

第29回 低温工学基礎技術講習会開催報告

関西支部

低温工学・超電導学会関西支部では、第29回低温工学基礎技術講習会を、大学・大学院学生、関係企業の若手技術者ら計18名の参加を得て、2013年9月11日～13日に開催した（日本真空協会関西支部、応用物理学会関西支部協賛）。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7名の講師による座学講義を行い（写真1）、その知識をもとにして、二、三日目は大阪市立大学と大阪大学で、それぞれ「低温物性基礎実験」、「超伝導基礎物性の測定および磁気分離技術」のテーマで二日間の実習を実施した。講師の先生方、実習を準備していただいた両大学の関係者の皆様に感謝申し上げます。以下は、実習風景の報告である。

（京都大学 白井康之）



写真1 TS・テクノサポート田中峰雄講師の「低温と安全」の講義風景

~~~~~実習風景1~~~~~

### 「低温物性基礎実験」

大阪市立大学 畑 徹、小原 顕

大阪市大では「低温物性基礎実験」の実習を行った。これは主にヘリウムの物性としての超流動を直接観測する。実習生全員が1つのグループとして取り組む。最初に、実際に

目で見ると予定の超流動ヘリウム特有の現象をビデオで見てもらった。これは、以前に大阪市大の超低温研究室で教育用ビデオとして撮影されたもので、具体的には、液体ヘリウムの超流動状態でのフィルムフローと超熱伝導現象の2つの実験ビデオです。これを見ながら実験の説明を聞いてもらった。実際に行った実験課題を以下に示す。

### 「1. タコニス振動」

液体ヘリウムのたまっている魔法瓶の中に、内径 3.5φ のキプロニックパイプをゆっくり差し込んで行きヘリウム液面の振動の様子を観測する。振動が始まると音だけでなく、ヘリウム液面が激しく波立つことがわかる。パイプが液中にあるときと蒸気中にあるときでは振動の周波数が異なることも確認する。

### 「2. スーパーリークもしくはフィルムフローの実験」

ガラスのコップが先端にぶら下がったパイプが室温部から入っていて、それを上下させてコップに液を汲み取り、液面より上に引き上げた後、超流動状態でガラスコップの縁をよじ登り液体が流れ出る様子、即ちフィルムフローを観測する。

### 「3. 超熱伝導の観測」

豆電球のガラス部を取り除き、フィラメントを露出したものに電流を流し白熱させ、液体ヘリウムの常流動状態と超流動状態での沸騰の様子を観測する。

実験室へ移動後、実際の装置（クライオスタット）の説明を受けてもらった。実験装置は全面が透明なガラスの魔法瓶を用いたクライオスタットを使う。通常は、液体窒素、液体ヘリウムの蒸発を少なくするために、魔法瓶の内側に銀鏡処理を施したものを使い、細かい銀鏡のないスリットからのみ液体ヘリウムを見るが、ここでは、液体ヘリウム中で起こっていることを観察してもらうために、全く銀鏡処理をしていない透明な2つのガラス魔法瓶（液体窒素用と液体ヘリウム用）を使用した。

まず、ヘリウム魔法瓶の断熱真空層の排気から始め、次に、空気が入っているヘリウムバスを真空排気し、その後ヘリウムガス1気圧に置換した。さらに、液体窒素魔法瓶へ液体窒素を注入した。液体窒素温度までの予冷の間、液体窒素の沸騰をとめる方法について紹介した。これは、ヘリウムガスを液体窒素中に吹き出すと、10秒程度、沸騰がない状態を作ることができるというものである。これは、液中のヘリウムガスの泡は冷却されると、泡内の窒素の分圧がゼロであるため、泡に向かって液体窒素から蒸発が起こり、その結果、液体窒素の温度が数K過冷却されるため沸騰しにくくなると考えられている。

ここで、昼食休み。

いよいよ液体ヘリウムの移送です。ヘリウム魔法瓶の断熱真空層に入れた窒素ガスを真空排気した後、ヘリウムベッセルからサイフォン（移送管）を使ってクライオスタットに液体ヘリウムを移送する。このとき、サイフォンの出口から液体ヘリウムが霧状に勢いよく飛び出てくる様子を観察した。ヘリウムベッセルの加圧は風船で行い、実習生に順に

加圧してもらった。移送終了後は、液体ヘリウムの蒸発を抑えるために、液体窒素の液面が液体ヘリウムの液面より常に上側にあるように、液体窒素を適宜補充し続けた。

液体ヘリウムがガラスの魔法瓶にたまったところで、「熱音響振動（タコニス振動）」を観測した。細いパイプの上部に短くて太い共鳴ボックスを取り付け、上部にシリコンゴム薄膜を張ったヘリウム液面計を上から挿入していく。パイプ先端がヘリウム液面に到達すると薄膜が振動し始めた。これは、パイプ中のヘリウムガスの上部、下部での温度差が気体の振動を引き起こすという「熱音響効果」の現れです。その後、一旦パイプを液面より上に引き上げると振動は小さくなるものの持続し、振動周波数も変化することがわかる。先端が液面の直上ときは液面が激しく暴れるので、振動の激しさが最もよくわかる。

次に超流動状態の観測をした。液体ヘリウムの蒸発ガスの回収バルブを閉じ、真空ポンプで減圧していく。ヘリウムの圧力が約 $-72\text{cmHg}$ で超流動状態への相転移が起こる。実習生は相転移と共に液面が静かになる様子と沸騰が消えることを観測した。沸騰しなくなることは液体の熱伝導度が大変大きくなることを意味している。

次に、超流動状態で、ガラスコップを液中に浸しコップ下端が液面より上となるようにコップを引き上げた。目を凝らして見ると、すぼまったコップの下端から小さな液滴がぼたりぼたりと滴り落ちている様子が観測された。これはコップの内壁と外壁にヘリウムの薄膜（数十nmの厚み）ができ、フィルム状に超流動ヘリウムが流れた結果です。

次は、超熱伝導の実験で、ヘリウム気体中で豆電球を小さく点してから液体につけ沸騰の様子を観測した。次に、減圧して超流動状態すると沸騰の泡が見えなくなった。超流動状態ではフィラメント部に供給された熱が液体の温度を上昇させるよりも格段に早く熱が液表面まで運び去られて

しまうからです（超熱伝導）。実習生から感動の音が聞こえた。

ここで、超流動の沸騰停止実験と、フィルムフローの観察の時は、ガラス魔法瓶の斜め後ろからLED電球（5W）で白色光を照射し続けると、液面（超流動の滴）がよりくつきりと見えます。通常の白熱電球で行うと、赤外線放射のために温度が上昇してしまうが、LED電球は赤外線を出さ



超熱伝導の実験風景：超流動ヘリウム中で、ガラスを割った豆電球のフィラメントが光り、 $1000^{\circ}\text{C}$ と $1\text{K}$ が沸騰の泡のない状態で共存している状態を観察している様子。

ないため、温度上昇が起きない。特に、フィルムフローの実験では、吊り下げられたガラスコップが温まってしまい、フィルムフローにならないこともわかった。

実験終了後、研究室の施設見学（ヘリウム液化施設、希釈冷凍機など）をしてもらい、最後に座学では説明しなかった希釈冷凍機の原理、さらには核断熱消磁の説明をし、mK から  $\mu\text{K}$  をどのように実現するかの説明をした。

~~~~~実習風景2~~~~~

「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、耐震工事が終了して装いも新たになったA1棟西嶋研究室にて、磁気分離技術を用いた排水処理の基礎実験を行いました。参加者は2日間で総勢14名でした。



まず、A1棟1階の共通PJ室にて、三島助教が磁気分離の理論、実用的な磁気分離システム等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2階の実験室に移動して磁気分離実験を行いました。実験では3-4名ずつのグループに分かれていただき、

①凝集法によるエマルションの磁気分離、②吸着法を用いた染料の磁気分離、の2種類の磁気シーディング法を用いた磁気分離の実験を行い、最後に、③超電導バルク磁石を用いた磁気分離実験を体験していただきました。以下にそれぞれの実習の概要を報告します。

① 凝集法による磁気分離

凝集法を用いた磁気分離実験では、今回は模擬排水として、家庭排水やドラム缶洗浄廃水などのモデルとして調製したエマルションに加え、実際の生活排水として、米のとぎ汁について磁気分



離実験を行いました。凝集法による磁気分離の手順は、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、通常の凝集沈殿法では、時間をかけてフロックを沈降させ、上澄みを処理水として取り出すことにな

りますが、このフロックに少量の強磁性体を加え、磁石のけん引力により分離することで、分離のスピードが通常的大幅に高くなります。pH 調整には少し手間取った方もおられましたが、エマルジョンの模擬排水と米のとぎ汁は、いずれも目に見える凝集体(フロック)を形成し、少量の市販マグネタイト粒子(粒子径 $0.5\ \mu\text{m}$)を添加して、永久磁石を近づけることで、澄んだ上澄みを得ることができました。このようにしてフロックを分離した上澄み溶液で濁度測定を行い、分離率を計算しました。その結果、エマルジョン、米のとぎ汁のいずれも、70-90%程度の高い分離率を得ることができました。

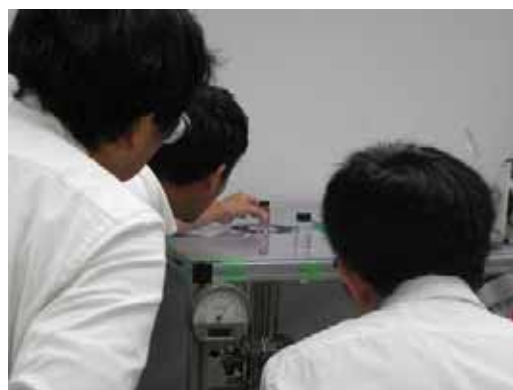
② 吸着法を用いた染料の磁気分離

先の実験ではマグネタイト粒子は市販品を用いましたが、この実験ではまず、強磁性粒子であるマグネタイトのコロイド粒子(細かい粒子)を調製しました。まず水酸化第一鉄の青色沈殿を生成させ、次に空気バブリングによって空気酸化を行い、黒色沈殿が生成し、永久磁石に引き付けられればうまくマグネタイトが生成していることとなります。空気酸化の度合いによっては失敗する可能性もある実験ですが、加温による結晶生成の促進などの工夫によって、ほぼすべての参加者がマグネタイトの生成に成功しました。次に、オレンジⅡという染料の模擬排水に、自分で調製したマグネタイトを、添加量を変化させながら加えて磁気分離を行いました。参加者の皆さんは、マグネタイトを加えて永久磁石を近づけるだけで、オレンジⅡのオレンジ色が消えていくことに大変興味を持っておられたようです。さらに、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。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、またマグネタイトの添加量が多すぎるとかえって水が濁り、逆効果であることが分かりました。

実験の待ち時間には、今回行った一般的な磁気分離法の実用的な応用例に加え、現在西嶋研究室で精力的に研究を行っている、土壌の放射性物質の磁気分離法を用いた除染技術の研究と、磁気アルキメデス法を用いたリサイクル技術の紹介を行いました。実験中には、磁性体の性質に関する基礎的な質問から、コストを踏まえた実用的な質問まで、さまざまなご質問を頂きました。ビーカースケールではありましたが、自分の手で実験を行うことで、磁気分離法という手法にかなり興味を持っていただけたようです。

③ 超電導バルク磁石を用いた磁気分離実験

最後に、ビーカー実験で得られた磁性フロックについて、実用スケールに向けての連続的な磁気分離について体感していただくため、最大磁束密度 3.5T の超電導バルク磁石を用いた連続磁気分離実験を行いました。強磁性のステンレス製のメッシュを配置した管にポンプで磁性フロックの懸濁液を流すと、瞬時にメッシュに磁性フロックが捕捉される様子が観察されました。また、強磁性の液体を用いると、液体中に固体を浮かせることができる磁気アルキメデス法という手法で、赤、黄、青のガラス粉末がそれぞれ別の高さで浮上することできれいに分離することも体験していただき、参加者は不思議な現象に



驚いた様子でした。永久磁石にはほとんど影響を受けない、銅製の10円玉やアルミニウム製の1円玉も、強磁場中では不思議な挙動をすることも体感していただきました。

最後に参加者の感想、質問を受け付けたところ、実用化に向けての超電導磁石のコスト面の問題や国際的な展開が話題となりました。超電導磁石を用いた環境浄化やリサイクル技術を日本全国、さらには世界に向けてさらに展開していくには、コスト面の問題は避けて通れないことを痛感しました。