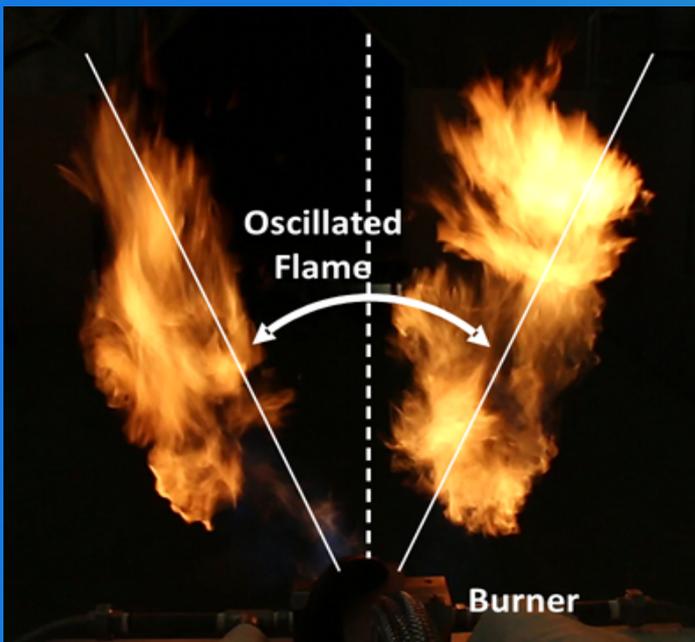


大陽日酸技報

TAIYO NIPPON SAN SO Technical Report

No.35(2016)



対流伝熱型
酸素富化バーナ

最新型小型
スペースチャンバー



大陽日酸技報 No. 35(2016)

2017年2月発行

<目次>

■技術報告

自励振動を利用した対流伝熱型酸素富化バーナの開発 p1

■技術紹介

温度可変ヘリウム液化冷凍設備 p8

超臨界流体クロマトグラフによる油分分析 p10

PET ガン診断薬原料「水-¹⁸O」製造プラント3号機 p13

ITER用超臨界ヘリウム循環ポンプの試験設備 p15

■商品紹介

温度履歴統合管理システム「CryoLibrary iMaster®」 p18

プラズマ溶接システム「サンアーク®プラズママイスター」 p19

凍結保存容器用 新型液面センサおよびコントローラ p20

「新型レベルマスター(型式:CLLC-7)」
最新型小型スペースチャンバー p22

■特許紹介

最近公開された出願特許 p23

技術報告

自励振動を利用した対流伝熱型酸素富化バーナの開発

Development of Convective Heat Transfer-Type Oxy-Enriched Burner Using Self-Induced Oscillation

斉藤 岳志* 清野 尚樹* 山本 康之* 萩原 義之*
SAITO Takeshi SEINO Naoki YAMAMOTO Yasuyuki HAGIHARA Yoshiyuki

幅広い加熱面積を有し、均一加熱が可能な新しい対流伝熱型酸素富化バーナ（自励振動バーナ）を開発した。本バーナは、自励振動現象を利用することで、機械的な可動部を必要とせずに火炎向きが周期的に変化する、画期的な機能を備える。筆者らは、自励振動バーナのノズル構造の検討を行い、火炎開き角 60° まで安定に振動可能なノズル構造を見出した。さらに、本バーナと従来型バーナとで対流伝熱特性を比較した結果、従来と比較し 2 倍程度の面積を均一に加熱できることを確認した。

We have developed a new convective heat transfer-type oxy-enriched burner, which can operate wide area and uniform heating. The burner can alter flame direction using self-induced oscillation phenomenon, without mechanical moving parts. With actual experiments, we found and decided a suitable nozzle framework for stable self-oscillation up until 60 degree angle of flame. Besides, we confirmed that the new burner has heating area almost double compared to the conventional burner.

1. はじめに

昨今の燃料価格の高騰に伴い、各分野において省エネルギー化によるコスト削減が求められている。特に鉄鋼業界といった大量のエネルギーを使用する分野において、省エネルギー化へのニーズは大きい。

このニーズに応える技術として、酸素燃焼技術が挙げられる。支燃性ガスに純酸素あるいは酸素富化空気を用いることで、高温の燃焼火炎による伝熱効率の向上、および排ガス量の低減によるエネルギー利用効率を高めることが期待でき、燃料費の削減が可能となる^{1,2)}。

当社では酸素燃焼技術を利用し、溶解炉向け多機能酸素バーナ「SCOPE-JET[®]」、加熱炉・取鍋向け低 NO_x 酸素富化バーナ「Innova-Jet[®]」等の、電炉業界向け商材の開発、上市を行ってきた^{3,4)}。Fig.1 に、電炉鋼の製造プロセスへの当社商材の展開状況を示す。現在、溶解（電炉）、取鍋予熱、加熱炉向けのアプリケーションは有しており、残りは連続鋳造のみである。このプロセスへ提案可能な技術開発を行うことで、同市場への総合提案が可能となる。

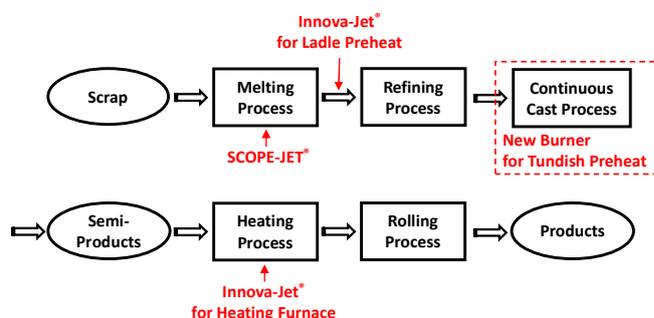


Fig.1 Development of our products to EAF process.

連続鋳造プロセスにおいては、Fig.2 に示すタンディッシュが用いられる。具体的には、水平方向に広い面積を持つ一方で垂直方向に浅いといった構造的特徴を持つ、耐火物製の注湯用容器が用いられる。そのため Fig.3 に示すように、従来型のストレート火炎を形成する、加熱面積の狭い対流伝熱型バーナでは底部に局所加熱を生じるために、高熱負荷により耐火物の寿命低下が問題となる。

そこで本報告では、自励振動現象を利用することで振動火炎を形成し、広範囲の均一加熱を可能とするタンディッシュ向け新規対流伝熱型バーナを開発したので、その詳細について報告する。

* 開発・エンジニアリング本部 ガスアブセンター 開発二課

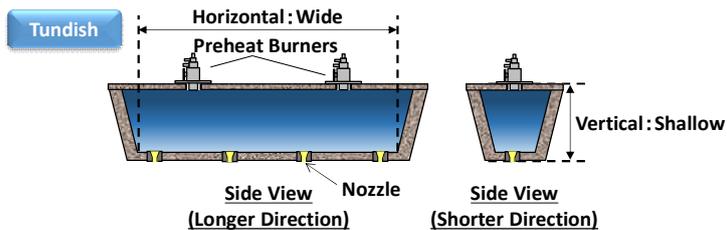


Fig.2 Structural feature of tundish.

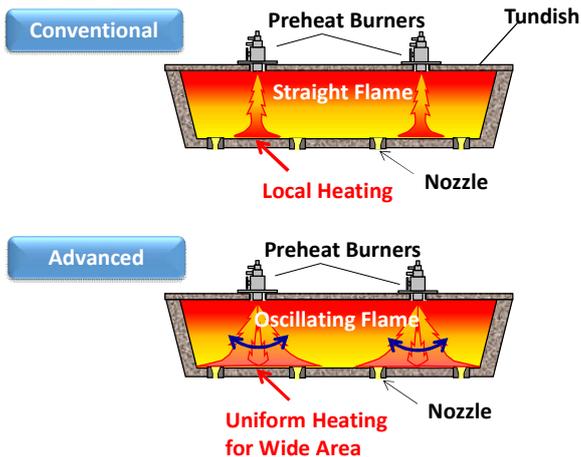


Fig.3 Difference of flame between conventional burner and advanced burner.

2. 試験概要

2.1 自励振動現象

Fig.4 に、自励振動を生じるノズル構造と、振動時の噴流両端での圧力変動の様子を示す。ノズルはガス噴出口、下流側に向かい扇状に広がるスロート、およびガス噴出口とスロートの間の両側を連結する連結管とから構成される。

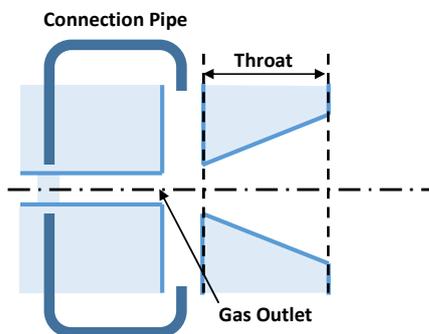


Fig.4 Structure of self-induced oscillation burner nozzle.

ガスは噴出口より出た後、コアンダ効果（噴流のもつ粘性によって、噴流が壁面へ付着する現象）により一方のスロート壁に付着する (Fig.5 (A))。この際、噴流の

両端には圧力差 (= $P_L - P_R$) が生じ (Fig.5 下段)、対応するガス流れが連結管内に生じる。このガス流れは噴流両端の圧力差を減少させるように働き、やがて圧力差がゼロとなった際に噴流はスロート壁を離れ、他方の壁面へと付着する (Fig. 5 (B))。この変化が連続的に生じることで、噴流向きが周期的に変化する^{5,6)}。

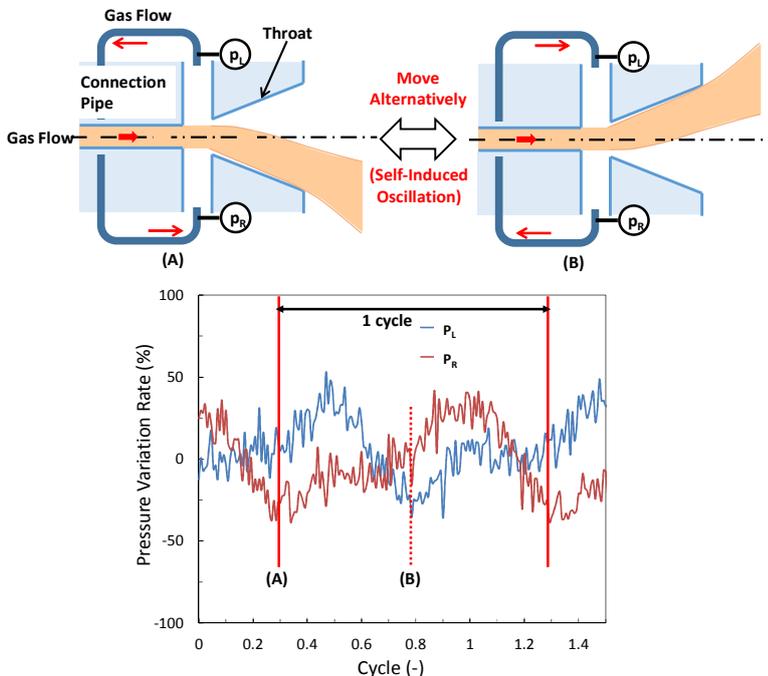


Fig.5 Pressure variation in oscillating.

この自励振動現象をバーナに応用することで、燃料ガス向きを周期的に変化させ、火炎向きを周期的に変化することが可能となる。これにより、火炎形成領域が広がり、従来型のバーナでは困難であった幅広い加熱面積を達成できるとともに、振動に伴うガス攪拌効果による均一加熱が期待できる。また、自励振動は機械的な駆動部を必要としないため、シンプルなバーナ構造とすることが可能である。

2.2 試験用バーナ

タンディッシュ加熱用バーナに要求される性能としては、

- ・ 非水冷構造
- ・ 広範囲に均一な伝熱分布
- ・ 従来と同程度の伝熱効率

が挙げられる。自励振動現象に関する基礎的な技術報告はあるものの、同現象を燃焼機器に応用した例は無く、安定に自励振動を生じるノズル構造は不明瞭であった。バーナへの応用にあたり、振動する噴流が燃焼する際に自励振動を可能とするノズル構造の見極めが必要と考

えた。そこで、Fig. 6 に示す各パラメータ (L_1 , L_2 , T , α) による影響を調べた。

タンディッシュの予熱においては、安全性の面から非水冷構造が求められる。そこで、非水冷においても連続運転が可能なバーナ構造を検討した。また、従来のバーナとの比較により、伝熱分布と伝熱効率の評価を行った。

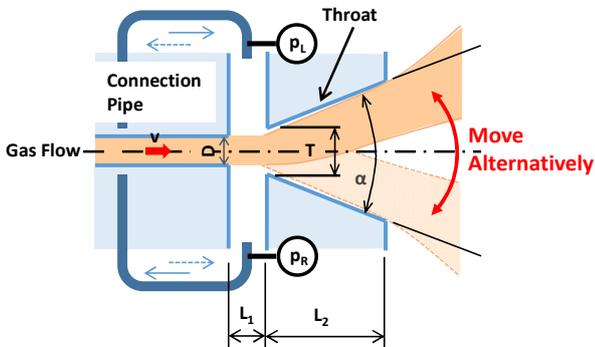


Fig.6 Parameters of self-induced oscillation burner nozzle.

本試験においては、Fig.7 の構造のバーナを用い、燃料噴流を振動させる構造とした。また、燃料噴流を左右方向（一次酸化剤）および上下方向（二次酸化剤）から挟み込むよう酸化剤を噴出し、燃料と酸化剤との混合効率を高めるとともに、火炎リフトの抑制を狙った。性能比較用として、多重管構造の従来型バーナを用いた。各バーナにおけるガス流量・流速設計条件を Table 1 に示す。なお、酸化剤は 40 %酸素富化空気として設計している。

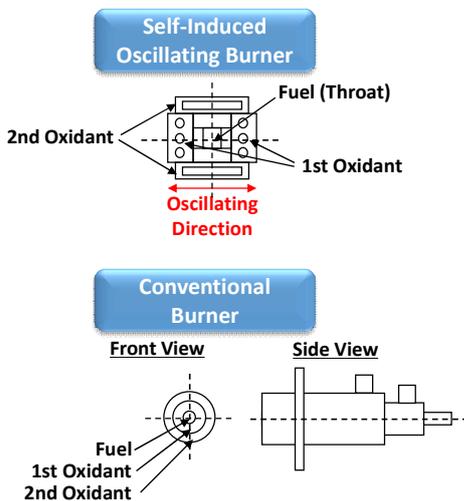


Fig.7 Front view of conventional burner and self-induced oscillating burner.

Table 1 Rated gas flow rate of each burner

Burner	Gas Volume / Gas Velocity* [Nm ³ /h] / [-]		
	Fuel	1 st Oxidant	2 nd Oxidant
Conventional	8/1.0	42/1.0	63/1.0
Oscillation (used for nozzle parameter)	18/1.0	63/1.0	42/0.8
Oscillation (used for heat transfer)	8/1.0	63/1.3	42/1.0

* Gas velocity is shown in the ratio compared with the conventional burner.

2.3 試験条件

【ノズル構造の評価】

燃料として LPG を使い、定格条件にて酸化剤流量を固定した状態で、燃料流量のみを変化させ、Table 2 に示す各パラメータの影響を確認した。評価項目としては、

- ・ 自励振動の安定性
- ・ 振動周波数 f
- ・ 燃焼状態

の 3 点とした。安定性の評価については、ノズル近傍の連結管両端での圧力 P_L , P_R を測定し、その変動が Fig.5 に示すように周期的であり、火炎がスロート内で局在化せず振動を続ける状態を安定と判断した。振動周波数 f については、ノズル近傍の連結管両端での圧力 P_L , P_R の変動より 1 周期に要する時間 τ を導出し、 $f=1/\tau$ より算出した。

Table 2 Standards of each parameter.

Parameter	Value
L_1^{**}	$2D$
L_2^{**}	$6D$
T^{**}	$(1 + 0.54L_1)D$
α	30°

** Each parameters are designed based on gas outlet width “D”.

【伝熱特性の評価】

バーナの伝熱特性の評価は、水冷伝熱盤を用いた。評価に際しては、自励振動バーナのノズル各パラメータおよび酸化剤吹き込み方式の影響を見極めた。

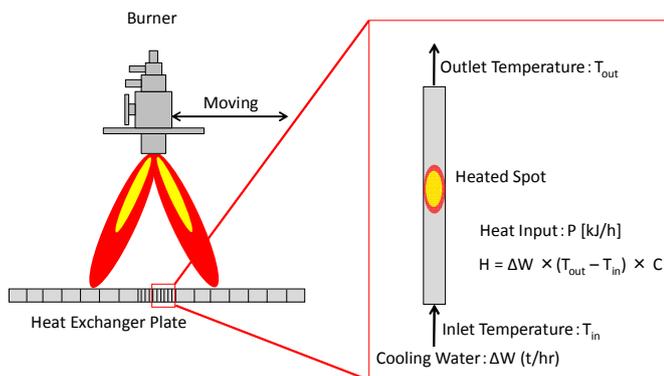


Fig. 8 Basis for measurement of heat transfer.

Fig.8 に、対流伝熱測定の実験原理を示す。細分化された伝熱盤に対し、所定量 ΔW の冷却水を通水しておく。ここで、伝熱盤の 1 区間への入熱量を H とすると、冷却水の入口温度 T_{in} 、出口温度 T_{out} 、水の比熱 C とを用いて

$$H = \Delta W \times (T_{out} - T_{in}) \times C$$

と表せるため、 ΔW 、 T_{in} 、 T_{out} を測定することで 1 区間への入熱量を導出できる。また図のようにバーナを可動することで、バーナ中心軸と測定部との距離を変化し、火炎振動方向への伝熱量分布を測定した。

3. 試験結果および考察

3.1 ノズル構造の評価

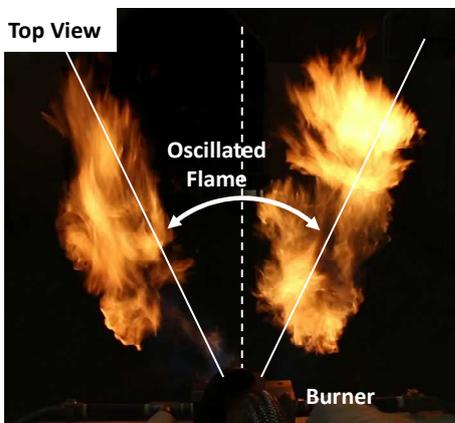


Fig.9 Flame of self-induced oscillation burner.

Fig.4 に示すノズル構造の自励振動バーナを用い大気燃焼試験を実施したところ、Fig.9 のようにスロートに沿って火炎が振動する様子が確認できた（振動火炎）。

本開発においては、バーナを非水冷構造とする必要がある。従って、ノズルの過熱防止のために、火炎がノズル内で局在化しない状態が好ましい。そこで、自励振動の安定化に影響するパラメータの見極めを実施した。

(1) 燃料吹出口ースロート入口間距離： L_1

L_1 を $D \sim 4D$ の範囲で変化させ、噴流のスロート壁へ

の付着力 F_a と、連結管からの剥離力 F_d とのバランスを変化させ、自励振動への影響を調べた。

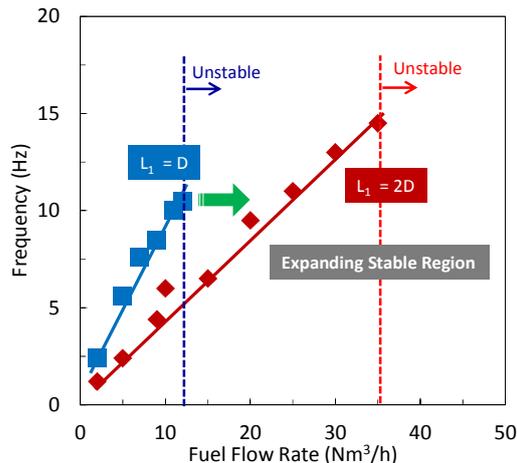


Fig.10 Relationship between fuel flow rate and frequency.

Fig.10 に、燃料流量と振動周波数との関係を示す。燃料流量の増加に伴い、振動周波数は線形的に増加する。これは燃料噴流速度の増加により、噴流による連結管内からの同伴ガス量が増加し、噴流両端の圧力差を解消するのに要する時間が短くなり、これに伴って振動周波数が増加したものと考える。

また、 L_1 を D から $2D$ に延長することで、安定な自励振動範囲が拡大することがわかった。 L_1 の増加に伴い T が増加し、バーナ中心軸とスロートとの距離は離れていくが、これに伴い F_a は小さくなると思われる。ここで自励振動の安定化には、 F_a と F_d の乖離が小さいことが好ましいと思われる。 $L_1=2D$ とすることで、広い流量範囲にわたって F_a と F_d とが適切な範囲でバランスしたために、安定範囲が拡大したと考える。

加えて、同じ燃料流速においても、 $L_1=2D$ の方が、自励振動数が小さい傾向がみられた。これは T の増加によりスロート壁間距離が離れ、噴流が他方の壁面まで移動する時間が長くなるため、これが振動周波数の低下として現れたと考える。以上より、 L_1 の調整により振動周波数が制御できることが示唆された。

なお、 $L_1 \geq 3D$ とした場合は振動を生じなかったため、以降は $L_1=2D$ を最適値とした。

(2) スロート入口幅： T

L_1 の検討において、スロート壁間の距離が自励振動に大きく影響することが示唆された。そこで T を $1.5D \sim 2.3D$ の範囲で変化させ、自励振動への影響を調べた。

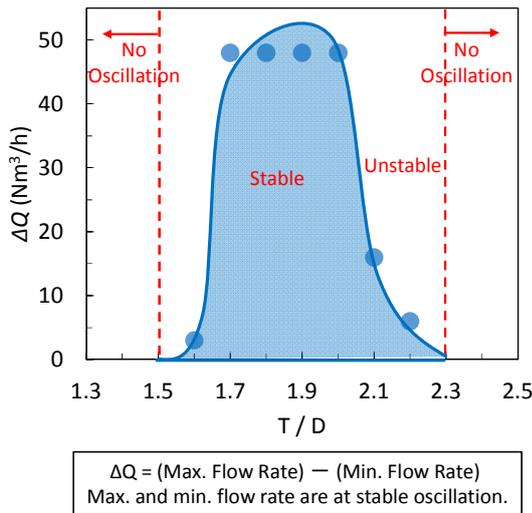


Fig.11 Relationship between T and ΔQ .

Fig.11 に、T と安定流量範囲 ΔQ との関係を示す。 $T=1.9D$ 付近を中心に ΔQ はほぼ左右対称に低下し、 $T<1.6D$ 、 $T>2.2D$ では自励振動が生じないことがわかった。 $T>2.2D$ において自励振動が生じない理由は、 L_1 の検討において述べた通りであり、 $F_a \ll F_d$ となるため自励振動が生じないと考える。逆に $T<1.6D$ と T を狭めた場合は、スロート壁と噴流の距離が狭まることで付着力が増し、 $F_a \gg F_d$ となり自励振動が生じないと考える。すなわち、 F_a と F_d とを適切にバランスさせる、T の至適値が存在することがわかった。

(3) スロート開き角度： α

α を $30 \sim 60^\circ$ の範囲で変化させ、噴流の振動角度を変化させることでの、燃焼状態への影響を調べた。

全ての α において、同程度のターンダウン比において安定な振動火炎が生じることを確認した。また Fig.9 に示すように、火炎開き角がおおよそ α と同程度となることを確認した。すなわち、 α を変えることで、任意の開き角をもった振動火炎が用途に応じ形成可能と考える。

3.2 対流伝熱特性の評価

振動火炎の燃焼状態が対流伝熱特性に与える影響について、水冷伝熱盤での測定結果を示す。

(1) 火炎開き角度

スロート開き角 $\alpha=30^\circ$ 、 60° における対流伝熱特性について比較を行った。

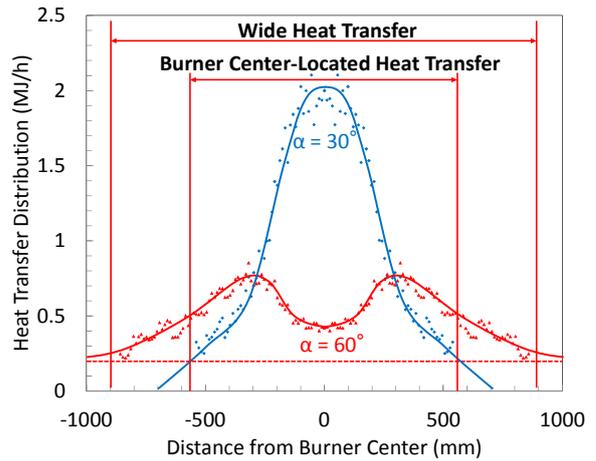


Fig.12 Effect of α on heat transfer distribution.

Table 3 Effect of α on heat transfer efficiency.

α (deg.)	Heat Transfer Efficiency (%)
30	17.1
60	17.0

α が異なる場合の伝熱分布の違いを、Fig.12 に示す。 $\alpha=30^\circ$ ではバーナ中心近傍に局所的な伝熱量分布がみられ、 $\alpha=60^\circ$ とすることで、伝熱分布がより大きくなることを確認した。両者の伝熱効率は Table 3 よりほぼ同程度であるため、火炎開き角の増加により、同じ熱量をより広範囲に均一に伝熱できたと考える。

(2) 酸化剤吹き込み比： β

$$\beta =$$

(一次酸化剤量) / (一次酸化剤量 + 二次酸化剤量) により β を定義し、 β を $0.4 \sim 0.8$ で変化させた際の対流伝熱特性を見極めた。

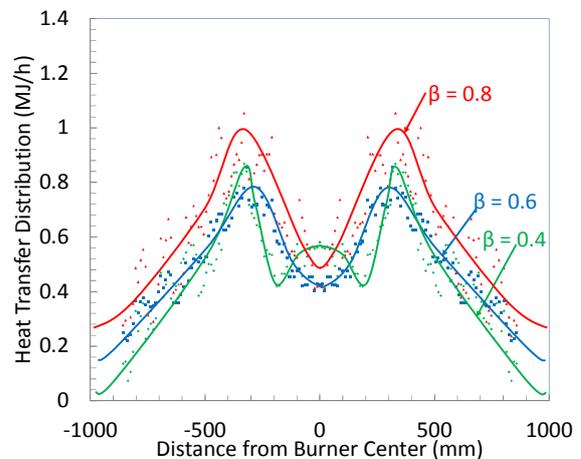


Fig.13 Effect of β on heat transfer distribution.

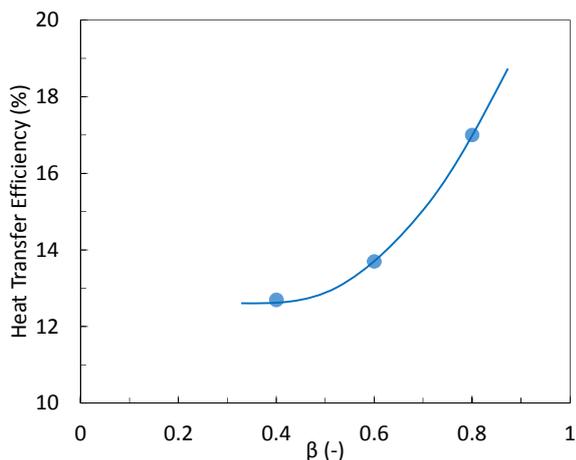


Fig. 14 Effect of β on heat transfer efficiency.

Fig.13 に、 β の異なる場合での伝熱量分布を、Fig.14 に、 β の異なる場合での伝熱効率を、それぞれ示す。 β の増加により、伝熱面積を変えることなく、伝熱量を増加できた。

β を増加すると、燃料噴流の振動方向に向かう酸化剤量の割合が多くなるため、火炎が最大振幅をとる付近で完全燃焼を生じるが、 β が小さい場合、燃料噴流を上下から挟み込む酸化剤量の割合が多くなるため、燃料噴流の少ないバーナ中心軸近傍では混合が良好なもの、火炎の最大振幅付近での混合が不完全となり、不完全燃焼となり伝熱効率が低くなると考える。

(3) 従来型バーナとの比較

$L_1 = 2D$, $T = 1.9D$, $\alpha = 60^\circ$, $\beta = 0.8$ とし、対流伝熱特性について適正化を行った自励振動バーナについて、従来型のストレート火炎を形成するバーナとの比較を行った。

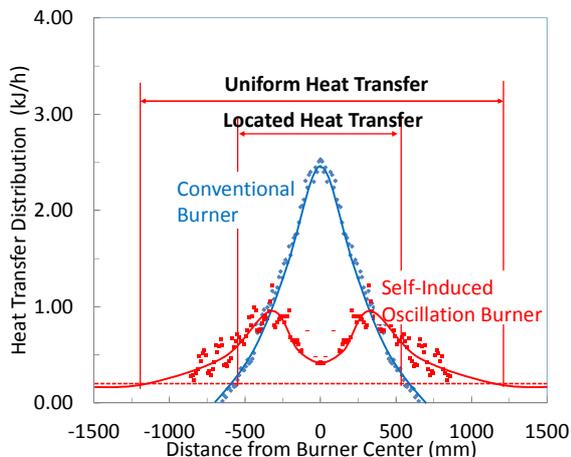


Fig. 15 Effect of burner type on heat transfer distribution.

Table 4 Effect of burner type on heat transfer efficiency.

Burner	Heat Transfer Efficiency (%)
Conventional	16.9
Oscillating	17.0

Fig.15 に、従来型バーナおよび自励振動バーナの伝熱量分布を示す。従来型バーナはバーナ中心に局所的な伝熱量分布を持つものに対し、自励振動バーナは広範囲に均一な伝熱量分布を有しており、伝熱面積は従来型と比較しおおよそ 2 倍となっていることが確認された。また Table 4 に示すように、対流伝熱効率の優れた従来型バーナと比較しても、自励振動バーナは同程度の伝熱効率を有することがわかった。

4. まとめ

本試験において、以下の結果を得た。

- (1) 自励振動現象を酸素富化バーナに適用し、機械的な機構を持つことなく火炎を振動させるバーナを開発した。
- (2) ノズルパラメータについて、 L_1 を増加することで自励振動可能な流量範囲が広がり、 L_1 に応じて T を適切な範囲とすることで、自励振動の安定化が可能であることを確認した。これにより、火炎開き角 60° まで安定に振動可能な自励振動バーナの設計を確立した。
- (3) 火炎開き角と酸化剤吹き込み方式の適正化により、自励振動バーナの対流伝熱効率を向上できることを確認し、これらを最適化した自励振動バーナにおいて、従来型バーナと比較し 2 倍程度の面積を均一加熱することが可能であることを確認した。

参考文献

- 1) 諏訪俊雄, 小林伸明, 三宅新一. 酸素燃焼技術とその展望. 工業加熱, 2002, 39 (3), p3-12.
- 2) 大原清司. 酸素による燃焼の技術. 工業加熱, 2002, 39 (3), p13-18.
- 3) 五十嵐弘, 阿部智信, 三宅新一. 高速酸素バーナーランス (SCOPE-JET) の開発. 日本酸素技報, 2003, 22, p7-12.
- 4) 羽路智之, 飯野公夫, 萩原義之, 山本康之. 超低 NOx 酸素富化燃焼システム「Innova-Jet」. 大陽日酸技報, 2011, 30, p1-6.
- 5) 高曾徹, 河口真也, 北条正弘, 速水洋. フリップフロップノズル噴流の自励振動. 航空宇宙学会・流体力学学会, 第 32 回流体力学講演会, 2000.
- 6) Cengiz Camci, Frank Herr. Forced Convection Heat Transfer Enhancement Using a Self-Oscillating Impinging Planar Jet. Journal of Heat Transfer, 2002, 124, p770-782.
- 7) N・ラジャラトナム, 野村安正. 噴流. 森北出版, 1981.
- 8) 吉田邦夫, 仲町一郎, 庄司不二雄. ガス燃焼の理論と実際. 省エネルギーセンター, 1992.

記号一覧

P_L, P_R	連結管両端圧力
D	燃料ガス吹出口幅
L_1	燃料吹出口-スロート入口間距離
L_2	スロート長さ
T	スロート入口幅
α	スロート開き角
β	酸化剤吹き込み比
f	振動周波数
F_a	噴流のスロート壁への付着力
F_d	噴流の連結管からの剥離力
ΔQ	自励振動燃焼の安定流量範囲
H	伝熱盤 1 区間への入熱量
ΔW	伝熱盤 1 区間への入水量
T_{out}	伝熱盤 1 区間の出口水温度
T_{in}	伝熱盤 1 区間の入口水温度
C	水の比熱

技術紹介

温度可変ヘリウム液化冷凍設備

Variable Temperature Helium Liquefier/Refrigerator System

熊木 卓也* 檜垣 春弘* 撫原 浩嗣**
 KUMAKI Takuya HIGAKI Haruhiro NADEHARA Kouji

1. はじめに

核融合科学研究所 (National Institute for Fusion Science, 以下「NIFS」と略す) では、主として大型超伝導機器の研究および試験と旧設備の老朽化のため、ヘリウム液化冷凍設備を更新した。更新後は、旧設備と同様にヘリウム液化能力として 250 L/h 以上、4.5 K での冷凍能力 600 W 以上、4.5 K 以下の超臨界ヘリウム循環能力 50 g/s 以上の能力を有することが要求された。さらには、4.5 K レベルでの液化冷凍能力に加え、高温超伝導体や MgB₂ などのマグネット応用に関する開発研究のため、4.5~300 K の任意の温度に設定されたヘリウムガスを寒冷として供給できることも新たに要求された^{1,2)}。

当社は 2015 年に、これらのヘリウム液化冷凍能力についての要求を一つのコールドボックス内で満たした、温度可変ヘリウム液化冷凍設備 (以下「本設備」と略す) を構築し NIFS に納入した。本設備では、ヘリウムガス循環圧縮機、コールドボックスおよび制御システムを更新し、他方、バッファタンク、液体ヘリウム貯槽、液体窒素貯槽およびヘリウムガス回収・精製装置は旧設備を再利用している。

2. 設備の概要

2.1 設備の構成

本設備のコールドボックス周辺概略系統を図 1 に示す。コールドボックス (Linde Kryotechnik 社製) は、膨張タービン 2 台を備えたクロードサイクル型液化冷凍機であり、熱交換器 (図 1 HX1~HX5) および不純物除去のための 20 K・80 K 吸着器が設置されている。本設備の特徴として、旧設備では寒冷発生用と超臨界ヘリウム発生用に分かれていたコールドボックスを、気液分離器 (図 1 (2)) に 4.5 K 以下の超臨界ヘリウムが発生可能な熱交換コイルを内蔵することで一つのコールドボックス内に収めている。さらに、任意の温度のヘリウムガスを生成するため、各温度レベルに対応した供給弁 (図 1: V1~V5) を設置し、それらからのヘリウムガスを混合することで 4.5~300 K のヘリウムガスを実験設備に供給できる機能

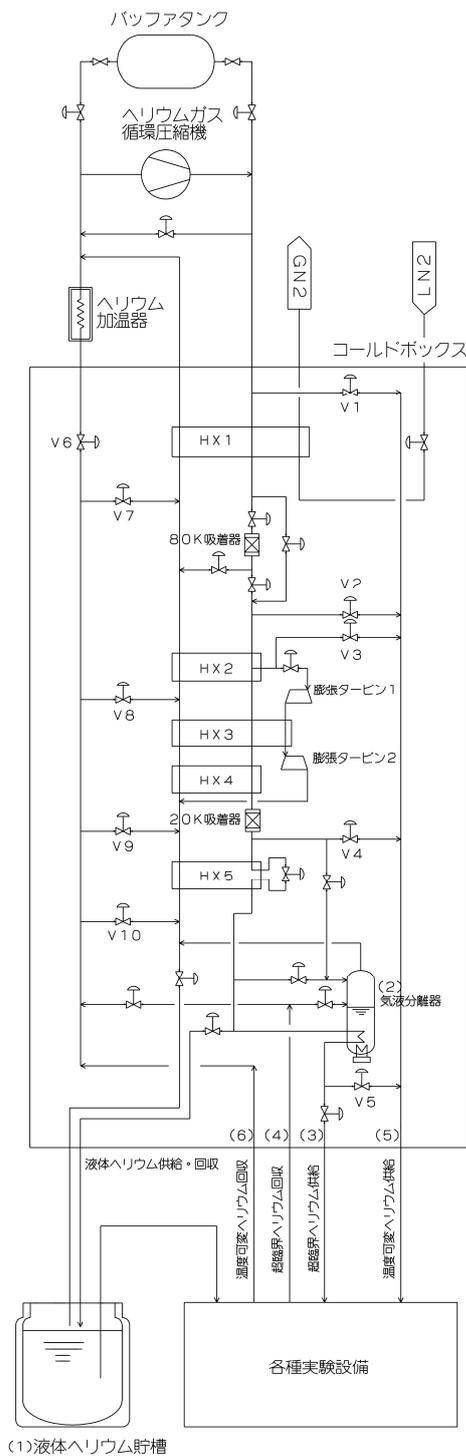


図 1 本設備の概略系統 (コールドボックス周辺)

* オンサイト・プラント事業本部 PEC SCE プロジェクト部

** オンサイト・プラント事業本部 プラント事業部 SCE 営業部

を有する。従って、液体ヘリウムのみならず超臨界ヘリウムおよび温度可変ヘリウムガスを一つのコールドボックスで供給することが可能となり、設備の省スペース化も図られた。実験設備から戻されたヘリウムガスは、その温度に応じて回収弁（図1 V6～V10）より熱交換器またはヘリウム加温器側に回収され、常温に戻された後再び系内を循環する。

ヘリウムガス循環圧縮機（Kaeser Kompressoren 社製）は、油噴射型スクリー圧縮機であり、循環流量 101.7 g/s、吐出圧力 0.95 MPa である。圧縮機の消費電力は更新前の 450 kW から 239 kW と約 47 %削減され、旧設備と同等以上の性能でありながら大幅な省電力化が図られている³⁾。

2.2 制御システム

本設備の制御システムには、当社開発のデジタル計装システムを採用した。図2にシステム構成を示す。

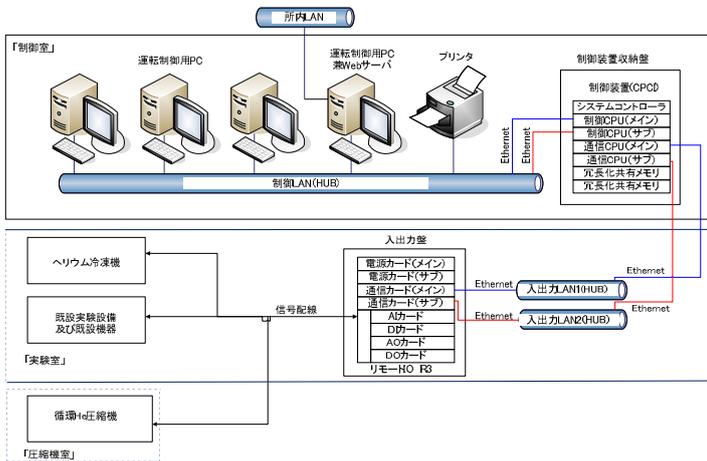


図2 システム構成図

制御コントローラには、産業用コンピュータの標準バス規格の一種であるコンパクト PCI システムを採用し、制御 CPU や入出力機器との通信部を二重化して信頼性を向上させている。

設備状況の監視や運転操作、データ収集を行う SCADA (Supervisory Control and Data Acquisition) システムには当社開発の HITS (Human Interface Tool System) を採用し、マルチ画面表示や構内 LAN を経由した Web 監視も可能である。

入出力機器は、コールドボックス近傍に設けた入出力盤内に収納し、制御コントローラは、HITS のインストールされた運転作用 PC とともに約 50 m 離れた空調設備のある制御室に設置している。入出力機器と制御コントローラは Ethernet で接続することにより省配線化、信頼性向上を図っている。

2.3 性能確認試験

本設備を設置後、性能確認試験を実施した³⁾。本設備の仕様値および性能確認試験結果を表1に示す。

ヘリウム液化量は、液体ヘリウム貯槽（図1(1)）の液面上昇により測定し 278.9 L/h の性能を確認した。4.5 K 冷凍能力は、気液分離器（図1(2)）のヘリウム液面を一定に保つようにヒーター制御し、670 W の性能を確認した。超臨界ヘリウム冷凍能力は、超臨界ヘリウム供給・回収ポート（図1(3) および(4)）に試験用ヒーターを設置し、407 W、供給温度 4.42 K (0.79 MPa)、流量 51.3 g/s の性能を確認した。また、同図(5)、(6)の温度可変ヘリウム供給・回収ポート（図1(5) および(6)）にも試験用ヒーターを設置し、各温度レベルからのヘリウムを混合することで 20 K および 40 K に制御されたヘリウムを生成・供給し、それぞれ 1085 W (流量 24.8 g/s) および 1603 W (流量 33 g/s) の冷凍能力を有することを確認した。

表1 本設備のヘリウム液化冷凍能力

項目	仕様値	試験結果
ヘリウム液化能力	250 L/h 以上	278.9 L/h
4.5 K 冷凍能力	600 W 以上	670 W
超臨界ヘリウム冷凍能力	350 W, 50 g/s 以上	407 W, 51.3 g/s
冷凍能力	供給温度 4.5 K 以下	供給温度 4.42 K
20 K 冷凍能力	1000 W, 18 g/s 以上	1085 W, 24.8 g/s
40 K 冷凍能力	1500 W, 20 g/s 以上	1603 W, 33 g/s

3. まとめ

超伝導マグネットを中心とした多様な実験に対応できる様、液体ヘリウムを含め幅広い温度のヘリウムガスが供給可能なコールドボックスを含む設備を構築し、NIFS に納入した。性能確認試験において、本設備が仕様値以上の能力を提供できることを確認した。

本設備を利用することで、超伝導マグネットを利用した核融合や加速器の将来的な技術開発につながることが期待される。

参考文献

- 1) 三戸利行 他. 大型超伝導実験用温度可変低温設備, 低温工学・超電導学会講演概要集, 2014, 90, p129.
- 2) 岩本晃史 他. NIFS 液化冷凍設備の更新と実験設備の増設, 低温工学・超電導学会講演概要集, 2015, 91, p32.
- 3) S. Hamaguchi *et al.*, Commissioning Test Results of Variable Temperature Helium Refrigerator/Liquefier for NIFS Superconducting Magnet Test Facility, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 2016, Vol.26 Issue3, Article# 9500404

技術紹介

超臨界流体クロマトグラフによる油分分析

Oil Analysis by Supercriticalfluid Chromatography

上村 隆裕*

TAKAHIRO Kamimura

櫻井 勇斗**

HAYATO Sakurai

1. はじめに

技術本部 分析技術センターでは、大陽日酸グループ各事業所で製造された圧縮ガスや液化ガスの品質管理を目的として、ガス中の油分分析を行っている。

試料ガスをサンプリングする際は、複数の方法から、最適なものが選択される。圧縮ガス中の油分を分析する場合は、試料ガスを吸着剤に流通させ、吸着した油分を抽出溶媒で回収する。液化ガスの場合は、試料をステンレスペール缶に採取し、蒸発後の残渣を抽出溶媒で回収する方法と、試料中の油分を粒子として金属フィルターに捕集し、抽出溶媒で回収する方法がある。油分の測定には、回収された油分が炭化水素の混合物である（C-H 基を持つ）ことを利用し、フーリエ変換赤外分光法を用いる。この方法では油分を抽出する際の溶媒に、同じ吸収帯を持つ（C-H 基を持つ）物質を使用することができないため、四塩化炭素やフロン系の溶媒を用いる必要がある。しかしこれら溶媒は、環境・人体への負荷が大きく、取扱いについても、規制が厳しくなっている。そこで今回、超臨界流体クロマトグラフ（Supercriticalfluid Chromatography, 以下 SFC^{1), 2)}を導入し、非ハロゲン系溶媒を使用した油分分析法を開発したので紹介する。

2. 超臨界流体クロマトグラフ

SFC のキャリアとして用いられる超臨界流体は、気体の拡散性と液体の溶解性を併せ持っているため、液体を移動相とする従来の高速液体クロマトグラフによる分析と比べ、短時間分析や分離度の高いクロマトグラムを得ることができる。代表的な超臨界流体の移動相は二酸化炭素である。比較的温和な条件（臨界温度 31.3 °C、臨界圧力 7.38 MPa）で超臨界状態となることができ、超臨界状態では n-ヘキサンと同等レベルの溶解力を持つ。また毒性が無く、不燃

性であり、安価であるといった利点を有する。今回の実験で使用した油分試料の前処理装置と SFC 分析システムについて説明する。

3. 実験

油分濃縮装置と SFC 分析システムを製作した。図 1 に油分濃縮装置を、図 2 に SFC の流路図の流路図を示す。

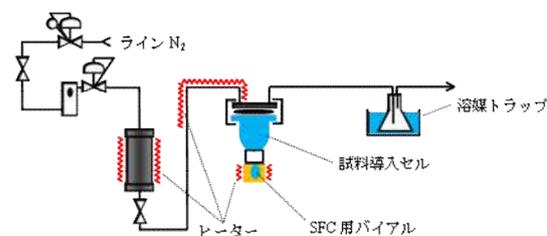


図 1 油分濃縮装置流路

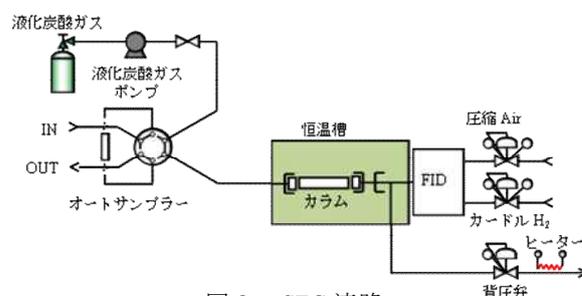


図 2 SFC 流路

図 1 の油分濃縮装置は、溶媒量を調整するために用いるもので、乾燥させ、溶媒種を変更することが可能である。試料導入セルにセットした油分抽出溶媒に、ヒーターで加熱した高温の窒素ガスを噴きつけ、濃縮・乾燥を行い、試料導入セル下部に設置された SFC 用バイアル（SFC 分析用少試料容器）に油分を回収する。本装置の特徴を下記に示す。

1. 濃縮した油分を直接 SFC 用バイアルに回収するため、容器移し替えによる損失を抑制できる。
2. 装置内部で、試料に高温窒素ガスを吹き付けて乾燥させることにより、外部汚染を遮断できる。

* 技術本部 分析技術センター 受託分析課

** 開発・エンジニアリング本部 ガスエンジ統括部

エンジニアリング部 エンジ課

3. 試料に吹き付ける窒素ガス温度と、SFC用バイアルの加熱温度に差をつけたことにより、突沸のない最適な条件で蒸発できる。

濃縮・乾燥した油分は、一定量の希釈用溶媒で溶解させ、適正な濃縮率に調整された試料を得る。試料は図2のSFC流路内のオートサンプラーより導入し、超臨界流体二酸化炭素キャリアで分離されたクロマトグラムを得る。

3.1 油分検量線と検出下限

濃度 20~1000 ppm (v/v) の範囲において、油分標準物質 C₃₂H₆₆(ドトリアコンタン) と機械油 (He 圧縮機用) を測定し、検量線の直線性と検出下限を検証した。SFC 分析条件を表 1 に示す。

表 1 SFC 分析条件

溶媒	ヘキサン
キャリア流速	2.5 mL/min
背圧弁圧力	27 MPa
カラム	SFCpak Crest C18T-5 (日本分光製) 内径 2.1 mm 全長 100 mm
恒温槽温度	80 °C
FID 検出器温度	150 °C
背圧弁後段ヒーター	80 °C
試料導用量	10 μL

3.2 油分濃縮実験

アセトンはヘキサンと比べ、極性が高いため、SFCにおいて、油分との分離能が低い。一方、アセトンの沸点は低くて揮発しやすいため、2種の溶媒を、油分抽出用アセトン、油分測定用ヘキサンとして使い分けた。

試料中の油分が赤外分光分析計の検出下限 0.3 ppm (v/v) と同等となるよう 2.1 の実験結果をもとに濃縮量を調整した。実験条件を表 2 に示す。

表 2 油分濃縮装置条件

窒素ガス流速	10 L/min
10L ガスシリンダー	ガラスビーズ φ1 mm
シリンダー温度	390 °C
出口配管加熱温度	200 °C
SFCバイアル加熱温度	80 °C
試料導用量	アセトン 50 mL
油分添加量	He 圧縮機用機械油 0.05 mg, 0.10 mg
SFCバイアル添加溶液	ヘキサン 0.1~1 mL

4. 結果

4.1 油分検量線と検出下限

ヘキサン中の標準物質 C₃₂H₆₆ と機械油 (He 圧縮機用) 1000 ppm (v/v) のクロマトグラムを図 3 に示す。縦軸をピーク強度、横軸を溶出時間とし、C₃₂H₆₆ を赤線、機械油を青線で示している。尚、機械油のクロマトグラムはピークがブロードであるため、拡大したものを図 3 右上に示す。図 3 より純物質である C₃₂H₆₆ がシャープな形状を示すのに対し、機械油は様々な質量数の炭化水素から構成されるため溶出時間が広がる。検量線を図 4 に示す。

標準物質、機械油の検量線は一致しており、ピーク形状が違っていてもピーク面積値は同じであることが確認できる。検出下限は SN 比 2 で 30 ppm(v/v) となり、赤外分光分析計と同等の感度を得るため必要な濃縮率は 100 倍であった。

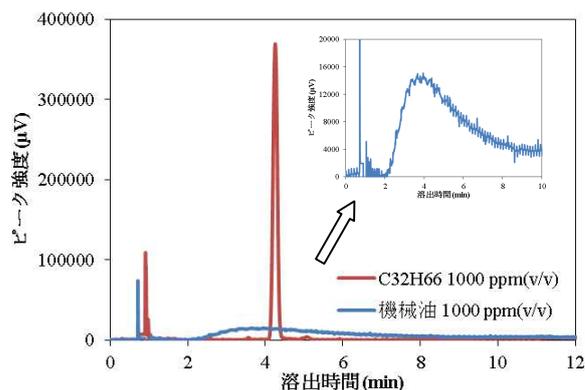
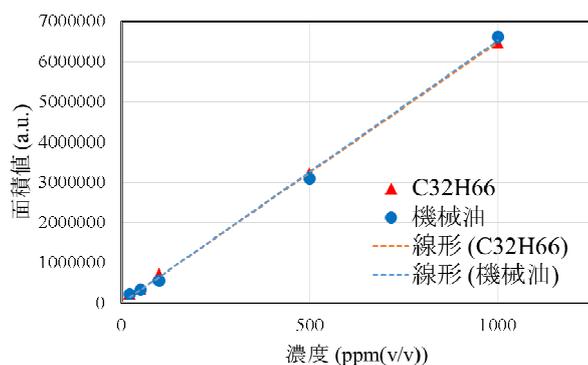


図 3 C₃₂H₆₆・機械油のクロマトグラム

図4 検量線 (C₃₂H₆₆と機械油)

4.2 油分濃縮実験

4.1の結果より、アセトン 50 mL を蒸発後に、SFC バイアル内に濃縮された油分を 0.5 mL のヘキサンで溶出することで濃縮率を 100 倍とし、妥当性を検証した。

図 5 に油分（機械油）を添加したアセトン 50 ml を濃縮し、ヘキサン 0.5 mL に希釈した溶液を分析したクロマトグラムを示す。油分添加量は 0,0.05,0.1 mg とし、それぞれ赤線、黄線、緑線で示す。

機械油 5 mg, 10 mg を添加した標準試料と比較し、面積値が良く一致した。100 倍濃縮により、SFC による油分分析の感度を 0.3 ppm(v/v)未満に向上させることができた。

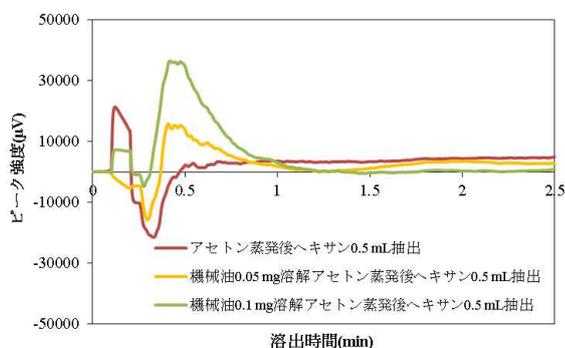


図5 油分添加後のアセトンのクロマトグラム

5. まとめ

超臨界流体二酸化炭素をキャリアとしたクロマトグラフにて、四塩化炭素等のハロゲン系溶媒を使用することなく、油分を分析することが可能となった。また、油分濃縮装置で試料中の油分を濃縮することで、赤外分光分析計と同感度で油分分析を可能とした。今後、超臨界流体の分析流路内で、抽出と濃縮を同時に行い、試料中油分を全て分析計に導入可能

な超臨界流体抽出 (Supercritical fluid Extraction) を組み合わせた分析システムについて開発を始め、更なる感度向上・効率化を検討中である。

参考文献

- 1) 平田幸夫, 坊之下雅夫, 前田恒昭, 保母敏行, 右手浩一. 超臨界流体のすべて. 初版, テクノシステム社, 2002, p293-312.
- 2) 坊之下雅夫, 堀川愛晃. 超臨界クロマトグラフィー, ぶんせき, 2009, 420 (12) p669-677.

技術紹介

PET ガン診断薬原料「水-¹⁸O」製造プラント 3号機No.3 Plant for Water-¹⁸O the Starting Material of PET Cancer Imaging Agent

石井 政輝*

ISHII Masaki

木原 均**

KIHARA Hitoshi

1. はじめに

PET (Positron Emission Tomography: ポジトロン断層撮影) 診断は、がんの早期発見と予後観察に威力を発揮しており、先進国のみならず、新興国も含めた世界中で広く普及している。これに伴い PET 診断薬原料である酸素-18 安定同位体標識水「水-¹⁸O」の世界需要は急増し、既に年間 1000 kg レベルに達したとも言われている。

この状況を鑑み、国内唯一の水-¹⁸O 製造メーカーである当社は 2013 年竣工の 2 号プラントに続き、世界最大規模の 3 号プラントを新たに山口県周南市に建設し (図 1)、2016 年より製品の出荷を開始した。プラントの仕様を表 1 に示す。

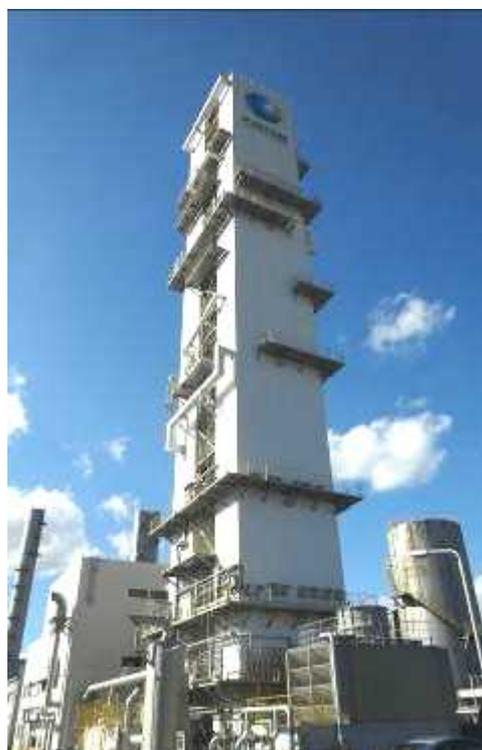
3 号プラントは、プロセスの改良による収率の向上の他、新方式の同位体スクランブラなど、新たな技術が加えられている。

2. 当社の水-¹⁸O 製造技術

深冷酸素蒸留法は世界で唯一当社が実用化した技術であり、従来の水蒸留法に比べ不純物の少ない水-¹⁸O を低消費エネルギーで製造できる。プロセスは主に高純度酸素精製部、全長数百 m を超える同位体蒸留カスケード、および酸素を水に変換するための水素添加反応装置からなり、天然存在比 0.2% の ¹⁸O を 98% 以上に濃縮する^{1,2)}。

同位体蒸留カスケードにおける目的成分 ¹⁸O₂ は原

料中にわずか 4.2 ppm しか存在しないが、同位体スクランブルにより ¹⁶O¹⁸O の一部から ¹⁸O₂ を生成し、効率的に ¹⁸O₂ を濃縮できることが本プロセスの特長である^{1,2,4)}。

図 1 水-¹⁸O 製造プラント 3号機表 1 水-¹⁸O 製造プラントの仕様^{2,3)}

	3号機	2号機	1号機
所在地	山口県周南市	千葉県袖ヶ浦市	千葉県市原市
年産量 (kg-水)	300	200	100
¹⁸ O 濃縮度 (%)	≥98	≥98	≥97 (計画時)
起動時間 (日)	180	140	180
保冷外槽 (m)	W12.5×D4.3×H70×2 基	W8×D4×H70	W7×D3.5×H70

* 開発・エンジニアリング本部 プロジェクト推進統括部
超電導プロジェクト

** 開発・エンジニアリング本部 つくば研究所 分離技術部

3. 3号プラントの特長

3号プラントは、BCP (Business Continuity Plan : 事業継続計画) の観点から関東圏から離れた山口県周南市に建設し、万が一の地域的な災害等発生による装置停止リスクに備えている。

プロセスは、基本設計段階から1, 2号プラントと比較して大幅な収率向上を図っており、これにより消費エネルギーを約3割削減することに成功した。

一方で、プロセス改良に伴い同位体蒸留カスケードの全長が大きくなったことから、ホールドアップ増加による起動時間 (装置起動から製品採取開始までの期間) の長期化が懸念された。そこで、気液処理量が小さい同位体蒸留に適した規則充填物を新たに開発した⁵⁾。この充填物は、従来難しいとされてきた小塔径充填塔への高比表面積規則充填物の採用を可能とし、低圧力損失、低ホールドアップを実現している。この充填物の採用により、起動時間は1, 2号プラントと同等の約半年に抑えることができた。

4. 起動シミュレーション

当社の同位体分離技術は、ダイナミックシミュレーションにより、基本設計段階から最適な起動手順の検討が可能であることが特長である。新たなプロセス、充填物を採用した3号プラントも予め計画された手順により起動運転を行った。

図2および図3は、3号プラント起動後それぞれ35日後、140日後における同位体蒸留カスケード内の濃度分布を示したものである。図中に示したプロットは質量分析計による実測値、線はシミュレーションによる予測値である。

これらの図からわかるように、シミュレーションは同位体蒸留カスケードを構成する各蒸留塔の運転状態、および同位体スクランブルの状態を基に、特徴的な同位体濃度分布を予測しており、得られた実測値はこの予測の有効性を示している。

装置はその後も計画通り¹⁸Oの濃縮を続け、図3の状態から約1.5カ月後、起動後約半年で製品採取を開始した。

5. まとめ

近年、新しいPET診断薬の開発が進んでおり、アルツハイマー、パーキンソン病、心疾患などの診断に広がりつつある。当社は水-¹⁸O製品化センターを当社SIイノベーションセンター (東京都多摩市、2015年設立) 内に移設し、GMP (Good Manufacturing

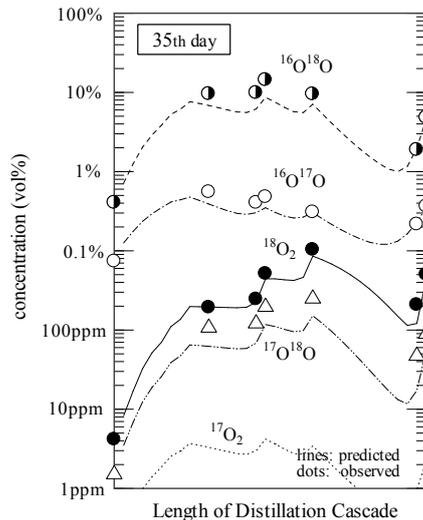


図2 起動後35日目の同位体濃度分布

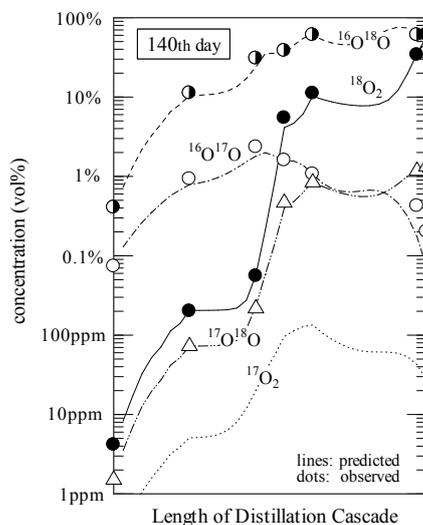


図3 起動後140日目の同位体濃度分布

Practice : 適正製造基準) に準拠した製品管理システムで今後も増加する水-¹⁸O需要に備えている。

本報で紹介した3号機は¹⁸O濃縮度・製造量ともに仕様を満足し、製造を継続中である。今後も水-¹⁸Oの安定供給を継続するとともに、¹⁸O濃縮技術を活かした新たな同位体分離技術開発にも注力していく。

参考文献

- 1) 木原均, 神辺貴史, 林田茂, 川上浩. 酸素同位体¹⁸O分離装置-プロセスの開発-. 大陽日酸技報, 2004, 23, p14-19.
- 2) 神辺貴史, 木原均, 林田茂, 川上浩. 酸素同位体¹⁸O分離装置-商業化実証装置の開発-. 大陽日酸技報, 2004, 23, p20-25.
- 3) 石井政輝, 五十嵐健大. PETガン診断薬原料「水-¹⁸O」製造プラント2号機. 大陽日酸技報, 2014, 33, p21-22.
- 4) 大陽日酸株式会社. 酸素同位体重成分の濃縮方法および装置. 特許第4467190号.2010-05-26.
- 5) 大陽日酸株式会社. 規則充填物. 特許第5661215号.2015-1-28

技術紹介

ITER 用超臨界ヘリウム循環ポンプの試験設備

Performance Test Facility of Super Critical Helium Circulator for ITER

青木 淳* 宮井 怜* 熊木 卓也* 信時 実*
 AOKI Jun MIYAI Ryou KUMAKI Takuya NOBUTOKI Minoru

1. はじめに

ITER (国際熱核融合実験炉) は、世界 7 極の国際協力の下で仏カダラッシュでの建設が進められている。ITER の低温分配システムは、冷媒として用いられる超臨界ヘリウムを 7 基の Auxiliary Cold Box (以下 ACB)において生成して、被冷却体である各超伝導コイルへと供給する機能を有し、インド極である ITER-India (Institute for Plasma Research)がシステムの調達を担当している。各 ACB において使用されるコールドサーキュレータは、世界最大級の超臨界ヘリウム循環性能が必要とされており、当社は、このコールドサーキュレータの性能試験設備である Test Auxiliary Cold Box (以下 TACB)を ITER-India より受注した。2015 年 12 月に試験場所である量子科学技術研究開発機構 (当時は日本原子力研究開発機構) 那珂核融合研究所 (以下 QST 那珂研) での性能試験を終了し、2016 年 3 月に納入した。

2. 設備概要

2.1 プロセス関係

本設備の概略系統図を図 1 に示す。TACB に必要とされる機能は、2 台のコールドサーキュレータ (CC1 及び CC2)を切り替えて性能試験を行うこと、将来的に超伝導コイル冷却を行えるよう ITER 実機と同等の流路構成を有すること、高精度な温度・圧力・流量の計測機能を有すること、及び低ヒートロード設計等である

TACB の冷却には、QST 那珂研のヘリウム冷凍機 (冷凍能力 5 kW at 4.5 K) が用いられた。表 1 に示すように、コールドサーキュレータの運転による熱負荷が冷凍機負荷の大部分を占め、冷凍機と TACB との接続に用いられる移送配管への入熱等を除くと、超臨界ヘリウム循環ループとしては、36W の低侵入熱を実現することが必要とされた。このために、

TACB には液体窒素冷却による輻射シールドを保有し、低温弁等の侵入熱源となる構成機器は、輻射シールドからの熱アンカーを設けることで侵入熱の低減を図った。

表 1 TACB の運転モード

運転モード	CC 負荷	循環系入熱	移送配管入熱	ヒータ調整代
100%スピード (設計点)	3998 W	36 W	94 W	857 W
110%スピード (大流量)	4757 W	36 W	94 W	97 W
110%スピード (高ヘッド)	4193 W	36 W	94 W	661 W
100%スピード (1000kPaA)	4419 W	36 W	94 W	436 W
100%スピード (吸入 6.0 K)	3926 W	36 W	94 W	928 W

循環する超臨界ヘリウムは、TACB 内の液化ヘリウムを貯留する容器 (LHe-bath) 内に設置された浸漬式アルミプレートフィン熱交換器において冷却される。それらの寒冷源は、ヘリウム冷凍機からの中圧低温ヘリウムガスをジュールトムソン膨張により液化させることによって生成する。LHe-bath 内の液体ヘリウムレベルはヒーターにより制御され、このヒーター入力値がシステムとしての余剰能力に相当する。

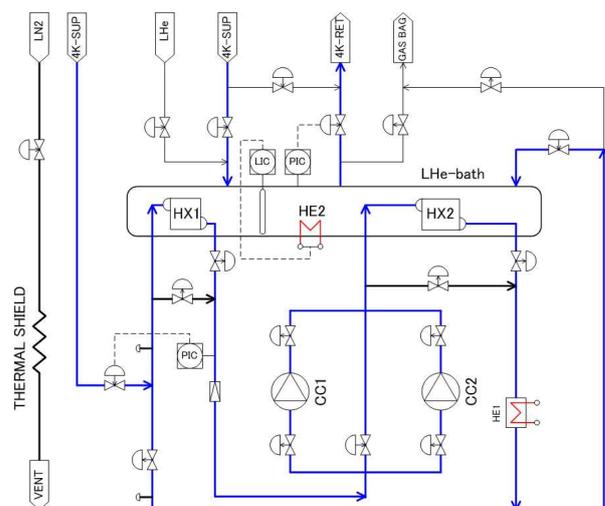


図 1 システムの概略系統図

* オンサイト・プラント事業本部 PEC SCE プロジェクト部

超臨界ヘリウム循環系統の運転圧力は、600～1000 kPa であり、ヘリウム冷凍機の高圧低温ヘリウムがガス源として用いられ、LHe-bath にジュールトムソン膨張させることで運転圧力を調整した。

上述の要求仕様を満足することに加えてシステムとしての運転裕度を確保するために、LHe-bath 内の熱交換機の上部空間には 500 L の液体ヘリウム容量を考慮して LHe-bath の内容積は 2852 L とした。19 台の低温弁や LHe-bath を収納するために横置円筒式コールドボックスが採用された。TACB の外観を図 2 に示す。

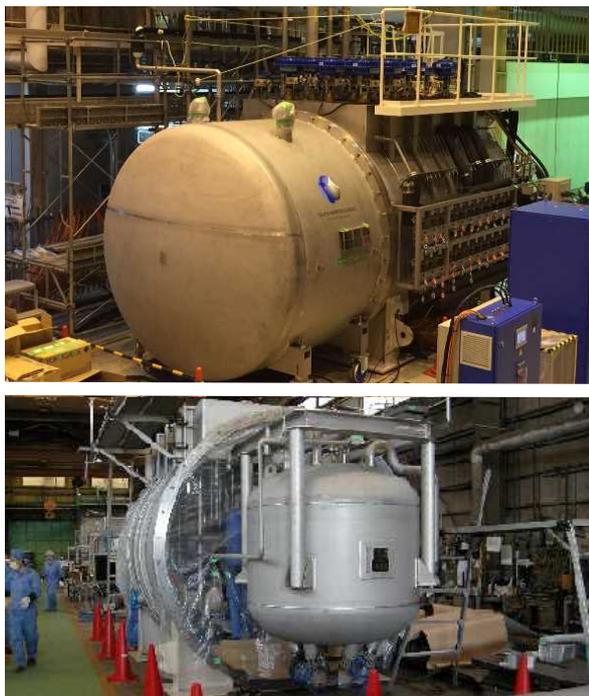


図 2 TACB 外観(上)と内部機器(下)

2.2 計測制御系

コールドサーキュレータの性能評価は、流量・揚程・断熱効率の 3 つのパラメータによって行われる。流量計測にはオリフィス式流量計が採用され、理想気体からのずれの大きい超臨界ヘリウムの流量計算には、物性推算ソフト GASPAK™ を搭載した大陽日酸製制御用コントローラ EzMPICS III を後述する横河電機製 FA-M3 バス上に実装することで実現した。

コールドサーキュレータの設計断熱効率は 70 % であり、この値はコールドサーキュレータの出入口の温度差に換算すると約 0.3 K に相当する。この小さな温度差を精度良く計測するために、CERNOX™ 抵抗温度計による計測に加えて、サーキュレータ前後に配置した蒸気圧式温度計と、蒸気圧温度計間の

差圧を計測することで計測精度を確保した。

TACB の制御システムは、ヘリウム冷凍機の制御コントローラである横河電機製 CENTUM VP small™ や、コールドサーキュレータの SIEMENSE 製 PLC との通信インタフェースを考慮して、横河電機製 PLC (FA-M3) を採用した。CENTUM VP small™ と FA-M3 は Ethernet、SIEMENS 製 PLC、温度変換器 CABTF (Mii 製) と FA-M3 とは Profibus で接続され、TACB の状態監視や操作は横河電機製 FAST/TOOLS 及び当社製 HITS をインストールしたパーソナルコンピュータで行うシステムを構築した。

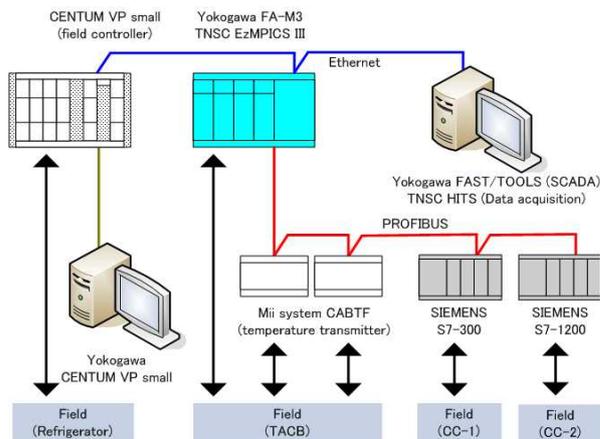


図 3 TACB 計測系のシステム構成図

3. 試運転結果

TACB 単体の初期冷却運転は、2015 年 10 月 23 日より開始された。TACB のクールダウンカーブを図 4 に示す。冷却重量は約 2 ton である。冷却初期の温度の高い状態においては、コールドサーキュレータの循環性能が低いため、冷凍機からの中圧低温ヘリウム (80 K) による強制冷却により、コールドサーキュレータをバイパスさせて冷却を行った。そのため、タービン起動直前までの温度変化は、80K レベルに各部が収束する形態を示す。その後、冷凍機のタービン起動を経て、2015 年 10 月 28 日に液体ヘリウムの生成が確認された。

コールドサーキュレータの断熱効率は、100 % スピード時において、設計値以上の性能が確認されているが、この時の運転時の LHe-bath におけるヒーター入力 は 27 W であった。この値は、表 1 に示したヒーター調整代よりも低い。これは、冷凍機側で冷凍能力を下げていることによるためであり、必要とされる試験モードの全てが遂行されたことから、TACB は所定性能を発揮していたものと考えられる。

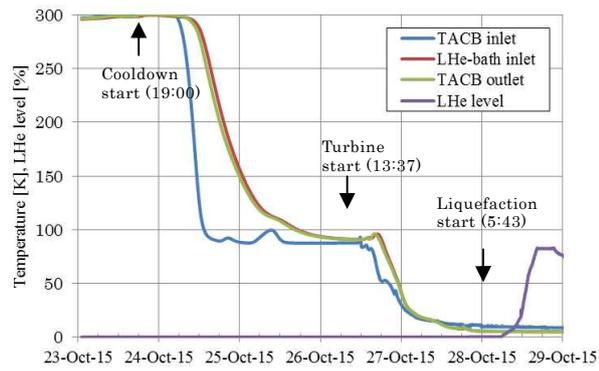


図4 TACB クールダウンカーブ

4. まとめ

超臨界ヘリウム冷却は、高性能超伝導コイルの冷却に不可欠な技術であり、本試験設備の設計・製造過程で得られた技術を、今後の超伝導応用技術の更なる発展に活かしていきたい。

商品紹介

温度履歴統合管理システム「CryoLibrary iMaster[®]」

Integrating Management System for Temperature Records “CryoLibrary iMaster[®]”

1. はじめに

再生医療やゲノム医療の実用化が広がり、細胞、遺伝子などの生体試料の品質管理が厳しく求められるようになってきている。そのため、生体試料の輸送時や凍結保存時には、データロガーを設置して保存雰囲気温度を記録しているが、個々の工程におけるデータは時間や温度の単位や保存形式が統一されていないため、取り扱いが不便である。そのため、試料が全ての工程で正確に温度管理されてきたかを把握することが困難である。また、最近ではバイオバンクから病院や研究所に、生体試料が拠点間で輸送されるケースが増えてきており、誰が、いつ、どのように試料を管理してきたかを把握することが必要になってきている。

そこで当社は、生体試料が辿る各工程の温度履歴を統合して、一つのデータシートに記録管理することができるアプリケーションソフト「CryoLibrary iMaster[®]」を開発した。

2. 概要

CryoLibrary iMaster[®]では、拠点間の輸送に加えて、凍結処理や保存中の環境だけでなく解凍処理、施設内の移動環境の温度履歴も管理することができる(図1)。記録結果を解析することで、どの工程に問題があったかを特定することができる(トレーサビリティの確立)。本システムは、インターネットを通じてサーバーにデータを保存することにより、離れた拠点でもデータのやり取りが可能である。また、当社製品である自動凍結保存システム クライオライブラリーと本アプリケーションソフトを一緒に用いることで、予備凍結槽内と庫内の温度履歴も同時に記録することが可能である。

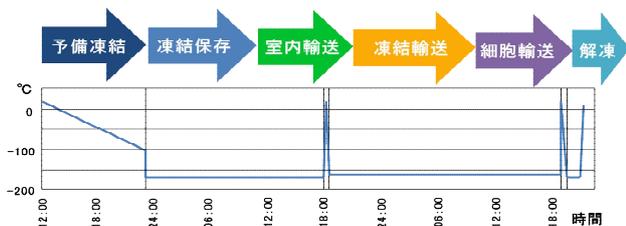


図1 温度履歴の例

3. 特長

- (1) 複数の工程の温度データを、インターネットを経由してサーバーに送り、1枚の温度履歴シートを作成することができる(図2)。
- (2) 実験結果に問題があったとき、どの工程に問題があったか遡って検証することができる(トレーサビリティの確立)。
- (3) 細胞加工製品の輸送や移植手術を行う際に、その試料が適正に取り扱われてきた証拠として提示できる(品質保証への貢献)。
- (4) クライオライブラリーと連動させることが可能で、予備凍結槽の温度履歴を自動取得できる。

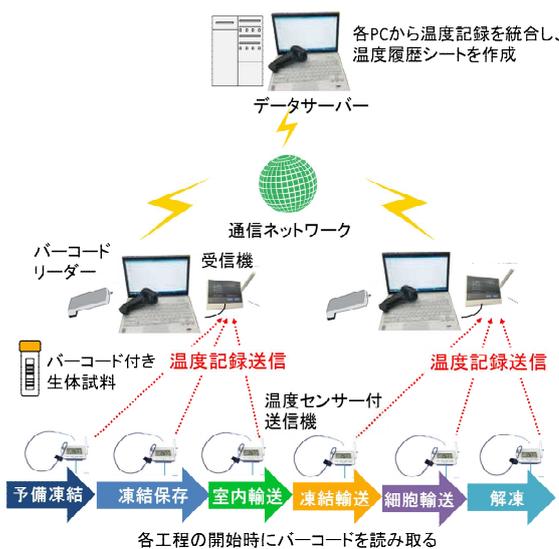


図2 温度履歴シート作成の流れ

4. 謝辞

開発にあたり、幹細胞評価基盤技術研究組合及び日本医療研究開発機構(AMED)の委託事業を活用し、国立成育医療研究センター研究所 生殖医療研究部 部長 阿久津英憲先生のご指導を賜りました。

(開発・エンジニアリング本部 プロジェクト推進統括部)

凍結保存プロジェクト 馬瀬 輝)

<問い合わせ先>

メディカル事業本部 バイオ・メディカル事業部
営業部 バイオ機器営業課
TEL. 03-5788-8675

商品紹介

プラズマ溶接システム 「サンアーク®プラズママイスター」

The Plasma Arc Welding System “SANARC® Plasma Meister”

1. はじめに

非消耗電極式溶接（プラズマ溶接）は、高品質の溶接結果が得られやすいが、新規に専用の設備を導入する必要がある。その課題を補うべく、新しいプラズマ溶接システム「サンアーク®プラズママイスター」を開発したので紹介する。

2. 概要

プラズマ溶接法は、TIG 溶接法と比べて、熱ひずみが小さく溶接速度を著しく向上することが可能な溶接方法である。また、これまでの消耗電極式アーク溶接やサブマージ溶接では、両面溶接が必要であったものを片面溶接へ変更できるため、大幅な作業コストの低減が図れる。

そこで、市販の TIG 溶接機を用いて、高品質・高能率溶接を可能とした新しいプラズマ溶接システム「サンアーク®プラズママイスター」を日酸 TANAKA と共同開発した。

3. 特長

(1) 制御方法

新開発の専用プラズマ制御装置により、市販の TIG 溶接機 1 台を制御することで、プラズマ溶接法を可能としている。また、市販の TIG 溶接機をもう一台追加して、パイロットアーク用とメインアーク用の 2 台に分けて使用することもできる。

(2) パイロットガス

プラズマ化しやすいアルゴンガスを用い、本溶接の際は、深溶け込みが得意なアルゴンと水素、又はアルゴンとヘリウムの混合ガスへ切り替えて使用することができる。また、過大なガス流量が瞬間的に流れてしまうことで、アークが乱れてしまう問題が発生するが、これを「新しい発想で、アークの乱れがまったく発生しない方法」を開発し採用している。

(3) クレータ処理方法

ビードの凹みを抑えるために、パイロットガス流量を調整することが可能となっている。

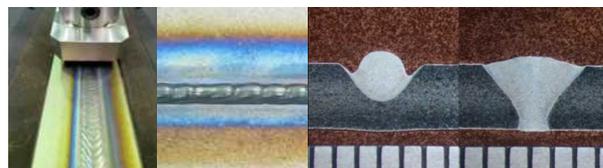
(4) ワイヤ送給機能

サンアーク®TIG マイスターのフィラーユニット、ワイヤ制御装置、ワイヤ送給装置が共有可能となっている。

4. 用途

ステンレス鋼、二相ステンレス鋼、ニッケル合金鋼、炭素鋼などの金属の接合に使用する。

二相ステンレス鋼のビード外観を図 1 に、オーステナイト系ステンレス鋼の溶け込み形状を図 2 に示す。一般の TIG 溶接では、板厚 8 mm の I 型突合せ溶接について、1 パスで完全溶け込みを得ることは不可能であるが、本システムではそれを可能にしている。また、シールドガスは、大陽日酸の PH サンアーク (Ar+H₂)、および専用のシールドガスを適用することで、本システムの高度な特長を十分に発揮することが出来る。



表ビード 裏ビード アルゴン PHサンアーク
図 1 二相ステンレス鋼 t8 mm (ビード外観写真)
図 2 オーステナイト系ステンレス鋼 t8 mm (同一条件の溶け込み比較)

5. システム構成

- ①専用プラズマ制御装置、②プラズマ溶接トーチ
- ③ワイヤ送給制御および送給装置、
- ④シールドガス（専用サンアーク）、
- ⑤市販の TIG 溶接機



図 3 外観写真（左から①②③④）

（開発・エンジニアリング本部 山梨研究所

ガスアプセンター 開発一課 和田勝則）

<問い合わせ先>

日酸 TANAKA 株式会社 溶接機材営業部
TEL. 03-3500-0940

商品紹介

凍結保存容器用 新型液面センサおよびコントローラ
「新型レベルマスター (型式:CLLC-7)」A New Liquid Level Sensor and Controller for Liquid Nitrogen
Cryopreservation Container "The New Level Master (Model: CLLC-7)"

1. はじめに

医療，製薬，培養，食品等の分野で使用される凍結保存容器は，液体窒素の液面高さを常に最適値に維持することにより，被保存物の適正な極低温環境を提供している。適正な環境温度は，液面位置を検出する液面センサ，容器内の温度を計測する温度センサ，および液面や温度を維持管理するコントローラにより維持され，この構成機器をまとめて，レベルマスターと呼んでいる。

今回，従来品にも置き換え可能で，より操作性の高い新型の液面センサおよびコントローラを開発，商品化したので紹介する。

2. 新型液面センサ

(1) 液面検出方式の選定

従来の液面センサは，過去に自社開発したフロート式を約 20 数年間使用してきたが，液体窒素による極低温環境に長く晒されることにより，氷霜，浮遊物の侵入によるフロート部の引っ掛かりや，液面位置検出部の不具合による液面位置の誤検出があった。

これらの問題を克服すべく，新型の液面センサの液面検出部は，容器内の極低温環境に耐えうる白金測温抵抗体を採用し，機械的駆動部を除去した。新型品は従来品との置き換えを可能とし，容器内への取付けや信号配線の取出し方法などの互換性に配慮した。

(2) 液面位置検出精度の向上

測温抵抗体を用いた場合，抵抗値変化を捉えて液面位置を検出する方法は知られているが，凍結保存容器内は対流がなく，液面の近傍では特に抵抗値変化が少ない。また，凍結保存物の頻繁な出

し入れや，液体窒素の供給による急激な液面脈動により，測温抵抗体を使用するだけでは液面位置の誤検出を招く虞があった。

そこで，より抵抗値の大きい測温抵抗体を採用し，抵抗体の配置間隔を最適にしたことにより，容器内の液面近傍でも誤検出することなく，高精度 (± 1 mm) な液面位置の検出を可能とした。



図1 新型液面センサ

表1 液面センサ (SLS-5M) 仕様

検出素子	白金測温抵抗体
外形寸法	$\phi 14 \times L 210.5$ mm
ケーブル	ケーブル長さ 5 m 仕上外径 $\phi 4.6$ mm
重量	約 300 g (5 m ケーブル含む)

3. 新型コントローラ

コントローラに搭載した主な新機能を以下に紹介する。なお，コントローラは従来品と互換性を有する。

(1) 断線又は短絡等の異常発生時の液面高さの維持機能

コントローラは，液面高さが下限レベルを下回ると，容器内に液体窒素の供給を開始し，上限レ

ベルを上回ると供給を停止する。

万が一、下限レベルの検出素子に断線又は短絡等の異常が発生した場合、通常コントローラは液体窒素を自動的に供給できなくなる。

このような異常発生時には、下限 L レベルより液位の高い、上限 H レベルを起点とした供給制御方法に自動的に切り替え、容器内の液体窒素の液涸れなく、被保存物を極低温環境下に維持し続ける機能を有する。

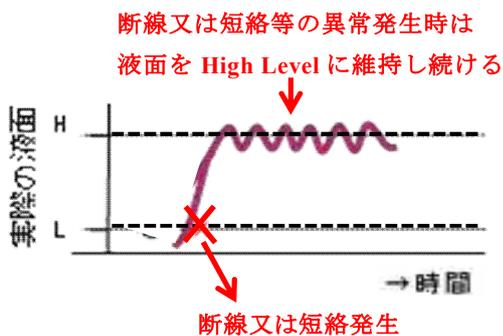


図2 断線又は短絡等の異常発生時の液面高さの維持機能

(2) LCD パネルの搭載

LCD パネルを搭載し、以下の視認性を向上した。

- 警報履歴、蒸発量表示
- 英語、日本語切替え表示
- 液面高さの連続表示
(mm, %切替え, バーグラフ表示)
- 容器内の温度表示 (2点)

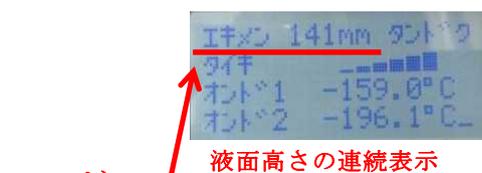


図3 新型コントローラ

(3) その他の機能

a) 予冷機能

液体窒素の供給前に配管を予冷し、熱ロスによる容器内の被保存物の温度上昇を防止する機能を有する。

b) コントローラの連動供給機能

容器毎の複数台のコントローラを連結し、液体窒素の供給前に配管の末端で一括予冷を行い、液面高さが上限レベルに達していない容器全てに順次供給することで、供給時の蒸発ロスを抑制し、液体窒素の消費量を軽減する機能を有する。

c) 換気設備への起動接点出力

液体窒素の供給と連動して換気設備を起発停する機能を有する。

d) タイマーによる計画供給

ウィークリータイマーを内蔵し、液体窒素を計画的に供給できる機能を有する。

e) イベントロギング、データロギング

運用中に発生した操作履歴、警報履歴および状態ロギングの機能を有する。

表2 コントローラ (CLLC-7) 仕様

電源電圧	100 VAC 50/60 Hz
消費電力	35 VA 以下 (ライト, ソレノイド除く)
外形寸法	縦 60 mm×横 250 mm×奥行 325 mm
重量	約 2.5 kg
設置環境	室内
適合規格	EN61326-1 (測定用, 制御用およびラボ用電子機器)

4. まとめ

凍結保存容器で使用される液面センサの液面検出方式を見直し、商品化を実現した。これにより、凍結保存容器に対する信頼性は大幅に向上し、顧客に競合他社より優れた製品の提案が可能となった。

(開発・エンジニアリング本部 技術サポートセンター)

電気技術部 設備計装課 赤井 康昭

<問い合わせ先>

メディカル事業本部 バイオ・メディカル事業部
営業部 バイオ機器営業課
TEL. 03-5788-8675

商品紹介

最新型小型スペースチャンバー

The Latest Small-Size Space Chamber

1. はじめに

当社のスペースチャンバーは、地球上で人工衛星等の試験をするための装置で、宇宙空間の冷暗黒・超高真空などの極限環境を忠実に再現している。今回、最新型の小型スペースチャンバーを帝京大学に納入したので、ここに紹介する。

2. 特長

(1) 液体窒素消費量の少ないシュラウド※1

図1の概略系統図に示すように、液ヘッド差により液体窒素を循環させるフリーボイリング冷却方式の採用で液体窒素消費量を削減。

(2) 高熱負荷に対応可能なシュラウド

シュラウドの二重円筒間に液体窒素を溜め込むことで均一な温度分布、高熱負荷対応。

(3) 温度制御範囲の広いベースプレート※2

液体窒素とヒータの併用方式により、広範囲の温度制御が可能。

(4) 温度制御性の向上

ヘッドタンクへの液体窒素供給は、液面制御方式の採用により、ヘッドタンク、ベースプレートの圧力変動が抑制され、極めて安定した温度制御性を実現。

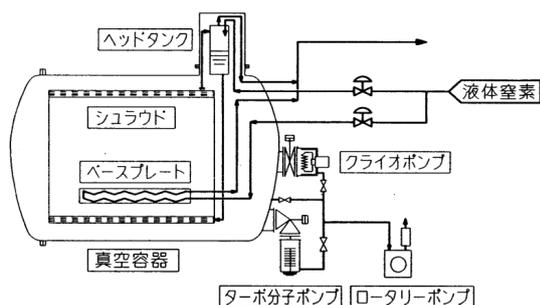


図1 概略系統図

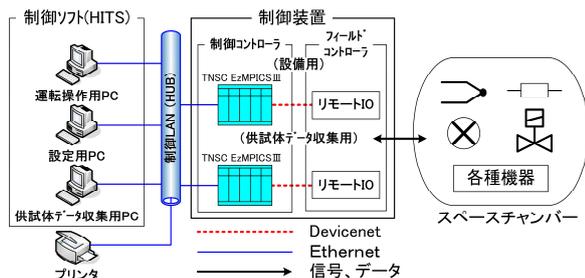


図2 システム構成図

(5) 制御システム

図2に示すように、本制御システムは当社開発の制御コントローラ (EzMPICSIII) および制御ソフト (HITS) を採用。HITS は機能的かつ直感的な操作で制御可能。また、自動運転機能を有し、ヒューマンエラーを回避。更に、パターン制御・データ収集・トレンド表示機能等を標準装備しており、CSV形式でのデータ出力も可能。

3. 仕様

主要な仕様を表1に、外観を図3に示す。

表1 主要仕様

型 式	横置円筒片側扉ヒンジ開閉式
到達真空	5.0×10 ⁻⁵ Pa 以下/5 時間以内
真空容器直胴部寸法	iφ 1500 mm×L 1800 mm
シュラウド内側寸法	iφ 1300 mm×L 1700 mm
シュラウド型式	アルミ合金内面黒色塗装二重円筒式, ヒータ付き
シュラウド定常時温度	100 K 以下
ベースプレート寸法	600 mm×600 mm
ベースプレート温度範囲	-100 °C~+100 °C
ベースプレート温度制御精度	±2 °C以内(ベースプレート上の1点において)



図3 外観写真

※1 宇宙空間を模擬する液体窒素で冷却された黒色面

※2 試験体を乗せる温調プレート

(ウェブサイト・プラント事業本部 PEC SCEプロジェクト部
吉田俊之, 中島章治, 小原浩二)

<問い合わせ先>

オンサイト・プラント事業本部 プラント事業部
SCE 営業部 営業課
TEL. 044-288-6937

最近公開された出願特許

2015年10月1日～2016年12月31日

- 特開2015-176882 F R P製クライオスタット
- 特開2015-178861 単線状部材の固定方法、ヒーターユニット及びヒーター
- 特開2015-182706 イオンエンジン試験装置
- 特開2015-182717 宇宙環境試験装置
- 特開2015-183922 空気液化分離方法及び装置
- 特開2015-187525 ブレイトンサイクル冷凍機、及びターボ圧縮機の発熱部の冷却方法
- 特開2015-191322 冗長化システム、故障検出装置、冗長化方法
- 特開2015-196147 ガス回収装置
- 特開2015-202462 排気ガス処理システム
- 特開2015-203916 冗長化システム、冗長化方法
- 特開2015-207627 気相成長装置
- 特開2015-208718 気液反応方法及びアミノシランの製造方法
- 特開2015-209994 過冷却凍結装置及び方法
- 特開2015-209995 過冷却凍結装置及び方法
- 特開2015-212558 ガス供給方法
- 特開2015-212565 シリンダーキャビネット
- 特開2015-215234 端子形状調整用具
- 特開2015-218340 気相成長装置
- 特開2015-218354 気相成長装置のヒータ固定構造、該ヒータ固定構造を備えた気相成長装置
- 特開2015-222551 高圧ガス容器管理システム及び管理装置
- 特開2016-003929 硫化カルボニル濃度測定装置、及び硫化カルボニル濃度測定方法
- 特開2016-004933 炭化珪素除去装置
- 特開2016-004982 半導体製造装置構成部材の清浄化方法
- 特開2016-006236 浸炭用雰囲気ガスの生成方法
- 特開2016-007607 摩擦攪拌接合方法、及び摩擦攪拌接合装置
- 特開2016-008778 空気分離方法、及び空気分離装置
- 特開2016-010805 金属キャスク用伝熱銅フィンの溶接方法及び伝熱銅フィン付き金属キャスク
- 特開2016-011845 金属キャスク用伝熱銅フィンの溶接方法及びその溶接装置
- 特開2016-017678 排ガス処理設備
- 特開2016-017756 ガス流表示器
- 特開2016-018645 リチウムイオン二次電池用正極材及びその製造方法
- 特開2016-023162 酸素同位体標識化合物
- 特開2016-023853 無機質球状化粒子製造用バーナ、無機質球状化粒子製造装置、無機質球状化粒子の製造方法及び無機質球状化粒子
- 特開2016-024156 酸素同位体濃度分析装置、及び酸素同位体濃度分析方法
- 特開2016-035080 サセプタカバーおよび該サセプタカバーを備えた気相成長装置
- 特開2016-039225 気相成長装置
- 特開2016-044894 多段液溜式凝縮蒸発器
- 特開2016-052967 透明導電膜及びその製造方法
- 特開2016-054068 透明導電膜の製造方法
- 特開2016-057146 サンプリング装置、ボックス機構、及びサンプリング方法
- 特開2016-059877 除湿方法及び装置
- 特開2016-059888 規則充填物
- 特開2016-061665 低温液化ガス燃焼・爆発試験用液化容器
- 特開2016-065827 酸素センサ
- 特開2016-066767 気相成長装置
- 特開2016-068126 溶接用トーチ及び変換用アダプタキット
- 特開2016-075326 シリンダーキャビネット
- 特開2016-076610 気相成長装置における基板搬送方法及び装置
- 特開2016-080000 低温液化ガス充填装置
- 特開2016-080287 溶融バーナ、溶融バーナ装置、粉体溶融方法、及びガラスの製造方法
- 特開2016-080484 有害ガス検知方法及び装置
- 特開2016-082010 シリコン窒化膜の製造方法及びシリコン窒化膜
- 特開2016-082923 大腸菌変異体、抽出液、無細胞タンパク質合成反応液、安定同位体標識タンパク質合成キット、及び、安定同位体標識タンパク質の製造方法
- 特開2016-083619 無機質球状化粒子製造装置、及び無機質球状化粒子製造方法
- 特開2016-083648 排ガス処理装置
- 特開2016-087224 凍結治療装置
- 特開2016-090464 酸素安定同位体濃度測定方法、及び酸素安定同位体濃度測定装置
- 特開2016-094965 燃料ガス充填システム及び燃料ガス充填方法
- 特開2016-103658 プラズマエッチング装置
- 特開2016-107307 溶接装置及びプラズマ溶接方法
- 特開2016-109175 高圧ガス蓄圧システム及び高圧ガス蓄圧方法
- 特開2016-113308 カーボンナノ材料製造装置、及びカーボンナノ材料製造方法
- 特開2016-118275 流体冷却方法
- 特開2016-121905 多重反射容器
- 特開2016-125066 金属微粒子の製造方法
- 特開2016-129880 無機質球状化粒子製造装置、及び無機質球状化粒子製造方法
- 特開2016-131778 麻酔装置及び水素含有麻酔ガス中の水素濃度制御方法
- 特開2016-131938 酸素同位体濃縮装置
- 特開2016-133142 水素ステーション

最近公開された出願特許

2015年10月1日～2016年12月31日

特開2016-133286	排ガス処理方法及び排ガス処理装置	再表 [※] 2013/147096	同位体標識ピリリウム化合物
特開2016-139663	気相成長装置	再表2013/154185	高温超電導機器の冷却装置及びその運転方法
特開2016-142468	希釈冷凍装置	再表2014/024984	医療用の水素混合ガス供給装置
特開2016-151433	ガス分析方法、ガス分析装置、及びヘリウム 液化システム	再表2014/027473	安定同位体標識脂肪族アミノ酸及びこれを利用 したタンパク質のNMR構造解析法
特開2016-153732	水分濃度検出ユニット、及び水分濃度検出方法	再表2014/065233	セレン化水素混合ガスの供給方法及び供給装置
特開2016-159297	ワイヤー狙いガイド及び溶接装置		
特開2016-160525	微粒子製造方法、及び微粒子製造装置	※再表：再公表公報	
特開2016-161167	気体燃料バーナ、及び気体燃焼バーナの加熱 方法		
特開2016-166536	回転機械		
特開2016-169880	超電導ケーブル冷却装置、及び超電導ケーブル の冷却方法		
特開2016-172239	酸素同位体重成分の再生濃縮方法、酸素同位体 重成分の再生濃縮装置		
特開2016-172633	粉末供給装置、及び粉末供給方法		
特開2016-176095	排ガス処理方法		
特開2016-179885	粉体流の分配方法		
特開2016-180455	ガス供給方法およびガス供給装置		
特開2016-180504	高圧ガス容器内の水分除去方法		
特開2016-183846	予備凍結装置		
特開2016-186286	バイオガス発電設備		
特開2016-186384	生体試料輸送容器及び輸送方法		
特開2016-186394	粉体溶融バーナ		
特開2016-186983	超電導電力機器用冷却装置、及び超電導電力 機器の冷却方法		
特開2016-188153	ヘリウムガス精製装置およびヘリウムガス精製 方法		
特開2016-188154	アンモニアの精製方法		
特開2016-188331	バイオガス脱硫設備		
特開2016-188737	希釈冷凍機		
特開2016-188738	熱交換器		
特開2016-188751	窒素及び酸素製造方法、並びに窒素及び酸素 製造装置		
特開2016-189429	高温加熱装置、気相成長装置、及び気相成長 方法		
特開2016-189722	生クリームの粒状凍結方法		
特開2016-191533	バーナの火炎形成方法		
特開2016-193404	液体ヘリウム用フィルター、及び液体 ヘリウム用フィルターユニット		
特開2016-196367	水素運搬管理装置、水素運搬管理システム、 および水素運搬管理プログラム		
特開2016-196496	含フッ素置換化合物		
特開2016-224723	配置候補推定装置、配置候補推定方法及び コンピュータプログラム		
再表2013/145430	半自動溶接システム、変換用アダプタキット、 及び溶接用トーチ		

計109件

大陽日酸技報 No.35, 2016

2017年2月 発行

発行 大陽日酸株式会社 技術本部

〒142-8558 東京都品川区小山 1-3-26 東洋 Bldg.

Tel. 03(5788)8110 Fax. 03(6866)1024

本誌内容の一部あるいは全部を無断で転写・複写すると著作権
および出版権の侵害となることがありますのでご注意ください。



大陽日酸
The Gas Professionals