

## ディクソン型熱水反応装置用小型蓋金の製作

柳澤文孝\*, \*\* 酒井 均\*

YANAGISAWA, F. and SAKAI, H. (1987) A new closure piece for a small volume Dickson gold-bag hydrothermal equipment. *Bull. Geol. Surv. Japan*, vol. 38 (9), p. 527-529.

**Abstract:** A new titanium closure was developed for a small volume gold-bag (outside diameter of 18 or 23 mm) used in the Dickson-type hydrothermal equipment. The new device is essentially a combination of Swagelock tube connector with a closure head and a thrust bolt made of pure titanium (see Figure 2).

## 1. はじめに

熱水反応装置は放射性廃棄物を処分するためのガラス固化体の浸出挙動の検討や、鉱物の合成、鉱床の生成過程の推定など多くの研究に用いられている。中でも内部変形セル式と呼ばれる Dickson 型熱水反応装置 (Dickson-type hydrothermal equipment) は耐圧容器の中に反応容器を設置したもので、耐圧容器から試料への汚染がなく、実験条件を変化させずに溶液試料を採取できることからよく用いられている。反応容器は当初テフロン製であった (DICKSON, BLOUT and TUNNEL, 1963) が、高温で分解する、気体成分が透過する、変形応答が緩慢等の問題があった。RYTUBA and DICKSON (1974) は反応容器に金の袋を用いたが、試料の出し入れの際に容器の切開と溶接が必要であった。そこで、SEYFRIED, GORDON and DICKSON (1979) は着脱可能なチタン製の蓋金を考案し、蓋金で金の反応容器の上端を挟み六本の押しネジで締め付けて密封する形にした。しかし、小型の押しネジでは耐久性や締め付け力が得られないことから、蓋金や反応容器またそれらを収納する耐圧容器を小型化することに制限がある。従って、SEYFRIED らの装置は大容量を必要とする実験には適しているが、試料が少量であったり、反応容器の軽量で簡便な取扱いを必要とする場合には使いにくい。そこで、我々は装置の小型化のため、チューブ継手を使った新

な蓋金を設計した。

## 2. 蓋金の概要

Dickson 型熱水反応装置の概要を Fig. 1 に示した。また、考案した蓋金の断面を Fig. 2 に示した。

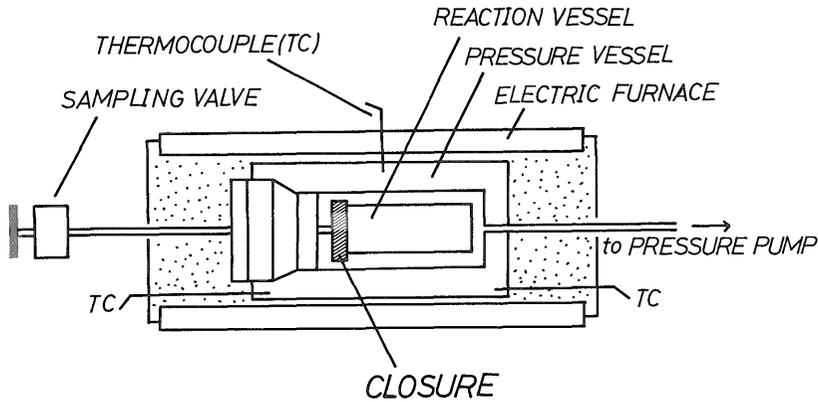
蓋金はチタン製のクロージャーヘッドとスラストボルト (押しネジ)、ステンレス製の締めつけ金具 (ボルト、ナット、ワッシャ)、そして金製のフィルターで構成されている。反応容器の上端をクロージャーヘッドとボルトではさみ、ボルトをナットで締めて密封する。なお、製作した蓋金は反応容器の径が 18 mm 用と、Fig. 2 に示した 23 mm 用の二種類である。

クロージャーヘッドおよびグランドナットは 99.99% チタンの丸棒を加工したものである。クロージャーヘッドの上面には耐圧容器に接続するための、下面にはスラストボルト用の、ネジ切りをした。また、クロージャーヘッドの上部にはボルトに合わせてテーパーを作り周囲にバイト筋 (幅 0.2 mm, 深さ 0.1 mm) をつけた。これは、反応容器を蓋金で締め付ける際に金をこのみぞに食い込ませて密封を良くするためである。しかし、テーパーの仕上げが荒いと金が表面の凹凸に食い込むため蓋金を外し難くなる。

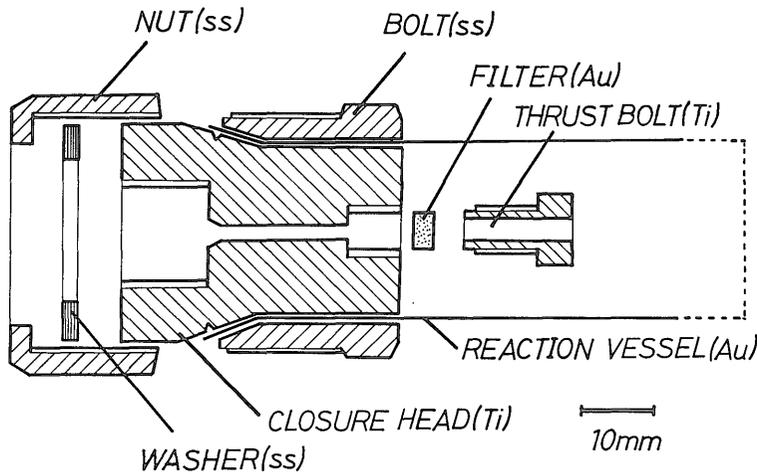
締めつけ金具には Swagelok 社製キャップ型チューブ継手の SS-3/4-1210-C (18 mm 用) と SS-1-1610-C (23 mm 用) を以下のような改造をして使用している。締めつけの際にクロージャーヘッドを傷めないようフェラルのかわりにワッシャを用い、フェラルがはまってい

\* 東京大学海洋研究所

\*\* 鉱床部臨時研究員 (昭和 61 年 12 月 1 日-昭和 62 年 3 月 31 日)



第1図 Dickson 型熱水反応装置の模式図  
Fig. 1 Schematic illustration of a Dickson-type hydrothermal equipment.



第2図 小型の金製反応容器用に新たに開発した蓋金の断面図  
(SS: ステンレススチール, Au: 金, Ti: チタン)  
Fig. 2 Cross section of a new closure piece for a small gold reaction cell.  
(SS: stainless steel, Au: gold, Ti: titanium)

たナットのくぼみをチタンヘッドの大きさに広げた。ナットの六角頂部を削り十二角ナットにし、ボルトにクロージャーヘッドが通る丸い穴を開けた。

フィルターは市販の金製焼結フィルター(直径15mm, 厚さ1.5-3mmの円盤)をカッターで切断し直径4mmの円盤に整形したもので、表面に沈着物や傷が生じていなければ再使用できる。また、反応容器には底板付きの筒状の金チューブを用いているが、密封するには均等な締めつけが必要のため継目のないものが望ましい。継目のある場合には、下記の蓋金の使用方法に従って容器の上端を焼きなまししながら蓋金で締める操作を繰

り返して、継目部分を他と同じ厚さにする必要がある。

### 3. 蓋金の使用法

#### 3・1 蓋金の締め方

反応容器の上端5-20mmをバーナー等で赤熱して放冷する焼きなましを行いながらラッパ状に広げると共に、容器全体も焼きなます。クロージャーヘッドにフィルターを入れスラストボルトで固定する。反応容器をボルトの穴に通し、クロージャーヘッドを反応容器に差し込む。ボルトにナットをねじ込んで締める。クロージャーヘッドに窒素等のガスボンベをつなぎ、1気圧程度の圧力を

かけた状態で反応容器全体を水につけて気密性を検査する。もし、密封が不十分な場合は焼きなましからやりなおす。

### 3・2 蓋金の外し方

反応容器は試料採取による内容物の減少で潰れているため、容器に窒素等のガスボンベをつなぎ、0.5-1気圧をかけてゆっくり膨らませる。なお、フィルターに沈澱や傷が生じている場合にはガスが通過しないので、ピンバイス(直径0.5mm程度)等でフィルターに穴を開けてから容器を膨らませる。反応容器のナットをはずす。密封は、ボルトを固定してクロージャーヘッドを横から軽く叩いて外すが、外れない場合はバーナーでボルト全体を加熱するとよい。

## 4. 今後の課題

蓋金の反応容器の直径(最大部)の比を取ると、SEYFRIEDらのものは1.3であったが、今回製作したものは18mm用で1.4、23mm用で1.7である。これは、締め付け金具のナット頂部が突出しているためで、蓋金を基準にすると相対的に反応容器が小さくなり内容積が減少したことになる。

今回の蓋金改造の目的は装置の小型化であるが、小型化した上で実験に使用できる溶液量を多くするには、締め付け金具の外面を丸くして専用の締め付け治具を開発する、あるいは反応容器を締め付け金具以下の部分だけ太くするなどの工夫が必要である。

## 5. ま と め

Dickson型熱水反応装置(SEYFRIED, GORDON and DICKSON, 1979)の金製反応容器を密封するため、チューブ継手を利用した着脱可能な蓋金を製作した。チュー

ブ継手を採用することにより、蓋金の大きさについての制約がなくなった。このため、反応容器や耐圧容器など装置全体の小型化が可能となった。

謝 辞 本研究の一部は、筆者の一人柳澤が臨時研究員として地質調査所鉱床部に滞在中に行った。18mm用蓋金は東京大学海洋研究所の金子秋男氏に、23mm用蓋金は工業技術院地質調査所技術部特殊技術課の竹内三郎氏に製作していただいた。両氏に厚く御礼申し上げます。なお、本研究の経費は文部省科学研究費No.60430010及び科学技術庁重点基礎研究費によった。

## 文 献

- DICKSON, F.W., BLOUT, C.W. and TUNNEL, G. (1963) Use of hydrothermal solution equipment to determine the solubility of anhydrite in water from 100°C to 275°C from 1 bar to 1,000 bars pressure. *Amer. J. Sci.*, vol. 261, p. 61-78.
- RYTUBA, J.M. and DICKSON, F.W. (1974) Reaction of pyrite + pyrrhotite + quartz + gold with NaCl-H<sub>2</sub>O solutions, 300-500°C, 500-1,500 bars and genetic implications. Problems of ore deposition, 4th IAGOD symposium, Varna, Bulgaria, II, p. 320-326.
- SEYFRIED, W.E., Jr., GORDON, P.C. and DICKSON, F.W. (1979) A new reaction cell for hydrothermal solution equipment. *Amer. J. Sci.*, vol. 64, p. 646-649.

(受付: 1987年3月26日; 受理: 1987年6月29日)