

1. 一般的な注意事項

- 一応化学薬品を使っているため、実験室内は**飲食禁止**です。また、退出する際などは手を洗いましょう。(ちなみに炭酸バリウムは「劇物」に指定されています)
- 各グループ 1 冊ずつ実験ノートを作ります。測定データ・測定手順・気付いたことなど、**何でもノートに書き留めましょう**。また、ノートには**年月日**をあわせて記入しましょう。ノートはボールペンなど、消しゴムで消えないもので記入しましょう。
実験ノートは研究の Official な記録です。どういう実験が行われてどういう結果が出たのかが第三者にも簡単にトレースできるように、しっかりと書きましょう。
- 実験室にはカメラがあるので、必要に応じて作業など記録しましょう。
- 実験室は広くないですし、整理整頓に努めましょう。

2. グループ分けについて

【グループ 1】酸素欠損量 x による $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ の結晶構造および超伝導・常伝導状態の性質の変化

- 酸素欠損量 x を酸素雰囲気下でのアニールによって変化させる。
- 変化させた試料の粉末 X 線回折、電気抵抗測定、磁化率測定を行う。

【グループ 2】Cu サイトへの元素置換による $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ の結晶構造および超伝導・常伝導状態の性質の変化

- Cu サイトへ不純物(例えば Co, Ni, Fe)をドーピングした試料を作製する。
- ドーピングした試料の粉末 X 線回折、電気抵抗測定、磁化率測定を行う。

グループ 1	
グループ 2	

【共通のポイント】

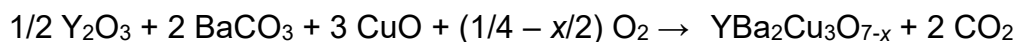
酸素欠損やドーピングによって…

- 結晶構造がどう変わるか(各軸の長さ、単位胞の体積、対称性など)
- 超伝導性がどう変わるか(臨界温度 T_c 、転移の性質、超伝導体積分率など)
- 常伝導の性質がどう変わるか(電気抵抗・磁化率の温度依存性など)

☆ ↑これらに注目しながら実験を進めていきましょう。

3. YBCO の合成(1)

(1) 化学反応式:



(2) 必要量

	YBCO 20g 作る場合	YBCO 10g 作る場合
Y ₂ O ₃	g	g
BaCO ₃	g	g
CuO	g	g

※ノートにも書いてください

(3) どのくらいの精度での測定が必要か

(4) 合成手順1(水抜き~仮焼き)

水抜き

- るつぽとふたはすでに洗浄済みなのでエタノールでは拭かない。(質量変化が正確に測定できない可能性がある)
- るつぽ・ふたの質量をそれぞれ計量する。計量した値はしっかりノートに書く。
- 原料は、必要量の約 1.1 倍の量を測り取る(薬包紙または計量ボート使用)。薬包紙を使う場合、薬包紙が秤の壁や底面に触れないよう気をつける。(薬包紙の角を切り取った方がやりやすい)
- 原料をるつぽに移して「るつぽ+原料」、「るつぽ+原料+ふた」の質量を量る。
- 炉にるつぽを入れる。炉内のるつぽの位置を記録する。
- 原料の水分を飛ばすため 500℃で 2 時間以上焼く。

計量

- 乳鉢と乳棒はキムワイプとエタノールで拭しておく。
- 各原料の質量をなるべく正確にかつ手早く量り、乳鉢に入れる。この際、秤の中を乾燥窒素で満たしたり、秤の中にシリカゲルを入れるなどして、水分の吸着をなるべく防ぐ。

混合

- 原料が水分を含まないように乾燥窒素中で混ぜる。
- ビニール袋内に、乳棒・乳鉢と、1/4 に切った薬包紙を何枚か入れる。乳鉢には蓋をしておく。
- ガスの使用方法は次ページ参照。
- 窒素はビニール袋内へ充填と放出を三回程度繰り返し、空気が袋内から無くなるようにする。その後窒素をわずかに袋の中に入れて袋の口をきつく閉じる。
- 乳鉢から原料をこぼさないように気をつけながら、約 1.0~1.5h よく混ぜる。

仮焼き準備、計量

- るつぼとふたはすでに洗浄済みなので**エタノールでは拭かない**。(質量変化が正確に測定できない可能性がある)
- るつぼ・ふたの質量をそれぞれ計量する。
- るつぼに原料粉末を入れる
- 「るつぼ+原料」・「るつぼ+原料+ふた」の質量をそれぞれ量る。

水抜き + 再計量

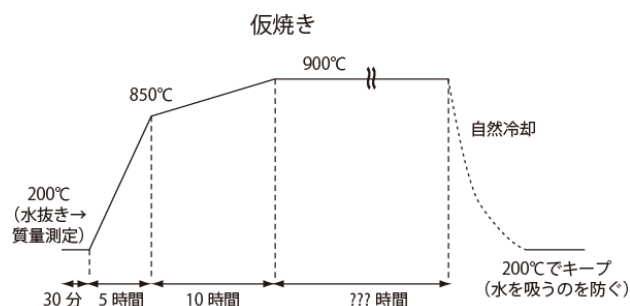
- 原料やるつぼに水分が再び吸着されている可能性があるため、再度水分を飛ばす。一旦 200℃で 30 分ほど保持し、その後「るつぼ+原料」・「るつぼ+原料+ふた」の質量をそれぞれ量る。

仮焼き

- 900℃でできるだけ長い時間焼く。取り出しは 200℃で。詳細は下図参照。

片づけ

- 乳鉢と乳棒はエタノールで拭いた後、少量の塩酸を乳鉢に入れて乳棒で擦り洗いをする。塩酸の廃液は青いポリタンクに入れる。**決して流しに捨てないこと！** 水少量を乳鉢に入れてすぎ、廃液はまたポリタンクに入れる。これを 2 回ほど繰り返す。最後に水で洗ってキムタオルで拭いてからしまう。
- 水抜き用るつぼはエタノールで拭いて、原料名をマジックで書いた後、所定の箱に入れる。
- 使用した道具をエタノールで洗い、片付ける。
- 机の上をきれいに片づけて帰る。



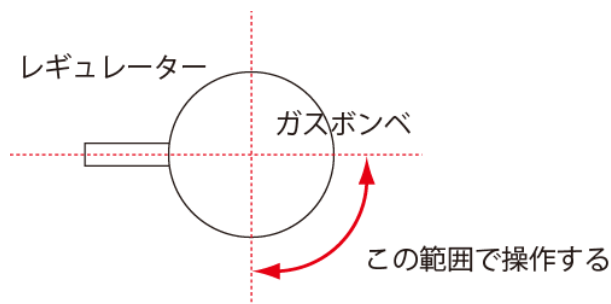
□高圧ガスの使用方法

1. 元栓を開ける前に**圧力調整バルブが緩んでいる（調整弁が閉じている）**ことを必ず確認すること！



※ バルブが締まっている（調整弁が開いている）状態で元栓を開けると**低圧側が破壊される恐れあり**！

2. レギュレーター正面およびメーター正面には立たないこと。



3. 元栓を**ゆっくり**と開ける。（元栓は順ねじ）特に酸素の場合は急激に開けないこと。（断熱圧縮による発火の恐れあり）
4. 低圧側（2次側）の針が振れるまで、圧力調整バルブを押しこんでいって開ける（逆ねじ）。
5. 出口バルブを開ける（順ねじ）
6. 流量を出口バルブおよび圧力調整バルブで調整する。

□使用をやめる時

1. 元栓→圧力調整バルブ→出口バルブの順に閉める（京大ルール）。レギュレーター内部に圧力を残さない。