

元素分析装置

PERKIN ELMER

Series II CHNS/O ANALYZER 2400

簡易操作マニュアル ver.3

平成 19 年 6 月 19 日 菅本 和寛 作成
問い合わせ先：(内) 7390
e-mail:sugamoto@cc.miyazaki-u.ac.jp

装置の起動

1. ガスを流す。



ヘリウムボンベ
窒素ボンベ
高純度酸素ボンベ
のcockを開ける。

2. ガスの残量を確認する。

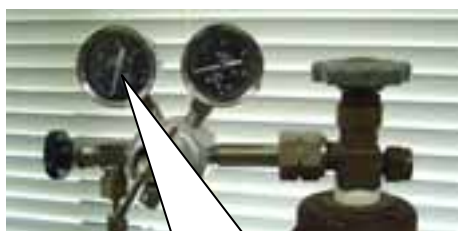


このメーターを読む

レギュレーターの見盛りを読みガスが十分あることを確認する。

(1以下だったらすぐにボンベを注文して下さい。
2以下1以上だったら一日は使用できますが、残量をこまめにチェックし、0.5を切ったら装置を止めて下さい。)

3. ガスの流圧を確認する。



このメーターを読む

レギュレーターの見盛りを読み必要な流圧がかかっていることを確認する。

ヘリウム：0.2 MPa

窒素：4.5 kgf/cm²

酸素：0.14 MPa

4. レギュレーターのコックが開いていることを確認する。



ここが閉まっていないことを確認する。


5. 装置の電源を入れる。



このスイッチ
を入れる


6. 時刻を入力。



「時間」「分」「秒」の順番にテンキーで入力し、
 を押す。


7. 日付の入力。



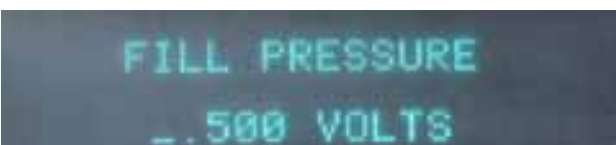
「日」「月」「年」の順にテンキーで入力し、
 を押す。


8. OPERATOR ID の入力。



(気にせず)
 を押す。

9. FILL PRESSURE の入力



(気にせず)
 を押す。

(通常 6.5000 VOLTS)

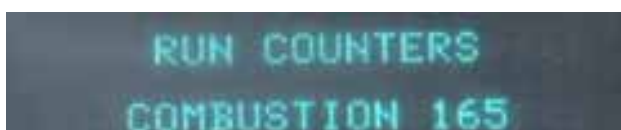
10. 還元管の寿命の確認



Enter を押す。

(ここで表示される回数だけ分析が可能です。0 になったら還元管の寿命です。50 以下になったら管本まで連絡を下さい。新しい還元管に変えて、320 のカウンタを入力します。)

11. 燃焼管の寿命の確認



Enter を押す。

(ここで表示される回数だけ分析が可能です。0 になったら燃焼管の寿命です。50 以下になったら管本まで連絡を下さい。新しい燃焼管に変えて、1000 のカウンタを入力します。)

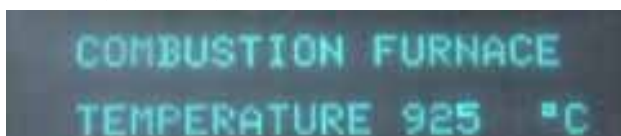
12. バイアル受けカウンタの確認



Enter を押す。

(ここで表示される回数だけ分析が可能です。0 になったらバイアル受けの寿命です。50 以下になったら管本まで連絡を下さい。バイアル受けを取り出し、600 のカウンタを入力します。)

13. 燃焼管の温度設定



Enter を押す。

(ここで表示される温度が燃焼管の設定温度です。CHN 分析の場合は、通常 925 です。)

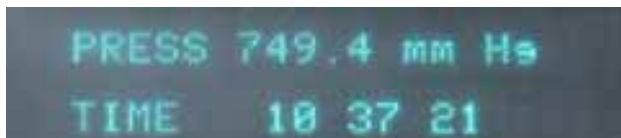
14. 還元管の温度設定



Enter を押す。

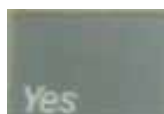
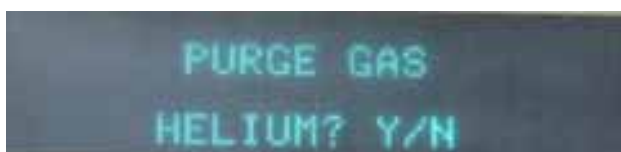
(ここで表示される温度が還元管の設定温度です。CHN 分析の場合は、通常 640 です。)

15. ガス圧

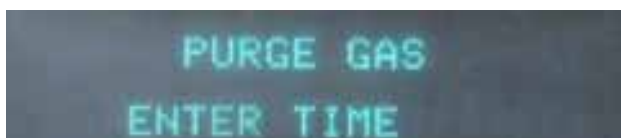


(ガス圧が 760 mm Hg ぐらいまでかかる。0 になるまで待つ。)

16. ヘリウムを流す。



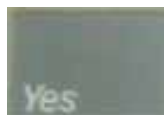
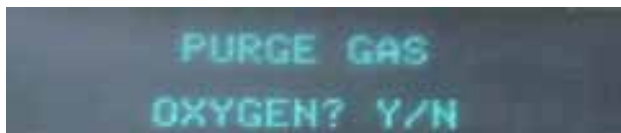
を押す。



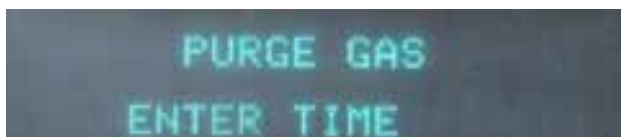
「120」を入力し、Enter を押す。

(ヘリウムでのパージは通常 120 秒行ってください。毎日使っている場合は 60 秒ぐらいでも大丈夫です。)

17. 酸素を流す。



を押す。



「30」を入力し、Enter を押す。

(16,17 の操作が終了するとヘリウム、酸素の順に設定した時間カラムにガスを流します。)

18. STANDBY 画面になるのを確認する。



(ここで、冬場はメッセージ 35 が表示される場合がある、その場合は取りあえず装置の電源を切り、もう一度電源を入れ、1 時間ぐらい放置し操作する。それでもメッセージが表示されたら菅本まで連絡を下さい。)

19 . 炉のスイッチを入れる。

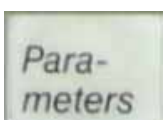
 を押す。

PARAMETERS
ENTER CODE _

「12」を入力し、 を押す。

FURNACE
1 ON _ OFF

「1」を入力する。

 を押す。


20 . 炉の温度の確認。

 を押す。

MONITOR
PRINT LIST? Y/N

 を押す。

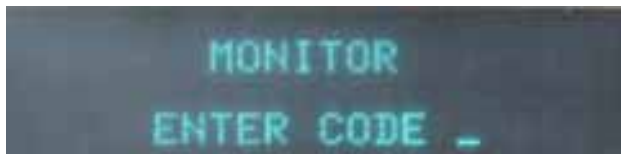
MONITOR
ENTER CODE _

「1」を入力し、 を押す。

COMBUSTION FURNACE
TEMPERATURE 31 °C

(ここに表示される温度が燃焼管の温度です。操作19を行ったら必ずこの操作で燃焼管の温度が上がっていているのを確認してください。また、分析を開始する時は必ずこの操作で燃焼管の温度を確認し、自分が設定した温度に達しているのを確認して下さい：CHNの場合は通常 925 。)

Monitor を押す。



MONITOR
ENTER CODE _

「2」を入力し、Enter を押す。



REDUCTION FURNACE
TEMPERATURE 26 °C

(ここに表示される温度が還元管の温度です。操作 19 を行ったら必ずこの操作で還元管の温度が上がっていているのを確認してください。また、分析を開始する時は必ずこの操作で還元管の温度を確認し、自分が設定した温度に達しているのを確認して下さい：CHN の場合は通常 640 。)

Monitor を押す。



を押す。

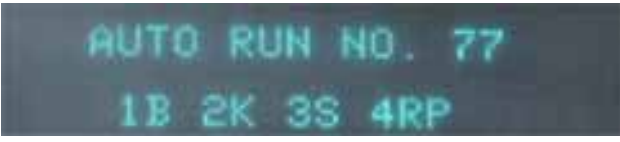



STANDBY

(上記までの操作終了後、約 3 時間放置する：炉内が設定温度になり、安定するのに必要な時間)。

2 1 . ブランクの分析。

 を押す。

 「4」を入力する。

 「1」を入力する。

  を押す。

(上記の操作で、オートランの前回入力したプログラムがリセットされます。)

ブランク分析のプログラム

 「1」を入力する。

 「1」を入力する。

(この操作で AUTO RUN の NO. 1 と 2 がブランク分析とプログラムされたこととなります。このようにしてオートランのプログラミングをしていきます。久々に装置を立ち上げた時は、まず 7 回ぐらいブランクの分析を行って下さい。つまり、「1」を入力する、を 7 回繰り返す AUTO RUN NO. 8 が表示される。)

ブランク測定のプログラミングが終わったら

 を押す。

(ブランク分析終了後のデータの確認：
最終のブランク分析の結果と、その一回前のブランクの分析結果を比較して下さい。)

下表の範囲でブランク値に再現性があるか調べます。

表：ブランク分析の再現性の許容範囲

炭素	水素	窒素
± 30	± 100	± 16

この範囲に入っていれば次の K-ファクタの分析に進みます。

この範囲に入っていなければ，入るまでブランク分析を繰り返して下さい。

15 回以上繰り返しても安定しない場合は菅本まで連絡下さい。)

2 2 . 校正用試料 (K-ファクタの分析用) の作成。

注意事項

元素分析で使用する天秤は μg まで測定できる非常に精密な天秤です。

値段は天秤だけで 200 万円です。細心の注意を払って使用してください。

試料調整に当たっては，以下の注意事項を守ってください。

- 1 . 天秤の備品 (バイアル, 受け皿, 校正用分銅など) は全て**ピンセットを使用**して取り扱って下さい (手の脂などで重量が変化します)。
- 2 . **天秤のドアを開ける時は, 必ず皿止めを上げて下さい。**
- 3 . **天秤内でバイアルにサンプルを入れないで下さい。**



ここの表示が消えている事を確認する
(この画面に数値が表示されている状態では絶対に
試料皿に試料を載せないように)。

ここの表示が

Range:20 mg, Mode:Rest であることを確認する。

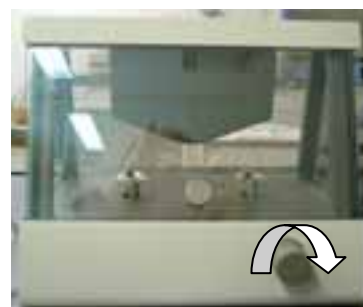
- a. ドアを開け，ピンセットを用い二つの台座を取り出し清浄な台に載せ，ドアを閉める。
- b. ピンセットを用いバイアルを各々の台座に入れ，台座のまま天秤の試料皿に注意深く置く。
- c. ドアを閉め，天秤の試料皿が揺れなくなるまで待つ。
- d. 皿止めを回す (右図)。

e. **Autotare** を押す (この操作を表示が 0.000 になるまで繰り返す)。

f. 皿止めを反対に回し，数値が消えている事を確認する。

g. ピンセットを用い，サンプル側 (右側) の台座を取り出し清浄な台に載せドアを閉める。

h. 注意深く (サンプルをこぼさないように) 標準試料 (CHN 分析の場合はアセトアニリド) をバ



バイアルに入れる。

(サンプルをこぼした場合は、バイアルに付着した試料をブラシできれいに取り除くこと。)

i. 台座のまま天秤の試料皿に注意深く置く。

j. ドアを閉め、天秤の試料皿が揺れなくなるまで待つ。

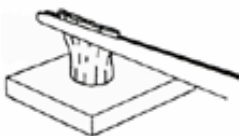
k. 皿止めを回し、サンプルの重さを確認する。

この時、試料の重さが 1.5-2.5 mg の範囲に入るように(上記操作を繰り返して)試料量を調整する。

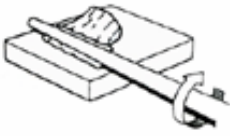
l. 試料の重さが 1.5-2.5 mg の範囲に入ったら、その重さをノート等に控える。

m. バイアルを取り出し、以下の操作で試料を包み込む。


サンプルの包み方




バイアルの口をピンセットでつまむ。



バイアルの上部を折り返す。



ピンセットを使って、バイアルの下部を軽く押しつぶす。
(この時、あまり強く押してバイアルを潰さないように注意。)

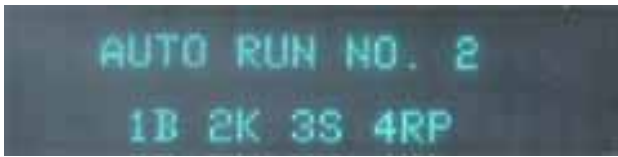


バイアルを折り返し、最初の折り返しが二重になるようにする。

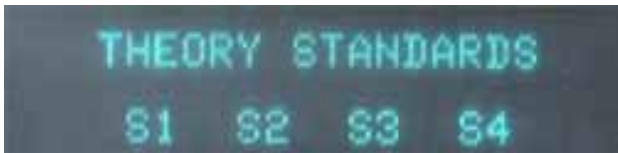
n. 折りたたんだバイアルを台座に入れ、台座のまま天秤の試料皿に注意深く置き、ドアを閉め、天秤の試料皿が揺れなくなるまで待つ。次いで皿止めを回し、サンプルの重さを確認する。

(この時の重量は必ずノート等に控えること)

2 3 . K-ファクタの分析。




「2」を入力する。



「1」を入力する。



操作 2 2 で秤量した標準サンプルの重量を mg 単

位で入力し、 を押す。



を押す。

上記操作を 3 回繰り返し、3 回標準サンプルを測定する。

(K-ファクタ分析終了後のデータの確認：

最終の K-ファクタ分析の結果と、K-ファクタの平均値を比較して下さい。

下表の範囲で K-ファクタ値に再現性があるか調べます。

表：K-ファクタ分析の再現性の許容範囲

炭素	水素	窒素
± 0.15	± 3.75	± 0.16

この範囲に入っていれば次の試料の分析に進みます。

この範囲に入っていなければ、入るまで K-ファクタ分析を繰り返して下さい。)

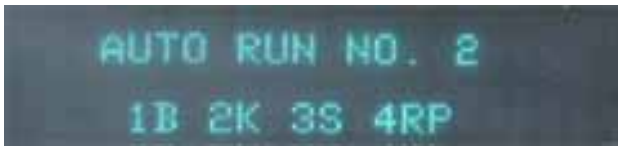
2 4 . 試料の作成。

操作 2 2 と同様の操作で測定するサンプルをバイアルに包み、その重量を測定する。

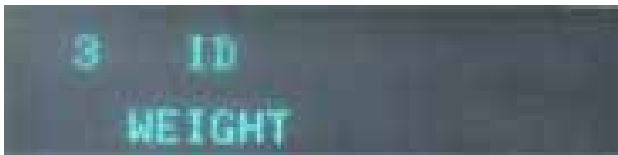
試料の重さは 1.5-2.5 mg の範囲に入るように調整する。


同一試料で最低 3 つは測定用試料を作る。

25. 試料の測定。

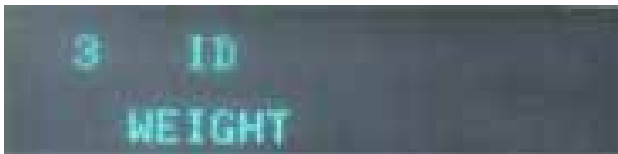


「3」を入力する。




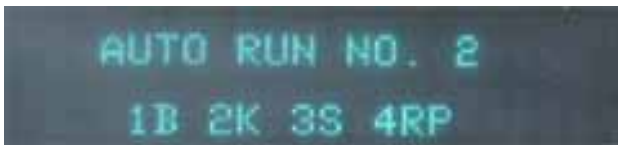
IDを入力し（適当な数字で良い）、を押す。

を押す。



操作24で秤量した標準サンプルの重量をmg単

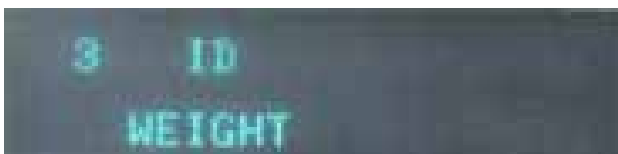
位で入力し、を押す。




「3」を入力する。

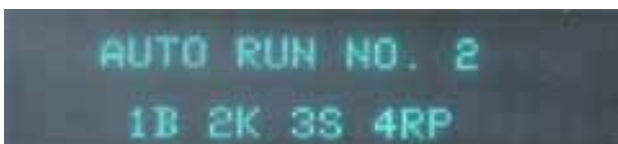


IDを入力する（適当な数字で良い）。



操作24で秤量した標準サンプルの重量をmg単

位で入力し、を押す。



「3」を入力する。



ID を入力する（適当な数字で良い）。



操作 2 4 で秤量した標準サンプルの重量を mg 単

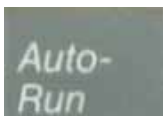
位で入力し、Enter を押す。



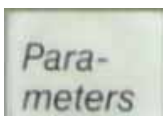
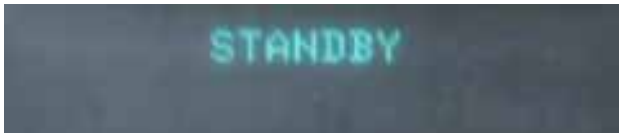
を押す。

（この様に、サンプルは同一試料で、最低 3 つは用意し一緒に測定する。
測定結果を見て、3 回の平均が各元素 ± 0.3 の再現性を示していることを確認する。
ずれている場合はさらに同一試料を用い測定を行う。）

2 6 . 装置停止。



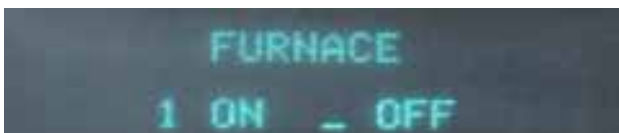
を押す（STANDBY の画面に戻すため）。



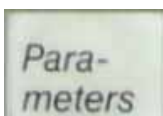
を押す。



「12」を入力し、Enter を押す。



「2」を入力する。



を押す。

Para-
meters を押す。

PARAMETERS
ENTER CODE _

「4」を入力し、Enter を押す。

RUN COUNTERS
REDUCTION _24

この数値を確認し、使用簿に数値を記入し、

Enter を押す。

RUN COUNTERS
COMBUSTION 165

この数値を確認し、使用簿に数値を記入し、

Enter を押す。

RUN COUNTERS
VRCPT _75

この数値を確認し、使用簿に数値を記入し、

Enter を押す。

Para-
meters を押す。

Monitor を押す。

MONITOR
PRINT LIST? Y/N

No を押す。



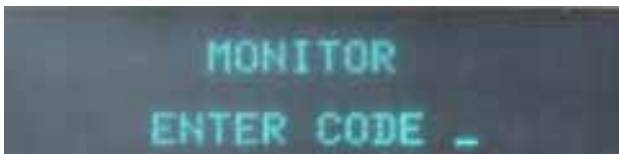
「1」を入力し、Enter を押す。



(燃焼管の温度が下がって行くのを確認する。)



を押す。



「2」を入力し、Enter を押す。



(還元管の温度が下がって行くのを確認する。)

燃焼管，還元管共に 100 以下になっているのを確認後，本体のスイッチを切る。

次いで，全てのガスのコックを閉める。



ヘリウムボンベ
窒素ボンベ
高純度酸素ボンベ
のコックを閉める。

このコックは触らないこと。

最終チェック事項

1. 使用簿に記入しましたか？還元管，燃焼管，パイアル受けの寿命は大丈夫ですか？
2. 使用ガスは充分残っていますか？
3. 燃焼条件は元の条件に戻しましたか？

参考

表. 最適燃焼条件例

サンプル	試料量(mg)	燃焼温度()	OPTIMIZE COMBUSTION(sec)			
			1)OXF	2)COMB	3)OXB1	4)OXB2
一般有機物	1.0-2.5	925-950	0	0	0	0
	2.5-4.0	950	2	0	1	0
ポリマー	2.5-3.5	950	3	0	1	0
石油	1.0-2.5	950-975	3	5	1	0
石炭	1.5-3.0	975-990	3	20	2	0
Graphite	1.0-1.5	975-990	5	30	2	0
炭素繊維	1.0-2.0	975-1000	5	30	2	0
有機肥料	10-30	925-950	3	20	0	0
無機肥料	10-30	925-950	0	0	0	0
食品・種	10-50	925-950	4	20	2	1
土・堆積物	10-200	950-980	4	20	0	0
爆発性物質	2.0-8.0	950	0	0	0	0

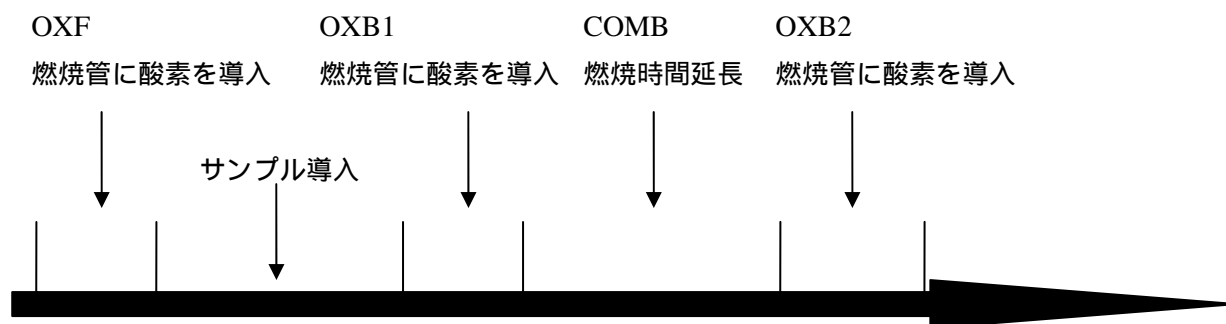
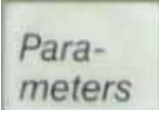


図. 燃焼条件の変更

・ 燃焼条件の変更操作


(使用後必ず元の条件に戻してください： 燃焼温度 925 ， 燃焼条件は全て[0])

1.  を押す。



「7」を入力し、  を押す。

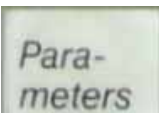


「燃焼温度」を入力し、  を押す。




 を押す。

 を押す。

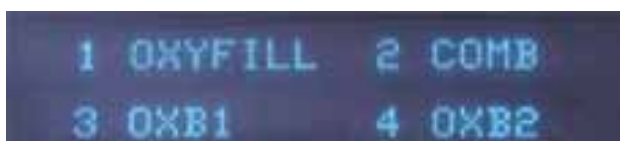
2.  を押す。



「9」を入力し、  を押す。



「1」を入力し、  を押す。

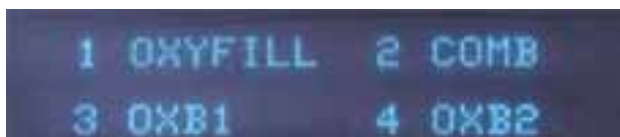


OXF を変更したい時は

「1」を入力し、Enter を押す。



「変更時間」を入力し、Enter を押す。



前述と同様にして他に変更する条件があれば、その数値を入力する。

すべて入力したら Parameters を押す。

