

微量サンプル【鉄粉の準備】

長期 (48hr) 予備還元

【必要物品】

- ・ $\phi 6 \times 50$ mm (milli-Q で超音波洗浄 10 分し乾燥→1100°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
- ・ アルミフォイル
- ・ 手袋
- ・ 瓶 (長期予備還元した鉄を入れる為のもので、事前に 450°C、5hr 焼いたもの)
- ・ 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ォイルを敷く
- ②マイクロチューブ立てに $\phi 6 \times 50$ mm 石英管を必要本数立てる
- ③アルミフォイルで台座を作り (斜めに傾けておくと使いやすい)、アルミフォイル+石英管の風袋を引く (イオナイザー)
- ④微量用のスパチュラを使い、30~40 mg となるように鉄粉を分取する (石英管の内側に鉄粉が付着しないように、底の方に鉄粉を入れる)
- ⑤アルミフォイルで蓋をする
- ⑥微量ラインに量り取った鉄粉を取り付ける
- ⑦H₂O 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
- ⑫H₂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 H₂ を 500hPa 入れる
- ⑮H₂バルブを『閉』 → port のバルブを『閉』
- ⑯ラインに残った H₂ ガスを捨てる為、バルブを『開』

⑰ヒーターを取り付ける（奥まで入れて**少し離す**こと）

⑱主電源 ON→650℃、48hr+昇温にかかる時間に設定、予備還元を行う

=====

⑲48hr 後、直ちにヒーターを取り外す（**軍手必須**）

⑳長期予備還元専用の瓶に鉄粉を入れる。

（ユニパックにいつ・誰が長期予備還元したものが分かるように記載する）

6 か月経過したものは、再び長期予備還元を行うこと！