



第7図 電極の取り付けの要領図

のは、圧力伝達物の液体として何を選ぶかということである。もちろん、原理的には粘性のない液体が理想である。しかし実際は液体は粘性を持っており、その粘性は圧力が高まるほど、また温度が低くなるほど大きくなる。一般にいえることは、粘性が小さいほどパッキングは困難であるが、圧力の伝達の時間的おくれは少ない。粘性が大きくなると、逆にパッキングは楽になるが、圧力を加えて一定の静水圧に達するまでの時間が長くなる。つまり、圧力の伝達は前者ではうまくいくが、後者ではうまくいかない。このようないわゆる緩和現象には、連結パイプの長さとその内径の大小なども関係してくることはいうまでもない。

筆者らのところでは、現在のところ伝達液としてエチルエーテル、石油エーテル、ケロシン(燈油)、絶縁油(トランス油)などを使用している。ちなみに資料によると、常温でのケロシンの粘度は0.02ポアズ、絶縁油のそれは0.18ポアズ以下となっている。さて、以上の伝達液の選択条件であるが、これは今述べた粘度だけではない。圧力をかけるということ自体からみれば、粘度よりもむしろ実験する温度の方が重要な因子である。といってもそれぞれの液について適確に使用可能温度範囲を示すことは難しい。おおまかにいうと、使用温度範囲は、上記の順に高温側にうつる。

しかしながら上記の液体のいずれも、筆者らの実験温度範囲の最高温度である400°C付近では、使用できかねる。それは、試料容器に入れたこれら液体のふつと、さらには引火などが起こるからである。このため、筆者らは伝達液としてシリコン油を用いている。ただしシリコン油は粘性が大きくてパイプ内の伝達が

難しいので、試料容器のみに入れ、試料容器にくるパイプならびに増圧器部には絶縁油を用いている。参考のために記すと現在使用しているシリコン油は東芝TSF 433で、30°Cにおける粘性は約4ポアズである。

さて低温になると、液体の粘性は高まり、ついには固化する。そうなると水を凍らして圧力を得る、いわゆるice bomb式になるのでそれが完全なる静水圧であるかどうか疑問になってくる。

以上総合すると、筆者らの実験可能な温度範囲の下限は、現在のところ圧力伝達液が液体状態を保ち得る限界で決まることになる。一方上限は、上に述べた条件もあるが、実際には、高温における試料容器の強度(高温脆性)、パッキング、電極の絶縁、リード線結合の半田の融点などの諸条件の限界で決まるわけである。こんなわけで、筆者らの実験可能な温度範囲は、最初に述べたように-130°Cから400°Cまでとなっているのである。

§2. 圧力測定

以上で試料に静水圧を加え高圧下での測定にとりかかれる手はずが整ったことになる。しかし、ここに今一つ重要な問題がある。それは、試料に圧力が加わった場合それが一体いくらかの圧力であるのかを知らなければならぬのである。つまり圧力の測定法、いい換えればどんな圧力計を用いるかということである。

一般に圧力を測定する際には、一体どんなゲージを用いるか、そして圧力の基準をどうするかが問題になる。

2.1 マンガニンゲージ: 液体圧の場合の圧力測定にはマンガニン線の電気抵抗の圧力依存がよく利用されている。筆者らもこのマンガニン線を圧力ゲージとして採用している。その理由は、マンガニン線は経験によると、十分よく焼鈍しておくとも1.5万気圧ぐらいまで電気抵抗が静水圧に比例してかわり、しかも可逆的であるからである。筆者らはコイル状の束にしたマンガニン線を120°Cで10時間真空焼鈍したものをゲージとして用意している。そしてこのゲージの一端を、第7図(b)で見られるような形の電極プラグ(ゲージプラグ)の先端の電極に、そして他端をプラグ自身に接続して第1図に示したシリンダのプラグP₂の位置に嵌めている。1.5でも述べたように、あまり大きい粘性の圧力伝達液を用いると、場所、場所間の圧力差

が取り除かれるまでかなりの時間がかかるので、この P_2 の位置でのゲージの示す圧力が必ずしも試料容器内の圧力でないおそれがある。したがって、そのようなおそれのあるときには、今一つのゲージを試料容器内に取り付けて、双方で圧力の差がないかどうかを確かめておかねばならない。なおゲージプラグの先端には第 7 図 (c) のような、穴を沢山あけたキャップをかぶせておく。このキャップは、急激に減圧すると、時には液体の急膨脹によってゲージがシリンダー内に引きもどされて切れることもおこるので、それを防ぐためのものである。

ゲージによる圧力測定はゲージの抵抗変化の測定であるから、ゲージプラグからリード線を取り出し発生器から離れたところで行なう。そのときの抵抗測定のためのブリッジ回路が第 8 図 (a) に示してある。ここで R_G はマンガニン線ゲージ ($\phi=0.08$ m/m で約 110 Ω)、可変抵抗 R_H は slide wire として $\phi=0.6$ m/m の別のマンガニン線 (約 2 Ω) を数回ドラム状に巻いて potentiometer 式にしてある。圧力の値は、反照検流計 G で零位法により求めたドラムに目盛 (ゲージ目盛) した R_H 抵抗から換算して求める。なお R_1 , R_2 は固定抵抗, R_B は箱抵抗であり, R_1 , R_2 の比を適当に取ることにより感度を高めている。

以上述べた圧力ゲージは、単に圧力を測るだけでなく、圧力漏れを知るのにも役に立つ。筆者らは少なくとも約 30 気圧ぐらいまでの漏れは、ゲージの抵抗変化の様子からつきとめている。しかしこの程度の弱い漏れの箇所をつきとめることは大変難しい。こうなると経験によるより他に手はない。なお圧力漏れについての一般的注意については後ほど述べる。

2. 2 圧力較正: 上で述べた圧力測定で最も重要なことは、圧力の基準点すなわちゲージ目盛の基準点を、基準圧力に対し較正しておかねばならないことである。この基準圧力としては通常 0°C 水銀が凝固する圧力が採用されている。以下較正の手順について説明する。

まず第 2 図のような試料容器を用意する。次いで試料としての水銀は第 8 図 (b) に示したような、一方に白金の電極をもつ U 字閉管 (内径 1.5~2 m/m, 長さ 10~20 m/m) に封入して、試料容器内に取付ける。もちろん容器もろとも水銀は 0°C に保つ。そしてそのうち、既知の基準圧力の前後の圧力範囲で圧力を変えて水銀の電気抵抗を測定するのである。なお、一番最初

に較正を行なうときには、加えた圧力の値はまだわかっていないわけであるが、大体の目安は油圧ジャッキの圧力計の目盛で判断する。(3. 操作の項参照)

さて圧力を高めていく過程で水銀は凝固する。この相変化は第 1 種であるので、相変化に伴う抵抗変化は増圧、減圧の過程で履歴を示す。第 8 図 (c) は実際の測定結果のグラフの形を描いたものである。縦軸が水銀の抵抗、横軸が同図 (a) の抵抗 R_H でこれは圧力に比例している。ここで注意しなければいけないことは、較正の精度を高めるにはこの履歴をできるだけ小さくして増圧、減圧両過程での変態をなるべく近づけるようにすることである。そのためには増減圧の操作を、できるだけゆっくりやらねばならない。また同図 (c) に見られるように凝固圧での抵抗の変化は急激におこるからランプスケールの読みにも注意せねばならない。

以上のようにして得られた増圧、減圧両過程での横軸の値の平均値を基準圧力と決めるのである。こうして一旦基準圧力との較正ができれば、抵抗は圧力に対して直線的に変わるから、圧力とゲージ目盛との較正直線が得られる。 0°C での水銀の基準圧力として信頼されうる最近の報告値は 7565.4 ± 3.7 bar, 7569.2 ± 1.2 bar, 7571.0 ± 1.2 bar などである。

なお、参考のために第 8 図 (b) に示したような U 字管中への水銀の封入法について述べておく。それにはまず第 8 図 (d) に示すように水銀溜をもち一端を同図 (b) のように U 字形にしたガラス管を作る。次ぎに水銀溜に水銀を入れ、他端から真空引きを行なうと、容易に水銀を U 字管部に流れ込ませることができる。しかしそのさい、きれいな水銀ときれいなガラス管を使うことが肝要である。またきれいな水銀を使うことは、第 8 図 (c) での抵抗の測定点がばらつかないためにも必要である。

§ 3. 操 作

最後に装置の実際の操作について第 1 図の構成図と、高圧発生部の写真とにより、手順を追って説明しておくことにする。写真は第 1 図と対応させればおわかり戴けると思うので各部の名称は示してない。

(1) 第 1 図で試料容器の増圧器に通じるパイプのプラグ P_4 をはずしておく。そのさい試料はすでに挿入固定しておく。(2) M プラグを嵌めた plunger P をシリンダー穴に挿入し、その先端がプラグ P_1 のプラ