

## 水サンプル精製

### 【必要物品】

- ・ バブリング装置（グローブボックス内で組み立てたもの）
- ・ 液体窒素
- ・ 液体窒素エタノール
- ・ グラファイトカード（水サンプル精製用）

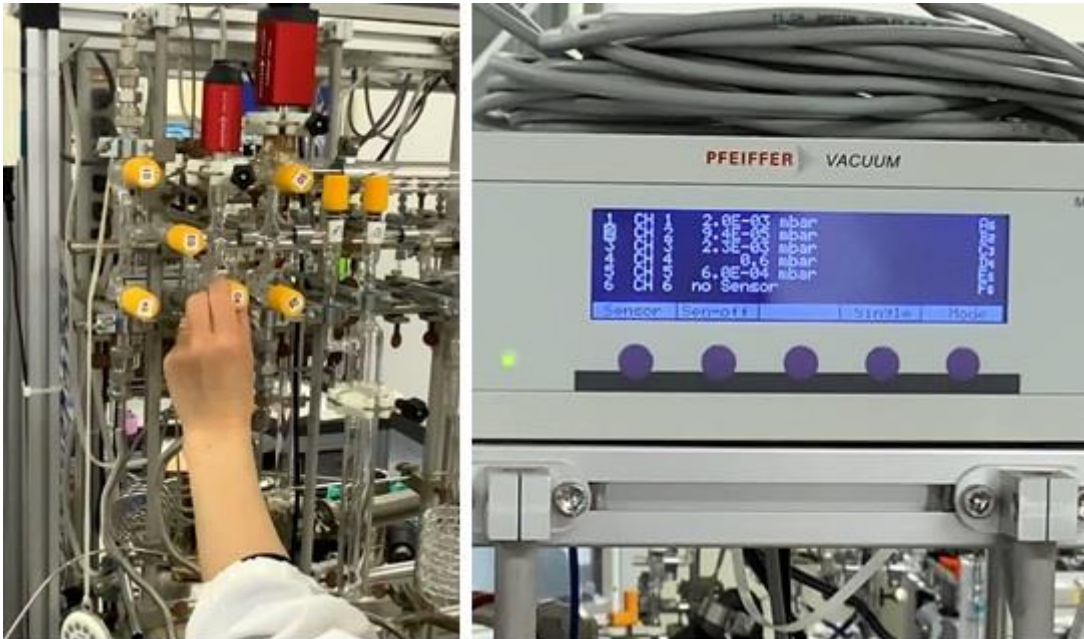
### 1. バブリング装置を取り付け、真空引きをする

- ① 2、4、20 のバルブ閉まっていること、それ以外のバルブが開いていることを確認する。

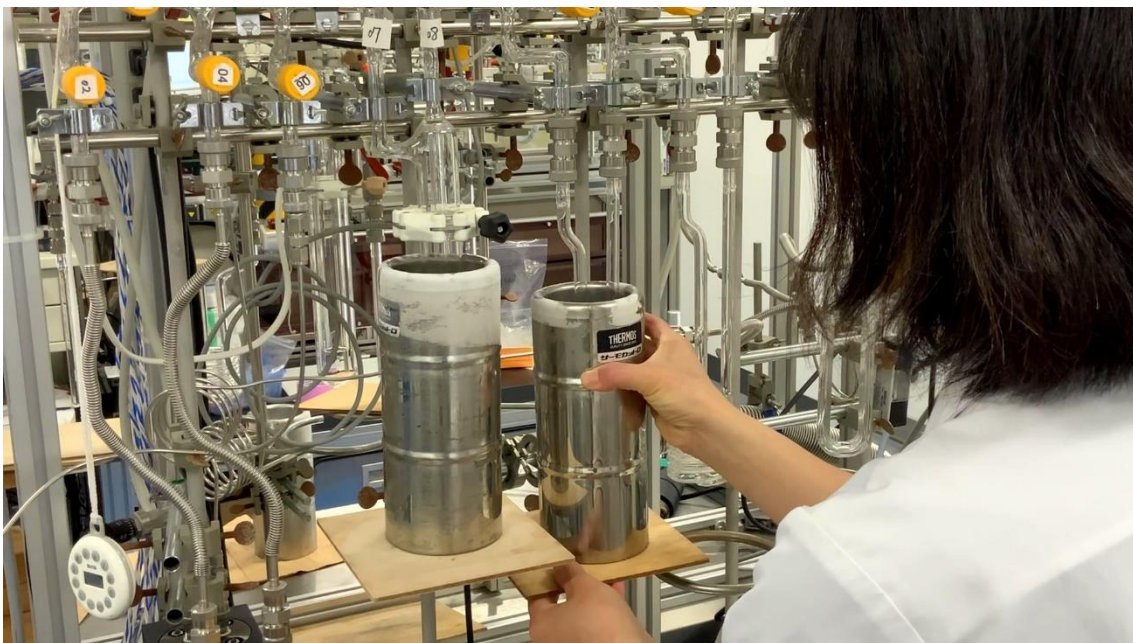


- ②組み立てたバブリング装置をラインに取り付ける

バルブ 2側が導入口（ストロー部分に繋がるバルブ）を、バルブ 4側に排出口を取り付ける



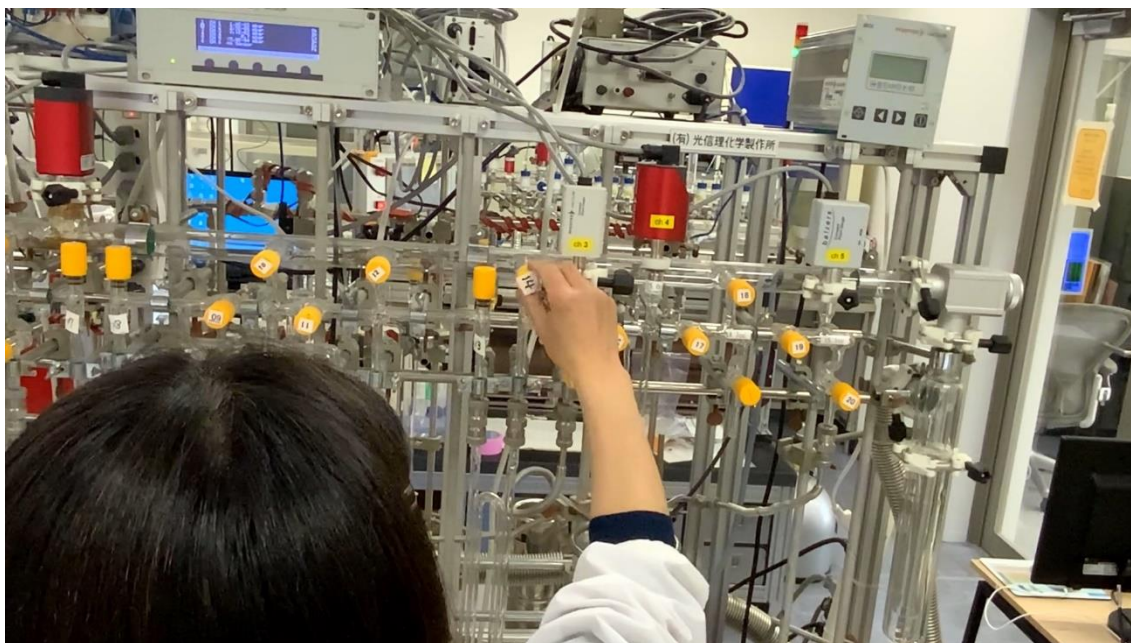
③バルブ 2、4 を開き真空引き (CH2 が $\leq 10^{-5}$ 、CH3 が $\leq 10^{-3}$  となるまで待つ)



④液体窒素エタノールをバルブ 7~8、9~10 に取り付ける。



## 2. リン酸を入れ、バブリングをする



①バルブ 5、10、12、14、17 を閉じる⇒ポンプから切り離す

②バルブ 13~14 にデュアー半量の液体窒素を設置する



③CH<sub>4</sub> の値が 700hPa となるように He を入れる⇒CH<sub>4</sub> の値を記録

④バルブ 6 を閉じる



⑤ 排出口側のバルブをゆっくりと開く



⑥ 導入口側のバルブをゆっくりと開く

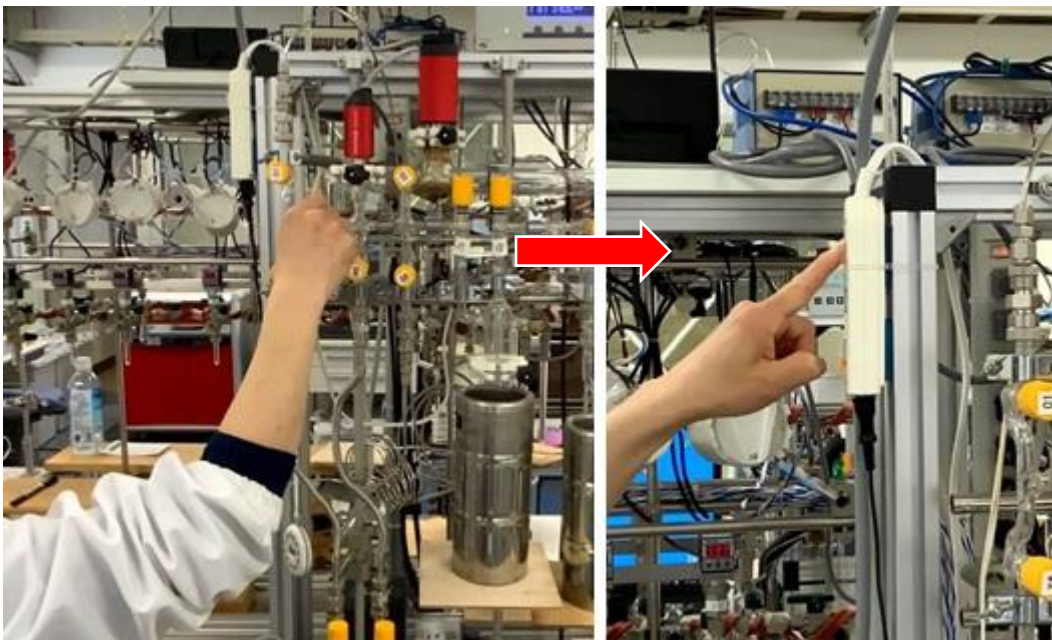
⑦ CH<sub>4</sub> の値を記録⇒800hPa となることを確認する

⑧ バルブ 16 を閉め、一呼吸おいてバルブ 17 を開ける⇒CH<sub>4</sub> の値が 0mbar となる





⑨リン酸容器を回させ、サンプルにリン酸を投入する



⑩バルブ 3 を閉じる

⑪ポンプのスイッチ ON

⑫タイマーを 15 分に設定しバブリングする

### 3. CO<sub>2</sub> ガス量を確認する

①15分バブリングしたら、ポンプのスイッチ OFF



②バブリング装置の導入口⇒排出口の順でバルブを閉める

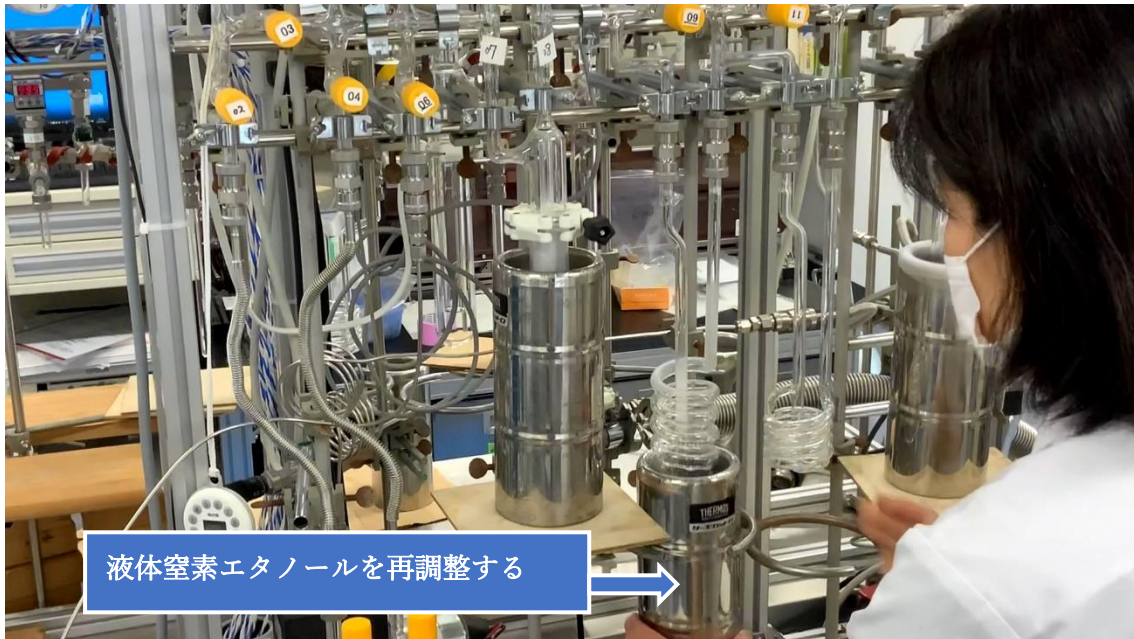
③バルブ 2、4 を閉める

④バルブ 15 を閉める



⑤バルブ 13 を閉め、バルブ 3 を開く





液体窒素エタノールを再調整する

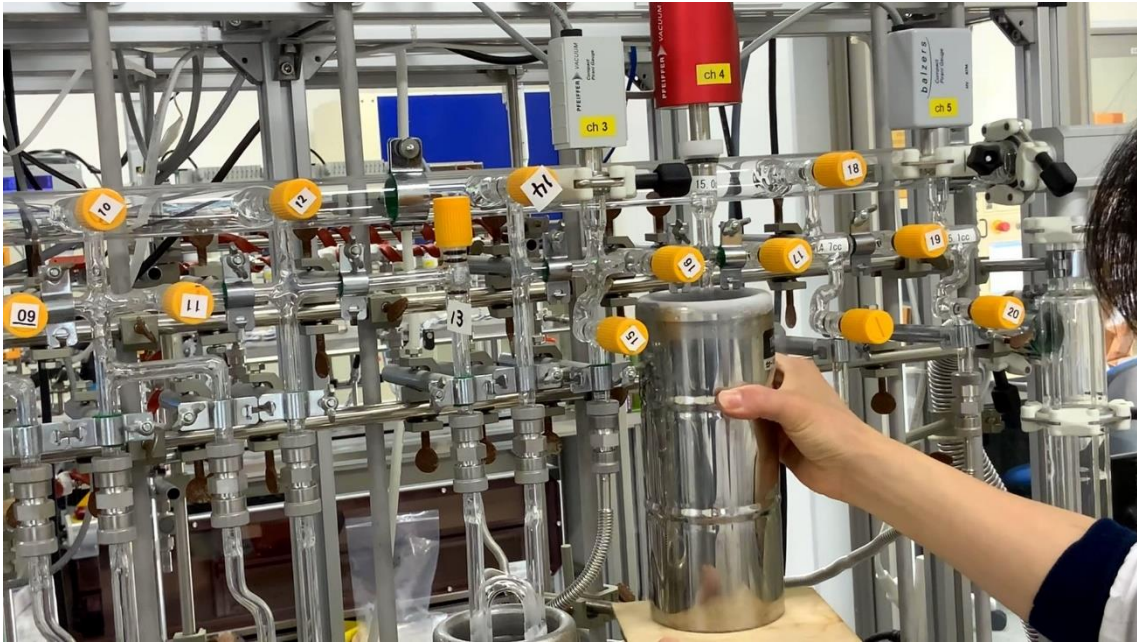
- ⑥バルブ 9～10 に設置していた液体窒素エタノールを取り外し、調整しなおしておく
- ⑦バルブ 14 をゆっくり開け、不要ガスを真空引き→ポンプが落ちないように注意！
- ⑧CH<sub>4</sub> の値がほぼ 0mbar となるのを確認する
- ⑨バルブ 14 を閉める ⇒重要：閉め忘れると CO<sub>2</sub> ガスを取り逃がすので注意！！
- ⑩バルブ 17 を閉め、バルブ 16 を開ける



液体窒素から再調整した液体窒素エタノールへ素早く交換する

- ⑪素早く液体窒素から液体窒素エタノールへと交換する ⇒CO<sub>2</sub> ガスが出てくるまで 5 分ほど待つ
- ⑫CH<sub>4</sub> の値が落ち着くのを待ってガス量を記録する

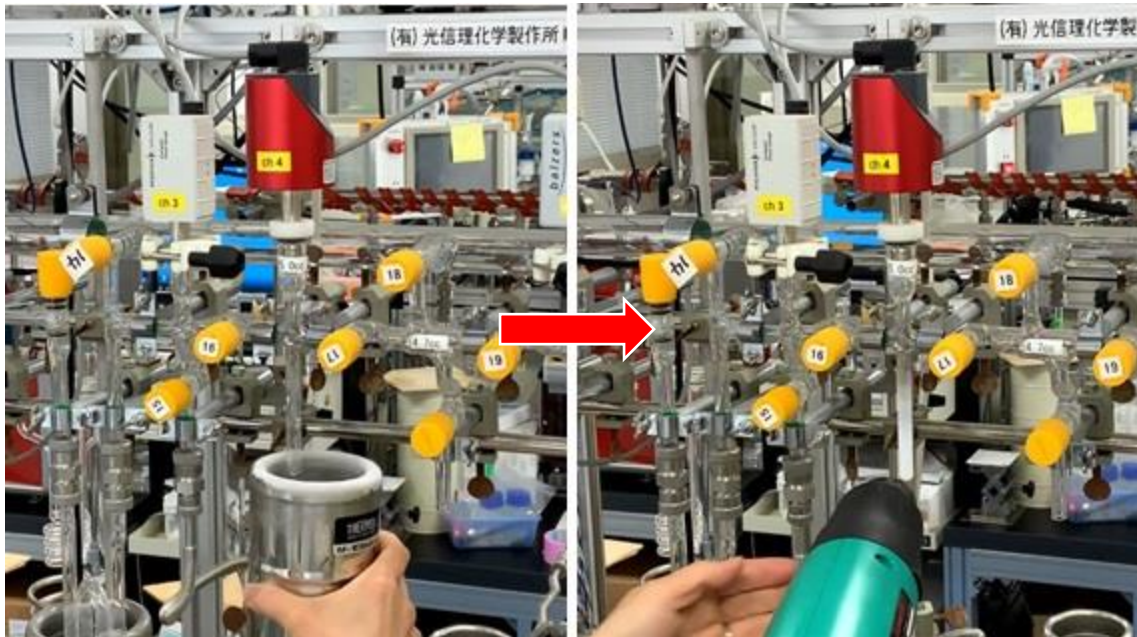




⑬CH<sub>4</sub>の下（バルブ16～17）に液体窒素を設置する

⑭CH<sub>4</sub>の値が下がりきるまで待つ

⑮バルブ16を閉める

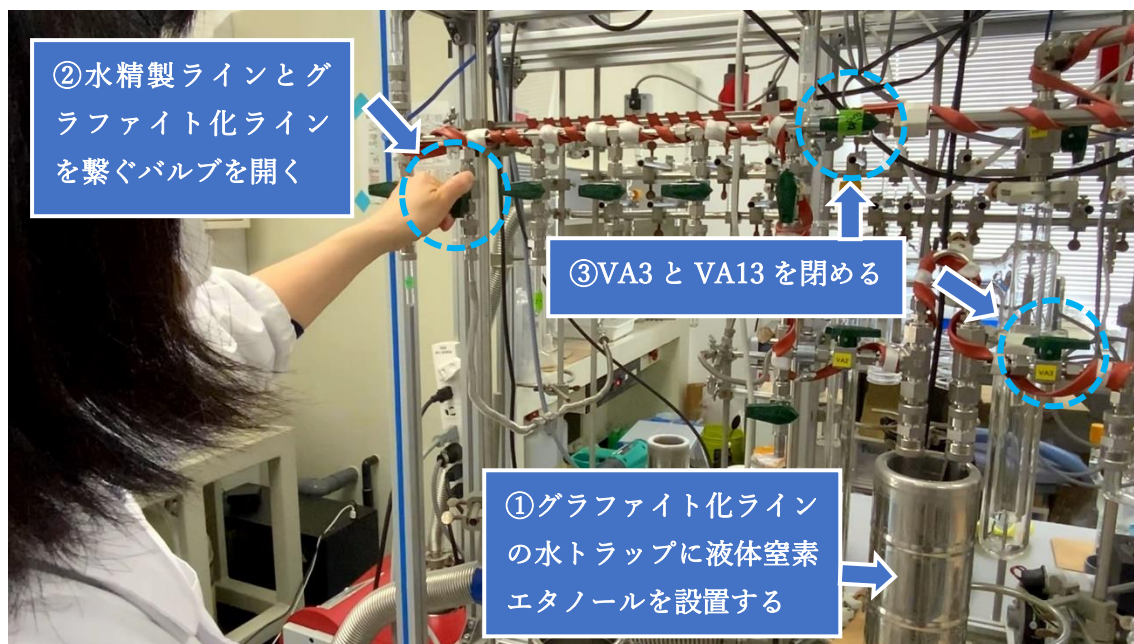


⑯液体窒素を取り外しヒーターで温める

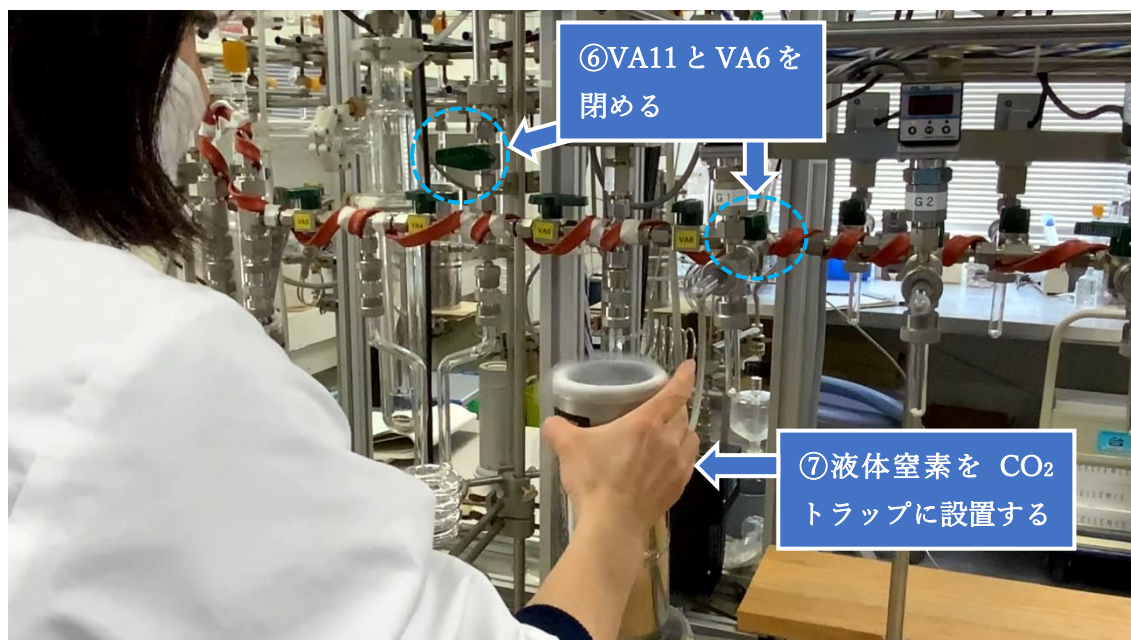
⑰CH<sub>4</sub>の値を記録



#### 4. CO<sub>2</sub>ガスをグラファイト化ラインへ



- ①グラファイト化ラインの水トラップに液体窒素エタノールを設置する
- ②水精製ラインとグラファイト化ラインを繋ぐバルブを開く
- ③VA3とVA13を閉める
- ④バルブ18を閉める⇒重要：閉め忘れるとCO<sub>2</sub>ガスを取り逃がすので注意！！
- ⑤バルブ17を開きCO<sub>2</sub>ガスをグラファイト化ラインへ



- ⑥VA11とVA6を閉める
- ⑦液体窒素をCO<sub>2</sub>トラップに設置する
- ⑧VA3をゆっくり開ける

- ⑨圧力計が下がりきるまで待つ⇒残圧を記録
- ⑩VA3 を閉め、VA11 を開き不要ガスを真空引きする
- ⑪VA5 を閉め、液体窒素を取り外す
- ⑫ヒーターで温めてガス量を記録
- ⑬VA7 を閉め、ポートを液体窒素で冷やす
- ⑭VA6 を開き G11 の CO<sub>2</sub> ガスをポートへ移す
- ⑮G11 が 0hPa となった事を確認し、一呼吸いてからポートのバルブを閉じる
- ⑯液体窒素を外しポートの CO<sub>2</sub> ガス量を記録
- ⑰H<sub>2</sub> target press にポートの 2 倍のガス量を記入する

## 5. H<sub>2</sub> を入れグラファイト化スタート

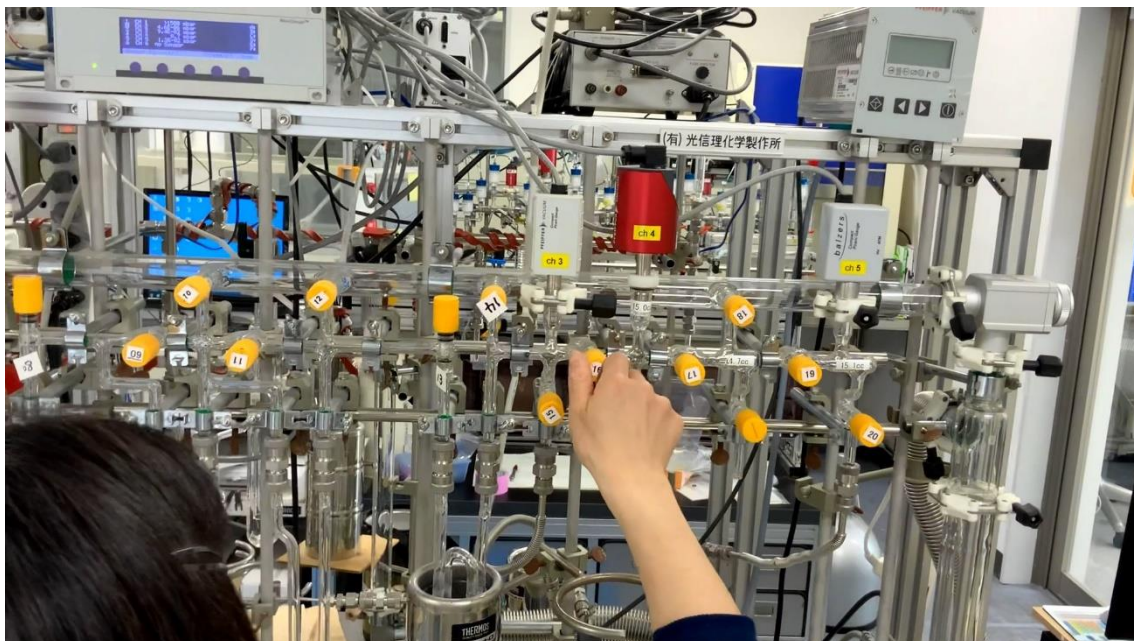


- ①ポートを液体窒素で冷やす
- ②モニター画面でポートのガス量が 0hPa となった事を確認する
- ③ポートのバルブを開き真空引き
- ④H<sub>2</sub> のバルブを開き真空引き
- ⑤VA6 と VA12 を閉じる
- ⑥H<sub>2</sub> target press を各ポートに入れる
- ⑦ポートのバルブを閉め、液体窒素を外す
- ⑧ヒーターを被せ、ヒーターのスイッチ ON
- ⑨630°C、6hr に設定し、グラファイトスタート！



## 6. バルブを開き元の状態へ戻す

① グラファイト化ライン側はポート以外のバルブを開いて真空引きする



② 水精製ライン側は、大量のガスがライン内に残っているため、ポンプの状態を確認しつつガスを捨てていく



③ サンプルを取り外す

④ ダミーの石英管を取り付ける

⑤ バルブ2と4を開き、ライン全体を真空状態にする