

## 利用者からの報告

### 真空ラインの製作

樋下 万純 (ひのした ますみ)

所属：理学研究科 物質分子系専攻  
専門分野：物理化学 (分子スピン科学)  
趣味：読書、飼い猫と昼寝



物質の基本的な構成要素のひとつである電子は「電荷」と「スピン (自転)」という性質をもち、それぞれの性質から電流と磁性が発現する。磁性とは、磁場に反応して引力や斥力が生じる性質、いわば磁石の性質である。一般に磁石と言えば酸化鉄など金属の印象が強いが、我々の研究室では主に有機化合物における磁性について研究している。多くの化合物において電子スピンは対を作りその性質を打ち消し合っている一方で、ラジカルと呼ばれる不對電子をもつ化合物では、金属元素を持たずとも電子スピンの性質が顕在化してくる。電子スピン共鳴 (ESR) 法は、この様な不對電子の情報を得ることができる有力な測定法である。

ESR スペクトルは、強力な電磁石の中央に試料を置き、マイクロ波を入射しながら磁場を掃引することで得られる。有機溶媒に溶解させた有機ラジカルに対して ESR 測定を行う際には、図 1 の様に予想されるスペクトルよりもブロードな信号が得られることがある。この原因の一つに溶媒中の溶存酸素がある。酸素は基底状態で三重項状態 (2 つの電子スピンが対を作らず同じ方向を向いた状態) であるために、試料化合物の電子スピンと磁気双極子相互作用を起こして線幅が広がってしまう。このため、試料化合物の構造を正確に反映したスペクトルを得るには脱酸素処理を行う必要がある。この酸素を除く方法として凍結脱気法が広く用いられる。試料溶液を液体窒素で凍結した状態で真空ポンプにより減圧吸引し、吸引を止めて試料を常温に戻す、という手順を繰り返すことによって試料濃度を変えずに効率よく溶存酸素を除くことが出来る。試料はその後、減圧下で焼き切って封管する。この凍結脱気から焼き切りまでの一連の操作に、真空ラインはなくてはならない存在である。

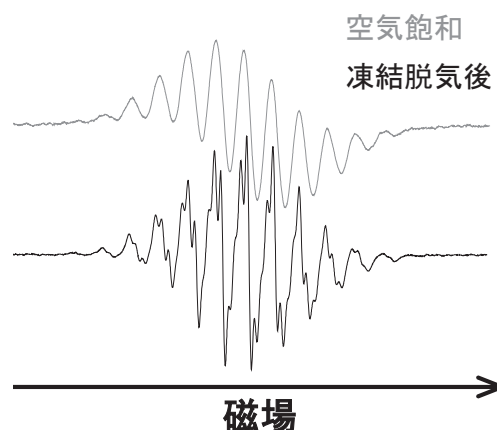


図 1 有機ラジカルの ESR スペクトルの例

昨年度末に理系新学舎の一部が完成し、研究室の引っ越しという一大イベントがあった。

ジャングルのような測定室を片づけるのは本当に骨が折れた。中でも、これまでお世話になっていた真空ラインは汚れも目立ち年期を感じる姿であった。引っ越しに際して、云十年前に学生実験で使っていたらしい真空ラインの引き取り手が募られた。コックが4つあり、油回転ポンプと油拡散ポンプが接続された中々に素晴らしいものなのだが、学生実験に用いられなくなり永らく旧学生実験室の扉近くにぼつんと展示されていたのだ(図2)。話し合いの末に当研究室で頂くことになった。積み重なった埃は5人がかりで必死に取り除いた。ガラスの欠損は素人の手に負える状態ではなく、工作技術センターへ修理・改良をお願いした。これは大変な仕事になることは予想されたが、センターの方々は快く引き受けてくださった。



図2 修理前の真空ライン

しばらくして真空ラインの製作が完了したと聞き、さっそく引き取りにいった。外枠も新しく組んでもらったので、機械工作部門の方々にもお世話になった。全体で高さは2 m近く、幅も1 mある大物なので、ガラス工作部門室から理学部棟まで持ってくるのも一苦勞であった。新しい真空ラインは、試料取り付け部をポンプ側から取り外せるようになっていて、万一試料を飛ばしてガラスの中を汚してしまっても洗いやすくなった。ピラニー真空計も付けて頂いたので、今まで音だけで判断していた真空度も数値として出るようになり、真空漏れなどの異常がすぐ分かるようになったのも



図3 ESR チューブ封管の風景

いい点である。この真空ラインを用いて凍結脱気した試料を用いて、時間分解 ESR 測定を何度か行っている。時間分解 ESR 測定では、通常の ESR 測定では観測が困難な光励起状態などの短寿命成分の ESR 信号を観測できる。試料を液体ヘリウム温度まで冷却することが多いことも関連して、これまた酸素を除くことが非常に重要である。今後もこの真空ラインをどんどん活用し、よいデータを出せるよう尽力していくつもりである。

真空ラインを修理・改修して頂いた工作技術センターの皆さん、本当にありがとうございました。真空ライン以外にも日々様々な面でお世話になっており、感謝してもしきれません。今後ともよろしくお願い致します。