JAIST Repository
https://dspace.jaist.ac.jp/

Title	ヘリウム液化業務並びに質量分析業務
Author(s)	木村，一郎
Citation	国立大学法人北陸先端科学技術大学院大学技術サービス部業務報告集 ： 平成22年度: 63-66
Issue Date	2011-08
Type	Presentation
Text version	publisher
URL	http://hdl.handle.net/10119/10035
Rights	
Description	

JAIST
JAPAN
ADVANCED INSTITUTE OF
SCIENCE AND TECHNOLOGY

Japan Advanced Institute of Science and Technology

ヘリウム液化業務並びに質量分析業務

木村　一郎
ナノマテリアルテクノロジーセンター ヘリウム液化室

1.　はじめに

平成 22 年度に行ってきた業務について、主にヘリウム液化業務並びに質量分析業務について、以下に述べていきたい。

2.　ヘリウム液化業務

ヘリウム液化室の業務としては、ヘリウム液化設備の保守点検、液化ヘリウムの製造、供給、検査、故障時の修繕作業、高圧ガス並びに寒剤の取り扱いの保安教育などがあげられる。以下に 2010 年度のそれぞれの業務について、述べていく。

2.1　ヘリウム液化設備の保守・点検

ヘリウム液化設備を毎日 1 回以上巡視・点検しており、圧力、温度などを確認しデータシート(以下、運転日誌と言う)に記載している。その際、圧縮機の潤滑油のドレイン抜き等、各装置・設備の維持管理作業も行っている。

2.2　液化ヘリウムの製造、液化ヘリウム容器への移充填、供給および調査

ヘリウム液化室の主たる業務として、液化ヘリウムの製造、液化ヘリウム容器への移充填、および利用者への供給があげられる。ヘリウム液化装置運転の際は、1 日最低３回以上巡視・点検し、運転日誌に運転状況を記載している。運転日誌は、以降に述べるが、高圧ガス保安検査の確認書面である。

また、本学内のヘリウムの総量を把握するため、液化ヘリウム利用研究室や利用装置をまわり、液化ヘリウムやヘリウムガスの残量を調査し、総量を算出している。下記に液化ヘリウム供給開始当初からの年間供給状況(表 1)と平成 22 年度の月別供給状況(表 2)、並びに供給先内訳(図 1)を示す。液化ヘリウムの製造量については、おおよそ供給量の 1.2 倍になる。

現在液体ヘリウムの需要は、液体ヘリウム利用研究室の減少により減少傾向にある。また表 2 に見られる 4～6 月にかけて供給が少ないのは、ヘリウム液化機のタービンが 4 月下旬に故障し、2 カ月程液化ヘリウムを製造できない状況に至ったためである。この月を除けば、概ね月に 1000Ｌ前後の供給を行っている。

液化ヘリウム供給先は、液体ヘリウム利用共通装置(PPMS,各 NMR 装置,FT-ICR-MS,SQUID)および液化ヘリウム利用研究室である。

また、　供給作業で液化ヘリウム以外として、ヘリウムガスの供給も行っている。年間 10 数本ほどである。

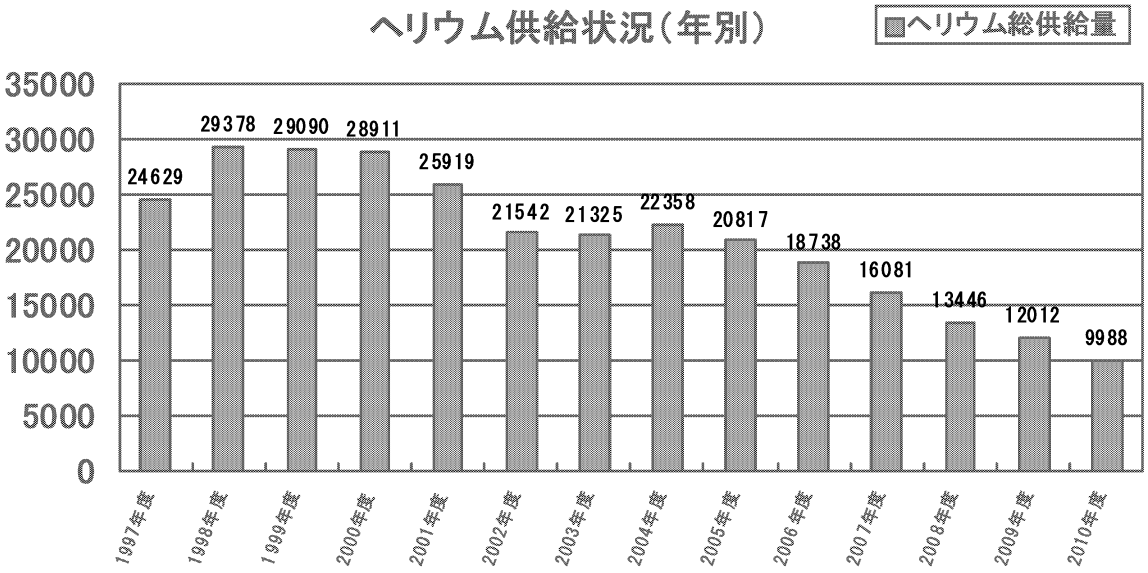
ヘリウム供給状況（年別）
ヘリウム総供給量
35000
30000
25000
20000
15000
10000
5000
0
24629
29378
29090
28911
25919
21542
21325
22358
20817
18738
16081
13446
12012
9988
1997年度
1998年度
1999年度
2000年度
2001年度
2002年度
2003年度
2004年度
2005年度
2006年度
2007年度
2008年度
2009年度
2010年度

表 1

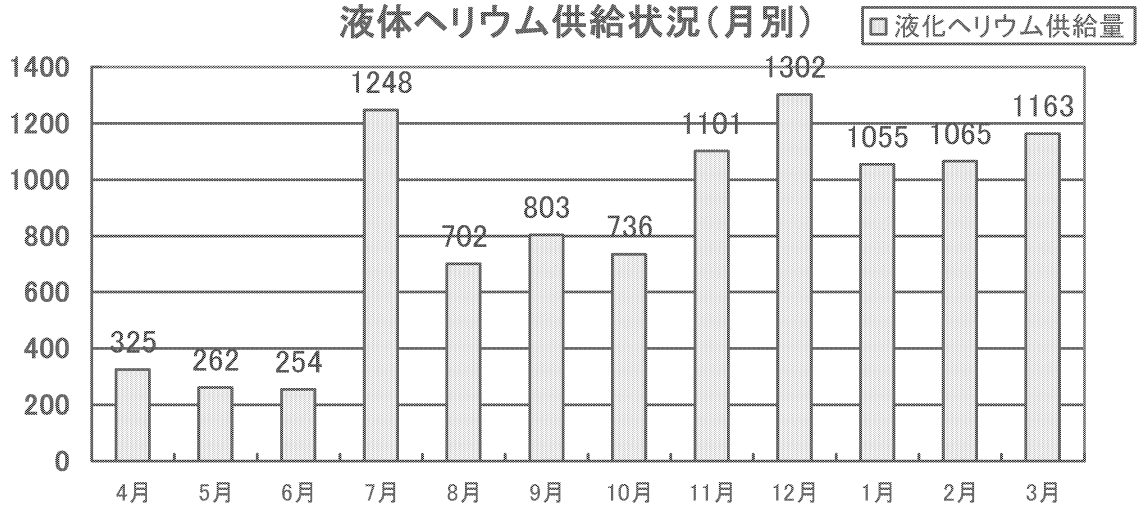
液体ヘリウム供給状況（月別）
液化ヘリウム供給量
1400
1200
1000
800
600
400
200
0
325
262
254
1248
702
803
736
1101
1302
1055
1065
1163
4月
5月
6月
7月
8月
9月
10月
11月
12月
1月
2月
3月

表 2

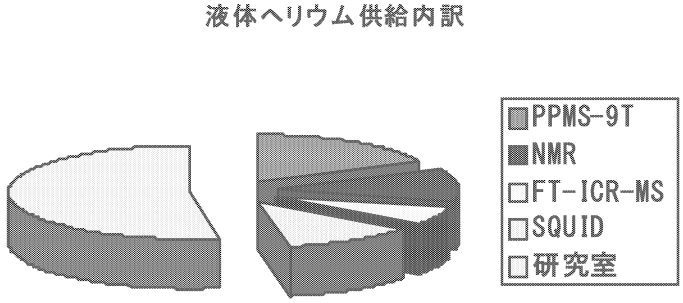
液体ヘリウム供給内訳
PPMS-9T
NMR
FT-ICR-MS
SQUID
研究室

図 1

2.3　ヘリウム液化設備の定期自主検査並びに保安検査の受検

ヘリウム液化室は、高圧ガス保安法の第一種製造事業者として、監督官庁の許可を受け、設備の保守管理、製造にあたっているが、これらの高圧ガス設備は、1年に1回以上の定期自主検査が義務付けされている。この検査を本学技術職員が4月に行った。

また石川県庁の保安検査を5月中旬に受験し、高圧ガス保安上支障がないかどうか視察、気密検査並びに書類審査(保安係員の高圧ガス取扱者免状、定期自主検査成績書、運転日誌並びに保安教育計画等の書面の確認)が行われた。今年度も改善指導なく無事に終了した。

2.4　ヘリウム液化設備修繕報告

2.4.1　トランスファーチューブの焼結金属フィルター取り付け

平成20年よりヘリウム液化室から供給した液化ヘリウムをPPMS,SQUID装置に充填し、装置を使用すると、インピーダンスの閉塞現象が見られるようになった。他研究機関でも同様な症状が見られ、その原因が、固体水素であるとの報告を受け、本学も固体水素が原因であろうと推測された。

水素ガスは、本学ヘリウム液化室に設置されているヘリウムガス分離膜式精製装置並びにヘリウム液化機の内部精製では、除去できないガスであり、一度ヘリウム系内に水素が混入すると液化ヘリウム貯槽に固体水素が蓄積されていく。それで、貯槽の液化ヘリウムを個別の運搬容器に充填する際、トランスファーチューブを通して、固体水素が液化ヘリウム容器に移ってしまい、その液化ヘリウムを装置に移充填することで、装置内に固体水素が混入してしまう事になる。また、装置修繕のため、昇温した際、固体水素も蒸発しヘリウム液化室に回収される事になり、学内ヘリウム系内から水素が除去できず悪循環が生じる結果となった。

それで、この固体水素を除去するため、2009年10月に、全学内のヘリウムを廃棄並びに入れ替え作業を行った。しかし、作業を行ってからしばらくは症状が見られなかったが、2010年の夏頃から閉塞現象が再発した。

今回、ヘリウムガスの入れ替え作業には、高額な費用と作業時間がかかる事もあり、液化ヘリウム貯槽のトランスファーチューブの先端に焼結金属フィルターを取り付けることで、運搬容器に固体水素が移充填されないように対処した。その後インピーダンスの閉塞現象の報告は受けていない。

この対処法で問題になるのが、フィルターの根詰まりであるが、フィルター取り付け以降、80回程運搬容器に移充填を行っているが、以前の充填時間と比べてもそれほど目立った変化はみられていない。今後も注視していきたい事項である。

2.4.2　学内ヘリウム回収配管気密検査

今年度、ヘリウム回収率が７０％前後に落ち込み、ヘリウムのリーク箇所を調査するため学内のヘリウム回収配管の気密検査を2011年1月と2月に2回にわけて行った。(ヘリウム回収配管は設置されて15年以上経っており、経年劣化も考えられるところであった。)

本学のヘリウム回収配管は、マテリアルサイエンス各棟、ナノマテリアルテクノロジセンター、調査センター、電顕棟の各実験室から地下ピットにある主幹配管を通り、最終的に工作棟ヘリウム液化室までつながっている。このように広範囲に配管されているため、棟毎に日程をずらして、検査を行った。検査方法は、各実験室の末端バルブ及び棟と主幹配管とを結ぶ元バルブを閉め、検査する棟の回収配管に気密ガスとして窒素ガスを封入し、0.2MPaまで加圧した上で、自記圧力計(2時間の

チャート紙)でチェックした。(写真 1,2 を参照のこと)

検査の結果、漏洩箇所を 2 箇所発見し修繕した。しかし、ガス漏洩量としは、多いものではなく、回収率が大幅に改善される所まで至っていないのが現状である。**この事から、回収率の低下の主たる原因は回収配管ではなく、各利用者の実験装置周りで漏れている可能性もあげられるので、より一層利用者に注意喚起を行い、また、他にヘリウム液化室内設備の気密検査も随時行い、リークチェックしていこうと思う。**

写真１　加圧後

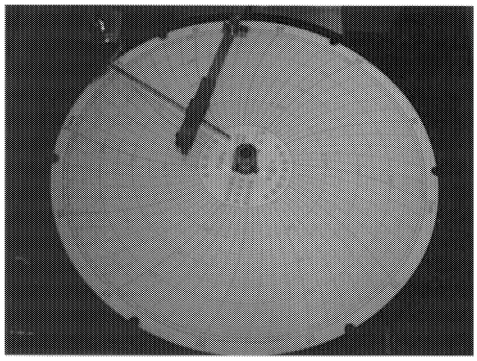

写真２　自記圧力計

2.5.　ヘリウム液化業務のまとめと今後について

2010 年 4 月のヘリウム液化機タービンの故障の影響で、4 月～6 月の液化ヘリウムの供給が滞ったが、その後は、ほぼ支障なく液化ヘリウム製造並びに供給を行うことができた。今後とも安全に留意し、利用者に不便ないように、業務にあたっていこうと思う。

また、ヘリウム液化業務の今後の課題として、10 年来使用している液化ヘリウム予約システムのサーバーが 2011 年 2 月に故障した。マスターの HDD の故障が原因で、新品の HDD に OS ごとコピーし事無きを得たが、サーバー（OS も含む）が古く、今後不具合が生じる可能性が非常に高い。新しいサーバーに変更したいと思っている。

３．　質量分析業務

質量分析業務は、担当の技術職員がおりその補佐として、主に質量分析装置の保守管理業務を行ってきた。一例を挙げると、FT-ICR-MS のターボ分子ポンプの保守などである。また、装置が故障した場合に、対応も行っている。

今後の質量分析業務について、ひき続き装置の保守管理と依頼分析並びに学生の装置利用指導も行っていきたいと思っている。