

IR（赤外分光光度計） 操作手順書

RAS 法

横浜国立大学機器分析評価センター

作 成 日	2022 年 7 月 8 日	
手順書 No.	FTIR6200 – ras2	
作 成	承 認	

RAS 法 手順書

目次

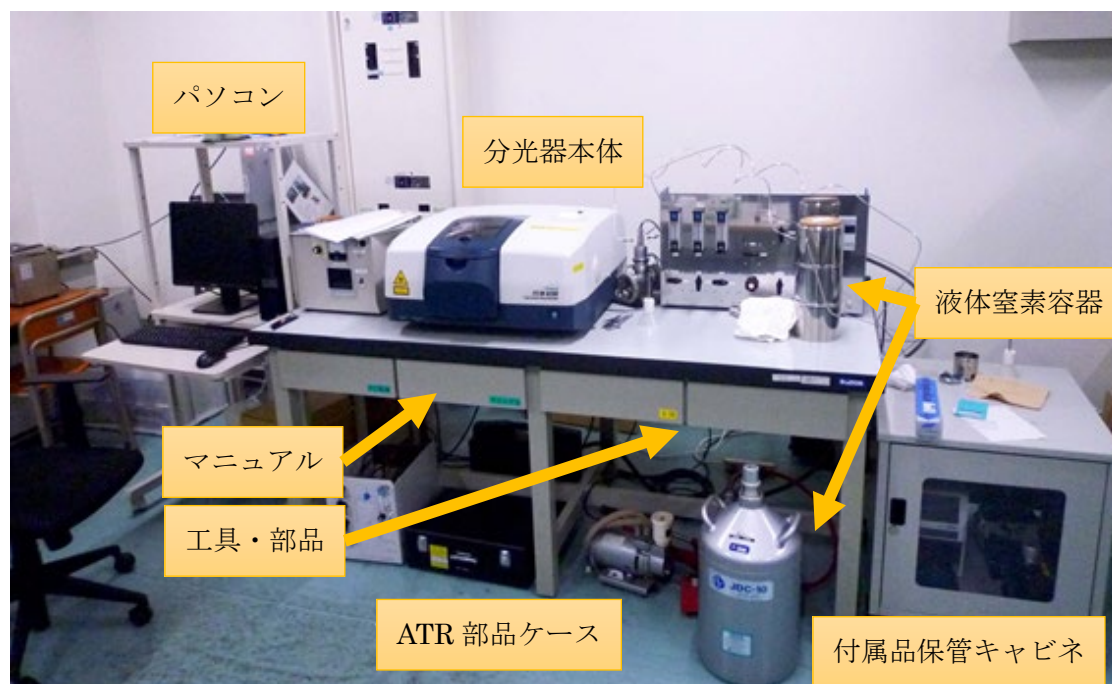
RAS 法 手順書	- 2 -
1. 準備編.....	- 3 -
2. 測定編（RAS 法）	- 10 -
3. 解析	- 16 -
4. 終了操作.....	- 20 -

【著作権・免責】

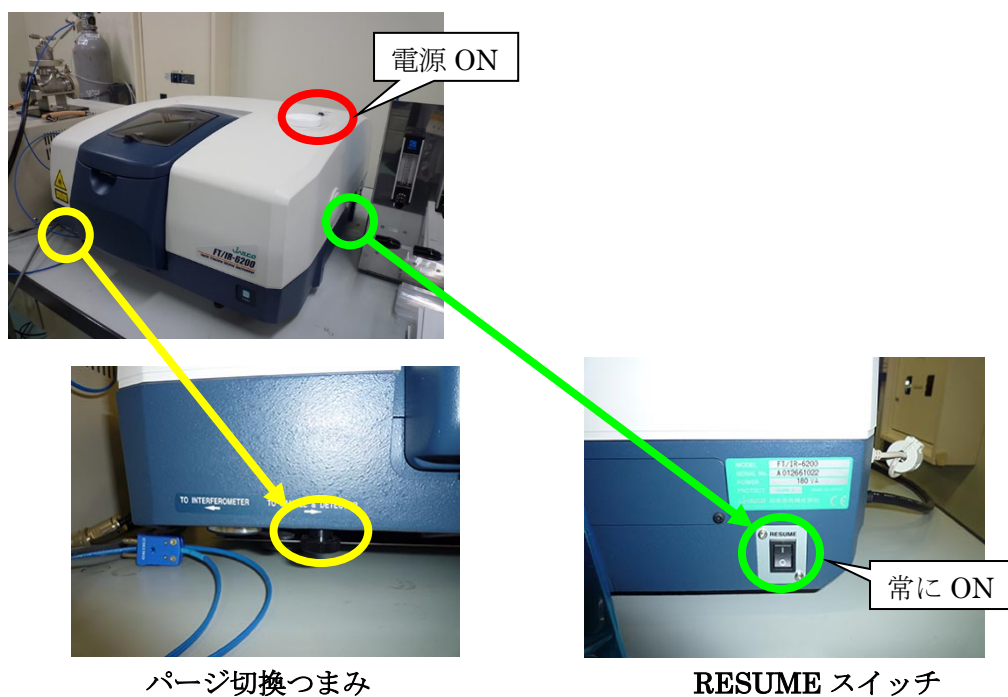
本マニュアルの著作権は、『横浜国立大学 研究推進機構 機器分析評価センター』に帰属します。

- 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換つまみは、装置が壊れることがあるので触らないこと。
- ※ 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] 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。



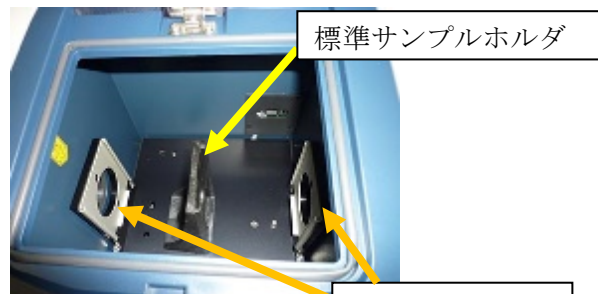
- 1.4. [PC] スペクトル測定を**ダブルクリック**する。




- 1.5. [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上げる）を開けて、試料室内部の「標準サンプルホルダ」に試料が何も入っていないことを確認する（光路を遮断する紙が入っていることがある）。減光板ホルダは外してもよい。



試料室カバー（2 窓）



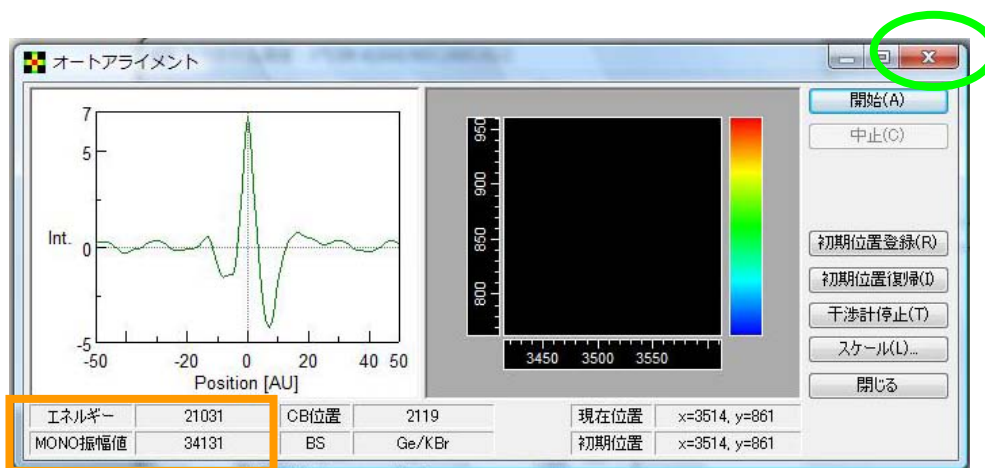
試料室内部

- 1.6. [PC] 毎行行う点検として、ツールバーのパラメータ設定  を開き、以下の設定にする。詳細は 2.1 節のパラメータ設定を参照。設定したら OK を押して戻る。なお、**デフォルト** ボタンを押すと、初期設定になるので、それでもよい。



- 【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

- 1.7. [PC] メニューバーの「設定」－「オートアライメント」を開く。
 画面下の「エネルギー」、および「MONO 振幅値」の値を使用簿に記入する。標準では 1 万以上の桁数になっているが、分光計への振動やスプリッターの曇りにより低下することもある。前回測定より急に下がって
 いれば、管理者に相談する。終わったら x でウインドウを閉じる。



※ 【注意】オートアライメントは管理者が作業するので、利用者は行わないこと。なお、オートアライメントを実行する場合は、必ずサンプルホルダを空にした状態で行うため、ATR ユニットや顕微ユニットを入れた状態で行ってはならない。これらの操作をすると、装置が故障することがある。

1.8. ===RAS PRO 410-H ユニットの取付===

※【注意！】RAS 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。



1.8.1. [分光器] 分光器本体の試料室内部にある「標準のサンプルホルダ」のねじを回して緩め、サンプルホルダを取り外す。

1.8.2. [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！



前面パネルねじ

1.8.3. [RAS 本体] RAS 光学系本体をキャビネットから取り出し、埃除けのキャップを外す。



光路ガイドパイプ

※ キャップは、アルミホイルで代用していることもある。

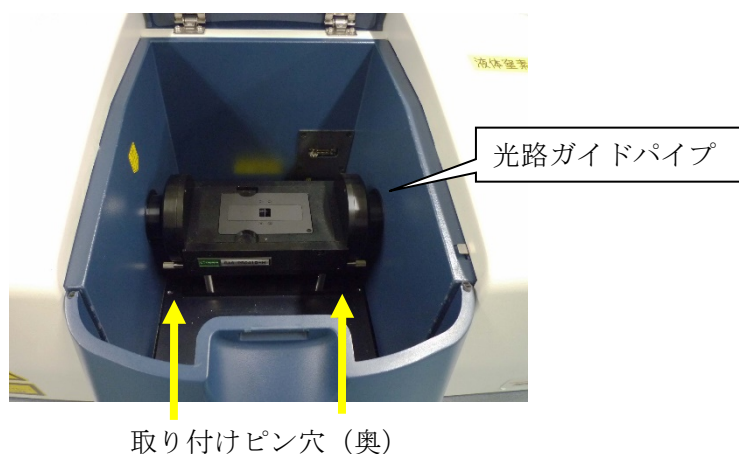
※ 空気のバックグラウンドの影響を低減させる場合（または窒素ガスで置換する場合）は、試料室の両側のホルダー（減光フィルター取り付け用）を外し、付属の光路ガイドパイプ（ハット型）を ATR 本体に取り付けた状態で、試料室に取り付ける。光路ガイドパイプは、ツバの部分が外側を向くようにする。

1.8.4. [RAS 本体] 開口窓は 2 種類あるので、サンプルの大きさに応じて取り換える。マグネットで固定されているので、指でつまんで引き上げれば外せる。



1.8.5. [RAS 本体・分光器] 試料室に取り付ける。

RAS PRO 410-H と表示のある部分を手前にし、左右二箇所の取り付けピン穴を試料室内部のピン（二箇所）に合わせて取り付ける。センサーが痛むので、**ガチャと音を立てないように、そっと取り付ける。**



※ MCT 検出器を使用する場合は、減光フィルターを取り付ける場合があり、両側のホルダーに差し込んで入れることができる。ガス置換も併用したい場合は、管理者に相談する。

1.8.6. [RAS 本体・分光器] 光路ガイドパイプを分光計の左右の壁面に押し付け、空気を入りにくくさせておく。

—— (以下、オプション機能)

1.9. [PC・分光器] 必要に応じて、検出器を変更する (ほぼ必須)。切替えの操作方法は、【2 章 測定編】のパラメータ設定の項目を参照。

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 節で説明したオートアライメントのエネルギー値で確認できる。ただし、ATR ユニットを取り付ける前に確認すること。
- ・ 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。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%)。また、減光版ホルダが取り付けしていない場合は、プラスドライバーを使って取り付ける。
- ・ 使用後は必ず TGS 検出器に設定を戻すこと。ただし、RAS ユニットま

たは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。

- 1.10. 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。蛍光分光で使っ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。

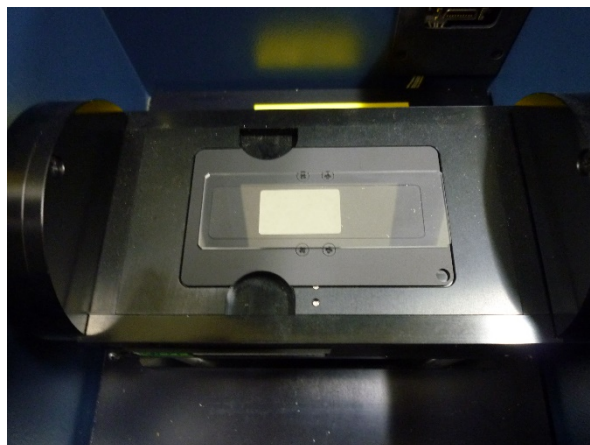
※ 置換を急ぐ場合は、最大 10 L/min まで流量を増やすことができるが、この状態は短時間とし、測定中は元に戻すこと。

2. 測定編 (RAS 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. [RAS 本体] 参照用サンプル **R**として付属の金ミラーを乗せる。**金の蒸着面を下にして、窓が完全にふさがるように置くこと。**

※ 金ミラーは2種類あるので、四角いタイプを使う。金ミラーは傷がつきやすいので、取扱注意！



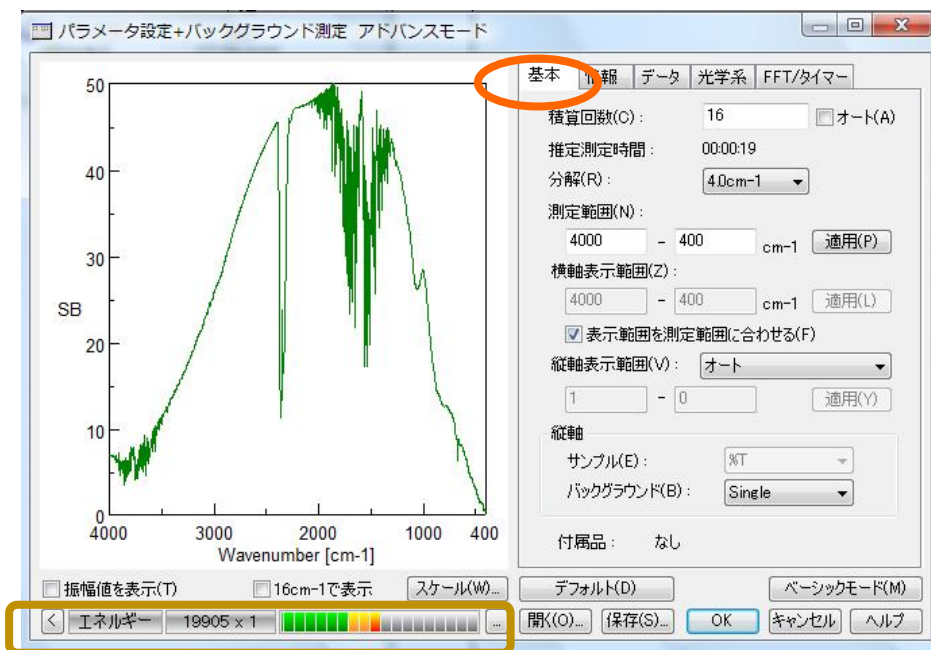
2.2. [PC] ツールバーのパラメータ設定+バックグラウンド測定 (P+BKG)



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。



※ RAS 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 RAS 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 c m⁻¹

測定範囲 (N) …4000-400 c m⁻¹

測定範囲を最大 (7800～350) にしておき、

横軸表示範囲 (画面表示範囲) で設定してもよい。

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、7800～350cm⁻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。

RAS の場合は、窓材が KRS-5 となっており、基本的に測定範囲は広い。

※ 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。RAS は感度が悪いので、基本的に減光板は必要ない。

【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)

印刷
☐ 測定データを印刷する(P)
 テンプレートファイル(T): C:\Program Files\JASCO\Spectralv 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

検出器(E): TGS

試料室(B): 標準

付属品: なし

感度(G): Auto

アパーチャ径(A): Auto

干渉計速度(I): Auto

フィルター(F): Auto

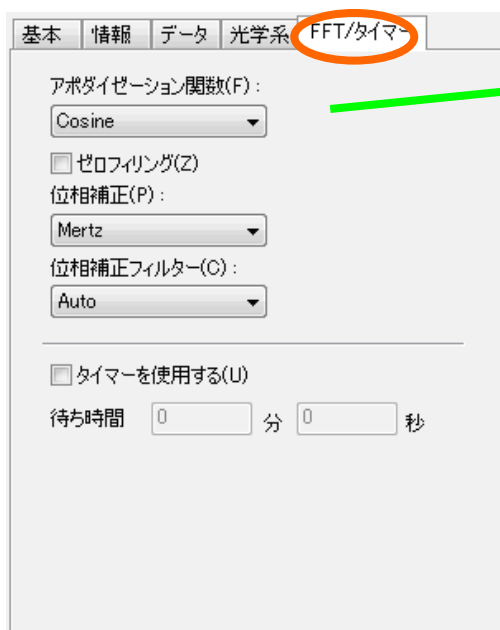
光学フィルタ(O):

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)。
RAS は高感度が必要なので、MCT-M を推奨。

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。



標準はアポタイゼーション関数を Cosine にする。

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。

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)  をクリックし、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、そのままの状態ですべての操作に進む。

※ “基本” タブの「縦軸」は、%T、Abs、%R、Int などがある。RAS 法であれば、Abs や %R にする。

※ “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。転送するならチェックを入れる。

※ 金ミラーのままであれば、ベースラインの状態を調べられる。

2.5. [RAS 本体] 金ミラーを外し、測定用サンプル [S] を窓材に乗せる。測定したい面を下にすること。

- ※ 測定面が本体に接触して、窓枠に移ってしまうような試料の場合は、担当者に相談する。

2.6. [PC] [OK]をクリックし、スペクトル測定を行う。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。

2.7. [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、または[解析]アイコンを押した場合は、スペクトル解析システムが自動的に開くので、そちらから行う（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）。

- ※ 「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、その設定にしたがって、自動保存されている（無意識にチェックを入れてしまい、誤ったフォルダにデータを入れないように注意！）

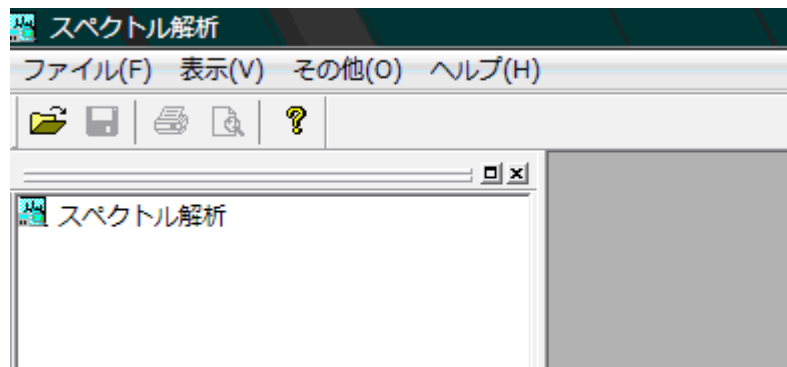
2.8. 次の試料があれば繰り返し測定を行う。

- ※ 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、**金ミラーを置いて、P+サンプル測定で確認をすればよい。**

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。

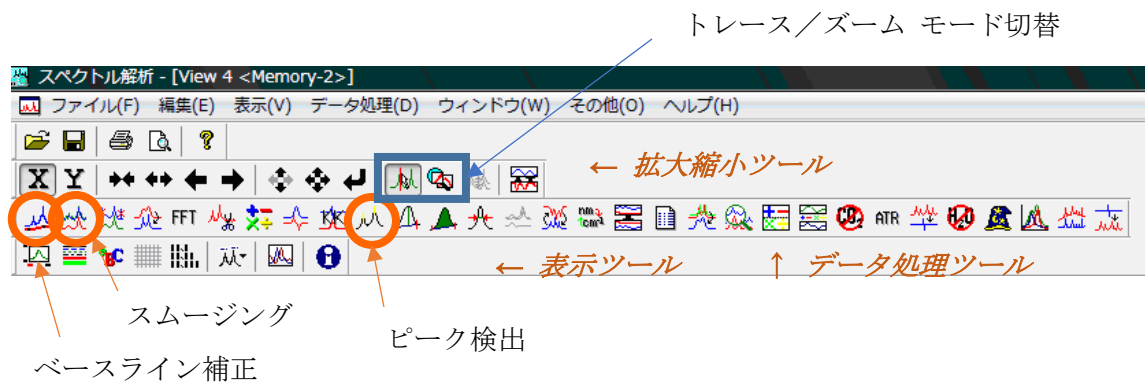


- 3.2. “ファイル”→開く から解析するデータを選択し、**開く**をクリックする。
スペクトル解析画面にスペクトルが読み込まれる。

※ 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. 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。

3.5. 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。

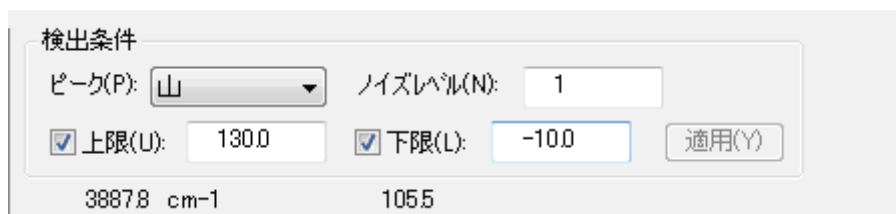
3.6. スムージングを行う場合、メニューの“データ処理”→補正→スムージング（またはツールバーの ）をクリックし、方式・コンボリューション幅を設定し、**適用**ボタンを押した後、**OK**ボタンを押す。

- 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。

3.7. 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。
- “ノイズレベル”を入力する。
- 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。



※ 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。

- 3.8. 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。

- 3.9. データを数字に変換してエクセル等で開きたい場合
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、と、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。

- 3.10. 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。

- 3.11. 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。

3.12. 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. [RAS 本体・分光器] RAS ユニットを外し、サンプルホルダを標準に戻す。このとき、ホルダにポリスチレン標準試料の紙を逆さまに挿しこみ、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. [分光器] 減光版ホルダは、通常外したままでよい。
- 4.4. [PC] スペクトルマネージャの画面を閉じる。
- 4.5. [PC] パソコンをシャットダウンする。
- 4.6. [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！
- 4.7. 使用簿に記録する。

=====

RAS 本体や窓板は、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。

=====