

# 課題演習 B4 2016 前期 資料 No.3 名前( )

2016/04/25 (Mon.)

## 1. YBCO の合成(2) ～本焼き～

### 必要なもの

ノート、るつぼ、原料、ビニール袋、乳鉢と乳棒、ピンセット、プレス治具、ノギス

### 計量

- 200℃で炉からるつぼを取り出して、「るつぼ+試料+ふた」「るつぼ+試料」の質量を量る。
- るつぼのみ・ふたのみの質量も量り、質量変化を記録しておく。

### 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 1~1.5 時間よく混ぜる。
- 試料が飛び散らないように気をつける。

### プレス成型

- るつぼは洗浄・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」、「るつぼのみ」の質量をはかっておく。
- プレス治具の大きさ(断面積)を測っておく。圧力を計算するのに必要となる。プレス治具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。
- 粉末をプレス治具に入れ、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。
- 【プレス機の使い方】:
  - (1) 治具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プレス治具を取り出す。
- 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。薬包紙などをうまく使うとよい。

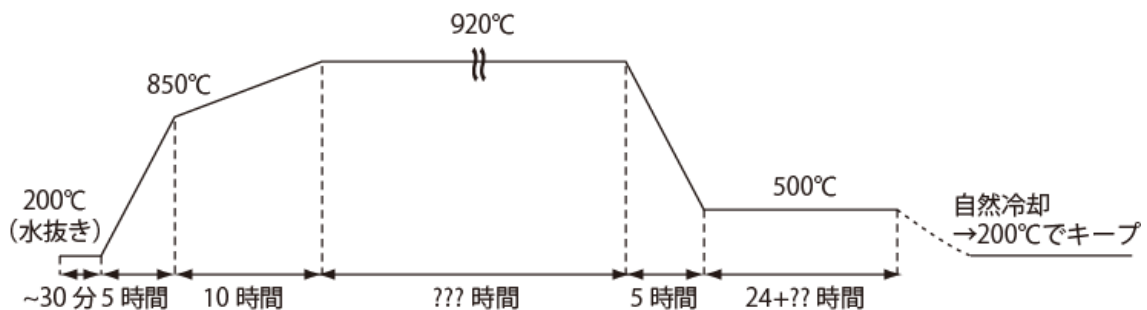
- プレス治具についた原料粉は毎回きれいにする。そうしないとだんだんプレス棒の動きが悪くなって、最後には固着してしまう恐れがある。
- あとで交流磁化率測定用コイルに試料が入るように、また電気抵抗測定がしやすいように、ペレットの厚さは約 2 mm 以下になるようにする。(薄くなりすぎないように注意。また、1 枚くらは分厚いのがあってもかまわない)
- 一番下のペレットはベッドと呼び、他のペレットとるつぼが直接接触しないようにする役目をする。ベッドは測定には使用しない。

### 水抜き・計量

- 「るつぼ+ベッド」、「るつぼ+ベッド+ふた」、「るつぼ+ベッド+全ペレット+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。
- 200℃で適当に加熱した後、改めて質量を測る。(水分を飛ばすため)

### 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)。
- シークエンスは下図。



### 片づけ

- 治具と乳鉢・乳棒は塩酸で洗浄する。乳鉢を洗浄する際に治具も塩酸につけてキムワイプで拭く(手袋を着用)。治具は塩酸につけすぎると溶けるので短時間で行うこと。
- きれいに片づけてから帰る。