

ヘリウム液化用圧縮機のメンテナンスとその効果

○石田向日葵、浅田瑞枝、高山敬史、長尾春代、平野佳穂
自然科学研究機構 分子科学研究所 機器センター

1. はじめに

分子科学研究所 明大寺地区のヘリウム液化システム(Linde 社 L280)は 2011 年に更新され、今年で 14 年が経過する。ヘリウム液化機と同時に更新された液化用圧縮機の定期メンテナンスとその後の液化率向上について報告する。

2. メンテナンスの内容

当施設では液化用圧縮機(KAESER DSDX302)のオイル、オイルセパレーター、オイルフィルターを運転時間 10,000 時間毎に交換している。2017 年 9 月に 10,000 時間を超え 1 回目の交換、2024 年 10 月に 20,000 時間を超えたため 2 回目の交換を KAESER 社の技術者 3 名が 1 日で実施した。作業内容を紹介する。

(1). 液化用圧縮機周辺の縁切り

開放する液化用圧縮機周辺以外のヘリウム配管に空気が入らないよう、液化用圧縮機へのヘリウムガスの入口(LP)V461 と出口(HP)V464、安全弁手前 V2260、油分離器(ORS)オールドレン戻り V2812 の 4 か所を閉めた(図 1 の赤丸箇所)。

(2). オイルタンクの加圧、オイル排出

小池酸素工業より借用したワンタッチコネクタ(図 2)を使用し、ヘリウムボンベをガス導入用ポート V2116(図 3)に接続しオイルタンクを加圧。ボンベの二次圧は 0.4~0.5MPa 程度に調整した。オイルの排出はオイルタンク下部とスクリー下部から実施し、合計で 95L 排出された。特にスクリー下部は、古いオイルが残らないよう内部のカップリングを 10 分ほど手で回して排出していた。

(3). 圧抜き、オイルタンク開放

オイルセパレーター前後のワンタッチコネクタ V2114、V2115 にサイレンサーを付けて圧抜きを実施(図 4)。圧が抜けたらオイルタンクに繋がる配管

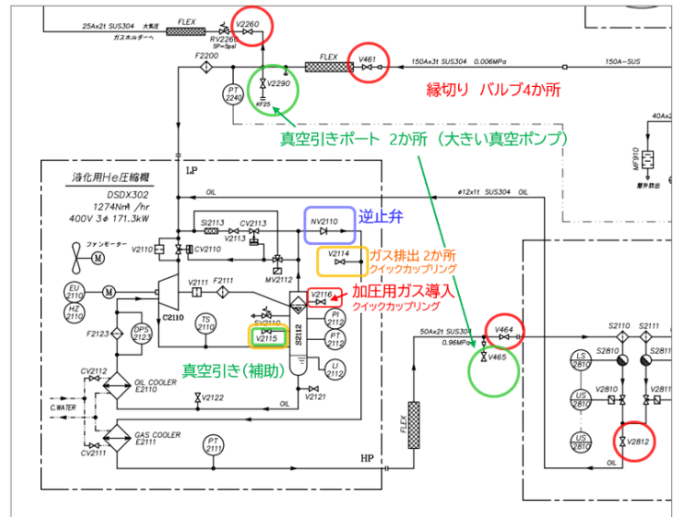


図 1 液化用圧縮機周辺のフロー図



図 2 ワンタッチコネクタ

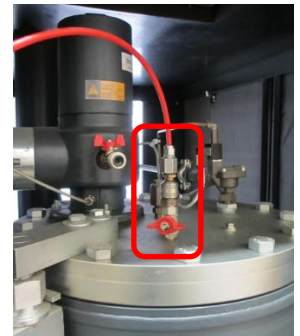


図 3 ガス導入用ポート V2116 に接続

を外した後、フランジを軸中心にスライドさせてオイルタンクを開放した。油面計とタンク内のフロートが連動していないことが判明したため、次回開放時に交換を予定している。



図 4 圧抜き箇所 左: V2114、右: V2115

(4). オイルセパレーター・オイルフィルター交換、オイル補充

オイルセパレーターは圧縮機の天板を外して上から引き上げて交換した。下のほうが少し変色していたが、10,000 時間稼働した割には全体的に綺麗であった(図5)。オイルフィルターはベルトレンチで取り外して交換(図6)、オイルタンクに新しいオイルを補充し、配管等全て元に戻した。



図5 オイルセパレーター
少し変色あるが綺麗



図6 オイルフィルター
オイルが垂れるので注意

(5). 気密試験

(2) オイルタンクの加圧と同様にヘリウムポンペをガス導入用ポート V2116 に接続し、気密試験を実施した。音とリークディテクターでリーク箇所が 3 か所(図7)見つかったため増し締め調整を行い、オイルタンクの圧力 0.9MPa で 15 分間圧力が下がらないことを確認した。

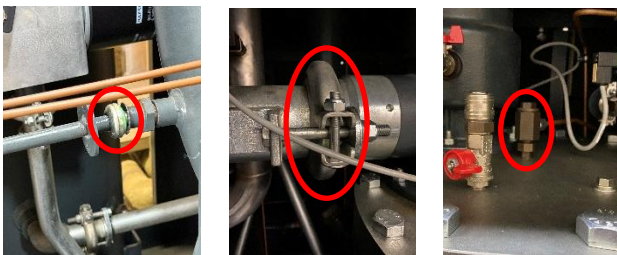


図7 リーク箇所 左から①緑のゴムパッキン
②クランプ ③オイルタンク上部

(6). ヘリウムガス置換

ヘリウムガスの入口(LP)と出口(HP)付近の真空引きポート(図1の緑丸箇所, V2290とV465)から 90 m³/h の大型ロータリーポンプ(図8左)で同時に真空引きした。オイルタンク付近は圧抜きに使用した V2115 のポートに KAESER 社から借用したワンタッチコネクタを使用して 15 m³/h の小型ロータリーポンプ(図8右)で真空引きした。真空引きのポート

のバルブを全て閉じて、ガス導入用ポートからヘリウムガスをオイルタンクの圧力計で大気圧になるまで導入し、再び真空引きを 3 回繰り返した。真空引きの時間は施設によって差があるらしく、当施設では大型のポンプを使用したため 1 回目: 60 分、2 回目: 30 分、3 回目: 15 分で実施した。オイルから出る空気成分が最初が多いため時間を長めにして徐々に短くしている。



図8 ロータリーポンプ 左: 90 m³/h、右: 15 m³/h

(7). 縁切りの復旧・試運転

(1) で縁切りした箇所を復旧し、30 分程度試運転して問題ないことを確認して作業を終了した。

3. メンテナンス前後の液化率の上昇

当施設では液体窒素無しで週 2~3 回液化運転している。2024 年度から液化率(L/h)を毎回記録しており、液化用圧縮機のメンテナンス 10/24 前後で液化率が向上していることがわかった。(図9、表1)

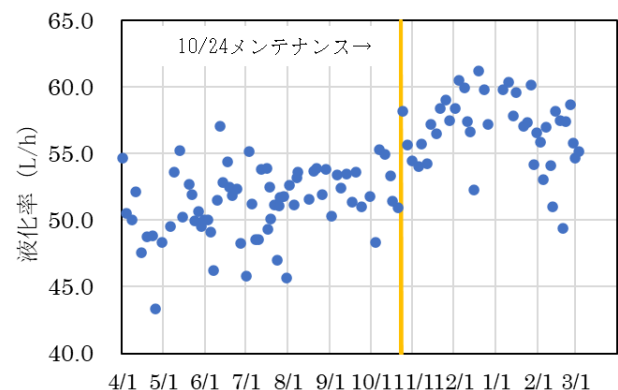


図9 2024 年度液化率

表1 メンテナンス前後の液化率

	液化率	向上率
メンテナンス前(4/1~10/23)	51.3 L/h	10.1 %
メンテナンス後(10/24~3/3)	57.0 L/h	

汚れたオイルをきれいなオイルに交換したことが液化率向上の要因の一つと考え、オイルの成分を分析して汚れ具合を確認することにした(図10)。排出したオイルを確認すると沈殿物があったため、分離してオイル成分と沈殿物をそれぞれ分析した。

- (1)劣化オイルと新オイルの成分を ICP で分析
- (2)劣化オイルのタンク底の沈殿物を分離して SEM-EDS で成分を分析

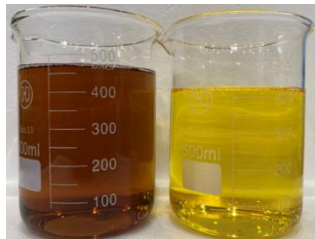


図10 左：劣化オイル 右：新オイル
炭化水素系合成潤滑油(ポリアルファオレフィン)

(1). ICP 発光分光分析

新オイル・劣化オイルで元素の有無を比較するために、Agilent 社の ICP 発光分光分析装置(5110 ICP-OES)を用いた。ICP 発光分光分析装置とは溶液試料中の元素を一斉に定性・定量分析できる装置である。霧状にした溶液試料をプラズマに導入することで元素固有のスペクトルを発光させ、波長から元素を同定し、発光強度から元素の濃度を求める。既知濃度の標準液と発光強度を比較することにより、溶液試料中の元素の種類と濃度を求めることができる。今回は①IntelliQuant 測定(スクリーニングツール)で確認した後、②定量測定を実施した。

①IntelliQuant 測定

溶液試料に含有される元素の同定と、それらの濃度を概算できるスクリーニングツールである。測定時に標準液を使用せず、予め装置内に組み込まれた検量線と比較するため測定結果は概算値として扱う。ケロシン(希釈溶媒)で5倍希釈したオイルの測定結果は表2のようになった。

表2 IntelliQuant 測定結果 ppm: mg/L

	検出元素	検出量(概算)
ケロシン	C, N, S, Ar	微量に検出
新オイル	C, N, S, Ar, Na	微量に検出
劣化オイル (図11)	C, N, S, Ar, Na	微量に検出
	Zn, Fe	1~10ppm 程度
	Mg, Mn	0~1ppm 程度

新オイルと劣化オイル(図11)で比較すると劣化オイルには Zn, Fe, Mg, Mn が含まれていることが分かった。



図11 劣化オイル測定結果画面
赤枠が劣化オイルのみで検出された元素
黄色がより濃い元素の検出量が多い

②定量測定(絶対検量線法)

混合標準液(CONOSTAN STD S-21)をケロシンで希釈して検量線を作成し、ケロシンで5倍希釈した新オイル・劣化オイル中の元素の濃度を算出した。混合標準液は Zn, Fe, Mg, Mn 含め 21 元素の標準液である。標準液の検出元素: Ag, Al, B, Ba, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, Si, Sn, Ti, V, Zn 測定結果は表3のようになった。

表3 定量測定結果

	検出元素	検出量	
		1/5 希釈時	実際
新オイル	検出なし	—	—
劣化オイル	Zn	2.27ppm	10ppm 程度
	Fe	2.08ppm	10ppm 程度
	Mg	0.28ppm	1ppm 程度
	Mn	0.13ppm	0.6ppm 程度

IntelliQuant 測定の結果と同じ元素が検出されており、劣化オイル中に Zn や Fe などの金属成分が含まれていることが分かった。

(2). SEM-EDS 分析

劣化オイルに含まれている沈殿物の成分を確認するために、日立ハイテクノロジーズ社の SEM(SU6600)、ブルカー・エイエックスエス社の EDS 分析装置(QUANTAX XFlash5060FQ)を用いた。オイル中の沈殿物をナイロンメッシュで濾過し、有機溶媒で洗浄した。測定環境が 1.0×10^{-3} Pa 以下のた

め、ターボ分子ポンプで $1.0 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ 以下になるまで真空引きした。サンプルは①茶色の大きい沈殿物 (8mm×2mm)、②光沢のある小さい沈殿物 (0.5mm角) の 2 つを選び、カーボンテープ貼付けたカーボン製の試料台上に沈殿物を乗せ、装置に導入した (図 1 2)。

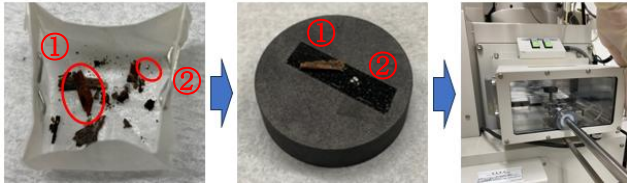


図 1 2 サンプルを試料台上に貼付けて装置に導入

SEM で加速電圧 5kV を印加し、50 倍～4500 倍で表面を観察した (図 1 3)。①茶色の大きい沈殿物は繊維のような縦縞が見え、表面に凹凸がみられる。測定時にチャージアップも見られたため絶縁物と予想される。②光沢のある小さい沈殿物は表面の凹凸はみられず、小さな亀裂が存在している。

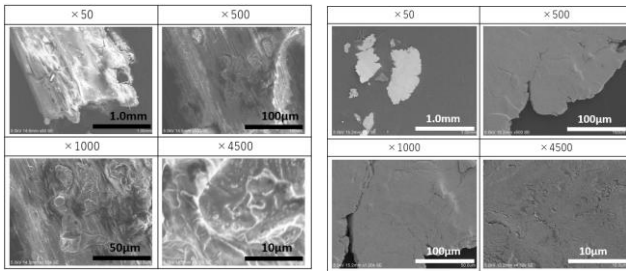


図 1 3 SEM 画像 左 : ①茶色の大きい ②光沢の小さい

次に EDS スペクトル分析を行った。①茶色の大きい沈殿物は C, O が検出され、チャージアップも発生していたことから有機物と考えられる (図 1 4)。

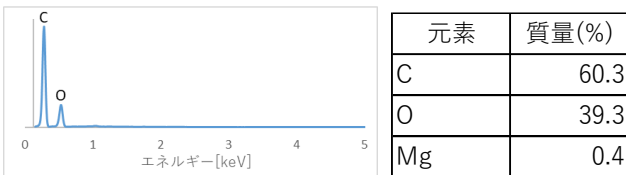


図 1 4 EDS スペクトル①茶色の大きい

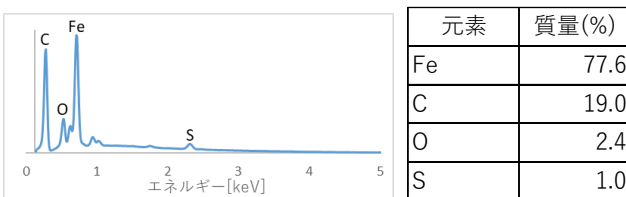


図 1 5 EDS スペクトル②光沢の小さい

②光沢のある小さい沈殿物は Fe が 77%を占めており、金属粉と考えられる (図 1 5)。

(3). オイル成分分析結果

(1), (2) の測定結果から金属粉がオイル中に含まれていることがわかった。部品の箇所までは特定できないが、液化用圧縮機内の金属の摺動部が摩耗することで発生したと考えられる。液化率が向上した要因としては、オイルやセパレーター・フィルターを交換したことによる気密性や潤滑性能の向上が考えられる。(2) ①茶色の沈殿物はオイルセパレーター・フィルターでブロックできる大きさであり、運転中に入り込むことはないため前回のメンテナンス時か今回の排出時にオイルに混入したと思われる。

4. メンテナンス後の様子

メンテナンス後は液化率向上のほかに、液化運転中の圧力や制御にも変化がみられた。

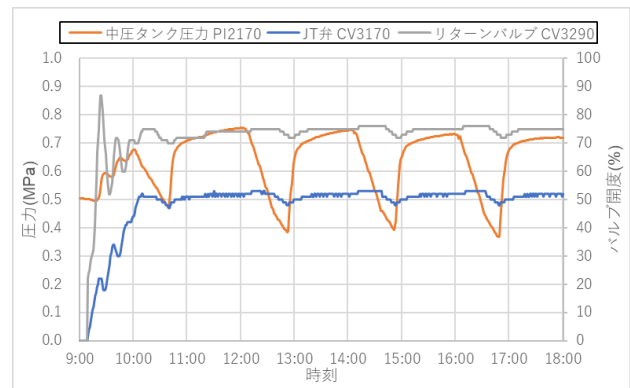


図 1 6 メンテナンス前

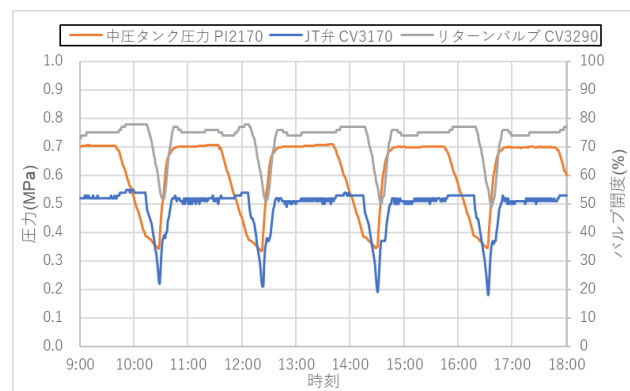


図 1 7 メンテナンス後

メンテナンス前は HP から貯槽に液体ヘリウムを流す JT 弁 CV3170、貯槽から LP にヘリウムガスが戻るリターンバルブ CV3290 の開度が安定している。中圧タンク圧力 PI2170 は内部精製 (Puri) から再生 (Regene) に入るまでゆるやかに上がり続けている (図 1 6)。一方メンテナンス後は JT 弁 CV3170 やリターンバルブ CV3290 の開度が冷却 (Cooldown) に入ると絞られる現象がみられるようになった。中圧タンク圧力 PI2170 は内部精製 (Puri) から再生 (Regene) に入るまで 0.7MPa で一定に保持されており、きれいな台形制御となっている (図 1 7)。

またメンテナンス時にオイルタンクの油面計の故障が判明したため、今後は定期的にメカニカルシールからのオイル漏洩量を確認することにした。オイル最大許容漏洩量は KAESER 社のマニュアルより 0.75mL/h であり、メンテナンス後のオイル漏洩量は 0.37mL/h で許容量であった。(図 1 8)



図 1 8 オイル漏洩量 250mL/運転時間 670h

5. まとめ

今回のメンテナンスは設備が 2011 年に設置されてから 2 回目で、筆者は初めてだったため内部構造や注意点を学ぶことができ非常に勉強になった。今後も関連設備の定期メンテナンスを実施して液体ヘリウムの安定供給を継続していきたい。