

固体窒素生成のデモ実験

○多田 康平^{a,b)}、西崎 修司^{a,b)}

^{a)}京都大学 大学院工学研究科、^{b)}京都大学 環境安全保健機構 低温物質管理部門

1. はじめに

京都大学大学院工学研究科では、近隣の小学校における「総合的な学習の時間」の地域学習の一環として、見学の受け入れを行っている。我々はこの活動に2017年度から参画し、小学生に対して液体窒素を用いた種々のデモ実験を実施している。本稿ではその中から固体窒素生成のデモ実験を紹介したい。

窒素は、大気圧下では、融点 63.17 K (-209.98°C)、沸点 77.31 K (-195.84°C) を示す¹⁾。液体窒素を減圧していくと、飽和蒸気圧曲線に沿って温度も低下していく。絶対圧で 0.0125 MPa の圧力に到達すると、温度は 63.15 K (-210.00°C) まで低下し、飽和蒸気圧曲線は融解曲線と合流する(三重点)¹⁾。三重点では気相・液相・固相の3相が共存するため、液体窒素を減圧して三重点に到達させることで固体窒素を生成することができる。

2. 実験配置

図1に実験配置の写真を示す。ポリカーボネート製のデシケータ(サンブラテック、PC-210、内容量約6.7L)の中に、液体窒素を溜めるための容器を置く。デシケータ内壁との直接的な接触による熱侵入を抑えるため、この容器はデシケータ内に直接置くのではなく、カップ麺容器などの発泡スチロール製の容器の上に乗せる。小型真空ポンプ(FUSO、VP-115、排気速度50 L/min (60 Hz)、到達真空度 50×10^{-3} Torr)とデシケータとを真空ゴム管で接続し、減圧できるよう配置する。

液体窒素を溜めるための容器としては、手元にあったいくつかの容器で検討した結果、インスタントコーヒーのふた(内容積約40 mL)または大きめのペットボトルのキャップ(内容積約9 mL)を採用することにした。これらの容器はプラスチック製なので、ガラス製の容器とは異なり、室温の容器に勢いよく液体窒素を注いでも、急激な温度差で割れる心配がなく取り扱いやすい。減圧の最中には液体窒素が沸騰して量が減ってしまうため、一般的な大きさのペットボトルのキャップ(内容積約6 mL)よりも大きな内容積の容器を用いるのが良いと考えられる。また、後述するように、この実験で得られる固体窒素は無色または白色半透明のかき氷状の見た目をしているので、様子を観察しやすくするため、液体窒素を溜める容器の色としては白色でない有色のものを選ぶのが良いと考えられる。

3. 実験操作および固体窒素生成の様子

この実験では液体窒素による凍傷や窒息などの事故が起きる可能性があるため、これらの危険に留意し、適切な保護具を身に付けて操作を行わなければならない。

真空ポンプとデシケータとを真空ゴム管で接続し、デシケータの真空引き口のcockは閉じておく。デシケータの中に断熱のための発泡スチロール容器を置き、その上に、まだ液体窒素を溜めていない空のプラスチック容器を置く。プラスチック容器に液体窒素を満タンまで注ぎ(少量であれば、容器からあふれても構わない)、デシケータのふたを乗せたのち、真空ポンプを運転し、デシケータのcockを徐々に開け、デシケータ内を減圧していく。液体窒素を溜めてからプラスチック容器をデシケータ内に置く方法をとると、不意に液体窒素をこぼして手にかけてしまう可能性があるため、あらかじめプラスチック容器をデシケータ内に置いてから液体窒素を注ぐ方法をとるのが良いと思われる。



図 1. 実験配置。



図 2. 固体窒素生成の様子。

真空ポンプでの減圧を開始すると、直ちにデシケータ内の圧力が下がり始める。前述の実験配置では、減圧開始ののち数十秒から数分で、ゲージ圧で -0.088 MPa から -0.090 MPa 程度（絶対圧では 0.012 MPa 程度）の圧力に到達する。この圧力に到達すると、液体窒素の表面が凍りつき、固体窒素が生成する。図 2 に固体窒素が生成している様子を示す。固体窒素は無色または白色半透明のかき氷状の見た目をしており、この時の圧力は -0.090 MPa 程度である。液体窒素の上で固体窒素がふたをした状態となると、固体窒素が液体窒素の圧力によって跳ね飛ばされ、デシケータ内壁に触れて急激に温められて気化し、デシケータ内の圧力が一時的に上昇する。真空ポンプの運転は継続しているので、ふたたびデシケータ内の圧力が下がっていき、液体窒素の表面で固体窒素が生成する、というサイクルを何度か繰り返すこともある。最終的にプラスチック容器内の窒素がすべて固体となると、デシケータ内の圧力はゲージ圧で -0.088 MPa から -0.090 MPa 程度でとどまるのではなく、さらに下がっていく。このとき窒素は、三重点を通過し、昇華曲線に沿って減圧とともにさらに温度低下しているものと考えられる。

4. おわりに

液体窒素をデシケータ内で減圧して三重点に到達させることにより、固体窒素を生成する実験について紹介した。この実験は、少数の器具類を使用し、簡単な実験配置で、短時間で行えるので、小学生や中学生を対象とするデモ実験として活用できる。また、適当な解説を加えれば、高校生や学部生を対象とする状態図を理解させるための教材としても活用できるのではないかと考えている。

参考文献 1 佐藤明男, 応用物理, 65, 410-411 (1996).