

原子吸光分光光度計

島津製作所 AA-6300

一般ユーザーマニュアル

分析計測分野
kikibun@okayama-u.ac.jp

目 次

○表紙	1
○利用ルール	2
○装置の立ち上げ	3
○測定制御ソフトの起動	3
○装置の立ち下げ	12
○注意が必要なランプの取り扱い	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 OFF、及び、アルゴンガスポンベと冷却水の締止を確認する事。

6) 測定開始前に、アルゴンガスポンベの残量、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。

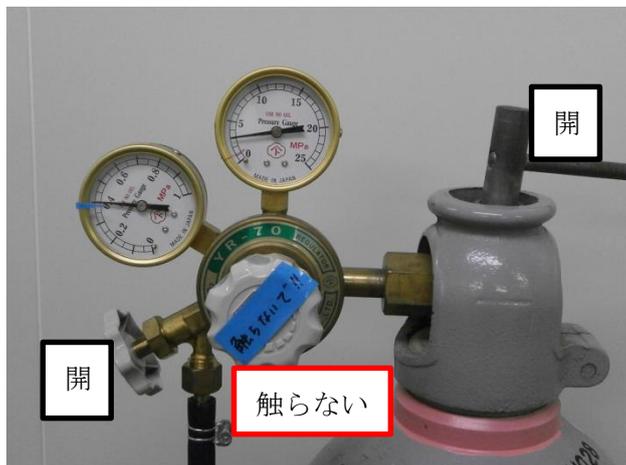
機器管理責任者 石川 彰彦 (内線 7639)

監 守 者 小坂 恵 (内線 8747)

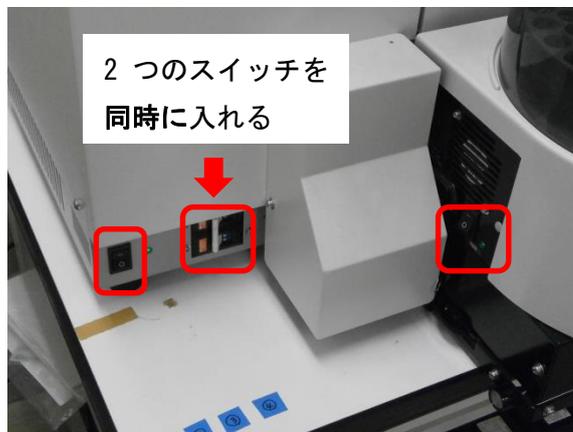
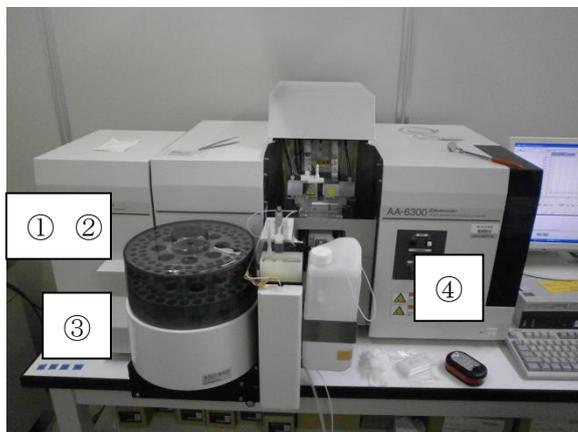
1. 装置の立ち上げ

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

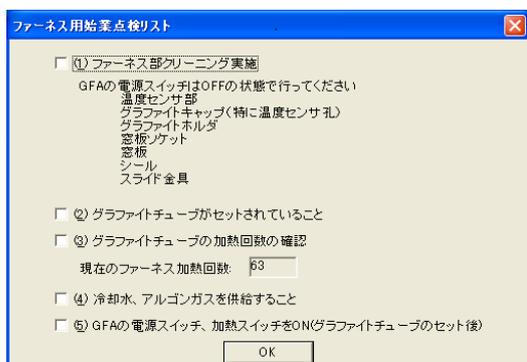


開いた画面の装置の部分をクリック



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。

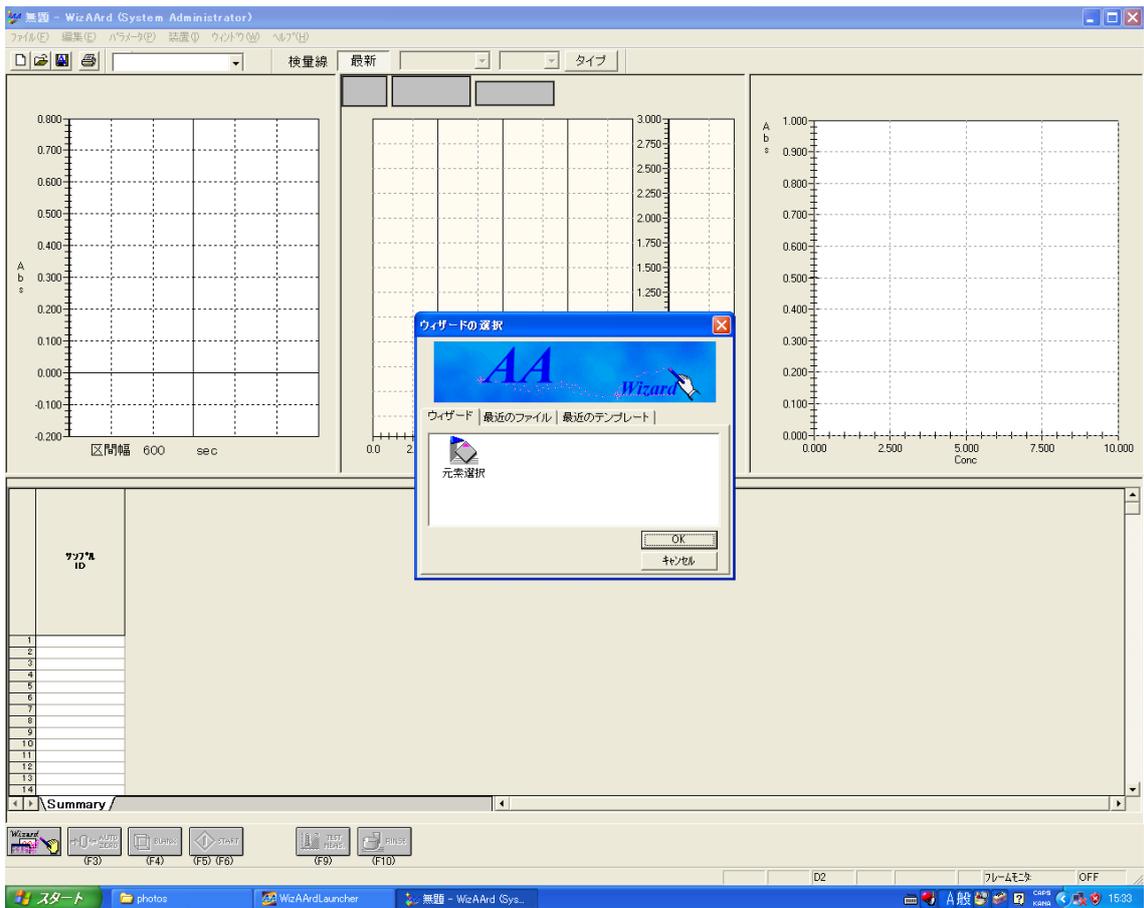
※注意※ 回数が1000回を超えているときは交換が必要。ただし、1000回を超えた状態で使用しても装置に負担がかかることはないので、急ぎの測定の場合はそのまま使用してもよい。測定を中断した場合も、続行する場合も必ず監守者に報告すること。



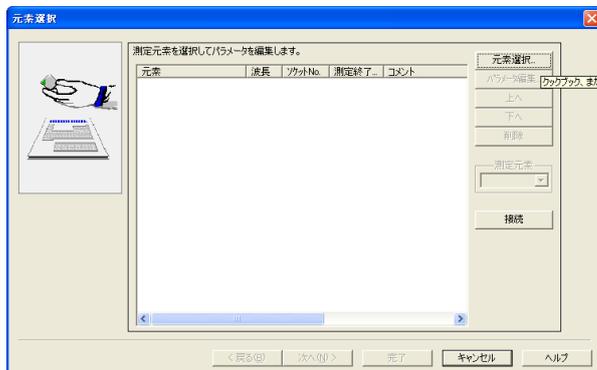
「OK」をクリック



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）

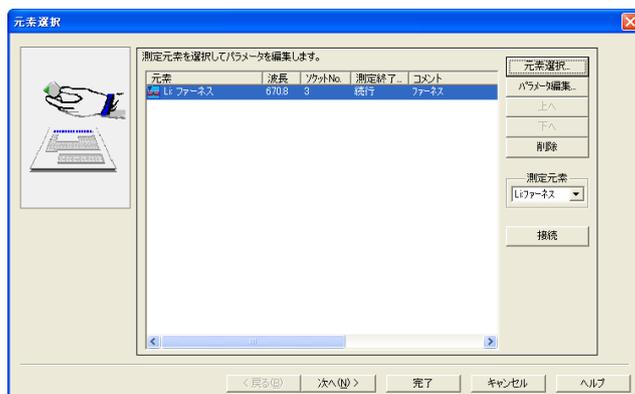


「元素選択」をクリック。

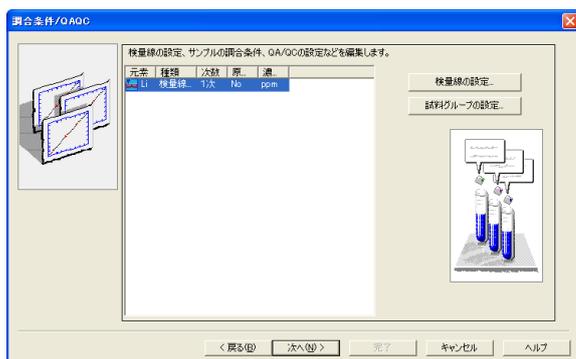


図の4か所をチェック。「OK」をクリック。

※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。



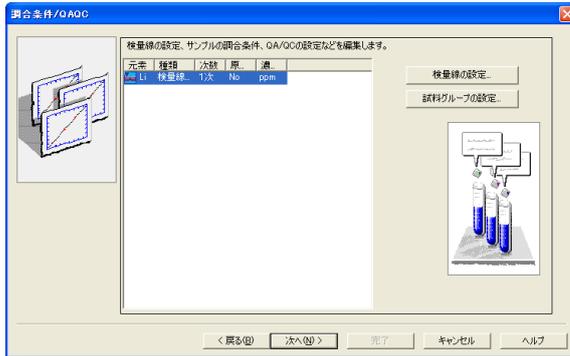
指定した元素が登録されたのを確認して、「次へ」をクリック。



「検量線の設定」をクリック。



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。

試料グループ設定

試料グループ番号: 1

重量補正係数

採取量(WF): 1.000000

メスアップ量(VF): 1.00

希釈率(DF): 1.00

その他係数(CF): 1.000000

実濃度単位: ppm

未知試料/スパイク調査条件

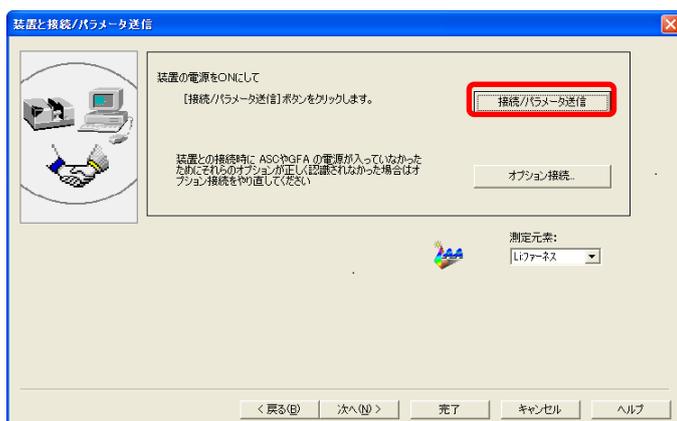
種類	添加濃度	試料量	希釈液 R1	第一試液 R2	第二試液 R3	第三試液 R4
未知試料		10	0	0	0	0
スパイク	0.0000	10	0	0	0	0

未知試料/スパイク測定シーケンス

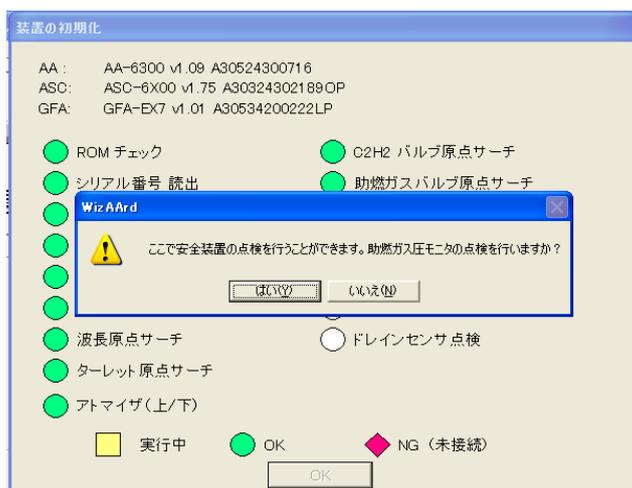
	動作	サンプルID	位置	採取量	MRT挿入
1	UNK		4	1.000000	<input checked="" type="checkbox"/>

試料数: 1

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。



「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。)



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



この装置では使用しないので、「OK」をクリック。



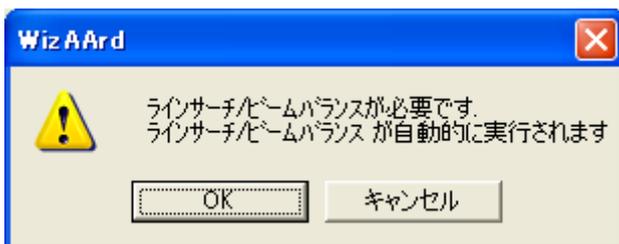
「いいえ」をクリック。
燃料ガスについて警告が出るが、燃料ガスは使用していない。



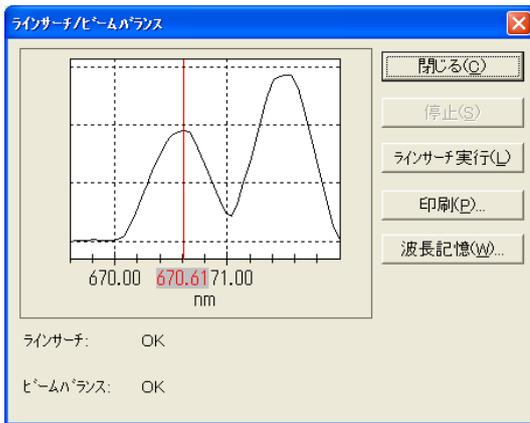
「次へ」をクリック。



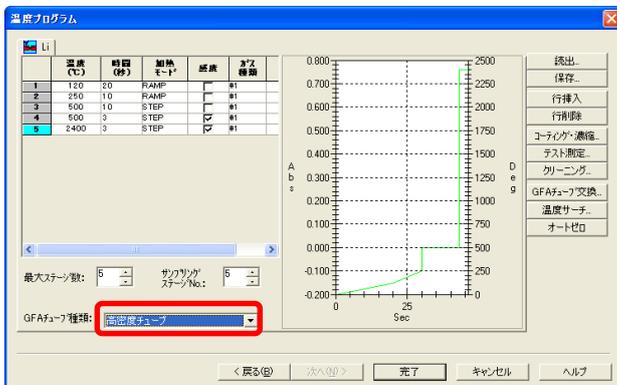
「次へ」をクリック。



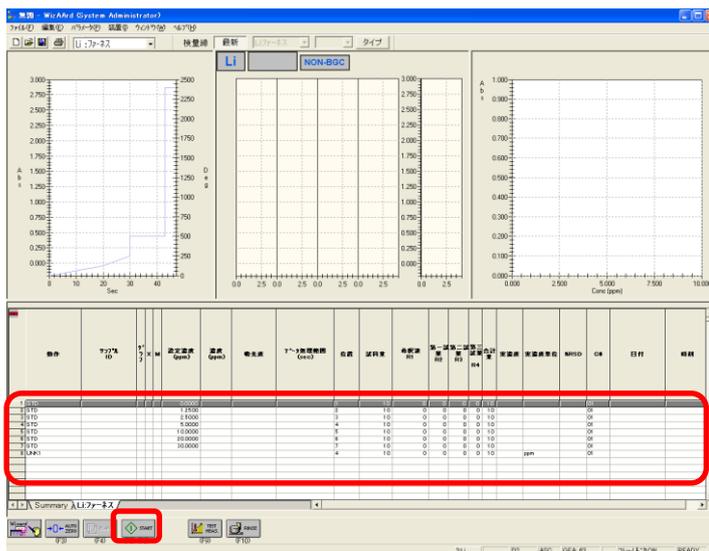
「OK」をクリック。



「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。

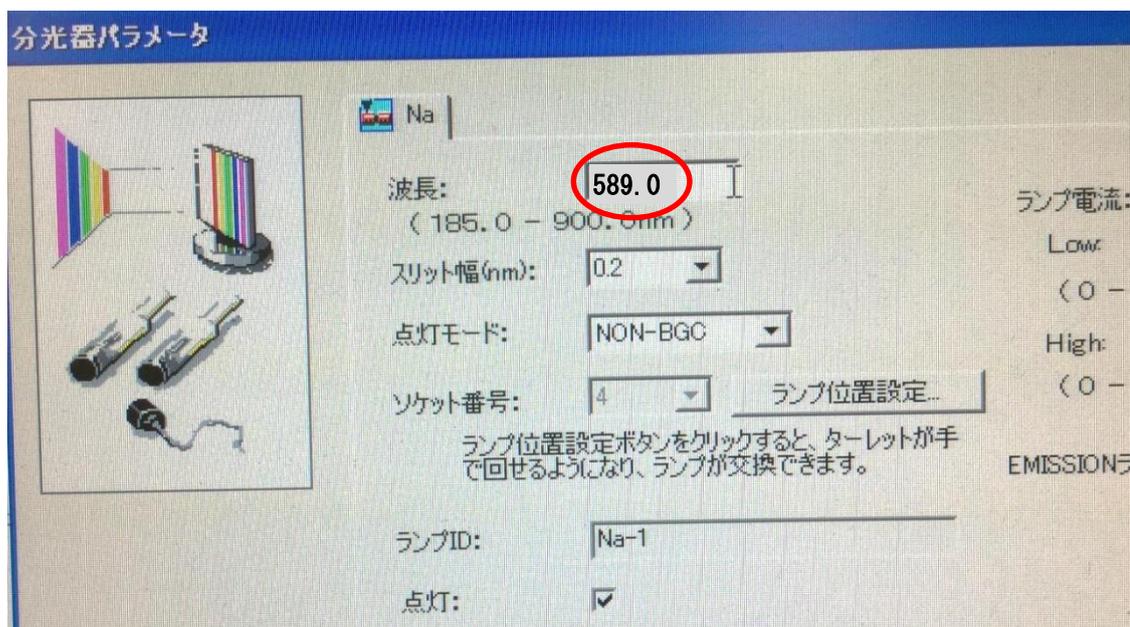
注意が必要なランプの取り扱い

[Na ランプ]

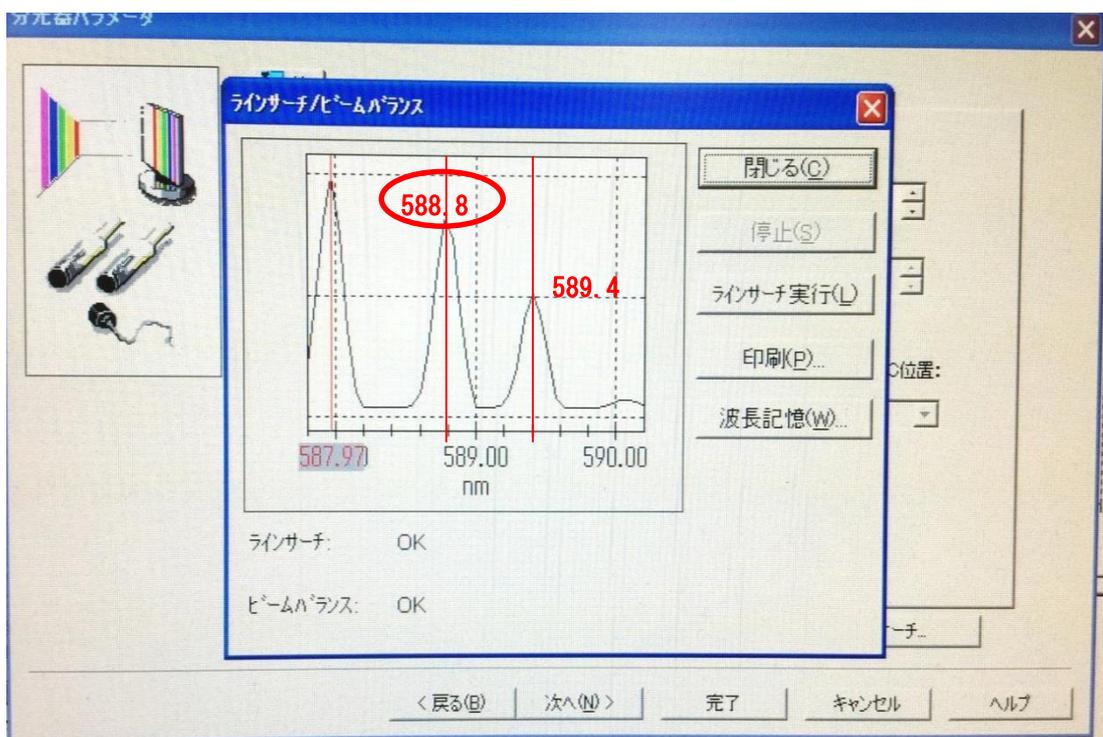
吸収線が 3 本あるので、D2 (589nm) を選択する。

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。



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

	温度 (°C)	時間 (秒)	加熱モード	感度	ガス種類
1	150	20	RAMP	<input type="checkbox"/>	#1
2	250	10	RAMP	<input type="checkbox"/>	#1
3	450	10	RAMP	<input type="checkbox"/>	#1
4	450	10	STEP	<input type="checkbox"/>	#1
5	450	3	STEP	<input type="checkbox"/>	#1
6	1800	2	STEP	<input checked="" type="checkbox"/>	#1
7	2500	2	STEP	<input type="checkbox"/>	#1

最大ステップ数: 7 サンプルステージNo.: 6

GFAチューブ種類: 未設定

Graph: Abs vs Sec (0 to 50), Deg (0 to 3000)

Buttons: 読出, 保存, 行挿入, 行削除, コーティング濃縮, テスト測定, クリーニング, GFAチューブ交換, 温度サーチ, オートゼロ

Navigation: < 戻る(B), 次へ(N) >, 完了, キャンセル, ヘルプ

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。

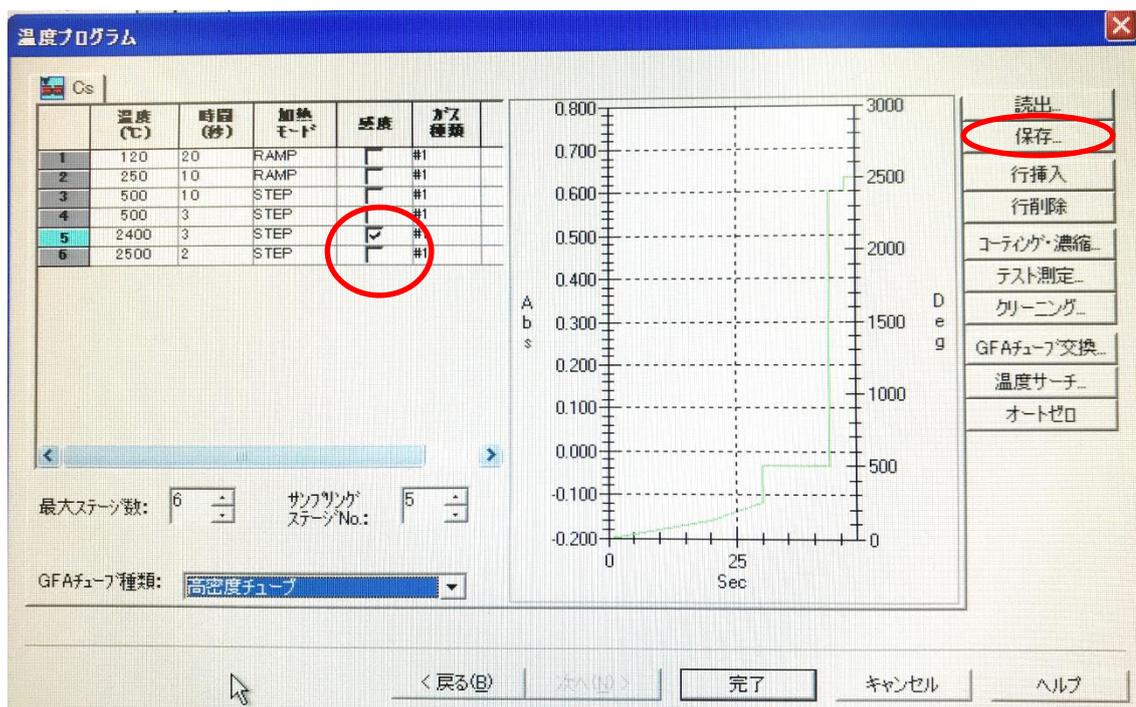
GFA チューブ種類 : 「高密度チューブ」 を選択。

{Cs ランプ}

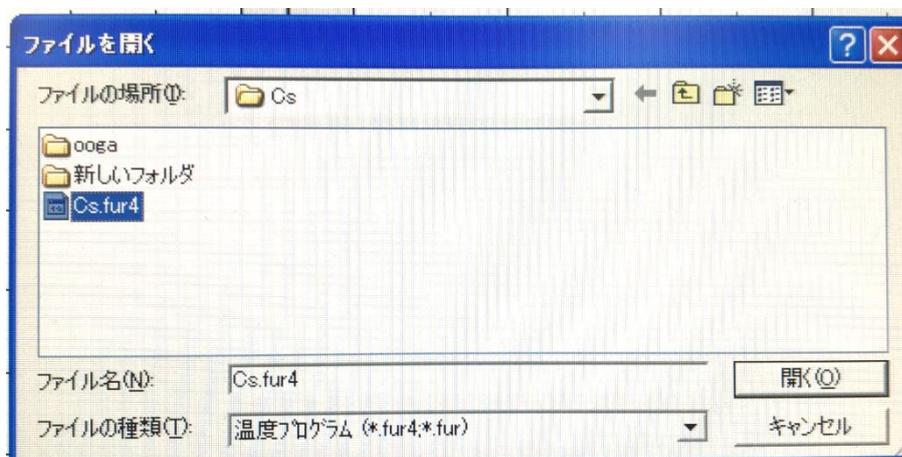
制御用ソフトウェアに、Cs 用の温度プログラムはない。デスクトップの、Cs フォルダの中にある Cs.fur4 を選択して使用すること。

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。

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 フォルダの中にある Cs.fur4 を選択。



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、ファーン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)