

9. 実験操作手順

1) 分解容器内の真空引き

- ① バルブ V4以外が閉まっているのを確認する。
- ② 真空ポンプの電源を入れる。
- ③ バルブ V5 を開く。
- ④ バルブ V3 を開く。
- ⑤ 圧力計で分解容器内が減圧状態になったか確認し、バルブ V3、V5の順でバルブを閉める。

2) -1 アンモニアの注入 (0.25MPa)

- ① アンモニアポンプのバルブ V1を開く。
- ② 分解容器のバルブ V2を開き、圧力計及び分解容器内温度を確認しながらアンモニアを注入する。
- ③ バルブ V1及びV2を閉める。
- ④ バルブ V3及びV6をゆっくり解放し、アンモニアガスを放出する。
- ⑤ バルブ V3及びV6を閉め、①～④の操作を数回繰り返し、圧力及び分解容器内温度を確認しながら分解容器内をアンモニアで置換した後、バルブ V3及びV4を閉める。
- ⑥ サンプルチューブからサンプルを採取し、ガスクロマトグラフで空気コンタミが無いことを確認する。
- ⑦ バルブ V4及びV6を開き、バルブ V3で圧力を0.25MPaにセットする。

2) -2 アンモニアの注入 (2.0MPa)

- ① アンモニアポンプのバルブ V1を開く。
- ② 分解容器のバルブ V2を開き、圧力計及び分解容器内温度を確認しながらアンモニアを注入する。
- ③ バルブ V1及びV2を閉める。
- ④ バルブ V3及びV6をゆっくり解放し、アンモニアガスを放出する。
- ⑤ バルブ V3及びV6を閉め、①～④の操作を数回繰り返し、分解容器内温度が0℃以下になったのを確認しながら分解容器内に液体アンモニアを注入し、圧力を確認しながらアンモニアガスで置換した後、バルブ V3及びV4を閉める。
- ⑥ サンプルチューブからサンプルを採取し、ガスクロマトグラフで空気コンタミが無いことを確認する。
- ⑦ 分解容器内温度が0℃以下であることを確認し、バルブ V4及びV6を開き、バルブ V3で圧力を0.3MPa付近にセットする。

3) 分解容器の加熱

- ① 2) セット後、温度調節器で60℃まで上昇させ、バルブ V3で規定圧力 (0.25MPa, 2.0MPa)に調節し、分解容器内のアンモニアガスの圧力を保ちながら安定させる。
- ② 安定後、バルブ V3で圧力を (0.25MPa, 2.0MPa)に調節しながら、温度調節器で規定温度 (300℃, 400℃)まで上昇させる。(外部温度)
- ③ 規定温度に到達後、バルブ V3で調節しながら、温度及び圧力を規定時間 (1時間, 5時間) 保持する。

4) サンプル及び分析

- ① 3) の規定時間保持後にバルブ V3をゆっくり開け、サンプルチューブ内を発生ガスで置換した後、バルブ V3及びV4を同時に閉める。
- ② サンプルチューブからサンプルを採取し、ガスクロマトグラフで分析する。

5) 分解容器の冷却

- ① 実験操作終了後、バルブ V3及びV4を開き、分解容器内のガスを抜く。
- ② バルブ V3を閉め、放冷冷却する。