 **液体ヘリウム中への不純物混入問題の状況と対策**

京都大学 工学研究科 技術部 西崎修司


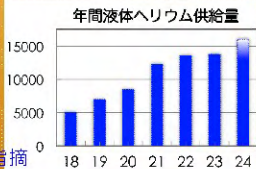
1. 桂キャンパスヘリウム液化機
2. 不純物混入問題の経緯
3. 不純物混入の原因調査とヘリウム液化機の操作法の修正
4. 液体ヘリウムの品質確認
5. まとめ
6. 謝辞

平成24年度愛媛大学総合技術研究会 H25.3.7-8発表

1. 桂キャンパスヘリウム液化機

桂キャンパス極低温施設液化機
Linde社製L140 (平成18年3月導入)
液化率 約100ℓ/h (LN₂使用時)
内部精製器付
貯槽 2000ℓタンク
年間供給量 年々増加

平成21年 タービントラブル
平成22~23年度 年間 約14000ℓ
平成24年度 ヘリウムガス不足
外部購入 → 供給希望増加
年間 約15000ℓ以上
平成24年7月 不純物混入の可能性の指摘

年度	供給量 (ℓ)
18	5000
19	7000
20	9000
21	12000
22	14000
23	14000
24	15000

2. 不純物混入問題の経緯 (実験装置)

平成24年7月に実験装置A、Bの細管が詰まるとの連絡あり



実験装置	導入年度	流量 [cc/min AIR] (空気用流量計値)
実験装置A	平成22年	約700
実験装置B	平成22年	約300

LHe導入細管断面積 $S_A < S_B$

LHe導入細管詰まり問題発生
平成24年5月 平成24年7月

問題発生前桂キャンパスLHe問題なし
その他同種装置 ($S > S_B$) で問題なし

2. 不純物混入問題の経緯 (原因・対策)

実験装置A

- 桂キャンパスのLHeを使用して、再立上げ → すぐに詰まる
- 実験装置Aに問題ないか確認 → 問題なし
- 桂キャンパスのLHeに不純物混入の可能性の指摘

吉田キャンパスのLHeを配送して貰い、再立上げ → 詰まらず

原因: 桂キャンパスのLHeに不純物混入 確定
対策: 吉田キャンパスのLHeを使用 → 今まで問題起こらず

実験装置B

- 桂キャンパスのLHeを使用して、再立上げ → 詰まらず
- 暫く桂キャンパスのLHeを使用 → 徐々に詰まる (数ヶ月後)
- 原因: 桂キャンパスのLHeに不純物混入 確定
- 対策: 桂キャンパスのLHeの品質確認 → 問題起こらず

3. 不純物混入の原因調査

不純物混入の原因の可能性

1. 経年によるヘリウム液化機内の不純物の蓄積
2. 予期せぬイレギュラーな不純物の混入
3. ヘリウム液化機の操作方法変更による不純物混入経路発生
 - ①内部精製器再生中のガス
バッグ回収ガスの非大気放出
 - ②貯槽内のヘリウムガスをヘリウム液化機内に流すバージ
 - ③内部精製器中不純物の蓄積後再生運転 (台形運転) その他

3. 不純物混入の原因調査

1. 経年によるヘリウム液化機内の不純物の蓄積
液化機内の真空引き
問題発生前 平成23年9月20日
問題発生 平成24年5月
問題発生後 平成24年11月27日
余り頻繁には真空引きせず(バージ)
分析計 液化運転中 問題なし
液化運転前 問題なし
液化機内真空引き頻度 増やす
2. 予期せぬイレギュラーな不純物の混入
データを確認 問題なし 微量不純物の混入 不明

3. 液化機の操作法の修正

3. ヘリウム液化機の操作方法変更による不純物混入経路発生

①内部精製器再生中のガスバッグ回収ガスの非大気放出

再生中 内部精製器→ガスバッグ

回収ガスの純度 90%以下

→ 大気放出

平成24年2月18日以降 非大気放出

平成24年5月 問題発生

不純物を蓄積濃縮?

平成24年8月4日以降

大気放出に戻す

3. 液化機の操作法の修正

3. ヘリウム液化機の操作方法変更による不純物混入経路発生

②貯槽内のヘリウムガスをヘリウム液化機内に流すバージ

液化機停止中 バッファタンクバージ

バッファタンク→L P→H P

→分析計→ガスバッグ

平成24年3月12日以降 貯槽バージ

貯槽→(L P)→H P→分析計

(or 内部精製器)→ガスバッグ

平成24年5月 問題発生

不純物が貯槽に混入?

平成24年12月12日以降

バッファタンクバージに戻す

3. 液化機の操作法の修正

3. ヘリウム液化機の操作方法変更による不純物混入経路発生

③内部精製器中不純物の蓄積後再生運転(台形運転)

液化運転中 再生のタイミング

三角運転 バッファタンク圧力

→最大値→すぐに再生

平成24年3月26日以降

台形運転 バッファタンク圧力

→最大値→維持

→内部精製器中不純物蓄積→再生

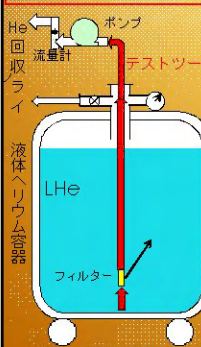
平成24年5月 問題発生

不純物を蓄積濃縮?

平成24年8月4日以降 三角運転に戻す

4. 液体ヘリウムの品質確認

業者より不純物混入確認のテストツールを製作との連絡有→拝借



桂キャンパスのLHeに不純物混入

→実験装置の細管が詰まる可能性有り

→再立上げ迄かなりの時間と労力の無駄

テストツール 単純に約1mの管の先に

実験装置と同等フィルターを取付け

フィルター端 液体ヘリウム容器液中

もう一端 ロータリーポンプ→流量計

流量計 詰まらない→問題なし→使用可

詰まる→不純物混入→使用不可

液体ヘリウムの品質確認可能

4. 液体ヘリウムの品質確認(実験装置A)

実験装置A 導入年度 平成22年

テストツールA

流量 約700[cc/min AIR](空気用流量計値)

850[cc/min AIR]

問題発生平成24年5月 それ以前桂キャンパスLHe問題なし

テストツールA

ポンプ (フォアライントラップ付)

流量計



8月30日~9月21日の間使用

テストツールAにより詰まる容器と詰まらない容器の有無を確認

さらにテストを重ねようとした矢先、テストツールAにリーク

→試修復→フィルター破損 同フィルターがなく修復不可能

4. 液体ヘリウムの品質確認(実験装置B)

実験装置B 導入年度 平成22年

テストツールB

流量 約300[cc/min AIR](空気用流量計値)

450[cc/min AIR]

問題発生平成24年7月 それ以前桂キャンパスLHe問題なし

テストツールB

11月14日~使用中

13台の容器を確認→3台のみ詰まらない

→詰まらない容器を実験装置Bに渡す→詰まる問題発生しない

詰まらない容器に充填→ほとんど詰まらない→不純物除去済?

詰まる容器に充填→詰まる→容器室温→再充填→ほぼ詰まらない

現在、約半分の容器が詰まり 約半分の容器が詰まらない

寒期利用の少ない3月に全ての容器を詰まらなくする予定

5. まとめ

不純物混入 平成24年5月以降発生

実験装置A、実験装置Bの細管が詰まる。その他は詰まらない
桂キャンパスLHeを使用すると詰まる → 不純物の混入確定

不純物混入の原因

1. 経年によるヘリウム液化機内の不純物の蓄積
2. 予期せぬイレギュラーな不純物の混入
3. ヘリウム液化機の操作方法変更による不純物混入経路発生

①内部精製器再生中のガスバッグ回収ガスの非大気放出

②貯槽内のヘリウムガスをヘリウム液化機内に流すバージ

③内部精製器中不純物の蓄積後再生運転(台形運転)

今後の対策 全て以前の状態に戻した

テストツールを使用 → 不純物混入の有無を判定可能

実験装置Bでは、実験装置Bのテストツールで確認→問題なし

実験装置Aに、実験装置Bのテストツール → 保証出来ない

以前、詰まらなかった実績で、利用をお願いするしかない

6. 謝辞

最後に、桂キャンパスの液体ヘリウムに不純物が混入した際、色々と御迷惑をお掛けした先生、及び学生の皆様、修復に御尽力して頂いた関係者の皆様、修復作業の間、色々と御協力して頂いた研究室の方々、多くのアドバイスを頂いた吉田キャンパス低温物質科学研究センターの方々には、液体ヘリウムの供給、配送、サポートをして頂きとても助かっています。この場をお借りして感謝を申し上げます。本当にありがとうございました。