

## EA 自動化ライン

### 【必要物品】

- ・天秤
- ・アルミフォイル
- ・ピンセット×2本
- ・スパチュラ
- ・サニメント手袋
- ・銀カプセル (Ag99.999)
- ・銀カプセル用プレス器具
- ・24well Micro Plate
- ・秤量した鉄粉 (必要本数)
- ・過塩素酸 Mg
- ・EA 用パイレックス

### 1. 予備還元


- ①EA 精製ライン [MAIN 画面] のモニターで、ヒーターの温度が常温まで下がっていること (赤字)、残圧(青字)が十分下がっていること (200~300hPa) を確認する  
( $\leq 100\text{hPa}$  の場合や、 $\geq 500\text{hPa}$  の場合は精製過程において何らかのトラブルがあった可能性が高いため、取り外す前にご相談ください)
- ②5 連ヒーターを、ゆっくりと取り外す
- ③3 か所のロックを回して外し、5 連ヒーターを下げる
- ④石英管にグラファイトの日付とポート No. (ex:EA230110-01) とサンプル名を記入する
- ⑤石英管を取り外し、ピンクキャップを取り付ける→試験管立てに立てる
- ⑥秤量した鉄粉を取り付ける
- ⑦パイレックスを取り外し、過塩素酸 Mg を使用済みの瓶へ、パイレックスは使用済みのユニパックへ入れる
- ⑧洗ったパイレックスに新しい過塩素酸 Mg を 2・3 粒入れてラインに取り付ける  
→ウルトラ・トールをしっかり閉める
- ⑨EA 精製ライン [MAIN 画面] のモニター上、右上の **Manual** をタッチし画面を切り替える
- ⑩マグネットで鉄粉を抑え、**B1 から B10** まで順にポートを開いていく  
→真空引き
- ⑪ヒーターを取り付ける
- ⑫ [MAIN 画面] モニターの **書き換え** をタッチ→**戻る** をタッチして元の [MAIN 画面] へ戻す
- ⑬M4 の真空が  $\leq 1.0 \times 10^{-4}$  となるまで待つ  
(真空の引きが悪い場合はヒーターで過塩素酸 Mg を温めて水分を飛ばす)
- ⑭十分に真空が引けたら、[MAIN 画面] モニター下部の **前処理実行** をタッチ  
→予備還元が自動でスタートする

## 2. サンプルの準備

- ①作業スペースにアルミフォイルを敷く
- ②ピンセット×2本、銀カプセル用プレス器具をエタノール消毒する
- ③銀カプセルの風袋を引く
- ④サンプルを秤量→Sample Name、Sample weight を記録
- ⑤ピンセット 2本を使って銀カプセルを包む
- ⑥銀カプセル用プレス器具に包んだサンプルを入れてプレスする
- ⑦24well Micro Plate にサンプルを入れる

## 3. EA と自動化ラインの準備

### ①Wake up

EAS vario MICRO CNS 上の  時計マーク をクリック

→燃焼管・還元管の温度を上げ、He の流量が 200ml/min になる

### ②Carousel position を 0 (80) に戻す

1. Carousel 内にサンプルが残っていないか確認

2. system→Carousel position→ Please confirm : All samples removed from the carousel

にチェックを入れる→ Reference run にチェックを入れる→OK

\* Carousel が回転し、0 (80) の位置で止まる

### ③Job の確認

1. EA 精製ライン [MAIN 画面] のモニター上の、Job をタッチ

2. Start JOB No.を確認

3. Enable の確認

→J1～J10 の使用するポートが黄緑色であればOK。

→灰色はガスの捕集ができないため注意。

4. 前処理 Heat(°C)を確認

→使用ポートが 450 となっているか確認する

5. 主処理 Heat(°C)を確認

→使用ポートが 630 となっているか確認する

### ④デュアーと液体窒素供給チューブの準備

1. 大小のデュアーを取り外し、常温に戻しておく

→破損の原因となるためデュアー内に水が溜まっている場合は捨てる

2. 精製前にチューブ内の水抜きを行うため、液体窒素供給チューブをタンクから取り出し、常温に戻しておく

3. 液体窒素供給チューブ内の水抜き

(1) 赤と青のチューブの接続部分を外す

- (2) 小さいデュアー側の供給部分・先端についているフィルターを外す
- (3) 液体窒素供給チューブ側からエアガンにてチューブ内の水を抜く  
→チューブが長いので念入りに水抜きを行う
- (4) 赤と青のチューブを接続する
- (5) 液体窒素供給チューブをタンクにセットする

#### 4. 精製スタート

① 燃焼管 (1150°C)、還元管 (850°C)、He 流量 (200ml/min) を確認

② 精製に必要な情報を入力

Carousel position の No.1 から順に **Blank**→**Sample**→**Blank**→**Sample** と交互に入力

|        | Weight (mg) | Name        | method           |
|--------|-------------|-------------|------------------|
| Sample | 秤量した量       | Sample Name | 9mgPlant90s long |
| Blank  | 1.0000      | Blank       | Blank with O2    |

③ 液体窒素の動作確認

1. EA 精製ライン [Manual 画面] に切り替える

2. 小さいデュアーに LN2 を補充 (チューブ内に詰まりがないか確認するため作業)

① **LN2 補充**→**移動**を順にタッチ

→小さいデュアーが動く

② **LN2 補充 Start** をタッチ

→小さいデュアーに液体窒素が供給される

③ 小さいデュアーに液体窒素が入っていくのを確認したら **LN2 補充 Start** をタッチ

→供給が止まる

④ **原点**→**移動**を順にタッチ

→小さいデュアーが元の位置に戻る

⑤ フィルターを取り付ける (フィルターに詰まりがないか確認するための作業)

⑥ ①②を行い液体窒素の供給が停止するまで待つ

⑦ 供給が止まったら **原点**→**移動**を順にタッチ

→液体窒素が十分に補充されていることを目視で確認する

3. 大きいデュアー側の **Start** もタッチ

→大きいデュアーに液体窒素が供給される

④ EA 精製画面 [MAIN 画面] に切り替え、**主処理実行**をタッチ

→STEP=9、EA=ON となるまで待つ

⑤ ②で入力した Carousel position 通りにサンプルをオートサンプラーへ入れていく

※Blank には何も入れない

⑥ EA モニター画面上の **分析スタートボタン (緑バー)** をクリック