

## 液体ヘリウムリサイクル設備におけるヘリウム漏洩の原因と対策

○西崎修司<sup>#, A), B)</sup>、多田康平<sup>A), B)</sup>

A) 京都大学 大学院工学研究科 附属桂インテックセンター

B) 京都大学 環境安全保健機構 低温物質管理部門

### 概要

世界的なヘリウム危機のために、全量を輸入に頼る日本では、ヘリウムの入手が困難な状況が続いている。にも拘らず、その特異な物性のため特に低温分野においてヘリウムの代替物質は無い。多くの研究教育機関では液体ヘリウムの安定供給のために液体ヘリウムリサイクル設備の運用や維持管理が行われている。ヘリウムの漏洩は、高圧ガスの事故に該当するのみならず、液体ヘリウムの安定供給に支障を来すため、漏洩防止に細心の注意を払うことが必要となる。ヘリウムの漏洩には振動や温度など様々な原因があり、各々の原因に応じた適切な対策が必要となる。この漏洩の問題に対して、これまで実施してきた対策や、現在検討している対策について発表する。

### 1. はじめに（ヘリウム回収率の推移）

京都大学桂キャンパス極低温施設は2008年に液体ヘリウムの供給を開始し、最近の年間供給量は約2万リットルに達している。

図1に桂キャンパスにおける半年間および年間のヘリウム回収率を示す。供給開始当初は、ガス回収メーターや回収配管が、NMRへの液体ヘリウム充填時に大量に蒸発するガスの回収に耐える設計になっていなかったため、液体ヘリウム充填の度に液体ヘリウムの大気放出が発生し、ヘリウム回収率は約80%と非常に低かった。2014年にNMRのヘリウム回収配管の改修工事を行うことで、液体ヘリウム充填時にもヘリウムを回収できるようになり、ヘリウム回収率は約90%まで上昇した。

NMRのヘリウム回収配管改修後、ヘリウム回収率は、約90%を保ち、それ以上は上昇しなかった。NMRにおける液体ヘリウムは強磁場を発生する超電導磁石を冷却することが目的であり、液体ヘリウムを溜

める部分の構造が単純なので、液体ヘリウムの充填後、充填口の締め忘れなどがない限り、回収率はほぼ100%を保つことができる。液体ヘリウムを使用する装置が全てNMRならば、ヘリウム回収率は100%近くまで上昇していたであろう。しかし、PPMSなどのNMR以外の実験装置の場合はポンプなどにより試料の温度変化を行うため、装置内でヘリウムを溜めたり流したりする部分の構造が複雑になり、ヘリウム漏洩する可能性が高い箇所が多くなる。ヘリウム漏洩箇所に気付かなければ、ヘリウム回収率を上昇させることはできない。

近年ヘリウム回収率が95-98%と上昇している理由は、市場ヘリウム価格の急激な上昇に伴い、それを補填するため学内の損失ヘリウム単価を値上げした際、ヘリウム回収率の低い実験装置がその値上げに耐え切れず実験を終了したことや、液体ヘリウムを大量に利用するヘリウム回収率の高い実験装置が稼働して全体的なヘリウム回収率を引き上げたことによる。

このように、それぞれの機器の構造や特性を踏ま

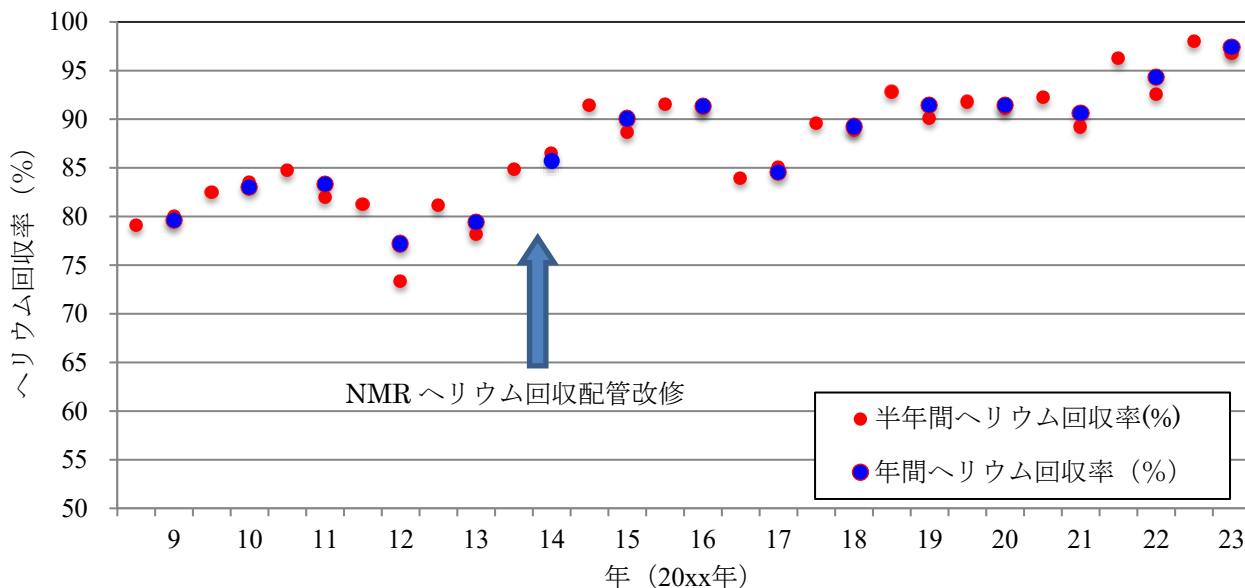


図1. 桂キャンパスのヘリウム回収率

えてヘリウム回収率が低い原因を探り、ヘリウム漏洩箇所を特定、対策することが重要である。

## 2. ヘリウム漏洩の原因

それぞれの機器に特有な構造によるもの以外にも、一般的なヘリウム漏洩の原因としては以下のものが考えられる。それらの原因に関して個別に考察する。

### 2.1 高圧

装置や配管にはそれぞれ設計圧力や常用圧力が設けられており、その圧力以下であれば問題ないのであるが、何かのトラブルによってそれを超える圧力が掛かると、破損や爆発に至り、ヘリウム漏洩を伴う重大事故が発生する可能性がある。この対策として一般には、想定外の圧力がかかっても装置や配管が破損する前に圧力を逃す安全弁が設置されている。安全弁が作動した場合には事故を免れることはできるが、安全弁が作動したことに気付かず、安全弁の吹き止まり圧力以下に内圧を下げないままにしていると、安全弁が閉じずヘリウム漏洩が続くことになるので、注意が必要である。

### 2.2 振動

装置から発生する振動により、徐々に接続箇所が緩みヘリウム漏洩が発生する場合がある。また、地震などの揺れにより、接続箇所に過度な力がかかり、その結果ヘリウム漏洩に至る場合もある。これらの対策としては、装置を床や壁に固定することによる振動防止や緩みにくいボルトやナットの使用、フレキシブルチューブを配管に挿入することによる振動吸収や振動伝搬防止を行うことで、接続箇所に過度な力が働かないようにすることが挙げられる。

### 2.3 温度

接続箇所を構成する部品がそれぞれ別の材質で作られている場合、材質ごとの熱膨張率の違いによって、温度変化に伴い歪みが発生し、ヘリウム漏洩に至る場合がある。シリコン製のパッキンでシールして金属配管を接続する場合などがよくある例である。気温だけでなく直射日光によっても、接続箇所が温められヘリウム漏洩の可能性が高まるため、直射日光を避けるために機器を室内に設置したり庇などで遮光したりする対策も有効と考えられる。運転中に高温となる装置において接続箇所に熱に弱いOリングを使用している場合、Oリングの劣化によりヘリウム漏洩が発生するおそれがある。対策としては耐熱性のあるOリングへの交換が考えられる。

### 2.4 経年劣化

長年装置を利用していると、経年劣化により、普段は想定していない箇所からヘリウム漏洩が発生する場合がある。例えば、埋設配管での配管の腐食、接続箇所の異種金属接触による電食、ガスバッグの材質の劣化などである。これらの劣化に関しては、ステンレスなどの腐食しにくい材質の配管を使用する、湿度を管理したり外面を塗装し直したりすることで錆の進行を抑える、異種金属の接続箇所には絶縁措置を講じる、といった対策が有効と考えられる。ガスバ

ッグなどの常時稼働している機器については、二重化し交互運転させることができれば、ヘリウム利用者への影響なく気密確認も行えるようになる。

### 2.5 操作ミス

作業者の操作ミスにより、ヘリウム漏洩が発生する場合もある。例えば液体ヘリウムを貯槽からベッセルに充填した後の充填口やバルブの閉め忘れ、配管の接続ミスなどである。フェールセーフやフルプルーフの機能の付いていないバルブ類の操作については、意識的な日頃の点検や指差し確認、開閉札の表示などにより、ミスを減らすことが大切である。

## 3. ヘリウム漏洩の想定、過去事例および対策（回収系）

世界的なヘリウム危機に対応するために、ヘリウム漏洩対策が重要である。そのためには、これまでに発生したヘリウム漏洩事例を調査解析することで、ヘリウム漏洩の起こりやすい箇所や原因を知ることが必須である。その結果、ヘリウム漏洩に対して効果的に対策を練ることができ、ヘリウム漏洩の確率を低下させることにつながる。

以下に、液体ヘリウムリサイクルシステムの回収系の各設備におけるヘリウム漏洩の想定、過去事例および対策を列記する。

### 3.1 建物設置ガスバッグ

各研究室から回収されたヘリウムガスは、建物ごとに設置されているガスバッグに一時的に回収し、ある程度貯められると、ロータリーポンプで回収配管に流し込まれて液化室へ送られる。建物ごとにガスバッグを設置している理由は、研究室がある建物と液化室がある建物との距離が遠いため、回収配管の背圧が高くなるので、液体ヘリウム充填の際に支障を来すからである。

この建物設置ガスバッグについては、ガスバッグに穴が開き、その穴からヘリウムガスが漏洩することが考えられる。穴が開く原因としては、ガスバッグと外枠との接触や表面に働く張力、同じ箇所での多数回の折れ曲がりなどによる損傷や、直射日光によるガスバッグ表面の硬化や多湿環境で発生するカビなどによる素材の劣化などが考えられる。ガスバッグの損傷や劣化を防ぐためには、ガスバッグに無理な力が掛からないように設計したり、ガスバッグを設置している部屋の環境を改善したりすることが重要である。

桂キャンパスでは当初、外枠の大きさに対して大きめなガスバッグが設置されていたため、常にガスバッグと外枠とが擦れ合い、ガスバッグが損傷してヘリウムが漏洩したことがある。この対策として、外枠によって傷みにくいようにガスバッグをサイズダウン（5.2 m<sup>3</sup> → 4.1 m<sup>3</sup>）するとともに、二重膜式のガスバッグへと交換した（図2）。ガスバッグ交換の際には一部の配管を外して制動試験やガス置換などを行なったが、作業後の配管復旧の際にNW25のOリングのはめ込みが甘く、ヘリウムが漏洩したことがある。ガスバッグに直結する配管の場合は、ガス圧

力が大気圧に近く漏れ検出液では確認が難しい場合があるので、別途リークディテクターでの確認も必要である。

桂キャンパスの建物設置ガスバッグにはバイパスラインがあるため、バイパスラインからガス回収しガスバッグの出入口を閉止すれば、ガスバッグの気密試験を行うことができる。キャンパスの計画停電時などバイパスラインに切り替えるタイミングで、ガスバッグの気密試験を同時に行うこともある。

### 3.2 回収配管

建物の間をつなぐ回収配管に関しては、普段操作することがなく、可動部分もないので、ヘリウムガスの漏洩の可能性は低いと考えている。しかしながら、大地震などの想定外の事態が発生した場合、接続箇所などに不具合が発生していないか確認することは必要である。桂キャンパスの回収配管は共同溝を通っているため確認しやすいが、埋設配管などの場合には経年劣化により回収配管に穴が開く事例も考えられるので、注意が必要である。

回収配管設置の際に、パイプにネジを切って使用する場合、テーパネジと並行ネジを組み合わせると、両者の間に隙間ができヘリウム漏洩の原因となるので、注意が必要である。両者の間には、テーパネジの場合はシールテープを利用し、並行ネジの場合はパッキンを使用する、という違いもある。パイプ接続はパーツ交換が容易な反面、接続箇所が多くなりヘリウム漏洩のリスクが高まる。交換を想定しない配管などの場合は、チューブ継ぎ手や溶接をうまく利用することで、ネジによる接続箇所を少なくしてヘリウム漏洩のリスクを軽減するのがよいと考えられる。

研究者や研究室の異動に伴って実験室内や建物内の回収配管が撤去される場合、回収配管を切断後、そのまま開放状態で放置されたり、バルブを閉じずに放置されたりすることで、ヘリウム漏洩につながる事例もあったため、回収配管撤去後の現地確認も重要である。

### 3.3 液化室ガスバッグ

回収配管を通して液化室に到達したヘリウムガスは、純度を確認後ガスバッグに一時的に貯められる。ある程度ヘリウムが貯まった段階で回収圧縮機により圧縮される。桂キャンパスの液化室ガスバッグでは、ガスバッグ設置の直後にタガのボルト部分がガスバッグに接触し、応力集中によりガスバッグを傷める事故が発生した。対策として、ボルトの周りにゴムを巻きつけてボルトとガスバッグとが直接接触しにくいようにするとともにガスバッグへの応力を分散させるよう工夫した(図3)。液化室ガスバッグを設置してから20年近く経ち、経年劣化によるガスバッグの気密性に疑問を感じ始めているが、液化室にガスバッグは1基しかないため、気密試験を行うことができていない。ガスバッグからのヘリウム漏洩があったとしても、程度によっては、ガスバッグが正常に動いているように見える場合もあるため[1]、現状ではヘリウム漏洩の有無、程度は不明である。今後、液化室ガスバッグの増設を行い、2基以上のガスバ

ッグを並列運用して、気密試験が行えるようにできないか検討中である。



図2. (上) 交換前の容積5.2 m<sup>3</sup>のガスバッグ。ガスバッグと外枠が擦れ合っていた。(下) 交換後の容積4.1 m<sup>3</sup>のガスバッグ。ガスバッグと外枠の接触が低減された。



図3. 液化室ガスバッグのボルト対策

### 3.4 回収圧縮機

液化室ガスバッグに貯められた大気圧程度の圧力のヘリウムガスは、回収圧縮機により段階的に加圧圧縮され、圧力は15 MPaまで上昇する。桂キャン

スの回収圧縮機は5段式で、1段目と2段目は低圧、3段目は高圧だが高圧ガス保安法施行令第2条第5項第1号により高圧ガス保安法の適用除外である。一方、4段目と5段目は高圧ガス保安法の適用範囲であるため、保安検査が必要である。回収圧縮機は気密検査ができないため、回収圧縮機を運転中にヘリウム漏洩検査を実施している。回収圧縮機本体の検査としては、送風機で発生する強風のためリークディテクターによる検査が難しいので、漏れ検出液で検査している。ただし、漏れ検出液での検査でも、運転に伴い回収圧縮機が高温になるため、漏れ検出液が沸騰蒸発してしまうので、回収圧縮機の温度が上がってしまう前に手早く検査する必要がある。

保安検査の一環として、積算運転時間により開放検査も実施している。特に高温高圧となる4段目と5段目では運転中にOリングからのヘリウム漏洩が比較的頻繁に発生しており、開放検査の際にもOリングの劣化が確認されている。当初より使用しているOリングは熱に弱いので、耐熱性のOリングに交換することを検討している。保安検査では、回収圧縮機出口の配管の肉厚検査も行い、配管の減肉による配管劣化の有無も確認している。

### 3.5 乾燥器

桂キャンパスでは、回収圧縮機で圧縮されたヘリウムガスを長尺カードルに貯蔵する前に乾燥させる高圧ガス乾燥器のみ設置しており、長尺カードルに貯蔵されたガスを内部精製器へ導入する前に乾燥させる中圧ガス乾燥器は設置していない。高圧ガス乾燥器も高圧ガス保安法の適用範囲であるため保安検査が必要である。高圧ガス乾燥器も気密検査ができないため、回収圧縮機および高圧ガス乾燥機を稼働させている間にヘリウム漏洩検査を実施する。高圧ガス乾燥器には、乾燥筒の切り替えなど配管の接続箇所が多く、作業者が普段操作することはないものの、経年的な接続箇所の緩みによりヘリウム漏洩の可能性があるので、接続箇所の漏洩確認は確実に実施する必要がある。

### 3.6 長尺カードル

回収圧縮機で圧縮されたのち高圧ガス乾燥機で乾燥されたヘリウムガスを貯蔵するのが長尺カードルである。長尺カードルも高圧ガス保安法の適用範囲であるため保安検査が必要である。桂キャンパスには12本組×2組で合計24本の長尺カードルがあり、4本、8本、12本の3系統で切り替えて運用できるようになっている。基本的には漏れ検出液でヘリウム漏洩検査を実施している。3系統の切り替えにより系統間での移充填など運用の自由度が高められている反面、配管やバルブ、圧力計などの接続箇所が増え、ヘリウム漏洩の確率も増加するので、注意が必要である。経年劣化の検査としては、長尺カードルは全体としては閉止できないものの系統ごとに切り替えて閉止することができるので、長尺カードルを構成するポンプ単体の気密検査が可能ではあるが、実際は肉厚検査を行うことで減肉していないかの確認を実施している。

## 4. ヘリウム漏洩の想定、過去事例および対策（液化系）

以下に、液化系の各設備におけるヘリウム漏洩の想定、過去事例および対策を列記する。

### 4.1 内部精製器

長尺カードルに貯蔵されていたヘリウムガスは減圧調整器で所定の圧力へ減圧されて液化系へ導入される。このヘリウムガスから大気成分などの不純物を除去して精製するのが精製器であり、液化機に付属するタイプの精製器は内部精製器と呼ばれる。内部精製器も高圧ガス保安法の適用範囲であるため保安検査が必要である。内部精製器は、気密検査が可能である。桂キャンパスでは、減圧後、内部精製器に導入される前に、ヘリウムガスの純度および露点を計測するための分析系のラインが接続されている。分析系への流量を大幅に減少させると、内部精製器への流量が増加して圧力が増加するため、内部精製器側の設定圧力と安全弁の作動圧力との差が小さいと安全弁が作動する可能性がある。そのため、分析系の流量を変化させる際は、内部精製器側の安全弁が作動しないように気を付けながらの流量調整が重要となる。また、分析系の低圧配管で安全弁の繋ぎ口からヘリウムが漏洩する初期不良も確認されたことがあるので、保安検査対象外の配管であっても自主的なヘリウム漏洩検査も重要である。

### 4.2 バッファタンク

内部精製機により大気成分などの不純物を除去して精製されたヘリウムガスを貯蔵するのがバッファタンクである。バッファタンクは、設計圧力が1MPa未満で高圧ガス保安法の適用範囲外であるため保安検査は不要である。バッファタンクは、使用時以外は閉止することができるので、気密検査が可能である。桂キャンパスでは、バッファタンクからのヘリウム漏洩の事例はないが、経年劣化によるバルブや接続箇所からのヘリウム漏洩の可能性も考えうるので、注意を怠らないことが肝要である。

### 4.3 液化用圧縮機

精製されたヘリウムガスを液化するために圧縮するのが液化用圧縮機である。液化用圧縮機は、圧力1MPa未満で運転され、高圧ガス保安法の適用範囲外であるため保安検査が不要である。液化用圧縮機も使用時以外は閉止することができるので、気密検査が可能である。現在のところ桂キャンパスでは、液化用圧縮機でのヘリウム漏洩の事例はない。毎回、液化運転後に液化用圧縮機が停止した段階で、液化用圧縮機と液化機の高圧側の配管との間のバルブを閉じることによって、液化用圧縮機内に0.7MPa程度のヘリウムガスを残すことにより、次の液化運転に必要なヘリウムガスを温存するとともに、気密試験を兼ねた運用を実施している。

### 4.4 液化機

液化用圧縮機で圧縮されたヘリウムガスを超高速で回転するタービンに通すことで寒冷を発生させ、

最終的にジュールトムソン膨張により液体ヘリウムを得るのが液化機である。液化機（内部精製器以外の部分）は、高圧ガス保安法の適用範囲外であるため保安検査が不要である。液化機は、気密検査が可能であり、液化機内部でヘリウム漏洩の確認が重要となる。桂キャンパスでは、液化機でのヘリウム漏洩の事例はないが、これまでに不純物混入によるタービン破損や、液体ヘリウムへの水素混入などのトラブルが発生した。不純物混入に対しては、液化機内のヘリウムガスを分析し、純度、露点、酸素濃度の確認などの対策を実施している。桂キャンパス独自のルールとして、露点が $-65^{\circ}\text{C}$ 以下かつ酸素濃度が1ppm未満であることを確認してから液化運転することになっている。水素混入に対しては、毎回、室温付近の温度で液化運転前に、液化機内の真空引きと、バッファタンクに溜めてある精製ヘリウムガスでの共洗いをを行うことにより、液化機系内の水素の蓄積を低減する対策を実施している。

#### 4.5 液体ヘリウム貯槽

液化機で生成された液体ヘリウムを貯蔵するのが、液体ヘリウム貯槽である。液体ヘリウム貯槽は、高圧ガス保安法の適用範囲外であるため保安検査が不要である。液体ヘリウム貯槽では、常にヘリウムが蒸発しているため、液体ヘリウム貯槽を密閉しての気密検査を実施することは不可能である。液体ヘリウムを液体ヘリウム貯槽から液体ヘリウム容器（ベッセル）に充填する際、液体ヘリウム貯槽を一時的に密閉し、バッファタンクのガスを用いて加圧することで、差圧で液体ヘリウムを取り出している。充填後、バルブ操作を忘れて、液体ヘリウム貯槽を密閉状態で放置すると、内圧が上昇し、安全弁が作動することになる。そのため、充填後のバルブ操作の確認や、日常点検時での液体ヘリウム貯槽の内圧の確認などが重要である。また、初期不良として、液体ヘリウム貯槽上部の接続箇所からヘリウム漏洩が確認されたこともあるので、保安検査範囲外の配管や接続箇所であってもヘリウム漏洩の確認は大切である。

#### 4.6 純ガスカードル

純ガスカードルは、高純度ヘリウムガスを高圧に圧縮して業者殿に納入して頂くものである。純ガスカードルは、高圧ガス保安法の適用範囲であるため保安検査が必要である。純ガスカードルは、基本的に液化運転時にのみ使用するため、密閉しての気密検査が可能である。漏れ検出液による気密検査や、純ガスカードル圧力の日常点検によって、ヘリウム漏洩が発見されることがある。配管接続部だけでなく圧力計接続部からも漏洩することがあるので、全体的に漏洩検査するのがよい。ヘリウム漏洩を発見した場合の対応としては、作業のミスや遅延などにより漏洩を拡大させないためにまずカードル内のポンベの元栓を一旦すべて閉止したのち、漏れ箇所を既定トルクで増し締めする。パッキンが傷んでいる場合はパッキン交換も必要となる。桂キャンパスに納入頂いている純ガスカードルは、以前は配管側にスリーブ押えのない接続部品が使用され、増し締めしづらい構造であったので、業者殿に相談し、スリーブ押

え付きのものに変更して頂いた（図4）。ヘリウム漏洩の原因としては、トラック運搬中の振動や、純ガスカードル設置場所への着地時の衝撃によって接続箇所が緩むことが考えられる。この対策として、純ガス



図4. 純ガスカードルのポンベ接続部分。(上) 変更前のスリーブ押えのないもの。円筒状で切欠がないため、配管側をレンチでつかむことができない。(下) 変更後のスリーブ押えの有るもの。切欠があるため、配管側をレンチでつかむことができる。

カードル設置場所にゴムシートを敷き、着地時の衝撃を緩和する努力をしている。また、納入時に運転手によってすべての接続箇所を漏れ検出液で検査して頂いている。納入後にヘリウム漏洩の可能性をできる限り抑えるため、桂キャンパスでは、液化運転時以外の平時には、カードル内のポンベの元栓をすべて閉止する対策を自主的に講じている。

## 5. まとめ

一度大気に放出してしまうと宇宙空間まで逃げてしまうヘリウムは、回収して再利用をしないと利用できなくなる貴重な資源である。ヘリウム漏洩は、ヘリウムの安定的なリサイクルに大きな問題となるため、その対策をしっかり実施する必要がある。機器ごとの構造や特性を踏まえ、過去の漏洩事例から学び、様々な場合を想定して、日頃から対策し続けることが必要である。

## 参考文献

- [1] 大塚 晃弘、“吉田キャンパス液体ヘリウム関連設備の更新”、京都大学物性科学センター誌、28, 23-27 (2016).