

極低温装置を取り扱うにあたっての注意

序 論

本書では、株式会社サーマルブロックが提供する極低温システム使用時の危険を軽減するために役に立つ情報について解説しています。本書をお読みいただき、安全に装置使用を行って下さい。

適用範囲

本書では、主に液体ヘリウムと液体窒素の危険性、これらを使用する為の真空システムなどの危険性についてのべています。極低温装置は様々がありますので、それに付属するマニュアル等も参照下さい。

注 意

本書、及び各措置のオペレーションマニュアルの記述に注意し、従ってください。これらの資料はシステムの取り扱いに、必要不可欠であり、システムとともに保管してください。

本書では次のような警告表示・図記号を使用しています。内容を良く理解し安全にご使用下さい。



取り扱いを誤った場合、使用者が死亡または重傷をおう事があり、かつ緊迫度の度が高いもの。



取り扱いを誤った場合、使用者が死亡または重傷を可能性が想定されるもの。



取り扱いを誤った場合、使用者が傷害を負う事が想定されるか、または物的傷害の発生が想定されるもの。



強制：必ず実行する内容。



禁止：してはいけない内容。

1-1 はじめに

サーマルブロックは、安全性を考慮して極低温システムを設計・製造しておりますが、装置を使用する方は使用する冷媒等について十分な知識と危険性を理解する必要があります。

冷媒は全て潜在的な危険が伴うため、その物性を知っておくとは何故注意が必要なのかを理解する上でとても役に立ちます。液体ヘリウム (LHe) と液体窒素 (LN₂) は、毒性がなく不活性ガスであるため、他の冷媒よりも危険度が低い物質です。そのため経験が深い方でも時には危険性を忘れがちです。重大な事故が発生する事を防ぐためにも、正しい操作方法をトレーニングして下さい。

1-2 極低温装置を扱うにあたって、予期される危険



<凍傷>

液体ヘリウム、液体窒素は極低温のため、常に凍傷の危険性があります。これらの寒剤を使用する場合は、革手袋、防塵用眼鏡、防護服等を装着し操作を行ってください。特に寒剤が直接、目に入った場合最悪、失明する危険性があります。濡れた服は絶対に着ないでください。凍傷になる恐れがあります。



<窒息>

実験する研究室の十分な換気が必要です。仮に、クライオスタットの真空劣化等で寒剤が一時的に多量に蒸発した場合、窒息死する可能性があります。また液体ヘリウムは回収されるケースもありますが、回収ラインのトラブルで、実験中、知らぬ間に実験室に充満し窒息する場合があります。症状として、空気中の酸素濃度が低くなってきますと、何の前触れもなく意識を失う場合があります。また、前記しました様に、徐々に、酸素濃度が低くなってきますと、息切れ、どろき、判断力の低下が起こってきます。すこしでも、上のような症状が現れた場合、注意する必要があります。それらのトラブルを回避するため、十分な換気が必要です。また近くに酸素濃度計を設置する事も必要です。



<爆発の危険>

湿度が高く、クライオスタットの性能劣化等により、蒸発量が激しい場合、寒剤の出口が水分によって閉塞した場合、クライオスタットが爆発する危険性があります。
逆に、液体ヘリウム容器の様に蒸発量が非常に小さくなる様、設計された装置の場合でも出口を開放のまま放置した場合、水分を吸い込み閉塞する場合があります。
(絶対ではありませんが、ガスの出口に1m程度のホースを付けますと、緩和される場合があります)通常、クライオスタット・容器にはこれらのトラブルを防ぐ為、安全弁等の装置を付属しています。しかしながら、少しでも通常と違う振る舞いを発見した場合、注意が必要です。
仮に、閉塞を発見した場合、安全装置が働いている事を確認した後、閉塞した箇所をヒートアップするなどして、開放して下さい。
そのためには、使用する装置の構造と安全性を事前に十分把握しておく必要があります。



<感電>

寒剤を使用するクライオスタットはフランジ部に水滴がたまることがあります。特に電圧端子などは、トップフランジに施工される場合が多い為、感電する危険性があります。その他、高電圧ACラインの交換、装置改造等により感電する場合があります。ACラインを交換する場合、水分等が付着していないか、確認し、元ブレーカーを必ず切った上で、交換を行ってください。装置の改造はしないで下さい。



<装置移動>

大型装置を移動する場合、破損・振動による性能劣化等、トラブルが発生する場合があります。大型装置を移動する場合、弊社にお問い合わせ頂く事を推奨致します。
また、重量装置移動の場合、実験室床の耐荷重を事前に調査して下さい。



<作業>

単独作業は危険なので絶対にやめてください。 単独作業時、事故が起こった場合、極めて危険な状況になります。

上記のようなトラブルが発生した場合、速やかに実験を中止して下さい。 進行中の実験を最後まで終えようとするのは非常に危険です。さらなる危険を引き起こす可能性があります。

1-3 寒剤の取り扱い



<液体窒素>

液体窒素を使用する場合、下記に注意して下さい。

- ・液体窒素は暖かい物体にふれると、激しく沸騰し飛び散ります。クライオスタットの種によって液体窒素に直浸させるタイプもありますが、ゆっくり挿入し、飛び散らない様、注意します。パイプを入れ、パイプ先端から液が飛び出すポイントを計測し液量を算出する方法がありますが推奨致しません。液量は重量を計測し、換算して下さい。



- ・液体窒素保存容器は専用のものを使用して下さい。
- ・液体窒素容器は開放型容器が広く使用されていますが、空気に触れているため、空気中の酸素が表面に凝縮しやすくなります。長時間液体窒素容器を放置しますと、かなりの割合で液体窒素の中に、液体酸素が混入する場合があります。何かの可燃性物質が酸素を含んだ液体窒素とふれ合った場合、火災になる可能性があります。

それらを防ぐ為、あまり空気表面にふれさせないよう、蓋をかぶせて保管して下さい。

ただし、気密性がある蓋ではいけません。 気密性がある蓋を使用しますと、爆発する可能性があります。



- ・液体窒素容器の保持時間が短くなったと考えられる場合、真空断熱不良が考えられます。製造メーカーに連絡し、指示をあおいで下さい。
- ・液体窒素容器を誤って倒してしまい、大量の窒素がこぼれた場合、速やかに、その場所を離れて下さい。窒息死する可能性があります。



- ・自己加圧型液体窒素容器を使用する場合、(特に初めての場合) 操作手順を供給するガスメーカーまたは所属する低温関連装置の責任者によって、トレーニングを受けて下さい。

自己加圧容器は大型で、内圧が非常に高くなっていますので、取り扱いには十分はトレーニングと配慮が必要です。



- ・液体窒素の移送には適切な金属チューブを推奨致します。ポリエチレンやナイロン製チューブは使用できる場合もありますが、推奨はできません。使用すると決めた場合は安全な状態で入念にテストされた場合にのみ使用して下さい。



<液体ヘリウム>

液体ヘリウムは寒剤の中でもっとも低温です。そのため、取り扱いには特に注意が必要です。



- ・液体ヘリウム容器は専用のものを使用して下さい。
- ・液体ヘリウムは専用のトランスファーチューブを使用しないと移送できません。



・運搬直後のヘリウム容器は内圧が非常に高くなっている場合があります。圧力をブローさせる場合、容器に設置されている、バルブを開きますが、ゆっくりと開きます。

(回収させている場合でも) 急激に開いた場合、多量の低温ヘリウムガスが放出され大変危険です。

- ・液体ヘリウム輸送管（トランスファーチューブ）を挿入する場合、ゆっくりと挿入します。
- ・液体ヘリウムは蒸発潜熱が小さい為、少しの熱を加えても、すぐに蒸発します。



・液体ヘリウム容器使用後は回収ラインに接続し保管するか、低圧安全弁を使用し、若干内圧を高めた状態で保管して下さい。回収しないヘリウム容器は常に微量のヘリウムガスを空气中に放出していますので、換気の良い場所で保管して下さい。



・液体ヘリウムをクライオスタットに移送している場合、多くのクライオスタットのヘリウムガス出口は低温状態になり凍結を起こします。非常に消費量が激しい場合、その部分で空気が液化します。

液体空気は非常に発火性が高い為、非常に危険です。 これらを防ぐ為、急激な移送を行わない事と配管に簡易断熱材を施工するなどの方法が有効です。

- ・液体窒素シールド型容器（小型容器に場合が多い）は液体ヘリウムが入った状態では、液体窒素の蒸発量が非常に少なくなるため、閉塞しない様、注意します。（低圧安全弁を付ける事も有効）
- 又、液体窒素シールド型容器は蒸発量を小さくするため、挿入径が小さい（パイプが細い）場合があります。操作方法が悪い場合、パイプ中で水または窒素によって閉塞してしまうケースがありますので注意が必要です。それを防ぐ為、低圧安全弁を使用するか、微量流量計をつけ、閉塞していないことを毎日確認します。

閉塞した場合、速やかに製造メーカーに連絡し、指示を仰ぎます。 液体ヘリウムを使用する場合出来るだけ、日中に行う事を推奨致します。（夜中にトラブルが起こっても、多くの製造メーカーは対応出来ません）



<その他の危寒剤>

下記の寒剤はまれに使用される場合がありますが、弊社では取り扱っておりません。

- ・液体酸素（活性で、非常に危険、有機物接触で爆発の危険性あり）
- ・液体水素（活性で、危険、操作ミスで爆発の危険性あり）
- ・液化アルゴン（不活性、高価 沸点が87 Kの為、液体窒素でカバー）
- ・液化ネオン（不活性、高価 沸点27.1 K。温度定点として利用可能）

1-4 関連装置



<真空ポンプ>

ロータリーポンプの出口は健康を害する蒸気を発生します。ポンプからの排気ガスは研究室から逃がすよう配管してください。



<真空容器>

長期にわたって動作している場合、まれに小さな空気漏れを見落とすことがあります。真空の空間に漏れた空気は、低温表面で凍りやすく、また吸着ポンプ効果によって吸入されやす

くなります。実験が終了しクライオスタットを温度上昇させた場合、吸着していたガスが膨張し、クライオスタットを破壊する場合があります。また、液体窒素槽、液体ヘリウム槽にリークが発生した場合、真空断熱槽に流れ込み、急激に膨張し、真空槽を破壊することがあります。そのため、弊社では、各槽に安全弁を取り付け、破壊を最小限にする様、装置設計をしています。



むやみに、それら安全弁等を取り外したりしないで下さい。



< 高圧ボンベ >

- ・ 固定物にボンベを鎖でつなぐか、特別に設計した手押し車に入れて保管してください。
- ・ 承認された減圧弁を必ず使用してください。

高圧ボンベは文字通り、(15 MPa (150気圧)) 高圧ガスが封じ込まれています。過去の事故で減圧弁を使用せず、高圧ボンベから直接ガスを入れ容器が爆発する人身事故が発生しています。必ず、適切な減圧弁を使用して下さい。



1-5 応急手当

事故が発生した場合、下記の要領で応急処置を行って下さい。

目や肌に寒剤が触れた場合、大量の冷水または生温かい水で速やかに触れた箇所を洗ってください。損傷を受けた箇所は温水や乾燥した熱風は絶対にあてないでください。その後医師の診断を受けて下さい。また目に入った場合には直ちに医師の診察を受けてください。

他の者が窒息によって、めまいや意識を失っている場合には、次の対策を講じてください

- ・ 自分が安全な状態であることを確認してください。
- ・ 直ちに医師・他の人々に助けを求めてください。
- ・ 安全であると判断した場合は、十分に換気された場所に移動してください。
- ・ 必要な場合は、人工呼吸や蘇生法を施してください。

1-6 寒剤の物性値

	窒素	ヘリウム
沸点[K]	77.3	4.2
分子数	28.016	4.003
沸点での気体密度[g/cc]	0.808	0.125
沸点での蒸発潜熱[J/K]	198	20.9
気体容積比(273K)	644	699
液体の色	無色	無色
ガスの色	無色	無色
におい	無臭	無臭
可燃性	不活性	不活性