

UV-Vis (紫外可視分光光度計)

操作手順書

横浜国立大学機器分析評価センター

作成日	2021年 6月 28日	
手順書 No.	UV-3	
作成	承認	

目次


1. 準備.....	2
2. 準備スペクトル測定およびデータ処理.....	4
3. 終了操作	9

【著作権・免責】

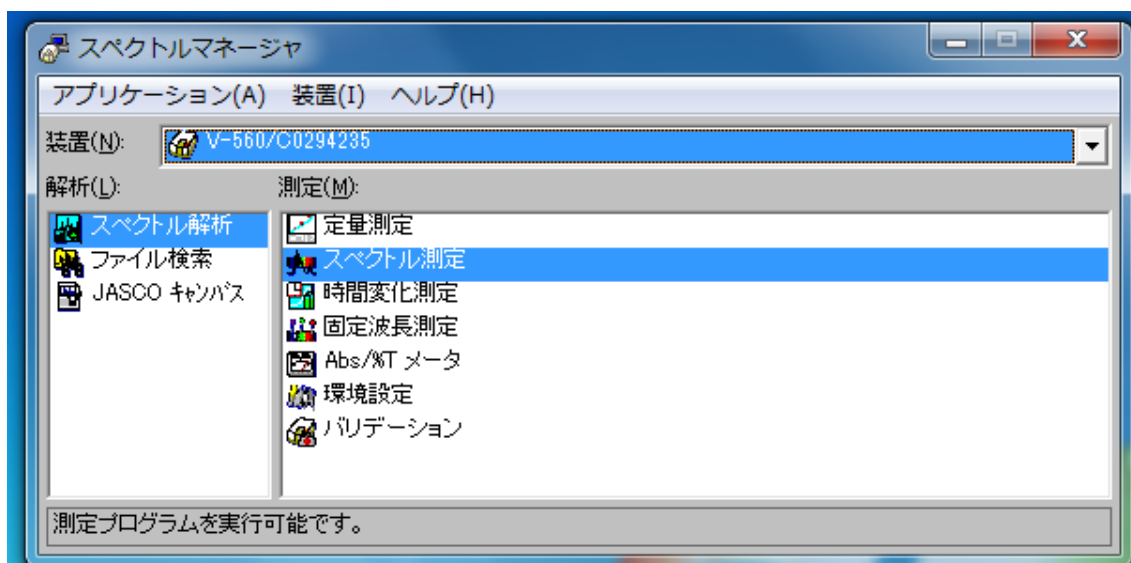
本マニュアルの著作権は、『横浜国立大学 研究推進機構 機器分析評価センター』に帰属します。

- 本マニュアルの**印刷およびダウンロード**につきましては、当該設備の利用者および利用予定者に限り認めます。**オンライン上での閲覧**についての制限はございません。
- 登録から抹消された利用者は、印刷またはダウンロードしたファイルを破棄してください。
- 著作権および免責につきましては、こちらの URL (https://www.iac.ynu.ac.jp/site_policy) にて詳細が記載されています。

1. 準備

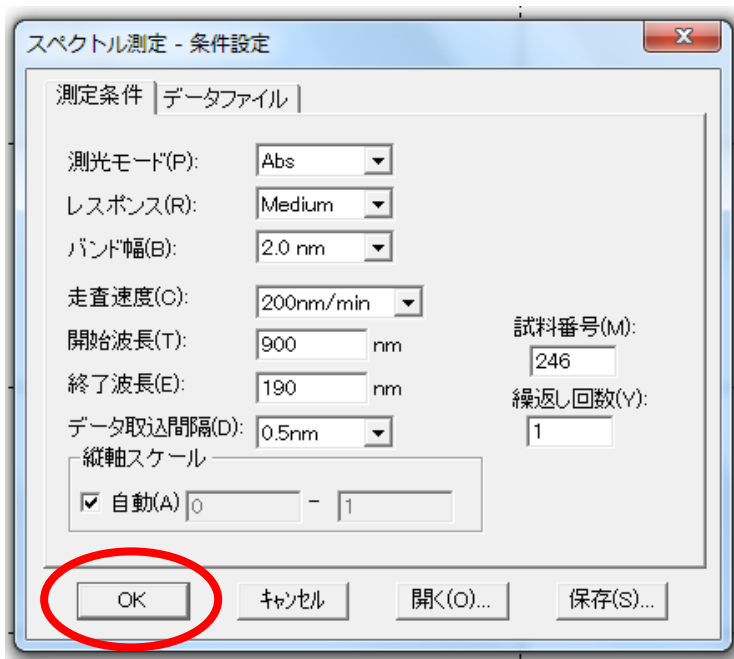
- 1.1. パソコンとモニタの電源を入れる。
- 1.2. パソコンの起動が完了したら、分光計本体のスイッチを ON にし、動作音が落ち着くまで1分ほど待つ。
- 1.3. パソコンのデスクトップにあるスペクトルマネージャ (Spectra Manager) を立ち上げる。
- 1.4. スペクトル測定を行う場合、スペクトル測定をダブルクリックする。
 - * スペクトル測定以外の測定法 (定量測定など) は、本書では説明しない。取扱説明書などを参考にすること。
- 1.5. 自動的に初期化が始まるので、画面が開くまで待つ。
- 1.6. 測定を開始するまで、光源の安定のために5分ほど待つ。その間、作業をしていてもよい。





2. 準備スペクトル測定およびデータ処理

2.1. 「測定」メニューの**測定条件**を開き、条件を設定したら、OKとする。「×」はキャンセルなので注意。



項目	説明	参考値
測定モード	スペクトルの縦軸の表記を切り替える。 吸光度(Abs)、透過率(%T)、反射率(%R)	Abs
レスポンス	単純移動平均の長さ。スペクトル分解能と感度に影響する。 Quick(約 0.05s)、Fast(約 0.25s)、Medium(約 1s)、Slow(約 4s)	Medium
バンド幅	単色光のバンド幅。狭いとスペクトル分解能が上がり、広いと感度が上がる。0.1~10nm	2nm
走査速度	波長を走査する速さ。 10nm/min~4000nm/min (*1)	200nm/min
開始波長 終了波長	スペクトルを測定する波長範囲。 190~900nm	任意
データ取込間隔	データを取込む間隔。 0.025~2nm (*2)	0.5nm

*1 データ取込間隔の設定によっては、設定できない走査速度がある ([走査速度]>

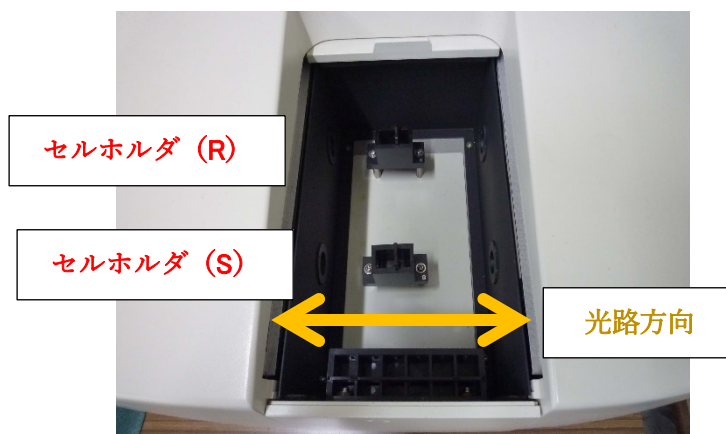
[データ取込間隔]×2000 は設定できない)。詳しくは、取扱説明書を参照すること。

- *2 最大波長範囲（190~900nm）で測定するときは、データ取込間隔を 0.5nm 以上にすること。0.5nm 未満にするときは、間隔の設定に応じて、少し狭い範囲にする必要がある。

2.2. 洗浄済みのセルにブランク溶媒を入れる。液量は 7 分目程度でよい。セルが汚れているときはキムワイプ等で拭き取っておく。

- * **セルの材質**（合成石英、天然石英、ガラス、プラスチックなど）や、**溶媒**（波長によっては分光分析用グレードが必要）によっては、測定できる波長範囲が異なる。測定する前に、予め調べておくこと。
- * 有機溶剤（第 1 種、第 2 種有機溶剤および特定化学物質）を使用するときは、203 号室に設置しているヒュームフードのスイッチを入れて、その中で作業すること。また、セルにはキャップを付け、廃液ビン等も蓋ができる容器を使用すること。詳しくは、機器分析評価センターの有機溶剤に関する手引きを参照。

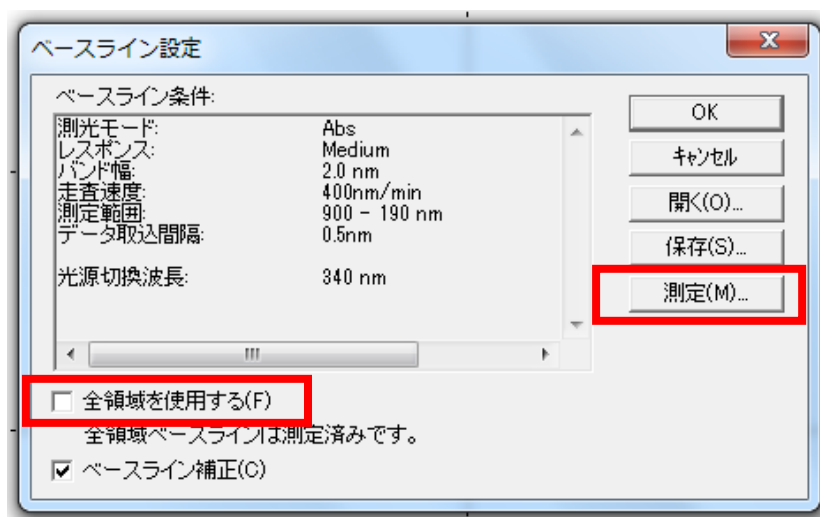
2.3. 分光計本体の試料室の窓をスライドして開け、手前のセルホルダ (S) にセルを入れる。2 面セルを用いたときは、セルの透過面が分光計正面から見て左右の光路方向に通るようにする。その後、試料室のスライド窓を閉じる。



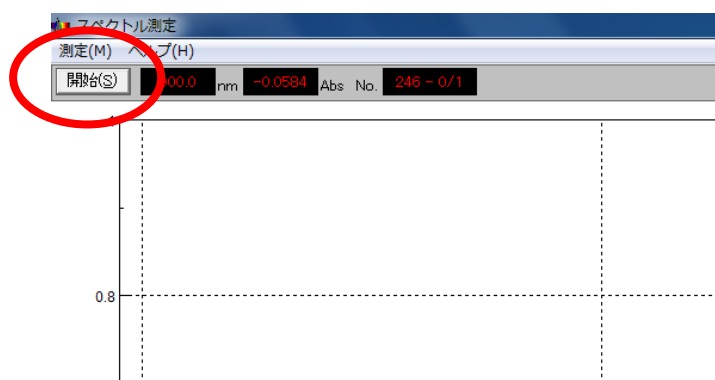
- * 本装置はダブルビーム方式である。溶媒などの吸収がない波長域を測定する場合は、「溶媒 (S) / 空気 (R)」で測定して問題ない。セルを 2 個入れて「溶媒 (S) / 溶媒 (R)」で精密に測定するときは、奥のセルホルダ (R) にも溶媒の入ったセルを入れる。

2.4. [測定]メニューのベースラインを開く。「全領域を使用する」のチェックを外した状態 (指定領域ベースライン) にして、[測定] ボタンをクリックする。

- * 条件設定が変更されると、メニューを開いたときに注意のメッセージが表示される。測定すると上書きされるので問題ない。



2.5. ベースライン測定が終了すると、左上のツールバーの[中止]が[開始]に変わり、スペクトル解析プログラムにデータが転送される。また、測定条件を保存するダイアログが表示されるが、そのままキャンセルして閉じてよい。



2.6. 溶媒の入ったセルを回収し、測定したい溶液サンプルに入れ替える（セルホルダはS）。その後、試料室のスライド窓を閉じる。

- * 吸光係数にもよるが、試料は十分に希釈したものをを用いること。Abs 表記では、「3.5~4」くらいで限界値を振り切れてしまい、ピークの位置と面積がわからなくなる。大きくても Abs で3以下に抑えること。
- * 濃度を正確に調製した溶液を使うときは、共洗いをすること。また、濃度を変えて測定する場合は、薄いものから測定するようにする。
- * ベースラインを安定させるために、ベースライン測定を行ったセルと同じものを用いた方がよい。
- * サンプル溶液は沈殿がないようにすること。沈殿があると光が乱反射してしまうため、本来のサンプルの吸収ではなくなり、ベースラインが盛り上がる原因となる。
- * 蛍光性試料は、本来のサンプルの吸収でないピークがでることがあり、ベースラインが歪む原因となる。蛍光が回避できないときは、蛍光分光光度計の同期スペクトルで測定すると蛍光除去ができることがある。

2.7. ツールバーの[開始]ボタン、または[測定]メニューの開始をクリックする。

2.8. 測定が終了すると、ボタンが[開始]→[中止]→[開始]と元に戻る。また、スペクトル解析プログラムにデータが自動転送される。

2.9. スペクトル解析ウィンドウを開き、[ファイル]メニューの名前を付けて保存を開き、データを保存する。データは指定の研究室のフォルダに入れ、ファイルの種類を標準ファイルにする（通常）。

- * 研究室フォルダは、[マイドキュメント] – [Data] フォルダの中にある。
- * ベースライン測定データの保存は任意であるが、動作確認として使える場合があるので、必要に応じて保存する。

2.10. データをエクセル等で開けるようにテキストファイル（スペクトルの XY 座標データ）に変換するときは、名前を付けて保存するときにデータの種類をテキストにする。

- * テキストデータは不可逆なので、元のデータは残しておくこと。
- * 専用の解析ソフトウェアがあるときは、共通フォーマットの JCAMP-DX を使用することもできる。

2.11. スペクトルを画像データにするときは、[編集]メニューのピクチャとしてコピーまたはビットマップとしてコピーを選択し、ペイントやワードパットアプリに貼り付ける。

3. 終了操作

- 3.1. セルが試料室に入っていたら回収する。
- 3.2. スペクトル測定およびスペクトル解析のウィンドウを閉じる。
- 3.3. スペクトルマネージャのウィンドウを閉じる（先に閉じようとするときエラーになる）。
- 3.4. パソコンをシャットダウンする。
- 3.5. 分光計の電源を切る（パソコンより先に切ってもよいが、プログラムがフリーズするのでスペクトルマネージャよりは後にすること）。
- 3.6. データを移動するときは、事務室から専用のセキュリティ USB メモリを借りて、データの移動を行う（センター機器のパソコンは、原則として個人所有の USB メモリは使用禁止）。
- 3.7. 予約時間が大幅に（1 時間以上程度）余ったら、大学連携研究設備ネットワークにログインし、予約時間終了の変更を行う（現在時刻の直後あたりに終了時間を設定する）。また、小時間余ったときは、利用報告の機能により申告する。
- 3.8. 使用記録簿に記載する。
- 3.9. テーブル等を汚していたら、掃除等をして後片付けする。使用済みキムワイプ、手袋等のゴミは、（溶剤等で濡れていなければ）廊下にゴミ箱があるので、そちらに捨てる。