

1P081

気・液分離噴射型パルスノズルの製作とフーリエ変換マイクロ波分光への応用

(金沢大院・自然) 桑野恵、藤竹正晴

【序論】我々の研究室では生体関連分子の水溶液中でのふるまいを調べるためにその水錯体の分光学的研究を行っている。測定には超音速ノズルジェットフーリエ変換マイクロ波分光器を用いて、その水錯体の純回転遷移を観測・解析している。以前は比較的沸点の高いペプチド分子 (bp 約 200)、乳酸メチル

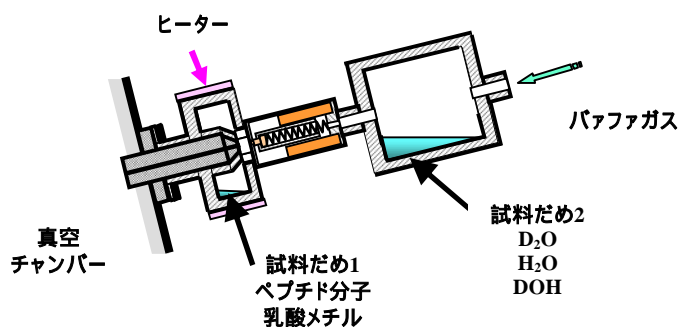


図1 ヒートノズル

(bp144.8) 等の試料を扱うため、図1に示すようにヒートノズルを用いて試料だめ1に入れた試料を気化してキャリアガスとの混合気体を作り真空中に噴出していた。水錯体を作る場合は試料だめ2に入れた水の上をNeガスを通過させることで水+Neの混合ガスを作り、試料だめ1の試料との混合気体を作り真空中に噴出する。

しかし、このノズルでペプチド分子、乳酸メチル等のD₂O錯体の純回転スペクトルの観測を行なったところ、分子のO-H基が容易に重水素置換を起こした。そのため、Normal分子-D₂O錯体の濃度が著しく低下し、Normal-D分子の錯体が強く観測されてしまった。また、メタノール錯体などを測定する場合、メタノールとキャリアガスの混合ガスを大型のタンクに生成・貯蔵する必要がある。この方法ではタンクの壁にメタノールが吸着してしまい、一定の混合比にするのがむずかしい。また、長時間の測定をする場合何度も混合ガスの調整をする必要がある。

そこで、これらの問題を解決するために気・液分離噴射型パルスノズルの製作を行った。今回はこのノズルを用いていくつかの分子のスペクトルをモニターして実験条件の調査とノズルの性能評価を行なったので、それについて報告する。

【実験装置】図2に今回製作したノズルの概略図を示す。このノズルは液体試料と気体試料を別々に真空中に噴出する。ノズルはアルミとテフロンできており、市販の電磁弁が取り付けられている。真空チャンバーに取り付ける部分は熱が伝わらないように熱伝導率が低いテフロンできている。また、そのほかの部

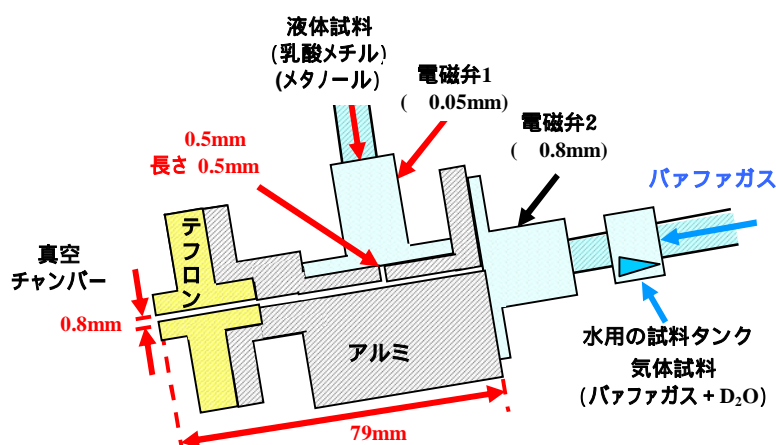


図2 新しく製作したノズル

分はアルミできており、試料によっては外側からノズルを温めることで真空中に噴出したときに気化しやすくする。液体試料は電磁弁1の0.05mmの穴から0.5mm、長さ0.5mmの真空になっている筒の分岐部分に噴出する。気体試料は電磁弁2の0.8mmの穴から0.8mm、長さ79mm

の真空の筒に噴出され、分岐から噴出された液体試料と混ざり真空チャンバーに噴出される。試料を真空中に噴出するタイミングは図3に示すように電磁弁1を $\sim 300\mu\text{s}$ 開け液体試料を噴出し、 $\sim 15000\mu\text{s}$ 後に電磁弁2を $\sim 300\mu\text{s}$ 開けて気体試料を噴出する。こうすることで、ノズルの 0.8mm の筒の真空部分で液体試料と気体試料の混合気体ができ、真空チャンバーに噴出後分子線が生成する。

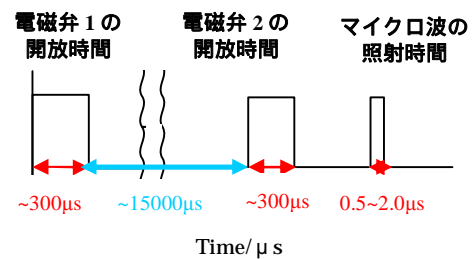
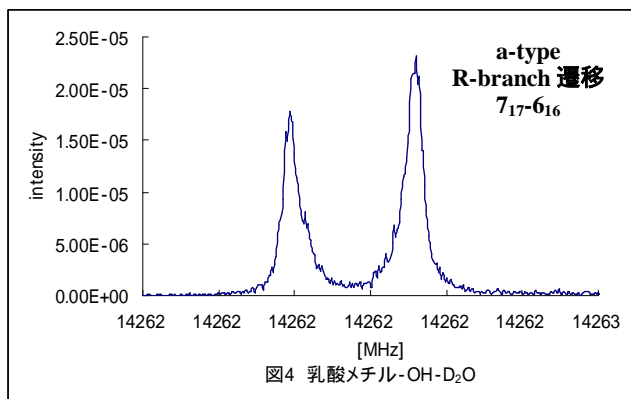


図3 試料を出すタイミング

【実験・結果】まず、水用の試料タンクに水を入れ電磁弁1を使わずに電磁弁2だけを使い、水ダイマーのスペクトルが観測されるかを見ながら電磁弁2を開ける時間、電磁弁2とマイクロ波の照射するタイミングを合わせた。

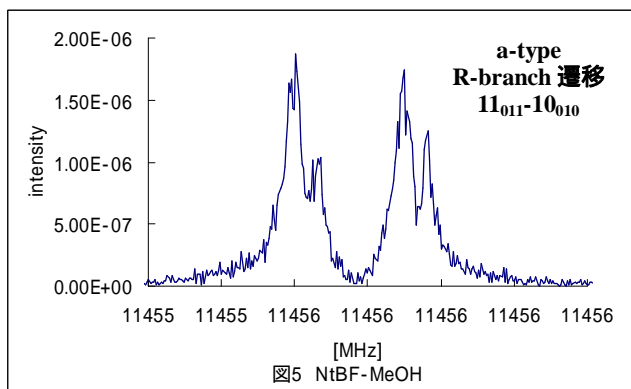
次に、メタノールを電磁弁1に入れノズルを50に温めた。電磁弁2からはバアファガスのみを噴出する。電磁弁1,2を開ける時間と噴出するタイミングを調節し、メタノールダイマーのスペクトルを観測することに成功した。同様に、メタノールよりも沸点の高い水を用いて実験をおこなった。ノズルを60に温めた。水を用いた場合でも水ダイマーのスペクトルを観測することができた。

今度は、乳酸メチル-D₂O 錯体の実験をおこなった。新しく製作したノズルの電磁弁1に乳酸メチルを入れノズルを約50に保ち液体状で噴出する。試料タンクにD₂Oを入れNeとD₂Oの混合ガスを生成し押し圧4atmをかけた。乳酸メチル-OH、乳酸メチル-OH-D₂O 錯体は十分な強度で



観測でき、乳酸メチル-OD、乳酸メチル-OD-D₂O 錯体はほとんど観測されなかった。図4に乳酸メチル-OH-D₂Oの観測結果を示す。

さらに、N-tert-butylformamide(NtBF)-MeOH 錯体の実験をおこなった。電磁弁1にNtBFとメタノールをモル比1:1で入れノズルを80に温め、液体状で噴出した。電磁弁2からはキャリアガスのみを噴出する。図5にNtBF-MeOH 錯体の観測結果を示す。ヒートノズルを用いた場合と比較して強度は同程度であった。



これらの実験から、新しく製作したノズルでは分子のO-H基が重水素置換をほとんど起こさないことが分かった。また液体状で試料を出すことで沸点の低い分子も扱うことができるので大型タンクに貯蔵した混合ガスを作る必要がない。さらに混

合溶液を試料として用いることが可能となった。