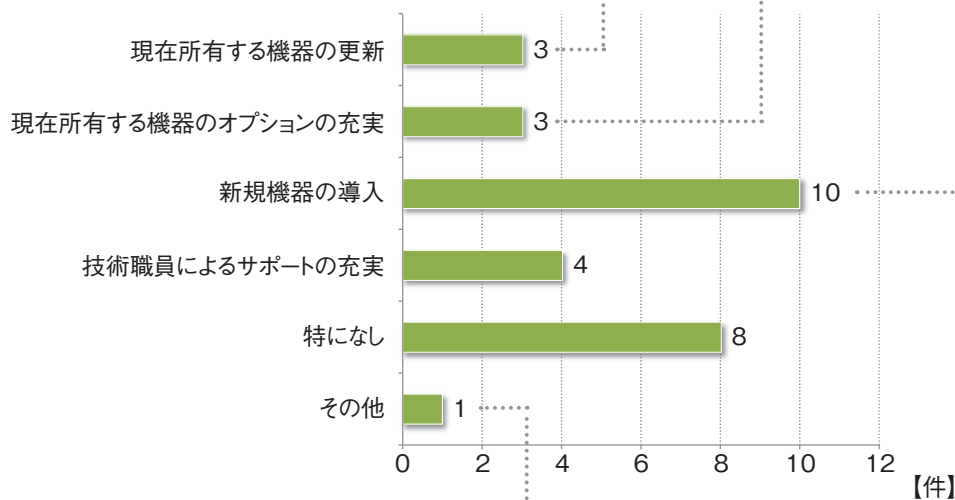


- ・【可視紫外分光光度計】Hitachi U-3500:波長 2500 nm 以上の時 S/N が非常に悪いデータしか得ることができない(サンプル無しでも)。また、積算回数を増やしても画面上に積算結果が反映されて表示されない。
- ・【PXRD 装置】:装置が古くて、測定に時間と手間がかかる。薄膜は測定できない。

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)。

- 【粉末 X 線回折装置】 Rigaku RINT-UltimaIII
- 【円二色性分散計】 JASCO J-720WI
- 【質量分析計】 Applied Biosystems Voyager DE-STR

- 【核磁気共鳴装置】 Bruker AVANCE600 : 4mm O.D. H-X 二重共鳴 MAS プロープ
- 【電子スピン共鳴装置】 Bruker E500 : トランスファーチューブの予備や更新があっても良いかも
- 【粉末 X 線回折装置】 Rigaku RINT-UltimaIII : 温度変化 (室温から 200℃ 程度まで)



- 技術職員との意見交換の場を設ける。

- ELEXSYS E780
- リガク社 Smart Lab
(全自動、多次元検出器、小角・薄膜・粉末に対応) (6件)
- 形状解析レーザー顕微鏡 (たとえば, キーエンス VK-X)
- 生体分子用超高輝度 X 線回折装置
- 超遠心分離機・セルソーター・顕微鏡などバイオ関連機器

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。

- 【SQUID型磁化測定装置】Quantum Design MPMS-7 特に問題無いレベルですが、SQUIDトランスファー用ボンベのレギュレータに流量計が付いていると良いかも。あと、ESR部屋001のPCが遅すぎるので更新して欲しい（外部向け）。
- Q4に記載しましたが、薄膜試料のX線回折および反射率を測定できる装置が無いので、新たに導入していただけると大変助かります。共同利用機関として、薄膜のX線回折が測定できないのはやや物足りなさを感じます。また、粉末回折についても、ここ5年間で検出器と光学系の進化がめざましく、Ultima IIIからSmart Labへの更新を希望いたします。Smart Labでは一つの検出器で小角・粉末・薄膜の全ての測定に対応でき、PC上から集中・平行の光学系の切替も可能です。ご検討よろしく願いいたします。
- FE-SEMの測定については、担当の方がサポートしていただけるので測定自体は問題なくできる一方で、予約に関しては、メールによる予約になるためほかの装置と比べて手間がかかり、また使用可能時間が明記されていない点が気になりました。
- Q4については、X線反射率測定が可能なものを希望しています。
- 今年度は液体ヘリウムを利用させていただきましたが、いつでも利用できる体制になっており、大変助かりました。ありがとうございました。
- 小型貸出機器を長期にわたって複数利用させて頂いており、大変感謝しております。

アンケートのお礼

センター長 横山 利彦

今年も機器センター利用者の皆様からたくさんのアンケート回答をいただき(所外 39 件、所内 21 件)、ありがとうございました。本アンケートは機器センターの運営を改善していく上で毎回参考にさせていただいております。今後も、多くの新しい利用者の方々に来ていただき、利用経験のある方が離れられないよう微力ながら努力してまいりますので、よろしくお願いいたします。

機器センターを利用していただいた理由として、装置の性能・保守が優れている点が多かったことにまず安堵しました。当センター技術職員にとっても大きな励みになることであり、感謝いたします。一方で、所外の方にとっては、利用料が無料、旅費が支給されることも利用いただけている大きな理由のようです。分子研は大学共同利用機関法人であり、所外利用者の方々に利用料を課すことは少なくとも当面ございません。この点をご安心ください。ただし、一部の施設利用で行われている依頼測定(技術代行)に関しても無料というのは社会常識から逸脱しているとの指摘もあり、原則としては、あくまで施設利用で来所いただくのが本筋と考えております。また、旅費に関して、特に機器センター利用の場合は、何度も繰り返し来所される方が多く、何度も来られる方には従来から十分な支給がなされているとは言えません。さらに、運営費交付金が漸減する中でのやりくりを行っていて、また、ナノプラットフォーム事業が始まったり、液体 He の入手が困難になったことなどから、利用者数や利用日数はこのところ増加傾向にありますので、お一人あたりの旅費を増やす方向にはなれず申し訳ありません。一方、山手地区の食事に関しては、台数に限りがあるのですが、貸出用の電動自転車をご利用いただければと思います。装置担当あるいは事務担当者にお尋ねください。OS が WindowsXP などの旧式であった装置制御 PC、利用者用共通 PC もかなりの部分で Windows7 化を実施しました。

さて、肝心の機器についてですが、まず、今年度限りで老朽化した 500 MHz NMR (JEOL) を廃棄しました。代替機として 600 MHz NMR (JEOL) が利用できますので、そちらを利用ください。また、廃棄を決定した当時は、500 MHz の低周波プローブの代替がなくご心配をおかけしましたが、600 MHz NMR (JEOL) の低周波プローブを所長裁量で急遽購入できましたので、低周波測定にも 600 MHz NMR (JEOL) がご利用いただけます。

装置更新のご希望はたくさん承りました。単結晶および粉末 X 線回折の高強度・高感度化、薄膜等の X 線回折、固体物性測定装置 PPMS、質量分析に関しては複数の希望がありました。特に PPMS や X 線回折は多くのご提案がありました。新機種導入は補正予算等がない状況では平易ではありませんが、努力していきたく思います。ただ、今すぐの対応は困難ですので、文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム (<https://nanonet.go.jp/>) や大学連携設備ネットワーク (<http://chem-eqnet.ims.ac.jp/>) を検索いただき、他機関の共用設備もご利用をお願いする次第です。ナノテクノロジープラットフォームでは相談窓口も設置されており、大変便利にご利用いただけるかと思います。

貴重なご回答ご助言いただきありがとうございます。お礼と言いながら言い訳の多い内容になってしまいましたが、引き続きご支援のほどよろしくお願いいたします。

糖鎖の生命分子科学の新展開

分子科学研究所／岡崎統合バイオサイエンスセンター 山口拓実・矢木真穂・加藤晃一

1. はじめに

私たちは生命体を構成する分子集団の離合集散が織りなす高次機能の発現のメカニズムと、そうした動的秩序の破綻に起因する疾患の仕組みを分子科学の観点から探求すべく、国内外の数多くの研究者との共同研究を実施しています。生命分子集団の振る舞いが高次の生命現象に展開していく過程のミクロ-マクロ相関を解明するために、私たちは核磁気共鳴（NMR）分光計をはじめとする様々な機器を活用した研究を行っています。本稿では、タンパク質、核酸と並ぶ第3の生命鎖と称される「糖鎖」にスポットをあてた一連の共同研究の動向を紹介します。

2. 糖鎖の安定同位体標識法

自然界に存在するタンパク質全種類のおよそ半数以上は糖鎖による修飾を受けているといわれており、生理的な細胞間コミュニケーションはもとより、ウイルス感染、自己免疫疾患、神経変性疾患に関わるタンパク質との相互作用を媒介しています。したがって、こうした糖鎖-タンパク質相互作用系は疾患予防・治療の標的として有望です¹。また、抗体医薬に代表されるバイオ医薬品の開発・生産において、糖鎖の取り扱いが重要な課題となっています。しかしながら、糖鎖は構造の不均一性と高い運動性をもつがゆえに複合糖質の構造解析には困難がつきまといます²。私たちは糖鎖が担う生命情報を読み解くことを目指し、これらの問題を克服して体系的な複合糖鎖の構造解析の方法論を成功裡に構築してきました³。

特に、NMR法は結晶化が困難な糖鎖や糖鎖修飾を受けたタンパク質の立体構造解析において潜在的な有用性を有しています。近年のNMR研究の進展によって、単純タンパク質の

構造生物学研究は、比較的容易に行うことが可能となってきました。これは、大腸菌を利用した安定同位体標識化法が確立しており、十分量の標識タンパク質を調製することができるからです。しかしながら、大腸菌発現系においては糖鎖の翻訳後修飾が行われないため、こうしたシステムを糖タンパク質に適用することはできません。そこで私たちは、化学合成に加えて、試験管内における酵素反応や真核細胞の代謝経路を利用して、安定同位体を複合糖質に導入する方法論を確立してきました^{2,4,5}。図1は、安定同位体標識したヒトの免疫グロブリン（抗体）のFc領域のNMRスペクトルです⁶。抗体医薬ががん細胞を殺傷する活性（ADCC活性）を発揮するためには、そのFc領域に発現している糖鎖の存在が不可欠です。さらに、その糖鎖のわずかな構造の違いによって抗体のADCC活性は劇的に変化します。私たちは抗体分子をモデル糖タンパク質として、植物など様々な生物基材を利用して糖タンパク質を大量に調製するとともに安定同位体標識を施す方法を開発しています（名市大・矢木宏和博士との共同研究）⁷。抗体のFcとそのADCC活性を媒介する受容体の複合体の3次元構造や相互作用メカニズムを、NMR法とX線結晶構造解析法を用いて糖鎖がついたままの状態でも解き明かすことにも成功しています⁸。また、糖鎖生合成に関わる複数の遺伝子を破壊した出芽酵母を利用した代謝標識法を確立することによって、複雑な糖鎖を均一な構造で大量発現することが可能となり、しかもその炭素を一様にあるいは部位選択的に¹³C標識することも実現しています^{9,10}（図2）（産総研・千葉靖典博士、名大・神谷由紀子博士との共同研究）。

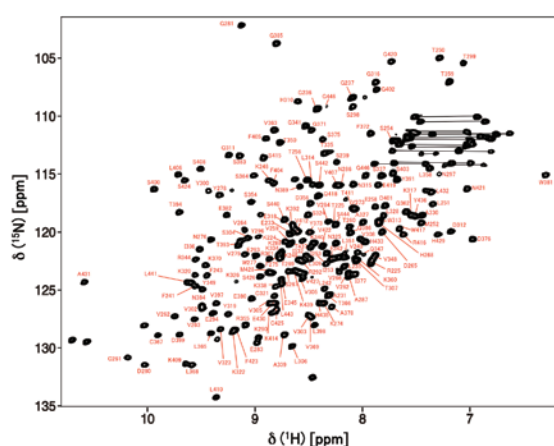


図1 免疫グロブリンのFc領域の ^1H - ^{15}N HSQC スペクトル。文献6より。

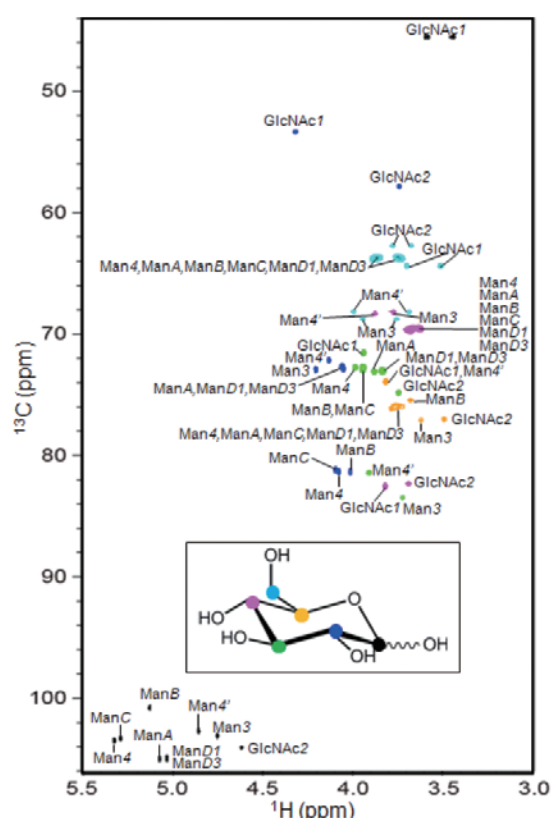


図2 酵母の代謝系を利用して調製した高マンノース型糖鎖M8Bの ^1H - ^{13}C HSQC スペクトル。部位選択的に ^{13}C 標識したM8Bのスペクトルを重ね合わせた。炭素源であるグルコースの ^{13}C 標識部位はスペクトルに対応する色で示した。文献10より。

3. 糖鎖のコンフォメーション空間の探索

柔軟な生命分子鎖である糖鎖は、水中で一定のコンフォメーションをとっていません。そのため糖鎖の立体構造解析においては、平均化された構造情報をいかに取扱うかといった点も考慮しなければなりません。こうした問題に対し、私たちは常磁性 NMR 解析と分子動力学 (MD) シミュレーションを組み合わせることで、複雑な糖鎖のダイナミクスを描き出すための方法論を確立してきました^{11,12}。これにより、水中で立体構造が揺動している糖鎖についても、その分子構造情報を定量的に得ることが可能となりました。この手法を応用することで、分泌経路においてタンパク質の品質を提示する役割を担う高マンノース型糖鎖^{13,14}や、細胞膜を介したシグナル伝達に関わるガングリオシド糖鎖¹⁵⁻¹⁷など、巨大で複雑な糖鎖のダイナミクスを描象することに成功しました。例えば、前述の酵母変異株を用いて調製した安定同位体標識を施した高マンノース型糖鎖に、合成した常磁性ランタニドプローブを導入して NMR 計測を行うことで、その 3 次元構造情報を得ることができました (図 3a)。さらに、常磁性 NMR 実験から求めた構造情報と照らし合わせてレプリカ交換 MD シミュレーションを実施することで、複雑に枝分かれした糖鎖の実際の構造を正しく反映することが可能となりました (図 3b) (名大・岡本祐幸博士との共同研究)。高マンノース型糖鎖は糖認識タンパク質 (レクチン) との相互作用を通じて、糖タンパク質のフォールディング・輸送・分解といった運命の決定に関わる目印の役割を果たしています¹⁸。こうした機構において、糖鎖のダイナミックな立体構造変化は、糖鎖とレクチンとの間の相互作用に重要な役割を演じていることが予想されます¹⁹。

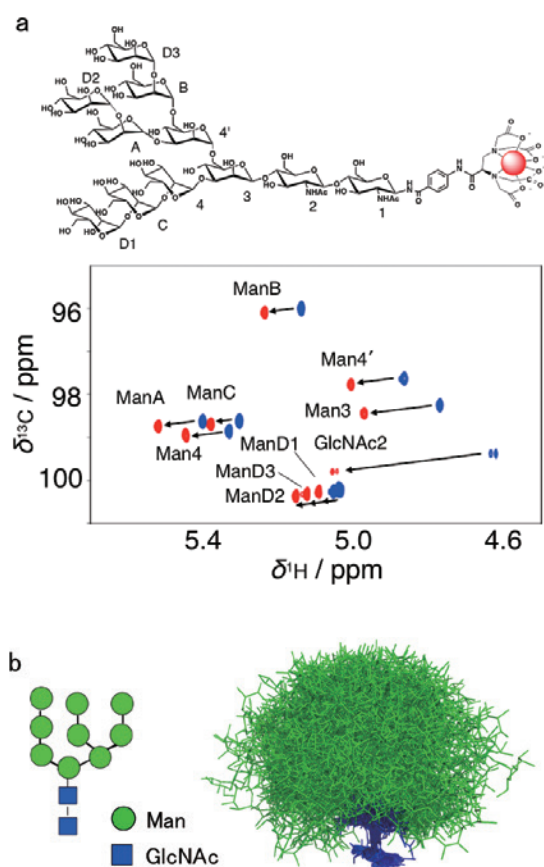


図3 (a) 常磁性プローブの導入による糖鎖のNMRスペクトルの変化。(b) 常磁性NMR解析とレプリカ交換MDシミュレーションを通じて明らかにした糖鎖の立体構造の重ね合わせ。
文献13より。

4. 創薬標的としての糖鎖-タンパク質相互作用

糖鎖の機能は多くの場合、レクチンとの相互作用を通じて発揮されます。前節で述べたように、糖タンパク質上の高マンノース型糖鎖は、細胞内輸送システムにおいて、タンパク質が適正な完成品となって出荷されるための荷札として機能しています^{18,19}。レクチンであるERGIC-53は、立体構造を整えた糖タンパク質を小胞体から搬出する積荷受容体として機能し

ています。特に、ERGIC-53は糖タンパク質である血液凝固因子の細胞内輸送を司る分子装置として機能していることが知られており、変異によるこうした装置の細胞内輸送障害は先天性の止血異常症の病因となります。そこで、ERGIC-53の糖鎖認識ドメインについて、等温滴定カロリーメトリーを用いた熱力学的解析やNMR相互作用解析、X線結晶構造解析を実施し、本レクチンと糖タンパク質との相互作用メカニズムの物理化学的基盤に迫りました^{20,21}。その結果、ERGIC-53が高マンノース型糖鎖の特定の枝に対して2通りの様式で相互作用し、糖鎖認識の特異性の幅を広げていることを明らかにするなど、細胞内レクチンが積荷糖タンパク質の輸送を司るメカニズムの解明をもたらした。先天性血液凝固因子欠乏症の発症機構の理解を促すことができました（名市大・佐藤匡史博士との共同研究）。

ところで、細胞膜上の糖鎖は、クラスター化することで超分子構造を形成し、動的な分子認識場として機能しています。クラスター化した糖鎖がその機能を発現するメカニズムを理解するためには、精密解析を実現するための適切な膜モデルを設計することが必要となります。私たちは、神経細胞膜上に存在する糖脂質ガングリオシド GM1、GM2 または GM3 を組込んだ小型バイセルを調製し、これを用いてパーキンソン病の発症にかかわる天然変性タンパク質 α シヌクレイン (α Syn) との相互作用解析を行いました（図4）。円二色性スペクトル計測や多核種 NMR 計測、NMR 緩和計測などを実施した結果、 α Syn と糖脂質クラスターとの間に形成される過渡的な複合体を捉えることに成功しました²²。

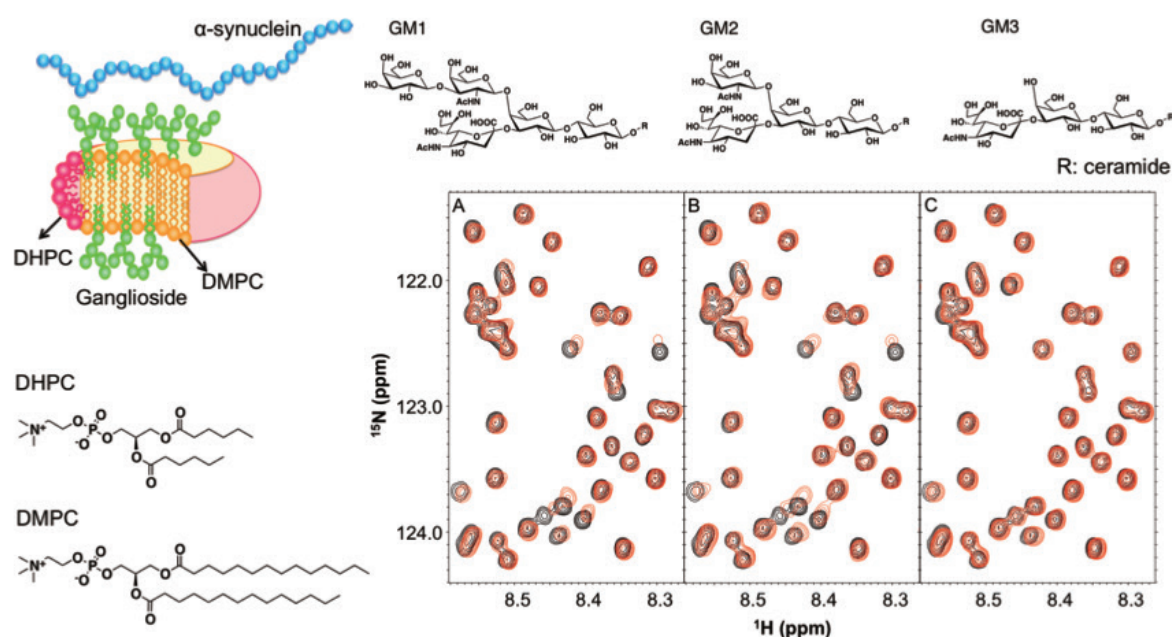


図4 一連のガングリオシドを組み込んだ小型バイセルを用いたパーキンソン病原因遺伝子産物 α シヌクレインとの相互作用過程のNMR解析。文献22より

一方、アルツハイマー病の発症に関わるアミロイド β ($A\beta$) は、ガングリオシド GM1 との相互作用を契機として、アミロイド線維とよばれる異常な会合体を形成することが知られています。私たちはこれまでに、 $A\beta$ の重合初期過程に関する構造情報を得るために、円二色法や超高磁場 NMR 分光法を利用し、 $A\beta$ が GM1 クラスターの親水領域と疎水領域のインターフェースにおいて α ヘリックス構造をもった一定のトポロジーを呈して捕捉されていることを明らかにしてきました²³。さらに、 $A\beta$ が GM1 のクラスター上で α ヘリックス構造から β 構造へと転移する過程に関する構造的知見を得ることに成功し、 $A\beta$ の分子間相互作用を介した β 構造形成が促されることを見出しました^{24,25} (長寿研・柳澤勝彦博士との共同研究)。

5. おわりに

糖鎖は、創薬・診断・医療のターゲットとしての重要性が以前にも増して高まっています。糖鎖の分子科学研究の進展の先には、生命シ

テムにおける糖鎖を介したダイナミックな秩序形成メカニズム解明への道が開けるものと期待されます。また、人工超分子と生命分子の大胆なハイブリッドにより、生命分子の構造・機能を精緻に解析・制御するばかりでなく、生命分子の特質を具有する自己組織化システムを創出するための新たな道が切り拓かれつつあります。今後更に、生命システムの動的秩序形成におけるミクロ・マクロ相関の探査を可能とする、超高磁場 NMR 分光法をはじめとする物理化学的計測手法を駆使して、細胞内のタンパク質品質管理システムや、細胞内および細胞表層において糖鎖認識に関わる生命分子システムを対象に、それらの離合集散のダイナミクスを解明することに取り組んでいきたいと考えています。

本稿で紹介した共同研究成果の多くは、超高磁場 NMR 装置をはじめとする分子科学研究所・機器センターの支援によって得られたものです。また、本研究の一部は文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業(分子・物質合成)の支援により行われました。

参考文献

- (1) Kamiya, Y. ; Yagi-Utsumi, M. ; Yagi, H. ; Kato, K. *Curr. Pharm. Des.* **2011**, *17*, 1672.
- (2) Kamiya, Y. ; Satoh, T. ; Kato, K. *Curr. opin. Struct. Biol.* **2014**, *26*, 44.
- (3) 加藤晃一 分子研レターズ **2011**, *63*, 4.
- (4) Kato, K. ; Yamaguchi, Y. In *Encyclopedia of Magnetic Resonance*, R. K. Harris and R. E. Wasylishen ed. John Wiley (Chichester) **2012** ; Vol. 3, p 1779.
- (5) Kato, K. ; Yamaguchi, Y. ; Arata, Y. *Prog Nucl Magn Reson Spectrosc* **2010**, *56*, 346.
- (6) Yagi, H. ; Zhang, Y. ; Yagi-Utsumi, M. ; Yamaguchi, T. ; Iida, S. ; Yamaguchi, Y. ; Kato, K. *Biomol. NMR Assign.* **2015**, in press.
- (7) Yagi, H. ; Fukuzawa, N. ; Tasaka, Y. ; Matsuo, K. ; Zhang, Y. ; Yamaguchi, T. ; Kondo, S. ; Nakazawa, S. ; Hashii, N. ; Kawasaki, N. ; Matsumura, T. ; Kato, K. *Plant Cell Rep* **2015**, *34*, 959
- (8) Mizushima, T. ; Yagi, H. ; Takemoto, E. ; Shibata-Koyama, M. ; Isoda, Y. ; Iida, S. ; Masuda, K. ; Satoh, M. ; Kato, K. *Genes Cells* **2011**, *16*, 1071.
- (9) Kamiya, Y. ; Yanagi, K. ; Kitajima, T. ; Yamaguchi, T. ; Chiba, Y. ; Kato, K. *Biomolecules* **2013**, *3*, 108.
- (10) Kamiya, Y. ; Yamamoto, S. ; Chiba, Y. ; Jigami, Y. ; Kato, K. *J. Biomol. NMR* **2011**, *50*, 397.
- (11) Yamaguchi, T. ; Kato, K. In *Glycoscience: Biology and Medicine (N.Taniguchi, T.Endo, G.W.Hart, P.Seeberger, and C.-H.Wong ed.)* , Springer (Japan) **2014**, *1*, 137.
- (12) Zhang, Y. ; Yamaguchi, T. ; Kato, K. *Chem Lett* **2013**, *42*, 1455.
- (13) Yamaguchi, T. ; Sakae, Y. ; Zhang, Y. ; Yamamoto, S. ; Okamoto, Y. ; Kato, K. *Angew Chem Int Ed* **2014**, *53*, 10941.
- (14) Yamaguchi, T. ; Kamiya, Y. ; Choo, Y.-M. ; Yamamoto, S. ; Kato, K. *Chem. Lett.* **2013**, *42*, 544.
- (15) Yamamoto, S. ; Zhang, Y. ; Yamaguchi, T. ; Kameda, T. ; Kato, K. *Chem Commun* **2012**, *48*, 4752.
- (16) Zhang, Y. ; Yamamoto, S. ; Yamaguchi, T. ; Kato, K. *Molecules* **2012**, *17*, 6658.
- (17) Zhang, Y. ; Yamaguchi, T. ; Satoh, T. ; Yagi-Utsumi, M. ; Kamiya, Y. ; Sakae, Y. ; Okamoto, Y. ; Kato, K. *In Advances in experimental medicine and biology* **2015**, *842*, 217.
- (18) Kamiya, Y. ; Satoh, T. ; Kato, K. *Biochim. Biophys. Acta* **2012**, *1820*, 1327.
- (19) Satoh, T. ; Yamaguchi, T. ; Kato, K. *Molecules* **2015**, *20*, 2475.
- (20) Nishio, M. ; Kamiya, Y. ; Mizushima, T. ; Wakatsuki, S. ; Sasakawa, H. ; Yamamoto, K. ; Uchiyama, S. ; Noda, M. ; McKay, A. R. ; Fukui, K. ; Hauri, H. P. ; Kato, K. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* **2010**, *107*, 4034.
- (21) Satoh, T. ; Suzuki, K. ; Yamaguchi, T. ; Kato, K. *PLoS ONE* **2014**, *9*, e87963.
- (22) Yamaguchi, T. ; Uno, T. ; Uekusa, Y. ; Yagi-Utsumi, M. ; Kato, K. *Chem Commun* **2013**, *49*, 1235.
- (23) Matsuzaki, K. ; Kato, K. ; Yanagisawa, K. *Biochim. Biophys. Acta* **2010**, *1801*, 868.
- (24) Yagi-Utsumi, M. ; Kameda, T. ; Yamaguchi, Y. ; Kato, K. *FEBS Lett.* **2010**, *584*, 831.
- (25) Yagi-Utsumi, M. ; Matsuo, K. ; Yanagisawa, K. ; Gekko, K. ; Kato, K. *Int. J. Alzheimer's Dis.* **2010**, *2011*, 925073.

時間分解ESRによるドナー・アクセプター型COFのスピンドイナミクス解明研究

新潟大学 古川 貢

序

近年、エネルギー問題など社会問題を解明するために多くの機能性物質の開発が進められている。Metal Organic Framework (MOF) 物質群は、水素吸蔵や触媒能といった多彩な機能を持つことで開発が進められている。環境問題の観点から、金属フリーで環境にやさしい機能性物質群として、Covalent Organic Framework (COF) が開発されてきた。この物質群は、有機分子を単位とし、共有結合ネットワークを持った細孔性かつ結晶性物質であり、MOFと同様に多彩な機能を持つ機能性物質として注目を集めている。[1] 近年、分子科学研究所の江東林准教授のグループで、ドナー・アクセプターの概念を導入したドナー・アクセプター型 COF 物質群が開発されている。[2,3] 今回はその中でも、以下の2つのドナー・アクセプター型 COF を紹介したい。(1) COF 骨格を利用したドナー・アクセプター系、ドナーに金属フタロシアニン (MPc ($M = Zn, Ni$), 図1(a))、アクセプターに xDI (naphthalenediimide: NDI, pyromellitic diimide: PyDI, 図1(a)) を使用した MPc - xDI -COF (図1(b))、および(2) 細孔を利用したドナー・アクセプター系、 $ZnPc$ による COF の細孔に C_{60} をアクセプター

として導入した $C_{60}@ZnPc$ -COF (図1(c)) で、COF 骨格にアジド基を導入することで、COF 細孔内部に C_{60} を固定している。上記の2種の COF 物質群は、共に光誘起伝導性を示すことが明らかにされている。[2,3] この系では、ドナーの MPc を光励起した後に、 MPc からアクセプターへと電子移動し、その結果、電荷分離状態が形成されることを想定して設計された。しかしながら、これらを証明する実験結果は我々の知る限りでは存在しない。また、これらの物質群を利用した分子性デバイス開発を考慮した場合、機能性発現効率が低いことが最大の課題であり、これらを解決するためには、機能性発現メカニズムの解明が不可欠である。そこで、我々は、時間分解 ESR により、光励起後に形成される電荷分離状態の直接観測し、スピンドイナミクスという観点から機能性メカニズムの解明を試みた。

実験

時間分解 ESR は分子科学研究所 機器センター所有の Bruker E680 を用いて測定した。図2に時間分解 ESR の概要図を示した。ESR の信号検出器とナノ秒パルス Nd:YAG レーザーをパルスジェネレーター DG535 により同期させることで測定した。

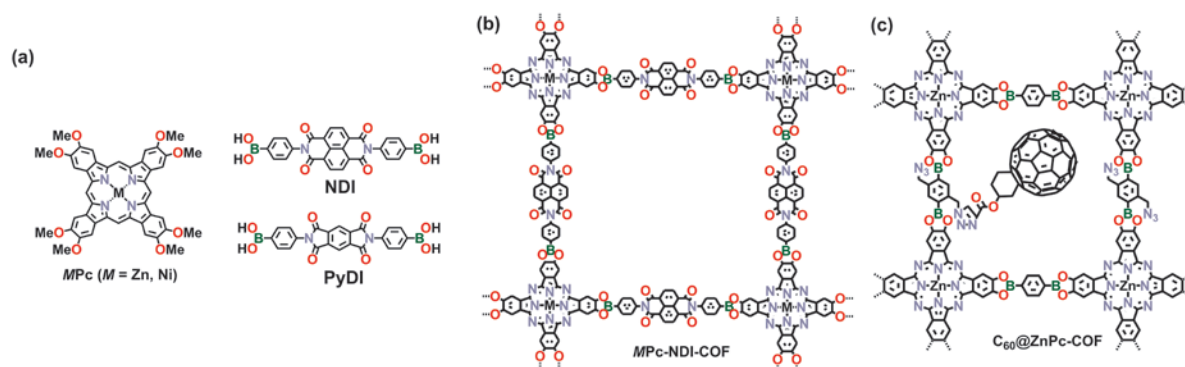


図1 ドナー・アクセプター型COFの分子構造

試料は、ZnPc、ZnPc- x DI-COF ($x = \text{N}, \text{Py}$), $n\%$ C₆₀@ZnPc-COF ($n = 0, 25, 50$) の粉末試料を使用した。 n は、ZnPc-COF 中のアジド基の含有量を示す。それぞれの吸収スペクトルは参考文献 [2,3] に示されている。

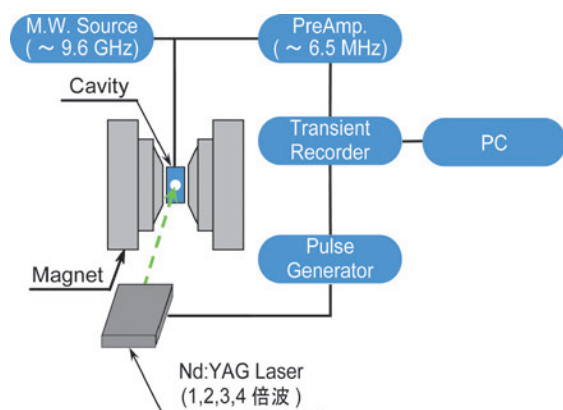


図2 時間分解ESRの概要図

MPc- x DI-COF のスピンドYNAMICS [2]

図3 (a) に波長 680 nm のレーザー光にて励起時の ZnPc 単体における時間分解 ESR スペクトルを示した。縦軸、横軸はそれぞれ、レーザー照射後の時間、磁場を表しており、色でシグナル強度を示した。図3 (b) には、時間 $t = 1 \mu\text{s}$ における磁場挿引スペクトルを示した。以下のスピンハミルトニアンを用いて、スペクトルシミュレーションを行ったところ、実測を再現することができた。(図3 (b))

$$H = -\mathbf{S} \cdot \mathbf{g} \cdot \mathbf{B}_0 + \mathbf{S} \cdot \mathbf{D} \cdot \mathbf{S}, \quad (1)$$

ここで、 $\mathbf{S}$, $\mathbf{g}$, $\mathbf{B}_0$, $\mathbf{D}$ は、スピン演算子、 $\mathbf{g}$ テンソル、静磁場、ゼロ磁場分裂テンソルを表す。用いたパラメータは以下のとおりである。 $S = 1$, $\mathbf{g} = (2.005, 2.005, 2.001)$, $|\mathbf{D}| = 0.0215 \text{ cm}^{-1}$, $|\mathbf{E}| = 0.004 \text{ cm}^{-1}$ 。得られたスペクトルは ZnPc の励起3重項に由来する信号と言える。一方で、アクセプター分子については、680 nm 付近に吸収を持たないことから、レーザー励起に伴う

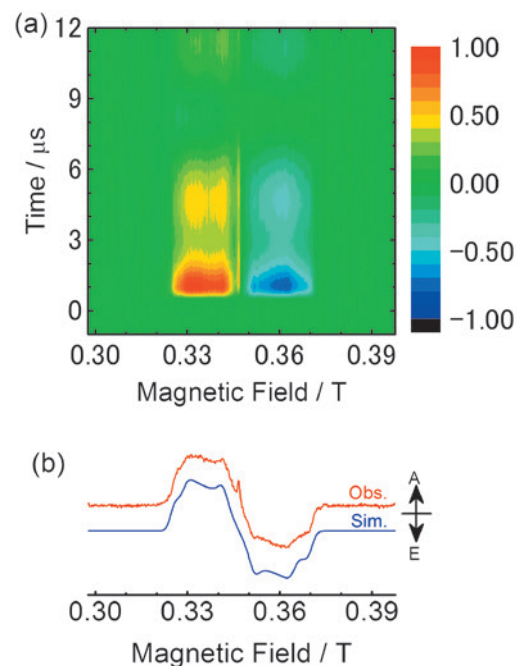


図3 (a)ZnPcの2次元時間分解ESRスペクトルと (b)時間 $t = 1 \mu\text{s}$ における磁場挿引スペクトル。

信号を検出する可能性はない。これらの情報を元に、COF の時間分解 ESR スペクトル測定を行った。図4に、ZnPc-NDI-COF の時間分解 ESR スペクトルを示す。どちらの場合にも、ゼロ磁場分裂による分裂は観測することはできず、スペクトル幅の狭い1本の信号が観測されている。また、その寿命は、それぞれ $865 \mu\text{s}$ (80 K), $40 \mu\text{s}$ (10 K) であった。これらの信号は、光照射前には信号が観測されていないことから光励起に由来する信号である。また、スペクトル幅が極めて狭いことから、検出された信号は、極めて小さなゼロ磁場分裂定数を持つことを意味する。従って、スピン間距離は極めて長いことになる。つまり、ドナーからアクセプターへと電子移動した結果の電荷分離状態と見なすことができる。さらに、信号の減衰から、電荷分離状態の寿命が極めて長いことを示している。

次に、ZnPc-NDI-COF と ZnPc-PyDI-COF の電荷分離状態の寿命を比較する。この寿命は、電荷分離状態からの再結合時間である。先に示したように、ZnPc-PyDI-COF の方が寿命は長

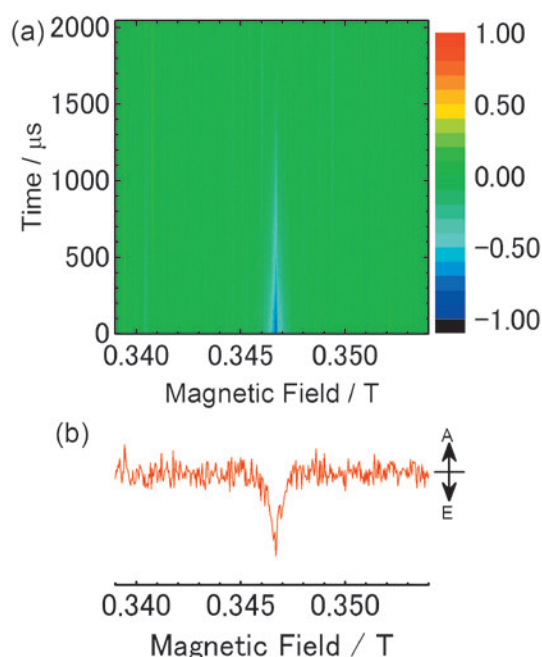


図4 (a)ZnPc-NDI-COFの2次元時間分解ESRスペクトルと(b)時間 $t = 50$ msにおける磁場挿引スペクトル.

いことが実験的に明らかになっている。この再結合を考えるために、ドナー・アクセプター間の2面角を比較する。構造最適化により得られた2面角を表1にまとめた。ZnPc-NDI-COFでは、37.5度だった2面角がZnPc-PyDI-COFでは、0度であった。この2面角は、ドナーとアクセプター分子間の軌道のねじれを表しており、有限の値を持つZnPc-NDI-COFの方が、軌道の重なりが小さくなる。つまり重なり積分も小さくなるために、再結合しにくく考えられる。その結果、ZnPc-NDI-COFの方が長い寿命を持つと考えることができる。COF系の光誘起伝導性メカニズムに電荷分離状態が関与していること、そして、その寿命がドナー・アクセプター間の2面角に依存することを実験的に明らかにした。

表1 ZnPc-xDI-COFの比較

	ZnPc-NDI-COF	ZnPc-PyDI-COF
寿命 / μs	865 (80 K)	40 (10 K)
2面角 / $^\circ$	37.5	0
重なり積分	小	大

これらの結果から、COF系は、高効率光誘起伝導性物質としての可能性を秘めていることを明らかにした。

$\text{C}_{60}@MPc\text{-COF}$ のスピンドYNAMICS [3]

次に、COF系の細孔にアクセプター分子として C_{60} を導入した $\text{C}_{60}@MPc\text{-COF}$ のスピンドYNAMICSについて議論する。まず、アクセプターの C_{60} を含まない0% $\text{C}_{60}@ZnPc\text{-COF}$ における時間分解ESRスペクトルを示す。(図5) レーザー照射後1 μs 後の磁場挿引スペクトル(図5(b))を見ると、ゼロ磁場分裂と思われる分裂構造を持っていることが明らかである。つまり、これも励起3重項に由来する信号と予想される。そこで、式(1)のスピントニアンにてスペクトルシミュレーションを行ったところ、図5(b)の青線のようになり、実測を再現することができた。用いたパラメータは $S=1$, $g = (2.005, 2.006, 2.007)$, $|D| = 0.025 \text{ cm}^{-1}$, $|E| = 0.0025 \text{ cm}^{-1}$ 。ZnPc単体のパラメータとほぼ一致しており得られた信号は、

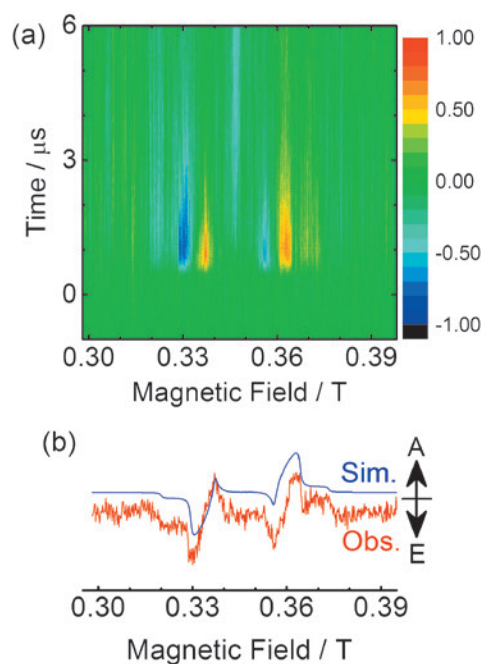


図5 (a)ZnPc-COFの2次元時間分解ESRスペクトルと(b)時間 $t = 1$ msにおける磁場挿引スペクトル.

ZnPc の励起 3 重項に由来すると言える。次に、25%, 50% C₆₀@ZnPc-COF の時間分解 ESR スペクトルを示す。(図 6) この場合には、スペクトル幅の狭い ESR 信号を観測することができ、アクセプターを導入することで、電荷分離状態の形成を確認することができた。図 6 (b) には、信号強度のアジド基濃度依存性、つまり C₆₀ 濃度依存性を示した。明らかに C₆₀ 濃度に比例しており、この結果からも、細孔を利用したドナー・アクセプター系として機能していることを示唆している。

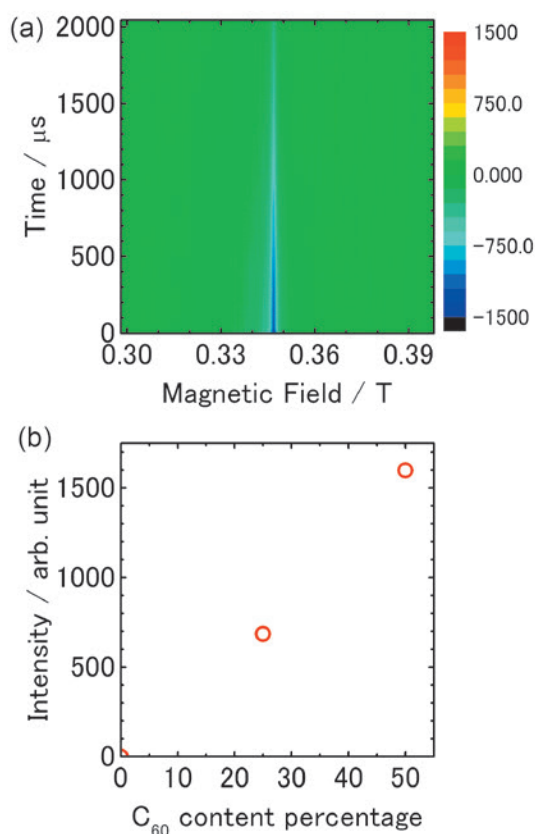


図6 (a)C₆₀@ZnPc-COFの2次元時間分解ESRスペクトルと(b)信号強度のC₆₀濃度依存性。

まとめ

時間分解 ESR を使用して、ドナー・アクセプター型 COF のスピンダイナミクスを調べ、電荷分離状態を直接観測することに成功した。COF 骨格を利用した場合には、ドナー・アクセプター間の 2 面角により重なり積分が制御さ

れ、それに伴い電荷分離状態の寿命に大きく依存することを明らかにした。また、細孔利用型では、アクセプター分子の導入濃度に依存して、電荷分離効率が変わることを明らかにした。このように、電子スピンのダイナミクスに着目することで、新規な光誘起伝導性物質の機能性メカニズムの一端を解明することに成功した。

最後に、一連の研究に用いたすべての試料は分子科学研究所 江東林准教授に提供していただきました。この場を借りて御礼申し上げます。またすべての実験は、分子科学研究所 機器センター所有の ESR 装置 (Bruker E680) を使用しました。装置管理から事務処理まで、私の研究に携わっていただいた機器センターの皆様感謝申し上げます。

設備概算要求が獲得できない昨今の現状を考慮すると、最先端測定機器が揃えられた分子科学研究所の意は極めて重要で有り難いと思っております。一大学では取得することのできない、パルス ESR、高磁場 ESR などのアドバンスト ESR 装置のような最先端大型装置の継続的な導入・更新を期待しています。

参考文献

- [1] A. P. Cote, A. I. Benin, N. W. Ockwig, M. O'Keeffe, A. J. Matzger, and O. M. Yaghi, *Science*, **2005**, 310, 1166-1170.
- [2] S. Jin, X. Ding, X. Feng, M. Supur, K. Furukawa, S. Takahashi, M. Addicoat, M. E. El-Khouly, T. Nakamura, S. Irle, S. Fukuzumi, A. Nagai and D. Jiang, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **2013**, 52, 2017-2021.
- [3] L. Chen, K. Furukawa, J. Gao, A. Nagai, T. Nakamura, Y. Dong, and D. Jiang, *J. Am. Chem. Soc.*, **2014**, 136, 9806-9809.

平成26年度共同利用採択課題一覧

施設利用

【前期】

整理番号	申請区分	所 属	職 名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1	通年	静岡大学工学部	教授	植田 一正	結晶構造解析と量子化学計算を用いた有機半導体の固相光物性の解明	【単結晶X線回折装置】、 【単結晶X線回折装置】微小結晶／Rigaku MERCURY CCD-3
2	通年	静岡大学理学部	助教	仁科 直子	非対称型キレート金属錯体の合成と構造解析	【単結晶X線回折装置】、 【単結晶X線回折装置】微小結晶／Rigaku MERCURY CCD-3、 【粉末X線回折装置】 Rigaku RINT-UltimaII
3	通年	名古屋工業大学工学研究科	准教授	小野 克彦	新規なキャリア輸送材料の合成と電子デバイスへの応用	【単結晶X線回折装置】、 【単結晶X線回折装置】微小結晶／Rigaku MERCURY CCD-3、 【粉末X線回折装置】 Rigaku RINT-UltimaII
4	通年	名古屋工業大学大学院物質工学専攻	准教授	濱中 泰	銅硫化物ナノ粒子の近赤外局在プラズモン共鳴における三次非線形光学特性の評価	【ピコ秒レーザー】 Spectra-Physics、 Quantronix Millennia-Tsunami、TITAN-TOPAS、 【可視紫外分光光度計】 Hitachi U-3500
5	通年	名古屋工業大学大学院物質工学専攻	准教授	濱中 泰	銅カルコゲナイドナノ粒子の発光特性に関する研究	【蛍光分光光度計】 HORIBA SPEX Fluorolog 3-21、 【可視紫外分光光度計】 Hitachi U-3500
6	通年	愛知学院大学薬学部	助教	小川 法子	シクロデキストリン類と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／Rigaku MERCURY CCD-3
7	通年	日本大学生物資源科学部	助教	高野 英晃	新規な光センサーの生化学的な解析	【熱分析装置】 MicroCal iTC ₂₀₀
8	前期	豊橋技術科学大学環境・生命工学系	助手	藤沢 郁英	X線結晶構造解析による分子構造の決定	【単結晶X線回折装置】、 【単結晶X線回折装置】微小結晶／Rigaku MERCURY CCD-3
9	前期	京都大学大学院理学研究科	准教授	馬場 正昭	Yb ²⁺ 分子のレーザー分光	【ナノ秒レーザー】エキシマー励起色素レーザー/LAMBDA PHYSIK Compex Pro 110
10	前期	横浜市立大学生命医科学研究科	特任准教授	加藤 秀典	ヌクレオソームと核内タンパク質の相互作用解析	【熱分析装置】 MicroCal iTC ₂₀₀
11	前期	京都大学大学院理学研究科	大学院生	国重 沙知	重水素置換ベンゼンのレーザー分光	【ナノ秒レーザー】Nd:YAG 励起OPOレーザー/Spectra Physics GCR-250 ScanmateOPPO
12	前期	神戸大学農学研究科	助教	木村 行宏	好熱性紅色細菌由来の光捕集1反応中心複合体における耐熱化の熱力学的解析	【熱分析装置】 MicroCal iTC ₂₀₀
13	前期	東京理科大学理学部第二部	准教授	秋津 貴城	シッフ塩基金属錯体複合系の円偏光紫外光誘起分子配向	【円二色性分散計】 JASCO J-720WI
14	前期	自然科学研究機構生理学研究所 脳機能計測・支援センター	准教授	村越 秀治	シグナル分子活性化イメージングプローブの開発	【円二色性分散計】 JASCO J-720WI

9. 共同利用採択課題一覧

【後期】

整理番号	所 属	職 名	提案代表者	研究課題	利用研究設備
1	自然科学研究機構 核融合科学研究所	准教授	中島 洋	ポルフィリン結合タンパク質の機能解析	【蛍光分光光度計】HORIBA SPEX Fluorolog 3-21, 【可視紫外分光光度計】Hitachi U-3500
2	名古屋工業大学 大学院物質工学専攻	准教授	村越 秀治	シグナル分子活性化イメージングプローブの開発	【円二色性分散計】 JASCO J-720WI
3	豊橋技術科学大学 環境・生命工学系	大学院生	国重 沙知	重水素置換ベンゼンのレーザー分光	【ナノ秒レーザー】Nd:YAG励起OPOレーザー/Spectra Physics GCR-250 ScanmateOPPO
4	名古屋工業大学 工学研究科	教授	馬場正昭	Yb ²⁺ 分子のレーザー分光	【ナノ秒レーザー】エキシマー励起色素レーザー/LAMBDA PHYSIK Compex Pro 110, 【ナノ秒レーザー】Nd:YAG励起OPOレーザー/Spectra Physics GCR-250 ScanmateOPPO
5	茨城大学 理学部	教授	大友 征宇	光合成タンパク質間相互作用の機構解明	【熱分析装置】MicroCal iTC ₂₀₀ , 【熱分析装置】MicroCal VP-DSC
6	奈良女子大学 自然科学系研究院	特別研究員	奥村 森	48Ca二重ベータ崩壊研究の基礎研究：BC18樹脂によるイオン吸着挙動解析	【核磁気共鳴装置】 JEOL JNM-LA500
7	兵庫県立大学 大学院物質理学研究科	助教	芦沢実	新規有機半導体分子の結晶構造解析	【単結晶X線回折装置】, 【単結晶X線回折装置】微小結晶/Rigaku MERCURY CCD-3
8	岐阜大学 工学部	助教	木村 行宏	紅色光合成細菌による有害金属吸着能に関する研究	【熱分析装置】MicroCal iTC ₂₀₀ , 【熱分析装置】MicroCal VP-DSC
9	神戸大学 農学研究科	助手	藤沢 郁英	X線結晶構造解析による分子構造の決定	【単結晶X線回折装置】, 【単結晶X線回折装置】微小結晶/Rigaku MERCURY CCD-3
10	日本大学 生物資源科学部	助教	片岡 祐介	金属間結合を有する多核金属錯体の構造解析	【単結晶X線回折装置】, 【単結晶X線回折装置】微小結晶/Rigaku MERCURY CCD-3
11	名城大学 農学部	准教授	秋津 貴城	シッフ塩基金属錯体複合系の円偏光誘起紫外光キラル分子配向	【円二色性分散計】 JASCO J-720WI
12	岡山大学 大学院自然科学研究科	JSPS 特別研究員 SPD	日比 裕理	ブロック共重合体の相分離により形成されるナノドメインのNMRによる運動性解析	【核磁気共鳴装置】 JEOL JNM-ECA600
13	神戸大学 大学院理学研究科	教授	松森 信明	糖脂質の機能分子科学研究へ向けた固体NMR計測	【核磁気共鳴装置】 JEOL JNM-ECA600

【機器の表記について】

◎ 【単結晶X線回折装置】 : Rigaku MERCURY CCD-1 または CCD-2

平成26年度設備利用状況

(2014.4.1～2015.3.31)

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								
ナノ	EMX Plus	10	3	13	37	32	69	69
ナノ	E500	20	3	23	127	17	144	141
ナノ	E680	6	0	6	55	0	55	55
SQUID 型磁化測定装置								
ナノ	MPMS-7	16	4	20	248	49	297	259
ナノ	MPMS-XL7	18	3	21	252	17	269	242
単結晶 X 線回折装置								
	MERCURY CCD-1	11	2	13	84	24	108	97
	MERCURY CCD-2	8	1	9	43	2	45	43
	MERCURY CCD-3	16	3	19	122	25	147	143
粉末 X 線回折装置								
	RINT-UltimaIII	1	7	8	1	341	342	212
X 線溶液散乱測定装置								
ナノ	NANO-Viewer	3	0	3	37	0	37	46
電子分光装置								
ナノ	機能性材料バンド構造顕微分析システム(2014.10.1 ～)	3	3	6	6	20	26	26
ナノ	Omicron EA-125	2	4	6	4	20	24	24
電子顕微鏡								
ナノ	TEM / JEM-3100FEF	8	2	10	91	42	129	121
ナノ	SEM / SU6600	7	8	15	34	25	59	55
ナノ	SEM / JSM-6700F	5	3	8	49	68	103	87
ナノ	FIB / JEM-9310FIB	5	0	5	91	0	91	84
熱分析装置								
	VP-DSC	1	0	1	3	0	3	3
	iTC ₂₀₀	3	2	5	21	29	50	50
	TGA2950/ DSC2920/ SDT2960	2	1	3	16	1	17	16
マトリックス支援レーザー脱離イオン化・飛行時間型質量分析計（MALDI-TOF-MS）								
	Voyager DE-STR	1	10	11	2	659	661	277
有機微量元素分析装置								
所内	MICRO CORDER JM10		8	8		204	204	135
蛍光 X 線分析装置								
	JSX-3400RII	2	1	3	2	1	3	3
核磁気共鳴（NMR）装置								
ナノ	JNM-ECA920	6	2	8	167	16	183	178
ナノ	AVANCE800（溶液）	8	5	13	251	62	313	245
ナノ	AVANCE600（固体）	7	3	10	199	139	338	330
	JNM-ECA600	3	4	7	23	132	155	132
	JNM-LA500	3	7	10	18	263	281	158
所内	JNM-ECS400		10	10		1637	1637	320
ピコ秒レーザー								
	Millennia-Tsunami, TITAN-TOPAS	1	2	3	8	11	19	19
ナノ秒レーザー								
	エキシマー励起色素レーザー	1	0	1	12	0	12	12
	Nd:YAG 励起 OPO レーザー	2	0	2	14	0	14	14
	フッ素系エキシマーレーザー	2	1	3	2	29	31	31
蛍光分光光度計								
	SPEX Fluorolog 3-21	6	0	6	32	0	32	32
円二色性分散計								
	J-720WI	3	7	10	7	42	49	47
可視紫外分光光度計								
	U-3500	4	5	9	27	86	113	104
フーリエ変換赤外（FTIR）分光光度計								
ナノ	IFS66v/S	0	2	2	0	26	26	26
顕微ラマン分光装置								
ナノ	RENISHAW inVIA Reflex	10	3	13	102	38	140	147
超伝導磁石付希釈冷凍機								
所内	Kelvinox 400		0	0		0	0	0
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（m3）			
明大寺地区		42553.0	21122.4					
山手地区		13667.5	27279.6		885.0			

※ナノプラット対象外設備では、所内利用に協力研究等の所外研究者を含む場合もあり

※利用日数：同日の重複利用も含む

平成26年度研究報告一覧

学術論文 (107 報)

T. NARUSHIMA, S. HASHIYADA and H. OKAMOTO, "Nanoscopic Study on Developing Optical Activity with Increasing Chirality for Two-Dimensional Metal Nanostructures," *ACS Photon.* **1**, 732-738 (2014).

S. HASHIYADA, T. NARUSHIMA and H. OKAMOTO, "Local Optical Activity in Achiral Two-Dimensional Gold Nanostructures," *J. Phys. Chem. C* **118**, 22229-22233 (2014).

H. SHIRAI, Y. NOMURA, and T. FUJI, "Real-time waveform characterization by using frequency-resolved optical gating capable of carrier-envelope phase determination," *IEEE Photon. J.* **6**, 3300212 (2014).

H. SHIRAI, C. DUCHESNE, Y. FURUTANI, and T. FUJI, "Attenuated total reflectance spectroscopy with chirped-pulse upconversion," *Opt. Express* **22**, 29611-29616 (2014).

Y. NOMURA, Y.-T. Wang, A. Yabushita, C.-W. Luo, and T. FUJI, "Controlling the carrier-envelope phase of single-cycle mid-infrared pulses with two-color filamentation," *Opt. Lett.* **40**, 423-426 (2015).

T. SATOH, Y. SAEKI, T. HIROMOTO, Y.-H. WANG, Y. UEKUSA, H. YAGI, H. YOSHIHARA, M. YAGI-UTSUMI, T. MIZUSHIMA, K. TANAKA and K. KATO, "Structural basis for proteasome formation controlled by an assembly chaperone Nas2", *Structure* **22**, 731-743 (2014).

T. YAMAGUCHI, Y. SAKAE, Y. ZHANG, S. YAMAMOTO, Y. OKAMOTO and K. KATO, "Exploration of conformational spaces of high-mannose-type oligosaccharides by an NMR-validated simulation", *Angew. Chem. Int. Ed.* **53**, 10941-10944 (2014).

T. SATOH, A. SUMIYOSHI, M. YAGI-UTSUMI, E. SAKATA, H. SASAKAWA, E. KURIMOTO, Y. YAMAGUCHI, W. LI, C. A. P. JOAZEIRO, T. HIROKAWA and K. KATO, "Mode of substrate recognition by the Josephin domain of ataxin-3, which has an endo-type deubiquitinase activity", *FEBS Lett.* **588**, 4422-4430 (2014).

S. SATO, R. TAKEUCHI, M. YAGI-UTSUMI, T. YAMAGUCHI, Y. YAMAGUCHI, K. KATO and M. FUJITA, "Self-assembled, π -stacked complex as a finely-tunable magnetic aligner for protein RDC observation", *Chem. Commun.* **51**, 2540-2543 (2015).

Y. KITAGO, M. NAGAE, Z. NAKATA, M. YAGI-UTSUMI, S. TAKAGI-NIIDOME, E. MIHARA, T. NOGI, K. KATO and J. TAKAGI, "Structural basis for amyloidogenic peptide recognition by sorLA," *Nature Struct. Mol. Biol.* **22**, 199-206 (2015).

H. YAGI, N. FUKUZAWA, Y. TASAKA, K. MATSUO, Y. ZHANG, T. YAMAGUCHI, S. KONDO, S. NAKAZAWA, N. HASHII, N. KAWASAKI, T. MATSUMURA and K. KATO, "NMR-based structural validation of therapeutic antibody produced in *Nicotiana benthamiana*", *Plant Cell Rep.* **34**, 959-968 (2015).

H. YAGI, M. NAKAMURA, J. YOKOYAMA, Y. ZHANG, T. YAMAGUCHI, S. KONDO, J. KOBAYASHI, T. KATO, E. Y. PARK, S. NAKAZAWA, N. HASHII, N. KAWASAKI and K. KATO, "Stable isotope labeling of glycoprotein expressed in silkworms using immunoglobulin G as a test molecule", *J. Biomol. NMR*, **62**, 157-167 (2015).

H. YAGI, Y. ZHANG, M. YAGI-UTSUMI, T. YAMAGUCHI, S. IIDA, Y. YAMAGUCHI and K. KATO,

"Backbone ^1H , ^{13}C , and ^{15}N resonance assignments of the Fc fragment of human immunoglobulin G glycoprotein", *Biomol. NMR Assign.* in press (2015).

Y. INOKUCHI, T. MIZUUCHI, T. EBATA, T. IKEDA, T. HAINO, T. KIMURA, H. GUO and Y. FURUTANI, "Formation of Host-Guest Complexes on Gold Surface Investigated by Surface-Enhanced IR Absorption Spectroscopy," *Chem. Phys. Lett.* **592**, 90-95 (2014).

J. CHEN, H. YAGI, Y. FURUTANI, T. NAKAMURA, A. INAGUMA, H. GUO, Y. KONG and Y. GOTO, "Self-Assembly of the Chaperonin GroEL Nanocage Induced at Submicellar Detergent", *Sci. Rep.* **4**, 5614 (2014).

M. SUDA, R. KATO and H. M. YAMAMOTO, "Light-induced superconductivity using a photoactive electric double layer," *Science*. **347**, 743-746 (2015).

T. TERAUCHI, S. SUMI, Y. KOBAYASHI, T. NAKAMURA, K. FURUKAWA and Y. MISAKI, "Stable metallic state of $(\text{TTPCOO})_2\text{NH}_4$ with mobile dopant," *Chem. Com.* **50**, 7111-7113 (2014).

Y. M. A. YAMADA, Y. YUYAMA, T. SATO, S. FUJIKAWA and Y. UOZUMI, "A Palladium-Nanoparticle and Silicon-Nanowire-Array Hybrid: A Platform for Catalytic Heterogeneous Reactions," *Angew. Chem. Int. Ed.* **53**, 127-131 (2014).

M. MINAKAWA, Y. M. A. YAMADA and Y. UOZUMI, "Driving an Equilibrium Acetalization to Completion in the Presence of Water," *RSC Adv.* **4**, 36864-36867 (2014).

Y. ITO, H. OHTA, Y. M. A. YAMADA, T. ENOKI and Y. UOZUMI, "Bimetallic Co-Pd Alloy Nanoparticles as Magnetically Recoverable Catalysts for the Aerobic Oxidation of Alcohols in Water," *Tetrahedron*. **70**, 6146-6149 (2014).

Y. ITO, H. OHTA, Y. M. A. YAMADA, T. ENOKI and Y. UOZUMI, "Transfer Hydrogenation of Alkenes Using Ni/Ru/Pt/Au Heteroquatermetallic Nanoparticle Catalysts: Sequential Cooperation of Multiple Nano-Metal Species," *Chem. Commun.* **50**, 12123-12126 (2014).

G. HAMASAKA and Y. UOZUMI, "Cyclization of Alkynoic Acids in Water in the Presence of a Vesicular Self-Assembled Amphiphilic Pincer Palladium Complex Catalyst," *Chem. Commun.* **50**, 14516-14518 (2014).

D. PI, K. JIANG, H. ZHOU, Y. SUI, Y. UOZUMI and K. ZHOU, "Iron-catalyzed $\text{C}(\text{sp}^3)\text{-H}$ Functionalization of Methyl Azaarenes: A Green Approach to Azaarene-Substituted α - or β -Hydroxy Carboxylic Derivatives and 2-Alkenylazaarenes," *RSC Adv.* **4**, 57875-57884 (2014).

T. OSAKO and Y. UOZUMI, "Enantioselective Copper-Catalyzed Azide-Alkyne Cycloaddition for Construction of Chiral Biaryl Derivatives," *Org. Lett.* **16**, 5866-5869 (2014).

M. KAWAI, T. YAMAGUCHI, S. MASAOKA, F. TANI, T. KOHZUMA, L. CHIANG, T. STORR, K. MIEDA, T. OGURA, R. SZILAGYI, and Y. SHIMAZAKI, "Influence of Ligand Flexibility on the Electronic Structure of Oxidized Ni^{III} Phenoxide Complexes," *Inorg. Chem.* **53**, 10195-10202 (2014).

Y. MIZUNO, Y. YISILAMU, T. YAMAGUCHI, M. TOMURA, T. FUNAKI, H. SUGIHARA and K. ONO, "(Dibenzoylmethanato)boron Difluoride Derivatives Containing Triphenylamine Moieties: A New Type of Electron-Donor/p-Acceptor System for Dye-Sensitized Solar Cells," *Chem. Eur. J.* **20**, 13286-13295 (2014).

S. ITO, W. WANG, K. NISHIMURA and S. NOZAKI, "Formal Aryne/Carbon Monoxide Copolymerization To Form Aromatic Polyketones/Polyketals", *Macromolecules*. **48**, 1959-1962(2015).

T. ASAKURA, T. OHATA, S. KAMETANI, K. OKUSHITA, K. YAZAWA, Y. NISHIYAMA, K. NISHIMURA, A. AOKI, F. SUZUKI, H. KAJI, A. ULRICHI, and M. WILLIAMSON, "Intermolecular Packing in B. mori Silk Fibroin: Multinuclear NMR Study of the Model Peptide (Ala-Gly)₁₅ Defines a Heterogeneous Antiparallel Antipolar Mode of Assembly in the Silk II Form", *Macromolecules* **48**, 28-36 (2015).

T. ASAKURA, K. YAZAWA, K. HORIGUCHI, F. SUZUKI, Y. NISHIYAMA, K. NISHIMURA and H. KAJI, "Difference in the structures of alanine tri- and tetra-peptides with antiparallel β -sheet assessed by X-ray diffraction, solid-state NMR and chemical shift calculations by GIPAW", *Biopolymers*. **101**,13-20 (2014).

S. TAKEMURA, S. KAWAKAMI, M. HARADA and M. IIDA, "Solvation Structure of a Copper(II) Ion in Protic Ionic Liquids Comprising N-hexylethylenediamine", *Inorg. Chem.* **53**, 9667-9678(2014).

M. GOYAL, T. K. CHAUDHURI, K. KUWAJIMA, "Irreversible Denaturation of Maltodextrin Glucosidase Studied by Differential Scanning Calorimetry, Circular Dichroism, and Turbidity Measurements", *PlosOne*. doi:10.1371/journal.pone. 0115877(2014).

Y. KIMURA, S. KASUGA, M. UNNO, T. FURUSAWA, S. OSOEGAWA, Y. SASAKI, T. OHNO and Z.-Y. WANG-OTOMO, " The Roles of C-terminal Residues on the Thermal Stability and Local Heme Environment of Cytochrome c' from the Thermophilic Purple Sulfur Bacterium *Thermochromatium tepidum*", *Photosynth. Res.* **124**, 19-29 (2015).

K. EGUCHI, Y. TAKAGI, T. NAKAGAWA and T. YOKOYAMA, "Magnetic Interactions of Vanadyl Phthalocyanine with Ferromagnetic Iron, Cobalt, and Nickel Surfaces", *J. Phys. Chem. C*. **118**, 17633-17637 (2014).

T. ASAKURA, K. YAZAWA, K. HORIGUCHI, F. SUZUKI, Y. NISHIYAMA, K. NISHIMURA, H. KAJI, "Difference in the Structures of Alanine Tri- and Tetra-Peptides with Antiparallel β -Sheet Assessed by X-Ray Diffraction, Solid-State NMR and Chemical Shift Calculations by GIPAW", *Biopolymers*. Vol.**10**(1), p.p.13-20(2014).

T. ASAKURA, T. OHATA, S. KAMETANI, K. OKUSHITA, K. YAZAWA, Y. NISHIYAMA, K. NISHIMURA, A. AOKI, F. SUZUKI, H. KAJI, ANNE S. ULRICHI, MIKE P. WILLIAMSON, "Intermolecular Packing in B. mori Silk Fibroin: Multinuclear NMR Study of the Model Peptide (Ala-Gly)₁₅ Defines a Heterogeneous Antiparallel Antipolar Mode of Assembly in the Silk II Form", *Macromolecules*. Vol. 48(1), p.p. 28-36(2015).

H. YAGI, Y. ZHANG, M. YAGI-UTSUMI, T. YAMAGUCHI, S. IIDA, Y. YAMAGUCHI and K. KATO, "Backbone ¹H, ¹³C, and ¹⁵N resonance assignments of the Fc fragment of human immunoglobulin G glycoprotein," *Biomol. NMR assign*, in press.

H. YAGI, N. FUKUZAWA, Y. TASAKA, K. MATSUO, Y. ZHANG, Y. YAMAGUCHI, S. KONDO, S. NAKAZAWA, N. HASHII, N. KAWASAKI, T. MATSUMURA and K. KATO, "NMR-based structural validation of therapeutic antibody produced in *Nicotiana benthamiana*," *Plant Cell Reports*, in press.

H. YAGI, , M. NAKAMURA, J. YOKOYAMA, Y. ZHANG, Y. YAMAGUCHI, S. KONDO, J. KOBAYASHI, T. KATO, Y. E. PARK, S. NAKAZAWA, N. HASHII, N. KAWASAKI and K. KATO, "Stable isotope labeling of glycoprotein expressed in silkworms using immunoglobulin G as a test molecule," *J. Biomol. NMR*, in press.

T. SATOH, A. SUMIYOSHI, M. YAGI-UTSUMI, E. SAKATA, H. SASAKAWA, E. KURIMOTO, Y. YAMAGUCHI, W. LI, C.A.P. JOAZEIRO, T. HIROKAWA and K. KATO, "Mode of substrate

recognition by the Josephin domain of ataxin-3, which has an endo-type deubiquitinase activity," *FEBS Lett.* **588**, 4422-4430 (2014).

A. SIKFAR, T. SATOH, M. KAWASAKI and K. KATO, "Crystal structure of archaeal homolog of proteasome-assembly chaperone PbaA Biochem. Biophys", *Res. Commun.* **453**, 493-497 (2014).

Y. KAMIYA, T. SATOH and K. KATO, "Recent advances in glycoprotein production for structural biology: toward tailored design of glycoforms Curr", *Opin. Struct. Biol.* **26**, 44-53 (2014).

M. SUDA, Y. KAWASUGI, T. MINARI, K. TSUKAGOSHI, R. KATO, and H. M. YAMAMOTO, "Strain-Tunable Superconducting Field-Effect Transistor with an Organic Strongly-Correlated Electron System", *Advanced Materials*. Vol. **26**, p.p.3490-3495 (2014).

H. M. YAMAMOTO, Y. KAWASUGI, H. BO CUI, M. NAKANO, Y. IWASA and R. KATO, "Asymmetric Phase Transitions Observed at the Interface of a Field-Effect Transistor Based on an Organic Mott Insulator," *Euro. J. Inorg. Chem* Vol. **2014** p.p. 3841-3844(2014).

R. KOJIMA, M. OKUMURA, S. MASUI, S. KANEMURA, M. INOUE, M. SAIKI, H. YAMAGUCHI, T. HIKIMA, M. SUZUKI, S. AKIYAMA and K. INABA, "Radically different thioredoxin domain arrangement of ERp46, an efficient disulfide-bond introducer of the mammalian PDI family", *Structure*. Vol. **22**, p.p.431-443(2014).

M. OKUMURA, K. KADOKURA, S. HASHIMOTO, K. YUTANI, S. KANEMURA, T. HIKIMA, Y. HIDAKA, L. ITO, K. SCHIBA, S. MASUI, D. IMAI, S. IMAOKA, H. YAMAGUCHI and K. INABA, "Inhibition of the functional interplay between ER oxidoreductin-1 (Ero1) and protein disulfide isomerase (PDI) by the endocrine disruptor bisphenol A", *J. Biol. Chem.* Vol. **289**, p.p. 27004-27018(2014).

M. OKUMURA, S. SHIMAMOTO and Y. HIDAKA, "Disulfide-mediated Peptide and Protein Folding", *Current Protocols in Protein Science*. doi:10.1002/0471140864.ps2807s76(2014).

M. OKUMURA, K. KADOKURA and K. INABA, "Structural and mechanistic basis of the PDI family members producing disulfides within the ER," *Free Radic Biol Med*, in press.

T. RAMMING, M. OKUMURA, S. KANEMURA, S. BADAY, J. BIRK, S. MOES, P. JENÖ, S. Bernèche, K. INABA and C. Appenzeller-Herzog, "APDI-catalyzed thiol/disulfide switch regulates the production of hydrogen peroxide by human Ero1", *Free Radic Biol Med*, in press.

伊藤 慎庫, 王文瀚, 西村 勝之, 野崎 京子, "Formal Aryne/Carbon Monoxide Copolymerization to Form Aromatic Polyketones/Polyketals", *Macromolecules*, in print.

T. HIROSE, Y. TSUNOI, Y. FUJIMORI, K. MATSUAD, "Fluorescence Enhancement of Covalently Linked 1-Cyano-1,2-diphenylethene Chromophores with Naphthalene-1,8-diyl Linker Units: Analysis Based on Kinetic Constants", *Chem. Eur. J.* Vol. **21**, p.p.1637-1644 (2015).

Y. NEGISHI, T. NAKAZAKI, S. MALOLA, S. TAKANO, Y. NIIHORI, W. KURASHIGE, S. YAMAZOE, T. TSUKUDA, H. HäKKINEN, "A Critical Size for Emergence of Nonbulk Electronic and Geometric Structures in Dodecanethiolate-Protected Au Clusters", *J. Am. Chem. Soc.* Vol. **137**, p.p.1206 (2015).

W. KURASHIGE, Y. NIIHORI, S. SHARMA, Y. NEGISHI, "Recent Progress in the Functionalization Methods of Thiolate-Protected Gold Clusters," *J. Phys. Chem. Lett.* (Perspective) Vol. **5**, p.p.4134 (2014).

S. YAMAZOE, W. KURASHIGE, K. NOBUSADA, Y. NEGISHI, T. TSUKUDA, "The preferential

location of coinage metal dopants ($M = \text{Ag}$ or Cu) in $[\text{Au}_{25-x}\text{M}_x(\text{SC}_2\text{H}_4\text{Ph})_{18}]^-$ ($x \sim 1$) as determined by EXAFS and DFT calculation," *J. Phys. Chem. C* Vol. **118**, p.p. 25284(2014).

W. KURASHIGE, S. YAMAZOE M. YAMAGUCHI, K. NISHIDO, K. NOBUSADA, T. TSUKUDA, Y. NEGISHI, "Au₂₅ Clusters Containing Unoxidized Tellurolates in the Ligand Shell," *J. Phys. Chem. Lett.* Vol. **5**, p.p.2072(2014).

A. PULS, P. JERABEK, W. KURASHIGE, M. Förster, M. MOLON, T. BOLLERMANN, M. WINTER, C. GEMELE, Y. NEGISHI, G. FRENKING, R. A. FISCHER, "A New Synthesis Concept for Multiply Doped Gold Clusters $[(M@AunM'm)Lk]^{a+}$," *Angew. Chem. Int. Ed* Vol. **53**, p.p. 2072 (2014)

S. KANG, H. ZHENG, T. LIU, K. HAMACHI, S. KANEGAWA, K. SUGIMOTO, Y. SHIOTA, S. HAYAMI, M. MITO, T. NAKAMURA, M. NAKANO, M. L. BAKER, H. NOJIRI, K. YOSHIZAWA, C. DUAN and O. SATO, "A ferromagnetically coupled Fe₄₂ cyanide-bridged nanocage," *Nature Communications* Vol. **6**, p.p.5955(2015).

M. SAKAGUCHI, M. MAKINO, T. OHURA, T. IWATA, "Contact electrification of polymers due to electron transfer among mechano anions, mechano cations and mechano radicals," *J. Electrostatics*, 412-416 (2014).

M. SAKAGUCHI, M. MAKINO, T. OHURA, T. IWATA, "The correlation between the ionic degree of covalent bond comprising polymer main chain and the ionic yield due to mechanical fracture," *Polymer*, 1917-1919 (2014).

W. Fujita, "Ferromagnetic Ordering in Organic Radical Cation Salts BBDTA.Au(CN)₂ at 8.2 K," *Dalton Transactions*, 903-907(2015).

S. YONEYAMA, T. KODAMA, K. KIKUCHI, Y. FUJII, H. KIKUCHI, W. Fujita, "Preparation, Crystal Structure and Magnetic Properties of Copper Hydroxy Salts with Diamond Chain Magnetic Network," *CrystEngComm*. **16**, 10385-10388(2014).

B. AHMMAD, M.A. BASITH, O. KURNI, M. S. ALAM, B. L. SINHA, F. HIROSE, "Gd, Ti 共添加した BiFeO₃ の誘電及び磁化特性に関する研究," *電子情報通信学会技術研究報告* Vol. **114**, p.p.37-42 (2014).

D.AOKI and M. SHIMA, "Magnetic and fluorescence properties of cerium-doped yttrium gadolinium aluminum iron garnet crystals," *apanese Journal of Applied Physics* Vol. **53**, p.p. 1130011-4 (2014).

H. YAMAGUCHI, Y. SHINPUKU, T. SHIMOKAWA, K. IWASE, T. ONO, Y. KANO, S. KITAKA, T. SAKAKIBARA, and Y. HOSOKOSHI, "S=1/2 ferromagnetic -antiferromagnetic alternating Heisenberg chain in a zinc-verdazyl complex," *Phys.Rev.B*. Vol. **91**, p.p. 085117/1-6 (2015).

Y. OSHIMA, T. IIMURA, T. SAITOU, T. IMAMURA, "Changes in chemical composition of bone matrix in ovariectomized (OVX) rats detected by Raman spectroscopy and multivariate analysis," *SPIE Proceedings* Vol. **9303** (2015) .

T. UEDA, K.YAMASHITA, A. ONDA, "New extraction procedure for protonated polyoxometalates prepared in aqueous-organic solution and characterisation of their catalytic ability," *Appl. Catal. A*. **485**, 181-187 (2014).

T. UEDA, M. OHNISHI, M. SHIRO, J.-I. NAMBU, T. YONEMURA, J. F. BOAS, A. M. BOND, "Synthesis and Characterization of Novel Wells-Dawson-Type Mono Vanadium(V)-Substituted Tungsto-

polyoxometalate Isomers: 1-and4-[S2VW17O62]5-," *Inorg. Chem* **53**, 4891-4898(2014).

T. UEDA, J.-I. NAMBU, J. LU, S.-X GUO, Q. LI, J. F BOAS, L. L. MARTIN, A. M. BOND, "Structurally characterized vanadium(v)-substituted Keggin-type heteropolysulfates [SVM11O40]3- (M = Mo, W): voltammetric and spectroscopic studies related to the V(V)/V(IV) redox couple", *Dalton Trans.***43**, 5462-5473(2014).

Q. LI, J. LU, J. F. BOAS, D. A. K. TRAORE, M. C. J. WILCE, Martin, L. L. MARTIN, T. UEDA, A. M. BOND, "Spontaneous Redox Synthesis and Characterization of the Tetrathiafulvalene-Vanadium-Substituted Polyoxometalate Charge-Transfer Material TTF4[SVW11O40]: Comparison with the Mo Analogue," *Inorg. Chem.* **53**, 10996-11006(2014).

S. WATANUKI, S. KASHIMOTO, T. ISHIMASA, A. MACHIDA, S. YAMAMOTO, Y. TANAKA, M. MIZUMAKI, N. KAWAMURA, S. WATANABE, "Thermal expansion of a Au Al Yb intermediate valence quasicrystal," *Solid State Communications*. Vol. **211**, p.p. 19-22(2015).

白旗 崇, 河野 秀平, 古田 圭介, 岡 優佑, 御崎 洋二, "Synthesis of new electron donor ClMe3-TTP: structures and properties of (ClMe3-TTP)3X (X = PF6 and AsF6) Bull," *Chem. Soc. Jpn*, in press.

白旗 崇, 尾木 大祐, 吉本 朱夏, 御崎 洋二, "Synthesis, Structures, and electrochemical properties of new extensively conjugated TTF," *Chem. Lett.* Vol.**44**, p.p.554-556 (2015).

白旗 崇, 古田 圭介, 河野 秀平, 御崎 洋二, "Molecular Conductors with Effectively Half-Filled Electronic States Based on Tetrathiafulvalene Derivatives Condensed with a 2-Isopropylidene-1,3-dithiole Ring," *Euro. J. Inorg. Chem.* Vol. **2014**, p.p.3982-3988 (2014).

御崎 洋二, 木村 晴佳, 小西 克哉, 村岡 俊弥, 白旗 崇, "Dendritic Tetrathiafulvalene Pentamers Linked by Methylenedithio Spacers," *Chem. Lett.* Vol.**43**, p.p.843-845(2014).

御崎 洋二, 中村 健一, 岡田 有生, 白旗 崇, "Cyclic TTF Tetramer Linked by Methylenedithio Spacers," *Chem. Lett.* Vol. **43**, p.p.708-710(2014).

Y. HARADA, T. IKEUE, Y. IDE, Y. KIMURA, I. HIROMITSU, D. YOSHIOKA, M. MIKURIYA, Y. KATAOKA, M. HANDA, "Synthesis, structures, and properties of lantern-type dinuclear ruthenium(II,III) complexes cis-[Ru2{3,5-(CF3)2-pf}2(O2CMe)2Cl] and [Ru2{3,5-(CF3)2-pf}3(O2CMe)Cl], 3,5-(CF3)2-pf = N,N0-bis [3,5-bis(trifluoromethyl)phenyl]formamidinate anion," *Inorganica Chimica Acta* **424**, 186-193(2015).

A. IKEZAKI, J. ONO, Y. OHGO, M. FUKAGAWA, T. IKEUE, M. NAKAMURA, "Electronic structure of low-spin six-coordinate iron(III) meso-tetrapropylchlorin complexes", *J. Porphyrins Phthalocyanines*. **18**, 778-791(2014).

T. IKEUE, N. SAWADA, N. MATSUMOTO, A. MIYAZAKI, T. SUGIMORI, M. KOIKAWA, I. HIROMITSU, K. YOSHINO, M. MIKURIYA, Y. KATAOKA, M. HANDA, "Synthesis and magnetic properties of an annulated dinuclear copper(II) phthalocyanine peripherally having 2,6-dimethylphenoxy substituents," *J.Porphyrins Phthalocyanines* **18**, 708-714(2014).

M. YANAGIHARA, Z. YUSOP, M. TANEMURA, S. ONO, T. NAGAMI, K. FUKUDA, T. SUYAMA, Y. YOKOTA, T. YANAGIDA, A. YOSHIKAWA, "Vacuum ultraviolet field emission lamp utilizing KMgF3 thin film phosphor," *APL Mater.* Vol. **2**, 046110 (2014).

M. YANAGIHARA, T. TSUJI, Z. YUSOP, M. TANEMURA, S. ONO, T. NAGAMI, K. FUKUDA, T. SUYAMA, Y. YOKOTA, T. YANAGIDA, A. YOSHIKAWA, "Vacuum Ultraviolet Field Emission Lamp

Consisting of Neodymium Ion Doped Lutetium Fluoride Thin Film as Phosphor The Scientific," *World Journal*. Article ID 309091(2014).

T. MARUYAMA, H. KONDO, N. FUKUOKA, S. NARITSUKA, "Growth of Single-Walled Carbon Nanotubes from Pt catalysts by the Alcohol Gas Source Method under Low Ethanol Pressure: Growth Temperature Dependence," *Trans. Mater. Res. Soc. Jpn.* **38**, 585-588(2014).

H. KONDO, R. GHOSH, S. NARITSUKA, T. MARUYAMA, S. IJIMA, "Single-Walled Carbon Nanotube Growth with Narrow Diameter Distribution from Pt Catalysts by Alcohol Gas Source Method," *2013 MRS Fall Meeting Proceeding*. Vol.**1659** DOI: 10.1557/opl.2014.149 (2015).

T. MARUYAMA, H. KONDO, A. KOZAWA, T. SAIDA, S. NARITSUKA, S. IJIMA, "Growth Mechanism of Single-Walled Carbon Nanotubes from Pt Catalysts by Alcohol Catalytic CVD," *2014 MRS Fall Meeting Proceeding*. Vol.**1752**, DOI: <http://dx.doi.org/10.1557/opl.2015.43>(2015).

M. YAGI-UTSUMI, K. KATO, "Structural and dynamic views of GM1 ganglioside," *Glycoconju. J.*, in press.

Y. KIMURA, H. NIINOMI, K. TSUKAMOTO, J. M. García-Ruiz, "In Situ Live Observation of Nucleation and Dissolution of Sodium Chlorate Nanoparticles by Transmission Electron Microscopy," *J. Am. Chem. Soc.* **136**, 1762-1765 (2014).

H. TAI, K. NISHIKAWA, M. SUZUKI, Y. HIGUCHI, and S. HIROSE, "Control of the Transition between Ni-C and Ni-SII States by the Redox State of the Proximal Fe-S Cluster in the Catalytic Cycle of [NiFe] Hydrogenase," *Angewandte Chemie International Edition* **53**, 13817-13820(2014).

T. OMORI, Y. WAKIKAWA, T. MIRUA, Y. YAMAGUCHI, K. NAKAYAMA and T. IKOMA, "Carrier Dynamics in Pentacene C60 Bilayer Solar Cell Investigated through the Magnetoconductance," *J. Phys. Chem. C*. Vol.**118**, pp. 28418-28424(2014).

T. MIRUA, K. MAEDA, H. MURAI, and T. IKOMA, "Long-Distance Sequential Charge Separation at Micellar Interface Mediated by Dynamic Charge Transporter: A Magnetic-Field Effect Study," *J. Phys. Chem. Lett.* Vol.**6**, pp.267-271(2014).

T. OGIWARA, Y. WAKIKAWA and T. IKOMA, "Mechanism of Intersystem Crossing of Thermally Activated Delayed Fluorescence Molecules," *J. Phys. Chem. A*. Vol.**119**, pp. 3415-3418(2015).

Y. KITAGO, M. NAGAE, Z. NAKATA, M. YAGI-UTSUMI, S. TAKAGI-NIIDOME, E. MIHARA, T. NOGI, K. KATO and J. TAKAGI, "Structural basis for amyloidogenic peptide recognition by sorLA," *Nature Struct. Mol. Biol.* **22**, 199-206 (2015)."

S. SHICHI, N. KANAZAWA, K. MATSUDA, S. OKAJIMA, T. HASEGAWA, T. OKADA, T. GOTO, H. TAKAGI and M. INOUE, "Spin wave isolator based on frequency displacement nonreciprocity in ferromagnetic bilayer," *J. Appl. Phys.* **117**, 17, 17D125 (2015).

R. ISOGAI, T. GOTO, H. TAKAGI, Y. NAKAMURA, P. BOEY. LIM and M. INOUE, "Effect of Structure and Properties of Magnetic Material on Diffraction Efficiency of Magnetophotonic Crystal Media for Magnetic Volumetric Holography," *J. Magn. Soc. Jpn.* **39**, 2, 33-36 (2015).

H. TAKAGI, K. NAKAMURA, K. KUDO, T. GOTO, P. BOEY. LIM and M. INOUE, "Colorized Magneto-optic Three Dimensional Display Using Optical Space Division Method," *J. Magn. Soc. Jpn.* **39**, 2, 44-47 (2015).

- X. Y. Sun, C. ZHANG, N. M. AIMON, T. GOTO, M. ONBASLI, D. H. Kim, H. K. Choi and C. A. ROSS**, "Combinatorial Pulsed Laser Deposition of Magnetic and Magneto-optical Sr(GaxTiyFe0.34–0.40)O3– δ Perovskite Films," *ACS Combinatorial Science*, **16**, 11, 640-646 (2014).
- K. NAKAMURA, K. KUDO, T. GOTO, H. TAKAGI, L. P. BOEY and M. INOUE**, "Colorization of Magnetic Hologram Images With Optical Space Division Method," *IEEE Trans. Magn.* **50**, 11, 1-4 (2014).
- M. C. ONBASLI, T. GOTO, X. Sun, N. Huynh and C. A. ROSS**, "Integration of bulk-quality thin film magneto-optical cerium-doped yttrium iron garnet on silicon nitride photonic substrates," *Opt. Express*. **22**, 21, 25183-25192 (2014).
- N. KANAZAWA, T. GOTO and M. INOUE**, "Spin wave localization in one-dimensional magnonic microcavity comprising yttrium iron garnet," *J. Appl. Phys.* **116**, 8, 083903 (2014).
- T. GOTO, M. C. ONBASLI, D. H. KIM, V. SINGH M. INOUE, L. C. KIMERLING and C. A. Ross**, "A nonreciprocal racetrack resonator based on vacuum-annealed magneto-optical cerium-substituted yttrium iron garnet," *Opt. Express* **22**, 16, 19047-19054 (2014).
- H. TAKAGI, K. NAKAMURA, T. GOTO, P. BOEY. LIM and M. INOUE**, "Magneto-optic spatial light modulator with submicron-size magnetic pixels for wide-viewing-angle holographic displays," *Opt. Lett* **39**, 11, 3344-3347 (2014).
- T. GOTO, H. TAKAGI, Y. NAKAMURA, P. BOEY. LIM and M. INOUE**, "The Advanced Functional Materials and Optical Technique : (VII)," *Ceramics Japan*. **49**, 412-415 (2014).
- R. ISOGAI, N. SAGARA, T. GOTO, Y. NAKAMURA, P. BOEY. LIM and M. INOUE**, "Diffraction Efficiency of Volumetric Magnetic Holograms with Magnetophotonic Crystals," *J. Magn. Soc. Jpn.* **38**, 3-2, 119-122 (2014).
- M. SUZUKI and C. YAMANAKA**, "ESR investigation of extracted kerogen from asphaltum with laboratory heating experiments," *Advances in ESR Applications*. Vol. **31**, p.p. 9-11. (2015).
- T. SUZUKI, J. MATSUMOTO, Y. KAJITA, T. INOMATA, T. OZAWA and H. MASUDA**, "Nitrosyl and Carbene Iron Complexes Bearing κ^3 -SNS Thioamide Pincer Type Ligand," *Dalton Trans.* Vol. **44**, p.p.1017-1022 (2015).
- M. MITSUMI, S. OHTAKE, Y. KAKUNO, Y. KOMATSU, Y. OZAWA, K. TORIUMI, N. YASUDA, N. AZUMA and Y. MIYAZAKI**, "Multifunctional One-Dimensional Rhodium(I)-Semiquinonato Complex: Substituent Effects on Crystal Structures and Solid-State Properties," *Inorg. Chem.* **53**, 11710-11720(2014).
- H. YAGI, M. NAKAMURA, J. YOKOYAMA, Y. ZHANG, T. YAMAGUCHI, S. KONDO, J. KOBAYASHI, T. KATO, E. Y. PARK, S. NAKAZAWA, N. HASHII and K. KATO**, "Stable isotope labeling of glycoprotein expressed in silkworms using immunoglobulin G as a test molecule," *J. Biomol. NMR*, in press.
- M. AONO**, "スパッタ法で作製したアモルファス窒化炭素薄膜の光誘起体積変化," *Sputtering and Plasma Processes*. Vol. **30**, p.p.1-10 (2015).
- N. TAMURA, M. AONO, H. ABE N. KITAZAWA, Y. WATANABE**, "Electrical resistivity response of amorphous carbon nitride thin films in various gas atmospheres," *Japanese Journal of Applied Physics*. Vol. **54**, 041401 (2015).

編集後記

ご執筆いただいた方々、及びアンケートにご協力下さいました利用者の皆様のおかげで、「機器センターたより No.7」を刊行する運びとなりました。

さて、平成 26 年 8 月末を持ちまして大島康裕先生が転出され、9 月 1 日より物質分子科学研究領域の横山利彦先生がセンター長として指

揮を執られています。より一層、機器センターの利便性が向上するよう日夜苦慮されております。機器センターが、この「機器センターたより」を通じて皆様の研究の手助けになれば幸いです。また、今後ともご意見、ご質問等をぜひお寄せ下さい。

機器センターたより No.7

発行日	平成 27 年 7 月 10 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） 水川哲徳 高山敬史 岡野芳則 上田 正 牧田誠二 藤原基靖 中川信代

本誌記載記事の無断転載を禁じます

Instrument Center

Nishigo-naka 38, Myodaiji, Okazaki 444 - 8585, JAPAN

TEL:+81 - 564 - 55 - 7470

FAX:+81 - 564 - 55 - 7448

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

mail to : ic-office@ims.ac.jp