

C3・ANU・NIST 精製

【必要物品】



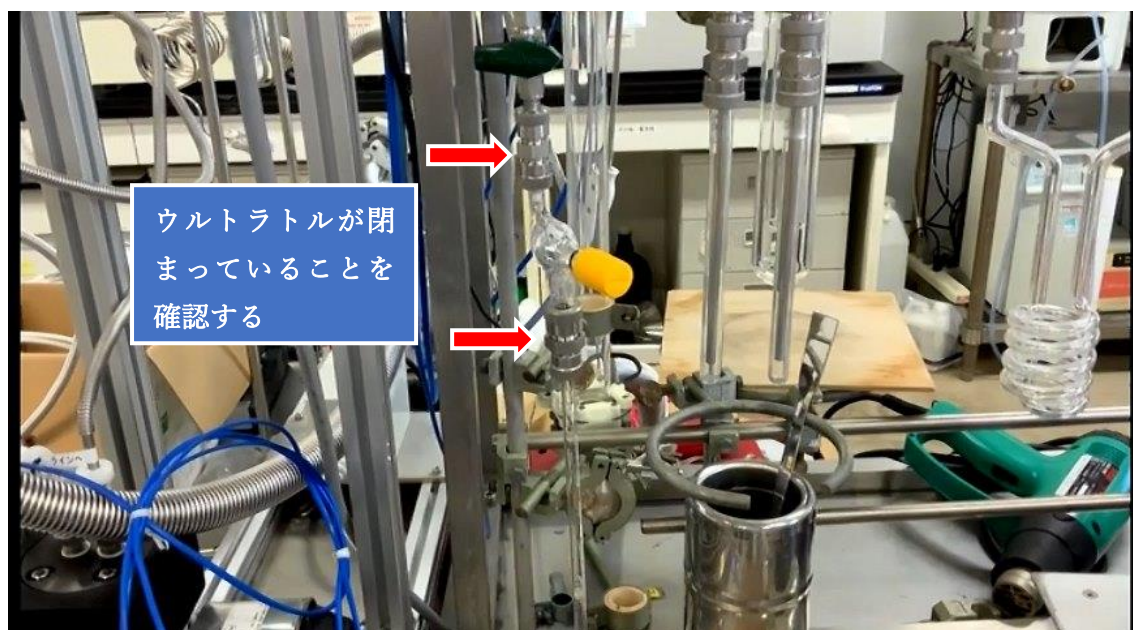
- ・エアダスター
- ・BEMCOT
- ・アルミフオイル
- ・ウルトラトル (ライン用)
- ・ウルトラトル (ブレーカー用)
- ・ブレーカー
- ・ブレーカー用バルブ
- ・ヤスリ
- ・サニメント
- ・グリース (APIEZON-L)
- ・グラフタイトカード (STD 用)

【今回の実験動画では C3 で実演します】

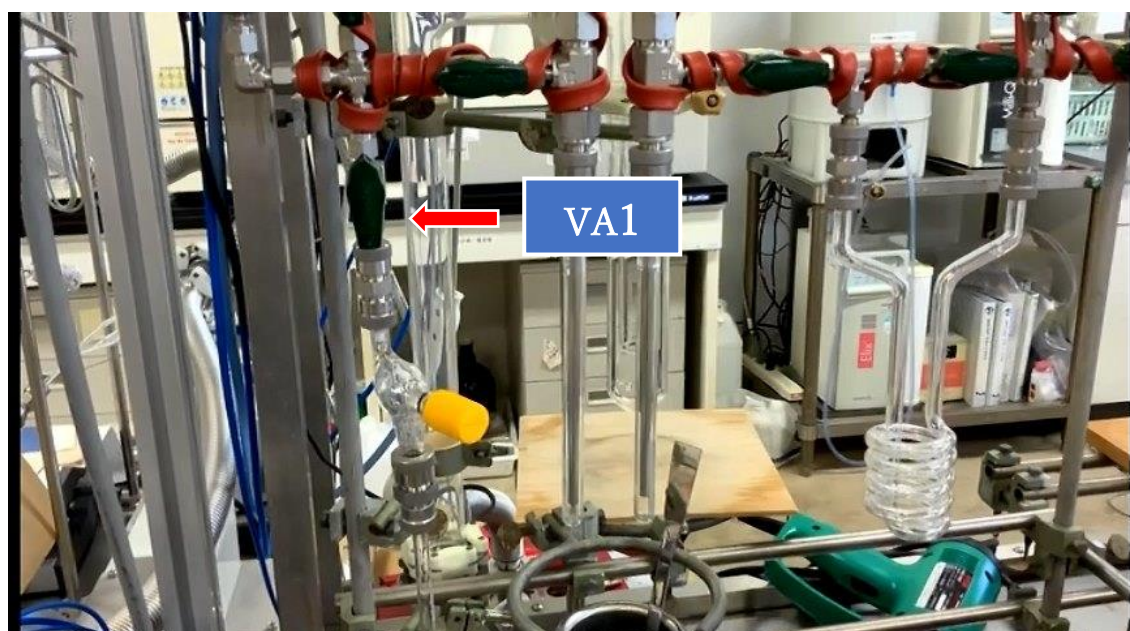
精製を始める前に・・・

1. C3 で使用する 4port 以外の使わない port バルブを閉めておきましょう！
2. 精製で使う 4port のうち、1port はラインに残ったガスを無駄なく捕集するために最後に使いますので、この port バルブも閉じておいてください

1. ブレーカーをラインに取り付け、真空引きをする



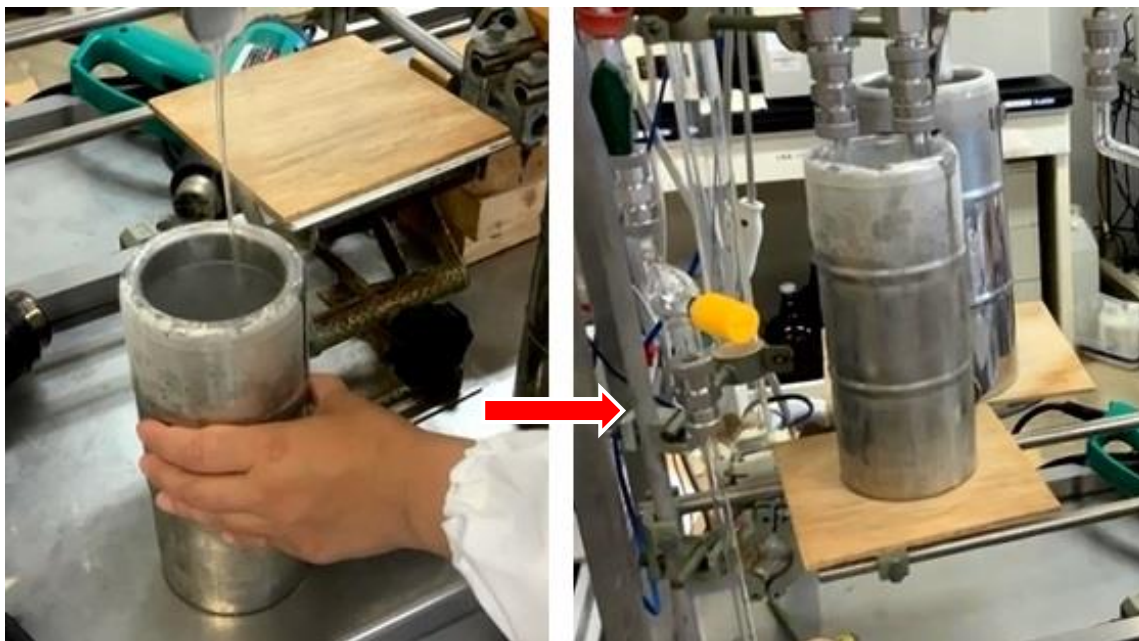
①組み立てたブレーカーをラインに取り付ける。ウルトラトルがしっかり閉まっていることを確認する。



②VA1 を開き、真空計の値が $\leq 5.0 \times 10^{-3}$ となるまで待つ。



③真空ポンプ直近のトラップをLN2で冷やす。



④LN2を入れて水あめ状まで冷やし調整したエタノールを水トラップに設置する。

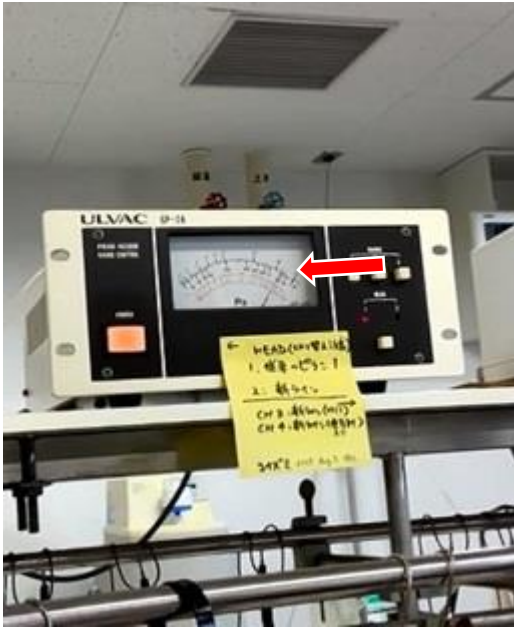
2.精製スタート



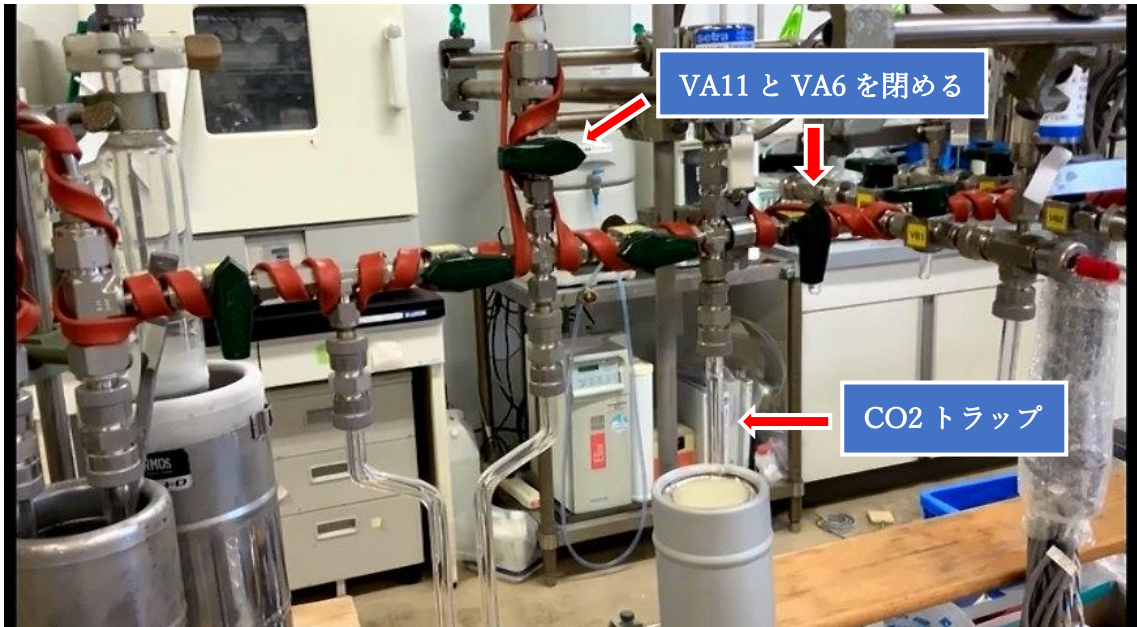
- ①真空計の値が $\leq 5.0 \times 10^{-3}$ となったことを確認して、VA12 と VA3 を閉じる。
圧力計の針が動かないことを確認する（圧力が上がる場合はリークしている）



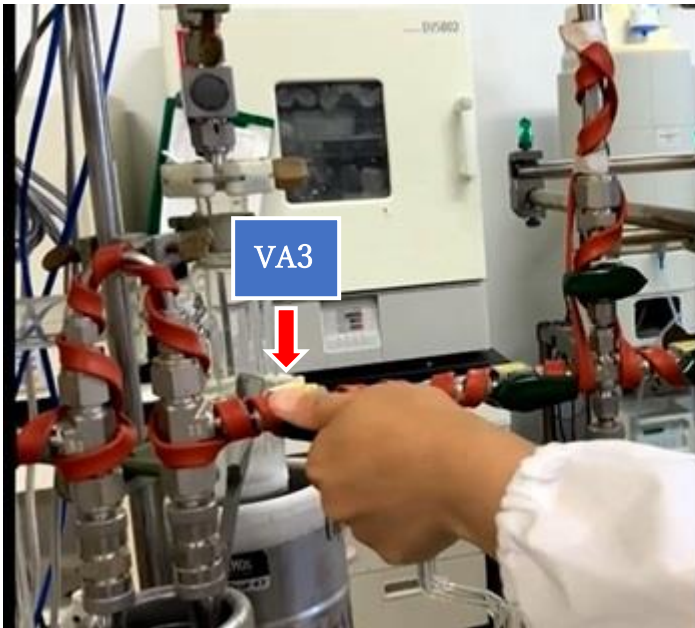
- ②圧力計を見ながらブレーカーの黄色いバルブを回し、石英管を割る。
黄色いバルブを回している途中で圧力計の針が動く場合はリークしている



③圧力計の値を Total Pressure 欄に記入する。



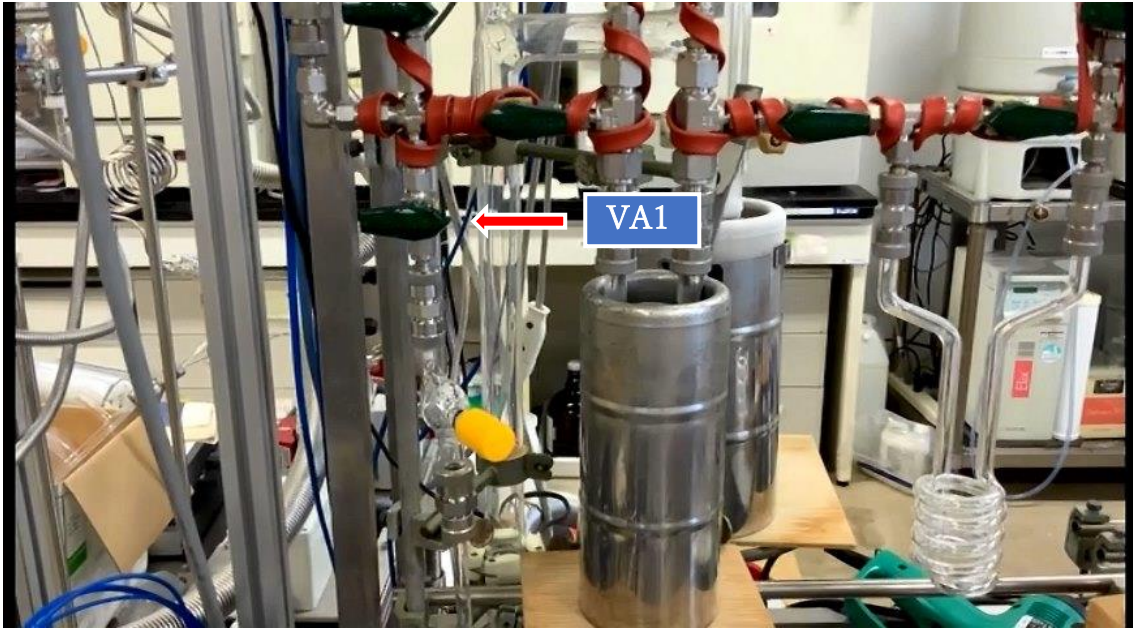
④VA11 と VA6 を閉める。小さいデュアーに LN2 を半量注ぎ、CO2 トラップに設置する。



⑤VA3 をゆっくり開き、圧力計の針がスーッと下がるのを確認する。



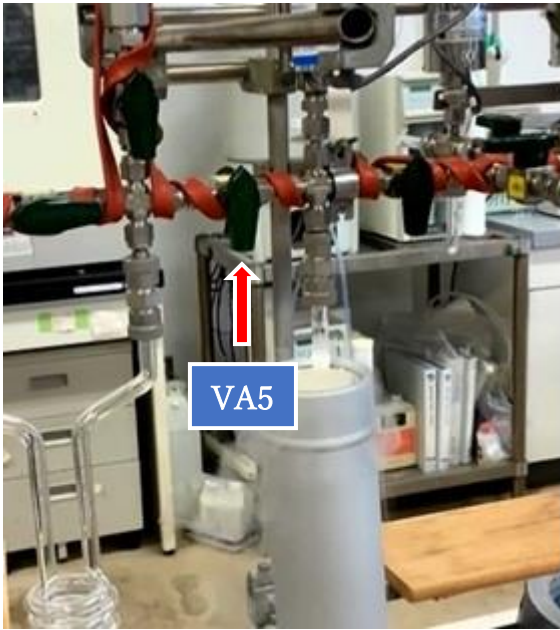
⑥圧力計の針の動きが落ち着いてきたら、LN2 をデュアーに注ぎメスアップする。圧力計の針の動きが止まったら Residual Gas Pressure に値を記入する。



⑦サンプル直近の VA1 を閉める。



⑧VA11 を開き、不要なガスを真空引きする。
真空計の値が $\leq 5.0 \times 10^{-3}$ となるまで真空引き



⑨VA5 を閉じる。CO2 トラップの LN2 デュアーを取り外し、CO2 トラップを温める。



⑩モニターG11 の CO2 量を Manometer G11 に記入する。



⑪LN2 をなみなみ注いだデュアーを一つの port に設置する。



⑫VA7 を閉じる。



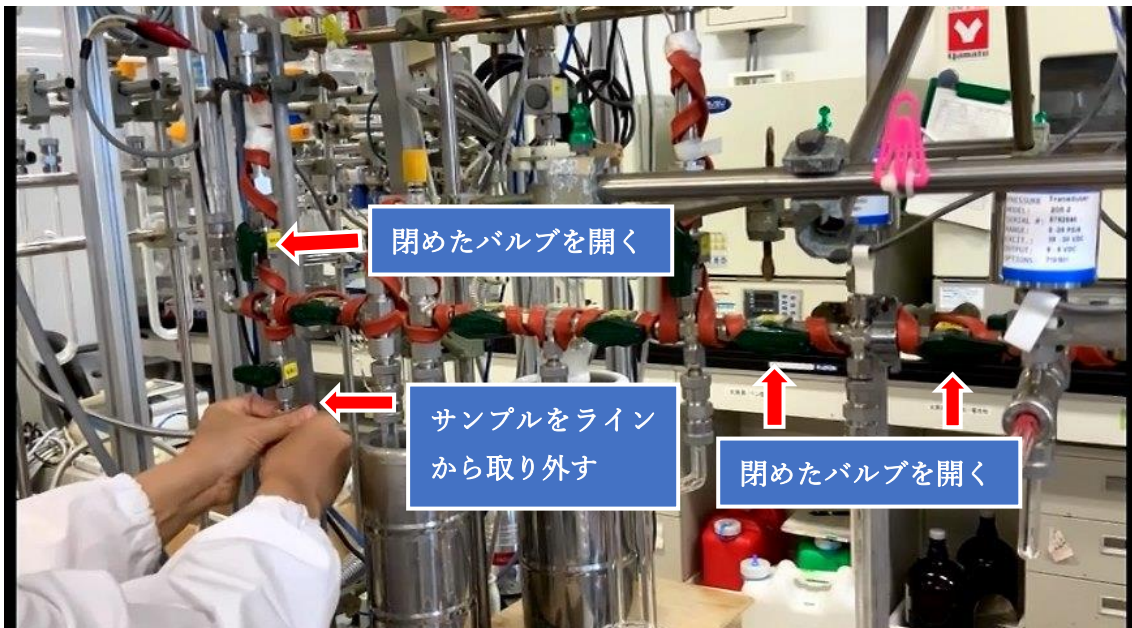
⑮モニターで各 port の CO2 値が安定していることを確認し、port のバルブを閉じる。



⑯残しておいた port に LN2 を設置する。Port のバルブを開き、ラインに残ったガスを集める。

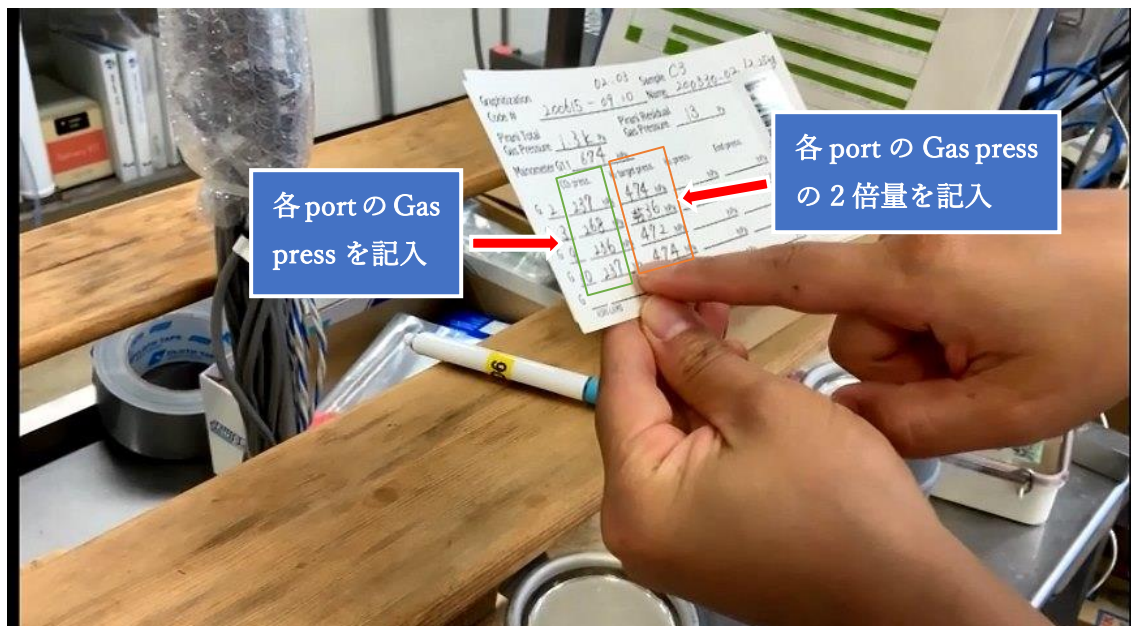


⑰port のバルブを閉じる。LN2 を外し、モニターでガス量を確認する。



⑱精製の工程で閉めたバルブを全て開け、サンプルをラインから取り外しライン全体を真空引きする。

3. H2 を各 port へ入れる。



①モニターに表示されている port の Gas press を記入する。port の Gas press の 2 倍の値を H2 target press に記入する。



②小さいデュアーを 4 つ用意し (ANU・NIST の場合は 5 つ用意)、LN2 をなみなみ注いで 4port を冷やす。



③モニターで冷やした port のガス量が 0 となった事を確認し、一呼吸おいてから各 port のバルブを開き真空引きする。

④H₂ につながるチューブ内も真空引きするため、H₂ に繋がるバルブも開ける。



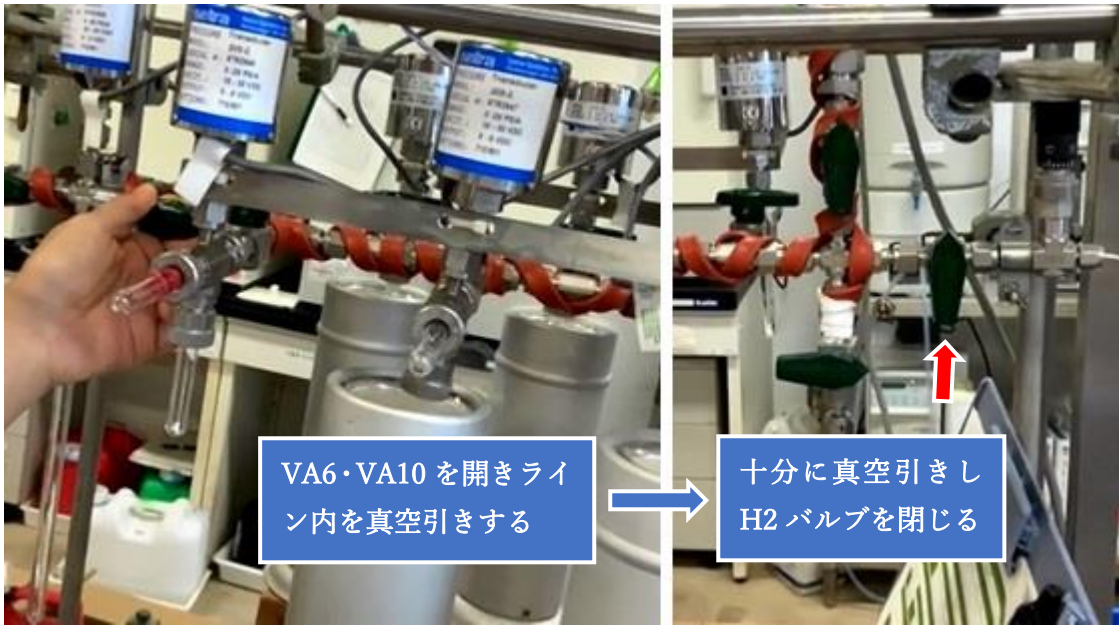
⑤ $\leq 5.0 \times 10^{-2}$ まで真空引きしたことを確認して、VA6 と VA10 を閉じる。



⑥モニターを見ながら H2 target press 値の H2 を各 port へ入れていく。



⑦H2 target press 値に達したものから port バルブを閉じる。H2 press に実際の H2 量を記入する。



⑧すべての port に H2 を入れたら、VA6 と VA10 を開きラインに残った H2 を真空引きする。

⑨ $\leq 5.0 \times 10^{-2}$ となるまで真空引きしたことを確認したら H2 ポンベへ繋がるバルブを閉じる。

⑩LN2 を取り外す。



⑪ヒーターを取り付ける。

⑫ヒーターの主電源 ON。630℃、6hr グラファイト化する。