

FT-IR 簡易操作マニュアル (KBr 錠剤法)

R8.8.12 改訂

装置：フーリエ変換赤外分光光度計（日本分光 FT/IR-4600）

【注意事項】

※装置使用後は、初めの状態に戻してください。

※USB メモリは使用禁止です。

空の CD-R をご用意いただくか、後ほど担当からメールでお送りします。

【装置の立ち上げ】

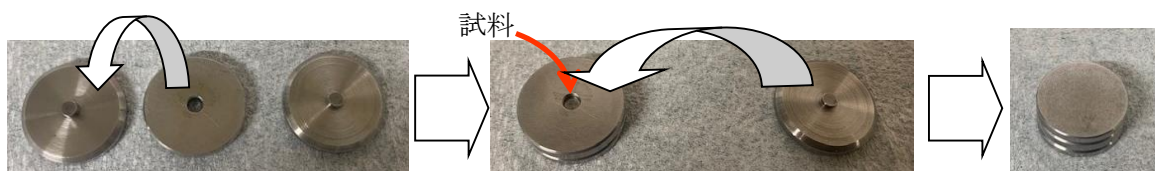
- ① 本体（FT/IR-4600）の電源を入れる。
⇒起動音が 3 回鳴ることを確認する。
- ② パソコンの電源を入れる。
- ③ 「スペクトルマネージャ」  をダブルクリック。
- ④ 「スペクトル測定」をダブルクリック。

※はじめてご利用の際は、以下にデータ保存用のフォルダを作成してください。

C:\¥data¥機器開放

【バックグラウンド用サンプルの調整】

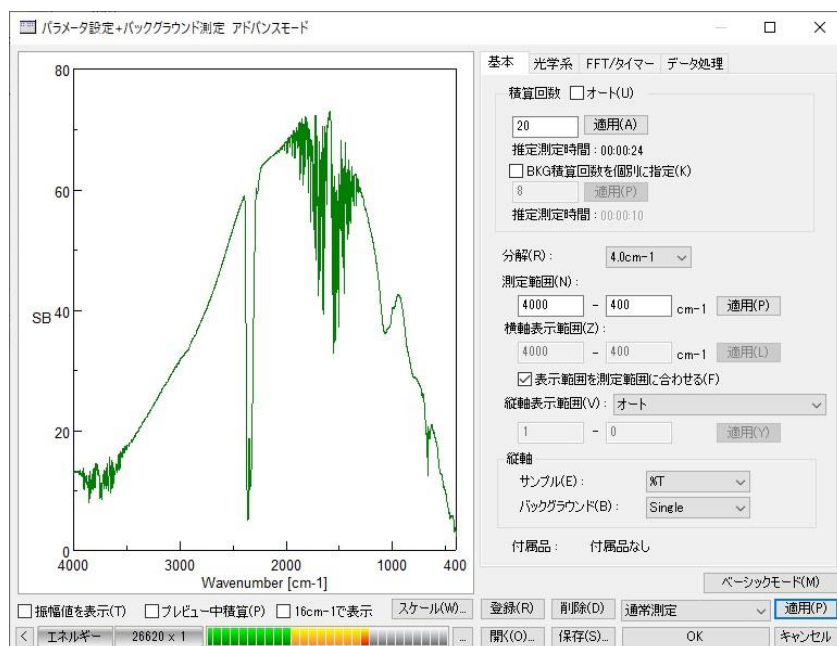
- ① デシケータから KBr 試薬瓶、スパチュラ、メノウ乳鉢・乳棒、KBr 試料ホルダ（マイクロ錠剤成形器φ3）を取り出す。
- ② KBr をスパチュラでスプーン部半分程度の量をメノウ乳鉢に取り出す。
KBr 試薬瓶とスパチュラはすぐにデシケータに戻す。
※ デシケータ内のスパチュラは KBr 専用です。KBr 以外を扱う際は作業台左の棚にあるものをご利用ください。
- ③ KBr を乳棒で混合しながらすり潰す。
- ④ 成形器の長い突起がある円板に穴の開いた円板をセット。試料を円板の穴に摺り切り入れ、はみ出した余分な試料は円板上から除去する。短い突起がある円板を上からセットし、ハンドプレスに移動。



- ⑤ 成形器がハンドプレスからはみ出さないよう位置を合わせ、ハンドルをゆっくり下ろし、数秒間体重をかけた後、成形器をハンドプレスから取り出す。
- ⑥ 上下の凸板を外し、試料を固定した円板ごと試料ホルダにセットして分析に供する。
※ KBr は吸湿性が高く、水分は赤外吸収スペクトルに影響を及ぼすため、試料調整の操作は手際よく行ってください。

【バックグラウンド測定】

- ① 「パラメータ+BKG」  をクリック。
- ② 「基本」タブの条件が以下のように設定されていることを確認する。



- ・積算回数：16 又はオートにチェックを入れる
 - ・分解：4.0 cm⁻¹
 - ・測定範囲（N）：4000-400 cm⁻¹
 - ・横軸表示範囲（Z）：表示範囲を測定範囲に合わせる
 - ・縦軸表示範囲（V）：オート
 - ・サンプル（E）：%T
 - ・バックグラウンド（B）：Single
- ③ 測定条件の左側に表示されるスペクトルのプレビューを確認し、「OK」をクリック。

【サンプル入り KBr 試料の調製】

- ① デシケーターから KBr 試薬瓶、スパチュラ、を再度取り出す。
- ② バックグラウンド用サンプルと同様に KBr をメノウ乳鉢に取り出し、KBr の

100~1000 分の 1 程度の量の試料を加え、乳棒で混合しながらすり潰す。

- ③ バックグラウンド用サンプル調製の④～⑥と同様の操作でサンプル入り **KB r** 試料を調製し、試料ホルダにセットする。

【サンプル測定】

- ① 「パラメータ+サンプル」 をクリックし、測定条件の左側に表示されるスペクトルのプレビューを確認後、「OK」をクリック。
- ② 測定が終了すると、「スペクトル解析」が自動で起動し、新しいウィンドウに表示される。以下保存先にフォルダを作成し、測定結果を保存する（ファイル名を入力後、「保存」をクリックする。）
- 保存先：C:\¥ data ¥ 機器開放 ¥ ○○（企業名）

【データ処理】

- ① 「スペクトル解析」で処理したいデータを表示する。必要に応じて以下のデータ処理を行う。

・CO₂ 減算

「CO₂ 減算」 をクリック
⇒ 設定は変更せず、「OK」をクリック。

・H₂O 減算

「H₂O 減算」 をクリック
⇒ 設定は変更せず、「OK」をクリック。

・スムージング

「スムージング」 をクリック
⇒元データにスムージング後のデータが重ねて表示されるので、「方式 (M)」を「単純移動平均」とし、「コンボリューション幅」を調整し、よければ「OK」をクリック。

・ベースライン補正

「ベースライン補正」 をクリック
⇒ 新しいウィンドウが開き、上段で設定、下段に結果が表示される。
デフォルトのベースライン上にカーソルを充てると注射器マークに変わる。
クリックすると可動点が追加されてカーソルがピンセットマークに変わる。そのままドラッグすればベースラインの屈曲点が設定され、下段に反映される。
この操作を繰り返し、よければ「OK」をクリック。

・ピーク検出

「ピーク検出」  をクリック

⇒「ピーク (P)」を「谷」とし、「上限」及び「ノイズレベル」を適宜設定後、「適用」をクリック。 左側メニューの「追加」、「削除」により適宜ピークの加除を行う。作業完了後、「OK」をクリック。

グラフ内で範囲をドラッグすると拡大表示される。元に戻すときはグラフ内の任意の位置で右クリック

ピーク検出をして保存したデータを再度読み込んだ際はピーク位置が表示されないため、表示(V)→ピーク表示(P)から「バー、横軸」を選択する。

② データの保存は、「スペクトル解析」の画面左上の「ファイル (F)」内「名前を付けて保存」から行う (ファイル名を入力後、「保存」をクリック。)

生データを txt や csv として保存することもできます。

ファイル(F)-エクスポート(E)からファイルの形式を選択してください。

【レポートの印刷】

① 「スペクトル解析」で印刷したいデータを表示する。

② 「編集 (E)」内「コメント編集 (O)」をクリックし、試料名などを入力する。

③ 画面左上の「ファイル (F)」内「印刷」をクリック。

④ 印刷ウインドウが開くので、印刷フォーマットの標準フォーマットを選択し、印刷。

【装置の立ち下げ】

① 「スペクトル測定」、「スペクトル解析」を終了し、スペクトルマネージャを立ち下げる。

② パソコン及びプリンタの電源を切る。

③ 本体 (FT-IR-4600) の電源を切る。

【終了時の確認】

- ・ KBr ミクロ錠剤成形器、メノウ乳鉢・乳棒から試料粉末を除去し、エタノールを含ませたキムワイプ等でよく拭く。

- ・ ミクロ錠剤成形器、メノウ乳鉢・乳棒をデシケータに戻す。

- ・ そのほか、使用した道具類はエタノールでよく拭き、元の場所に戻す。