

FT-IR 簡易操作マニュアル（顕微 ATR 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）
顕微装置（日本分光 IRT-5200）

【注意事項】

- ※装置使用後は、初めの状態に戻してください。
- ※測定できるサンプルは、平らで柔らかいものに限りです。サンプル測定可否が判断できない場合は、担当にご相談ください。 例）ゴム、フィルム及び樹脂板など
- ※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 顕微装置に液体窒素を入れる（通常、職員が行います）。
- ② 顕微装置（IRT-5200）の電源を入れ、初期化する。
⇒初期化が終了すると、赤、青、緑のランプが点灯する。
- ③ 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。
- ④ パソコンの電源を入れる。
- ⑤ 「スペクトルマネージャ」  をダブルクリック。
- ⑥ 「顕微測定」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

【測定準備】

- ① 画面左上の「パラメータファイルを開く」  をクリックし、装置パラメータを読み込む。（C:\¥ FT-IR ¥ 企業専用 ¥ ★装置パラメータ ¥ 顕微 ATR 測定.irmpr）
「基本」タブ及び「ATR」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。
「基本」タブ

- ・積算回数：16 又はオートにチェックを入れる
- ・分解：8.0 cm⁻¹
- ・測定範囲（N）：4000-700 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

「ATR」タブ ※変更しないでください

- ・圧力（P）：0.2
- ・XY 移動を行う Z 位置（X）：10000 μm
- ・「測定後に Z ステージを下げる（D）」にチェックを入れる

② サンプルを圧力センサの上にのせ、測定したい位置を十字の中心に合わせる。

③ 画面左上の「多点測定」 をクリック。

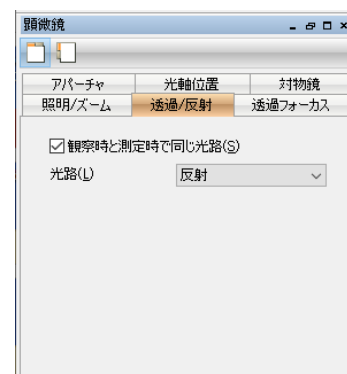


④ 顕微鏡設定バーの「対物鏡」タブをクリックし、条件が以下のように設定されていることを確認する。



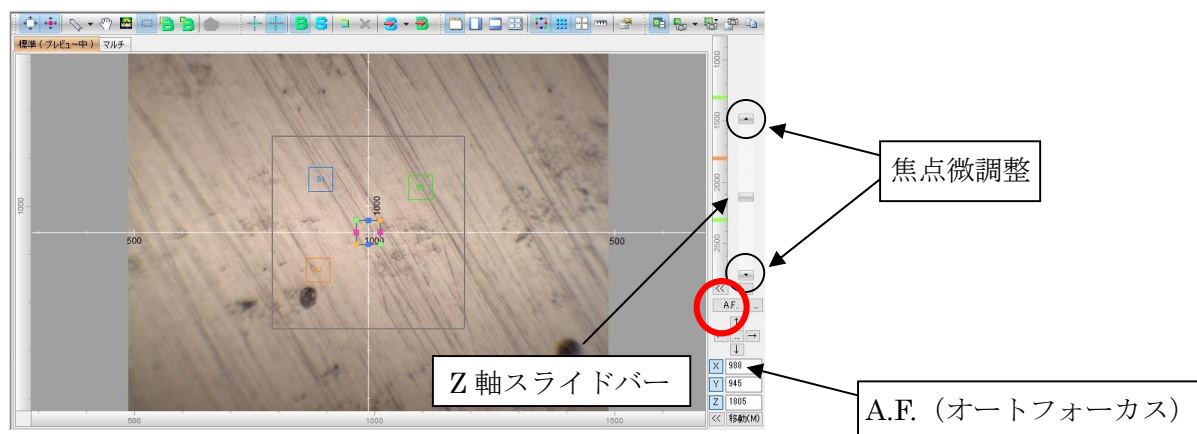
- ・「観察時と測定時で同じ対物鏡を使用する（S）」のチェックを外す
- ・観察用対物鏡（V）：「X16 カセグレイン」
- ・測定用対物鏡（M）：「ATR-5000-D」
- ・「XY 座標を補正（C）」にチェックを入れる
- ・「観察->測定切換時に静止画にする（P）」にチェックを入れる

⑤ 顕微鏡設定バーの「透過/反射」タブをクリックし、「観察時と測定時で同じ光路（S）」にチェックがついていることを

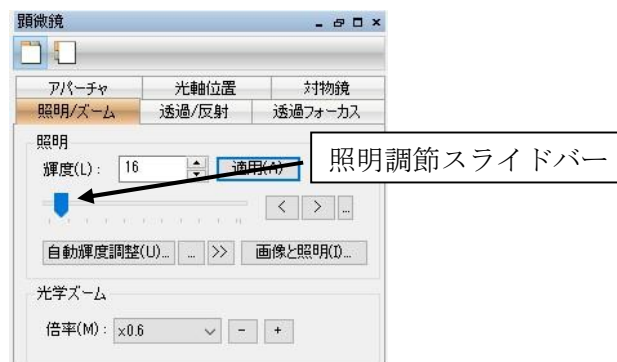


確認後、光路のプルダウンメニューを開き、「反射」を選択する。

- ⑥ 試料像を見ながら Z 軸スライダーを上下させ、焦点を合わせる。微調整はスライダーの上下にあるボタンをクリック。
コントラストが明瞭な試料はオートフォーカスで焦点が合うこともある。



- ⑦ 顕微鏡設定バーの「照明/ズーム」タブをクリックし、照明調節スライダーを動かし明るさを調節する。



- ⑧ 画面中心にサンプルを合わせる。

調整法 1

画面を見ながら試料台そのものを手で動かす。

調整法 2

矢印ボタンを選択し、画面上でドラッグすると矢印方向にステージが動く。

調整法 3

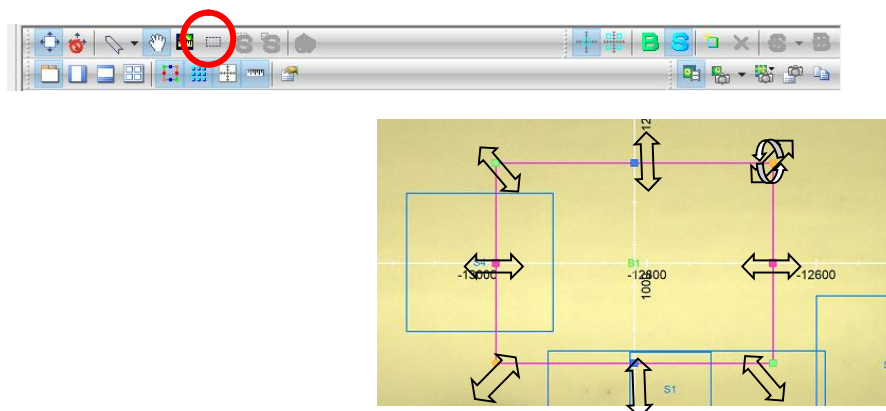
手のひらボタンを選択し、画面上で動かしたい方向にドラッグ&ドロップする。

調整法 4

画面の中心に持っていきたい場所をダブルクリックする。



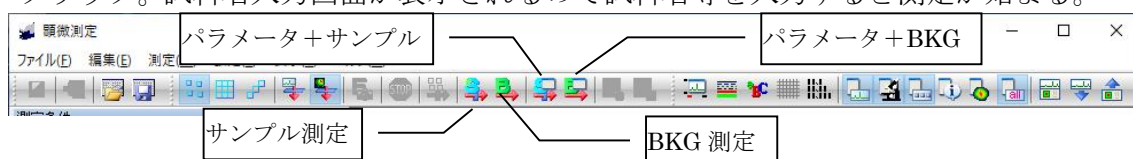
- ⑨ アパーチャを表示させた状態で「選択カーソル」を選択し、アパーチャを測定したい形状に合わせる。



【バックグラウンド及びサンプル測定】

サンプルと同じアパーチャ形状かつプリズムがサンプルに触れていない状態でバックグラウンドを測定（空気がバックグラウンド）した後、サンプルにプリズムを密着させて測定する。

- ① 「パラメータ+BKG」 をクリックし、画面中央に表示されるスペクトルのプレビューを確認後、「BKG 測定」 をクリック。
- ② 「パラメータ+サンプル」 をクリックし、圧力値が 0 になっていること確認後、（0 でない場合、「圧力値リセット」 をクリック）「Z 上昇」 をクリック。
- ③ 画面中央に表示されるスペクトルのプレビューを確認後、「サンプル測定」 をクリック。試料名入力画面が表示されるので試料名等を入力すると測定が始まる。



- ④ 測定終了後、「顕微イメージング解析」が自動で起動し、結果は別ウィンドウに表示される。データの保存は、画面左上の「ファイル (F)」内「名前を付けて保存」から行う。

【データ処理】

- ① 「顕微イメージング解析」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

⇒ 新しいウインドウが開き、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。

・ ATR 補正

「ATR 補正」 をクリック

⇒ 「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」により適宜ピークを加除する。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)ーピーク表示(P)から「バー、横軸」を選択する。

- ② データの保存は、「顕微イメージング解析」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。

※スペクトルデータのみを扱う場合、「スペクトル解析」でも解析できます。

同じフォルダ内であれば、別名で保存しても、次に「顕微イメージング解析」で読み込むと元の画像とともに表示されます。

【レポートの印刷】

- ① 「顕微イメージング解析」で印刷したいデータを選択する。
- ② 「ファイル (F)」内「印刷」をクリック（「タイトル (T)」にチェックを入れサンプル名を入力し、「スペクトル (S)」、「顕微画像 (I)」、「測定条件 (M)」にチェックを入れ、「印刷」をクリック。）



【装置の立ち下げ】

- ① 「スペクトル測定」、「顕微イメージング解析」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】

・ATR プリズムのエタノール洗浄

※プリズムは傷つきやすいため、エタノールを含ませたキムワイプなどで軽く拭いてください。