

液体ヘリウム利用者のための

# MANUAL

2008. 4



分子科学研究所

機器センター

## 第1章 液体ヘリウムを利用するには

### 1. 液体ヘリウム利用規定

- (1) 液体ヘリウム使用者は、『**液体ヘリウム利用者講習会**』を受講すること。
- (2) 液体ヘリウムを使用しようとする人は、使用する部屋のヘリウムガス回収配管等の準備があるので、早めに、機器センターの寒剤担当者にその旨を伝える。必要があれば、上記の『**液体ヘリウム利用者講習会**』は随時行う。
- (3) 共同利用等で所外者が上記講習会を受講することなく、液体ヘリウムを使用する場合は、必ず受講修了者の立ち会いのもとに行うこと。所外者が汲み出し中、及び実験中に生じた問題に対する責任は立ち会った受講修了者が負うものとする。
- (4) 液体ヘリウム使用者は、下記の基準に従って Web 上から、オンライン機器予約システム『**\*MARS**』により、使用日時（1時間）、使用容器（最長2週間）を予約して、申し込むこと。
  - \*URL <http://mars.ims.ac.jp/mars/main.asp?lang=jp>
  - (A) 液体ヘリウム使用は、原則として汲み出し日の一週間前迄に申し込むこと。
  - (B) 緊急で止むを得ない場合には、使用日より一週間以内においても、使用出来るものとする。
    - ① 供給可能時間 **平日 午前9時～午後5時まで**
    - ② 休日の使用は出来ません
  - (C) 液体ヘリウムの使用を中止する場合には、その旨申し出ること。
- (5) 液体ヘリウムの汲み出しは、後述する『**液体ヘリウム汲み出し法**』に従い、使用者自ら行うこと。

異常時は、直ちに当センター職員（寒剤担当者）に申し出ること。
- (6) 液体ヘリウムの汲み出しに際し、汲み出しに必要な下記の機器を使用することが出来る。
  - (A) 液体ヘリウム容器 30ℓ, 50ℓ, 100ℓ
  - (B) リフター
  - (C) ガスバッグ 1 m<sup>3</sup>, 0.5 m<sup>3</sup>, 0.3 m<sup>3</sup>
  - (D) その他 必要と認めたもの
- (7) ヘリウム回収配管を使用する時は、回収方法について機器センターの寒剤担当者の指示をうけること。指示をうけることなく、これらのヘリウム配管の操作あるいは使用を禁止する。
- (8) ヘリウム回収配管を利用する時は、逆止弁等のリーク防止装置を施して回収し、終わり次第、バルブを必ず閉じること。
- (9) ガスバッグは、原則として地上に置かず、吊り下げなければならない。又、特に

持ち運びは慎重にすること。

- (10) ガスバッグの使用者は、『**ガスバッグヘリウム回収法**』によりヘリウムガスを回収すること。
- (11) 過失により、回収したヘリウムに多量の不純物を混入させた時は、その事により生ずる損失を当該研究室に負担させること。
- (12) ヘリウムガスの純度又は、回収率が著しく低下した場合は、原因追求のため液体ヘリウムの供給を中止することがある。
- (13) 液体ヘリウムの減圧用に、当センター実験室においては、減圧配管と排気量 3000 ℓ/min の真空ポンプを使用することができる。その際に使用者名、利用終了時刻を所定の黒板に明記すること。使用の際は、『真空ポンプ操作法』を熟読の上、使用すること。
- (14) 液体ヘリウム容器の汲み込み口は、内径 14φ～16φ とし、回収配管は原則として外形 25.4φ～12.7φ とする。

## 2. 液体ヘリウムの汲み出し

### (1) 液体ヘリウムの申し込みについて

1. 『**液体ヘリウム利用者講習会**』に参加し、液体ヘリウム利用者として登録する。  
講習会は必要な時に随時、開かれる。
2. 実験室のヘリウム回収配管を利用する場合、早めに機器センターの寒剤担当者に連絡する。

#### 液体ヘリウム使用の態勢が整ったら、

3. オンライン機器予約システム『**MARS**』により、液体ヘリウム容器の利用期間を予約する。(原則として最長 2 週間)  
(液体窒素予冷の有無は使用する 2 日前までに、前の利用者に問い合わせる。)  
判断する。)
4. 同様にして、オンライン機器予約システム『**MARS**』により、汲み出し予定日の午前 9 時～午後 5 時までの時間内で、汲み出す時間帯を予約する。
  - ・汲み出しに必要な時間のめやす 30 ℓ ～ 100 ℓ 一律 1 時間
  - ・注意 利用する容器の状態を事前に把握しておくこと。  
(液体窒素予冷の要・不要、故障の有無、引渡しの時期など)  
30ℓ容器は必ず液体ヘリウム自動供給装置の 1 号機で予約する。その他の容器はどちらでも構いません。

### (2) 液体ヘリウム自動供給装置 (1 号機・2 号機) の使用法

#### 1. ヘリウム容器の準備

- 回収配管に接続された容器を準備する。(2箇所)のバルブを閉めること)
2. ローカル電源を入れる (1号機の場合は2箇所, 2号機の場合は1箇所)  
AVタップのスイッチで周辺の機器が連動して立ち上がる。
  3. 容器の取り付け
    - a. 容器弁はそのまま、容器をテーブルリフトに乗せる。
    - b. 容器と回収口を接続する。(ANコネクター, 手でしっかりとねじ込んだ後に軽くスパナで締める)
    - c. 容器弁を全開する。;次に回収弁を全開して容器内の圧力を抜く。(数秒程)
    - d. 圧力が抜けたら容器弁を閉じる。(取り付け時の空気吸い込み防止のため)
    - e. テーブルリフトをゆっくりと上昇させながら, 容器とトランスファーチューブを接続する。(テフロンシールを介して)  
(トランスファーチューブの先端を容器のトランスファーチューブ挿入口に当てないように注意する;トランスファーチューブの先端は中心に!)
    - f. 容器弁を全開にした後, 再度テーブルリフト(ヘリウム容器)を上昇させる。  
(リフトが稼動しなくなるまで最大限上昇させる)注: 容器の種類によってリフトが最上限まで上昇できないものもあります。  
:トランスファーチューブに水滴が付着している時は, ヒートガンで乾燥させる。
  4. パソコンの準備をする。(1号機・2号機ともに105室にある)
  5. 『スタート』ボタンを1回だけクリックする  
入力画面がポップアップされるので必要事項を入力する。  
→ グループコード 自動供給システムに添付してある  
→ 名前 本人の名前(ローマ字で)  
上記入力が正しい事を確認した後, 『OK』ボタンをクリックする。  
注: エラー画面が出たらパソコンの指示に従うこと
  6. 供給弁が開きヘリウムの充填が始まるので満タンになるまで待つ  
その部屋で監視している必要はありません。  
(供給所要時間: 50ℓで20分, 100ℓで35分程度)  
自動供給装置の進行状況がWebブラウザで確認できます。  
URL 1号機 : <http://klignon.ims.ac.jp>  
2号機 : <http://balloon.ims.ac.jp>
  7. 供給終了  
液体ヘリウムが満タンになると自動的に供給弁が閉じる。画面の『STATUS』の色が青色に変わり, 終了を知らせます。  
→ローカル電源を切る (1号機の場合は2箇所, 2号機の場合は1箇所)
  8. 3において回収配管に接続したANコネクター周辺をヒートガンで暖める

9. 容器弁を閉め、そのままテーブルリフトを床面まで下げる  
(回収ラインが減圧されているため、空気の吸い込みを防ぐ)
- a. 容器側のシリコンチューブとテフロンシールは自動的にはずれる。
  - b. 容器にシリコンキャップをする。
  - c. 回収配管の元弁を閉める。
  - d. 容器とヘリウムガス回収配管を接続しているANコネクターを再度ヒートガンで暖め、スパナを用いて完全に取り外す。  
(この時、配管が冷えているため皮手袋等を使う)
10. トランスファーチューブに自動乾燥用のパイプをセットして、送風機で乾燥させる (送風機はタイマーで自動停止します)

注

- [1] 異常時は『**STOP**』ボタンを1回クリックする。
- [2] その他の異常時もセンター職員 (寒剤担当者) に連絡する。

### 1号機使用法の改良点

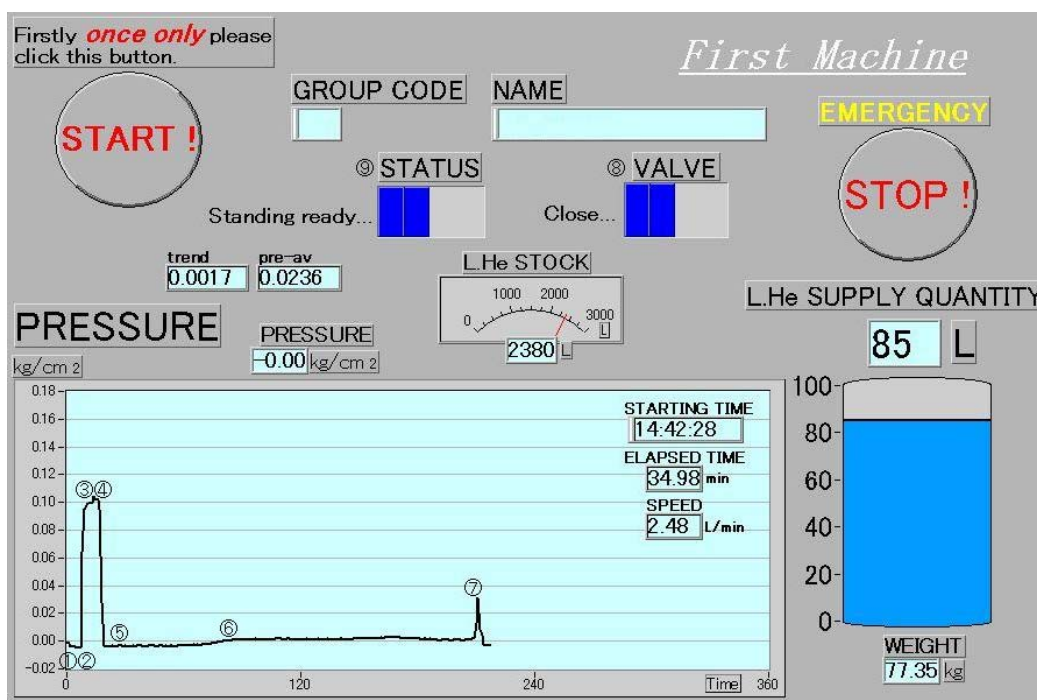
トランスファーチューブがフレキシブルに変わりました。以下の点に注意をして使用してください。

- ①トランスファーチューブの**先端部**を容器に差し込む。
- ②液体ヘリウム自動供給装置をスタートして、モニター画面にて**圧力が上昇し始めたら**トランスファーチューブを**根元まで差し込む**。

注： 差し込むタイミングは、圧力が上がりきったらでは**ない**。

以下の手順は上記に掲載した使用法どおりです。

リフトを使わないので、高所作業が無くなり作業がより安全になりました。



シーケンシャルに①→⑨まで、圧力の傾きを検知し自動供給装置の制御を行う。

- ①TT（トランスファーチューブ）弁を開けるための圧力条件検知。〔20kPa 未満〕
- ②TT 弁を全開。
- ③TT の予冷開始。
- ④TT の予冷完了。TT 弁を開けてから 3 分ほどで完了する。
- ⑤液体ヘリウムが充填されはじめる。
- ⑥圧力の傾きと充填された液体ヘリウムの重量を検知。
- ⑦液体ヘリウム充填は容器内の圧力傾斜が〔+0.02 以上=満量〕になるのを検知。
- ⑧〔終了検知〕TT 弁を閉じる。1 号機は弁の位置を光センサーにて 0 点にあわせる。
- ⑨ヘリウムガスの蒸発がおさまリ、『STATUS』が青色に変わったら供給は終了する。

< 容器取りはずし作業に入る >

注) ロードセルで重量をモニターしているのて、汲み出し中（『STATUS』が赤色時）にはロードセル上に乗らないでください。

もし、液体ヘリウム満量時の圧力ピークが出て TT 弁が閉じない時は、『STOP』ボタンを 1 回クリックしてください。

逆に、液体ヘリウム満量時の圧力ピークが出る前に TT 弁が閉じてしまった場合は、再度『STARAT』ボタンをクリックすることから始めてください。

### (3) 液体ヘリウム容器の取り付け手順

< 使用前に TT をヒートガンで十分に乾燥させて下さい >

- ① TT を容器の中心に合わせ、リフトをゆっくりと上昇させヘリウム容器にセッ

トする。

② 回収弁と容器弁を全開にする。

③ リフトを最上限まで上昇させる。(容器の種類によっては途中で止める場合もあります。)

→液体ヘリウム自動供給装置使用法に従い供給スタート

注1) TTが容器の口に引っかかったままの状態ではリフトを上昇させない。TTが曲がってしまいます。

注2) 各種弁の操作は確実にを行う。回収弁・容器弁の開け忘れは、容器内の急激な圧力上昇を誘発します。

#### (4) 液体ヘリウム容器の取り外し手順

① 液体ヘリウムが満タンになると自動的にTTの供給弁が閉じる。画面の『STATUS』の色が青色に変わり、終了を知らせます。

② ANコネクターをヒートガンで暖める。

③ ANコネクターの霜が溶けたら容器弁を閉める。そのままテーブルリフトを床面まで下降させる。テフロンシールは途中で外れます。

④ 容器の口にシリコンゴム栓を着けてから回収元弁を閉める。

ANコネクター弁を再度暖めて完全に取り外す。(皮手袋, スパナを使用)

⑤ 水滴の付着防止のためANコネクターにシリコン栓をする。

(その後、送風機のフレキシブルパイプをセットして、TTを乾燥させる。送風機はタイマーにて自動停止します。)

<液体ヘリウムを汲み出した後>

⑥ 時間をかけて容器を移動する時は、回収ガスバッグを取り付けてください。移動が短時間で終了する場合は、容器弁を全て閉じた状態で移動してください。移動後、実験室に到着した際は速やかに回収配管に接続すること。

注1) 回収弁の閉め忘れは、空気吸い込みの原因となります。これは、回収配管が減圧されているためです。

#### (5) 液体ヘリウム容器の使用を終了した時

1. 容器は、すみやかに機器センター極低温棟 105 室 (液化室) の回収配管に取り付け返却する。

2. 回収弁と容器弁のバルブ操作は確実にを行う。

3. 容器を予約した期間より前に返却できた場合は、オンライン機器予約システム『MARS』にて、返却あるいはキャンセルの手続きを行うこと。



### 3. 液体ヘリウム容器の予冷と液体窒素の排出の実際

先ず予冷前に乾燥した空気で完全に内部から水分を除去する。必要があれば、容器の真空層を真空引きすること。

- (1) 蒸発ガスシールド型容器では蒸発が定常状態になるまで時間がかかり、50 ℓ、100 ℓ 容器では、1 日位前からの予冷が必要である。

ヘリウム槽中に入れる液体窒素の量であるが、液体窒素の液比重が液体ヘリウムの約 6.5 倍あり、満杯にすると容器ネック固定部には機械的な負担がかかる。

液体窒素で予冷する場合は取扱説明書には、液体窒素を半分位しか入れてはいけないという注意があるのはこの理由による。

- (2) 予冷時には、液体窒素を容器容量の 4 割程度に入れてそっとしておく、予冷完了時には丁度よいレベルになっている。

予冷中は、なるべく動かさないようにすることが最もよい方法であるが、もし、移動するにしても、横振れを少なくするようにして移動すること。

予冷をする際に必要な液体窒素は自動供給装置を用いて充填する。各容器に適したバーコードは申し出があれば準備します。

その他) 予冷が必要な場合は、センター職員（寒剤担当者）にご相談ください。

### 4. 液体ヘリウム容器の構造

ヘリウム容器には外部に液体窒素槽を設けて内槽を冷やした容器（10 ℓ、30 ℓ）や蒸発ヘリウムガスを直接放出しないで断熱材の中を通して冷やす方法、又は蒸発ガスでシールド銅板を冷却し、直接常温からの熱侵入を防いでいる容器（50 ℓ、100 ℓ）などがある。

前述のようなタイプの容器を液体窒素シールド型と呼び、後述のようなタイプの容器を蒸発ガスシールド型と呼称する。分子研においては、全て蒸発ガスシールド型の容器である。

液体ヘリウム容器の内槽（ヘリウム槽）はネック部上端だけで固定されている。

蒸発ガスシールド型の容器では液体窒素槽の代わりに熱伝導の悪い物質で作られた薄いスペーサーと幅射シールド板を幾層にも重ね合わせて（スーパーインシュレーション）、その空間を高真空にして断熱している。

多層断熱材としてグラスファイバーペーパーやアスベストペーパー、シールド材としてアルミホイルマイラー等を使っている。

液体窒素シールド型に比べると蒸発率がやや大であるが、液体窒素を使わなくてすむので、50 ℓ 以上はこの型になっている。また、蒸発ガスシールド型は容器重量が軽い一般的には扱い易いのも特徴である。両方の型の容器ともに横振れには弱いのので、容器を横にしたり **激しい振動は避ける** よう注意すること。



## 5. 液体ヘリウム容器の性能と液体ヘリウム供給価格

新しく購入したヘリウム容器の性能を調べるときは、先ず液体窒素を入れて蒸発テストを行うのが一般的である。

また、現在使用している容器も定期的に蒸発量をテストしてチェックすることが必要である。

蒸発量は次式で求める。(但し、圧力一定とする)

$M_t$  : 蒸発ガス量

$$M_t = \frac{Q}{h_v} \quad Q : \text{熱流入}$$

$h_v$  : 気化潜熱

ヘリウム槽を液体窒素で満たす。約3日間静置すると蒸発が安定するので、安定してから $M_t$ を測定(ガスバッグへ蒸発ガスを溜める)して $Q$ の値を求めてみる。

この $Q$ の値でおおよそのヘリウム蒸発量の推定が可能である。

液体ヘリウムの蒸発量を計算する場合、沸点における液体の密度とガスの密度の差が小さいので次式を使う。

$m$  : 容器からの蒸発ガス量

$$M_t = m \frac{V_g}{V_g - V_l} \quad V_g : \text{容器内のガスの比体積 (沸点) cc/g}$$

$V_l$  : 容器内の液体の比体積 (沸点) cc/g

これらの値を入れて計算すると、

$$M_t = 1.15m$$

しかし、大気圧の変化により、蒸発量も多少変化する。

蒸発率の測定は室温の $M_t$ を測定し、これらを液体に換算して次式で求める。

$$\text{蒸発率} = \frac{\text{蒸発した液量}}{\text{容器の容積}} \times 100 (\%)$$

厳密には液体ヘリウムの場合は、**super heat**を考慮することも必要であろうが通常はこれを無視して蒸発率を求めている。

容器の蒸発量(率)は100ℓ容器で0.5ℓ/day(0.5%/day)程度が標準である。蒸発量がこれ以上大きい時は、真空断熱層の真空の劣化が考えられる。この場合、真空層を再排気することで容器としての性能が復活する。

ご参考までにヘリウム容器の市販価格は50ℓ容器で、約100万円する。壊れたからといっても簡単に購入出来るものではない。修理したとしても元通りの性能になるということは必ずしも期待出来ないので、十分注意して扱うこと。

液体ヘリウムの供給価格は、ヘリウム液化機で消費するガス冷媒用の液体窒素とへ

リウムガスのロス分を各研究室運営費から差引いている。

回収ロスの多い少ないが直接、供給価格に反映されるので、**蒸発ガスの回収を100%心がける**こと。また、ヘリウムガス回収配管は減圧されているので、空気をなるべく混入させないよう十分注意すること。回収ヘリウムガスの純度低下は、液化機の運転に重大な支障が出る場合があります。

参考) 液体ヘリウム供給価格 231円/ℓ 平成20年4月現在

## 6. 機器センターにおける低温用機器利用規定

(1) 機器センター貸出機器として下記のを貸出することができる。

(A) 液体ヘリウム容器

30 ℓ, 50 ℓ, 100 ℓ

(B) リフター

(C) ガスバッグ

1 m<sup>3</sup>, 0.5 m<sup>3</sup>, 0.3 m<sup>3</sup>

(2) 借りる際には、センター職員（寒剤担当者）の許可を得ること。液体ヘリウム容器に関しては、オンライン機器予約システム『**MARS**』により、実験に必要な貸出期間を予約するものとする。

(3) 貸出期間は最長2週間とする。但し、貸出期間が止むをえず2週間を越える場合は、センター職員（寒剤担当者）の許可を得ること。

(4) 使用を終えた低温用機器は、速やかに返却すること。

## 第2章 液体ヘリウム取り扱い上の注意

### 1. 液体ヘリウムは顕熱を上手に利用する

例えば銅100gを300K(室温)から直接液体ヘリウムの中に入れ蒸発潜熱だけでこれを冷やしたとすると約3ℓの液体ヘリウムが蒸発する。

一方、これを徐々に冷やして蒸発するガスのコールド（顕熱）を完全に使うことが可能だとすれば0.08ℓの液体ヘリウムを使うだけで4.2Kに冷やすことができる。即ち、約3%の液体ヘリウムの消費ですみます。

この顕熱を上手に利用する方法として、クライオスタット中のものを徐々に冷やす習慣をつけること。また、液体汲み出し用のトランスファーチューブを液体ヘリウム中に入れるときも徐々に入れ、ガスの蒸発が激しくならないように時間をかけて操作する。

## 2. ヘリウムガスのロス

ヘリウムの沸点における液体の密度とガスの密度を比較した場合液体ヘリウムではその差が非常に小さい。

例えば 100 ℓ の液体ヘリウムを 100 ℓ の容器に入れて、そこから液体ヘリウムを汲み出そうとするとき、熱的損失による蒸発がないと仮定して、86.3 ℓ しか取り出すことが出来ない。13.7 ℓ 分は容器の中にガスとして残っている。

これは液の汲み出した後の空間をほぼ同じ温度のガスが占めるからである。

$$\text{即ち} \quad \frac{\{(\text{沸点での液の密度}) - (\text{沸点でのガスの密度})\}}{(\text{沸点での液の密度})} = \frac{124.8 - 16.7}{124.8} = 0.863$$

(窒素の場合は 0.995 になる)

また、温度が上昇するにしたがってガスの体積が増してくるから空になっても回収配管につながるか又はバルーンに接続すること。

液体が 273K (0℃) のガスになると、液体ヘリウムの時の体積が約 700 倍に膨張する。

以上の事を心掛けていただくとヘリウムの回収率も向上するのではないかと思います。是非ご協力下さい。

## 3. クライオスタットの予冷は完全に

ヘリウム容器から液体ヘリウムをクライオスタットにトランスファーする場合、クライオスタットを液体窒素で予冷することは、ヘリウムの実験を行うものにとっては常識になっている。

液体窒素を液体ヘリウム用デュワー内の必要なレベルまで入れ、液体窒素が定常状態になるまで待つ。この間、外側に霜や露がついていたり曇ったりしないかを観察する。それらがあれば真空が悪い等の理由で、断熱性能が不十分である。

異常がないことを確かめて、そのまま数十分程度放置してから、液体ヘリウムを汲み出す直前に液体窒素を排出する。これを通常“ジャブ漬け”と称している。

この他に内側の液体ヘリウムデュワーの真空部に数十 Pa の空気を残留させておく、Soft-Vacuum 法がある。これは外側の液体窒素デュワーにだけ液体窒素を入れ、継ぎ足しながら 3 時間～10 時間の時間をかけて Soft-Vacuum の伝熱によって内側デュワーの内部を予冷する方法である。

この場合、内部デュワーの冷却に伴い、内圧が大気圧以下になるのでヘリウムバックをつけておき、外部の空気を吸入することがないように注意すること。

吸入すると内部の試料のまわりに固体空気や氷がついていろいろな障害となり、又蒸発ヘリウムガスの純度を低下させる原因となる。

#### 4. 液体ヘリウムのトランスファーで注意する事柄

ヘリウム容器から液を汲み出す際、先ずトランスファーチューブ（以下トラチューブと称す）のバルブを開き乾燥窒素で乾燥させ、マニュアルバルブを開いたまま静かにヘリウム容器へさし込む。それでもクライオスタットの底がなお深い時、ガイドチューブを底近くまで挿入しておいてその上部に「トラチューブ」をさし込む。このようにして液を汲み出せるわけであるが、クライオスタットの中にまだ液体ヘリウムが残っていたり、液体ヘリウムが残っていない場合でも液体窒素温度以下であると判断される時は、クライオスタットに「トラチューブ」をさし込む前に「トラチューブ」出口にガスバックをつけ「トラチューブ」から冷たい液（約1分程度）が出るまで、液体ヘリウムで「トラチューブ」の内管を予冷する。出口から液が出ると先端に霜がつくのでドライヤーでこの霜を取り除いてから、クライオスタットにさし込む。このような方法で、クライオスタットに充填するまでのヘリウムのロスが大分節約できる。

冷えていない「トラチューブ」をさし込むとクライオスタットに残っている液体はすぐなくなる。汲み出しをする時、ストレージ容器を加圧（0.02 MPa）するが短時間で汲み出そうとすると、内圧を高くする必要が生じる。

トランスファーを上手にやるコツはクライオスタットが冷えるにつれて、徐々に加圧を増すようにすることである。トランスファーの速度があまりに遅いと「トラチューブ」内で気化する率が高い為である。しかし、ヘリウムの臨界圧力が低いので少しの圧力変化でも大きなヘリウムロスになるので、この辺のバランスが問題である。すなわち、貯槽の内圧を不必要に上げたり、また、その回数が頻繁な程、液体ヘリウムの損失は大きくなる。

「トラチューブ」のパイプの熱伝導による熱流入もあるので、液を汲み出した後は出来るだけ「トラチューブ」を液から引き離しておくようにする事が大切である。液体ヘリウムには、液と常温とにつながっているパイプに低周波の熱振動（液体水素にもみられる）が起こるため、たちまち汲み込んである液体が蒸発してしまうことがある。

尚、この振動は低温部が 30K 以上になると起こらなくなるので、細管（キュプロニッケル管）の上部にゴム膜を貼りつけてゴム膜の振動を感じる器具（液面計）を作ると、振動が指先に感じられる時は、30K より低い温度であることがわかる。

この性質を利用して、空になったデュワーを液体窒素で予冷する必要があるかどうかを判断することもできる。

#### 5. 安全の為に回収配管にしっかりつないでおく

容器にガスバッグをつけておいてもガスバッグがはずれる等の理由から、容器のガス蒸発口が氷で栓をしたようになって詰まっていることがよくある。（これを **ブロック** という。）

原因はストレージに空気が流入し、空気中の水蒸気が蒸発口の部分を氷結させるためである。長時間これに気付かないと内圧が高まり、容器の破裂にもつながる。

これを防ぐためにも、静止しておくときは、必ず逆流防止弁をつけ、回収配管にしっかり取りつけておくことが大切である。

もし、容器が**ブロック**してしまった場合は、氷の塊を取り除く必要がある。方法は、ドライヤー等で十分に温めた適当な太さの銅棒を氷の塊に突き刺して、徐々に氷を溶かす方法が一般的である。または、ヘリウムガスをブロックした個所に流し込んで溶かす方法もあるが、いずれの場合も危険を伴うので、センター職員（寒剤担当者）に相談すること。

## 6. ヘリウムガス圧力調整器

### (1) ヘリウムガス圧力調整器を選ぶ

ヘリウムガス圧力調整器を選ぶ時注意することは、必要な流量を得る圧力調整器を選ぶことである。圧力調整器は流量が増えるに従って、調整圧が下がるので注意する。また、必要な二次圧力を調べ、それに適合するヘリウム圧力調整器を選ぶ。

### (2) 容器にヘリウムガス圧力調整器を取り付ける

まず、容器を動かさないように固定する。そして、ヘリウムボンベ容器弁及びヘリウムガス圧力調整器の接続口にゴミがついていないのを確かめてから、圧力調整器を容器に取り付ける。

ヘリウムボンベの口金は通称『**アメリカネジ**』（逆ねじ、φ20.955、14山）と呼び、テフロン製パッキンが不要なタイプである。

圧力調整器の袋ナットを容器弁のネジに沿って、軽く締め付け手で動かなくなったら、29mmスパナでしっかりと締め付ける。ヘリウム圧力調整器の袋ナットの回転方向は**左回り**（反時計回り）で締まる。このタイプのネジは、袋ナット部に切り欠きがあるので注意すること。

### (3) ヘリウムガス圧力調整器の操作

圧力調整器を容器に取り付けたら、圧力調整バルブを軽くなるまで左に回して、必ず戻しておく。圧力調整器はこのバルブを回して調整をする。バルブを右にまわすと、圧力が上昇し、左に回すと圧力は下降する。まず、ボンベ側の容器弁を2回転ゆっくり開ける。容器弁を開く時、圧力調整器の圧力計から、身を反らして弁を開ける。これは、もし、圧力計が破裂した場合にガラス窓が飛び散っても怪我をしないためである。また、不測の事態において、直ちに容器弁を閉めることが出来るように、容器弁開閉ハンドルで操作する形（窒素ガスボンベに多い）のものは、ハンドルを容器に付けたままにしておくこと。

### (4) ヘリウムガス圧力調整器の取り外し

ボンベ側の容器弁を閉め、接続しているバルブを開いて圧力計が 0 MPa になるまでガスを放出する。次に、圧力調整用バルブを軽くなるまで左に回し、元に戻す。そして、接続しているバルブを閉じる。圧力調整器の袋ナットを 29 mm スパナで緩めて（回転方向は右回り）圧力調整器を取り外し、圧力調整器を所定の場所に格納する。

## 7. 主な液体ヘリウム容器の事故とその処置

### (1) 液体ヘリウム容器の汲み出し口の凍結（ブロック）

汲み出し口の栓が外れて開放されている場合に起こる事故である。軽度の凍結の場合は、前述したようにヘアードライヤーで温めるか、皮手袋を手にはめて、汲み出し口から顔を出来るだけ遠ざけて、軽く金属棒（銅棒）で上から突けばよい。完全に詰まった場合は危険なので、センター職員（寒剤担当者）に連絡して慎重に対処すること。そのまま放置すれば、内圧が高まりヘリウム容器が爆発する危険がある。

### (2) 汲み出し口とトラチューの凍結

トラチューを汲み出し口に差し込みトランスファーを行うが、その際、トラチューが凍結して動きがとれなくなる事故が起こる。この時、ドライヤーで暖めても取れない場合は、トラチューに機械的なショックを軽く与えることで外れる場合がある。それでもトラチューが外れない時は、液体ヘリウムを蒸発させてから、内部にヘリウムガスを吹き込んで容器を温めてから外す。このような事故を防ぐには、トラチューの水分を完全にドライヤーで除くことが重要である。

メッサーグリスハイム社製の容器がブロックした場合、頂部の KF フランジを外し、センターリング付ガラスエポキシ樹脂製の筒を取り出す。容器には仮のセンターリングを用いてフタをしておき、エポキシの筒をドライヤーで暖めて水分を除くとよい。

### (3) 真空槽の劣化

液体ヘリウムの蒸発が異常に多く、また容器の表面全体に水滴がついている場合は、真空の劣化が考えられるので、メーカーに修理を依頼すること。ヘリウム容器の真空槽を再排気することで、容器としての本来の性能が復活する。

### (4) ガラス製液体ヘリウム容器の場合

壊れ易いので最近あまり目につかなくなった。もし使用する時は、丁寧にあつかう事はもちろんだが、製作時に、上端周辺の数 cm の範囲に歪が多く残っているので、液体窒素および液体ヘリウムの充填は、ガラスデュワー瓶の高さの 8 割程度までとする。

フラスコ型の容器の場合は、液体の充填は、首（ネック）の下あたりまでとし、満杯にして溢れることのないようにする。

発行者 自然科学研究機構  
分子科学研究所 機器センター  
岡崎市明大寺町字西郷中 38  
TEL 0564-55-7471  
FAX 0564-55-7448

改訂 平成 20 年 4 月 1 日