

第27回 低温工学基礎技術講習会開催報告

関西支部

第27回低温工学基礎技術講習会を低温工学協会関西支部の主催、日本真空協会関西支部、応用物理学会関西支部の協賛のもとに、大学・大学院学生、関係企業の若手技術者ら計9名の参加を得て、2011年9月5日～7日に開催した。本講習会は、企業・大学の若手研究者や低温工学の初学者を対象として、寒剤の取扱い・低温生成・低温と安全・温度計測・低温用材料の性質・超伝導などの基礎的技術を習得していただくことを目的としている。一日目に、基礎的な関連項目について座学講義、二、三日目は大阪大学と神戸大学で、それぞれ「超伝導基礎物性の測定および磁気分離技術」、「寒剤の性質とその取り扱い方」のテーマで二日間の実習を行った。以下に実習風景の報告をさせていただく。

(京都大学 白井康之)

~~~~~実習風景1~~~~~

### 「超伝導基礎物性の測定および磁気分離技術」

大阪大学大学院工学研究科 環境・エネルギー工学専攻

西嶋研究室

西嶋研究室では、「超伝導基礎物性の測定および磁気分離技術」の実習の一つとして、テクノアライアンス棟の西嶋研究室にて磁気分離技術の基礎実験を行い、また低温センター吹田分館にて超伝導バルク磁石、超伝導ソレノイド磁石の見学を行いました。今回は実際の排水の浄化を感じていただくため、人工的に調製した模擬排水に加え、生活排水、学内の池で採取した排水などの実際の排水について磁気分離実験を行っていただきました。

まず、テクノアライアンス棟2階の会議室にて、総勢8名の参加者に自己紹介を行ったのち、西嶋教授が磁気分離のシミュレーションを行う際に用いる電磁気学のパラメーターの単位についての説明を行い、秋山講師が磁気シーディングの原理と実習概要の説明を行いました。次に4階の実験室に移動いただき、磁気分離実験を行いました。

実験では4名ずつのグループに分かれていただき、高分子凝集法を用いたエマルション模擬排水の磁気分離実験と、吸着法を用いた染料排水の磁気分離の実験を行っていただきました。エマルションは無機凝集剤である硫酸バンドと有機凝集剤を併用した高分子凝集法を用いて磁気分離を行いました。



エマルジョンおよび実際の生活排水、池の水の磁気分離では、まず硫酸アルミニウムを加え、それからアルカリを加えて水酸化アルミニウムを生成させ、小さな凝集体を作ります。次に高分子凝集剤を加えてさらに大きなフロックを形成させます。これらの凝集剤は一般的な下水処理でも用いられている薬剤ですが、ここに少量の強磁性体を加えるだけで、分離のスピードが通常の凝集沈殿法に比較してかなり高くなることを体験していただきました。

実際に高分子凝集剤を加えると、目に見えて大きなフロック（凝集体）ができ、そこに強磁性体であるマグネタイトの黒い粉末を添加すると白いフロックが全体に黒くなり、永久磁石で自在に引っ張ることができます。



分離率を確かめるため、上澄み溶液を採取して濁度測定を行いました。その結果、エマルジョン、生活排水、阪大内の池の水のいずれも、70-90%程度の高い分離率を得ることができました。

一方、染料排水の磁気分離実験では、先の実験では市販品を用いた、強磁性粒子であるマグネタイトのコロイドを調製することから始めました。まず水酸化第一鉄の青い沈殿を生成さ

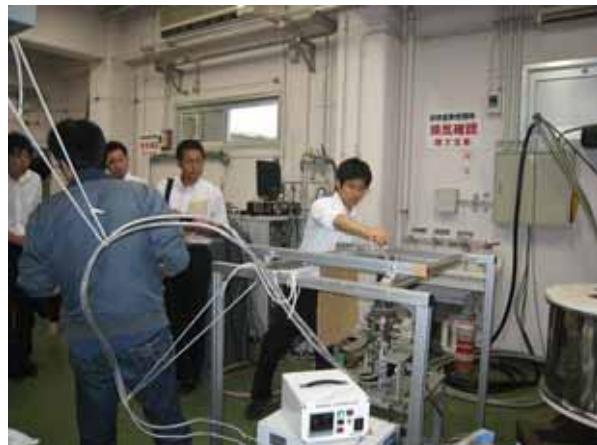
せ、次にかくはんによって空気酸化を行い、黒色沈殿が生成したところで反応を終了させます。反応が不十分だったり、逆に反応が進行しすぎたりして成功しない場合もある実験ですが、今回は半数以上の参加者がマグネタイトの生成に成功し、黒いマグネタイト粒子が永久磁石にひきつけられる様子が確認できました。次に、染料の模擬排水に、調製したコロイドを、添加量を変化させながら加え、磁気分離を行いました。見た目にも染料のオレンジ色が消えていくことが分かりましたが、吸光度によって、実際に何%の染料が分離されたかを計算していただきました。また添加量依存性を見ると、ごく少量の添加量で効率の分離率が得られることが分かりました。これは調製したコロイドが、吸着剤として重要な条件である大きな表面積を持っていることを示しています。

実験の待ち時間には、今回行った湿式磁気分離に加え、乾式磁気分離、および、磁気分離と同じく超伝導磁石を用いた磁気ドラッグデリバリーシステム(MDDS)の紹介を行いました。幅広い応用に大変興味を持っていただくことができ、ほぼ全員の参加者から大変活発なご質問をいただきました。中には実用性を踏まえた鋭い質問もありました。

最後に会議室に戻って実験のまとめを行ったのち、実用スケールに向けての分離システム構築に用いている超伝導磁石の見学を行いました。低温センターにて三島助教の案内により、ソレノイド型超伝導磁石、およびバルク超伝導磁石の説明がありました。参加者の方々はいずれも超伝導磁石を見るのは初めてだったようで、1円玉を超電導バルク磁石の上に立てるとなじみ倒れいく現象や、小さいゼムクリップが強くひきつけられる様子に大変興味深い様子でした。同時に強磁

場を用いる際の安全管理の重要性も体感することができたようです。

今回の参加者はほとんどが入社間もない若手の企業の方で、実験室にはいつも増して熱気と活気があふれていました。今後の研究開発に少しでも役立てていただけることがあればと思います。



~~~~~実習風景 2 ~~~~~

「寒剤の性質とその取り扱い方」

神戸大学海事科学研究科 武田 実

神戸大学では、9月7日（水）に「寒剤の性質とその取り扱い方」の実習を行った。参加者は8名であった。実習項目は、以下のとおりである。

- (1)ヘリウム液化装置の見学
- (2)液体窒素の取り扱い方
- (3)液体ヘリウムの取り扱い方
- (4)サーマルオシレーションの観測
- (5)超流動転移の観測
- (6)フィラメントを用いた超熱伝導性の実験
- (7)噴水効果の実験

9月7日（水）、午前10時に実習生が極低温実験棟に集合した。始めに自己紹介をして頂き、低温実験に関する経験について聞いたところ、ほとんどの実習生が液体ヘリウムを見たことがないとのことであった。続いて当日の実習内容について説明した後、ヘリウム液化装置（レシプロ型、PSI社製）および液体窒素貯蔵タンクの見学を行った。その後、物理学実験室へ移動し、午前中は液体ヘリウムを用いる実験のための窒素予冷を行った。始めに液体窒素を取り扱う上での注意点を説明した。続いて、ゴーグルおよび皮手袋を装着し、クライオジェットを用いて液体窒素移送の実習を行った。ほとんどの実習生はクライオジェットを触るのが初めてであったが、すぐにその使用方法をマスターしていた。

午後からは、トランスファーチューブの機能や構造などを説明した上で液体ヘリウムの移送を行った。移送の前には予冷に用いた液体窒素を取り去り、真空引きの後でヘリウム

ガスに置換した。実習生は、ガラスデュワーの底に液体ヘリウムが溜まり始めると目を凝らして観察していた。ところが、液体ヘリウムの液面は一向に上昇せず、移送を止めると液面が見る見る下がって行くではないか。これは断熱真空が悪いと判断し、普通このようなことはしないのですがと前置きしてから、急いで断熱真空槽の排気を開始した。約30分後、液体ヘリウムの再移送は成功し事なきを得た。

サーマルオシレーションの観測では、ステンレスの薄肉パイプの上端にマイクロフォンを取り付けて、ゆっくりと液体ヘリウムの液面へ近づけて行った。パイプの下端が液面上部にあるときは激しい振動と蒸発が起こるが、液面内部にあるときは著しく減衰することまず眼で確認した。次に、オシロスコープを用いてサーマルオシレーションの周波数と振幅を測定し、振動および減衰する様子を確認した。

続いて、超流動の実験に移った。実験室外部にある大型真空ポンプを見学した後、このポンプを用いて液体ヘリウムの減圧を始めた。ガラスデュワー内のヘリウムが激しく蒸発する様子を見ながら蒸気圧を計測し、蒸気圧のデータから温度に換算した。超流動直前になると実習生はガラスデュワーの前に集まり、蒸気圧の値を見ながらカウントダウンが始まった。温度が2.2Kとなり、超流動転移と同時に思わずオーという歓声が起った。それまでの激しい沸騰状態とは打って変わって全く静寂な液面が現れ、実習生は食い入るように見つめていた。その後フィラメントを超流動中で点灯させ、その周りから気泡が発生せずに静寂な液体のまま約2000°Cの温度差が発生していることを観察して、超熱伝導性に関する理解を深めた。最後に、噴水効果の実験を行った。1.6Kの状態で、熱機械ポンプのヒーターに電流を流し、噴水の出る様子を観測した。具体的には、加える電流値および電圧値を少しづつ変えながら、噴水の高さを計測した。実習生はヒーター入力値と高さの実験結果をまとめて考察を行った。以上の実験を進めながら、その都度質疑応答を行なった。

今回参加された実習生の多くから、見聞きするものが新しくて非常に有意義な実習だったとの報告を受けております。最後になりましたが、この実習をご支援して頂きました低温工学・超電導学会に、また準備段階からご協力頂きました関係者および学生諸君に感謝申し上げます。



液体窒素の取出しを行っている様子