

# 原子吸光分光光度計

## 島津製作所 AA-6300



分析計測分野 kikibun@okayama-u.ac.jp

<u>目 次</u>

○表紙・・	• •	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	1
○利用ルー	ール・	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	2
○装置の立	ちょ	こげ	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	3
○測定制御	リソフ	っト	の	起	動	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	3
○装置の立	57	「げ	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	12
○注意が必	く要な	ょう	ン	プ	の	取	IJ	扱	い	-	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	13

### 島津 原子吸光分光光度計

AA-6300

簡易マニュアル

2012.05.28 太田弘道 編

2019.7.25 小坂 恵 改訂

#### 原子吸光分光光度計利用ルール

1)利用前には、機器管理責任者に連絡して利用承認を得るとともに、機器予約システム に登録する事。なお、支払い責任者が利用登録した全ての利用者の機器使用に起因する一 切の責は、支払責任者が負うものとします。

2)利用講習会を受講するか、使用方法に習熟した者の指導の元で訓練を受けた後で、利用を開始する事。なお、使用方法に習熟した者については、分野が指定した者とします。

3)利用時には必ず利用記録に以下を記録する事:

- (1) 利用日,
- (2) 利用時刻(電源を ON した時刻と OFF した時刻),
- (3) 利用時間(30分単位で記載),
- (4) 利用者名,
- (5) 支払責任者(担当教員)名と内線番号,
- (6) 利用したホソカソードランプの種類(測定対象元素の種類),
- (7) グラファイトカーボンチューブ使用回数,
- (8) アルゴンガス残量(1次圧力計の値),
- (9) もしあれば、利用者コメント(消耗品交換や機器不調情報等)

4) 試料・希釈液・容器等、測定室に持ちこんだものは全て持ち帰り、測定室内に物品を 残さない事。ゴミも持ち帰ること。

5) 退室前にすべての電源の 0FF, 及び, アルゴンガスボンベと冷却水の締止を確認する事。 6) 測定開始前に, アルゴンガスボンベの残量, グラファイトカーボンチューブとホロカ ソードランプの使用時間, ランプ寿命を確認して下さい。消耗品・消耗部品の交換寿命は 下記とします。交換の要がある場合は監守者にご連絡ください。

- (1)アルゴンガス 残圧1 MPa
- (2) グラファイトカーボンチューブ 500 回~1000 回
- (3) ホロカソードランプ 2000 時間

7) 消耗品・消耗部品の交換は、監守者あるいは機器管理責任者、もしくは、これらの者 から許可を受けた者が行う事。

8)長時間(5時間をめどに)使用する場合は、チャンバー部分の清掃を、利用開始前および利用開始後の2回行うこと。

9) 故障・トラブルの際は、直ちに、監守者と担当教員へ連絡する事。その後、監守者と 機器管理責任者に故障・トラブルの経過および対応の経緯について報告する事。

機器管理責任者 石川 彰彦 (内線 7639)監 守 者 小坂 恵 (内線 8747)

#### 1. 装置の立ち上げ

Ar ガスの残量が 1MPa 以上あることを確認して、1 次、3 次バルブを開ける。2 次バルブ は触らないこと。

水道水を流す。流量が不足している場合は、装置側で判断して警告が出るので、その時 に流量を上げる。注)燃料ガスではない。



装置の電源を入れる 全部で4か所(①~④)



パソコンの電源を入れる

#### 2. 測定制御ソフトの起動

デスクトップのアイコン「AizAArd」をダブルクリック



開いた画面の装置の部分をクリック



点検リストが表示される。(3)のグラファイトチューブの加熱回数が、使用ノートの前 回使用者の数字と一致しているかを確認する。

※注意※ 回数が 1000 回を超えているときは交換が必要。ただし、1000 回を超えた状態で使用しても装置に負担がかかることはないので、急ぎの測定の場合はそのまま使用してもよい。測定を中断した場合も、続行する場合も必ず監守者に報告すること。

ファーネス用始業点検リスト
「1) ファーネス部クリーニング実施」 GFAの電源スイッチ140FFの状態で行ってください 温度センサ部 グラファイトキャップ(物に温度センサル) グラファイトネルダ 変形/ケット 変形 シール えつイト金具
〇 ② グラファイトチューブがセットされていること
□ ② グラファイトチューブの加熱回数の確認
現在のファーネス加熱回数: 63
□ (4) 冷却水、アルゴンガスを供給すること
🔲 (5) GFAの電源スイッチ、加熱スイッチをON(グラファイトチューブのセット後)
ОК

「OK」をクリック

WizAArd ログイ	y	
	WizAArd	
ロゲインID(L):	admin	ОК
パなワート*( <u>P</u> ) :		キャンセル

ログイン画面が表示されるので、ログイン ID に「admin」、パスワードは空欄のまま「OK」 をクリック。



起動直後の画面。新しく測定を開始するために「ウィザード」タブから

「元素選択」を選び、「OK」をクリック。

(「最近のファイル」、「最近のテンプレート」を選択することで、以前の測定条件を呼び出すこともできる)

元素選択	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
	測定元素を選択してパラメークを編集します。 一元素   源長   29かNo.   測定終了。  コメント	元素選択         ハライ·端県、「2907 395、また           上へ         下へ           前除         別定元素           援続         1
	(戻る(四) 次へ(如)> 完了 (新)	<u>کوار مرازم</u>

「元素選択」をクリック。

パラメータ読出					X
クックブック   テンプレート					
<ul> <li>フレーム吸引法</li> <li>フレームー 滴法</li> <li>HVG MVU</li> <li>ファーネス法</li> <li>ノーマルランフ<sup>*</sup></li> <li>SRランブ</li> <li>ASCを使用</li> </ul>	□	ファーネス 670.8 nm 0.7 nm NON-BGC 8 mA 0 mA 時間 加熱モート (sec) 20 RAMP 10 RAMP 10 STEP 3 STEP 3 STEP	<sup>*</sup> 感度 かれ種類 REGU #1 REGU #1 REGU #1 REGU #1 HIGH #1 HIGH #1	ガス流量 サンフツング (L/min) 0.10 OFF 1.00 OFF 1.00 OFF 0.00 OFF 0.00 OFF 0.00 ON	
					2
			OK	キャンセル ^	ルプ

図の4か所をチェック。「OK」をクリック。

※注意 ランプの交換を自分でできない(許可されていない)場合は、マシンタイムの 予約を行う際に、使用予定日時と使用ランプを監守者に連絡してください。

元素選択	
	期定元未な選択してパラメータを編集します。 「元素 注を了 >>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>>
	〈戻る(B) 次へ(W) 完了 キャンセル へルナ (D)

指定した元素が登録されたのを確認して、「次へ」をクリック。



「検量線の設定」をクリック。

棱	量線0	)設定															
Г	- 標準 次数	添加法 1次	•	濃度単	●位 「	ppm	-	同會	:条件の ミキシン	共通 50N	設定 — 	シン	グ設定			0 更	K ¥fi
l	□ 原	点通過	ł				J	繰:	返測定回	回数	<u> </u>	ティンク	∿炉内濃	縮		キャン	セル
	G	にブラン	ンク/QC	つスタン:	ダード設	定					武	薬の調	没定		読出	3	保存
7	ランク調	合条件				-										_	
		自動	頖賡	位置	武科 (uL	<b>里</b> .)	希教3 R1	æ	36 – 34 R2	*	36	*	第三副 R4	.*	合計 1	Ł	
			20	1	10	I	0		0		0		0		10		
У.	지-7管	間合条 自動 []	件 <b>類度</b> 20	<b>2</b>	<b>Æ</b>	<b>位置</b> 1	武料1 (uL) 10		<b>希訳</b> R1	æ	第一試 R2 0	¥	第二記 R3 0	¥	第三武 R4 0	¥	<b>슴計1</b> 10
	<																Þ
村	食量線測 行数	ll定シー 3	カンス 更	新	行挿	入	行開	削除		未知	試料濃度	上限		0.0	000		
		1	動作	サン	/ <b>1</b> //ID	<b>設</b> )	を達度	ť	酒		料量 (uL)	希	i祝液 R1	第・	─試業 R2	第	二試業 R3
		STD				0.	4000	1			10		0		0		0
	<u> </u>	STD				1.	2000	1			10		0		0		
	<														-		~

必要な情報を入力する。主に入力が必要なのは図の二か所。行数(検量線用試料の数)、 設定濃度、位置(オートサンプラー)の指定は必須。(赤枠)繰返測定回数を変更した い時もこの画面から。(青枠) 入力が終わったら「OK」をクリック。



「試料グループの設定」をクリック。



試料情報を入力する。必ず必要なのは試料数とオートサンプラー上の試料の位置。入力 が終わったら「OK」をクリック。実濃度単位が分かれば、入力。 元の画面に戻り、「完了」をクリック。

装置と接続/パラメータ送(	ž į
	装置の電源をONにして [接続パパラメータ送信]ポタンをグリックします。 「接続パパラメータ送信]
	装置との接続時に ASCやらFA の電源が入っていなかった ためにそれらのサプションが正しく認識されなかった場合はオオプション接続をやり直してください
	》 満定元素: [L177-ネス ▼
	< 戻る(b) 次へ(b) 売了 キャンセル ヘルブ

「接続/パラメータ送信」をクリック。装置との通信確認が実行される。水道水、Ar ガ スが不足している場合は警告が出るので、指示に従う。(不安な場合は必ず監守者に連 絡すること。)

装置の初期化	
AA : AA-6300 ASC: ASC-6X0 GFA: GFA-EX7	v1.09 A30524300716 10 v1.75 A30324302189OP v1.01 A30534200222LP
<ul> <li>ROM チェック</li> <li>シリアル番号</li> <li>Witz AArd</li> <li>() () () () () () () () () () () () () (</li></ul>	C2H2 バルブ原点サーチ      読出     助燃ガスバルブ原点サーチ      で安全装置の点検を行うことができます。動燃ガス圧モニタの点検を行いますか?     ばい     ていえ     いいえ     いい     いい     このの     このの     このの     このの     このの     この     このの     このの     このの     このの     この     この
<ul> <li></li></ul>	チ )ドレインセンサ点検 iサーチ //下) ア中 OK ◆ NG (未接続) OK

フレーム法に関する確認項目が表示される。現在はファーネス法で使用しているので、 「いいえ」をクリック。

Wiz AArd	
♪	ドレインタンクの水位が足りません。
	OK

この装置では使用しないので、「OK」をクリック。

Wiz AArd	
2	フレーム測定を行いますか? フレーム測定を行うときは「はい」を選択し、フレーム用始業点検を実施するようにしてください。

「いいえ」をクリック。

燃料ガスについて警告が出るが、燃料ガスは使用していない。

装置と接続/パラメータ送(	Ĩ			Þ
	装置の電源をONにして [損続/バラメータ送信]ボタンをグリックします。		捕続/パラメータ送信	
	装置との根拠時に ASOやGFA の音源が入っていなかった ためにそれらのインションが圧しな習慣れなかった場合はオ プション構成をやり直してください		オブション接続	
		₩	測定元案: 【10 <del>7-42</del> 】▼	
	〈 戻る(史)   次へ(仏) >	完了		

「次へ」をクリック。

分光器パラメータ		×
	ば     は     な     は     な     は     な     は     な     な     は     な	
	予備点灯 ラインサーチ	
	〈戻る(2) 次へ(1)〉 完了 キャンセル ヘルブ	

「次へ」をクリック。



「OK」をクリック。



「閉じる」をクリック。



GFA チューブ種類:「高密度チューブ」を選択。「完了」をクリック。



検量線、試料の測定条件が反映されている。訂正があれば、この画面から訂正できる。 「START」をクリックすると、自動的に最後まで測定を行う。



「OK」をクリック。



名前を付けて保存で、測定条件、測定結果を保存できる。テキストファイル(タブ区切り)で保存することも可能。※重要 GC チューブの使用回数をメモしておく

#### 3. 装置の立下げ

ファイル>終了で測定ソフトを終了する。(必要ならデータをセーブする。) パソコンを切る 装置の電源を切る。(4か所) 水道水、Ar ガスを止める。 利用記録を記入する。

#### 注意が必要なランプの取り扱い

[Na ランプ]

吸収線が3本あるので、D2(589nm)を選択する。

1. 分光器パラメータの選択

分光器パラメータのページから、波長589.0を入力する。

分光器パラメータ			
	Na         波長:         (185.0 -         スリット幅(nm):         点灯モード:         ソケット番号:         ランプ位提 で回せる。	589.0  900. Omm  0.2  NON-BGC  4  3ンプ位置設定…  全設定ボタンをクリックすると、ターレットが手いており、ランプが交換できます。	ランプ電流: Low: (0 - High: (0 - EMISSIONラ
	ランプID:	Na-1	
	点灯:		

自動的に、590nm付近のピークが選択されるので、確認すること。



2 温度プログラムの選択



データを取るステップのところで、チェックを入れて感度を上げる。 GFA チューブ種類:「高密度チューブ」を選択。 {Cs ランプ}

制御用ソフトウエアに、Cs 用の温度プログラムはない。デスクトップの、Cs フォルダーの中にある Cs. fur4 を選択して使用すること。

温度プログラムがないため、立ち上げ時に「温度プログラムがありません」や、パラメー タ送信時に「装置にパラメータを送ることができませんでした」などのエラーメッセージ が出る。

田 田	20 10 10 3 3 2	加熱 そへド RAMP RAMP STEP STEP STEP STEP		カゲス 種類 #1 #1 #1 #1 #1 #1 #1	A b s	0.800 0.700 0.600 0.500 0.400 0.300 0.200 0.100 0.000	3000 2500 2000 1500 e 9 1000	<ul> <li>読出</li> <li>保存</li> <li>行挿入</li> <li>行挿脉</li> <li>コーライング・濃縮</li> <li>ラスト測定</li> <li>カリーニング</li> <li>GFAチューブ交換</li> <li>温度サーチ</li> <li>オートゼロ</li> </ul>
最大ステーン数: aFAチューフ種類:	6 ÷	サンフリ ステージ チューブ	ング No.:	5		-0.100 -0.200 0 25 Sec	0	

P11 温度プログラムの設定時に、読み出しを行う。

右上「読出」ボタンを押して、デスクトップの、Csフォルダーの中にある Cs.fur4 を選択。

ファイルを開く			?🗙
ファイルの場所の:	Cs	- <b>E</b> 👬 🗐 -	
☐ ooga ☐ 新しいフォルダ ☐ Stur4			
ファイル名(1):	Cs.fur4		<u>影(@)</u>
ファイルの種類(工):	温度プログラム (*.fur4;*.fur)	**	ritu

温度プログラム設定画面、左側に温度プログラムが読みだされる。サンプリングステージ No5 にチェックを入れて感度を上げる。

GFA チューブ種類:「高密度チューブ」を選択。

{Sr, Cs, K など}

他のランプに比べて、吸収線が弱いため、ファーネス位置の微調整が必要な場合がありま す。[-1.000]など測定不能な状態が長く続くようであれば、位置調整を行いますので、ご 相談下さい。何度か立ち上げ直す必要がある場合があります。

利用可能光源: (R1 年 5 月現在) ランプ情報は HP に随時更新するので、確認すること。 Li, Na, Mg, Al, K, Ca, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Rb, Sr, Pd, Ag, In, Sn, Cs, Pt, Pb (22 種類)