

JEOL X-band ESR 装置の操作方法

2010. 4. 19 (文責：萩原)

1. データ収集用の PC を立ち上げる。
2. 磁石電源、マイクロ波ユニットに冷却水を流すために操作卓裏の配電盤横のチラーのスイッチ (写真 1) を ON にする。
3. 操作卓横のスイッチを ON にする。(写真 2) セルフチェックモードにて電源やマイクロ波ユニットの状態を調べるのでそれらがすべて OK であることを確認したら、操作卓画面右下の OK に触れる。(写真 3)
4. セット用ゲージを用いて試料をセットする。(写真 4) つばの位置をゲージの肩に当てて黒いマジックで線を引いている位置に試料の中心が来るようにする。単結晶 (角度変化も可能) あるいは粉末試料に応じてサンプルロッドを選ぶ。低温測定の場合は液体ヘリウム吹きつけ用のアタッチメントに交換して準備する。(別途記載する)
5. Parameter sets 画面が現れるので、セットしたものが無い場合は操作卓上で SHF を押して、マイクロ波の調整画面を出す。(写真 5) 1 mW くらいまでパワーを入れて共振器の Q カーブが画面の中心に来るように Freq を動かす。(写真 6) 操作卓には二か所、Power, Freq, μ -phase, Coupling を変えることのできるつまみ (写真 7) があるので適宜選んで調整する。Q カーブが左右対称でない場合は μ -phase を調整する。
6. AFC を OFF から ON (写真 8) にして、Power を大きくして (数十 mW 程度まで OK) AFC バランスが中央からずれないことと検出器電流 (写真 9) があまり変化しないようにファンクション選択から Coupling を選んで調整する。(写真 10) Power を 2 mW くらいにする。
7. Measure を選んで測定モードにする。掃引する磁場の中心値、掃引幅、掃引時間 (通常 4 min)、変調磁場 (最大 2 mT)、Amplitude、time constant (0.1~0.3 sec くらいが多い) を入力する。(写真 11) 操作卓の二か所のでつまみで、選択しつまみを回すことで数値を変えることができるもの (掃引する磁場の中心値) もある。(写真 12)
8. レコーダーに記録用紙をセットする。この際、二か所赤い光る点があるので、記録用紙の中心線の右端と左端の丸にあわせる。レコーダーペンをとりつける。(写真 13) また、用紙をセットしたら、Chart Hold のつまみを ON にし、Pen のモードを Down にする。(写真 14)
9. 操作卓のつまみで SWcont にして磁場を掃引 (操作卓の Start でペンが降りてスペクトルを描く。Stop でペンが上がり中止する) (写真 15) させながら、磁場中心値、掃引幅、変調磁場の大きさ、Amplitude の大きさなどを変え、記録紙にスペクトルがきれいに描けるようにする。(写真 16)
10. PC に移動して、デスクトップの ESR (写真 17) をダブルクリックして立ち上げる。

最初の JEOL の画面 (写真 18) が出たら OK をそのままクリックして上部のタスクバーから目の模様のアイコン (写真 19) をクリックして Spectrometer Status (写真 20) を出す。

11. 下の入力画面で掃引する磁場の中心値など変更してもよい。ただし、それらを変更した場合、入力欄の前の をクリックしなければスペクトロメーターに情報が行かない。すべて入力した後に Control のところの Control (写真 21) をクリックすれば Status を読んで情報をスペクトロメーターにすべて送る。
12. 画面右端に出ているボックス (写真 22) の Start で測定を開始する。画面上にシグナルが赤い線 (写真 23) で現れるのを確認するとともにレコーダー上にもスペクトルを描いていることを確認すること。
13. レコーダー上の記録用紙に日付、試料名や測定条件を記入する (写真 24)。
14. 測定が終了すると赤い線が黒い線 (写真 25) に変わる。ここでタスクバーの D のマーク (写真 26) をクリックしてデータを保存する。その際、データ用フォルダを作ってファイル名を入力してデータを保存する。
15. このデータファイルでは通常のグラフソフトで読み込むことができないので、テキストファイルに変換する。タスクバーの D の文字をクリックし、CSV から TXT に変えてデータを保存する (写真 27)。磁場とシグナル、ともにデータがあるが、データ列によけいな CR があるため読み込むと一行おきになるため、これは読み込むときに使えない。
16. File のところで Text Files から text save as でテキストファイルを選ぶと上記の問題はないがスペクトルデータだけで磁場のデータがないので自分で磁場の列を作らなければならない。4096+1 点に分割されるので Center field と測定磁場範囲を考えてグラフにする。

終了時

1. PC の測定用ソフトウェアを閉じる。
2. SHF を選んで、マイクロ波パワーを落としてから、画面の Exit にタッチすると自動的に装置はシャットダウンする。
3. 操作卓右横の SW を OFF にする。レコーダーのペンを外し、チャート紙をはずす。
4. 試料を共振器から取り外して蓋をする。
5. 冷却水を止めるために操作卓裏の配電盤横のチラーのスイッチを OFF にする (写真 28)。



写真1 . チラースイッチON



写真2 . 操作卓スイッチとスペクトロメータステータス



写真3 . 画面右下のOKボタン



写真4 . 試料のセッティング



写真5 . マイクロ波調整画面への切り替え



写真6 . Qカーブ



写真7 . 調整用つまみ



写真8 . AFC ONへの切り替え



写真9 . AFCバランスと検出器電流



写真10 . ファンクション選択



写真 1 1 . 測定条件入力欄



写真 1 2 . ファンクション選択



写真 1 3 . レコード用紙及びレコーダーペンの取り付け



写真 1 4 . チャート紙のホールドとペンのモード

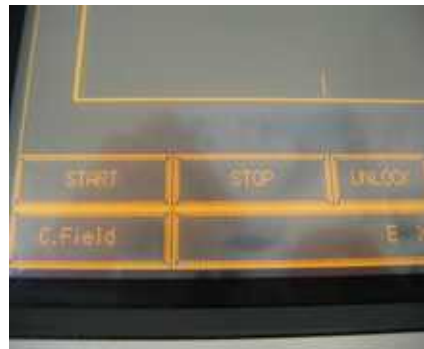


写真 1 5 . SWcontでのスタートストップボタン

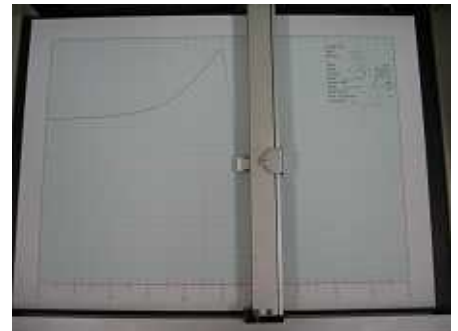


写真 1 6 . チャート紙にシグナルを書くための条件設定

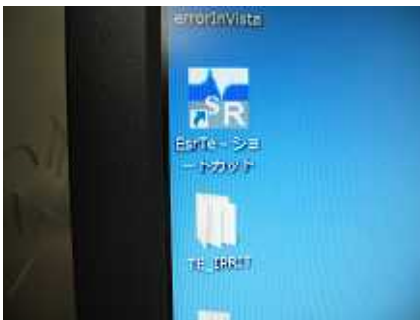


写真 1 7 . ショートカットの選択(EsrTe)



写真 1 8 . PC画面に最初に現れるJEOLの文字

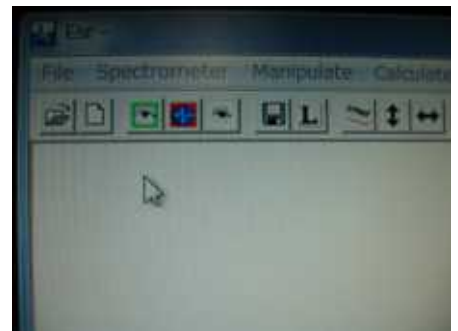


写真 1 9 . タスクバーにある目模様(左)のアイコン



写真 2 0 . Spectrometer Status



写真 2 1 . Spectrometer Status中Control boxのControl

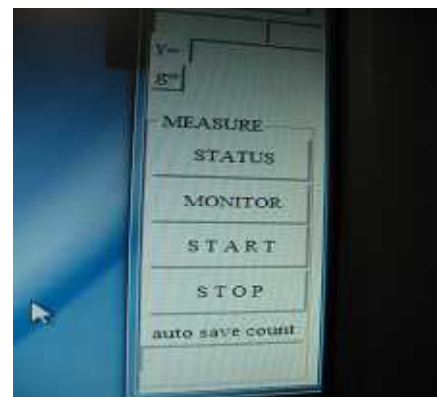


写真 2 2 . 画面右端に現れるボックスMeasureのstartで測定開始

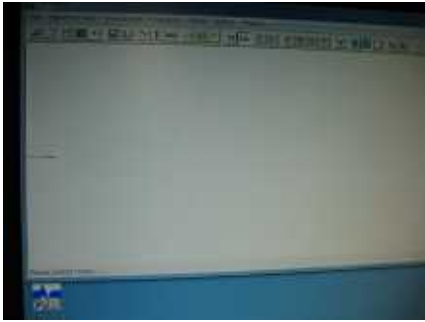


写真 2 3 . 測定開始と共に現れる
赤いライン

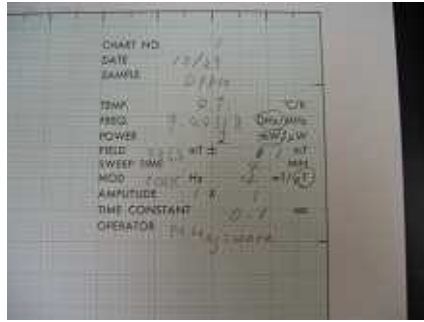


写真 2 4 . 記録紙右上の測定条件
入力欄

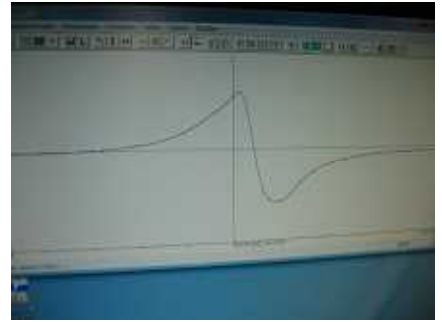


写真 2 5 . 測定終了後に変わる
黒いライン

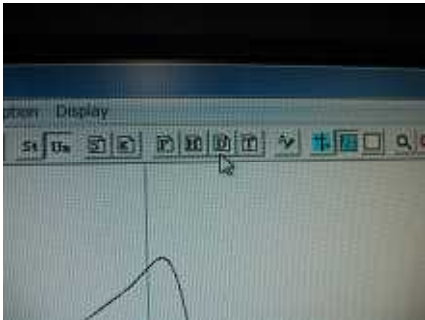


写真 2 6 . タスクバーにあるDの
マーク

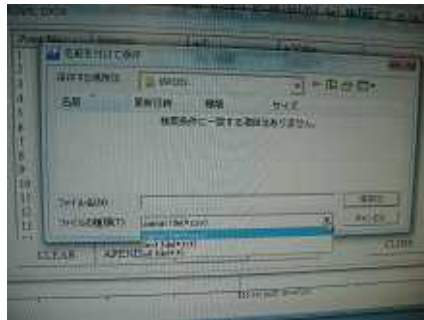


写真 2 7 . CSV形式からTXT形式
へ変換しデータ保存



写真 2 8 . チラースイッチOFF