

第四章 グリーズ、接合剤及び接合

§ 7 グリーズ

現在手に入る最も蒸気圧の少ないグリーズは Apiezon L と云ふ事になつて居る。参考にグリーズの蒸気圧を表にすると下の通りである。

第 二 表

グリーズ	蒸気圧 (mm Hg)			
	20°	90°	150°	200°
Ramsay-Fett	10 ⁻⁴ ~10 ⁻⁵			
Apiezon-Fett M, 新	10 ⁻⁵			
Apiezon-Fett M, (90°C で2時間排気)	10 ⁻⁸ ~10 ⁻⁹	6·10 ⁻⁶	~10 ⁻³	
Apiezon-Fett L, 新	5·10 ⁻⁶			
Apiezon-Fett L, (90°C で長く排気)	~10 ⁻¹⁰	10 ⁻⁷	2·10 ⁻⁶	~10 ⁻³
Apiezon-Fett N	測定不能			

この Apiezon L の作り方は不明であるが、Ramsay Fett に似たものを作つた事があるので一寸書いて見よう。

材料は Cheshbrough の醫藥用のワセリンとペイルクレープと云ふ生ゴムを使用する。混合の割合はワセリン 200 cc にゴム 15 gr で、これは六、七月の季候に適當な物が出来る。寒い時にはもう少しゴムを減らせばよろしい。上の二品を硝子の容器に入れて、沸騰水中で暖めると直ぐに軟くなる。之に相當しつかりした攪拌装置をとりつけて攪拌して行くと、次第にゴムが溶けるに従つて急に粘度が増して容器をしつかり押へておかぬと一緒について廻る程になる。4—5時間もすると又今度は極めて徐々に粘度が減少して来る。この攪拌は出来る丈氣永に毎日8時間として、3—5日位も続けると粘度も大體一定して来る。

この混合が充分終つたら、今度は之を大きな丸底フラスコに入れて、真空装置にとりつけ、130°~100°C 位の温度で排氣する。この排氣は長ければ長い程よいのであらうが1週間も続けたら相當よからうと思はれる。この時何が出て来るのかわからないが、氷と鹽の寒剤で凝結するものも少しあるし、新しい白い五酸化燐を眞赤にする様な種類のガスも出て来る。この P₂O₅ を何度もとりかへて赤く染める物が出なくなつた處を排氣の最小限度としてもよいかも知れない。

この時真空中でグリーズを攪拌出来れば一層能率はよくなる筈である。又温度も上げた方が早くガスが出るわけであるが、油槽など使つてうつかり 150°C を越す様な事があると出来上つたグリーズが只のワセリンの様にサラサラした粘り氣のないものになつて了つて、これではグリーズに使へない。ゴム質が破壊されて了ふ様に見受けられる。それよりは寧ろ沸騰水の温度で長時間排氣した方がよいだらう。

こうして出来たグリーズと雖も、上の表の様に、相當の蒸気圧は避けられないのであるすから、その微量の蒸氣が觀察し様とする現象を左右する程の影響を與へる様な場合には用ひられないわけである。實際スパツタリゲン法で鍍金を行ふ時など液體空氣のトラップを使つてもグ

グリーズの蒸氣が何か悪戯をやるらしいと云ふ事が文献に出て居る。(物理化學の進歩, 第8巻抄録33頁) これではグリーズを使ふ實驗はどれもこれも信用出来ないかと云へば必ずしもそうではない。問題として居る現象を左右する外の因子の影響の方がグリーズの影響に比して遙に大きいと推定される時にはこの悪戯者の存在も大目に見て貰ふ事が出来るわけである。勿論歓迎される可き輩ではないから、捕へられ次第つまみ出される可き代物である。これは一般に實驗に用ひられる試料に必ず混入する不純物に對しても同じ事が云はれるわけである。どんな時にもこの種の不逞人物の潜在して居る事は忘れてはならないが、その爲にのみ神経を尖らせて終に絶望の淵を彷徨して居ても始まらない。併し何とかして不純物は取除き度いものである。

Apiezon L は室温が 30°C を越して來ると軟かすぎて危険である。従つて 7—8 月には不適當である。

曾て油ポンプ用の油にパールクレープを溶かして見た事がある。出来上つた色は丁度 Apiezon グリーズの様な色をして居るが、 100°C の時と室温との粘度の差が小さいので室温で丁度よい程度のもをつくらうとすると猛烈に粘つこい物をつくらねばならず、とてもかき廻すわけにゆかない。又斯うして出来たものを括栓につけて見ると硝子にしっかりとつつかずに減壓すると共にするすとはみ出してしふ。凝集力の方が附着力より遙に大きい様である。又油の香も相當強く揮發性のものが可成多い様であつたのでこれは實用にならなかつた。併し、粘度が温度に依つて餘り變らぬ性質は望ましい處で、これ丈は何とか活かして使ひ度いものだと思ふ。

B) 耐鹽素グリーズ

鹽素を用ひる實驗に於て第一に遭遇する問題はグリーズであらう。普通に用ひられるグリーズはすべて鹽素を吸収して變質するから特に耐鹽素グリーズを作らねばならぬ。然し乍ら之が最もよいものであるとして公言し得るものは今の所ないのではないかと思はれる。

普通のグリーズ(脱水ラノリンと密蠟との混合物)に鹽素を通じて飽和させたものも用ひる事が出来るが、之は蒸氣壓が大であるから精密な實驗には用ひ兼ねる。

ステアリン 30 gr とパラフィン 20 gr の混合物を $150^{\circ}\sim 180^{\circ}\text{C}$ で 4 時間鹽素を通する。然る後之を真空に引く事一日にして得られるグリーズは、常温に於ては大なる蒸氣壓を示さないが約 40°C 位で軟くなるから非常に取扱ひ難い。然しステアリンとパラフィンとの割合を適當に調節すればよいかも知れぬ。又之は通じる鹽素の量が多くなれば軟くなる傾向がある。

又五酸化磷に適當に濕氣を與へてグリーズ状となし之を用ひるのも一法であらう。但し此の場合には外界の濕氣を防ぐために水銀で遮斷する必要がある。

要するに耐鹽素グリーズには決定的によいと云ふものは見當らない様である。

§ 8 ワ ツ ケ ス

Picein は價格の割合には蒸氣壓が小であり、且使用法が簡單であるから普通之を用ひる。Picein は融點が 80°C のものが普通で之を Picein 80 と呼ぶが其他は融點 105°C の Picein 105 がある。主なる Wax 類の蒸氣壓を示せば第三表の如し。

尙水晶又は硝子の窓を貼付ける場合に AgCl を用ひる事もある。文献 1), 2), 3), 4) 参照

第 三 表

ワ ッ ク ス	蒸 氣 圧 (mmHg)
Khotinsky Wax weich	20.10^{-4}
Khotinsky Wax mittel	17.10^{-4}
Khotinsky Wax hart	12.10^{-4}
Siegellack	$8 \sim 10.10^{-4}$
Picein	$3 \sim 4.10^{-4}$
Apiezon Wachs Q (Sealing compound Q) }	$10^{-4}(20^{\circ}\text{C}), 2.10^{-4}(70^{\circ}\text{C})$
Apiezon Wachs W	$5.10^{-7}(\text{室温}), 10^{-3}(180^{\circ}\text{C})$

§ 9 鋸 接

普通使はれてゐるハンダは Pb 2, Sn 1 よりなり M.P. 240°C であるが、特に M.P. の低い Sn, Pb 等の接合にはこの外 Bi 又は Cd の入つたハンダ (M.P. 140°C) を使用する。又耐高温用及び接合部に強度を要する場合には銀合金、真鍮、又は金 ($600^{\circ}\sim 900^{\circ}\text{C}$) を代用す。

A) 低 温 鋸 接

改めて書く程のこともないが念の爲二三の注意を記して見やう。

1) コテ 接合金屬の熱容量に相當した大さのものを選ぶことは勿論である。又赤熱させてはならない。バーナーに入れて赤熱したまゝで放つて置いたりすると表面に皮殻が出来てハンダがうまくなじまない。この時は鑪で磨くこと、ハンダはコテに濡れた様についてこなければならぬ。接合金屬が小さい場合とか普通のコテが使ひ難い場所には鉛筆大の銅の棒の先を尖らし之に柄をつけたのを自製すれば非常に便利である。

2) 接合金屬の方は必ずサンドペーパーでよく磨き酸化物皮膜や脂氣のないやうにして置く。鋸接液としては重量比、水 60, ZnCl_2 30, NH_4Cl 15 の溶液が最も簡単にうまくゆくが、長年月の間には金屬をいためるから精密を要する電気測定には避けるがよい。普通商品となつてゐる良質のペーストを多すぎぬ様ぬりつけるがよい。鋸接後は必ず水又はアルコール等で拭つて置くを要する。又必要以上にベタベタとハンダを塗り付けるのは感心しない。

B) 高 温 鋸 接

普通のハンダでは接合が弱すぎる時や 180°C 以上の高温に耐える必要のある箇所に行ふ。最も普通なのは Cu-Ag-Zn の合金で銀鋸と呼ばれるもので M.P. は $700 \sim 800^{\circ}\text{C}$ である。更に高温を要するもの 例へば 熱電對等には純銀 (961°C) や 24 金 (1060°C) を利用する。

熔剤としては Borax を用ひ瓦斯バーナー中で行ふ。先づ一方の金屬に少量の Borax をつけるか、又は Borax を水と攪混ぜて粥狀にしたものを塗りつけて焼くと最初 Borax は水を出して膨れるが遂に透明な硝子狀となる。之に銀鋸の少片を熔かし更に第二の金屬を之に接合する。終れば冷却後の Borax 塊はペンチではさんでつぶして取り去る。

C) 特 殊 金 屬

Al は普通のハンダはきかない。特殊な合金を必要とする。小さいものならば熔接が最も簡単である。W 及び Mo も普通のハンダはだめである。真鍮と Borax で高温鋸接が出来る。Pt 及び Au はハンダと脆い合金を作るから出来るだけ低温度 (小さいコテを用ひる) で短時間に

行ふ。又極めて細い線で普通のハンダ付では温度が高過ぎ線を熔かす恐れのある時は Wood の合金 (M.P. 73°C) を使用する。(参考文献 Angerer, 28頁—32頁)

§ 10 硝子と金属との接合

茲に述べる接合とは磨合セコチンスキーセメント等による一時的の連結に非ずして熔接等永久的接合を意味する。

一般の實驗裝置に硝子と金属との接合を必要とする場合は少く、普通には電極を作る場合利用する位のものである。それには

- 1) *Handb. d. Exp. Physik*, Bd. I, 362頁
- 2) *Sammlung Vieweg, Heft 71 Technische Kunstgriffe* (1939) 43頁.
- 3) 電子工學講座(共立社) 高真空工學 B 118頁.

を参照されたい。

更に少し大きいもの、例へば硝子管と金属管の接合に就ては 1) の 364頁を参照されたい。

但し以上は何れも比較的低温、低圧で而も温度の變化の少い場合にのみ適用さるべき方法である。

高温、高圧で又温度の變化の大なる場合には白金焼付法に依らねばならない。さもなければ普通の接合法にては硝子・金属の接合部に龜裂を生じ易いからである。此の方法は鹽化白金を硝子管等に還元焼付するもので焼付温度に關しては

Iridium u. Platin-Flüssigkeit für Platinierung (*Z. physik. Chem.*, **51**, 65 (1905)).

Ostwald-Luther; *Messungen* (1931) 186頁.

を参照されたい。

但し此の場合に白金溶液調製の處方に注意せぬと溶液が二屬に別れて使用に耐えぬものが出る事がある。

焼付ける硝子はその温度係数が白金に近いものでなければならぬ。即ち Jena, Pyrex 硝子が最も良く、東京電氣のテレツクスを使用しても殆ど同様の結果を得る。

焼付、冷却は急激に行つては悪い。溶液を小さい硝子棒等にて硝子管等に塗り、ブンゼン燈の上で徐々に温める。アルコール等が蒸發して液が黒變してから次第に焰を強くし、白金黒が白く還元された後に是を赤熱する。硝子と白金が共融するかと思はれる位に至つて止む。此際急冷は避くべし。

白金焼付が終れば是に適當なる金属を電鍍すればよい。それには

村上透氏著 鍍金化學

を参照されたい。

更に是を所要の金属に半田付すれば良い譯であるが、電鍍の際に相當肉厚く鍍金して置かぬと半田付の際に鍍金面に傷をつける事がある。

文 献

- | | |
|--|---|
| <ol style="list-style-type: none"> 1) W. Espe und M. Knoll: <i>Werkstoffkunde der Hochvakuumtechnik</i> (1936). 2) E. Angerer: <i>Technische Kunstgriffe bei physikalischen Untersuchungen</i> (1936). | <ol style="list-style-type: none"> 3) 須賀太郎: 高真空工學 (電子工學講座, 共立社, 1937). 4) 星合正治: 真空工學, |
|--|---|