

液体ヘリウム利用者講習会 2021 →オンライン講習

理学系研究科 野口 悟 (高圧ガス保安係員)

1. それでは、これより令和3年度(2021年度)液体ヘリウム利用者講習会を行います。はじめに、今年度の講習会資料のアップがたいへん遅れたことをお詫びします。私は理学系研究科の野口です。高圧ガス保安係員をやっています。高圧ガス保安係員は高圧ガス保安法という法律で定められた人員で、高圧ガスの関連で何かミスがあったとき、万一事故があったときにその責を負わなければなりません。そこで、万が一にでも事故が起こらないことが保安係員の最大目標であり、そのための手段の一つとして毎年このような講習会を開催しているわけです。今回はオンライン講習ですので、どこまでこちらの思いが伝わるか非常に不安ですが、ぜひしっかりと私の安全に関する思いを受け止めていただきたいと思います。ここに液化室の写真がありますが、左が最大1500リットル入る液体ヘリウムの貯槽です。液体ヘリウムは沸点が4.2 K (-269 °C)ですから、断熱真空槽が必要な、いわゆる魔法瓶構造になっています。「魔法瓶」の意味が解らない人もいるかもしれませんね。容器が2重になっていてその間の断熱を確保するため、高真空になっている構造です。スライド13枚目にヘリウム汲み出し容器の切断写真がありますから、それを参考にしてください。もし、この真空が破れますと室温の熱により一気に爆発的に蒸発しますので、大変危ないという話をしていきます。

2. それでは2枚目をご覧ください。高圧ガスと液化ガスが書かれています。皆さんが研究室などで目にするガスボンベは酸素、窒素、アルゴン、ヘリウムなどいろいろありますが、いずれも未使用で150気圧、14.7 MPaです。日本では、一方、液化ガスは液体ヘリウム、液体窒素などのことですが、これは蒸発すると体積が650~800倍になりますからガスボンベのさらに5倍程度圧縮されているということになりますので、これは大変な高圧ガスと言えます。詳しいデータは3枚目に載せてありますので参考にしてください。ここではまず大雑把に液体とガスの換算について話しておきます。7 Nm³ ボンベは7ノルマル立米(りゅうべい)と読み常温常圧で7立方メートルのガスが詰まっているボンベのことです。ヘリウムの場合これ(7 Nm³)が液体で約10L(リットル)に相当するというわけです。液体ヘリウムは100L容器に汲んで運ぶことが多いので、これはボンベ10本分に相当する、などと想像してください。

それでは次に、液化ガスの危険性には大きく3つあることを話しましょう。「凍傷」と「酸欠」と「密封」です。液体ヘリウムを直接触ることはまず不可能ですから、実際には蒸発ガスの回収配管を触ったり、液体窒素を扱う(触る)ときに注意しなければならないのが、凍傷です。極度に冷やされた金属を濡れた手で掴むのが一番危ない。瞬時に凍り付いて放せなくなり大やけどになります。軍手は液体がしみこむ余地があり、また少しでも湿っていると瞬時に凍り、手に密着するので厳禁です。低温を扱う場合は通常、革製手袋を着用し、これで冷たい金属パイプをつかみます(4枚目参照)。凍傷はその瞬間痛くもかゆくもありませんが、後からヒリヒリずきずき、メチャクチャ痛みますので、注意してください。ちょっとページをめくりましょう。

3. 3枚目は先ほど話した主な寒剤の物性データです。窒素、ヘリウムが代表的で、化学的に不活性なのでよく利用されます。液体水素と液体酸素はロケット燃料として有名です。液体酸素は、私は一度製造メーカーで見たことがあります。薄い青色でなかなか美しく感動しました。液体水素は一昔前まではめちゃくちゃ危険な液化ガスとして敬遠されていましたが、最近、環境に優しいクリーンなエネルギー源として注目されていますので要チェックです。ヘリウムは寒剤として非常に優れており、また量子流体として今でも基礎研究の対象になっています。簡単におさらいしておきますと、沸点が4.2 Kでこれを思いきり減圧すると1.2 Kまで下がります。途中、2.17 Kで超流動状態に移ります。超流動は粘性がゼロで、全くサラサラな流体です。同位体でヘリウム3というのがあり、これが通常のヘリウムとは全く異なる物性を示すなど、話題は尽きませんが割愛させていただきます。ヘリウムは高価な点が一番の難点ですね。一昨年は「ヘリウム危機」ということで新聞沙汰にもなりました。価格が一気に2倍に高騰しました。そういうわけでヘリウムは寒剤として使用した

後は何としてもガスを回収しなければなりません。後でもう一度述べることになります。

4. 4枚目は先ほど話した手袋の写真です。革製手袋はとくに液体窒素を扱うところに大抵置いてありますので、覚えておいてください。

5. 5枚目は酸欠の話です。酸素濃度症状ということでここにまとめてあります。21%が正常な酸素濃度で、10%以下で意識不明になります。怖いのはこれで、酸素濃度0%のガスは一息で意識不明になるということです。これは、1分間息を止めることができるというのと意味が全然違います、といつもよく言ってます。どう違うのかよく考えてくださいね。最近では寒剤を扱う部屋には酸素モニターを置くことが必須になってます。上が携帯用で下が定置式です。C10棟の液化室にはこの定置式酸素モニターが設置されています。いずれも、19%以下で大きな警報音（第1警報音）が鳴りドキッとさせられますが、まだ大丈夫ですから落ち着いて換気するなり、逃げるなり対処してください。部屋ということでは狭い部屋ほど簡単に酸欠状態になる、というのはよくわかるでしょう。それで、一番狭い部屋がエレベーターです。エレベーター内で液体窒素をこぼすとめちゃくちゃ危ないというのは容易に想像できます。なのでエレベーターで液体窒素や液体ヘリウムが入った容器を運ぶときは基本、無人です。例えば1階の人がエレベーターに液体窒素の容器だけを入れ2階のボタンを押し、無人で2階に運び2階に待機した人が容器をエレベーターから運び出す、ということを行っています。これは2人がかりで手間ですけど必ず行ってください。また、エレベーターに乗ろうとしてドアが開いたときに液体窒素容器だけがある場合は液体窒素容器の運搬中ですから乗らないでください。特にC10棟はエレベーターが一つしかなく、遅いので待ちくたびれますが、待てば必ずエレベーターには乗れますし、手で持てる容器であれば、階段を上がるのも運動になりますので、ご理解のほどよろしくお願いします。

6. 6枚目は酸欠の死亡事故例です。酸欠事故は大きなプラントの定期点検中などによく発生しますが、教育研究機関でもごくまれにあるという例です。1990年にはNTT研究所で、1992年には北海道大学で痛ましい事故がありました。いずれも液体窒素によるものです。1992年の事故は低温実験室で停電があり貴重な試料である南極の氷が融けたら大変だということで、液体窒素を撒いたようです。酸欠の知識がなかったはずがないと思います。酸欠を甘く見ていたのだと思いますが、我々はこの事故例を糧に十分な安全管理を心がけましょう。じつは府大でもひやりとした事例を経験しています。今では液体窒素自動供給システムがあり、あふれることなく止まる仕組みになっていますが、昔はそうではなく、じつと見ていなければならなかったわけです。100L容器の場合けっこうな時間がかかり、ちょっと持ち場を離れたすきにあふれさせたのです、液体窒素を。たまたま私が液化室を通りがかった際、部屋をちらりと見ると100L容器から液体窒素があふれ出しており、誰もいない。これはいかんと思い、急ぎ中に入ってバルブを閉めたものです。これで事なきを得たわけですが、この事例のどこが問題かわかりますか？もちろん、持ち場を離れた人が一番悪いわけですが、急ぎ中に入ってバルブを閉めた私も、その時全く酸欠のことは頭になかったのも、もし、長時間液体があふれていて酸素濃度が低下していたならば、ぱたりと倒れたかもしれない、その可能性を全く考えなかった自分が怖い、というわけです。その当時はまだ酸素モニターも設置されていませんでした。昨年発生したドライアイスの酸欠事故も恐ろしいですね。こういう事例はぜひ知っておくべきだと思います。

7. 7枚目は液体窒素タンク大爆発の事故例です。北大の酸欠事故と同じ年月で、同じ北海道でした。液体窒素タンク、本学は3か所がありますが、安全弁の元弁を含むすべてのバルブを閉めていたらしい。誰も密閉タンクの危険性に注意を払わず、じわりじわりと圧力が上がり50日以上経過したこの日、遂に夜の10時に大爆発をした事故例です。人的被害がなかったのが奇跡的です。

8. 8枚目は液体窒素容器の閉塞防止の説明です。まず、フタの部分を見てください。ペットボトルのフタのようなネジがない。ただ上からかぶせているだけです。これで一方弁になっていることがお判りでしょうか。蒸発窒素ガスはフタをわずかに押しつけて外に逃げますが、空気は外から中には簡単には入れないですよ。外から中に入る際、何が一番厄介かというと水分です。水蒸気ですね。これは氷点以下で凝縮して凍りますので、赤で示したように氷がつく場合がある。最悪、気付かないうちに密封です。液体窒素がまだ残っているはずなのにガスが出てこないのにおかしいなあと、中を覗き込んで揺さぶったりすると氷が割れて一気に窒素ガ

スが噴き出るかもしれません。想像するだに恐ろしいですよ。ここに書いている通り、水の他にオイルなども凍ります。さらに液体ヘリウムの場合は空気でも凍って詰まりますので注意してください。ヘリウムガスの回収ラインを開放してはいけないというのは、高価なヘリウムがもったいないだけでなく空気を吸い込み閉塞トラブルを引き起こしかねないという安全面からの理由もありますので覚えておいてください。なお、シリコンチューブの一部にはさみで切り込みをいれたものをブンゼンバルブと言うそうですが、これも安全弁の役割を果たします。

9. さて9枚目、10枚目はどこから借用した図になりますが、皆さんに関係する作業ということで説明いたします。まずは運搬の注意事項です。細かなことは言いませんが、このように液体窒素や液体ヘリウム容器を運ぶときは転倒させないよう細心の注意を払ってください。例えばこの図のように液体窒素などの容器を運ぶ際、屋内であればまだしも屋外ではこのようにしっかり固定していないと何が起こるかわかりません。また、仮に転倒させてもほとんどの場合は無事ですが、いや、わかりませんよ。ドカンと行くことがないわけではない。面倒でも未然に防げる備えがあれば憂いなしです。エレベーターの話は先ほどした通りです。

10. 10枚目は液化窒素自動充てんシステムの紹介です。液化窒素と液体窒素は同じ意味です。中百舌鳥キャンパス内に液体窒素 CE タンクが3つあり、どれも同じシステムが導入されています。CE タンクのそばにバーコードリーダーが置いてありますので、容器のバーコードと、研究グループごとに配布されたバーコードを読み込ませ、容器をロードセル式台ばかりの上に置き、汲み出しパイプを差し込みます。あとは充填開始ボタンを押すと自動充てんしてくれるというものです。もちろん、満タンで自動的にストップします。汲み出し量などもノートに記入する必要がなくなりました。安全面におけるメリットは容器のバーコードに満タン時の重量が入力されているので液体窒素が溢れないことです。つまり凍傷の危険性が減りました。これは当たり前のようですが、以前は液体窒素が溢れてはじめて満タンになったことが判り、自分でバルブを閉めていたわけです。詳細については <https://www.iao.osakafu-u.ac.jp/LN2/> をご覧ください。

11. 以上、安全面の話をしてきましたが、11枚目から液体ヘリウムの利用法について詳しく見ていきましょう。液体ヘリウムがほしいといってもやかんにくみ出すわけにはいきません。専用のヘリウムベッセルが必要です。もし、専用のヘリウムベッセルがない方は予約申込時にそのことも併せてご連絡ください。基本的には誰がいつ何リットルの液体ヘリウムが必要かということですが、別紙「液体ヘリウム利用申込書」という定型の書式がありますので上段黄色マーカ部に必要事項を記入し添付で川又先生と川西さん宛にメールで連絡します。承認が得られたら Yahoo JAPAN のカレンダーにアクセスし、装置へのトランスファー予定を記入してください。ここで、「汲出し」と「トランスファー」の用語を区別していますので注意してください。「汲出し」は液化室で LHE 貯槽 からベッセルに汲出すことを指し、「トランスファー」はベッセルから各実験室の装置に汲出すことを指します。Yahoo カレンダーのアクセスのための ID とパスワードの一部を記載しています。伏字部については後で説明します。Yahoo カレンダーの意味は情報共有です。汲出しやトランスファー作業のタイミングが重なるとガスバッグの許容量を超える恐れがありますのでそれを未然に防ぐ意味があります。

12. 12枚目はちょっと見にくいですが Yahoo カレンダーの画面です。左側に凡例がありますが、オレンジ色がヘリウム汲出しおよびトランスファー関連です。緑が液化運転、水色が C10 棟の MPMS3 関連などで、ID とパスワードがあれば世界中からアクセスでき便利ですが、そのかわりセキュリティは脆弱です（カレンダーを見れる人は誰でも書き込める）のでご注意ください。

13. 13枚目は「汲出し」ですが、昨年からは汲出しは川西さんがやってくれますので、ここでは汲出しをしてもらうための手順が詳しく書かれています。読み上げますと、「2-1. 汲出し容器を各々の実験室から C10 棟 1 階の液化室（121 号室）へ運ぶ。この際、液化室の鍵と、必要なら建物のカードキーを持参すること。汲出し容器を運ぶ際に、実験室の回収配管が開放されていないことを確認し、運搬中にヘリウムガスが放出しないように注意すること。また、実験室の回収配管のガスメータ値を記録しておくこと。運搬は最低2人以上で行い、転倒させないなど、細心の注意を払うこと。液化室まで運んだら液化室の回収配管に接続し、回収ラインを開ける。汲出しは研究推進課担当職員が行うので、どの容器にくみ出すのか表示し、職員に連絡する。」「2-2. 汲

出し容器は予め十分冷えていることが望ましいが、液体窒素による容器の予冷はヘリウム純度を低下させる恐れがあるため行わないこと。但し、十分な経験を有し、十分なヘリウムガス置換を行った場合はこの限りではない。一般的に、わずかに液体ヘリウムが残留した状態が望ましい。」「2-3. 担当職員は汲出し完了をメールで通知する。その際、汲出し前の残留液体ヘリウム量と汲出し後の液体ヘリウム量を計測し、容器への汲み入れ量を計算した数値を「液体ヘリウム汲み出し申込書」に記載し、メール添付する。」ということでききほどの「液体ヘリウム利用申込書」中段にくみ出した情報を追記してメールで返送されます。ちなみに写真は一番はじめのところで触れた容器の構造を示したものです。2重の容器ですが内側の容器は上部の樹脂パイプで外側の容器から吊り下げられているだけに見えます。断熱の都合で底からしっかり支えるわけにいかないの容器は見かけ以上にぜい弱だということを認識して丁寧に取り扱ってください。

14. 14 枚目は「トランスファー」ですが、基本的には各研究室のルールに従って行ってください。注意点として、まずはじめに「3-2.」の記録をお願いしています。これは「液体ヘリウム汲み出し申込書」の下段部（黄色マーカ部を含む）です。トランスファー前後、または実験前後などのタイミングに応じてガスメータの値を記入し、返送していただきます。次に、トランスファー時ですが、「3-1. WEB カメラにアクセスし、液化室の回収ガスバッグの位置が5以下であることを確認する。」ことをお願いしています。WEB カメラの url は <http://157.16.133.32> で ID とパスワードは Yahoo カレンダーと同じです。「5以下」の意味はヘリウム回収バッグ（大きな風船）のふくらみが半分以下ということです。通常、4以上になると液化室の回収ヘリウムガス圧縮機が自動で起動しますので、例えばガスバッグレベルが8を超えているとこれは異常です。その場合、直ちに川西さんなどに連絡し、液化室に見に来てください。その他、「3-3.」「3-4.」に注意書きが書かれていますが、大事なことはヘリウムガス漏れや逆に不純ガスの混入がないように細心の注意を払うということです。以上で液体ヘリウム利用手順の説明は終わりますが、一連のやり取りは「液体ヘリウム汲み出し申込書」で行いますので記入漏れの無いようお願いいたします。なお、これとはべつに各担当教員の協力を得て、毎月、月末に回収配管のガスメータと純度計をチェックしています。このように大変な手間をかけてヘリウムガスの回収率向上を目指していることをご承知おきください。また、別紙「2020 年度液化室主なメンテメモ」にトラブルの記録をまとめています。ご参考まで。

以上で、2021 年度液体ヘリウム利用者オンライン講習会を終了します。受講者はお手数ですが「2021 年度液体ヘリウム利用者オンライン講習会を受講した」と川西さん宛にメール連絡を入れてください。その際、氏名と所属、学年などの記入も忘れずお願いします。これは講習会のエビデンスとして必要ですのでご協力お願いします。折り返し Yahoo カレンダーのパスワードの伏字部を送ります。パスワードは学外（世界中）に知られたくないという意味です。よろしくお願い申し上げます。