

寒剤利用の手引き

Manual for Cryogen Usage

広島大学 自然科学研究支援開発センター(N-BARD)

低温・機器分析部門 低温実験部

Cryogenics and Instrumental Analysis Division

Natural Science Center for Basic Research and Development

(N-BARD)

HIROSHIMA UNIVERSITY

目次 Contents

1. はじめに—Introduction	1
1.1 高圧ガス保安法について	2
1.2 高圧ガスの種類と定義	2
1.3 高圧ガスの製造, 貯蔵, 消費	2
1.4 事業所としての低温実験部と保安教育について	3
2. 寒剤利用の一般的諸注意—Cryogen Usage Techniques and Safety	4
3. 寒剤汲み出しの手順と諸注意	
—Notes and Procedures for the Transfer of Cryogens	15
3.1 寒剤利用一覧	15
3.2 液体ヘリウム・窒素使用伝票の記入上の注意	16
3.3 液体ヘリウムの汲み出し手順	17
3.3.1 大口の液体ヘリウム容器の予冷	17
3.3.2 大口の液体ヘリウム容器への汲み出し	19
3.3.3 液量の測定	21
3.3.4 小口の液体ヘリウム容器の予冷と汲み出し	22
3.4 液体窒素の汲み出し方	25
4. 資料 —Reference Materials	
高圧ガス保安法(抜粋)	27
広島大学自然科学研究支援開発センター低温・機器分析部門利用細則	31
低温実験部工作室利用申し合わせ	33
密閉型液体窒素容器の検査について	34
寒剤容器の貸出	35
ヘリウム回収配管の新設と利用について	36
液体窒素・液体ヘリウムのエレベーターによる運搬について	38
低温実験部利用申請書	40
寒剤使用伝票	41
寒剤使用者記録簿	42
低温実験部の部屋説明	43
共同利用機器リスト	44
ヘリウムガス回収配管図(部局間)	45
ヘリウムの液化・ガス回収フロー図	46
窒息・凍傷	47
低温技術参考図書	49
論文等作成にあたってのお願い(謝辞例文)	50

低温・機器分析部門 低温実験部利用案内

—Guidance for Cryogenics Section

1. 最初にすること First Step

- (1) 利用申請書(p.40 参照)を低温・機器分析部門事務室へ提出すること。年度が変われば再提出。
Please submit the application form to the office of Cryogenics and Instrumental Analysis Division every year (see p.40).
- (2) 申請者と連絡責任者の連絡先(電話, メールアドレス)は, 低温実験部からの連絡に必要なので, 必ず記入すること。
Please write telephone number and e-mail address of both applicant and connector in the application form in order to contact us.
- (3) 申請者名は経費負担責任者名とする。
The name of applicant is a person responsible for expense burden.

2. 寒剤利用 Guidance for Cryogen Usage

- (1) **初めて当実験部の寒剤を利用する人は, 寒剤利用保安講習を必ず受講すること。未受講者は利用できない。**
A person who will use the cryogen (Liquid nitrogen (N₂) or helium (He)) in our division should attend the lecture for cryogen usage techniques and safety. A person who has not attended the lecture can not use the cryogen.
- (2) 寒剤利用は酸欠死亡や爆発・凍傷の危険性を伴うので, 寒剤利用の手引き(以下手引き)を熟読し, 安全に留意すること(pp.4-14 参照)。
The cryogen usage involves danger of lack of oxygen, explosion, and frostbite. Therefore, please read this text carefully, and pay attention to the safety (see pp.4-14).
- (3) 利用時間・予約・料金等に関しては手引きの「寒剤利用一覧表」(p.15)参照のこと。時間厳守。
Please refer to the table for cryogen usage about utilization time, booking, charges etc (see p.15). Please be punctual.
- (4) 寒剤を利用する際は寒剤使用伝票を汲み出し時に伝票箱に入れる。伝票には経費負担責任者の印鑑が必要(p.16 参照)。
Please put the cryogen usage card in the card box when you will use the cryogenes. Please put the seal of a person responsible for expense burden in the card (see p.16).
- (5) 液体窒素汲み出し者は, 伝票箱のところの鍵と使用ノートを持ち, 液体窒素貯槽の鍵を開け, ノートに必要事項を記入し, 終了後, 施錠し, 鍵・ノートを戻す。
A person who will transfer the liq. N₂ take the key and usage notebook in the card box, and unlock the key on the door of liq. N₂ tank, and write necessary matters on the notebook. After transfer, you should lock the key and return the key and notebook.
- (6) 液体ヘリウム汲み出し者は「寒剤利用一覧表」に従って申し込み, 汲み出し時には, 伝票を提出すると共に, 使用ノートに必要事項を記入。
A person who will transfer the liq. He must reserve the transfer time according to the table for

cryogen usage. When you will transfer the liq. He, you should put the usage card in the box, and write necessary matters on the notebook.

- (7) 初めて寒剤を汲み出す人は、経験者と一緒に汲むこと。研究室に経験者がいない場合は、当実験部係員に申し出て、実地指導を受ける。

A beginner must transfer the cryogen with an experienced person. When any experienced persons are not in laboratory, you should receive a technician's guidance.

- (8) ヘリウムの回収は必須であるが、回収できない実験の場合は、事前に係員に申し出て、別料金の手続きをする。

User must recover the He gas. If user will do an experiment in which He gas can not be recovered, you should take steps for an extra charge before the experiment.

3. 寒剤容器利用 Guidance for the Usage of Cryogen Vessels

手引きの「寒剤容器の貸出」(p. 35)参照のこと。管理室で予約し、貸出し帳簿に記入する。経費負担責任者の印鑑が必要。

Please refer to "Lending of Cryogen Vessels" (p.35) in this text. User should book the lending and write necessary matters on the note book in the control room (I-101). Please put the seal of a person responsible for expense burden.

4. 密閉型液体窒素容器の検査 Examination of a Closed Liq. N₂ Vessel

密閉型液体窒素容器(高圧ガス容器)は法により一定の期間毎の検査義務がある。手引きの「密閉型液体窒素容器の検査について」(p. 34)を参照し、検査を受けること。管理室で予約し、申し込みノートに記入する。経費負担責任者の印鑑が必要。

The examination of a closed Liq. N₂ vessel (high-pressure vessel) in a certain period is required according to the High Pressure Gas Safety Act. Please refer to "Examination of a Closed liq. N₂ Vessel" (p.34) in this text, and then undergo the examination. User should book the lending and write necessary matters on the note book in the control room (I-101). Please put the seal of a person responsible for expense burden.

5. ヘリウム回収管の新設と利用 New Construction of a He Gas Recovery Line and its Usage

利用者は、手引きの「ヘリウム回収配管の新設と利用について」(p. 36, 37)を参照。回収配管新設の際は、事前に当実験部に連絡し、注意事項等の技術指導を受けること。工事終了時には、気密テスト報告書を当実験部へ提出する。手引きの「工事上の注意点」(p. 36), 「工事後のリークテストについて」(p. 36)を参照。

Please refer to "New Construction of a He Gas Recovery Line and its Usage" (p.36, 37) in this text. Before new construction of a He gas recovery line, please contact us, and receive a technician's guidance. After the construction, please submit a report for the He gas-tight test. Please refer to "Note of the New Construction of a He Gas Recovery Line"(p.36) and "Leak Test after the New Construction of a He Gas Recovery Line and its Usage" (p.36) in this text.

1. はじめに —Introduction

寒剤である液体ヘリウム・液体窒素は後で述べるように法律で高圧ガスとされ、使用を誤ると危険であるために法律で様々な規制を受ける。また、ヘリウムは 100%輸入に依存している貴重な資源である。従って、液体ヘリウム・液体窒素はその性質を充分に知って安全かつ有効に利用しなければならない。ここではその助けとして寒剤の性質や使用等に関する基本的な事項を説明する。

まず、本章では、高圧ガス保安法と高圧ガスの定義、自然科学研究支援開発センター低温・機器分析部門低温実験部の保安管理体制について簡単に紹介する。次に、第2章で寒剤利用の際に特に注意すべき基本的事項を列挙する。第3章では、寒剤の詳細な汲み出し方を述べる。また、第4章には寒剤利用の際に有益と思われる資料を載せた。しかし、これらは最低限必要な知識であるので、低温実験を行う人はさらに本格的な低温技術の本を読んで頂きたい。

また、資料として高圧ガス保安法、低温・機器分析部門細則、機器リスト、各部屋の配置図等も添付した。低温実験部の利用の際はこれらを一読されたい。

Liquid Helium (He) and liquid Nitrogen (N₂) regarded as high-pressure gases for High Pressure Gas Safety Law in Japan are dangerous if they are used incorrectly. Furthermore, Helium is a limited natural resource imported from USA mainly. Therefore, we should understand these properties of liquid He and N₂, and use them efficiently and safely.

At first, fundamental points in the usage of cryogenes are mentioned in the section 2. In sections 3 and 4, the way of transfer of cryogenes is explained in more details, and some manuals for usage of cryogenes are listed up in section 4. But, because these are minimal know-how, persons carried out low-temperature experiments should learn some detailed textbooks for low-temperature techniques.

(圧力の単位について—Unit of pressure)

圧力の単位は SI 単位系(国際単位系)では Pa(パスカル)であるが、他に現在でも慣用的に用いられる kgf/cm², psi, Torr 等多くの単位がある。特に、psi は液体ヘリウム容器附属の圧力計によく見られる。次で述べる高圧ガス保安法では、Pa(ゲージ圧)が使われている。ゲージ圧とは大気圧を0として表示された圧力で、工学で多く用いられる(物理学や化学では真空を0とし、大気圧を1気圧とする絶対圧を用いる)。

Pa(=N/m ²)	Torr(=mmHg)	kg/cm ²	psi(lb/in ²)	atm(気圧)	水柱 (m)
1	7.50062x10 ⁻³	1.020x10 ⁻⁵	1.4504x10 ⁻⁴	9.869x10 ⁻⁶	1.0206x10 ⁻⁴
133.322	1	1.360x10 ⁻³	1.9337x10 ⁻²	1.316x10 ⁻³	1.3607x10 ⁻²
9.80665x10 ⁴	735.559	1	14.2233	0.967841	10.0090
6.89476x10 ³	51.7149	7.031x10 ⁻²	1	6.805x10 ⁻²	0.703704
1.01325x10 ⁵	760	1.03323	14.6959	1	10.3416
9.79781x10 ³	73.4896	9.991x10 ⁻²	1.42105	9.670x10 ⁻²	1

1 bar=10⁵ Pa =1.0197 kg/cm²=0.98692atm=14.504 psi, psi: pound per square inch

lb: libra(重量ポンド), 1 (米国 ton)/ft²= 0.94508 atm, 1 Pa = 1 N/m²=10 dyn/cm²

1.1 高圧ガス保安法について

高圧ガス保安法は高圧ガスによる災害を防止することを目的として制定された。後に述べるように、高圧ガスはその製造、貯蔵、消費に際し、その使用方法を誤ると人命をも脅かす大変危険なものとなる。従って、高圧ガスを製造する者ばかりでなく、それらを使用する者(大学の学生と教職員)も法律を順守し、事故防止と公共の安全の確保に留意しなければならない。

1.2 高圧ガスの種類と定義

高圧ガスのうち、現にガスであるものを「圧縮ガス」、液体であるものを「液化ガス」と定めている。高圧ガス保安法で定義される「高圧ガス」は特定の物質を指すものではなく、特定の状態である「圧縮ガス」と、ある特定の物性をもつ「液化ガス」である(保安法第二条)。

1. 圧縮ガスで、温度35 °Cにおいて圧力が1 MPa 以上であるもの(アセチレンを除く)
2. 圧縮アセチレンガスで、温度15 °Cにおいて圧力が0.2 MPa 以上であるもの
3. 液化ガスで、圧力0.2 MPa 以上となる温度が35 °C以下のもの
4. 上記以外で、特に定められたもの(液化シアン化水素、液化ブロムメチル、液化酸化エチレン)

液化ガスの圧力は飽和蒸気圧で判断される。液体窒素や液体ヘリウムは、飽和蒸気圧が0.2MPa を超える温度が、それぞれ、-189 °C付近、-268 °C付近であり、35 度よりはるかに低いので、高圧ガスである。

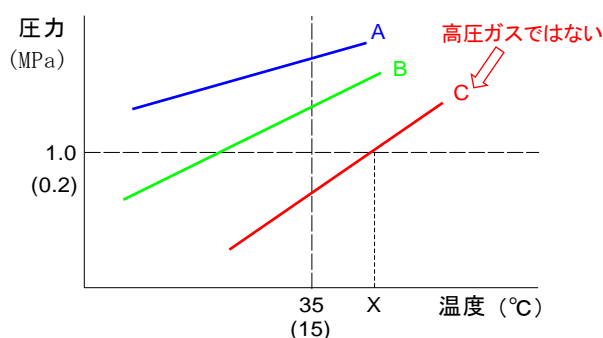


Fig. 1. ガスの蒸気圧と温度の関係

1.3 高圧ガスの製造、貯蔵、消費

高圧ガスの「製造」とは圧縮、液化その他の方法により高圧ガスの状態を人為的に作ることである。処理量に応じて監督官庁への申請や届出が必要となる場合がある。

例: 高圧ガスをより高い圧力の高圧ガスにすること。逆に、より圧力の低い高圧ガスにすること(液化ガスの移送(トランスファー)で、出口側圧力が0.2 MPa 以上となる場合など)

「貯蔵」とは、通常、一定の場所に一定量を超えて高圧ガスの状態で置くことである。貯蔵量に応じて監督官庁への申請や届出が必要な場合がある。

例: 液体窒素用コールドエバポレータ(CE)

「消費」とは減圧弁などを使って高圧ガスから高圧ガスでない状態へ移行させることである。

例: 小分け容器から開放型容器(大気圧)への移送

ガスボンベから減圧弁(レギュレータ)を介して風船にガスを詰める

少量の消費には特に規制はないが、消費の技術上の基準が定められている。また、事前に監督官庁への届出などが必要な場合もある。

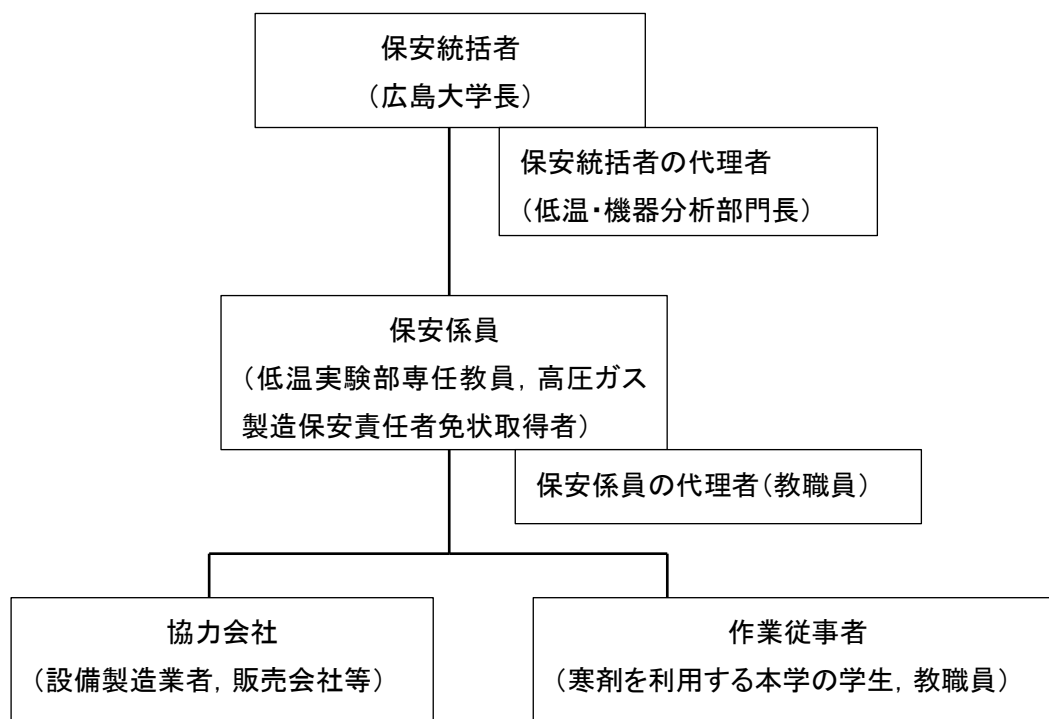
1.4 事業所としての低温実験部と保安教育について

自然科学研究支援開発センター低温・機器分析部門低温実験部は、昭和41年の理学部極低温室設置に始まり、昭和63年に発足した学内共同教育研究施設「低温センター」(省令センター)を経て今日に至っている。現在では、本実験部は高圧ガス保安法第5条の1に定められた高圧ガスの第一種製造者として液体ヘリウムの製造と液体窒素の貯蔵を行うとともに、共同利用機器や実験室の提供、低温科学の啓発活動などを行っている。

第一種製造者には、監督官庁の保安検査受検(1年に1回)、危害予防規程の制定と監督官庁への届出、保安教育計画の立案と保安教育実施、定期自主検査や日常点検など多くの義務が課せられている。低温実験部では製造設備や貯蔵設備の維持管理はもちろん、自主保安活動などを通じて、液体ヘリウムと液体窒素を安定して供給できるように努めている。

低温実験部では、下図のような保安管理組織を編成し、寒剤の製造にかかる保安に関する業務を行っている。危害予防規程の第29条では、作業従事者に対する保安教育訓練について規定されている。また、高圧ガス保安法第27条にも従業者への保安教育についての定めがある。低温実験部が行う寒剤利用・保安講習会はそれらに基づいて保安教育の一環として実施するものである。

低温実験部における保安管理組織



2. 寒剤利用の一般的諸注意 —Cryogen Usage Techniques and Safety

代表的な寒剤の性質を Table 1.にまとめて示す。いずれも温度が低い・潜熱が比較的小さい・液体に対するガスの体積比(容積比)が大きいという特徴があり、凍傷・酸欠(窒息)・爆発等の事故につながりやすい。これらの性質をよく理解して取り扱うことが重要である。

Table 1. shows the summary of the physical properties of some typical cryogens. These possess low boiling point, relatively lower latent heat, large volume ratio of the gas and liquid. In using the cryogen, there exist possibilities of accidents of frostbite, lack of oxygen (suffocation), explosion, and others. It is important to understand their properties very well and handle the cryogens.

Table 1. 寒剤の性質 Cryogen properties

液体 Liquid	分子量 Molecular weight	沸点 (K) Boiling point	密度 (g/cm ³) [†] Density	潜熱 (cal/cm ³) Latent heat	容積比* Volume ratio
O ₂	32.0	90.19	1.144	58.2	800
N ₂	28.01	77.35	0.808	38.5	647
⁴ He	4.003	4.216	0.125	0.62	700
³ He	3.000	3.1905	0.059	0.12	440

[†]理科年表(2014), p.383.(Chronological Scientific Tables 2014, p. 383)

*容積比: 沸点での液体の体積と 0°C, 1 気圧での気体の体積との比

Volume ratio: the ratio between the volume of the liquid at the boiling point and that of the gas at 0°C and 1 atm.

2.1 凍傷に注意 —Pay Attention to Frostbite

寒剤を取り扱う際、下記のような原因で手足が凍傷になる可能性がある。

In the handling the cryogen, your hands and foots may be frostbitten by causes mentioned below.

[原因] Causes

a) 飛散した寒剤や噴出した冷気ガスに素手や身体がさらされる。

When the bare hands or body are exposed to a cryogen or cold gas.

b) トランスファーチューブの冷却部等の極低温状態になった金属に触れる。少量の液体窒素を手の上にこぼしても、蒸発窒素ガスで皮膚が保護されるので凍傷にはならないが、液体窒素で冷却した金属を素手で握ると、ガスによる保護がないため手がくっついてしまい、ひどい凍傷になる。液体ヘリウムの時はなお一層被害が大きい(資料参照 p.48)。

When you touch a cold metal such as the surface on a delivery tube. When a small amount of liq. N₂ drops on your hands, your hands protected by the N₂ gas is not frostbitten. However, when a cold metal cooled by the liq. N₂ is touched by bare hands, the hands and metal sticks together

because of the no protection of the gas, and then, the hands are heavily frostbitten. In the cold metal cooled by the liq. He, there becomes a serious situation.(See reference materials p.48)

- c) 濡れた手足で直接寒剤に触れる。

When you touch cryogenics directly by your wet hands or feet.

[防止策] Prevention

- a) 寒剤を取り扱う際は、**革手袋または専用の断熱手袋を使用する。軍手や毛糸製手袋は液がしみこむので使用してはならない。(Fig. 2)**

You should use **leather gloves or thermal insulating gloves** in the handling the cryogen. Do not use cotton or woolen work gloves in which liquid N₂ sinks.



Fig. 2. 断熱手袋，革製手袋と軍手 Thermal insulating gloves, leather gloves and cotton work gloves

- b) 衣服等に寒剤がかかった時は素早く払い落とし、寒剤が衣服のどこかに滞留しないようにする。

Please brush away the Liq. N₂ quickly when the liq. N₂ splashes.

- c) 寒剤が飛散しやすい場合はゴーグルなどを着用し、寒剤が目に入るのを防ぐ。

You should use goggles to prevent the liq. N₂ from getting into the eye when the Liq. N₂ splashes.

[凍傷になってしまったら] Treatment for frostbite

- a) 凍傷が皮膚のごく一部であるならばその部分を温水に浸す。ドライヤーは不可。病院へ行く。

You should soak the frostbitten skin in a hot water. Do not use a drier. After that, go to a hospital.

- b) 極低温状態の金属と手などがくっついた場合は、金属をぬるま湯程度に温め、ゆっくりと剥がして病院に行く。

When your hand stick to a cold metal, you warm up the metal up to the temperature of tepid water, and them, take your hand off the metal slowly. After that, you should go to a hospital.

- c) 寒剤が目に入ったら、清水で洗浄し、すぐに病院へ行く。

When the Liq. N₂ enters your eyes, you should wash your eyes by clean water.

2.2 寒剤の使用時および運搬時の酸欠に注意 —Be Careful of Lack of Oxygen

寒剤の液体から気体への体積膨張は非常に大きいので、**少量の寒剤でもガス化するとそれが部屋を充滿することができる。**従って、**閉ざされた部屋で寒剤を使用する場合は酸欠の恐れがあるため、必ず換気しなければならない。**

Vaporization of liquid N₂ will increase its volume and decrease the concentration of O₂ in the room.

When the cryogenics are used in the closed room, we must ventilate the room.

酸欠は大きく次の 2 種類に分類される。

- a) 急性酸欠(Acute oxygen-shortage): 酸素がほとんど含まれないガスを吸い込むことで急激に起こる症状。酸素が0%またはそれに近い状態の室内に入ると、わずか 1 回の呼吸で倒れ、蘇生の可能性はない。また、窒素が蒸発している容器に顔を近づけて呼吸するのは自殺行為である。

The rapid oxygen-shortage is caused by breathing a gas without oxygen. **When you come in the room in which the oxygen is 0%, you fall down in one breathing, and have no chance of resuscitation.** To breathe near the evaporating gas of liq. N₂ is a suicidal act.

- b) 緩急性酸欠(Gradual oxygen-shortage): 酸素濃度が少しずつ低下している空気を呼吸することによってゆっくり発現する症状 (Table 2. 参照)。

The gradual oxygen-shortage is caused slowly by breathing an air in which the oxygen concentration decreases gradually. (See Table 2.)

Table 2. 酸素濃度低下(緩急性酸欠)による人体への影響
Effects on the Human Body due to Gradual Oxygen-shortage

吸気 (Normal O ₂ : 21%)		症 状 Symptoms
酸素濃度	酸素分圧	
O ₂ %	mmHg	
16-12	120-90	脈拍・呼吸数の増加, 頭痛, 吐き気(軽い不快感), 筋力低下, 精神集中力の低下, 単純計算の間違いが起きる。チアノーゼが現れる。軽い後遺症が残る場合がある。(Increased pulse and shortness of breath, headache, sick feeling, muscle weakness, poor concentration, cyanosis. In some cases, a weak after effect remains in the body.)
14-9	106-68	判断力の低下, 精神的に不安定になる。異常な疲労感, めいてい状態, 頭痛・耳鳴り・嘔吐感がある。体温上昇(対応能力減少), 全身脱力, 意識が朦朧となり, 階段・椅子から転倒する, チアノーゼになるなど, かなり危険な状態となる。後遺症が残る。(Reduction of judgment, mental unstable, extreme exhaustion, drunken state, headache, ear noise, sick feeling, increased body heat, listlessness, light headedness, cyanosis. Some after effects remain.)
10-6	76-45	嘔吐, 行動の自由の喪失, 危険を感じても叫んだり動いたりできない, 虚脱・幻覚・意識喪失, チアノーゼが出る, 昏倒・中枢神経障害・全身痙攣に陥る。この段階が生死の境目となるが, たとえ生還しても非常に重い後遺症が残る。(Vomiting, collapse, hallucination, loss of consciousness, cyanosis, swoon, central nervous system disorder. This stage is between life and death. Even if a person can be rescued alive, he/she has very heavy after effects.)
<6	<45	数回の喘ぎ呼吸で昏倒・失神・痙攣・心臓停止になり, 多くの場合, 死に至る。(Death)

[酸欠事故の被害拡大の要因] Factors of the Accident in Oxygen-shortage

- a) 二次災害： 酸欠で室内に人が倒れていても、煙や刺激臭がないので、何が原因で倒れているのか解らず、慌てて救助に入った人も被害に遭う危険性が高い。

Secondary Disaster: There is a high possibility that a rescuer coming into the room without oxygen suffer damage because he can not find why a person falls down in the room without smoke or irritating smell.

- b) 判断能力の欠如： 酸欠状態の室内に入り頭痛や吐き気、こん睡などの症状が出ても、当人が酸欠による症状だと判断できない場合がある。

Lack of Judgment Ability: A person coming into the room without oxygen can not understand that his headache, nausea, and coma are attributed to the lack of oxygen.

- c) 蘇生機会の急激低下： 酸欠による呼吸停止からの蘇生のチャンスは呼吸停止後 3～5 分で急激に低下し、7 分以上でほとんどゼロとなる (Fig. 3)。特に酸素濃度が低い場所に晒されている時間が長いほど死亡する確率は高く、数秒で生死を分ける場合もある。また、たとえ蘇生しても、言語障害、運動機能障害、視野狭窄、幻覚、ノイローゼなどの後遺症が残る場合が多い。

Sharp Drop in Resuscitation Opportunity: A chance of resuscitation decreases rapidly in 3~5 minutes after the stop of breathing, and becomes zero above 7 minutes (Fig. 3). Even if a person is resuscitated, he has sometimes after effects of disease such as speech impediment, motility disturbance, narrowing of visual field, hallucination, neurosis.

二次災害を避けつつも、迅速な対応が必要。

A rapid treatment preventing the secondary disaster is required.

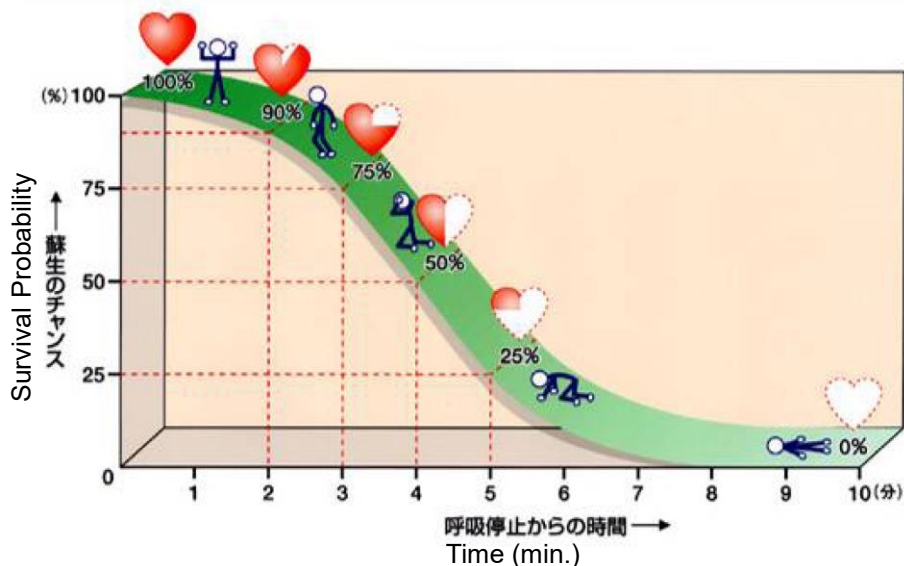


Fig. 3. ドリンカーの救命曲線 (東京大学低温センター「保安技術テキスト」から抜粋)
(Dr. Drinker's Survival Curve)

[対策] Prevention

- a) 密閉した部屋で窒素等を使用するときは、換気扇を使用するか蒸発ガスは導管等で戸外へ放出する対策が必要である(資料参照 p. 47)。

When you use liq. N₂ in a closed room, you should release the N₂ gas out the room by using a ventilating fan or exhaust pipe. (See reference materials p.47)

- b) 乗用車で寒剤を運搬する際は窓を開けること。

When you take a vessel of liq. N₂ by car, you must open the windows.

- c) エレベーターによる寒剤運搬の際は人が同乗しないこと(資料参照 p. 38, 39)。

When liq. N₂ or He is transported by elevator, the vessels should travel alone in the elevator, without any people accompanying them inside the elevator. (See reference materials p.38, 39)

- d) 室内等が酸欠状態であると疑われるときは空気で置換し、酸素濃度が 20%以上あることを確認してから入室する。室内等の酸素濃度を計測する際は警報機能付き酸素濃度計を使用する(酸素濃度計は低温実験部でレンタル可能)。

When the inside of a room seems to be in the lack of oxygen, you should ventilate the room with a fresh air, and you may enter the room after you find that the oxygen concentration becomes 20% or more. You can examine the oxygen concentration by an oxygen tester borrowed from Cryogenics section.

2.3 容器を密閉してはいけない —Do not Seal Cryogen Vessels

液体ヘリウムや液体窒素は容器中でも外部からの熱流入があるので絶えず少しずつ蒸発している。この液体から 273 K(0 °C) 1気圧の気体への変化の際、体積はそれぞれ約 700 および 647 倍になり、これらの液体を入れた容器を封じると容器内は非常に高圧となって爆発の危険性がある。寒剤を入れた容器を密閉状態にしない(Table 1. 寒剤の性質(沸点・容積比))。

Liq. He and liq. N₂ boil even in the vessels because the heat enters from outside. When the liq. He and N₂ are transformed into gases at 273 K and 1 atm, their volumes expand up to 700 and 647 times, respectively. When cryogen vessels are sealed, there is a danger of explosion because the pressure in the vessels becomes very high. **Do not seal cryogen vessels. (See Table 1.)**

[密閉の原因] Causes

- a) 寒剤を入れた容器の蒸発口が氷で閉塞した。

The vent of the vessel containing a cryogen is closed by ice.

- b) 密閉型容器(安全弁等が付いている)の全バルブを閉止した。

All of valves in the sealed vessel are closed.

[対策] Prevention

- a) 容器の内部に空気が逆流しないように、蒸発口に逆止弁を付ける。

You should mount check valve in the vent by preventing air entering into the vessels.

- b) 密閉型容器を使用する際には使用方法をよく理解する。

When you use relatively large sealed vessels with some relief valves, please read those manuals and understand how to use them very well.

2.4 寒剤容器は横揺れに弱い

—The Neck in the Vessel is Weak Mechanically

金属製貯蔵容器は、主に首部で内部を支える構造で、首部が機械的に弱い。従って、容器を横にしたり、激しい振動を加えたりしないこと(但し、10 L以下の液体窒素容器なら傾けて液を出してもさしつかえない)。

The neck in the vessel is weak mechanically. Therefore, do not knock the vessel down, and put the large vibration.

金属製窒素貯蔵容器は、Fig. 4 のように真空槽を高真空にして断熱し、熱流入を少なくするため銅製内球を低熱伝導度の管(インコネル管等)で吊りさげる構造を持つ。内球の下部には、吸着によって真空度をあげるための活性炭の容器がついている。ヘリウム容器も同様であるが、Fig. 5 のように真空槽が二重になっており、真空槽と真空槽の間に液体窒素を入れて熱流入を防止する(液体窒素シールド型)。

大型のヘリウム容器は、液体窒素を使わず液体ヘリウムの自然蒸発ガスを利用して熱流入を防止するガスシールド型がよく使われる。これには蒸発ガスシールド型とマルチシールド型と呼ばれる2種があり、最近マルチシールド型が多い。

これは、Fig. 6 のように蒸発ガスでまわりにある多層の銅板を冷やして輻射防止壁を形成すると共にスーパーインシュレーションによっても熱遮断するもので、低熱伝導の物質で作られた薄いスペーサーと輻射シールド板を幾層も重ねあわせ、その間を高真空にして断熱する。

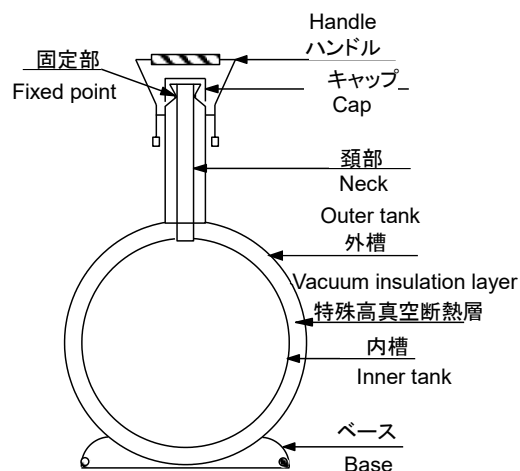


Fig. 4. 窒素容器
Liq. N₂ vessel

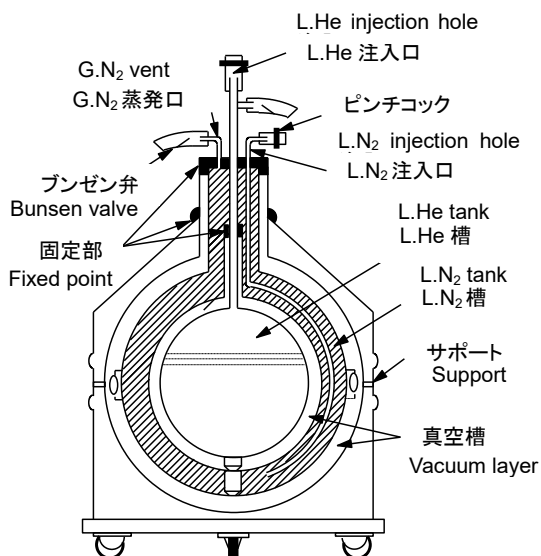


Fig. 5. 液体窒素シールド型ヘリウム容器
Liq. He vessel shielded by liq. N₂

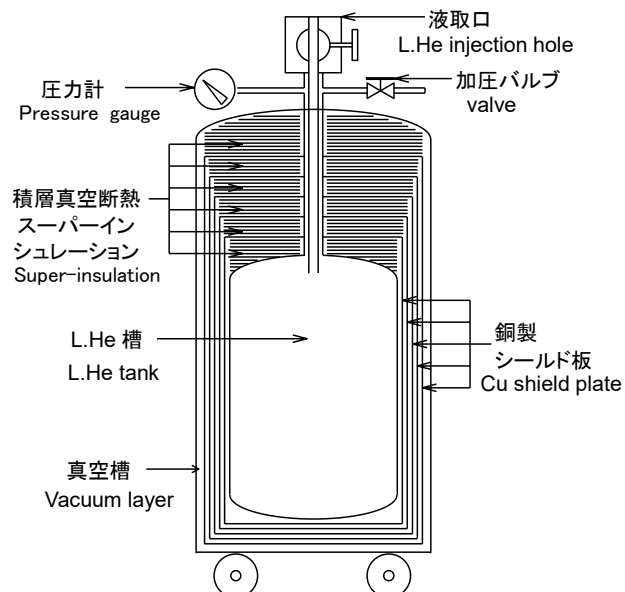


Fig. 6. ガスシールド型ヘリウム容器
Liq. He vessel shielded by gas

2. 5 容器使用時及び寒剤の汲み出し時の注意点

—Notes for Using the Vessels and Transfer of the Cryogenics

- a) 容器に異物が入っていないことを確認する。異物が入っているとロスの原因となるし、容器を破損することがある。例えば、水が溜っていた場合氷に変わる時の体膨張で容器を破損することがある。ガラス容器等の破損事故は汲み入れ開始時に起こる例が多いので、特に注意する。

If there are some contaminations and water in the vessel, we should remove them before the transfer of cryogenics.

- b) 室温の容器等に急激に寒剤を注ぐのは熱的なショックを与えるので好ましくない。

It is not good that cryogen is poured suddenly into a vessel at room temperature.

- c) 100 L クラスの車輪付の密閉型液体窒素容器は、重い上縦長で移動中に小石等につまづき転倒する危険性がある。

There is a possibility that the large vessel over 100 L stumbles over a stone.

- d) 密閉型液体窒素容器では、内圧が上昇していることもあるので、容器の液入れ口を開ける時等注意すること(圧力がないように容器内のガスを充分逃がしてから開口する)。汲んだ直後は沸騰が激しい場合があるので栓をする時等も注意。

Please open the cap of the closed vessel after the inner pressure is released.

- e) 安全弁を逃し弁がわりに使っている例もみることが、これは危険である。

Do not use a safety valve as a release valve.

- f) 寒剤の汲み出し時は、その場を離れてはならない。 汲み出し時のトラブルは大きな事故に結びつく上、予期せぬトラブルもある。監視と共にすぐ対処できるよう備える必要がある。

Do not leave the place where we transfer cryogenics. In the transfer of cryogenics, we have possibility to be in unexpected accidents. We always need to watch circumstances carefully.

- g) 液体窒素を汲み出す時、貯槽のバルブは液出し用のもの以外にはさわらない。 Fig. 7 に液体窒素の貯槽の構造を示す。液体窒素の液面は液面計(差圧計)により、液面上のガス圧と貯槽内底部の液圧との差から知るようになっている(液面計の目盛りは液量ではなく液の高さを表示している)。ユーザーは槽内の圧力を利用し液出し口から液体窒素を汲み出す。

貯槽には、日常の使用のために圧力を一定に保つための逃し弁や、何かの拍子に圧力が上昇しても貯槽が破裂することのないようガスを放出する安全弁等その機能・安全を維持する為の弁等が付いている。これらを勝手にさわると、内圧上昇や安全弁作動不能等の事故につながるので、液出しバルブ以外はさわらぬこと。異常の際は自分で勝手に処理せず、係員に連絡すること(但し、よく貯槽下部から白いガスが出ているが、これは上記の逃し弁が作動しているためで異常ではない)。

Do not handle anything except transfer valve in liquid N₂ tank. There are some relief and safety valves in liquid N₂ tank. If a user handles these valves, there is possibility to increase the pressure in the tank. **Please handle only transfer valve in liquid N₂ tank.** If you find some anomalies, please contact technicians in cryogenics division.

- h) 液出し終了時にはバルブをきっちり閉めること。(過度に力を加えるとバルブ中のパッキンを傷めるので適度の力で)。さもないと、液が少しずつ漏れてバルブが凍り付くことがある。

Close the valve tightly after the transfer of cryogenics. The valve is frozen because the cryogenics come out little by little.

- i) 密閉型窒素容器は高圧ガス保安法の適用を受け、定期的に専門機関で断熱性能等の検査を受けることが義務づけられている(資料参照 p. 26, 34)。

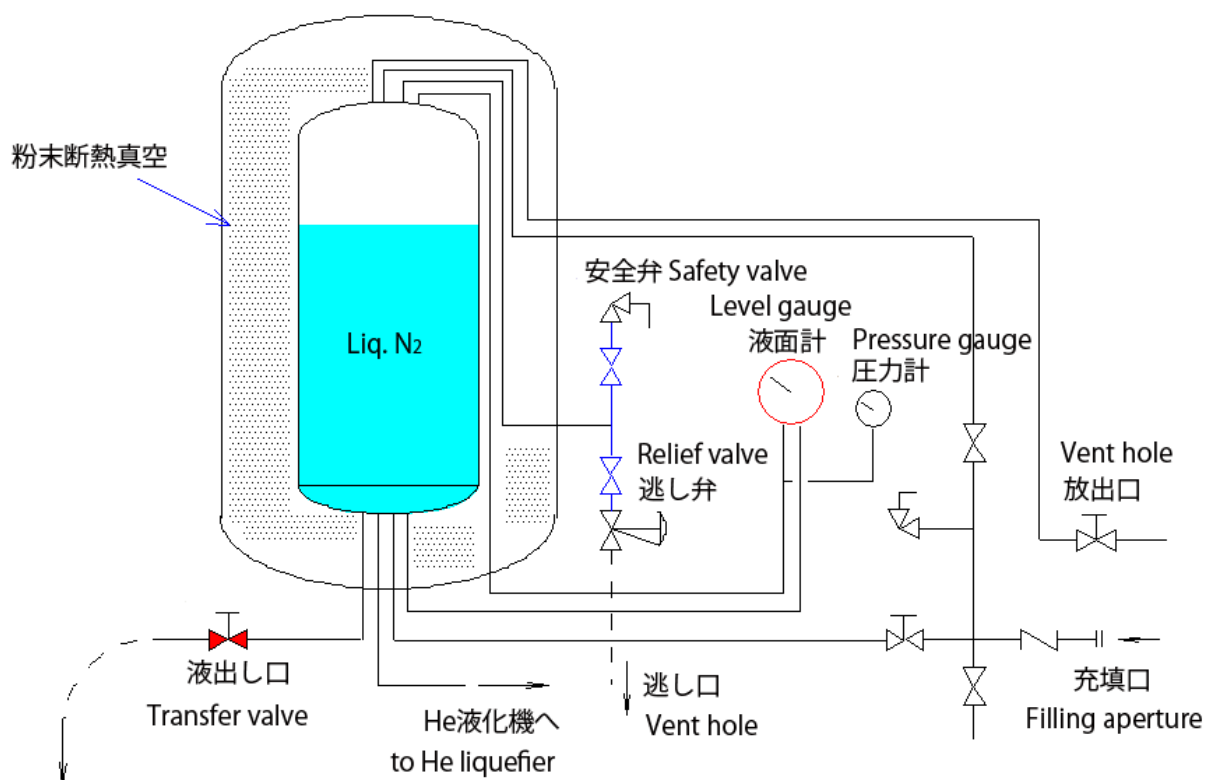


Fig. 7. 液体窒素貯槽の構造 Structure of liq. N₂ tank

2.6 寒剤の汲み出し時のロスの減少に努める

—Pay Attention to Safety and Suppression of Cryogen Losses in the Transfer of Cryogenics

寒剤汲み出し時のロス低減のため、必ず容器やトランスファーチューブを予冷し、汲み出し時には液の蒸発潜熱のみを利用するのではなく冷えた蒸発ガス(ガスエンタルピー)を利用して予冷すること。

寒剤は容器の内部が沸点あるいはそれに近い温度まで冷えないと溜らず、蒸発ガスとなって逃げてしまう。また、液体窒素や液体ヘリウムの潜熱(Table 1.)は、それぞれ 39 cal/cc と 0.62 cal/cc で水のそれ(539 cal/cc)に比べずっと小さく、寒剤の場合、蒸発による冷却効果は小さい。

そこで、予冷が重要なことが Table 3.で示される。例えば、銅の場合、4.2 K へ冷やすのに要する液体ヘリウム量は、潜熱だけを使った時、77 K まで液体窒素で一旦予冷すると 300 K から冷やす時の約 1/15 で済む。さらに、ガスエンタルピーも利用すると、1/200 にも減少する。液体窒素で、300 K から 77 K へ冷やす場合でも、要する液体窒素量は、ガスエンタルピーを利用すると潜熱だけを利用した時の 63%で済む。

従って、汲み出しの際は、トランスファーチューブを深く差し込んで、冷えたガスが容器の底まで届くようにし、最初はゆっくり汲み入れて蒸発ガスの伝導により容器内壁や中にある物を充分冷やすようにする。但し、既に汲んだ液につぎたす場合はチューブを液よりずっと上にして一旦、チューブをまず予冷した後再び挿し込んで液出しをする。さもないと、前に溜っていた液が蒸発してなくなってしまう(詳細は後述の”汲み出し方”参照)。

In the transfer of cryogenics, we should carry out precooling by the cold gas. At first, we put the transfer tube into the bottom of the vessel, and cool slowly the tube and inner part of the vessel.

寒 剤 Cryogenics	He		N ₂
冷却温度 Cool down temperature (K)	4.2		77.3
初めの温度 Initial temperature (K)	300	77	300
潜熱だけを利用 Case for using the latent heat of the gas	31	2.2	0.46
潜熱とガスエンタルピーを利用 Case for using the latent heat and enthalpy of the gas	0.79	0.15	0.29

Table 3. 銅 1 kg の冷却に要する寒剤の量(L)
Amount of cryogenics needed 1kg of Cu to cool down
(BOC 社 Cryogenic Data Chart より)

2.7 液体窒素に溶け込む酸素に注意

—Hazard of Condensed Oxygen in Air

Fig. 8 に示すように1気圧での酸素の沸点(90.19 K)は窒素の沸点(77.35 K)より高いので、空気中の酸素が液体窒素に溶け込みやすい。

長い間液体窒素を空気にさらした場合、窒素の方が先に蒸発するため液のほとんどが液体酸素になる可能性がある。**酸素はそれ自身爆発の危険はないが強い支燃性ガス**である。従って、種々の可燃物の発火を容易にさせ、爆発に結びつくこともあるので、液体窒素容器周辺で火気や可燃性物質を取り扱うときは注意を要する。

また、酸素が溶け込んだ液体窒素の温度は Fig.8 の平衡曲線に沿って上昇する。従って、温度計の較正に**液体窒素の沸点を定点として用いる場合は注意が必要である。**

容器に空気が入らないようにする逆流防止としては Fig. 9 のブンゼン弁(簡易型)やバブラー(寒剤を高純度に保つ時はこの方が良い)がよく用いられる。

When liquid N₂ is exposed to the air, the oxygen is condensed in the liquid N₂. We have the hazard of explosion when flammable gases or organic compounds come into the liquid N₂ with the oxygen. In order to avoid a back current of the air, please use Bunsen valve or bubbler.

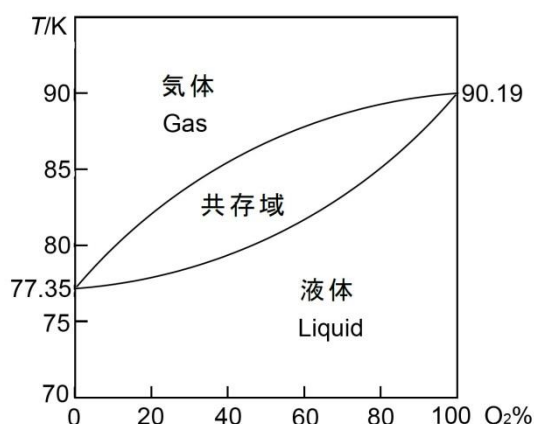


Fig. 8. 酸素-窒素の気・液相平衡図
Phase diagram of O₂-N₂

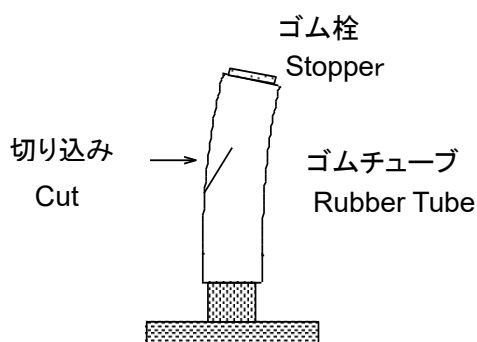
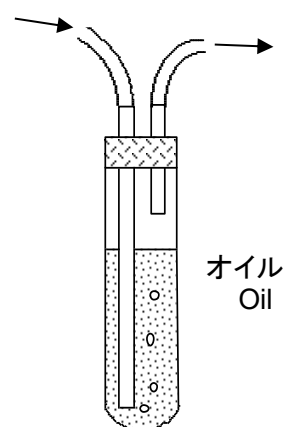


Fig. 9. (a) ブンゼン弁 Bunsen valve



(b) バブラー Bubbler

2.8 液体ヘリウム用のトランスファーチューブは乱暴に扱わない

—Do not Handle Roughly the Transfer Tube for Liq. He.

Fig. 10 に示すように液体ヘリウム用のトランスファーチューブは断熱真空の二重管構造であり、乱暴に扱うとスペーサーが壊れて内管と外管が接触したり、真空が悪くなったりにして断熱不良になり使用できなくなる。

又、低温実験部備え付けのものは直径が 12 mm である。

クライオスタット設計の際、液体ヘリウム汲み入れ口の大きさについて注意すること。

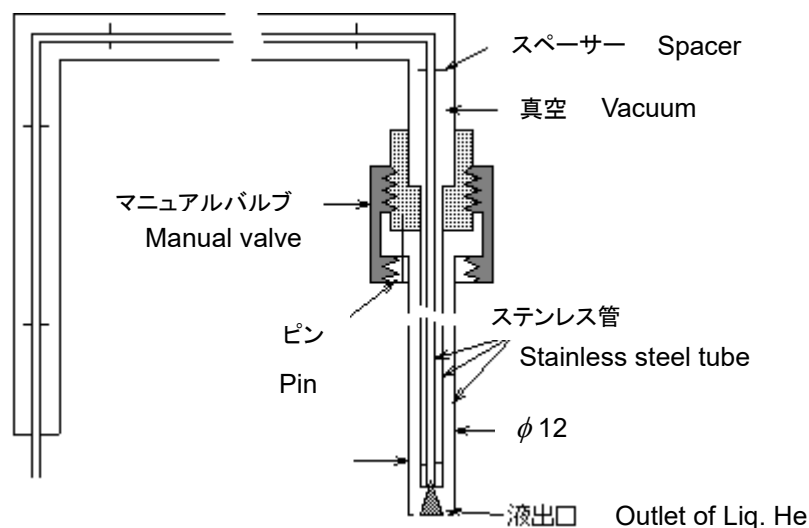


Fig.10 液体ヘリウム用トランスファーチューブ
Transfer tube for Liq. He

2.9 ヘリウムガスの回収管等の接続を確実にして空気等を混入させない

—Do not Put an Air into the Recovery Line for He Gas

ヘリウムは純度の良いガスを用いないと液化できない。そのため、回収したガスは一旦精製される。低温実験部の液化機は液化運転の際に生じる寒冷(コールド)を利用し、不純物を熱交換器中で凍結・固化して分離することにより精製するタイプである(内部精製型)。凍結・固化した不純物は定期的に除去され、精製器の再生がなされるが、回収ガスの純度が悪いと除去・再生作業ばかりになり、液化作業が困難になる。従って、**回収ガスへ不純物(主に空気)が出来るだけ混入しないようにしなければならないが、この不純物混入は回収管の接続不良から生じる場合が多い※。**

また、**ヘリウム容器の場合、回収管の接続部がはずれると空気が流入して蒸発口(容器の回収口)を氷結させ内圧が上昇して危険である。**

※特に、真空ポンプやブローアでヘリウムガスを送る際は吸入側の気密を完全にしなければ、多量の空気を吸引しそれを送り込んでしまうので細心の注意が必要である。**クライオスタット、ポンプ、ブローアの気密を完全にすること。**液体ヘリウムを真空ポンプで減圧して温度を下げる場合は、クライオスタット・接続部の気密にとりわけ注意すること。また真空ポンプにはオイルミストラップを付けオイルが回収管に入らないようにすること。

The connections between the He recovery line and vessel or cryostat should be made tight. If the vessel would be disconnected from the recovery line, we have the hazard of high pressure in the vessel because an ice blocks the opening.

When you pump the He gas in the recovery line, the cryostat and pump should be made airtight completely.

3. 寒剤汲み出しの手順と諸注意 —Notes and Procedures for the Transfer of Cryogenics

3. 1 寒剤利用一覧 —寒剤利用日時, 予約方法, 供給場所—

—Data for cryogenics usage, Booking procedure, service area—

[注意事項] Cautions

a) 下表のそれぞれの時間を厳守すること。

Please be punctual.

b) 液体窒素の場合, **特に11:30~13:00の間では供給しない。** また, **16:30までに汲み出しを完全に終了する**ように時間の余裕をもって汲み出すこと。

Liq. N₂ is not supplied between 11:30 and 13:00. The transfer of Liq. N₂ should be finished until 16:30.

c) 液体ヘリウムの場合, **予約締切以降の予約変更や汲み出しの追加申請は特段の事情がない限り認めない**ので, 実験計画をよく検討して予約すること。また, 決められた**供給時間に遅れると, 他のユーザーに迷惑がかかるので供給を中止する場合がある。**

For Liq. He, a reservation alternation and added reservation after deadline can not be allowed.

d) いずれの場合でも, 「**寒剤使用伝票**」に必要事項を記入し**供給当日に提出**する。帳簿にも必要事項を記入する。

When you will transfer the liq. He and N₂, you should put the usage card in the box, and write necessary matters on the notebook.

寒剤利用一覧表

	液体窒素	液体ヘリウム Liquid He	
	Liquid N ₂	小口 (30 L 未満) Small vessel (<30 L)	大口 (30 L 以上) Large vessel (≥30 L)
供給日 Supplying date	土・日, 休日を除く毎日 Every day except Saturday, Sunday, and national holidays		休日を除く火, 金 Tuesday and Friday except national holiday
供給時間 Supplying time	9:00~16:30 (except 11:30~13:00)		係員の指示による Following the instructions of staff
申し込み (予約) Booking	予約不要 No need	利用の週の月曜※の 12 時迄に, 所定の用紙に記入して予約 (※休日の時は翌日) You can book the date and time until 12:00 on Monday.	金曜※の 12 時迄に, 次週の火曜以降分を係員に申し込む (* 休日の時は前日) You can book the date and time until 12:00 on Friday.
供給場所 Place	液体窒素貯槽 Liq. N ₂ tank	液化室(I-102)の所定の場所 Fixed place in I-102	液化機の液体ヘリウムデュワー Front the Liq. He Dewar vessel of liquefier
液量測定 Measurements of the amount of liquid	容器の容量 Volume of the vessel	低温実験部または研究室の液面計による By using the liquid level gauge	

3.2 液体ヘリウム・窒素使用伝票の記入上の注意（資料・伝票参照）

Notes for filling in the cryogen usage card of Liq. N₂ and He

寒剤使用伝票は寒剤使用の基礎記録であり、使用料金の運営交付金・科研費の移算処理がこれにもとづいて行われる大切な物である（数年間保存される）。伝票は低温実験部で提供している。（The card is supplied in this center.）記入にあたっては次の点に注意すること。

- a) 伝票のサイズは A5 判である。
The card size is A5.
- b) 黒の筆記用具で記入のこと（赤や緑色は不可）。
You should fill in the card by a black pen.
- c) 科研費の場合は経理単位番号を記入する。
For Grants-in-Aid for scientific research expenses, the numbers for expense burden should be written in the card.
- d) 経費負担責任者名はフルネームで記入し、捺印すること。
Please fill the full name of a person responsible for expense burden and stamp it with his/her seal.
- e) 汲み出し量は容器の容量を書く。
- f) 伝票を出し忘れる人が時々いる。まず伝票を提出し、それから汲み出し作業に入る習慣をつけて頂きたい。
- g) 寒剤・機器利用は、利用申請書を年度毎に低温・機器分析部門事務室へ提出しなければ行えないので注意すること。

汲む前に提出
Submit it before transfer.

Date 年 月 日

寒剤使用伝票
Cryogen usage card

<small>運営費交付金・科研費・ 受託研究費・寄付金</small>	<small>経理単位番号</small>
<small>いずれかに○をして運営費交付金以外については経理単位番号を記入する</small>	
<small>経費負担 責任者氏名 Name of a person responsible for expense burden</small>	<small>印</small>
<small>使用者氏名 (汲み出し者) User Name</small>	
<small>部局 Dep.</small>	<small>先端・理・工・総科・生・教育・センター・その他</small>
<small>液体窒素 Liq. N₂</small>	<small>L</small>
	<small>(容器容量 / Vessel volume)</small>
<small>液体ヘリウム Liq. He</small>	<small>L L</small>
	<small>(容器容量 / Vessel volume)</small>

広島大学自然科学研究支援開発センター
低温・機器分析部門 低温実験部
Cryogenics and Instrumental Analysis Division
Natural Science Center for Basic Research and Development

**科研費は
経理単位番号**

**捺印
Signet**

**容器の容量: 1L未満は
繰り上げ**

**フルネーム
Full name**

3.3 液体ヘリウムの汲み出し手順

液体ヘリウムの汲み出しは初心者には難しい点もあるので次に概略を説明する。実際の汲み出しの詳細は低温実験部職員の指導に従うこと。汲み出し予約については3.1を参照のこと。

液体ヘリウム汲み出しからその使用までの大まかな手順は下記のとおりである。

1. 容器(ベッセルまたはデュワー)の予冷
2. 汲み出し
3. 使用(ヘリウムガスの回収)

容器中に液体ヘリウムが残っている場合やそれが残っていても容器内部が窒素温度以下である場合は(1)の作業を行う必要はない。また、(3)の液体ヘリウム使用時における注意事項については、第2章の2.8および2.9(p. 14)を参照すること。

最近では、小口でのヘリウム汲み出しはほとんどない。したがって、まず、大口のヘリウム汲み出し手順を説明する。小口の手順はその後にまとめる。

3.3.1 大口の液体ヘリウム容器の予冷

大口デュワーには外槽に液体窒素を入れて熱シールドする窒素シールドタイプと液体ヘリウムの冷えた蒸発ガスを用いて熱シールドするガスシールドタイプがある。通常、前者は内・外槽に、後者は内槽に、**液体ヘリウムの汲み入れの3日程前から、液体窒素を入れる**。汲む直前に窒素を追い出し、そのあとはヘリウムガスで置換する。窒素シールドタイプは外槽だけに液体窒素を入れて予冷しても良いが、この場合は1週間程前から冷やさねばならない。二つの方法とも、長時間予冷するので空気が入らないようシールに注意する。さもないと開口部が氷結する事がある。これらは初めて、または、空にしておいたデュワーについてであるが、一旦汲むと、後は、空にせず、液体ヘリウムを少量で良いから、残す事が望ましい。この方が、再び汲み入れる時の蒸発ロスをずっと少なくできる。

2015年現在、ほとんどの容器はガスシールドタイプである。その予冷手順を次のページにマニュアルとしてまとめる。

液体ヘリウム容器(ガスシールド型)の予冷マニュアル

液体ヘリウム容器内部の温度が液体窒素温度以上であるとき、次の要領で予冷を行う。

* 液体窒素の充てん(ヘリウム汲み出し3日前)

1. 容器上部のクイックフランジを外し、目視で容器の底に異物や水分がないか確認する。
あれば取り除く。
2. バルブAとBとCを開にする。金属ワイヤで固定している場合はそのワイヤを切断する。
3. Dの部分から液体窒素を充てんする。充てん量は容器の容量の1/3とする。
(例 100L容器→30L 60L容器→ 20L)
4. 充てん後、バルブAとBを閉にする。
5. そのまま放置する。

* 液体窒素の抜き出し(液体ヘリウムを充てんする2時間くらい前から)

1. 容器内部の温度が液体窒素温度であることを確認する。
2. バルブAとBを開、バルブCを閉にする。
3. Dからステンレスパイプ(外径 12 mm)を容器内の底部まで挿入し、液体窒素容器に液体窒素が回収できるようにする。
4. Eから圧縮ヘリウムガスで圧力(0.5 kg/cm²≒0.049 MPa)を加え、液体窒素を抜く。液体窒素が抜けたら、パイプを抜き、バルブBを閉める。
5. **完全に抜けた事を確認する。**(クイックフランジを外し目視で確認)
6. フランジを元に戻しEよりヘリウムガス(0.2 kg/cm²≒0.02 MPa)を入れる。
7. バルブAを閉にする。

(注)液体窒素が残っている場合、
液体ヘリウムの汲み入れは
当日は中止となる。

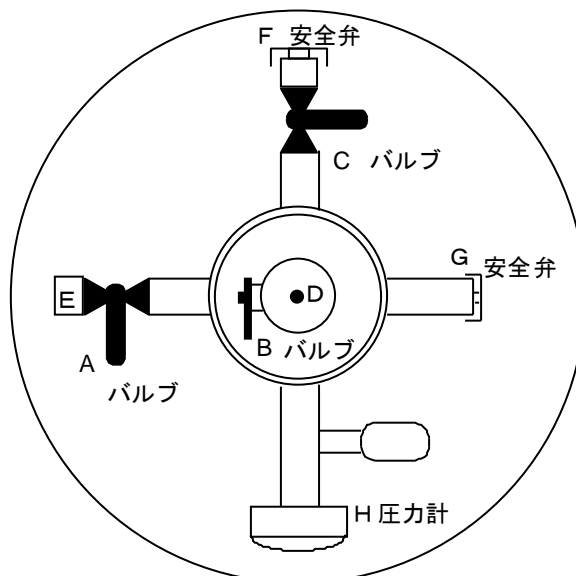
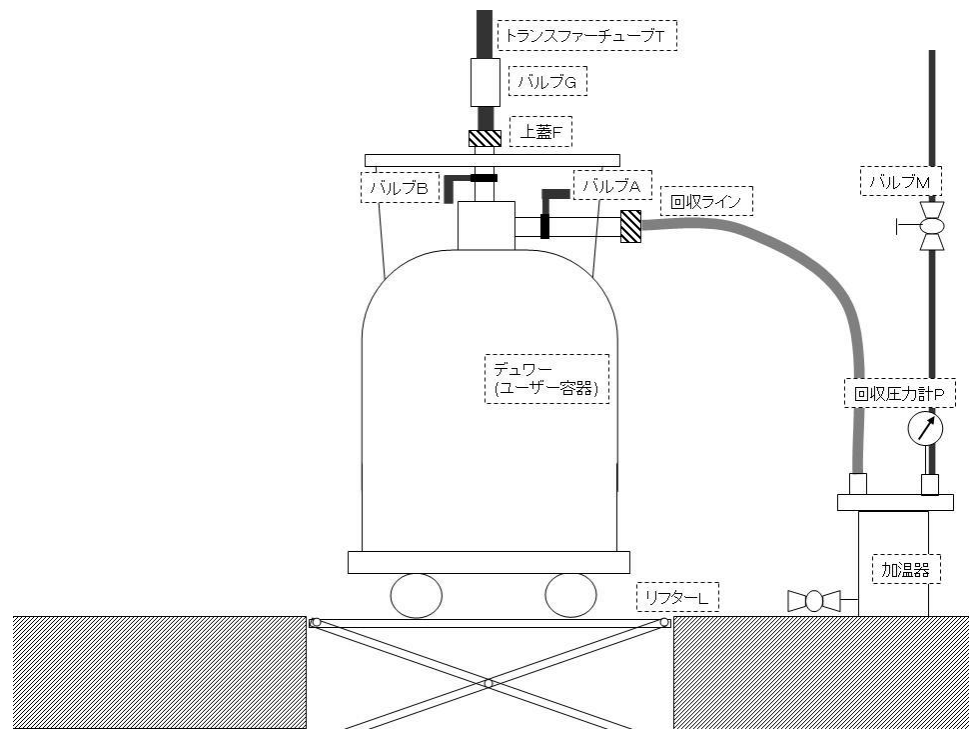
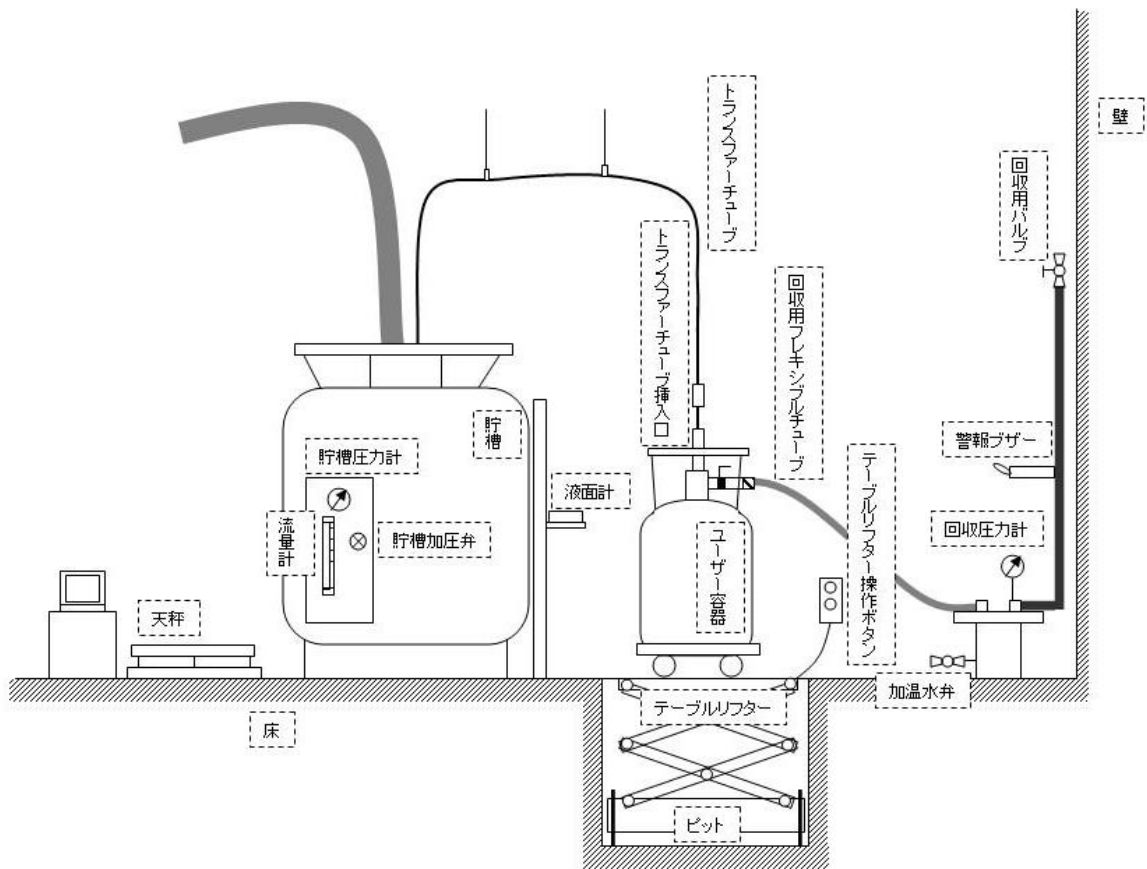


Fig.11. 液体ヘリウム容器を真上から見た図

3.3.2 大口の液体ヘリウム容器への汲み出し(マニュアル)

1. 寒剤使用伝票を液体ヘリウム伝票入に入れる。
2. 使用者記録簿に必要事項を記入する。
汲み出し年月日, 時刻, 学部, 支払責任者, 汲み出し者, 容器容量, 液量, 容器番号等。
3. 容器を貯槽横の天秤に乗せて, 汲み出し前の容器の重量を測定し, 使用者記録簿に記録する。
4. テーブルリフター(以下リフター)の上にユーザー容器(以下容器)を載せ回収用フレキシブルチューブ(以下回収用フレキ)を容器に接続する。回収用バルブ M が開いていることを確認し, 容器側のバルブ A を開ける。この時, 挿入口の袋ナットを外し O-リングと O-リング押さえの位置を確認しておくこと。
5. 安全を確認しながらトランスファーチューブの先端が容器の挿入口に入る位置までリフターを下げる。
6. トランスファーチューブの先端を容器の挿入口に合わせる。この時, チューブ表面に水分が付いていればガーゼで拭き取る。トランスファーチューブを容器の挿入口袋ナットを緩めて差し込み, 挿入口バルブ B を開いてトランスファーチューブが変形したり移動しないように手で保持しながらリフターを自動停止するまで上げる。
7. ヘリウムガスが漏れないように挿入口の袋ナットを締める。
8. トランスファーチューブのバルブ G を 1/4 回転(90°)くらい開け, トランスファーチューブと容器を予冷する。(回収用圧力計で 0.16 kgf/cm² 以下)
9. 数分すると液体ヘリウムが容器に溜まり始めるので, 圧力が下がり始める。そうなれば, バルブ G を 1 回転開にして液体の移送速度を増やす。
10. 貯槽加圧弁を全開にし, 貯槽内を加圧する。貯槽圧力(貯槽圧力計の読み)は 0.025~0.030 MPa を保持し, 0.035 MPa を越えないこと。
11. 容器が満杯になったら(警報ブザーが鳴るかまたは回収用圧力計 P で 0.16 kgf/cm² 以上になる), トランスファーチューブのバルブ G を閉める。
12. 回収用圧力計 P の圧力が大気圧になったら, 容器挿入口の袋ナットを緩めて外し, トランスファーチューブが動かないように手でしっかりと固定しながらリフターを下げる。容器挿入口からトランスファーチューブの先端が出たら容器のバルブ B を閉じる。
13. 容器の液量を測り(次のページ参照), 使用者記録簿に記録する。
14. 袋ナットをトランスファーチューブから取り外し, 容器に装着する。
15. トランスファーチューブが容器に当たらないようにしてリフターを床面と同じ高さになるまで上げる。
16. バルブ A を閉じ, 回収用フレキを外し, フレキの蓋をする。
17. 容器を貯槽横の天秤に乗せて汲み出し後の容器の重量を測定し, 使用者記録簿に記録する。

Fig. 12. 液体ヘリウムの汲み出し(大口ユーザー)



3. 3. 3 液量の測定

液面計は大きな温度勾配を持つ細い管中での気体の振動(タコニス振動)を利用したものである。一端を閉じた細管の他端が液体ヘリウムの液面につくと、振動の周波数と強さが急に変わるので液面がわかる。

液量の決定は次のようにする。容器の回収バルブCが開いていることを確認する。上蓋F(断面図は Fig. 13—黒丸はOリング)を全て取り、バルブBを開け、液面計(Figs.14, 15 参照)を容器の底まで差し込んで、その位置を基準点とする。そこから、ゆっくり上昇させると液面計の上部の振動板の音が急に大きくなる場所がある。その付近を何度か上下して、上げていく時、音が急に大きくなる位置を決定する。その位置と基準点間の距離 h (mm)を測る(Fig. 15)。次に液面計を抜き取り、バルブBを閉じる。容器の上蓋を戻して液面計を元あった所へ返す。各容器毎に附属している換算表から液量を読み取る。

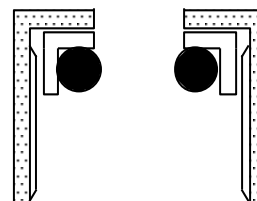


Fig. 13. 上蓋(ウィルソンシール)

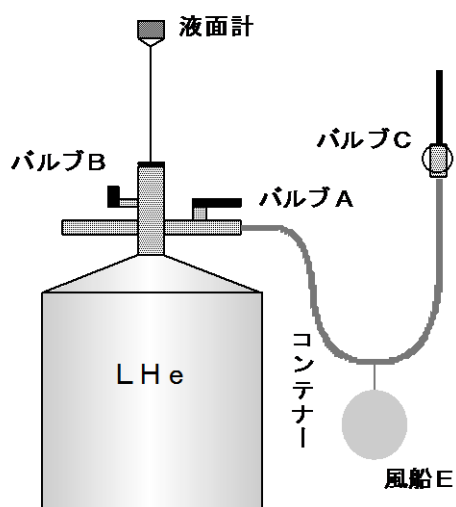


Fig. 14. 液量測定

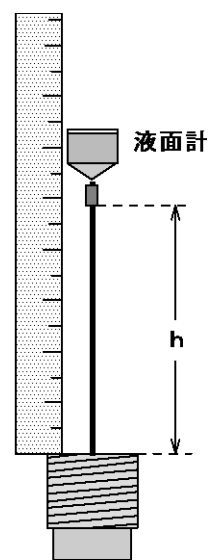


Fig. 15. 液量測定(拡大図)

3.3.4 小口の液体ヘリウム容器(主にガラスデューワー)の予冷と汲み出し

a) デューワーの準備

* 真空引き

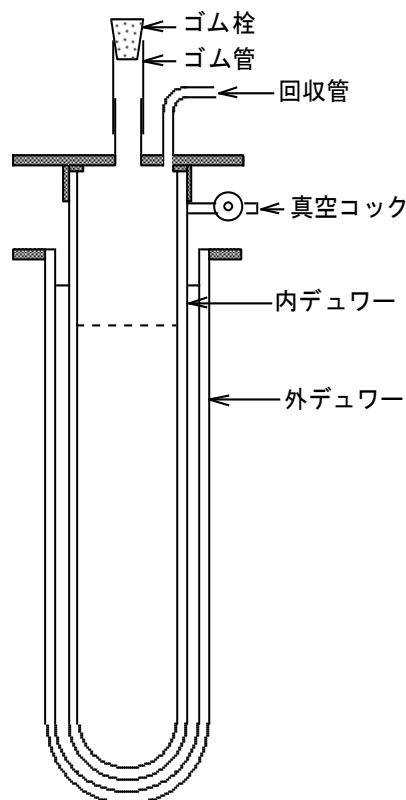
内デューワーには真空引きガラスコックを付けたほうがよい(Fig.16)。内デューワーの真空引きを室温で行う(真空断熱のため)。真空度が悪いと液体ヘリウムが全く溜らないか、溜ってもすぐ蒸発する。真空引きにはソフトバキューム(真空度 ~ 10 Pa)とハードバキューム(真空度 $\sim 1 \times 10^{-4}$ Pa)の2通りがある。

* デューワーの予冷

これには2通りある。一つは内、外デューワー共に液体窒素を入れて予冷する方法で、液体ヘリウムを汲み出す1時間程前までよい。液体ヘリウムの汲み出しの少し前に液体窒素の追い出しをする。この際、液体窒素を完全に追い出すこと。さもないと汲み入れの際、ロスが非常に多くなる。また、内デューワーの内壁に白い固体窒素の粉が付着して液面を見にくくし、回収ヘリウムの純度を低下させる。もう一つは内デューワーを密閉し、外デューワーに液体窒素を入れて予冷する方法で、前夜から冷やす。

* 準備・点検

汲み出し道具が揃っているか、ガラスデューワーの場合ひびが入っていないか、スリットから内デューワー内が良く見えるか、液体空気が溜っていないか等を点検すること。金属デューワーの場合は内部が見えないので液面計を付けておく。



[記入] 汲み出す日(汲み出しの30分以前)に「汲み出し者」と「汲み出し開始」、「終了時刻」(普通30分間)を低温実験部のホワイトボードに書いて予約する。他の利用者に迷惑をかけぬよう予約時間を守る。汲み出し時に使用伝票を提出し、使用者記録簿(4.資料)に必要事項を記入する。(資料参照 p.42)

[注意] 以後の操作において、ヘリウムガスを大気中に逃さないこと、空気を回収ラインやヘリウム容器にいれないこと、さらに寒剤を封じきり状態にしないこと。即ち、バルブ操作には充分注意を払う。

b) 汲み出し

*トランスファーチューブの準備

まず、Fig. 17 のように汲み入れデューワーにゴム回収管を接続しバルブKを開ける。トランスファーチューブを次のように準備する。クライオスタットが高すぎる等でチューブの先がデューワーの底よりかなり高くなる場合や、ヘリウム容器の液が少ない時はトランスファーチューブに延長パイプを付ける。

すぐ前に使用したトランスファーチューブは水滴が付いているので、そのまま使うと、詰まることのあるの

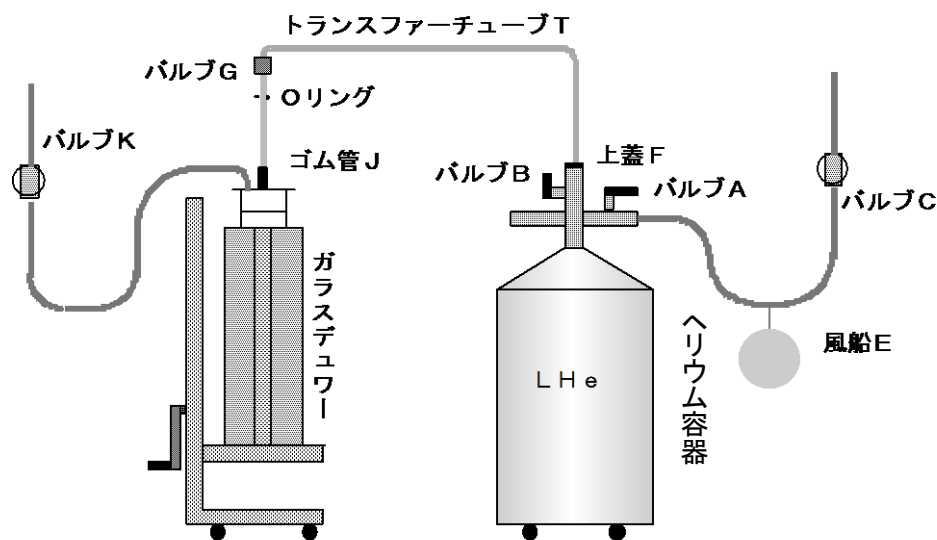


Fig. 17. 汲み出し(小口)

でよく拭く。チューブの先を手で軽くたたくと中の水滴が落ちる。汲み入れデューワー側のトランスファーチューブにOリングが付いていることを確認する。

汲み出しは、Fig. 17 にあるゴム風船Eを縮ませたり膨らませたりしてヘリウム容器の液面を刺激して蒸発したガスの圧力を利用する。

*トランスファーチューブ挿入

壁に固定されたコックのうち、汲み入れデューワー及び自分が使うヘリウム容器に接続したバルブ(CとK)以外のバルブは触らない。

次に、Fに差し込んである栓を抜き、バルブBを開いて(Aは常時開でCとKは前の操作で開にしたままにする)、バルブGを緩める。

トランスファーチューブTを Fig. 17 のごとく配置して、ヘリウム容器側とデューワー側の両チューブのバランスを取りながら少しずつ挿入していく。このときゴム管J部分を手で狭めてヘリウムガスの放出を食い止める。

充分下(ヘリウム容器側は一番下)までトランスファーチューブを挿入したら、Jのゴム管の中にOリングを入れ、外側からバンドで絞める。回収バルブCを閉にする。

* 汲み出し

風船Eをゆっくり押すと、冷えたヘリウムガスがトランスファーチューブを通して汲み入れデュワーに入り、チューブとデュワーを冷やす。この際、Kにつながる回収ラインにガスが流れていることを確認する(ゴム管に耳をあてると音がするので分かる)。風船が膨れすぎる時はバルブCを一時開にする。

トランスファーチューブが詰まっている場合は音が全くなく風船が膨らむばかりなので、チューブを抜いてそれを取り換えるか詰まりを直す。

冷たいガス(コールド)による内デュワーの冷却は、ゆっくり行った方が効率が良い(ガスのエンタルピーの活用)。即ち、予冷の際は風船をあまり押さない。回収ガスの音が大きい程ロスが大きいので、音を小さくするようにする。特に、デュワー中に超伝導磁石など熱容量の大きい物が入っている場合はガスによる冷却時間を充分取る必要がある。デュワーに液体ヘリウムが溜り始めると音が急に小さくなる。また、この溜り始める時、今まで液体窒素槽中に出ていたあぶくが出なくなると内デュワーの真空が悪い証拠であるので、これもよく観察しておく。こういう場合は、溜めてもすぐ蒸発するので汲むのを止めた方が良い。

液体ヘリウムの溜り始めを確認すると、風船を押すスピードを上げて液をどんどん入れると良い。あまり上まで溜めても、デュワー上部は熱流入が大きいので、すぐ蒸発するので無駄である。

汲み入れ予定位置まで液体ヘリウムが溜ると、バルブGを閉め、バルブCを開にして液入れを止める。Jのバンドを緩め、上蓋のシール部分Fを完全に緩める。バルブGを閉めないで溜めた液がヘリウム容器に逆流する事がある。

* トランスファーチューブ取り出し

上蓋Fを完全に緩めトランスファーチューブといっしょに手早く引き抜く。ゆっくり抜くと、途中でチューブが容器の壁に凍りついて抜けなくなることがある。

バルブBを閉にし、Jに栓をする。トランスファーチューブを所定の位置に戻し、Fをトランスファーチューブから一気に抜き取る。途中で抜けなくなったら無理に抜こうとしてはならない。FのOリングが凍り付いてもろくなっているのでOリングを損傷するからである。Oリングを温め柔らかくしてから抜き取る。

このFは組立方法(Fig. 13)を間違えないようにしてヘリウムコンテナに付ける。デュワーの回収ゴム管が温まって柔らかくなってから、回収ゴム管を切り離しバルブKを閉にし、デュワーの回収口にガスバッグを付ける。

* 確認

各ヘリウム容器の回収ラインのバルブが全部開きその他のバルブは閉じていることを確認する。さもないと、容器が封じ切り状態になって危険である。

[記入]ガスバッグの貸し出しは一度に2個までである。ガスバッグ番号を使用者記録簿に記入する。また、ガスバッグの返却は翌日の午前中までにすることになっている。

3.4 液体窒素の汲み出し方

How to transfer the Liq. N₂

1. 使用伝票に必要事項を記入して管理室前の箱に入れる。
Fill in the required items on the usage card, and put it into the box in front of control room.
2. 鍵, 使用者記録簿, 皮手袋を持って液体窒素貯槽に行く。
Take the key, usage notebook and gloves.
3. 柵の鍵を開け, 使用者記録簿に日時, 所属, 氏名, 汲み出し前の液面計のレベル L, 汲み出し量等を記入する。
Unlock the key on the door of liq. N₂ tank, and write necessary matters on the notebook.
4. 汲み出しには, 貯槽(Fig. 18)に付けてある(左端に位置)汲み出し用金属製フレキシブルチューブ F を使う。フレキシブルチューブは先端を汲み入れの容器の底近くに挿入する。
At first, inset a flexible tube F into the bottom of the vessel.
5. 汲み出しの最初は, バルブ B1(又は B2)を少し開いて容器を予冷し, 充分冷えてから全開にする。
When the transfer is starting, open slightly valve B1 (or B2) for precooling. When the tube and vessel have been cool down, valve B1 (or B2) is full open.
6. 満杯近くになると液体窒素が飛び出すので, バルブを一時閉めた後, 再び少し開けて満杯にする。
When Liq. N₂ nearly fills with the vessel, the valve B1 (or B2) should be closed and a little bit open again to avoid spouting out Liq. N₂.
(注意事項)この汲み出し中はその場から離れてはならない。異常と思われるとき, 分からないときは係員に連絡すること。バルブ B1(又は B2)以外は触れないようにする。
(Cautions) Do not leave the place where we transfer cryogenics. If you find some anomalies, please contact technicians in cryogenics division. Do not handle anything except transfer valve in liquid N₂ tank.
7. 汲み出し後は, バルブ B1(又は B2)を閉めてフレキシブルチューブ F を元に戻す。
After transfer, close tightly the valve B1 (or B2), and return the flexible tube F.
8. 最後に, 使用者記録簿に汲み出し後の液面計のレベル L を記入する。
Finally, write the value of level L of the gauge in the notebook.
9. 鍵をかけ, 所定の場所に鍵, 使用者記録簿, 皮手袋を戻す。
Lock the key and return the key, notebook and gloves.

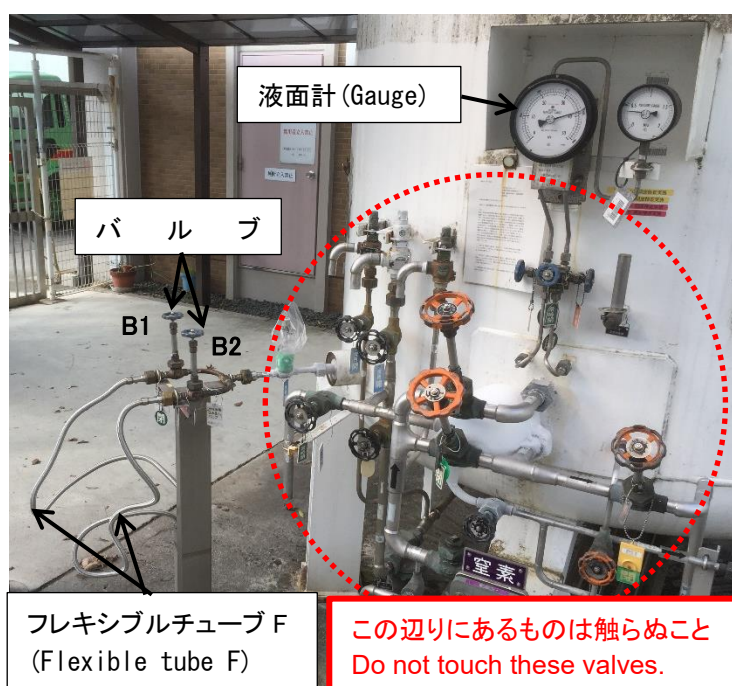


Fig. 18. 液体窒素汲出し場所

自圧式液体窒素容器(密閉型容器)マニュアル

比較的大型の液体窒素容器の場合、自圧式容器がある。自分自身の液体を容器に内蔵した昇圧管に導いて蒸発させ、容器内の圧力を上げて液を押し出すようにする。他の加圧源を必要としない便利さからよく用いられる。これは密閉型容器であり、高圧ガス保安法の規制を受けると共にその取扱いには充分注意しないと危険である。資料「密閉型液体窒素容器の検査について」(p.34)参照。

使用法

a) 液体窒素を自圧式容器に充てんする場合

1. 液取り出し弁と昇圧弁を閉め、ガス放出弁(ガスブロー弁)を開ける。
2. 槽内の圧力が0であるのを確認後、充てんプラグ(ヘッドプラグ)をはずし、液体窒素を充てんする。
3. 充てん後、充てんプラグを取り付ける。(水滴が付着しているときは拭き取り乾燥させる)

b) 液体窒素を自圧式容器から取り出す場合

1. ガス放出弁が開いていれば閉め、液取り出し弁を開ける。
2. 昇圧弁を少しずつ開ける。液が昇圧管に入り蒸発して圧力を上げ、窒素ガスが少しずつ出る。圧力計、液体窒素の出具合を見ながら昇圧弁を調節し(0.2-0.5 kg/cm²≒0.02-0.049 MPa)、液を取り出す。必要量の液体窒素を汲み出したら、昇圧弁と液取り出し弁を閉める。

(注)

(ア) 容器は容器の肩に刻印された最高充填圧力(FP)以下で使用する。

(イ) 安全弁、破裂板等の安全装置に水滴が付着・凍結することのないようにする。

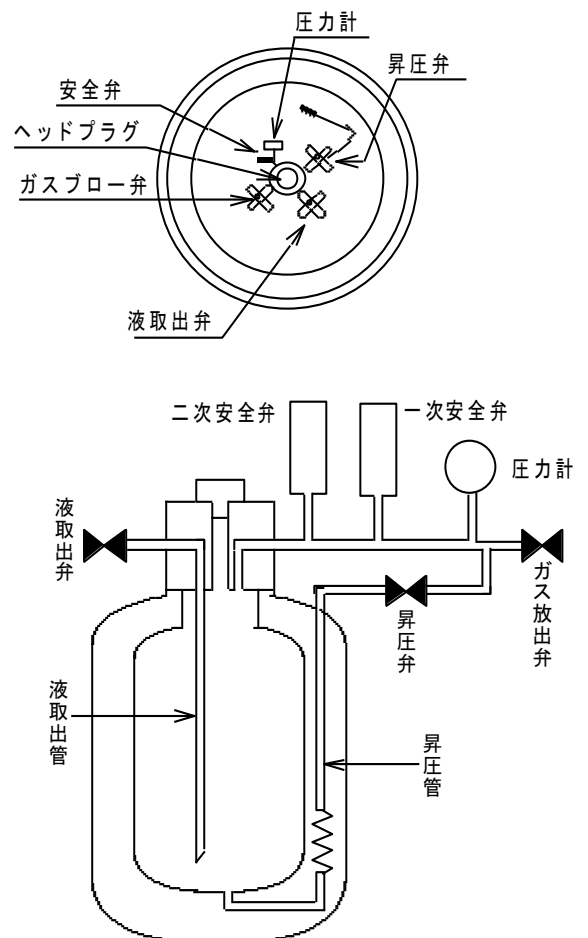


Fig. 19. 自圧式液体窒素容器

4. 資料 —Reference Materials

高圧ガス保安法(抜粋)

寒剤(液化ガス)や一般実験室で使うことが多い圧縮ガスについて、関係分を抜粋。

高圧ガスの定義(第2条 1)-4)項):

★圧縮ガス

- 1) 常用の温度において圧力(ゲージ圧をいう。以下同じ。)が1メガパスカル以上となる圧縮ガスであって現にその圧力が1メガパスカル以上であるもの又は温度 35 度において圧力が1メガパスカル以上となる圧縮ガス(圧縮アセチレンガスを除く。)
- 2) 常用の温度において圧力が 0.2 メガパスカル以上となる圧縮アセチレンガスであって現にその圧力が 0.2 メガパスカル以上であるもの又は温度 15 度において圧力が 0.2 メガパスカル以上となる圧縮アセチレンガス

★液化ガス(液体窒素・液体ヘリウムは 3)に相当)

- 3) 常用の温度において圧力が 0.2 メガパスカル以上となる液化ガスであって現にその圧力が 0.2 メガパスカル以上であるもの又は圧力が 0.2 メガパスカルとなる場合の温度が 35 度以下である液化ガス

4) 液化シアン化水素, 液化ブロムメチル, 液化酸化エチレン

* ゲージ圧: 圧力計は通常大気圧を0として表示する。この圧力をゲージ圧といい、工学で多く用いられる(物理学や化学では真空を0とし、大気圧を1気圧とする絶対圧を用いる)。

適用除外(第3条):

内容積1デシリットル(=0.1リットル)以下の容器や密封しないで用いられる容器(開放型容器)については高圧ガス容器検査義務等が除外される

一般高圧ガス保安規則

容器置場, 充てん容器等の基準(第6条第2項8号)

- 1) 充てん容器等は, 常に40℃以下に保つこと。
- 2) 充てん容器等には, 転落, 転倒等による衝撃及びバルブの損傷を防止する措置をすること。また, 粗暴な取扱をしないこと。

消費に係る技術上の基準(第 60 条抜粋)

- 1) 充てん容器等のバルブは、静かに開閉すること。
- 2) 充てん容器等は、転落、転倒等による衝撃及びバルブの損傷を受けないよう粗暴な取扱をしないこと。
- 3) 充てん容器・バルブ・配管を過熱するときは、熱湿布や40℃以下の温湯を使用すること。
- 4) 充てん容器等には、湿気、水滴等による腐食を防止する措置をすること。
- 5) 可燃性ガスや毒性ガスの消費は、通風の良い場所で行い、容器温度を40℃以下に保つこと。
- 6) 酸素の消費はバルブ・器具から可燃性のもの(石油・油脂類等)を完全に除去した後にすること。
- 7) 可燃性ガス及び酸素の消費施設には消火設備を設けること。
- 8) 消費した後は、バルブを閉じ、容器の転倒及びバルブの損傷を防止すること

容器保安規則

定義(第 2 条):

超低温容器: 温度が-50℃以下の液化ガスを充てんできる容器であって、断熱材で被覆することにより容器内の温度が常用の温度をこえて上昇しないようにしてあるもの
(低温工学では、1K以下の温度領域を「超低温」と称している。)

ポンベの表示(第 10 条)

ガス名と性質を表示

性質: 可燃性-「燃」、毒性-「毒」

塗色

酸素ガス : 黒色, 水素ガス : 赤色, 液化炭酸ガス: 緑色,
液化アンモニア : 白色, 液化塩素 : 黄色, アセチレンガス: かつ色
その他の高圧ガス: ねずみ色

容器再検査(第 24 条)

密閉型の窒素容器(自圧式容器)や圧縮ガスを充てんする容器(通常のポンベ)は以下の期間毎に専門機関の検査を受けなければならない。(但し、古い容器:平成元年以前に製造, については再検査期間がこれより短い。)

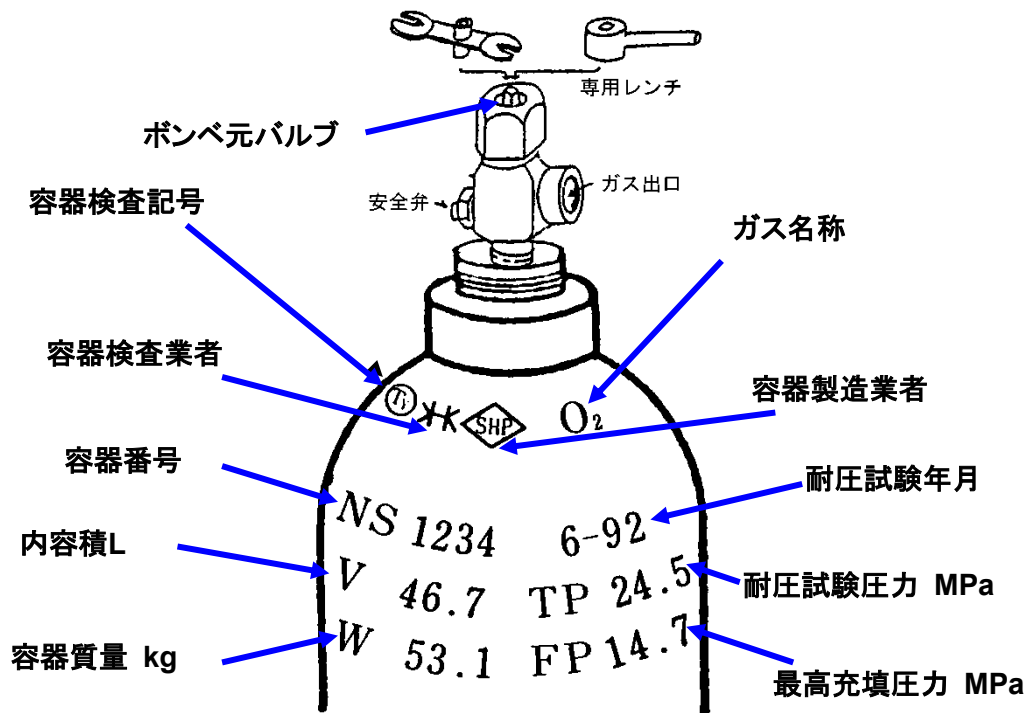
密閉型の窒素容器(=超低温容器)	気密・断熱・附属品等の試験
製造後の経過年数	20年未満 5年毎
	20年以上 2年毎

・ 圧力計の比較検査は1年毎

通常のポンベ	外観・耐圧・質量試験
	5年毎

* 前回の検査年月は容器に刻印されている。

Fig. 20. ガスボンベの構造と刻印されている内容



ボンベ関連の補足資料

1. 高圧ガスボンベは、使用期限があるので、空になった容器や使用予定がなくなった容器は、速やかに返却する。
2. 高圧ガスボンベは、床に固定されたボンベスタンド又は壁に（上下2ヶ所の固定ベルトを用いて）しっかりと固定する。
3. 酸素と可燃性ガスは必ず区分して貯蔵する。
4. ボンベ元バルブは全開にしない。（全開まで開けたら、必ず少し戻しておく。バルブが動く状態が開いている状態とする。）
5. 使用時には、元バルブハンドルを取り付けておく。（非常時にすぐに閉めることができるようにしておく。）
6. 使用後は、必ず元バルブを閉じ、ハンドルを外しておく。



Fig. 21. 高圧ガスの固定方法

圧力調整器の使用法

圧力調整器をつけずにボンベ元バルブを開けると高圧ガスが噴出し危険である。

- 圧力調整器の選定
 ガスの種類により、使ってはならない材料があるのでガスにあった物を使用する。
 使用目的に見合った、圧力範囲を選ぶ。
- 圧力調整器の取り付け
 右ねじと左ねじに注意して、しっかりと締め付ける。
- 圧力調整器の操作
 圧力調整バルブの操作は正確にゆっくりと確実にこなう。
- 圧力調整器の取り外し
 元弁を閉め、調整器内部のガスを放出してから取り外す。



Fig. 22. ヘリウムガス（及び可燃性ガス）用：

- ①ボンベへ取り付け部分に線（切り欠き）あり
- ②左ネジ



Fig. 23. 窒素ガス（等の一般ガス）用：右ネジ

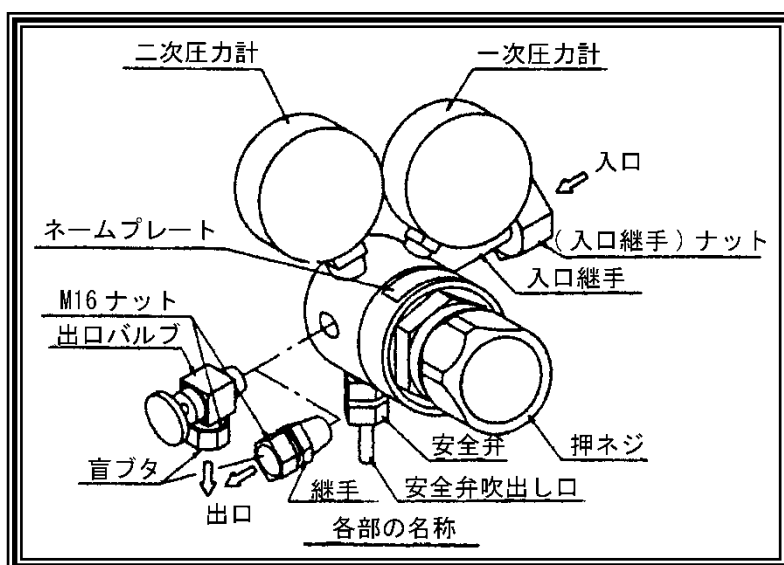


Fig. 24. 圧力調整器の各部の名称

広島大学自然科学研究支援開発センター低温・機器分析部門利用細則

広島大学自然科学研究支援開発センター低温・機器分析部門利用細則を次のように定める。

平成 18 年 7 月 26 日

(趣旨)

第 1 条 この細則は、広島大学自然科学研究支援開発センター低温・機器分析部門内規第9条の規定に基づき、自然科学研究支援開発センター低温・機器分析部門(以下「本部門」という。)の利用に関し必要な事項を定めるものとする。

(利用の条件)

第 2 条 分析機器、低温実験機器並びに液体ヘリウム等の寒剤(以下「寒剤」という。)を使用する研究及びそれに関する教育を行う場合に本部門を利用できる。

(利用できる者の資格)

第 3 条 本部門を利用できる者は、次の各号のいずれかに該当する者とする。

- (1) 広島大学(以下「本学」という。)の教職員
- (2) 本学の学生
- (3) その他、低温・機器分析部門長(以下「部門長」という。)が適当と認めた者

(利用の申請)

第 4 条 本部門の分析機器、低温実験機器、寒剤並びに実験室等を利用しようとする者は、あらかじめ利用申請書を提出し、部門長の承認を得なければならない。利用申請書の様式については別に定める。

2 第3条第2号又は第3号に該当する者が利用しようとするときは、本学の教員が申請する。

(利用の承認)

第 5 条 部門長は、前条の申請が適当であると認めたときは、これを承認し、その旨を申請者に通知する。

(変更の承認)

第 6 条 前条の承認を得て利用する者(以下「利用者」という。)が申請書の記載事項を変更して利用するとき、改めて部門長の承認を得なければならない。

2 前項の変更の承認については、前2条の規定を準用する。

(利用者の義務)

第 7 条 本部門の機器並びに寒剤を利用しようとする者は、本部門が実施する講習を受けなければならない。ただし、分析を依頼する者は除く。

2 寒剤の利用者は、本部門の教職員の指示に従い、事故防止に努めなければならない。

(機器担当者)

第 8 条 機器ごとに機器担当者を置く。

2 機器担当者は、本学の教職員のうちから部門長が選任する。

3 機器担当者は、当該機器の維持並びに利用者の指導講習等を行うとともに、機器の管理・利用状況等を部門長に報告する。

4 機器の利用者は、機器担当者の指導に従い、使用上の注意事項を遵守しなければならない。

(実験室等の使用)

第9条 利用者は、指定された実験室等を使用しなければならない。

2 実験室等の使用に当たっては、当該実験室等ごとに定める使用上の注意事項を遵守しなければならない。

(報告等)

第10条 利用者は、本部門の利用を終了又は中止したときは、速やかに部門長に報告しなければならない。

2 利用者は、研究の成果を論文等により公表するときは、本部門を利用した旨を明記する。

(利用承認の取消し等)

第11条 利用者が、この細則に違反し、又は本部門の運営に重大な支障を生じさせた場合は、部門長は、その利用の承認を取り消し、又はその者の利用を一定期間停止することができる。

(損害の弁償)

第12条 利用者が故意又は重大な過失により、施設又は機器等を損傷又は紛失した場合は、その損害を弁償する。

(経費の負担)

第13条 本部門の機器や寒剤の利用に係る経費は、別表に定める基準により算定し、その利用者が負担する。

(低温機器管理委員会)

第14条 本部門に、共同利用低温実験機器の利用及び管理に関し必要な事項を審議するため、低温機器管理委員会(以下(委員会)という。)を置く。

2 委員会は次の各号に掲げる委員で組織する。

- (1) 部門長
- (2) 低温実験部の主任及び専任教員
- (3) 機器担当者
- (4) その他部門長が必要と認める者

3 委員会に委員長を置く。

4 委員長は委員の互選により選出し、その任期を2年とするが再任は妨げない。

5 委員長は委員会を招集し、その議長となる。

6 委員会は、必要と認めたときは、委員以外の者の出席を求め、その意見を聴くことができる。

(雑則)

第15条 この細則に定めるもののほか、本部門の利用に関し必要な事項は、広島大学自然科学研究支援開発センター低温・機器分析部門会議が別に定める。

附 則(省略)

自然科学研究支援開発センター低温・機器分析部門低温実験部 工作室利用申し合わせ

平成18年12月25日

低温・機器分析部門低温機器管理委員会

低温実験部工作室の円滑な共同利用と事故防止のため下記の規則を設ける。

- 1) 工作機械は教職員(または、その監督指導のもとに学生)が使う。但し、指導教員が学生の工作技術能力を保証し、責任を持つ場合は学生の単独使用を可とする。
- 2) 初めての利用者は、工作室担当者に届け出る(学生の場合は監督指導をする教職員が届け出る)。許可を得るまで利用できない。担当者が旅行等で不在の場合は、副担当者に届け出る。異常時も担当者に連絡のこと。
- 3) 利用にあたっては、「工作室利用記録簿」に、必要事項を記入すること。
- 4) 安全マニュアルに従い、安全に充分留意して利用すること。
- 5) 工作室内の備品や工具類等は原則として持ち出し禁止とする。やむを得ず持ち出す場合は、持ち出し物品を「工作室利用記録簿」に記入し、使用後は速やかに返却すること。
- 6) 退室時には、工具類等は所定の場所に返却あるいは整理し、必ず清掃しておくこと。工作室で出した切削くず、ごみ等は、利用者が責任を持ってくずまたはごみ箱に分別して入れること。
- 7) 原則として利用時間に制約はないものとし、利用者は部屋の管理(電気、ガス、戸締まり、火災予防など)に責任を持つこと。

工作室担当者

正) 荻田 典男 (TEL 6275/6550), 副) 梅尾 和則 (TEL 6276/6277)

密閉型液体窒素容器の検査について —Examination of a Closed Liq. N₂ Vessel

液体窒素は高圧ガス保安法(法と呼ぶ)では高圧ガスとされ、法の適用を受ける。その理由は、簡単には次のとおりである。液体窒素の沸点は約 77K(−196℃)で室温にさらすと急激に沸騰し、蒸発する。沸騰水の水蒸気は蒸気機関の動力源に用いられるほど高圧であると同様、液体窒素の蒸発ガスは密閉すると非常な高圧になるため、危険だからである。



Fig. 25. 法的義務のある密閉型液体窒素容器の検査をしている様子

バルブ等が付いていて密閉・昇圧できる液体窒素容器(密閉型容器)は、法により高圧ガス容器と定められ、下記の期間毎に容器検査所の検査をパスしなければ使えない。また、不良な容器を使うことは極めて危険である。

民間の検査所の検査費は高額で検査日数もかかる。そこで、市価よりかなり安価でかつ迅速に検査を行うことにより、寒剤を安全により容易に利用できるようにする為、密閉型液体窒素容器を対象とした容器検査所を、低温実験部に設置している。

下記要領で、密閉型液体窒素容器の検査サービスを行う。併せて、圧力計検査サービスも行う(圧力計は計量法で年1回の検査を要する)。

法により定められた検査なので、必ずこれらの検査を受けられたい。また、検査有効期間を過ぎた高圧ガス容器は法により充填不可となっている。

尚、容器検査サービスは、全国の大学でも本学と筑波大、東大物性研等以外にはないもので、この利点を活用することをお勧めする。

記

1. 検査場所 ヘリウム液化室
2. 検査の内容 内容積 300L 以下で最高充填圧力 2MPa(20kg/cm²)
以下の液体窒素容器およびその附属品
3. 検査費用 1本 12,000 円 (圧力計のみの場合は 500 円)
4. 検査申し込み 管理室で申し込みノートに記入:教官印が必要

(参考)密閉型液体窒素容器の容器再検査の期間

・製造後経過年数 20 年未満のものは 5 年、経過年数 20 年以上のものは 2 年。

但し、平成元年 3 月 31 日以前に製造または再検査されたものは、

製造後経過年数 15 年未満が 3 年、15 年以上 20 年未満が 2 年、20 年以上毎年。

寒剤容器の貸出 —Lending of Cryogen Vessels

低温実験部では液体ヘリウムや液体窒素の容器の貸出を行っている。使用料は日割り計算で校費移算される。

1) 使用料金

液体ヘリウム容器 (60 L, 100 L) : 300円/日

液体窒素容器 (50 L) : 100円/日

2) 手続き等

- ・貸出状況を知るため教員(または職員)が管理室の係員に電話(6277)する。
- ・管理室の係員に教員(または職員)が申し込み, 貸出帳簿に記入する。
- ・借り出し・返却は係員を通じて行う。
- ・予約は係員に申し込み, 貸出帳簿に記入する。

※ 予約したほうが希望日に借りられる確率が高い。液体ヘリウム容器の場合, 前の人の使用后引続き借りたときは自分で容器の予冷をしなくてよいことがある。

※ 初めて液体ヘリウム容器を使う人は2・3週間位前に相談に来て下さい。



Fig. 26. 貸出容器 : 液体窒素容器と液体ヘリウム

ヘリウム回収配管の新設と利用について —New Construction of a He Gas Recovery Line and its Usage

ヘリウム回収配管を新設する場合は、まず、事前に低温実験部に相談して下さい。

工事上の注意点

Note of the New Construction of a He Gas Recovery Line

1. 回収管は銅製であること。
2. 溶接は銅蠟または銀蠟付けであること。
3. 溶接時は銅管の酸化を防ぐ為、アルゴンガスを流しながら行う：ガスバックシールド溶接。接合後はそのガスで十分にブローする。
4. 配管内を洗浄した場合は管内を完全に乾燥させる。
5. 取付けるバルブは一体型のボールバルブを用いる(継ぎ目があるものは密封性が悪い)
6. 逆止弁はスプリング入りリフトチャッキバルブであること。
7. 逆止弁は垂直管に付けたバルブの先(上側にバルブ, 下側に逆止弁)に取り付ける。
8. リークテスト時に真空引きがし易い様に、口径の大きな引出し口(バルブ付)を部屋内の配管に下向きにつける。

工事後のリークテストについて

Leak Test after the New Construction of a He Gas Recovery Line and its Usage

ヘリウムは他のガスと比べ桁違いに透過性が高いので、通常ガスと異なる厳しいリークテストが必要である。

(業者側)

窒素ガスで10気圧まで加圧し、石鹼液塗布で漏れ箇所がないか、及び圧力計で圧力降下がないか見る(最低1日間放置)

(大学側)

真空ポンプで充分排気後、ポンプを止め、単位時間当たりの圧力上昇率を真空計で測定する。漏れがある場合(しばしばある)は、ヘリウムガスで2~3気圧まで加圧し、石鹼液塗布と圧力降下で調べる(この作業は業者)。

漏れ箇所を直した後、再び真空排気し圧力上昇率を測定。これから求めたリーク量が他部局配管と同程度かそれ以上良くなれば合格とする(低温実験部に過去の記録がある)。

- ・リークテストの際は事前に低温実験部に相談して頂ければ、過去のリークテスト資料等をお渡します。テスト終了後はリークテスト報告書を低温実験部へ御提出下さい。

参考:真空法によるリークテスト

必要到達真空度: 10^{-3} Torr。リーク量 (dV_L/dt) は式 $dV_L/dt = dp/dt \times V \div 760$ を用いて計算。但し、 dp/dt は1時間当りの圧力上昇率 (Torr/h), V は試験配管の体積 (cc)。リーク量は 10cc/h 以上不可。 V はポンプから配管にガスを充填する際の圧力変化から求められる。



Fig. 27. ヘリウムの回収管工事では 1) ガスバックシールド溶接と 2) 一体型ボールバルブを用いる。

利用について

次は理学部の回収配管利用者申し合わせ事項(1991.11)の抜粋である。新しい利用者はこれに倣って利用してください。

- (1) 各回収口に取り付けてある逆止弁は外さないこと。
 - (2) 固定配管部分には金属管を用いること。
 - (3) オイルレスでないタイプのポンプやコンプレッサーを用いるときには、その排気口にオイルミストトラップを取り付けること。
 - (4) 各回収口にガス流量計を取り付け、各研究室で定期的に回収量・回収率をチェックすること。
 - (5) トラブル発生時は、速やかに処置し必ず低温センターに連絡すること。
- ◎ 以上の他、液体ヘリウムをポンピングする際は漏れのないポンプを使い、クライオスタットと接続配管の気密をしっかりと、空気を吸い込まないこと。

液体窒素・液体ヘリウム(寒剤)のエレベーターによる運搬について

Notes for transporting the containers of Liq. N₂ and He by elevator

平成 18 年 12 月 20 日

関係各位

全学安全衛生委員会 委員長 前川功一
自然科学研究支援開発センター
低温・機器分析部門 部門長 世良正文

液体窒素・液体ヘリウムのエレベーターによる運搬について注意をお願いいたします。
エレベーターは密室であり、地震による停電や故障等でエレベーターが長時間停止した場合、寒剤の蒸発ガスにより酸欠状態になる危険性があります。
これまでも、寒剤の取り扱いに関する安全教育の中でエレベーターにて液体窒素・液体ヘリウムを運搬する場合、人が同乗しないよう指導を行ってまいりましたが、今後も下記の注意事項に従って運搬を行ってください。
また、エレベーターを利用する一般構成員に対してもその旨通知をお願いいたします。

1. 液体窒素・液体ヘリウムの運搬者への注意

- 1) 液体窒素・液体ヘリウムをエレベーターにて運搬する場合、人は容器とともにエレベーターに同乗せず、容器のみ運搬する。また、運搬する容器には、所定の注意標識を掲示し、エレベーターへの人の同乗を防止する。

When liquid nitrogen or liquid helium is transported by elevator, the containers should travel alone in the elevator, without any people accompanying them inside the elevator. Also, the containers should bear a warning notice of the prescribed format to prevent anyone from getting in the elevator with them.

- 2) 小型携帯用容器にて液体窒素・液体ヘリウムを運搬する場合は、できるだけ階段を利用して運搬をする。もしくは、1)と同様に所定の標識を容器前に掲示し、人がエレベーターに同乗しないようにする。

When liquid nitrogen or liquid helium is transported by hand in a small portable container, the person carrying should use stairs wherever possible. If an elevator has to be used, the container should bear a notice of the prescribed format on its front so that nobody will get in the elevator with it.

2. 一般構成員への注意

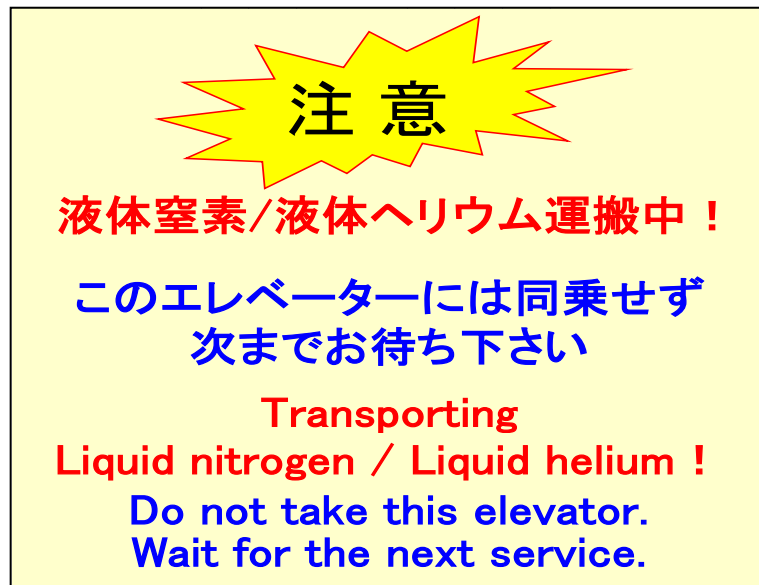
- 1) 常時、エレベーターにて液体窒素・液体ヘリウムを運搬する場所では、エレベーターの乗降口付近に、液体窒素・液体ヘリウムの運搬中にエレベーターに同乗しないよう注意掲示を行う。
- 2) 必要な安全教育の中で液体窒素・液体ヘリウムの運搬中は、エレベーターに同乗しないよう指導を行う。
- 3) 各種安全マニュアル等に液体窒素・液体ヘリウムの運搬中はエレベーターに同乗しないよう記載する。

注1) 所定標識の様式は、自然科学研究支援開発センター低温・機器分析部門 HP もしくは、安全衛生委員会 HP からダウンロードできます。

自然科学研究支援開発センター低温・機器分析部門 URL: <http://www.sci.hiroshima-u.ac.jp/kiki/>
安全衛生委員会 URL: <http://home.hiroshima-u.ac.jp/anzen/>

Note 1) The prescribed format for the notice can be downloaded from the web page of the Natural Science Center for Basic Research and Development's Low Temperature Instrumental Analysis Department at <http://www.sci.hiroshima-u.ac.jp/kiki/>, or from the web page of the Safety and Health Committee at <http://home.hiroshima-u.ac.jp/anzen/>.

Fig. 28. 所定標識



掲示例(広島大学安全衛生マニュアル p.36 より抜粋)

平成 年度 広島大学自然科学研究支援開発センター

低温・機器分析部門 低温実験部利用申請書

平成 年 月 日

申請者 (経費負担責任者)	氏名 職名	部局・学科			印
	内線 E-mail	Fax			
連絡責任者 (連絡先)	氏名 職名	部局・学科			
	内線 E-mail	Fax			
利用予定期間	平成 年 月 日 ~ 年 月 日				
研究テーマ					
利用理由(目的)					
項目①, ②, ③を記入(複数可) ① 利用希望寒剤(丸で囲むー複数可): (a)液体窒素 (b)液体ヘリウム ②利用希望実験室: 低温実験部 号室 ③利用希望機器(丸で囲むー複数可) 3-1. 小型希釈冷凍機, 3-2. 断熱消磁冷凍機, 3-3. ^3He 冷凍機, 3-4. 超伝導磁石, 3-5. 極低温 X 線回折装置, 3-6. SQUID 磁束計(MPMS), 3-7. 電子熱輸送評価装置(PPMS), 3-8. リークディテクター, 3-9. その他(装置名:)					
利 用 者 (教職員・研究員・学生)					
氏 名	職名(学年)	E-mail	保安講習会 受講の有無	対応する項目	

Date 年 月 日

寒剤使用伝票

Cryogen usage card

運営費交付金・科研費・ 受託研究費・寄付金	経理単位番号							

いずれかに○をして運営費交付金以外については経理単位番号を記入する

経費負担 責任者氏名 Name of a person responsible for expense burden	印
使用者氏名 (汲み出し者) User Name	
部局 Dep.	先端・理・工・総科・生生・教育・センター・その他

液体窒素 Liq. N ₂	L	
	(容器容量 Vessel volume)	
液体ヘリウム Liq. He	L	L
	(容器容量 Vessel volume)	

広島大学自然科学研究支援開発センター
 低温・機器分析部門 低温実験部
 Cryogenics and Instrumental Analysis Division
 Natural Science Center for Basic Research and Development

備考 この用紙の大きさは A-5 とすること。

寒剤使用者記録簿

● 液体ヘリウム予約

液体ヘリウム申し込み表(小口)

(月 日 正午 〆切)

研究室	使用者	日(火)	日(水)	日(木)	日(金)	日(月)	計	累計	備考

* 3×2とは3回を2回予約

液体ヘリウム申し込み表(大口)

(月 日 金曜日 正午 〆切)

月日	研究室	申込量 (容器容量)	予約時間	記入者氏名	申し込み 日時
月 日 曜 日			9:00- 9:40		
			9:40-10:20		
			10:20-11:00		
			11:00-11:40		
			11:40-12:20		
			12:20-13:00		
			13:00-13:40		
			13:40-14:20		
			14:20-15:00		
			15:00-15:40		
		15:40-16:20			

* 利用者が申し込み予約時間内に汲み出すこと。

● 液体ヘリウム汲み出し

月日	時刻	学部	支払責任者	使用者	容器 容量 (ℓ)	液量 mmℓ		汲み出し量 (ℓ)	容器 No.	パルーン 番号	備考
						前	後				

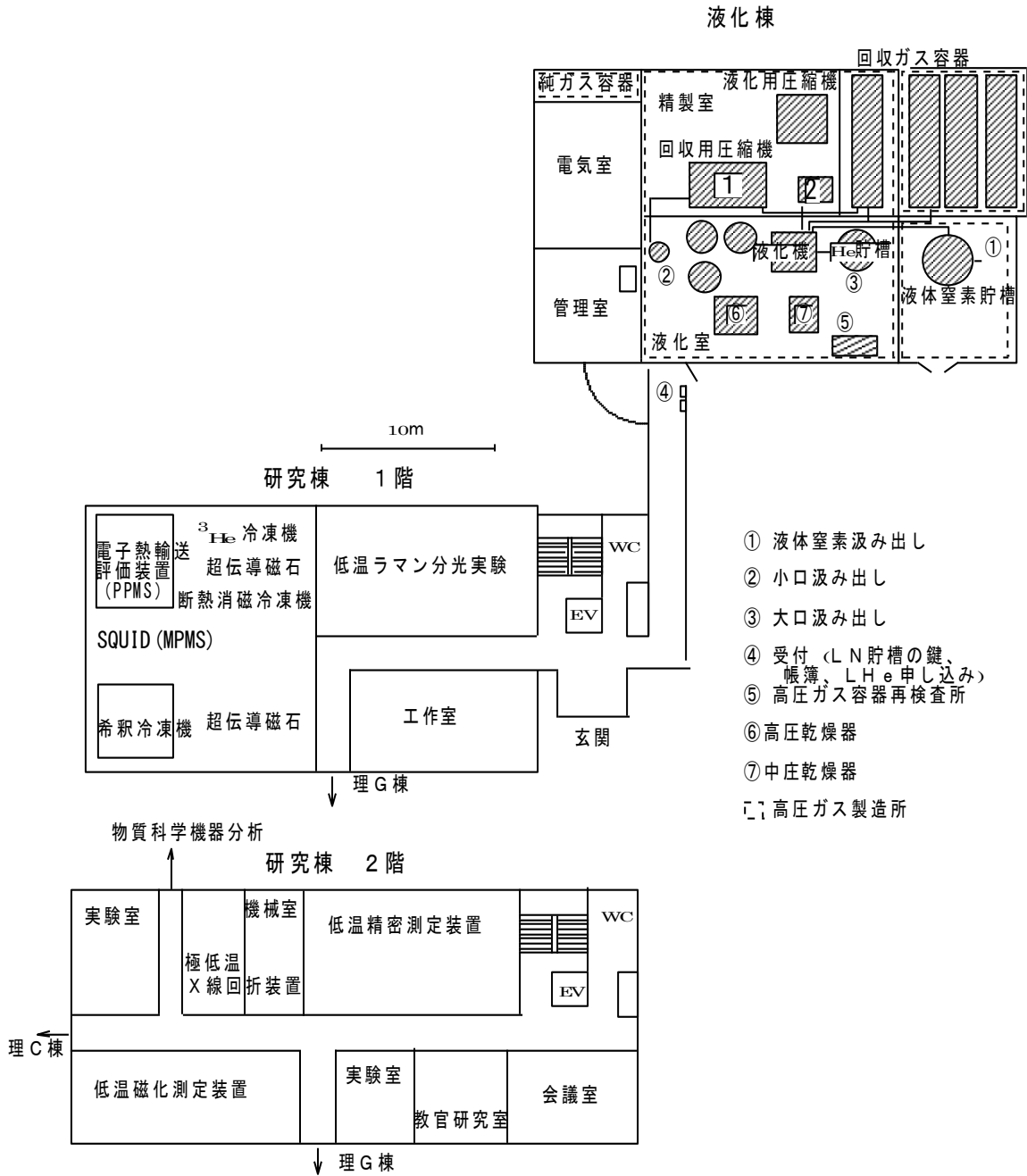
● 液体窒素汲み出し

月日	時刻	学部	研究室	汲み出し者	液面計		容器 容量(ℓ)	容器番号	備考
					前	後			

* 容器番号は高圧容器のみ記入してください。

低温実験部部屋説明

—Rooms in Cryogenics Division



共同利用機器リスト

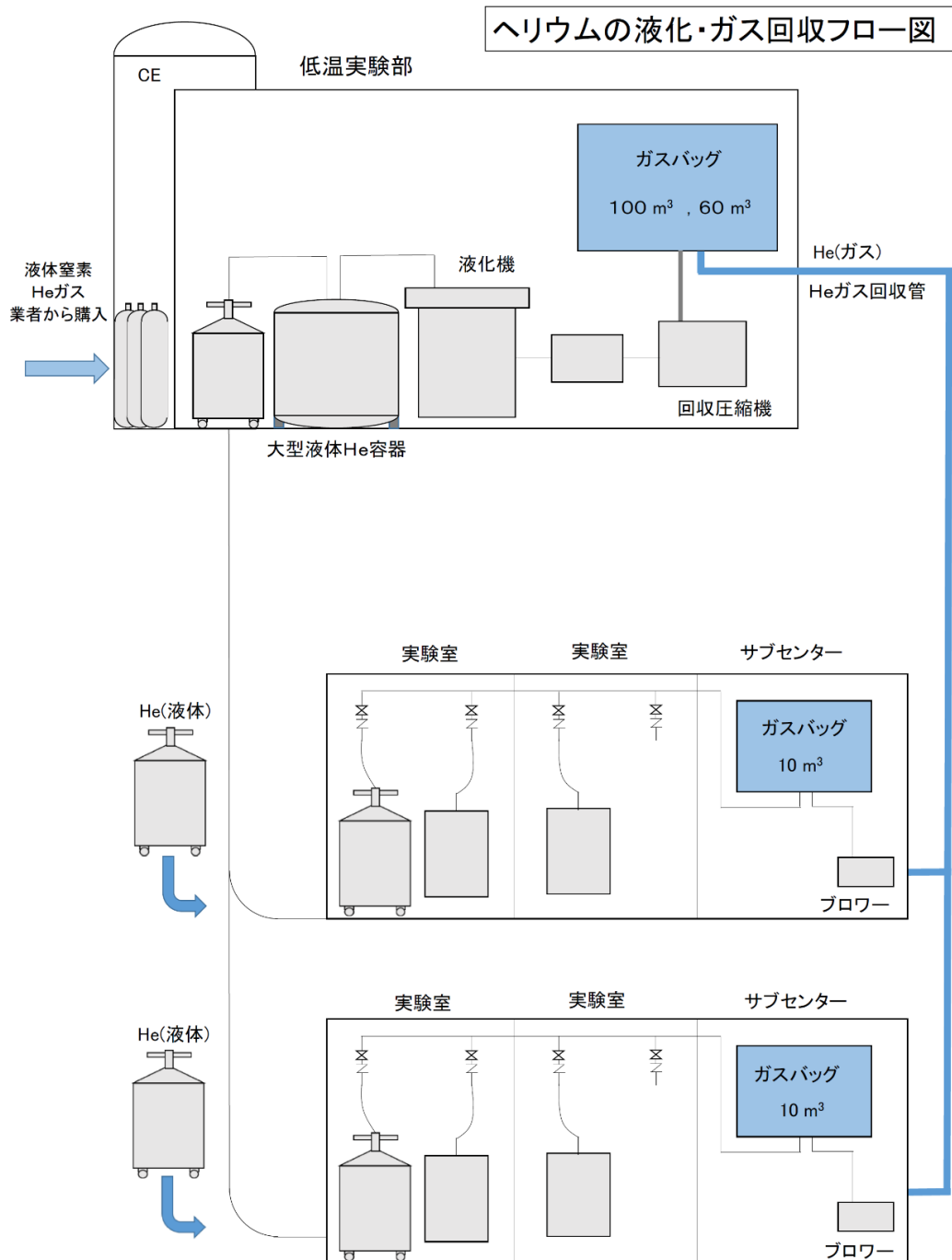
—List on common use apparatuses

- * 小型希釈冷凍機 (^3He - ^4He dilution refrigerator, Kelvinox Oxford Instruments Co., Ltd.)
到達温度 30 mK, 冷凍能力 20 μW (100 mK にて), 超伝導磁石 (磁場 8 テスラ) 付
Lowest Temperature : 30 mK, Cooling power : 20 μW @100 mK, Superconducting magnet (8 T)
- * 断熱消磁冷凍機
(Adiabatic demagnetization refrigerator, mF-ADR, Cambridge Magnetic Refrigeration)
到達温度 40 mK, 100 mK の保持時間 20 時間以上 (いずれも無負荷時)
Lowest Temperature : 30 mK, Holding time of 100 mK > 20 hours,
Superconducting magnet (6 T)
- * ^3He 冷凍機 2 台 (^3He refrigerator, Heliox, Oxford Instruments Co., Ltd.)
発生温度領域 0.3 ~300 K (Temperature range : 0.3 ~300 K)
- * 超伝導磁石 (Superconducting Magnet, Oxford Instruments Co., Ltd.)
発生磁場 12 テスラ 可変温度範囲 0.3K ~300K
Maximum fields : 12 T
- * 極低温X線回折装置 (Low-temperature X-ray diffraction apparatus, RINT2000, Rigaku Co., Ltd.)
回転対陰極 Cu 出力 18 kW 可変温度範囲 3.8 ~500 K
Target : Cu, Maximum Power : 18 kW, Temperature range : 3.8 ~500 K
- * SQUID 磁束計 (準共同利用) (SQUID magnetometer, MPMS, Quantum design Co., Ltd.)
温度 2~400 K 磁場 5 テスラ
Temperature range : 2~400 K, Magnetic fields \leq 5 T
- * 電子熱輸送評価装置 (準共同利用) 2 台 (PPMS, Quantum design Co., Ltd.)
PPMS 温度 0.3~400 K 磁場 14 テスラ
Temperature range : 0.3~400 K, Magnetic fields \leq 14 T
- * リークディテクター (Leak detector)
 - ・DLMS-33 3 台, ^3He - ^4He 用, 検出感度 3×10^{-11} Torr L/sec
 - ・ハンディテクター 各種ガス用, 検出感度 2×10^{-4} Torr L/sec
- * 超伝導量子干渉計 (SQUID) (単体)
 - ・AC-SQUID (MPS), DC-SQUID (MFP) 磁束, 電圧高感度測定用
 - ・AC-SQUID (HS-1R) 磁束高感度測定用
- * 電位差計
直流電流比較型 分解能 1 nV, 経年変化 年当り 0.01ppm
- * 小型冷凍機 クライオニ(D310, CW303)
到達温度 10 K, 冷凍能力 3 mW (20 K にて)
- * 連続フロー型クライオスタット (CF1200N)
- * 自動抵抗ブリッジ (AVS-46)
- * キャパシタンスブリッジ (GR-1620A) 分解能 10^{-17} F
- * NQR標準温度計
測温範囲 90K~398K, KClO_3 の ^{35}Cl の核四重極共鳴周波数の温度依存を利用
- * 液体窒素容器 50L 4 台,
- * 液体ヘリウム容器 ガスシールド型 容量 60L 2 台, 容量 100L 3 台

ヘリウムガス回収配管図(部局間)
—He gas recovery line in campus



ヘリウムの液化・ガス回収フロー図 —Flow chart of He liquefaction and recovery in campus



◇ 窒 息 ◇

(a) 窒素の危険性

大気中の酸素は容量比で 20.9%である。酸素濃度が 18%未満に下がった状態を酸素欠乏、酸素欠乏の空気を吸い込むことによって生ずる症状を酸素欠乏症という。一般に、人体が正常な機能を維持する空気中の酸素濃度の下限は 16%とされ、これより低下した場合は顔面の蒼白または紅潮、脈拍及び呼吸数の増加、息苦しさ、めまい、頭痛、全身脱力などの酸素欠乏症状が現れ、さらに酸素濃度の低い空気を吸い込むと数分で死に至る。特に、純窒素を吸入すると意識を失う急性窒息に陥る。これは防ぎようがなく、頭に打撃を受けたボクサーのように突然倒れ昏睡状態に陥るといわれる。したがって窒素が蒸発している容器に顔を近づけて呼吸するのは自殺行為である。

酸素濃度の低下による人体への影響は、貧血や循環器障害がある者、健康状態などによる個人差があり、また空気中の酸素濃度が徐々に低くなる場合には症状が急激に現れず気づかないことが多いから、酸素欠乏危険場所には酸素警報器を設置するとともに、酸素濃度が 20%以下にならないように換気することが必要である。

液体窒素は通常開放容器で利用されるため、酸素欠乏の危険性は窒素の場合について述べたが、同じことはヘリウムについても成り立つので注意されたい。

(b) 室内での窒素放出と酸素濃度低下

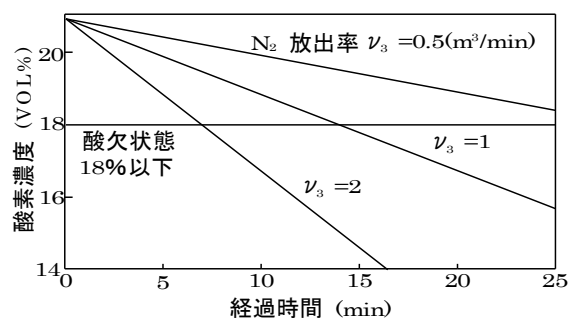
室内で蒸発したガスは導管で室外に放出することが酸素欠乏による危険防止の原則である。しかし、可搬型の液体窒素容器から液体窒素を汲み出すときには、蒸発したガスが室内に放出されるから、室内の換気が問題となる。特に、最近の建物は窓サッシや扉の気密性がよいから、室内が大きいからといっても決して油断してはならない。特に注意すべきは、強制排気していない室内で液体窒素を蒸発させ続けると酸素濃度は時間とともに低下し酸素欠乏状態になることである。いま、容積 V_0 の室内で窒素ガスが v_3 の割合で放出され続ける場合、経過時間 t での酸素濃度 ρ_2 を計算する。初めの酸素濃度を ρ_1 とし、窒素ガスの放出率と同じ割合で ρ_1 の酸素を含んだ空気が室外に逃げ去ると考えると、

酸素の保存条件 $V_0\rho_2 = V_0\rho_1 - v_3t\rho_1$ から、

$$\rho_2 = \left[1 - \frac{v_3t}{V_0} \right] \rho_1$$

が得られる。

右図は、換気しない 100 m³ の室内で窒素ガスが放出された場合の空气中酸素濃度 ρ_2 の時間変化を示す。ここで新鮮空気中の酸素濃度 ρ_1 を 20.9% とする。図から 1 m³/min の N₂ ガスの放出があると、14 分足らずで酸欠状態 (O₂ が 18% 以下) となる。300 K、1 気圧における窒素ガス 1 m³ は液体窒素 1.4 L に相当するから、1.4 L/min の窒素蒸発率でも 14 分以上は危険である。



◇ 凍 傷 ◇

(a) 凍傷の危険性

凍傷でいちばん多いのは、断熱施工していない裸管や容器に身体の一部が強く触れた場合で、表皮の水分が凍結し皮膚に凍傷を起こす。また、フレキシブル配管の先端から液化ガスが噴出するとき、その反動で管の先端が触れ回って液化ガスが身体に降りかかり、凍傷を受けることがある。この場合、液化ガスを含みやすい衣服を着用していたり、液化ガスがたまりやすい状態で靴などをはいたりすると、露出部分以上に危険である。

不幸にして液化ガスで凍傷を負った場合は、皮膚組織を傷つけないようにすることが大切で、暖めたり摩擦したりしないでなるべく早く医師の治療を受ける[参考文献*]凍傷の程度は凍結の早さ、温度、接触時間等によって軽度の紅斑から、水泡、ただれ、壊死の重傷に至る。傷が重ければやけどと同じような傷跡が残る。凍傷は血行障害を伴うので、治療に日数がかかるといわれている。

(b) 保護具の着用

低温液化ガスの取り出し、移し換えなどの作業時の凍傷は、手、顔、足の露出した身体の一部に受けやすい。特に、目に液化ガスの液滴が飛び込まないように保護メガネの着用を励行する。液化ガスを取り扱う場合、着衣は長袖作業服、手袋はすぐ脱げる大きめの皮手袋をつける。また、靴は皮の編上長靴がよく、ズボンのすそが靴の外側になるように着用する。[参考文献*]

* 低温工学協会訳：低温装置の保安マニュアル p.2 低温工学協会 (1975.3)
超伝導・低温工学ハンドブック (オーム社刊) より抜粋

低温技術参考図書

・低温物理

- 1) 益田 義賀著, 「超低温物理」, 名古屋大学出版会, 1987 年. 超低温 (mK 温度領域) の物理学。
- 2) McClintock, Meredith, Wigmore 著 (藤田 敏三, 前野 悦輝, 大林 康二訳), 「低温物理入門」, 丸善, 1988 年. 低温物理の入門書であるが, 低温での実験技術の記述もある。
- 3) 藤田 敏三, 児玉 隆夫, 世良 正文, 坪田 誠著, 「低温の物性物理」講談社, 2000 年.

・低温技術

- 4) 小林 俊一・大塚 洋一著, 「低温技術(第 2 版)」, 東京大学出版会, 1987 年.
上記の 4) の初版は 0.3 K から 77 K までの低温実験の手引き書。2 版は希釈冷凍機(mK)技術を追加。
付録に低温実験材料の価格・取扱い業者のリスト。
- 5) 田沼 静一, 馬宮 孝好編, 「超低温」「近低温」, 実験物理学シリーズ 1, 2, 共立出版, 1998 年.
- 6) ウクライナ科学アカデミー, 低温物理工学研究所編, 矢山 英樹, I. B. ベルクトフ訳, 「超低温の実験技術」九州大学出版会, 2000 年.

・ハンドブック・低温工学

- 7) Verein Deutscher Ingenieure 著 (低温工学協会 関西支部・海外低温工学研究会訳), 「低温工学ハンドブック」, 内田老鶴圃新社, 1982 年.
- 8) 熱物性ハンドブック編集委員会著, 「熱物性ハンドブック」, 養賢堂, 1990 年.
熱物性一般を対象とし, 物性値を広く収録。c 編の中に低温の物性値がある。
- 9) 低温工学協会編, 「超伝導・低温工学ハンドブック」, オーム社, 1993 年.
低温工学協会が最近それぞれの分野の第一人者, 200 人近くに執筆を依頼して編集した分厚いハンドブック。低温工学・超伝導・応用・資料に分類され, 新しい情報が広く収録されている。"低温機器および低温液化ガスの取扱い"(保安)の章もある。

・洋書

- 10) J. W. Ekin, "Experimental Techniques for Low-Temperature Measurements" Oxford, 2006.

論文等作成にあたってのお願い

自然科学研究支援開発センターの低温実験部を利用された方は、次の例文にならって謝辞を論文等の謝辞(Acknowledgment)欄にお書き下さい。尚、本担当の利用とは寒剤、実験機器、実験室の利用です。

例文

1. 広島大学自然科学研究支援開発センターに寒剤(液体ヘリウム)の安定供給を感謝します。
2. ○○○の測定は、広島大学自然科学研究支援開発センターの○○○装置を利用して行った事を感謝します。
3. ○○○の実験は、広島大学自然科学研究支援開発センターの共通実験室(シールドルーム)を利用して行った事を感謝します。
4. We thank the Natural Science Center for Basic Research and Development, Hiroshima University for supplying cryogen (liquid helium).
5. We thank the Natural Science Center for Basic Research and Development, Hiroshima University for the use of their (dilution refrigerator, shield room, etc.) to perform the ○○○ measurement (experiment).
6. We thank the Natural Science Center for Basic Research and Development, Hiroshima University for the use of their facilities to perform the ○○○ experiment (measurement).

(付記)上のものは例文ですので、勿論他の表現でも結構です。

本書の参考文献

- 「高圧ガス保安教育 新人教育講習会テキスト」国立大学法人東京大学物性研究所
「保安技術テキスト」国立大学法人東京大学 低温センター
「高圧ガス取締法令解説」, KHK サービス株式会社
「新 酸素欠乏危険作業主任者テキスト」中央労働災害防止協会
「高圧ガス保安法規集 第14次改訂版」高圧ガス保安協会

寒剤利用の手引き

著者:低温実験部

編集:梅尾 和則, 萩岡 光治, 谷山 真澄

発行日:2012年3月12日改訂

2013年3月14日改訂

2014年3月12日改訂

2015年3月15日改訂

2016年3月16日改訂

2017年3月16日改訂

発行者:国立大学法人広島大学

自然科学研究支援開発センター(N-BARD)

低温・機器分析部門 低温実験部

連絡先:〒739-8526 広島県東広島市鏡山1丁目3番1号

TEL 082-424-7486(事務室)

082-424-6277(管理室)

FAX 082-424-0746

E-mail: teionjim@sci.hiroshima-u.ac.jp

Home Page: <http://home.hiroshima-u.ac.jp/kiki/>