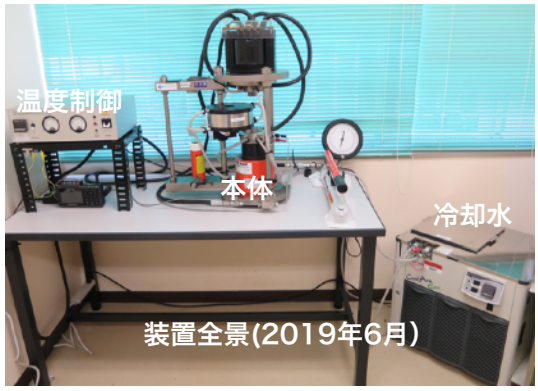
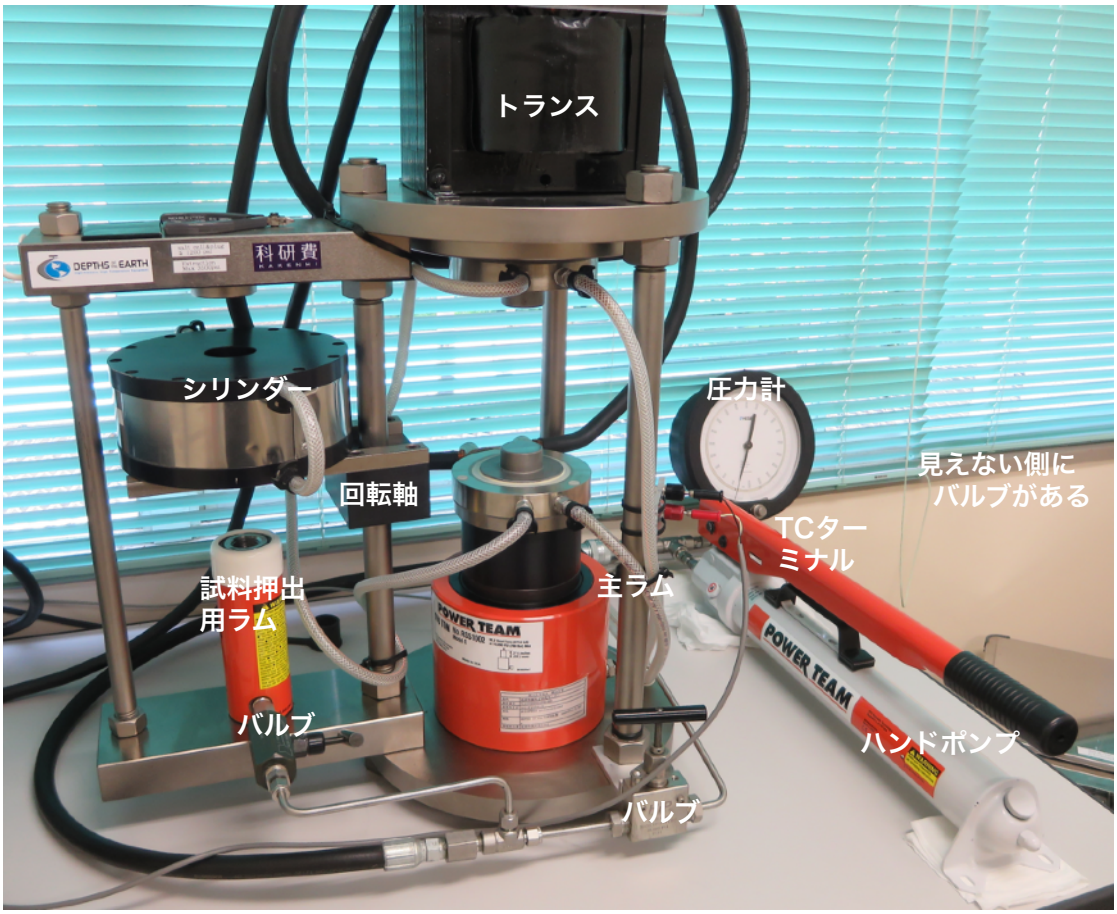
QuickPress 使用方法

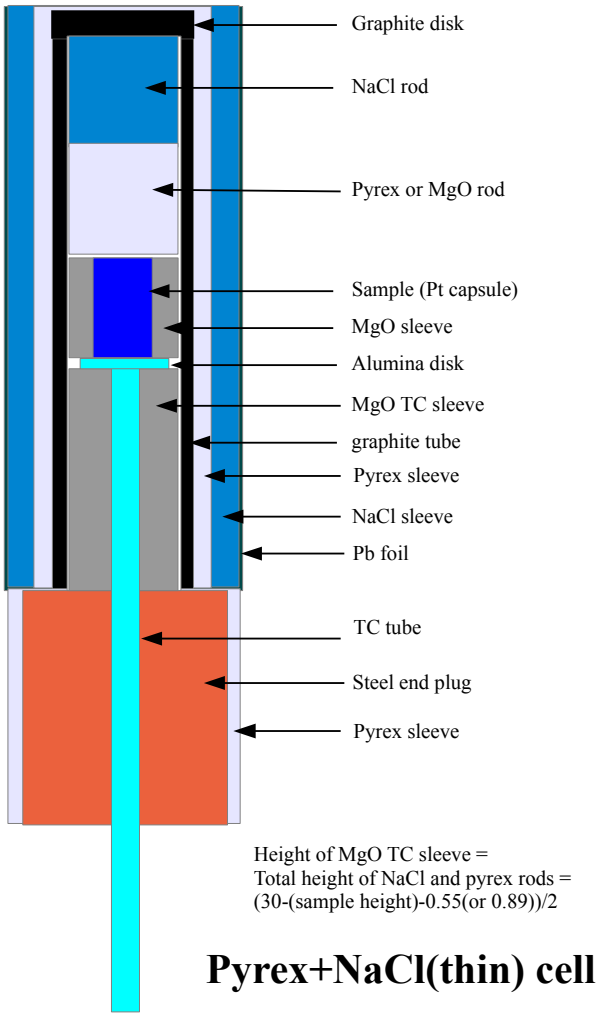
神崎正美
(mkanzaki@okayama-u.ac.jp)
岡山大学・惑星物質研究所
2012年9月6日作成；2023年7月12日最終更新



QuickPressはDepth of the Earth社が製造・販売しているピストンシリンダー型高圧装置です。薛教授の科研費で導入されました。詳細については、Depths of the Earth社のマニュアル（英語、部屋に置いている）を見てください。以下はその直訳ではなく、実際に使った経験と実験室のセットアップに応じて書いたものです。また、NaClセルを使った標準の構成を想定してます。NaClスリーブとロッドの作成については最後のAppendixをご覧ください。タルクセルを使うことはできると思いますが、こちらではパーツを用意していません。以前、第２研究棟４Fに置いてありましたが、現在は第３研究棟３Fに移動してます。

共同研究・共同利用での使用も可能です。





高圧セルパーツの準備

セルの全体像を上に示す。構成パーツのいくつかは既製品があり、そのまますぐ使えるが、いくつかのパーツは利用者が準備する必要がある。試料部分はもちろんであるが、NaClスリーブ、NaClロッド、MgOサンプルスリーブなどである。熱電対部分も必要である。

まず、実験前にNaClスリーブとロッドを作っておく。実験温度によって２種類のスリーブを使い分けている。1000 ºC以下なら厚いNaClスリーブを、1000 ºC以上なら薄いNaClスリーブ（とパイレックスガラススリーブの組み合わせ）を使用する。なお、1 GPa以下で1000 ºC近い場合には、NaClの融点が近いために加熱が安定しなくなるので、薄いNaClスリーブを使う方がよい。図は薄いNaClスリーブを使った高温セルの場合を示している。低温用セルではパイレックスガラススリーブがなく、その分だけNaClスリーブが厚くなるだけで、それ以外の違いはない。スペーサーとしてNaClロッドを使う場合はそれも予め用意しておく。NaClパーツは作り置きがオーブンにあるので使ってもよい。NaClスリーブとNaClロッドの作成方法はAppendixを参照。NaClスリーブとロッドは事前に450 ºCで数時間焼いておく必要があるので、一番最初に準備しておく必要がある。

多くのパーツは加工なしで使えるが、試料周りのMgOパーツについては試料毎に長さなどを調整する必要がある。我々のところでは、通常白金管に封入した試料を実験に使用している。封入後の白金管の直径と長さをノギスで計測する（実験ノートにも記録する）。なお、我々はマルチアンビル装置でのやり方を踏襲しているので、白金管を治具を使って整形しており、直径は治具の方で決まり、元の直径よりも約0.2 mm ほど大きくなる。それに合った試料周り用のMgOスリーブを作る必要がある。デフォルト(試料径3.2 mm用)のMgOスリーブをいくらか用意してある

ので、それが使えるなら紙ヤスリで削って、白金管と同じ長さにする。削るための治具（6 mm径の穴のあいた真ちゅう円柱）を用意している。適当なサイズのものがない場合は旋盤で自作する。または、神崎に作成を依頼する。6.0 mm外径のcrushable MgO棒があるので、これを材料として使い、必要なサイズの穴になるようにWCドリルで穴をあけるだけである。crushable MgO棒には２種あり、１つは熱電対絶縁管用の穴が既に空いている。どちらを使っても良い。それを適当な長さに糸ノコで切って、紙ヤスリで長さを調整する。治具（6 mmの穴あきの真鍮）を用意している。

試料の長さに応じて、熱電対用MgOスリーブとMgOロッドを準備する。後者はNaClロッドを使うかどうかによって長さを調整する。長さの配分は、試料をセルの中心に置きたいか、熱電対をセルの中心に置きたいか等によって異なるので、自分の実験にあったものでデザインする。試料をヒーター中心に置く場合には、熱電対用MgOスリーブの長さは、上の図中に計算式が書いてある。熱電対先端近くに置くアルミナのスペーサーは0.55と0.89 mmの２つの厚さがあり、熱電対による試料部分の変形が気になる場合は、厚い方を使う。熱電対用MgOスリーブやロッドの作り置きがない場合は、旋盤でMgO棒を回転させて、糸ノコを利用して、適当な長さにカットして、紙ヤスリで長さを調整すればよい。試料とスリーブやスペーサーを全て合わせた高さが30 mmになるようにそれぞれを調整する。

私は普段使ってないが、パイレックスガラスのロッドも準備してある。ただこれは長い棒で、旋盤では加工はできず、ダイヤモンドカッターでカットする必要がある。

なお、鉄を含む試料ではPt容器に鉄が吸われるので、AuやPtPd合金などを使うが、Auは融点が低いので注意。また、シールする必要がなく試料との反応が無視できる場合は、グラファイトやhBN（ボロンナイトライド）が使える。金属箔も使える。hBNはニラコで売っているものが、外径がちょうど6 mmで、グラファイトヒーター内径と一致するので、穴を開けるだけで、試料容器として使えて都合がよい（ちょっと高価であるが）。hBNは絶縁体なので、ヒーターと接触しても問題がない。神崎がいくらか在庫を持っている。グラファイト容器の場合は、外径６ mmにすると、グラファイトヒーターと接触するために、そちらにも電流が流れ、また温度分布も変わってくる（温度分布的にはよい方向だが）。これが問題になる時は、外径を小さくして、MgOスリーブを使う。

温度分布については、既製品のグラファイトヒーターはストレートであるため、比較的大きな温度分布（中心部が高い）が存在する。温度分布を小さくする必要がある場合には、試料を小さくすることが最も単純な対応であるが、そう出来ない場合にはヒーターをステップ状（中心部を厚く）することでフラットな温度分布が実現可能である。簡便には、既製品のグラファイトヒーターをそのまま使い、試料部分周りのグラファイトヒーターに接触するようにグラファイトスリーブをもう１つ入れることである。この場合は試料が使えるスペースが小さくなる（径方向）。また、高融点金属箔を使う手もあり、その場合は試料径はほとんど影響を受けない。どちらの場合もMgO等の追加の加工が必要になる。

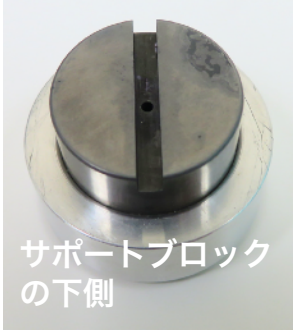
グラファイトヒーターを使っている関係で、試料付近は還元的な環境になっている。タルクを使うセルではタルクによって比較的酸化的に保たれるようであるが、NaClスリーブを使った場合は還元的になる。酸化的な環境が必要な場合にはヘマタイト(Fe_2O_3)のロッドを試料近くに使い、その分MgOロッドとNaClロッドを短くするなどして長さを調整する。ヘマタイトはNaClロッドと同様に「セル押し出し用のラム」を使って作る。長さ3 mm程度であれば、特に添加物を加える必要なく整形できた。500 ºCで数時間焼いて、150 ºCオーブンに保存しておく。

MgOパーツは長さの調整後、（吸着水などを気にするときは）電気炉で1000 ºCで１時間焼くか、（急ぐ時は）ガスバーナーで赤熱するまで加熱して、水を飛ばす。冷却後、これらのパーツはすぐ使うか、150 ºCオーブンに保存しておく。

熱電対保護管(４穴)は専用のものが用意されていて、長さとして、熱電対用MgOスリーブ長さ＋35 mm程度が必要になるが、加圧時の熱電対の断線を防ぐために、その長さよりは数mm短くしておく方がよい。必要な長さになるようにダイヤモンドヤスリで傷をつけておいて、手で折る。両端をダイヤモンドヤスリで平坦にしつつ、長さの調整も行う。

温度計測用の熱電対には、0.2 mm直径の$W_{95}Re_5$-$W_{74}Re_{26}$を普段使っている（ニラコから購入できる）。使っている温度コントローラーが$W_{97}Re_3$-$W_{75}Re_{25}$をサポートしていないので$W_{97}Re_3$-$W_{75}Re_{25}$は使えないが、マルチアンビル実験では$W_{97}Re_3$-$W_{75}Re_{25}$を使っていて、それらの線も別の実験室には置いてあるので間違えないこと。白金ロジウム熱電対を使うこともできるが、その場合は温度コントローラーの設定の変更が必要である。データロガーを使う場合には、そちらの熱電対種類の設定変更も必要。熱電対線は再利用しているので、前回の実験の熱電対ジャンクション側の大きく変形した部分はカットして、熱電対線の絶縁用チューブを適当にカットして、熱電対絶縁管への挿入に必要な露出部分を作る。変形の大きい部分は使えないので、カットする。 短くなりすぎたらニラコに注文するか、神崎に依頼する。

$W_{95}Re_5$-$W_{74}Re_{26}$は溶接が簡単ではないので、熱電対のジャンクションは線を交差させることで機械的に接触させている。そのために熱電対保護管は４穴のものを使い、ワイヤーの先端をJ字形にして、直線部と曲げた先端を４穴の対向する２穴に挿入する。同様に残りの２穴でも行い、保護管先端部分で２つの線が交差して接触が生じるようにする。この方法はマルチアンビル実験のために、古くから神崎が使っていた方法である。白金ロジウム熱電対の場合は先端を実験室の溶接機で溶接すればよい。なお、WRe線はバッチにより品質がかなり異なる。ひどく巻癖がついたものや、ペンチで曲げる際にすぐ割れるものは使用を避けて、新しいものを使うか、ニラコに注文する。線の露出している部分は専用の赤と黒の絶縁チューブを被せる（端の部分は1 cmほどは接触のために露出させる）。ただ、このチューブは太くて硬すぎるので、ベースプラグ部分で線を曲げるところにおける絶縁が不安なので、アルミナ熱電対スリーブとこの絶縁チューブとの間に細くて柔らかいチューブ（マルチアンビル実験で使用している）を挿入するとよい。ただ、私はこれをしなくてもショートすることはなくなった。なお、$W_{74}Re_{26}$が赤（＋側）であり、実体顕微鏡下で$W_{95}Re_5$線と見比べると、より輝いて見えるので区別できる。



高圧セルの組み立て

ベースプラグサポートブロック（以下サポートブロック）は前回の実験で汚れているので、アセトンできれいにする。アセトンで取れない汚れはカミソリや紙ヤスリで落とす。サポートブロックの穴に、出来上がった熱電対の保護管（熱電対が既に入っているもの）を差し込み、線を溝に沿って這わせて、保護管が必要な長さが上に出ている状態で、熱電対ケーブルをサ

ポートブロック横にテープで固定する。公式マニュアルには粘土で固定すると書いてあるが、絶縁チューブが硬いので、テープでないと固定は無理である。穴の出口部分でのショートを避けるためには絶縁ケーブルが少し穴の中に入るようにする（熱電対絶縁管を短くしているはず）。ショートしそうにないことを確認。先にも書いたが、Depthから支給された絶縁ケーブルは硬くて太いので、ここの部分だけ別の柔らかい絶縁チューブを使うとよい（なくても問題はないが）。またサポートブロックの下面の荷重がかかる部分には固定用テープがかからないようにする。サポートブロックに入れた熱電対保護管にベースプラブ（スチールプラグ）を挿入する。ベースプラグにパイレックスガラスのスリーブ（短い方）をかぶせる。これは絶縁の役割があり、これを忘れるとショートして、加熱ができなくなる（以前学生がこれを忘れて加熱に失敗したケースが実際にあった）。パイレックススリーブにベースプラグ絶縁用の真ん中に穴の空いた円盤をかぶせる。絶縁用円盤の上に直接スリーブとベースプラグが乗らないように注意する。これも忘れると加熱できなくなる。**円盤とガラススリーブは取り付けを忘れがちであるので、組み上げた時にちゃんと取り付けたことを確認する。**右の写真は正しく組み上がった状態。

サポートブロックに差した熱電対保護管の露出している部分に熱電対用MgOスリーブを挿入。もし熱電対がMgOスリーブから突き出ている場合は、熱電対保護管位置を調整して、先端がちょうどMgOスリーブの先端にくるようにする。その上に薄いアルミナディスク（厚さが２種ある）を置く。その上に試料の入ったMgOスリーブを置く。試料とMgOスリーブに隙間がある場合は、MgOやアルミナ粉を隙間につめる（試料を整形している場合は必要ない）。グラファイトヒーターをそれらを内蔵するようにかぶせる（この辺はやり易い方法でやればよい）。MgOロッドとNaClロッドをグラファイトヒーター内部に挿入。長さが正しく作られているなら、NaClロッドの先端とヒーターの端はほぼ同じ高さになるはずである。ここに厚いNaClスリーブ（1000 ºC以下の実験の場合）、または薄いNaClスリーブ＋パイレックスガラススリーブをかぶせる。パイレックスガラスとグラファイトヒーターはかなりきついが普通割れずに入るはずである。最後にグラファイトの円盤を上端に入れる。少し厚さが足りない感じがするが、実際には問題ない。右図がここまでの状態を示したもの（この例は薄いNaClスリーブとパイレックスガラス）で、鉛箔を巻く前の状態。

幅39 mmくらいに切った鉛箔（既にカットされているものがある）をNaClスリーブ周りに巻く。重なりが生じないようにする。重なる場合は少し切って調整する。鉛箔はNaClスリーブの上端から1~2 mmはみ出すようにし、はみ出した部分を上面側に丁寧に折り込む（出っ張りがないように）。こうしないとシリンダーに挿入した時に鉛箔がずれて、挿入できなくなる。これで高圧セルの準備が完了。

高温高圧実験

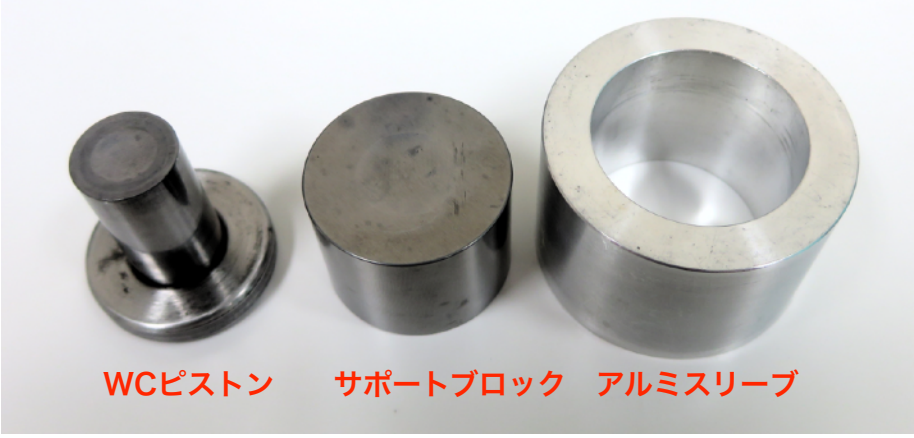
常用使用圧力は最大で2 GPaである。なお、付属の油圧ゲージはpsi(pound square inch)単位であるので注意。

まず、セル押し出し用ラムのバルブを閉める（時計方向へ回す）。強く締める必要はない。次に主ラム側のバルブを開ける（反時計方向へ）。

セル挿入等のために、シリンダーを主ラム側と押し出しラムの中間位置に回転させる。シリンダー下面のサポートブロックプレートのネジを緩めておくが、位置はブロックが入る側にする（写真参照）。通常は手前側に引いておく。これを忘れると高圧セルのベースプラグサポートブロック部分をうまく挿入できなくなる。シリンダー穴の内面にモリコート(Molykote)を綿棒を使って薄く塗る。もし鉛箔を使用しない場合は厚目に塗る。またWCピストンの側面にもモリコートをうすく塗る。

シリンダー下部をミラーを使って覗き、前回使った絶縁円盤が残ってないかチェックする。ある場合は取り外す。シリンダーをひっくり返した方がやりやすいかもしれない。これが残っているまま実験するとスチールプラグ部分の飛び出しが大きくなり、結果としてプラグの変形が大きくなり、セルの取り出しの時に苦労するので注意。

次に、高圧セルをシリンダーに挿入する。片手でサポートブロックを、もう一方の手でセルの鉛箔の上側を指で押さえつつ、シリンダー下側から、セルの先端をシリンダー穴にゆっくりと丁寧に挿入する。その時に熱電対線取り出し方向も考慮する。ここで抵抗がある場合や鉛箔が下側にずれた場合は挿入を一旦止めて取り出す。横方向に力がかかると熱電対保護管を折るので、常に垂直方向に力を加えるようにする。途中で取り出した場合は、鉛箔が変形しているので、新たな鉛箔を使うか、変形が少ない場合は上下をひっくり返して再利用する。



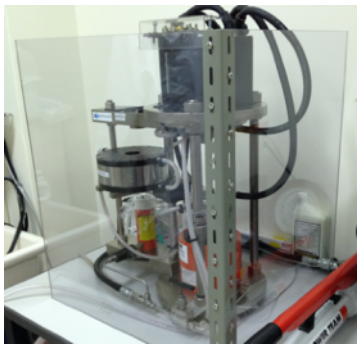
セルはゆっくり挿入して、もうこれ以上は上がらないところまで押し込む。シリンダー下面のサポートブロックプレートをスライドさせて、このプレートでサポートブロック下側を支える。ス

ライドが出来ない場合は、セルが完全に入りきっていないためである。入りきったら、サポートブロックプレートのネジを締めて固定。シリンダー上側からセルの先端を見て、鉛箔がずれ落ちていないことを確認。鉛箔がずれている時はやり直しだが、熱電対保護管を折らないように丁寧に取り出すこと。

セルの挿入に成功したら、シリンダー上側からWCピストンを挿入。ピストンサポートブロック(WC製）とそれ用のアルミのスリーブをピストンの上に載せる。シリンダーを回転させて主ラムの方にもっていくが、主ラムの先端の圧力分散板が回転部のシリンダー支持台に当たらないように、ラムを下げておく必要がある（普通は前の実験時にそうなっているはず）。また、回転時にシリンダーを横にずらす必要がある。回転時には水冷ホースの取り回しにも気を配る（引っかかると回らない）。ピストンサポートブロックが上側のブロックを受ける圧力分散プレートの中心と一致するように、シリンダーを動かして、大体一致させる（後でもう一度調整する）。

熱電対線を主ラム上面に掛からないように取り回し、赤と黒のターミナルに接続する（ケーブルと同じ色にする）。ターミナルの穴に線を通して締める。なお、データロガーのバナナプラグの先端がターミナルに入りすぎていると、ターミナルの穴を塞ぐので、熱電対が穴に入らない場合はプラグを少し手前に引くか、外しておく。温度コントローラー横のスイッチをONにして、温度の読みが室温程度であることを確認（このコントローラーは室温が低めに出る）。WReの場合はジャンクション部が機械的コンタクトであるので、この時点でジャンクション部での接続がちゃんと取れていない場合もたまにあり、熱電対が壊れているとは限らない。加圧すると接触するようになることが多い。PtRh熱電対のようにジャンクションを溶接している場合、この時点で室温を示さないのは接続等、何らかの異常がある。ターミナルでの接続をチェックする。温度コントローラーは通常、W5/26Re熱電対の設定になっているので、別種の熱電対を使う場合は設定を変更する。

ハンドポンプのバルブ



シリンダー下部を見て、熱電対が主ラムで押されるサポートブロック部分にかかっていないことを確認。

セル押し出し用ラム側のバルブは閉めており、主ラム側を開けていることを確認。ハンドポンプのバルブを閉める。ハンドポンプでピストンサポートブロックが上盤に接触する直前まで主ラムを上げる。ここでシリンダー位置を再調整して、ピストンサポートブロックがセンターにくるようにする。

この時点で防御用のポリカーボネート板をQuickPress脇に設置する。これはピストンの破壊時等の飛び散る破片から作業者を守るためである。ポリカーボネート板設置時の状態を写真で示す。これは実験終了後に圧力を抜くまでそのまま置いておく。

圧力 (GPa)	油圧 (psi)	+10% (psi)
1.0	1,450	1,600
1.5	2,175	2,400
2.0	2,900	3,200

発生圧力(nominal)と油圧(psi)の関係

ホットピストンアウト法を使う場合、まず実験予定圧力+10%に相当する油圧までゆっくりと加圧する。薄いNaClスリーブでパイレックスガラスを使っている場合は、途中でそれが割れるかなり大きな音がするが（最初はビックリすると思う）、害はないので、無視して目標油圧まで加圧する。NaClセルでホットピストンアウト法を使う場合、摩擦による荷重のロスはほとんどないと考えてよいので、荷重から計算した圧力を使う。圧力は徐々に落ちるので、時々圧力値を見て、なるべく一定に保つ。

0.5~0.7 GPaの実験の場合は、ヒーターアッセンブリーをよく接触させるために、一度1.5 GPaまで上げてから、圧力を下げる。

冷却水循環装置の電源をONにする（上からは見づらい位置にある）。ポンプSWを押してONにする。冷却SWを押して、ONにする。PC側へのバルブは普通は今の状態のままでよく、冷却水循環装置が壊れるので、稼働中はバルブ（赤いレバー）は全閉にはしない(ラインに対してレバーを直角にしてはダメ）。温度は２０度（デフォルト）に設定。なお、水位が低いようなら、水道水を加える。シリンダーに露が沢山つく時は温度をあげる。真冬以外はエアコンを付ける。

[データロガーの電源を入れる。1chがW5Re26で温度測定する設定になっている。そのままで温度を液晶画面でモニターできるが、記録はされていない(free run状態)。データを記録する場合はStartスイッチを押す。記録を止める場合は再度Startスイッチを押す。]

ここから加熱する。まず温度制御ユニットの右端のメイン電源SWをオンにする（上側へ）。温度コントローラー横の電源SWもオンにする。この状態ではまだ加熱できない。メイン電源SW左のRELAYのところで、Onスイッチを押す。ランプが点灯するはずである。これは水圧リレーがオン状態でないとランプが点灯しない。点灯しない場合は、冷却水循環装置のポンプが動いているか確認する。冷却水循環装置の緑ランプが点灯しているか、点灯していない場合はcoolerスイッチを押す。これで温度コントローラーで制御できるようになる。

温度コントローラーで出力%で制御する場合（デフォルト）は、upキーで5%まで上げて、Enterキーを押す。5%以下では実際の出力はゼロである。5%以上に設定すると温度が上昇するはずである。Enterキーを押さないと出力の変化が反映されない。加熱最初に温度が下がる場合は熱電対の極性が逆なのでつなぎ直す（普通は起こらないはず）。温度上昇とともに最初は荷重も下がるので、ハンドポンプで実験圧力+10%にキープする。出力%を上げつつ、ログノートに時間、油圧、温度、電流、電圧、出力%、水温(冷却水循環装置の前面パネルに表示)を適当な間隔で記録

する。なお水温が設定温度まで下がらない場合は、冷却がされてない。冷凍機が動いているかチェックする。緑ランプが点灯しているか、点灯してない時はスイッチを押す。また、以前の実験結果を参照して、加熱電力と温度の関係がこれまでの実験と同じかどうかをチェックする。温度が著しく低い場合は、熱電対取り出し部分でショートしている可能性がある。温度が異常に高くてフラフラする場合も熱電対が切れた可能性が高い。この場合は過去の電力から温度を推定して実験を続けることが可能である。その場合は、熱電対が繋がっているターミナルの両極をバナナプラグ線（その辺に置いてある）でショートしておく。

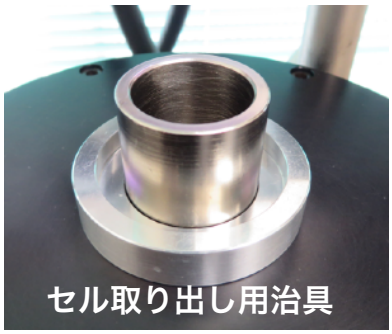
実験温度に近づいたら出力を調整して、実験温度に近づける。実験温度に到達したら、ハンドポンプのバルブを非常にゆっくりと開けて、実験圧力になるように過剰な10%分を下げる。これがホットピストンアウト法である。これによってピストンが外向きに動くことが期待されて、摩擦を低減すると考えられている。

実験中はヒーターの変形等により、少しづつ抵抗が変化するので、出力%を変えて、温度を実験温度に近くなるように調整する。また、普通圧力も少しづつ上昇するので調整する。また、長時間保持の場合は油が少し漏れる傾向があり、少し圧力が下がる。その場合はハンドプレスで設定圧力にする。

温度の安定性については使っているグラファイトヒーターの特性なのか、1000 ºC以上で時間と共に結構抵抗が変化する。なので時々見て、調整することが必要になる。

保持時間に到達して、急冷する場合は、RelayのOffスイッチを押すか、出力を0%にして、Enterキーを押す。急冷時に圧力が下がるので、 等圧下で急冷したい場合（含水ガラスの合成時など圧力低下による緩和が問題になる場合）は、急冷した直後にハンドポンプを押して荷重をしばらくキープする。

すぐに取り出すとベースプラグ等がまだ熱いので、急冷から数分間は冷却水循環させながら待った方がよい。ハンドポンプのバルブを開けて、ゆっくり圧力をさげる。圧力が０になるとラムが下がってくる。シリンダー下部から突き出たネジがシリンダー支持台にずれて乗っかるので、ちゃんと乗るようにずらす。ラムの圧力分散プレートのてっぺんが回転の支持板よりも低くなったらハンドポンプのバルブを閉める。



次回のために出力を5%以下に下げておく。温度コントローラーの電源を切る。冷却水循環装置は冷却スイッチをオフ、ポンプをオフ、本体循環水電源をオフにする。夏季は冷却水循環装置を切らないで暫くおくと、シリンダー等に露が沢山つくので注意する。

セルの取り出し

まず、熱電対線をターミナルから外す。

セル押し出し用のラムの上部にNaClなどが落ちこまないように右の写真のようにラップで覆う。そこに押し出し用治具を取り付けておく。薄いスリーブもあることに注意。サランラップは伸びないので、他のラップがよい。

シリンダー部分を回転で、装置手前側にもってくる。シリンダー下面のサポートブロックプレートのネジをゆるめて、プレートをずらせる。これでサポートブロック部分を取り外せる。まだ熱い場合があるので注意する。この時、熱電対を切る必要があるので、置いているニッパでなるべく

ベースプラグの根元近くで熱電対線をカットする。シリンダーを縦に半回転した方がやりやすいかもしれない。

サポートブロックプレートに押し出し用の治具が衝突しないように完全にずらせて（手前側にずらす）、ネジで固定する。これをやらないと、セル押し出し時にプレートを壊すことになる。

シリンダー上面のピストンサポートブロックとアルミスリーブを取り外す。WCピストン自体は手では抜けない。主ラムのバルブを完全に閉じる。セル押し出し用のラムのバルブを全開。セル押し出し用ラムが下まで落ちきっていないようなら、ハンドポンプのバルブを開ける。上がったままだと、押し出し用のピストンと回転台がぶつかる。

シリンダー上部にセル押し出し用治具のパイプと上部に嵌るアルミのリングの治具を取り付ける（大きいアルミの方は向きがあり、凹み側を上にする）。右の写真を参照。シリンダー部を回転させて、押し出し用ラムの真上に移動させる。

ハンドポンプで押し出し治具を上昇させてシリンダーに接触する直前で止める。用意している鏡で見ながら、治具の先端がシリンダーから見えているベースプラグの中心になるようにシリンダー位置を微調整する。

ハンドポンプでさらに上昇させるが、シリンダー上面では治具のリングがextraction部分上面の出っ張りに嵌るようにシリンダーを手で支え調整する。このリングの役割は垂直になるようにするためのようであるが、ちょっとやりずらい。パイプが上面まで達したら鏡でピストン位置を確認する。ズレているようならピストン位置を調整する。防御用のポリカーボネート板を設置する。加圧して押し出すが、押し出しは3,500 psi以下で行なう。通常は3,500 psi以下で少しづつセルとピストンが押し出される。

ハンドポンプを押しても油圧がほとんどかからなくなったら、セルが押し出されたはずなので、ハンドポンプのバルブを開けて、ラムを下げきる。逆に油圧が上がるようになったら、それはピストンとセルがブリッジして押されていることになる。セルをあまり変形させずに取り出したい時は、油圧が下がらなくなったところで、一度止めて、ピストンだけ回収して、また試料部を押し出す。シリンダーから下に落ちてくるものを受ける箱を置いておいて、シリンダーを手前に移動させる。完全に押し出されていない場合は、作業を繰り返す。

完全に押し出したら、押し出し用治具を取り外す。この時に押し出し用のラムに取り付けた治具はラップごと取り外す。ピストンとセルを回収する。この時に試料のある部分を同定して、ゴミとして捨てないように注意する。

押し出し用ラムで3,500 psiでも押し出せない場合は、神崎に連絡する。専用の短いピストンと短いパイプを使う。シリンダーをひっくり返し、ピストンをセンターに置くための治具（穴あきの黒ポリアセタール円盤）をシリンダー上部に設置。ピストンをこの軸の中心の穴に置く。シリンダーの下から短い押出用パイプをいれて、押さえつつラム側へ回転する。ラムを上昇させてピストン先端が上側圧力分散プレートに接する前で止める。センターを合わせて、圧力をかけて押し出すが、ピストンが破壊することがあるので、防御用のポリカーボネート板を設置する。ある程度抜けたところで、押し出し用ラムの方に戻って完全に抜き出す。

なお、現在のシリンダー（＃２）はセンター部分が少しずれているので、ピストンをセンターに置くための治具を使うと、ピストンがセンターからずれて、シリンダーに接触するようである。それを避けるためには治具を使わないで、テープでピストンをセンターに固定して、上記の作業を行う。この作業中は特に防御用のポリカーボネート板が必要である。実際この作業時にピストンが破壊したことがある。

ベースプラグ絶縁用の円盤がシリンダー下面に張り付いたままのことがたまにある。シリンダーをひっくり返して、マイナスドライバー等で円盤を取り外す。シリンダーはアセトンでふいておく。内面もきれいにする。内面は紙ヤスリできれいにする。

鉛箔はなるべく回収して、用意してあるガラスボトルにいれておく。熱電対も回収する。ステンレスのベースプラグも回収しておく。それ以外は(NaClも)ゴミ箱に捨てても良い。

作業中にNaCl等が周りに散らばるので、なるべく散らかさないように作業する。作業後、装置と机をよくそうじする。特にNaClの粉はよく取り除いておく。小型の掃除機が机下に置いてある。

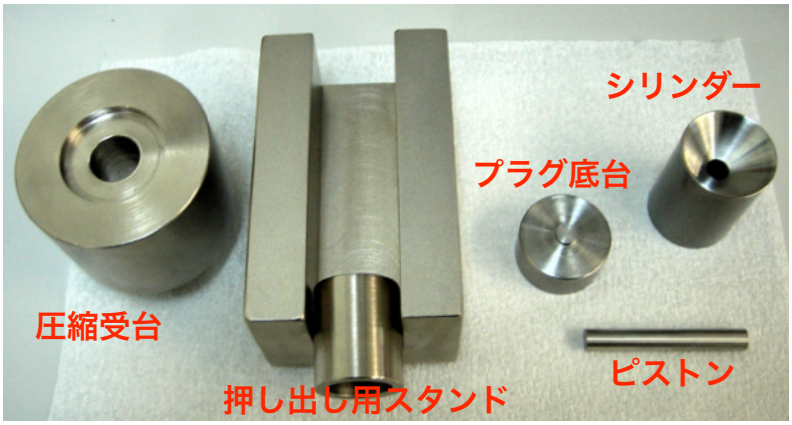
使った治具、ピストンとシリンダーはよくアセトンで拭いておく。治具は乾燥させて、必要なら防錆用スプレーをかけて、錆させないように注意する。ピストンとシリンダーはよく観察して、ヒビ等がないことを確認し、表面の汚れなどは紙ヤスリ等でこすってきれいにする。それらはデシケーターに保管する。

熱電対線は再利用するので保存しておく。エアコンと照明を切る。

Appendix 1

NaClプラグ作成手順 (1/2”セル用)

0. 高圧セルのスペーサーとして使う場合のみ必要。直径6 mmとなる。長さは重量で調整できる。
1. 秤量前にNaClを150 ºCで１日乾燥させる。乾燥済みのものがオーブンにある（かも）。
2. プラグ１個分のNaClを秤量し、アルミの皿に入れる。目安：**6 mm長さで0.367 g**; 8 mm長さで0.50 g。
3. NaClから保護するために、押し出し用ラムをラップで覆う。
4. 作成用の道具を見つける。必要な道具を写真に示す。圧縮受台（左端）と押し出し用スタンド（中央）はスリーブ作りでも使う。これらはデシケータに保管されている。
圧縮受台の穴にキムワイプをかたく詰める（ピストンや取り出したプラグが落下しないように）。



5. プラグ作成用のピストンとシリンダー内面にモリコート（白）を軽く塗布する。
6. 机の上で、プラグ底台の上にシリンダーをセットする。
7. アルミ皿のNaClをシリンダー内に注ぎ、軽く側面を叩き、NaCl粉末を下に落とす。
8. ピストンをシリンダー穴に挿入する。
9. 押し出し用スタンドを押し出しラム上に設置。そこに圧縮受台を載せる。それらがラムのセンターにあることをチェック。
10. シリンダー部分を圧縮受台の上に設置（写真）。
11. ハンドポンプの開放バルブを閉める。主ラムのバルブを閉じる。押し出し用ラムのバルブを開ける。ハンドポンプを使って、押し出し用ラムをピストンが上板に当たるまで上げる。
12. ピストンが垂直であることが重要（特に長いプラグを作る場合）。変な位置でピストンに力をかけてはいけない。破壊して飛び散る恐れがある。防御用のポリカーボネート板を設置する。
13. ピストンが0.5 cm入るまでラムを上昇させる。ここでハンドポンプのバルブを開けて、圧力を開放して、ラムを少し下げる。
14. ハンドポンプのバルブを閉め、圧力計を見ながら1,000 psiまでハンドポンプで上げる。この圧力で１分間保持する。絶対に1,200 psiを越えないこと。ピストンが破壊して飛び散る恐れがある。

15. ハンドポンプのバルブを開けて、ラムを少し下げる。
16. シリンダー部からプラグ底台を取り外し、ラムへ戻し、位置を調整する。
17. ハンドポンプのバルブを閉じて、ラムを上げる。ピストンが押し下げられる時に音がする。プラグがシリンダーから完全に抜けるまでラムを上昇させる。プラグは下に落ちずにピストンにくっ付いていることもある。
18. プラグの長さを測り、もし予定した長さと違う場合は秤量する重さを調節する。これを繰り返して、必要な数を作る。
19. 出来たプラグをマッフル炉で450 ºCで１～４時間焼き、再結晶化させ、潤滑剤を蒸発させる。
20. 焼いたプラグは、実験で使うまでは150 ºCのオーブンで保存しておく。
21. 終了したら、全ての道具をアセトンで丁寧に拭く。防錆用のスプレーを道具に散布し、余分の油を拭く。
22. 押し出しラム周辺を含め、NaClをまき散らしたところをよく掃除する。QuickPressテーブルの下にミニ掃除機を置いてある。
23. ヘマタイトのディスクを作るときも同様にする。3 mm厚までだと、添加物なしでほとんど割れずに整形できる。
24. なお、保安検査で停電が年に１度あるが、その時は事前に真空オーブンや真空に引けるデシケータに退避させて、真空に引いておく。停電終了後、150 ºCのオーブンに戻す。

Appendix 2

NaClスリーブ作成手順 (1/2”セル用)

1. 秤量前にNaClを150 ºCで１日乾燥させる。乾燥済みのものがオーブンにある（かも）。
2. スリーブ１個分のNaClを秤量し、アルミ皿に入れる。目安：**高温用は2.45 g; 低温用は4.40 g**。
3. NaClから保護するために、押し出し用ラムをラップで覆う。
4. 作成用の治具を見つける。いくつかはデシケータ内に保存されている。必要な道具を写真に示す。これは高温用のスリーブの場合。スリーブの厚さによって、心棒(マンドリル)とリング、ガイドリングのセットが異なることに注意。ただし手順は同じ。

5. 圧縮受台の穴にキムワイプをきつく詰めて、上側にセットする。これは心棒(mandrill)が落ちるのを防ぐため。
6. 心棒、ピストンとシリンダー内面をモリコート（白）で軽く塗布する。漏斗部分と心棒の端（NaClを詰める側）にはモリコートがかからないように。
7. 机の上で、圧縮受台の上に心棒ガイドリングを置き、心棒をガイドリング内に設置。その上からシリンダーをかぶせる。もし心棒の位置が低い時は圧縮受台の下からキムワイプを押し上げる。
8. 漏斗をシリンダーの上に置く。
9. アルミ皿のNaClをシリンダー内に注ぎ、軽く側面を叩き、NaClを下に落とす。厚いスリーブは注ぐことにあまり問題がないが、薄い方はNaClが隙間にうまく入っていかないので、細い棒などを使って隙間にNaClを詰めてやる必要がある。ここはちゃんとやらないと出来たものが割れる。

10. 漏斗を外す。
11. シリンダーの上部からリングを挿入して、心棒がリングに入ることを確認。その上からピストンをシリンダーに挿入。
12. 押し出しラムにシリンダー一式を設置する（右写真）。必要ならラムを下げる。この時は押し出し用スタンドは不要。
13. ハンドポンプの開放バルブを閉める。主ラムのバルブは閉じる。押し出し用ラムのバルブを開ける。ハンドポンプを使って、押し出し用ラムをピス

トンが上板に当たるまで上げる。
14. ピストンが垂直であることが重要である。変な位置でピストンに力をかけてはいけない。ピストンが破壊して飛び散る恐れがある。
15. ピストンが0.5 cm入るまでラムを上昇させる。ここでハンドポンプのバルブを開けて、圧力を開放して、ラムを少し下げる。防御用ポリカーボネート板を設置する。
16. ハンドポンプのバルブを閉め、圧力計を見ながら1,200 psiまでハンドポンプで上げる。ピストンがstick&slipして、圧力がドロップするが、かまわず1,200 psiまで上げる。この圧力で 1 分間保持する。1,200 psiを越えないこと。
17. ハンドポンプのバルブを開けて、ラムを下げる。
18. 全部を押し出しラムから取り外し、圧縮受台と心棒ガイドリングを外す。ガイドリングが取れない時は、モンキーレンチでガイドリングを回転させて取り外す。
19. 押し出し用スタンドをラムに置く。シリンダーをその上に置く。中央に設置するように調整する。
20. ハンドポンプのバルブを閉め、ピストンが上板に当たるまでラムを上昇させ、さらにラムを進める。大きな音がする。スリーブが完全に見えるまでラムを上昇させる。ラムを下げ、心棒をシリンダーから取り外し、スリーブを取る。
21. スリーブの長さを測り、もし予定した長さ(約31.8 mm)と違う場合は秤量する重さを調節する。
22. 次のスリーブのためにピストン、シリンダー等をアセトンできれいにし、モリコートを塗布する。これを繰り返し、必要な数だけ作成する。
23. 出来たスリーブをマッフル炉で450 ºCで 1 ～ 4 時間焼き、再結晶化させるためと潤滑剤を蒸発させる。高温用スリーブの場合は焼く前に、パイレックスガラススリーブをNaClスリーブ内に挿入。薄いスリーブが加熱により変形するのを防ぐためである。厚い低温用スリーブの場合はそのまま焼けばよい。
24. スリーブは大きめのガラス瓶にいれて、150 ºCのオーブンで保存する。
25. 終了したら、全ての道具をアセトンで丁寧に拭く。道具はデシケーターに入れておく。
26. 押し出しラム周辺を含め、NaClをまき散らしたところをよく掃除する。QuickPressテーブルの下にミニ掃除機を置いてある。
27. なお、NaClだけでなく、NaClにヘマタイト、$Mg(OH)_2$を混ぜたもの（これは薄いスリーブも問題なく作れた）、CaF_2のスリーブ（厚い方だけ何とか作れた）の作成を過去に試したことがある。