

件での2次元NMR測定が必要で、国内外のNMRメーカーから強力なご助力をいただきました。また、磁場に依存したNMR測定にあたって、世界最高クラスの磁場強度を持つ分子研920 MHz NMRでの測定無しには、明確な測定結果を得ることはできませんでした。一般には、高感度・高分解能が求められる装置ですが、「高磁場」そのものにも需要があることを特筆させていただき、共同利用研究をさせていただいたことに感謝致します。



さとう・そうた
 2005年 東京大学大学院理学系研究科博士課程修了(理学博士)
 2005年 東京大学大学院工学系研究科応用化学専攻・助手
 2007年 東京大学大学院工学系研究科応用化学専攻・助教
 2010年7月 東京大学大学院工学系研究科応用化学専攻・講師

参考文献

- [1] Lohman, J. A. B.; MacLean, C. *Chem. Phys.* **1978**, *35*, 269–274.
 [2] Sato, S.; Ishido, Y.; Fujita, M. *J. Am. Chem. Soc.* **2009**, *131*, 6064–6065.
 [3] Sun, Q.-F.; Iwasa, J.; Ogawa, D.; Ishido, Y.; Sato, S.; Ozeki, T.; Sei, Y.; Yamaguchi, K.; Fujita, M. *Science* **2010**, *328*, 1144–1147.
 [4] 920 MHz NMR装置での測定はナノテクネットの超高磁場NMRナノ計測支援(分子科学研究所、課題番号A108, A124, B106)を使って行いました。
 [5] θ : 芳香族分子平面に直交する分子座標zとC-H間ベクトルのなす角度; $\Delta\chi$: 磁化率異方性; γ_C と γ_H : それぞれ ^{13}C 核と ^1H 核の磁気回転比; h : プランク定数; r_{CH} : C-H核間距離
 [6] Sato, S.; Morohara, O.; Fujita, D.; Yamaguchi, Y.; Kato, K.; Fujita, M. *J. Am. Chem. Soc.* **2010**, *132*, 3670–3671.

施設だより

UVSOR

UVSOR施設長 加藤 政博

2010年春、極端紫外光研究施設(UVSOR施設)では、加速器の改造が行われました。2月末で共同利用運転を終了し、約3ヵ月かけて改造作業を行い、6月の装置の立ち上げ調整作業は順調に進み、7月から予定通り共同利用運転を再開しました。

今回の改造の目的は、外部レーザーを利用した新しい光発生技術の開発とその利用法の開拓に関する研究を行うためのスペースを作り出すことです。この研究開発は、文部科学省の量子ビーム基盤技術開発プログラムのもと、5ヵ年計画で実施されています。

施設の中核である電子蓄積リングUVSOR-IIは概ね円形ですが、正確に

は8か所の偏向部と8か所の直線部からなる八角形に近い形をしています。直線部は長いものと短いものの2種類が交互に配置されています。直線部には電子ビームを入射するためのパルス電磁石や電子ビームにエネルギーを補給するための高周波加速空洞、高輝度シンクロトロン光を発生するためのアンジュレータなどが設置されています。

入射器から供給される高エネルギー電子ビームは、これまで長い直線部の一つを用いて入射されていましたが、これをその隣の短い直線部に移し、空いた長い直線部を光源技術開発用スペースとします。このために、電子ビームを入射器から電子蓄積リングへ輸送

するためのビーム入射路を延長し、また、電子蓄積リングの直線部に設置されていた機器の配置換えを行いました。改造前後の電子蓄積リング入射点付近の様子を図1に示します。

新規に製作した電磁石や電源等の据え付けは製造業者に依頼しますが、それ以外の作業は基本的に職員が行います。今回は高周波加速空洞やビーム診断装置など数多くの装置の移設を行いました。加速器は超高真空装置でもあります。今回の改造では1周約50 mの電子蓄積リングの約3分の1、また、長さ約30 mのビーム輸送路の約半分を大気開放し、改造作業を進めました。機器の据え付けと真空の接続と初期排気が終わった後は72時

間連続でベーキング（加熱排気）を行います。数10 mというような大きさの装置を200度近い高温にしますので、職員が交代で監視します。その後、各機器及び制御装置の動作確認、放射線安全インタロックの動作確認などを行い、調整運転に入ります。

UVSORのような大型装置は、電源を入れてボタンを押せば動く、という具合にはいきません。電子ビームを発生する電子銃から始めて、前段加速器、ブースターシンクロトロンと2つの加速器を調整し、所定のエネルギーまで電子を加速し、ビーム輸送路へ送り出します。ビーム輸送路は今回改造しましたので、これまでの運転条件ではビームは通りません。ビーム診断装置からの情報を見ながら、軌道を補正する電磁石等を調整し電子蓄積リング入射点まで輸送します。実は、ここまでは比較的簡単で、難しいのはここから先です。53 mの円形の軌道上に電子ビームをうまく乗せてあげなくてははい

けません。これが宇宙ロケットであれば、自分の持っている推進装置で進行方向を変えて軌道に乗ってくれますが、電子ビームはそうはいきません。電場や磁場を利用して誘導しますが、外から来た電子を閉じた軌道に乗せるのは、静的な電磁場ではうまくいきません。パルス的に動作する高速の電磁石を用います。

入射された電子は53 mのリングを1周200ナノ秒弱で周回し始めます。うまく入れてあげないと最初の3、4周でビームは失われてしまいます。始めは入射効率は非常に低いですが、調整が進むにつれて10%、50%、70%と上がっていきます。このあたりまでくれば、100 mAを超えるような電子ビームが蓄積できるようになります。

電子ビームが蓄積され始めるとリングの真空度が悪化します。ベーキング終了後は 1×10^{-7} Pa前後であった真空度が2-3桁悪化します。これはシンクロトロン光が真空容器壁面に照射され

て、吸着されていたガス分子が放出される、いわゆる光脱離によるものです。真空度が悪化するとガス分子と電子が衝突して、ビームが短い時間で失われてしまいます。今回くらいの改造では1週間程度、大電流で運転を行い、光脱離を促します。これを光焼出しと呼びます。電子蓄積リングの立ち上げで不可欠な作業です。

光焼出しが終わるとシンクロトロン光を取り出して実験装置に導く、ビームラインの立上調整が始まります。今回のような長期のシャットダウンでは、それに合わせて、ビームライン側でも様々な改良作業を行います。真空装置を大気開放したり新しい光学素子が入ったりした場合には、加速器本体と同じく、光焼出しが必要となります。合計12本のビームラインについてそれぞれの担当職員が作業を行います。これらの作業を経てようやくお客様、すなわち、共同利用研究者が迎えられる状態になります。

今回の改造は、ビーム輸送路変更という加速器本体の大幅な改造が含まれていましたので、上記のような装置本体に関する作業以外に、放射線安全管理に関する作業も必要でした。入射点付近では漏洩放射線が大きくなりますので、局所遮蔽を設けます。これらも移設する必要がありました。一方、文部科学省に対して、放射線発生装置に関する変更申請を行う必要もありました。遮蔽計算なども全てやり直して、安全であるということを数値的に実証し、書類審査を受け、その後、施設検査を受けました。

改造作業・立上作業が順調に終わると今度は運転業務が

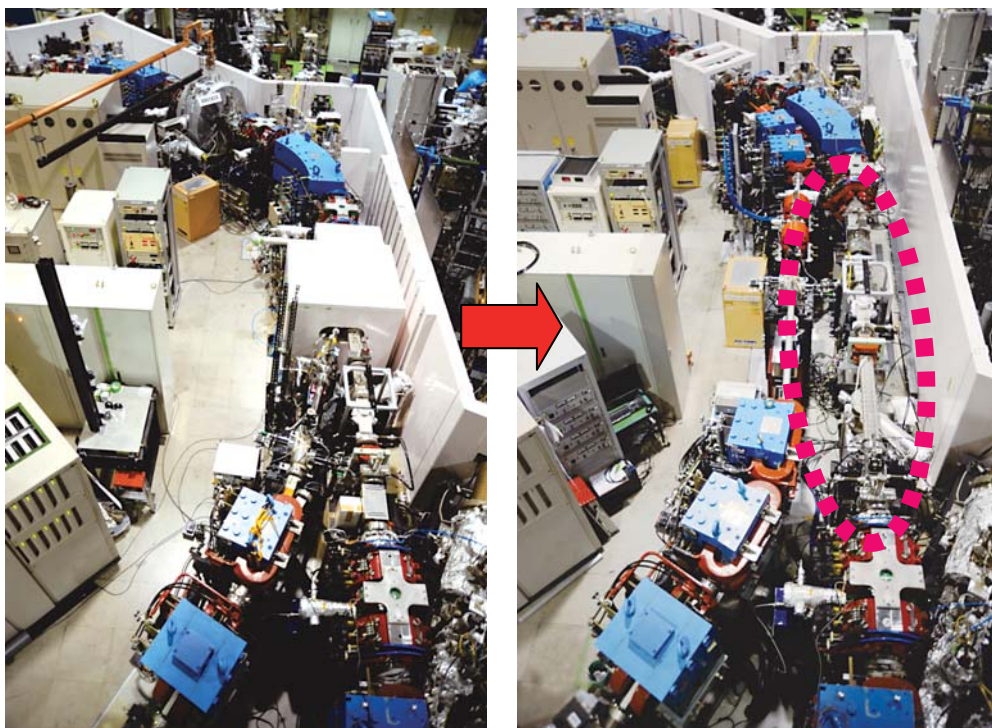


図1 リング改造前（左）と改造後（右）の入射点付近及び入射路（写真）。赤丸で囲んだ領域が光源開発用セクションとなる。

始まります。7月からの共同利用運転は100%トッパアップ運転を実現しました。これは、電子ビームを間欠的に入射することでビーム強度を一定に保つ高度な運転方式です。このためにこれまで以上に運転業務の負担が大きくなりました。

上記のような施設の様々な業務の中心となるのは技術職員です。現在、UVSOR施設には光源系（加速器担当）2名、利用系（ビームライン担当）6名の技術職員がおります。装置本体の運転維持管理、共同利用のサポート

などの業務以外に、先に述べた放射線に関する申請や管理等の業務も行います。もちろんこれら全ての業務を技術職員だけで行うことは不可能です。光源系3名、利用系4名の教員も参加します。研究系の教員と異なり、研究三昧とはいかないですが、装置の高度化は自分たちの研究の発展に直結しますので、前向きに取り組んでいます。

以上、今回の施設だよりでは、研究系のアカデミックな雰囲気とは少し違う、施設の現場の様子について紹介させていただきます。

最後に人の動きについて報告いたします。長年極端紫外光研究施設長を務めてこられた小杉教授が2010年5月より研究総主幹となりました。これに伴い、6月から施設長が筆者（加藤政博）に交替いたしました。昨年度、助教2名が転出し、利用系の助教がゼロという研究面でも施設の運営面でも厳しい状況となっていました。4月に、松波雅治さん、岩山洋士さんが助教として、また、森龍也さんが博士研究員として着任し、再びにぎやかになってきました。

施設だより

機器センターの現状

機器センター長 薬師久彌

「機器センター再設置」という表題で機器センター再設置の経緯や目的等を以前分子研レターズ56巻（2007年8月号）で紹介しました。今回は再設置後3年を経過した機器センターの現状についてご紹介します。機器センターの役割は研究所内外の研究者が共同利用するための汎用実験装置の管理・維持・運用と技術支援です。また、大学連携研究設備ネットワークの実務（予約システムの運用など）も担当しています。このほか研究所内外の共同利用者の積極的な参加のもとで特色ある装置の製作も一部行っています。機器センターの技術職員は発足当初より一名増えて、現在9名が化学分析機器、物性測定機器、分光測定機器、液体窒素・ヘリウム等の寒剤供給装置の維持管理を担当しています。また、分子スケールナノサイエンスセンターの保有する920 MHz NMRや高分解能電子顕微鏡の維持管理にも参加しています。発足当初間借りしていた事務室も、その後紆余曲折がありましたが、大学連携

研究ネットワーク事務室と一緒に南実験棟一階に落ち着きました。実験棟の耐震工事終了後は、共同利用控室を含めて拡張する事になっています。また、共同利用者との交流をはかり、新たな共同利用者を発掘するために、平成20年度より「機器センターだより」を発行しました。今年度は11月末ごろに第3号ができあがる予定になっています。共同利用施設としての重要な事業として位置付けています。

平成20年度と21年度末に、機器センターに新装置や装置更新のための予算が投入されました。それらの装置について簡単に紹介します。詳しい性能等については機器センターだよりをご覧ください。平成20年度に生体試料用としては世界最高感度の示差走査型カロリメータと等温滴定型カロリメータを山手地区に設置し、蛍光X線分析装置を明大寺地区に設置しました。平成21年度は溶液および固体プローブを有する日本電子社の生体分子計測用高磁場低エネルギー核磁気共鳴装置（600

MHz）、ブルッカー社の高感度パルス電子スピン共鳴装置（Qバンド）、固体試料を主な対象とするレニショー社の温度可変顕微ラマン分光装置を明大寺地区に設置しました。さらに日本分光社のラマン分光装置が西グループから機器センターへ移管されました。この装置は溶液の測定も可能な事と低波数の格子振動領域の測定が可能であるなど、相補的な機能を有しています。

次に更新された装置について紹介します。マイクロ単結晶X線回折装置は旧小林グループより移管された装置ですが、数10 μm程度の単結晶で構造解析ができるため利用者が増加しています。結晶を冷却するための吹き付け型冷却装置を新たに購入しました。液体窒素も液体ヘリウムも使用できるため、実験目的に応じて高価なヘリウムを使用しなくてもよくなりました。このほか制御システムの更新も行いました。機器センターの蛍光分光装置は近赤外領域の蛍光を高感度で測定できるという特色をもっていますが、検出器、分光

器（励起光用と試料光用）、制御システムとほぼすべてを更新し、新品同様になりました。この他、ESR (Bruker E500) の付属装置としてデュアルモード共振器を導入し、試料の状態を変えることなく禁制遷移 ($\Delta m = \pm 2$) を観測する事が出来るようになりました。高スピン状態の研究に威力を発揮すると思います。分光装置としては、波長可変ナノ秒レーザー装置のエキシマレーザーを更新しました。また波長可変ピコ秒レーザーシステムが西グループより移管されました。ナノ秒レーザーシステム同様、物質開発を目指す研究者にも様々な利用方法が考えられると思います。

機器センターでは研究所内外の研究グループと協力して、特色のある装置の製作とそれをういた研究の支援を行っています。このような装置としては時間分解ESR装置と極低温強磁場下の比熱測定装置があります。前者は所内中村敏和グループが機器センターのブルッカー社のESR E680とナノ秒レーザー (Nd:YAG Continuum Minilite-II) を組み合わせて、時間分解ESR装置を製作し、機能性物質のスピンダイナミクスの研究を行っています。詳しくは機器センターたよりNo. 2をご覧ください。後者は大阪大学理学研究科の中澤康浩教授のグループが分子研客員教授として来所して製作した装置です。旧小林グループから機器センターに移管されたオックスフォード社の超電導磁石 (15テスラ) 付き希釈冷凍機 (20 mK) に大阪大学で開発した緩和法による熱容量測定装置を組み込んで、極低温強磁場下の比熱を測定する装置を製作しました。有機超伝導体や分子磁性体その他の研究に使用されると思いますが、詳しくは本年11月末に発行される機器センターたよりNo. 3に詳しい記事が掲載される予定

です。この他にも、新しい計画があり、機器センターの利用方法の一形態になるものと期待しています。

機器センターでは所内の利用者やUVSORをはじめとする所外の施設利用研究者に液体ヘリウムや液体窒素など寒剤を供給する事が重要な業務の一つです。液体ヘリウムは高い回収率に努めていますが、そのおかげで、市販価格の5分の1程度の価格で利用できます。ヘリウムの液化機は明大寺地区と山手地区に一台ずつありますが、20年の歳月を経た明大寺地区の液化機は平成21年5月に心臓部の膨張タービンが故障して修復不能な状態に陥りました。急遽平成22年度の概算要求に追加する事ができ、幸いにも予算の内示を受け、平成23年度に新しい液化機が明大寺地区に導入されることになりました。平成23年度からは明大寺地区に旧鹿野田グループの様なパワーユーザーが赴任する事になっても十分に対応できる体制を整える事が出来ると思います。

機器センターの装置類は山手地区と明大寺地区に大きく分かれています。山手地区の装置は山手4号館に集中配置されていますが、明大寺地区は極低温棟、レーザーセンター棟、実験棟、南実験棟と分散配置されています。実験棟耐震工事の完了や南実験棟を使用しているグループの退出などが平成22年度末に予定されています。この機を利用して機器センターの装置ができるだけ近くに配置されるよう計画を練っておく必要があると思います。機器センターの共同利用にはいろいろな形態があると思います。皆様のご意見を機器センターへお寄せ下さると共に、積極的な利用を希望します。



ESR-2



NMR-2



顕微ラマン

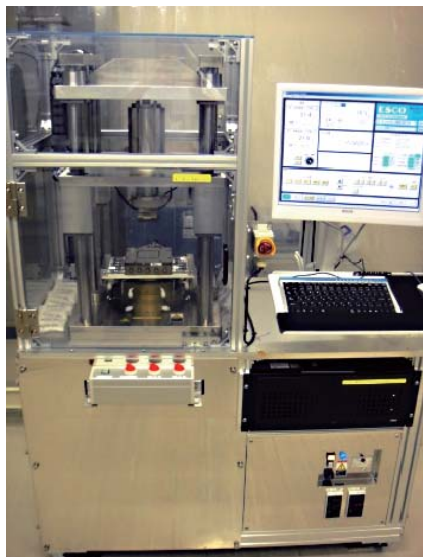


機器センター事務局

施設だより

高速加熱・ジンバル機能付き ナノインプリンティングシステムの紹介

装置開発室 青山 正樹



高速加熱・ジンバル機能付き
ナノインプリンティングシステム

光デバイス、バイオ・流体デバイスなど様々な産業分野への適用が試みられています。

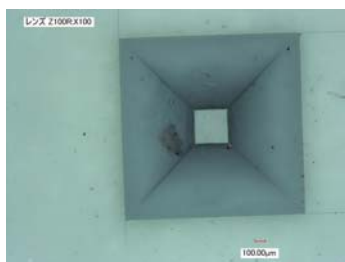
今回装置開発室に導入されたナノインプリント装置は、モールド取り付け可能サイズ50 mm×50 mm、最大プレス荷重10 KN、最高加熱温度は250℃で、PET、PMMA、PC、PTFEなどの成型加工が可能です。プレス動作は、2本のボールねじに取り付けられたACサーボモータ駆動によって行われ、変位制御および荷重制御を選択することができます。また下部ステージには、モールドと成型材料の片当たりを解消するエアフローティング型ジンバルステージが搭載され精密な成型が可能となっています。

ナノインプリントは、モールド表面に形成した微細な凹凸を樹脂等に精密転写する加工技術です。装置開発室に新たに設置されたナノインプリント装置は熱式ナノインプリントと呼ばれるプロセスを行うもので、ガラス転移温度以上に加熱した成型材料にモールドを押し当て、一定時間保持したのち冷却・離型することにより成型加工を行います。このような比較的簡便なプレス技術の応用によりナノレベルの成型加工が可能で、量産にも対応することが容易なことから高密度記録デバイス、

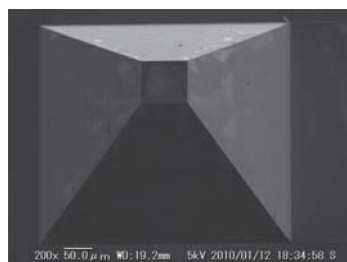
本装置により、生体分子情報研究部門の宇理須教授が開発中の多チャンネルバイオセンサー用基板の製作を試みています。センサー用基板は、大きさ30 mm×30 mm、厚さ200 μmのPMMA板の4か所に、10 μm以下の薄膜部を持つ構造が必要です。そのため

モールド表面に作られた4か所の突起形状をPMMA基板に転写させることにより10 μm以下の残膜となるように製作を行っています。これまで残膜部の厚さが25 μm以下となるとクラックが発生していましたが、加熱条件等の詳細な検討により現在はクラックのない10 μmの残膜作製に成功しています。さらに膜厚が10 μm以下となるような、モールド形状およびプレス条件について現在検討を行っています。

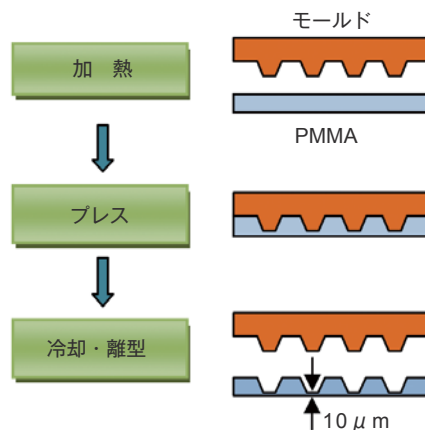
また、装置開発室ではナノインプリントを行う上で欠かすことのできない精密モールドの製作を、単結晶ダイヤモンド工具を使用した超精密切削加工により行っています。現在は理化学研究所の大森整主任研究員の協力により理化学研究所所有の超精密多軸ナノ加工機で精密モールドの製作を行っています。今後は所内でも精密モールドの製作ができるように、設備の充実を検討するとともに独自に精密ミリング加工装置の開発を進めています。



PMMA突起転写部



精密モールド突起部



バイオセンサー用基板成型プロセス