2019年9月6日

11号館2階51番部屋

59番 円二色分散計［JASCO J-820］簡易測定マニュアル

【基本的な注意事項】

（１）「研究設備オンライン予約システム」で予約。使用時は記録ノートを必ず書く。

（２）トラブルの場合、各研究室の責任者が対処する。

（３）責任者に対処が難しい場合は連絡。測定トラブルを放置しない。

（４）測定後、窒素ボンベが30 (3 MPa)以下になったら放置せずに連絡。常に予備を１本確保。また、使用前に30以下の場合は窒素ボンベを交換し忘れている可能性があるため、連絡。

（５）測定容器は各研究室で用意する。

（６）ペルチェなど（メルティング）の測定も可能です。必要な場合は、相談してください。

（８）溶液・錠剤・単結晶などは問わない。

（７）測定可能な波長領域は、167-1100 nm。

連絡先：川﨑研（内線5792）

【測定方法】

① 窒素の供給

（１）窒素ボンベの元栓を反時計回りにひねって開ける。ボンベの元栓以外には触れない。

（２）右のメーターに窒素の残量がMPaで表示されるので、10倍した整数値を記録ノートに記入。

（３）流速の調整。装置左脇についている柱状の2つのメーターの、左側のメーターを回して、最初は3-5 L/minに合わせ、装置内に窒素が充満したと判断されたら、2 L/minにおとす。ただし、流速は測定波長に依存する（以下に理想流量（目安）を記載）。

200 nm以上：7 L/min

190 nm付近：20 L/min

170 nm以下：50 L/min\*

\* 理想流量を守るとすぐに窒素ボンベが空になってしまうので、測定波長が200 nm以上の場合は2 L/min程度で大丈夫です。

② ランプ等冷却のため循環水を流す

冷却水循環装置のスイッチを入れる。

（設定：20 ℃、PumpとRefrigeratorの点灯を確認のこと）。

③ 装置の起動

（１）装置の正面左下にあるスイッチを入れる。

（２）パソコンは常に起動した状態（電源を切らない）。デスクトップにある「Spectra Manager」を立ち上げる。

（３）「装置」/「起動」：自動的に窒素充填やXeランプ等のチェックが開始。

（「HTチェック」で異常の場合、光路を遮るものがないかチェック。異常がなければランプ交換の可能性）

④ 測定条件の設定

（１）「スペクトル測定」をダブルクリックして、「スペクトル測定」を立ち上げる。

（２）「測定」→「測定条件」（以下に参考値）

感度：Standard

データ間隔：1 nm

走査速度：100-200 nm/min

レスポンス：1 sec

バンド幅：1 nm

積算：任意（1回でも可。16-32位もあり。サンプル依存。）

⑤ ブランクとサンプルの測定及び解析

（１）ブランク試料をセットし、「開始」をクリックする。

　　　（測定終了で自動的に「スペクトル解析」が立ち上がり、測定結果表示。）

（２）サンプルをセットし、「スペクトル測定」画面に戻し、「開始」をクリック。

（３）ブランクの測定結果を手前に持ってきて「編集」/「スペクトルのコピー」、次にサンプルの測定結果を手前に持ってきて「編集」/「スペクトルの貼り付け」で1つのチャートに2つのスペクトルを重ね書きする。

 「データ処理」/「共通のオプション」/「データ間の四則演算」、符号を「－（マイナス）」に変更し、「OK」をクリック。ブランクを差し引きしたスペクトルが表示される。

（４）必要であれば、「データ処理」/「補正」/「スムージング」で値などを変えてスペクトルをなめらかにする。（例えば、方式が「単純移動平均」の場合、「コンボリューション幅」を大きくするとよりなめらかになる。）

（５）「データ処理」/「CD-オプション」/「HT->OD変換」（HTをAbsに変換）

⑥ 結果の保存

「ファイル」/「名前を書いて保存」を選び、「保存する場所」を決め、「ファイル名」を打ち込み、「ファイルの種類」を保存用に.jwsのものと、Excel用に.txtのものをそれぞれ作成。

⑦ 全ての測定が終了した後

（１）「スペクトル測定」及び「スペクトル解析」を閉じ、「スペクトルマネージャー」で「装置」/「停止」の後、「スペクトルマネージャー」を閉じる。パソコンはシャットダウンしないこと。古すぎるため、うまく立ち上がらないことがある。

（２）装置のスイッチを切って、冷却水を流したまま２０分程度待つ（光源が熱いまま冷却水を停止すると、光源だけでなく本体に致命的なダメージを与えることになる）。

（３）冷却水循環装置のスイッチを切る。

（４）窒素の残量を使用記録ノートにメモしてから元栓を閉める。圧力が０になったら、装置左脇の流量調節つまみをしめる（ボンベについているレギュレーターのコックには触れないこと）。

\* 測定終了後、ボンベの残量が30 (3 MPa)以下になったら連絡する。