

## 微量サンプル【鉄粉の準備】

### 3hr 予備還元

#### 【必要物品】

- ・長期予備還元した鉄粉
- ・ $\phi 6 \times 50$  mm (milli-Q で超音波洗浄 10 分し乾燥 $\rightarrow 1100^{\circ}\text{C}$ 、1hr 焼いたもの。使用期限 1 週間)
- ・微量用マイクロチューブ立て
- ・アルドリッチの鉄粉
- ・微量用スパチュラ
- ・アルミフویل
- ・手袋
- ・マグネット

#### 【作業手順】

- ①作業台と天秤の内側、マイクロチューブ立てを EtOH できれいに拭き、作業スペースにアルミフویلを敷く
- ②マイクロチューブ立てに石英管を必要本数立てる（埃が入らない様、アルミフویلを被せる）
- ③アルミフویلで台座を作り（石英管を斜めに傾けておくと作業しやすい）アルミフویل+石英管の風袋を引く $\rightarrow$ イオナイザー
- ④微量用のスパチュラを使い、長期予備還元した鉄粉を瓶の中で粉々にする（瓶から飛び出してしまったものは捨てる）
- ⑤鉄粉を 3.8~4.1 mg となる様に分取 $\rightarrow$ アルミフویلで蓋をする
- ⑥微量ラインに量り取った鉄粉を取り付ける
- ⑦ $\text{H}_2\text{O}$  トラップ側も  $\phi 6 \times 50$  mm の石英管を取り付ける（微量では過塩素酸 Mg を入れない。空のまま取り付ける）
- ⑧マグネット 2 つを使い、石英管の内側に付着してしまった鉄粉を集める・・・**重要作業**
- ⑨マグネットで鉄粉をおさえ port のバルブを『開』
- ⑩もう一度マグネット 2 つを使い、石英管の内側に付着してしまった鉄粉を集める・・・**重要作業**
- ⑪ $\leq 5.0 \times 10^{-5}$  まで真空引き
- ⑫ $\text{H}_2$  バルブを『開』
- ⑬バルブを 3 か所『閉』
- ⑭Gage3 または、モニター M1~M10 の値を見ながら  $\text{H}_2$  を 500hPa 入れる
- ⑮ $\text{H}_2$  バルブを『閉』 $\rightarrow$ port のバルブを『閉』

⑩ラインに残った H<sub>2</sub> ガスを捨てる為、バルブを『開』

⑪ヒーターを取り付ける（奥まで入れて**少し離す**こと）

⑫主電源 ON→650°C、3hr+昇温にかかる時間に設定。予備還元を行う

=====

⑬3hr 後、直ちにヒーターを取り外す（**軍手必須**）

⑭鉄粉をマグネットでおさえて port のバルブを『開』→真空引きをする