

島津 UV-3100PC 紫外可視近赤外分析光度計 簡易測定マニュアル

奈良女子大学理学部化学科棚瀬研究室

2003.2.13 Eri Goto

装置概要

- ・ 島津-3100PC 紫外線可視近赤外分析光度計（ダブルビーム方式）
- ・ DOS/V PC (OS: Windows 95)

基本機能

- ・ 測定範囲 190~3200 nm
- ・ 光源 重水素ランプ（紫外部）及びタンゲステンランプ（可視近赤外部）

特徴

- ・ 近赤外領域まで測定が可能。
- ・ 100 回までのリピートスキャンが可能。
- ・ 資料室は開放式ではないので、窒素下セルを用いるのが困難（暗幕使用）。
- ・ スキャン速度が遅いため、遅い反応を長時間追跡するのに適している。逆に、速い反応追跡には不向き。

参考文献

- ・ 島津-3100UVPC 取扱説明書
- ・ 庄野ら「入門機器分析化学」
- ・ M. Hesse 著、馬場ら訳「有機化学のためのスペクトル解析法」

島津 UV-3100 紫外可視近赤外分析光度計簡易測定マニュアル

2003. 2. 13 Eri Goto

§1. 測定原理と装置のあらまし

1-1 測定原理

1-2 装置のあらまし

1-3 よいスペクトルを得るために

(技術編)

- ・セルはきちんと洗浄する！(汚れによる光散乱はデータに影響する)
- ・光学的に純粋な溶媒(特級以上)を用いること(汚れによる光散乱はデータに影響する！)。
- ・試料を良く溶かす溶媒を選択する(濁りによる光散乱はデータに影響する！！)。
- ・試料と相互作用のない溶媒を選択する。
- ・試料の特性吸収に重ならない溶媒限界を持つ溶媒を選択する。
- ・長時間にわたる反応追跡などのやむを得ない場合を除き、ベースラインはこまめに測りなおしたほうがよい。また、揮発性の溶媒を用いる時は蓋付きセルを用いること。

(スペクトル編)

- ・最大の極大値の吸光度は、少なくとも 2 以下になるように濃度を調製すること。それ以上の吸光度だと、ピークトップが分裂することもあり、信頼性の高いデータとは言えない。

§2. 基本的な測定の仕方

1) 装置の立ち上げ

1. 装置の電源 ON

2. PC の電源 ON→ネットワークの接続は「キャンセル」をクリック

→デスクトップ上、UVPC のアイコンをクリックすると、測定部の初期設定が始まる(約 5 分)。初期設定が終わると、「UV-3100PC」ウィンドウが表示される。
ここで異常があると、項目の左が赤色に点灯する。

2) 測定(定性分析)

1. 「UV-3100PC」ウィンドウ→「条件設定」→「パラメータ」

「スペクトルパラメータ」ウィンドウにて、測定条件の設定を行う。

- ・測定範囲をサンプル濃度に適宜合わせて変更。
- ・波長範囲をサンプル、溶媒限界に適宜合わせて変更。
- ・スキャン速度を適宜変更(通常は高速で OK)。
- ・スリット幅、サンプリングピッチは通常デフォルトの設定で OK。

→「了解」をクリック：右下の測定部状態ウィンドウに、「測定部設定中」と表示され、次いで開始波長と吸光度の設定値が、画面下部に現れる。

2. 石英セルに溶媒を入れ、試料室の蓋を開けてセルホルダにセルをセットし、蓋を閉める。

「ベースライン」をクリックしてベースラインを測定。

試料室の手前側のホルダがサンプルのセル、奥のホルダがブランクセルとなっている。

試料室内部は汚さない！！

セルは汚さない！！汚れたセルは使わない！！

- ・スキャン終了→「ピー」

3. 手前側のセルを抜き出し、サンプルで満たした後、再度 2 と同様にしてセルをセットし、**測定**をクリックして測定開始。
- ・ スキャン終了→ピーク
 - 測定を途中で中止したい場合は、**中止**をクリックする。
4. ファイル名入力ダイアログボックスが現れる。
- ・ 「ファイル名」の横のボックスにファイル名を入れる（8 文字以内）。
 - ・ 「コメント入力」：コメントを入れる場合は、tab キーまたはマウスでカーソルを移動させてコメントを入れる。
 - 登録**をクリック：データがチャンネル（メモリ）に格納される。
 - ここでデータはチャンネルに格納されただけで、HD（ファイル）には格納されていない。ソフトウェアを終了したときに、自動的に HD に保存される。
 - ここで**無効**をクリックすれば、測定は無効になり、データはチャンネルに保存されない。
 - ここで縦軸を変更したい場合は、「条件設定」→「パラメータ」→測定範囲で値を設定。
5. 印刷
- （吸収極大をコンピュータで認識させてひろう場合）
- ・ 「データ処理」→「ピーク検出」：ピークが表示される。
 - 了解**をクリック。
 - 「ピーク検出」ウィンドウが、各チャンネルごとに表示される。
 - 「ピーク検出」ウィンドウ→「出力」→「プロット出力」で、印刷開始。
- （ショルダーピークを手入力でひろう場合）
- ・ 「データ処理」→「ポイントピック」：ポイントピック用のスペクトル表示。
 - ショルダーのピーク値などは手入力で見える。マークしたいピークを、左クリックで指定すると、「入力値」に値が表示される。「入力値」欄に手入力も可能。**レーダー**をクリックすると元の大きさのスペクトルに戻る。
 - 了解**をクリック。
 - 「ポイントピック」ウィンドウが、各チャンネルごとに表示される。
 - 「ポイントピック」ウィンドウ→「出力」→「プロット出力」で、印刷開始。
- 一枚の紙に複数のスペクトルを重ねて印刷する場合
- 「UV-3100PC」ウィンドウ→「表示」→「プロット出力」
- 「プロット出力」ウィンドウの表示：
- ・ A～D の 4 つのコンボボックスが表示されるが、A で「グラフ」を選択し、B～D は空白にする。また、区画は、スクリーン 1, 2, 3, 4 全てにチェックを入れておく。
 - ・ コンボボックス A を左クリックし、「グラフ」を選択すると、「プロットデータ」ウィンドウが表示されるので、表示させたいグラフを適宜選択し、チェックを入れる→**了解**
 - ・ **テスト**をクリックすると、印字されるスペクトルがプレビューされる。
 - ・ OK ならば**印字**をクリック→プリントアウト
- このモードでは、1 枚の紙を縦横に 4 分割して、グラフや測定条件などを配置させてプリントアウトすることができる。コンボボックスで印刷させるものを選択し、配置場所を「区画」で選択する。
6. 終了
- チャンネルに格納されたデータは、UVPC を終了すると同時に HD に自動的に格納されるので、データの保存については気にしなくて OK。
- ・ 「UV-3100PC」ウィンドウを閉じる。
 - ・ PC の電源を OFF

- ・ 測定装置の電源を OFF

チャンネルとは？

チャンネル＝メモリ中の UVPC データの保管場所のこと。ファイルとソフトとの相関は次のようになる。



良いスペクトルを得るために

「UV-3100PC」ウィンドウ→「条件設定」→「パラメータ」ウィンドウで、スリット幅やサンプリングピッチ、スキャン速度を設定することが出来る。

(応用 1: スリット幅の選択)

- ・ 回折格子を通して分光された光は、続いてスリットを通して単色化される。このスリット幅が狭いほど波長範囲の狭い光が得られて分解能が良くなるが、光のエネルギーが減少し、検出が困難になる。UV3100 では、次のスリット幅から選択することが出来る。

0.1, 0.2, 0.5, 0.8, 1.0, 2.0, 3.0, 5.9, 8.0, (12), (20), (30)

*()内のスリット幅は近赤外領域

デフォルトでは 2.0 に設定されている。分解能をあげたい場合は適宜選択すること。

(応用 2: サンプリングピッチ)

- ・ サンプリング間隔を設定することが出来る。「Auto」は、サンプリング点数が 1800 点を超えない範囲で、指定した測定波長範囲で最大点数となるように自動選択。

(応用 3: スキャン速度)

- ・ 高速、中速、低速、超低速から選択できる。ピークトップが割れたりする時等に低速にするとめらかな曲線が得られることがある。サンプリングピッチによっても実際の速度は異なる。デフォルトでは高速に設定してある。なお、超低速はかなり遅い。

§3. データの読み出しとテキストデータへの変換

HD に格納されたデータを読み出す。使用できるチャンネルは 9 つなので、一度に読み出せるデータは 9 つまで、

- 1) §1 (1) のように装置を立ち上げる。(あるいは、装置を ON せずに UVPC のみ立ち上げることも可能だが、若干応答が鈍いように感じられる。)

- 2) 「UV-3100PC」ウィンドウ→「ファイル」→「ファイル読出」

「ファイル読み出し」ウィンドウの表示：

ファイル名に名前を入れるか、ファイルリストでファイル名を探し、**読みだし**をクリック。空いているチャンネルに順次読み込まれる。空いているチャンネルについては、**状況**をクリックすると、チャンネル使用状況ダイアログボックスが表示される(=「表示」メニュー→「チャンネル使用状況」)ので、チェック可能。

→**終了**をクリック。

いらなくなったファイルの消去を行う場合、

「ファイル」→「ファイルの消去」

「ファイル消去」ウィンドウの表示：

ファイル名に名前を入れるか、ファイルリストでファイル名を探し、**消去**をクリック。

- 「このファイルを消去しますか？」のメッセージ→いずれかをクリック
 消去：指定したファイルを消去し、次のファイルに行く
 スキップ：指定したファイルは消さず、次のファイルに移る
 取消：ファイルの消去は取りやめて、「消去」ダイアログボックスに戻る
 全消去：選択リストのファイル全てを消去（なるべく使わない！）

3) データ変換

学会や論文発表で用いるデータは、生データをテキストデータに変換し、カレイダグラフなどの表計算ソフトを用いて書き出したものを用いる。

（方法その1）

ソフトの機能を使って、測定データをテキストデータに変換し、HD に格納する。方法 2 に比べて Word 上での加工が若干面倒。

「UV-3100PC」ウィンドウ→「データ処理」→「データプリント」

選択したチャンネルの「データプリント」ウィンドウが表示される

→「ディスク」:「テキストファイル格納」ウィンドウの表示

ファイル名を入力し（デフォルトではチャンネル名が表示されている）、**了解**をクリック

テキストファイルは、データディレクトリ内に格納される（拡張子→.TXT）。

「デスクトップ→マイコンピュータ→c:→Uvpc→data」まで進み、data フォルダ中のテキストファイルを直接 a:（フロッピー）に保存すれば OK。

（方法その2）

測定データをそのままメモ帳に貼り付け、テキストデータとして保存。Word 上で加工しやすいという利点がある。但し、測定点数が多いとメモ帳に貼り付けられない場合もある。

「UV-3100PC」ウィンドウ→「データ処理」→「データプリント」

選択したチャンネルの「データプリント」ウィンドウが表示される

→「編集」: クリップボード上にデータをコピー

- ・コピー：表テーブル上でドラッグしてデータをコピーする
- ・全コピー：表テーブル全てのデータをコピーする

コピー後、デスクトップ上のメモ帳に貼り付け、a ドライブ（フロッピー）に名前を付けて保存する。

注意！！

「UV-3100PC」ウィンドウ→「データ処理」→「データプリント」で、「印字出力」を選択すると、全ての測定点数のデータが印字される（数十枚）！ハードコピーがやむを得ず必要な場合を除いて、絶対に選択しないように！！

（方法その3）

アスキーファイルとしてデータ変換。この場合、データ中には波長とデータ値のみが表示され、測定パラメータは含まれない。

「UV-3100PC」ウィンドウ→「ファイル」→「アスキー変換」

「データ変換に」チェックを入れて、**了解**をクリック。ファイル名に拡張子 .ASC がつけられて

「デスクトップ→マイコンピュータ→c:→Uvpc→data」まで進み、data フォルダ中のアスキーファイルを直接 a:（フロッピー）に保存すれば OK。

§4. リピートスキャン

一定時間間隔で、繰り返し測定を行うときのモード。

蓋付きのセルを用い、溶媒の蒸発とサンプル溶液の濃度変化がないにすること。

1) §1 (1) のように装置を立ち上げる。

2) 測定

1. 「UV-3100PC」ウィンドウ→「条件設定」→「パラメータ」
「スペクトルパラメータ」ウィンドウ下部、**リピートスキャン**をクリック。
このモードでは、自動的な、連続した 2 回から 100 回のスキャンを、セットした時間間隔毎に自動的に実行する。
「リピートスキャンパラメータ」ウィンドウ表示：
繰り返し回数、時間間隔、ファイル名（英数 6 文字、日本語 3 文字以内）を入力する。
実行をクリックすると、すぐにスキャンが開始される。
測定が終わるごとに、データは自動的に HD に格納される（ファイル名+2 桁の数字、00～スキャン回数）。チャンネルには格納されないの、後ほどデータを読み出さなければならない。
いったん**実行**をクリックすると、指定したスキャン回数が測定されるまで、リピートスキャンリピートスキャンは解除されない。ただし、「リピートスキャンパラメータ」ウィンドウ上で**解除**をクリックすると、リピートスキャンを解除することが可能。
リピートスキャンの間、測定待機中は、測定画面上右下の測定部状態ウィンドウには、ファイル名+2 桁の数字と「お待ち下さい」というメッセージが表示される。
 - ・ 測定終了→♪ピーー
- 3) 測定データの読みだし
 - ・ データは全てファイルに格納されているので、§2 (2) に従ってチャンネルに読み出す。
この際、読み出せるデータは 9 つまでなので注意（不要なチャンネルは、「ファイル」→「チャンネル消去」で消去可能）。
 - ・ 次いで、§1 (5) に従って印字出力する。