

フーリエ変換赤外分光光度計測定マニュアル 入門編
A guide to measurement of IR spectroscopy

Herschel シリーズ
JASCO FT/IR-410

特徴

試料に赤外線をあて、双極子モーメントが変化する分子骨格の振動、回転に対応するエネルギーの吸収を測定する。有機化合物を構成する基はそれぞれほぼ固有の振動スペクトルを与えるので、吸収波数より試料の定性分析ができる。

参考資料

FT/IR-410 フーリエ変換赤外分光光度計取扱説明書
ハードウェア／機能編
操作編 (Jasco スペクトルマネージャ for Windows95TM)

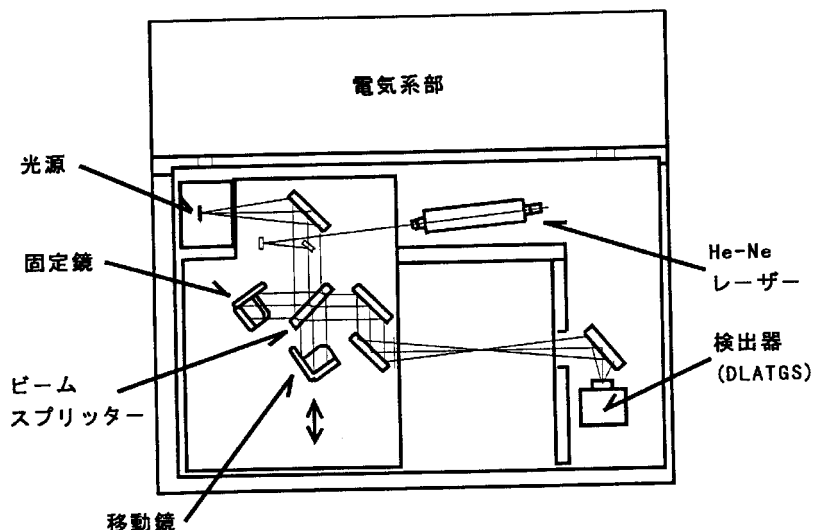
2003.2.15 作成 文責；北村

§ 1. 原理

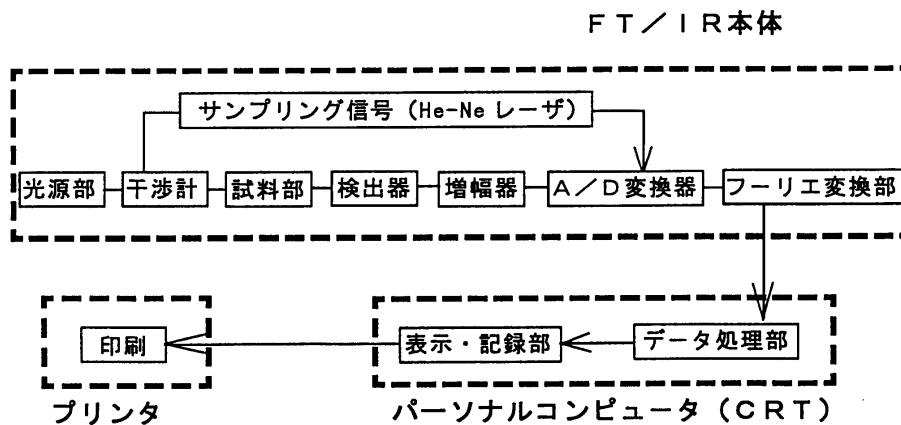
分子が赤外線を吸収するためには、分子の電気双極子モーメントが振動により変化しなければならない。この変化量が大きいほど（振動している原子間の距離が短いほど、また部分電荷が大きいほど）赤外吸収の吸収は大きいため、大きく強い赤外吸収が観測できる。

ある分子によって吸収される赤外光の振動数はその分子に特有なものである。また、分子中の官能基はほぼ独立した基として振動するので、官能基に特有な振動数を示す。よって、赤外線吸収スペクトル分析法は特に有機化合物の構造を特定するのによく使われる。

§ 2. 装置



FT/IR 本体内部の構造



FT/IR 本体・パーソナルコンピュータ・プリンタの作動関係

§ 3. 測定方法

◎KBr ペレット法

赤外透過材である KBr の可塑性を利用し、試料を KBr の固体粉末と混ぜ合わせたものを錠剤として赤外吸収を測定する方法。吸湿性物質には不適當であり、加圧により結晶形が変わったり、ハロゲン化アルカリと相互作用して状態が変わる場合（混晶、イオン交換、錯塩形成、水素結合など）があるので注意を要する。

1. ソフトの起動

- 1) FT/IR 本体の電源を ON にする（太鼓をたたくようなゴトンゴトンという音がし、その後初期化完了を示すピーピーピーという音がする）。
- 2) 2・3 秒してから PC の電源を ON にし、Windows 95 を起動させる。

＊1) 2)は停電時後の立ち上げ時に行う。通常は既に立ち上がっているので行う必要はない。停電に備えて電源を切るときには逆の手順で、まず PC の電源を切ってから（ディスプレイの電源を切るのも忘れずに）FT/IR 本体の電源を切る。

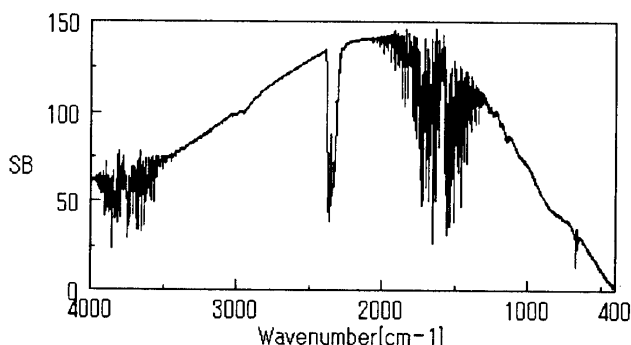
- 3) PC ディスクトップ画面上で「スペクトルマネージャ」のアイコンをダブルクリックし、スペクトルマネージャを立ち上げる。
- 4) スペクトルマネージャの「測定」一覧から「スペクトル測定」を選択し、ダブルクリックしてスペクトル測定のウィンドウを開く。
- 5) **パラメータ設定**ボタンをクリックし、必要なパラメータを設定する（通常は積算回数 16 回、分解 2 cm^{-1} 、干渉計速度 Auto に設定されており特に変更がない時には行わなくてよい）。

2. ベースの測定

- 6) メノウ乳鉢に KBr をスパチュラ 1 杯程度取り出し、すりつぶす（KBr は吸湿性であるので必要量取り出した後は放置しないでデシケータに戻すこと）。
- 7) 凸と凹のセル（丸形）をはめ合わせ、その穴にすりつぶした KBr を適量入れてプレスし、試料がほぼ透明になるようにする（試料を光にかざした時に向こう側が透けて見えるくらい）。

＊出っ張りが大きい方の凸セルと凹セルを組み合わせ、その穴の中によくすりつぶしてフワツとした KBr を丁度セルの上面まで入れると透明な錠剤が出来やすい。

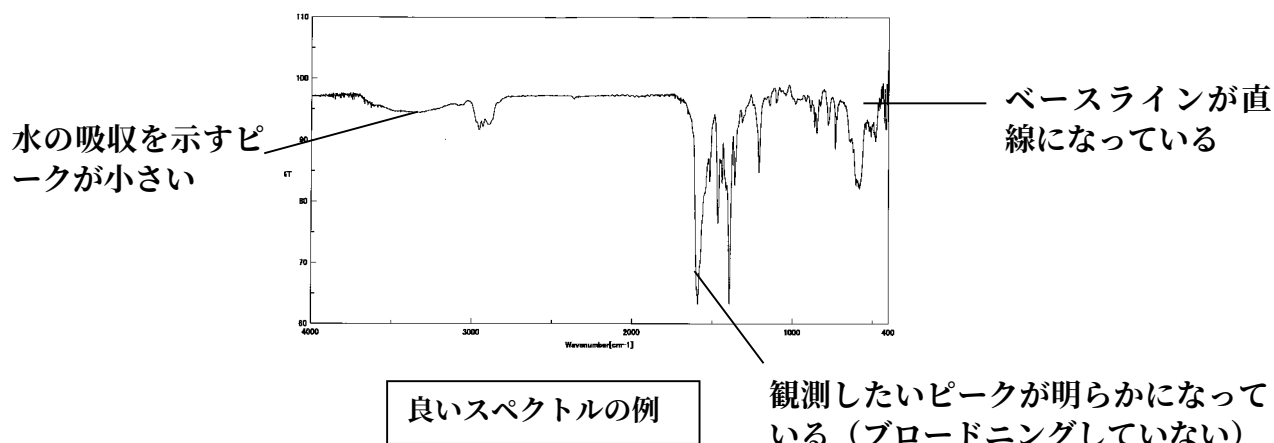
- 8) KBr を詰めたセルを枠にはめて、試料室中のサンプルホルダーにセットした後に、**バックグラウンド測定**ボタン（パラメータ設定を兼ねていない左側のボタン）をクリックし、ベースの測定を行う。
- 9) ベースの測定終了後、マッチ棒の裏側を用いてセルから KBr をはずす。



通常このような山形の波形になる

3. 試料の測定

- 10) 測定を行いたいサンプルを少量乳鉢に入れ、ベースの測定で残った KBr とすり混ぜる (KBr の量が不十分な場合は足し、測定試料にサンプルの色が少しつくくらいに調整する)。
- 11) 測定試料を 7)と同じ要領でセルに詰め、試料室のサンプルホルダーにセットする。
- 12) **サンプル測定**ボタン (パラメータ設定を兼ねていない左側のボタン) をクリックし、試料の測定を行う。



4. 解析

- 13) 試料の測定後、開いたスペクトル解析ウィンドウにおいて必要な解析データを選択し、ツールバーのデータ処理からピーク処理、ピーク検出をクリックして、ピーク検出ダイアログボックスを開く。
- 14) ノイズレベルを設定し必要なピークを検出できるようにする (通常はノイズレベル 1 に設定されているが、より粗い検出にしたい時には 1 より大きな数字にする)。
- 15) **実行**ボタンをクリックし、ピーク検出結果のダイアログボックスを開く。
- 16) スペクトル表示とピークテーブルで検出されたピークを確認し、**印刷**ボタンをクリックする (**OK**ボタンをクリックするとノイズレベルの設定が保存されてしまうので注意する)。
- 17) 印刷後はピーク検出ダイアログボックスを閉じ、解析されたスペクトルのメモリを消去する (通常はメモリが消費されていくのを防ぐために消去するが、重要なスペクトルについては C ドライブ中に各自フォルダを作って保存する)。

5. 洗浄

- 18) 試料をセルから取り出して、イオン交換水、アセトンの順に丁寧に洗浄する (セルの凹の部分に試料が残りやすいので、KBr を溶かすイオン交換水で注意深く洗う)。
- 19) 18)と同じ要領でメノウ乳鉢やスパチュラも洗浄する。
- 20) アセトンが乾いたらタッパー容器の中にそれぞれ戻す。

6. 最後に

- 21) 測定終了後、測定した内容 (使用者・測定日時・測定法・プリント数) をノートに記録する。

◎ヌジョール法

調整が簡単で、適応試料範囲も広いものとして、試料を屈折率がほぼ似通った液体に分散させる方法があり、赤外領域に吸収が少なく、不揮発性で安価な流動パラフィン（ヌジョール）が分散用の液体として用いられる。730 cm^{-1} , 1375 cm^{-1} , 1460 cm^{-1} , 2800-3000 cm^{-1} 付近にヌジョールの吸収があるため、この付近に吸収を示す化合物の測定には適していない。また、この方法は定性分析には向くが、定量分析には向かない。

1. ソフトの起動

KBr 法と同じ

2. ベースの測定

6) 試料室に何も入れない状態でバックグラウンド測定ボタン（パラメータ設定を兼ねていない左側のボタン）をクリックし、ベースの測定を行う。

3. 試料の測定

7) KBr 板にヌジョールを少量乗せる。

8) ヌジョールを乗せた上に少量のサンプルを乗せる（ヌジョールとサンプルの割合によってサンプルのピークが見えにくくなるので量を調整する）。

9) もう一枚の KBr 板で試料を挟み、ヌジョールとサンプルが混ざるようにすり合わせながら薄く広げる。

＊すり合わせた時に、サンプルの色が消えずに残るくらいの方がよい。

10) KBr 板専用の枠（中心に穴の空いた 2 枚の四角い枠を 4 本のネジで固定するタイプのもの）の 2 枚のゴムの間に、測定試料を挟んだ KBr 板を置いて 2 個のネジで締めて固定する（強く締めすぎると KBr 板が割れるので注意する）。

11) 試料室のサンプルホルダーにセットする。

12) サンプル測定ボタン（パラメータ設定を兼ねていない左側のボタン）をクリックし、試料の測定を行う。

4. 解析

KBr 法と同じ

5. 洗浄

18) KBr 板を測定用の枠からはずす。

19) KBr 板をアセトンで流して洗浄する（KBr 板は水に溶けるのでくれぐれもイオン交換水で洗ったり、廃液の中に落とさないように注意する）。

20) アセトンが乾いたらキムワイプで包んでタッパー容器の中に戻す。

6. 最後に

KBr 法と同じ