

広い線幅のESR信号を測定する際の注意 - 銅-ゼオライトを例に -

関連製品：電子スピン共鳴装置(ESR)

ESRは、形状を問わず様々な常磁性物質(ラジカル、金属イオン、欠陥等)を計測することができます。そのスペクトルは試料により多様なため、特に測定者が初めて扱う試料を測定する場合には、条件を設定する際に注意が必要です。詳細は成書¹⁾²⁾や、弊社HPのアプリケーションノート³⁾をご参考にしてください。ここでは比較的線幅の広い信号を測定する際の、掃引幅の設定について注意点を説明します。

試料とESR測定条件

試料：銅イオン担持ゼオライト

ESR測定条件：マイクロ波周波数：9443MHz, 中心磁場：303.6mT,

変調磁場：100kHz, 0.2mT, マイクロ波出力：1mW,

掃引時間：4min, 測定温度：RT

掃引幅を±50～150mT の範囲で変更

結果

図1に、掃引幅±50mTの結果を示しました。大きな信号が得られていますが、スペクトルの両端が同じ高さになっていないことが分かります。このように、信号がベースラインレベルまで戻っていない場合は、スペクトルの全体像が得られていないことになり、正しい解析ができません。

図2に、掃引幅±75mTの結果を示しました。スペクトルの両端は、かなりベースラインに戻っているように見えますが、よく観察するとやはり高さが異なることが分かります。

図3に、掃引幅±100mTの結果を示しました。この場合は、両端がほぼベースラインまで戻っていることが示されました。

図4に、±150mTの結果を示し、試料由来の信号領域を二回積分しました。このスペクトルを元に、図1～3の掃引幅の全域を信号領域とみなして、それぞれを二回積分して得られた面積を下表に比較しました。±150mTでの結果を100%として表示しました。

測定掃引幅による面積値の比較

掃引幅(± mT)	50	75	100	150
二回積分面積比(%)	86	96	100	100

掃引幅全域で二回積分
±150mTのみ積分領域は207mT

このように、目視ではスペクトルの端がわずかに切れている程度と感じられるケースでも、スペクトル全体を観測した場合と比較してあきらかに定量値が異なることが示されました。正確な定量を行うためには、スペクトルの両側に十分なベースライン領域が得られていることが必要ですので、掃引幅は広めに設定する方が確実です。

まとめ

正しくESRスペクトルを測定するためには、適切な掃引幅を設定することが重要です。適切な掃引幅は試料に依存しますので、初めて測定する試料の場合は何通りの掃引幅でスペクトルを測定して、確認することをお勧めします。

参考文献

- 1) 実用ESR入門 - 生命科学へのアプローチ: 石津和彦 編、講談社サイエンティフィック 1981年
- 2) 電子スピン共鳴 素材のマイクロキャラクタリゼーション: 大矢博昭・山内淳/著、講談社サイエンティフィック 1989年
- 3) 使ってみようESRシリーズ: 弊社HP アプリケーションノート ER060004～ER07001

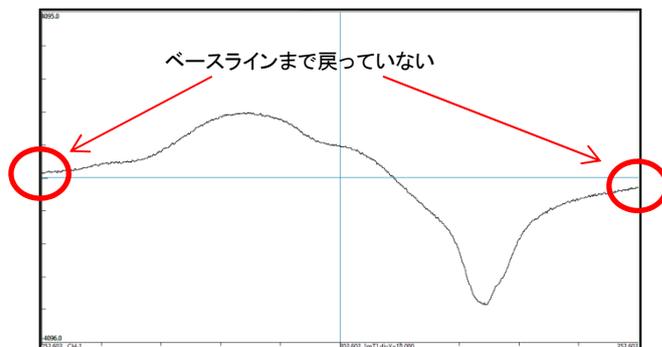


図1 ±50mTの掃引結果

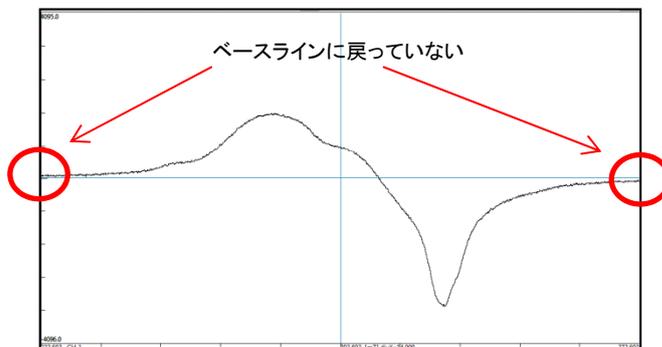


図2 ±75mTの掃引結果

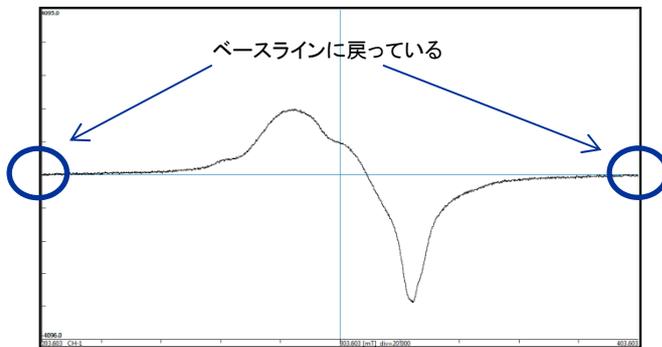


図3 ±100mTの掃引結果

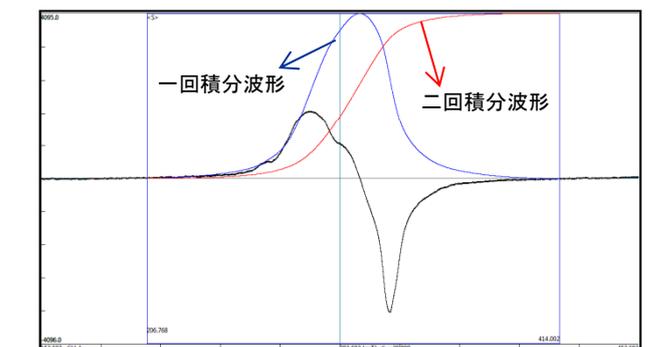


図4 ±150mTの掃引結果 二回積分

Copyright © 2018 JEOL Ltd.

このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出入管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。

