



極低温業務の効率化を目指して

機器分析ユニット 高山 敬史

たかやま・たかし／東京大学低温センター（現・低温科学研究センター）の技官として採用され、そこで数年間ヘリウム液化業務全般の修行を行い、平成2年に岡崎に赴任いたしました。液化業務はかれこれ東大時代を含めて40年以上の実務経験を身に付け、「蛇口を捻れば水道水が出てくる」が如く、液体ヘリウムも簡便に使うことができるを理念に、日頃より取り扱い易さを追求しながら努力しています。

1.はじめに

極低温の業務を遂行する上で、更なる効率化を目指して便利な装置を製作しましたので、この紙面をお借りしていくつか紹介します。

2.液体ヘリウム容器ベーキング装置

この装置は2021年3月東北大学総合技術研究会において、東大物性研の清水さんらが発表した内容を参考に製作しました^[1]。技術研究会とは技術系職員のための研究会で、分子研技術課（現・技術推進部）が発祥の地となっています。この研究会では日常業務の紹介や失敗談など現場の業務により近い発表内容が多いため、非常に参考になる話題が尽きない研究会です。

さて、液体ヘリウム容器は長期間使用していると回収配管が負圧であるため空気が混入して次第に内部が汚染されてしまいます。そこで、定期的に容器内部を温めて不純物（主に空気成分）

や水分を取り除かないと、液体ヘリウムトランスファー時にこれらが低温装置に入り込み悪影響を及ぼします。今回紹介する装置は効率的に容器に蓄積した不純物を除去する装置となっています。

製作したベーキング装置は、熱伝導のよい銅パイプの内部にカートリッジヒーターと温度測定用の熱電対を内蔵し、上部にはスウェジロックユニオンティーを接続して、分岐した配管はリード線の導入口とパージ用ガスとしての乾燥空気送風口を兼ねています。使用した継ぎ手から取り出すヒーター用電線と熱電対用リード線導入部は、樹脂接着剤で固めて密閉させました。熱電対を使用した温度制御には、(株)チノーのデジタル指示調節計を用いることで、銅パイプを希望の温度に変更できます。銅パイプ内部に内蔵した昇温用カートリッジヒーターはAC電源で加熱され、交流電源であるスライダックを操作す

ることで加熱パワーを自在に変化できるのが特徴です。図1にベーキング装置システム構成図と表1に機器パーツリストを掲載しました。

この装置の操作手順を説明いたします。液体ヘリウム容器に液が残っている状態で、希望温度に設定した銅パイプをトランスファーチューブ差込口よりゆっくりと挿入すると、その際に蒸発したヘリウムガスが容器ヘッドにあるガス回収口より回収配管に送られます。次に、昇温が進みデジタル指示調節計の温度表示が80K付近（個体空気が溶け出す温度）になったところで、上部ユニオンティーの乾燥空気送風口よりエアを送り込みます。送られた空気は銅パイプを通してヒーターで加熱され、さらに液体ヘリウム容器を昇温しながら容器ヘッドのガス回収口より、今度は、大気へ放出されます。設定した希望温度になるまで放置することで完璧なベーキングが終了すると

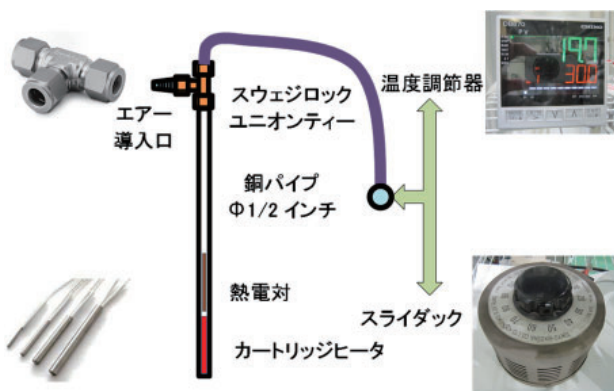


図1 ヘリウム容器ベーキング装置

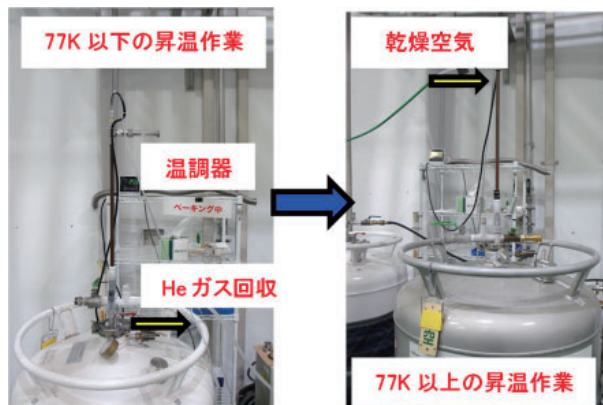


写真1 ベーキング手順

いった過程となります。写真1は実際の作業の様子をイメージしたものです。

通常、液体ヘリウム容器を昇温するには、容器内部に残った液体ヘリウムを逆トランスファーで容器が空になるまで回収配管へ全量回収して、次に、自然に昇温するまである程度放置して、最終段階として室温状態の乾燥空気で容器内部をパージする方法が主流となっていました。しかし、この旧来の操作手順では容器の昇温再生が終了するまで最低でも3～4日の工程を要してしまいます。ところが、今回製作した装置は、最短で1～1.5日という驚異的なスピードで容器の昇温再生ができてしまう優れものとなります。この装置は、業務の効率化に大いに貢献するものであり、今では手放せないグッズとなっています。

次に、このベーキング装置を運用してから気が付いた思わぬ副産物について紹介します。稀ではありますが年に数回あるかどうかという頻度で、液体ヘリウム容器を固体空気でブロック（閉塞）させる人為的ミスが起きます。ブロックを解消するには従来、温めた銅パイプを容器注入口より挿入して閉塞物を溶かす方法が一般的でしたが、この方法では固形物が溶け出した瞬間液体ヘリウム容器の内圧上昇分が一気に開放され、大量のヘリウムガスが大気に放出してしまいます。この放出ガスは非常に冷たいため、皮膚に晒されると凍傷を負ってしまう危険もあります。しかし、当該装置を使うことで、閉塞物除去から容器昇温再生という一連の

作業において、容器を回収配管に接続してガスを回収したままで行うことができます。すなわち、再生完了までは一切、外部にヘリウムガスを漏洩させずに済むのです。ガス損失ゼロはもちろん凍傷のリスク回避ができるのは嬉しい誤算でした。

3. 蒸発ヘリウムガス加温器

インターネット検索すると様々な商品を見つけることができます。熱交換器用の部材も例外ではありません。従来、液体ヘリウムトランスファー時に蒸発したガスの加温法として、バケツに水を貯めておき、その中にコイル状の銅パイプを通してガスを温める手法が主流でした。しかしこの方法には、いつの間にかバケツの水が蒸発していたり銅パイプの太さに制限があったりして、何かしらの欠点がありました。今でも現役で使用しているユーザーの方には頭が下がる一方です。

今回使用した熱交換器はネット検索で見つけた商品で、外径1インチのステンレス管に同じくステンレス製のフィンがらせん状に巻き付けられた部材となっています。加工オプションとしてステンレス管の端部に、真空機器では標準のNW25フランジを採用しています。このフランジを採用した理由は配管施工のブ

ス管を使用しました。フィンチューブの使用本数と長さは、蒸発ガス回収量の大小をみて決めました。同様に市販されている熱交換器には窒素ガス蒸発器がありますが、簡単に改造できないデメリットと値段も高いのがネックでした。部品構成として、今回はフィンチューブ全体をアングルで囲って架台としました。架台の下部には、移動用のキャスターもついています。更に液体ヘリウム充填時に付着した霜が解けることを想定し、滴下した水滴を受けるステンレスバットも備わっています。この装置の最大の利点は、簡単にパーツの最小単位までばらすことができ実験室の仕様に応じて変幻自在に作り変えることができる点です。写真2は製作した小型の加温器となります。これは、実際に協奏分子・山本グループの実験室に設置された超電導マグネットへの液体ヘリウム充填用に使用されており、大変好評なようです。

4. 初期予冷時ヘリウムガス回収装置

NMRなど超電導マグネットを使用する実験装置はヘリウム冷凍機がついていない限り、数か月に1度は定期的に液体ヘリウムを補充しなければなりません。充填の際に使用するトランスファーチューブは、液体ヘリウムの移

表1 機器パーツ構成表

カートリッジヒーター	AC100V 500W 10φ L:150mm
熱電対	Kタイプ
温調器	(株)チノー DB670

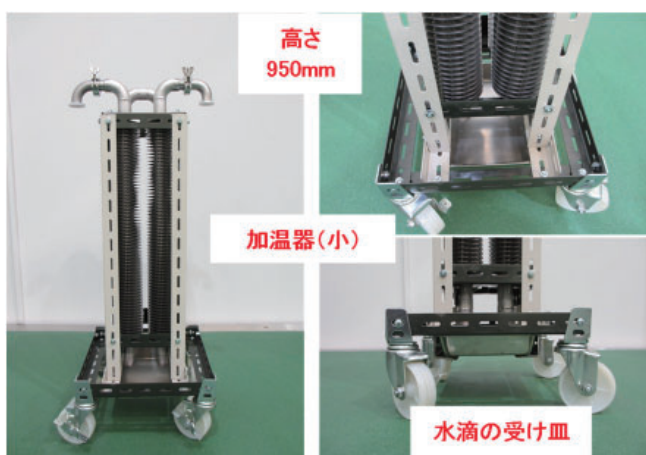


写真2 ヘリウムガス回収加温器

送初期、室温状態にあるためそのままでは温かいヘリウムガスが実験装置内に送られてしまうため、最悪マグネットがクエンチする可能性が考えられます。そこで、チューブを完全に冷却するまで液体ヘリウムを流し続けなければなりません。以前は、その予冷に使用して蒸発したヘリウムガスを大気に放出しており、抜本的な改善が必要でした。そこで、今回、冷却に使用したヘリウムガスを放出させずに回収する装置を製作しました。

図2は回収装置のイメージ図となり、部品構成は以下となります。トランスファーチューブ先端より排出されるガスの状態を目視できるように装置本体には透明なアクリルパイプ（肉厚2 mm）を用いています。パイプ上部には各種トランスファーチューブの外径に合わせてダイナミックシール^[2]を取り付けて、パイプとの接続にはシリコンチューブを使用しました。トランスファーチューブのサイズによってダイナミックシールを簡単に交換できるのが特徴です。アクリルパイプ下部には樹脂製の逆止弁が接続され、パイプ内部の圧力が発生した時のみヘリウムガ

スが回収配管へ流れる仕組みです。逆止弁を用いることで、トランスファーチューブの抜き差しが簡素化され、煩わしいバルブ操作をすることなく予冷時の蒸発ガスを自動的に回収配管へ送ることができます。また、逆止弁の先端部には樹脂製のタケノコを使用しているため、簡単に回収チューブとつなぐことができます。今回、樹脂製の逆止弁とタケノコを用いた理由として、NMR近傍で使うこの装置そのものが超電導マグネットの強磁場に影響されないよう配慮した結果です。唯一、逆止弁内部のスプリングだけは金属製となりますがスプリングによる磁場への影響はほとんどないものと思われます。

実際この装置を製作して何回か試運転を行いました。今まで大気に放出していたヘリウムガスはほぼ100%回収できるようになりました。また、旧来の移送管予冷方法では冷却の最終段階でトランスファーチューブの先端に霜が付着して相手側装置の液注入口にチューブが差し込めないという事態に陥りましたが、この回収装置を使うことによりチューブ先端部への霜の付着は一切起きなくなりました。透明なア

クリルパイプ越しに冷却状態が確認でき、予冷完了のタイミングも分かりやすく、当初懸念された、アクリルパイプの凍結による破損事故も今のところ起きていません。実際にアクリルパイプを液体窒素に漬けて耐寒テストを行いましたが、よほどの物理的衝撃が加わらない限りパイプが破損しないのは実証済みです。

5.まとめ

本紹介では、極低温業務に携わる中で仕事の効率化を目指して種々な便利グッズを開発しました。昨今、ヘリウムガスの入手が困難な状況が続いていますが、ヘリウムガス回収率を向上させることにより貴重な資源を守ることにはもちろん、ガス損失を最小限に抑えることで中長期的に低温実験が持続可能となります。ただし上記は、ヘリウムユーザー皆さま方の力をお借りしないと実現できませんので、今後とも極低温業務へのご理解およびご協力のほど、よろしくお願い申し上げます。

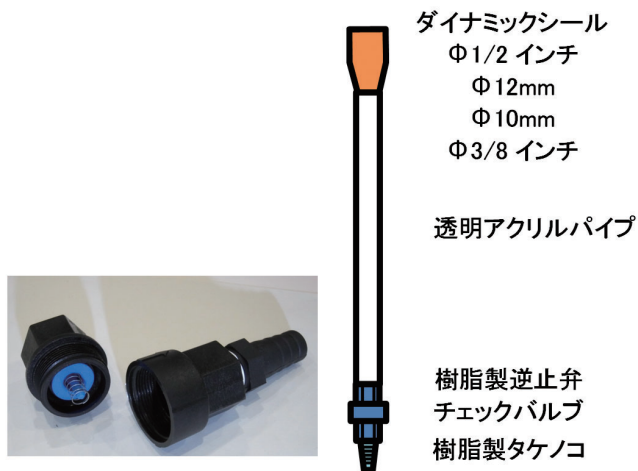


図2 初期予冷時回収装置

参考文献

- [1] 清水（野村）未来 他 液体ヘリウム容器用自動昇温装置の製作 東北大学技術研究会2021報告集（2021）.
- [2] 加藤清則 他 ダイナミックシール 高エネルギー物理学研究所1986報告集（1986）.