

大型研究設備

■ 超高磁場核磁気共鳴分光装置

核磁気共鳴（NMR）分光法はX線回折法とともに分子の精密構造解析に重要な役割を果たしている。しかしながら、複雑な高分子有機化合物、複合糖質やタンパク質等の生体高分子の精密立体構造解析をNMR法にて行う際には、複雑化した信号の著しい縮重および分子量の増大に伴う信号の広幅化もしくは消失などの問題を生じる。これらの問題を克服するためには高感度・高分解能な計測を可能とする超高磁場のNMR装置が不可欠である。本研究所に導入された超高磁場NMR装置は21.6テスラの超伝導磁石を心臓部としており、現存するNMR装置の中では世界でも最高レベルの感度と分解能（プロトン共鳴周波数920 MHz）を誇るものである（図1）。この装置により従来の装置では測定、解析が非常に困難であった糖鎖、巨大タンパク質等の複雑な生体高分子や高分子有機化合物の精密構造・機能解析が可能となり、生体高分子はもとより高機能ナノ触媒の開発をはじめとする材料科学においても新しい応用分野を切り拓くことが期待される。



図1 超高磁場NMR装置。

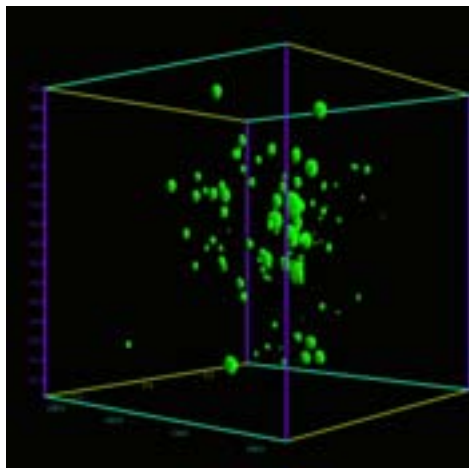
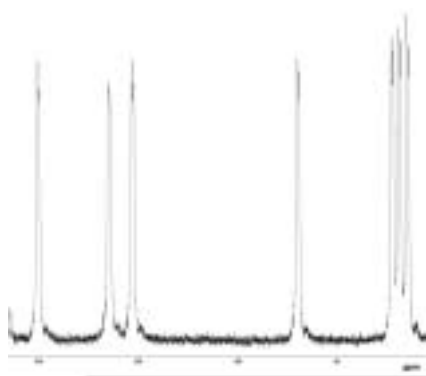


図2 糖鎖の高分解能一次元NMRスペクトル(左)と糖タンパク質の三次元NMRスペクトル(右)。

■ フェムト秒・ピコ秒化学反応観測システム

極短パルスレーザー技術の進歩により、超高速分光法が、物理や化学の分野における一般的な手法になりつつある。しかし用いる試料や手法に応じて、必要となるレーザー光の波長およびパルス幅などが異なる場合が多く、一つのレーザーシステムにおいて、波長やパルス幅を任意に選択することができれば、応用範囲が急速に広がることは間違いない。そこで今回、(1) 1 kHzの繰り返し周波数で1 μJ 以上の強度を保ち、(2) 紫外から赤外まで二色で連続波長可変であり、(3) ピコ秒レーザーとフェムト秒レーザーとが同期する、新しいレーザーシステムを導入した。

図1にレーザーシステムのブロック図を示す。新システムでは、2台のフェムト秒モード同期チタンサファイアレーザー（ML Ti:Sapphire）間のジッターを位相制御し、それぞれピコ秒およびフェムト秒のチタンサファイア再生増幅器（RGA）のシード光としている。ピコ秒RGAからの出力は、波長790 nm、パルス幅約4 ps、パルスエネルギー約3 mJ、フェムト秒RGAからの出力は、波長800 nm、パルス幅約200 fs、パルスエネルギー約2 mJであった。繰り返しはともに1 kHz、RGA間でのジッターは約4 psである。フェムト秒RGAは、加段増幅することにより、約10 mJのフェムト秒パルスの発生も可能である。ピコ秒RGAからの出力光を二つに分け、光パラメトリック発生・増幅システム（OPA）の励起光源として各々用いた。フェムト秒RGAからの出力光も二つに分け、片方はOPAの励起光源に、もう片方は2倍波から4倍波までの高調波発生に用いている。ピコ秒OPAの波長域は、図2に示すように和周波や差周波と組み合わせることにより、片方が230–11200 nm、もう片方が189–2700 nmまで、これら全領域において1 μJ 以上の強度を保ったまま連続波長可変である。本装置を用いて、液体中に存在する中性およびイオンクラスターの光解離、再配向および余剰エネルギーの散逸過程のダイナミックスの研究が現在行われている。分子線装置と結合させて気相中の化学反応過程を観測する実験も可能である。

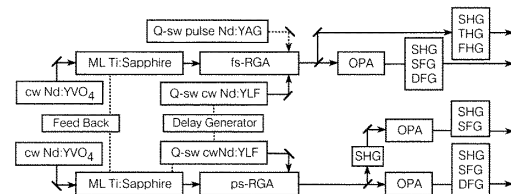


図1 ブロック図

cw Nd:YVO₄, ダイオード励起 cw Nd:YVO₄ レーザー； ML Ti:Sapphire, フェムト秒モード同期チタンサファイアレーザー； Q-sw cw Nd:YLF, Q-スイッチ cw Nd:YLF レーザー； Q-sw pulse Nd:YAG, Q-スイッチパルスNd:YAG レーザー； fs-RGA, フェムト秒再生増幅器； ps-RGA, ピコ秒再生増幅器； OPA, パラメトリック増幅器； SHG, 第二高調波発生； THG, 第三高調波発生； FHG, 第四高調波発生； SFG, 和周波発生； DFG, 差周波発生

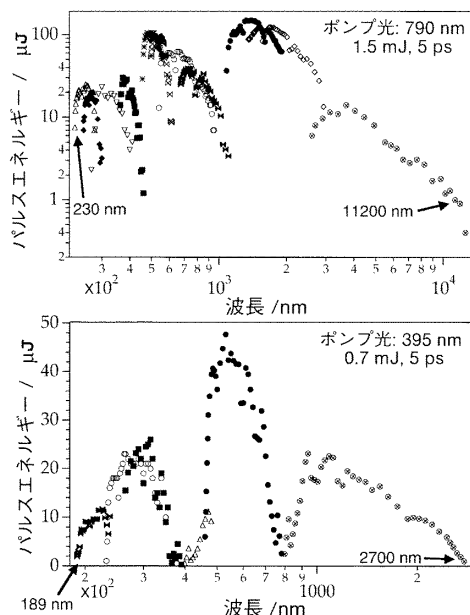
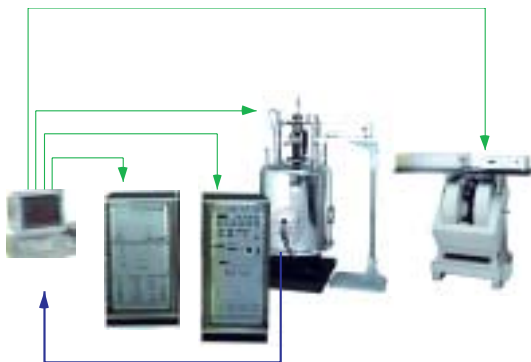
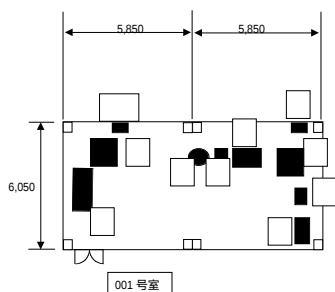


図2 ピコ秒OPAの波長域
基本波励起（上）
二倍波励起（下）

■ W-band (95 GHz) パルス電子スピン共鳴測定装置



High-Frequency / High-Field Pulsed ESR (Bruker E680)



分子スケールナノサイエンスセンター内極低温棟001号室平面図
Wバンド FT ESR 装置 Wバンド超伝導磁石 Wバンドマイクロ波ブリッジ 分光観測・制御ユニット 観測・制御用ワークステーション パルスXバンド電磁石 電磁石電源・冷却水循環装置 液体窒素自動供給装置
Xバンド CW ESR 装置 CW・Xバンド電磁石 CW・Xバンド分光器 電磁石電源・冷却水循環装置

Xバンド CW ESR 装置一式 (Qバンド測定アタッチメント付)

- 1) 電磁石及び電源
電磁石直径: 10 インチ (25 センチ)
最大磁場: 1.48 T
- 2) 分光計
 - a. Xバンドマイクロ波ブリッジ
発振周波数: 9.2 ~ 9.9 GHz
出力: 最大 400 mW (ガン発振器)
 - b. Qバンドマイクロ波ブリッジ
発振周波数: 34 GHz
出力: 最大 80 mW (ガン発振器)
- 3) 共振器
 - a. Xバンド用矩形型標準キャビティ
共振モード: TE102
光透過率: 50%
最大サンプル径: 10 mm
Q値: 6000 以上 (無負荷時)
 - b. Qバンド用円筒型標準キャビティ
共振モード: TE011
最大サンプル径: 2 mm 又は 3 mm
Q値: 12000 以上 (無負荷時)
- 4) 極低温温度可変装置
温度範囲: 1.9 K から室温
制御精度: ± 0.1 K

本研究所は、材料科学分野における最先端・学術研究のセンター的役割を担っている。これまで有機超伝導体や金属クラスターなど多くの高機能分子素子を生み出してきた。最近炭素クラスター・フラーレンの出現、超伝導体の種類の多様化など、分子素子材料の新しい時代を迎えている。また、生体関連分子・金属錯体のクラスターや生体無機分子の研究などが急速に進みつつある。新物質の出現・生体関連分子への注目と時をあわせるように、電子スピン共鳴測定装置に関する方法論にも新時代が到来している。つまりパルス・フーリエ変換測定法を駆使し2次元表示する二次元パルス ESR 法と高磁場・高周波数マイクロ波 ESR 法である。方法論の革命は、新分子素子や生体関連分子の電子物性測定研究に質的变化を与える。

平成10年度補正予算により W-band (95 GHz) パルス電子スピン共鳴測定装置が導入され、全国大学間共同利用機器として分子スケールナノサイエンスセンター内極低温棟001号室に設置された。ESR 設備全体の構成を以下に示す。

Wバンド FT ESR 装置一式 (Xバンド FT ESR 装置、並びにパルス ENDOR 装置付)

- 1) Wバンド 基本性能
測定領域: 93.6 ~ 94.4 GHz
測定感度: 2×10^7 spins/GHz
- 2) Wバンド 共振器
共振器モード: TE011
共振器チューニング幅: 10 GHz
共振器バンド幅: 40 MHz
共振器 Q 値: 2400 (室温, 無負荷時)
- 3) Wバンド用超伝導磁石
主磁石 (超伝導) 掃引範囲: 0 ~ 6 T
補助磁石 (室温) 掃引範囲: 0 ~ 70 mT
- 4) Xバンド測定部
電磁石直径: 10 インチ (25 センチ)
最大磁場: 1.48 T
- 5) FT 用共振器
形式: ダイエレクトリック
最大試料管径: 5 mm
- 6) パルス ENDOR / 三重共鳴装置
アンプ出力: 200 W 以上
周波数範囲: 0.3 ~ 150 MHz
- 7) 極低温温度可変装置
Xバンド FT: 4.2 K から室温 (精度 ± 0.1 K)
Wバンド FT / CW: 4.2 K から室温 (精度 ± 0.1 K)

■ 極端紫外光実験設備

高速で運動する電子はシンクロトロン放射（SR）と呼ばれる光を円軌道の接線方向に放出する。このSRは遠赤外からX線にわたる領域での理想的な光であり、分子科学の重要な研究手段の一つである。昭和55年度から観測システムの製作が、昭和56年度から光源加速器本体の建設が始まり、昭和57年度から極端紫外光実験施設が発足し、58年11月に試運転に成功した。59年9月から所内外の施設利用実験を開始し、数多くの研究が進行している。

この極端紫外光源（ニックネーム、UVSOR）本体は、750 MeVの電子ストレージング（最高貯蔵電流、500 mA）であり、その入射器は15 MeVの線型加速器を前段加速器とする600 MeVのシンクロトロンである。通常の偏向部では波長数 までの極端紫外光が利用できる。アンジュレータと呼ばれる挿入光源を直線部に挿入したビームラインでは、波長可変で、より高輝度の準単色光を利用することができる。研究の対象は気相及び凝縮相であり、主として次の7つの分野に力点を置いている。

分光， 光電子分光， 光化学， 化学反応素過程， 固体・表面光化学， 光励起新物質合成， 顕微分光実験。

現在建設、改造中のものも含めて16本のビームライン（観測システム）が存在し、それぞれ以下のような実験を行うことができる。

BL1A：軟X線吸収分光， BL1B：VUV固体分光， BL2B：EUV気体分光， BL3U：軟X線気体・固体分光， BL3B：VUV気体分光， BL4A1：軟X線分光照射表面反応， BL4A2：放射光照射表面反応， BL4B：軟X線気体・固体分光， BL5U：固体・表面高分解能光電子分光， BL5B：機器校正及びEUV固体分光， BL6B：赤外・テラヘルツ固体分光， BL7U：軟X線照射表面反応STM観察， BL7B：VUV固体分光， BL8A：放射光照射， BL8B1：軟X線気体・固体分光， BL8B2：EUV固体・表面光電子分光

平成14年度に電子ストレージングの高度化予算が認められ、直線部の増強と低エミッタンス化の実現を目指した大改造が行われた。建設後20年目の節目に高度化された新生リングは、UVSOR-IIと命名され、平成15年9月より高輝度放射光が利用されている。

