

ESR 装置用スピン定量マーカーの検討

Investigation of a quantitative marker for ESR

山口大院創成科学¹, 山口大工² ◯(M1)大原 流依¹, (B4)児玉 悠哉², 甲斐 綾子¹Graduate School of Sciences and Technology for Innovation¹, Faculty of Engineering²,Yamaguchi Univ., °Tomoi Oohara¹, Kodama Yuuya², Kai Ayako¹

E-mail: kai@yamaguchi-u.ac.jp

【背景】物質中の不対電子は、磁氣的・電氣的・光学的性質等物性に影響を与える。電子スピン共鳴 (ESR) 法は、不対電子を検出する分光法であり、ラジカル、格子欠陥、遷移金属元素等の種類や構造に関する知見を非破壊かつ高感度で得ることができる。また、原理的には不対電子の定量評価も可能だが、現状では、スピン量が既知の試薬をその都度調整(1次標準試料)する必要がある。これらの試薬は室温で不安定、線幅が広く目的の信号と重なる、微細構造を持つ等の問題点があり、高精度の定量が困難である。今回我々は、1次標準試料でスピン量校正可能であり、室温で安定且つ線幅が狭く単純な信号として、 $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ と $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ の熱反応で生成する AlN 中に検出される ESR 信号⁽¹⁾に着目し、2次標準試料としての可能性を検討したので報告する。

【実験方法】原材料として、 $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ と $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ を用い、両試薬の Al/N 比を変えて混合し窒素流中 135°C で 25 分保持後、 $1000\text{--}1400^\circ\text{C}$ で 60 分間保持して室温まで冷却した。作製した試料は、Xバンドの ESR 装置 (JET-FA300) を用いて、信号強度、スピン量、線幅、 g 値を測定し、結晶構造の同定を XRD、含有炭素量を CHN 元素分析法により評価した。

【結果と考察】XRD 測定では、原材料比、作製温度に因らず全ての試料で六方晶 AlN のピーク (Fig.1) が確認されたが、原材料比が大きくなると酸化物の弱いピーク等も出現した。ESR 測定では、作製した全ての試料で $g=2.003$ に等方的な $S=1/2$ の ESR 信号 (Fig.2) が観察され、元素分析においては、炭素の含有が認められた。これより、この信号は AlN 中に残存した炭素に起因する可能性が高い。信号の線幅とスピン密度は原材料比によって変化し、 $\text{N/Al}=140$ のとき、信号の線幅が最も狭く、スピン密度も最大になった。以上のように、本報告の試料は、熱的に安定、信号が単純、高スピン密度であり、スピンマーカーとして利用可能であると考えられる。

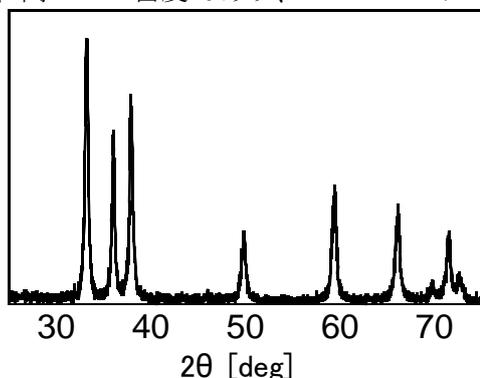


Fig.1 XRD patterns of AlN synthesized at 1200°C ($\text{N/Al}=60$)

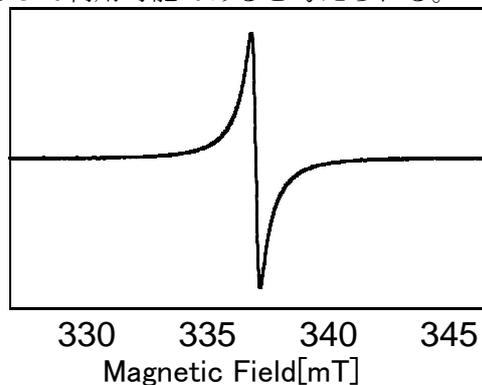


Fig.2 ESR spectrum of AlN synthesized at 1200°C ($\text{N/Al}=140$)

(1)A. Kai, Y. Kamita, T. Miki : *J. Am. Ceram. Soc.*, **95** (2012) 3788.

謝辞：本研究の一部は、JSPS KAKENHI Grant Number JP20K04563 の助成を受けて行われた。