

ICP 発光分光分析装置
Optima™ 7x00Series

トレーニングマニュアル

Ver. 4.0J

1 はじめに

この度は「Optima™ 7x00 シリーズ」をご購入いただき誠にありがとうございます。

本書は、装置の正しい使い方や使用上の注意について記載しております。装置の機能を十分にご活用いただくために、ご使用前には本書を最後までお読みください。本書が必要になった時、すぐ利用できるように必ず取り出しやすい場所に保管して下さい。

本書は Optima シリーズソフトウェア ICP WinLab32 Ver.4.0 を対象にしています。記載内容は、改良のため、将来的に変更する場合がございます。

このトレーニングガイドは、システム全体の大まかな流れを説明するものです。さらに詳細な使用方法が必要な場合は、別冊の「Optima7x00 シリーズ取扱説明書-ソフトウェア編」、 「Optima7x00 シリーズ取扱説明書-ハードウェア編」、 「Optima7x00 シリーズ取扱説明書-メンテナンス編」をご覧ください。

著作権に関するご注意

PerkinElmer, inc の書面による許諾を得た場合を除き、この文書の複製または発行はいかなる形態ないし形式のものも禁止します。

Copyright © 2006 PerkinElmer Instruments LLC

All right reserved.

ソフトウェアは著作権によって保護されています。

プログラムの無断コピーは違法行為です。

商標

PerkinElmer(パーキンエルマー)は PerkinElmer Instruments LLC の商標です。

FIAS は PerkinElmer Instruments LLC の商標です。

GemCone は PerkinElmer Instruments LLC の商標です。

GemTip は PerkinElmer Instruments LLC の商標です。

Hewlett-Packard(ヒューレットパカード)および HP LaserJet は Hewlett Packard, Corporation の商標です。

Meinhard は J.E.Meinhard Associates,Inc.の登録商標です。

MS-DOS, Windows および Microsoft は Microsoft Corporation の登録商標です。

Ryton(ライトン)は Phillips Petroleum Company の登録商標です。

Teflon(テフロン)は E.I.duPont deNemours & Co.の登録商標です。

Tygon(タイゴン)は Norton Company の登録商標です。

Viton(バイトン)は E.I.duPont deNemours & Co.の登録商標です。

WinLab は PerkinElmer Instruments LLC の商標です。

本書中に使用した登録名や登録商標などは、とくに明記しない場合も法律によって保護されています。

2 保証

本装置を弊社指定の条件で屋内に設置してご使用いただいた上で、本装置の設計、製造に起因する故障を生じた場合は、納品検収日より1年間無償にて保証修理を致します。

ただし、次のような場合は、保証期間中であっても有償となります。また、消耗品リストに記載されている消耗品については、保証期間中でも有償の扱いとなります。

お客様の操作ミスに起因する故障

仕様書に定められた使用条件を逸脱したことに起因する故障、損傷

お客様が本装置を弊社に無断で分解し、元に戻らない場合

本装置が直射日光、高温、高湿度、腐食性のガス、ホコリ、塩分に継続的にさらされたことに起因する故障

設置場所での電気的なノイズ、振動、不自然な傾斜等に起因する故障

本装置に水、溶剤をかけたことが原因による故障

本取扱説明書に記載されているお客様による保守点検が適正にされていなかったことに起因する故障

指定以外の電源を使用したことに起因する故障

専用の試薬、純正部品（消耗品を含む）を使用せずに発生した故障

弊社、もしくは弊社指定のサービス機関以外による移設、輸送、改造、修理による故障、損傷

地震、水害、落雷等の自然災害による故障

3 免責事項

以下の各項に該当する損害等につきましては、弊社では一切の責任を負いかねますのでご了承ください。

本装置から得られた測定結果、および、データに基づく損害

誤操作や突発的な事故によるデータ等の消去

なお、弊社の責によりデータを消去した場合でも、データ復旧に最善の努力はいたしますが、完全に復旧しない場合もありますのでご了承ください。

お客様の誤操作や注意事項を守らなかったことに起因する装置の障害、損傷

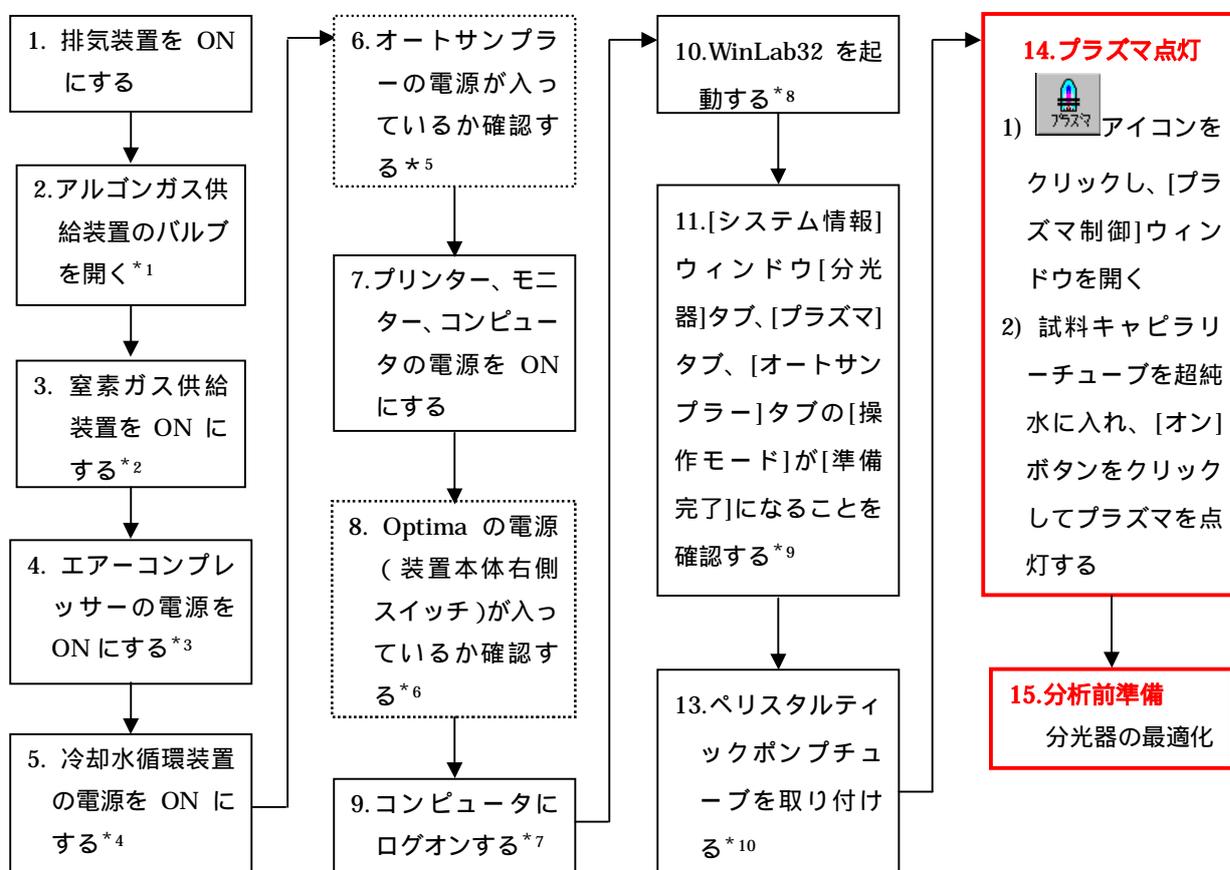
目次

第1章 はじめに.....	1
第2章 システムの立ち上げ.....	2
1 装置 & WinLab32 ソフトウェアの起動.....	2
2 ソフトウェアについて.....	4
第3章 プラズマの点灯.....	5
1 ペリスタルティックポンプ.....	5
2 プラズマの点灯.....	5
第4章 装置の最適化.....	6
1 分光器の調整.....	6
1-1 Hg ランプによる再調整.....	7
1-2 観測位置の調整.....	8
第5章 メソッドの新規作成・呼び出し.....	10
1 メソッドの新規作成.....	10
1-1 メソッドの作成方法.....	11
2 メソッドのチェックと保存.....	20
2-1 作成したメソッドのチェック.....	20
2-2 メソッドの保存.....	21
3 内標準法の設定.....	22
4 UDA 機能.....	23
5 メソッドの呼び出し.....	24
第6章 サンプル情報ファイルの新規作成.....	25

第7章 分析の実行	32
1 自動分析	32
2 マニュアル分析	34
2-1 マニュアル分析の設定	34
2-2 マニュアル分析の実行	36
3 標準添加法による分析	37
3-1 標準添加法	38
3-2 簡易標準添加法	43
第8章 プラズマの消灯	48
第9章 スペクトルの検討	49
1 スペクトルの表示.....	49
2 ピーク位置の変更.....	53
3 バックグラウンド位置の変更	55
4 メソッドパラメータの更新	57
5 ズーム.....	58
6 Y 軸表示の調整.....	59
7 グラフスケールとオフセット	61
8 スペクトルの和と差	63
9 スムージング機能.....	65
第10章 データの再処理	67
第11章 データのエクスポート	71
第12章 データのアーカイブ(圧縮)	77

第 1 章 はじめに

ICP 発光分光分析装置の立ち上げや WinLab32 ソフトウェアの起動から分析操作までの流れを下記に示します。



* 1: (純度：99.996%以上) 残量が十分であること、圧力 0.55～0.825 MPa (5.5～8.25 kg/cm²)

* 2: (純度：99.999%以上) 残量が十分であること、圧力 0.22～0.825 MPa (2.2～8.25 kg/cm²)

* 3: 圧力 0.55～0.825 MPa (5.5～8.25 kg/cm²)

* 4: 圧力 0.31～0.55 MPa (3.1～0.55 kg/cm²)

* 5: AS93 オートサンプラーと S10 オートサンプラーには電源スイッチがありませんので、コンセントが差さっていることを確認して下さい

* 6: 電源は常に ON の状態にして下さい

* 7: 必要であれば使用するユーザーのユーザーアカウント、パスワードを入力しログオンする

* 8: Windows [スタート]メニュー [プログラム] [PerkinElmer WinLab32] [WinLab32]をクリックする (ショートカットを作成している場合はアイコンをダブルクリック)

* 9: 冷却水およびガスの供給を開始し約 15 分後、もしくは約 75 分後に準備完了となる

* 10: ペリスタリックポンプチューブを取り付ける方向に注意して下さい

(ペリスタルティックポンプは時計回りで動作する)

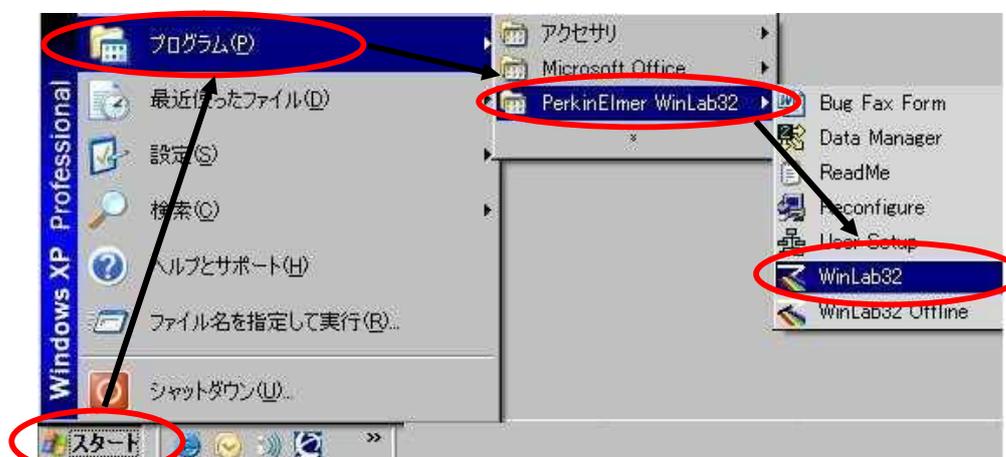
第2章 システムの立ち上げ

1 装置 & WinLab32 ソフトウェアの起動

- 1) 装置本体右側のメインスイッチを確認します。
(赤く見えている状態(写真参照)がONです。常にONの状態にして下さい。)



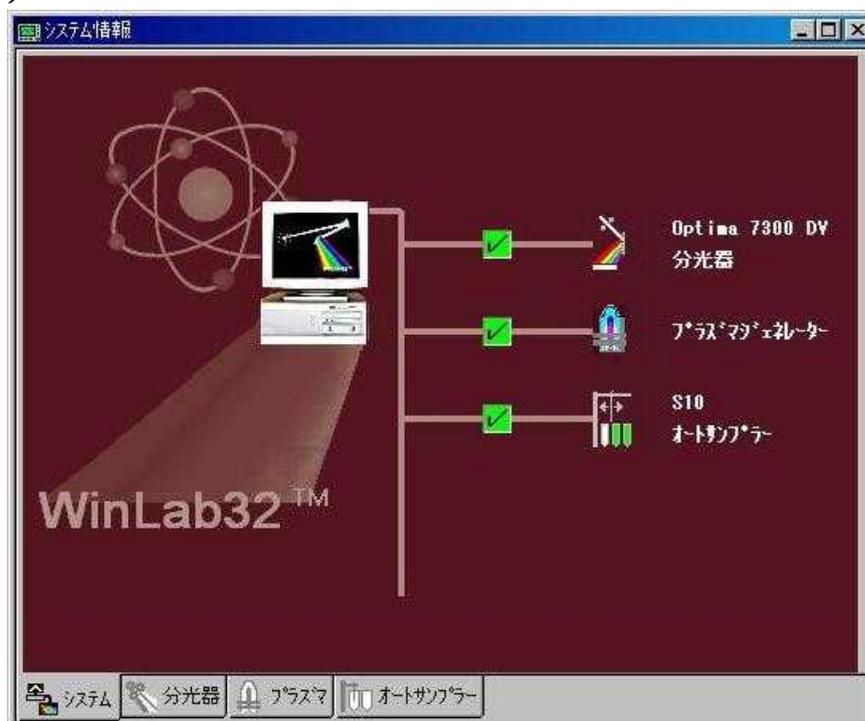
- 2) 冷却水循環装置の電源をONにします。
- 3) Windowsの[スタート] [プログラム] [PerkinElmer WinLab32] [WinLab32]を選択し、WinLab32ソフトウェアを起動します。
(デスクトップ上にショートカットを作成している場合はアイコンをダブルクリックして起動します。)



- 4) WinLab32 ソフトウェアを起動すると、[システムステータス]ウィンドウが立ち上がり、ステータスチェックが開始されます。
(Optima7300DV において主電源が常時 ON の場合、冷却水循環装置の ON およびアルゴンの供給を開始してから約 75 分かかります。)



- 5) ステータスチェック終了後、下記の画面が表示されます。(この画面は一瞬しか表示されません。)



2 ソフトウェアについて

ステータスチェック終了後、WinLab32 ソフトウェアは、下記のような画面になります。



WinLab32 ソフトウェアのツールバーの各機能に関しましては、『Optima 7x00 シリーズ取扱説明書ソフトウェア編 第1章 ICP Win Lab32 について』をご覧ください。



取扱説明書ソフトウェア編 第1章 ICP WinLab32 について ……P1-10

第3章 プラズマの点灯

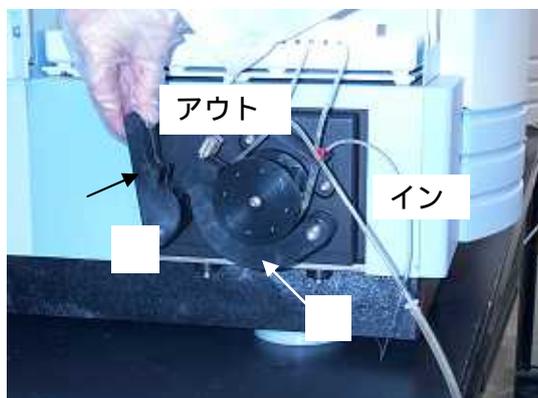
1 ペリスタルティックポンプ

- 1) ペリスタルティックポンプにサンプルチューブおよびドレインチューブを図のように掛けます。(ペリスタルティックポンプは時計回りをしますので、方向に注意して下さい。)

サンプルチューブ	イン：試料側	アウト：スプレーチャンバー側
ドレインチューブ	イン：スプレーチャンバー側	アウト：ドレインタンク側

- 2) を矢印の方向に回し、チューブを押さえます。次に、 をカチッと鳴るまで矢印の方向に回し、チューブを固定します。この時、 がチューブを真っすぐに押さえているか**必ず**確認して下さい。

- 3) キャピラリーチューブを超純水に入れます。



2 プラズマの点灯

- 1) [プラズマ]のアイコン  をクリックし、[プラズマ制御]ウィンドウを開きます。
- 2) [Plasma]のスイッチの[ON]をクリックすると、各ガスの初期パージ終了後にプラズマが点灯し、ペリスタルティックポンプが回転します。



第4章 装置の最適化

1 分光器の調整

下図のように、[ツール]メニューの[分光器制御]を選択して[分光器制御]ウィンドウを開きます。



波長校正 **波長校正**、検出器校正 **検出器校正** は使用しないで下さい。



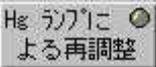
アキシシャル測光時

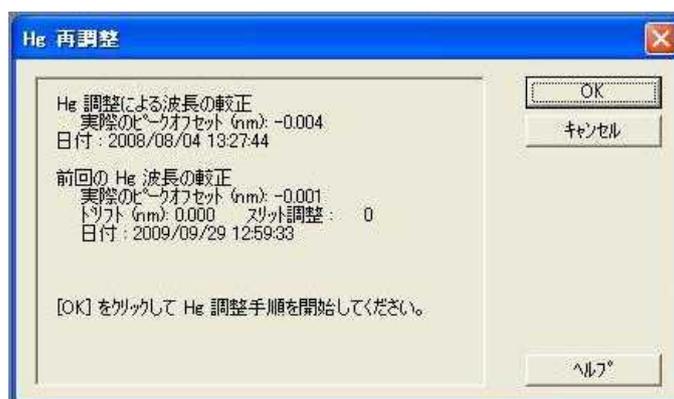


ラジアル測光時

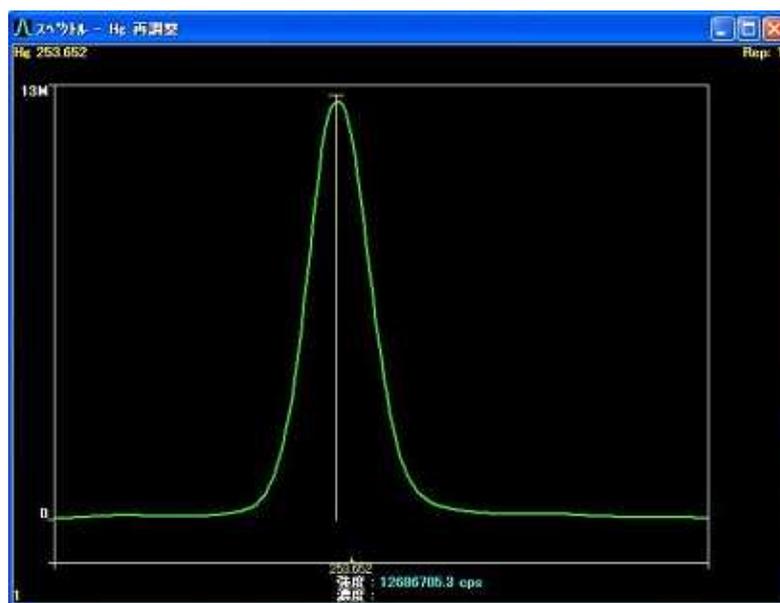
1-1 Hg ランプによる再調整

この操作は Hg によって波長較正を行いますので、測定前は必ず行って下さい。

- 1) [分光器制御]ウィンドウの  をクリックすると、Hg 再調整ダイアログボックスが表示されますので、[OK]をクリックして Hg ランプによる再調整を開始します。(この操作時の溶液は超純水を用います。また、プラズマが点灯していなくても再調整が行えます。)



- 2) 再調整の結果は、[スペクトル]ウィンドウおよび[結果]ウィンドウに表示されます。

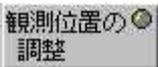


結果			
Nebulizer がラマータ : Hg 再調整			
分析元素	供給圧	70-	
すべて	173.0 kPa	0.70 L/分	

2009/08/30 13:00:50	Hg 再調整...	実際のピークオフセット (nm): -0.005	
		トリフト (nm): 0.001	スリット調整: 3

1-2 観測位置の調整

この操作は、トーチやインジェクターを交換した場合などに行ってください。
ラジアル、アキシャル(軸)の両方向で観測する場合には、それぞれ観測位置の調整が必要です。

- 1) Mn 1mg/L 標準液を吸引させ、 をクリックします。
- 2) [調整観測]ウィンドウが表示されるので、測定元素の Mn 257.610 をドロップダウンリストから選択します。
- 3) [OK]をクリックすると、観測位置の調整が開始されます。
(初期設定では Mn 257.610 nm が選択されています。)



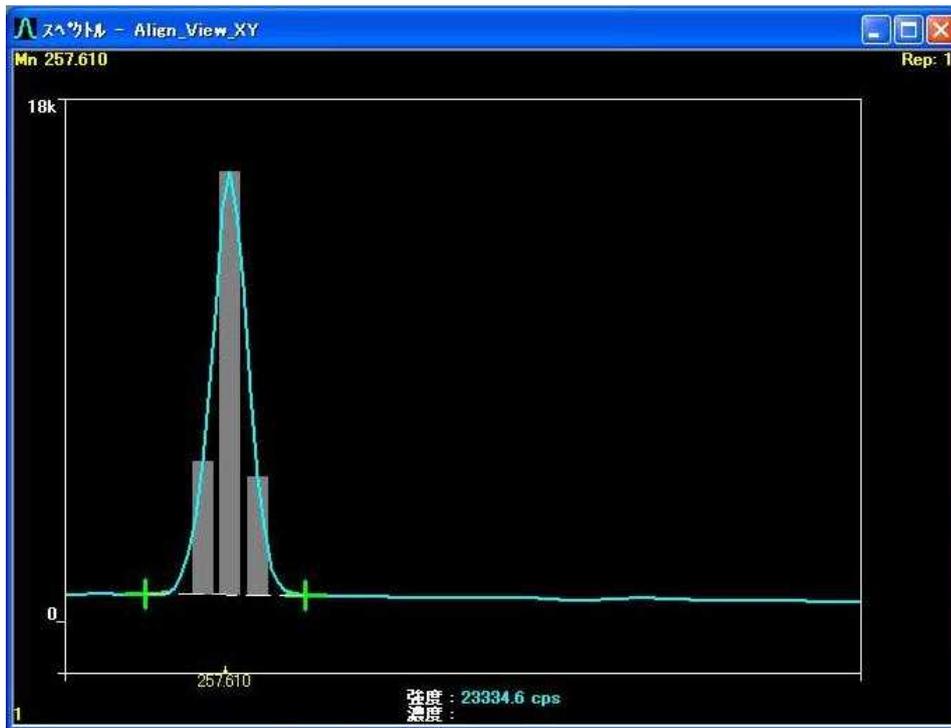
他の元素でも較正は可能ですが、装置状態の管理をする上で常時 Mn による較正をお勧めいたします。

較正溶液の濃度は Mn を使用される場合は、1 mg/L で行ってください。

拡張機能

アキシャル方向観測の時、上記の操作で満足できる値が得られなかった場合に行います。標準より広い範囲で行うので、時間を要します。

4) 結果は、[スペクトル]ウィンドウおよび[結果]ウィンドウに表示されます。



The figure shows a results window titled "結果". It contains a table with columns for X (位置), Y (位置), and Intensity (強度). The table lists various X and Y coordinates and their corresponding intensity values. The window also shows "Mn 257.610" and a footer with date and time information.

X - 位置	Y - 位置	強度
-2.0	15.0	26431.8
-1.6	15.0	28032.5
-1.2	15.0	36385.5
-0.8	15.0	48411.8
-0.4	15.0	51004.2
0.0	15.0	51781.8
0.4	15.0	48829.1
0.8	15.0	42080.2
1.2	15.0	32427.8
1.6	15.0	25096.8
2.0	15.0	17197.3
0.0	10.0	51.4
0.0	10.5	576.8
0.0	11.0	1417.3
0.0	11.5	2834.8
0.0	12.0	5096.8
0.0	12.5	13458.2
0.0	13.0	28027.8
0.0	13.5	34508.8
0.0	14.0	35202.3
0.0	14.5	48638.3
0.0	15.0	52525.1
0.0	15.5	51947.2
0.0	16.0	46310.4
0.0	16.5	31432.3
0.0	17.0	22938.3
0.0	17.5	18204.3
0.0	18.0	10238.8
0.0	18.5	3075.2
0.0	19.0	1003.2
0.0	19.5	386.2
0.0	20.0	177.2
-1.8	15.0	45338.2
-1.4	15.0	56977.8
-1.0	15.0	52746.3
-0.6	15.0	48941.4
-0.2	15.0	42592.1
0.2	15.0	28486.4
0.6	13.5	23983.4
1.0	14.0	34230.2
1.4	15.0	47883.4
1.8	15.0	52441.3
2.2	15.0	62146.3
2.6	16.0	46879.1
3.0	16.5	31278.4
3.4	17.0	21334.8

調整後の最適値位置および強度が[結果]ウィンドウに表示されます。

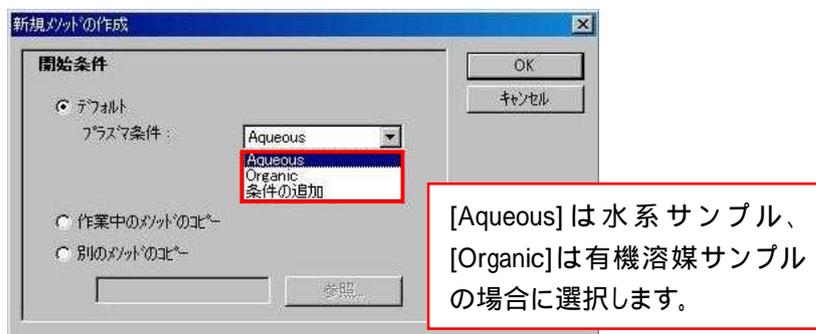
第5章 メソッドの新規作成・呼び出し

1 メソッドの新規作成

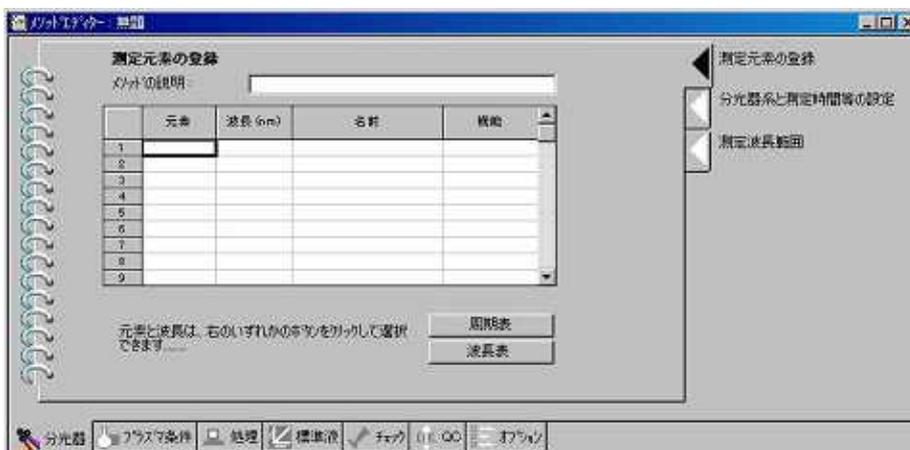
1) [ファイル]メニューの[新規作成] [メソッド]を選択します。



2) [新規メソッドの作成]ダイアログボックスが開くので、開始条件を選択し、[OK]をクリックします。



3) [メソッドエディター]ウィンドウが開きます。この画面でメソッドを作成します。



この画面の詳細な説明は、『Optima 7x00 シリーズ 取扱説明書ソフトウェア編 第4章メソッドの作成』をご参照下さい。

 取扱説明書ソフトウェア編 第4章メソッドの作成……………P4-4

1-1 メソッドの作成方法

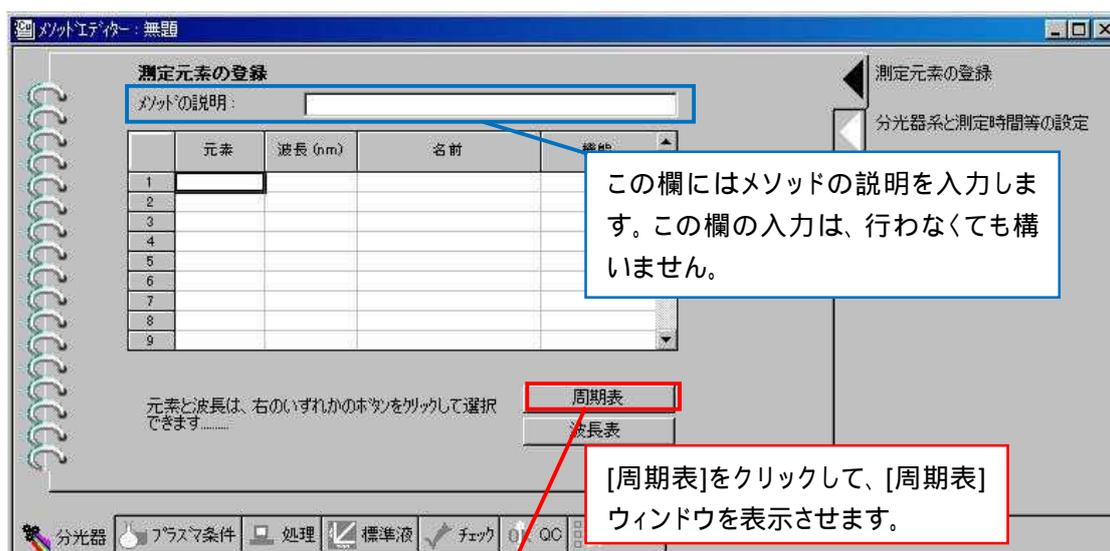
*ここでは、メソッドの作成方法について簡単に説明しています。

1. 元素 & 波長の選択
2. 積分時間、遅延時間の設定
3. 標準液濃度の入力

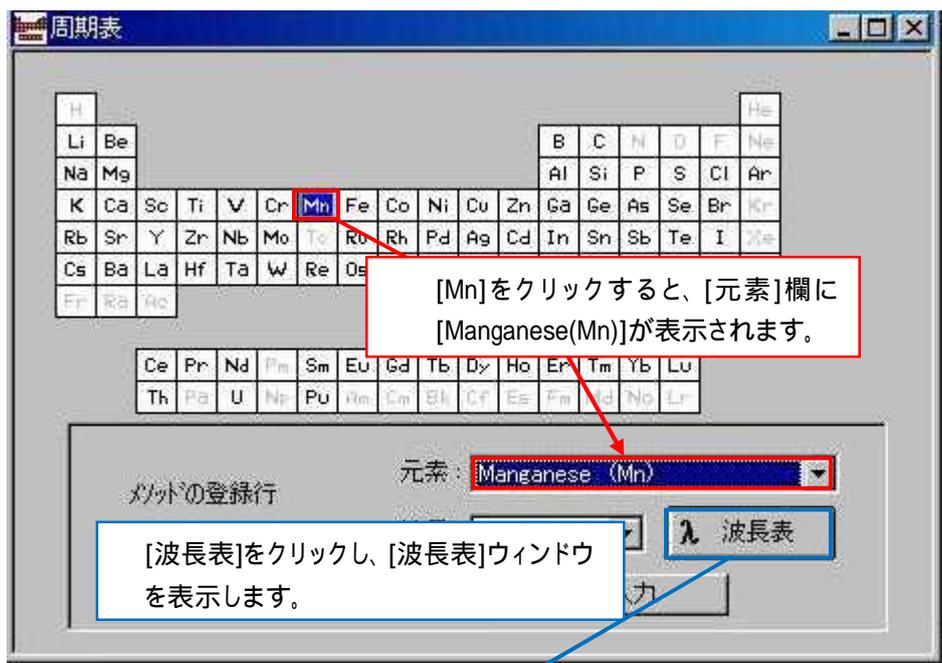
などを行います。

ここでは Mn, Cu, Ni, Al, Y を測定するメソッド作成例を記載しています。

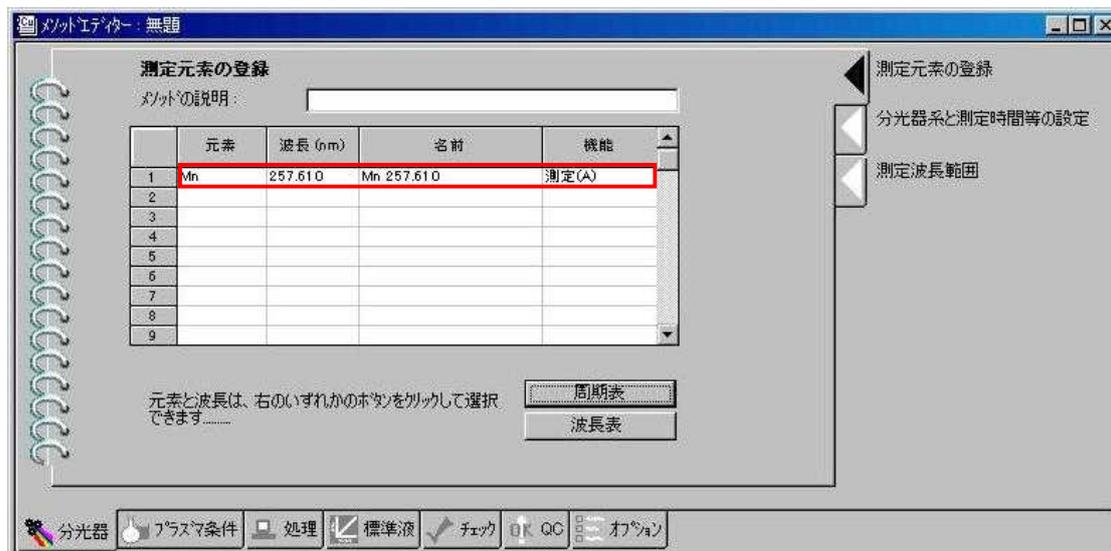
1) [分光器-測定元素の登録]画面で測定元素の登録を行います。



2) 測定したい元素と波長を選択します。(下記は Mn を選択した例です。)



選択を行った元素、波長が入力されます。

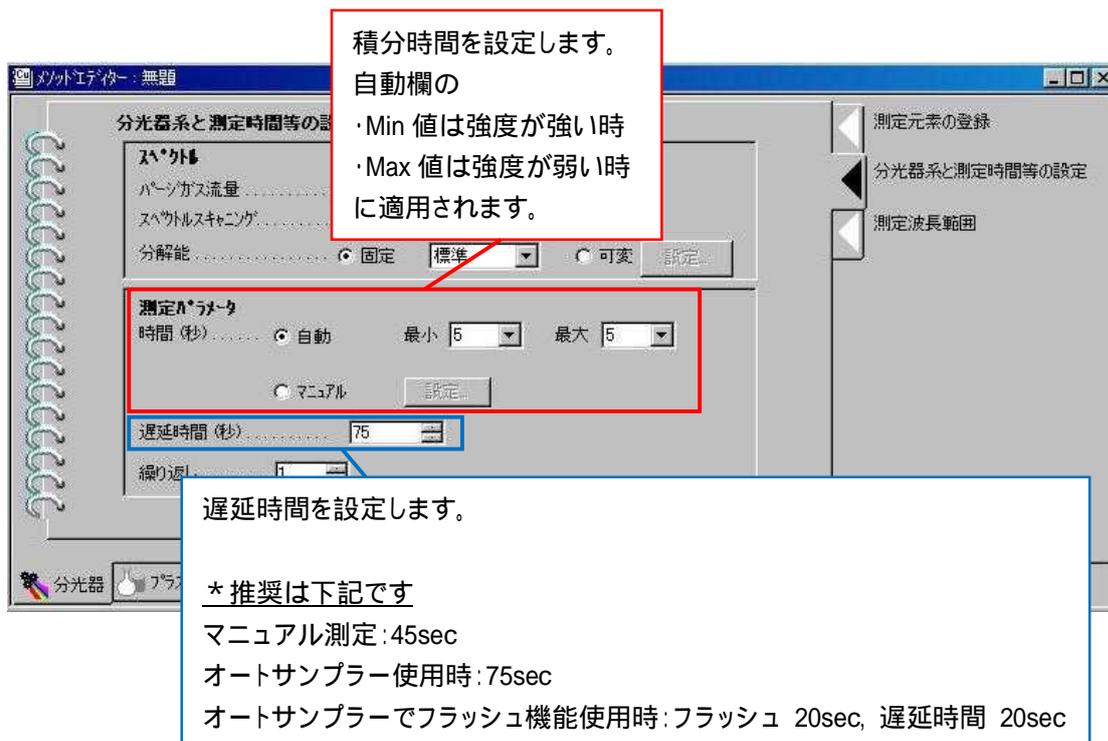


同様の操作を行い Mn, Cu, Ni, Al, Y を選択した例を示します。

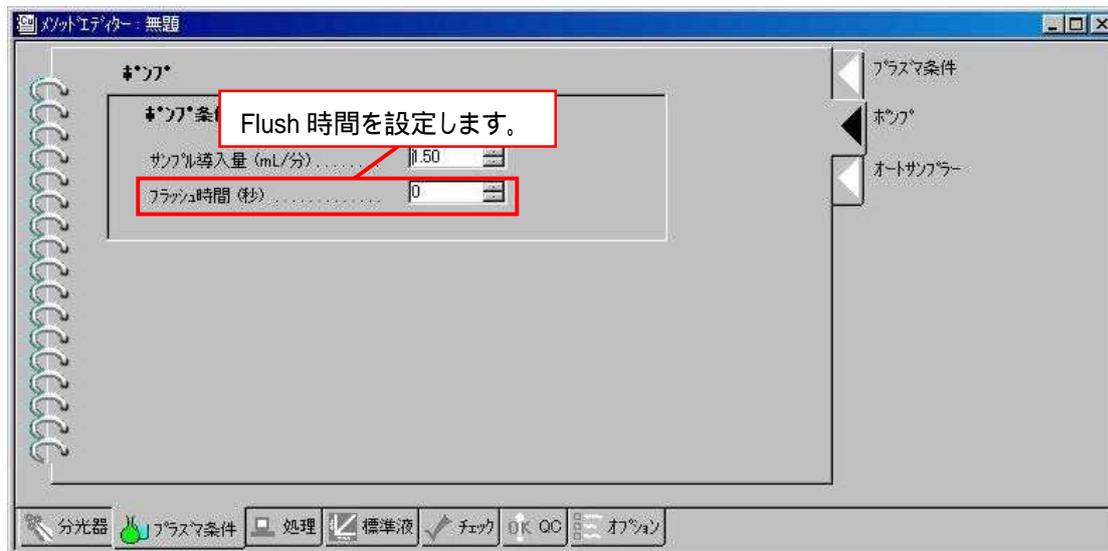


測定元素、波長の登録は以上で終了です。次は積分時間、遅延時間の設定を行います。

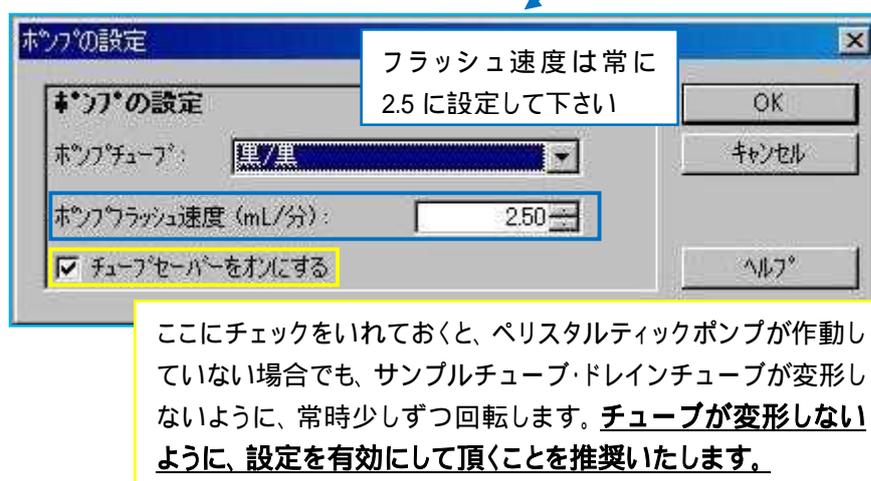
3) [分光器-分光器系と測定時間等の設定]画面で、積分時間、遅延時間の設定を行います。



フラッシュ機能は、オートサンプラー使用時に一時的にポンプ速度を速くする機能です。フラッシュ時間は[プラズマ条件-ポンプ]画面で設定します。

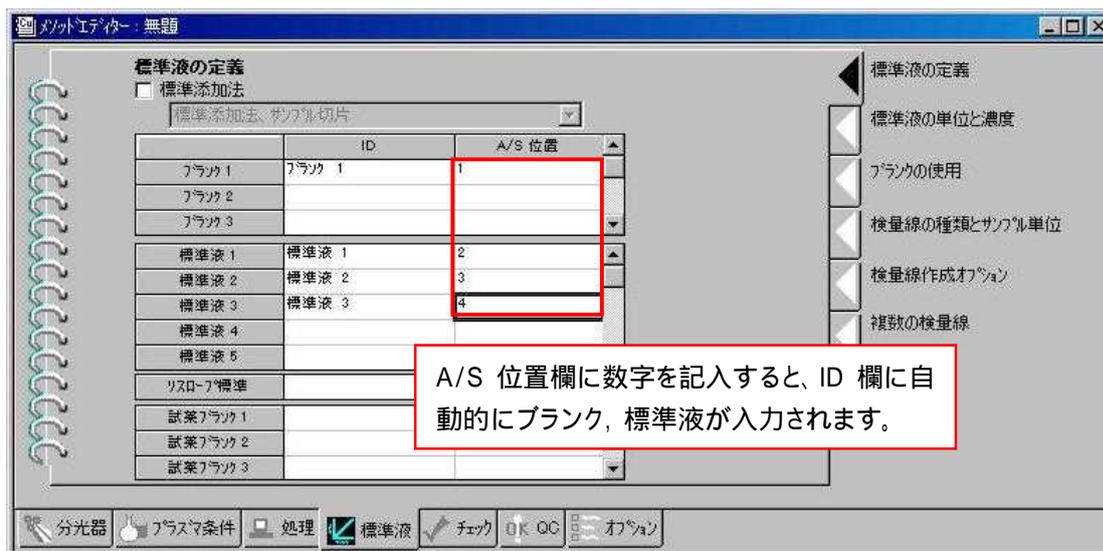


フラッシュ速度は[オプション] [ポンプの設定]の[ポンプの設定]画面で設定します。



積分時間、遅延時間の設定は以上で終了です。次は標準溶液の濃度の入力を行います。

4) [標準液-標準液の定義]画面で標準液濃度の入力を行います。



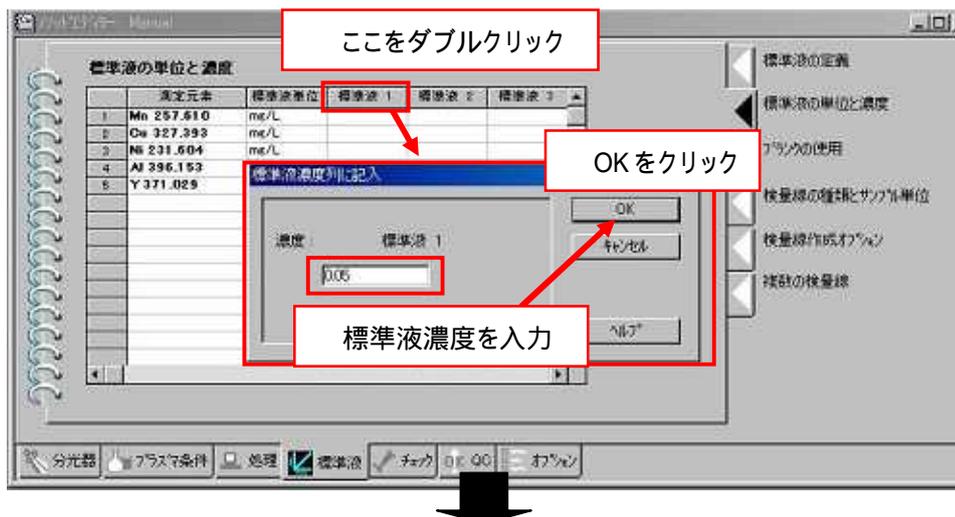
標準添加法のメソッド作成につきましては『第7章 分析の実行 3 標準添加法による分析』をご覧ください。

第7章 分析の実行 3 標準添加法による分析……………P38

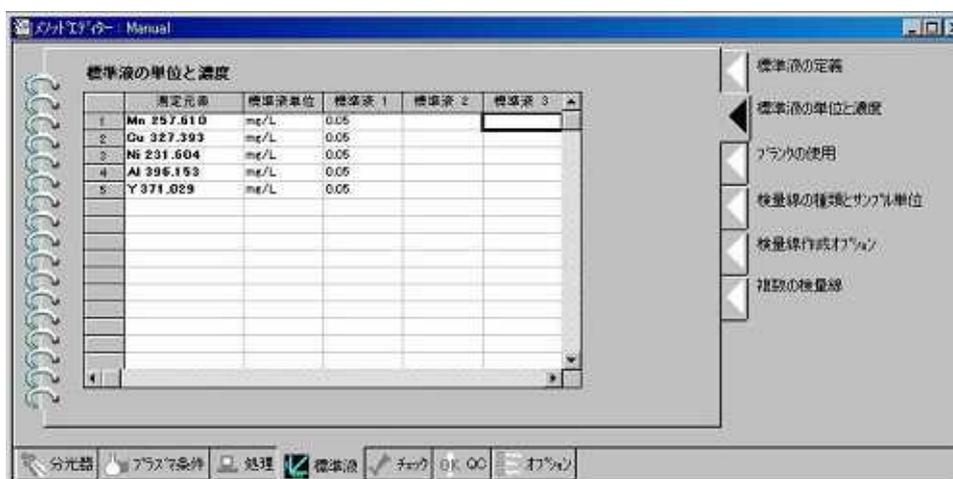
5) [標準液-標準液の単位と濃度]画面で標準液濃度を選択し、各標準液の濃度を記入します。



標準液濃度の一斉入力



標準液 1 欄に一斉に濃度が入力されます。



6) [標準液-検量線の種類とサンプル単位]画面で検量線の種類とサンプル単位の選択を行います。



サンプル単位はサンプル濃度をレポートする時に使用する単位です。[メソッドエディター]ウィンドウのサンプル単位と[サンプル情報ファイル]ウィンドウ(第6章参照)のサンプル単位が異なる場合は、[サンプル情報ファイル]ウィンドウのサンプル単位が使用されます。

標準溶液の濃度の入力以上で終了です。次はプラズマ観測方向の設定を行います。

7) [プラズマ条件-プラズマ条件]画面を開きます。

* 全元素共通の場合

プラズマ条件の[全元素に共通]を選択し、プラズマ観測方向を選択します。



* 元素ごとに設定する場合

プラズマ条件の[元素ごとに変更]を選択し、元素ごとにプラズマ観測方向を選択します。



メソッドの詳細につきましては、『Optima 7x00 シリーズ 取扱説明書ソフトウェア編 第4章メソッドの作成』をご覧ください。

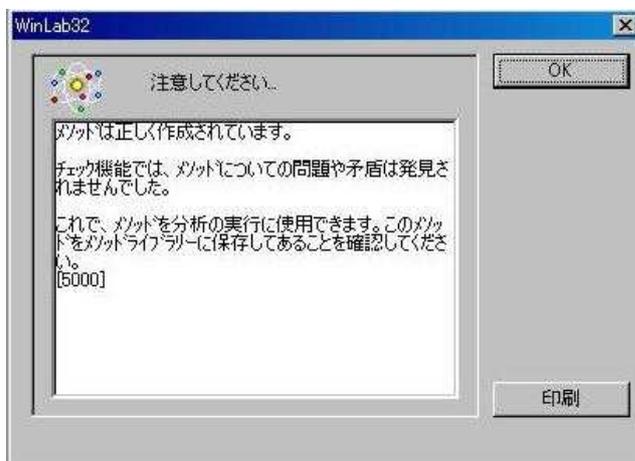
2 メソッドのチェックと保存

2-1 作成したメソッドのチェック

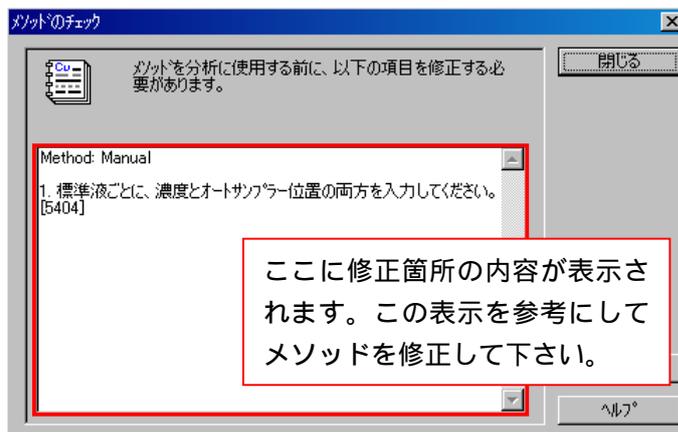
1) [編集]メニューの[メソッドのチェック]を選択します。



正しく作成されている場合の画面



メソッドに不備がある場合の画面

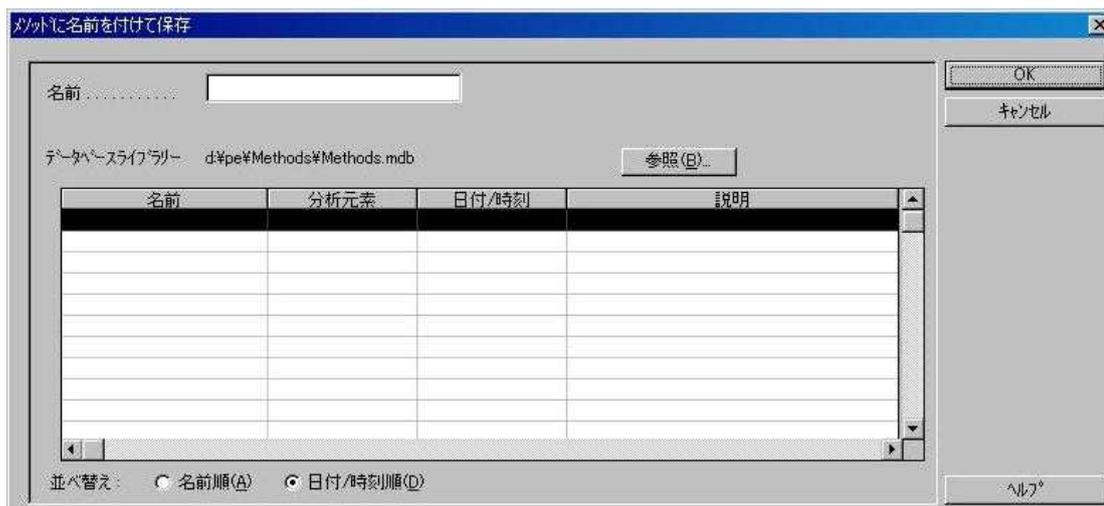


2-2 メソッドの保存

1) [ファイル]メニューの[名前を付けて保存] [メソッド]を選択します。



2) [名前を付けて保存]ウィンドウが開きますので、名前欄にメソッド名を入力し、[OK]を押します。



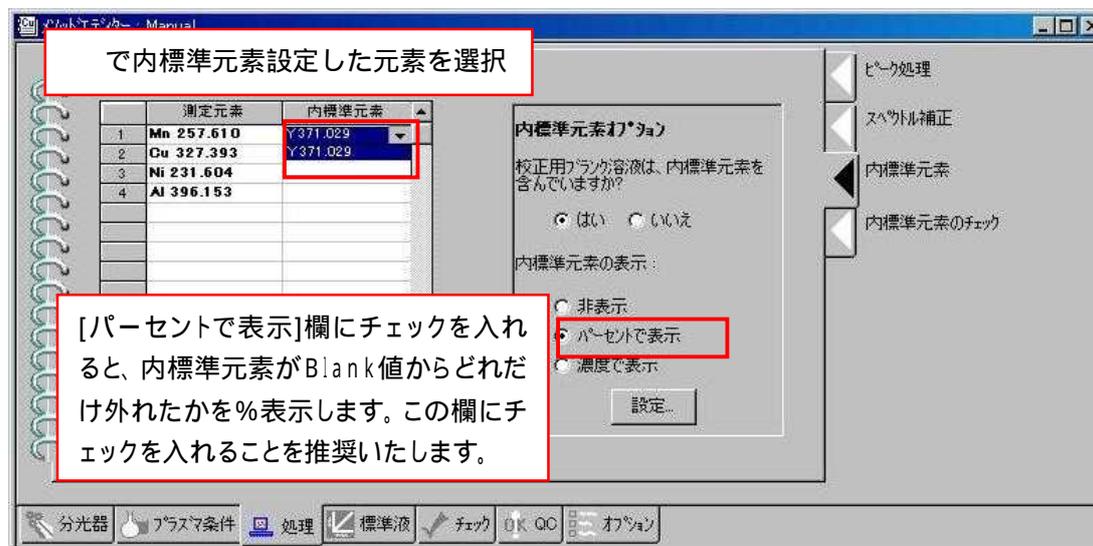
3 内標準法の設定

内標準元素は[分光器-測定元素の登録]画面、[処理-内標準元素]画面で設定を行います。

- 1) [分光器-測定元素の登録]画面の[機能]欄の内標準元素(例: Y)のドロップダウンリストを[内標準元素(IS)]に設定します。



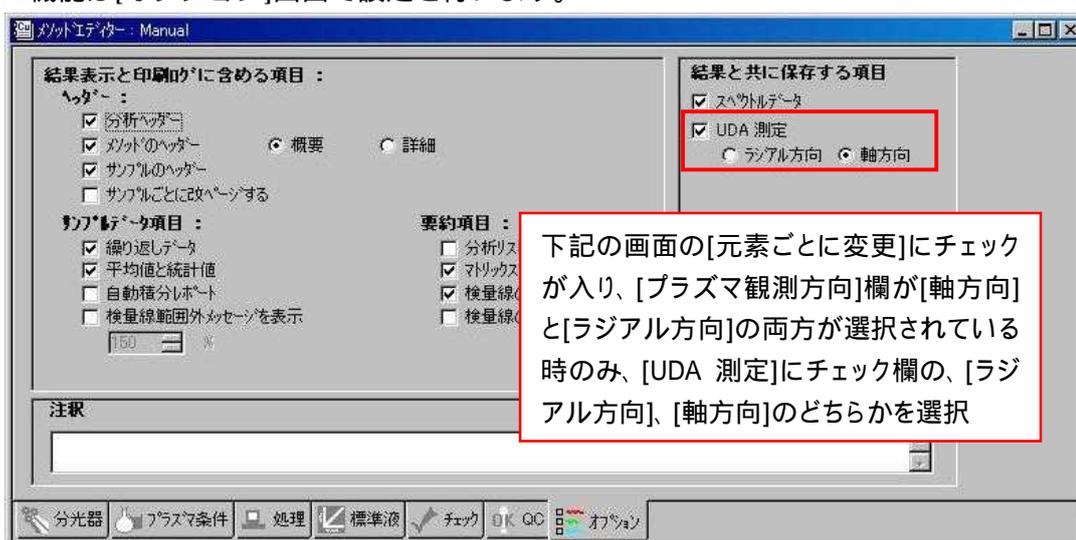
- 2) [処理-内標準元素]画面の[内標準元素]欄で内標準元素設定した元素がドロップダウンリストで表示されますので選択します。



4 UDA 機能

UDA 機能の特長は、メソッドで選択していない元素のスキャンも行い、全元素・全波長のデータを取得することです。測定終了後でも新しい測定元素・分析波長を追加して解析することができます。したがって、過去に測定したサンプルの再検討や省略元素の再解析が可能です。濃度計算は標準溶液に添加されている元素しか行うことができません。**UDA 機能をご使用の際は、標準溶液は混合標準液を使用して下さい。**

UDA 機能は[オプション]画面で設定を行います。



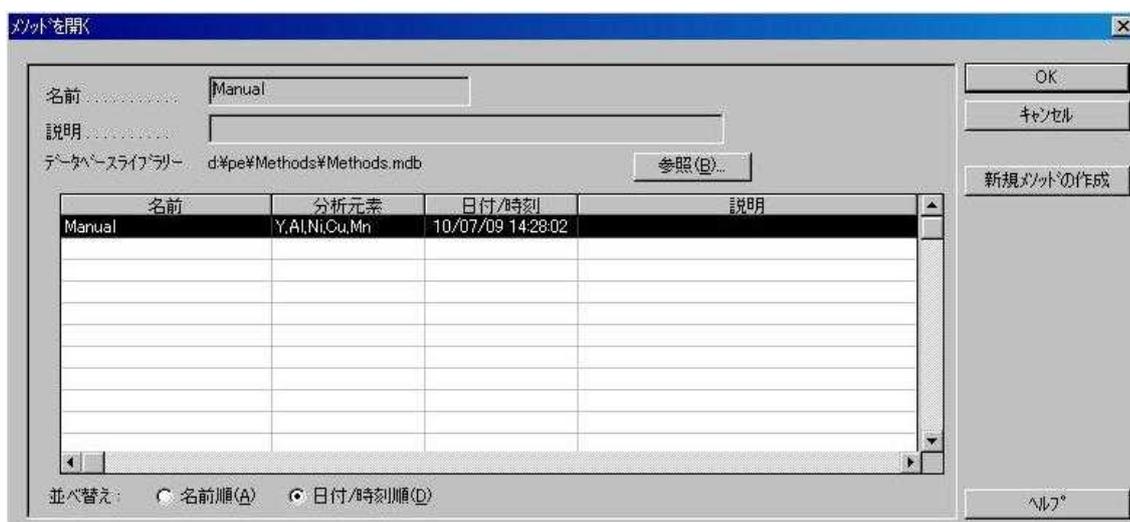
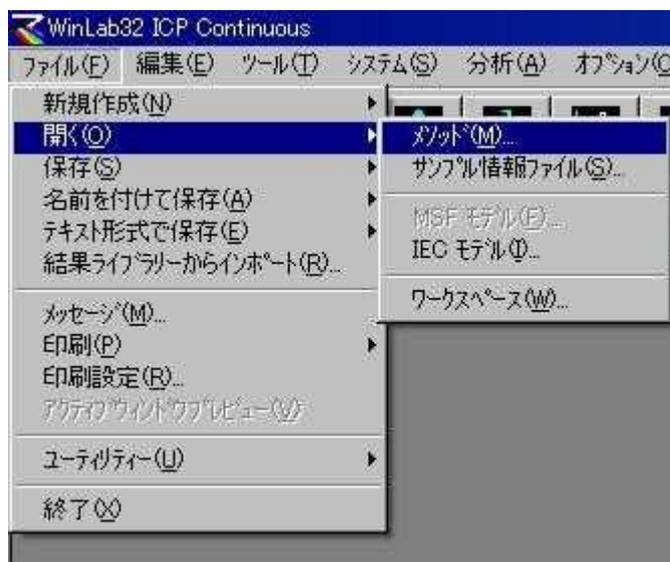
[UDA 測定]にチェックを入れ、[ラジアル方向]、[軸方向]のどちらかを選択します。([ラジアル方向]、[軸方向]のどちらかしか選択できません。)

[ラジアル方向]、[軸方向]を選択するには、[プラズマ条件-プラズマ条件]画面の[プラズマ観測方向]欄が[ラジアル方向]、[軸方向]の両方選択されている時のみです。全て[ラジアル方向]、または[軸方向]に選択されている場合は、自動的に[プラズマ観測方向]欄で選択されている方が選択されます。



5 メソッドの呼び出し

1) 既存のファイルを開くには、[ファイル]メニューから[開く] [メソッド]を選択します。



2) 開きたいメソッドを選択し、[OK]をクリックします。

第6章 サンプル情報ファイルの新規作成

- 1) ツールバーの  をクリックして、[サンプル情報エディター]ウィンドウを開きます。
- 2) オートサンプラー (A/S) 位置番号、サンプル名など必要な項目を入力します。
- 3) 作成したサンプル情報エディターの保存は[ファイル]メニューの[名前を付けて保存] [サンプル情報ファイル]で行います。



サンプル情報エディター：無題

すべてのパラメータに共通のパラメータ

バッチ ID	
容量単位	mL
重量単位	g

ファイルの説明

デフォルトサンプル情報ファイル

* アスタリスクの付いたパラメータは、セットの設定より優先されます。

サンプルごとに変わるパラメータ

分析リストに追加

サンプル番号	A/S 位置	サンプル ID	初期サンプル重量	サンプル調製容量	採取容量	希釈後容量
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						

< 画面の説明 >

・ A/S 位置

オートサンプラーの位置番号を入力します。

・ サンプル ID

各サンプルの名前を入力します。

・ 初期サンプル重量

サンプルを希釈する際に採取する初期のサンプル重量を入力します。
(固体、粉末サンプルなど[サンプル調製容量]とセットで使用します。)

• **サンプル調製容量**

サンプルを希釈した際、希釈後の容量を入力します。
 ([初期重量]または[初期容量]とセットで使用します)

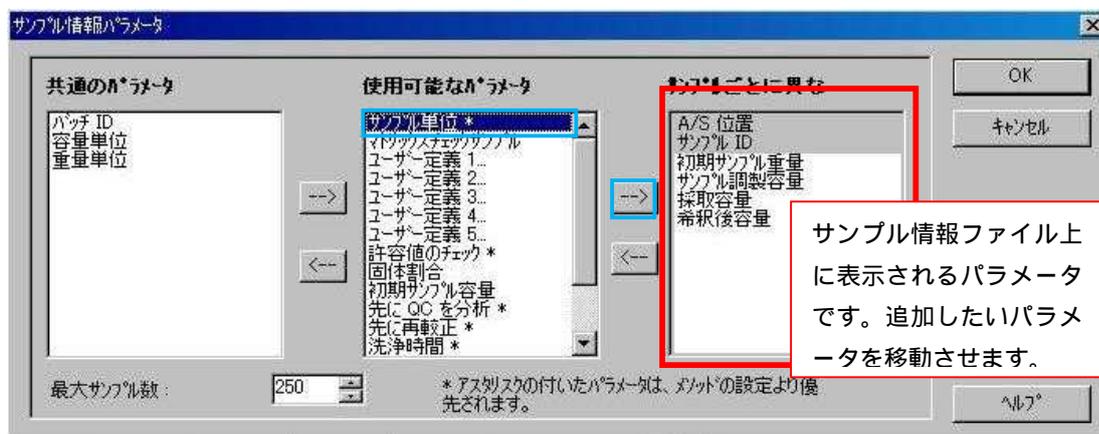
• **採取容量**

調製後のサンプルを、もう 1 段階希釈する際の採取する調製後のサンプル容量を入力します。
 ([希釈後容量]とセットで使用、通常は 2 段階目の希釈を使用します)

• **希釈後容量**

調製後のサンプルを、もう 1 段階希釈する際の調製後の量を入力します。
 ([採取容量]とセットで使用)

* パラメータは、[サンプル情報パラメータ]ウィンドウで追加することができます。[サンプル情報パラメータ]ウィンドウは、メニューの[オプション] [サンプル情報パラメータ]を選択して開きます。



<例> 下記のように入力すると・・・

『Sample1』というサンプルが、オートサンプラー5番位置にセットされており、このサンプルは、0.1 gの(粉末 or 固体)サンプルを50 mLに溶かし、この調製溶液を10 mL取って、50 mLに希釈した。サンプル単位はmg/g_sという意味になります。

サンプル情報エディター: 無題

すべてのサンプルに共通のパラメータ

バッチ ID	
容量単位	mL
重量単位	g

ファイルの説明

デフォルトサンプル情報ファイル

* アス列スタの付いたパラメータは、メソッドの設定より優先されます。

サンプルごとに変わるパラメータ

サンプル番号	A/S 位置	サンプル ID	初期サンプル重量	サンプル調製容量	採取容量	希釈後容量	サンプル単位 *
1	5	Sample1	0.1	50	10	50	mg/g
2	6	Sample2	0.1	50	10	50	mg/g
3	7	Sample3	0.1	50	10	50	mg/g
4							
5							
6							
7							
8							
9							
10							
11							
12							
13							
14							
15							
16							

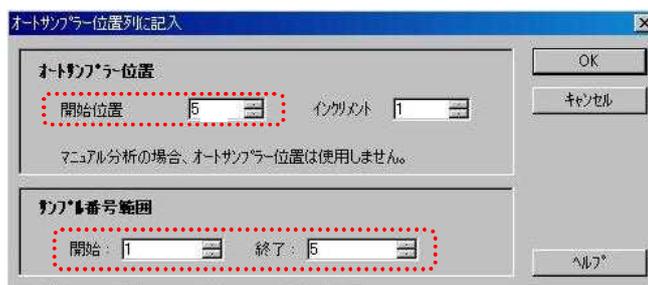
分析リストに追加

下記のように[A/S 位置]が続き番号の場合や、各サンプル情報が同じ場合は、列名をダブルクリックすると、ダイアログボックスが開きますので、そこに入力すると一度に入力することができます。(Sample 名はお手数ですが、入力して下さい。)



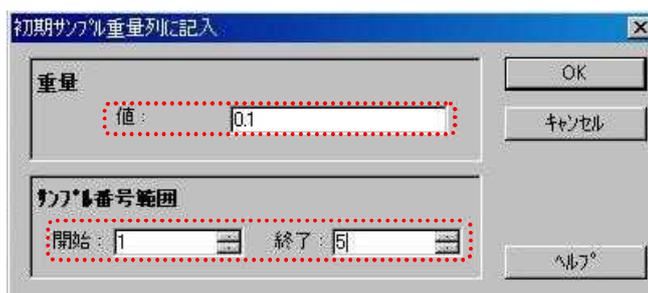
A/S 位置の入力

[開始位置]欄にサンプルの 1 番目のポジション No.を選択します。次に、[サンプル番号範囲]の[開始]、[終了]欄にサンプル番号を記入します。



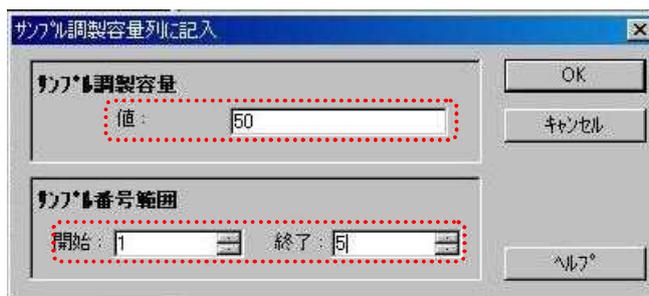
初期サンプル重量の入力

[重量]欄にサンプルの固体 or 粉末重量を入力します。次に、[サンプル番号範囲]の[開始]、[終了]欄にサンプル番号を記入します。



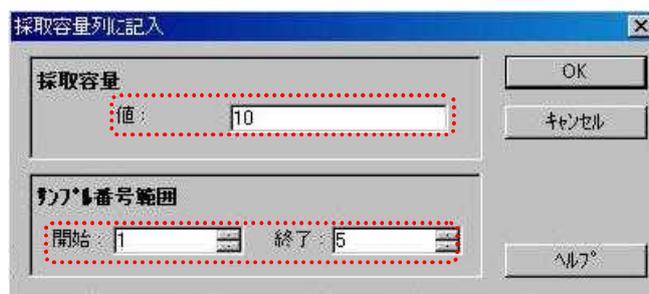
サンプル調製容量の入力

[サンプル調製容量]欄にサンプル希釈後の容量を入力します。次に、[サンプル番号範囲]の[開始]、[終了]欄にサンプル番号を記入します。



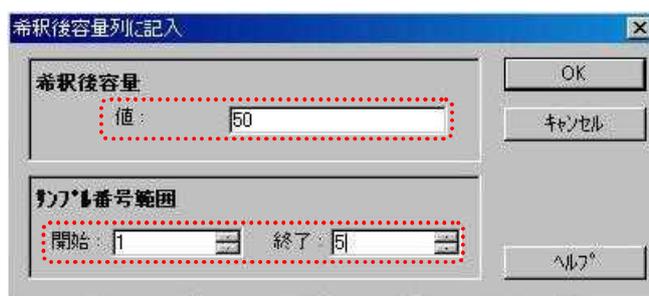
採取容量の入力

[採取容量]欄に2段階に希釈する際の溶液採取量を入力します。次に、[サンプル番号範囲]の[開始]、[終了]欄にサンプル番号を記入します。



希釈後容量の入力

[希釈後容量]欄に2段階に希釈後の調製溶液量を入力します。次に、[サンプル番号範囲]の[開始]、[終了]欄にサンプル番号を記入します。



上記の ~ の手順で入力を行うと下記ようになります。

サンプル番号範囲
で記入する数字

すべてのサンプルに共通のパラメータ

バッチID	
容量単位	mL
重量単位	g

ファイルの説明

デフォルトサンプル情報ファイル

* アスクリプスの付いたパラメータは、ソフトの設定より優先されます。

サンプルごとに変わるパラメータ

サンプル番号	A/S 位置	サンプルID	初期サンプル重量	サンプル調製容量	採取容量	希釈後容量
1	5	Sample1	0.1	50	10	50
2	6	Sample2	0.1	50	10	50
3	7	Sample3	0.1	50	10	50
4	8		0.1	50	10	50
5	9		0.1	50	10	50
6						
7						
8						

サンプルIDは手入力

-注意-

初期サンプル重量、サンプル調製容量の入力を行う際はサンプル単位の設定を必ず行って下さい。サンプル単位の入力、メソッドエディターの[標準液-検量線の種類とサンプル単位]画面、または[サンプル情報エディター]ウィンドウで行います。[メソッドエディター]ウィンドウのサンプル単位と[サンプル情報ファイル]ウィンドウのサンプル単位が異なる場合、[サンプル情報ファイル]ウィンドウのサンプル単位が使用されます。**サンプル単位が正しく入力されていないと、[結果]画面でサンプル濃度が正しく表示されません。**

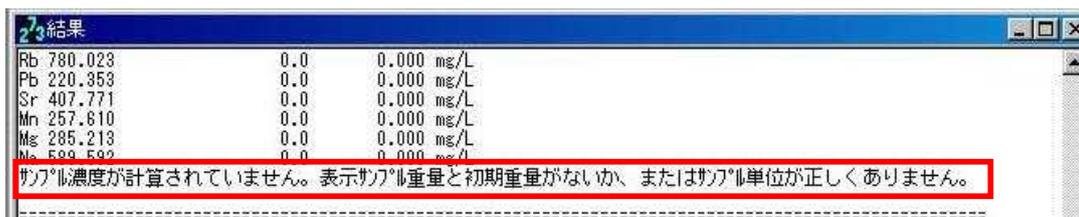
<メソッドエディターでのサンプル単位の選択>



<サンプル情報エディターでのサンプル単位の選択>



< [サンプル単位] が正しく選択されていない場合のエラーメッセージ例 >



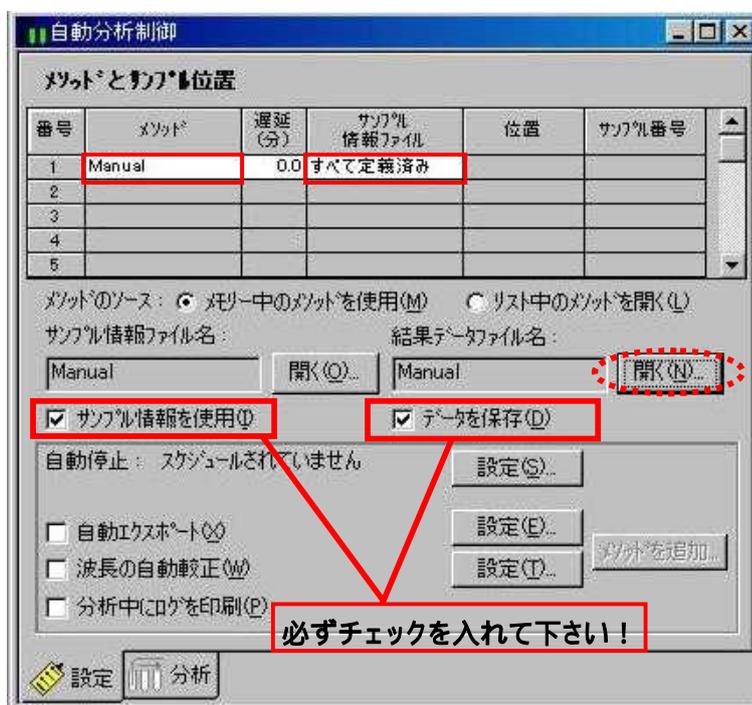
第7章 分析の実行

1 自動分析

ツールバーの  をクリックして、[自動分析制御]ウィンドウを開きます。

<[設定]ページの設定>

- 1) の欄をダブルクリックして、分析に使用するメソッドを開きます。
また、[サンプル情報ファイル]欄が[すべて定義済み]に選択されていることを確認して下さい。
- 2) [サンプル情報ファイル名]欄（ 参照 ）に先ほど作成したサンプル情報ファイル名（名前を付けていない場合は[無題]）が記載されていることを確認します。
（目的のサンプル情報ファイルでない場合は、[開く] から目的のサンプルを選択して下さい。）
***この時、[サンプル情報を使用]欄にチェックが入っていることを確認して下さい。**
- 3) [結果データファイル名]欄（ 参照 ）の[開く]をクリックし、結果ファイル名を登録して下さい。
***この時、[Save Data]欄にチェックが入っていることを確認して下さい。**
チェックが入っていない場合は、測定データは保存されません。



次に[分析]ページの設定を行います。

<[分析]ページの設定方法>

- 1) [リストを再編成]をクリックします。
(メソッドで指定した Blank,Std、サンプル情報ファイルの情報を更新させます。)
- 2) [全て分析を押し、分析をスタートさせます。



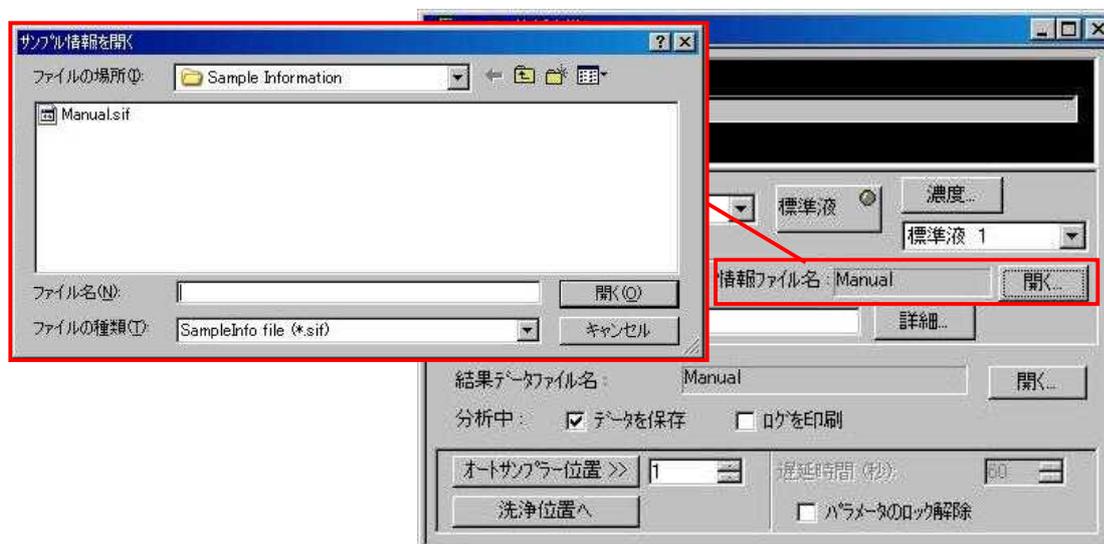
2 マニュアル分析

2-1 マニュアル分析の設定

- 1) ツールバーの  をクリックして、[マニュアル分析制御]画面を開きます。

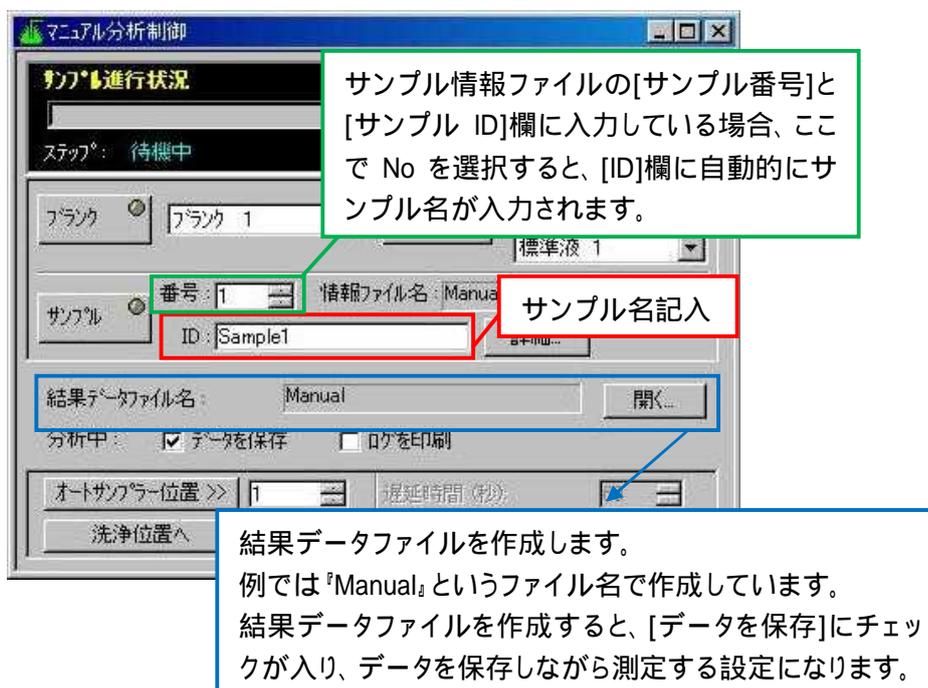


- * サンプル情報ファイルを使用する場合は、[情報ファイル名]の[開く]をクリックし、使用するサンプル情報ファイルを開きます。(マニュアル分析ではサンプル情報ファイルを使用しなくても測定可能です) 下記の例では『Manual』という名前のサンプル情報ファイルを指定しています。



- 2) [ID]欄に入力します。次に、結果データファイルの[開く]から結果データファイルを作成します。

注意：結果データファイルを作成していないと測定データは保存されません。



2-2 マニュアル分析の実行

- 1) ブランク溶液を吸引させ、**ブランク** をクリックします。
(オートサンプラーを使用する場合は、番号を選択して[オートサンプラー位置>>]をクリックするとその位置に移動し、溶液が吸引されます。)
- 2) 標準液 1 を吸引させ、ドロップダウンリストで標準液が選択されていることを確認してから、**標準液** をクリックします。

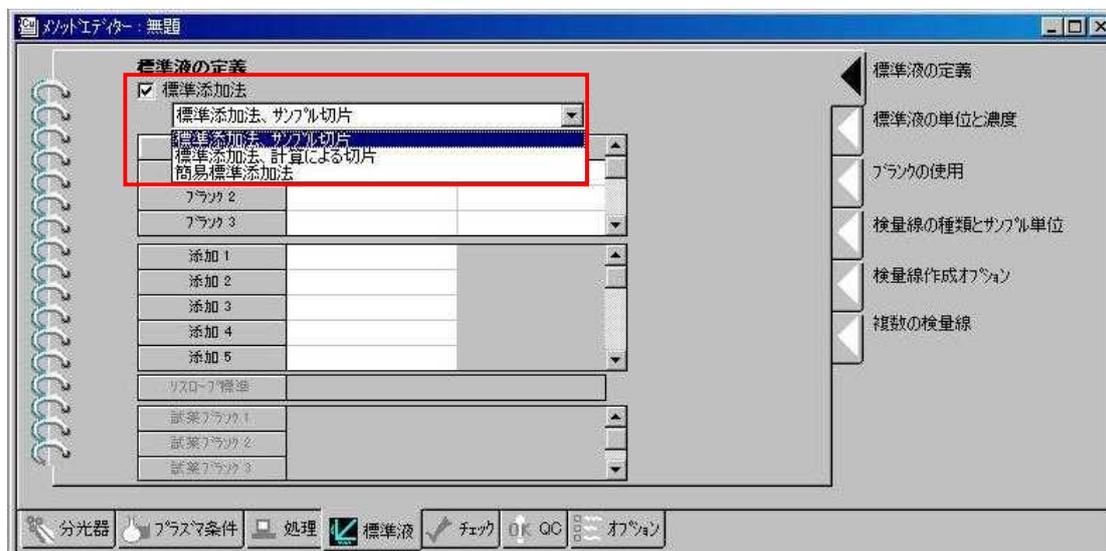


- 3) 同様に、標準溶液 2, 3・・・と順番に測定します。
- 4) サンプル情報ファイルを使用する場合は、[マニュアル分析制御]ウィンドウの測定を行うサンプル番号とサンプル ID が[サンプル情報ファイル] ウィンドウのサンプル番号とサンプル ID が同じ名前であることを確認してからサンプルを吸引させ、**サンプル** をクリックします。

サンプル情報ファイルを使用しない場合には、試料ごとにサンプル ID を変更します。

3 標準添加法による分析

標準添加法では、未知試料に既知濃度の標準物質を添加して検量線を作成します。標準添加法で測定を行うにはメソッドエディターの[標準液-標準液の定義]画面で、[標準添加法]欄にチェックを入れて下さい。チェックを入れますとドロップダウンリストが表示されますので、測定方法を選択して下さい。



* 標準添加法には、試料ごとに標準試料を添加して測定を行う標準添加法（サンプル切片、計算による切片）と、初めに試料と試料に標準試料を添加したものを測定し、その検量線を使用して他の試料を測定する簡易標準添加法があります。各測定方法でメソッドの作成の仕方が異なりますのでご注意ください。

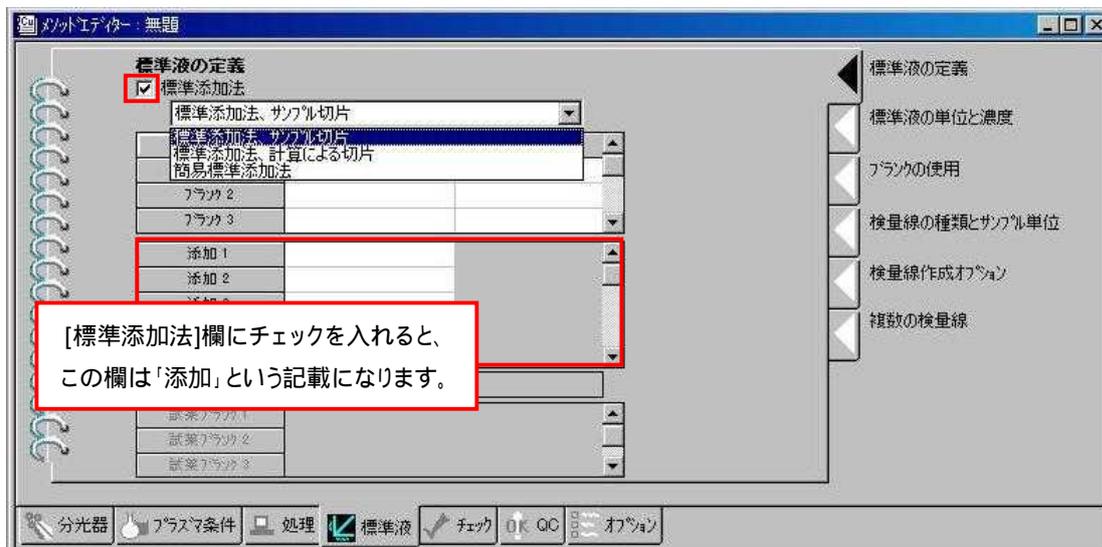
3-1 標準添加法

ここでは、試料ごとに標準試料を添加して測定を行う標準添加法（サンプル切片、計算による切片）の説明をしています。

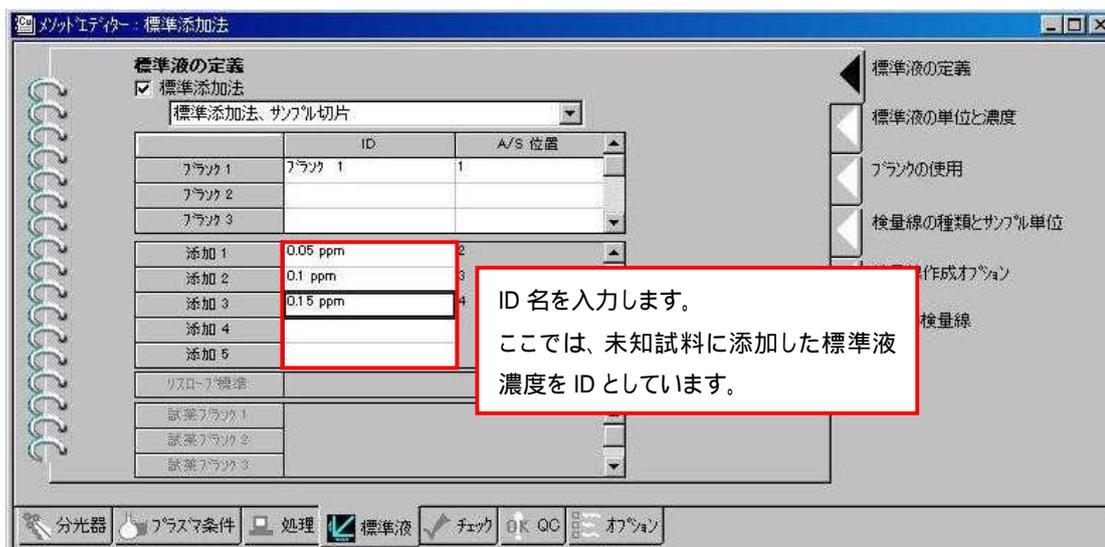
- 1) ツールバーの  をクリックして、[メソッドエディター]ウィンドウを開きます。
- 2) [分光器-測定元素の登録]画面で測定元素の登録を行います。



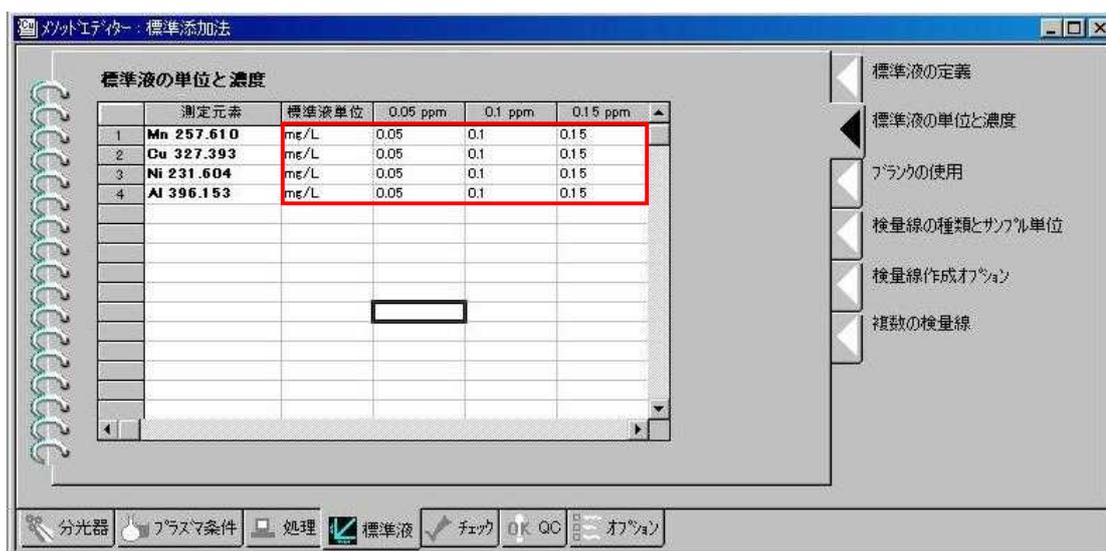
- 3) [標準液-標準液定義]画面の[標準添加法]にチェックを入れて下さい。チェックを入れますとドロップダウンリストが表示されますので、測定方法を選択して下さい。



4) IDを入力します。



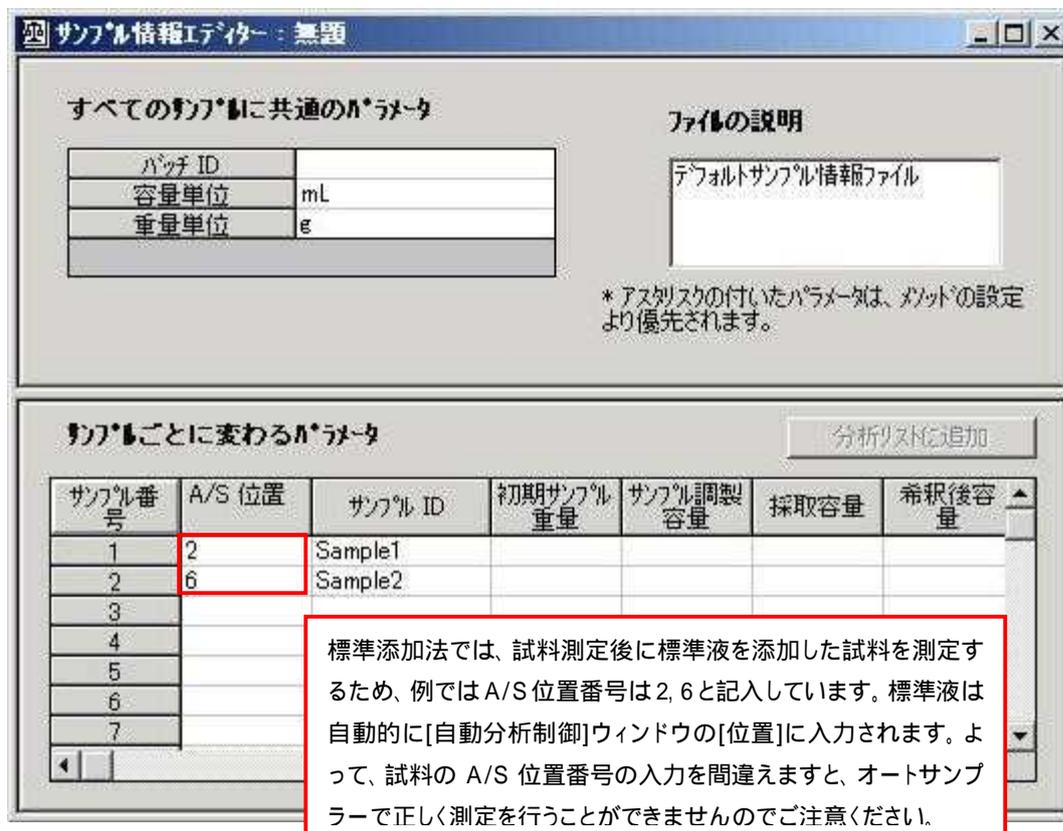
5) [標準液-標準液の単位と濃度]画面で標準液単位を選択し、各標準液の濃度（未知試料に添加した標準液濃度）を記入します。



ここでは、測定元素の選択方法や積分時間、遅延時間の設定、プラズマ観測、サンプル単位などの内容は省略しています。詳細は、『第5章メソッドの新規作成・呼び出し 1メソッドの新規作成』をご覧ください。

第5章メソッドの新規作成 1メソッドの新規作成…………… P10

- 7) ツールバーの  をクリックして、[サンプル情報エディター]ウィンドウを開きます。
- 8) オートサンプラー (A/S) 位置番号、サンプル名など必要な項目を入力します。



< 自動分析制御ウィンドウ (自動分析の場合) >

- 9) ツールバーの  をクリックして、[自動分析制御]ウィンドウを開きます。

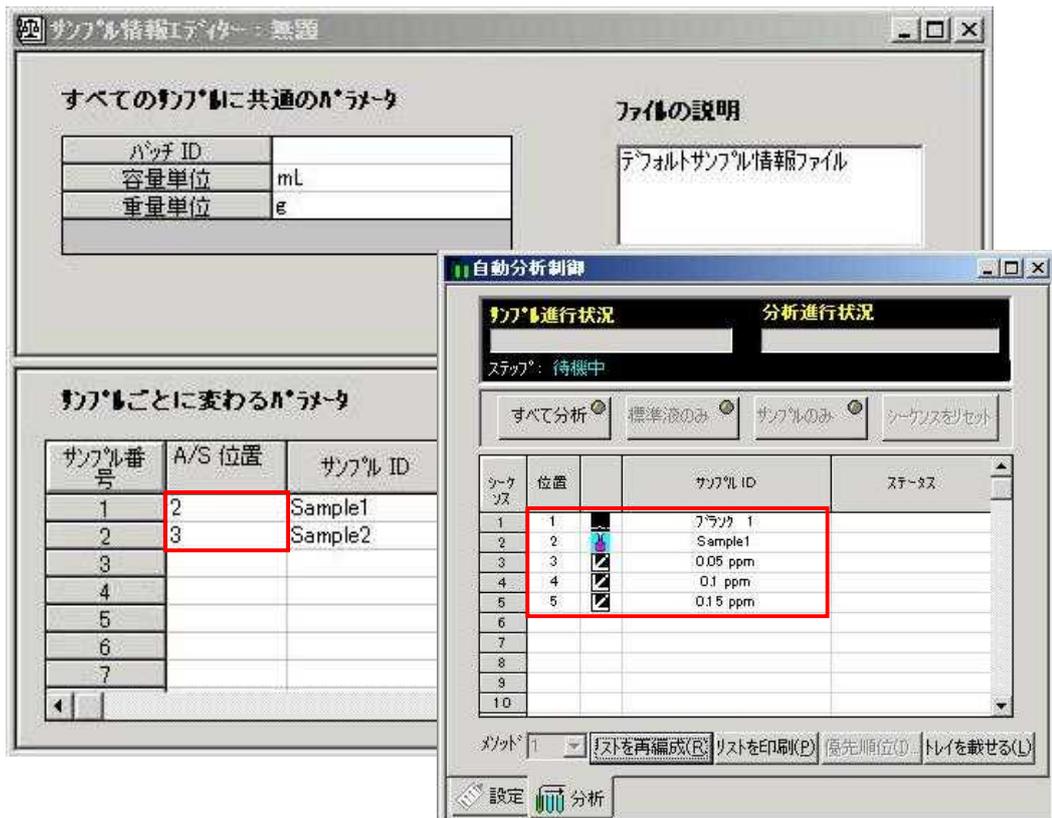
[自動分析制御]ウィンドウの詳細は、『第7章 分析の実行 1 自動分析』をご覧ください。

 第7章分析の実行 1 自動分析..... P32

10) [分析]ページの[リストを再編成]をクリックすると、下記ようになります。



サンプル情報エディターの[A/S 位置]欄を下記の様に入力すると、[自動分析制御]ウィンドウの分析ページは下記のようになり、サンプル番号2のサンプルは測定されません。ご注意ください。



<マニュアル分析制御ウィンドウ>

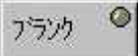
9) ツールバーの  をクリックして、[マニュアル分析制御]ウィンドウを開きます。

[マニュアル分析制御]ウィンドウの設定は、『第7章 分析の実行 2 マニュアル分析』をご覧ください。



第7章分析の実行 2 マニュアル分析……………P34

マニュアル分析の実行

10) ブランク溶液を吸引させ、  をクリックします。

(オートサンプラーを使用する場合は、番号を選択して[オートサンプラー位置>>]をクリックするとその位置に移動し、溶液が吸引されます。)

11) サンプルを吸引させ、標準液のドロップダウンリストでサンプルが選択されていることを確認してから、  をクリックします。

注意：標準添加法で測定を行う場合、サンプル測定は標準液ボタンを使用してください。下図のように、標準液のドロップダウンリストにサンプルと表示されます。



3) 同様に、標準溶液 1, 2, 3・・・と順番に測定します。

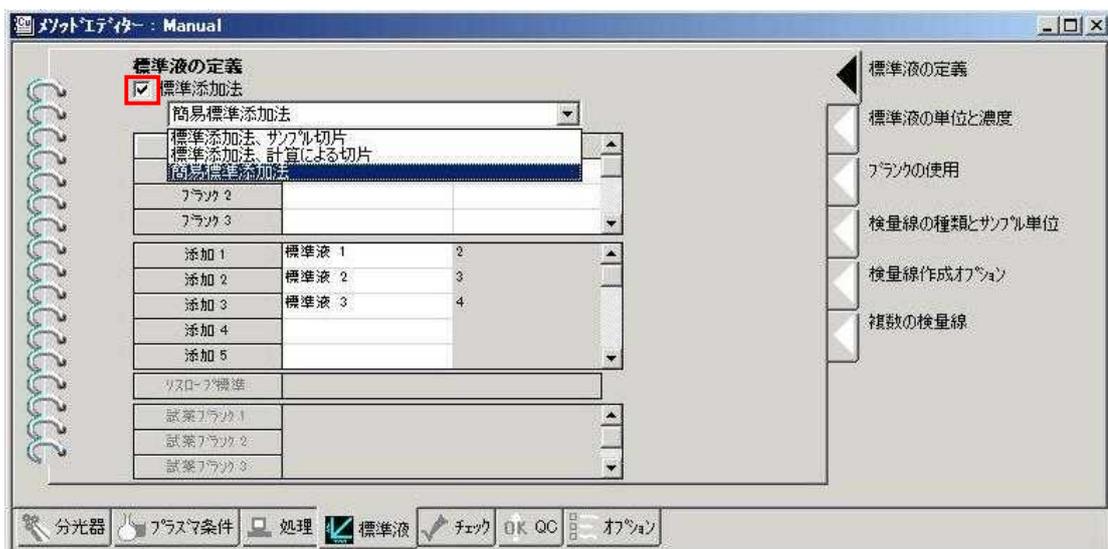
3-2 簡易標準添加法

ここでは、初めに試料と試料に標準試料を添加したものを測定し、その検量線を使用して他の試料を測定する簡易標準添加法の説明をしています。

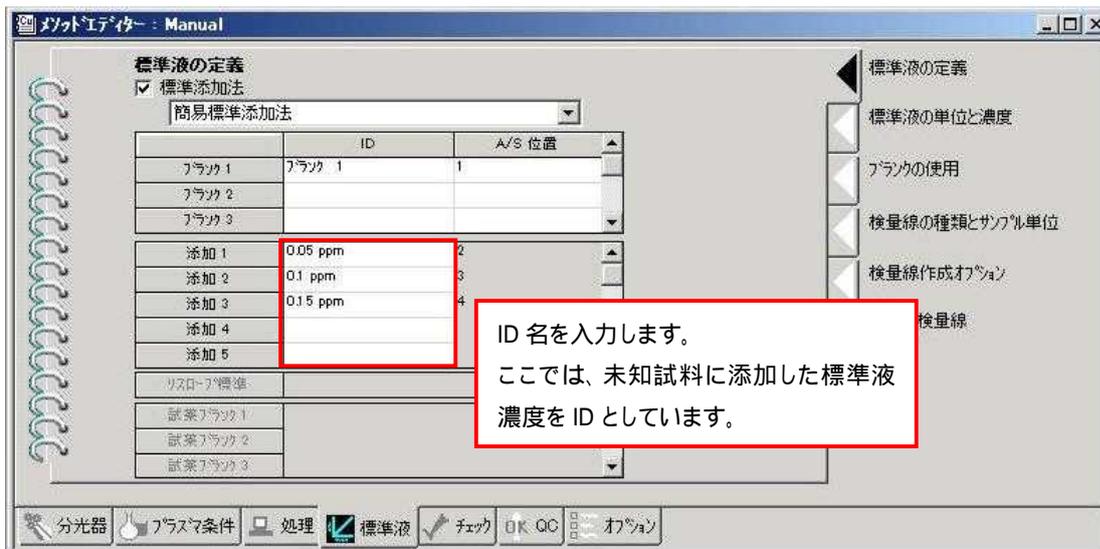
- 1) ツールバーの  をクリックして、[メソッドエディター]ウィンドウを開きます。
- 2) [分光器-測定元素の登録]画面で測定元素の登録を行います。



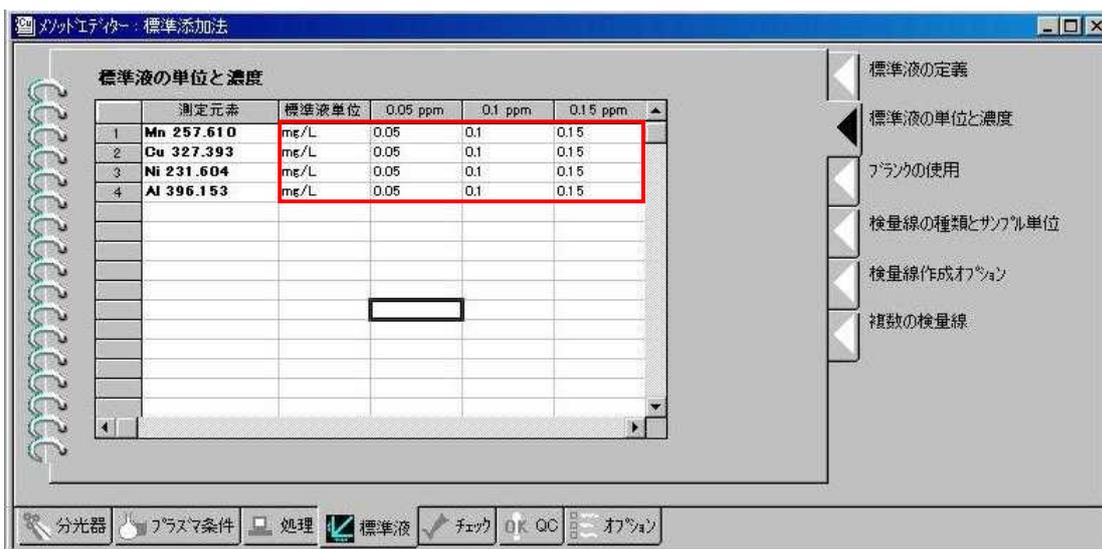
- 3) [標準液-標準液定義]画面の[標準添加法]にチェックを入れて下さい。チェックを入れますとドロップダウンリストが表示されますので、測定方法を選択して下さい。



4) ID を入力します。



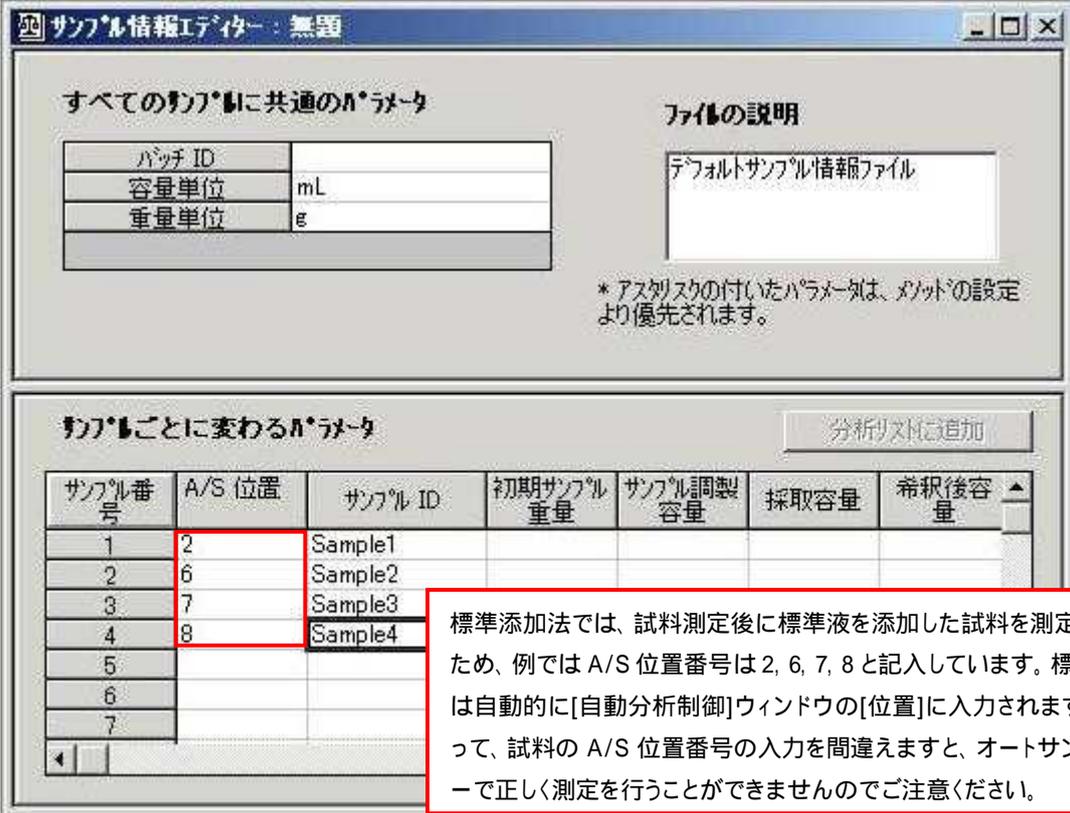
5) [標準液-標準液の単位と濃度]画面で標準液単位を選択し、各標準液の濃度（未知試料に添加した標準液濃度）を記入します。



ここでは、測定元素の選択方法や積分時間、遅延時間の設定、プラズマ観測、サンプル単位などの内容は省略しています。詳細は、『第5章メソッドの新規作成・呼び出し 1メソッドの新規作成』をご覧ください。

第5章メソッドの新規作成 1メソッドの新規作成……………P10

- 7) ツールバーの  をクリックして、[サンプル情報エディター]ウィンドウを開きます。
- 8) オートサンプラー (A/S) 位置番号、サンプル名など必要な項目を入力します。



すべてのサンプルに共通のパラメータ

バッチ ID	
容量単位	mL
重量単位	g

ファイルの説明

デフォルトサンプル情報ファイル

* アスタリスクの付いたパラメータは、メソッドの設定より優先されます。

サンプルごとに変わるパラメータ 分析リストに追加

サンプル番号	A/S 位置	サンプル ID	初期サンプル重量	サンプル調製容量	採取容量	希釈後容量
1	2	Sample1				
2	6	Sample2				
3	7	Sample3				
4	8	Sample4				
5						
6						
7						

標準添加法では、試料測定後に標準液を添加した試料を測定するため、例では A/S 位置番号は 2, 6, 7, 8 と記入しています。標準液は自動的に[自動分析制御]ウィンドウの[位置]に入力されます。よって、試料の A/S 位置番号の入力を間違えますと、オートサンプラーで正しく測定を行うことができませんのでご注意ください。

< 自動分析制御ウィンドウ (自動分析の場合) >

- 9) ツールバーの  をクリックして、[自動分析制御]ウィンドウを開きます。

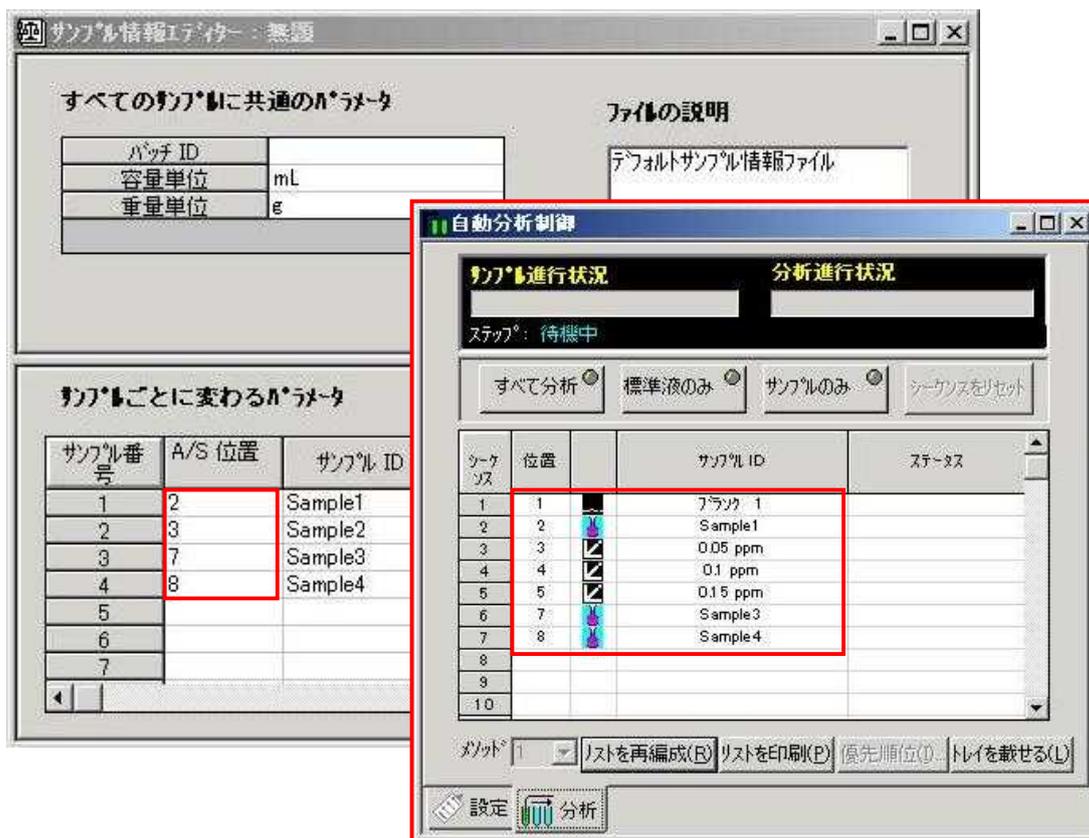
[自動分析制御]ウィンドウの詳細は、『第7章 分析の実行 1 自動分析』をご覧ください。

 第7章分析の実行 1 自動分析..... P32

10) [分析]ページの[リストを再編成]をクリックすると、下記ようになります。



サンプル情報エディターの[A/S 位置]欄を下記のように入力すると、[自動分析制御]ウィンドウの分析ページは下記のようになり、サンプル番号2のサンプルは測定されません。ご注意ください。



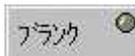
<マニュアル分析制御ウィンドウ>

9) ツールバーの  をクリックして、[マニュアル分析制御]ウィンドウを開きます。

[マニュアル分析制御]ウィンドウの設定は、『第7章 分析の実行 2 マニュアル分析』をご覧ください。

 第7章分析の実行 2 マニュアル分析……………P34

マニュアル分析の実行

10) ブランク溶液を吸引させ、  をクリックします。

(オートサンプラーを使用する場合は、番号を選択して[オートサンプラー位置>>]をクリックするとその位置に移動し、溶液が吸引されます。)

11) サンプルを吸引させ、標準液のドロップダウンリストでサンプルが選択されていることを確認してから、  をクリックします。

注意：標準添加法で測定を行う場合、サンプル測定は標準液ボタンを使用してください。
下図のように、標準液のドロップダウンリストにサンプルと表示されます。



3) 同様に、標準溶液 1, 2, 3・・・と順番に測定します。

第 8 章 プラズマの消灯

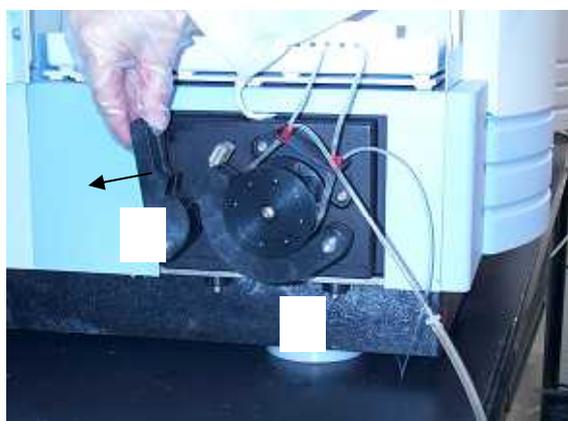
- 1) プラズマのアイコン  をクリックし、[プラズマ制御]ウィンドウを開きます。
- 2) [プラズマ]のスイッチの[オフ]をクリックすると、ペリスタルティックポンプが停止し、プラズマが消灯します。

分析終了後は超純水を吸引させ、試料導入系を洗浄して下さい。

トーチを冷却するため、プラズマ消灯後もプラズマガスおよび補助ガスがしばらく流れますが、一定時間を経過すると自動で停止します。



- 3) ペリスタルティックポンプの  を矢印の方向に回し、サンプルチューブおよびドレインチューブを開放します。  が下方に外れますので、下を押さえながら  を外すことをお勧めします。また、ポンプ前方に洗浄ピンなどが無いことを確認して下さい。  をぶつけてしまう恐れがありますので、ご注意ください。



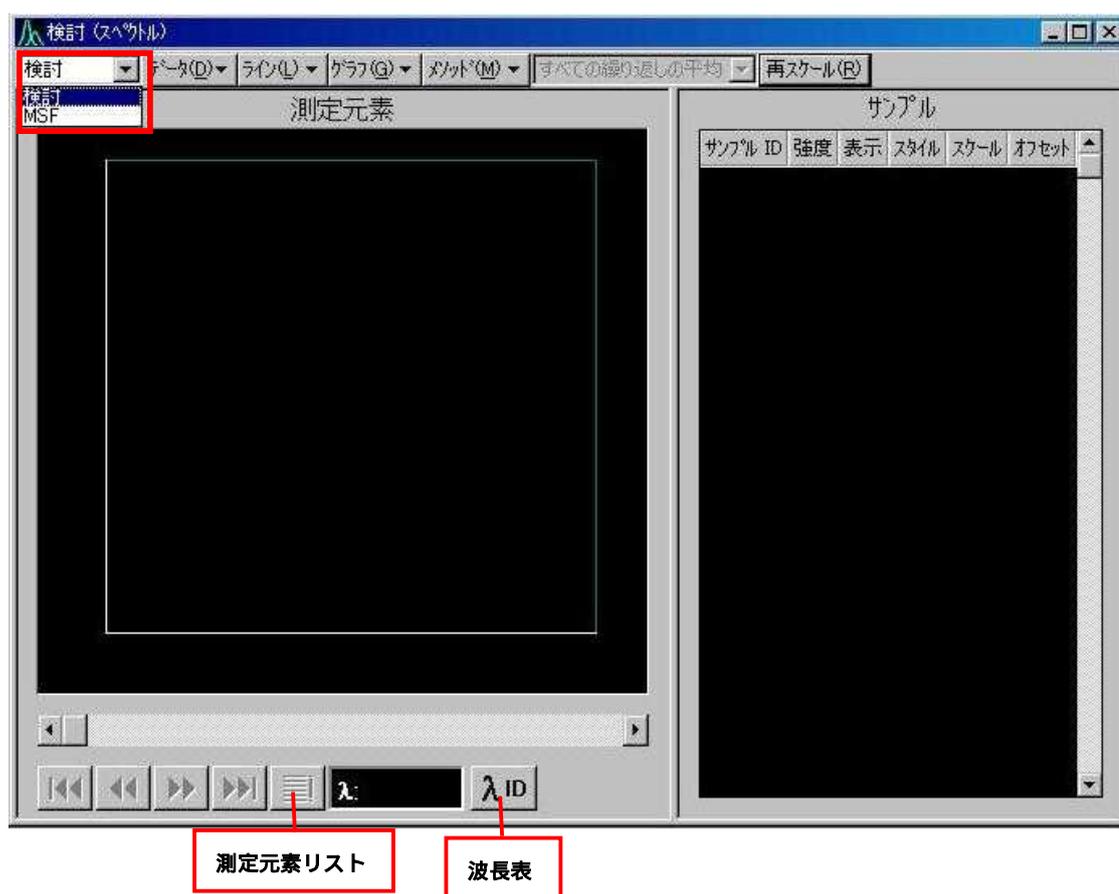
第9章 スペクトルの検討

* 最適な分析波長を選択し、適切なバックグラウンド位置を決定する操作です。

1 スペクトルの表示

1) ツールバーの[検討]  をクリックして[検討 (スペクトル)]ウィンドウを開きます。

2) [検討]、[MSF](多成分スペクトルフィッティング)モードが選択できます。デフォルトウィンドウは検討モードです。



[サンプル]にはアクティブなスペクトルがハイライト表示されます。

[強度]はスペクトルに表示されている波長カーソル上の強度を示しています。

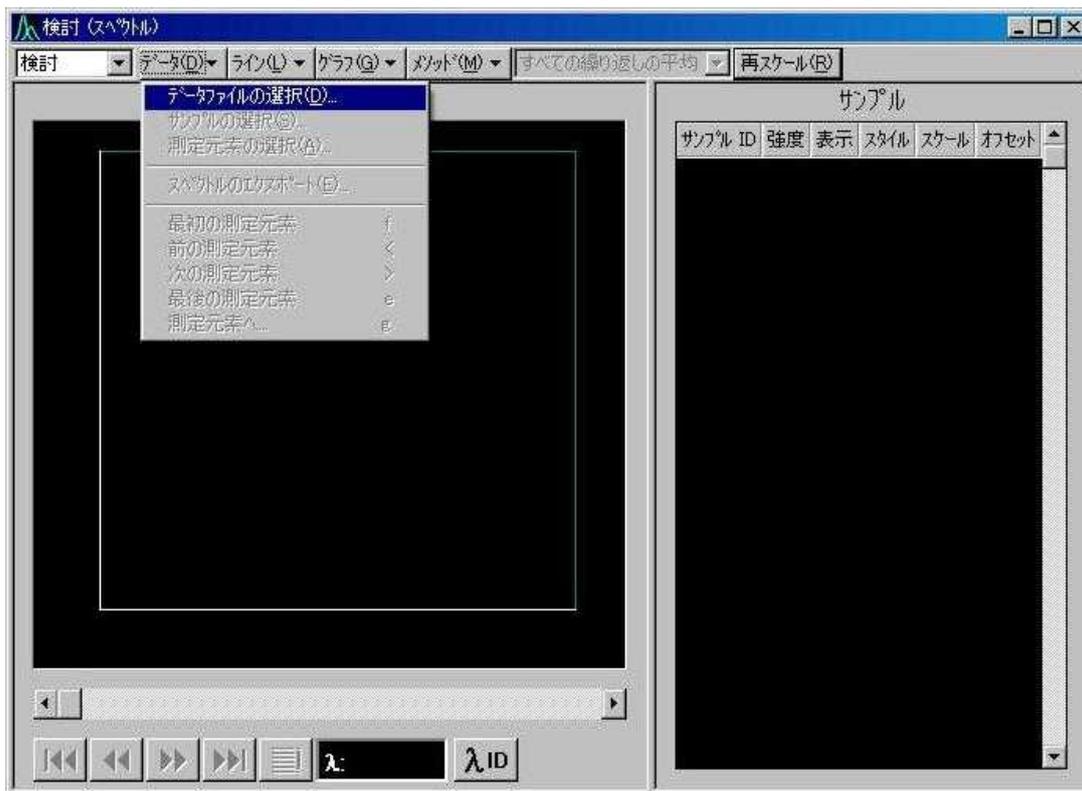
[表示]はスペクトルの表示・非表示を選択することができます。

Delete キーでスペクトルを削除することができます。

測定元素リストは結果データリストから選択した元素のリストが表示されます。

波長カーソルを合わせて[ID]をクリックすると、その波長を中心とした[波長表]が表示されます。

3) [データ]メニューの[データファイルの選択]を選択します。



4) 呼び出すデータファイル名を選択し、[次へ]をクリックします。

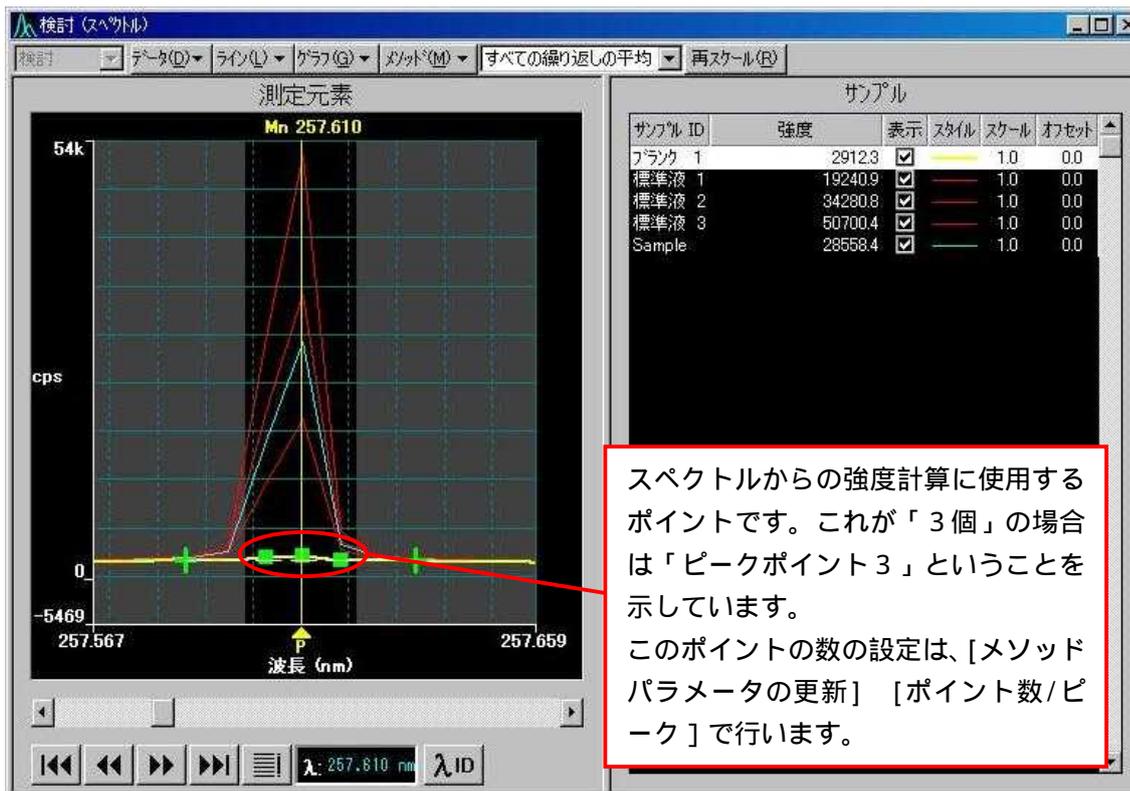
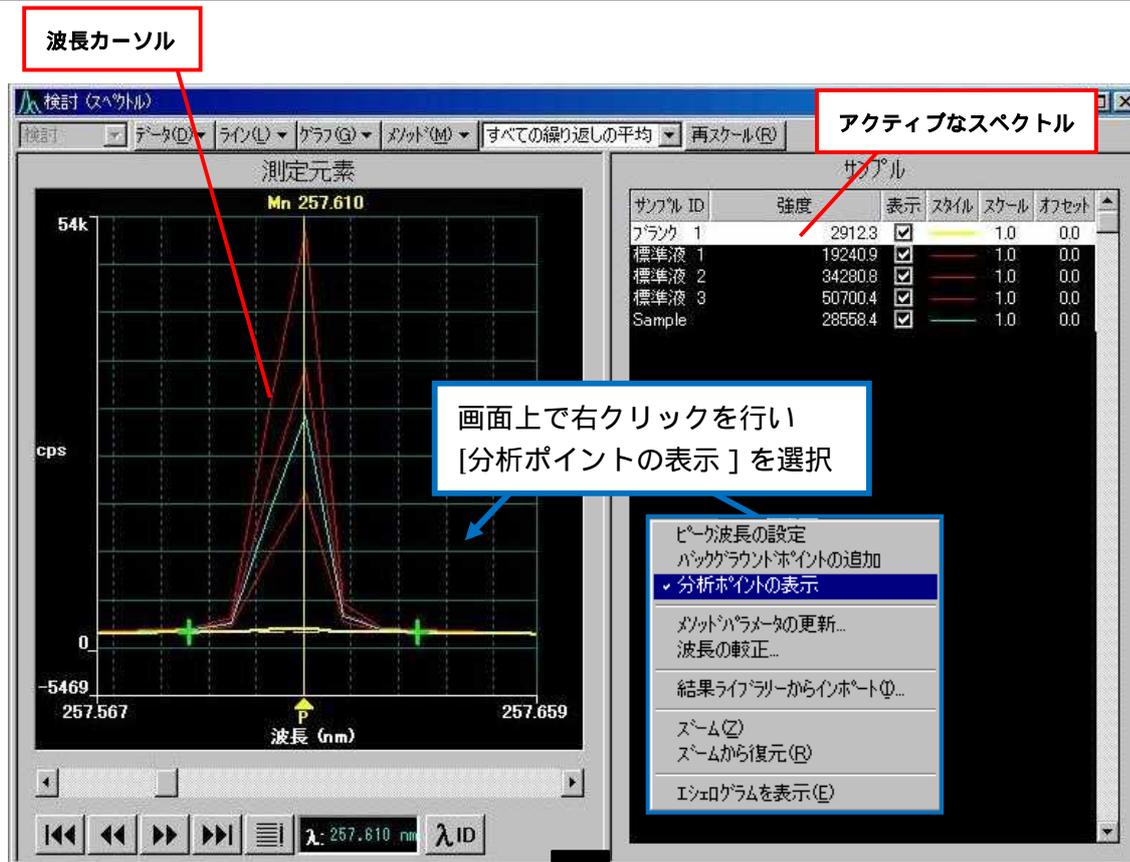


5) 呼び出すサンプルを選択し、[次へ]をクリックします。



6) 呼び出す元素および波長を選択し、[完了]をクリックすると[検討(スペクトル)]ウィンドウにスペクトルが表示されます。

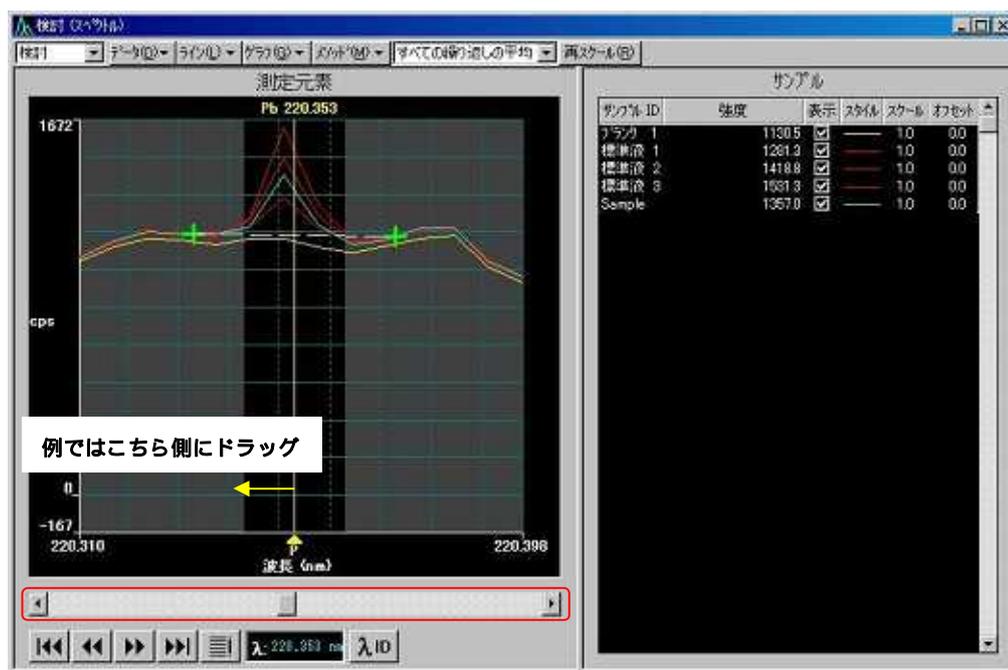




2 ピーク位置の変更

* 分光器の波長が所定の位置からずれていることが稀にあります。この場合には、ピーク位置の変更を行って、測定位置を所定の場所に合わせる必要があります。

- 1) 設定したいピーク位置がメソッドで指定されたピーク波長(P)と一致しない場合は、スライダーの左右矢印をクリックまたは黄色の垂直線上でドラッグして、ピークの最も高い付近まで移動させます。

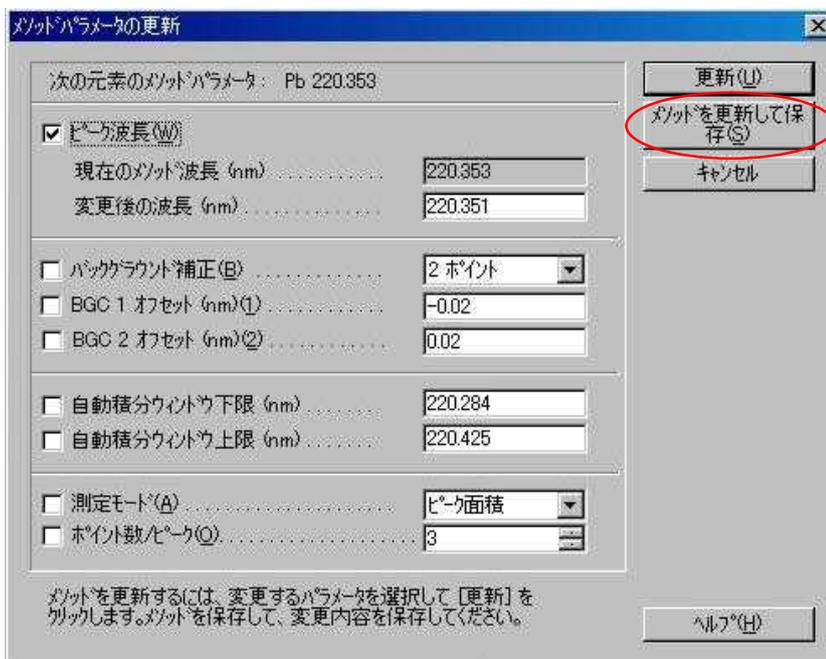


- 2) 画面上で右クリックを行い[ピーク波長の設定]を選択します。ピーク位置を示すPの位置が移動し、黄色の垂直線と一致します。
[メソッド]メニューをクリックしても同様の画面が表示されます。



- 3) 同様に、画面上で右クリックを行い[メソッドパラメータの更新]を選択します。
[メソッド]メニューをクリックしても同様の画面が表示されます。

- 4) [メソッドを更新して保存]をクリックします。
この画面の詳細は「4 メソッドパラメータの更新」をご覧ください。



3 バックグラウンド位置の変更

* 試料中のマトリックス（濃度、組成）と標準液のマトリックスが異なった場合、バックグラウンドの位置が異なってきます。正確な測定結果を得るためには、適正なバックグラウンド位置に補正する必要があります。

- 1) 設定したいバックグラウンド位置がメソッドで指定された位置（緑色の十字線）と一致しない場合は、緑色の十字線をドラッグし、設定したいバックグラウンド位置までドラッグします。



- 2) 同様に反対側のバックグラウンド位置も変更します。

バックグラウンドポイントを消す場合

緑色の十字線をスペクトル表示部分以外の左右にドラッグします。

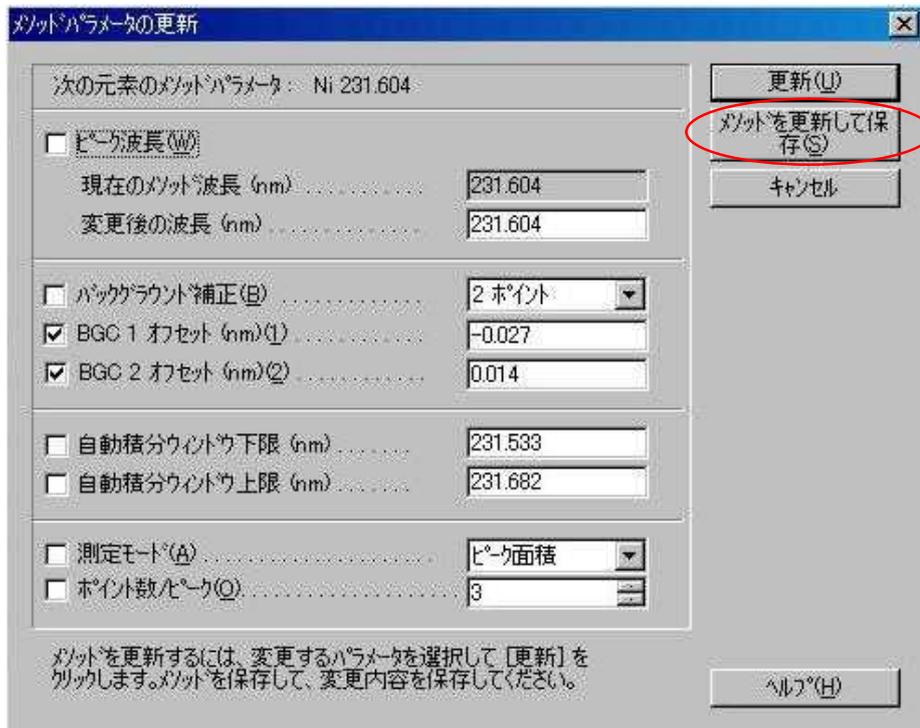
バックグラウンドポイントを加える場合

Ctrl キーを押しながら希望の位置をクリックします。

- 2) 画面上で右クリックを行い[メソッドパラメータの更新]を選択します。
 [メソッド]メニューをクリックしても同様の画面が表示されます。

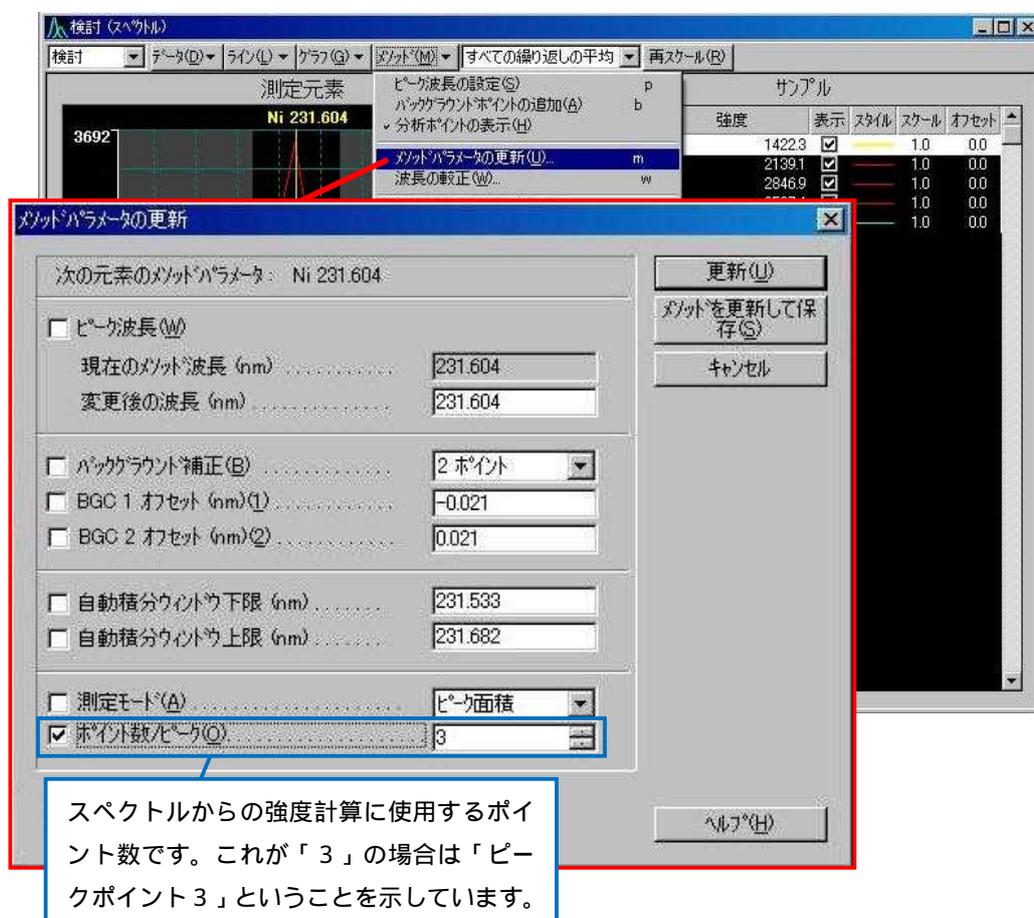


- 3) [メソッドを更新して保存]をクリックします。
 この画面の詳細は「4 メソッドパラメータの更新」をご覧ください。



4 メソッドパラメータの更新

* 近接した波長がある場合は、測定するピーク幅を狭くして影響を減らすことができます。

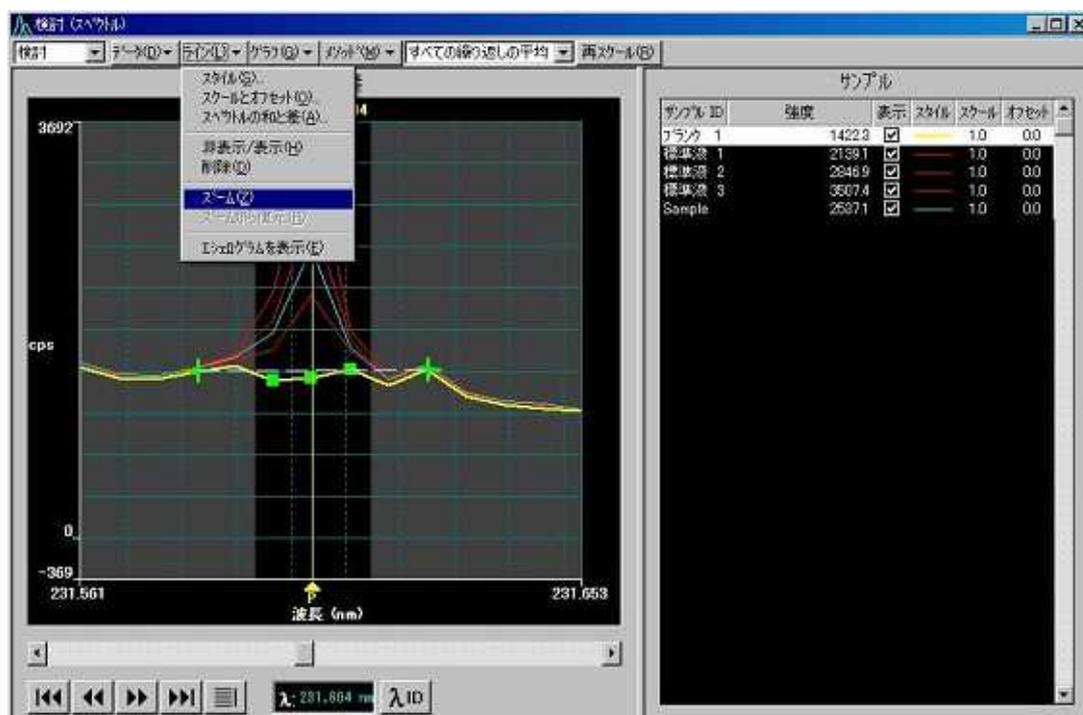


- 1) ピーク位置とバックグラウンド位置が決定したら、[メソッド]メニューの[メソッドパラメータの更新]選択します。
- 2) 変更したパラメータがチェックされているのを確認して、[更新]をクリックすると、現在開いているメソッドをエディター上でのみ更新します。
[メソッドを更新して保存]をクリックすると、ハードディスク内のメソッドファイルに上書きされます。

ピーク位置とバックグラウンド位置の変更を行った場合、この操作は必ず行って下さい。

5 ズーム

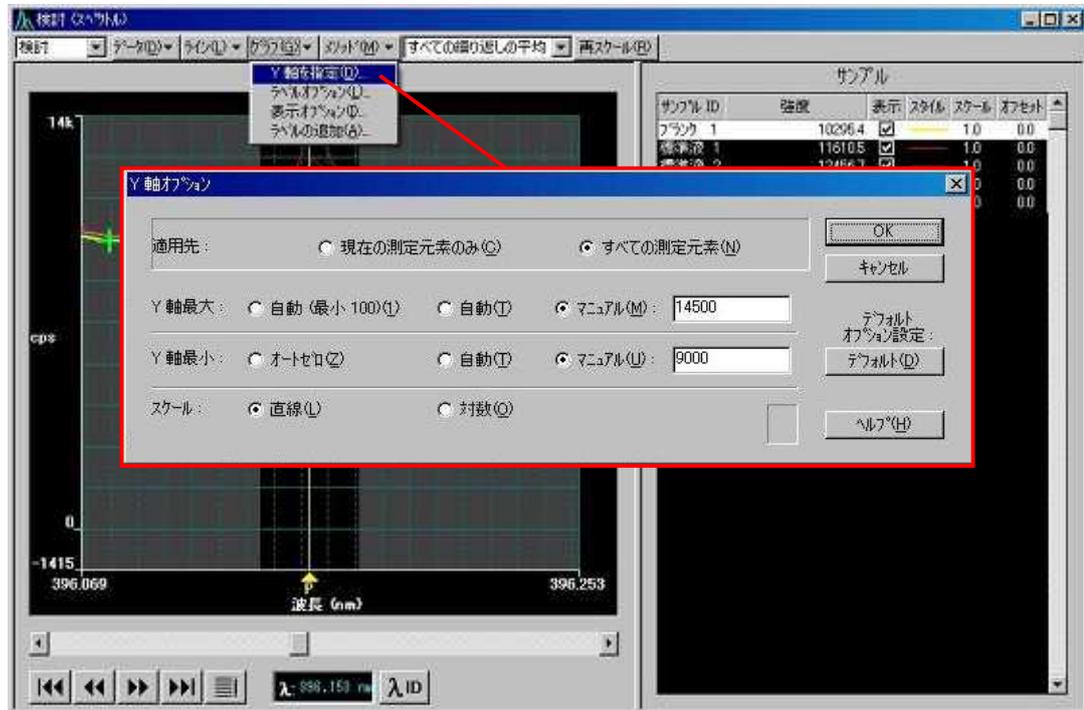
* 濃度が低い場合は、ピークが低く、バックグラウンドが高い場合があります。必要な場所を拡大して見るすることができます。



- 1) スペクトルの表示を拡大する場合は、[ライン]メニューの[ズーム]を選択します。
- 2) 拡大したい部分をドラッグして範囲を指定します。
- 3) 元のサイズに戻す場合は、[ライン]メニューの[ズームから復元]を選択します。

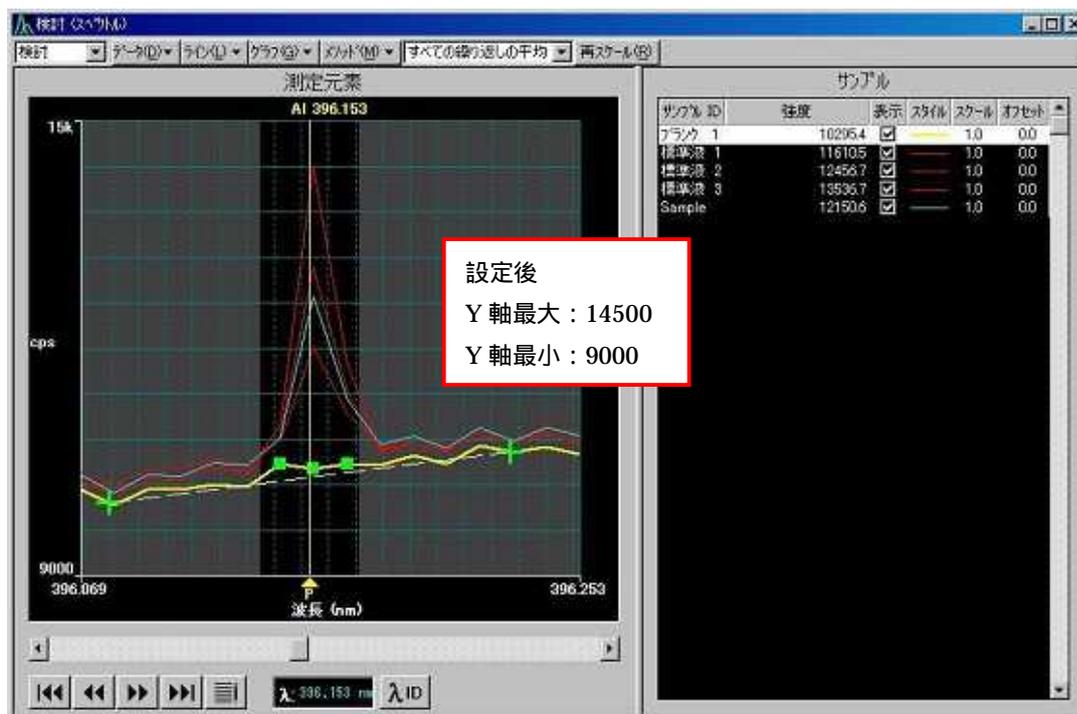
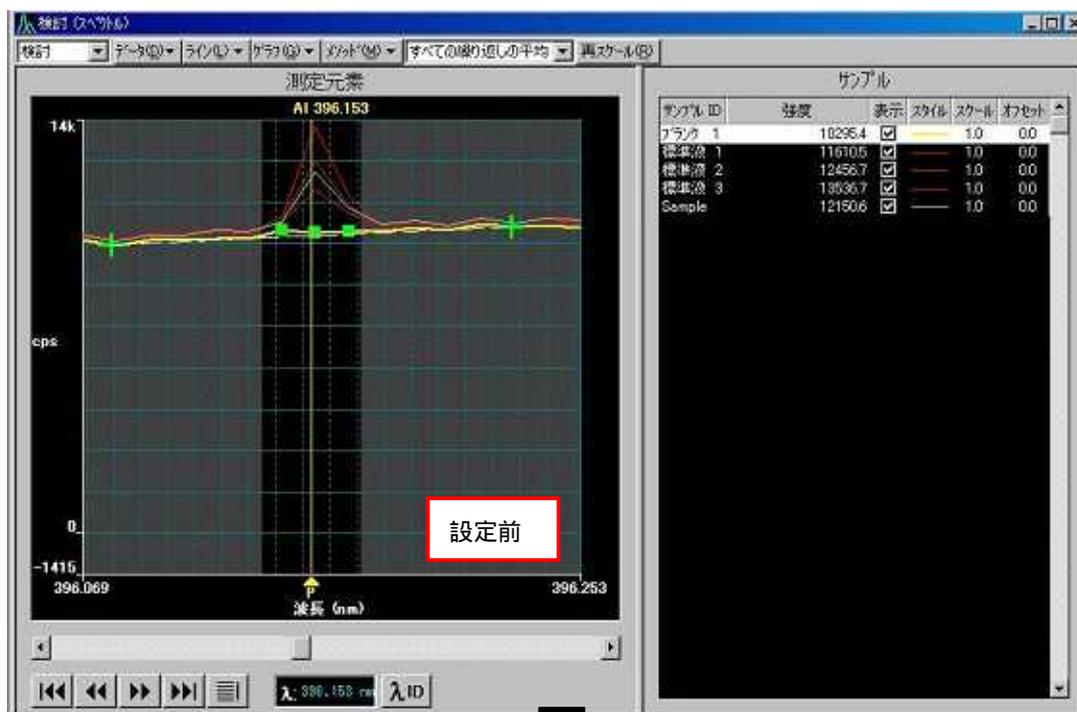
6 Y 軸表示の調整

* 濃度が低い場合は、ピークが低く、バックグラウンドが高い場合があります。必要な場所を拡大して見ることができます。(ズームとは異なり、X 軸側は拡大できません。X 軸も拡大したい場合は『ズーム』を行って下さい。)



- 1) Y 軸の表示を調整する場合は、[グラフ]メニューの[Y 軸を指定]を選択します。
- 2) [適用先]、[Y 軸最大]、[Y 軸最小]、[スケール]を選択し、[OK]をクリックします。

< 例 >



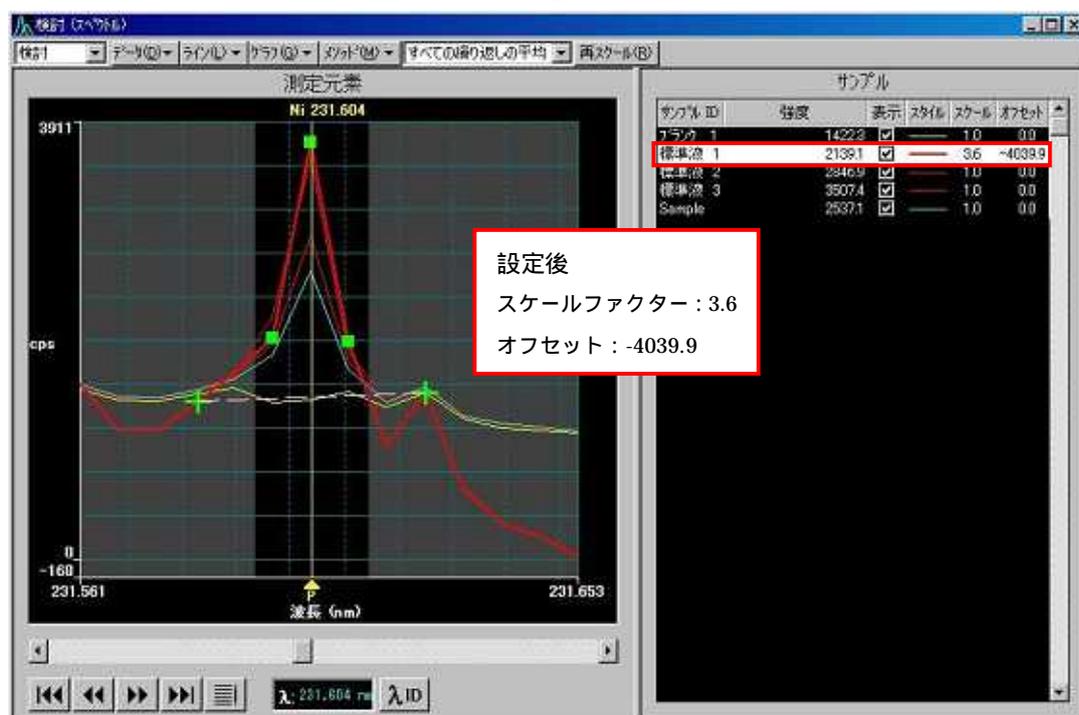
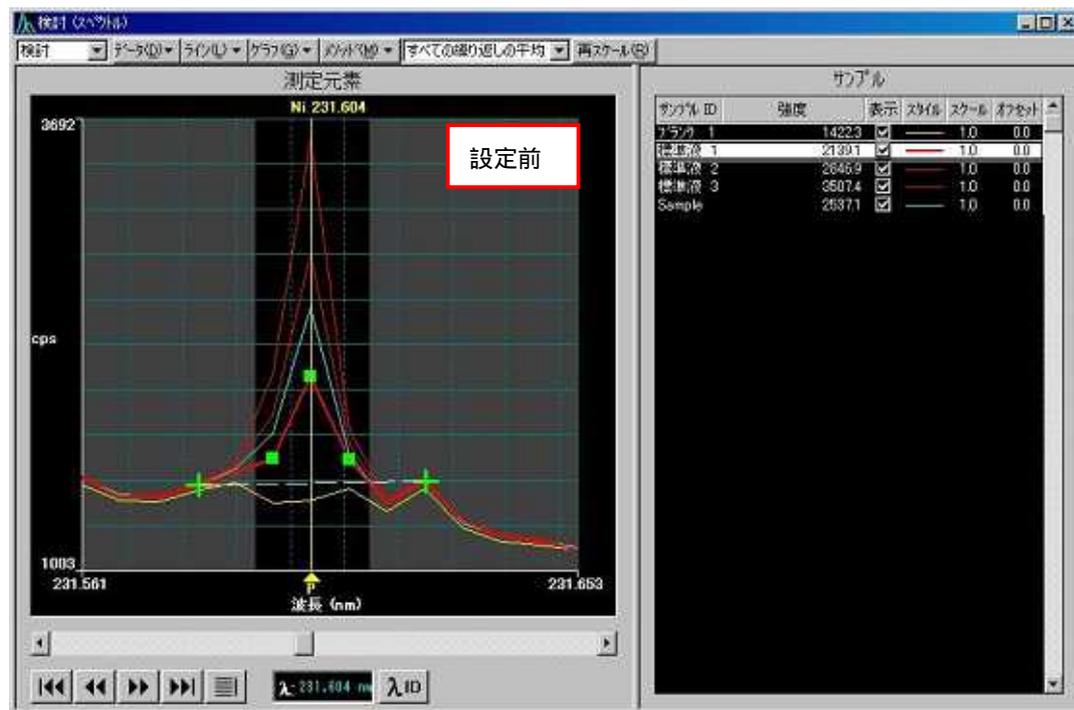
7 グラフスケールとオフセット

* バックグラウンドの影響でピークが隠れた場合、グラフを重ねることでピークのズレや形の判断を行いやすくします。



- 1) [ライン]メニューの[スケールとオフセット]を選択します。
- 2) [適用先]の選択、[スケールファクター]、[オフセット]に値を入力し、[適用] [OK]をクリックします。
[フルスケールファクターを自動的に確定]にチェックを入れると、最大スケールに設定されます。

* オフセット機能を使用した場合は以下のように表示されます。



スケールファクターはスペクトルの外観、オフセットはスペクトルの Y 軸表示を変更するだけで、元のデータ（データファイル）は変更されません。

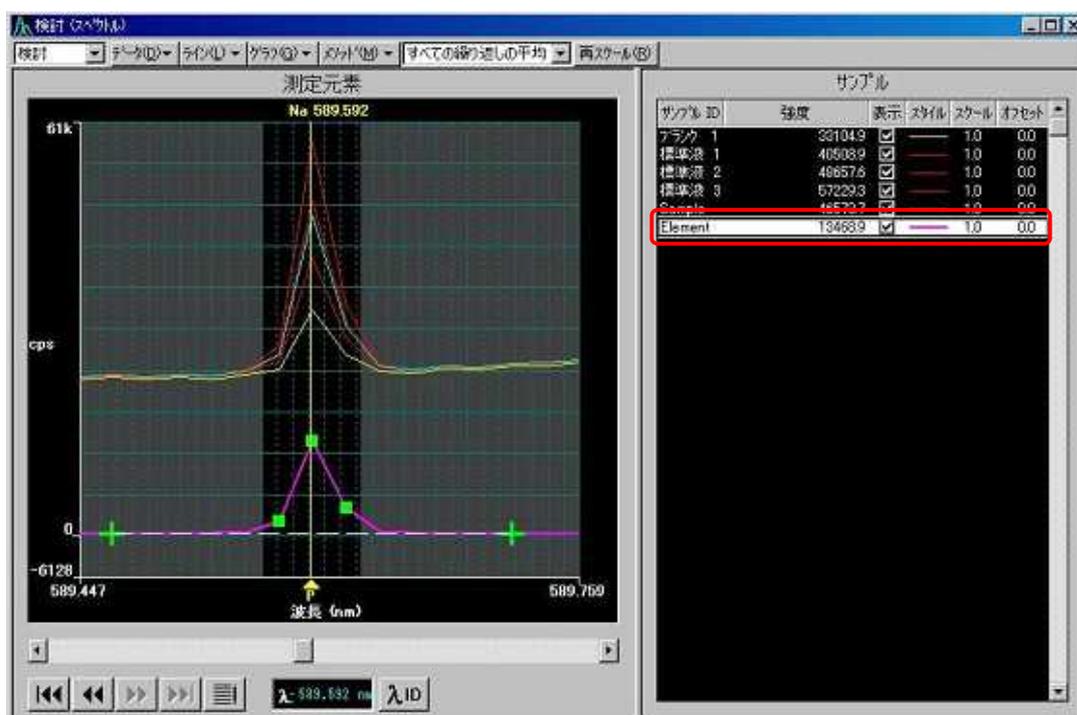
8 スペクトルの和と差

* バックグラウンドの影響でピークが隠れた場合、グラフを重ねることでピークのズレや形の判断を行いやすくします。(ブランク試料の結果が形を持っている場合に使用します。)



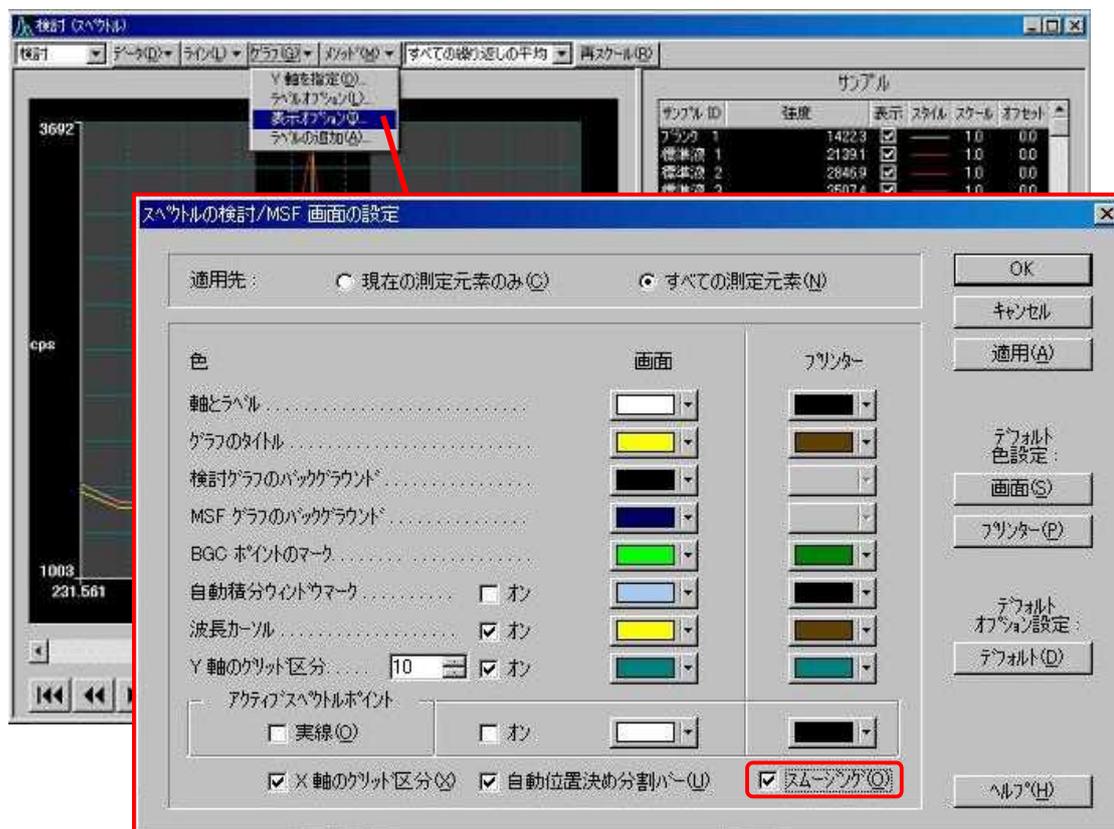
- 1) [ライン]メニューの[スペクトルの和と差]を選択すると[スペクトルの和と差]ウィンドウが表示されます。
- 2) スペクトルのパラメータをドロップダウンリストから選択し、さらに[操作]を選択します。
[新しいスペクトル名]に新しいスペクトル名を入力して[OK]をクリックします。

* Sample から Blank の差を取り、「Element」と名前を付けた場合は、以下のように表示されます。



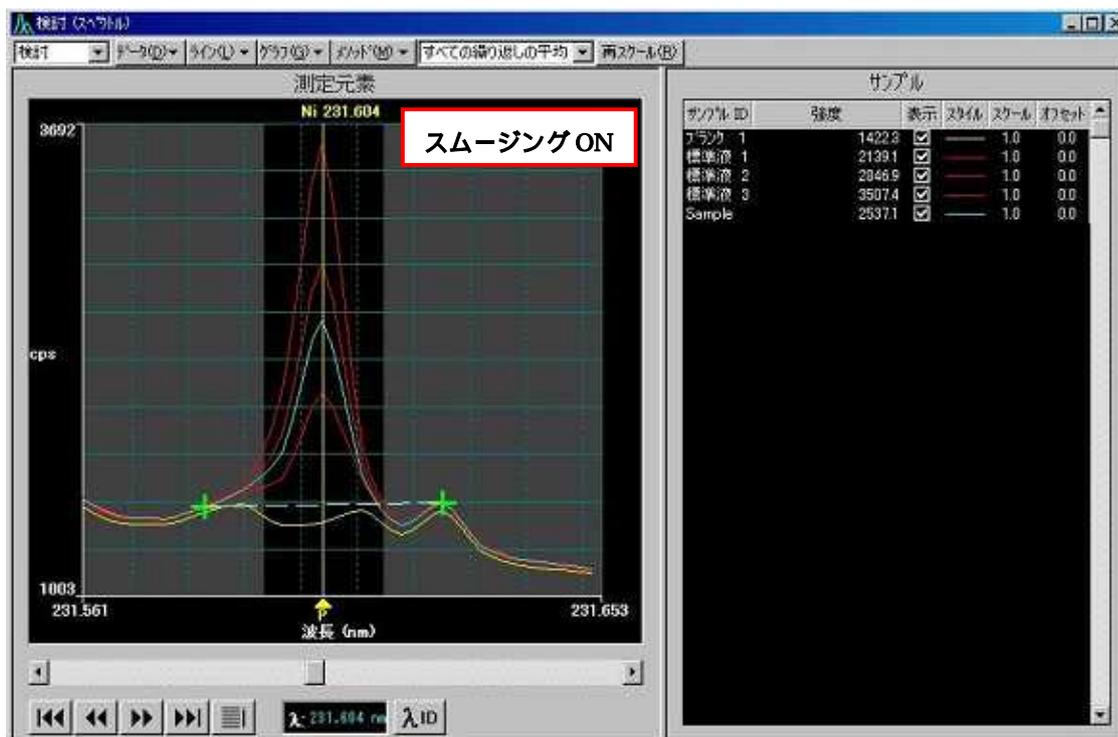
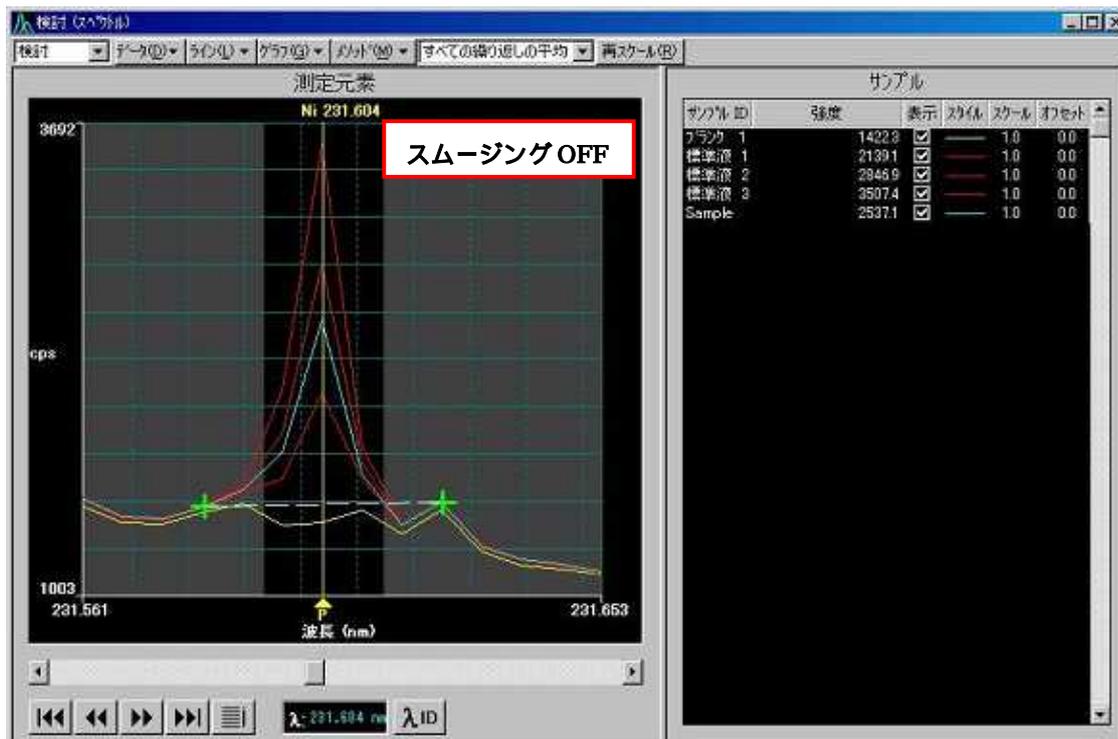
9 スムージング機能

* 表示されているスペクトルを滑らかにする機能です。分析値には影響を及ぼしません。



- 1) [グラフ]メニューの[表示オプション]を選択すると、[スペクトルの検討/MSF 画面の設定]ウィンドウが表示されます。
- 2) [スムージング]にチェックを入れ、[適用] [OK]をクリックします。

* スムージングを行った場合、スペクトルは以下のように滑らかに表示されます。



第 10 章 データの再処理

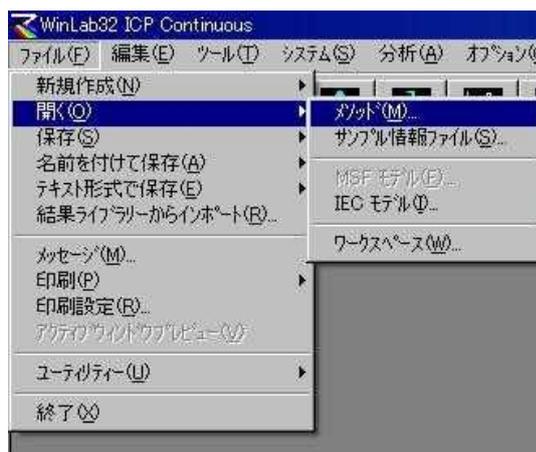
* データの再処理は、保存済みのデータを表示させる機能です。
スペクトルの検討後などに使用します。

- 1) ツールバーの[再処理]  をクリックして[データの再処理]ウィンドウを開きます。

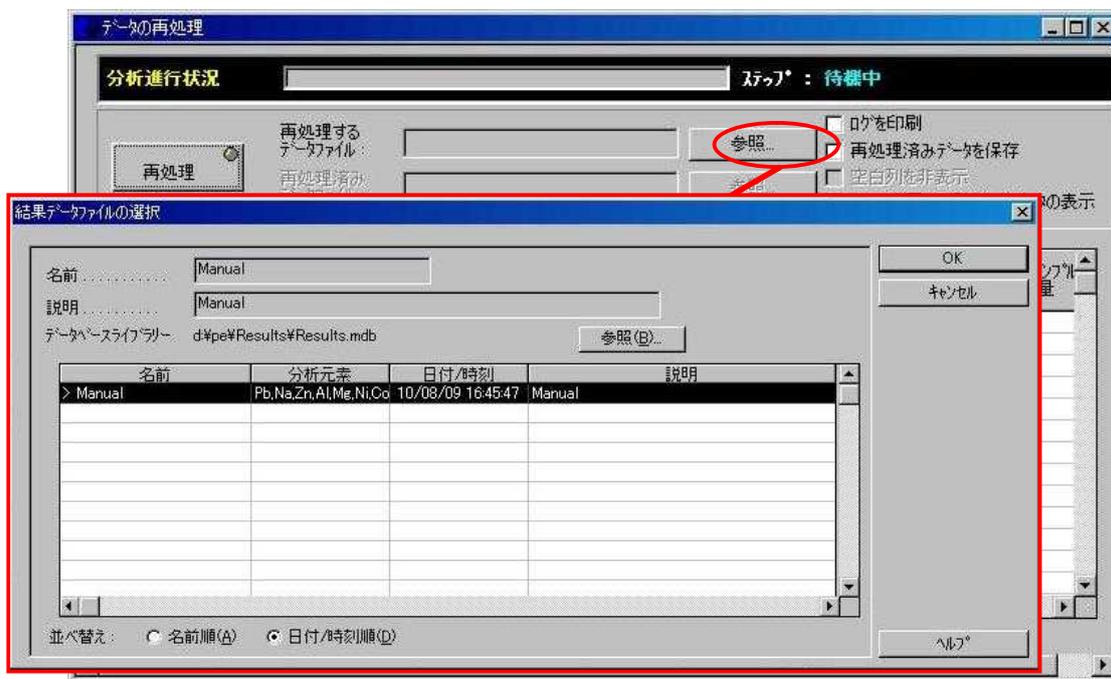
注意：この時、[マニュアル分析]や[自動分析]ウィンドウが開かれていると選択することができませんので、画面を閉じてから[データの再処理]ウィンドウを開いて下さい。



- 2) [ファイル]メニューの[開く] [メソッド]を選択して、データに適合するメソッドを開きます。



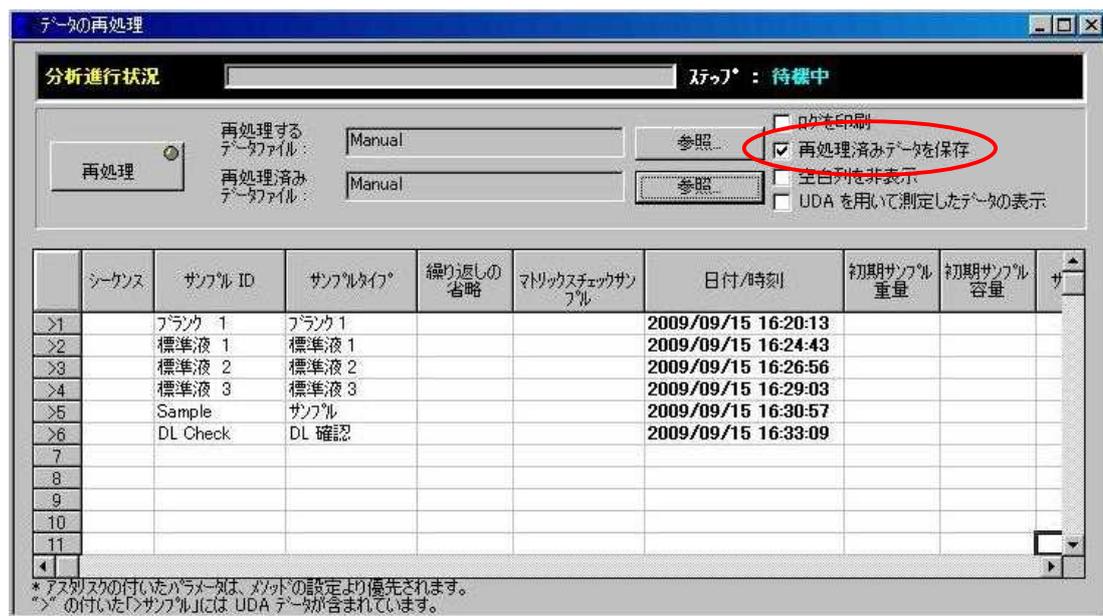
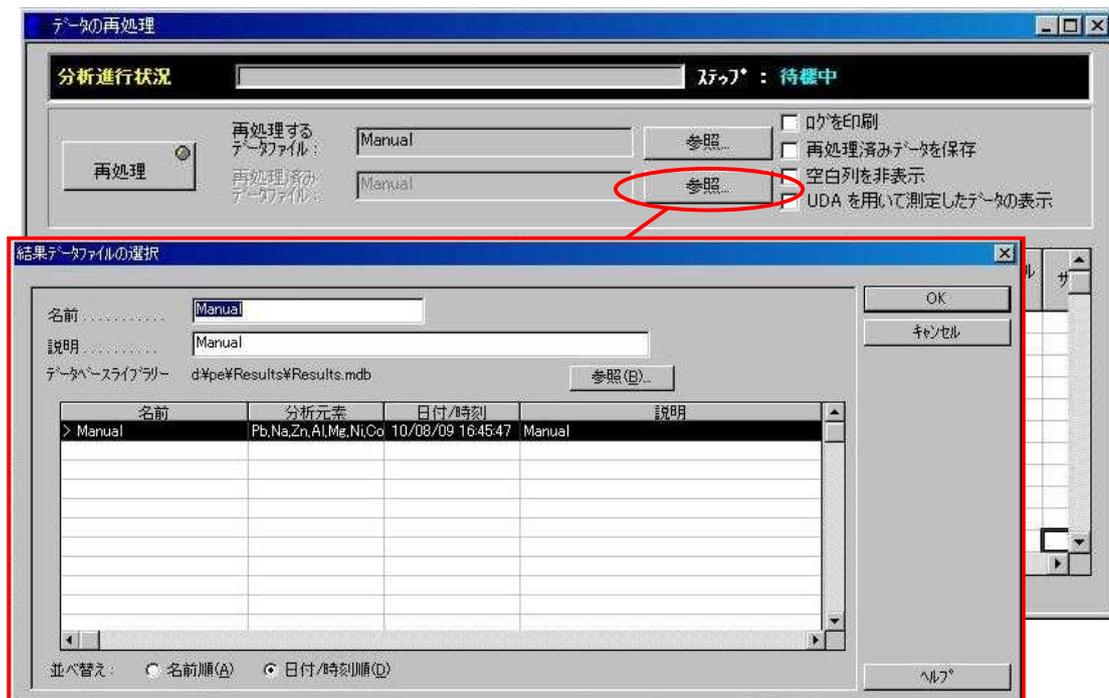
- 3) 再処理するデータファイルの[参照]をクリックして、再処理するデータを選択します。
印刷したい場合は、[ログを印刷]にチェックを入れて下さい。



- 4) データに含まれるサンプル名が表示されるので、再処理したいサンプルの番号を選択し、[再処理]をクリックします。
複数選択する場合は、ドラッグまたは Ctrl キーを押しながらクリックして選択します。



再処理した結果を新規または他のデータファイルにコピーする場合、再処理済みデータファイルの[参照]をクリックして、既存ファイルを選択または、新規ファイル名を入力し[OK]をクリックします。[再処理済みデータを保存]がチェックされます。



5) [結果]ウィンドウにデータが表示されます。

以前測定したデータが残っている場合は、検量線を作成できない場合がありますので、[分析]メニューの[新規検量線の作成]を選択してから、再処理を行って下さい。

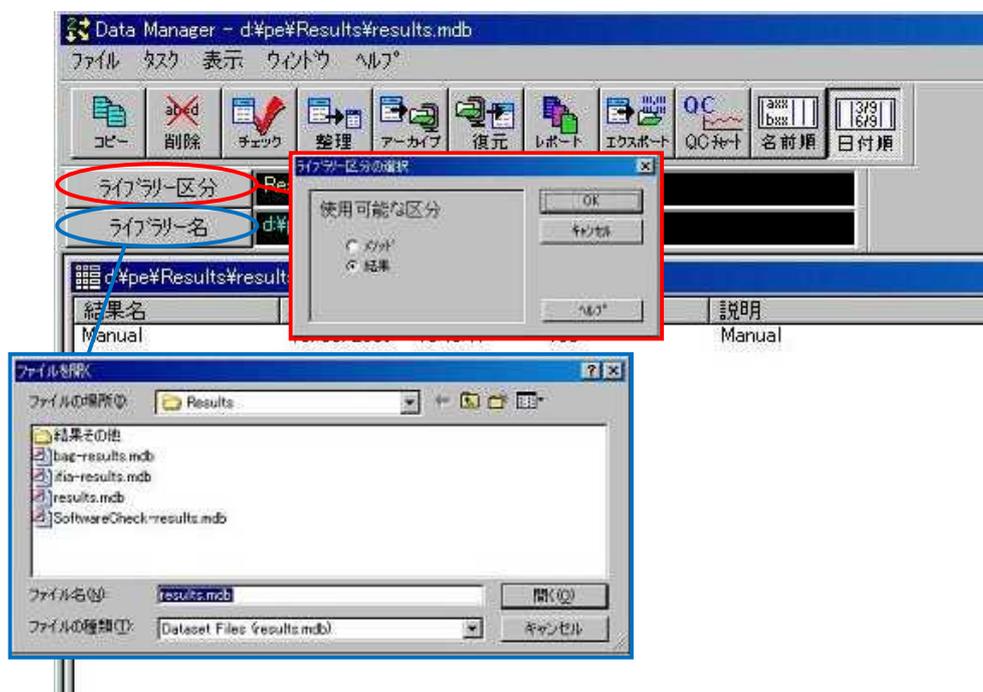


第 1 1 章 データのエキスポート

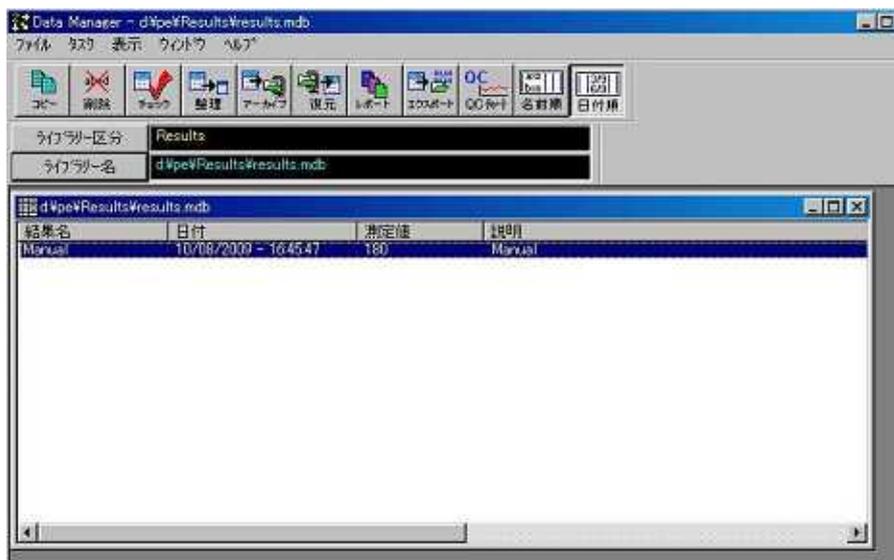
- 1) データーマネージャーを起動させます。



- 2) [ライブラリー区分]をクリックして、[ライブラリー区分の選択]ウィンドウの[結果]を選択し、[OK]を押します。(メソッドをエキスポートしたい時は[Methods]を選択して下さい。)
- 3) [ライブラリー名]をクリックして、エキスポートしたいデータファイルが存在するライブラリーを選択し、[開く]をクリックします。



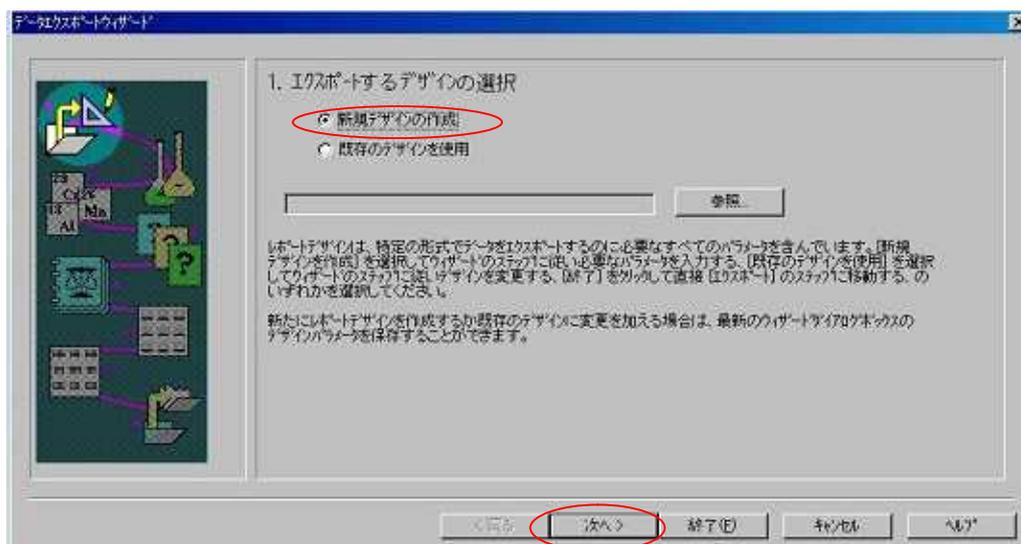
4) エクスポートしたいデータファイル名をクリックしてハイライト表示させます。



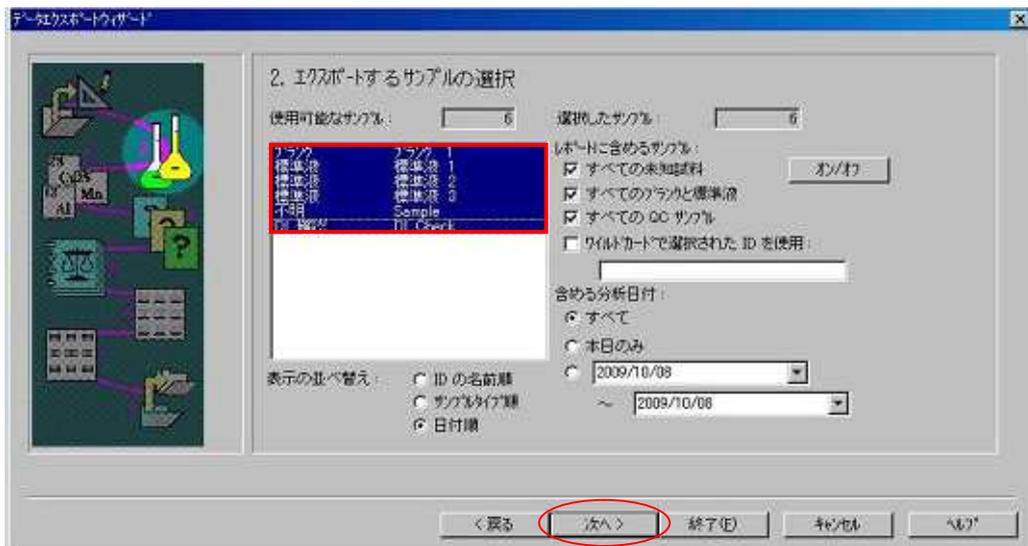
5) ツールバーの[エクспорт]  をクリックすると、[データエクспортウィザード]ウィンドウが表示されます。

下記の流れに沿って、操作して下さい。

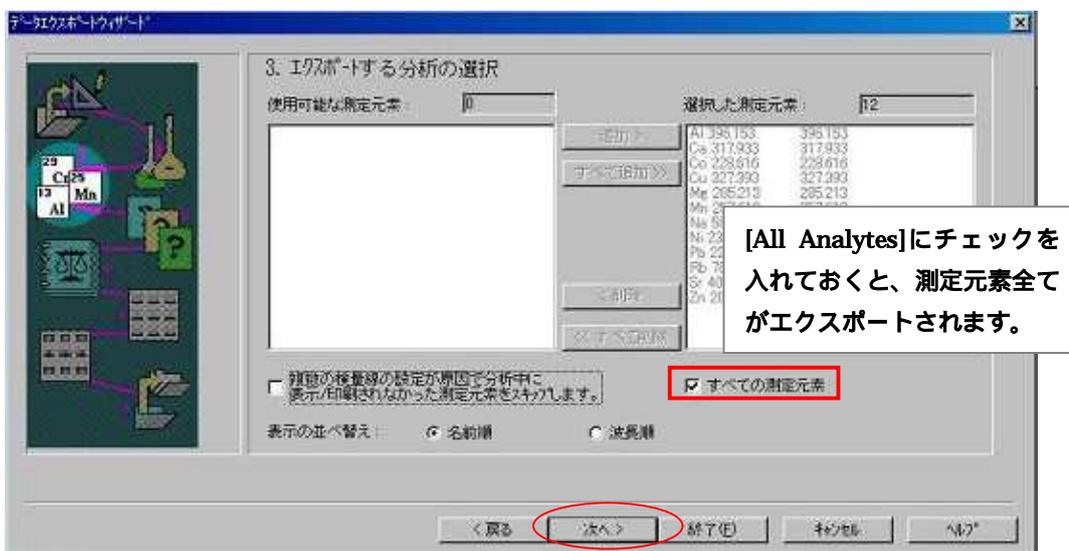
1. [新規デザインの作成]を選択します。



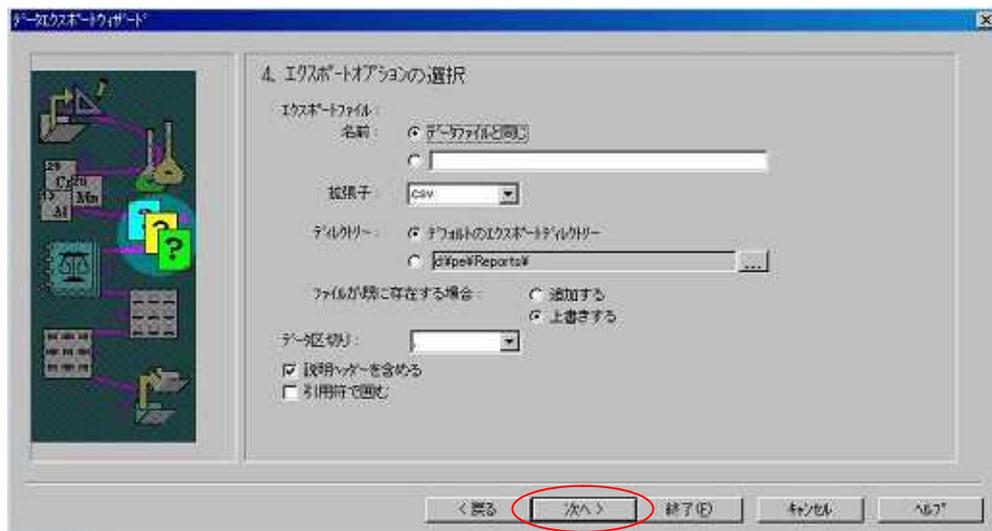
2. エクスポートするデザインに含める項目（サンプル日付など）を選択します。



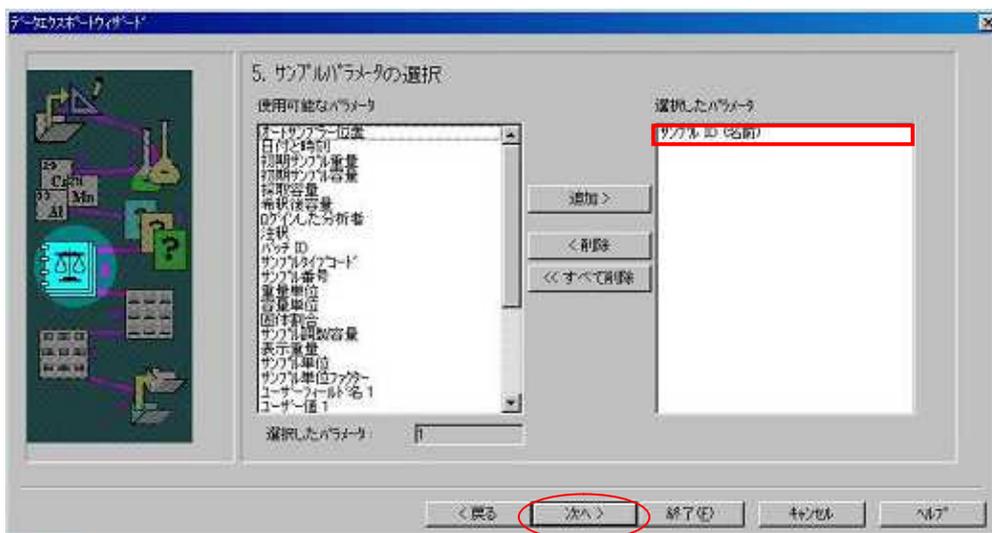
3. エクスポートする測定元素を選択します。



4. エクスポートファイル名、拡張子を選択します。

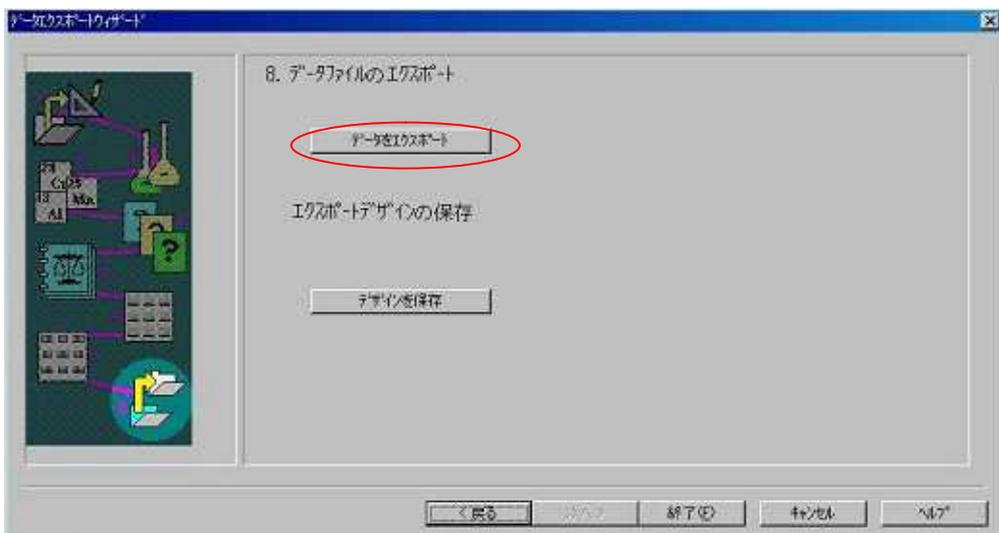


5. サンプルパラメータを選択します。



8 . [データをエクスポート]をクリックすると、エクスポートされます。

選択した項目を保存する場合は、エクスポートデザインの保存をクリックして、名前を付けて保存して下さい。



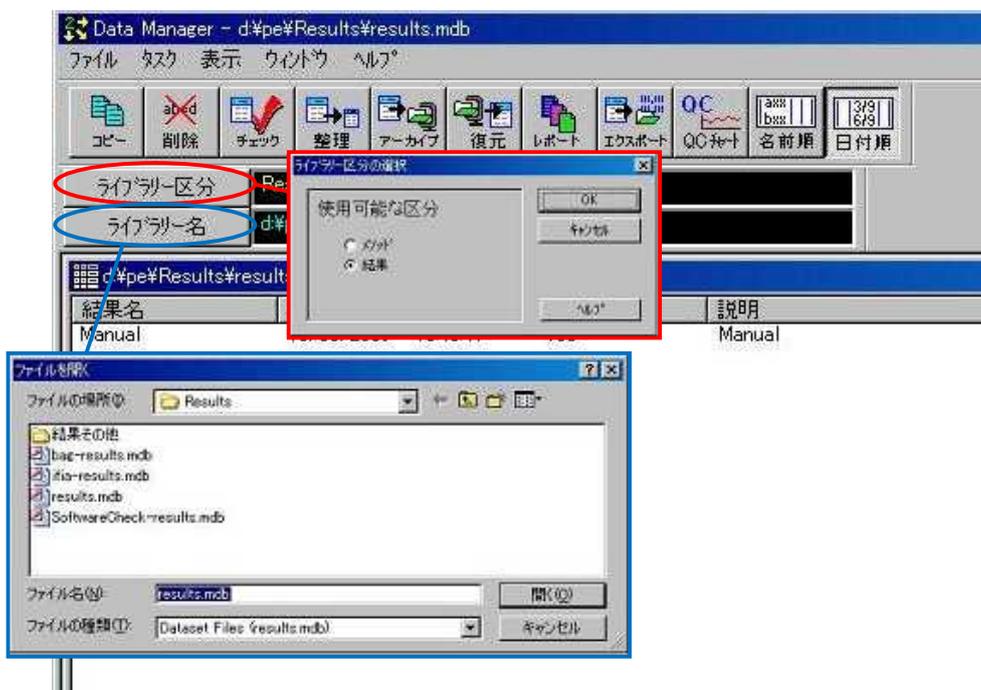
第 1 2 章 データのアーカイブ (圧縮)

1) データマネージャーを起動させます。

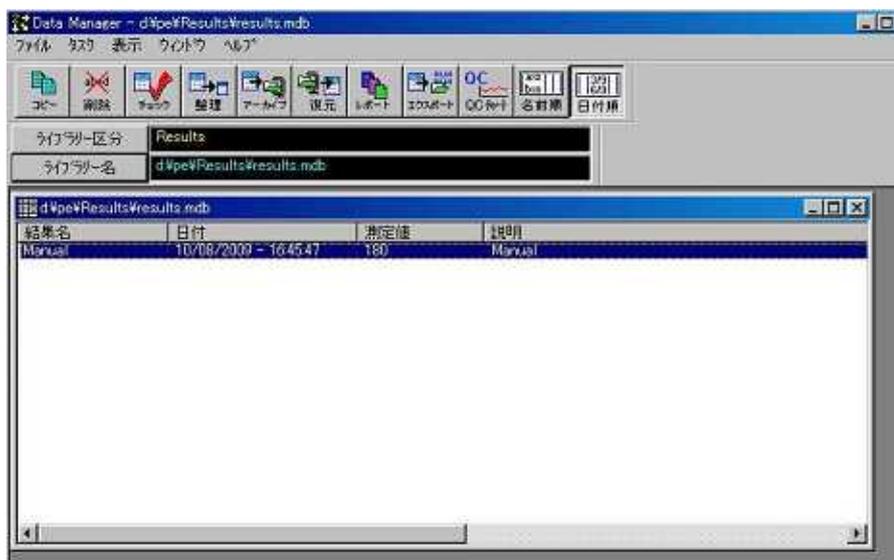


2) [ライブラリー区分]をクリックして、[カテゴリー区分の選択]ウィンドウの[結果]を選択し、[OK]を押します。(メソッドをアーカイブしたい時は[メソッド]を選択して下さい。)

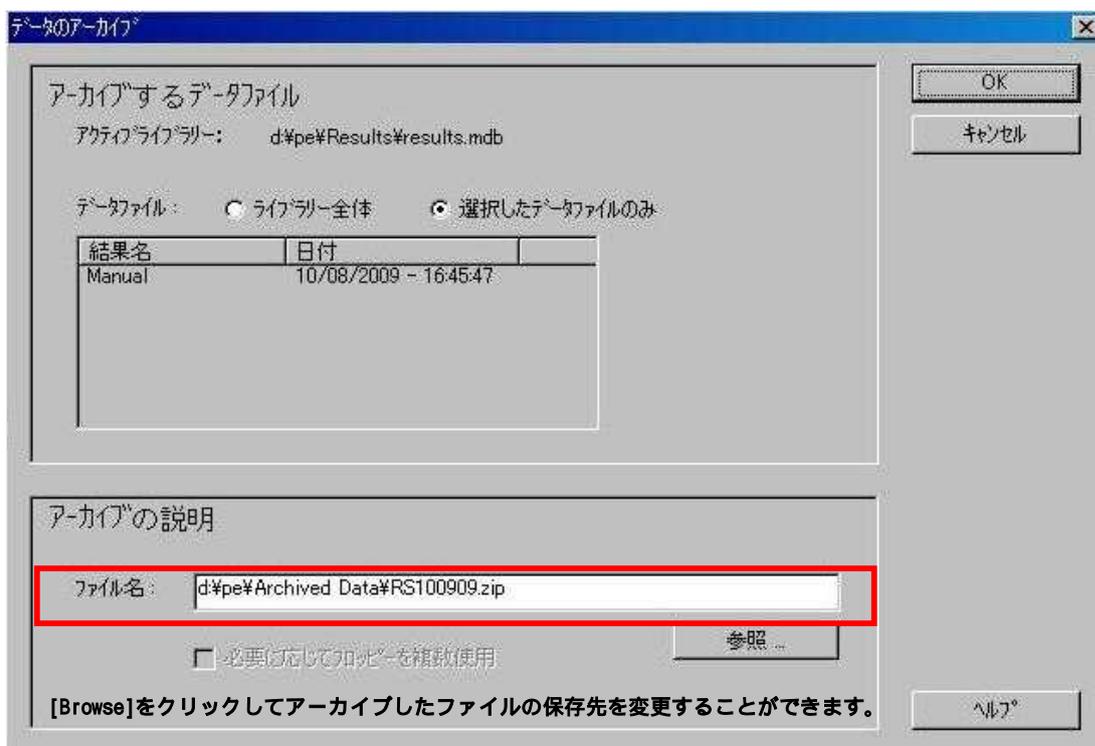
3) [ライブラリー名]をクリックして、アーカイブしたいデータファイルが存在するライブラリーを選択し、[開く]をクリックします。



4) アーカイブしたいデータファイル名をクリックしてハイライト表示させます。



5) ツールバーの[アーカイブ]  をクリックすると、[データのアーカイブ]ウィンドウが表示されます。[OK]を押すとデータがアーカイブされます。





株式会社パーキンエルマー・ジャパン

www.perkinelmer.co.jp

分析機器事業部

横浜本社 〒240-0005 横浜市保土ヶ谷区神戸町134
横浜ビジネスパーク テクニカルセンター4F
TEL.(045)339-5861 FAX.(045)339-5871

大阪支社 〒564-0051 大阪府吹田市豊津町5-3
TEL.(06)6386-6004 FAX.(06)6386-7009

東京営業所 〒101-0024 東京都千代田区神田和泉町1-7-17CTKビル5F
TEL.(03)3866-2647 FAX.(03)3866-2652

九州営業所 〒812-0004 福岡市博多区博多駅東1-12-6花村ビル2F
TEL.(092)473-7001 FAX.(092)473-8353