

+++ 陰イオンクロマトグラフMetrohm Compact IC 761 取扱説明書+++

溶離液の流量：1.5mL/分

計測時間：15分/試料

溶離液の流量と計測時間の変更方法は最終頁を参照。

【用意するもの】

1. 溶離液：組成 / 1.8mM Na_2CO_3 + 1.7mM NaHCO_3
2. 再生液 (サブレッサ用)：組成 / 20mM H_2SO_4
3. 標準試料：各自で用意する
4. サブレッサ洗浄用超純水

【装置の起動】

1. 溶離液・再生液・純水の瓶を純水で洗浄し、新しい溶離液を作って入れる。
2. 脱気装置と本体の電源ON。
- 3-1 (旧型の場合) オートサンプラの電源を入れSTOP を押し、続いてReset&Home を押す。
- 3-2 (新型の場合) 試料を並べたあとにオートサンプラの電源を入れ、START が点灯していることを確認した後START を一回押し、点滅の状態にする。

【PCからの制御の設定】

1. PCが起動していないときは、起動させる。
2. 761 Compact IC のプログラムを開く。Password は空白のままLog In する。
3. メインウインドウのFile / Open / System を選択し、Satakesmt を開く
4. メインウインドウ内左上にシステムウインドウが現れる。ウインドウ内には、PCアイコンと装置アイコンが見られる。
5. システムウインドウのControl / Connect to workplace を選択。ダイヤログが出現するので、OK を押す。
6. システムウインドウの装置アイコンをダブルクリックすると761 Compact IC ウインドウが出現する。

(注)起動した時点ですでに6. の状態になっていることが多いので、その場合は3-6. の手順を省略する。

【機器を安定させるための操作】

1. 761 Compact **IC** ウィンドウのPeristaltic Pump をON にして、Step を一回押す。
2. サプレッサの使用時間が表示されるので、15分経つ毎に一回、Step を押す (全部で三回、45分間行う)。
3. 1.と2.の操作が終わったら、次はIC Pump とPeristaltic Pump の両方をON にして、2と同様の操作を行う (全部で三回、45分間)。

【分析開始】

1. 試料の作成方法は別紙参照のこと。但し、Auto Sampler と Supressor の洗滌のため、最初と最後に純水を入れること。これらは一本ずつでよい。
2. メインウィンドウのFile / Sample Que を選び、Yuki(100).que (injection volume が100 μ lつまり降水の場合)またはTikasui(20).que (injection volume が20 μ lつまり降水以外の場合)を開く。
3. Edit を押すと編集画面になるので、Reset (青い曲線矢印と赤点のボタン)を押し、編集できる状態にする。que が編集できない状態のときは文字は赤色で、編集できる状態のときは青色+黒色になっている。ident の列に試料名を記入する。
4. 最初の試料 (つまり純水)の Injection を「3」、最後の試料 (これも純水)の Injection を「4」に設定する。こうすることで、これらの純水を指定した回数だけ Injection できる。また、この結果は、編集画面を閉じた後の Sample Que の画面では Inj-s の値で確認することができる。
5. Que の編集が終わったら、Save & Exit (緑色のチェック)を押すし、保存する。出てきたダイアログは全てOK を選択する。
6. Shut down after the que finishes に印が入っている状態でstart を押すと、分析が開始される。ダイアログが出現するので、OKを押す。
7. 分析中は、たまに様子を見に行く。

【分析終了】

1. 分析終了後は自動的に溶離液などのポンプが停止するが、1時間ほど溶離液を流しつづけ

るのが望ましい(特に海水分析時)。この場合は、メインウインドウのIC Pump をON にする事で溶離液を流すことができる。

2. サンプルを抜き、処分する。
3. 主な測定条件をノートに残す。この時、機械の不調や修理状況などがあった場合は書いておくこと。
4. 装置の電源を切る。

【解析】

1. メインウインドウでFile / Open / Chromatgram で測定した試料のクロマトグラムを開き、正常に分析が終了したかどうかを確認する。Shift キーを用いて複数のファイルを選択すれば、一度に沢山のクロマトグラムを開くことができる。
2. ベースラインが正常ではない場合、Method / Integration を開き、ベースラインが正常にひけるようにintegration 条件を設定する。
3. 確認が終わったら、最初の標準試料 (STD1)以外の全てのクロマトグラムを閉じる。
4. 最初の標準試料 (STD1)のクロマトグラムを表示し、メインウインドウの「Component」ボタンを押すと、クロマトグラムの下にピークの一覧表が表示される。
5. クロマトグラムの下にある「Concentration (濃度)」ボタンを押すと、Concentration ウィンドウが出現するので、Level 1 の列に、それぞれ標準試料の濃度をppm単位で記入し「calibrate」ボタンを押す。そうすると、recalibrate ウィンドウが出現するので、OK を押す。
6. Concentration ウィンドウを閉じ、クロマトグラムのウィンドウも閉じる。その際に表示するダイアログは、全てYes を選び、設定ファイルの保存のダイアログについては、そのまま名前を変えずに上書保存をする。
7. 再びFile / Open / Chromatgram でクロマトグラムを選択するウィンドウを開き、計算させたいクロマトグラムを選択する。この時4-6 の手順でcalibrate した標準試料よりも前(下)にあるクロマトグラムを選択しないこと(例えば最初の三つの純水など)。
8. クロマトグラムを選択した状態で、To Batch を押す。ダイアログが二個出現するが、いずれもOKおよびYes を押す。
9. Reprocess ウィンドウが出現し、以下の項目に印が入っている状態でReprocess を押す。
 - Reprocess sample runs
 - Reprocess calibration runs

- Reintegrate (再計算) これに印が入っていないことが多い。
- Recalibration
- Default schime

10. Reprocess が終わってウインドウが消滅したら、再びFile / Open / Chromatgram で、各クロマトグラムを開くと、各ピークの上に濃度が表示されているので、これらを書き取る。

【溶離液の流速を変える方法】

1. IC761ウインドウ (電導度・圧力などが表示されている窓)の System starup Values の値を変える。
2. 値を変えたら、 のボタンを押す。
3. System file (Satake_Cati.smt)を上書き保存する (これをしないとまたもとに戻る)。

【測定時間の変更方法】

1. Auto run になっている場合は、停止させる (Sample que ウインドウの Pause)。
2. System ウインドウ (クロマト本体とパソコンの絵があるウインドウ)の、「パソコンのフロッピーディスク附近」をダブルクリックする (新しいウインドウが出現する)。
3. メインウインドウの Meathod Passport で、時間を設定できます。

2003年8月29日作成

2004年8月9日増補

文責：遠山和大