

1. はじめに

市販の分光器をそのまま用いて水の超臨界条件下での光学測定を可能にした装置を開発したので紹介する。臨界温度が室温近傍にある CO_2 や CHF_3 などの超臨界状態での吸収スペクトル測定は、恒温水などの温度制御機能を備えた試料セル（圧力容器）を市販の分光器の試料室に設置すると可能である。しかし水の超臨界条件下での吸収スペクトル測定は水の臨界温度が 374°C （臨界圧力：22 MPa）と比較的高いために市販の分光器がそのまま使えない。これは試料セルを臨界温度以上に加熱できる容量で分光器の試料室内に収納できる大きさの熱源の製作が今まで試みられなかったことと、この熱源を完全に熱遮蔽をして熱による分光器の光学系への影響（熱膨張）を回避出来なかったからである。さらに超臨界条件下でスペクトル測定を行うときは一定温度と圧力の下で試料を任意の濃度に連続的に制御したり或いは一定に保ったりする必要がある。そのためには、圧力一定の下で新しい試料を加熱しながら試料セルに供給するフロー機構を備える必要がある。従来用いられている加熱方法は、エアバスや溶融塩浴などかなり大型の設備を用いており、加熱した試料を試料セルに導入するまでの距離が長くなり、市販の分光器と組み合わせるには技術的に困難であった。このような理由から、通常、超臨界水条件下でのスペクトル測定は、試料セル加熱用熱源と試料予備加熱用熱源からの熱による光学系への影響を受けないように十分な広さをもつ暗室に専用の光学系と加熱機構を構成する設備が必要であった。

今回我々が開発した装置は、上で挙げた問題点を克服し、市販の分光器内に設置でき、 600°C 、60 MPa まで使用できる高温高压セルユニットで、大きな設備を必要としないで超臨界水の吸収スペクトル測定を可能にしたものである。

2. 高温高压スペクトルセルの概要

使用した分光器は日本分光製（V-550、試料室 $100 \times 120 \times 140$ mm）で、高温高压セルは電気炉で加熱し、その外面を水冷ジャケットで覆って強制冷却することで分光器への熱の影響を完全に除いた。フロー機構のための試料の予備加熱は、我々が開発した SUS や hastelly 製管を螺旋状にして金属熱媒体に埋め込んだ加熱装置を用い、試料セル近くに配置することで、試料セルに 10 cm 以内で結合出来るようにした。右に本装置で得られたスペクトルと分光器にセットした高温高压スペクトルセルの写真を示す。

