

実験技術

高圧実験技術 I 純静水圧実験

辰本英二・藤原 浩・岡本哲彦

Eiji Tatsumoto, Hiroshi Fujiwara and

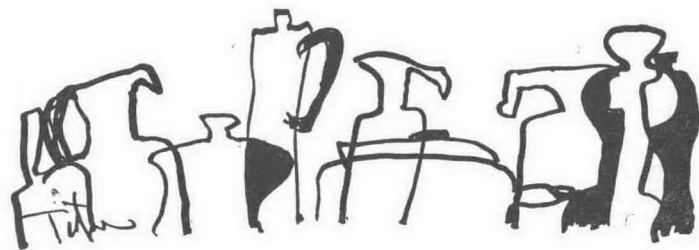
*Tetsuhiko
Okamoto*

昭和42年9月

September 1967

日本物理学会誌第22巻第9号別刷

MAY 5 1972



実験技術—XX—

高圧実験技術 I

—純静水圧実験—

広島大理 辰 本 英 二
 広島大理 藤 原 浩
 広島大教養 岡 本 哲 彦

高圧下の物性研究では、それが静水圧下で行なわれるのが最も望ましいことである。しかし主として技術的な面からの制約があってあまり高い圧力は得難い。筆者らのところでは、いわゆる Bridgman 型上押ピストン・シリンダーを自作して、液体圧縮法により最高 1.5 万気圧、常時 1 万気圧の圧力下で -130°C から 400°C までの温度範囲で実験をしているが、その技術には独特なものがあるので、できるだけ具体的に説明をしてみたい。

さて高圧実験の主要な作業は、静水圧といなどを問わず、どのようにして圧力を発生し、どれだけの圧力が試料に加えられたか、すなわち高圧発生と圧力測定とにある。

§ 1. 高 圧 発 生

筆者らのところの静水圧装置は、第 1 図 (1), (2), (3) の如く、原理的には (1) 静水圧発生装置 (generator), すなわち可動ピストンプランジャー (piston plunger) P を、油圧ジャッキ O によりシリンダ C の穴の中を動かし、圧力伝達物である液体 L を圧縮して圧力を高める増圧器 (pressure intensifier) (このためピストン・シリンダー方式と呼ばれている), (2) 実験試料 S を入れて高圧がかけられる高圧試料容器 (pressure bomb), (3) 両者を連結するパイプ, の 3 部分から構成されている。このように generator と

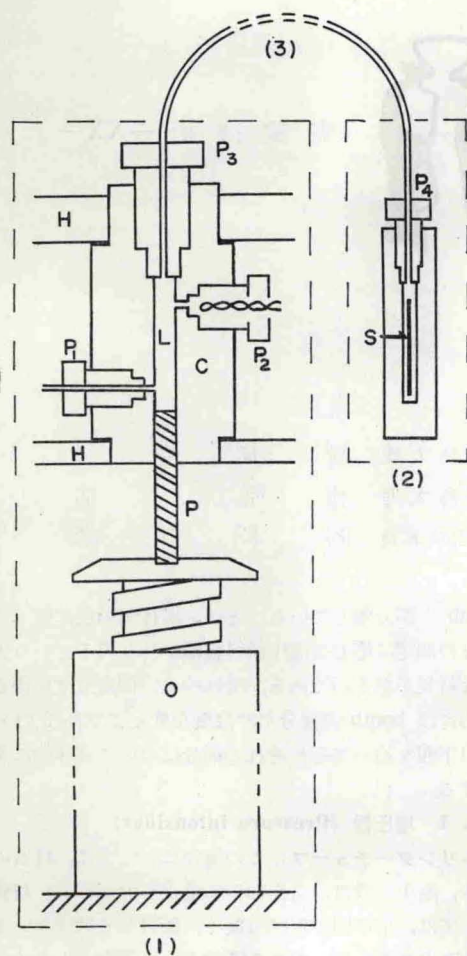
bomb とが分離していることが、固体圧縮法に較べて種々の測定に応じて高圧試料容器が作り得るという大きな特長があるのである。それゆえ、測定温度を得るためには bomb の部分だけ温度を変えてやればよい。

以下順を追ってそれぞれの部分について具体的に説明する。

1. 1 増圧器 (Pressure intensifier)

シリンダーチューブ: この製作については、材質の吟味、耐圧の設計、工作加工に重点がおかれる。材質としては、単に固いだけでなく、破裂して飛ばないように粘りのあるもの、つまり降伏点と抗張力が大きく、さらに両者の差が大きいものが望ましい。そうした材料として、筆者らは構造用合金鋼の中で、ニッケル・クロム・モリブデン鋼 SNCM を用いている。なお初期には JIS 規格で 9 種を用いていたが、現在はもっとよい 26 種を用いている。資料によると 26 種の降伏点は 120 kg/mm^2 , 引張り強さは 133 kg/mm^2 である。設計上特に留意すべきことは、応力集中を少なくすることである。

たとえば、局所的に応力が加わる部分を互に遠ざけることもその一つで、第 1 図でプラグ P_2 とプラグ P_3 を嵌めるシリンダーのプラグ穴の間隔をあまり狭くしないことなどがそれである。工作加工上では、シリンダ穴内面の仕上に留意すべきで、まずなによりも切削傷をつけてはいけない。次いで摩擦を小さくし、後に



第 1 図 高圧装置構成図

- | | |
|--------------------------|---|
| (1): 発生器 | P ₂ : 圧力ゲージプラグ |
| (2): 高圧試料容器 | P ₃ , P ₄ : 連結プラグ |
| (3): 連結パイプ | S: 試料 |
| P: 油圧ジャッキ | L: 圧力伝達液 |
| O: ピストンプランジャー | H: 支え板 |
| P ₁ : 補助圧縮機より | |

述べるパッキング用ワッシャの損傷を防ぐためにも十分なラッピング仕上をしておく。さらに、第 1 図に見られる如きシリンダー穴内の隅や角の部分には、応力集中をさけるため、R 付き、面取を行なしておく。

以上のように細心の注意を払って製作したシリンダーの最終的な耐圧性能を決めるのは熱処理である。このためには材質に応じた処方にしたがって行なえばよいのである。しかしシリンダー穴(内径 12 m/m)の焼

入れが特に難しいことと、シリンダー自身が大きい(外径 108 m/m、高さ 212 m/m)こととで、整備された、しかもかなり大型の熱処理設備を必要とする。したがって筆者らは止むを得ず専門家に依頼した。しかしそれでも何回か失敗した。結局この焼入れは、ポンプによって焼入油(菜種油)をシリンダー穴内に噴射して冷却速度を高める方法を採用することにより成功した。なお、この場合の焼入れは 870°C、1 時間より油入れした後、200°C、2 時間の焼戻をしている。こうした熱処理効果の目安としての硬度を、筆者らは RC 45 においている。

実際に何回も圧力を発生させることを繰返しているとき、シリンダー穴の内径が多少膨んできて圧力漏れの原因ともなる。それを防ぐためあらかじめ、より高圧がかかる方向(第 1 図では穴の上部)に向って、こころもち内径が小さくなるように勾配をつけておいた方がよい。それでも圧力を発生させると局部的に膨むことがあるので、筆者らは内孔研磨盤でそれを直している。これまでの最高の膨らみは 12 m/m の内径に対して 0.3 m/m であったが、大体 0.1 m/m ぐらいになったらそれを取り除くようにしている。

ピストンプランジャー: 圧縮用ピストンプランジャーで重要なことは、圧力をかけていくとき曲がらないことである。それゆえ、折れる危険性はあるが、硬度を RC 55~60 と固いものに仕上げている。材料としては、SNCM 9、または固いが脆い特殊鋼に属する高炭素クロム軸受鋼 SUJ 2 をも用いている。

なお、圧力伝達液を圧縮していく際、液の量を少なくしてピストンのストロークが短くてすむようにするため、第 1 図には示していないが、シリンダー穴の上部にスペイサーを挿入して、その部分の空間を埋めている。

1. 2 高圧試料容器 (Pressure bomb)

高圧試料容器(以後試料容器と書く)の材質、設計、工作に関する基本的な注意は全くシリンダーチューブの場合と同じである。しかしながら、先きにも述べたように、筆者らの実験の一つの特長は種々の測定に応じた試料容器が作れることであり、したがって個々については、それぞれの実験目的に応じた設計と材質の選択をしなければならない。

一般実験用試料容器の材料は、シリンダーチューブにも用いた構造用合金鋼である SCM 3 があげられる。

しかし、磁性実験用としては、非強磁性材料でかつ相当な硬度が得られる Be-Cu 合金が一般に用いられている。ただしこの材料は後にも述べるように硬度が 310°C 以上になると落ちるので、このぐらいの温度以上ではステンレスが適当である。

試料容器、先きに述べたピストンランジャー、ならびにその他の小さい部分品の熱処理はすべて自分らの手で行なっているが、特に Be-Cu 合金では折出硬化処理に留意する必要がある。この処理はもちろん処方せんにしたがって行なうのであるが、得られる硬度は熱処理時間、特に処理温度に敏感で 310°C で最大

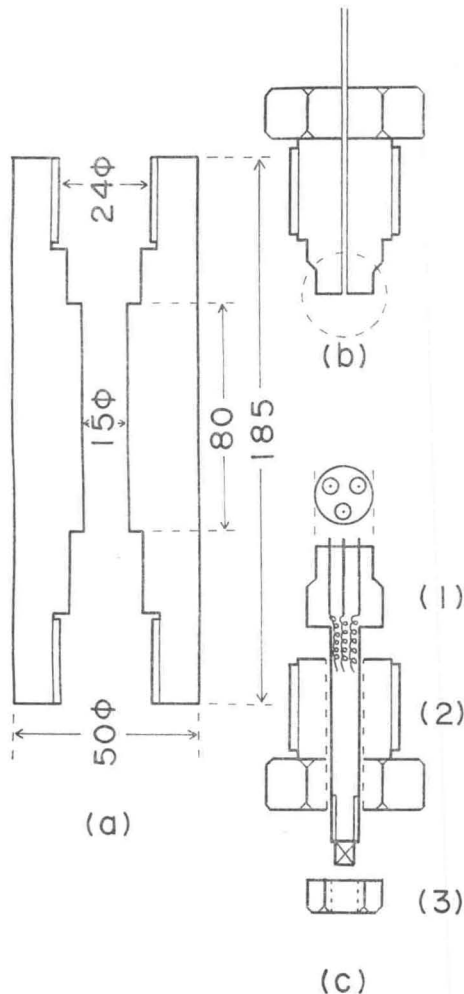
値を取る。そのため処理材を一様な温度に保つことが大切で、材料を多量のマグネシアで包んで恒温炉中で行なっている。処理時間は 2 時間である。

試料容器について筆者らの目安としている硬度は、材質によるが、一応 SCM, Be-Cu, ステンレスでそれぞれ RC 45, 40, 30 ぐらいである。

第 2 図は、筆者らの用いている試料容器の形状と構成の例として、電気的な測定をするために製作した Be-Cu 製の円筒状の試料容器を示したものである。なお、ここに示した大きさ(単位 m/m)は、筆者らの用いている試料容器としては大型に属する。順を追って説明すると、この試料容器の本体第 2 図 (a) の上部から、増圧器からのパイプを連結したプラグ (b) を嵌め (第 1 図 (2) の部分参照)、下からは三つの電極のついたプラグ (c) を嵌める。プラグ (c) は実際には (1) の型のプラグを先ず試料容器に挿入し、次に中空の支えねじ (retaining screw) (2) で締めつけるのである。試料の交換、ならびに後で述べるプラグの先きに嵌めたバックリング用ワッシャの交換をするさいには、プラグ (1) を取り出す必要がある。(3) のナット (self instructor plug) はその際使用する。すなわち (3) を (1) に締めつけながら支えねじ (2) を引き出すのである。そうでないときには (3) はただ軽くプラグを支えるだけの役目しかしていない。なお、書くまでもないことだが、試料が挿入され圧縮液体が詰められる部分は試料容器本体 (a) の真中、内径 15 m/m、長さ 80 m/m の部分である。

ある種の磁性実験では、電磁石の磁極の間に恒温槽を取り付け、その中に試料容器を設置するため、試料容器はかなり小型であることが要請され、たとえば内径 5 m/m、外径 15 m/m、長さ 109 m/m のものをも作っているが、それで十分 1 万気圧に耐えている。

このような耐圧の問題は、試料容器内で圧力がかかる部分の内径と外径との比にも関係する。そしてその比が大きいくほど優れていることはいうまでもない。しかしながら必要なその比を計算で求めるのはそう簡単ではない。普通経験に頼っているようである。筆者らの経験によると、この比をいくらにとるかを決めることは、試料容器の形状により場所場所ので違うので大変やっかいである。しかし 1 万気圧ぐらいまでは、経験によるといづれの部分を取ってみてもその比が 2.5~3.0 ぐらいであれば良いようである。したがって設計

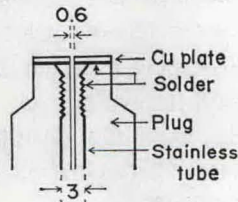


第 2 図 高圧試料容器

にあたっては、いずれの部分を取ってみても、その比があまり小さくならないように注意すればよく、この寸法比よりもむしろ大切なことは、すでに述べた材質の選択、工作加工、熱処理などに留意することであると思われる。

1. 3 連結パイプ

第1図にも示した如く、増圧器と試料容器とを連結し圧力伝達液を通して圧力を試料に伝えるためのパイプには、輸入したステンレスチューブ(内径 0.6 m/m, 外径 3 m/m, 耐圧 2 万気圧)を用いている。この連結で問題となるのは、チューブと、増圧器ならびに試料容器それぞれのプラグ(第1図 P_3 , P_4)との結合を、高圧にも十分耐え得るようにすることである。第3図はその要領を示したものであり、第2図のプラグ(b)で点線で囲んだ部分を詳しく描いたものである。先ずねじ切りしたチューブをプラグ頭に嵌め、その部分に半田を流した後、チューブの上部を小さいハンマでかきめ、さらにその部分を覆うように薄い銅板を半田づけしておく。最後に、チューブの穴の部分にあたる場所の銅板に穴をあけて完了する。



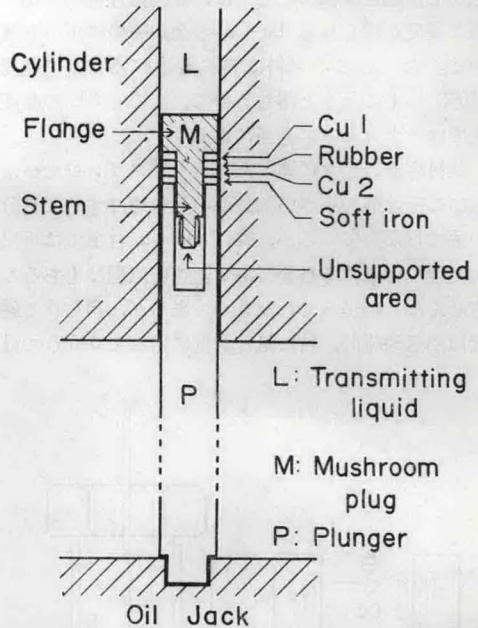
第3図 パイプの連結の要領図

以上で高圧装置の三つの主要構成部分である増圧器、高圧試料容器、連結パイプの説明がすみ、原理的には試料に圧力がかけられる準備ができたのである。しかし実際には、圧縮された液体が漏れないようにしなければいけないし、同時に圧力伝達液の選択の問題もあり、いずれも重要であるので以下具体的に説明する。

1. 4 プラグとパッキング

圧力伝達物である液体が漏れないようにする、すなわち液の密封、ためには、すでに述べてきたようなそれぞれのプラグ部におけるパッキングを完全にしなければいけない。このためには、各プラグ部の設計にあたって有名な **unsupported area** の原理にしたがうことである。

Mushroom 型プラグ: 先ず第1図のピストンブラ



第4図 ピストンプランジャーとシリンダーとのパッキングの要領図

ンジャーとシリンダとの間のパッキングを、第4図で詳しく説明する。第4図で斜線を施したMなる部分から分かるように mushroom の形をしており、そのため mushroom プラグと呼ばれている。これとシリンダ穴とのパッキングはMプラグの stem の部分に次の順序で輪板状のワッシャを嵌めることによって達成される。すなわち、先ず、半田を片面に塗った銅のワッシャ Cu 1 を、その半田面がMプラグの flange に接するように嵌める。次いで図の如くゴム、銅 (Cu 2)、軟鉄のワッシャを順次嵌めこんだ後、図のように中ぐりした plunger に挿入する。肝心なことは、このように挿入したさい、stem の先端が図のように plunger の穴の中で浮くように設計しておくことなのである。その結果Mプラグは plunger によって全面的に下から支えられるのではなくして、stem の部分だけ自由になっているのである。これが **unsupported area** なる言葉の由来である。このため plunger を下方の油圧ジャッキ(第1図参照)により押し揚げて、上部の圧力伝達液 L (pressure transmitting liquid) を圧縮させると、圧縮液体内の圧力よりも強い圧力がワッシャに働き、したがってワッシャは流動変形し (plia-

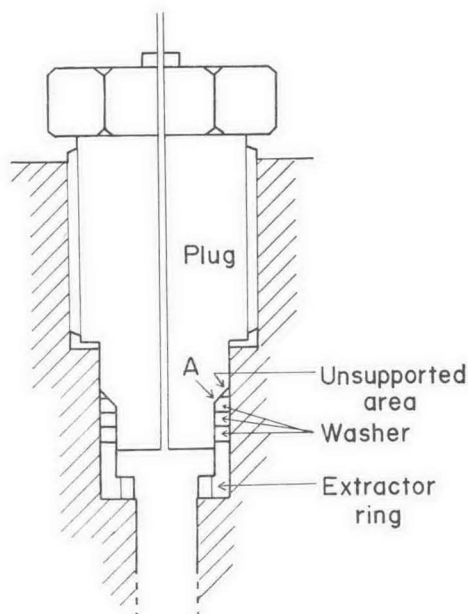
ble) ぴったりとシリンダ穴の内壁にも密接してパッキングの役目を果すのである。

ところがあまり強くワッシャに圧力がかかると、ワッシャが流動してしまいパッキングの用をなさなくなることもある。そうなるとワッシャの材質が問題になってくる。ワッシャの材料としては、圧力の低い領域から高い領域までの広い圧力範囲で有効であるものが望ましいのだが、低い領域で有効な材料は圧力が高くなると押し出されて (squeeze out) 駄目になる。それで軟い材料と固い材料のワッシャを組み合わせることを考えたのであって、上に述べたワッシャの順序はこれにしたがったものである。

以上のワッシャのうちゴムについて少し説明しておく。ゴムワッシャはその外径をあらかじめシリンダ穴の径よりも大きめに作っておき、摩擦を小さくするため油になじませた石墨の粉を塗ってMプラグにはめる。しかる後に油圧ジャッキにより plunger を押し上げてシリンダ穴内に挿入していくとき自然切断させればよい。しかしゴムは最初の低圧時でのパッキングの用しかなさないので、自然切断のさいシリンダ穴よりも小さく切れてはいけぬ。そのためには plunger はゆっくり上昇させないといけぬ。うまくいくと、相当な回数Mプラグを上げたり下げたりしても十分パッキングは保たれ、繰返し加圧することができる。

Mプラグの材質が軟いと、ワッシャを嵌めた部分の stem が締めつけられたように細くなって切れることがある (pinching out)。それゆえMプラグの材質の選択と焼入れには特に注意しなければいけぬ。筆者らは、材質はシリンダと同じものを用いている。なお、第4図に示すようにMプラグ stem の先端をねじ切りしておくが、これはシリンダ穴からプラグを引き抜くためのもので、これについては後ほど述べる。

一般プラグ: 第1, 2図にも示した如く、増圧器、試料容器にはそれぞれの用途に応じたプラグが用いられている。しかしパッキングの要領はいずれの場合も unsupported area の原理によっている。そしてパッキングには普通 Pb のワッシャを挟んで Fe, Fe の組み合わせのワッシャを用いている。磁気測定用試料容器の場合には Fe ワッシャの代りに Cu のワッシャを用い、約 150°C 以上の温度での測定の場合には、Pb ワッシャの代りに約 550°C で焼鈍した Al のワッシャを用いている。なおこの Al のワッシャは約 400°C ぐら



第5図 一般プラグのパッキングの要領図

いまでは十分使用に耐えている。

第5図はこれら一般プラグのパッキングの要領を示したものである。すなわち、今述べた組み合わせのワッシャを嵌めたプラグを、増圧器なり試料容器なりに締めつけると、第5図に示したワッシャの中、一番上のワッシャは、斜めに作られたプラグの部分にそって、Aの形状に流動変形しその部分でプラグにぴったりと接触する。しかしプラグにはそれでもなお接触しないで残る部分がある。この残った部分が、前述の unsupported area なのである。プラグのAの部分を図のように工作してあるのは実はこの unsupported area の原理を適用するためのものである。

Mプラグのところで、パッキングが巧くいくと相当な回数加圧を繰り返すことができると述べたが、これは一般プラグについても同様である。しかしながら、全般を通じてパッキングの失敗、試料の交換、実験の一段落といった場合にはこれらプラグを引き抜く必要がある。こうして一旦引き抜いたときには、ワッシャの流動変形はかなりひどく、それを再使用することは難しい。したがってワッシャはその意味での一回きりの消耗品なのである。

さてこのワッシャを交換するさい、プラグを抜いて

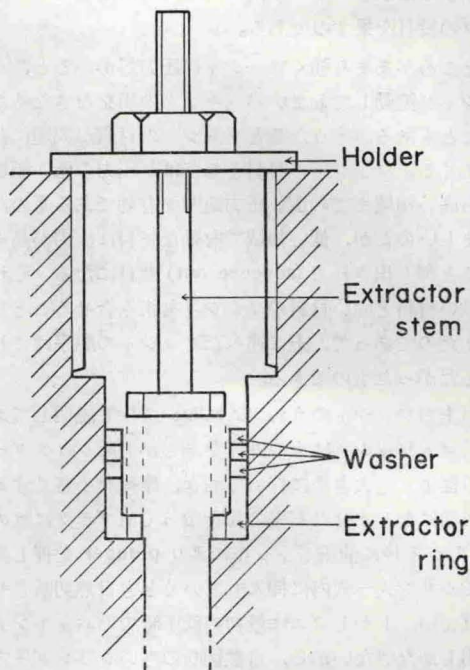
もワッシャは流動変形しているため増圧器，試料容器などのプラグ穴の底の内壁にびったり強くくっついて残される場合がほとんどで，簡単には取りはずすことはできない。したがってワッシャを引き抜くための器具を別に準備しておかなければならない。この器具を引き抜き器 (Extractor) と呼び以下に説明する。

Extractor: 今述べたように，圧力を加えること自体とは直接には関係のないものであるが，高圧実験を進めていく上でなくてはならない大変重要なものである。そしてその操作もそれほど簡単でもなく十分要領を心得ておくべきものだと思う。

まず一般プラグの場合には，プラグのみは取りはずせるがワッシャはプラグ穴の底に取り残されることは先きに述べた。そこでこれを引き抜くために，あらかじめプラグ穴の底に，第5図に示したような内側にねじ切りしてあるリング状の引き抜き環 (extractor ring) を入れておく。ワッシャはしたがってプラグとringに挟まれて締めつけられるのである。第6図はextractor使用の要領を示したものである。すなわち，プラグをはずしてもワッシャはringと共にそのまま取り残される。そこで，雄ねじを切った extractor stem を ring にねじ込み，プラグ穴よりも大きい外径をもち，stemが通る穴をあけた支え板 (holder) を図のようにあてがい，支え板上からstemに嵌めたナットで締めつけていくと，ワッシャは extractor ring もろ共引き抜かれる。

次に第4図に示したMプラグの場合には，油圧ジャッキを下げると plunger は引き出せるが，今度はMプラグがワッシャのついたままで取り残される。したがってそのときには一般プラグの場合と対応させてみると容易にわかる如く，Mプラグ自身に extractor ring の役をさせねばならない。先きに述べたようにMプラグの stem の先きに図のようにねじが切っているのが，すなわち extractor stem の取り付けのためのものである。したがってこのときの extractor stem には雌ねじが切っている。なお，シリンダー穴の径は小さいので第6図に示した支え板はいらず，ナット自身がその役を兼ねる。

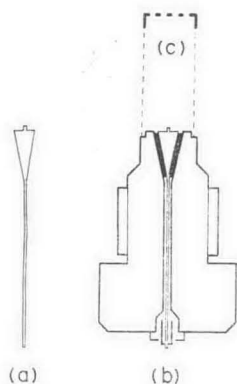
電極プラグ: すでに第2図(c)でも簡単に描いているように，電気的測定にあたり，その電流電圧端子はすべてプラグに取り付けてある。第7図はその取付けの要領を示したものである。このプラグは現在2.1で



第6図 引き抜き器 (extractor) 使用の要領図

述べる圧力測定のためのゲージプラグとして使用している。まずこの図の(a)のように，先きを円錐状にした電極を作り，プラグにもこれに見合った穴をあけておく。次に電極の絶縁のためパイロフィライトで作った鞘を嵌めエポキシ樹脂で糊付けして，さらに同図(b)の如くプラグに糊付けする。この図で黒く塗りつぶした部分がパイロフィライトの鞘で学名を葉ろう石 ($\text{Al}_2(\text{OH})_2\text{Si}_4\text{O}_4$) といって，熱および電気的に絶縁がよい。もちろんこの鞘はそれらの役割の他に，パッキングの役割も果すことはいうまでもない。円錐状にしてあるのは例の unsupported area の原理にしたがうためである。それゆえ，円錐の頂角の大きさが問題になる。すなわち角度が小さ過ぎると電極が飛び出すし，逆に大き過ぎるとパッキングが悪くなる。筆者らの経験によると頂角は $20\sim 30$ 度ぐらいが適当であるようである。いうまでもないことであるが，プラグ自体をアース電極として使うことができる。なお，パッキング，extractor については一般プラグと全く同じである。

1.5 圧力伝達液 Pressure transmitting liquid 液体圧縮法による圧力発生過程で最後に問題になる



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。

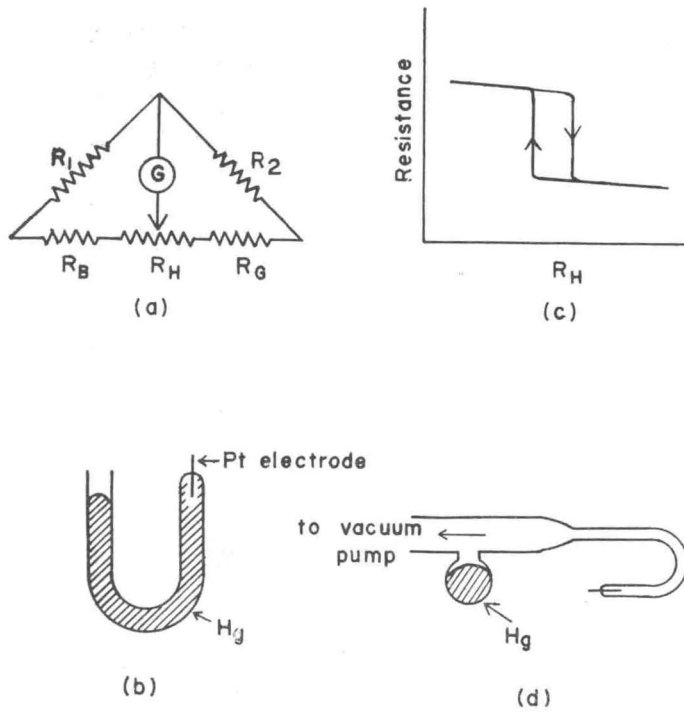
以上のようにして得られた増圧、減圧両過程での横軸の値の平均値を基準圧力と決めるのである。こうして一旦基準圧力との較正ができれば、抵抗は圧力に対して直線的に変わるから、圧力とゲージ目盛との較正直線が得られる。 0°C での水銀の基準圧力として信頼されうる最近の報告値は 7565.4 ± 3.7 bar, 7569.2 ± 1.2 bar, 7571.0 ± 1.2 bar などである。

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



第8図 圧力測定
 (a) 測定回路 (c) 圧力校正の測定
 (b) 水銀試料 (d) 水銀試料の封入

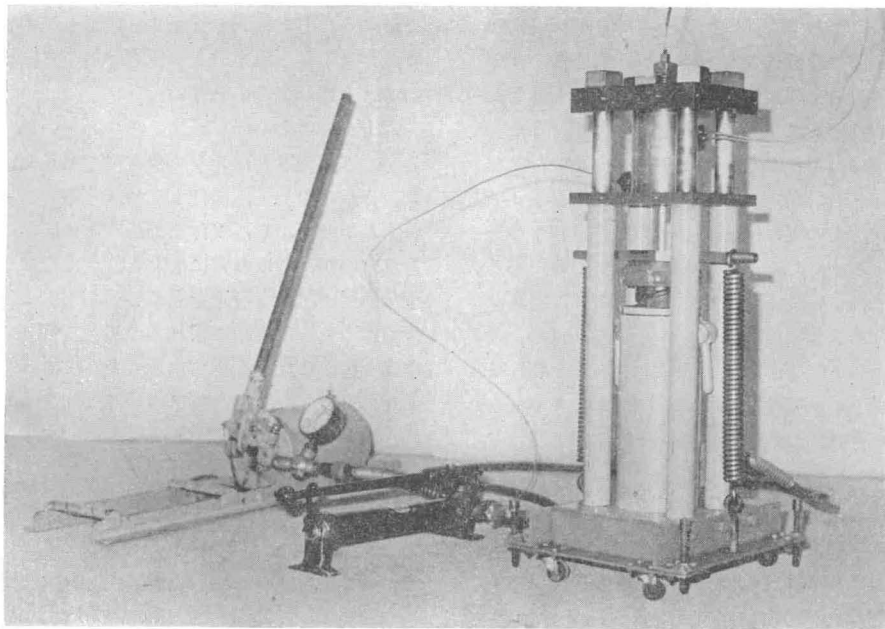


写真 1

グ穴の少し下になるぐらいにし、油圧ジャッキのピストンの位置も合わせる。なお P_1 プラグは補助圧縮ポンプ (写真参照) とステンレスパイプで連結されている。(3) P_1 中を通して補助圧縮ポンプで圧力伝達液をシリンダー内に注入し、シリンダーおよび連結パイプ内の空気を追い出して P_4 より液体をあふれさせる。(4) あふれた液を試料容器に受け、試料容器内に空気が残らないように注意しながら P_4 を試料容器に締めつける。これで各プラグ部のパッキンギが完全であれば全系にわたって液の密封が完了する。(5) 次にこの液を圧縮するのであるが、液体の体積は圧縮されると著しく縮少するから先ず 500~2,000 気圧ぐらいまでは、plunger で押して圧縮するのでなく、補助圧縮ポンプによる液の補充で圧縮する。このときの補助圧の大きさは、補助ポンプの最高圧に依存する。(6) その後の圧縮は、写真にみられるように、シリンダーとポンプが分離している油圧ジャッキ (市販のもので揚量 50 トン、揚程 200 m/m) により plunger を押し上げて行なう。このさい得られる圧縮圧は、油圧ジャッキの圧力に対して plunger の断面積の油圧ジャッキのラムの断面積に対する比だけ (筆者らの場合約 100 倍) 増圧されている。すなわちピストン・シリンダーは増圧器になるわけである。なお 1.1 のピストンプランジャのところでも述べたようにシリンダー穴内上部にスペイサーを挿入しておく。(7) 増圧器の部分は写真にみられるように 4 本の支柱とそれらを通した支え板 (第 1 図 H) によって支えられている。また発生器全体は、移動が便利なようにカスターを取付けた台に取付けている。(8) 増圧のときは、油圧ジャッキを上昇させればよいが、減圧のときにはジャッキの弁を開いてジャッキピストンの自然降下にまつのである。しかし実際にはこの降下は非常におそいので、写真にみられるように 2 本のスプリングバネを取り付け、その助けによって降下させるようにしている。(9) 各プラグ部のワッシャ交換はすでに述べた extractor を使う。(10) 写真には、撮影の都合上発生器と油圧ジャッキのポンプ部、ならびに補助圧縮ポンプは近くに置いてあるが、実際の操作に際しては、発生器を防護壁で囲みポンプの操作はその外側で行う。その上特にシリンダ部のまわりは支え板 H を利用して防護壁を取り付けて二重の危険防止を行なっている。

次に操作に際しての一般的注意についていくつか

述べてこの稿を終わることにしたい。(1) 増圧、減圧の操作: 特に注意すべきことは、それを極めて慎重にゆっくりやらねばならないということである。理由は、すでに述べたこと以外にも、増圧、減圧の過程が早く行なわれるとその際の圧縮、膨脹に伴う液の移動はかなり大きいので、それによって試料を動かし、あるいはそれを歪めることさえ起こるからである。(2) 圧力漏れ: 圧力漏れの多くは、測定に取りかかる前に調べておかねばならない。小さい漏れの箇所は経験によらざるを得ないと 2. で述べたが、その経験によると、増圧器の部分だと M プラグのパッキンギの不良が多い。しかし多くの場合漏れは試料容器のパッキンギの不良からおこる。それゆえビッターとよく合うワッシャを使ってプラグの締めつけは注意深く行なわねばならない。(3) ワッシャの補充: 1.4 の一般プラグのところでも述べたように、パッキンギ用ワッシャは一回しか使えない消耗品であるから常に十分補充しておくべきで、できることなら実験者自身で製作するようにしたい。(4) 装置の点検手入: これらは特に慎重にやるよう心掛けるべきである。例をあげると、増圧器のシリンダー内穴、プラグのワッシャ取付け部、試料容器の内面などに傷をつけないよう、またさびないよう、点検・手入をおこたってはいけない。また試料容器は、圧力をかけることを何回も繰返すと疲労してくるから、時々、平常加える圧力以上の圧力を加えて耐圧試験をやることも忘れてはいけない。

以上が筆者らの静水圧発生についてのあらましであるが、高圧装置製作のための材料も案外安価に入手でき、それらの加工、操作もそれほど難しいものではない。しかしながら、液体圧縮法は気体圧縮法ほどのことではないが、やはり常に危険を伴うものであることを十分念頭に置いて計画を立てるべきである。筆者らの経験によると、実験に慣れてくると、面倒な危険防護は怠り勝ちになる。心すべきことだと思っている。

なお文献としては、特に本稿に関連あるもののうち、代表的なものを挙げておく。

文 献

総合的なもの

- 1) P. W. Bridgman: *The Physics of High Pressures* (G. Bells and Sons, Ltd., London, 1958).
- 2) E. W. Comings: *High Pressure Technology*

- (McGraw-Hill Book Company, Inc., New York, 1956)
- 高圧パッキングに関するもの
- 3) W. Paul and D. M. Warschauer: Rev. sci. Instrum. **26** (1955) 731, **28** (1957) 62.
- 4) W. B. Daniels and A. A. Hruschka: Rev. sci. Instrum. **28** (1957) 1058.
- 高圧ゲージに関するもの
- 5) H. E. Darling and D. H. Newshell: Trans Amer. Soc. Mech. Engrs. **75** (1953) 311.
- 6) D. M. Warschauer and W. Paul: Rev. sci. Instrum. **29** (1958) 657.
- 7) *High Pressure Measurement*: ed. A. A. Giardini and Edward C. Lloyd (Butterworths, Washington, 1963).
- 電極に関するもの
- 8) P. W. Bridgman: Proc. Amer. Acad. **74** (1940) 11.
- 9) A. Abragam and L. Kambe: Phys. Rev. **91** (1953) 894.
- 10) W. M. Walsch and N. Bloembergen: Phys. Rev. **107** (1957) 904.