

液体窒素 CE から可搬式容器への移送速度のブースター効果

○浅田瑞枝[#]、高山敬史

自然科学研究機構 分子科学研究所

概要

タンクローリーから液体窒素を CE 貯槽に納入・充填した直後の数日間、CE からデュワーなどの可搬式容器に液体窒素を汲み出す際に移送速度が通常時の 1.5 倍程度の速度に跳ね上がる現象がみられた。本発表では、この液体窒素移送速度ブースター効果について報告する。

1. 液体窒素 CE

1.1 概要

現在、分子科学研究所の明大寺地区では 2 基の液体窒素 CE を運用中である (表 1)。CE No.1 はユーザーが実験室からアクセスしやすい位置にあり、一般ユーザーの小型・大型可搬式容器に液体窒素を汲み出す用途に使用している。CE No.2 はヘリウム液化室のある建物の傍にあり、ヘリウム液化の予冷や中圧ガスドライヤーの乾燥再生、実験室への窒素ガス供給、大型容器への液体窒素汲み出しに利用している。CE No.2 は設置場所から液体窒素自動供給装置までの配管が長く、供給効率が悪くなってしまうため、液体の汲み出しは大型容器に限っている。

容器に液体を詰めることを「充填」と呼ぶが、可搬式容器への充填と CE への充填が混在し紛らわしいため、この報告書では可搬式容器への充填を「汲み出し」と表記する。

1.2 CE への液体窒素充填

液体窒素の供給状況に合わせて、CE No.1 は 3 週間に 1 回程度、No.2 は 2 か月に 1 回程度、液体窒素を購入し充填している。分子研に納入を行う液体窒素タンクローリーの容量は 5,000 L 規模で、一度の納入で CE No.1 は上限まで充填できるが、CE No.2 は No.1 の充填の余剰分を充填に回すことが多く、No.2 が満量近くなる機会はあまりない (定期自主検査の時期くらいである)。

表 1. 分子研 (明大寺) の液体窒素 CE

	CE No.1	CE No.2
導入年	1978 年	1988 年
型式	CO-3	CE S-10
容量	2,900 L	10,000 L
供給装置までの配管長さ	約 6 m	約 26 m
年間 LN ₂ 供給量 (2022 年度)	16,527 L	34,362 L (液化等含む)

2. 液体窒素自動供給装置

2.1 液体窒素汲み出し方法

CE No.1、No.2 ともに液体窒素自動供給装置 (守随製) を設置し、ユーザー自身が容器へ汲み出しを行うセルフサービス方式で液体窒素を供給している。

ユーザー ID、容器 ID をバーコードから読み取り、タッチパネルの START ボタンを押すと汲み出し用の電磁弁が開き、供給開始する。配管の温度が設定値を下回るまではトランスファーチューブ予冷時の蒸発窒素ガスを屋外排気し、容器内の残留液体窒素が減らないようにする。トランスファーチューブが十分に冷えると電磁弁が切り替わり、自動的に液体窒素が供給され、容器の重量が目標量に到達すると自動的に電磁弁が閉じ、供給完了となる。液体の重量 (kg) から体積 (L) を計算し、汲み出し量を決定する。

2.2 自動供給装置の更新

2007 年導入の自動供給装置は特に大きな故障もなく稼働していたが、所内ネットワーク環境の更新や今後の老朽化に対応するため、2021 年度から順次、供給システムを更新した [1]。また、CE No.1 の床面埋め込み式のロードセルは設置当初から 40 年近く稼働していたが、センサー不良のため入れ替えを行った。更新後はデータサーバーが Windows 10 になり、汲み出し状況をリアルタイムに記録するなどの自作プログラムを動作させやすくなった。

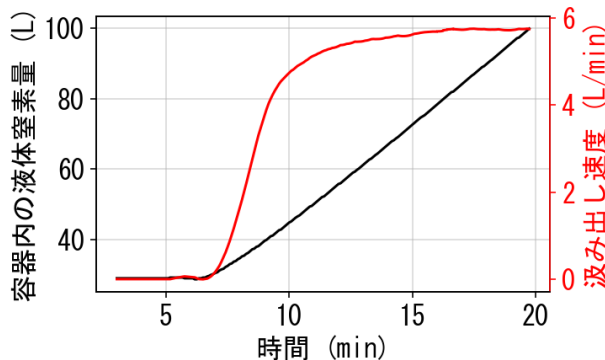


図 1. 液体窒素汲み出し量の時間変化
汲み出し速度 (赤) は液量 (黒) の 3 分間の
フィッティングを取った。

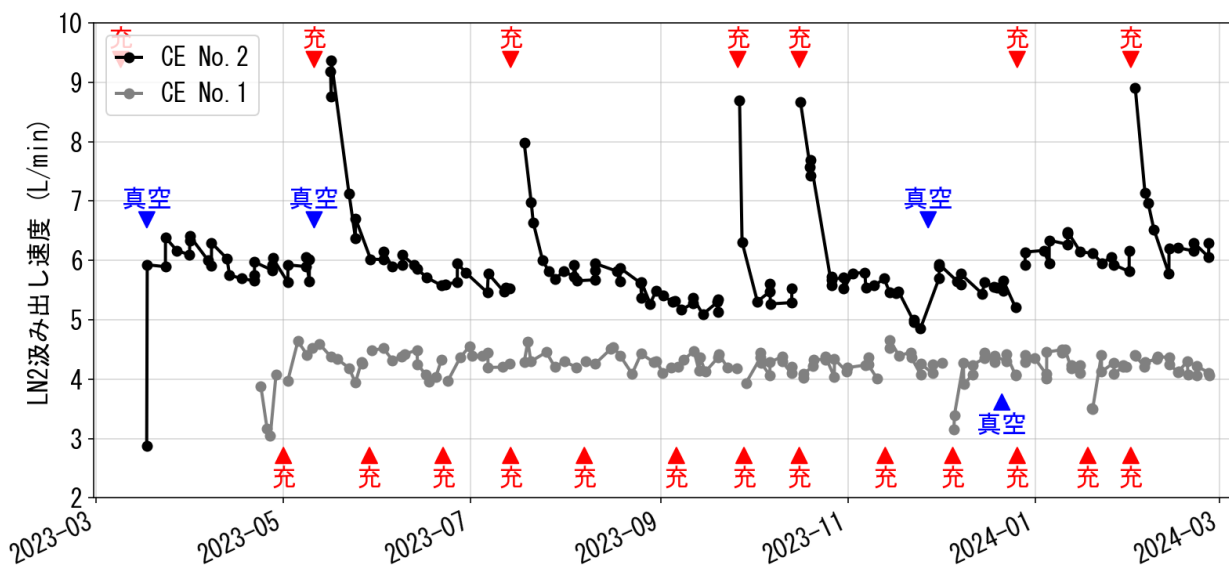


図2. 液体窒素汲み出し速度の変遷
 赤矢印：CEへの充填日、青矢印：CE-供給装置間の配管を真空引きした日。

3. 液体窒素汲み出し速度

3.1 統計データ取得方法

図1はCE No.2から大型可搬式容器へ汲み出す際の容器内液量の時間変化である。配管と容器が十分冷えると液体窒素が溜まり始め、徐々に汲み出し速度が加速し、最終的に一定値に安定する。汲み出し終了直前の3分間をフィッティングした値を汲み出し速度として集計した。また、汲み出し量が少なくと速度が上昇しきらないため、CE No.1, 2ともに40L以上の汲み出しのみ集計に使用した。いずれも可搬式容器の容量は大型の100-120Lで、液体窒素温度に冷えた(残液がある)容器に汲み出している。

3.2 汲み出し速度の変遷

図2はCEからの汲み出し速度を日付順にまとめたものである。CE No.1はCEへの充填の前後で汲み出し速度は全く変化せず、全期間でほぼ一定の値に

なった。CE No.2は充填直後の約7日間は汲み出し速度が上昇し最大で1.5倍程度になった。汲み出し速度が定常状態に安定するまでの日数は、汲み出し回数によって変化しなかった。

図3は汲み出し直前のCE圧力と汲み出し速度の関係である。一般に、寒剤の移送速度は容器間の圧力差が大きいと速くなるが、CEと可搬式容器間の移送でも同様に、汲み出し速度がCE圧力に比例する傾向がみられた。CE液面と汲み出し速度の関係は図4で、液面の高さも(タンクの背が高いCE No.2では明確に)、汲み出し速度に影響を及ぼすようである。この報告書ではまとめなかったが、CE圧力と液面高さに相関はほとんどなかった。CE No.1はCEへの充填後は(No.2とは逆に)汲み出し速度が低下するケースがあったが、充填作業による一時的な圧力低下によるものと思われる。CE圧力は充填作業や気温の変化からも影響を受けるため、たまにガス放出弁の開度を変えて圧力調整することがある。

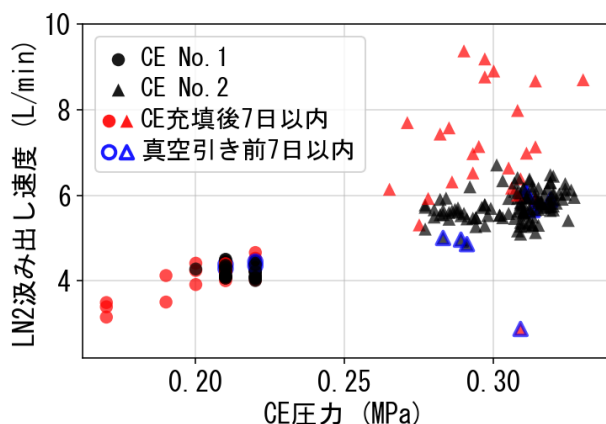


図3. CE圧力と液体窒素汲み出し速度

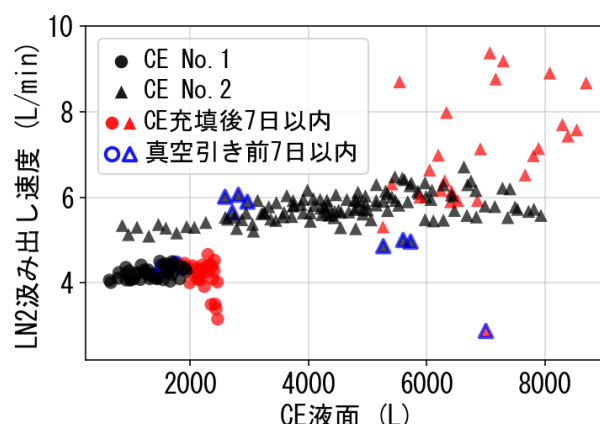


図4. CE液面と液体窒素汲み出し速度

CE No.2は、図3、4いずれもタンクローリーから充填した直後7日間（赤マーカー）は比例から外れた値になっている。汲み出し速度に対して圧力や液面以外に何らかのブースター効果が働くと思われる。

3.3 液体窒素の温度

タンクローリーで輸送される液体窒素は、CE貯槽で長期貯蔵するときの状態とは異なる。プラントで空気分離・液化された直後であれば液温がさらに低いと思われる。液体窒素の温度が低いと液密度が高くなるため、配管内を効率よく移送できる可能性がある。低温で「新鮮」な液体窒素ほど汲み出し速度が速く、CE No.2ではNo.1よりも大型なので新鮮さが保たれるのかもしれない。今のところCE内部の精密な温度や液密度の計測はできていないため、液体窒素の液温による影響は調べられていない。

また、タンクローリーからCEへ充填する際、CEの上部から入れると冷熱によりガス層が再液化しCEの圧力が下がり、下部から入れると圧力は上がる[2]。CEの上下どちらからどの程度の割合で充填するかにより、CE充填終了後の液体窒素汲み出し速度が影響を受ける可能性もあるが、こちらも検証はできていない。

4. その他のデータ比較

4.1 充填効率

液体窒素供給前後のCE液面の減少量と供給量の比率から、汲み出し効率を図5にプロットした。読者の方々は経験的に当然と思われるだろうが、短時間の間に続けて汲み出しを行うと、配管を冷やすための液体窒素消費量が少なくなり、汲み出し効率が良くなる。配管が長いCE No.2ではこの効果が強いが、30分以上経過すると配管が常温に戻り、連続汲み出しによる効率上昇効果がなくなるようである。

CEへの充填直後（赤マーカー）は汲み出し速度が速いが、汲み出し効率は通常時（黒マーカー）とあまり差はなかった。

4.2 配管の真空劣化

CEから供給装置までの配管は真空断熱二重管になっている。CE No.2の（非常に長い）供給配管の一部は劣化のため真空度が悪くなりやすく、汲み出し速度が顕著に低下することがある。配管の修復は難しいため、定期的に真空引きを行い高真空を保っている（図2の青矢印）。これまでは配管に霜が付くようになると再真空引きを行っていたが、日ごろから汲み出し速度をチェックすることで早めに真空引きを実施できそうである。

参考文献

- [1] 浅田 瑞枝、“分子科学研究所技術推進部報告 Activity Report 2022”、スタッフコラム、P39.
- [2] 高圧ガス保安協会、“コールドエバポレータ取り扱いハンドブック 第8次改訂版”

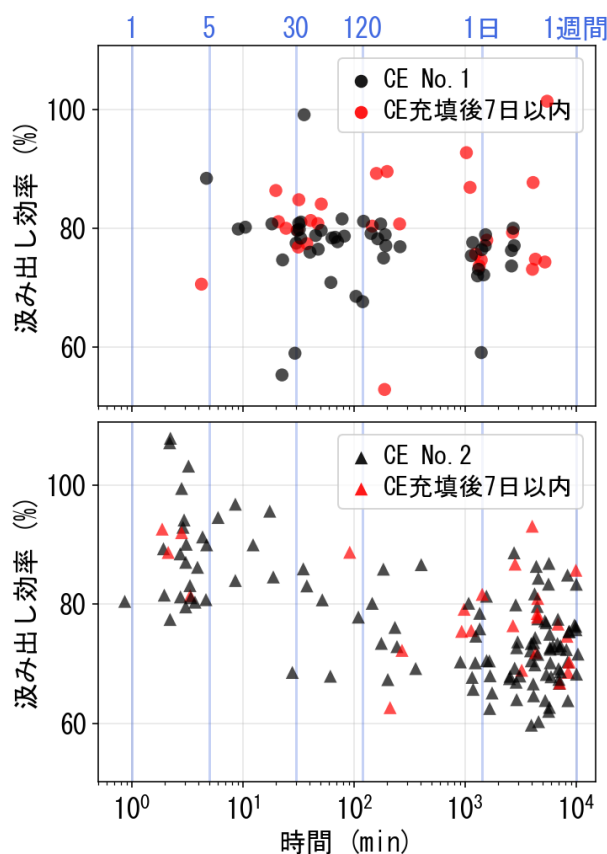


図5. 液体窒素の前回汲み出し終了からの経過時間と汲み出し効率（供給量 / CE液面の差）の比較

横の時間軸は対数軸。わかりやすさのため、上部に換算値を表記した。また、図3,4の真空引き前7日間のデータ（青）は除外した。