

Chemistry for in-situ ^{10}Be and ^{26}Al measurement for terrestrial quartz by AMS at MALT

Lab. manual by Y. Matsushi

Ver. 2.0

石英中の in-situ ^{10}Be , ^{26}Al を定量するための試料処理方法

Y. Matsushi

はじめに

このラボマニュアルは、石英中の宇宙線生成核種 ^{10}Be および ^{26}Al を加速器質量分析 (AMS) によって定量する際の、岩石あるいは土砂試料の化学処理方法について書かれている。作成には、Kohl and Nishiizumi (1992) のほか、Heimsath, Stone, 堀内らによるラボマニュアルを参照した。このマニュアルに沿った方法で試料を処理したことを記述する際には、Kohl and Nishiizumi (1992) を引用すること。

工程を通じて、試料の取り違い、ロスト、コンタミネーションには細心の注意を払うこと。

実験で最も大切なのは、操作の効率や、手際の良さなどではなく、実験者の安全である。実験には危険が付きまといっていることを認識し、事故を未然に防ぐための対策を怠ってはならない。薬品を扱う際は白衣はもちろん、PE 手袋、ラテックス手袋を二重につけ(ラテックスはグリップが良いが、耐酸性はほぼ無い)、ゴーグルを着用。特に試料のリーチングや溶解に用いるフッ化水素酸 (HF) の取り扱いについては、正しい知識と細心の注意を要する。死につながる重大な事態を防ぐため、MSDS をよく読み、実験室内の壁に取り付けてある HF ファースト・エイド キットの内容を必ず確認しておくこと。その他、火傷や感電、火災等の種々のケースについて、緊急時にとるべき行動(応急処置、連絡等)を策定しておくこと。実験/計測をする上で、必ず役に立つ参考書や化学・物理実験における一般的な安全管理の手引には下記のものがある。

参考文献

Kohl, C.P., Nishiizumi, K., 1992. Chemical isolation of quartz for measurement of *in-situ*-produced cosmogenic nuclides. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 56, 3583–3587.

Heimsath, A.M. Dartmouth Univ. Lab Procedures (<http://www.public.asu.edu/~aheimsat/>)

Stone, J.O. Washington Univ. Lab Procedures
(<http://depts.washington.edu/cosmolab/chem.html>)

朽津耕三 (日本化学会 編) 「化学で使う量の単位と記号」丸善, 2002.

兵頭申一 「物理実験者のための 13 章」東京大学出版会, 1976.

R.J. ベイノン (駒野徹 監訳) 「科学研究ガイド — 充実した大学院生活のために —」化学同人, 1998.

化学同人編集部 編 「新版 実験を安全に行うために」化学同人, 1993.

化学同人編集部 編 「新版 続 実験を安全に行うために」化学同人, 1987.

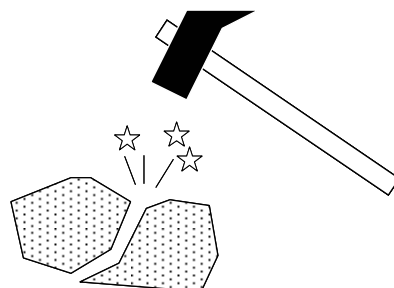
J.R. タイラー (林茂雄・馬場涼 訳) 「計測における誤差解析入門」東京化学同人, 2000.

試料の下準備

物理的に余分なものを取り除き、試料を扱いやすい状態にする。

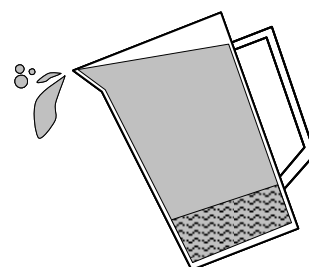
岩石ブロック試料の場合

- ブロックの厚み、表面の状態、鉱物粒径等を記載し、写真を残す(全てを使わず、一部はネイティブサンプルとして保存)。
- スクレイパーや金ブラシで表面の有機物を取り除く。
- 岩石ハンマーで<4 cm 角に叩き割る(防音のこと、マスク、ゴーグル、革手袋着用のこと、床を傷つけないよう)。
- ~400 g 程度が必要。



堆積物等の土砂状試料の場合

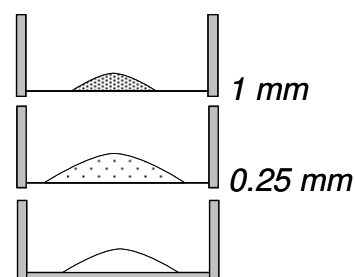
- 鉱物種や粒径等を記載し、写真を残す(全てを使わず、一部はネイティブサンプルとして保存)。
- 取っ手付き平底 5 L PP ビーカーに~500 g をあける。
- 水道水で粘土、有機物を洗い流して取り除く(細粒物が流れていっても気にしない、排水管を詰まらせないこと!!)。
- 上澄みがあまり濁らなくなるまで、念入りに洗浄する(必要ならば超音波洗浄してもよい)。
- 試料を蒸発皿に移し、110 °C で十分乾燥させる。



粉碎と篩過整粒

鉱物粒径以下に粉碎・整粒する(ただし、小さくなりすぎないように)。

- スタンプミルで、あるいは手動で、試料を粉碎する(防音のこと、マスク、手袋着用のこと)。
- 1-0.25 mm 粒径を円孔篩でざっと分別し、粉末用ロートの下にセットしたユニパックにためていく。
- 1 mm 以上のものは再度粉碎し、篩過を繰り返す。
- 1-0.25 mm フラクションが 150~200 g 確保できれば OK。
- >1 mm と <0.25 mm フラクションはそれぞれユニパックにサンプル ID を記名して保管。
- ブラシ、エタノール、エアダスターで篩、ミルを清掃。
クロスコンタミに注意!!



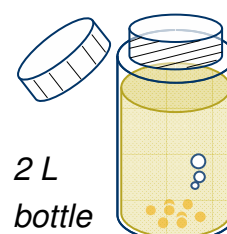
塩酸処理

6M HCl + 0.03% H₂O₂ で炭酸塩, 鉄, 有機物を除去する.

準備物: 粉碎整粒済み試料, 2Lポリビン, 500 ml 液量計, H₂O₂用ボウビン, HCl(ガロン瓶), H₂O₂(特級)

- 2 L ポリビンを必要数準備(ビンの劣化を必ずチェック).
- 試料を秤量し, ビン ID とともに記録(100 g/L acid: 一本につき~180 g).
- MQ を 0.9 L 加える.
- 500 ml 液量計で, ガロン瓶 HCl を 0.9 L 加える.
(炭酸塩鉱物を含む可能性のある試料は要注意: まず少量の HCl を入れ攪拌して発砲の有無を確認すること).
- 30% H₂O₂ を約 1.8 ml 加え, 水平方向に周回させて, よく攪拌. フタをあまりにきつく閉め過ぎないこと.

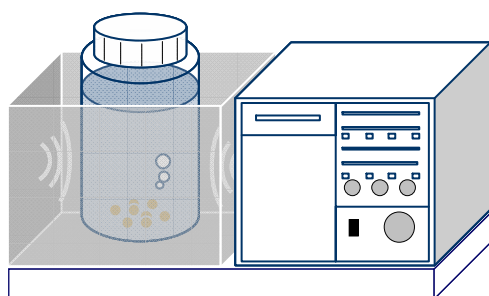
~180 g sample
0.9 L MQ
0.9 L 12M HCl
~1.8 ml 30% H₂O₂



- ヒータブル大型超音波水槽にボトルをセットし, 水道水をボトル内の液面に一致する高さまで入れる.
- 温度, 超音波サイクルをセットし, 80 °C で>12 h アジテーション.
(>12 cycles of 50 min U-sonic with 10 min pause).

- 終了後, 厚手耐熱ゴム手袋をつけて取り出し, ドラフト内で火傷をしない程度に冷ます.
- 赤廃液タンク(ノーマル酸用)を準備, 漏斗を取り付ける.
- ドラフト内で上澄みを廃液タンクに廃棄.
- ~200 ml MQ で 2 回振とう洗浄し, 洗浄水を廃液タンクに.
- MQ で>3 回振とう洗浄し, 洗浄水を水道シンクに破棄(水を流しながら行うこと).

- 80 °C で炉乾燥.
- 乾燥重量を秤量し, ユニパックに保管.



80 °C, 12 h for HCl treatment

95 °C, 8-9 h × 3~4 times
for HF/HNO₃ leaching

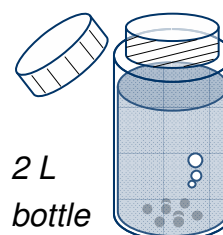
HF リーチング (HF に注意)

1% HF/HNO₃ で石英を抽出し, Meteoric ^{10}Be を除去する.

準備物: 塩酸処理済み試料, 2L ポリビン, 100 ml 液量計, HF, HNO₃ (特級)

- 2 L ポリビンを必要数準備 (ビンの劣化を必ずチェック).
- 試料を秤量し, ビン ID とともに記録 (7.5-9 g/L acid: 一本につき ~15-18 g: 1 sample につきトータル>100 g).
- MQ を 1.92 L 加える.
- 100 ml 液量計で, conc. HF を 43 ml, conc. HNO₃ を 33 ml 加え, 水平方向に周回させて, よく攪拌. フタをあまりにきつく閉め過ぎないこと.
- 超音波水槽にセットし, 95 °C で 9 h アジテーション (9 cycles of 50 min U-sonic with 10 min pause).
- 終了後, 厚手耐熱ゴム手袋をつけて取り出し, ドラフト内で火傷をしない程度に冷ます.
- 緑廃液タンク (フッ酸用) を準備し, 漏斗を取り付ける.
- 上澄みをタンクに廃棄.
- ~200 ml MQ で 2 回振とう洗浄し, 洗浄水を廃液タンクに.
- 上向き噴射洗浄ビンを使って, サンプルをボトル 1 本にまとめる.
- MQ で >3 回振とう洗浄し, 洗浄水を水道シンクに破棄 (水を流しながら行うこと).
- 一回目の処理後, 一旦保管しておくものは 80 °C で炉乾燥.
- 同様にリーチングを 3 回繰り返す (2 ターン目からは 1 sample につき, ボトル 1 本). (必要に応じて, 顕鏡観察, 磁気分離, ピッキング).
- ~4 ターンのリーチングが終わったら, 80 °C で炉乾燥.
- 乾燥重量を秤量. ユニパックに保存.

~15-18 g sample
1.92 L MQ
43 ml conc. HF
33 ml conc. HNO₃

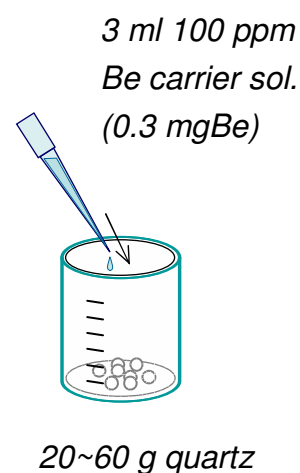


キャリア添加と石英溶解 (HF に注意)

Be キャリアを添加し, HF で石英試料を完全に溶解する(ここからケミカルブランクをフローにのせる).

準備物: リーチング済み石英試料, 200 ml PTFE ビーカー, PTFE 時計皿, 5 ml ピペット, Be 用廃液ビン, クリーン液量計, ホットプレート, HF, HNO₃ (精密分析用 or ホウ素定量用), HClO₄, Wako Be 100ppm AAS-STD, Wako Al 1000ppm AAS-STD

- PTFE ビーカーにラベリング (試料+ブランク).
- パラフィルムを取った Be-STD ボトルを秤量.
- ピペットチップをとも洗い. 廃液は Be 用廃液ビンへ.
- 空ビーカーおよび石英試料を秤量 (<60 g). 天秤付近に試料を散らさないように. 試料は全てを使わず一部を残す.
- 100ppm Be-STD を 3 ml (0.3 mgBe) 添加し, 秤量.
酸を表面積の大きい粉状試料に染み込ませることになるので, 揮発による重量変化に注意. 秤量値を注視して安定最大値を読み取る. (ケミカルブランクには Be キャリアのほか, ピペットチップを必ず変え, 1000ppm Al-STD を 2 ml (2 mgAl) 添加). 操作の終わったビーカーには時計皿を載せておく.
- 全てのキャリア添加が終わったら, Be-および Al-STD ボトルを再度秤量し, 厳封.



- PTFE ビーカーに, 100 ml 液量計で conc. HNO₃ を 20 ml, conc. HF を 100 ml 加える.
 - ビーカーを~200℃ホットプレート上に静置(天板温度は赤外線温度計で確認).
 - 時折, 石英の溶解具合を確認. 時計皿の裏面には, しばしば大量のフッ化物が析出するので注意. ホットプレート上にこぼさないこと. 石英が完全に溶解し, 固体がなくなるまで HF を適宜注ぎ足す. 薬品を注ぐときは, ホットプレートからビーカーをおろすこと
 - 蒸発乾固したら, ビーカー底をホットプレート天板にタップして, 壁面の液滴を落とす.
 - conc. HNO₃ 10 ml, 次に conc. HF を 10 ml 加え, さらに蒸発乾固.
 - conc. HNO₃ 10 ml, 次に conc. HClO₄ を 10 ml 加え, さらに蒸発乾固.
 - conc. HNO₃ 1 ml, 次に conc. HF を 3 ml 加え, さらに蒸発乾固.
 - conc. HNO₃ 3 ml, 次に conc. HClO₄ を 3 ml 加え, さらに蒸発乾固.
- 最後の操作を 3 回繰り返す.
- 白色ないし褐色の残渣が乾固したら, 冷ましてユニパックに密封しておく.

薬品投入記録シート

Procedure

~1 ml conc. HNO_3/g qtz (~20 ml)
~5 ml conc. HF/g qtz (~100 ml)

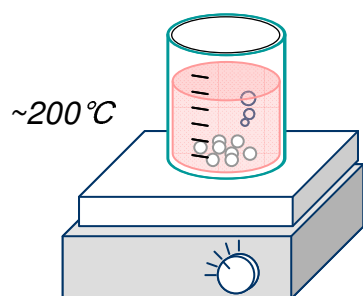
Additional conc. HNO₃ & HF
Dry up

~10 ml conc. HNO_3 & HF
Dry up

~10 ml conc. HNO_3 & HClO_4
Dry up

~1 ml conc. HNO_3
~3 ml conc. HF
Dry up -----

~3 ml conc. HNO_3 & HClO_4 ←
Dry up
└ Repeat 3 times —————

[illegible]

Al 定量用アリコートエクストラクション

石英中の Al 濃度を測定するための溶液試料を分取する。

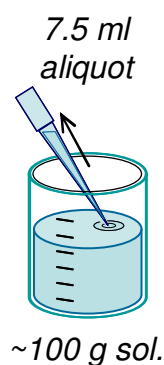
準備物: 乾固試料, 5 ml ピペット, 液量計, ホットプレート, Be 用廃液ビン, HNO_3 (精密分析用以上), 10 ml 遠沈管, 遠沈管立て, 遠沈管秤量用ビン

- クリーン液量計に conc. HNO_3 を適量とり, ピペットチップと一緒にとも洗い。
- マイクロピペットで乾固試料に, conc. HNO_3 を 3.7 ml ずつ加える。
- MQ を 6.3 ml ずつ加える。
- 必要なら軽く超音波にかけるなどして, 試料を完全に溶かす (可能なら数時間静置するとよい)。
- 液量計で MQ を 90 ml 加える。

3.7 ml conc. HNO_3
6.3 ml MQ
Leave for hours
90 ml MQ



- 遠沈管をラベリング (試料数+ブランク)。
- 溶液入りビーカーを秤量。
- 遠沈管のフタをとり, 遠沈管の口に軽く乗せて, フタ含みの空重量を秤量。
- 試料溶液を 2.5 ml 移し, 遠沈管とピペットチップをもとも洗い。廃液は Be 用廃液ビンへ。液滴が外側についたら拭き取る。
- 試料溶液を 2.5 ml $\times$ 3 回 (~7.5 ml) 遠沈管に移す。
ピペットチップは試料ごとに交換すること。
- 遠沈管にフタを乗せ, 総重量を秤量。
- 遠沈管のフタを閉めてパラフィルムで厳封。



- ホットプレート (~150°C) で, 試料を蒸発乾固させる。
- 乾固後, 冷ましてユニパックに密封保存。

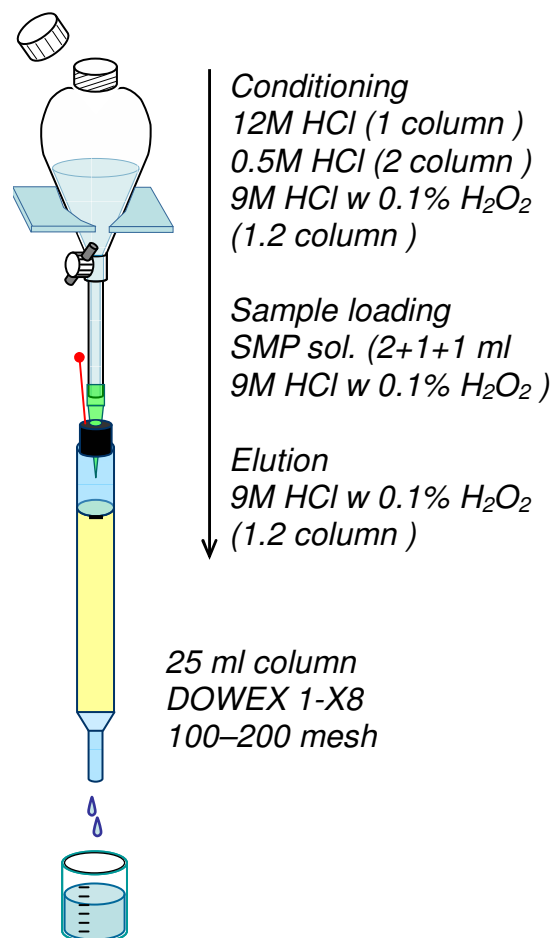
陰イオン交換

Fe, Mn をクロロ錯体の形で陰イオン交換樹脂に吸着させ, 取り除く.

準備物: 乾固試料, DOWEX 1-X8 100–200 mesh, 石英ウール, 石英カラム(25 ml), カラム立て, 分液ロート, 連結栓, バット, 100 ml PTFE ビーカー, 5 ml ピペット, MQ 洗ビン, スポイト, 液量計, PFA ボトル, ホットプレート, HCl(精密分析用以上), H₂O₂(精密分析用以上)

樹脂の充填とカラムのセッティング:

- 陰イオン交換樹脂(DOWEX 1-X8 100–200 mesh)を, 洗浄用容器に, 使用する量より少し多めに ([25 ml × (カラム数 + 1)]程度) 取り出す.
- MQ を加え, よくかき混ぜ, しばらく静置して上澄みを捨てる. 発泡や濁りがなくなるまでこの洗浄を繰り返す. 樹脂中に色の異なる粒状体がある場合は, スポイト等で取り除く.
- 石英カラムをカラム立てに必要な数セットし, カラム下に廃液受けバットをセットする.
- 石英ウールを適量取り出し, カラム上部にのせる. MQ で落とし込んだのち, 棒で平らにして, 再度 MQ を流して自然な容積の状態にしておく.
- 25 ml を液量計で計り取り, 出口を塞いだカラムに流し込んで液面位置に印をつける.
- カラムに MQ を入れたのちすばやく樹脂をピペットで注入し, カラム中に静かに沈積させていく. 樹脂内部に乱れた構造や気泡がないように. また, 樹脂上面が水平になるように.
- 分液ロート, 連結栓をセット. カラムとロートに番号をラベリングしておく.



コンディショニング:

- カラムの下に廃液受けバットをセット. 連結栓の空気孔を閉じ, ロートコックを閉める.
 - ロートに conc. (12M) HClを 25 ml (1 カラム分) 入れる. 空気孔を開放してコックをゆっくり開け, 液滴で樹脂上面を乱さないように酸を流す. 樹脂の色が淡褐色へと変化.
- 以下, カラムに溶離液を流すときは全て同じ手順.
- 0.5M HClを必要量作成(希釈一覧表参照).
 - 0.5M HClを 50 ml (2 カラム分) 流す. 樹脂の色が淡褐色から元の乳白色に.
 - 9M HCl(with 0.1% H₂O₂)を必要量作成(希釈一覧表参照).
 - 9M HCl を 30 ml (1.2 カラム分) 流す. 樹脂の色が再度, 淡褐色へと変化.

コンディショニングの間に...

- 乾固試料の入った 200 ml PTFE ビーカーにマイクロピペットで 9 M HCl (with 0.1% H₂O₂) を 2 ml 加え, 溶解させる(溶液は鉄(III)クロロ錯体[FeCl_x]^{(x-3)-}によって黄緑色あるいは, マンガン錯体によって? オレンジ色に).
- 試料数分のスポイトを 9M HCl (0.1% H₂O₂) でとも洗い.
- 100 ml PTFE ビーカーにラベリング.

サンプルローディングと溶離:

- カラム下の廃液受けバットを, ラベリングした PTFE ビーカーに取り替える.
- スポイトで 200 ml PTFE ビーカー内の試料溶液をよくかき混ぜ, カラムの連結栓をはずして, 試料溶液を樹脂上面に静かにのせる.
- 200 ml PTFE ビーカーに 9M HCl (with 0.1% H₂O₂) を 1 ml 入れ, スポイトとともにすすいで, 同様にカラムに流す. この操作をもう一度繰り返す.
スポイトは試料ごとに替えること.
- 再度連結栓を取り付け, 9M HCl (with 0.1% H₂O₂) を 30 ml (1.2 カラム分) 流す.
- ドラフト内にホットプレートを設定.
- 溶離液の入った 100 ml PTFE ビーカーを~150°Cで温め, 蒸発乾固させる.
- カラム下に廃液受けバットを設定し, MQ を 50 ml 程度流す.
- 廃液は酸廃液タンクへ.
- 樹脂はドラフト内で乾燥させてから, 実験系プラスチック廃棄物として捨てる.

希釈試薬の作成:

- 液量計を用いて, PFA ボトルに, 精密分析用以上の conc. HCl (12M) を>18.2 MΩ MQ で希釈して作成. とも洗い分などを考慮して, 余分につくこと. 次の工程でも同様.

陰イオン交換用塩酸希釈表

	HCl : MQ	一本あたり量 X (カラム)	必要量 (25 ml カラム 8 本のとき; HCl + MQ)
12 M HCl	=conc.HCl	1	200 ml
0.5 M HCl	1 : 23	2	>400 ml (20 + 460 ml)
9 M HCl [†]	3 : 1	2.6	>520 ml (450 + 150 ml) (+ ~2.0 ml H ₂ O ₂)

[†] ~0.1%濃度になるよう, conc.(30%)H₂O₂ を添加.

陽イオン交換

陽イオン交換樹脂への吸着・溶離操作で Be, Al を単離する.

準備物: 乾固試料, DOWEX 50W-X8 100–200 mesh, 石英ウール, 石英カラム (25 ml), カラム立て, 分液ロート, 連結栓, バット, 100 ml & 200 ml PTFE ビーカー, 50 ml ボウビン, 5 ml ピペット, MQ 洗ビン, スポイト, 液量計, PFA ボトル, ホットプレート, HCl(精密分析用以上), H₂O₂(精密分析用以上)

- 前工程と同様に陽イオン交換樹脂 (DOWEX 50W-X8) をカラムに詰め, セットする.
- 希釈酸の作成は, 手順の合間に (前の手順の溶離液を流している間に).

コンディショニング:

- カラムの下に廃液受けビンセット.
- 6M HCl を 100 ml (4 カラム分) カラムに流す.
樹脂の体積が減少する.
- MQ を 50 ml (2 カラム分) カラムに流す.
樹脂の体積が元に戻る.

コンディショニングの間に...

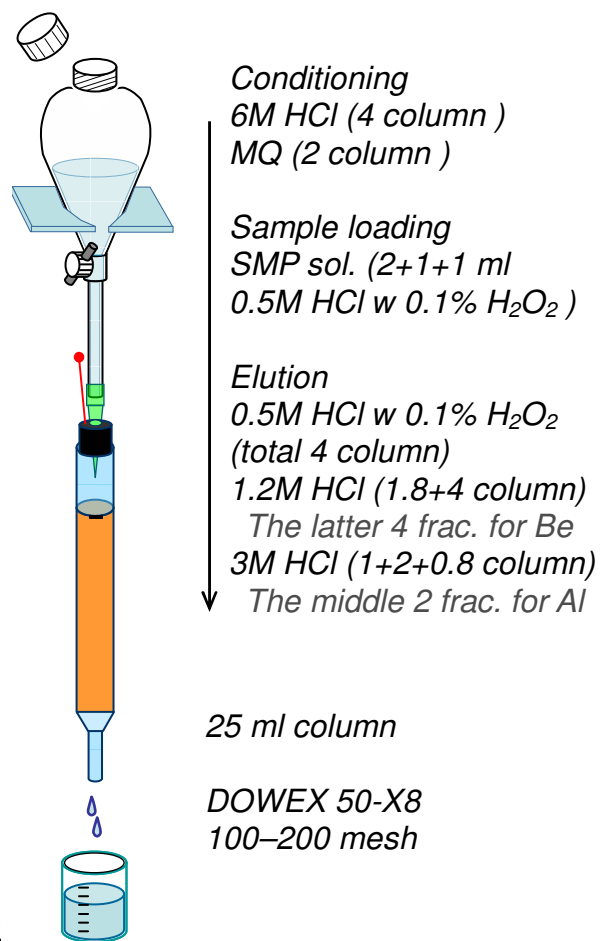
- 乾固試料の入った 200 ml PTFE ビーカーにマイクロピペットで 0.5M HCl (with 0.1% H₂O₂) を 2 ml 加え, 溶解させる.
- スポイトを 0.5M HCl (0.1% H₂O₂) でとも洗い.
- 100 ml & 200 ml PTFE ビーカー (カラム数 × 2 個) にラベリング. 試料 ID の他, Be/Al の別を書くこと.
- 50 ml ボウビン (カラム数 × 2 個) にラベリング. 試料 ID の他, Be/Al の別を書くこと.

サンプルローディング:

- カラムの下は廃液バットのままでよい.
- スポイトで 200 ml PTFE ビーカー内の試料溶液をよくかき混ぜ, カラムの連結栓をはずして, 試料溶液を樹脂上面に静かにのせる.
- 200 ml PTFE ビーカーに 0.5 M HCl (with 0.1% H₂O₂) を 1 ml 入れ, スポイトとともにすすいで, 同様にカラムに流す. この操作をもう一度繰り返す. スポイトは試料ごとに替えること.

溶離:

- 0.5M HCl (with 0.1% H₂O₂) を 96 ml 入れ (Sample sol. とあわせて 4 カラム分) 流す.



- カラム下の廃液受けバットを、ラベリングした 50 ml ボウビン(Be)に取り替える.
- 1.2M HCl を 45 ml (1.8 カラム分) 流す. 滴下終了後, ボウビンはフタをして保管.
- カラム下のボウビン(Be)を, ラベリングした 200 ml PTFE ビーカー(Be)に取り替える.
- 1.2M HCl を 100 ml (4 カラム分) 流す.
- 滴下終了後, 溶離液の入った PTFE ビーカー(Be)はホットプレート(ドラフト内; ~150℃)で温め, 蒸発乾固させる.

- カラム下にラベリングした 50 ml ボウビン(Al)をセット.
- 3M HCl を 25 ml (1 カラム分) 流す.
- カラム下のボウビン(Al)を, ラベリングした 100 ml PTFE ビーカー(Al)に取り替える.
- 3M HCl を 50 ml (2 カラム分) 流す.
- 滴下終了後, 溶離液の入った PTFE ビーカー(Al)はホットプレート(ドラフト内; ~150℃)で温め, 蒸発乾固させる.
- カラム下に先ほどの 50 ml ボウビン(Al)を再度セット.
- 3M HCl を 20 ml (0.8 カラム分) 流す. 滴下終了後, ボウビンはフタをして保管.

- カラム下に廃液受けバットをセットし, MQ を 50 ml 程度流す.
- 廃液は酸廃液タンクへ.
- 樹脂は, ドラフト内で乾燥させてから, 実験系プラスチック廃棄物として捨てる.
- 分液ロート, 連結栓は MQ で濯いでユニパックに入れておく.

陽イオン交換チェックシート

Conditioning		Elution		
6M HCl	× 4 column ☐	0.5M HCl w 0.1% H ₂ O ₂	× 4 column (Total) ☐	
MQ	× 2 column ☐	1.2M HCl	× 1.8 column ☐	
			× 4 column ☐	⇒ Be frac.
Sample loading & linsing			× 1 column ☐	
2+1+1 ml 0.5M HCl w 0.1% H ₂ O ₂	☐	3M HCl	× 2 column ☐	⇒ Al frac.
			× 0.8 column ☐	

陽イオン交換用塩酸希釈表

HCl : MQ		一本あたり量 X (カラム)	必要量 (25 ml カラム 8 本のと; HCl + MQ)
6 M HCl	1 : 1	4	>800 ml (420 + 420 ml)
0.5 M HCl [†]	1 : 23	4	>800 ml (40 + 920 ml) (+ ~3.2 ml H ₂ O ₂)
1.2 M HCl	1 : 9	5.8	>1200 ml (30 + 270 & 100 + 900 ml)
3 M HCl	1 : 3	3.8	>800 ml (200 + 600 ml)

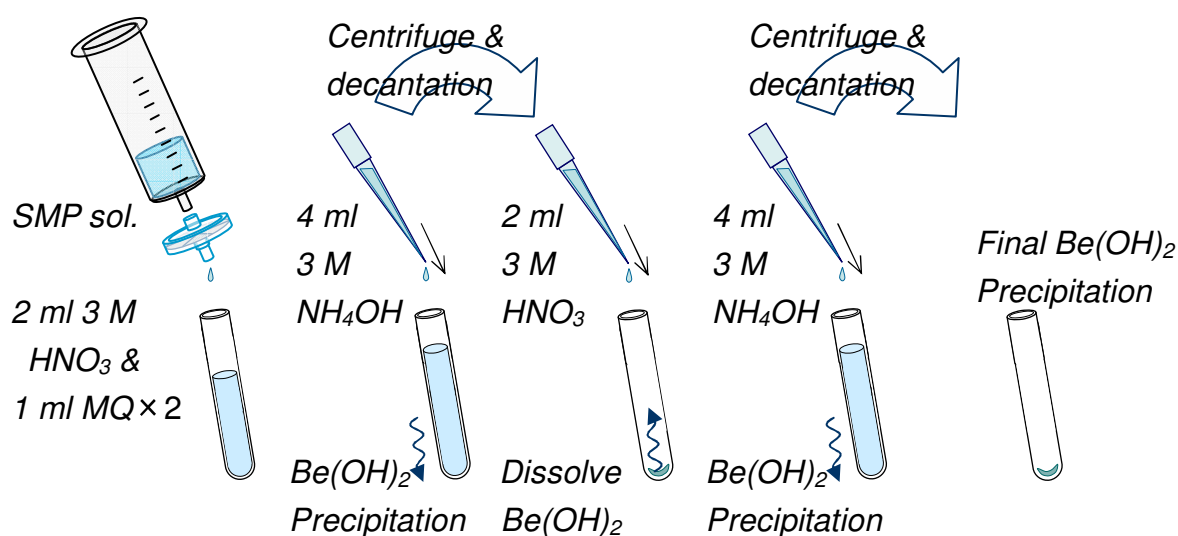
[†] ~0.1%濃度になるよう, conc.(30%)H₂O₂を添加する.

沈殿洗浄

BeOH を沈殿させ, 洗浄, 溶解, 再沈殿を繰り返すことでホウ素を除去する.

準備物: 乾固 BeCl_2 試料, シリンジ, PTFE フィルター, 10 ml 遠沈管, 遠沈管立て, ミキサー, 5 ml ピペット, スポイト(試料数 $\times 2$), Be 用廃液ビン, MQ 用ボウビン, 専用 PFA ボトル, HNO_3 (ホウ素定量用), NH_4OH (精密分析用)

- 専用 PFA ボトルに 3M NH_4OH , 3M HNO_3 を希釈, もう一本には洗浄用硝酸を作成.
- シリンジおよびフィルターを洗浄用硝酸で洗浄.
- 友洗いしたピペットで乾固試料 (BeCl_2) の入った 50 ml PTFE ビーカーに 3M HNO_3 を 2 ml 入れ, 試料をよく溶かす.
- 遠沈管にラベリング
- 50 ml PTFE ビーカー中の試料溶液を, スポイトでシリンジに移し, 即座にフィルタリングして遠沈管に移す.
- ピペットで 50 ml PTFE ビーカーに MQ を 1 ml 入れ, スポイトとともにすすいで, 同様に遠沈管に移す. この操作をもう一度繰り返す. スポイト, シリンジは試料ごとに替えること.
- ピペットで遠沈管に 3M NH_4OH を 4 ml 入れ, ミキサーで振とうする. $\text{Be}(\text{OH})_2$ が沈殿.
- 遠心分離 (2500 RPM; 10 min).
- 上澄みを Be 廃液ビンへ廃棄.
- M ピペットで遠沈管に 3M HNO_3 を 2 ml 入れ, ミキサーで振とうして $\text{Be}(\text{OH})_2$ を溶かす. 上記の「沈殿生成 $\Rightarrow$ 遠心分離 $\Rightarrow$ 上澄み廃棄」の操作を繰り返す.



酸化

Be, Al をそれぞれ, 高温焼成して酸化物にする.

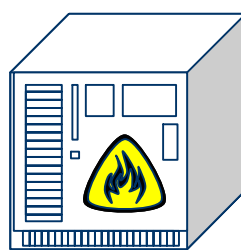
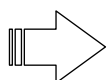
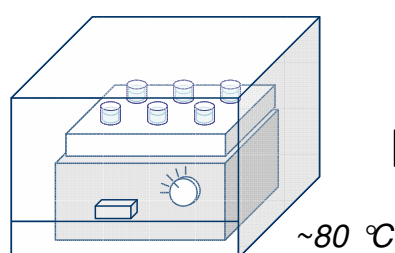
準備物: Al 乾固試料, Be 沈殿試料, ピンセット, スポイト, 1 ml M ピペット, MQ ビン, 石英ビーカー, 石英板, ホットプレート, アクリルカバー, 電子レンジ坩堝, ボウビン

Be の乾固・焼成

- ドラフト内をよく清掃したのち, Be 乾固専用のホットプレートと隅々までエタノールで拭いたアクリルカバーをセット.
- スポイトを酸でよく洗浄したのち, MQ で良くすすぐ.
- ミニ石英ビーカーをホットプレート上に並べ, 試料の配置を決めてノートに記録する.
- 遠沈管から Be(OH)₂ ゲルをスポイトで石英ビーカーに移していく. 必要なら遠心分離器で遠沈管の底に集積させて吸い出す作業を繰り返す. 一度に石英ビーカーに入りきらない場合は, 水を少し飛ばしたあと再添加を繰り返す.
- 80℃で温めて水分を飛ばす. 突沸に注意 (この段階で温度を上げ過ぎないこと).
- 乾いてきたら 150℃程度にまで温度を上げて十分に水分が飛ばす.
- 試料が乾固したら, 電子レンジ坩堝の下皿 (「手前マーク」の位置を確認・記録のこと) に移し, 慎重に石英板でフタをする. 坩堝のフタを慎重にかぶせ, 電子レンジ内にセット.
- 6-7 分間加熱し, BeO へと酸化させる.
- 炉が冷えたら, パラフィルムで密封・固定して保管. できるだけすぐにプレスを行う.

Al の乾固・焼成

- 乾固 AlCl₃ 試料の入った 50 ml PTFE ビーカーにマイクロピペットで 0.5 ml MQ を添加.
- Be 同様にノートに配置を書いて, カバー付きホットプレート上で乾燥させる.
- 試料が乾固したら, マッフル炉用アルミナ板の上に並べ (「手前マーク」の位置を確認・記録のこと), 石英板でフタをした後, 慎重にマッフル炉に入れる.
- 900℃で 1 h 加熱し, Al₂O₃ へと酸化させる.
- 炉が冷えたら, パラフィルムで密封・固定して保管. できるだけすぐにプレスを行う.



Be: >400 °C
~7 min with a microwave

Al: ~900 °C, 1 h
with a muffle kiln

プレス

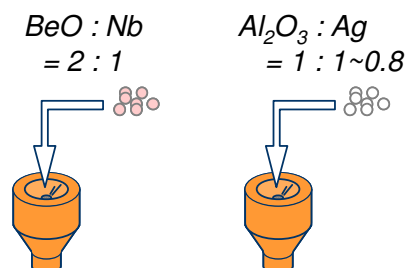
Be, Al をそれぞれ, AMS 用ターゲットホルダー(カソード)に詰める.

準備物: BeO 試料, Al_2O_3 試料, プレスジグ, スパーテル, 銅製カソード, ピンセット, アルミフ
ォイル, クリーン手袋, ニオブ粉末, 銀粉末

- プレスジグ, スパーテル, カソードは事前に所定の洗浄をして乾燥.
- ラテックス手袋およびマスクを着け, プレス機, クリーンベンチをエタノールで清掃.
アルミフオイルを全面に敷く. 除電器をセット.
- ピンセットを使ってプレスジグを組み立て, 並べていく.
- ユニパックにラベリング.
- 試料用およびニオブあるいは銀粉末用スパーテルを準備.
- アルミフオイルを 10 cm 四方(×試料数)に切り, 試料個別の作業シートを作っておく.
- ラテックス手袋をクリーン手袋に取り替える(下の PE 手袋はつけたままにするとよい).
- クリーンベンチ内に個別作業シート 1 枚, プレスジグ 1 セット, スパーテル 1 本を準備.
- 石英ビーカーの封を取り, 試料の量を見極める. ニオブあるいは銀粉末用スパーテルを
使って, Be の場合には $\text{BeO:Nb} = 2:1$, Al の場合には $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Ag} = 1:1$ の大まかな体積比で
各粉末を添加し, 試料用スパーテルでよく混ぜる.
(ニオブあるいは銀粉末用スパーテルはサンプルに触れないように)
- 試料粉末をプレスジグのロート内に落とし込み, プレスジグの底面を作業シート上でタップ
して, 試料をカソード内に詰める.
- プレスピンを差し込んでプレス機にセットし, アラーム音が鳴るまでプレスする. 試料が少
ない場合は, ニオブあるいは銀粉末を少量ロート内に落とし込み, タップして, 再びプレス.
- プレスジグ内からカソードを取り出し, ユニパックに保管.
- 試料粉末が余っていたら, 同じジグを使ってカソードのみ交換し, プレスを繰り返す.
- 使用したプレスジグ, スパーテルをアルミフオイル作業台ごと実験台に隔離.

- クリーン手袋を取り替えて同様の作業を試料ごとに
繰り返す.

- 全ての試料をプレスし終わったら, クリーンベンチ
内を原状復帰させ, 道具類を洗浄して乾燥させる.



試料処理はこれで完了!!

配分された ^{10}Be -, ^{26}Al -AMS マシンタイムで測定しよう.

洗浄法一覧

超音波用 2 L PP ボトル: 水道水フラッシング→洗剤・ブラシ擦り洗い→水道水フラッシング
→水道水濯ぎ×2→MQ 濯ぎ×2→乾燥

PTFE ビーカー: 水道水フラッシング→ジフ・ブラシ擦り洗い→水道水濯ぎ→MQ 濯ぎ→アルカリ-酸超音波洗浄→MQ 濯ぎ→乾燥

石英カラム: 水道水フラッシング→洗剤・ブラシ+激落ちスポンジ擦り洗い→水道水濯ぎ→MQ 濯ぎ→アルカリ-酸超音波洗浄→MQ 濯ぎ→MQ 保管庫に浸す

分液ロート, 連結栓: MQ 濯ぎ→アルカリ-酸超音波洗浄→MQ 濯ぎ→乾燥

ボウビン, PP 遠沈管, シリンジ: MQ 濯ぎ→アルカリ-酸超音波洗浄→MQ 濯ぎ→乾燥

ミニ石英ビーカー, 石英板: 水道水フラッシング→洗剤激落ちスポンジ擦り洗い→水道水濯ぎ→MQ 濯ぎ→テフロンビーカー内で硝酸-MQ(>18.2 MΩ) 超音波洗浄→MQ 濯ぎ→乾燥

カソード: テフロンビーカー内で硝酸(ごく薄い)-MQ(>18.2 MΩ) 超音波洗浄→アセトン超音波洗浄×2→乾燥

プレスジグ: パーツ分解(ピンは曲がったもの, 汚れが取れないものは廃棄)→ジフ・激落ちスポンジ擦り洗い→ヘソ, スパーテルは研磨ブロックで擦り洗い→水道水濯ぎ→MQ 濯ぎ→MQ 超音波洗浄→アセトン超音波洗浄×2→乾燥