

## 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。 (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**。また、ノートには**年月日**をあわせて記入しましょ。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。  
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。
- 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。
- 実験室は広くないですし、整理整頓に努めましょ。

## 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  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  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  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  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)を置換した試料を作製する。
- 置換した試料の粉末 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】

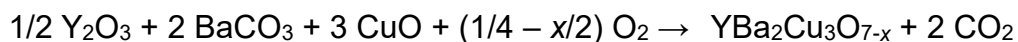
酸素欠損やドーピングによって…

- 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ましょ。

### 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 <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	g	g
BaCO <sub>3</sub>	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。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)
- 原料をるつぼに移して「るつぼ+原料」、「るつぼ+原料+ふた」の質量を量る。
- 炉にるつぼを入れる。炉内のるつぼの位置を記録する。
- 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っておく。
- 各原料の質量をなるべく正確にかつ手早く量る。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。

- ガスの使用方法は次ページ参照。
- 測った粉は乳鉢に入れる。

### 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。
- 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

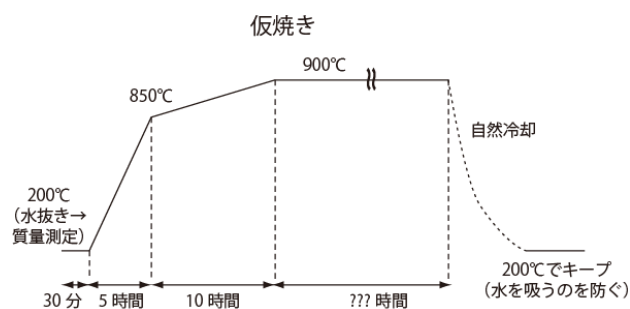
- 原料やるつぼに水分が吸着されている可能性があるため、再度水分を飛ばす。一旦 200℃で 30 分ほど保持し、その後「るつぼ+原料」・「るつぼ+原料+ふた」の質量をそれぞれ量る。

### 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で拭いてからしまう。
- 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。



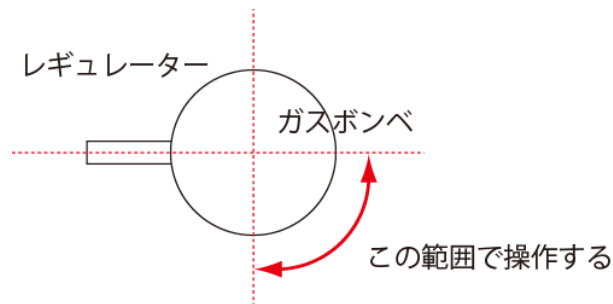
## □高圧ガスの使用方法

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. レギュレーターの正面およびメーターの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。

## □使用を短時間中断するとき

1. 出口バルブを閉める。

## □使用をやめる時

2. 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。

# “Laboratory Work in Physics B4” -- Handout No.1b

Your name ( \_\_\_\_\_ ) Oct 17, 2016 (Mon.)

## 1. Important points to notice

- **You must not eat and drink in the room** since we use chemicals here. Wash your hand before you leave. (Notice that  $\text{BaCO}_3$  is categorized as a “Deleterious Substance” according to a Japanese law.)
- Each group has one laboratory notebook. **Anything**, such as experimental data, preparation procedure, things that you notice, should be written down in the notebook, together with **year-month-date** information. Use undeletable ink, not pencils.  
Lab notebooks are official record of researches. It should be written so that anyone can follow the procedure and the obtained results.
- Use a digital camera to record your experiments. (Photos are useful for your presentations and report.)
- Keep the room clean and organized.

## 2. Groups for the experiment

**【Group 1】** Change of the crystal structure, superconducting and normal-state properties of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  by **the change of the oxygen deficiency  $x$** .

- Change  $x$  by annealing samples with oxygen atmosphere.
- Perform x-ray diffraction, resistivity and susceptibility measurements for each sample.

**【Group 2】** Change of the crystal structure, superconducting and normal-state properties of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  by **the chemical substitution to the Cu site**.

- Prepare samples in which a fraction of Cu is substituted by other elements (such as Co, Ni, Fe).
- Perform x-ray diffraction, resistivity and susceptibility measurements for each sample.

Group 1	
Group 2	

**【What we want to investigate..】**

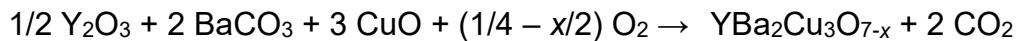
By oxygen deficiency or chemical substitution,

- How the crystal structure changes (lattice constants, volume of the unit cell, symmetry)
- How superconducting properties change ( $T_c$ , sharpness of the transition, volume fraction)
- How normal-state properties change ( $T$ -dependence of  $\rho$  and  $\chi$ )

☆ ↑ Let's focus on these points during experiments.

### 3. Preparation of YBCO (1)

(1) Chemical reaction formula



(2) Amount of starting materials we need

	To prepare 20-g YBCO	To prepare 10-g YBCO
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	g	g
BaCO <sub>3</sub>	g	g
CuO	g	g

✂Write down these also in your lab note

(3) Required accuracy of the weighing (homework)

(4) Preparation process 1: from drying to 1st heating

#### Drying

- Don't wipe the crucible and the cap with ethanol, since they are already cleaned. Otherwise change of the weight cannot be measured accurately.
- Measure the weight of the cap and crucible. Write down the value to the lab note.
- Weigh starting materials to obtain ~1.1 times of the required amounts. Use weighing paper or weighing boat. In case using weighing paper, the paper should not touch the inside wall of the balance. Maybe you should cut the corners of the paper.
- Put the powder to a crucible. Weigh "crucible + powder" and "crucible + powder + cap".
- Put the crucibles into a furnace. Remember the positions of the crucibles so that you are not confused after drying.
- Bake the powder at 500 deg-C for 2 hours (during the seminar) to dry.

#### Weighing

- Clean the mortar and pestle with ethanol.
- After taking a crucible out from the furnace, weigh each powder quickly and accurately to obtain the required amount of the powder. During this process, put dry nitrogen gas and

also put silica gel beads in the weighing room of the balance to avoid humidity as much as possible.

- See the next page for how to use a gas cylinder.
- Put the powder to the mortar.

### Mixing

- Mix the powder inside a plastic bag filled with dry nitrogen gas.
- Put the mortar, pestle, and some sheets of small (1/4 of the original size) weighing paper to a plastic bag. Put a cap to the mortar.
- Put nitrogen gas to the bag, and push the gas out. Repeat this for three times to reduce air. Finally put some nitrogen gas (this should not be too much) and tightly close the bag.
- Mix the powder for 1-1.5 hours. Be careful so that the powder does not spill off from the mortar, especially in the very beginning.

### Preparation for the first heating

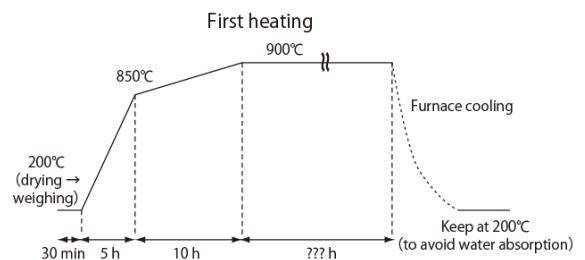
- Don't clean the crucible and cap with ethanol.
- Weigh the crucible and cap.
- Put the powder to the crucible.
- Weigh "crucible + powder", and "crucible + powder + cap".

### Drying and final weighing

- Dry the crucible and powder again. Put the crucible in the furnace and keep the temperature at 200deg-C for around 30min. Weigh "crucible + powder", and "crucible + powder + cap" again.

### First heating process

- Bake the powder at 900deg-C till next lecture.  
Keep temperature 200deg-C after the process.



### Cleaning

- Wipe the mortar and pestle with ethanol. Then put some dilute HCl to the mortar and scrub the mortar and pestle (wear rubber gloves). Put the HCl waste to the blue tank. **Never put the waste liquid to the sink.** Put some water to the mortar to rinse, and put the waste liquid again to the blue tank. Repeat this rinsing two times. Finally wash the mortar and pestle with water and wipe with towel.
- Wipe all tools with ethanol
- Clean up the table.

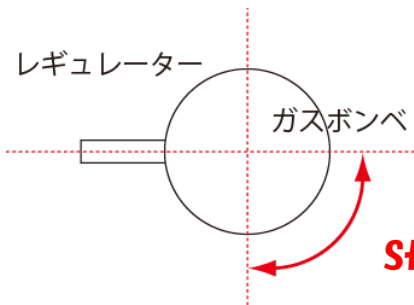
- How to use a high-pressure gas cylinder and a regulator
- 2. Before opening the main valve, **make sure that the pressure control valve is loose** (i.e. the gas flow is stopped)



**To stop the gas flow, rotate this way  
(Opposite to the ordinary valves)**

- ※ If you open the main valve while the pressure control valve is tight (i.e. gas flow is open), there's **a risk of destroying the low-pressure side** of the regulator.

- 7. Do not stand in front of the regulator or pressure gauge.



**Stand in this region**

- 8. **Slowly** open the main valve of the cylinder. In particular, when using oxygen, this is quite important. (risk of fire due to adiabatic compression)
- 9. Tight the pressure control valve until the gauge of the low-pressure side starts to increase.
- 10. Open the outlet valve.
- 11. Control the gas flow by using the outlet valve and the pressure control valve.

□ When you stop the gas flow for short time

- 1. Just close the outlet valve.

□ When you stop using the cylinder

- 3. Close the main valve first, then loose the pressure control valve, and then the outlet valve, so that any pressure does not remain in the regulator (Kyoto Univ rule).