

IR（赤外分光光度計） 操作手順書

ATR 法

横浜国立大学機器分析評価センター

作成日	2025年2月7日	
手順書 No.	FTIR6200 – atr3	
作成	承認	

ATR 法 手順書

目次

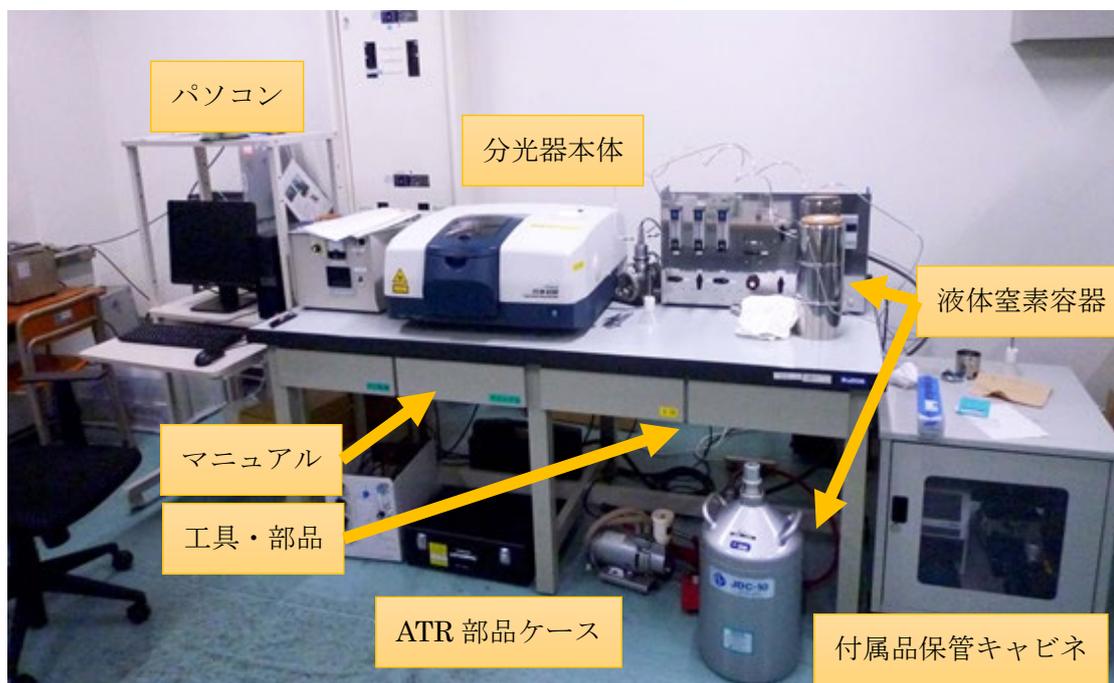
ATR 法 手順書	- 2 -
1. 準備編	- 3 -
2. 測定編 (ATR 法)	- 15 -
3. 解析	- 24 -
4. 終了操作	- 28 -

【著作権・免責】

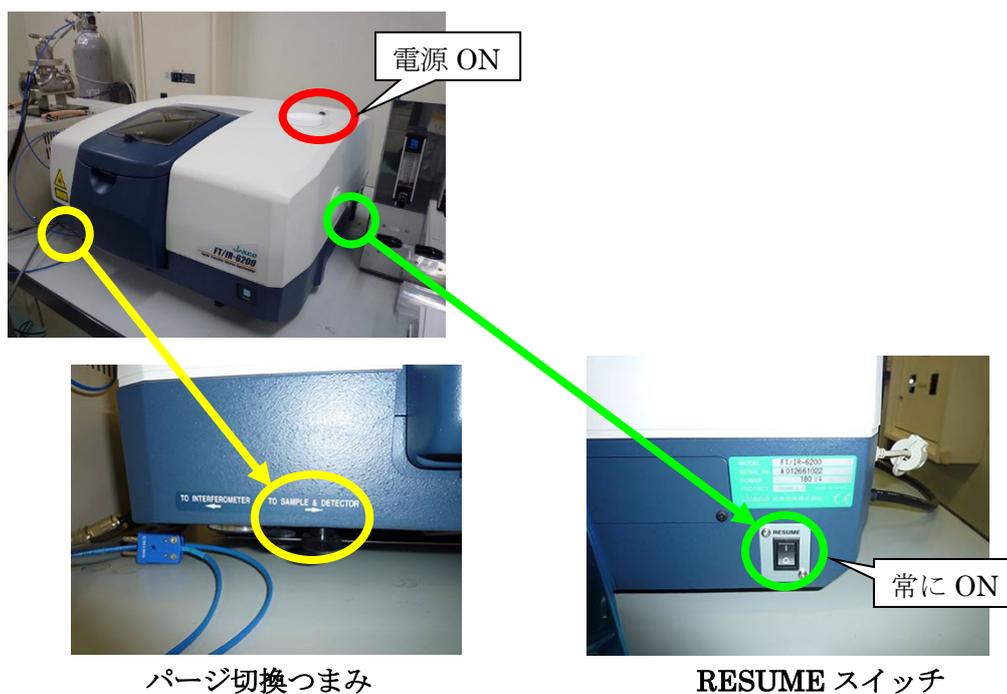
本マニュアルの著作権は、『横浜国立大学 研究推進機構 機器分析評価センター』に帰属します。

- 本マニュアルの**印刷およびダウンロード**につきましては、当該設備の利用者および利用予定者に限り認めます。**オンライン上での閲覧**についての制限はございません。
- 登録から抹消された利用者は、印刷またはダウンロードしたファイルを破棄してください。
- 著作権および免責につきましては、こちらの URL (https://www.iac.ynu.ac.jp/site_policy) にて詳細が記載されています。

1. 準備編



- 1.1. [PC] パソコンの電源を ON にする。モニタのデスクトップの画面が開いてから、デバイスを認識するまで 40 秒ほど待つ。
- 1.2. [分光器] 分光器本体の電源を ON にする。ピピッと通信音ができるまで、20 秒ほど待つ。



- ※ 本体右下（側面）の RESUME スイッチは常に ON の状態にしておく。
（ON になっていることを確認し、触らないこと。）
- ※ 本体左下のページ切替つまみは、故障の原因となるので動かさないこと。
- ※ 起動時にエラー音が鳴るときは、検出器が MCT-M になっていることがある。後のパラメータ設定の項目において変更するか、**デフォルト** ボタンを押すと直るので、そのように対処すること。

- 1.3. [PC] 日本語版と英語版を切り替えるときは、Switch Language アプリを立ち上げて切り替える。以下、日本語版での説明とする。



- 1.4. [PC] パソコンのデスクトップにある、スペクトルマネージャをダブルクリックする。



- 1.5. [PC] スペクトル測定を**ダブルクリック**する。



- 1.6. [分光器] 分光器本体の覗き窓、またはカバー（手前を掴んでレバーを上押し）を開けて、試料室に ATR PRO ONE X ユニットが設置されていることを確認する。光路ガイドパイプに紙が挟んであるときは外す。



試料室カバー（2窓）



試料室内部

ATR PRO ONE X

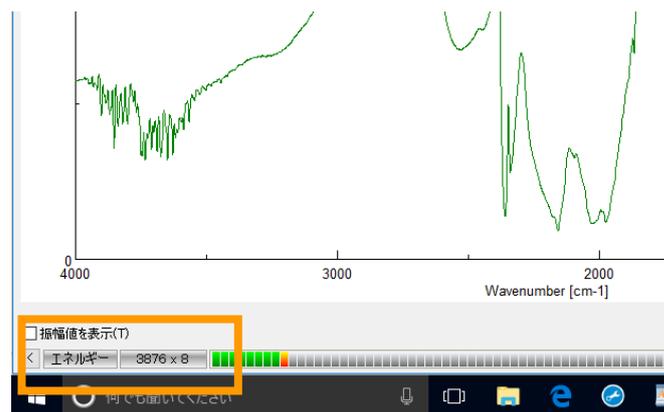
- 1.7. [PC] 毎回行う点検として、ツールバーの P+BKG  を開き、以下の設定にする。なお、デフォルト ボタンを押して初期化しても良い。



- 【基本】** 波数：7800—350 cm^{-1} （観測できる最大範囲）
 分解：4 cm^{-1}
 縦軸表示範囲：オート、 縦軸：single
- 【光学系】** 検出器：TGS、 他は全て Auto（※）
- 【FFT】** アポダイゼーション：Cosine、ゼロフィリング：ON
- 【オプション】** ATR PRO ONE X

※ 旧モデルはアパーチャが 3.5mm であったが、ONE X は 7.1mm の最大値になるので Auto でよい。

- 1.8. [PC] 画面左下の「エネルギー」の値（数値×倍数）を使用簿に記入する。前の利用者に比べて数値が 500 以上くらい、急に下がっているときは、担当者に連絡する。



- 1.9. 【他のユニットへの交換や ATR ユニットの部品交換などをするとき】
 → キャンセル をクリックして P+BKG モードを解除する。
- 【そのままの条件でバックグラウンド測定する場合】
 → そのまま次の第 2 章を参照する。

本章では以下の追加説明があるので、必要な作業があれば参照する。

- 1.10 前面パネル取り外し
- 1.11～1.12 ATR PRO ONE X ユニットの取り外し・取り付け
- 1.13 ATR プリズムの交換
- 1.14 ATR ヘッドの交換
- 1.15 テーパーガイド・揮発防止カバーの取り付け
- 1.16 高感度検出器への切り替え
- 1.17 窒素ガス置換

1.10. ===前面パネルの取り外し===

動画あり [分光器] 試料室の前面パネルは、下方のねじ2本を緩めて手前に引くと取り外すことができる。測定作業に支障がなければ、必ずしも取り外す必要はない。

※ 【注意！】 本体にもネジが付いているが、そちらは外さないように！



元に戻すときは、前面パネルの高さを合わせてはめ込み、少し押付け気味にしてねじをとめる。試料室のふたは勢いよく閉めず、取手をもってそっと閉じること。

1.11. ===ATR PRO ONE X ユニットの取り外し===

以下の作業は、ATR 以外の測定法を利用したり、ATR ユニットを交換したりする場合に行う。ATR ユニットは、以下の3種類がある。旧型のモデルについては説明を省略するので使用するときには、担当者に相談すること。

「ATR PRO ONE X」： 新型 標準タイプ

「ATR PRO450-S」： 旧型 標準タイプ

「ATR PRO 610P-S」： 旧型 偏光測定タイプ

必要ない場合は、1.13 節へ。

※ 【注意！】 ATR 光学系本体の下にはセンサーがついているので、テーブルなどに置くときは、右図の付属品パッドの上に乗せるようにする。



1.11.1. キャビネットに保管されている ATR 用のゴムパットを用意する。

1.11.2. 取り外すときは、ATR ユニット本体を両手でしっかり持って、真上に引き上げ、取り外す。外したユニットはゴムパッドの上に置くようにする。



← 【良い例】

黒い板の出っ張りをつかむ。
実際は両手で持ち上げる

【悪い例】 ↓ 下図のような持ち方をしないこと！



パイプを持つ



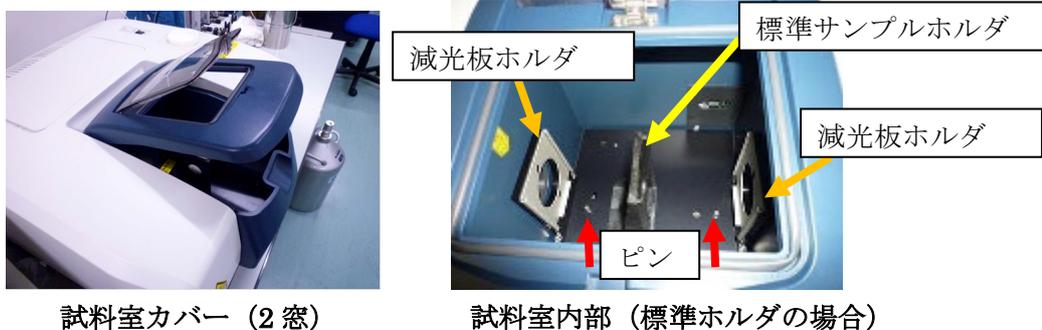
アームを持つ



逆さまにする

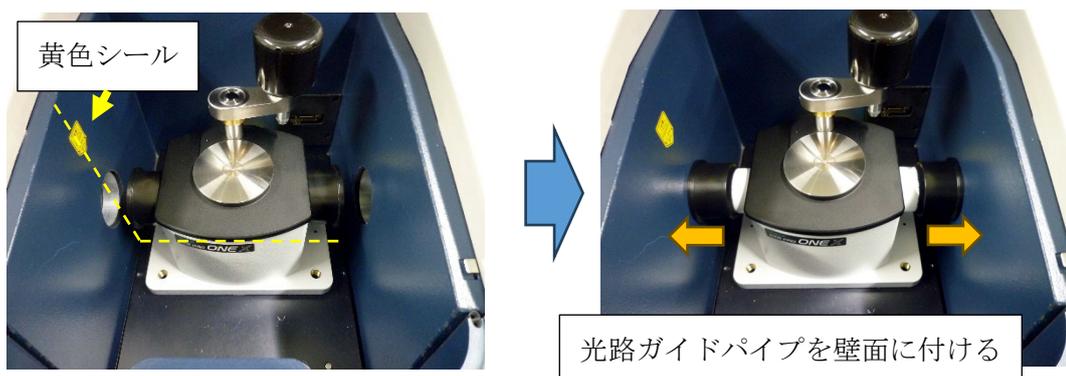
1.12. ===ATR PRO ONE X ユニットの取り付け===

1.12.1. 取り付けるときは、まず試料室カバーを開き、他のユニットや標準サンプルホルダ、減光版ホルダなどが外してあることを確認する。また、2か所の金属製のピンが取り付けてあることを確認する。



1.12.2. 前項の良い例のようにユニットを両手で持ち、ピンと ATR ユニット底面のピン穴が合うようにはめ込む。取りつけたら、下図のように光路ガイドパイプを分光計の壁面に接触するように動かして穴をふさぐ。

- ※【注意！】分光計試料室の穴の位置 (黄色のシール) と、ATR のガイドパイプの位置を合わせるようにすると取り付けやすい。
- ※【注意！】ガチャッと音を立てて激しく底面をぶつけないよう、ユニットをしっかりと手で持って、そっと置くこと。



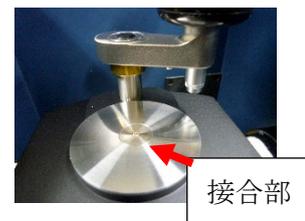
1.13. ===ATR プリズムの交換===

プリズムの仕様は以下の通りであり、波数範囲、屈折率などから適切なものを選択する。標準はダイヤモンド（高効率）とし、**交換して使用した後は必ず元に戻すこと。**

※【注意！】強酸・強塩基を使用すると、**プリズムの材質に限らず金属の筐体が腐食されて壊れる可能性がある。**原則として使用しないこと。

ダイヤモンド（高効率）： $10000\sim 2500\text{ cm}^{-1}$ $1800\sim 300\text{ cm}^{-1}$
(2000 cm^{-1} 前後に吸収帯があり、その範囲は測定しにくい)
屈折率 2.4 ヌープ硬度 7000 程度 エネルギー利用効率 約 10%

機械強度、熱伝導にきわめて優れる。耐酸性、耐塩基性（ただし、**円形のプリズム接合部の溝に染み込むと金属が腐食されるので注意**）。高効率タイプは感度が良い。



ZnSe： $15000\sim 500\text{ cm}^{-1}$
屈折率 2.4 ヌープ硬度 100~150 エネルギー利用効率 約 12%

水に不溶。化学薬品にきわめて強く、有機溶媒、希酸、塩基にまったく侵されない。強酸、強塩基は不可。IR 領域に吸収がない為 ATR 結晶に適する。**あまり硬くない。有毒。**

Ge： $5200\sim 550\text{ cm}^{-1}$
屈折率 4.0 ヌープ硬度 500~1000 エネルギー利用効率 約 20%

屈折率が高いので、屈折率が 2 を超える程度の試料に適する。
水に不溶。熱硫酸、王水に溶ける。高圧を必要としない ATR 結晶に適する。もろい。80°C 近辺から光を通さなくなる。

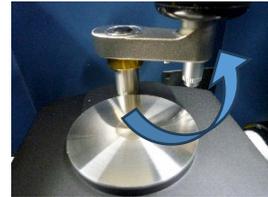
交換する必要がある場合は、以下の手順に従う。

1.13.1. FT-IR は、光軸調整にレーザーを使用しているため、**プリズムを外したときに内部を覗き込まないように注意する。**意図的に行わなければ問題

ないが、気になる場合はユニット左側の光源の方に紙などを挟んでおき、光路を遮断しておく方が良い（右側は検出器で意味がないので注意）。

1.13.2. 交換したいプリズムを ATR PRO ONE X 用のアタッシュケースから取り出す（他の型式は大きさが合わないので区別できる）。初回に使うときは担当者に保管場所を確認すること。

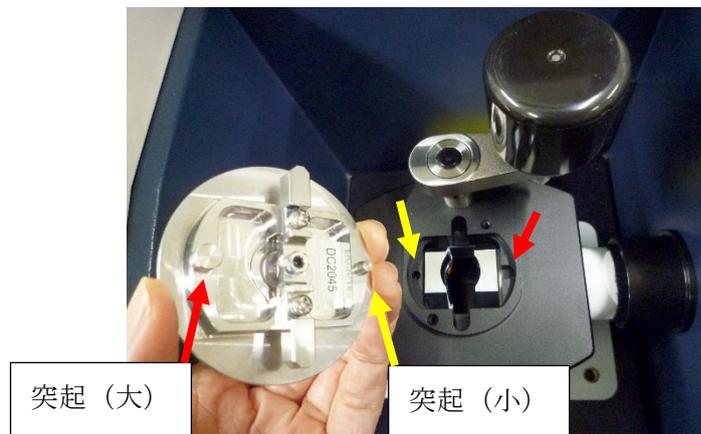
1.13.3. ハンドルのアーム部分が邪魔にならないように、手前から奥に避けておく。プリズムを十分にきれいに清掃しておく（粉末などで汚れていないことを確認する）。



1.13.4. 外すときは、鉄板部分を横から持って、真上に引き上げて外す。磁石で付いているので簡単に取り外せる。

※【注意！】プリズムの裏面に手などを触れて汚さないように！

※【注意！】プリズムに衝撃を与えると固定枠がずれて破損することがある。絶対に落とさないように注意！



1.13.5. 取りつけるときは、プリズムを裏返したときにプリズム裏面の2か所の突起部分の**大が左に、小が右**になるように持ち、溝と突起が合うように本体に取り付ける。正しくはめ込まれると、磁石で固定される。

1.14. ===ATR ヘッドの交換===

試料押さえ用のヘッドを取りつけたり、交換したりするときは、以下の 4 種類のヘッドの中から適切なものを取りつける。押し付ける必要がない液体サンプルや粘着性サンプルにはヘッドは必要ない。



- ① フレキシブルヘッド (樹脂) …先端が樹脂製のヘッドで平板のサンプルに向いている。先端に柔軟性があるため、平板の形状をしていないある程度硬いサンプルに対しても有効である。有機溶剤は使用不可なので注意。後述のテーパーガイドも使用不可。
- ② フレキシブルヘッド (メタル) …先端がステンレス製のヘッドで、特徴は樹脂とほぼ同じ。メタルなので汚れが付きにくく、有機溶剤も使用可。また、プリズムよりも微小なサンプルの測定にも向く。後述のテーパーガイドは使用不可。
- ③ フラットヘッド…ステンレス製で先端が平らになっている。弾力のある試料や、粉末をしっかり押さえない試料に対して有効。
- ④ コンケイブヘッド…ステンレス製で先端が円錐状で窪んでいる。粒子状や硬い試料など、押付け時に弾け飛んでしまう試料やプリズムを傷めやすい試料を柔らかく押さえるのに有効。

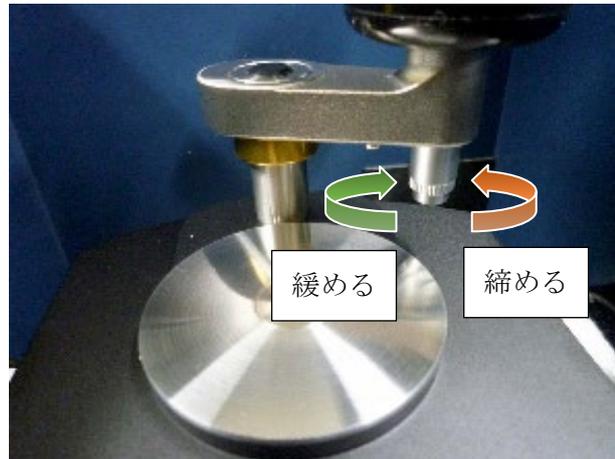
1.14.1. 前ページの写真のように、ハンドルのアーム部分を手前から奥に回し、プリズムの真上に置かない状態にする。

※ 【注意！】プリズムの真上で作業すると、ヘッドを落としてプリズムを破損させる可能性があり危険。

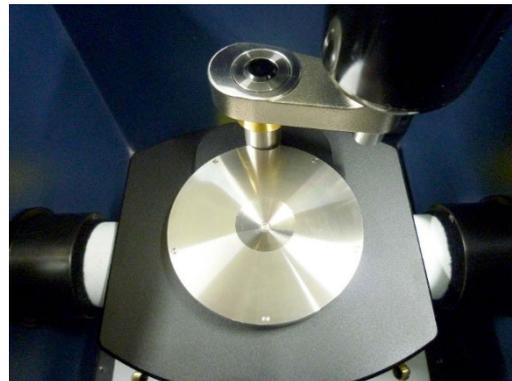
1.14.2. 交換したいヘッドを ATR PRO ONE X 用のパーツケースから取り出す (他の型式は大きさが合わないので区別できる)。

1.14.3. ヘッドを外すときは、図の矢印の緩める方向（上から見て時計回り）に回してヘッドを下に取り外す。逆にヘッドを取りつけるときは、ねじ部分を上向きにして下から上にはめ込み、締める方向に回す。

※ 【注意！】手締めで十分であり、工具などは使用しないこと。



1.15. ===テーパーガイド・揮発防止カバーの取り付け===



テーパーガイドは、粉末状のサンプルが飛び散らないようにしたり、サンプルのふき取りをやすくしたりする目的で用いる。特に理由がない限り、粉末では使った方が良い。粉末用のフラットヘッドまたはコンケイブヘッドを用いる。**フレキシブルヘッド（メタル・樹脂）はサイズが合わずに破損するので、絶対に同時に使用しないこと！**

揮発防止カバーは、揮発性の高い溶剤を O リングで密封して防ぐために用いる。O リングが溶けてしまう溶剤には使用できないので注意。

1.15.1. テーパーガイドや揮発防止カバーを取りつけるときは、写真のように半円で欠けた部分を支柱の部分に合わせるように取り付ける。

—— (以下、オプション機能)

=== 高感度検出器への切り替え ===

1.16. [PC・分光器] 必要に応じて、検出器を変更する (必須ではない)。

標準検出器 (硫酸トリグリシン検出器): TGS

高感度検出器 (半導体検出器): MCT-M

高感度であれば、積算回数を減らせるようになる。

【MCT-M を利用する場合の注意】

- ・ 初めて使用する場合は、講習が必要なので受講すること。
- ・ **液体窒素は突沸に注意してゆっくり入れること。**
- ・ 液体窒素冷却が必要で、完全に冷えるまでに 10 分程度かかる。液体窒素が不足すると、分光計からエラー音が鳴る。長時間使用する場合は、小まめに補充すること。
- ・ 検出器の安定度を見るには、1.7 節で説明したバックグラウンド測定のエネルギー値で確認できる。
- ・ エネルギー値に応じて減光フィルター (10%、20%、40%) を入れること。減光フィルターは、ATR の光路ガイドパイプと分光計の試料室の壁面との間に挟み込むようにして取り付ける。エネルギーのレベルメーターが赤い状態で振り切れていると、逆に感度が減少する傾向がある。そのため、レベルメーターが緑～黄色になるように調整する。減光フィルターが 1 枚で足りない場合は、両側に 2 枚入れる (最大 60%)。
- ・ 使用後は必ず TGS 検出器に設定を戻すこと。顕微ユニットを使用する場合は、主に MCT-M 検出器を利用するため、必ずしも戻す必要はない。

===窒素ガス置換===

1.17. 感度の悪い状況の測定では、バックグラウンドの CO_2 (2350 cm^{-1} 、 670 cm^{-1}) や水蒸気 ($4000\sim 3400\text{ cm}^{-1}$ 、 $2000\sim 1300\text{ cm}^{-1}$) のピークが測定の邪魔になることもあるが、そのときは必要に応じて下記のように窒素ガスを流す。
小まめにバックグラウンド測定をしていれば、通常は必要ない。

初めて使用する場合は、講習が必要なので受講すること。

- 1) 換気扇が止まっていたら、照明スイッチの傍にある換気扇のスイッチを入れる。基本的に常時 ON になっているはずである。
- 2) 窒素ガスボンベの配管は、FTIR と蛍光分光で分岐している。蛍光分光で使用していないのを確認したら、蛍光分光側のバルブを閉め、FTIR 側のバルブを開ける。もし蛍光分光が使用していたら、利用者と相談して対応すること。
- 3) 二次圧弁を緩めた状態（反時計回し）にしておき、ガスボンベの元栓を開け、ニードルバルブを開ける。ガスボンベの使い方で不明な点があれば、据付の利用手順シートを確認すること。
- 4) 二次圧弁を開いて（時計回し）フローメーターが $0.5\sim 3\text{ L/min}$ 程度になるように調整する。その後、バックグラウンドピークがそれなりに小さくなるまで、30分程度流して安定化させる。

※ 【注意】二次圧弁を軽く抵抗があるくらいまで回してもガスが流れず、フローメーターが動かないときは、他のバルブ（①分光計の足元にあるガス制御パネルのフローメーター、②FTIR 側の分岐のバルブ）が閉まっている可能性がある。流れないときは先に原因を確認すること。

※ 置換を急ぐ場合は、最大 10 L/min まで流量を増やすことができるが、この状態は短時間とし、測定中は元に戻すこと。

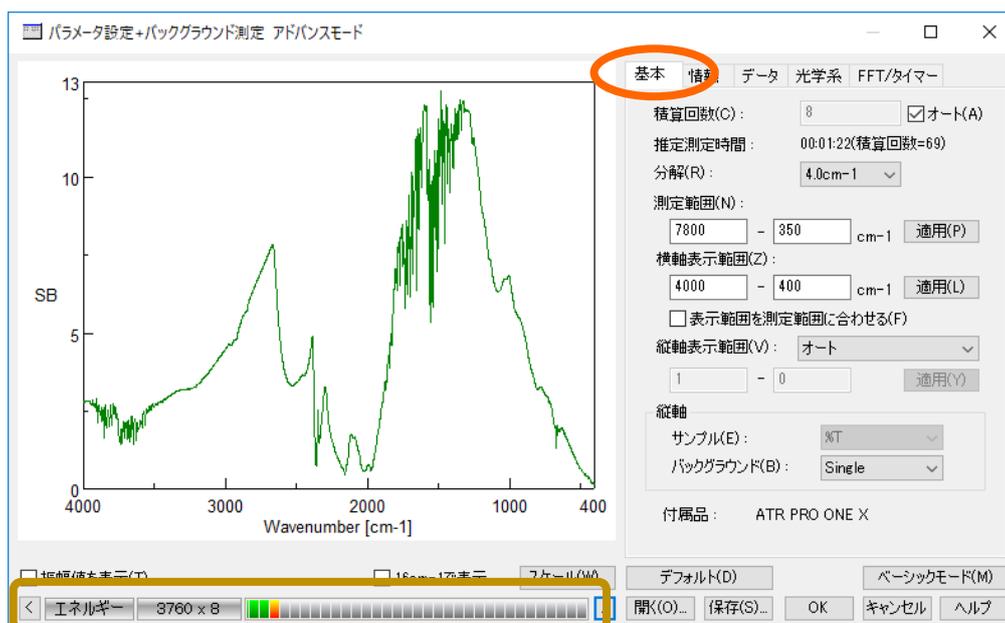
2. 測定編 (ATR 法)

注意！ 試料調製などに有機溶剤を使用する場合は、機器分析評価センターが作成している「溶剤等の使用についての手引」を熟読するとともに、必要に応じて適切に局所排気装置などを利用すること。

2.1. [PC] まだ開いていなければ、ツールバーのパラメータ設定+バックグラウンド測定 (P+BKG)  を開く。画面から、バックグラウンド測定に使用するパラメータを入力していく。



※ ATR PRO ONE X ユニットを取り付けたときと、外したときでは記録しているパラメータ設定が異なる。詳細なパラメータ設定は、必ず ATR ユニットを取り付けた後に行うこと。



“基本”

標準は 積算回数 オート
分解 (R) …4.0 cm^{-1}
横軸表示範囲 (Z) …4000-350 cm^{-1}
測定範囲は最大 (7800~350) でよい。
縦軸 バックグラウンド Single

※ 使用している光学材料や光源の都合により、7800~350 cm^{-1} が本装置の仕様の範囲となっている。設定できないわけではないが、範囲外は動作保証されていない。仕様外の測定をしたい場合は、光源の増設や光学材料の交換が必要となる。

窓材が ZnSe の場合は 500 cm^{-1} 以下、Ge の場合は 550 cm^{-1} 以下の赤外線が届かないので、測定範囲内（表示範囲内）に含めないようにする。含めるとしまうと酷いノイズが観測される。

※ 積算回数は、「オート」を推奨とする。数値で入力する場合は、画面左下にあるエネルギーメーターの「×?」で表示される数字の 10 倍を基準とする（図では×1）。オートにチェックを入れると、概ねこの基準に設定される。

※ エネルギーのレベルメーターが「緑→黄→赤」まで表示され、赤いレベルまで到達しているときは、検出強度が高すぎて飽和状態になっている場合がある。この状態で使用すると、逆に感度が低下する可能性がある。測定用の窓板や試料を入れた状態でも同様であれば、減光板を入れるか、またはパラメータの変更が必要となる。

【パラメータ設定タブの一覧】

基本 情報 データ 光学系 FFT/タイマー

試料名(A): 20100510-2 BKG

オペレータ(E):

所属(B):

コメント(C):

測定開始時に【情報】ダイアログを開く(D)

測定終了後に情報をクリアする(L)

必要に応じて、試料名、オペレータ等を入力する。

「測定終了後に情報をクリアする」を外しておくと、測定後も残ってしまうので注意。

基本 情報 データ 光学系 FFT/タイマー

データの種類(D): SB(バックグラウンド)

オートセーブ

オートセーブを使用する(A)

フォルダ(R):

参照(B)...

ファイル名(F): 日付-No.

文字列(N):

転送

スペクトル解析へデータを転送する(L)

その他の解析アプリケーションへ転送する(T)

転送先(A):

印刷

測定データを印刷する(P)

テンプレートファイル(T):

参照(W)...

標準は、データの種類を SB (バックグラウンド)。

連続で測定する場合は、「オートセーブを使用する」にチェックを入れて、各情報を入力する (標準 OFF)。

測定後、すぐに処理をする場合は、「スペクトル解析へデータを転送する」にチェックを入れる (標準 ON)。

基本 情報 データ **光学系** FFT/タイマー

光源(L): 標準光源

窓(W):

検出器(E): TGS

試料室(B): 標準

付属品: ATR PRO ONE X

感度(G): Auto

アパーチャー径(A): Auto

干渉計速度(D): Auto

フィルター(F): Auto

光学フィルタ(O):

ビームスプリッター: Ge/KBr

標準は、検出器を TGS にする。
(MCT-M は高感度測定に用いるが、
液体窒素が必要)。

試料室は自動検出

基本的に Auto でよいが、光量が大き
すぎて検出器が飽和している場合は
変更してバックグラウンドおよび試
料を再測定する。

ATR 法は、アパーチャー径を 7.1mm
にする仕様であるが、Auto でもよい。

基本 情報 データ 光学系 **FFT/タイマー**

アポダイゼーション関数(F):
Cosine 高分解(H)

ゼロフリンジ(Z)

位相補正(P):
Mertz

位相補正フィルター(C):
Auto

タイマーを使用する(U)

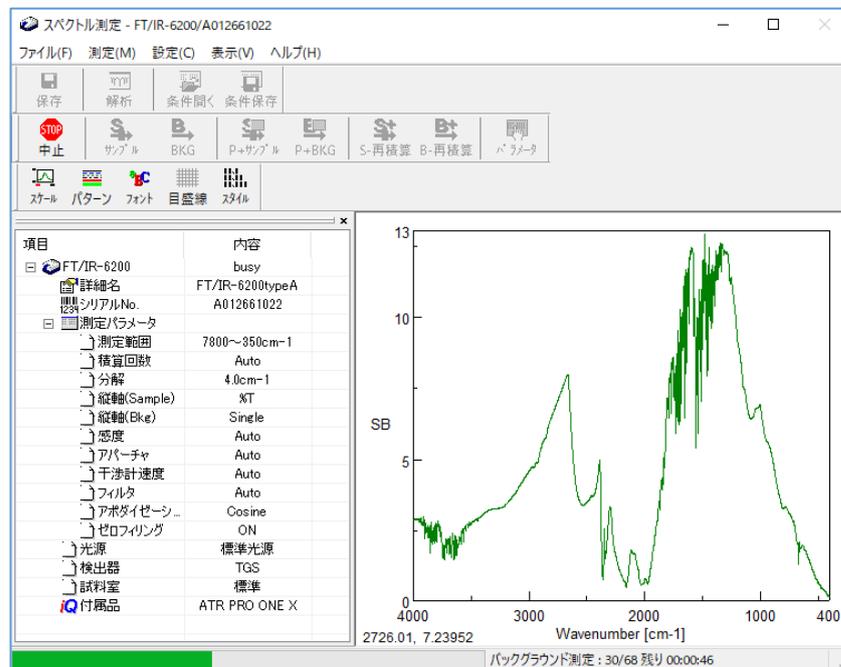
待ち時間 0 分 0 秒

標準はアポダイゼーション関数を
Cosine にする。

2.2. [ATR 本体] パラメータを入力し終わったら、**参照用サンプル R** を乗せる。ATR の場合は、**空気をバックグラウンド** にすれば問題ない。汚れが気になる場合はここでふき取っても良いが、溶剤の使用時は蒸気が充満しないように注意する。

2.3. [PC] **OK** をクリックするとバックグラウンド測定が開始される。

- ※ 進行状況は、スペクトル下のステータスバーに表示される。
- ※ ATR 法は感度が透過法より悪いことと、光路が長いことから、不活性ガスで置換するとガス状の CO_2 と H_2O が減り、良い結果が得られることがある。詳細は管理者に相談すること。
- ※ 検出感度を上げるには、MCT 検出器（液体窒素が必要）を使う。



ステータスバー（進行状況）

残り回数・時間

2.4. [PC] ツールバーのパラメータ設定+サンプル測定のアイコン

(P+サンプル)  をクリックする。



2.5. 必要ならサンプル測定用にパラメータを設定する。ここでは **OK** を押さず、そのままの状態での次の操作に進む。

- ※ “基本” タブの「縦軸」は、%T、Abs、%R、Int などがある。ATR 法であれば、通常は **Abs** にする。
- ※ “情報” タブの試料名や “データ” タブの「転送」は、バックグラウンド測定の設定と違っていることがある。転送するならここで「スペクトル解析へデータを転送する」にチェックを入れる。

2.6. [ATR 本体] 試料の状態に合わせて、下記の 3 種類の方法で 測定用サンプル S を窓材に乗せる。

2.6.1. 粉状試料の場合は、テーパーガイドをプリズムヘッドにかぶせる。試料によっては外してもよいが、基本的には粉末が飛び散らないように使用した方がよい。試料をプリズムが埋まる程度に入れる。

※ **フレキシブルヘッド (メタル・樹脂)** は使用できない。

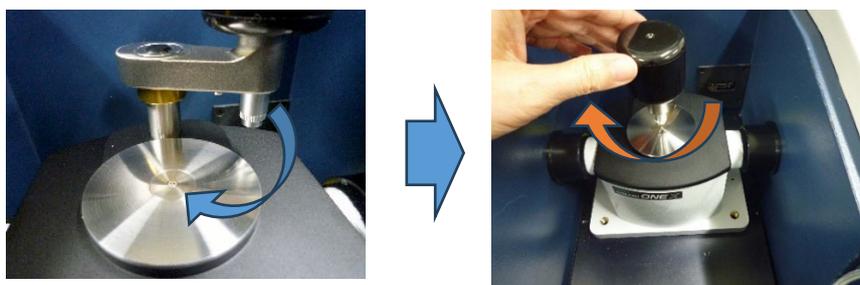
2.6.2. 液体状試料の場合は、ピペットなどでそのままプリズムに乗せる。揮発性試料の場合は、揮発防止カバーをかぶせる。

※ 「試料押さえヘッド」は使わない。

※ 強酸・強塩基などは、使用に注意すること。プリズムや金属を腐食させることがある。

2.6.3. フィルム状や基板状の試料の場合は、そのまま台座に乗せる。裏表がある場合は、**測定したい面を下にする**。

- 2.7. [ATR 本体] 試料をヘッドで圧着するときは、試料押さえヘッドを軽くロックされるまで正面に回す。次にモニタのスペクトルを見ながらハンドルを時計方向に回して圧着させる。密着度によって感度が変わるので、回し具合を適度に調整する。



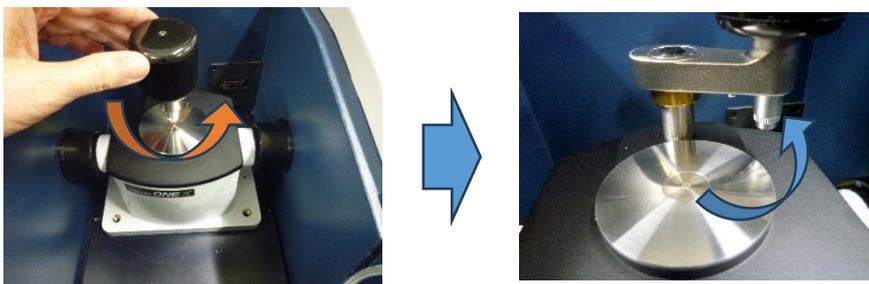
- ※ ATR PRO ONE Xは、一定以上の圧力がかかるとそれ以上はハンドルが空回りするような機構になっているので、回しすぎの心配はする必要はない。他の旧型のユニットは対応していないので注意。
 - ※ 極端な加圧はプリズムを破損させるので注意すること。特に ZnSe は傷が付きやすいので注意。指 2 本でハンドルをつまんで回す程度であれば、過剰な力が入らないので推奨する。
 - ※ 硬くて砕けやすい固形物は、圧着するときにプリズムを破損させることがある。その場合、衝撃を与えないように注意してゆっくり回すこと。
 - ※ プリズムは平らであるため、曲面になっている材料は密着しにくい。その場合は、試料作製用のスライサーなどで加工すること。
 - ※ 縦軸 Abs 表示であれば、主要なピークが 0.1~0.4 くらいの強度が出ていけば測定は十分にできる。
- 2.8. [PC] **OK** をクリックし、スペクトル測定を行う。進行中の緑のバーが表示されるので、終わるまで待つ。積算回数はオート設定を推奨するが、S/N が悪い場合は増やしてもよい。
- 2.9. [PC] スペクトル解析 システムを開き、データを保存する（複数データがあるときは、スペクトルを選んで保存）。通常は、Windows のドキュメントフォルダの中に、研究室フォルダを作り保存する。

- ※ 「スペクトル解析へデータを転送する」にチェックを入れていた場合、スペクトル解析システムが自動的に開いているはずである（ただし、保存はされていないので、必ずスペクトル解析システムから保存する）。チェッ

クを入れ忘れた場合は、測定後に「解析」アイコンを押した場合でも同様の動作をする。

- ※ 「オートセーブを使用する」にチェックを入れていた場合は、設定したフォルダに自動保存されている（オートセーブを使用しないときは、チェックの外し忘れに注意！）

- 2.10. 「ATR 本体」試料押さえヘッドを使った場合は、ハンドルを少し緩めた後、正面から外しておけば作業がしやすい。先にハンドルを緩めないでプリズムを傷めるので注意。



- 2.11. 「ATR 本体」試料の状態に合わせて洗浄する。ZnSe や Ge プリズムを使用したときは、特に破損に注意して洗浄すること。

2.11.1. 粉状試料の場合は、やわらかい布やハケなどで試料を回収し、溶媒で湿らせた綿棒などのやわらかい素材でやさしくふき取る（こすらない！）。粉っぽい試料は、**水で濡らしたキムワイプ等で最初に拭き取った後に、有機溶剤で拭くとよい。**

2.11.2. 液体試料の場合は、綿棒などのやわらかい素材でやさしくふき取る（こすらない！）。

2.11.3. フィルム状試料の場合は、除去した後に汚れていないかを確認する。汚れていたら、液体試料と同様にふき取る。

※ **原則としてサンプルを載せたままプリズムだけを外したりしないこと。** 本体内部は洗浄できないため、粉末や液体が本体内部に落下したり、埃が落ちたりすると汚れを除去することができない。

※ 有機溶剤のうち、特に有害性の高いクロロホルムなどを使用する場合は、ヒュームフード（ドラフトチャンバー）内にて作業すること。取り外すときは、測定のモニタが停止しているのを確認してから、ユニットごと外しフード内に入れて作業する。

2.12. 次の試料があれば繰り返し測定を行う。

- ※ 時間が経過すると、空気中の H₂O や CO₂ 由来のピークが濃度変化により徐々に大きくなる。バックグラウンドは、まめに再測定するとよい。
- ※ 空気中の CO₂ 濃度変化や、測定用サンプルに使う洗浄用溶媒などのバックグラウンドを調べるときは、**試料を乗せていない状態にして、サンプル測定をすればよい。**
- ※ **揮発性の有機溶剤を使用すると、バックグラウンドにピークが残ることがある。**その場合は、測定中のモニタを止めた後、ATR 本体を取り外し、ふいごで中に空気を送って置換すると改善する

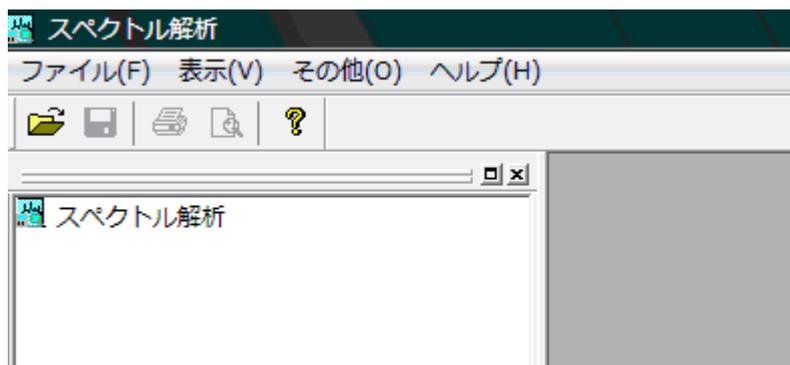
2.13. [ATR 本体・部品] ヘッドを後片付けする場合、取り外した状態で丁寧に汚れを拭き取ること(本体に付けたままであると、汚れが見えにくいため)。

2.14. [ATR 本体・部品] 本体やテーパーガイドを後片付けする場合、汚れが残っていないか確認してからパーツケースに戻すこと。本体は有機溶剤を使うと塗装が痛むことがあるので、黒い部分などは水拭きで拭き取って乾かすこと。

3. 解析

以下、すべてパソコン上で操作する。

- 3.1. スペクトルマネージャの画面から (1.4 項の図参照) スペクトル解析をダブルクリックすると以下の画面が出る。



- 3.2. “ファイル” →開く から解析するデータを選択し、**開く**をクリックする。
スペクトル解析画面にスペクトルが読み込まれる。

※ ファイルの保存先は、Windows のドキュメントフォルダの各研究室フォルダとすること。研究室フォルダ内は、研究室のルールに従って、自由に使ってよい。

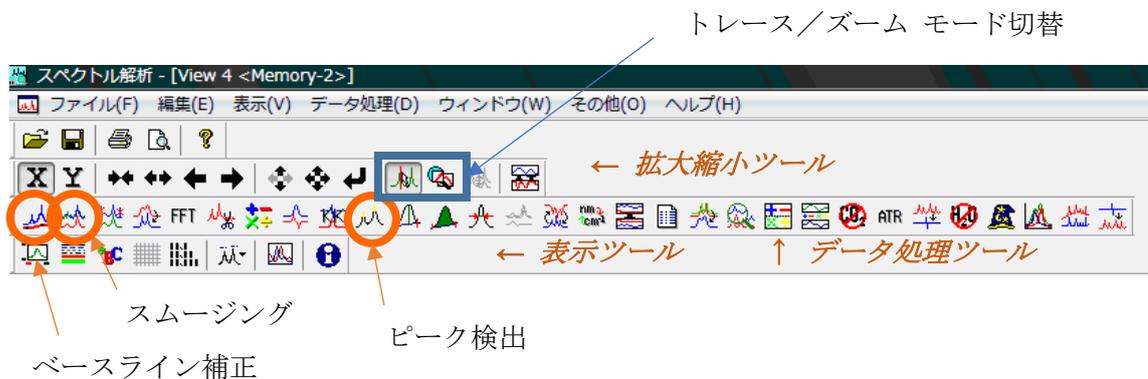
- 3.3. 保存する場合は、“ファイル” →保存または名前を付けて保存から行う。

※ このシステムでは、スペクトルに変形を加える処理 (ベースライン補正、スムージング、加減乗除など) を行うと新しいファイルができるようになっている。この場合、後戻りができないので、元のデータは必ず残しておくようにする。

- 3.4. ATR 補正 (据付マニュアルを参照するか、管理者に相談する)

※ ATR は、試料とプリズムの屈折率の差によって、スペクトルの形状がモディファイされる。そのため、透過法で測定したデータとは一致しないので、比較するには ATR 補正が必要となる。ただし、ATR 補正は、別の測定法により試料の屈折率を求めておく必要がある。作業は手間がかかる

ため、通常は補正をせずに、ATR 法のデータとして提示することが多い。



3.5. スペクトルを拡大・縮小表示する場合

- 拡大縮小のツールバーを用いる。詳細はアイコンのヒントを参照。
- トレース/ズームアイコンを「ズーム」に切り替え、マウスの左クリックからドラッグ&ドロップにて範囲を指定して行う。戻るときは右クリックする。

3.6. ベースライン補正をする場合、メニューの“データ処理”→補正→ベースライン補正（またはツールバーの ）をクリックし、可動点の位置を変えることによってベースラインの補正を行う。

3.7. スムージングを行う場合、メニューの“データ処理”→補正→スムージング（またはツールバーの ）をクリックし、方式・コンボリビューション幅を設定し、**適用**ボタンを押した後、**OK**ボタンを押す。

- コンボリビューション幅…一つのデータ点について、その両側の何点のデータを束ねるかを設定する。奇数しか設定できない。

3.8. ピークの検出をする場合

- メニューの“データ処理”→ピーク処理→ピーク検出（またはツールバーの ）をクリックする。
- “ピーク”ドロップダウンリストから山・谷・山谷両方のいずれかを選択する。

3. “ノイズレベル”を入力する。
4. 必要であれば上限・下限の値を入力する。
5. **適用**ボタンをクリックする。
スペクトル上のピーク位置に短い縦のバーが現れる。

検出条件

ピーク(P): 山 ノイズレベル(N): 1

上限(U): 1300 下限(L): -100 適用(Y)

3887.8 cm-1 1055

※ ピークテーブルは、コピーしてワードパッドなどに貼り付けることができる。

3.9. 解析したスペクトルを保存する場合はファイルメニューから、上書き保存を選択する。

3.10. データを数字に変換してエクセル等で開きたい場合

保存したいファイルをアクティブにし、サイドメニューのファイル名が選択された状態にする。次に、メニューの“ファイル”→エクスポートを開く。保存場所とファイル名を指定して、「ファイルの種類」のプルダウンメニューから **CSV ファイル (エクセル互換)** を選び、保存する。

※ 測定データ (.jws) と同じフォルダに同じファイル名で保存する場合は、「ファイルの種類」を選ぶ前にファイル名をクリックしておく、ファイル名の入力欄にコピーされるので作業が簡単になる。

※ **JCAMP-DX** はスペクトル解析ソフトの共通フォーマットであり、環境が整っていれば研究室でも使用可能。

3.11. スペクトルを図として保存したい場合は、メニューの“編集”→ピクチャーとしてコピー、またはビットマップとしてコピーを実行する。その後、ワードパッドやペイントを開いて貼り付ける。

※ ピクチャーはメタファイル形式であり、ビットマップはビットマップ形式となっている。詳しい用語の意味は、インターネット等を参考にすること。

3.12. 解析したスペクトルを印刷する場合はファイルから、印刷プレビューが表示できるので、良ければ印刷を押す。

3.13. その他、不明なデータ処理方法は、管理者に相談すること。

4. 終了操作

4.1. [PC] MCT 検出器を使った場合は、設定を TGS 検出器に戻す。また、特殊なパラメータ設定にしていた場合は、元に戻す。

※ 検出器等の設定は、サンプルホルダ毎で個別に記憶しているので注意。

4.2. [ATR 本体・分光器] ATR PRO ONE X ユニットが取りつけた状態にしておく。プリズムを交換した場合はダイヤモンドプリズムに戻し、試料押さえヘッドやテーパガイドなどはパーツケースに仕舞う。また、はがき大の紙を光路ガイドパイプの間に挿しこみ、光源からの光を遮って検出器に入らないようにする。

4.3. 分光計の試料室やテーブルなど、汚れていたらきれいに清掃しておく。

4.4. データの移動は、機器センターで用意している「セキュリティ USB メモリ」または「共有ストレージ (NAS-share/IR_FTIR6200)」を使用する。

4.5. [PC] スペクトルマネージャの画面を閉じる。

4.6. [PC] パソコンをシャットダウンする。

4.7. [分光器] 分光器本体の電源を切る。RESUME スイッチは切らないこと！

4.8. 使用簿に記録する。

=====

ATR の窓材やサンプルヘッドは、丁寧に扱うこと。

汚れが落ちない場合は、管理者に相談すること。

=====