

東大理工学研究所の水素液化機

福井伸二・大島恵一・永野 弘・宍倉 鍊*・古江典昭

新妻正光・石井喜一・栗原昭彦・相沢秀夫

(1958年2月13日受理)

Hydrogen Liquefiers of the Institute of Science
and Technology, University of Tokyo.

Shinji FUKUI, Keichi OSHIMA, Hiroshi NAGANO, Ren SHISHIKURA,
Noriaki HURUE, Masamitsu NIIZUMA, Kiichi ISHII,
Akihiko KURIHARA and Hideo AIZAWA

(Received February 13, 1958)

ABSTRACT: As a part of the activities of the research committee for cryogenics of Institute of Science and Technology, two hydrogen liquefiers were developed; one with product rate of liquid hydrogen by 1 liter per hour, and the other larger one by 8 liters per hour. The small liquefier which was developed both as a prototype for the larger one and as a convenient portable liquefier operating from commercial hydrogen in cylinder is shown in Fig. 2, and Fig. 3. The regenerative heat exchanger was made by one 1.5×2.5mm high pressure tube and one 2.5×3.5mm low pressure tube soft soldered side by side. To reduce thermal conduction along the tubes, 80% Cu-20% Ni Cupro-Nickel was used for the material, and the total length of the heat exchanger was 230cm. This worked quite well, producing about 1 liter of liquid hydrogen from a commercial cylinder.

The larger liquefier which was constructed to satisfy liquid hydrogen demand of the institute is shown in Fig. 4 and Fig. 5. The capacity of the hydrogen compressor was 30 m³/hour with operating pressure of 150atm. For most tubes, especially those which work in the temperature range below liquid nitrogen, Cupro-Nickel was used for the material. Fig. 6 shows the cross section of the regenerative heat exchanger which was made from one high pressure and six low pressure tubes soft soldered together. One of the low pressure tubes is to purify the feeded hydrogen gas. The total length of the exchanger was 500cm. The tubes were made of the 80-20 Cupro-Nickel.

The level of liquid nitrogen and of hydrogen was measured by Hampson type levelers shown in Fig. 7. For liquid hydrogen, differential manometer with water and liquid paraffin was employed. (Fig. 7 (b)).

For thermal insulation, vacuum of 10⁻⁵ mmHg was maintained inside the casing by an 8 in. oil diffusion pump and a rotary pump of speed 1200l/min.

* 東京大学大学院学生

For purification of hydrogen the feeded gas was first passed through the purification circuit surrounding the regenerative exchanger and impurities solidified were separated by a small cyclon. And during operation, it was purified by passing through a charcoal purifier cooled by liquid nitrogen under reduced pressure of 300~400 mmHg.

For production of liquid hydrogen, the pressure of liquid nitrogen bottle was reduced to 100~150 mmHg., that is, the temperature of 64~66°K.

At the early stage of operation, hydrogen gas, compressed to 150 atm was expanded to 0.5 atm and by-passed by the by-pass valve in order not to return through the regenerative exchanger till the temperature at the expansion valve reached below 90°K.

When this temperature was attained, by-pass valve was shut and regeneration was started. After 20 min., liquefaction of hydrogen started. One example of the performance data is shown in Fig. 8.

The production rate of liquid hydrogen was about 8 liters per hour, and liquefaction efficiency was about 21%. The consumption of liquid nitrogen in the bottle was about 1.2 liter per 1 liter of liquid hydrogen produced.

§1. 緒 論

低温の研究は物理学、化学にとって重要、且つ興味ある分野であるにも拘らず、わが国では低温技術の貧困の為か、未だに水素、ヘリウムの液化機の自作と云うことを殆ど聞かない。

著者等は東大理工学研究所に設けられた低温委員会の指導の下に一連の液化機の製作を行つて来たので、先ず水素液化機についてここに報告する。

我々の水素液化機は、液体窒素による予冷、Joule-Thomson 膨脹 (以下 J-T と略記する)、及び熱交換器による regenerative cooling を用いて水素を液化するもので、これによつて 14°K 以上の低温の実験を可能にし、且つヘリウム液化の準備をすることを目的としている。

ヘリウムの液化には、液体水素を用いずに、膨脹エンジンで外へ仕事をさせる断熱膨脹と J-T 効果とを併用する Kapitza の方法¹⁾も行われている。しかし我々は先ず液体水素を得、次に液体水素による予冷と J-T 効果によつてヘリウムを液化する道を選んだ。それは液体空気以下の低温で長時間作動する膨脹機に就ては材質の点で細か

いデータを持ち合せなかつたのに対し、可動部分のない J-T 法の繰返しによつて液体ヘリウムに到達する方が、技術的により確実と思われたからである。又我々は極低温から常温に至る広い温度領域での研究を志しているの、液体水素を得ればヘリウムと窒素との間の温度の実現が容易になり、且つこれを予冷に用いて液体ヘリウムの消費をずつと減らすことが出来る (文献 2), 3) に具体的な数字が挙げられている。更に Simon の脱着法²⁾、膨脹法³⁾ など、別のヘリウム液化方式も必要に応じ試みることが可能になる。

勿論液体水素を使用することには多少の危険が伴うと考えられるので、我々は後に述べるように危険防止には相当の注意を払つている。そして水素の安全確実な取扱い、室内への漏洩防止の訓練が、低温実験技術の習得、特に輸入ガスであるヘリウムの回収操作に役立つことを期している次第である。

§2. 気体液化の理論

高圧の気体を細孔から自由膨脹させ、J-T 効果によつて冷却する過程は等エンタルピー変化として取扱うことが出来る。今簡単のために使用する熱交換器の効率 E が 100% で外からの熱の流入

がないものとし、熱交換器高温端に於ける流入高压水素、流出低压水素、並びに液体水素のエンタルピーを夫々 H_4 , H_1 , H_5 とすれば、液化率 ϵ は次式で与えられる (添字の番号は Fig. 4 と対応する).

$$\epsilon = \frac{H_1 - H_4}{H_1 - H_5} \quad (1)$$

1 気圧での液体水素を零点にとつてエンタルピーを表示すれば式 (1) は

$$\epsilon = 1 - \frac{H_4}{H_1} \quad (2)$$

となる。勿論熱交換器高温端の温度が J-T 逆転温度以下でなければ水素は液化しない。水素の温度・エンタルピー線図を用いて調べると、Fig. 1 の如く点 4 の温度、即ち予冷温度が低い程液化率が大きいことがわかる⁶⁾。実際問題として予冷温度をどこ迄下げられるかと云うと、寒剤が液体酸素ならば約 54°K 、液体窒素ならば約 63°K となる。これらは寒剤を真空ポンプで減圧して得られる三重点であるが、固化してしまうと高压水素蛇管との熱交換は却つて悪くなるから固化点の一、二度上の温度に保たれるよう減圧を制禦することが望ましい。更に上記の如く温度だけから見ると

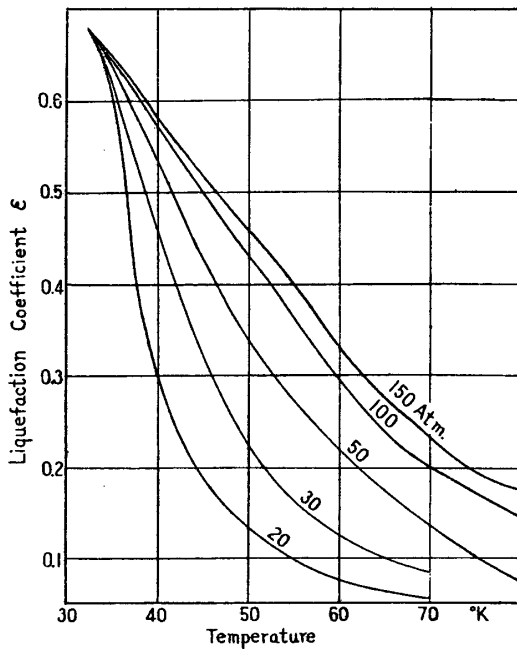


Fig. 1 The theoretical liquefaction coefficient, ϵ , as a function of the precooling temperature for various values of the input pressure. [From Keyes et al., reference (6)]

窒素より酸素の方が有利であるが、我々は危険防止の考慮から予冷はすべて液体窒素を使っている。従つて予冷温度は $64\sim 65^\circ\text{K}$ となつた。次に圧力による液化率 ϵ の変化を見ることにする。

$$\left(\frac{\partial \epsilon}{\partial p}\right)_T = 0, \quad \left(\frac{\partial^2 \epsilon}{\partial p^2}\right)_T < 0 \quad (3)$$

を満たす圧力 p の時 ϵ は最大になる筈である。

$$\left(\frac{\partial \epsilon}{\partial p}\right)_T = -\frac{1}{H_1} \frac{\partial}{\partial p} \left[\int_{p_i}^{p_h} \left(\frac{\partial v \tau}{\partial \tau}\right)_p dp \right] \quad (4)$$

ここに v は体積、 τ は絶対温度の逆数であり、 p_h , p_i は夫々 J-T 膨脹前後の圧力を示す。(3) と (4) から ϵ_{\max} のためには $(\partial v \tau / \partial \tau) = 0$ なることがわかる。一方 J-T 係数 μ は次式で与えられる。

$$\mu = \left(\frac{\partial T}{\partial p}\right)_H = \frac{T \left(\frac{\partial v}{\partial T}\right)_p - v}{c_p} = -\left(\frac{\partial v \tau}{\partial \tau}\right)_p \quad (5)$$

従つて ϵ_{\max} の条件は $\mu = 0$ 、即ち J-T 逆転曲線と一致する。J-T 逆転曲線は既に Jacob⁷⁾、Meissner⁸⁾ により詳しく求められており、Jacob は次の実験式を出した。

$$\pi = 23.37 - 1.174 R \theta - \frac{178.6}{R^2 \theta^2} \quad (6)$$

ここに $\pi = p/p_c$, $\theta = T/T_c$, $R = 3.27$, 水素の臨界圧力 $p_c = 12.8 \text{ atm}$, 臨界温度 $T_c = 33.2^\circ\text{K}$ の値を入れると、逆転曲線は

$$p_{\text{inv}} = 298.56 - 1.4772 T - \frac{235201.0}{T^2} \quad (7)$$

となる。(7) から $T = 65^\circ\text{K}$ の時の p_{inv} は 147 atm である。即ち我々の予冷温度では高压は約 150 気圧が適当で、 ϵ は 27.5% 、もし熱交換器の効率 E が 100% でなく 90% の時には $\epsilon = 24\%$ となる。

§3 小型水素液化機

実用的な容量の液化機建設に先立ち、水素液化について基礎的経験を積むために毎時約 1 立の小型液化機を製作した。その写真および概略図を Fig. 2 と Fig. 3 に示す。各部の詳細な記述は次節にゆずり、ここでは熱交換器など二、三の点を主にして述べることにする。

Starr⁹⁾によれば所謂向流型 (counter current type) の熱交換器の単位長さに対して、気体と金属管壁との間の伝熱係数 h (cal/cm·deg·sec) は次式で与えられる。

$$h = 0.15 c_p \cdot \eta^{0.25} \left(\frac{M \cdot m}{d} \right)^{0.75} \quad (8)$$

ここに c_p (cal/mole·deg) は気体の定圧比熱、

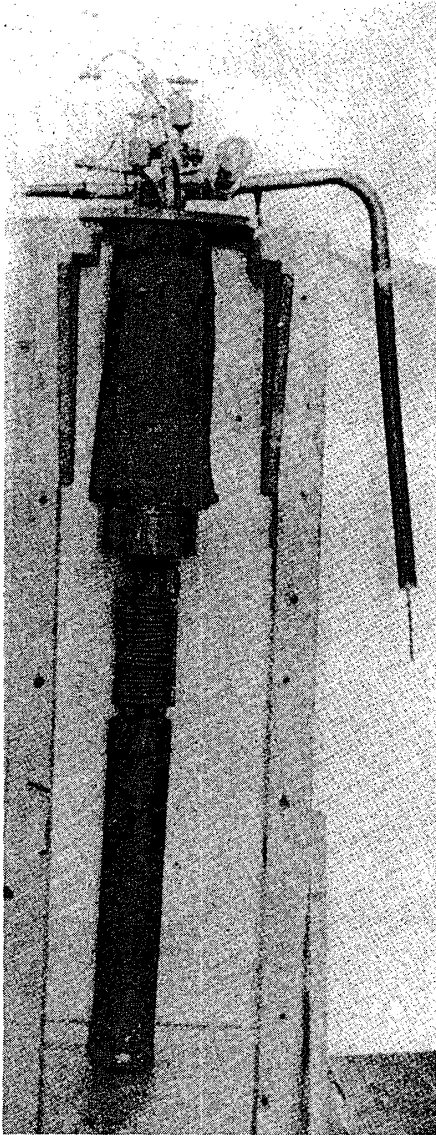


Fig. 2 Photograph of the small hydrogen liquefier

Fig. 3 Cross sectional drawing of the small hydrogen liquefier. 1. liquid nitrogen in; 2. low pressure hydrogen out; 3. high pressure hydrogen in; 4. evaporated nitrogen out; 5. to vacuum pump; 6. liquid hydrogen out; 7. upper heat exchanger; 8. liquid hydrogen draw off tube; 9. liquid nitrogen; 10. glass Dewar vessel; 11. regenerative heat exchanger; 12. Joule-Thomson valve; 13. liquid hydrogen bottle.

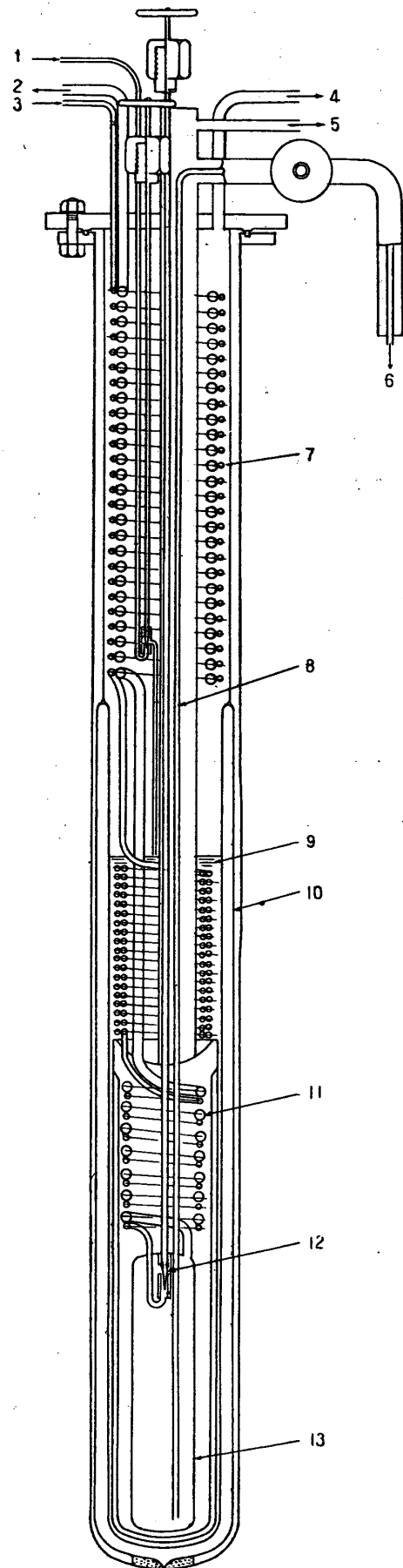


Fig. 3

η (poise) は粘性係数, M は分子量, m (mole/sec) は流速, d (cm) は金属管の内径である. 粘性係数については, 通常

$$\left. \begin{aligned} \eta &= \eta_0 \left(\frac{T}{273.1} \right)^n \\ \eta_0 &= 0.004 \text{ (centi poise, at } 0^\circ\text{C, 1 atm)} \\ n &= 0.695 \end{aligned} \right\} (9)$$

なる実験式が室温から液体窒素温度まで適用されるが, 更に低温もこの式を外挿して用いる. η は極端な高压及び稀薄状態を除けば殆ど圧力に依らないことが気体運動論から知られているので, 熱交換を良くするために交換器内の気流が乱流即ち Reynolds 数が 2000 を越えるようにし, 而も低压部の圧力損失を出来るだけ少くするように管径を選べばよい. h_h, h_l を夫々高压及び低压水素と金属管壁との間の伝熱係数とすれば, 高低圧ガス相互間の伝熱係数 U は, 金属壁内の熱伝導は水素ガスと金属壁との間の熱伝達に比して十分に良いと考えると, 次のようになる.

$$\frac{1}{U} = \frac{1}{h_h} + \frac{1}{h_l} \quad (10)$$

又熱交換器の熱バランスは次式で与えられる.

$$UL = \frac{m_l c_l \cdot m_h c_h}{m_h c_h - m_l c_l} \ln \left[\frac{m_h c_h - E m_l c_l}{(1-E) m_h c_h} \right] \quad (11)$$

L (cm) は熱交換器の長さ, m_h, m_l (mole/sec) は高压及び低压水素の流速, c_h, c_l (cal/mole-deg) は高压及び低压水素の定圧比熱, E は熱交換器の効率である. (10)と(11)から求めた L に適当な安全率を掛けて熱交換器の長さが決定される. 次に熱交換器の単位長さ当りの圧力損失 δp (gr/cm²) は

$$\delta p = 0.021 T \cdot \eta^{0.25} \cdot M^{0.75} \cdot m^{1.75} / P \cdot d^{4.75} \quad (12)$$

という式から求められる. P (kg/cm²) は高压又は低压の圧力であるが, 圧力損失が問題になる低压部全体で $\Delta p = \delta p \cdot L$ が 0.4 kg/cm² 以下であればよい. その場合液体窒素温度以下の下部熱交換器は低温で気体の粘性が小さいため圧力損失が少く, 0.1 kg/cm² 程度であり, 圧力損失の大部分は室温から液体窒素迄の上部熱交換器による. 上部熱交換器は幾分効率を犠牲にしても圧力損失を少くする方がよい. 又熱交換器の縦方向の熱伝導をなるべく少くするために, 金属の中でも熱伝導の悪い材料を使用することが好ましい.

以上の諸点を考慮して, 熱交換器には Cu 80%, Ni 20% の cupro-nickel 管の貼合せ型を採用した. 他に二重管型で内管高压, 外管低压, 又はその逆の形式の物や, 高压管を薄くプレスしてねじつた twisted-tube 型などの試験も行ったが, 貼合せ型が最も簡単に製作し得る利点がある. ただ貼合せに使用するハンダは低温で使用中変質することがあるので組成に注意が必要である. 高压には 1.5×2.5 mm, 低压には 2.5×3.5 mm の Cupro-nickel 管を用い, 熱交換器の全長は 230 cm となつた. J-T 弁は真鍮シートに不銹鋼の弁棒, ガイド管を使用し, 弁棒の先端は 60° の傾斜, シートは直径 1 mm の孔で約 90° の傾斜をつけたが十分に高压膨脹弁の役を果たした. 液体窒素の Dewar 瓶は内径 8.5 cm, 深さ 70 cm であつた.

この小型液化機で水素の液化を行つた結果, 次のような問題点が明らかになつた. 即ち液化の始まる前に水素ガス中の微量の不純物 (例えば酸素) が J-T 弁の所で固化しこれを閉塞し易いので, 水素の純度は十分に高くし, 且 J-T 弁前の温度が酸素の固化点付近になる時期には注意深く弁の操作をすること. 市販電解水素の精製には液体窒素温度の活性炭トラップが役立つこと. 液体窒素の注入を容易迅速にするため注入管, 排気管を十分太くすること. 液化機の予冷時間を短縮し, 液体窒素の消費を減らすため全体の重量は出来るだけ軽くすることなどである. 其他, 真空断熱や液体窒素, 液体水素の液面を知る方法などについても知見を得ることが出来た.

§4. 大型水素液化機

小型液化機で得た幾つかの経験に基き毎時 8 立の容量を持つ大型水素液化機を製作した. その系統図と本体内部の写真を Fig. 4 と Fig. 5 に示す. 圧縮機は西製作所製横型 3 段圧縮機, 150 気圧毎時 30 立方メートルのものを使用した. 圧縮された水素ガスは油分離器, 濾過器, シリカゲル・フィルター, フェルト・フィルターを通して精製器, 次に液化器に行き, 膨脹した帰還ガスは容積 3 立方メートルのガス・ホルダーに戻る. 精製器は熱交換器及び液体窒素に浸つた活性炭筒から成り, 酸素, 窒素などの不純物を活性炭に吸着させて取除くも

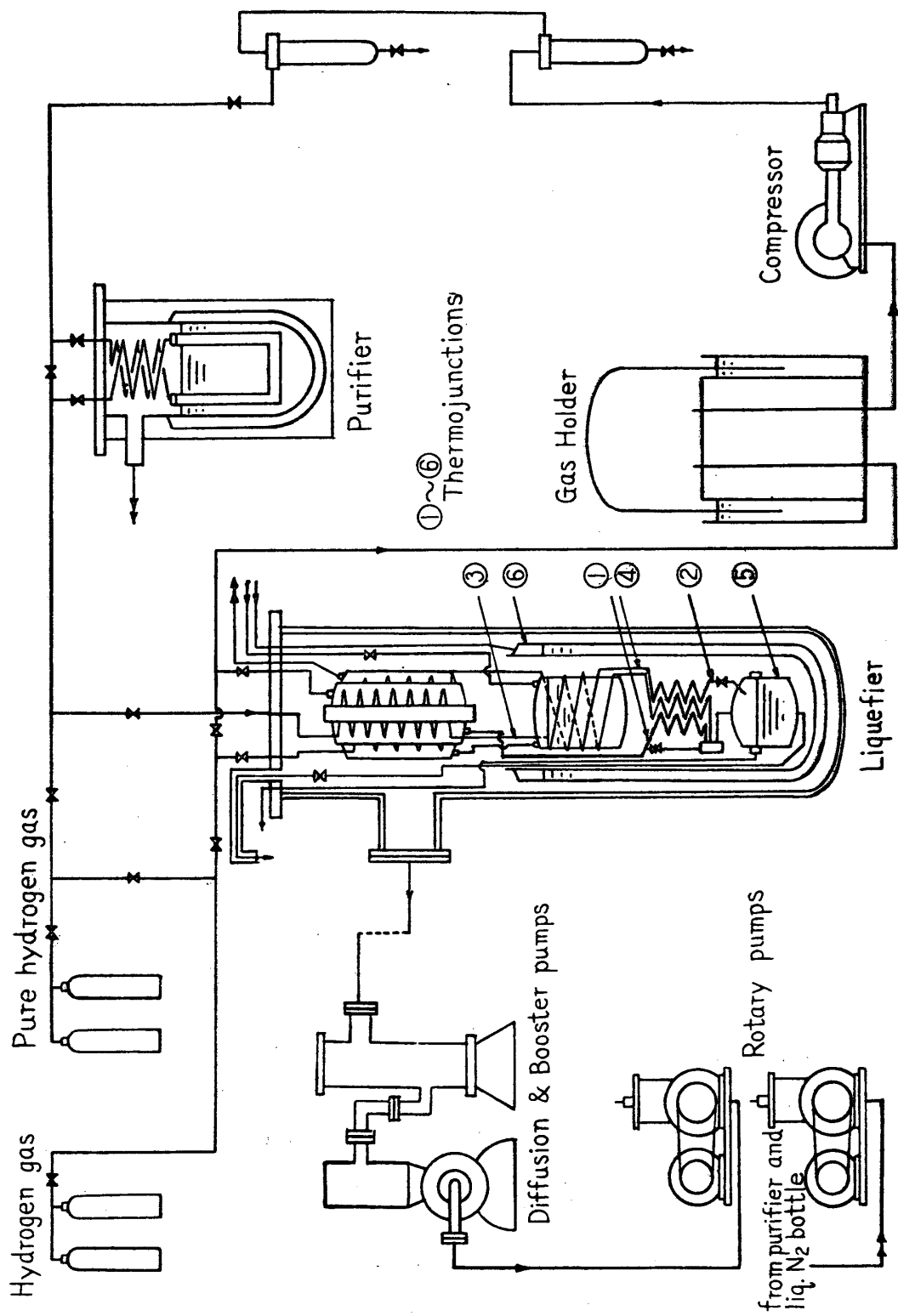


Fig. 4 Flow diagram of the large hydrogen liquefier

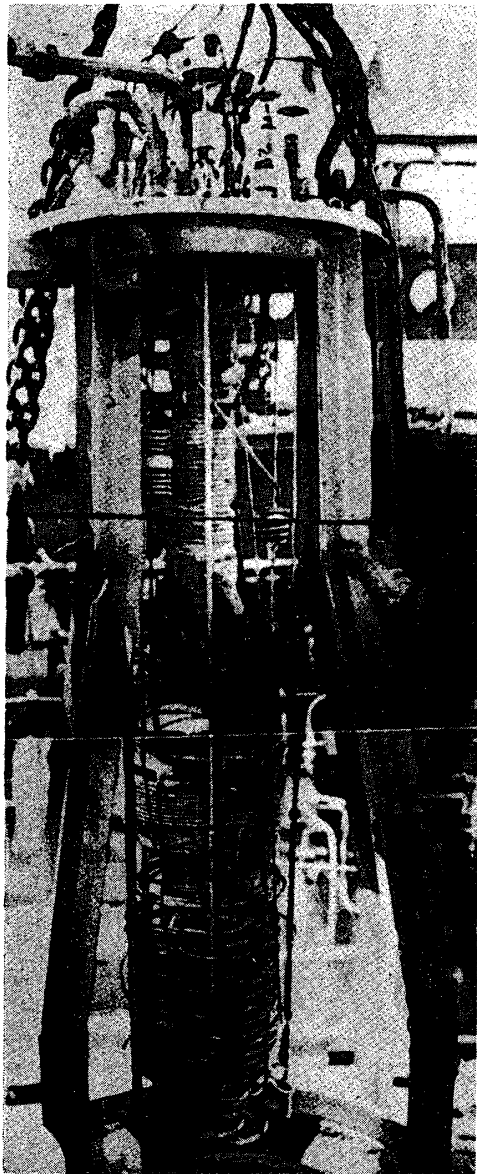


Fig. 5 Photograph of the large hydrogen liquefier

ので、これを通すことにより市販電解水素は 99.9% 以上の純度になる。液化器は液体水素溜 (容積約 6 立), 下部熱交換器, 液体窒素溜 (容積約 11 立), 液体窒素との熱交換用蛇管, 上部熱交換器, 液体窒素を注入出来る銅製の radiation shield, J-T 弁, 起動弁, 液面計, 流量計, 加熱管などから成る。

溜は銅, 熱交換器や配管の多くは cupro-nickel, J-T 弁は真鍮シート, ガイド及び弁棒は不銹鋼で弁棒の先端にアルミ合金をつけた。下部熱交換器は Fig. 6 に示す如き全長約 5 米の貼合せ式である。●印は高压管, そのまわりの 5 本は低压管, 他の 1 本は後述する深冷分離用の低压市販

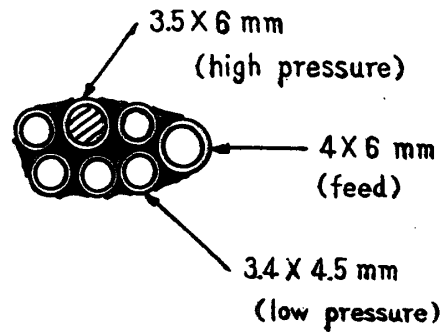


Fig. 6 Cross section of the regenerative heat exchanger.

水素管である。液体窒素との熱交換は溜のまわりに高压管をハンダ付けした。上部熱交換器は市販供給水素と蒸発窒素, 高压水素と低压水素が夫々熱交換する同心形の Linde type にした。熱効率は下部 98%, 上部 95% とし, 低压部全体の圧力損失が 0.5 気圧以下になるようにした。この液化器では系統図に示すように深冷分離法を採用したので, 供給市販水素はポンペから減圧弁で凡そ 1 気圧前後になり, 冷却されて液体水素溜の傍のサイクロンで低压帰還ガスと一緒にするようにした。

液体窒素, 液体水素の液面を知るために Hampson メーターを使用した。これは Fig. 7 のように溜の上下から細い管を引き出し, 下の管の液体は丁度溜の下の所で蒸発してガスと平衡の圧力を保つ。この上下圧力を外部に導いて U 字管で圧力差を讀取り, 液面の高さを知るわけである。下部の管は外部から余り熱が入らず, しかも

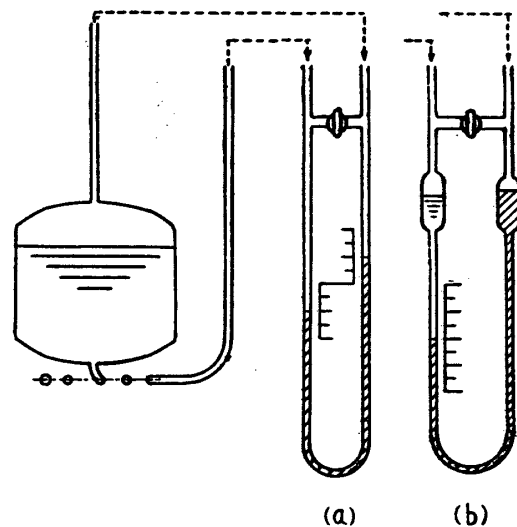


Fig. 7 Hampson meters for liquid nitrogen bottle (a) and liquid hydrogen bottle (b).

溜の底のレベルでガスと平衡を保つようにするので、安全率を見て数回螺旋状に巻いた。液体窒素は比重が 0.8 なので Fig. 7 (a) の如き水を入れた U 字管でも良いが、液体水素は比重が 0.07 なので傾斜管か、後には流動パラフィンと水の比重の差を利用した Fig. 7 (b) の如き液面計を使用した。

配管内の空気を水素で置換するには先ず水流ポンプで系内を荒引きしてから水素を導入し、逆に工事などで管内の水素を抜く必要が生じた時も水流ポンプで予め水素を引き去つてから空気を入れる様にして系内に explosive mixture が出来ない様注意を払っているが、バルブ、ジョイント等の所で洩れがないよう可能な限り嚴重にする必要がある。低压配管には真空弁を使用することが望ましい。全体に溜る水素ガスの量は少い程良い。150 気圧で運転して終了後配管内の未液化ガスの全量は少くともガス・ホルダーの容積以下であるべきで、そうでないとポンベに再充填の必要がある。又配管内のガス量が多いと不純物も同様に多くなってくるからである。

液化器内は口径 8 インチの油拡散ポンプ並びに噴射ポンプ、1200 立/分の Kinney 型回転ポンプを用いて 10^{-5} mmHg 程度の真空断熱をしている。真空度の測定にはピラニー・ゲージと電離真空計とを用いるが運転時は後者は使用しない。

液化器内各部の温度測定は運転の指針として、又装置の特性を知るために大切なので、Fig. 4 に図示したように、上部熱交換器高压出口、下部熱交換器高压入口並びに低压出口、J-T 弁前、液体水素溜、及び radiation shield 上部の 6 カ所に、銅・コンスタンタン熱電対をつけ、それらの起電力を飯尾電機製の電位差計* で測定している。冷接点は通常液体窒素温度に保つ。Fig. 8 はこれらの温度測定から得られた運転例である。

先ずガス精製および装置の予冷のため精製器、radiation shield、窒素溜に液体窒素を次々に注入した後、精製器は 300~400 mmHg、窒素溜は 100~150 mmHg 程度に真空ポンプで減圧して温

度を下げる。

次に圧縮機を動かして水素ガスを循環させるが、この時ガス・ホルダーの高さが約 50cm 位に保たれるように調節する。これは配管内が負圧にならぬためでガス・ホルダーと圧縮機の吸入口の間は 4 インチ管でつなぎ圧力損失を少くしてある。最初ガス・ホルダー内にあつた水素ガスだけで高压を 150 気圧に上昇させ得るので、液化が始まる迄水素の供給は行わない。循環の初期には J-T 弁によつて水素溜のゲージ圧を 0.5 気圧に調節すると流量は毎時約 16 立方米であり他はバイパスして圧縮機吸入口に戻す。約 7 分経つと J-T 弁前の温度が液体窒素温度に冷えてくるのでこの時起動弁を閉じる。起動弁というのは液化機の始動時間を短縮するためにつけた下部熱交換器低压部の短絡弁である (Fig. 4)。150 気圧の水素ガスが J-T 膨脹で冷却し始める温度は inversion curve から約 90°K と知れるから、減圧窒素溜を通つて来た気体によつて液化器深奥部がこの温度に予冷される迄は下部熱交換器は短絡しておく方が良いと考えられる。

起動弁が閉じられると始めて下部熱交換器が働き出し、J-T 効果と regenerative cooling という本当の液化過程が始まる。そして約 20 分の後水素が液化し始め、定常状態に達する。Fig. 8 でこの様子が大体読み取れる。液化器内部が冷え切ると気体の粘性が減つて毎時 30 立方メートルの流量が得られ、液化が始まるとガス・ホルダーは急激に下り出すので水素の供給を開始する。供給水素量、水素溜液面計の読み、外に汲み出された液体水素の量から、この液化機の液化速度は毎時約 8 立であることが判明し、従つて液化率は約 21 % である。しかし現在は汲出しの際の損失がかなり多いので汲出し用二重管の形式を改良中である。液体窒素の消費は液化器内部を室温から予冷するために窒素溜に約 20 立、定常状態では液体水素 1 立当り 1.2 立である。その他 radiation shield 及び精製器に相当量の液体窒素が要るのでその消費を少くすべく改良を計画している。液化が始まつてからの供給水素は深冷分離法の系統を通して精製するので原理的には精製器の常時使用は不要なわけであるが、高压水素は圧縮機から霧状の油を伴つて来るので現在のフィルターだけではそ

* 指針検流計、12 点切替えロータリー・スイッチ、極性切替えスイッチを有し、 $-3 \sim +10$ mV、 $-0.3 \sim +1.0$ mV の 2 range 式 portable potentiometer である。

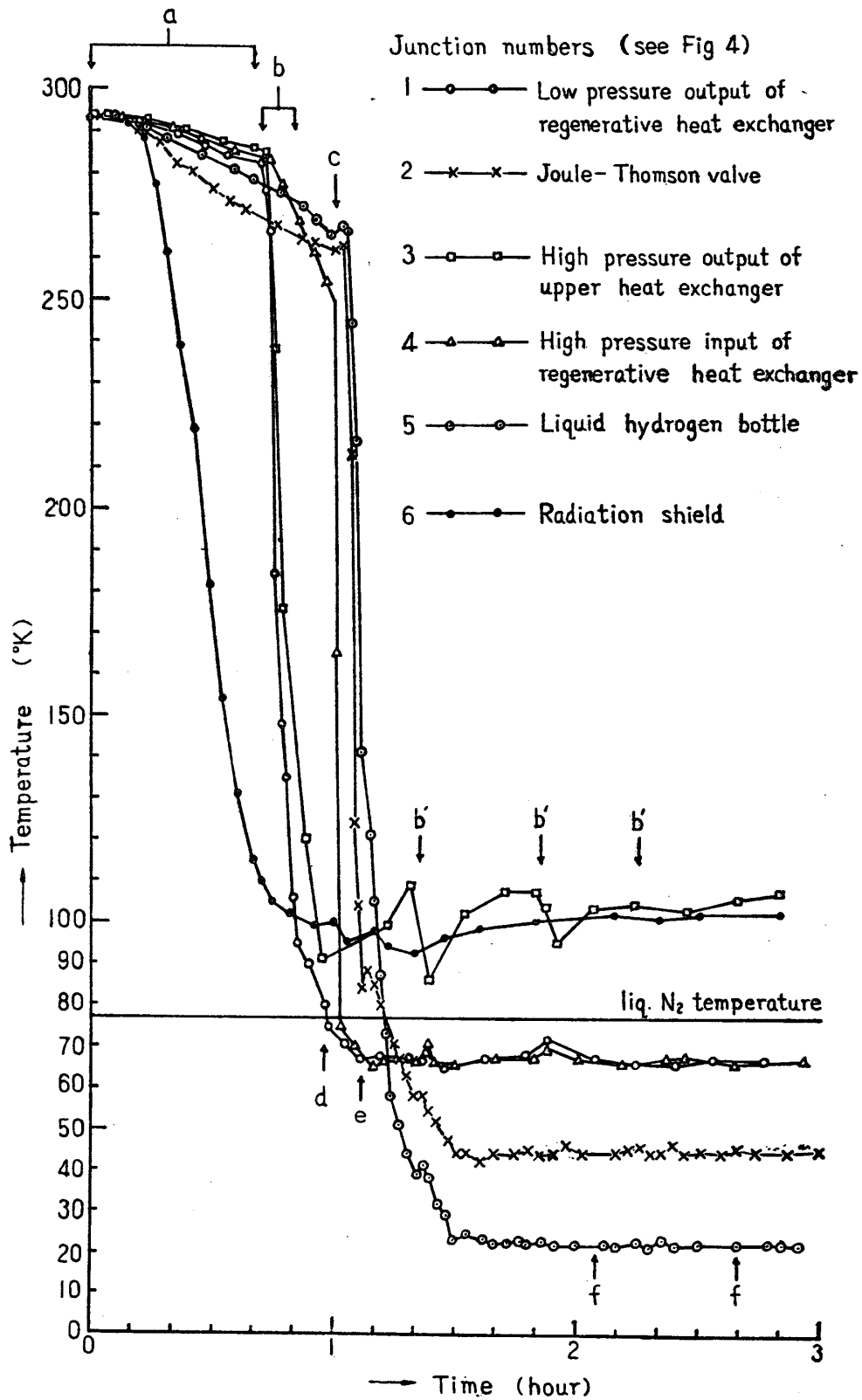


Fig. 8 An example of data of liquefaction

a: pouring of liquid nitrogen into radiation shield; b: pouring of liquid nitrogen into nitrogen bottle; b': supplying of liquid nitrogen into nitrogen bottle; c: starting of circulation of hydrogen gas; d: starting of evacuation of liquid nitrogen bottle; e: shutting of by-pass valve; f: drawing off of liquid hydrogen

の除去が充分でなく、これが長期間使用の後液化器内を閉塞する恐れがあるので精製器も使用している。

§5. 水素の取扱い並びに一般的注意

水素は空気中に洩れるとその爆発限界が体積にして 4~74% の広範囲であるから、室内水素濃度の測定と換気が安全のために重要である。このため白金線の電気抵抗が外界水素濃度により大きく変化することを利用したブリッジ式水素検出器（北辰電機製）を使用している。圧縮機、液化器及び真空ポンプの上方に夫々上記のブリッジを配置し、電源、指示計器は隣室に置いているが、もし検出された水素濃度が 0.4%（爆発限界の 1/10）に達するとリレーで警鈴が鳴り、送風機を廻して液化機室を強制換気する。この場合約 40 秒で水素濃度は殆んど零となる。送風機は液化運転前に一度数分間動かすがその後は窓を開放した自然換気によつてゐる。電気配線設備は全部スパークが出ないようにした。即ち全密閉式電動機を用い、スイッチは全部ボタン式スイッチ、照明は防爆式照明（伊東電機製）にした。又液体やガスが配管内を流れる際生ずる可能性のある静電気防禦のため各機器はアースし、真空度、温度測定に要する電気機器は全部別室に置いた。

精製器、液化器に液体窒素を注入するには硝子二重管のサイフォンを用いるが、加圧に小型圧縮機などを使うと圧縮機油や空気中の湿気が凍りついてつまることがあり、現在は窒素液化機から得られる高圧乾燥空気をポンペに充填して使つてゐる。硝子サイフォンは注入時の損失を減らし、且液体窒素の流入を見得る点で便利であるが、時々破損するので予備を用意している。我々が理工研で製造する液体窒素の純度は 98% 程度であるが、これを窒素溜に入れてポンプで減圧した場合段々液体酸素の濃度が増すと考えられる。そこでポンプにはカネクロール、T.C.P. などの不燃性油を混合して用い、万一液体酸素を吸引しても安全なようにした。しかも液体窒素溜の液面計には絶えず注意して液体窒素を補給し、液体酸素の濃度を余り上げないようにしている。減圧の度合については既に §2.4 で述べた。

液化器の工作に就ては出来る限り配管内をきれ

いにする必要がある。不注意な銀蠟やハンダの屑の混入は低温で酸素、窒素などの不純物の固化が起ると、核となつて配管を閉塞し得る。このため熔接や蠟付けは上部から行つて、しかも流れ込みのない様にする注意が大切である。液化器内で不純物による閉塞が最も起り易い場所は J-T 弁のノズルなのでここには液体窒素温度の高圧水素の導管を巻きつけ、必要に応じガスを流して固化物をとくす用意をした。我々はこれを加熱管と呼んでいる。

活性炭の脱着再生は精製器を全系統からバルブで切り離し、隣の窒素液化機室から送られた熱風で活性炭筒を外から 60°C 位に加熱しつつ真空ポンプで数時間排気して行ふ。その場合、バルブが不備だとガス・ホルダーのガスを吸引し、更にガス・ホルダー内の油まで吸引してしまう可能性がある。故にガス・ホルダーは常に正圧であるよう監視することが大切である。ホルダーの油は殆んど圧縮機油と同質でしかも蒸気圧の低いものを入れた。これは水を使用すると水蒸気が水素ガスと共に導入されて好ましくないからである。

同様に液面計や流量計の U 字管内にも両水面に油を浮べ、且水が配管内に引き込まれない様にトラップを用いた。

液化運転の前には必ず水素ガス中の酸素濃度を分析する。即ち、ポンペ、ガス・ホルダー、圧縮機出口、液化器内などから採取したガスについて銅・アンモニア醋塩の着色を利用した酸素の比色分析を行い、その結果から水素の純度を推定するのである。

液体水素は硝子魔法瓶（外側は液体窒素の魔法瓶で包む）にとり、別の容器に移すには硝子二重管サイフォンを用い水素ガスで加圧する。この場合サイフォンはキャップをつけた両方の魔法瓶に深く差し込み、内管が室温の空気に触れないよう充分注意して蒸発による損失を減らす。サイフォンは予め液体窒素を通して割れないことを試験しておき、内部に銀メッキは施さない方がよい。と云うのは薄膜の銀が水素と空気中の酸素とを触媒的に化合させることがあるからである。液体水素を溜めた魔法瓶の口を開いたまま空気中に放置すると、空気が凝結してまたたく間に中に固体空気が生じてくるから one way valve を用いる方が

安全である。これはゴム球の一部にすじを入れて切つたものでも水銀でもよい。最後に最も当然のことであるが火気，スパーク厳禁であり，配管，バルブの開閉のチェックは同一人が行うこと。運転時は相互の協力が大切である。

§6 後 記

最後にこれらの液化機の製作に当り，文部当局の深い理解と，有形無形の援助を与えて下さつた前所長永井雄三郎名誉教授，武藤俊之助教授，熊谷寛夫教授，柿内賢信教授，沢田正三助教授，油井栄三郎事務長，当研究所の工作部，施設部の諸氏並びに施工に当られた日本理化工業株式会社に感謝する。

文 献

- 1) P. Kapitza: Proc. Roy. Soc., (London) **A 147** (1934) 189.
- 2) G. O. Jones, A.H. Larsen and F. E. Simon: Research, **1** (1948) 420.
- 3) K. Clusius: Z. Naturforschung, **8a** (1953) 479.
- 4) F.E. Simon: Physica, **4** (1937) 879.
- 5) G. L. Pickard and F.E. Simon: Proc. Phys. Soc. London, **60** (1948) 405.
- 6) F. G. Keyes, H. T. Gerry and J.F.G. Hicks: J. Am. Chem. Soc. **59** (1937) 1426.
- 7) M. Jacob: Phys. Zeit. **22** (1921) 65.
- 8) W. Meissner: Zeit. f. Phys. **18** (1923) 12.
- 9) C. Starr: Rev. Sci. Instr. **12** (1941), 193.