

してゆくことができる。

また、平均圧力に対する中心部に発生した圧力の比(いわゆる効率)はステンレス板を増すほど小さくなる。ステンレス板の中央にあけた穴が大きくなると最終厚さが小さくなる。ここでは加圧後の厚さのみでなく、圧力分布、荷重に対する発生圧力の直線性、導線のとり出し易さ等の点から Fig. 3 に示すセルを使用した。

2.2 圧力検定

圧力定値として Bi I-II 25.3 kbar, Tl 37 kbar, Bi III-V 89 kbar, Ge 120 kbar, Fe 133 kbar の値(いずれも常温)を用いた。Fig. 3 のアルメル線にかかる圧力を決めることがこの圧力検定の目的であるので、起電力測定の場合と全く同じセル構成により圧力検定をおこなった。0.2φ×0.5 mm の棒状試料を軸に平行に、C, E 点又は D 点にそう入し、同じ太さの銅線を導線とし、4 点測定法によりその電気抵抗の変化を測定した。測定に際して、転移開始点をその圧力とした。Fig. 3 の C, D および E 点について荷重に対する圧力の関係を示したものが Fig. 4 である。中心部(D 点)では上下の端(C, E 点)より 10% 程度圧力が高い。また、このセルでは、100 kbar を越えるあたりから荷重に対する圧力上昇の鈍化がみられる。

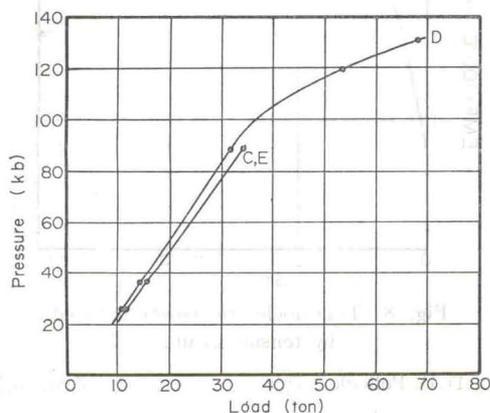


Fig. 4 Pressure calibration.

2.3 実験方法

Fig. 3 の ABCDEF の径路に沿ってアルメル線を通し、冷接点接続器を通したのちその出力を 1mV 記録計で記録する。加圧および減圧には充分時間をかけ、準静的条件で測定をおこなった。

上下アンビル面上、とくに圧力勾配の最も大きい部分に少しでも温度差があると誤差の原因となる。Bundy の Belt 装置にくらべてわれわれが使用した Opposed Anvil はこの温度の均一性が良いであろうということがねらいの一つであるので、これを確かめるため熱電対に

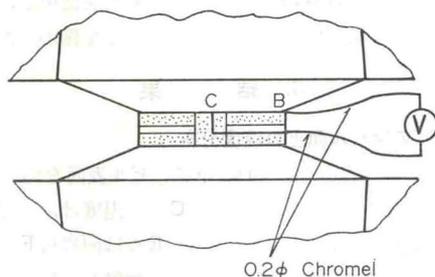


Fig. 5 Temperature measurement of the anvil surface.

より、アンビル表面の温度分布を直接測定した。Fig. 5 に示すようにアンビル面の WC にクロメル線を点接触させることにより BC 間の温度差を測った。なお、WC-クロメル熱電対の出力較正には Trigger[®] らの結果を使った。

一般に固体圧の装置、とりわけ Opposed Anvil においてはセル内のせん断応力が大きいために試料に塑性ひずみを与えるので、塑性ひずみの熱起電力への影響についても測定することが必要である。加工ひずみの影響についてはすでに D. D. Pollock⁷⁾ らの報告があり、アルメル線を 0°C で、20% 面積減少するよう引抜きをおこなった場合 100°C に対して約 -3μV の出力変化をみとめている。しかし、この実験ではアルメル素線に圧縮ひずみを加えているので、引抜き実験の結果をそのまま参照することはできない。そこで別にアルメル線の引張りおよび圧縮試験をおこない、その熱起電力の変化を測定した。

引張り試験は直径 1 mm の完全に焼鈍したアルメル線の両端を Instron 型引張試験機により、引張ると同時に上下の荷重点に小さな湯浴を置き両者に 80°C の温度差をつけ、その出力を測定した。

圧縮の影響試験は Fig. 6 に示すごとく、直径 2.3 mm φ 長さ 29 mm の焼鈍されたアルメル線をプレスにはさみ長さ 17 mm まで軸方向に圧縮し、未加工アルメル線との熱起電力を測定した。これらの測定に使用したアルメ

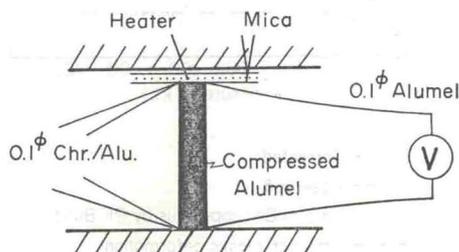


Fig. 6 Scheme for measuring the thermoelectric power under compression.

ル線はすべて Hoskins 社製の同一製品を使用し、未加工状態の熱起電力は全く無視できることを確かめた。

3. 結果

3.1 アンビル面上の温度分布

上アンビル表面を約 70°C, 下アンビル表面を約 -30°C にしたとき, 上アンビルの中心 C 点の温度は, 周辺部 B 点より 2°C 低く, 下アンビル中心 E 点は同周辺 F 点より 2°C 高温であった。これは主として加熱および冷却の熱源位置の違いによるものと考えられる。この温度差は圧力を変化させてもほとんど変化しない。

3.2 アルメル線の熱起電力の圧力効果

高圧下と常圧下においたアルメル線の間で熱電対を作り, 冷接点を -30°C (下アンビル), 温接点を +70°C (上アンビル) としたときの熱起電力の圧力依存性を温接点側の出力を正として Fig. 7 の破線に示す。これは 4 回の独立した測定の平均値を示したもので, その平均偏差は全圧力範囲にわたって $\pm 2.5\%$ である。圧力を上げて測定したのち, 再び常圧にもどしても起電力は 0 点に復さない。これはアルメル線の圧縮による塑性変形の影響と考えられるが, この 0 点からのずれは, その実験の最高圧力の関数となる。Fig. 7 の 2 点鎖線に示すように, この値はほぼ 25 kbar まで圧力に対して直線的に増加し, 約 10 μV となり, これ以上圧力を上げてこの値はほとんど変化しない。この効果を塑性変形の影響と考

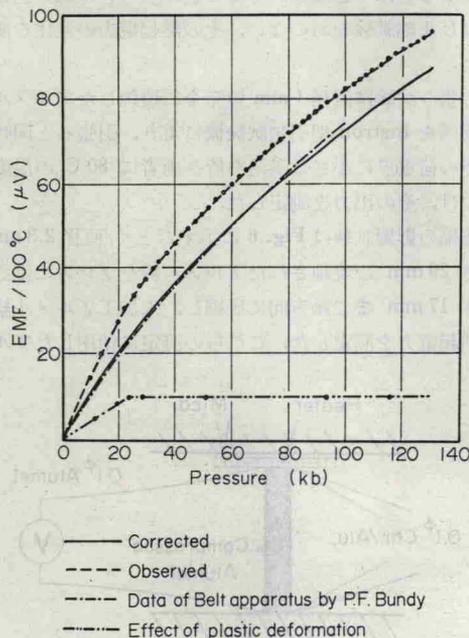


Fig. 7 Pressure vs. thermal emf of the alumel wire.

え, 上に述べた観測値から引き去つたものが Fig. 7 の実線である。これらの補正をおこなつた結果 50 kbar において 43 $\mu\text{V}/100^\circ\text{C}$, 100 kbar において 72 $\mu\text{V}/100^\circ\text{C}$ と F. P. Bundy の結果とよい一致をみた。最高圧力 130 kbar では 88 $\mu\text{V}/100^\circ\text{C}$ となり, Bundy の 100 kbar までの値を外そうとしたものより約 3 μV 低くなつたが, この差は測定誤差の範囲内にあると考えてよい。容積型の高圧力装置の一つである Belt 装置と, 圧力セル内部の圧力分布が不均一で, 内部のせん断応力が非常に大きいと考えられている Opposed Anvil 装置によつて得られた結果が, このような, 塑性変形による熱起電力の変化を修正することによつてよい一致をみたことは興味深い。この実験においては, 加圧減圧ののちの 0 点移動の程度は, 加圧時の最高圧力の関数として, きわめてよい再現性を示した。

3.3 塑性変形による起電力の変化

アルメル線の引張り変形による熱起電力の変化を加圧度の関数として表わしたものが Fig. 8 である。この結

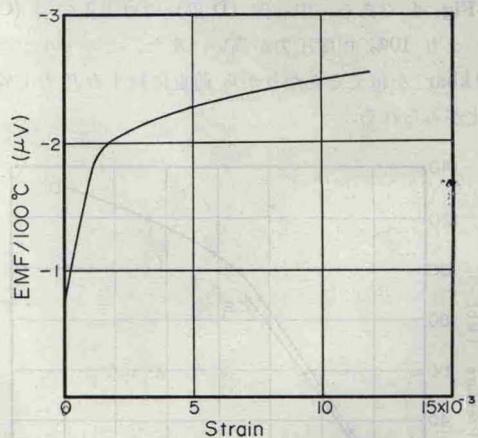


Fig. 8 Thermoelectric power induced by tensile strain.

果は D. D. Pollock の結果と定性的に一致するが, 前節の加圧による 0 点移動とはその符号が逆であり, その大きさも小さい。Fig. 9 に圧縮試験による結果を示すが, その出力は期待通り引張り試験と逆符号で, -0.41 のひずみで 34 $\mu\text{V}/100^\circ\text{C}$ である。加圧中 Fig. 3 のセル内で, C, E 間のアルメル線のひずみが定量的にどの程度であるか不明であるが, 中心圧力 40 kbar まで加圧した時のセル厚さの変化から求めた軸方向の圧縮変形は -0.47 で, この圧縮試験によるひずみとほぼ同程度である。しかし, これは圧力媒体である Pyrophyllite の軸方向の変形であり, これがそのままアルメル線の変形と一致するとはいえない。したがつて, この効果の最もよい補正法は, 前節でおこなつた加圧後の 0 点移動量を