

極低温業務 便利グッズ 4 種の紹介

○高山 敬史、 浅田 瑞枝
分子科学研究所 機器センター

0. はじめに

極低温の業務を遂行する上で、便利なグッズを製作したので報告する。何れもネット通販などで容易に手に入るパーツを生かして作っているのが特徴となっている。本報告では、下記 4 種類のグッズの紹介をする。

1. 液体 He 容器ベーキング装置
2. 蒸発 He ガス加温器
3. 初期予冷時 He ガス回収装置
4. ガスホルダー（ガスバッグ）レベル監視装置

1. 液体 He 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、東大物性研の清水氏らが発表した内容を参考に製作した。^[1]

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る。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れている。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選択して、銅パイプを希望の温度に変更できる。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、交流の電源部にスライダックを用いることで加熱パワーを自在に変化できるのが特徴だ。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載せる。

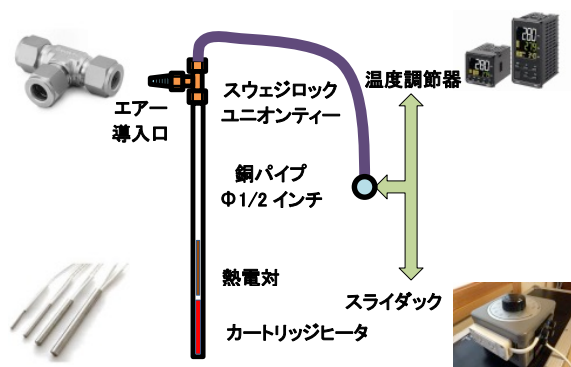


図 1 ヘリウム容器ベーキング装置

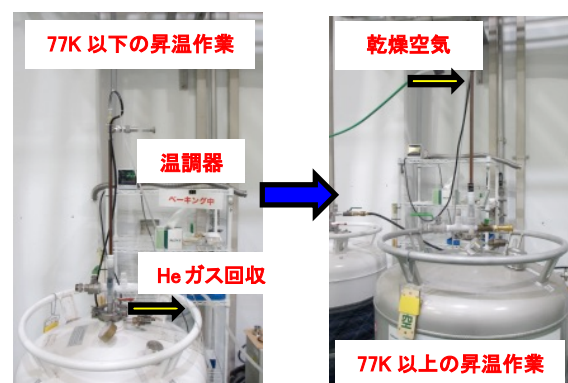


写真 1 ベーキング手順

この装置の操作手順として、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して、その際に蒸発したヘリウムガスは容器ヘッドにあるガス回収口より回収配管に送られる。次に、デジタル指示調節計の温度表示が 80K 付近になったところで、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、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、大気側へ放出し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。写真 1 は実際の作業の様子である。

通常は、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すべて容器内部をパージする方法が主流となる。しかし、この旧来のやり方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う。ところが、今回製作した装置を使用することで最短で 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。この装置は、

表 1 機器パーツ構成表

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

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る。

今回、このベア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する。稀ではある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させるミスが起きる。ブロックを開放するには従来、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だがこの方法では、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昇天してしまう。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がある。しかし、当該装置を使うことで、閉塞物除去から容器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ガスを回収した状態で行うことができ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すむ。凍傷といったリスク回避もできるのは嬉しい誤算だ。

2. 蒸発 He ガス加温器

ネットを検索すると様々な商品を目の当たりにする。熱交換器用の部材も例外ではない。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用として、水を貯めたバケツの中を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あった。この方法だと、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、とてもスマートな方法とはいいい難い面があった。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。

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 1in 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る。加工オプションとしてステンレス管の端部は真空機器で標準の NW25 フランジを採用した。このフランジを採用した理由は単に簡単に接続できるからである。フィンチューブ同士の接続には、U 型のス

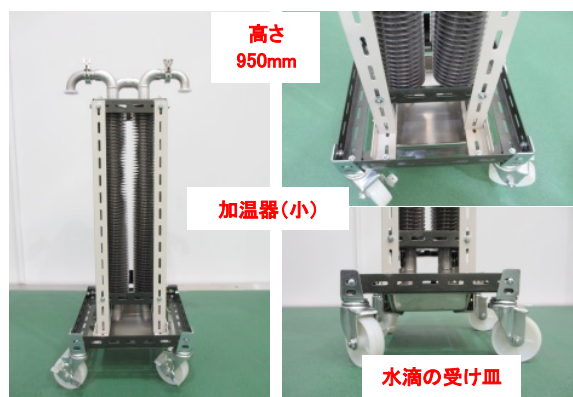


写真 2 ヘリウムガス回収加温器

テンレス管を使用して、蒸発ガス回収量の大小によりフィンチューブの使用本数と長さが決まる。同様の熱交換器で市販されているものに窒素ガス蒸発器があるが、これまたスマートとはいえない値段も高い。部品構成として、今回、フィンチューブ全体をアングルで囲って架台とした。架台の下部には、移動用のキャスターもある。更に液体ヘリウム充填時に付着した霜が解けた時用に、落下した水滴を受けるステンレスバットも備わっている。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だ。写真 2 は製作した小型の加温器となる。これは、実際にある研究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いる。

3. 初期予冷時 He 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らない。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こともある。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らないが、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あった。そこで、今回、冷却に使用したヘリウムガスを昇天させずに回収する装置を製作した。

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る。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装置本体には透明なアクリルパイプを用いた。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るためダイ

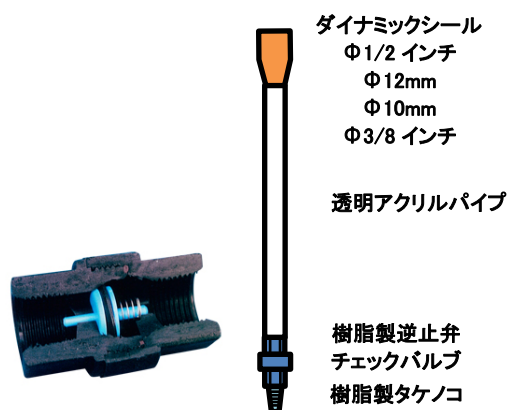


図 2 初期予冷時回収装置

ナミックシール^[2]を設置して、本体との接続にはシリコンチューブを用いた。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だ。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。逆止弁を使用することで、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る。逆止弁の先は樹脂製のタケノコを使用して簡単に回収チューブとつなぐことができる。今回、樹脂製の逆止弁とタケノコを用いた理由として、この装置は NMR 近傍で使うため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ある。唯一、逆止弁内部のスプリングだけは金属製となるがスプリングによる磁場への影響は皆無とっていいいだろう。

実際この装置を製作して何回かテスト運転を行っているが、今まで大気に放出していたヘリウムガスはほぼ 100%で回収ができるようになった。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ったが、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ていない。透明なアクリルパイプ越しに冷却状態も確認でき、何回か使用するうちに予冷完了のタイミングも分かりやすくなり、当初懸念された、アクリルパイプの凍結による破損も起きていない。

4. ガスホルダー（ガスバッグ）レベル監視装置

最近ラズパイを利用して回収ヘリウムガスの純度監視を行う大学が増えてきた。本技術研究会においても、分子研浅田がラズパイを使ったヘリウムガス純度監視について発表する。そこで、ラズパイを使って何かできないかを考えた末に、こうなれば便利だと思いついたのが、今回製作したガスホルダーのレベル監視装置である。以前は、秋月電子より販売されている PICNIC と呼ばれるワンボードマイコンを使用して、LabVIEW によるヘリウム回収純度の監視を行ったスキルがあったため、上記発案に至るまでの時間はそう長くはなかった。

元々ガスホルダーのレベルは、ヘリウム液化システムの制御監視装置にリアルタイムで表示されている。当研究所で使われているレーザー距離計を代用したレベルセンサーの出力は DC4-20mA で、シリアルに配線を追加してラズパイへ入力した。そのまま

の電気信号ではラズパイは認識しないため電流を電圧へ変換して、さらに AD コンバーターを介して I2C インターフェイスにて必要な信号をインプットする。入力信号の処理は、ラズパイにプリインストールされている Python と呼ばれるプログラミング言語を用いてモニターへの出力を行った。表示されるモニター画面はガスホルダーの容量が直感的に分かるよう、グラフィカルな表示形式を採用した。通常の業務をこなしながら、全くの Python 初心者でも約半年ほどで完成に至った。

今回製作した装置は、液体ヘリウムを充填する作業場に設置した。通常ガス回収、ヘリウム液化運転、ヘリウム充填作業等が全て重なると回収圧縮機のガス処理能力がガス回収量に追いつかず、ガスホルダーのレベルが満量に近づくという事態に見舞われたことが何度かあった。その際、今までは屋外に設置されたガスホルダーのレベルを目視しながら作業を行っていたが、この装置を使用することで、レベルの確認作業が現場でできるようになり業務の効率が劇的に改善された。写真 3 は実際にレベル監視を行っている液体ヘリウム充填場所の風景である。50m³ のガスホルダーに対して、現在何 m³ のガスがあるのか視認しやすくなっている。



写真 3 ガスホルダーのレベル監視

5. まとめ

本報告では、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た。今回、製作で使用した各々のパーツはネット通販で比較的手に入りやすく、しかも安価に製作できるのが特徴である。

最後に、この技術研究会は技術の共有の場として大いに役立って欲しい。

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).