

レーザーラマン分光装置 NRS-3100KK 操作説明書 ver. 1.3

平成 20 年 02 月 05 日

K. K from K lab.

【操作前の注意事項】

- 一つ一つの部品が非常に高価であるので、注意事項を守った上で操作すること。
- 誤った操作を行うと、CCD 検出器が故障する原因となるので、注意すること。
- 万が一、誤った測定条件で測定を走らせた場合は、すぐに、試料室の DOOR ボタンを押すこと。

【始動操作】

1. 785 nm のレーザーを使用したい人は、785 nm 用レーザーのキーを ON 側に回す。
2. 本体のスイッチの電源を ON
3. パソコンのスイッチの電源を ON
4. **スペクトルマネージャ** をダブルクリック
5. NRS-3100 タブの **スペクトル測定** をダブルクリック
6. **パラメータ** をクリック
7. **装置** タブをクリックし、使用する光源に従って以下のようにセットする。

	532 nm	785 nm
グレーティング	L1800	L600/B750
レーザー	Green(532 nm)	LD(785 nm)
BS/DM	BS 30/70	DM/785nm

(*ラマンシフトを調整する項があるので、 $\pm 2 \text{ cm}^{-1}$ 以上のずれがある場合は、ここで再調整する)

8. 選択したレーザーに併せたノッチフィルターを設置する。
9. **OK** を押す(光軸系が変わる)。このとき、ノッチフィルターの装着や、中心波数のエラー、対物レンズの適合性のエラーなどが表示された場合は、それに従って、変更する。
10. **CCD 温度** をクリックする。設定温度が -65°C であることを確認して **閉じる** を押す。

(レーザーを付けてから 30 分待つ)

(CCD 温度が -65°C になるのを待つ→マークが黄色の場合 unlock されており、利用できないが、マークが緑色になれば lock され利用可能状態となる)

【測定】

11. **DOOR** ボタンを押して、試料室を開ける
12. 試料をセットする。
13. **P+サンプル** をクリックする。
14. **基本** タブをクリックし、中心波数を設定する。532 nm の場合、 $\pm 600 \text{ cm}^{-1}$ (default 850 cm^{-1})、785 nm の場合、 $\pm 900 \text{ cm}^{-1}$ (default 1150 cm^{-1})
15. **装置** タブをクリックし、光学系を確認する。

16. **試料観察** タブをクリックする。
17. フォーカスを Z つまみであわせ、試料位置を XY つまみであわせる。この際、対物レンズの倍率も変更する。試料の焦点は、低倍から順に合わせていく。

対物レンズの倍率 レーザーサイズ

100 倍→1 μ m

20 倍→5 μ m

5 倍→20 μ m

SRI にチェックを入れると、分光器系と光軸系が一致しているかどうかをチェックする。このとき、レーザーが絞られていないと、低波数側に散乱を生じる。また、計測ボタンで画面上の試料のサイズなどを計測することができる。終了したらチェックを外す。

18. **DOOR** ボタンを押して、とびらを閉める。
19. **基本** タブをクリックする。
20. 測定減光器は **OD5** ぐらいからはじめて、**OD1** ぐらいまででスペクトルの解像度を調整する。5~1 などの値は吸光度を示している。
21. スリットを決定する。通常は **ϕ 0.05 mm** を用いる。どうしても測定できない場合は、スリットを大きくするが、できるだけ小さい方が、分解能が良い。
22. プレビューボタンを押し、プレビューを止めて、**スペクトル** タブをクリックする。
23. ある程度プレビューでスペクトルを確認したら、露光時間(通常は 5 s 程度。場合によって変更する)、積算回数 (通常は 2 回。宇宙線を取り除くため) を決める。対物レンズを使用のものとも一致させる。
24. **測定開始** ボタンを押す。
25. 測定終了後、データがスペクトル分析へ移行する。

【温調装置の使用】

26. 循環冷却水のポンプを立ち上げる。
27. 電源を立ち上げる。
28. 昇温率を RATE X10, RATE /10 並びに RATE STEP で設定、保温温度をダイヤルで設定する。START を押せば、温調が開始される。HOLD を押せば、現段階の温度で保温してくれるが、制限時間は 2 分間まで。保温時間が気になるようだったら、ダイヤルで設定するのが無難。
29. この基板に試料をマウントして測定。(ちなみに、溶液などの場合には、工夫が必要)

【偏光子の使用】

30. 偏光子と補助フィルタをさして、同様の測定を行う。
31. 0° の時、装置に対して前後方向が X 軸に偏光が入る。90° の時、装置に対して左右方向に偏光が入る。

【分析】

32. スペクトルのファイルは保存すると、*.jws となる。これは、新形式のものであるので、UV-vis 用のソフトでは開けない。これらのソフトで開けるようにするためには、エクスポート→旧形式の jws で保存する。
33. ピーク検出、オフセット表示、テキスト変換などは UV-vis スペクトル(日本分光)のものと同ほとんど同じなので割愛

【終了操作】(順番は守ること)

34. すべての画面を閉じて、スペクトルマネージャーを「プログラム」→「閉じる」の操作で閉じる。この際、CCD 温度が表示されて、-60℃から順に温度が上がっていく。温度が 0℃になったら勝手にスペクトルマネージャーが閉じられる。間違っても終了ボタンを押さない！！故障の原因になる。
(万が一終了ボタンを押してしまった場合は、すぐにスペクトルマネージャーを立ち上げ直して同じ操作を行う)
35. 本体の POWER を切る
36. 785nm のレーザーを切る。
37. ノッチフィルターや偏光子を外して、デシケーターに入れる。
38. 使用簿に記載する。