

+++ 陽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 : 0.8mL/分

計測時間 : 30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 / 1.6mM HNO₃
2. 標準試料 : 各自で用意する

【装置の起動】

1. 溶離液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. IC Pump を ON にして、一時間程度、溶離液を流したままの状態にする。

【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. メインウィンドウの File / Open / System を選択し、Satake_cati.smt を開く。
 4. メインウィンドウ内左上にシステムウィンドウが現れる。ウィンドウ内には、PCアイコンと装置アイコンが見られる。
 5. システムウィンドウの Control / Connect to workplace を選択。ダイアログが出現するので、OK を押す。
 6. システムウィンドウの装置アイコンをダブルクリックすると 761 Compact IC ウィンドウが出現する。
- (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。

【分析開始】

1. 試料の作成方法は別紙参照のこと。但し、最初と最後の各一本は純水を入れること。
2. 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。

3. メインウインドウの 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。
4. 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。
5. 最後の試料(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。
6. 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。出てきたダイヤログは全て OK を選択する。
7. 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。ダイヤログが出現するので、OKを押す。
8. 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、メインウィンドウの「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」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 の単位で記入し「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。その際に出現するダイアログは、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き保存をする。
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 これに印が入っていない事が多い。
 - Recalibration
 - Default schime
10. Reprocess が終わってウィ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 ウィンドウ (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 ウィンドウの Pause)。
2. System ウィンドウ (クロマト本体とパソコンの絵があるウィンドウ) 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 (新しいウィンドウが出現する)。

3. メインウィンドウの 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