

メタルライン予備還元

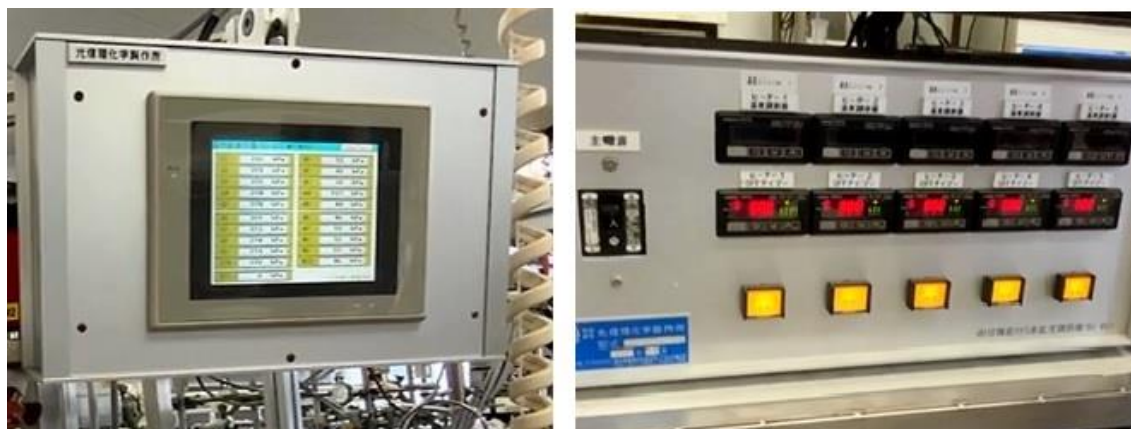
【必要物品】



- ・ 秤量した鉄粉
- ・ パイレックス管
- ・ 新しい過塩素酸マグネシウム
- ・ 使用済み過塩素酸マグネシウム入れ
- ・ スパチュラ
- ・ 使用済みパイレックス入れ用ケース
- ・ シリオコーンキャップ

1.新しい鉄粉と過塩素酸マグネシウムに付け替える。

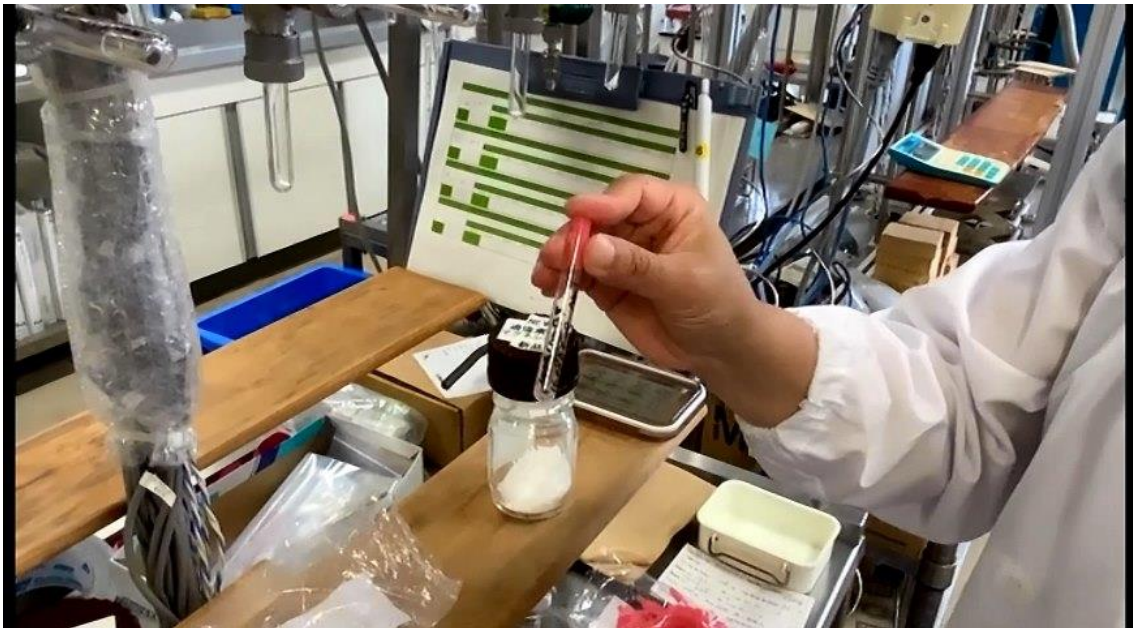
《グラファイト化サンプルがついたままの場合》



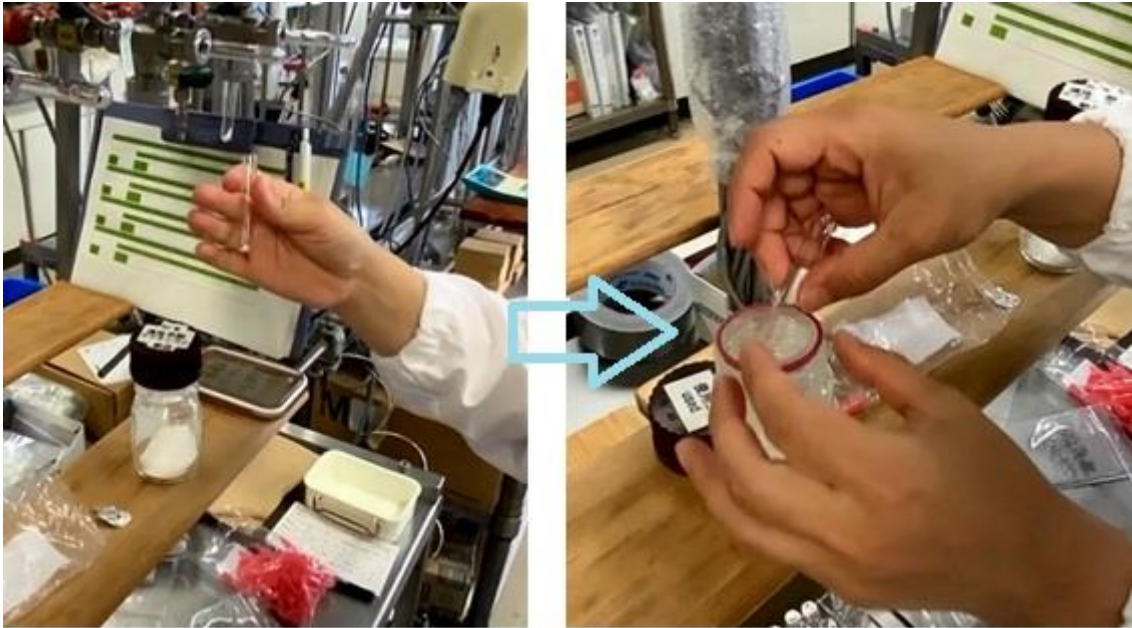
①モニターで残圧が 200hpa 前後であることと、タイマーが切れていることを確認する。



②ヒーターを取り外し、グラファイトカードの『Graphaization Code と Sample Name』を石英管に記入する。



③石英管を取り外し、シリコンキャップで蓋をする。



④パイレックスを取り外し、精製で使った過塩素酸マグネシウムを『使用済み』と書かれた方の瓶に入れる。



⑤秤量した鉄粉と新しい過塩素酸マグネシウムを 2~3 粒入れたパイレックスを取り付け、ウルトラトルが閉まっているか確認する。



⑥鉄粉にマグネットを付けゆっくりとバルブを開ける。 5.0×10^{-3} 以下となるまで真空引きをする。

《真空引きが進まないとき》



⑦真空引きが進まないときは、過塩素酸マグネシウムをドライヤーで温めて水分を飛ばし、ポンプ直近のトラップをLN2で冷やすと真空が良くなる。



⑧ 5.0×10^{-3} 以下となったのを確認し、VA8 を『開』。H2 ポンベに繋がる管を真空引きする。



⑨ 5.0×10^{-2} 以下となるまで真空引きし、VA6 と VA10 を『閉』。



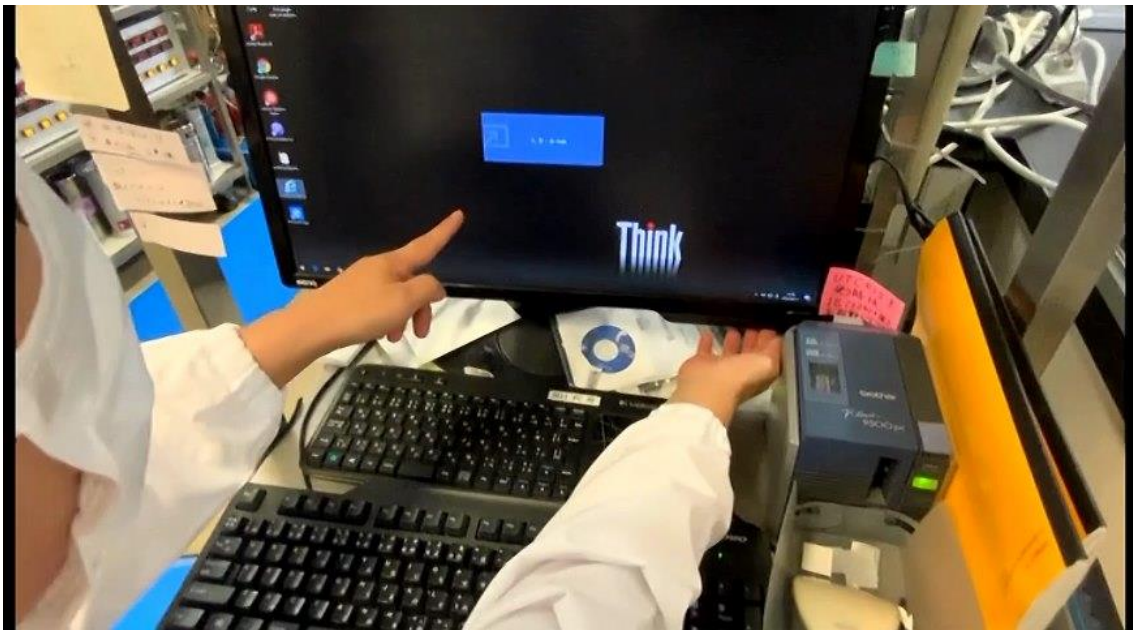
⑩モニターを確認しながら各 port に H₂ を 500hpa 入れる。500hPa に達した port からバルブを『閉』。



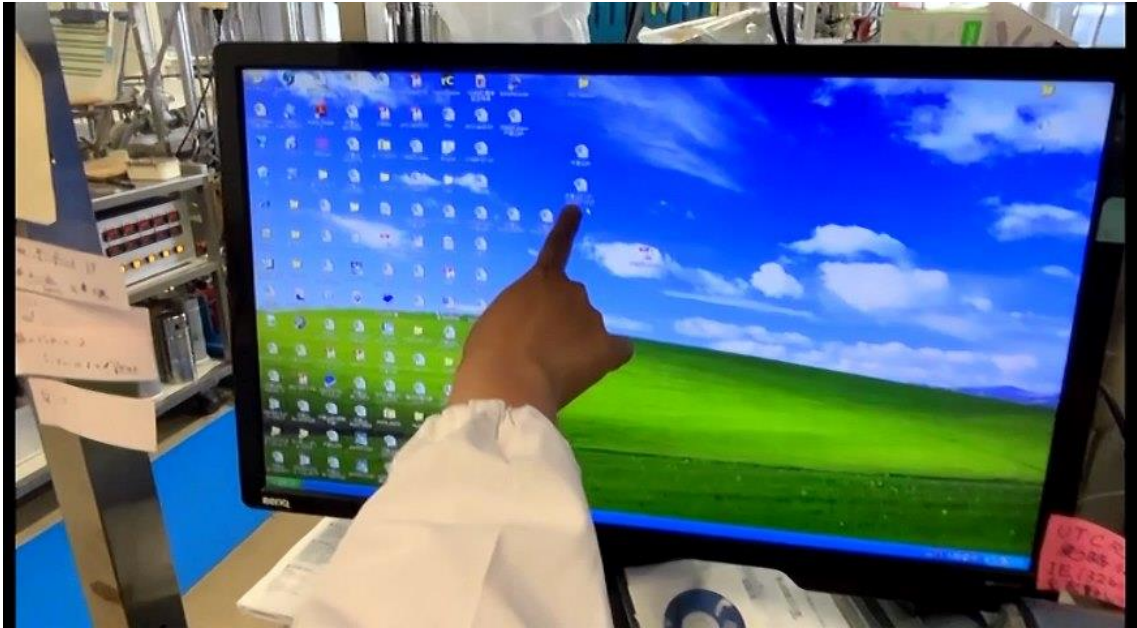
⑪ヒーターを取り付ける。



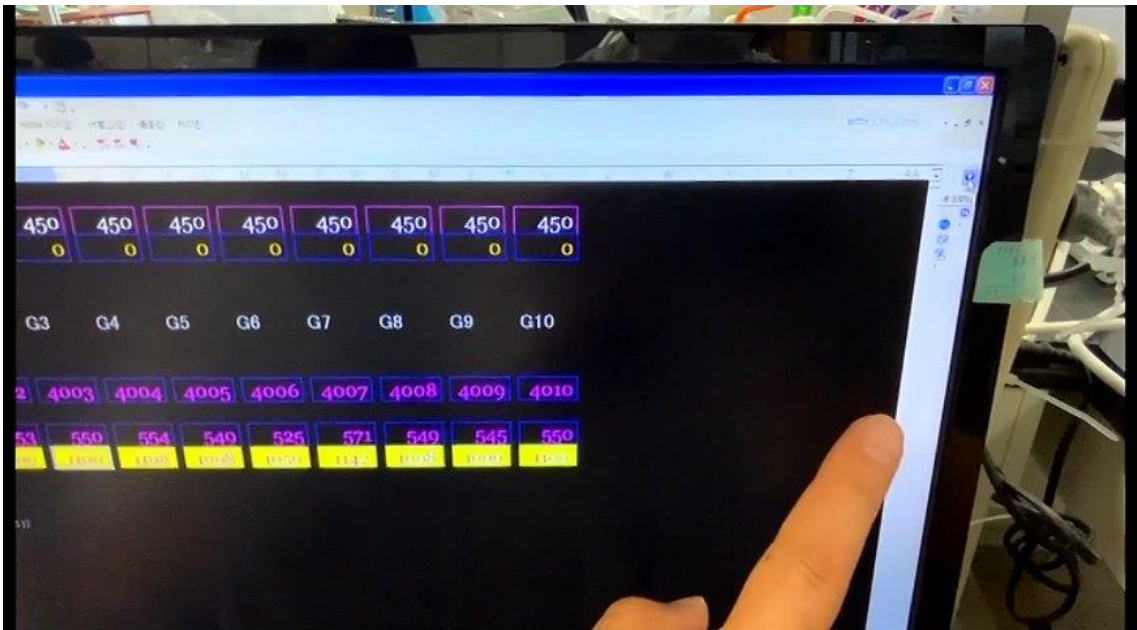
⑫ヒーターの主電源を ON。



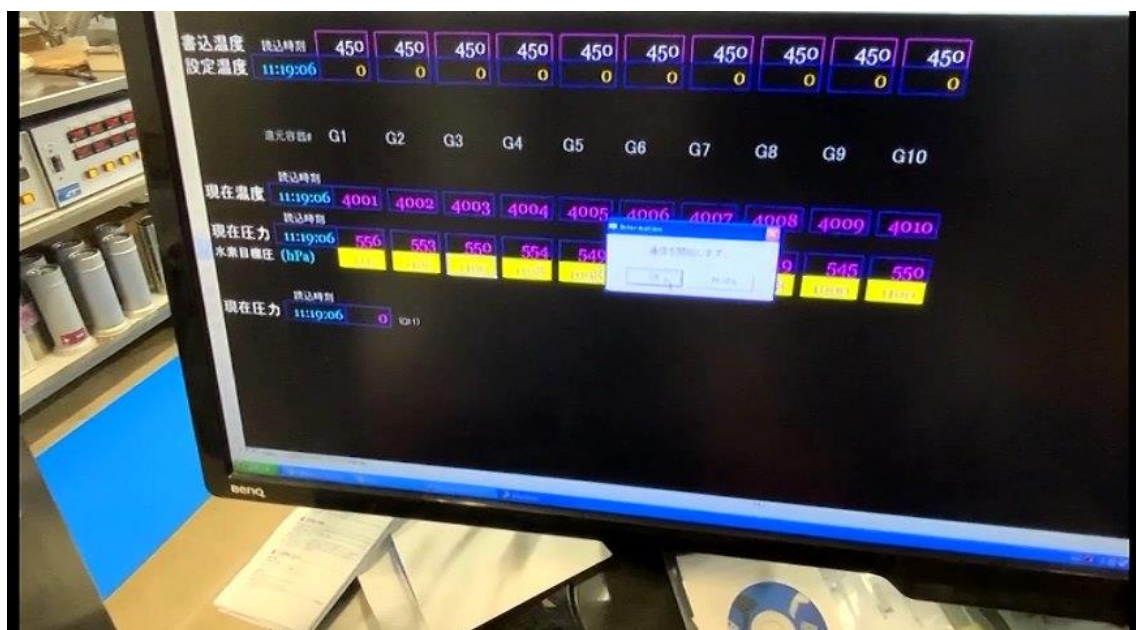
⑬PC のモニターの下にある『ENTER』キーを押して【DVI】に切り替える。



⑭モニター中央にある代官山ヒーター6_0 を立ち上げる。



⑮予備還元用の設定が立ち上がるので、画面右上の青い矢印↑を押す。



⑩『起動しますか』と聞かれるので『はい』をクリックすると、各ヒーターの温度が 450℃ に切り替わる。このまま 1 時間予備還元を行う。



⑪VA6 と VA10 を『開』。ラインに残った H₂ を真空引きする。5.0×10⁻²以下となるまで真空引きし、VA8 を『閉』。

2.予備還元が終わったら真空引きして精製が始まるまで待機する。



①450 度で一時間予備還元したら、ヒーターの主電源を OFF。



②ヒーターを取り外し、鉄粉にマグネットを付けて各 port のバルブをゆっくり『開』。Port 内のガスを真空引きし、精製前準備完了。