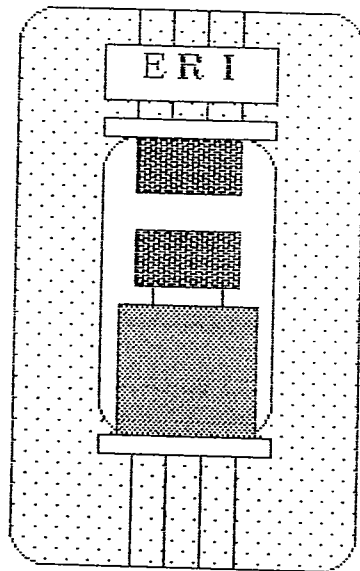


Ver 1.6 87' 1/2'

MAS-type High-Pressure Apparatus

Manual



目次

1: 概要	2
2: 圧力セルの作成	2
3: アンビルの組み立て方	4
4: プレス操作法	4
5: 加熱系操作法	5
6: 参考資料	8

1: 概要

東京大学地震研究所岩石学研究室において運用されている超高压実験設備の概要を以下に示す。

本超高压発生装置はMA-8型、或は6-8型と呼ばれている装置であり、1970年代に実用化された日本独自の超高压装置である。その圧力発生能力、稼働性のよさ、大体积を取り扱える点など、従来の高压装置にみられない数々の特徴を持っている。本研究室に61年度に設置された装置はその最新版であり過去の同様の装置の運用で得られた経験を生かし user friendly な systemを目標にしてつくられたものです。

加圧方式: 正八面体のサンプルを8コのWC製アンビルの中心部にセットし、この8コのアンビルからなる立方体を $\langle 111 \rangle$ 方向から2000 t o n プレスにより加圧する。

立方体を受ける部分は6コのアンビルよりなり、個々のアンビルはガイドブロックに乗っかっている。上下のガイドブロックが外側のアンビルの運動を拘束し常に8コのアンビルの中心に力が集中するように滑らせる。8コのWC製アンビルの頂点は正三角形におとしてあり正八面体のサンプルを加圧できる。この三角形の大きさ(truncation)を変えらることにより達成圧力をコントロールしている。本研究室ではtruncation 12、8及び4 mmのアンビルを標準として準備している。常用使用最高圧力は12 mmで9 G P a、8 mmで15 G P a、4 mmでは20 G P aを目安にしている。

加熱方式: 通常の実験は高温下で行われることが多い。物質合成、焼結、高温高压下の相平衡実験などいずれも高温発生が不可欠である。本実験室ではこのために10 V / 300 A、200 V / 30 Aの2系統のSCR制御の電源を用意している。これらはマイクロコンピューターによつて制御される。また計測では3 c hの熱電対用の絶縁アンプ等の出力をマイクロコンピューターで取り込み種々のパラメーターの変動をモニター、記録できる。またこれらの情報を用いて温度等をコントロールできる。

高温発生のためにはこの電力を上下3組み、6コあるアンビル面の向いあつた一組を通して圧媒体内に組み込まれたヒーターに供給する。同様に熱電対等の情報もアンビル面を通して取り出すことができる。

参考図書: 川井 直人 超高压の世界 ブルーバックス
岩波講座 地球科学 2巻 地球の物質科学 I 第3章

2: 圧力セルの作成

図1に標準的なセル(truncation12mm, oversize6mm.)を示す。このセルで8 G P a程度までの圧力、2500 C程度までの高温を発生できる。

2 a : パーツの説明 (写真1は必要なパーツを示す)

圧媒体: 圧媒体はジルコニア (ZrO_2) とマグネシア (MgO) の2種がある。ジルコニアはより高温を目指すときに用いる。

ヒーター: カーボンが最も加工性が良く安定性もよい。ただし7-8 GPa以上で温度が高いとダイヤモンド化して加熱できないことがあるので注意すること。

スペーサー: マグネシア、AlSiMag、ジルコニア、パイロフィライトを目的に応じてスリーパーを選択する。

熱電対: Pt/PtRh13%かWRe3%/WRe25%を使用する。これらを用いると、コンピューター側で自動的に温度に変換してくれる。

またアンビル面の温度測定にはクロメル-アルメル熱電対をもちいる。

2 b : セル作成の手順

1 : 圧媒体に穴をあける

圧媒体の面の中心をけがいておいて、ボール盤で穴をあける。超硬のドリルを用いる。

2 : 圧媒体の辺をおとす (写真2)

Vブロックを用いて八面体の辺部を板やすりで削り、幅3 mm (ガスケットの厚さと同じ) にする。また熱電対用の溝を金鋸でつける。

3 : 他のパーツ

ほとんどのパーツは旋盤を用いて作る。旋盤の使用法は経験者に習うこと。ジルコニア、マグネシア、AlSiMagの加工には超硬のバイトとドリルを用いる。外側のパーツから合わせ加工するとよい。

4 : パーツの整形

出来あがったパーツは紙やすりで長さをあわせる。真ちゅう板に穴を開けたものを治具としてつかう。

5 : セルの組み立て

パーツについてゴミを取る。必要なら超音波洗浄したり、ガスバーナーで水分を飛ばす。注意して組み立てる。

6 : スペーサーの作り方

3 mm厚のバルサをカミソリで5 x 5 mm程度に切る。

7 : ガスケットの作り方

パイロフィライト棒を幅3 mm高さ6 mmに整形する。これには図2に示す治具を用いて、やすりで削る。整形した棒は回転ソー (PROXXON) で治具を使って台形に切る。ガスケットは長さの違う2種類が必要である。

3: アンビルの組み立て方

- 1: truncation 1.2 mmのアンビルを8コ用意する。 truncationの異ったアンビルを混ぜないこと。 アンビル表面をカミソリできれいにする。 この時アンビルにクラックがないか注意する。 クラックのあるアンビルは使用しない。
- 2: ガasketをアンビル先端に貼り付ける。 のりは写真用ボンドをもちいる。 ボンドは極少量、ガasketの両端付近につける。 一面にべつたりと付けないこと。 長短のガasketの貼り付けかたによっては組めないことがあるので注意すること。 写真3に貼りかたの一例を示す。
アンビル面用の熱電対を使うときは、ガasketのうち1コに図3のような溝を金鋸で入れる。 そこへアルメルクロメル熱電対をセメントで埋め込む。
- 3: スペーサーをガasketを貼り付けた面に3コずつ、写真用ボンドで貼り付ける。
- 4: 4コのアンビルを組む(写真4参照)。 この上に八面体を乗せる。 このときアンビル面用熱電対のある面と八面体のpower, 熱電対を取り出す面とを一致させないこと。 残り4コをこの上に組みあげる。 正常に出来ているとアンビル同士が隙間なく組みあがる。 熱電対、powerを取り出すアンビルに印を付けておく。
- 5: この上にガラスエポキシ板(6枚)をテープで貼り付ける。 アンビルが直接表面に顔を出さないようにする。 電極を取り出す部分は、ガラスエポキシに、はさみで切り込み(幅1 mmぐらい)を入れて銅箔を通す(図4参照)。

4: プレスの操作法

昇圧の操作

- 1: 配電盤の200V3相SW ON。 各部名称は図5を参照。
- 2: 検力計の側面のSWをON。 蛍光灯がつく。
- 3: 試料をsetする。
- 4: 下側のダイスをストッパーに当たるまで押し込む。
- 5: QUICK PUMP ON。 ガイドピンが入ることを確認する。 圧力がかかり始めればOFF。 冬期はブレーカーが動き、途中でとまることもある。 このときは検力計左側面にあるブレーカーのリセットボタンを押す。
5-b: に従ってパソコンを始動させる。
- 6: MAIN PUMP ON。 手動/自動の切り替えつまみが手動方向いつばいにまわっているか確認。
- 7: 定荷重バルブを開ける(4-5回転でよい、開け過ぎるとオイルが漏れる)。 定荷重ハンドルを半時計方向に必要なだけまわす(下に目安が書いてある)。
- 8: 流量バルブの加減で上昇速度を決める(+2程度)。 実験圧に近づいたらパソコンからビーブ音がするので、定荷重ハンドルを廻して実験圧にする。

もし間違えて定荷重バルブを開けないで圧力をかけてしまった場合に定荷重制御に移行するには以下の操作を行う。定荷重ハンドルを現在の荷重に相当するだけ廻す。次に定荷重バルブを開ける。このとき荷重が急に変化するようであれば流量バルブを調整する。

降圧の操作

- 1) 定荷重バルブをすばやく閉じる。このとき荷重が急に変化するようであれば流量バルブを調整する。
- 2) 定荷重ハンドルを時計方向いっぱいにまわす（元に戻す）。
- 3) 流量バルブで下降速度を決める（-2程度）。低圧になるほど下降速度が遅くなるのでバルブを開いていく。
- 4) 0になったら早戻しバルブ（プレス横の床下にある）を押す。
- 5) ノートに記帳する。

定荷重の目安（ハンドル回転数 vs ton）

2-60	3-110	4-160	5-210
6-260	7-310	8-360	9-410
10-460	11-510	12-560	13-610
14-660	15-710	16-760	17-810

5：加熱系の操作法（図6）

5-a：パソコンを使用する加熱法

- 1: 配電盤のパソコン・コントローラーのSWをON。大型ナイフSWと小型ナイフSWをヒーターに応じて切り替える。同じくコントローラーパネル面の三ヶのSWも同様。
carbon->Trans側: LaCrO3->Direct側
- 2: コントローラーのキーボード下のMAIN SWを押す
- 3: コントロール用disketをいれる。
- 4: 自動的にプログラムがロードされ、はしる。
- 5: 最初に実験荷重を入力する。画面上で荷重をモニターできる。荷重が設定荷重に近づくときピープ音が出る。space keyを押すと荷重モニターモードから抜け出る。
- 6: ch. 1で使う熱電対を聞いてくるので答える。
- 7: ch. 2-3をどう使うか、聞いてくるので答える。

- 8: 問題なければ y を入力。間違えていれば n を押す。6: へかえる。
- 9: system が自動的に熱電対を check する。もし熱電対が切れているとプログラムが止って切れているチャンネルを表示する。熱電対及び結線をチェックして return key を押す。
- 10: 実験名を聞いてくるので入力する。実験温度 (上限) を聞いてくるので答える。印刷周期 (5-10 秒) を聞いてくるので答える。
- 11: 画面が変わり測定モードに入る。
- 12: 配電盤の加熱系 SW をいれる。Run/Quench SW を Run 側に倒す。
- 13: 以上で加熱できるようになった。
- 14: マニュアル加熱のときはカーソルを上下させる key で加熱することができる。F4 key で変化幅を変えることができる (3 段階)。電流が流れ始めた段階で system のチェックをする。emf、温度、パワー等の表示は正しいか。熱電対の極性は正しいか。Ch. 1 の熱電対の極性を変えるときはアイソレーションアンプ入力ジャック隣のスナップ SW を切りかえる。
- 15: 自動的に昇温させるときは F3 key (setting) を押し、h を選択する。最初の温度、最後の温度と昇温率を入力する。
- 16: 急冷するとき又は異常が生じたときは F1 key (Quench) を押す。これにより出力が零になる。
- 17: 自動的に降温するときには 15: と同様にする。但し昇温率はマイナスの値にする。
- 18: power-温度の関係が display に現れる。次ぎに温度-時間の関係が表示される。ハードコピーが欲しいときは y を押す。
- 19: レポートフォームの作成。質問に答える。
- 20: ch. 1 の温度、電力及びアンビル面の温度を disk にセーブできる。したい場合は y とタイプする。データのファイル名は実験名の先頭八文字が自動的に採用される。したがって同じファイル名にならぬように注意する。
- 21: 再び荷重モニター画面になる。荷重が 0 になったらパソコンのパワー SW を切る。

- 注意 1) 設定の変更はすばやく行う。この間はモニターしてない。
- 注意 2) 自動的に POWER が切られるのは測定温度が設定温度を大きく上回るときと電流が 300 A を越えたときと荷重が 20 トン急に低下したときである。
- 注意 3) Ch. 1 の熱電対の極性を変えるときはアイソレーションアンプ入力ジャック隣のスナップ SW を切りかえる。その他は F3 key を押して、コマンド待ちの状態にしておいてから Box で変更する。こうしないと自動的に quench されるおそれがある。
- 注意 4) Course・Mid・Fine 及び Manual/Auto 切り替えにより画面下部の key 表示が変化する。表示されているのが現在の状態である。
- 注意 5) F7 key で秒単位の時間を計ることができる。実験時間等を計るのに使う。もう一度押すとクリアされる。
- 注意 6) 自動制御からマニュアルに戻るには F5 key を押す。

注意7) stop key 及び copy key は絶対押さぬこと。加熱中に stop key を間違えて押したときは、Run/Quench SWをQuench側に倒す。

パラメーターの変更

POWER limit : F3 keyでt選択。
設定温度 : 同上。
anvil面熱電対の変更: F3 keyでi選択。
熱電対の変更(制御用) : F3 keyでc選択。
温度の平滑化 : F3 keyでa選択。
印刷間隔 : F3 keyでp選択。
PID係数 : F7 key

5-b: 手動加熱法 (パソコンを使用しない)

- 1: 手動設定つまみを零にする(反時計方向にいつぱいまわす)。
- 2: 配電盤の加熱系及びパソコン*コントローラのSWをON
コントローラのkey board下のSWを押す。パネルメータがつく。
- 3: 大型ナイフSWと小型ナイフSWをヒーターに応じて倒す。
carbon->Trans側: LaCrO3->Direct側
- 4: 同じくパネル面の三ヶのSWもヒーターに応じて倒す。
- 5: 熱電対のチェック。

***** 加熱 *****

- 6: 手動設定横のSWをManual側に。下部のSWをRun側に。
- 7: 手動設定つまみをゆつくりまわして、加熱する。emfとanvil面温度が増加するか確認する。下がる時はBoxで極性をかえる。
- 8: 急冷するときはRun/Quench SWをQuench側にたおす。

5-c: blow out 処理

blow outが発生したときは、加熱中であれば速やかにRun/Quench SWをQuench側に倒すか、加熱系のPOWER SW(配電盤)を切る。これはblow outに伴うショートを防ぐためである。そして脱圧する。回収したアンビルが破壊していないか調べる。一段目のアンビル間の絶縁が破れていないかテスターで調べる。またblow outしたこと及びそのときの状況をノートに記録する。

5-d: 結線

0: ブロックダイアグラムを図7に示す。

1: Press-Box間 (六本)

加熱用電極として使う一組を除いて残りの4つの anvil から一本ずつ Box へ電線がきている。対向面を一組として2組あり、それぞれ赤と緑のテープが貼つてある。Box の一番目のピンジャックにつながるのが赤、二番目のが緑である。この line は通常熱電対の導線として使われる。

これ以外に4本の二芯の線が用意されている。これは自由につかえる。通常三番目のピンジャックにつながる線(黄)を anvil 面用の熱電対の取り出しに用いる。また熱電対の直接取り出しにも使う。熱電対の極性を変えるのは Box で行う。

2: Box-コントローラ正面ジャック

1: で決めた熱電対のケーブルをアイソレーションアンプ入力に接続する。

3: 端子板* 上での接続 (通常変える必要はない)

端子板は縦の列が共通になつていて、ここにアンプ出力ピン(白)とAD変換入力ピン(黄)とパネルメーター入力ピン(緑)を刺す。標準的には以下のように使用している。変更した後は元に戻すこと。

1 → アンプ出力 (制御用熱電対) = パネルメーター = A/D変換

2 → アンプ出力 (熱電対 / anvil 面) = パネルメーター = A/D変換

3 → アンプ出力 (熱電対 / anvil 面) = パネルメーター = A/D変換

4 → ショートピン (使用していないから) = A/D変換

5 → アンプ出力 (油圧) = パネルメーター = A/D変換

6 → アンプ出力 (電圧) = パネルメーター = A/D変換

7 → アンプ出力 (電流) = パネルメーター = A/D変換

8 → アンプ出力 (電力) = パネルメーター = A/D変換

9以降 なし

* 端子板はコントローラ裏側にある。

6: 参考資料

1: 「MA8型高圧装置における高温発生について」

2: 圧力校正 (高温) の例 (TEL12/OEL18mm)

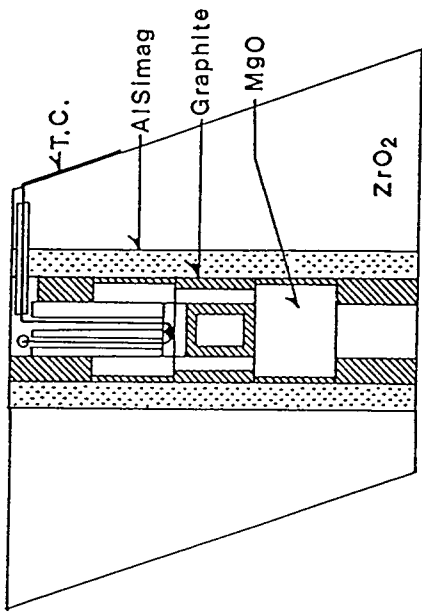


図1 試料構成の例 (TEL 1.2 mm、ZrO₂ 圧媒体)

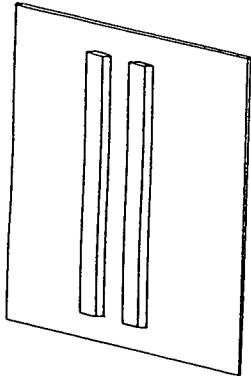


図2 ガスケット (パイロ) 治具

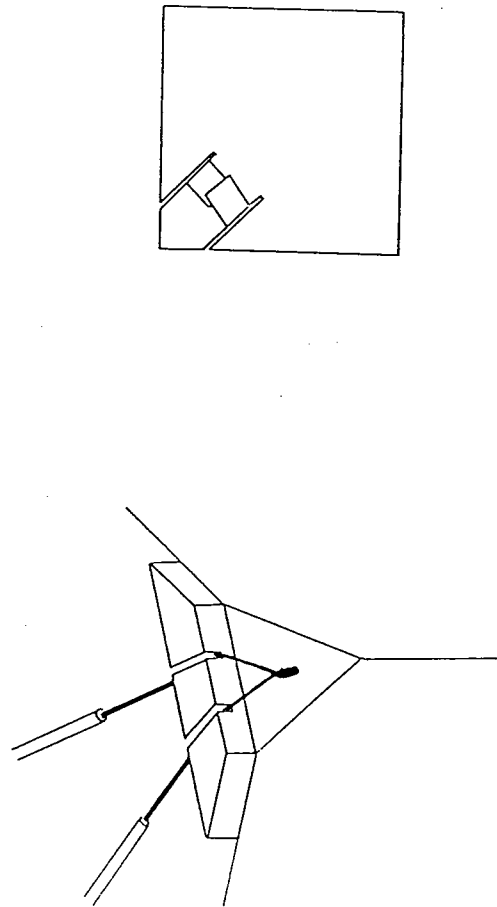


図3 アンピル面熱電対取り出し

図4 電極 (銅棒) の取り出し

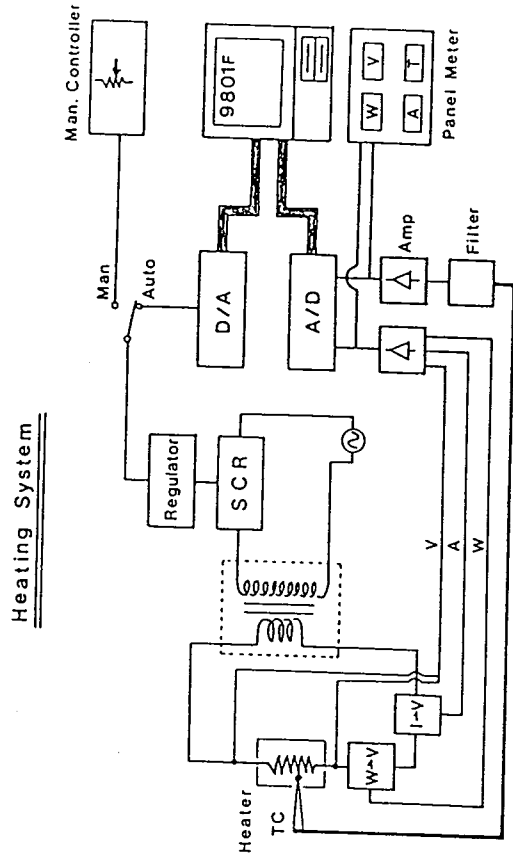


図6 加熱・計測系ダイアグラム

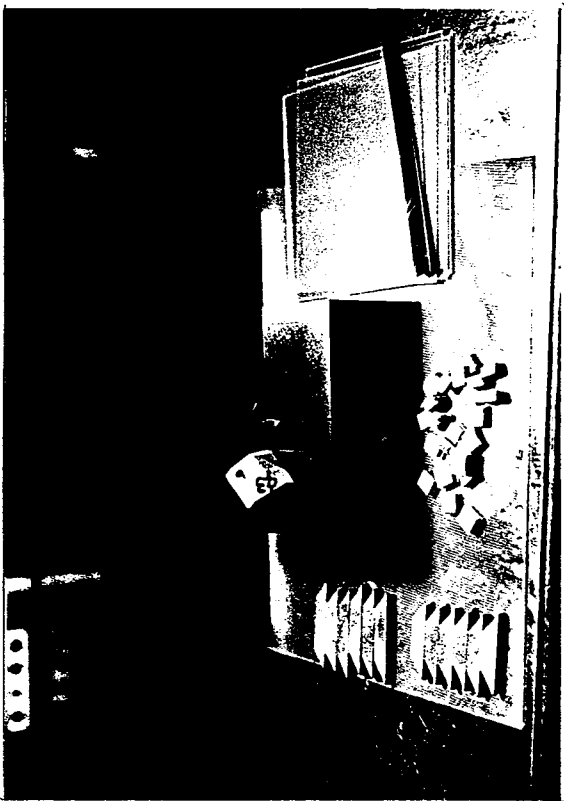


写真1 アンビルを組みむのに必要なパーツ

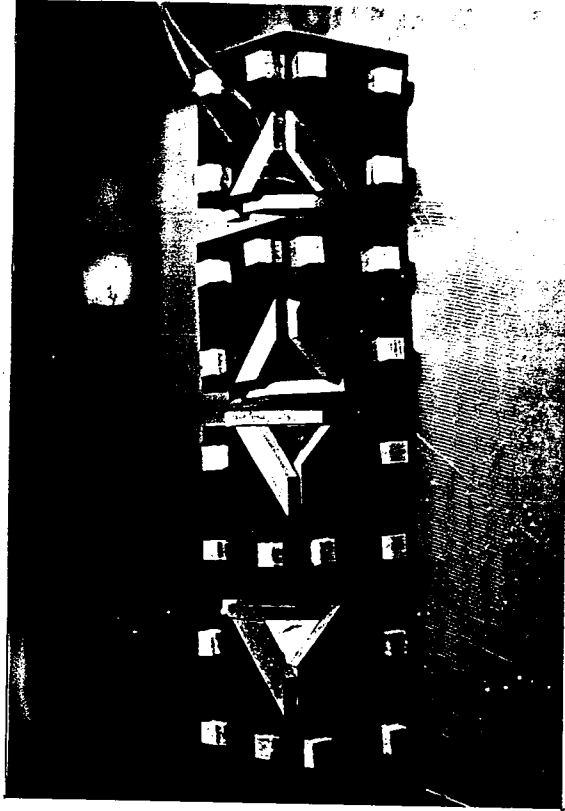


写真3 ガスケット組み方の例



写真2 圧媒体の角を落とす。

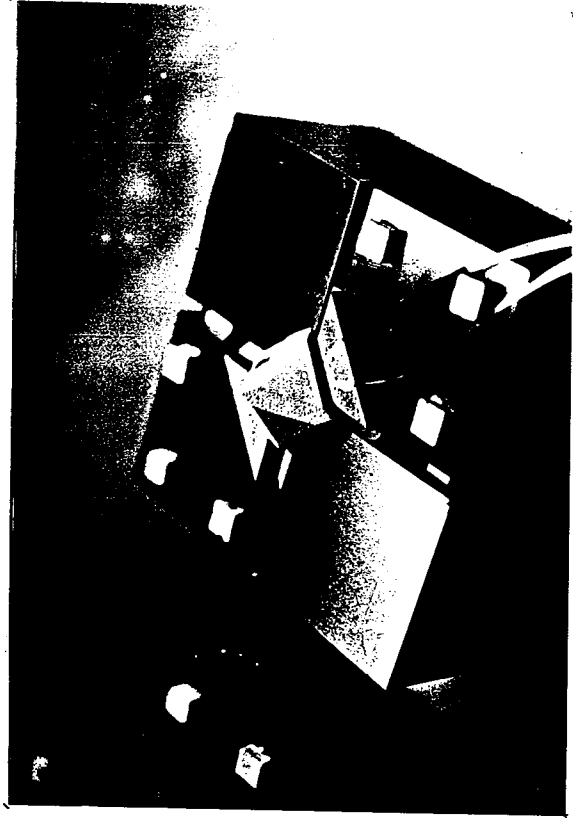


写真4 アンビル組み方の例

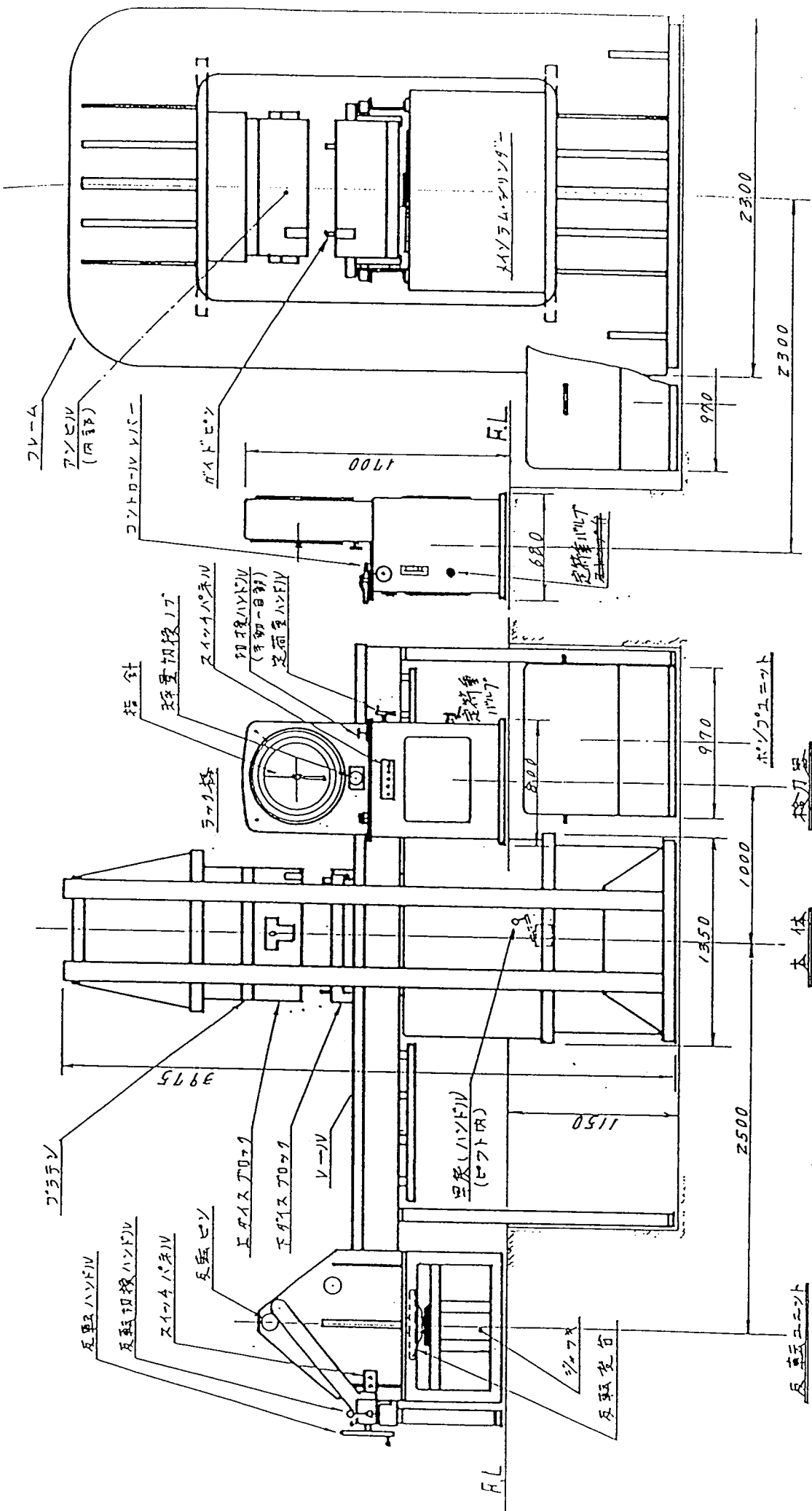


図5 2000トン プレス

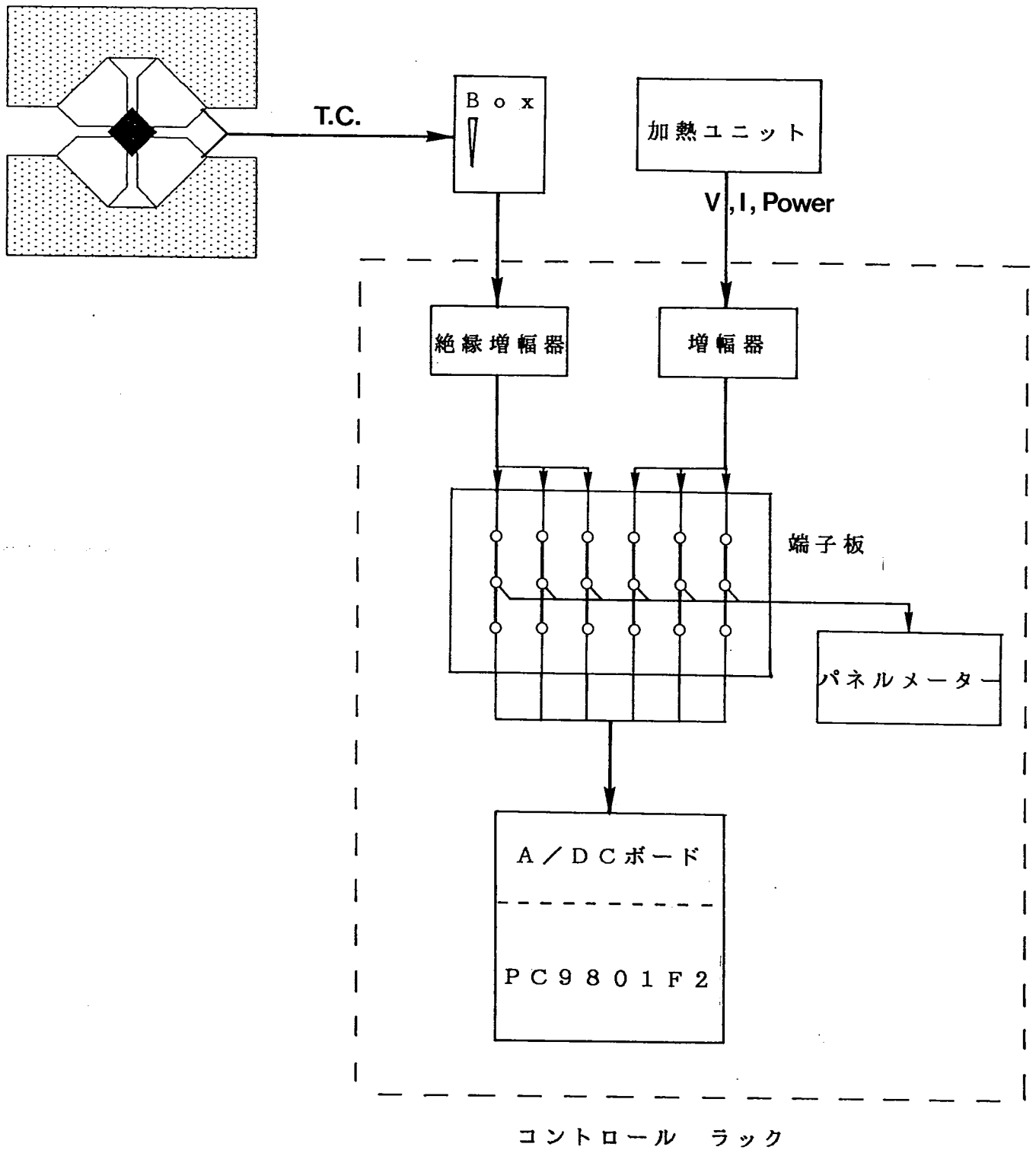


図7 結線ダイアグラム

MA8型高圧装置における高温発生について

1: はじめに

高温発生はその用途から次の三つに分類できる(図1)。1)は焼結及び試料合成を目指すものであり、容積は大きく温度差は多少あつてもよい。ヒーター自体が大きいため発熱効率は悪くなる。同じ理由でアンビル面の温度が上昇する。WC製のアンビルの強度の温度依存性から考えてアンビルの温度は低く抑えることが必要である。2)は物性測定を目的とする場合で、測定に必要なセンサー等を組み込むので容積は大きくなる。多くの物性は温度に敏感であるのでサンプル内の温度は均一であることが望ましい。3)は相平衡実験を行うときで、試料体積は小さくてもよい。しかし温度差は小さい方がよい。

以上からわかるように理想的なヒーターに求められる性質は(図2)、

1: 大きな試料体積と

2: 均質な温度分布である。

試料体積を大きくとることと高温を発生させることおよびアンビルの温度を低く抑えることは互いに相反することであるが、これを実現するにはよい熱絶縁材を探さなければならない。ただし加工性の良さや価格のことも考える必要がある。我々は以上のことを考慮してジルコニア(ZrO_2)を採用した。さらに温度を均一にするために二重肉厚のヒーターを採用した。

2: ジルコニア圧媒体

我々は美濃窯業製の仮焼結のジルコニアを圧媒体として用いた。ジルコニアはCaOで部分的に安定化されたものでありcubic相とtetragonal相の混合物であり、空孔率は約40%である。このジルコニア圧媒体を用いたときの温度と加熱電力の関係を図3に示す。この場合のジルコニア八面体の一辺は18mmである。比較のために従来使っていたマグネシア圧媒体およびマグネシア圧媒体にジルコニアのスリーブを使つたものを示した。ジルコニア圧媒体を用いたものはマグネシアを用いたものより同じ温度に対して加熱電力が半分以下であることがわかる。またジルコニアのスリーブも効果的であることをわかる。図4にはアンビル面温度と試料温度の関係を示す。この場合でも明らかのように

ジルコニア圧媒体を用いた方がアンビル面の温度を低く抑えていることが分かる。

しかしジルコニアにも問題がある。それは高温下においてヒーターに接したジルコニアが発熱することである。我々の経験では1900—2000℃で温度と加熱電力の関係(図3)が乱れて、電力を一定に保つても温度が上昇し制御できなくなる。この現象はヒーターとジルコニア圧媒体の間に絶縁体のスリーブをいれることにより防ぐことができる。

3: 温度分布の改善

温度分布の改善については久城(1976)によりピストンシリンダー装置において、ヒーターにテーパをつける方法が示された。また6—8型装置においては高橋ら(1982)が同様なヒーターを使用している。我々は工作上的容易さを考慮してヒーターの両端の部分の肉厚を薄くして均一な温度分布を得ることを試みた。そのために最初に簡単な数値計算をおこなった。圧媒体を円柱として近似し図5のようにメッシュを切り定常熱伝導のシュミレーションをおこなった。境界の温度を100℃と固定し、ヒーターの位置にはパラメーターとして与えた電流に対してヒーターの肉厚に応じたジュール熱が発生するとして温度分布を求めた。中心の温度は約1000℃である。図6に中心との温度差を示した。この場合は肉厚の比が1:2であり、比較のためストレートのものも示した。中心軸に沿つての温度分布は単肉のヒーターでは外側に向かつて急激に下がるが、二重肉厚の場合は肉薄の部分の発熱が効いてきて肉厚が変化する部分の少し外側まで温度が数度以内に保たれている。従つてこの部分を試料部にすればよい。

計算によれば均質な温度分布が得られることが解つたが、実際の温度勾配をみるために熱電対を2ヶいれて中心と肉厚が変化する部分のすぐ外側での温度差を測定した。図7にその結果を示す。使用したセルを図中に示した。両方の熱電対で温度差は1500℃まで20℃以内である。

以上の結果を考慮して設計したアセンブリを図8に示す。これは珪酸塩の相平衡—特に2000℃以上で熔融関係—を調べるためのものである。図9は粘性測定用のセルで特に試料部を長くしてある。

標準試料構成

用途	体積	温度差	問題点
A. 焼結、試料合成 大体温積を高温に	大	大	発熱効率 悪い アンピル 温度上昇
B. 物性測定	大-中	小	測定部の組み込み空間 が必要
C. 相平衡 均一な温度	小	極小	複雑なヒーター構成

図 1

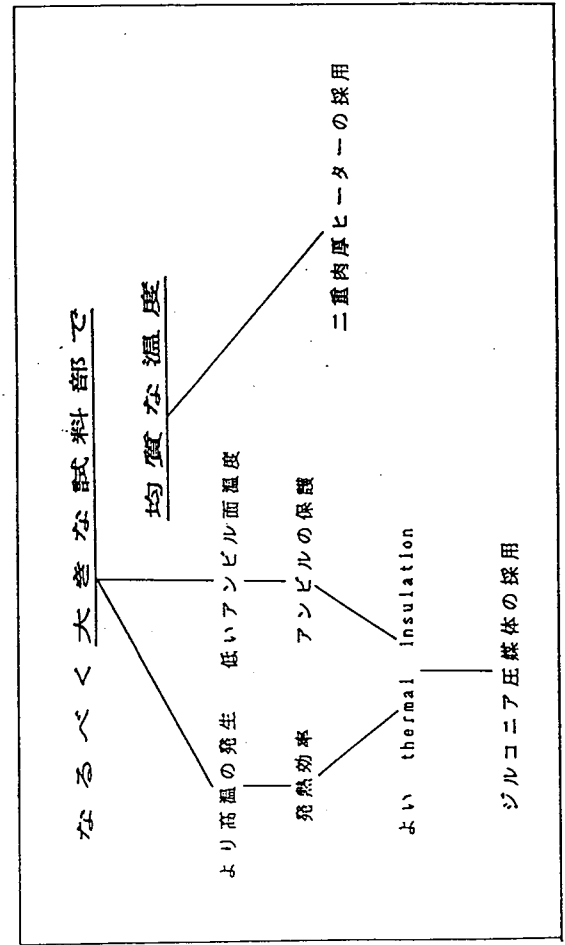


図 2

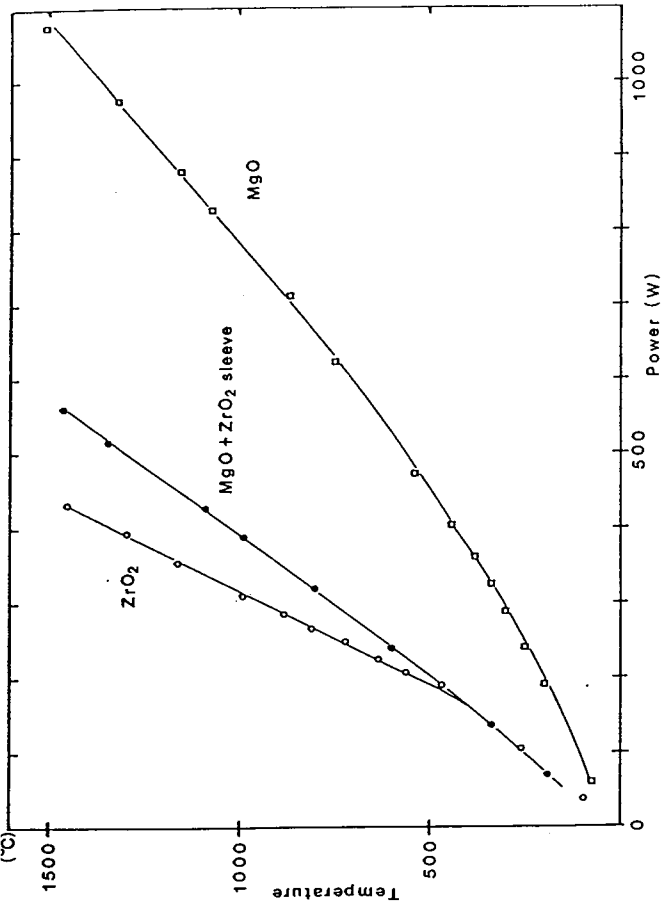


図 3

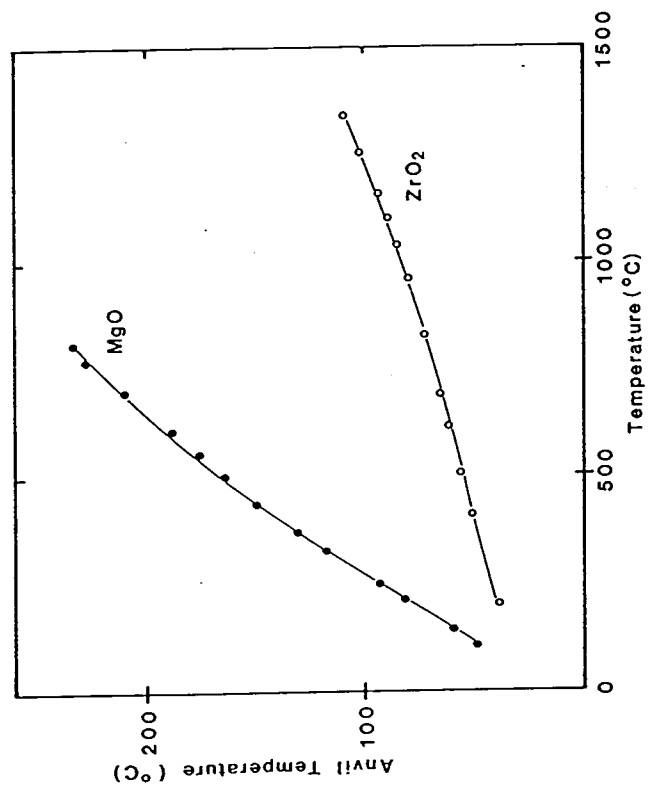


図 4

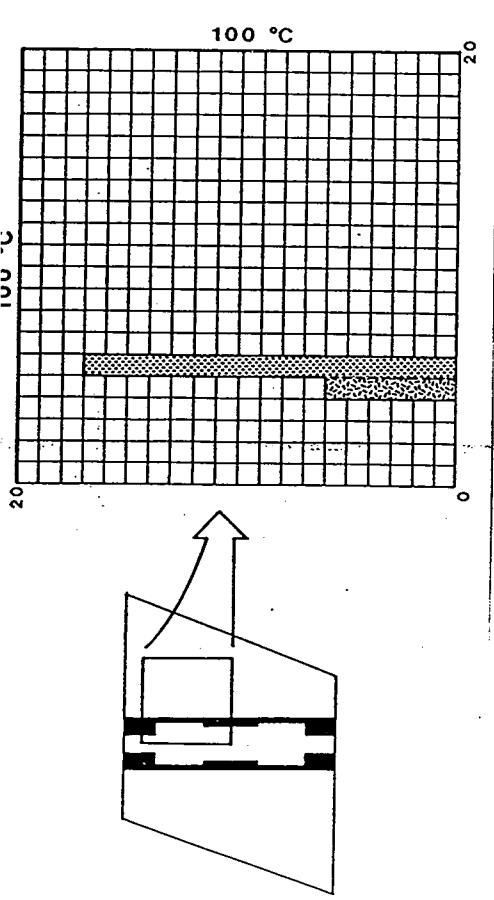


图 5

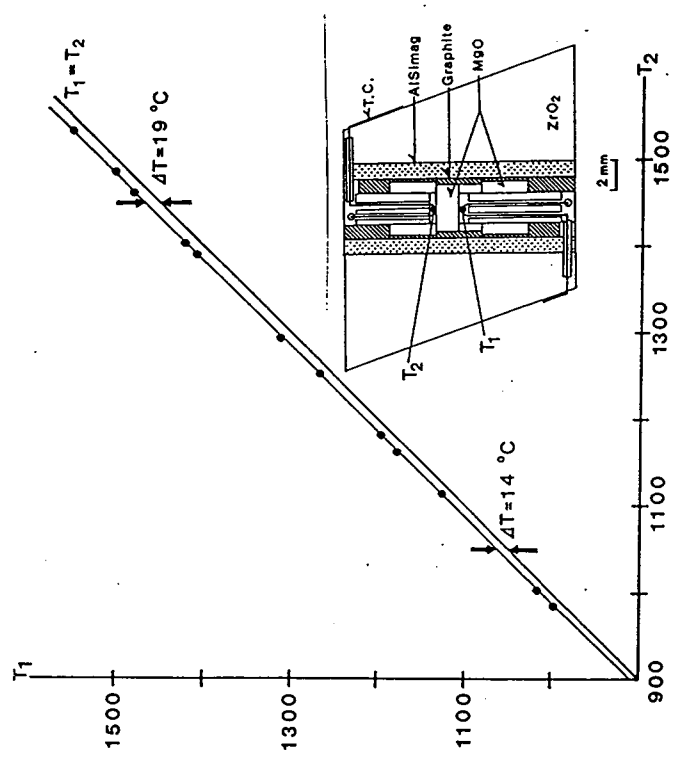


图 7

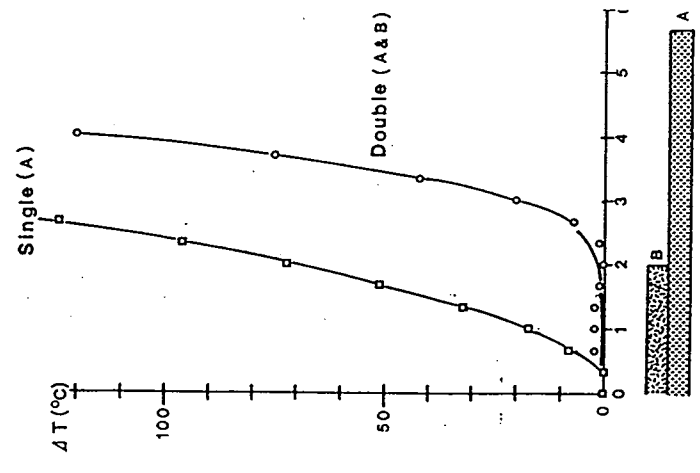


图 6

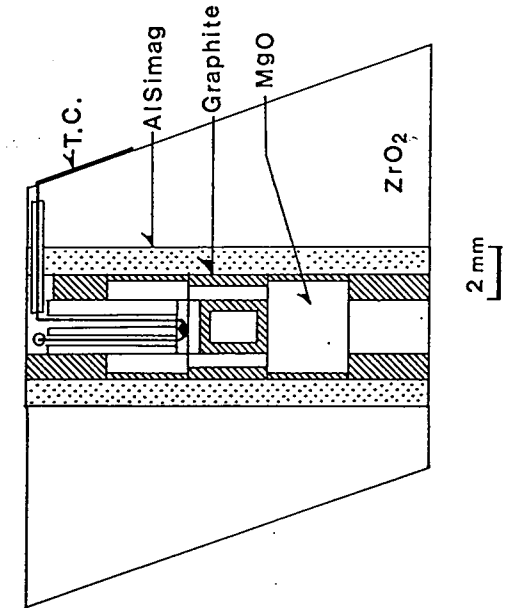


图 8

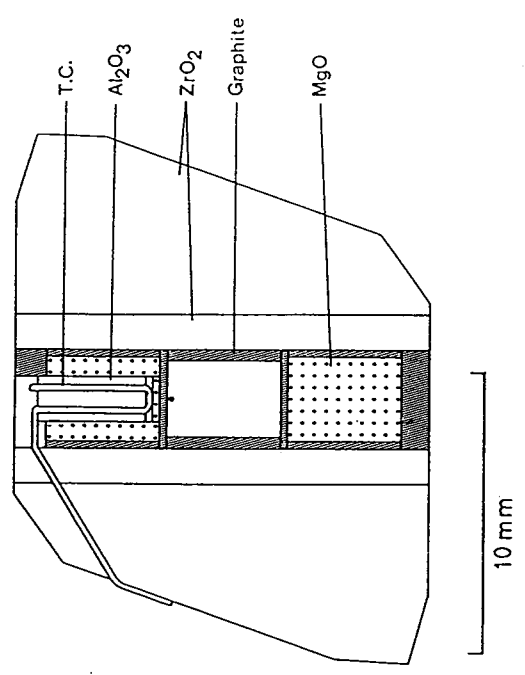
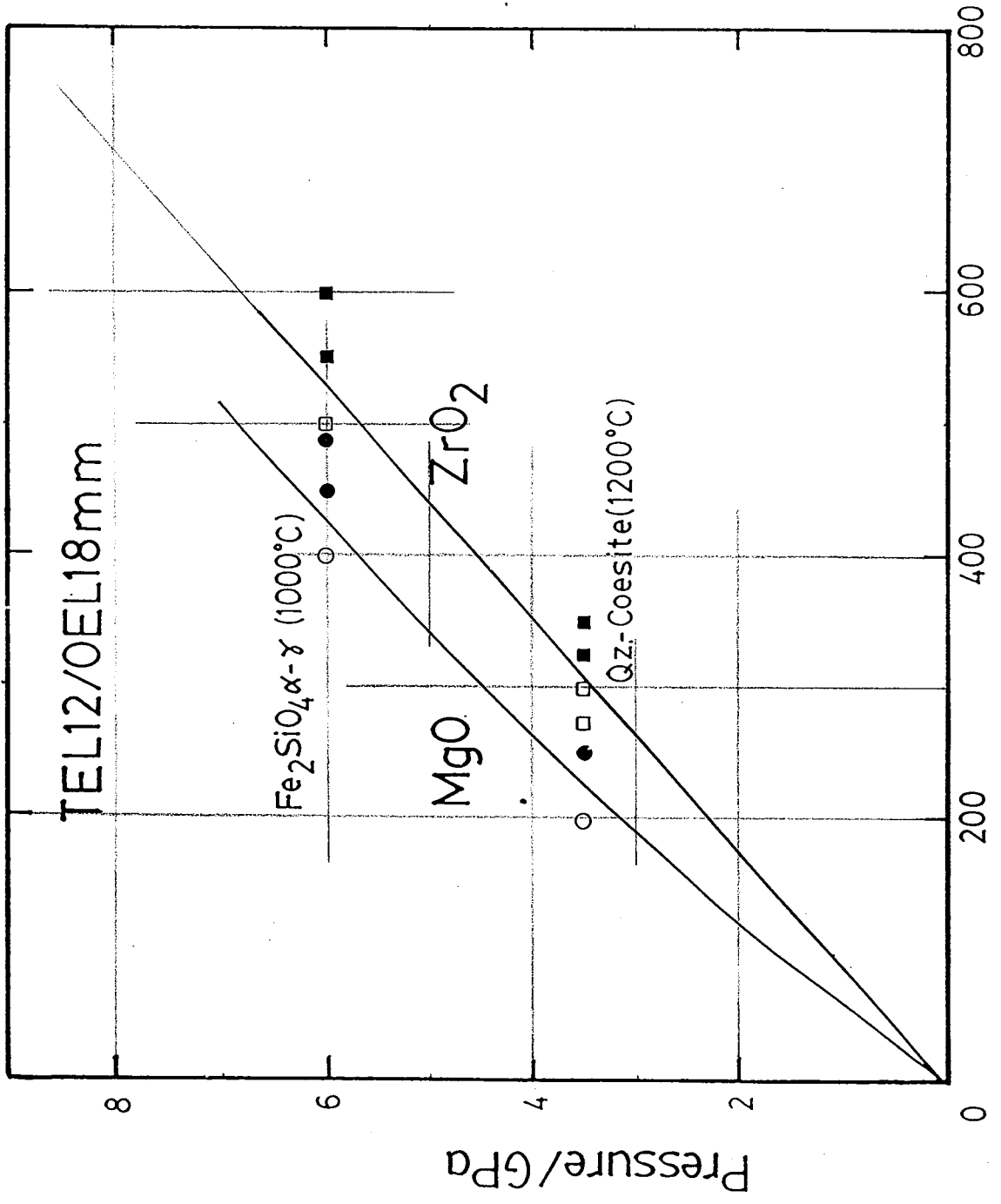


图 9



高温 (約 1000 度) の圧力校正例 (MgO と ZrO₂)

おまけ：セーブしたデータの解析

もし実験データをセーブしているなら、以下の方法でデータの表示及び最小自乗法による解析が出来る。電力-温度の関係等からの温度の外挿、推定に用いる。MS-DOS上でlsqとタイプする。これにより解析プログラムが始まる。データdiskをdrive 2に入れる。見たいデータファイル名を入力する。このとき拡張子(.dat)はいらない。データが読み込まれる。メニューに従い、見たいデータの組合せを選ぶ。多項式の係数が印刷され、データが画面に表示される。+印は最小自乗によるものである。ハードコピーを取るか選択する。またメニューに戻る。