

微量ラインでの耳石精製

【必要物品】

- ・ $\phi 6 \times 50$ mm石英管
- ・ メルクの鉄
- ・ さくらんぼ型の二股管
- ・ 二股管用バルブ
- ・ ドライアイス
- ・ スポイト
- ・ リン酸（生化学用）
- ・ ウルトラトール
- ・ エタノール

【事前準備】

1. $\phi 6 \times 50$ mmの石英管を 1100°C 、1hr 焼く

→石英管は、鉄粉側に新品を、水トラップ側にはリサイクルを使用

→それぞれ Mill-Q で超音波洗浄 10 分行いよく乾かしたものを使用しマッフル炉で焼くこと

2. 鉄の秤量

→メルクの鉄を使用

(通常、微量で使用するアルドリッチは使わない。48hr 予備還元も不要)

→自動鉄粉秤量機で、鉄粉を 4 mg量り取る

* $\phi 6 \times 50$ mm用に自動鉄粉秤量機の設定を変更してご使用ください

3. さくらんぼ型二股管の準備

→6M HCl に一晩漬けて、Mill-Q 洗浄し、よく乾燥させておく

4. ドライアイスの注文

→ドライアイスは 1 サンプル/500 g とする

→精製中の反応を止めるためにドライアイスエタノールを使うため+1 kg多く注文する

→注文は前日 15 時までに経理調達チームへ依頼書を提出する

(依頼書提出の際、ドライアイスが届いたら連絡をもらえるように伝える。)

5. 1hr 予備還元

→通常の工程で 1hr 予備還元を行う

【精製準備】

- ①サンプルを秤量→記録
- ②サンプルをさくらんぼ型二股管の腕のない方へ入れる
- ③サンプルの入っていない方へリン酸をスポイトで半量くらい入れる
→リン酸を入れる際、液だれしないようにスポイトの周りについたリン酸をBEMCOTTで拭いておく
- ④二股管用バルブにグリースを塗り、さくらんぼ型二股管に取り付ける
- ⑤ドライアイスエタノールの準備
→流動性のあるドライアイスエタノールを作る
- ⑥LN₂ エタノールを準備する

【精製スタート】

- ①LN₂ エタノールを取り付ける
- ②ウルトラツールを用いてさくらんぼ型二股管をラインに取り付ける
- ③サンプル直近のバルブを開き、真空引き
- ④ドライアイスエタノールでリン酸を冷やす
- ⑤二股管のバルブを開く
- ⑥ $\leq 5.0 \times 10^{-4}$ まで真空引きできたことを確認する
- ⑦二股管のバルブを閉める
- ⑧サンプル直近のバルブを閉める
- ⑨さくらんぼ型二股管をラインから取り外す
- ⑩リン酸をサンプル側へ
- ⑪リン酸とサンプルを反応させ、CO₂を発生させる
→反応が進まない場合は、適宜、ヒーターで炙る。80°Cの恒温槽につけるなどする。
- ⑫ドライアイスエタノールを二股管の半分くらいまで漬け、反応を止める
- ⑬水トラップ側のバルブ2か所を閉める
- ⑭二股管のバルブを開く
→圧力計の針が動く
- ⑮CO₂トラップ側のバルブを2か所閉める
- ⑯CO₂トラップにLN₂を設置
- ⑰水トラップとCO₂トラップとの間のバルブを開き、CO₂ガスをトラップする
→圧力センサーの値が下がり切り、Gage3の値が安定するのを確認する
- ⑱二股管のバルブを閉める→サンプル直近のバルブを閉める→水トラップとCO₂トラップとの間のバルブを閉める

- ⑱バルブを1か所開き、不要ガスを真空引きする
- ⑳CO²トラップ直近でバルブを閉じる
- ㉑LN²を取り外す
- ㉒ヒーターで温めてCO²ガスの量を確認する
→多すぎるガスはGage3で17.3hPaとなるように調整する
- ㉓port奥にあるバルブを2か所閉める
- ㉔LN²をportに設置
- ㉕バルブを開き、CO²ガスをportへ移動
- ㉖⑪～⑮を繰り返す
- ㉗通常の工程でグラファイト化スタート

【片付け】

- ①LN²
→デュアーへ戻す
- ②ウルトラトール
→分解し、メタル部分はアセトンで。O-ringはエタノールで超音波洗浄10分行う。
- ③さくらんぼ型二股管
→グリスを塗った部分を、石油ベンジンで拭き取る。
→バルブとO-ringはエタノールで超音波洗浄10分。
→リン酸をCタンク(緑10L)に廃棄。洗浄液もCタンクへ。
→さくらんぼ型二股管は水道水・Mill-Qで念入りにすすぐ。その後6M HC1に一晩以上漬ける。翌日Mill-Qでよくすすぎ超音波洗浄10分行った後、乾燥棚へ。

乾燥させた器具はユニパックに入れ、日付とwashedと記入の上、元の場所に戻しましよ
う！！