

課題演習 B4 2016 後期 資料 No.3 名前()

2016/10/24 (Mon.)

1. YBCO の合成(2) ～本焼き～

計量

- 200°C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。

プレス成型

- るつぼは洗淨・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」の質量をはかしておく。
- 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、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) 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つけて金型を取り出す。
- 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。
- 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金型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)

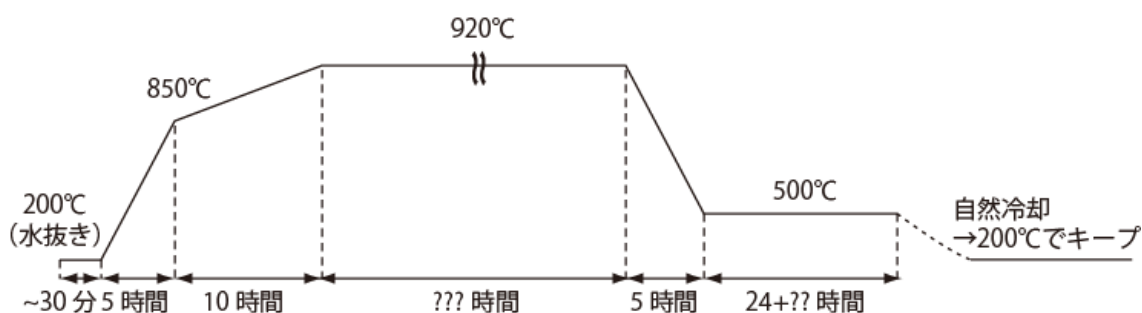
- 一番下のペレットはベッドと呼び、他のペレットとるつぼが直接接触しないようにする役目をする。ベッドは測定には使用しない。

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。
- 200°C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°Cで 24 時間以上焼いた後、500°Cで 24 時間以上アニール、200°Cで取り出し(水分吸着を防ぐ)。
- シークエンスは下図。



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。
- きれいに片づけてから帰る。

“Laboratory Work in Physics B4” -- Handout No.3

Your name (_____) Oct 24, 2016 (Mon.)

1. Synthesis of YBCO (2): Second heating process

Weighing

- Take the crucibles from the furnace at 200°C. Weigh “crucible + powder + cap” and “crucible + powder”.
- After putting the powder to a mortar, weigh also the crucible and cap. Check the change of the weight.

Mixing

- Clean the mortar and pestle with ethanol.
- Put the powder to the mortar. As we did last time, mix the powder in a plastic bag filled with dry nitrogen for 1-1.5 hours.

Pressing to make pellets

- Choose one crucible and cap. Do not wipe them with ethanol
- Weigh “cap” and “crucible”
- Measure the cross sectional area of the powder press mold. This is necessary to obtain pressure from the applied force. Since the mold is machined very precisely, do not drop them to the floor. (They may be deformed by a mechanical shock.). Also, the three parts of the mold is made so that they fit each other. So, do not mix them with other sets.
- Put some amount of the powder to the press mold. Apply force of around 1700 kgf (→ Calculate the pressure). Press 5 min to make a pellet. Write in the lab notebook the time and force (pressure) for the press.

[How to use the pressurizer]

- (1) Put a press mold on the lower (movable) plate of the pressurizer.
- (2) Fix the notch at the tip of the bar to the small knob at the right bottom. Rotate clockwise to tighten the knob.
- (3) Put the bar to a hole of the hydraulic jack. Move the bar up and down to pressurize slowly. **Keep your face away from the pressing tool. Put the acrylic resin board in front of the pressing tool. Be sure to that the pressure tool is exactly vertical.**
- (4) During the pressurization, check changes in the pressure. If pressure decreases, probably you should tighten stronger the knob used in (2).
- (5) When pressuring time finishes, loose the knob (rotate counterclockwise) to release pressure. If you rotate the knob too much, oil starts to leak. Only rotate up to around

270deg.

(6) Press down the lower plate by hand. Take the press mold out.

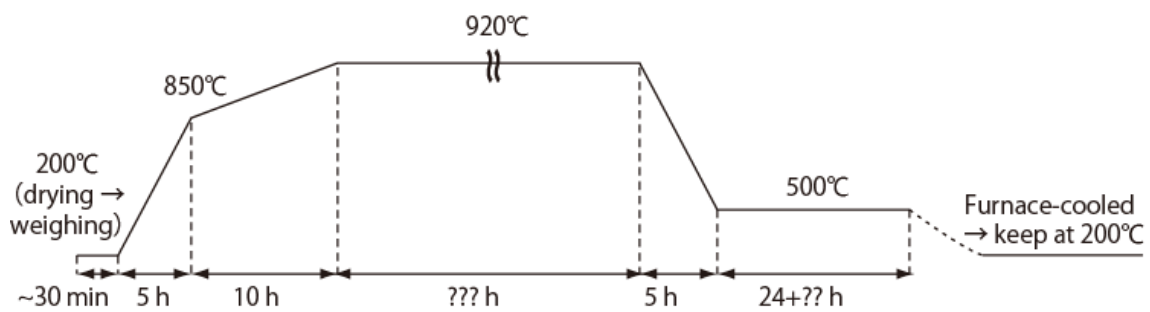
- Move the pellet to the crucible. Make a “tower” of pellets. When moving a pellet, pay attention not to break the pellet. Use a folded spatula.
- Remove powder from the press mold each time after pressing. Otherwise, the press bar becomes difficult to move gradually and finally it may get stuck.
- The thickness of a pellet should be less than 2 mm, so that later a sample should fit inside a susceptometer coil and resistivity measurement should be easier. Nevertheless, too thin pellets are not good either. For the magnetic levitation experiment, a few thicker pellets may be useful.
- The pellet at the bottom is called “bed” and play a role to avoid direct touching between the crucible and the other pellets. Don’t use the “bed” pellet for later measurements.

Drying and weighing

- Weigh “crucible + pellets” and “crucible + pellets + cap”
- Put the crucible inside the furnace carefully. Record the positions of the crucibles.
- Bake at 200°C for ~20 min to dry, then weigh them again.

Second heating process

- Keep the furnace temperature at 920°C for more than 24 hours, followed by annealing at 500°C and more than 24 hours. Take the crucible out at 200°C to avoid moisture absorption.
- Heating sequence:



Cleaning up

- Clean the mortar and pestle with HCl as last week. Also, the press mold should be wiped with HCl. After cleaning the mortar, put some clean HCl to the mortar and wipe the pressing tool using tissue with HCl. Wear rubber gloves. **The press mold can be damaged by HCl. So do this cleaning process quickly.**
- Clean up the table before leaving.

Appendix -- Japanese-English list of technical words for deeper communication!

るつぼ	rutsubo	crucible
炉	ro	furnace
重さを測る	omosa-wo-hakaru	weigh
乳鉢	nyubachi	mortar
乳棒	nyubou	pestle
粉末成型金型	hunmatsu-seikei-kanagata	powder press mold
加圧機	ka-a-tsu-ki	pressurizer
油圧ジャッキ	yuatsu-jakki	hydraulic jack
つまみ	tsumami	knob
切れ込み	kire-komi	notch
ヘラ	hera	spatula
磁化率計	jikaritsu-kei	susceptometer
磁気浮上	jiki-fujo	magnetic levitation