

マニュアル集 グローブボックス

2015/05/18

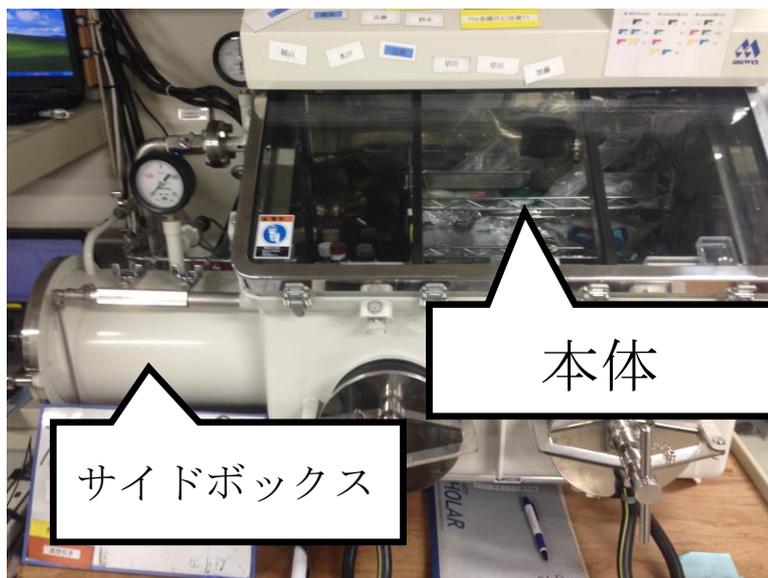
文責：栗本

はじめに

グローブボックスは、アルゴン充填下で外気と遮断された状態で作業を行うことができるよう、内部には手袋を介して手だけが入れられるように設計された密封容器である。空気中の酸素や水分と容易に反応してしまう Na や Li といったアルカリ金属や、水分をできるだけ含まないことが望ましい電解液を用いた実験やセル作成などに主に用いられる。

装置の仕組み

グローブボックスはその性質上、外気と触れることが極力無いように設計されており、実験などを行う本体と、本体と外界とをつなぐサイドボックスに分かれている。



このサイドボックス内にまず本体に入れたいものを入れて Ar 置換し、その後本体からサイドボックスにアクセスして中身を本体に入れ、組み立てや測定を行うという極めて簡単な仕組みである。

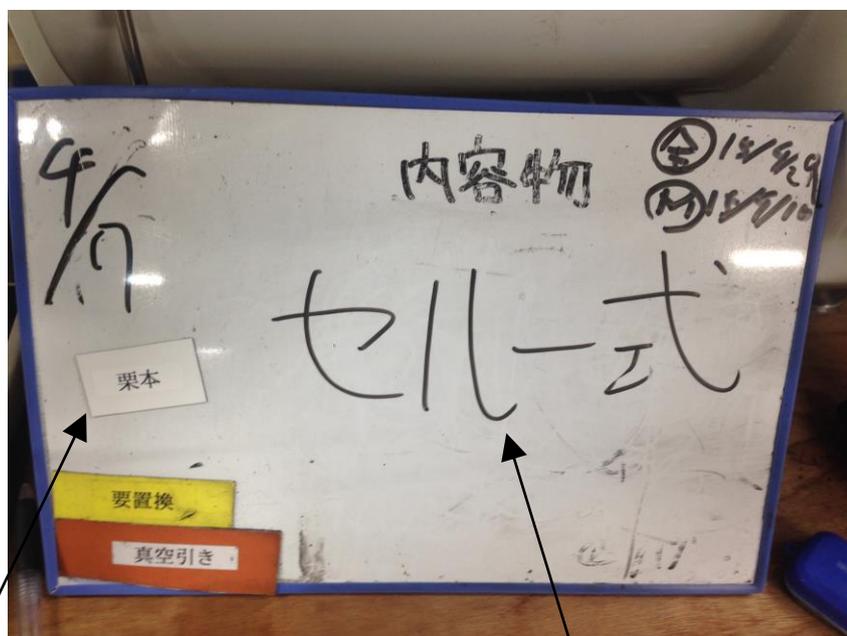
操作手順

前述通り、グローブボックスは非常に簡単な仕組みではあるが、誤った手順により本体に不純な空気が入ってしまうと全置換(本体を含む装置全ての Ar を入れ替える)が必要になってしまう。これには丸一日かかってしまうことに加えて、電解液やアルカリ金属の質の低下にもつながってしまう。

また圧力を読まずして操作し、グローブを破損すると、全置換だけでなく高級なグローブの交換も必要になる。

操作を一步間違えるだけで非常に手間がかかり、また他人に迷惑のかかる装置であるため、急がば回れを念頭に、心して操作をしていただきたい。

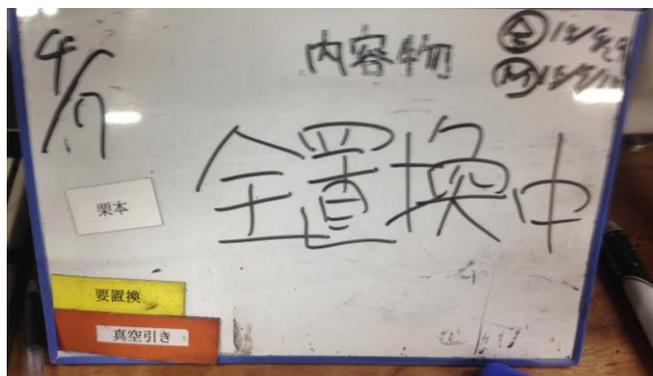
それではここから実際に写真を交えて手順を紹介していく。まずはサイドボックスに入れたいものを入れる前に、ボードを確認してください。



使用者

サイドボックス内容物

サイドボックス内容物が**なし**以外の場合、すでに誰かがサイドボックスを用いて Ar 置換をしている途中であるため使えません、またなしであった場合でも使用者がいる場合は、なにか特別な実験をしているかもしれません、トラブル防止のため使う前に一声かけておくのが吉でしょう。また下のように全置換中とあれば、どこもなにも決して触ってはなりません。



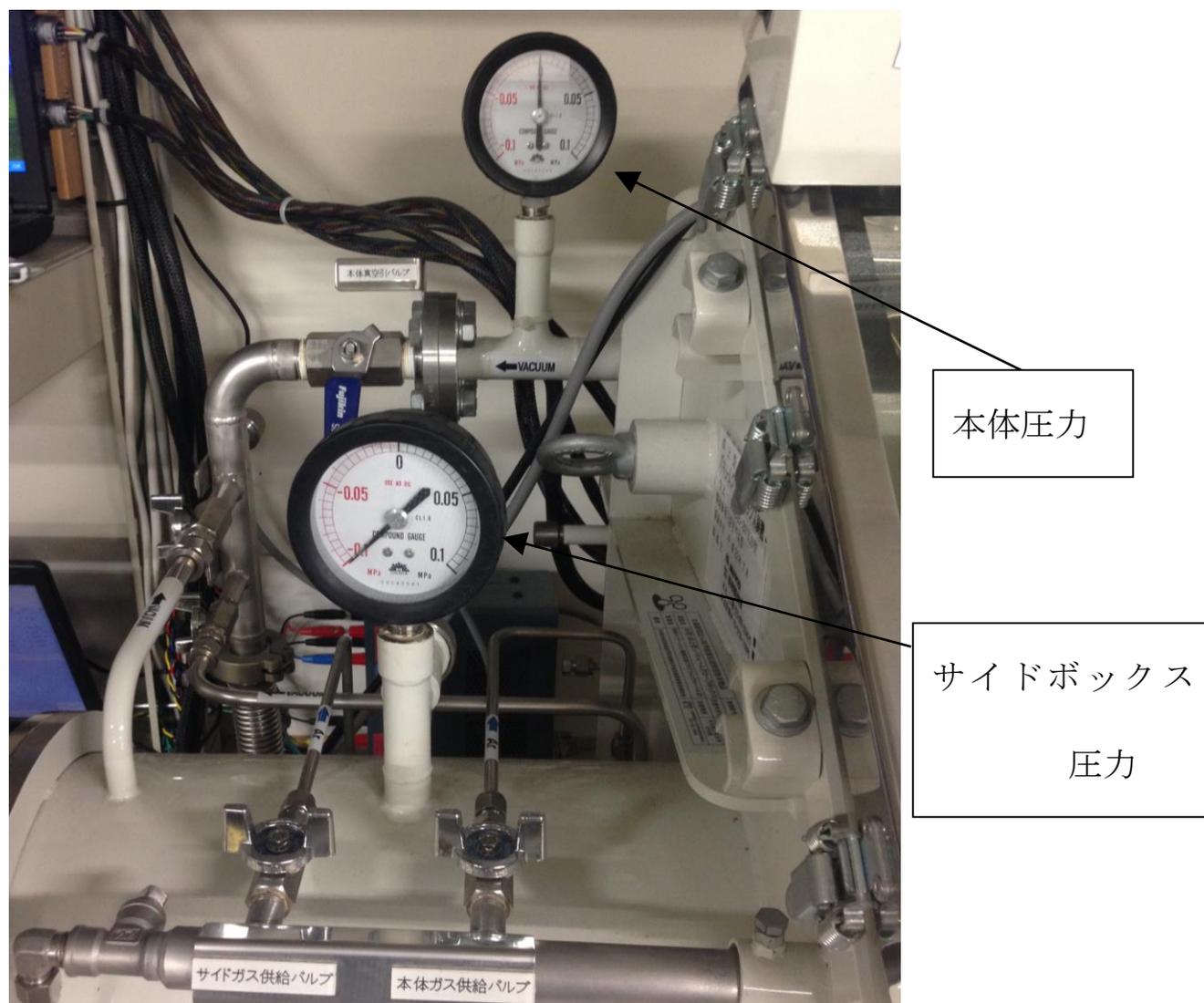
まとめ

サイドボックス内容物がなしであることを確認します。

使用者がいるときはどんな実験をしているのか、使ってもよいかを確認しましょう

次に、サイドボックス内に入れたいものを入れます。初期状態ではサイドボックス内はほぼ真空状態になっているため、開けようにも開きませんし、開けないでください。

まずは、圧力計を見て本体は1気圧であり、サイドボックスは真空であることを確認します。



圧力計の0が1気圧を示しており、-0.1はほぼ真空であることを示しています。**通常、この状態以外で始まることはありません**から、これ以外の時は何らかの異常があります。正常な状態であることを確認したら、写真左手前にあるサイドガス供給バルブを開けて、サイドボックスの圧力を1気圧に戻してください。

Caution

ガス供給中は必ず目を離さないように注意してください。サイドボックスの圧力が必要以上に上がってしまうと、本体やサイドボックスに不必要な力がかかってしまうし、そもそもArが無駄で

す。

1 気圧になったことを確認したら、外界からサイドボックスの扉を開けて、サイドボックスに物を入れます。このとき水分を含んだものを入れると、圧力が下がりきらないため、注意してください。またゴム手袋は一度何らかの気体を入れて膨らませておいてください。

サイドボックスに入れ終わったら真空にします。まずは、ポンプの電源を入れます。



電源スイッチ

Tips

グローブボックス周辺にはポンプが二台あります
自分の使っているグローブボックスに対応しているポンプが作動しているかは音でなく、白い部分がバイブしているか直で感じて確認すること！
また油圧式であるため油の残量や汚れを
適宜チェックしておいてください。

電源投入後、ゆっくりとサイドボックスの空気を抜きます。

サイド真空引バルブ

サイド真空引きバルブをゆっくりとひねるとポンプから空気が引かれていきます。

Tips

粉ものがあるときは特に注意して、ほんの少しだけ引いてください。さもないと粉がポンプに吸われて無くなるだけでなく、ポンプにも悪影響が出てしまいます。



サイドボックス圧力が-0.1になったら、バルブを全開にして確実に真空にします。
この時の圧力は、グローブボックス上に表示がされています。
まずは、三十分ほど待機して 5 Pa 以下を目指します。
しばらく待っても全く 5 Pa 以下になる気配がない場合は、
一度置換してみてください。

置換方法

まず、サイド真空引きバルブを閉めたことを必ず確認します。

その後サイドボックスの圧力が、-0.1 から 1 メモリほど上がるまで Ar ガスを入れ、またサイド真空引きバルブを開き 5 Pa 以下になるまで放置します。これをグローブボックス(with Na)では 5 回以上、なしのものに Ar に置換してください。



Check

最初に圧力が下がりきらず、一度置換をしても下がらなかった場合は以下のことを確認、または実践してください。

- ・入れる物に液体が含まれていないかを確認する。
- ・サイドボックスへの投入口をエタノールで洗浄する。(洗浄後はよく乾かすこと！)
- ・ポンプの油が汚れていないかを確認する。汚れていれば交換する。

それを試しても無駄だった場合は、先生・先輩へ連絡してください。

Tips

Ar 置換は、量よりも回数が大事です。

1 メモリを 3 回やるのなら 3 メモリを 1 回やれば一緒じゃないか？

なんてまさか思っていないですよ？？

置換が終了したら、最後サイドガスに Ar を加えて 1 気圧にまで戻します。それが済んだらサイドボックスでの作業はいよいよ終了です。

次に本体にグローブを介して侵入します。

もう一度本体とサイドの圧力が一気圧になっていることを確認したのちに、本体とサイドをつなぐ扉を開けて、サイドに入っている内容物を本体に入れます。用が済んだらすぐに扉は閉めてください。

以上でグローブボックスを使うまでの一連の流れの説明は終了です。

続いて終わり方、全置換方法、モレキュラーシーブ交換法、危機対処法、まとめと続いています。

やめ方

本体での操作や実験が終わった場合まずは、本体からサイドボックスに内容物を移し、扉を閉め、その後サイドボックスから外界に出します。

出し終わったらサイドボックスの扉を閉めてサイドボックスを真空引きします。

Check

このとき本体とサイドボックスをつなぐ扉や、サイドボックスと外界をつなぐ扉がしっかりとしまっていることを必ず確認しておいてください。

真空になったら、バルブを閉めて、まずはポンプの気圧を戻すため右の栓を開けてからポンプの電源を切ります。

ポンプの電源を切ったら、水分混入を防ぐため栓も一緒に閉めておいてください。

この栓



以上でやめ方の説明は終了です。

全置換方法

全置換は以下のいずれかに該当した場合行ってください。

- ・前全置換から約一か月が経過した。
- ・新しい試薬を入れるとき
- ・何らかの操作ミスで本体に空気が混入したとき。

まずは、グローブボックスの中の固体類はふたが若干開いていること、液体類はふたがしっかりと閉まっていること、グローブのふたがしっかりと閉まっていることを確認してください。

サイドボックスを 5 Pa 以下まで真空引きしてください、その後サイド真空引きバルブの下にある、バルブを開けてグローブも真空引きしてください 10 Pa 以下まで。

それが終わったら右写真のバルブを非常にゆっくりと開けて、本体を真空引きします。

本体真空引バルブ



Tips

液体類のふたが開いていると、真空引き中にどろどろと揮発してしまい真空にならないしもったいないのでしっかりと閉めましょう！

また、グローブの真空引きを忘れると、本体が真空になるにつれてグローブが膨張し、破裂の危機があるので忘れずに！！

本体に Ar を 1 メモリ加えたのち、本体を一晩中真空引きする。

一晩経過したら、本体、サイド、グローブの順に(空気が入ってはいけない順)真空引きをやめる。その後、本体に Ar を 0 になる 1 メモリ前まで加えて、グローブのドアを開けてグローブをならし 0 メモリまで Ar を加えます。

最後に忘れずにポンプを常圧に戻した後、ポンプの電源を切れば全置換は終了です。

モレキュラーシーブの交換

グローブボックスは、密封性の高い機器であり、また正しい使用法により非常に良好な Ar 雰囲気を作ることができます、しかしながら水分を完全に遮断することは不可能であり、どこかしらから水分は入ってしまいます。水分に弱い物質を扱うための場に水分があっては元も子もないので、本体には乾燥材としてモレキュラーシーブが設置してあります。

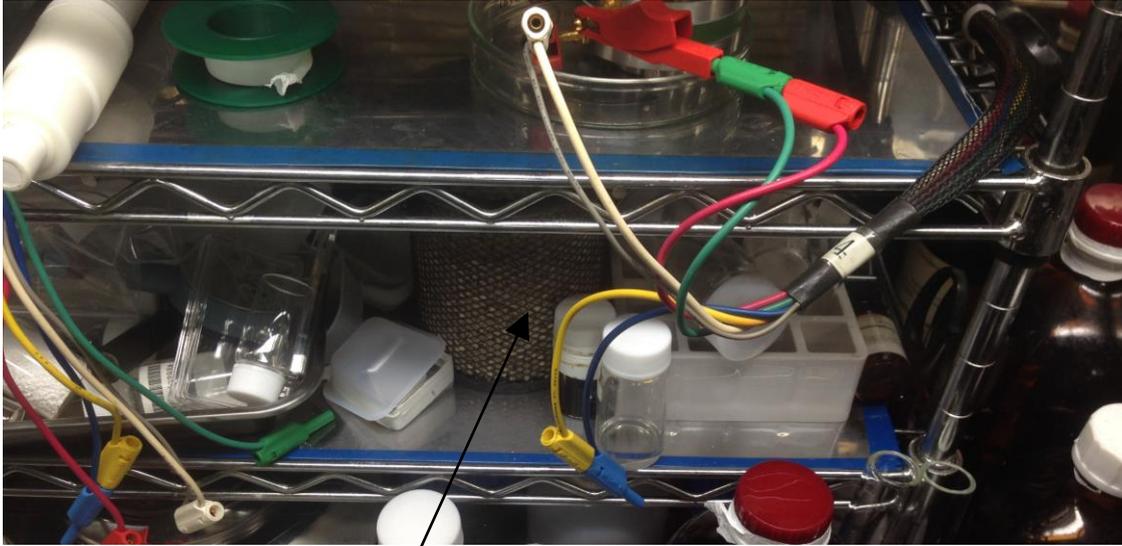
このモレキュラーシーブは一週間に一度交換する必要があるため、時期が来たら以下の手順に沿って交換してください。まず最初に、モレキュラーシーブを約 400℃に加熱し乾燥させる必要があります。モレキュラーシーブを容器に入れて、それを電気炉で加熱します、使用する電気炉は写真のものを使ってください、プログラムは 2 です。

400℃の状態になったまま 3 時間が経過したら、これを下の器具を使って安全に注意してなるべく素早くサイドボックスに入れます。そのまま一日真空引きして、温度が下がるのを待ちます。



※メッセージボードには、忘れずにモレキュラーシーブが入っていることを書きましょう。

翌日に本体内の物と入れ替え、入れ替えたものは乾燥機にて保存してください。本体内のモレキュラーシーブは以下の画像を参考にしてください。



モレキュラーシーブ



危機対処法

どんなに気を付けていても事故は起きてしまいます。ここでは、そんな事故が起きてしまった際の簡単な対処法を紹介します。また、起きてしまったことはどんな些細なことで先生・先輩に逐一報告しましょう。

グローブのふたを開けたら、グローブが中で膨らんでしまった場合

まずは、一刻も早くグローブのふたを閉めて、本体の圧力を確認してください！恐らく、1気圧よりも随分と低い状態ではあります！その場合は、本体ガス供給バルブを開けて本体の圧力を上げていってください！これで一先ずは大丈夫でしょう。

本体の圧力が1気圧に戻ったらグローブの破損を確認します。グローブのふたを開けて、グローブを装着します。このとき、奥に突っ込むと圧力が感じられ逆に手前に引くと圧が弱まった場合は恐らく大丈夫です。一度ではなく、何度かやってみてください

グローブが破損、破裂した場合は交換が必要になります。ふたをすべて閉めて、早急に先生に報告してください。

誤って本体内でなにかこぼしてしまったら…

ガラスフィルターを用いてなるべく早めに吸い取ってください。

危機回避のために！

本体、サイドをつなぐふたが、しっかりとハマっていることを常にチェックしてください。さもないと、サイドを真空引きするときに本体も一緒に真空引きされ、グローブが膨張します。全置換中はボードに忘れずに全置換中と書いてください。また、いつもそこを確認してから作業してください。

まとめ

本体は基本いつだって常圧！

真空引きは、いつだってまずはゆっくりとバルブを開けること！

扉を開けるときは、いつだってサイドも本体も常圧！

やめるときのサイドの真空引き、ポンプの常圧化を忘れないで！

なにか異変があったら、扉をすべて閉めて、先生・先輩に報告！