



Title	ヘリウムの純度管理
Author(s)	株, 喜代次
Citation	大阪大学低温センターだより. 2009, 146, p. 15-20
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/5677
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

ヘリウムの純度管理

低温センター豊中分室 株 喜代次（内線6090）

1. はじめに

低温センター豊中分室ヘリウム液化室（旧極低温実験室液化室）が、発足して半世紀を迎えた。その時間の流れの中で、設備の中核を担うヘリウム液化機は、ADL、CTi、PSI、Linde へと更新して、急増する液体ヘリウムの需要に応えた。

豊中分室は、「液化と回収」双方のバランスがとれて、はじめて安定供給が可能になるとの考えから、特に回収・精製設備の充実に努め、効率のよい供給体制を築いた。

ヘリウム液化機の進歩は、めざましく、液化機の精製用熱交換器で回収ヘリウムガスの純化精製を行いながら、同時に液化ができるようになった。回収ヘリウムガスの再液化に欠かす事のできない純化精製に、時間と労力を費やし、僅かな液化しかできなかったときからすれば、大きな変化であった。

各々の液化機の時代に、その特徴にあった純度管理及び回収・精製管理を行って、液体ヘリウム

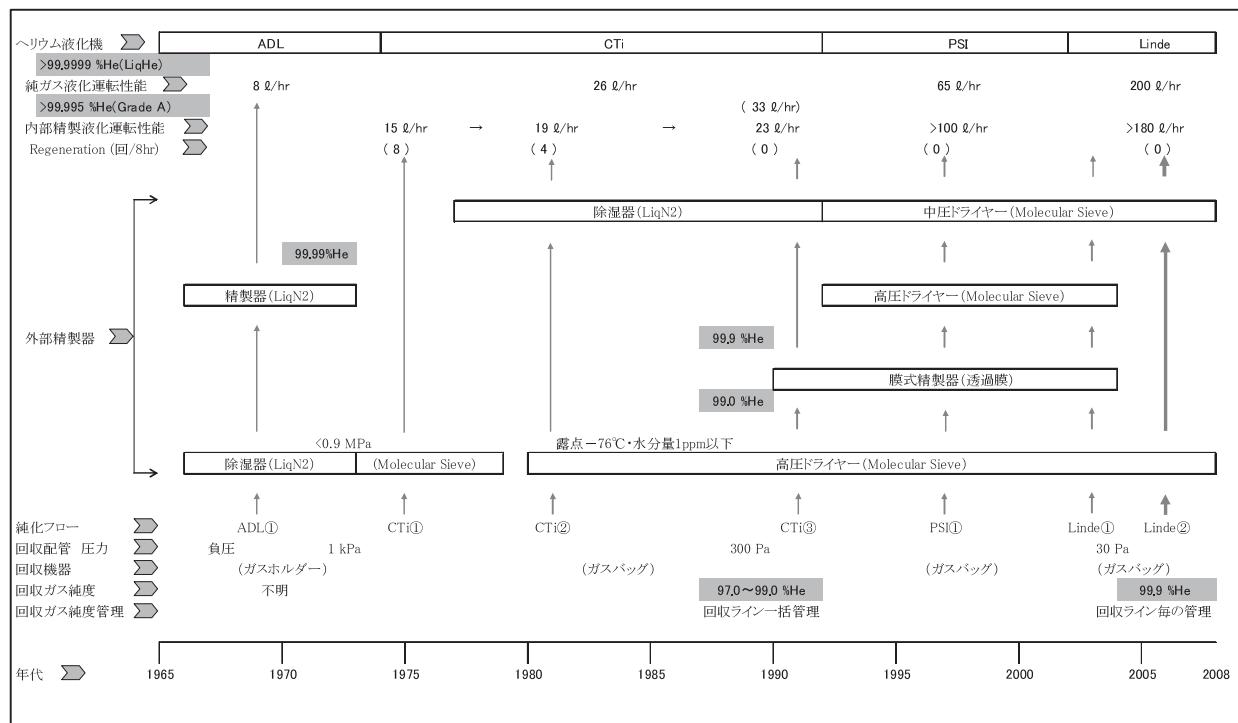
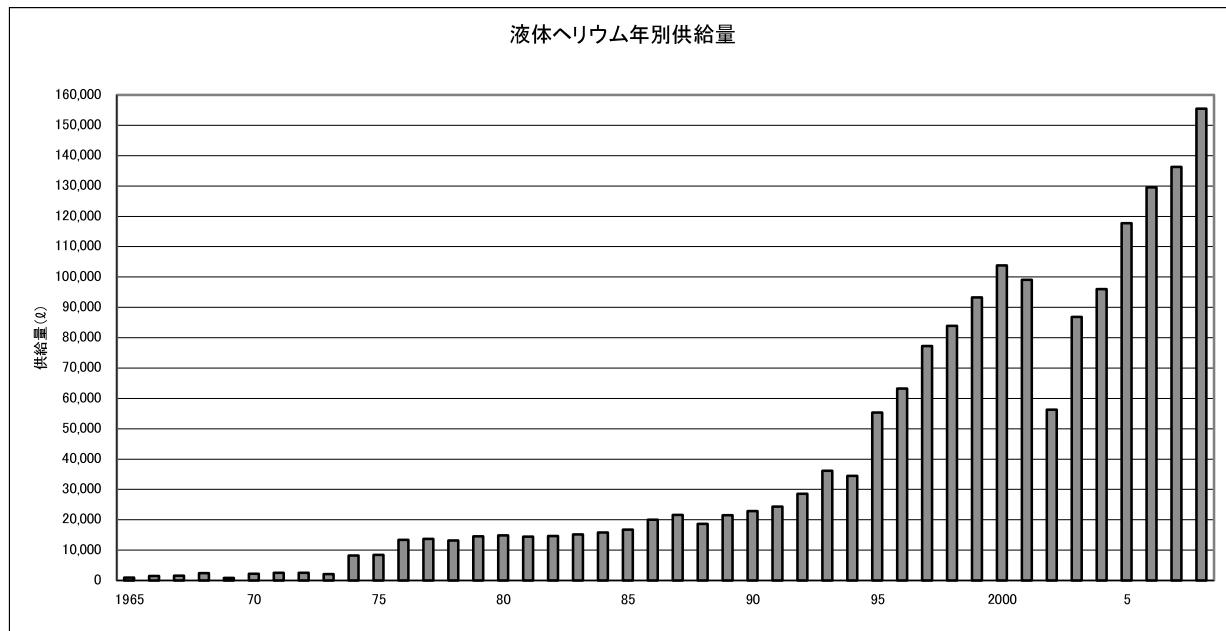


図1. 年代別回収ガス純化フローとガス純度



の供給に努めた。その中で、ヘリウムの液化に必要不可欠な要因である「純度」の向上に、日々、試行錯誤を繰り返した。

2 . ADL (~1973)

ADL液化機は、純ガス液化運転で、購入ヘリウムガス (Grade A) または、精製ガスで純度99.995%He以上のヘリウムガスを液化する装置であった。

圧縮機で高圧にしたヘリウムガスの一部を、往復膨張エンジンに送り込み、断熱膨張を繰返して寒冷を作り、液化機コールドボックス内の熱交換器を冷却する。残りのガスは、その冷却した熱交換器を通過して徐々に温度が下がりジュールトムソン弁に到達して液化する。極低温の熱交換器・チャコールフィルターを通過することで、99.995%He以上のガスは、99.9999%Heまで高められて液体ヘリウムになる。

当時の回収ガス純度は、未測定のため不明であった。又、回収配管は、低温センターと理学部の一部だけで、多くのユーザーが、風船 ($1.0 \sim 1.5\text{m}^3$) を利用してヘリウムガスの回収をした。

初期の回収配管の圧力は、「負圧」のため、ひとりのミスにより大量の空気を吸引して、回収ガスを汚染した。そして、外部精製器の精製能力を上回った汚染ヘリウムガスを度々、廃棄することがあった。

回収ヘリウムガスの汚染、廃棄を防止するために、根本的要因の「負圧」を「正圧」に変更する改善策を実施した。それは、「ガスホルダーのバランス錘を小さくして、ホルダー内部を加圧する。」ことであった。これが、純度管理の第一歩になった。

この改善で、回収配管等からの空気混入がなくなり純化精製の効率が飛躍的に上がった。また、実験装置等のガスの洩れが、レベル錘の変化で瞬時に判った。

これを契機にユーザー個々への未回収ガス代金の請求が始まった。

当時の記録からユーザー回収率が、平均47～50%であったことが判った。このことから、回収方

法等の全てが手探り状態での運営であり、回収配管等の整備、回収管理の必要性を強く要望していたことが推察できた。

3 . CTi (1974 ~ 1992)

CTi 液化機は、ヘリウムガス純度の違いによって純ガス液化運転 (99.995%He以上) と内部精製液化運転 (99.995%He未満) ができた。又、圧縮機の稼働台数 (吐出量) で液化能力が増減する液化システムでもあった。

豊中分室は、性能、耐久性、メンテナンスの容易性を実証したADL液化機の後継機種でその技術の高さを痛感していたので、回収ガスの純化精製・液化が同時にできる内部精製液化運転を液化供給プロセスとして選択した。当時、他にはない月曜日から金曜日までの連日運転を誕生させた理由（精製をする為に液化をする）であった。

CTi の内部精製機能は、液化プロセスの冷熱を利用して冷却した精製用熱交換器に、回収ヘリウムガスを通し、その温度 (35K) で不純物を固化分離して、回収ヘリウムを精製する。分離した不純物は、自動的に大気中へ放出した。

設置当初から、内部精製液化運転の「ガス純度に比例した液化性能」に興味を持ち、購入ガス (99.995%He以上) を蓄圧器（長尺容器設備）に入れ、純度調整を繰返してその性能を調べた。その結果、回収ガス純度が 99.9%He 以上であれば、純ガス液化運転の液化性能と大差のないことが判った。

「図1 . 年代別回収ガス純化フローとガス純度」からの抜粋

圧縮機 2 台 純ガス液化運転 26ℓ / hr

圧縮機 2 台 内部精製液化運転

CTi	回収ガス純度 97 ~ 99%He	前処理なし	15ℓ / hr
CTi	高圧ドライヤー、除湿器	< 1 ppm H ₂ O	19ℓ / hr
CTi	高圧ドライヤー、膜式精製、除湿器	<u>>99.9%He</u>	<u>23ℓ / hr</u>

(注、除湿器は、現在の中圧ドライヤーと同じ。)

液化性能の向上を可能にした「99.9%He以上のガス純度」が、豊中分室の管理目標となり、その後の膜式精製器の透過ヘリウムガス仕様値になった。

高圧ドライヤー、膜式精製器を導入後、所謂、1 ppm H₂O 以下、99.9%He 以上の回収ヘリウムは、連続運転が無理といわれた圧縮機 3 台内部精製液化運転をも可能にした。

液化性能は、33ℓ / hr (純ガス液化運転 35ℓ / hr) を確認した。

一方、CTi 液化機の設置と同時に回収配管の新設等整備、回収ガスマーターの設置が、精力的に進められた。この回収配管の設置形態は、キャンパスの広さ、短い距離を考えて建屋毎に単独配管を基本として設置、また、日常管理のために管理用ガスマーターを豊中分室側に設置した。

管理用ガスマーターを設置した目的は、日常点検（記録）、メーターの回収量、圧縮機回収量、蓄圧器回収量そして供給量を比較することで、回収設備、ヘリウムユーザー装置洩れ箇所の特定、

早期発見につながると判断したからであった。実際に、記録するだけで過去に、回収バルブの閉め忘れによるガス洩れを早期に発見することができた。

ヘリウム純度計、酸素濃度計は、各 1 台であった。回収記録とガス純度により不純物の瞬時流量を算出して、ヘリウムユーザーへのアナウンスのデータとした。

4 . PSI (1993 ~ 2002)

PSI 液化機は、ADL、CTi の技術を継承し、当時、アメリカで天然ガスからのヘリウム分離に使われていた装置を、ヘリウム精製・液化専用として改良設計した液化機であった。

CTi 液化機と同じく、純ガス液化運転、内部精製液化運転のふたつの運転モードがあり、その仕様は、以下のとおりであった。

純ガス液化運転

圧縮機 1 台 $65 \ell / hr$

圧縮機 2 台 $125 \ell / hr$

内部精製液化運転 (98%He)

圧縮機 2 台 $103 \ell / hr$

PSI 液化機は、起動停止等のボタン操作を必要としたが、圧力・温度等は、自動制御され、シーケンス制御でヘリウムは、液化した。そして、このPSI液化機から外部精製器の中圧ドライヤーが、標準仕様となり設置された。

試運転により仕様性能の確認は、済んでいたが、前液化機と比較すると戻り側（低圧）配管の過冷却状態（熱交換不良による、冷熱の無駄）に気づき、手動操作による調整を繰り返した。その結果、バランスがとれたときの最大液化量が、仕様性能を上回った。

内部精製液化運転 (99.9%He) 圧縮機 1 台 $105 \sim 110 \ell / hr$

PSI社へこのデータを送り、検討を重ねた結果、シーケンス・パラメーター等を変更し、自動制御で $105 \ell / hr$ （圧縮機1台・内部精製液化運転）の液化を確認した。

この方法が、高効率でコスト的にも最良の方法となり、「豊中分室」の標準運転モードになった。PSI を設置して 3 年目に急激な需要増加が始まり、前液化機の不純物分離排出性能との違いを、目にしてことになった。

それは、CTi が低温固化分離した不純物を温度制御して気化放出していたのに対して、PSI は、低温液状（固化）分離して不純物を液状から気化放出する方法であった。

液状である不純物は、流動性があり、不純物量により制御したバルブから自動的に大気放出した。つまり、不純物が熱交換器内に蓄積されないで連続的に排出することを意味していた。

この機能は、膜式精製器の分離性能と類似しており、中圧ドライヤーの標準設置と合わせ考える

と、膜式精製器の運用を再検討する必要があった。また、急激な需要増による回収ヘリウム純度低下、膜式精製器・液化機内部精製器の不純物放出に伴うヘリウムガスの放出口の多さ等の対策が必要となった。

5 . Linde (2003 ~)

急激な需要増に対応できるヘリウム液化機としてLinde液化機が、設置された。

仕様は、以下のとおりであった。

純ガス液化運転 圧縮機 1 台 200ℓ / hr

国立大学法人大阪大学低温センター豊中分室 (2003~)

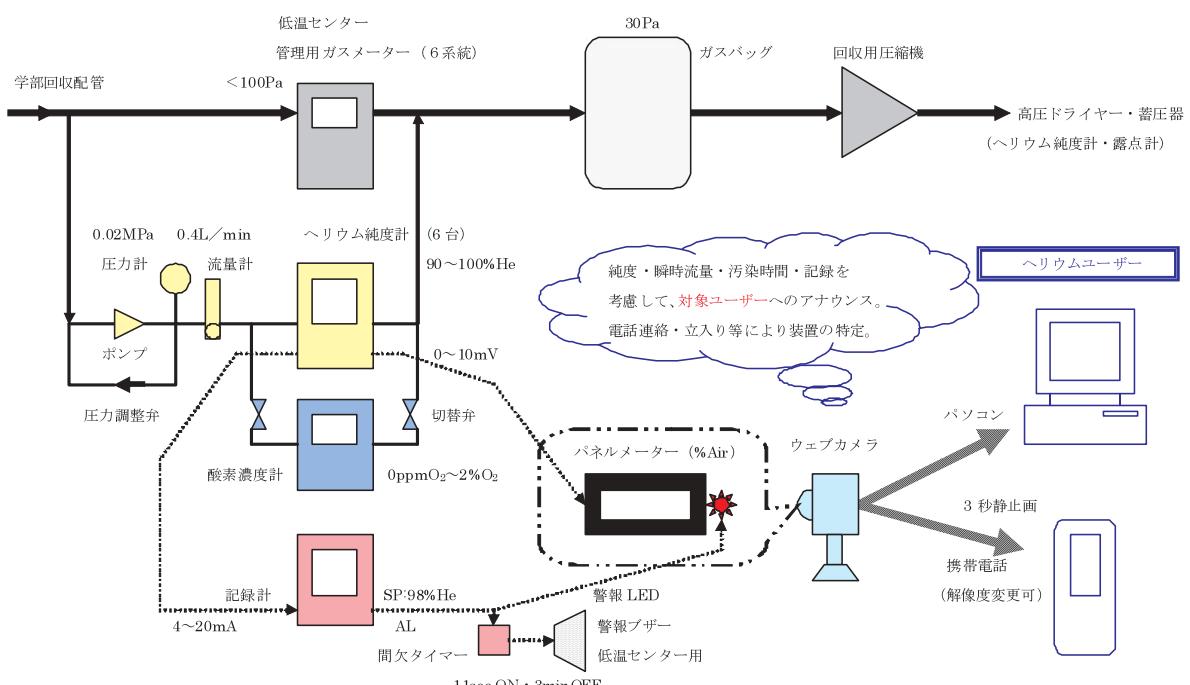


図 2 . 回収ヘリウムガス純度管理フロー

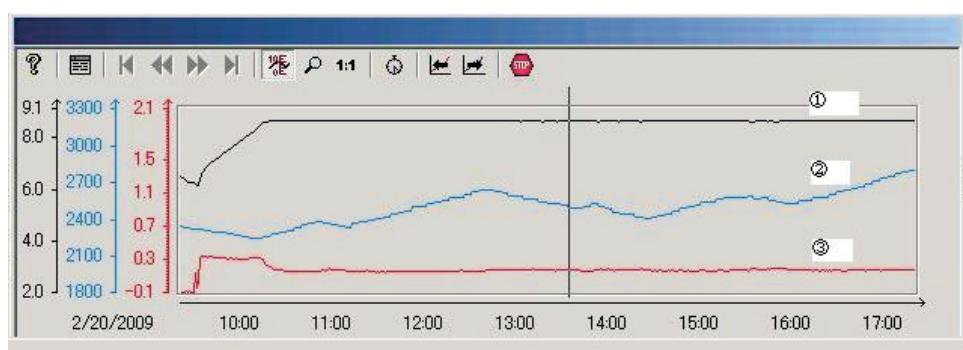


図 3 . 回収ヘリウムガス純度向上の結果 (内部精製液化運転時のモニター画面のコピー)

Buffer Tank圧力 (bara) Liq He貯槽液量 (ℓ) Regeneration差圧 (SP : > 2.0 bara)

この図は、回収ヘリウムガス純度99.95%He (酸素濃度計測定換算) の時、約8時間の運転で差圧 (線不純物の蓄積) が、発生することなく連続して精製液化をしたこと示している。

内部精製液化運転 圧縮機 1台 180ℓ / hr

内部精製液化運転の機能は、PSIと同じ低温液状(固化)分離であったが、不純物の排出方法は、異なる制御方法がとられていた。これは、膨張タービンの制御(圧力・流量変化をきらう)の難しさだと考えた。結果として、不純物が完全に大気放出されないで、一部が回収用ガスバッグへ戻った。この分離した不純物を全て大気放出する為に、放出配管に三方弁を取付け、純度を測定しながら手動で不純物を大気放出している。

回収ヘリウムガス純度を99.9%He以上に維持するための方法として、回収ヘリウムガス純度管理フローを設置した。この設備は、ガス純度に対する注意力、正確なデータのアナウンス、リアルタイムの情報提供を目的とし、純度管理に貢献した。

ヘリウムユーザーと低温センターが、「二人三脚」で純度管理に取り組み、回収ヘリウムガス純度99.9%He以上を維持している。

6 .まとめ

最近、ヘリウムユーザーからご質問をうけた。それは、「回収配管にオイルバッフル(ガラス製逆止器)をつけないと、ヘリウムの回収は、できないですか?」であった。

20年前なら、「勿論です。バッフルがなければ回収しては困る。」の返事をしていた。

今は、「回収(管理)に自信があるならつける必要はありません。自信がないならつけてから回収してください。」と返事をする。

なぜそのように答えるかと言うと、低温センターから研究室の回収ガスマーターまでは、低温センターの管理範囲と考え、気密検査を行ない、常に管理をしている。そして、ガスマーターから実験装置は、ユーザーの管理範囲であり、その管理は、ユーザー自身が考え実施することである。

また、低温センターの回収ガスバッグは、平成15年(2003)から圧力を30Paまで下げて運用している。せっかく、ヘリウムガスが還りやすくなっているのに、逆止器を取りつけて、わざわざ装置にかかる圧力を上げる(洩れ拡大)必要はないと考えている。

実験装置を回収配管に直結(逆止器をつけない)することは、ヘリウムユーザーに、「自動的に」メンテナンス技術の向上と日常管理を求めていくことになる。

低温センターは、ヘリウム純度管理・回収管理を強化して、その時々の具体的なデータをアナウンスすることで、ユーザーのメンテナンスをサポートした。

平成20年(2008)この積みかさねの結果が、豊中キャンパスのヘリウム事情にいい形で表れたといえる。