

Title	汚染ガス対策 不純物混入防止のお願い
Author(s)	牧山, 博美
Citation	大阪大学低温センターだより. 2006, 133, p. 17-22
Version Type	VoR
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/9048">https://hdl.handle.net/11094/9048</a>
rights	
Note	

*Osaka University Knowledge Archive : OUKA*

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

Osaka University

# 汚染ガス対策 不純物混入防止のお願い

低温センター吹田分室 牧山博美 (内線 7985)

E-mail: makiyama@ltc.osaka-u.ac.jp

## はじめに

液体ヘリウムの製造・供給を中心とする低温センター液化室現場業務にとって、最も優先されなければならないのは、供給を希望するユーザーへ途切れることのない液体ヘリウムの提供である。四半世紀以前と比較すると、NMRやSQUID装置に代表される低温装置の普及には目を見張るものがある。この種の実験装置は、期限付実験用の冷却装置と異なり一度装置が立ち上がると液体ヘリウムを涸らすことが出来ない。連続冷却のための液体ヘリウムの安定供給が必要不可欠な要素のひとつとなってくる。製造に関してはそういった実験装置の普及を牽引するように、液化装置の性能及び能力、安定性も格段にアップした。液体ヘリウムの安定かつ継続的な供給は当たり前で容易だろうと考えていたが実際はそうではなかった。液化室の現場では回収ヘリウムガスの純度管理など、純度の悪いガス、つまり汚染ガスが戻ってきた場合はガスの精製作業を行わなければならない。これら一連の作業を確実に取り入れ、より純度の高いヘリウムガスを膨張エンジン内へ送り込まなければならない。目、耳、鼻、感性をもフル稼働させながら、液化装置の不具合発生回数を少なく

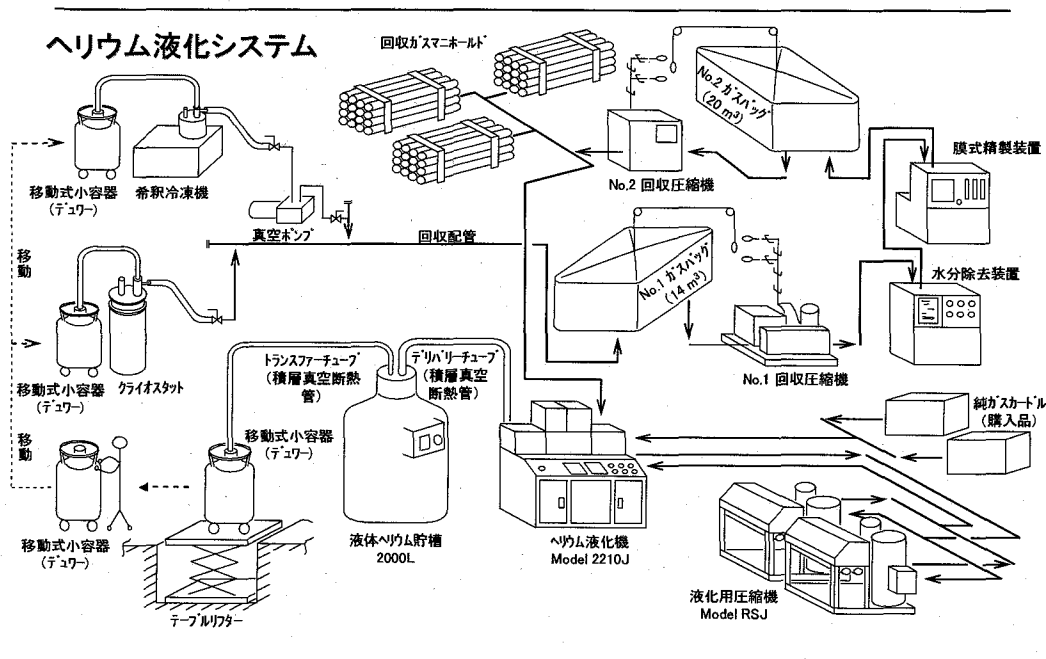


図-1 ヘリウム液化システム

し、液体ヘリウムの安定供給に奔走している。

## 1. 吹田地区の液体ヘリウム供給システムの概要

図1はヘリウム液化システムのフローチャートである。低温センター吹田分室ではヘリウムガスを購入し液化供給している。使用した後の蒸発ヘリウムガスは回収配管を通してNo. 1 ガスバッグへ戻される。No. 1 回収圧縮機を起動し、水分除去、膜式精製装置で不純物を除去しNo. 2 ガスバッグへ低圧回収され、No. 2 回収圧縮機で高圧充填し再液化に使用している。回収ガス充填用の高圧ポンプユニットは4つの系統に分かれていて、通常は全てのポンベの元バルブは開いている。充填するポンベのみが電動弁によって開閉させることが出来る。つまり、純度の良くないガスが戻ってきた場合は、一時的に別のポンベに充填しておいて、液体ヘリウムの汲み出し並びに実験者のトランスファーが少ない日にNo. 1 ガスバッグへガスを戻して、水分除去装置、膜式精製装置を繰り返し潜らせることでガスの純度を上げている。

### 吹田地区の回収配管敷設状況

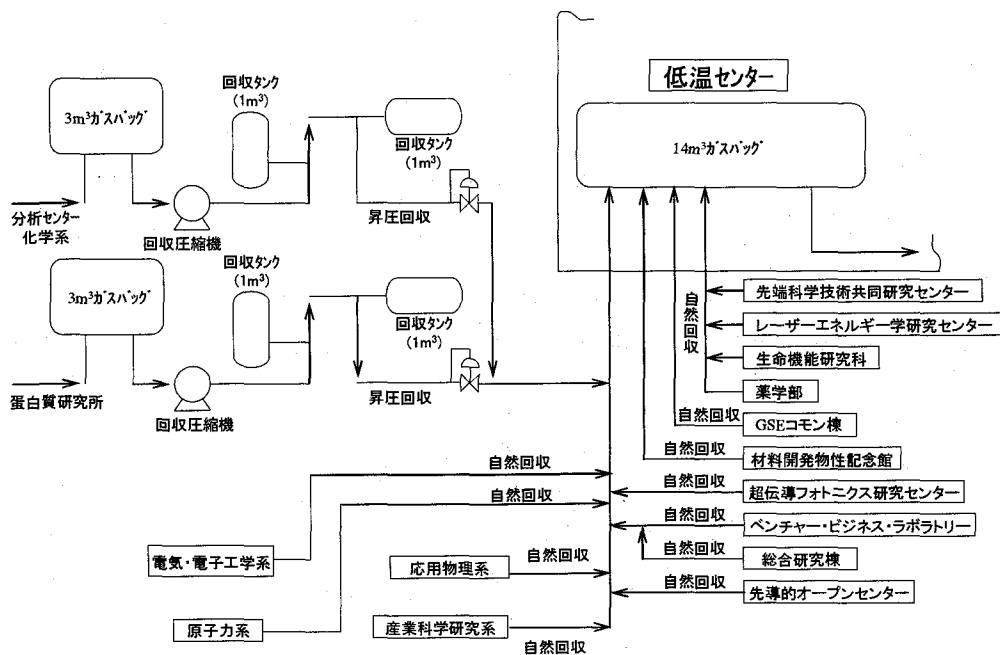


図-2 吹田地区の回収配管敷設状況

図-2は吹田地区におけるヘリウムガス回収配管敷設状況である。分析センター、蛋白質研究所のみ昇圧回収である。それ以外は自然回収である。今回とりあげたのは昇圧回収に限定される。実験に使用した液体ヘリウムの気化ガスは一旦研究室のガスバッグへ溜められ、実験室側の圧縮機により低温センターの1m³ガスタンクへ圧送される、タンク内に蓄えられたヘリウムガスはセンター側に取り付けてある圧力調整器で14m³ガスバッグに抜き取る。

## 2. 汚染ガス対策

ガス汚染の大きな原因のひとつはヘリウムガス回収ライン内の油である。圧送方式、つまり、圧縮機起動による回収においてミスト状の圧縮機油がヘリウムガスを汚染し、ガス中は勿論ヘリウムガス回収配管内に数年にわたって付着堆積してしまった。センターでは回収ラインの各系統に不純ガス等を吸着させるシリカゲルの吸着筒を設置している。図3は吸着筒内の不純物を吸着したシリカゲルの変色の様子である。左側が鉛色に変色した汚染のひどいシリカゲル。右側がピンク色のさほど深刻でないシリカゲルである。圧縮機は数年前オイルフリーに交換し、汚染された回収配管の高圧パージなどによる洗浄などを試みたが完全解決には至らず、その後の回収においても、配管壁面に付着した微量の油によってガス汚染は続き、汚染ガス処理（精製）作業に、液化供給以上の時間を割かなければならないという状態が続いている。



多量の油吸着



油分混入無し



シリカゲル抜取状況

図-3 吸着筒内開放の様子

そこで、再度、加温ガスによる汚染配管パージを実施することにした。冬場の回収に比べ夏場、とりわけ湿度の高い梅雨時の回収時に純度悪化の傾向が顕著である点に着目し、前回パージより、温度50℃、圧力0.3MPa高くしての配管内ガスパージを実施した。その時の様子を図-4に示す。ビニールホース内を流れるのは油、黒く変色したウエスは排出した油によるものである。

図-5は、2回目の配管パージ後の吸着筒内シリカゲルのオイル付着状況である。配管パージは



N<sub>2</sub>ガスとヒーター



ホース内を流れる油



加圧圧力



ホース内を流れる油



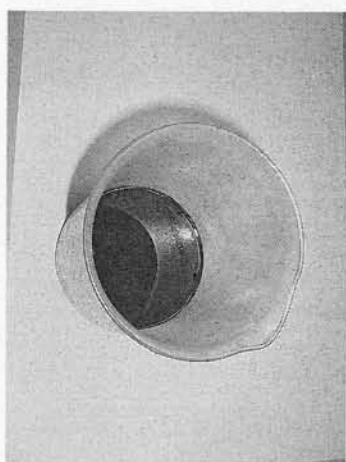
加温ガス温度



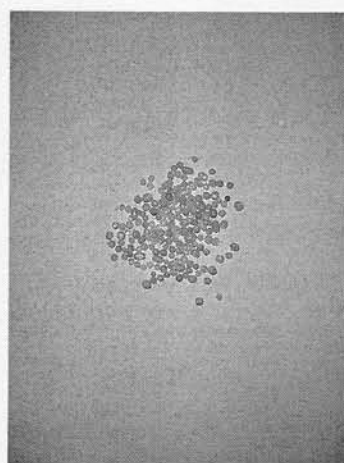
排出されたオイル

図-4 回収配管のガスパージ

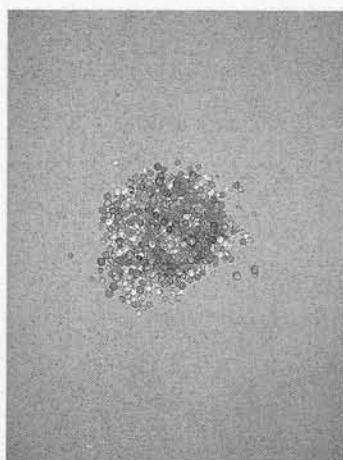
約7時間かけて行った。前回のパージでは60CC以上のオイルが出たが、今回はビーカーの底に溜まる程の量で収まった(5-1)。吸着筒内のシリカゲルは2ヶ月に1度の割合で交換を行っており、新品ではコバルトブルー色をしているが2ヶ月も経てば水分を含んで薄いピンク色に変色する(5-2)。そして底部のシリカゲルだけはオイルミストを含んで鉛色に変色している(5-3)。パージ前で圧送ポンプもロータリーポンプであった頃はシリカゲル全体が鉛色に変色していたことを思うと大きな改善があった。ガス純度も当初は96.5%前後であったものが現在では98.8%付近まで改善されている。しかし、現時点においても精製作業は一回の回収に対して2回実施しているが、パージ前は3回実施していたことを思うと改善されたと言える。



(5-1) 排出オイル



(5-2) 水分吸着



(5-3) オイルミスト吸着

図-5 加温ガスパージ後吸着筒内シリカゲル

## おわりに

液体ヘリウムを使用される皆さんへお願いしたいのは、回収ガスに不純物を混入させないで欲しいという一点に尽きる。そのためにはどうしたらよいか。例えば、クライオスタット内部を液体窒素で直接予冷した場合、液体窒素の追い出しや真空排気は確実にやり終える。残留窒素が残らないように注意が必要である。また、装置と回収配管を繋ぐ真空ゴムホースなどにはホースバンドなどを使用しリークがないか定期的に確認する習慣をつける。ヘリウム容器、クライオスタットに装着している小風船などの劣化などにも日ごろの点検が必要である。もうひとつ注意すべきは、負圧方式によるトランスファーにおいては、実験装置のシール部、装置と容器を繋ぐトランスファーチューブの接続部の締め付けは完全であることを確認したうえでポンピングに入る。液体ヘリウムのトランスファー時に空気混入が起りやすいのは加圧方式より負圧方式の場合が圧倒的に多い。

最後に、近年、大阪大学吹田キャンパスにおけるヘリウムガス回収配管の敷設状況は一部の系を除いてかなり整備されつつある。その大きな原動力となっているのが2001年に敷設された薬学部からの回収配管である。2002年、この薬学部配管を敷設する際に設けておいた枝官、一部バルブ止め

部分に繋ぎ込む設計で先端科学イノベーションセンターが繋がった。つぎに2003年には生命機能、レーザーテラヘルツ研究部門建屋（レーザーエネルギー学研究センター）からも同じ形式で回収配管が敷設された。さらに、2004年11月にGSEコモン高層棟から共同溝を利用して新たに回収配管が敷設された。そして現在、レーザーエネルギー学研究センター、核物理研究センターからも回収配管敷設計画の話が届いている。これらのことは液体ヘリウム利用者が増加することを意味している。今後も安定した液体ヘリウムの供給に尽力したいと考えている。利用者の皆様、とくに実験現場に携わる学生の皆様には純度の高いヘリウムガスを洩れなく戻して頂けるようお願いして本稿を閉じます。