テーマ解説

超 1 GHz NMR システムの開発

—He II 冷却システムと冷却事例—

野口 隆志^{*1,*2}Development of an NMR Spectrometer Operated beyond 1 GHz
— Superfluid Helium Cooling System and Some of the Typical Cooling Cases —Takashi NOGUCHI^{*1,*2}

Synopsis: The pressurized superfluid cooling system has been completed a final adjustment with the 920 MHz NMR in 2002. The superfluid cooling system used this time had been using for the 920 MHz NMR from 2002 to 2007. The first cooling system was able to automatically control the cooling of the superconducting coil to 1.55 K $\pm$ 5 mK, and it was possible to operate remotely via the internet. However, in case of the 1020 MHz NMR system, the heat load is increased to approximately four times more than originally planned value, was forced to change of the components during the cooling operation. Along with it, always should be cooling operation in a transient state, operating procedures were also changed significantly. Measurement system that shows an abnormal behavior by aging was used for state diagnosis only. Therefore, the cooling system was operated manually under the supervision. Fortunately, the cooling system had many measurement points for during test operation, so there was no trouble in determining the transient state. As a result, temperature of the superconducting magnets for 1020 MHz NMR had been kept to 1.72 K $\pm$ 20 mK.

Keywords: pressurized superfluid, cooling system, long-term operation, diagnosis of cryogenic systems

(Some figures in this article may appear in colour only in the electronic version)

1. はじめに

超 1 GHz NMR は 2006 年に基礎開発が開始され、5 年目の最終段階で東北地方太平洋沖地震により壊滅的な被害に遭い、クライオスタット本体の解体修理を余儀なくされた。その後 2013 年のヘリウム流通不足の影響などにより計 2 年半ほどの遅れがあったが、2014 年 10 月より NMR としての最終調整が行われ、世界最高磁場を持つ 1020 MHz の NMR システムの完成を報告した^{1,2)}。

ここで報告する加圧超流動ヘリウム冷却システムは、この 1020 MHz NMR に用いた冷却システムだが、開発、製

造、最終調整に至ったのは、1 GHz 級：920 MHz NMR の完成した 2002 年 4 月であった。その間の詳細報告は当時既になされている。ここでは本稿の解説テーマを「経年劣化した既存加圧超流動冷却システムの運転」にしぼり、冷却システム本体については、運転そのものを理解するための概要を説明するととどめる。詳細は開発当時の報告を参照されたい³⁻⁶⁾。

クライオスタット冷却を含む冷却システムの運転状況については、工程に即して低温工学・超電導学会で口頭報告してきたが、本システムには今回新たに開発された部分はないので、冷却に関する研究報告はない。完成から 12 年を経た同システムがどのような不具合を持ったか、その不都合をどのように解消して NMR システムの運転に臨んだかについて、既報より詳しく述べる。実際の運転に際し、開発当時の試験結果や完成検査の詳細な報告書はあったが製作資料がなく、一部はブラックボックス化し、経年劣化に因るとされる不都合動作をする個々の構成機器を持つシステムに対して、正常動作時の手順書は意味を成さず、システム動作の定性的な理解のみが鍵となったことは興味

Received August 23, 2016

^{*1} 国立研究開発法人 物質・材料研究機構
〒305-0003 茨城県つくば市桜 3-13

National Institute for Materials Science,
3-13 Sakura, Tsukuba, Ibaraki 305-0003, Japan

^{*2} 池上技術 極低温技術調査室
〒263-0043 千葉県千葉市稲毛区小仲台 8-22-3-306
Ikegami Technology CRYOGENICS,
8-22-3-306 Konakadai, Inage-ku, Chiba 263-0043, Japan
E-mail: NOGUCHI.Takashi@nims.go.jp
DOI: 10.2221/jcsj.51.349

Fig. 1 View of the He II Cooler (a) location in the cryostat, (b) overall view of the He II cooler, and (c) detailed view of the JT expansion valve and the main heat exchanger. The number indicated is the name of each part along the flow of helium. In particular, the position of the temperature sensor is important.

深い。経年劣化によって計測系の配線に乗る雑音を含む各素子類に不具合が生じていることについては、システムすべてが定常運転に入るまで異常判定ができなかった。

2. 加圧超流動ヘリウム冷凍システムの概要

コイルの冷却方式としてはジュール・トムソン (JT) 膨張式サブクーラーによる加圧超流動冷却である。冷却対象は、超伝導コイル約 8 ton、加圧超流動ヘリウム槽 (He II Bath) 約 1 ton の金属と、内包する液体ヘリウム (LHe) 1080 L である。これらは、大気圧で飽和した 491 L の LHe を貯液しておく 4 K リザーバー約 0.6 ton と 4 K シールド約 0.1 ton に覆われている。この冷却器の運転実績については S. Ito らの “Long term operation of superfluid-cooled cryostat for 920 MHz NMR spectrometer”⁵⁾、測定系、制御系の詳細は T. Miki らの “The measurement and control system for 920 MHz NMR magnet”⁶⁾ に詳しい。1020 MHz NMR クライオスタットの全形と加圧超流動冷却器の全形および寒冷発生部である JT 弁と主熱交換器の詳細を Fig. 1 に示す。

ここでは本稿論旨の理解のため、定性的な冷却の流れと各部の働きについて Fig. 1 (c) により示しておく。

4 K リザーバー底部にある JT 吸い込み口① (温度は Suction) から導入された LHe は、JT 熱交②で JT 後の戻りガスにより冷却され、JT 前温度③ JT-In となって JT 膨張弁④へ送られる。JT 膨張により主熱交入り口温度⑤

HexIn に温度低下した He II は、主熱交⑥の内壁で蒸発し、その蒸発潜熱分で He II 槽上部 (温度は BathTop) を冷却する。主熱交出口温度⑦ HexOut となった低温希薄ヘリウムガスは、排気ライン内の JT 熱交②の低压損路を通過中に Suction①から入ってくる LHe を冷却する。続いてリザーバー内のサービスプレートの間接的に冷却する第 3 熱交⑧を通り、排気配管⑨から排気ポンプへ向かう。なお JT 弁の開閉は PC あるいはシステム制御盤からの指示で回転導入器⑩が行う。

以上が本システムを手動で運転する場合に必要な、定性的な理解である。たとえば温度 HexOut が温度 BathTop より高くなることは、通常ではあり得ないし、温度 JT-In が温度 HexOut より低くなることもあり得ない。実際の指示値はこのように定性的な理解とは矛盾するものであった。しかしそれぞれの指示値が、ある操作の前後で「上昇する／降下する」「大きい／小さい」「遅れる／進む」などは理に適った動きであったため、JT 開度調整は、各部の温度変化を見ながら行えた。たとえば JT 開度調整では、PC から行われるが、回転導入器 Fig. 1 (c) ⑩と JT 弁④の間は、中間継ぎ手を複数持つ約 1500 mm の回転軸で結ばれているので、指示回転度数と JT 弁の開き具合は必ずしも一致しない。特に逆回転させる場合は、数十度の遊び回転の後に開きあるいは閉じが始まる。すなわち、実際の JT 開度が変われば主熱交へ流れ出る流量が変わり、主熱交内への He II 蒸発量がかわれば JT 熱交②の冷却量が変わる。

結果として JT 前温度③が変化することになる。これによって JT 前温度③JT-In と主熱交出口温度⑦HexOut および He II 槽上部温度 BathTop の振る舞いから JT 開度が実質的に変化したことが判断できる。JT 弁の回転伝達軸のねじれが、開きあるいは閉じの一方向に安定に加わっている場合は、1 回転 360 度として 1 度ごとに JT 流量が変化するほど敏感であることが分かっている。排気流量を監視する MFM01 に流量変化が出る前に、③JT-In と ⑦HexOut の相応の動きが始まる。

3. 冷却試験および励磁の履歴

2014 年 6 月 20 日に液体窒素 (LN₂) 冷却を開始した。CE 直結断熱配管で連続供給し、約 10000 L を使用して 80 K までの冷却を完了した。続いて LHe を 500L 型デュワーで 5 台分約 2500 L 供給し、マグネットと He II Bath および 4 K リザーバーを 4 K まで冷却した。続く LHe の溜め込みに約 3000 L を用い、リザーバー LHe 液位 86% までの供給が完了した。その後 He II 冷却運転を開始し、1 週間後に入点通過、He II 槽温度を 1.66 K で安定させた。この間に用いた LHe は約 2000 L であった。

コイルへの通電試験は He II 冷却器試験中に並行して実施した。物質・材料研究機構桜地区内の受配電設備検査のための計画停電を商用電力の停電に見立て、自家発電機を含むシステム全系の最終試験を行った。計画停電は 8 月 21 日 (木) の機構内冷却水停止に始まり、23 日 (土) の受配電停止/開始を経て 25 日 (月) の冷却水供給再開で終了した。その間に冷却系、電源系、測定系の停電時の振る舞いを確認した。結果、照明などの軽度な不都合はあったものの、システムとしては計画通りの動作が確認できた。

本通電は計画停電明けの 8 月 25 日から開始した。本励磁中の各事例の詳細は既に報告されているので省略する⁷⁻⁹⁾。またマグネットの励磁も冷却の重要な事例であり、合わせての状況理解が必要なのでその履歴を Fig. 2 に示す。

本通電前の冷却特性試験から、いくつかの運転上の不具合が確認された。ひとつは JT 弁開度自動制御用プログラムが参照している主熱交出口温度 HexOut 計測点が、突然異常温度を示すことがあり、これを参照して JT 弁開度の自動制御はできないことが分かった。他にも計測系に不都合が確認され、既定のプログラムの内、He II Bath への熱侵入量と冷却器の冷却量を常時計算するプログラムが使用できなかった。過去の運転経験から、この常時二量を計算するプログラムは、冷却系の状態把握や診断に寄与していたので、その代わりとなる観測点を選び出す必要が生じた。他にも JT 排気ポンプの排気量を計測する質量流量計の更正に狂いが生じており、本 He II 冷却器が、現状のままののくらいの熱負荷に比べられるか、直接予測することは困難であった。ここで初期試験で確認できた主な冷却系の不具合項目とその解消手段について示す。

Fig. 2 Trend of the magnetic field and bath temperature. (a) Started (25 Aug.), (b) 22.3 T : 950 MHz (17 Sep.), (c) 23.5 T : 1001 MHz (1 Oct.), (d) Normal transition at 23.6 T (2 Oct.), (e) Recovery at 19.1 T (3 Oct.), (f) 24.0 T : 1020 MHz (17 Oct.), and (g) 24.2 T : 1030 MHz (14 Apr.)⁷⁾.

主熱交出口温度 : HexOut Lake Shore 社製 CernoxTM

突然異常値への跳びを示したり、数日掛けてゆっくりドリフトすることがあった。温度 HexOut は He II Bath 上部温度 BathTop より低い値を示すのが正常動作であり、逆転することは通常あり得ない。またこの温度差は自動 JT 弁開度調整のプログラムでも使用しており、最終的にはこの不具合により自動 JT 弁開度調整は使えなかった。

代わりに主熱交換器入り口温度 HexIn の温度を参照項目として入れ、BathTop と HexIn の温度差を観測することで、冷却能力に余裕のあるうちはある程度、開度調整プログラムを働かせることが可能であった。

また絶対値としてはあり得ない温度を示していたが、ゆっくりしたドリフト中の推移は熱交換の進み具合の現状を表していたので、しばらく推移を見守ることで状態把握の一助となった。

JT 排気質量流量計 : MFM01 MKS 社製質量流量計

冷却量の基礎計算根拠となる計測項目である。冷却運転に際し、この指示値は数値も変化の推移も重要な情報となる。2002 年当初から使用されてきた機器だが、経年変化により再更正なしでは指示値に信頼性がない。また当初の熱負荷に比べる JT 流量は、定常運転時に 10 L/min[stp]程度であったが、今回の超 1 G の熱負荷に対しては 40 L/min[stp]程度流さなければならず、MFM01 の許容最大流量約 20 L/min[stp]を大幅に越えてしまった。また流量計指示値は、流量計本体の設置環境に左右され、空調変化で指示値が変わる不都合があった。

流量監視のため新たな質量流量計 (MFM02) を直列につなぎ、実質流量モニターとした (Fig. 6)。加えた

Fig. 3 Special events on superfluid cooling that occurred from January to April 2015 Bath temperature changes in specific cases.

Fig. 4 Bath temperature changes that continues the Figure 2, occurring from January to April 2015.

MFM02 は Azbil CMS0050 で、対象流体は He、計測最大流量は 50 L/min[stp] の物である。ちなみに MFM01 と MFM02 の交換ができなかったのは、本冷却システムの測定系、制御系が MFM01 に特化していたためである。したがって MFM02 は MFM01 の指示値更正用モニターとして使用するだけであった。

4. He II 冷却に関する特徴ある事例

2014 年 7 月 31 日の λ 点通過から 12 月 13 日までの BathTop 温度の履歴を **Fig. 3** に、続いて年明け 2015 年 4 月 24 日消磁完了までを **Fig. 4** に示す。この間に冷却操作に関わるいくつかの事例があった。本稿ではその内、10 月 2 日の微小部分の常伝導転移と思われる安定な電圧発生、10 月 8 日の 3 台目の排気ポンプの追加、2 月 21 日の故障の前兆があった排気ポンプの入れ替え、4 月 15 日の雷による停電について、特徴ある事例として紹介する。

4.1 微小部分の常伝導転移と思われる安定な電圧発生

本コイルの金属系部分は、2007 年 3 月の 920 MHz でのクエンチで破損した部分の修理は行っていたが、ほぼ 2001 年完成時のコイルをそのまま用いている。この安定な電圧発生は 2000 年にも経験しており、その発生は想定されていた。対策は無いが発生後の対処法は「通電電流を下げる」「Bath 温度を下げる」の 2 点である。少なくとも過去の事例ではこの 2 点で超伝導復帰させている。

発生電圧は 2 mV、場所は Nb₃Sn コイル **Sec.6** で、その時の通電電流は 236.3 A であった^{7,8)}。発生はその日の励磁工程を開始した直後だったため人が着いてコイル電圧の監視をしていたが、誘導電圧に埋没してこの電圧発生は見つからなかった。異常電圧発生の発見はマグネット上部温

Fig. 5 The behavior of the magnet upper temperature due to abnormal heat generated by coil. This abnormal rise in previous temperature is due to the AC loss caused by the energization of the coil.

度 (MagTop) と BathTop 温度の監視画面からであった。そのときの監視 PC 画面を **Fig. 5** に示す。約 1 週間分の MagTop 温度の変化を表している。横軸は記録更新時刻からの経過時間[hour]であり、縦軸は MagTop 温度[K]である。最初の温度上昇は 2014 年 9 月 25 日の励磁工程中の AC ロスの発熱による。続く温度上昇も同様である。しかし 6 番目の温度上昇は、Bath 内発熱量[W]に比例する温度上昇率 [mK/h]が、前日までの AC ロスによる上昇率より大きかつ

Fig. 6 Helium evacuation system flow diagram: Lines No.1 and No. 2 were initially installed. Line No.3 is newly added.

たことから異常と判断し、励磁を止めた。この後、通電電流を下げ続け、この電圧は翌朝 6 時に消失した。

4.2 3 台目の排気ポンプの追加

既に待機排気ポンプ No.2 も常時稼働させていたが、次の理由で No.3 ポンプの増設を行った。HTS コイルの接続抵抗 $5.2 \mu\Omega$ による発熱、予期せぬ Sec.1 の抵抗換算 $21.0 \mu\Omega$ による発熱、170 A 通電以降に抵抗が顕在化した Sec.4 の $3.3 \mu\Omega @ 223 \text{ A}$ の電流依存性のある発熱、および突然発生する可能性のある微小部分の S/N 転移の懸念から、定格電流 (240 A) 付近で冷却運転が破綻する可能性が出てきたためである。これにより旧システムの 3 倍の排気量を確保した。しかし追加に際し、定常冷却を継続しながら並列排気ラインも増設するため、既設配管を外すことはできない。期せずして配管途中に予備バルブがあり、それが利用できた。排気ポンプ増設後の排気系統を Fig. 6 に示す。また増設 No.3 ポンプの排気流量を観測するため MFM03 を取り付けた。これによって JT 流量の把握には MFM02 と 03 の指示値合算の必要が出てきた。唯一制御盤に取り込んでいる質量流量計 MFM01 を通さずに並列設置した理由は、JT 流量が MFM01 の許容流量を越えており、圧損の増加を回避することにあった。制御盤に取り込んでいる MFM01 の指示記録から、MFM02 および MFM03 の指示値を換算して総排気量とした。

4.3 故障の前兆があった排気ポンプの入れ替え

排気ポンプ 3 台運転を継続し、10 月 17 日に 1020 MHz 相当の磁場 24.0 T でホールドした。その後 NMR としての磁場調整、NMR プローブ挿入などを経て分光計システムとして完成した。2015 年 2 月に入って排気ポンプ 3 台の内、2 台から故障に至る可能性のありそうな異音が出始め、2 台の内症状の深刻な 1 台を同型のレンタル機と交換することとなった。

3 台運転での冷却を余儀なくされた状況で、交換作業中は 2 台運転で凌がなければならず、その作業の影響で手動冷却に手間取り BathTop 温度は 1.747 K まで上昇した。これは 1020 MHz 定常運転に入ってから Bath 温度の最高温度であった。排気系の安定の後、10 日後に 1.714 K まで冷却できた。

Fig. 7 Computer screenshot of JT operation. A power outage occurred at 18:33:41 in the computer's clock. After that, the cooling system was stabilized in approximately 1 hour. In fact, all of the cooling system equipment felt a power outage of about 15 seconds only. The computer installed in the UPS did not at all sense a power outage.

なおこの冷却中 2 月 26 日に、薄い鉄板 3 kg ほどをマグネットに吸着させる事故があったが、冷却にはまったく支障は出なかった。

4.4 落雷による停電発生と復帰

1020 MHz での NMR 計測を終え、本マグネットの設計磁場である 24.2 T の励磁確認試験を 4 月 14 日に実施した後、消磁工程に入った翌日の 4 月 15 日 18 時 30 分頃、地区の停電が発生した。コイルに通電する電源系統の停電対策機構は一部を除き正常に動作し、停電発生の 1 時間後には安定化電源でコイル電流を捕まえ、ホールド状態にできた。電源系統の停電を含む事故対策機構およびこの実停電事例については既に報告がある⁹⁾。この間の冷却系監視 PC 画面を Fig. 7 に示す。この画面には排気流量が表示されていないが、排気流量が減少したことは HexOut 温度が下がり、JT-In 温度が上昇することで判断した。ここでは冷却系に何が起こったかについて示す。

停電と同時に排気ポンプ (Fig. 6) が停止し、同時にポンプ入り口電磁弁がすべて閉まる。計測画面では排気流量がゼロになる。しかし停電前の JT 開度はそのままなので主熱交への He 供給は止まらない。この状態を放置すると主熱交内が He II で一杯になり Bath への大きな熱侵入源となるいわゆる「アフレ状態」となる。それを防ぐため本システムには停電時に JT 弁が自動的に全閉となるプログラムがあるが、常に発熱源を Bath 内に有する今回の冷却対象では、JT 流量が無くなると Bath 温度上昇が速まるため、その機能は解除している。解除理由は He II Bath への熱侵入量が増大する本格的な「アフレ状態」までの「持ち時間」と、JT 流量が無くなった場合の温度上昇が上限値を越えるまでの「持ち時間」のトレードオフから判断された。

自家発電機へ電源が切り替わると自動的に No.1 と No.2 のポンプが作動し、その確認を待って各ゲート弁 No.1 と No.2 が開となり主熱交内を排気する制御プログラムが動作するので、人は状態診断から「アフレ状態」解消のみ行えば良かったが、追加設置した No.3 ポンプはその制御外にあり、今回は手動で復旧させる必要があった。増設機器以外の冷却系の停電対策は過去 10 回ほど稼動実績があり、直ちに異常解消の操作ができた。PC の監視画面を見ながら JT 開度調整を行い、1 時間ほどで停電前の冷却状態に復帰した。

今回の停電は関係者 7 名の解散後に発生した。幸いにも 2 名が電源室に居り、停電を直に観察できた。また解散直後であったため、システムからの異常通報が各自の携帯電話に送られ、約 20 分後には全員が現場に再集合できた。

5. 実用冷却能力とその他の検討

2002 年の 920 MHz 冷却系完成時と今回 2014 年の 1020 MHz 運転実績から、冷却システムの能力を比較する。また 3 台目の排気ポンプ増設について、本システムにおけるアフレ状態について、定性的な説明とそこに至る冷却器の量的な検討の一例を紹介する。

5.1 実用冷却能力の比較

2002 年当時の計測系の信頼性から得られるデータは、もっと精度の高いものであったが、今回の計測系の信頼性、データ収録性が低かったため精度が得られず、ここでは当時のものも概略数値で表した。920 MHz の報告にある JT 流量や Bath 温度から、計算精度を今回の 1020 MHz の計測/計算精度に合わせて再計算した。たとえば圧力、温度による He II のエンタルピーの変化を、1.7 K、1 atm の物性値で固定した。理由は今回の Bath 内圧測定に 2002 年と同等の精度が得られなかったことによる。また冷却器の冷却量についても、JT 流量として計算しているポンプ排気流 (L/min[stp]) の記録精度が 2 桁程度しか得られていないので、最低分解能を 5 mg/s 以上とした。なお各項目の上段は 920 MHz (2002 年)、下段は 1020 MHz (2014 年) の場合である。

定常冷却器温度

: 1.4 K~1.5 K HeII Bath との温度差 50 mK 以上

: 1.6 K~1.7 K HeII Bath との温度差 20 mK 以下

He II 槽定常安定温度

: 1.55 K +/- 5 mK

: 1.72 K +/- 20 mK

JT 排気ポンプ

: 排気量 5000 L/min 1 台 * 予備 1 台

: 排気量 5000 L/min 3 台 * 予備 なし

JT 弁開度操作

: ステッピングモーターの制御盤/PC から操作

: 同じく制御盤あるいは PC から操作

冷却温調機構

: PC プログラムによる Bath 温度追尾自動運転

: PC から Bath 内各温度監視による手動運転

運転時の排気流量と冷却量

: 10 L/min[stp] 約 30 mg/s 約 700 mW@1.5 K

: 45 L/min[stp] 約 135 mg/s 約 3030 mW@1.7 K

5.2 3 台目の排気ポンプ増設について

上記において JT 排気ポンプについては、同型機を増設しているので台数で比較するのが現実的である。もし他の機種であれば排気量 (L/min) で比較するしかない。しかし実質排気量を算定あるいは計測することはかなり難しい。排気系説明図 Fig. 6 には詳細が示されていないが、増設した No.3 の排気ラインは NW50 のアングルバルブを介して排気ポンプ SV300 に接続されている。他の No.1 No.2 の 2 系統と配管抵抗としてさほど変わらない。それ故 3 台 3 系統をほぼ同一と見なしたのであって、同一型番の排気装置であることは本質的ではない。

この排気ポンプの増設目的は、冷却器の冷凍能力を上げるための増設というより、Bath 運転温度を上げないために増設したというのが正しい。上記の比較の「JT 排気ポンプ」と「運転時の排気流量と冷却量」の項目で、ポンプ台数が 3 倍にしかになっていないのに、排気流量は約 4.5 倍になったのは、He II の主熱交内蒸気圧を高く設定したことによる。逆に高く設定しないと本システムでは冷凍負荷約 3 W に匹敵する JT 流量 45 L/min[stp] が稼げなかった。He II Bath 内のコイルの発熱量は温度に依らず約 2 W あったが、1.7 K での Bath への熱侵入量も約 1 W あった。この熱侵入量は 920 MHz の場合、0.63 W 今回と同様な計算をすると約 0.7 W になる。この熱侵入量は Bath 温度に依存する。もし 920 MHz の定格運転温度を 1.7 K と設定すると、さらに減ることになる。

排気ポンプ No.4 をさらに増設することについては、予備のためには必要を感じたが、冷凍能力の向上のためには疑問があった。Fig. 1 (c) の⑦主熱交出口から⑨排気配管までにある流路抵抗すなわち圧損源が解消しない限り、排気ポンプ能力を上げて⑨での圧力が下がるだけで、⑥主熱交内圧力はさほど下がらない。この圧力が下がらなければ主熱交内の飽和 He II の温度も下がらないことになる。この流路抵抗で支配的なのは第 3 熱交⑧の存在であった。本来の目的である冷却器上部のサービスプレートの冷却はあきらめ、低温冷却ガスの通路を何本か開けなおしたが、100 mg/s 以上の流量を流すと圧力損失が顕在化した。以上のことから 3 台への増設が現実的な解だったといえる。

5.3 本システムの主熱交内のアフレについて

停電に関する事例報告で「アフレ状態」について簡単に述べたが、このアフレについて知ることは、システム運転の鍵となるので、あくまでも概要ではあるがここで説明し

Fig. 8 Evaluation of a superfluid cooling system as a function of JT mass flow rate. Dotted line indicates actual operating conditions. Solid curves are calculated based on actual data⁵⁾.

ておく。JT 膨張型超流動冷却器ではよく知られた状態であり、フラディング：Flooding と呼ばれることが多い。JT 弁経由で熱交換器に He を送り過ぎてしまうと、冷却対象との熱交換で蒸発しないまま、He II が排気配管を昇ってしまい、次の温源との不都合な熱交換を開始する。通常この次の温源は予定していないので、排気すべき流量が排気ポンプ許容量を越え、冷却システムは破綻する。この状態に至る過程をここでは「アフレ状態」とした。

以上の定性的な理解を、より一般化しておくとなき式になる。これらは設計時には現実感を持つが、運転中の検討では、この式の各要素に現実的な理解が加わらなければならない。たとえばポンプの排気速度は使用真空機器の固有排気速度ではなく配管の流路抵抗を含む実質の排気速度であり、JT 流量は主熱交換器内の He II 気液相変化量である。

$$S = f(P_s) \quad (1)$$

$$Q = \dot{m}_{JT} \eta (H_V - H_L) \quad (2)$$

$$Q = KA(T_{bath} - T_{HexIn}) \quad (3)$$

$$1/K = 1/\kappa T_{bath}^3 + \delta/\lambda + 1/\kappa T_{HexIn}^3 \quad (4)$$

ここに、

S : ポンプの排気速度

P_s : ポンプの排気圧力

T_{HexIn} : 熱交内部温度 (排気圧力に相当する飽和温度)

T_{bath} : 超流動槽温度

K : 熱交換器における熱通過率

κ : カピッツァ抵抗

δ : 熱交換器壁厚さ

λ : 熱交換器壁熱伝導率

Q : 冷凍能力

m_{JT} : JT 流量

η : 液化率

H_V : 排気圧力における蒸気のエンタルピー

H_L : 排気圧力における液体のエンタルピー

A : 熱交換面積

とするのが一般的である。

JT 流量をパラメーターに、既定仕様値を代入して諸量を整理すると **Fig. 8** のようなグラフとなる。これは 2002 年の、920 MHz 完成時の冷却系機器の仕様値を用いて整理したものである⁵⁾。このとき、実際 JT 流量 29.5 mg/s でみると、各要素との交点から諸量が出る。ここでは温度差 ($T_{bath} - T_{HexIn}$) dT ≈ 約 60 mK、排気圧力 P ≈ 約 450 Pa、熱交換面積 A ≈ 約 70 cm² と読める。これはあくまでも熱交換器周辺での熱平衡状態を表すもので、JT 流量と諸量に交点がある限り、その状態が保たれ、アフレ状態へは進行しないことを示している。故にここから運転時の過渡状態を定性的に検討するには不向きと云える。

アフレ状態の進行にはおよそ三段階ある。第 1 段階は放置しておいても系の状態変化で戻り得る状態、第 2 段階は人為的に操作を加えなければ解消しない状態、第 3 段階は“次の温源”と熱交換を開始してしまう本格アフレ状態である。JT 流量を増やした場合を **Fig. 8** で見ると、Bath 温度と HexOut 温度の差が減ることが分かる。環境が流量増加方向に変化した場合に、他の要因で Bath 温度が上昇すれば、この温度差が増え、主熱交内のフィルムフローする超流動ヘリウムは熱交出口に至る前に蒸発して消え、アフレ予兆は解消される。これが第 1 段階である。第 2 段階に進むと、JT 流量を減らさない限り主熱交内の He II は減らない。すなわち JT 弁開度を減らし、主熱交内の飽和蒸気圧を下げてこの温度差を増やすことで主熱交内の He II 量を減らさなければならない。その機会を逸すると、He II のフィルムフローは 4 K 槽近くまで成長し、4 K 槽から Bath への熱侵入量が増大し、第 3 段階に至ることとなる。典型的な第 2 段階のアフレとその解消操作中の PC 画面を **Fig. 9** に示す。画面での HexOut の温度指示値は、冷却されている BathTop 温度より約 240 mK ほど高く、熱流の方向と矛盾している。JT 後の通過低温ヘリウムガス流量が増え、それに冷やされて JT 前温度 JT-In が下がってきている。約 3 時間前に始まった第 1 段階に気付かず、第 2 段階に進んでしまい、JT 開度を一度下げ、主熱交内のアフレが解消するのを待つ再度開度を上げていった。この間約 1 時間、指示値の狂った HexOut の挙動と JT-In の挙動から、アフレ兆候が始まる前の冷却状態へ戻ったことを確認した。この間の BathTop の温度上昇は約 5 mK であった。

Fig. 9 Computer screenshot of JT operation. The second stage flooding and its recovery works.

6. まとめ

15 年ほど前に最終調整された NMR マグネットの加圧超流動ヘリウム冷却系をそのまま使用し、約 9 ヶ月間 1.7 K 前後に冷却できた。実用運転に際し、状態を診断できる様々な資料と同時に、そこで起きていることの定性的な理解からの推論が、運転を工夫する鍵となった。自動運転のしきい値を越えた状態で、手動運転が可能であったのは、試作第 1 号機であったことから計測点が豊富にあったこと、すべてが自動化されているわけではなく、手動操作の余地が多数残されていたこと、資料には無かったが、製作過程での固有な細部構造を承知していたことなどが挙げられる。システムの構成部分に、細かな多くの不具合があっても、致命的な不具合さえなければ、設計仕様値を大きく越える負荷に対してですら運転は可能であることが確認できた。

超流動ヘリウムそのものの理学的な理解や熱伝達に関する工学的な理解は十分進んでいるが、装置そのものの普及が少ないので、技術面では研究者それぞれが経験と工夫で凌いでいるのが実情のように思われる。

なお LHe の大量消費：250 L/day については今後解消可能な原因がある程度想定できていること、本稿の主旨は He II 冷却運転にあることから、本稿では触れていない。

参考文献

- 1) K. Hashi, S. Ohki, S. Matsumoto, G. Nishijima, A. Goto, K. Deguchi, K. Yamada, T. Noguchi, S. Sakai, M. Takahashi, Y. Yanagisawa, S. Iguchi, T. Yamazaki, H. Maeda, R. Tanaka, T. Nemoto, H. Suematsu, T. Miki, K. Saito and T. Shimizu: "Achievement of 1020 MHz NMR", J. Magn. Reson. **256** (2015) 30-33
- 2) K. Hashi, K. Deguchi, T. Yamazaki, S. Ohki, S. Matsumoto, G. Nishijima, A. Goto, K. Yamada, T. Noguchi, S. Sakai, M. Takahashi, Y. Yanagisawa, S. Iguchi, H. Maeda, R. Tanaka, T. Nemoto, H. Suematsu, J. To, J. Torres, K. Pervushin and T. Shimizu: "Efficiency of high magnetic fields in solid-state NMR", Chem. Lett. **45** (2016) 209-210
- 3) A. Sato, T. Kiyoshi, F. Matsumoto, H. Nagai, H. Wada, S. Ito, T. Miki, M. Yoshikawa, M. Hamada, Y. Kawate and S. Fukui: "Long term testing of superfluid-cooled 920 MHz NMR cryostat," Physica C **372-376** (2002) 1346-1348
- 4) S. Ito, T. Miki, M. Yoshikawa, M. Hamada, Y. Kawate, S. Hayashi, A. Sato, T. Kiyoshi, F. Matsumoto, H. Nagai, H. Wada, S. Fukui, and T. Noguchi: "Test result of long term operation of the superfluid-cooled cryostat for an 1 GHz NMR spectrometer," IEEE Trans. Appl. Supercond. **12** (2002) 1347-1351
- 5) S. Ito, T. Miki, M. Hamada, A. Sato, T. Kiyoshi, M. Yoshikawa, F. Matsumoto, H. Nagai, H. Wada, S. Fukui and T. Noguchi: "Long term operation of superfluid-cooled cryostat for 920 MHz NMR spectrometer," IEEE Trans. Appl. Supercond. **14** (2004) 1715-1718
- 6) T. Miki, S. Ito, M. Hamada, M. Yoshikawa, A. Sato, T. Kiyoshi, H. Wada, F. Matsumoto, H. Nagai, T. Noguchi and S. Fukui: "The measurement and control system for 920 MHz NMR magnet," IEEE Trans. Appl. Supercond. **14** (2004) 1742-1745
- 7) G. Nishijima, S. Matsumoto, K. Hashi, S. Ohki, A. Goto, T. Noguchi, S. Iguchi, Y. Yanagisawa, M. Takahashi, H. Maeda, T. Miki, K. Saito, R. Tanaka and T. Shimizu: "Successful upgrading of 920-MHz NMR superconducting magnet to 1020 MHz using Bi-2223 innermost coil," IEEE Trans. Appl. Supercond. **26** (2016) 4303007
- 8) G. Nishijima, S. Matsumoto, K. Hashi, S. Ohki, A. Goto, T. Noguchi, S. Sakai and T. Shimizu: "Operation of 1020-MHz NMR superconducting magnet," IEEE Trans. Appl. Supercond. **26** (2016) 4303304
- 9) S. Matsumoto, T. Kiyoshi, G. Nishijima, K. Hashi, M. Takahashi, T. Noguchi, H. Maeda and T. Shimizu: "Equipment for power outage in operation of driven-mode NMR magnet," IEEE Trans. Appl. Supercond. **26** (2016) 4301004

野口 隆志 1950 年生まれ。1978 年日本大学大学院理工学研究科修士課程修了。1978 年日本大学理工学部 安河内研究室副手。1979 年(株)鈴木商館 低温機器部配属。1984 年(株)古河電気工業 古河オックスフォード配属。1988 年古河退職後、極低温技術コンサルティング事務所 池上技術設立 代表。池上技術を継続しながら、2010 年より物質・材料研究機構 パートタイム任期制職員を兼務。主として超伝導応用機器および極低温技術の開発に従事。日本磁気共鳴医学会、日本真空学会、低温工学・超電導学会会員。