

化学熱学実験施設の誕生と現況

(阪大理) 菅 宏

科学というのは選り出された過去の知識に系統的に新しいものを積上げる作業である、と言われる。決して古いことが全て捨てられて何か新しいことを創り出すのではなく、新しい観測事実の積重ね方に科学者の個性や創意が発揮され、それによって科学が新しい発展を遂げるのである。とりわけ熱測定では、この知識や技術の積重ねということが大切である。熱の伝達機構は伝導、対流、放射と多彩であり、その制御と高精度測定には永年にわたる熟練した研究経験を必要とするからである。この分野の発展が社会的要請となったからといって、急に開拓しうる領域ではない。既に先進各国では産業革命に端を発した実験熱力学の古い基盤の上に長い伝統に培われた技術の開発とその継承があり、それによってこの分野の研究が活発に進められてきたのに対し、我国では最近の数十年になって、漸く全国的な形でその必要性が認識され始めたに過ぎない。関集三先生がこのような国際的、国内的情勢の中で、我国の熱測定のセンターともなるべき化学熱学実験施設の建設を具体的に計画され始めたのは数年前のことである。

当初は3部門の構想で計画が練られたが、昭和53年度の大阪大学次年度概算要求にて理学部重点事項に指定された時は、不幸にも石油ショックの真只中であり、1部門に縮少して計画書を提出せざるを得ない状況であった。幸いにも化学・高分子両教室の全面的バックアップが得られ、また当時の日本熱測定学会会長・大塚良平教授から阪大総長あての設置要望書が出されるなど、設置へ向けての機運は急速に成熟した。その要望書には、熱測定討論会発祥の地に是非、このユニークな研究施設を設置して日本の熱測定学界の中心とし、全国の関連研究者の交流を図るセンターとすることが強く要望され、またこの趣旨に賛同する全国主要大学の研究代表者の署名がそろえられていた。さらに省エネルギー時代を迎えた社会的要請とも一致し、関先生の言葉を借りれば欧米の企業で「エネルギー会計監査員」と呼ばれる化学熱学専門家の養成機関、熱エネルギーに関連した研究分野での学問水準を引上げる研究機関、および関連研究者の交流センターとしての化学熱学実験施設は遂に日の目を見たのである。

敷地は阪大理学部のある一角の空地が候補にのぼった。丁度、この敷地に建物が建つと、理学部全体の建物が四角く囲まれるのである。点にしか過ぎない狭い敷地ではあるが、西竜点睛に匹敵する大事な点である。これを日本のセンターのみならず、世界の実験化学熱学



写真 1

の拠点にする意気込みで写真が画かれ、何回かの練り直しののちにこの5月にやっと、延べ530 m²の2階建て建物が完成した(写真1)。これと平行して、実験施設で進める研究内容の具体的議論が行われた。従来の研究成果に立脚してこれを更に深め、また通常条件以外の広帯域測定を可能とするための基礎研究に国際的にも関心が高まっていることを考慮して、次のようなプロジェクトが考えられた。

- (a) 各種カロリメータの精度および確度の改善、ならびにマイクロ化への研究
- (b) 温度計の校正法の改善研究
- (c) 測定の自動化に関する研究
- (d) 極低温領域の熱測定
- (e) 高温領域の熱測定
- (f) 高圧下の熱測定
- (g) 種々の緩和現象の熱測定

上記プロジェクトのうち、(a)、(b)はどの時代にあっても必要な熱測定の基礎研究である。一つの測定数値は熱力学関係式によって、必ず他の測定数値と結びつく筈であるから、内部矛盾を引き起さないよう、絶えず最新の国際実用温度目盛を忠実に再現しうよう、整備しておくなければならない。また、熱の流れをより定量的に制御する技術を常に向上させる必要があろう。カロリメータのマイクロ化の問題は、現在の熱測定に要請された課題の一つでもある。測定精度や確度を高めるためには、熱測定技術の改良と相俟って、測定試料の物理的、化学的純度についても厳しい注意を払い、そのキャラクター化を充分行う必要があるのは当然であるが、そのような試料を大量に準備することが困難な作業であることは言うまでもない。とくに最近の有機化学者が興味をもっ

で合成する試料は通常は少量に過ぎず、この試料で熱測定を行うことを要求されるからである。単に試料容器を小型化する問題ではなく、関連技術のすべてをレベルアップすることが必要となろう。上記テーマのどの一つをとってみても、言うは易く行うは難い問題ばかりであって、10年の時限立法の枠内でどこまで達成されるかは、やってみる以外にない。

初年度特別設備費として約7700万円が計上され、 ^3He - ^4He 希釈冷凍機(英国Oxford Instruments社製)、カルペ型高温用($\sim 1000^\circ\text{C}$)および低温用($\sim -170^\circ\text{C}$)マイクロカロリメータ(仏国Setaram社製)、走査型高感度差動熱量計(米国Microcal Incorp.製)、高性能ブリッジおよびポテンシオメーター、水の3重点セル等が購入された。希釈冷凍機は6 mKまで冷却しうる連続低温生成装置で、写真2に示すように相当大がかりな設備である。既に、関研究室時代に吸着 ^3He 型クライオスタットを用いて0.3 Kまでの熱容量測定装置が開発されていたので、その経験を生かして測定温度を一挙に2桁下げようという試みである。クライオスタットの主要部分の製作は終り、7月中旬に行われた試運転の結果は6.7 mKまで冷却することに成功したので、我々としては新しい世界を迎えたことになる。筆者がLeiden大学やOxford大学に滞在した1970年頃は、丁度この装置が開発され始めた頃で、その作動状況が不安定であったが、この数年来のCryogenicsの技術の大きな進歩に目を見張った思いである。この温度域での熱容量測定は世界でもあまり行われておらず、それだけに期待も大きい温度域ではあるが、実際の試料をどのように冷却するか、測温素子として何を使うかなど、難問も山積している。

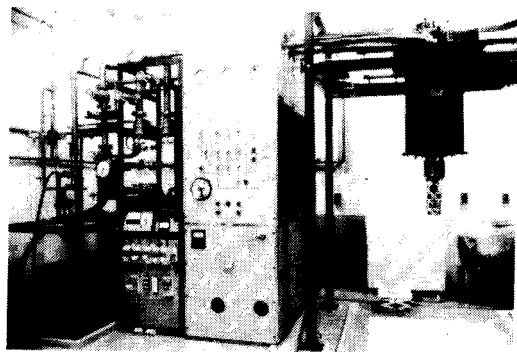


写真 2

カルペ型マイクロカロリメータは既に標準型には習熟しているので、これを広範囲の熱現象のマイクロ測定に用いようとするものである。高温型(写真3左)は投下式カロリメータとしての機能もあるので、エンタルピー差測定にも用い得る。また、低温用は従来行ってきた安定化合物だけではなく、準安定ないしは不安定化合物、反応中

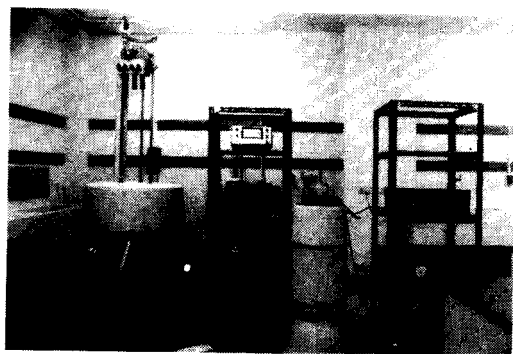


写真 3

間体などの熱測定にも適用しうることが期待される。主要設備は特殊空調された実験室に収められている。他にDTA装置1台、および種々の熱電対を用意し、化学系教室からの需要に応じられる態勢を準備しつつある。

この施設には資料室が一案設けられていて、国内外の化学熱力学データの蒐集、整備を図ることになっており、既にモスクワ大学Kolesov氏(一昨年来日)から寄贈されたデータ集が収められている。これはソビエト科学アカデミー編集によるもので、 $\Delta_f H^\circ$ 、 S° などの標準的熱力学データ以外に、当該化合物の結晶学的データも収録されていて物理化学的見地からも興味深い。勿論、その他のデータ集も順を追って整備していく予定であり、将来は国内における蒐集のセンターとしての役割、国際協力の窓口としての機能を持たせることを期待している。

およそ研究活動において、最も重要なのは人である。甚だ残念なことに、これだけの建物と研究設備が整えられたにもかかわらず、人の方は純増が未だ認められず、振替で教授1、助教授1のポストが与えられたに過ぎない。昨年の3月31日付けで関先生が退官されたので、法制的にスタートした4月1日よりは干原教授が施設長となり、化学系教室から選ばれた教授数名からなる運営委員会で人事の選考が進められてきた。折角、関先生が置土産として残して下さった太い根を大切に育て上げ、大きく開花させることが我々に課せられた責務である。現在、専任教官としての崎山稔助教授、稲葉章助手、それに兼任教官および学生一同が心を合わせて施設作りにいそしんでいる現状である。研究設備も充実して共同研究が可能となるよう、また資料室を整備して広くご利用頂ける日が一日も早く来ることが、我々の最大の願いである。

まだ初期構想からはど遠い現況ではあるが、編集委員会からの求めもあったので中間報告のつもりでお読み頂き、運営についての忌憚ないご意見、ご希望をお寄せ下されば甚だ幸いである。