

# 内川・露本研究室

## 水素使用還元焼成マニュアル Ver 1.0

水素は爆発する濃度範囲が 4%～75%と広い(空気との混合の場合)上、無色無臭で漏れを検知できない。その使用に当たっては細心の注意を払う必要がある。

### 準備

- ・部屋のドアや窓を開放し、換気扇をつけるなどして、実験室の風通しをよくする。ドアや窓を開けるのは非常時の避難経路を確保する意味もある。
- ・ドラフトのスイッチを入れる。ドラフトがきちんと作動していることをティッシュなどをなびかせて確認する。
- ・水素警報機の電源が入っていることを確認する。
- ・水素ボンベ、窒素ボンベの配管がきちんと流量計を通り石英管入り口につながっていることを確認する。
- ・石英管からの排気管がきちんとドラフト内に入っていることを確認する。

### 還元焼成開始

- ・試料を石英管の中に入れ、石英管のキャップを装着する。キャップを装着するときに、ガス漏れを防ぐためにシリコングリースを接合部に塗布する。他の可燃性のグリースは使用しないこと。
- ・いきなり水素を流したりしないこと(絶対に)。まず、窒素を流して、石英管内を窒素で置換する。石英管の容積が約 1L なので、その 10 倍以上を流して置換するのが目安。1L/min で 10 分以上流すこととす。
- ・窒素を流しながら、今度は水素を流し始める。そして、窒素を止める。同様に 1L/min で 10 分以上流し、水素で置換する。
- ・電気炉による焼成開始。
- ・水素の流量ははじめのままでよいが、節約のため、30 分程度時間がたったら、0.3L/min 程度に下げてもよい。水素 100%であることは変わらないので、生成物に影響は与えない。

### 終了

- ・電気炉の温度が室温近く(40 程度)になったら、終了の準備を始める。
- ・水素を流しながら、窒素を流し始める。そして、水素を止める。1L/min で 10 分以上流し、窒素で置換する。
- ・キャップを外して試料を取り出す。
- ・ボンベのガス抜きをする。水素、窒素が出るので、石英キャップはドラフト内に入れておく。

### 万が一、水素警報機がなったとき

- ・部屋のドア、窓を開放する。水素の元栓を閉める。電気機器のスイッチを入れたり絶対にしないこと。
- ・待避する。

2000 年 5 月 13 日

文責 露本 伊佐男