

特殊な合成実験装置の開発その1

市川 貴之 (工学部技術部第2技術系)

(はじめに)

本実験装置は、数種類の原料物質をドライ雰囲気中で混合し、高温かつドライ雰囲気下で溶解した後、機械的な振動エネルギーを与えて合成反応を起こさせ、さらにその合成反応物質を急冷する事により、ガラス状の合成物質を得る装置である。

本実験装置は、まだ完成された装置ではないが、実験装置開発の試みの1つとして途中経過を発表する。

(実験装置の条件)

合成物質の性質等から本実験装置は、以下の条件が必要であった。

- ①反応物質は、水と反応するので最初から最後までドライ雰囲気中であること
- ②合成反応させる温度は、1000℃以上は必要である。
- ③合成物質は、反応に必要な温度で、カーボン以外の物質と反応するので反応させる容器の材質は、カーボン以外は使えない。又、酸素があるとカーボンが燃焼するので無酸素状態でなければならない。
- ④合成物質をガラス状にするため、1000℃から出来るだけ低温に急冷しなければならない。
- ⑤機械的な振動は、反応を促進させるように適当な振動数であること。

(実験装置の遍歴)

本実験は、初めての試みなので試行錯誤で行った。技術発表会は、その趣旨で「学会発表と異なり失敗例等、実際の技術的な経験交流の場」であるので、出来るだけ実験の経過を追って報告する事とする。

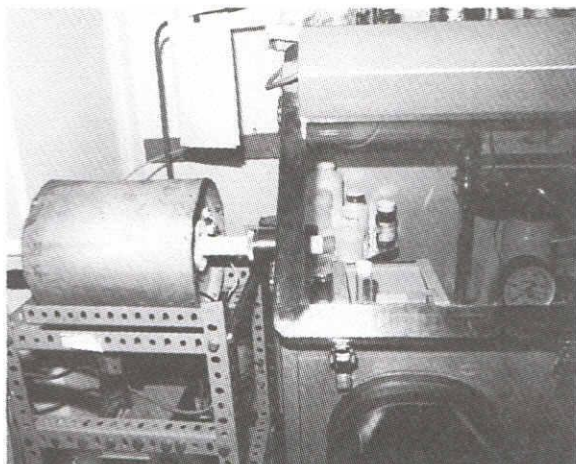
(1) グローブボックス中ですべて行う方法

実験の条件を満たすには、グローブボックス中ですべて行う方法が理想である。

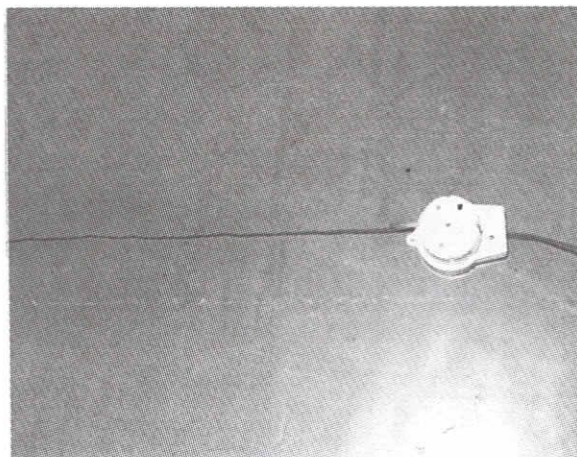
最初に考えたのは、グローブボックスに電気炉を連結して、カーボンボートに試料を入れ、電気炉で1000℃になったときに振動を与え、直ちにステンレスの板の間に、試料を流し込んで急冷する方法である。

左下の写真は、グローブボックス (右側) に電気炉 (左側) を連結した物である。

右下の写真は、試料に振動を与える振動用の機器である。これは、ベルの鈴の部分はずして、針金を付けて改良した物である。グローブボックス中は、アルゴンガス雰囲気になっており、水分と酸素はかなり少なくなっている。試料や実験のための器具類は、あらかじめ、試料導入室で真空引きされてグローブボックスに入れることになる。



グローブボックスに電気炉を連結



振動付加器

右の図は、SUS製の冷却板である。加熱により溶解した試料を板の間に挟んで急冷するものである。

(結果) この方法は、結果としてうまくいかなかった。原因はいくつかあるが最大の原因は、試料を冷却板の上に載せるまでの時間が掛かりすぎ、急冷がスムーズにできなかったことである。

(2) 急冷だけグローブボックス外の液体窒素でおこなう方法。

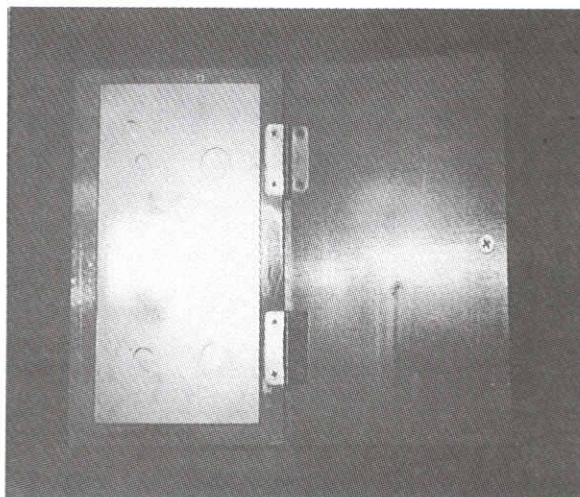
(1)の方法でうまくいかなかったので、急冷をグローブボックスの外でおこなうことを試みた、右はその写真である。グローブボックスに連結している電気炉の反対側(磁製管で連結している)にガラス管を傾斜を付けて連結して、その先端に液体窒素の入ったジュアー瓶を置き試料を急冷する仕組みである。

ガラス瓶を連結する前に液体窒素から出る窒素ガスでパージして空気を追い出す。熱した試料は、瞬時に針金でガラス管の中から液体窒素内に落とし込み急冷する。

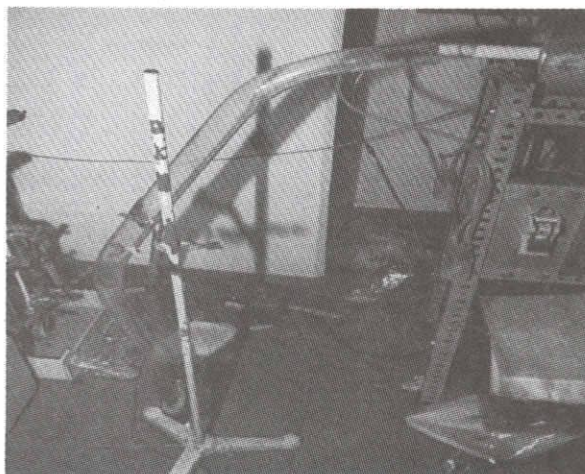
結果として、この方法は以下の点で失敗した。

①試料を、液体窒素の中に落とし込むまではうまくいったが、急冷された試料の回収は、グローブボックスの中でしなければならない、この際、ジュアー瓶にかなりの量の水分が付いており、しかも低温になっているので水分を飛ばすことは不可能であった。②この方法の致命的な欠陥は、試料が液体窒素中に入り、ジュアー瓶の底に沈んでもある程度試料の温度が低下するまで、試料周りが窒素ガスで覆われて熱が伝わらないことが解った。この方法では急冷は不可能である。水は熱容量も高く急冷する溶媒としては最適だが、試料が水に弱いので、シールして水で急冷する方法を考えたのが、次の方法である。

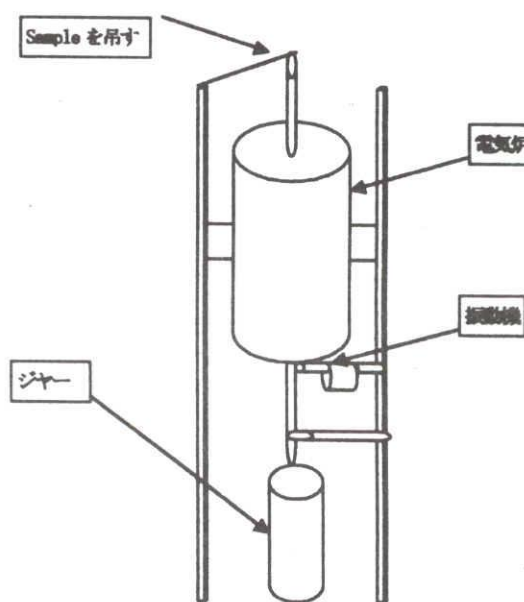
(3) 原料物質を真空で封じ込み、右のような振動器付き電気炉でおこなう方法



SAS製急冷板



電気炉にガラス管を連結した状態



振動器付き電気炉

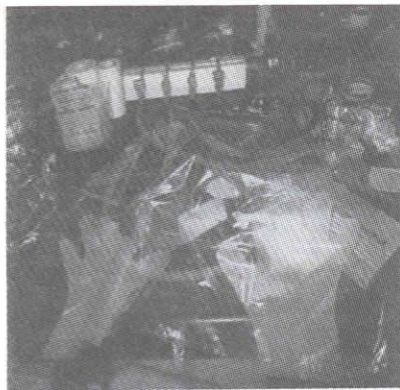
この方法は、前ページの模式図ような構造になっている。右はその写真である、具体的には、電気炉の中央に石英管をたてて、その中に石英管で真空封じした試料を白金線でぶら下げ、その石英管を振動機で振動させて試料に振動を伝える方法である。振動機は、流れ作業のライン等で使われている、振動機が一番小さい物を用いた。

石英管の下には、加熱した試料を急冷するため、氷水を入れたジャーを置いている。

この方法を、以下に詳しく説明する。



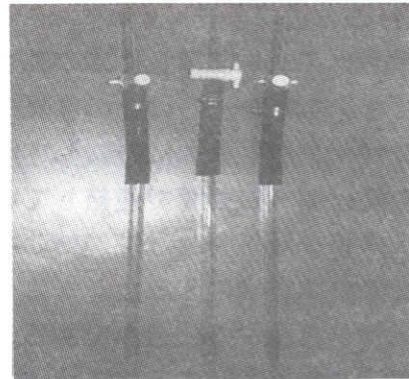
振動機付電気炉



簡易ドライボックス

左側は、ビニール製の簡易ドライボックスである。

アルゴン置換したこの中で試料を石英管に入れる。その後、真空引きをおこない、ガスバーナーで真空に封じ込める。右下は、試料を真空で封じ込んだ石英管である。



真空封じする前

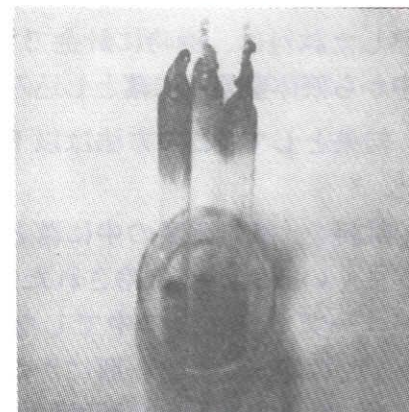
真空で封じ込んだ石英管の上部は、白金線を引っかける為に鍵型になっている。又、熱伝導を良くするために、試料を入れたカーボンつぼの外径は、石英管の内径とほぼ等しい太さにした。

右下は、装置にセットした状態である。1000℃で約1時間加熱して、振動を与えた場合と振動を与えない場合との比較をおこなった。

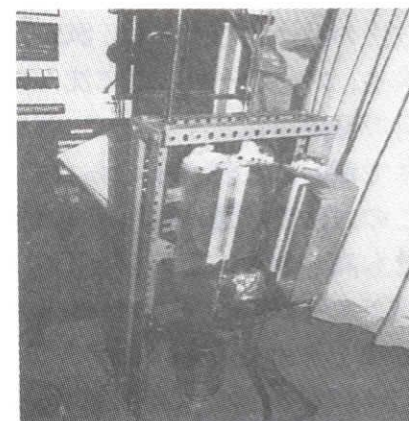
結果として、急冷によりガラス化は双方ともできた、又肝心の導電率は振動を与えた方が一桁良かった。

(今後の課題)

今回の、実験で振動を与えることの優位性は解ったが、さらに再現性の確認と、試料を薄片にする方法について検討をしている。



真空封じした石英管



装置にセットした状態