

He 回収装置の開発

○叶哲生^{A)}、小林和宏^{B)}

A) 装置開発技術系 研究機器開発技術グループ

B) 装置開発技術系 極限環境機器開発技術グループ

はじめに

近年貴重な資源であるヘリウムガスは主な輸入先であるアメリカが供給を制限し始めたこともあり、入手が困難になり価格の上昇が予想されるため、実験で使用したヘリウムガスは可能な限り回収することが求められる。今回、NMR 装置に液体ヘリウムを充填する際排出されるヘリウムガスを回収する装置を開発した。これは液体ヘリウムの充填時に常温に近い空気が NMR 装置内に流入しクエンチを引き起こすのを防ぎ、ヘリウムガスを最大限回収することを目的としている。また、充填に使用するトランスファーチューブの予冷の際に生じる蒸発ガスを回収するための容器の製作も行った。本稿では、この装置の概要と実際に装置を使用した後のガス回収率について報告する。

1 回収装置導入の動機

今回の装置は情報科学研究科の吉田研より製作を依頼され、該当する NMR 装置は情報学研究科棟 725 号室に設置されている。通常は、実験室内に設置されたガスの回収ラインと装置の排気口は接続され、装置内から自然に蒸発して出てくるヘリウムガスを回収ラインに圧力をかけて流し理学部にある極低温実験室で回収し液化して再利用している。NMR 装置がある情報学研究棟と極低温実験室間は回収ラインが通っている建物としては最も遠く直線距離で 500m ほど離れている (図 1 参照)。さらに実験室が 7 階という高所にあるため回収ラインの口の部分で通常圧力が 0 であるべきものが僅かに正圧の状態になってしまっており、回収ラインにガスを流すのが難しくなっている。通常の常時ヘリウムガスが蒸発し続けている状態では問題なく回収ラインへガスを流すことができているが、NMR へ液体ヘリウムを充填する際に回収ラインに接続すると内部の超伝導マグネットに圧力が掛かり閉塞状態を引き起こして最悪の場合マグネットが破裂しクエンチを引き起こす可能性がある。これを避けるため排気口と回収ラインは接続せず蒸発ガスを大気解放しておりヘリウムガスを回収することができなかった。現在名古屋大学では液体ヘリウムを 1 リットルあたり 50 円で供給しているが、これを大気中に流し損失させた場合 1 リットルあたり 2000 円の罰金を支払う必要がある。装置の製作を依頼した研究室では、充填の際に損失させる液体ヘリウムはおおよそ 10 リットルになりヘリウムの充填を年に 5 回ほど行うことを考慮すると 1 年で 10 万円程度の損失になる。さらに将来ヘリウムの価格がさらに上昇する予想されたため、積極的にガスを回収し罰金を軽減し実験に重要な資源を再利用しなければならない状況が回収装置の導入の大きな動機となった。

名古屋大学東山キャンパス案内図



図 1: 極低温実験室と実験室の位置

2 ヘリウムガス回収の法方と装置に求められる機能

2.1 ガス回収の仕組み

製作したヘリウムガス回収装置は極低温実験室に設置されたガス回収装置を参考にした。極低温実験室では各実験室から回収ラインに返却されたヘリウムガスを巨大なガスバッグ内に溜め、ある程度の量が溜まると回収圧縮機が動作しガスバッグ内のガスを貯蔵用のカードルにつめていく仕組みになっている。装置のガス回収法方の概念図を図 2 に示す。充填時に出てくるヘリウムガスをガスバッグに溜め、ある程度ガスが溜まった段階でガスを移送するポンプを動作させ回収ラインにヘリウムガスを送りこむという単純な仕組みである。

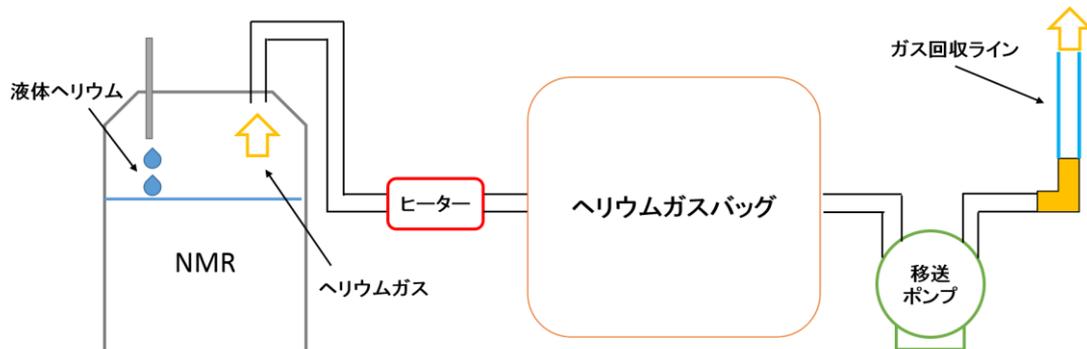


図 2. 充填時のヘリウムガス回収法方概念図

2.2 回収装置に必要な条件

NMR の故障を防ぎ回収配管にガスを確実に回収するため以下のような条件が求められる

- 装置を容易に移動できること
- ガスバッグは NMR 内へ逆流しないよう内部の圧力が常に負圧になっていること
- ガスバッグの凍結による破損を避けるためヒーター等の加温機構を持つ
- 移送ポンプの排気量は充填中のガス蒸発量より大きいこと
- ポンプとヒーターの動作は制御回路によって自動的に制御されること

3 ヘリウムガス回収装置

図3に回収装置の外観を示す。

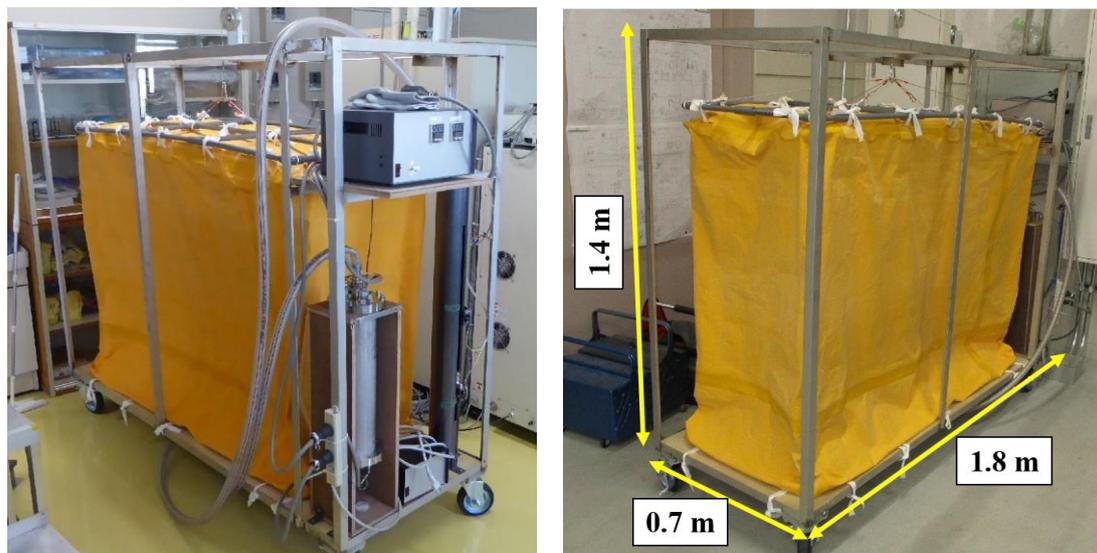


図3. ヘリウムガス回収装置外観

3.1 本体フレーム

回収装置は NMR 装置近辺で使用されるため、発生する磁力で引き付けられるのを避けるためステンレス製の L アンクルを溶接して製作した。フレームの底面にキャスターを取り付け、装置を人の手で容易に移動させることができるようになっている。

3.2 ガスバッグ

ガスバッグは回収装置に使用するため新たに藤倉ゴム工業株式会社に製作を依頼した。ガスバッグの寸法と容量は充填作業に掛かる時間と蒸発するガスの体積を見積り、実験室の扉や広さを考慮して決定し、寸法 1.5 × 0.6 × 1.2m、容積は 1.1m³ となっている。図4にガスをある程度充填した際の様子を示す。またガスバッグ上面にガスバッグを吊り下げるための枠を取り付け、枠を引っ張り内部の空気をポンプで引き大気圧との差分をつけ内部を負圧に保つようになっている。



図4: ガスバッグ (ガス充填状態)

3.3 低温ガス加温機構

充填時に NMR から排出されるヘリウムガスは非常に低い温度になっているため、このガスをガスバッグにそのまま流してしまうとガスバッグの表面が凍結しその状態で膨張と収縮を繰り返した場合ガスバッグが破損することが予想される。このため本装置では低温ガスを常温まで昇温する加温機構を設置している（図 5 参照）。この加温機構はステンレス製の円筒形状容器を溶接して製作し、内部にガスを加温するヒーターを収めている。使用するヒーターは MISUMI で購入した MAHU-1 で 1 本の発熱量が 500W あり、それを容器のガス入口側と出口側にそれぞれ 2 本ずつ合計 4 本取り付けました。ヒーターは温調器を使用して動作の制御を行っており、入口側と出口側のヒーター 2 本ずつを別々に制御しガスが加熱され過ぎないようにしている。

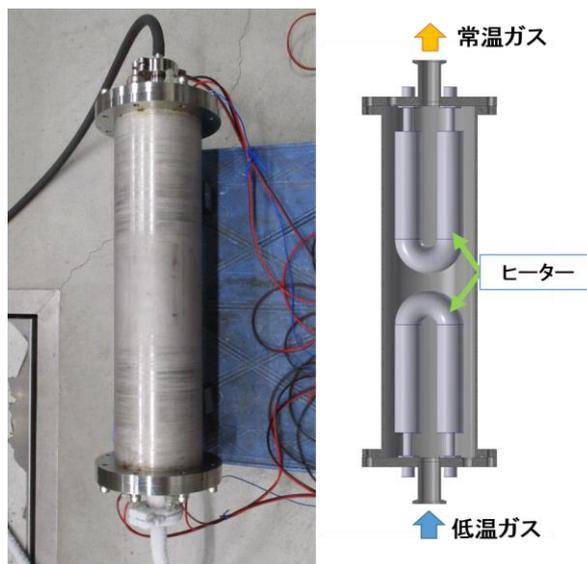


図 5: 加温機構外観と断面図

3.4 ポンプ

使用するポンプはオリオン機械株式会社製の KRF15A-VB-02 を採用した(図 5)。このポンプは吸気と排気の両方を行えるため、ガスバッグ内のガスを回収ラインに流すという用途にそのまま利用することができた。ポンプに必要な排気量は、充填作業に掛かる時間を 20 分その間に蒸発するガスが 3500 リットル（液量で約 5 リットル）と仮定した場合に約 175L/min となるが、使用するポンプの排気量は実測データでほぼ 200L/min である。これは空気の値だが、大気圧近くで使用する場合空気とヘリウムで排気速度に大きな差はないと考えられるのでこのポンプは必要な性能を満たしているといえる。さらにこのポンプはドライポンプであるので、排気するヘリウムガスに油などの不純物混入を避けることができる。

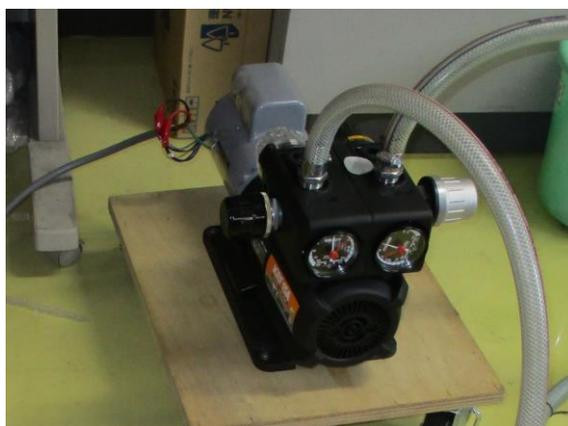


図 5: 移送ポンプ外観

3.5 制御回路

NMR へのヘリウム充填作業は研究室の教員と学生らが自ら手作業で行っている。作業者は 4 人程度で行うが毎回参加する教員のみである。このため作業者が充填作業に集中できるようにヒーターとポンプの動作を制御回路によって制御し、作業中は自動で動作するようにした。

ヒーターの制御は温調器を使用し、ヒーターに取り付けた熱電対温度計の出力をフィードバックして ON/OFF 制御を行い目標温度より低い場合はヒーターが ON になるようにしている。

ヘリウムガスを回収ラインに送る移送ポンプの動作を自動で行うため、シーケンサを使用して制御回路を作成した。ポンプの制御はガスバッグを引っ張る錘の部分にリミットスイッチを取り付けガスバッグが所定の量まで膨らむとポンプが ON になり排気を開始し、ガスが所定の量まで排気されるとポンプが OFF となるようシーケンサで制御している (図 6 参照)。

シーケンサとヒーターの制御を行う温調器等を含めた電子部品をまとめた回路 BOX を作成し(図 7 参照)、電源を投入するとヒーターとポンプの動作制御が開始されるようにした。

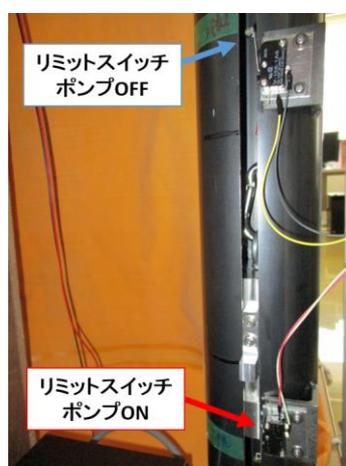


図 6: 移送ポンプ用リミットスイッチ

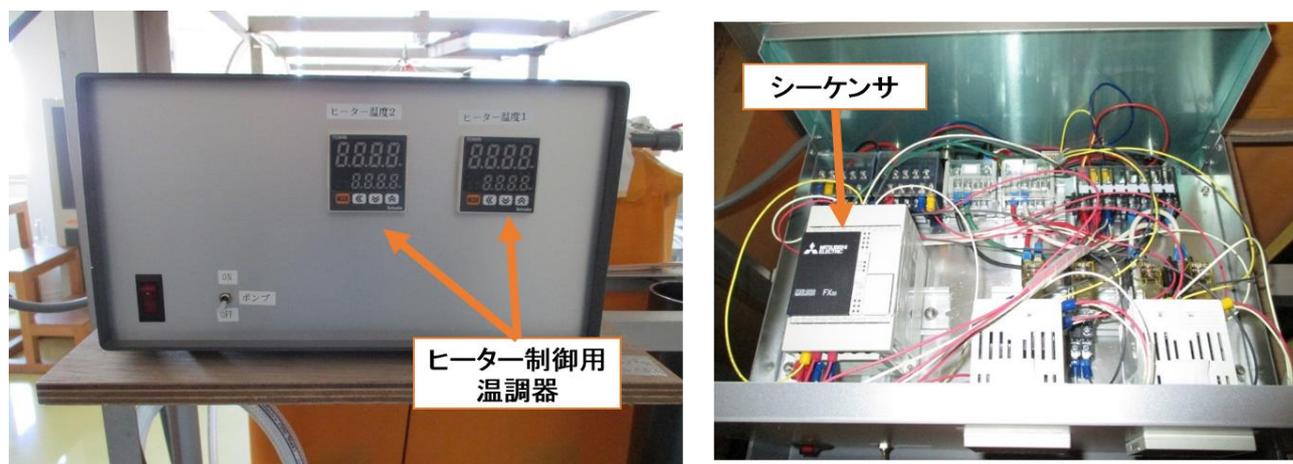


図 7: 制御用回路 BOX

3.6 トランスファーチューブ予冷用容器

ヘリウムの充填は充填用のトランスファーチューブを NMR 内のヘリウムタンクに挿入して行うが、トランスファーチューブが常温の状態では挿入するとタンク内に残っている液体ヘリウムが沸騰し蒸発してしまうため、挿入する前にチューブを予冷する必要がある。チューブの予冷は液体ヘリウムをチューブ内に流し、全体が冷えて先端の吹き出し口から液体ヘリウムの滴下が確認されるまで行う。この予冷作業ではヘリウム

ガスは全て大気解放して捨ててしまっていた。この予冷時に捨てていたガスを可能な限り回収するため、予冷時の回収用容器を溶接して製作した（図 8 参照）。この容器を回収装置本体に接続し、トランスファーチューブを容器に挿入して予冷を行い、出てくるヘリウムガスをガスバッグに溜め通常の NMR への充填時と同様の手順でガスを回収する。

チューブを容器に挿入した状態では液体ヘリウムの滴下が確認できないため、出てくるガスの温度を測るためのセンサーとして炭素抵抗を吹き出し口付近に取り付けた。一部の炭素抵抗は 20K 以下の非常に低い温度環境では抵抗値が大きく変化することが知られている。予冷時にこの抵抗値を測定して、噴出するガスの温度を調べる。ガスの勢いが一定ではないことや熱伝導の影響で測定値が液体ヘリウム温度付近で安定はしないがどの程度冷えたかの目安になる。最終的な判断はチューブを容器から抜き目視で行うことにした。

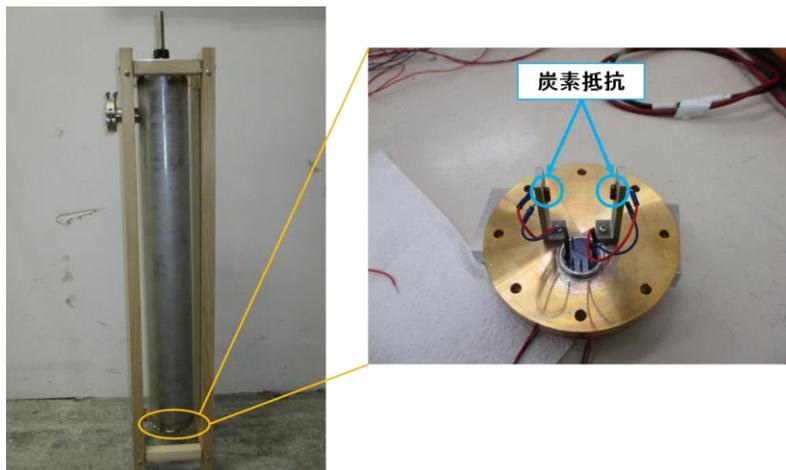


図 8: トランスファーチューブ予冷用回収容器

4 装置の運用・ガス回収率の変化

4.1 装置の運用

回収装置を製作し 2018 年 2 月から充填作業時に装置を運用して蒸発ガスの回収を行った。充填は合計 6 回行ったが、NMR 装置や回収装置本体の故障等は起こらずに運用できている。運用自体は充填作業が約 70 日間隔で行われることや作業者が毎回異なること、途中から予冷時の回収容器を使用して予冷時のガスを回収することも始めたため、作業者が回収装置を使用した作業に習熟しておらず簡単な作業ミスを起こすこともあった。充填時にヘリウムのベッセルに圧力をかける作業を人の手で行っているため、充填のスピードが一定ではなく蒸発ガスの流量も作業者によって異なっている。現在は NMR へのヘリウム充填をゆっくり行い、装置の操作に習熟しているところである。



図 10: 充填作業の様子

4.2 ガス回収率の変化

装置の運用によるガスの回収率の変化は極低温実験室が液体ヘリウムの利用者に公開している web ページで確認した。ここでは研究室ごとに液体ヘリウムの供給量と回収率を見ることができるので、装置を使用した場合の回収率の変化が容易に確認できる。研究室で使用している装置の数の変化や、充填時に安全のため一部のガスを大気解放したこともあるため比較できるデータが少ないが、2017年9-12月期（約120日間）では回収率が66.2%であった回収率が、本装置を使用してガスの回収を行った2018年3-8月期（約180日間）では80.2%に改善された。どちらの期間も2回充填を行っているため、装置を使用して回収率を向上できることが確認できた。2018年3-8月期には液体ヘリウムを約95リットル使用しており、回収装置を使用しない場合の回収率が66%だったと仮定すると、これまでは捨てるしかなかったリウムを液量で15リットル程度回収できたことになる。問題なく装置を運用できれば1年で約30リットルの液体ヘリウムを捨てずに回収できると期待される。

5 まとめ

研究室の要望に沿ったヘリウムガス回収装置を製作し、装置を使用してこれまで大気中に捨てていたヘリウムガスを回収し回収率を向上させることができた。今後は、依頼者に装置の操作に習熟してもらうと共に効率よく作業が行えるように装置の調整を行っていく予定である。

参考文献

- [1] 小林俊一、大塚洋一[著], “低温技術 第2版”, 東京大学出版会
- [2] 真空技術基礎講習会運営委員会[編], “わかりやすい真空技術 第3版”, 日刊工業新聞社