

課題演習 B4 2019 後期 資料 No.3 名前()

2019/10/22 (Mon.)

1. YBCO の合成(2) ～本焼き～

計量

- 200℃で炉からるつぽを取り出して、**水分を吸わないうち**に「るつぽ+試料+ふた」「るつぽ+試料」の質量を量る。
- るつぽのみ・ふたのみの質量も一応量り、質量変化を記録しておく。(多分原料がこびりついたりしている部分があるので、このデータは解析には使えない)

混合

- 乳鉢と乳棒はエタノールで拭しておく。
- 試料を乳鉢に入れ、前回同様乾燥窒素中で約 1 時間よく混ぜる。

プレス成型

- るつぽは洗浄・空焼き済みなので、エタノールでは拭かないこと。
- 「ふたのみ」、「るつぽのみ」の質量をはかっておく。
- 粉末成形用金型の大きさ(断面積)を測っておく。圧力を計算するのに必要となる。金型は精密に作ってあるので、床に落としたりしないように注意する。また、金型はプレス棒と外枠とフタが 1 セットになっているので、他のセットと混ぜないこと。
- 粉末を成形用金型に入れ、大きいほうのプレス機換算で約 1700 kgf (→圧力換算では何 kgf/cm か計算すること)、5 分間プレスして、ペレットを作る。プレスした時間とプレスした力・圧力をノートに記録しておく。

※小さいほうのプレス機は、メーターに表示される値は「油にかかっている圧力」であって、ペレットにかかっている圧力ではないことに注意。

→ (圧力) × (シリンダーの面積) で力を算出して、それをプレス金型の断面積で割って圧力を算出する必要がある。

- 【プレス機(大きいほう)の使い方】:
 - (1) 金型をプレス機の可動板の上に置く。
 - (2) 棒の先の切れ目を右下にあるツマミにはめて時計回りに回してねじを締める。
 - (3) 棒をジャッキの穴に入れて上下させ、ゆっくりと加圧していく。**プレス治具の近くに顔を近づけないこと(アクリル板等でガード)**。また、**真っすぐ押せているかどうか注意する**。
 - (4) 加圧中、圧が抜けていないかどうかチェックする。圧が抜ける場合は、(2)のねじの締め方が甘い可能性が高い。
 - (5) 所定の時間が経ったら、棒でツマミを反時計回りに回してねじを緩める。**緩めすぎると油が漏れだすので注意!** 3/4 回転程度でよい。
 - (6) 可動板を手で下に押して金型を取り出す。

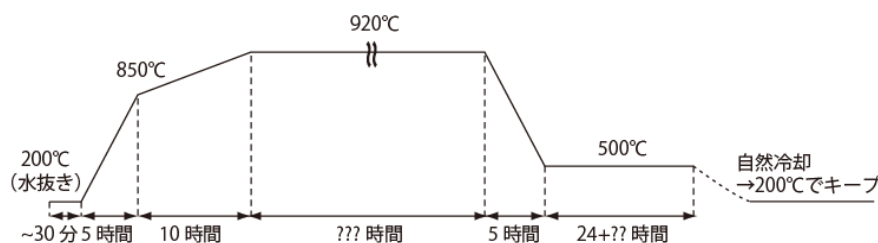
- 【プレス機(小さいほう)の使い方】:
 - (1) 金型をステンレスの円筒の上に置き、円筒をプレス機に置く。
 - (2) 加圧機のねじを締める。
 - (3) 加圧機のレバーを上下してゆっくりと加圧していく。**プレス治具の近くに顔を近づけないこと(板でガード)。また、真っすぐ押せているかどうか注意する。**
 - (4) 加圧中、圧が抜けていないかどうかチェックする。圧が抜ける場合は、(2)のねじの締め方が甘い可能性が高い。
 - (5) 所定の時間が経ったら、加圧機のねじを緩める。**緩めすぎると油が漏れだすので注意！** 3/4 回転程度でよい。
- できたペレットをるつぼに移して積んでいく。るつぼに移すときにペレットを崩さないように十分注意する。薬包紙や折り曲げたスパチュラなどをうまく使うとよい。
- 金型についた原料粉は毎回きれいにする。そうしないとだんだん棒の動きが悪くなって、最後には固着してしまう恐れがある。
- あとで交流磁化率測定用コイルに試料が入るように、また電気抵抗測定がしやすいように、ペレットの厚さは約 2 mm 以下になるようにする。(薄くなりすぎないように注意。また、磁気浮上実験向けに 1-2 枚くらいは分厚いのがあってもかまわない)
- 一番下のペレットはベッドと呼び、他のペレットとるつぼが直接接触しないようにする役目をする。ベッドは測定には使用しない。

水抜き・計量

- 「るつぼ+ペレット」、「るつぼ+ペレット+ふた」の質量をそれぞれ量る。
- 炉にるつぼを入れる。ペレットを倒さないように注意。どの位置にどの班のるつぼを置いたか記録しておく。
- **水分を飛ばすため**、200℃で適当に加熱した後、改めて質量を測る。

本焼き

- 920℃で 24 時間以上焼いた後、500℃で 24 時間以上アニール、200℃で取り出し(水分吸着を防ぐ)。(シーケンスは下図。)



片づけ

- 金型と乳鉢・乳棒は塩酸で洗浄する。乳鉢を洗浄する際に金型も塩酸につけてキムワイプで拭く(手袋を着用)。**金型は塩酸につけすぎると溶けるので短時間で行うこと。**