

# 高勾配磁気分離を用いた高粘性流体中の不純物除去のための研究

## Study on high gradient magnetic separation for selective isolation of impurity from highly viscous fluid

林信吾, 三島史人, 秋山庸子, 西嶋茂宏(阪大)

HAYASHI Shingo, MISHIMA Fumihito, AKIYAMA Yoko, NISHIJIMA Shigehiro (Osaka Univ.)

E-mail: hayashi@qb.see.eng.osaka-u.ac.jp

### 1. はじめに

食品や工業製品のような高粘性流体を扱う工場において、配管やプロペラから混入する金属磨耗粉の除去が必要であるが、媒質が高粘性であるために重力分離法や膜分離法が適用できず、有効な分離技術は未だ確立されていない。そこで、分離のための物質移動の推進力として分離対象粒子の磁気的性質に着目した磁気分離法による不純物分離を試みている。これまでに磁気分離法によって高粘性流体中からの強磁性金属磨耗粉分離除去が可能であることを確認した[1]。しかし、磁気分離法によって高粘性流体中から強磁性の分離対象粒子を除去する際、流体中に複数の種類の粒子が含まれる場合、除去対象以外の粒子まで分離除去されてしまうという問題がある。本研究では、粒子の磁気的性質の差を利用して、分離対象の強磁性粒子のみを分離することを試みた。

### 2. 磁気分離の理論

磁気分離法とは、粒子に働く磁気力の違いを利用して、分離対象となる粒子のみを選択的に分離する技術である。流体中からの磁気分離では、被分離粒子には主に磁気力、ドラッグ力が働く。被分離粒子に働く磁気力を式(1)、ドラッグ力を式(2)に示す。

$$\mathbf{F}_M = \frac{4}{3}\pi r_p^3 (\mathbf{M} \cdot \nabla) \mathbf{H} \quad (1)$$

$$\mathbf{F}_D = 6\pi\eta r_p (\mathbf{v}_f - \mathbf{v}_p) \quad (2)$$

ここで、 $\mathbf{F}_M$ は磁気力、 $\mathbf{F}_D$ はドラッグ力、 $r_p$ は粒子半径、 $\mathbf{M}$ は磁化、 $\mathbf{H}$ は磁場強度、 $\eta$ は粘度、 $\mathbf{v}_f$ は流体速度、 $\mathbf{v}_p$ は粒子速度である。磁化  $\mathbf{M} = \mu_0 \chi \mathbf{H}$  であり、外部印加磁場が十分大きい場合は、飽和磁化  $\mathbf{M}_s$  となる。磁気分離では、磁気力がドラッグ力を上回っている場合に、分離可能となる。また、複数の粒子から分離対象粒子のみを分離する場合、磁化率、飽和磁化、粒子半径、密度などそれぞれの粒子の性質の違いを利用し、外部印加磁場や流速を操作することによって、選択的に分離することが可能であると考えられる。本研究ではその中で、粒子の磁気的性質である磁化率、飽和磁化の差を利用して、分離対象粒子のみの分離を行った。

### 3. 実験方法

模擬試料として、粘度  $1\text{Pa}\cdot\text{s}$  の PVA(ポリビニルアルコール)水溶液に、粒子 A を  $0.1\text{g/l}$  の濃度で分散させたもの、粒子 B を  $0.1\text{g/l}$  の濃度で分散させたものを用いた。粒子 A は強加工されて強磁性を示す SUS304 粉、粒子 B は比較的磁性の強い常磁性の SUS304 粉(磁化率  $\chi=0.0026$ )である。粒子の分散には攪拌翼を用いた。装置の模式図を Fig. 1 に示す。この装置は超電導磁石ポア内に設置した磁気分離装置にポンプを用いて SUS 懸濁液を流すという設計になっている。模擬試料は、4l を流路に流した。分離装置内には、磁場勾配を高めるための強磁性体である SUS430 製の磁気フィルターが設置されている。磁気フィルターの条件は、30 メッシュ、線径  $0.3\text{mm}$ 、フィルター枚数 20 枚、断面形状が円型のメッシュフィルターである。すべての磁気フィルターが飽和磁化に達するように、外部印加磁場は  $2\text{T}$  とした。誘導結合プラズマ原子発光分光分析装置 (ICP-AES) を用いて磁気分離前後の

SUS304 粉由来の鉄イオンの濃度を測定し、分離率を求めた。

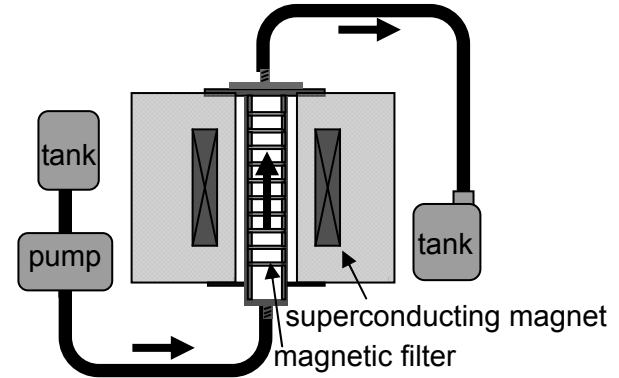


Fig. 1 A schematic diagram of magnetic separation apparatus using superconducting electromagnet.

### 4. 結果と考察

流速をパラメータとした実験結果とシミュレーションによる理論値を Fig.2 に示す。粒子 A、粒子 B の実験値、理論値共に流速の増加に伴って分離率が低下している。しかし、粒子 A の分離率減少は少ない一方、粒子 B の分離率は大きく減少している。この結果より、流速を制御することで、粒子 A のみを選択的に分離できる可能性が示された。また、シミュレーションにより、対象粒子のみを選択的に分離できる流速を推定できると考えられる。今後、種類の異なる強磁性粒子を、飽和磁化の差により対象粒子のみの分離除去を試みていく。

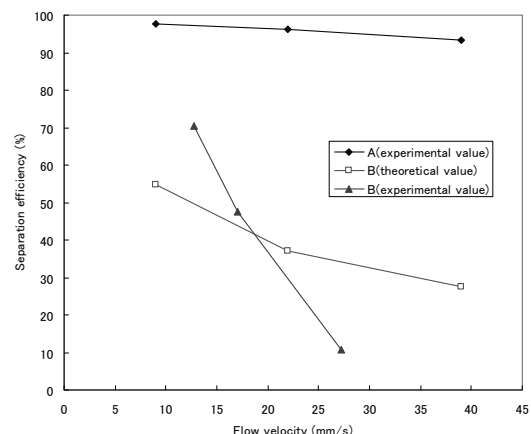


Fig. 2 Experimental and theoretical separation efficiency of SUS particle as functions of the flow velocity

### 参考文献

[1] F. Mishima, S. Takeda, M. Fukushima, S. Nishijima  
“A superconducting magnetic separation system of ferromagnetic fine particles from a viscous fluid”.  
Physica C 463-465 (2007) 1302-1305.

# 5つの並列配置した高温超伝導バルク磁石のパルス着磁と磁気分離への適用 Pulsed Field Magnetization and Application to the Magnetic Separation of Arranged Five HTS Melt-Processed Bulk Magnets in a Line

岡 徹雄, 山崎 英誠, 関 啓孝, 田中 克昌, 木村 貴史, 三村 大樹, 小川 純, 福井 聡, 佐藤 孝雄(新潟大学),  
藤代 博之(岩手大学), 林 秀美(九州電力), 横山 和哉(足利工大), C. Stiehler (IFW Dresden)

OKA Tetsuo, YAMAZAKI Hidetaka, SEKI Hiroataka, TANAKA Katsuyoshi, KIMURA Takafumi, MIMURA Daiki,  
OGAWA Jun, FUKUI Satoshi, SATO Takao (Niigata University), FUJISHIRO Hiroyuki (Iwate University),  
HAYASHI Hidemi (Kyushu Electric Co.), YOKOYAMA Kazuya (Ashikaga Inst. Tech.), Christian STIEHLER (IFW Dresden)  
E-mail: okat@eng.niigata-u.ac.jp

## 1. はじめに

酸化物高温超伝導体が磁場を捕捉する現象を利用した高温超伝導バルク磁石(以下バルク磁石と呼ぶ)の励磁方法にパルス着磁法(Pulsed field magnetization, PFM 法)がある。これは磁場中冷却法(Field cooling, FC 法)に比較して構成のコンパクトさが利点である。大型のバルク磁石や複合された磁極の励磁ではその磁場空間が大きくなることから、FC 法での励磁は制限される。たとえば並列配置したバルク磁石を着磁する場合、磁場空間が制限されるFC法の適用は難しい[1]。これに対し、並列配置した5個のバルク磁石を順次 PFM 法で励磁する方法はすでに実施され、強磁場の捕捉に成功している[2]。さらに Hiyama らは、この磁極を用いてマグネタイトの混合水を磁気分離してその性能を報告している[3]。本研究はこの5個のバルク磁石を用いた磁気分離実験の続報である。ここでは同様の装置を用いて、実際の地下水に含まれる鉄分を除去する磁気分離への応用について議論する。

## 2. 実験方法

5個のバルク磁石を1列に配置した磁極をもつ実験装置を Fig. 1 に示す[2]。磁気的に単一な Gd 系バルク磁石は新日鉄により溶融法で作成され、寸法は一辺34mm、厚さ15mmの直方体である。結晶のc軸は厚さ方向に揃っている。これらは並列に低温容器(シースと呼ぶ)の内部に25mm 間隔で固定されて30K に冷却される。PFM 法は対向式のパルスコイルにより、バルク磁石の両側から挟みこむ形で実施され、バルク磁石に印加される磁場は最大6T である。コンデンサ容量は60 mF、充電電圧は600-700V である。これを PFM で励磁した後のシース表面での磁場分布を Fig. 2 に示す。実際に採取した地下水に凝集剤 PAC とマグネタイト  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  粉末を添加し、pH 調整のち凝集沈殿を作成した。5個のバルクの10面に発生する磁場に最大4.82l/minの流量で分離実験を行なった。鉄濃度は ICP 発光分析によって測定評価した。

## 3. 実験結果と考察

それぞれ1回のパルス磁場で着磁した5つの磁極の磁束密度をガウスメータで測定した。最大磁場は2.22T であり、シース表面での磁場分布を、ホール素子を走査して得た結果を Fig. 2 に示す。磁化したバルク磁石は互いのギャップのために独立な磁場分布を示し、並列した互いの磁極の影響を受けない。この磁極に、新潟県三条市の地下水に含まれる鉄分を除去する実験を行なった。その結果の一例を Fig. 3 に示す。磁性をもつ沈殿が表裏10面のバルク磁石の磁場に曝され、2 l/min 以下の流量で80%以上の分離性能を示した。

### 参考文献

1. H. Hayashi, *et al.*, *Physica C* **392-396** (2003) 745-748
2. 日山拓也ら, 第76回2007年度春季低温工学・超伝導学会, 1P-p31, 講演概要集 p89
3. Hiyama, *et al.*, *Physica C*, **468** (2008) 1469-1472

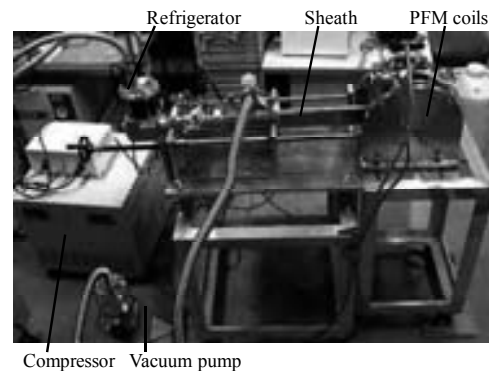


Fig. 1 A photo of magnet system having vacuum sheath containing five rectangular bulk magnets with the face-to-face magnetizing pulse coils.

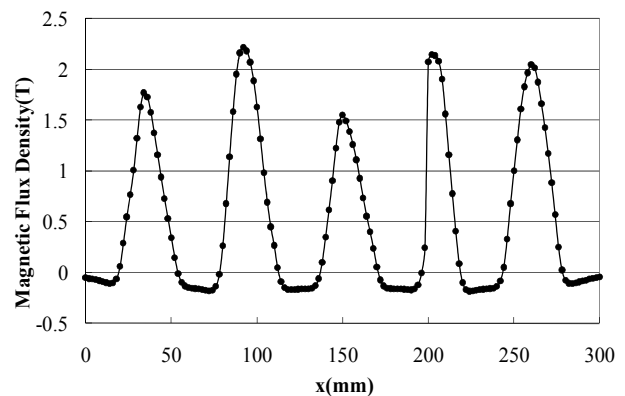


Fig. 2 Trapped magnetic field distribution measured by a Hall sensor at the surface of the vacuum sheath containing five bulk magnets activated by PFM process at 30 K.

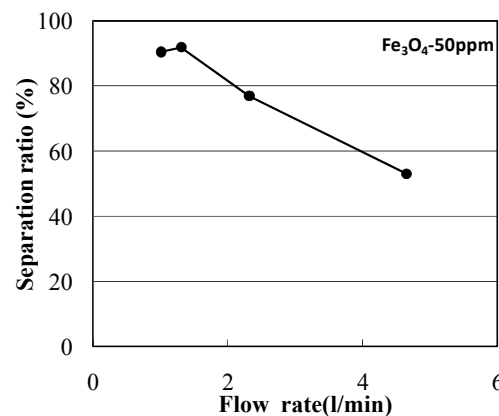


Fig. 3 Flow rate dependence of separation ratio measured for the water after passing ten magnetic poles.

# 粉粒体搬送を利用した高勾配磁気分離システムの開発

## High Gradient Magnetic Separation of Pneumatic Conveyed Powder Products

中井裕樹, 千川浩平, 三島史人, 秋山庸子, 西嶋茂宏(阪大)  
 NAKAI Yuki, SENKAWA Kohei, MISHIMA Fumihito, AKIYAMA Yoko, NISHIJIMA Shigehiro (Osaka Univ.)  
 E-mail: y-nakai@qb.see.eng.osaka-u.ac.jp

### 1. はじめに

食品・薬品・工業製品などの粉体製品製造ラインにおいて、金属磨耗粉などの強磁性不純物の混入が問題となっている。そこで、分離・回収技術としての乾式 HGMS (high gradient magnetic separation) 法について研究を行った。乾式 HGMS においては粉体の凝集及び沈着による磁気フィルタの閉塞の解消が最大の課題であったが、これまでの研究により、粉体の安息角を考慮したフィルタ設計を行うことで閉塞の低減に成功した[1]。本研究ではさらに根本的な閉塞の解消を狙い、新たな粉体の搬送形態として粉粒体搬送を利用した磁気分離法について研究を行った。

### 2. 実験方法

実験試料として、凝集性の異なる二種類の粉体試料を準備した。Sample A として高い凝集性を有するアルミナ微粒子 (平均粒径 1.5  $\mu\text{m}$ ) に強磁性 SUS ビーズ (粒径 35  $\mu\text{m}$ , SUS304) を 0.1wt% の割合で混入させたもの、Sample B として比較的凝集性の低いシリカ微粒子 (平均粒径 1.5  $\mu\text{m}$ ) に強磁性 SUS ビーズを混入させたものを用意した。

分離実験を行うために作成した粉粒体磁気分離装置を Fig. 1 に示す。本装置は流動層 (Fig. 1 中(A)) と磁気分離層 (Fig. 1 中(B)) から構成されている。流動層では、粉体試料 (Sample A: 9.0 g 又は Sample B: 1.2 g) 及び流動媒質 (ポリスチレンペレット 2.0 g) を圧縮空気により流動化させ、試料の分散性を向上させている。この際、空気流量は 1 L/sec とした。磁気分離層では、0.7 T の外部磁場中に磁気フィルタ (5 メッシュ, SUS430) が設置されており、分散した試料がフィルタを通過する際に強磁性粒子のみが選択的に除去される。このように磁気分離処理を受け、捕集袋に回収される粉体試料をテール試料と呼ぶこととする。

### 3. 磁気分離装置評価方法

本装置の磁気分離性能評価のために、以下のように不純物分離率を定義した。高感度小型磁気天秤 (MSB-AUTO, Sherwood Scientific Ltd.) を用いて分離前試料及びテール試料の質量磁化測定を行い、得られた測定結果から、式(1)にしたがって不純物分離率を算出した。比重差を考慮し、分析用試料は、Sample A の場合は 0.300 g, Sample B の場合は 0.060 g を秤量した。

$$(\text{不純物分離率}[\%]) = \left( 1 - \frac{\text{テール試料質量磁化}}{\text{分離前試料質量磁化}} \right) \times 100 \quad (1)$$

さらに、本装置の粉体処理性能評価のために以下のように粉体回収率を定義した。装置に投入した粉体試料の全質量と、回収できたテール試料の質量の割合から、式(2)にしたがって粉体回収率を算出した。

$$(\text{粉体回収率}[\%]) = \left( \frac{\text{テール試料質量}[\text{g}]}{\text{装置への試料投入量}[\text{g}]} \right) \times 100 \quad (2)$$

### 4. 結果と考察

得られた不純物分離率、粉体回収率を Table 1 に示す。凝集性の異なる Sample A, B いずれに対してもほぼ 100% 不純物

の分離に成功した。その一方で、テール試料回収率は低い値となった。装置に投入した粉体全量に対する損失・回収の内訳についての積算グラフを Fig. 2 に示す。この内、飛散による損失は装置運転時間に比例して増加するものであり、装置内への残留は粉体試料と管壁との相互作用や、分散した粉体同士の再凝集によるものであると考えられる。

不純物分離率に関しては、過去に同一試料に対して行った分離実験と比較して高い値が得られたが[1]、粉体回収率を高くするために今後装置の仕様を検討していく。具体的には、磁場発生源としてボア径の大きな超電導磁石を利用し、大量処理が可能なシステムを構築する予定である。

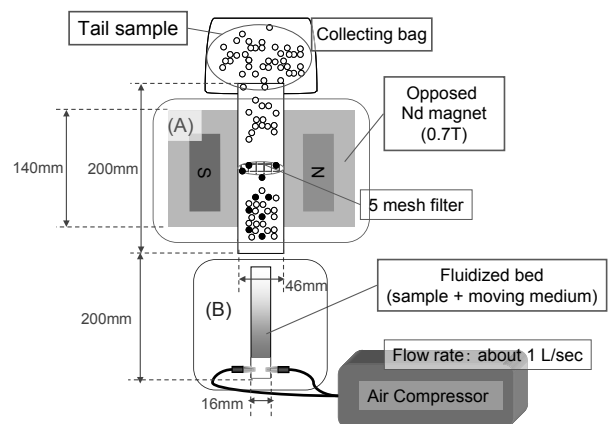


Fig. 1 A schematic illustration of magnetic separation apparatus using pneumatic conveying method.

Table 1 Separation performance of pneumatic conveying magnetic separation system.

	Sample A	Sample B
Separation efficiency	99%	100%
Collection rate	14%	31%

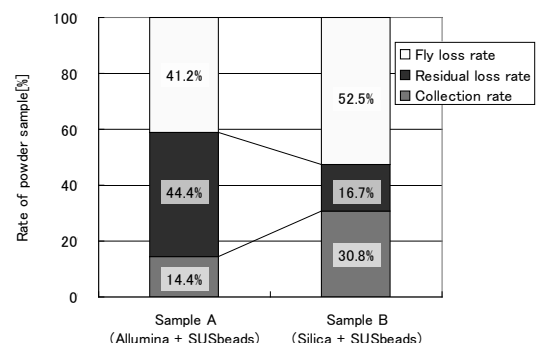


Fig. 2 Cumulative graph of collection rate, fly loss rate and residual loss rate for each sample.

### 参考文献

[1] Y. Nakai, F. Mishima, Y. Akiyama, S. Nishijima "Development of High Gradient Magnetic Separation System under Dry Condition". Physica C In press.

# 超電導バルク磁石を用いた湿式磁気分離法による資源回収の基礎的研究

## Fundamental Study on Recovery of Resources by Magnetic Separation under Wet Condition using Superconducting Bulk Magnet

岡田 晋吉, 三島 史人, 秋山 庸子, 西嶋 茂宏

OKADA Shinkichi, MISHIMA Fumihito, AKIYAMA Yoko, NISHIJIMA Shigehiro, (Osaka Univ.)

E-mail: okada@qb.see.eng.osaka-u.ac.jp

### 1. はじめに

液晶ガラスを製造するにあたり、ガラス基板を研磨する工程が必要となり、研磨剤として酸化セリウム(セリア)が用いられている。ガラス研磨後のセリアやシリカが分散した研磨廃液は、凝集剤を加えて凝集沈殿させることでスラッジとして産廃処理されている。研磨廃液中の凝集剤は鉄系であり、マグヘマイトあるいはヘマタイトの形態でセリア粒子表面に付着していると推測されるため、この付着力を解消すれば凝集体を磁気的に分離することが可能であると考えられる。そこで研磨廃液の pH を調整して粒子表面の帯電状態を制御し付着力を解消した後に磁気分離し、鉄系粒子のみを選択的に除去することを検討した。

### 2. ガラス研磨廃液中の粒子の pH 依存性

溶液中に分散する粒子の凝集および分散には、粒子の表面電位が大きく影響していると考えられる。溶液中に、複数の種類の粒子が分散している場合、それらの粒子表面が同じ符号に帯電していれば、静電的反発力によって粒子どうしが分散し、逆に、粒子表面がそれぞれ正と負の反対の符号に帯電していれば、粒子どうしが凝集すると考えられる。

実際のガラス研磨廃液には様々な種類・粒子径の粒子が存在していると考えられ、それらの粒子の表面の帯電状態によって、分散凝集特性が変化し、結果として分離効率に影響を与えることが予想される。廃液に含有される個々の粒子の帯電状態を調べるのは困難であるため、ガラス研磨廃液全体としての pH による粒子の分散凝集特性の変化と、それが分離効率に与える影響について検討を行った。実際のガラス研磨廃液中に含まれる粒子は SEM-EDX (電界放射型走査型電子顕微鏡+エネルギー分散型 X 線分析装置) 測定により、主に Ce、Fe、La、Al、Si を含んでいることが確認された。

硝酸を用いて pH メーターで測定しながら、研磨廃液をそれぞれ pH3, 5, 7, 9 に調整した際の光学顕微鏡(500 倍)にて観察を行った際の写真を Fig.1 (a) - (d) に示す。

pH が 7, 9 では鉄系粒子(マグヘマイトあるいはヘマタイト)が、セリアを巻き込むように凝集体を形成していることが確認できる。一方酸性側に pH を変化させた際には、鉄系粒子との凝集は減少し、セリア粒子が分散していることが確認できた。pH 操作を行うことで鉄系粒子とセリアを分散させることが可能であり、磁気分離の適用可能性が確かめられた。

### 3. pH 調整後の研磨廃液中からの強磁性粒子の磁気実験

実験試料としては、セリアと良好な分散状態を示した pH3 に調整されたガラス研磨廃液を使用した。ガラス研磨廃液中に存在する鉄系粒子は比較的小さい飽和磁化を持つため、鉄球を用いた高勾配磁気分離装置を適用した。その磁気分離装置の模式図を Fig. 2 に示す。鉄球 ( $\phi=3\text{mm}$ ) を流路内 (内径 13mm、長さ 50mm) に充填し、流路は超電導バルク磁石クライオスタットの直上に配置した。磁気フィルター(鉄球)が飽和磁化に達するように、外部印加磁場は鉄球を配置した流路内中心で 1.6T とした。また、研磨廃液中に含まれる固体は沈殿しやすいため、超音波(40 k Hz) と共にガラス棒で攪拌し続けることで分散状

態を保った。ポンプを用いて pH 調整により分散状態にある研磨廃液を流速 (18mm/sec) で 20 分循環させ、分離後の研磨廃液中の鉄系粒子の状態について検討を行った。

### 4. 実験結果・考察

pH3 に調整した研磨廃液の磁気分離前と磁気分離後の顕微鏡写真を Fig.3 (a), (b) に示す。粒子の分散性を高めてから磁気分離を行うことで、鉄系粒子のみを選択的に分離することが可能であることが示された。一方 pH7, 9 の状態で磁気分離を行った場合、鉄系粒子がセリアなどほかの粒子を含む複合体として磁気的に捕捉されてしまい、研磨廃液を単に磁気ろ過された状態となり(研濁媒体中の研濁粒子は減少)、鉄系粒子のみを選択的に磁気分離することは困難であった。

### 5. まとめ

凝集状態にある研磨廃液を pH 調整し、粒子の分散性を高めてから磁気分離を行うことで、鉄系粒子のみを分離可能であることが示された。本発表ではさらに詳細に pH 調整により付着力を解消した後に磁気分離した際のセリアの回収率、鉄系分粒子の分離率についても検討した結果についても報告する予定である。

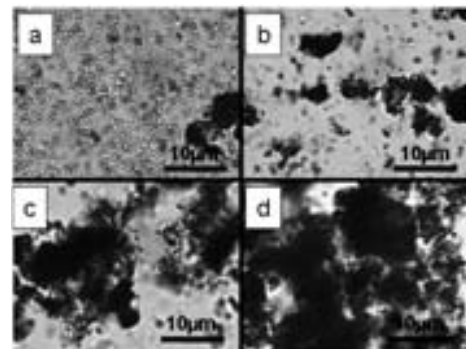


Fig. 1 pH 調整後の研磨廃液の顕微鏡写真  
(a) pH3 (b) pH5 (c) pH7 (d) pH9

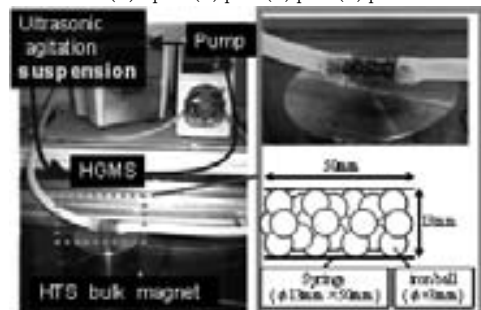


Fig. 2 実験装置と鉄球を用いた高勾配磁気分離部写真

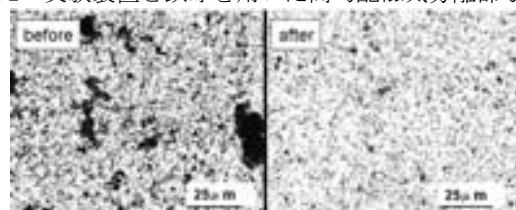


Fig.3 高勾配磁気分離後と前の顕微鏡写真(pH3)

# 嫌気/好気磁化活性汚泥法を活用した染料排水の脱色・分解処理

## Decolorization and Biodegradation of Dye Wastewater by Anaerobic/Aerobic Magnetic Activated Sludge Process

正法地 美奈, 酒井 保藏 (宇都宮大); ミヒル ラル サハ (ダッカ大)  
 SHOHOJI Mina, SAKAI Yasuzo (Utsunomiya Univ.); SAHA Mihir Lal (Dhaka Univ.)  
 E-mail: sakaiy@cc.utsunomiya-u.ac.jp

### 1. はじめに

本研究では曝気と非曝気の時間を制御する嫌気/好気磁化活性汚泥法により、染料廃水の脱色・分解処理を検討した。24時間を1サイクルとしたFill and Draw法で、嫌気処理20時間15分、好気処理3時間の条件で、アゾ染料を約80%、有機物を約80%除去できた。MLVSSは約5g/Lで安定し、余剰汚泥の引き抜きは不要であった。また、磁気分離により、活性汚泥と処理水の高速分離が可能であった。

磁化活性汚泥法で用いられる磁気分離は、高濃度の活性汚泥であっても速やかに固液分離でき、余剰汚泥の引き抜きも不要となる。そのため、反応槽に多くの種類の微生物を高濃度で保持することができ、染料廃水の種類や中間生成物等の変動にも対応できることが期待される。バングラデシュにおいて織物産業は主要産業であるが、工場から排出される染色廃水は深刻な環境問題となっている。染料化合物は一般に耐酸化性に優れ、生物学的な脱色・分解処理が難しい。我々の研究室では、磁化活性汚泥法による絶対嫌気・好気の二段処理で染料廃水が処理できることを報告した<sup>1)</sup>。しかしながら、この方法では磁化活性汚泥と処理水の分離工程において、磁気分離装置が嫌気プロセスと好気プロセスで二基必要であった。また、装置のトラブルにより絶対嫌気性菌が好気槽に入り、死滅すれば処理水の性状の悪化も起こりうる。一方、間欠曝気法を導入することでアゾ染料廃水の脱色・分解が可能という報告がされている<sup>2)</sup>。この方法では通性嫌気性菌を用いるため、磁気分離装置一基で処理水を得ることができる。そこで、磁化活性汚泥法に間欠曝気法を導入し、染料廃水の脱色・分解処理を検討した。本研究はバングラデシュ・ダッカ大学と共同でおこなった。

### 2. 実験方法

本実験では、代表的なフタロシアニン染料として Reactive Blue 21, アゾ染料として Reactive Red 195 を用いた。いずれもバングラデシュで多用されている反応染料である。予備的におこなったバッチ実験では、反応槽は1.5L、温度は25℃、MLVSSは2~3.5g/Lとした。模擬染料排水として染料濃度は50mg/L、実際の廃水は糊料を含むため、デンプンを加えたものを用いた<sup>3)</sup>。24時間を1サイクルとし、Fill and Draw法で嫌気処理時間、好気処理時間の条件検討をした。用いた汚泥は、宇都宮市の水再生センターにある磁化活性汚泥法のパイロットプラントから採取した。COD<sub>Cr</sub>、染料の光学濃度から処理水性状を調べた。連続実験では、ドラム式の磁気分離装置を備えた反応槽容積5Lの磁化活性汚泥法実験装置を用いた。連続実験では48時間を1サイクル(反応時間47時間15分

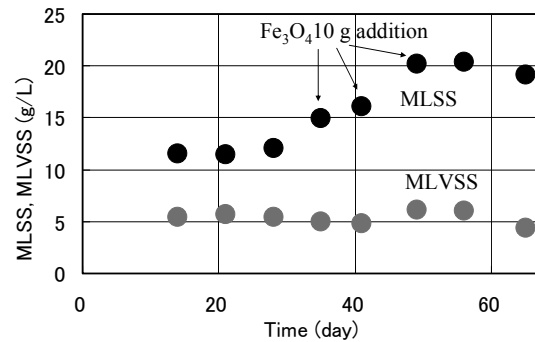


Fig.1 Changes of MLSS, MLVSS with time

／磁気分離45分)としたものも検討した。

### 3. 結果と考察

24時間を1サイクルとし、Fill and Draw法で嫌気処理20時間15分、好気処理3時間でアゾ染料を約80%、フタロシアニン染料を約50%除去できた。また、有機物は約80%除去できた。連続実験では、MLVSSは約5g/Lで安定し、実験期間中余剰汚泥の引き抜きは不要であった(Fig.1)。微生物の増殖と自己消化がバランスし、一定となったところで処理を継続することができ、維持管理を簡易化できた。また、重力による沈降後の体積は50~90%で、重力沈降によって反応槽から上澄み液を得ることはできないが、磁気分離によって高速で処理水を得ることができた。また、45分で固液分離できるため、1サイクル中の反応時間を47時間以上とることができた。

### 4. おわりに

間欠曝気を導入した磁化活性汚泥法により、余剰汚泥ゼロエミッションで染料の脱色・分解処理ができた。活性汚泥を磁気分離により、短時間で容易に処理水と分離することが可能であった。今後、より安定した染料の脱色、有機物の除去ができる手法を検討していく予定である。

謝辞:本研究は科学研究費基盤研究(A)21241020の支援を受けた。

### 参考文献

1. M. Oda, et al.: Abstract of the 42nd Annual Conference of JSWE (2008) p.70
2. F.P. van der Zee, S. Villaverde: Water Research, **39** (2005) 1425-1440
3. C. O'Neill, et al.: Appl. Microbiol. Biotechnol., **53** (2000) 249-254

# 有機汚泥をリサイクル利用した 磁性吸着剤の排水処理への利用に関する基礎的検討

## Fundamental Research on Utilization of Magnetic Adsorbent Made from Organic Sludge for Wastewater Treatment Process

梶井 祥吾, 酒井 保蔵, 岩淵 和則, 柏崎 勝 (宇都宮大)

KAJII Shogo, SAKAI Yasuzo, IWABUCHI Kazunori, KASHIWAZAKI Masaru (Utsunomiya Univ)

E-mail: sakaiy@cc.utsunomiya-u.ac.jp

### 1. はじめに

酪農廃水には有機 SS が高濃度に混入する 경우가多く、生物処理では処理が難しい。しかし凝集剤等を添加して沈降分離すると大量の凝集物が発生してしまい、新たな環境負荷となってしまう。そこでこの凝集物を磁気シーディングして炭化することで、磁性吸着剤として有効利用できないか検討したところ、吸着量、吸着速度共に活性炭よりも優れた値を示した。また、コスト試算をおこなったところ活性炭よりも安価であり繰り返し利用によって更に低コストで利用できる可能性が示唆された。

近年、家畜排泄物の不十分な処理による地下水の汚染が懸念され、畜産廃水の地下浸透が禁止となり畜産農家は廃水を適切に処理しなければならなくなった。我々の研究室では、前処理に凝集処理をおこなうことで COD 以外の排出基準をクリアしたことを報告した<sup>1)</sup>。しかしその際発生する凝集物をどうするかという課題が残っていた。そこで本研究ではこの凝集物に磁性粉を混合し、熱処理することで磁性吸着剤を創製し、色素を含む廃水処理への適用実験をおこない吸着能力などについて評価した。また、吸着プロセスを構築した場合のコスト試算を行ない、実装置への応用について考察した。

### 2. 実験方法

実験には宇都宮大学附属農場から採取した酪農廃水を用いた。これを凝集処理し磁性粉を加え、磁気分離した後、適切な温度で炭化し、磁性吸着剤とした。これを粉砕した後、濃度 50mg/L とした Reactive Blue 21(以下 RB21)、Reactive Red 195(以下 RR195)、Remazol Brilliant Blue R(以下 RBBR)、Orange II(以下 OII)のそれぞれの溶液に適量を添加して 24 時間振とう攪拌した。その後、磁石で磁性吸着剤を分離し色素溶液の吸光度を測定、平衡濃度および吸着量を求めた。また、比較として破砕状活性炭(0.9~1.1mm 径)を用い同様の吸着実験を行なった。

### 3. 結果と考察

磁性吸着剤は磁性により調製過程や吸着操作の中で磁気分離を用いて迅速、簡便に固液分離することができた。粉砕した磁性吸着剤は微細な粒子状であり粉末活性炭に近い外見をしているが、粉末活性炭は沈降分離できず、ろ紙も通過するため、吸着後の懸濁液から清澄な水を得ることが難しい。破砕状活性炭は粒径が大きく沈降性が良いので固液分離に非常に有利だがその反面液中への分散性は良くない。しかし、磁性吸着剤は液中へ容易に分散し、また、磁気分離により 1 分以内で完全に分離でき、さらにそのまま水中から引き上げることができるので取り扱いが容易である。Table.1 に活性炭と磁性吸着剤の大まかな評価を示した。磁性吸着剤は吸着平衡までの時間が短く、十分な吸着剤を添加した場合には数分以内に脱色が完了することもできた。これは微細な粒子であり液との接触面が大きいと推察された。また、吸着量の結果も 4 つの色素すべてに対し比較的高い値となった。粉末活性炭は固液

Table.1 Evaluation of adsorbent

	magnetic adsorbent	crushed activated carbon	powdered activated carbon
Easy separation	◎	◎	×
Quick adsorption	◎	△	—
adsorption capacity (mg/g)	RB21	○	—
	RR195	○	—
	RBBR	○	—
	O II	○	—

(※◎○△ are qualitative evaluation of separation or adsorption rate etc.)

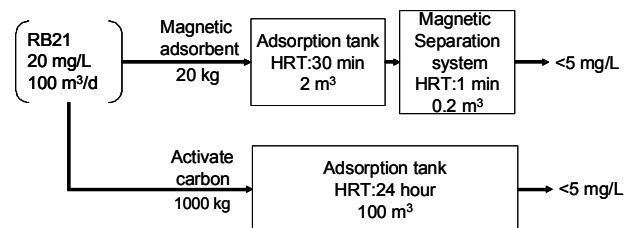


Fig.1 Comparison of tertiary process with magnetic adsorbent and activated carbon

分離が困難だったため評価できなかった。

これらの実験結果から磁性吸着剤を実装置へ用いた場合のコスト試算をおこなった。コスト試算の際の処理プロセスを Fig.1 に表した。処理水中に RB21 が残留しこれを磁性吸着剤で補助的に処理する場合を想定した。流入濃度は 20 mg/L で目標値を 5 mg/L 以下とした。磁性吸着剤は吸着速度が速くそのぶん吸着槽を小型化でき、磁気分離により沈殿池を必要としない利点もある。また、必要な添加量が少なく作成コストも安価であった。これは繰り返し利用によって更に低コストに出来る可能性があると考えられ、実装置への利用が期待できる。

### 4. おわりに

もともと廃棄物であった排水中の有機 SS を分離し、炭化して磁性吸着剤にリサイクルすることができた。この吸着剤の吸着量、吸着速度は破砕状活性炭よりも優れていた。

謝辞: 本研究は科学研究費基盤研究(A) 21241020 の支援を受けた。

### 参考文献

1. K. Horii, et al.: Abstract of the 44th Annual Conference of JSWE (2010) p.409

# 磁化活性汚泥処理水の三次処理への磁気分離法の適用

## Application of Magnetic Separation for Tertiary Treatment of Effluent from Magnetic Activated Sludge Process

小林 力, 酒井 保藏 (宇都宮大); サハ ミヒル ラル (ダッカ大)

KOBAYASHI Chikara, SAKAI Yasuzo (Utsunomiya Univ.); SAHA Mihir Lal (Dhaka Univ.)

E-mail: sakaiy@cc.utsunomiya-u.ac.jp

### 1. はじめに

磁化活性汚泥法には難分解性の有機懸濁物質(以下、有機SSとする)が漏出する課題がある。本研究では三次処理としても磁気分離を適用できないか検討した。その結果、ネオジム磁石を流路に設置し、さらに磁石周辺に強磁性のチェーンを併置して高勾配化することで、1 m/min の高流速域でもSSを除去できた。また少量の無機凝集剤を添加することでリンを1 mg/L 以下まで、SSと同時に除去できた。

近年、水処理法の発展や環境への配慮などから高度水処理が推進され、それに伴って国や自治体が定める排水基準が厳しくなっている。SSの放流水質基準に関しては、平成16年に施行された下水道法の改正施行令で40 mg/L、東京都が定める条例の上乗せ基準では10 mg/Lに設定されている。一方、磁化活性汚泥法による廃水処理で流出する有機SSの量は処理BODの5%程度とされ、通常の都市下水を処理した場合では10~20 mg/Lになると推算される。そのため上記の上乗せ基準をクリアするためには流出水中の有機SSを除去する必要がある。この有機SSは微量のマグネタイト粒子を含んでいると思われる、わずかに磁性を帯びている。そこで今回、ネオジム磁石と強磁性線を用いて高勾配磁気分離を応用したSS除去方法を検討した。また、磁化活性汚泥法では原理上除去ができないリンを同時に除去することも検討した。

### 2. 実験方法

実験はベンチスケールでおこなった。処理対象となる二次処理水は酢酸、酢酸アンモニウム、リンその他無機塩からなる人工廃水を磁化活性汚泥装置(反応槽5L)で処理したものをを用いた。SS除去用の小型磁気分離装置として以下のような装置を用意した。①:内径1cmの塩化ビニル製チューブに直径1cm、厚さ3mmのネオジム磁石を5個詰めたもの。②:同装置に強磁性線を併せて詰めたもの。これらに上記の二次流出水を任意の流速(空塔速度)で通水し、通水前後の濁度(NTU)を測定した。流速と濁度を比較して、SS除去の効果を評価した。また、②に通水する前に塩化アルミニウム( $Al^{3+}$ として10 mg/L)とマグネタイト粉末(10 mg/L)を添加して凝集処理を行い、通水後の濁度と $PO_4-P$ 濃度(モリブデン青吸光度法)を測定した。

### 3. 結果

実験結果をFig.1に示す。ネオジム磁石を単独で用いて処理しても濁度はあまり低下しなかったが、強磁性チェーンを併置することによって、高速砂濾過と同等以上の速度(100 m/d以上)でも濁度を十分に低下させることができた。今回行った実験をSS除去装置による濾過処理と見なすと、スケールアップを考えた場合、装置の断面積が小さく、速い流速でもSSの除去性能が維持されることが実用上望ましい。処理量22.5 m<sup>3</sup>/d、流速240 m/d(約17 cm/min)の条件でパイロットプラントを用いた水処理をおこなうことを想定すると、SS除去装置の断面積を0.78cm<sup>2</sup>から約30cm四方に拡張するだけで同様の三次処理をおこなえらる。装置内に捕捉したSSは磁石への付着力が弱く、水を強く流すことによって簡単に洗い

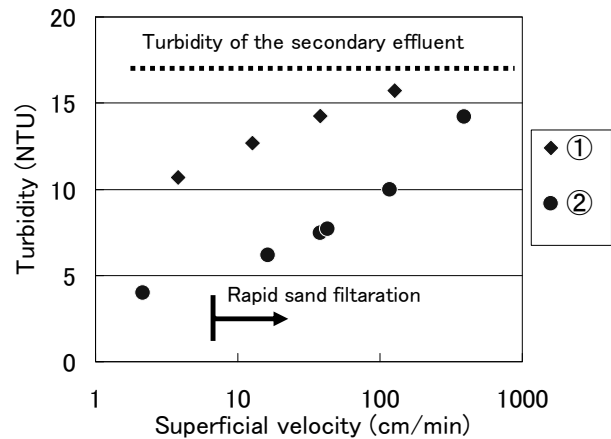


Fig.1 Turbidity of the tertiary effluent. Magnetic separation by neodymium magnet(①) and neodymium magnet with ferromagnetic chain(②)

Table.1 SS and  $PO_4-P$  removal by coagulation

	Superficial Velocity (cm/min)	Turbidity (NTU)	$PO_4-P$ (mg/L)
Coagulation	12	1.2	
	38	1.8	0.8
No Coagulation	38	7.5	2.3

流すことができた。

次に、磁気分離前に凝集処理を行った実験結果をTable.1に示す。38 cm/minという速い流速でも濁度1.8 NTUとなった。二次処理水をガラス濾紙で濾過した場合の濁度が1.4 NTUであったので、ほとんどのSSは除去できていると考えてよい。また、リンについても凝集処理なしで2.3 mg/Lであったのに対し、凝集処理をおこなった場合は0.8 mg/Lになっており、磁気分離を用いてSSとリンの同時除去の可能性が示された。

### 4. まとめ

ネオジム磁石を用いた磁気分離で磁化活性汚泥法の流出水中の有機SSを除去することができた。また、凝集処理を併用することにより、SSとリンの同時除去の可能性が示された。今後、流速や凝集剤の添加量と、リン除去率の関係について調べるとともに、パイロットプラントへの適用やリンの回収方法などについても検討する予定である。

謝辞: 本研究は科学研究費基盤研究(A)21241020の支援を受けた。



**嫌気/好気磁化活性汚泥法による  
ジメチルホルムアミド含有廃水からの有機物・窒素除去**  
Removal of Organic Compound and Nitrogen from Dimethylformamide Wastewater  
by Anaerobic /Aerobic Magnetic Activated Sludge Process.

廣島 浩二, 酒井 保藏, 前田 勇(宇都宮大)  
HIROSHIMA Koji, SAKAI Yasuzo, MAEDA Isamu (Utsunomiya Univ.)  
E-mail: sakaiy@cc.utsunomiya-u.ac.jp

### 1. はじめに

磁化活性汚泥法により、ジメチルホルムアミド(C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NO, 以下 DMF)の廃水処理を試みた。沈降分離不可能である約10g-VSS/Lの高濃度汚泥を、磁気分離を用いることによって曝気槽に保持でき、有機物を90%以上除去できた。汚泥を引き抜かないため微生物を長く曝気槽に滞留させることができ、増殖の遅い硝化菌も保持できるので、DMFに含まれる窒素成分の硝化率も約50%まで向上した。

磁化活性汚泥(Magnetic Activated Sludge:MAS)法は、活性汚泥に磁性粉を添加して微生物フロックを磁性化し、磁気力を用いてより迅速で確実な固液分離を可能にする。従って微生物を高濃度で保持し、微生物の増殖と自己消化をバランスさせることによって余剰汚泥を引き抜かないで運転できる。また微生物を処理槽の中に長期にわたって留めることができるので、豊富な微生物生態系が構築され難分解性物質の処理にも有利に働くと期待できる。これまでポリビニルアルコール(PVA)やフェノールなどにおいて良好な処理結果を得ている。

本研究ではDMF廃水処理に磁化活性汚泥法を応用し、余剰汚泥を引き抜かない条件で良好な廃水処理を試みた。また嫌気・好気プロセスにより、DMFに含まれる窒素成分の除去について検討した。

### 2. 実験方法

実験装置は、曝気槽(5L)、磁気分離槽(Fig.1)からなる。磁化活性汚泥は2週間の馴養期間を設けた後、汚泥濃度6g-VSS/Lで実験を開始した。以降、150日間汚泥は一度も引き抜かず、濃度調整もおこなわなかった。曝気間隔は15minで非曝気時に攪拌、およびDMFを主成分とした模擬廃水を流入させた(HRT:12h)。対照として同様の実験装置を用い、通常の活性汚泥法と同様に余剰汚泥を適宜引き抜き、汚泥濃度2g-VSS/Lに調整した系(汚泥を引き抜く系)を同時におこなった。

また、DMFに含まれる窒素は通常種々の微生物の働きにより、順にアンモニウムイオン、亜硝酸イオン、硝酸イオンを経てガス化される。従ってそれら3つのイオン濃度を調べることで硝化の進行具合や窒素除去を評価した。磁化活性汚泥のDMF分解能力をCOD<sub>Cr</sub>除去率から調べた。

### 3. 結果と考察

(a) 汚泥濃度 DMFの分解を開始して約50日目から汚泥濃度が10g-VSS/Lとなり、汚泥を引き抜かなくてもそれ以降は増えなかった。従って、余剰汚泥を引き抜かないで150日以上運転できることが確かめられた。それに対し対照は実験開始から積算でおよそ40Lの余剰汚泥を引き抜いた。

また、汚泥の沈降性を示すSV30(Fig.2)は40%を超えており、重力による沈降分離は困難であった。そのため、一般的な活性汚泥法によるDMF処理は、バルキングなどの沈降不全が起りやすいと予想される。それに対し磁化活性汚泥法はSV30が100%近い汚泥に対しても、磁気分離により目立った固液分離トラブルを起こすことなく運転できた。

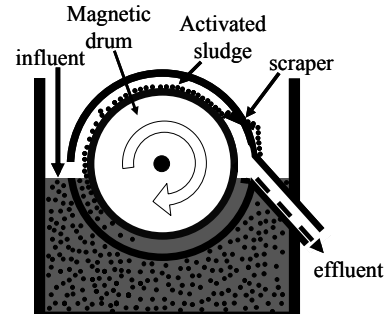


Fig.1 Magnetic separator of MAS.

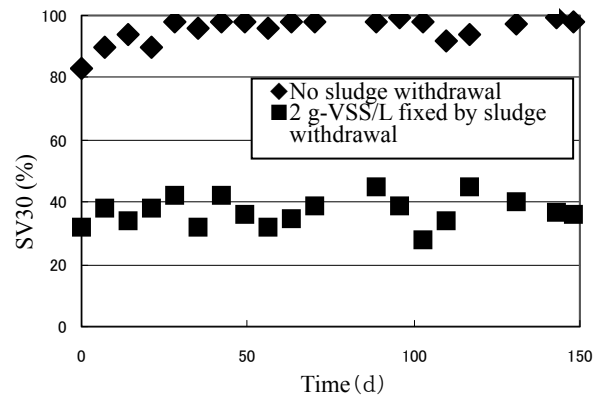


Fig.2 Changes of sludge volume after 30 min setting.

(b) 有機物除去 DMFの分解を開始してから溶存COD<sub>Cr</sub>除去率は常に90%以上であり、余剰汚泥を引き抜かなくても良好な処理が継続できたといえる。

(c) 窒素除去 汚泥を引き抜かない場合、およそ半分の窒素を硝化できた。磁化活性汚泥法のように余剰汚泥を引き抜かないことで汚泥滞留時間は大幅に延長され、増殖の遅い硝化菌を曝気槽中に長期にわたって保持するのに有利に働いていると考えられる。一方汚泥を引き抜く場合、ほとんどの窒素はアンモニアとして残存し硝化が進行しなかった。つまり活性汚泥法では、余剰汚泥の引き抜きに伴い硝化菌が減少するので、DMFに含まれる窒素の除去が困難と考えられる。

### 4. まとめ

磁気分離により高濃度の活性汚泥を曝気槽に保持でき、余剰汚泥を引き抜かないで汚泥の増殖と自己消化をバランスさせることができた。これによりDMF模擬廃水の良好な水処理が継続でき、固液分離もスムーズにおこなえた。また、窒素成分の硝化もできた。以上より、磁化活性汚泥法は活性汚泥法の問題点を解決でき、DMFの廃水処理に適用可能と考えられる。

謝辞: 本研究は科学研究費基盤研究(A)21241020の支援を受けた。



# 化学めっき廃液の無害化処理～自己分解法と磁化活性汚泥法の組合せによる Ni・アンモニア・有機酸除去

Purification of Chemical Plating Wastewater; Removal of Nickel, Ammonium and Organic Acids by Self-Decomposition Process and Magnetic Activated Sludge Process

甘 強, 酒井 保蔵(宇都宮大); 伊藤 繁則, 金井 悠輔(栃木県産業技術センター);  
桑名 朗, 齊藤 哲男, 島津 義政, 鷹背 勲(桑名商事(株)); 鈴木 松雄, 安野 光則(パルシステム(株))  
GAN Qiang, SAKAI Yasuzo (Utsunomiya Univ.); ITO Shigenori, KNAI Yusuke (Ind. Tech. Center of Tochigi Pref.);  
KUWANA Akira, SAITO Tetsuo, SHIMAZU Yoshimasa, TAKANOHASHI Isao (Kuwana Co.ltd.);  
SUZUKI Matsuo, YASUNO Mitsunori (Pal System Inc.)  
E-mail: sakai@cc.utsunomiya-u.ac.jp

## 1. はじめに

磁化活性汚泥法と自己分解法を組み合わせ、汚泥発生を抑制した管理容易な Ni 化学めっき廃水の無害化プロセスを検討した。このプロセスでは、廃水を自己分解によって Ni を析出除去し、次にストリッピング法でアンモニアを揮散除去すると共に、リンを水酸化カルシウムにより凝集沈殿させ、残った高濃度の有機酸を含む廃液を磁化活性汚泥法で酸化分解した。実廃水を処理した結果、有機酸、窒素、リンを良好に除去できた。

前回報告した無電解めっき廃液無害化プロセス<sup>1)</sup>では、Ni を電解除去したため、大電力が必要であり、また、本廃水は硝化が難しく、生物学的な窒素除去はできなかった。本研究では、Ni 化学めっき廃液から、自己分解法で Ni を回収し、水酸化カルシウムを加えて亜リン酸イオンを凝集沈殿で回収すると同時にアルカリ性条件でアンモニウムイオンをアンモニアガスとして気散除去し、残った高濃度の有機酸を磁化活性汚泥法により、分解処理することとした。このプロセスによる、汚泥発生を抑制した管理容易な Ni 化学めっき廃水無害化処理の可能性を実廃水を用いて実験的に検討した。

## 2. 実験方法

廃液は実際のめっき工場廃液を用いた、この廃液を Fig.1 右側に示すプロセスで 3 L/d の流量で連続処理した。

汚泥の磁気分離装置は永久磁石ドラムタイプのものを用いた。活性汚泥曝気槽は 5 L である。種汚泥は都市下水終末処理場より提供を受けた。初期汚泥濃度は 4.3g/L (乾燥重量) とし、四三酸化鉄 (関東化学製) を 4.3g/L となるように投入し、磁気分離により汚泥全量を返送しながら原則として余剰引抜きなしで水処理をおこなった。汚泥濃度の上昇に伴って、強磁性粉を微生物量に対して 1:1 になるよう適宜追加した。

流出液の濁度、リン酸態リン、アンモニア態窒素、硝酸態窒素と COD<sub>Cr</sub> 等の経時変化を測定した。

## 3. 結果と考察

自己分解法で Ni<sup>2+</sup> を除去したため、電解の電力は不要となった。また、アルカリ性での反応ため、次のアンモニアストリッピングにも好都合であった。

アンモニアの除去ができない問題点はアルカリ性条件でアンモニウムイオンをアンモニアガスとして気散除去することで解決した。アンモニウムイオンが約 90% 除去され、残りのアンモニウムイオンは磁化活性汚泥法で良好に除去できた。

磁化活性汚泥法では汚泥を引き抜かないため、原理的にリン成分を除去できない欠点がある、本研究ではリンを水酸化カルシウムにより亜リン酸カルシウムとして凝集沈殿させた。

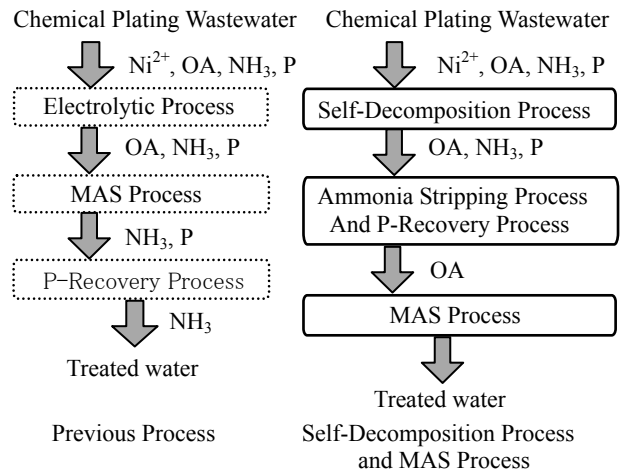


Fig.1. Process of Purification of Chemical Plating Wastewater (OA: Organic Acid, MAS: Magnetic Activated Sludge)

実験期間中、汚泥の引抜きや濃度管理は不要であった。強磁性粉の流出もほとんどなく汚泥濃度が安定したあとは磁性粉を追加する必要はなかった。パルキングなど固液分離トラブルの心配がないため維持管理の手間は大幅に軽減された。Ni、リン、窒素は有価物として回収でき、生物処理から余剰汚泥が発生しないため全体として廃棄物を大幅に減量化できると考えられた。有機酸は磁化活性汚泥法で良好に分解除去され、また、Ni<sup>2+</sup>、リン、窒素は数ppmまで除去することができた。

## 4. おわりに

本研究により化学めっき廃液処理プロセスに磁化活性汚泥法を適用し専門的知識が必要とされる生物処理の管理や余剰汚泥の負担を軽減した廃水浄化・資源回収プロセス構築の可能性が確かめられた。

謝辞: 本研究は JST 地域イノベーション創出支援事業「地域ニーズ即応形」の支援を受けた。また、活性汚泥をご提供いただきました(財)栃木県建設総合技術センター県央浄化センターならびに宇都宮市川田水再生センターに厚くお礼申し上げます。

## 参考文献

1. Y. Sakai, et al. : Abstracts of CSJ Conference, Vol. 80 (2009) p.202

# バルブユニット分離型 1W4K パルスチューブ冷凍機の評価試験

## Experimental Investigation of 1W4K Pulse Tube Cryocooler with Separate Valve Unit.

中野 恭介, 高山 寛和, 齋藤 元和, 許 名堯(住重)  
 NAKANO Kyosuke, TAKAYAMA Hirokazu, SAITO Motokazu, XU Mingyao (SHI)  
 E-mail: Kys\_nakano@shi.co.jp

### 1. はじめに

4KGM パルスチューブ冷凍機は、可動部の少なさから、低振動、長寿命、高信頼性といった長所を兼ね備える。その用途としては、低温域を必要とするセンサーやMRI用超伝導マグネットの冷却等に使用されている。しかしこれらの装置の多くでは、冷凍機の微小振動によって生じる磁場や電気的特性の変化がノイズ信号源となるため、更なる低振動化が求められている。また、冷凍機の保守には、定期的なメンテナンスが必須であり、その際には装置本体から冷凍機を取り外す作業を行うことがある。多くの場合、装置本体を停止し冷却部に封入されたヘリウムガスの排気や、真空断熱容器のパーージ等の大掛かりな作業を余儀なくされ、作業性やコストの面からも非常に不都合であることが懸念されている。これらの問題を解決するためには、パルスチューブ冷凍機のコールドヘッド部とバルブユニット部を切り離す必要がある。バルブユニットを物理的に隔離することによって、低振動運転が可能となり、さらにはコールドヘッドを装置に残したまま、バルブユニット単体でメンテナンスを行うことができるため、極低温冷凍システムとして非常にユーティリティーの高いものとなる。今回、上記問題を解決するために、バルブユニット分離型1W4Kパルスチューブ冷凍機を開発し、その評価試験を行った。

### 2. バルブユニット分離型パルスチューブ冷凍機

従来の1W4K パルスチューブ冷凍機ではシリンダー部、そして可動部品であるロータリーバルブと、その駆動モータを搭載したバルブユニット部の二部を一体として構成されている。そのため吸熱部と振動源の距離が非常に近く、駆動部から発生する振動の影響を直接受けてしまう。そこで、低振動化とバルブ磨耗やオリフィス閉塞などによる性能低下時においても容易にメンテナンスが行えるように、コールドヘッドとバルブユニットとの分離を可能としたパルスチューブ冷凍機を開発した。双方はカップリングハーフによって接続され、個々でのメンテナンスを可能としている。またさらに、双方の距離を1m切離し、コールドヘッド部の蓄冷管、1段・2段パルス管へとラインを介して接続することで、高周波数域振動を低減させた冷凍システムの評価試験を行った。Fig.1 にそのシステム概要を示す。

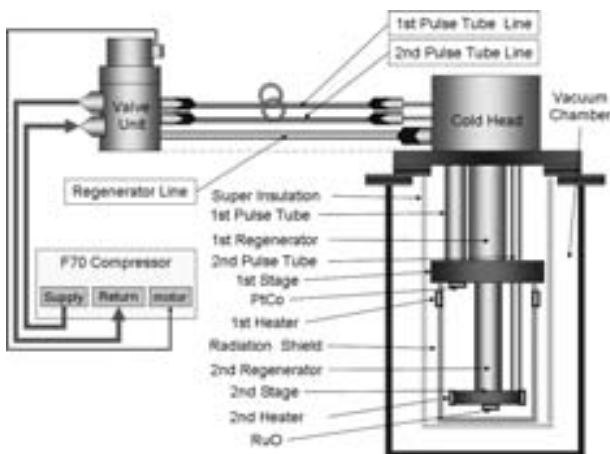


Fig.1 1W4K PT Cryocooler with Separate Valve Unit System

### 3. 評価試験結果

今回、三機種の1W4K パルスチューブ冷凍機、(A)従来機であるバルブユニット一体型、(B)開発機である分離型のバルブユニットの直付け型、(C)コールドヘッドとの距離を1mのラインで切り離したバルブユニット切離し型の評価試験を行った。試験は共通の圧縮機とコールドヘッドを使用しバルブユニット部のみを変更して行った。(B)(C)の冷凍機ではバルブユニットと、コールドヘッド部1段・2段パルス管へのラインをSUS配管とし、(C)では1mのSUS配管、そして蓄冷管へのラインにフレキシブルホースを介し接続されている。冷凍能力評価試験では、1段ステージ 40W, 2段ステージ 1.0W の熱負荷を印加し各ステージ温度を計測した。試験結果を Table 1. に示す。

Table1. Experimental Evaluation of 3 Types of PT Cryocoolers

Type	T1@40W (K)	T2@1.0W (K)
A	37.0	3.86
B	39.2	4.01
C	45.4	4.05

※1st PT Line:  $\phi$  4, 2nd PT Line:  $\phi$  2, Regenerator Line 10A

三機種の冷凍能力を比較してみると、(A)の能力が最も高く、次いで(B),(C)という順である。当然ながらこの差は、分離による圧力損失と死容積の増大が原因として考えられる。次に冷凍機(C)にて、パルス管へと接続される2本の配管の内径を変更し、冷凍能力の最適化試験を行った。Table 2. に1段パルス管ライン径、Table 3. に2段パルス管ライン径を変更した際の試験条件と結果を示す。結果では、総合的に見て2本の配管を共に内径 $\phi$ 3とした場合が最も良い性能であった。これは2段パルス管ライン径の変更によってDCフロアの最適化を行った事による影響が大きいと考えられる。

Table2. Experimental Evaluation of Diameter of 1st PT Line

Diameter ( $\phi$ )	T1@40W (K)	T2@1.0W (K)
2	44.6	4.17
3	46.0	4.03
4	45.4	4.05

※2nd Pulse Line:  $\phi$  2, Regenerator Line 10A

Table3. Experimental Evaluation of Diameter of 2nd PT Line

Diameter ( $\phi$ )	T1@40W (K)	T2@1.0W (K)
2	46.0	4.03
3	45.7	3.99

※1st Pulse Line:  $\phi$  3, Regenerator Line 10A

### 4. まとめ

今回、低振動、高メンテナンス性を可能としたバルブユニット分離型1W4K パルスチューブ冷凍機を開発し、その能力評価を行った。従来機である一体型に比べ、分離型パルスチューブ冷凍機は、圧力損失とデッドボリュームの増加によって冷凍能力の低下が見られた。そこで1m切離し型では、3本ガスライン径の最適化を図り、1段40W45.7K, 2段1.0W3.99Kを達成することができた。今後の展望として、更なるシステムの保守性そして性能と信頼性の向上を目指して行きたい。

## 20K スターリング型パルス管冷凍機開発を目指した蓄冷材料の検討

### Investigation of Regenerator Materials Aiming at Development of 20K Stirling-type Pulse Tube Cryocooler

石渡 洋志, 市川 博亮, 岩田 展幸, 山本 寛(日本大学); 増山 新二(大島商船高専);  
玉田 勉, 式町 浩二, 平野 直樹, 長屋 重夫(中部電力)

ISHIWATA Hiroshi, ICHIKAWA Hiroaki, IWATA Nobuyuki, YAMAMOTO Hiroshi(Nihon Univ.);  
MASUYAMA Shinji(Oshima National College of Maritime Technol.);  
TAMADA Tsutomu, SHIKIMACHI Kouji, HIRANO Naoki, NAGAYA Shigeo(Chubu Electric Power Co.)  
E-mail: hyama@ecs.cst.nihon-u.ac.jp

#### 1. はじめに

我々は SMES 用の超電導マグネット冷却を目的として、20K スターリング型パルス管冷凍機の開発を行っている。そこで、20~50K の低温域での蓄冷材の性能向上のため、材料及びその形状・形態に関する検討を加えている。今回、予備的実験として 1 段冷凍機を用い、50K 級の冷凍動作に通常多用されているメッシュに加え、粒状鉛の性能についても調査したので報告する

#### 2. 実験方法

実験装置の概略図を Fig.1 に示す。圧力振動発生装置には CFIC 社のリニア対向型圧力振動発生装置を用いた。圧力振動装置のピストン最大ストローク 14mmP-P、最大投入電力約 4kW、動作周波数は約 50Hz とした。パルス管の内径  $\phi$  40mm、長さ 202mm、蓄冷器は内径  $\phi$  70mm、長さ 73mm とした。

蓄冷材料には SUS の 250・350・400 メッシュ、及び、粒径 2mm と 0.2mm の鉛粒(昭貴製作所製)を検討した。鉛粒の写真を Fig.2 (a), (b) に、それを蓄冷器に挿入するためのパッケージの写真を Fig.3 に示す。パッケージは高さ 20mm とし、上下の面には SUS メッシュで蓋をした。

位相制御機構としてイナータンスチューブを使用し、外径  $\phi$  12.7mm、肉厚 1mm、長さは 1.2m とした。バッファ容積は 3.78 $\ell$ 、作業流体には He を使用し、封入圧力は 2MPa とした。

#### 3. 結果

Fig.4 に各種蓄冷材を用いた冷凍実験結果を示す。SUS メッシュ 400・250・200 の積層時には最低到達温度は 34.4K となった。一方、積層メッシュと組み合わせて一部鉛粒を 10mm の厚さ直接挿入した時には 54.8K、SUS メッシュ 250・200 と鉛パッケージとの組合せの場合、58.7K となり、鉛粒の一定の効果を確認できた。今回用いたパッケージを使用する蓄冷材の有効性が確認できたので、今後蓄冷材の形状・形態にはかなりの自由度が期待できる。また、鉛の比熱が比較的有効に働く 50K 以下での動作結果にも期待が持てる。

現在、熱交換器部の冷却方法を工夫し、50K 以下の温度域での冷凍実験についても遂行中である。実験内容及び結果に関しては当日併せて報告する。

#### 4. 謝辞

本研究は、NEDO の委託事業「イットリウム系超電導電力機器技術開発」の一環で実施したものである。

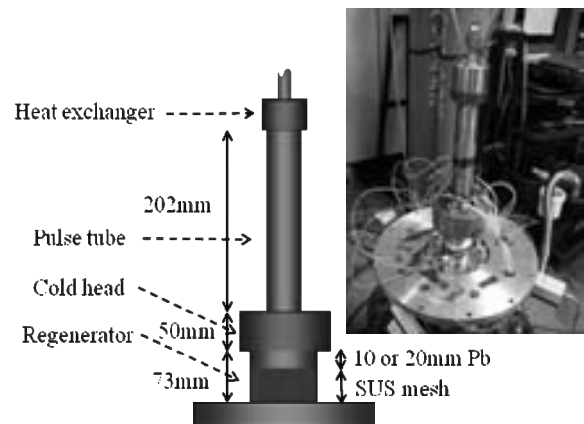


Fig. 1 Schematic pulse tube and photo of the used equipments.

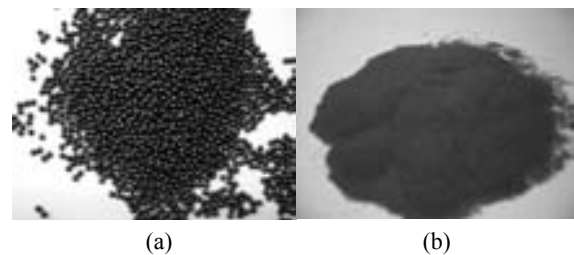


Fig. 2 Photos of 2mm  $\phi$  and 0.2mm  $\phi$  Pb particles.



Fig. 3 Photo of Pb particle package.

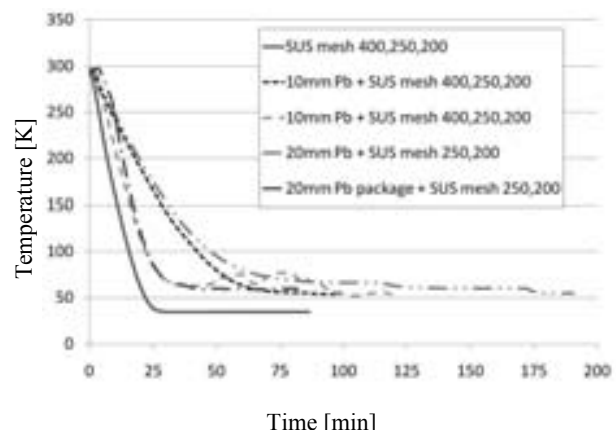


Fig. 4 Results of cooling curves in the case of using each regenerator materials summarized in the inset table.

## 液体キセノン検出器用パルス管冷凍機の長期運転実績

Experiences on long-term operation of pulse tube cryocoolers for liquid xenon detectors

春山富義, 笠見勝祐, (KEK); 西谷富雄(岩谷瓦斯)

HARUYAMA Tomiyoshi, KASAMI Katsuyu, (KEK); NISHITANI Tomio (IIGC)

E-mail: haruyama@post.kek.jp

### 1. はじめに

液体キセノンは密度が3近くあり、また高エネルギー粒子との相互作用によって発せられるシンチレーション光の特性から、粒子検出媒体として大量の液体キセノンを用いる物理実験が世界各地で進められている。キセノンは沸点が165K (0.1MPa)であるため、この温度付近で大きな冷凍能力を持つパルス管冷凍機が開発され、広く使用されてきたが、既に最初の物理実験では16,000時間近い長期運転を行っている。このパルス管冷凍機システム(圧縮機、ロータリーバルブ含む)の長期運転における実績について報告し、今後のさらなる長期物理実験に要請される技術について述べる。

### 2. 液体キセノン用同軸型パルス管冷凍機

液体キセノンを検出器として用いるシステムで要請されるのは、温度の精密制御、寒剤不使用、長期運転のしやすさ(定期保守も含む)などである。これらを考慮した運転実績は、今後、超伝導ケーブル等の実用運転などにおける指標ともなる。

Fig.1 に冷凍機外観を示す。同軸の内側に蓄冷器を設置したオリフィスとパッファを外部に持つ GM 型パルス管である。大きな熱負荷に対応するため、低温端熱交換器は広い表面積を確保している。ロータリーバルブは4Hz 駆動、圧縮機はライボルト(COOLPAK6000)、岩谷瓦斯(CW701、CW404)を使用している。海外の研究機関での運転が主で、400V3相電源が使われることが多い。トランスで200Vに変圧する場合もある。

### 3. 液体キセノン物理実験プロジェクト

現在進行中(予定含む)の、本冷凍機を適用した液体キセノン物理実験は以下のようなものである。

- MEG 実験(1000L:PSI、スイス、2007年～)
- XENON 実験(50L:グランサツ、イタリア、2008～)
- PET 基礎実験(20L:Nantes、フランス、2007～)
- XMASS 実験(270L 神岡、日本、2010～予定)



Figure 1. Photo of the coaxial PTC for LXe.

これらの本実験には、それぞれ1～4台の本パルス管冷凍機が設置され、一部長期運転に入っている。実験によっては本実験前に R&D が別途行なわれている。

### 3. 冷凍機長期運転における経験と技術検討

Table 1 にそれぞれの実験におけるこれまでのパルス管冷凍機運転実績をまとめた。

#### • MEG 実験: (ミュー粒子稀崩壊探索実験)

液体キセノン検出器用と1000L 低温容器用にそれぞれパルス管冷凍機(PC150)を1台ずつ設置、運転している。それぞれ連続運転は8ヶ月の実績。

-13,000時間程度経過時にロータリーバルブを交換

-圧縮機(ライボルト)アドソーバ交換

#### • XENON 実験: (暗黒物質探索実験)

液体キセノン検出器用にパルス管冷凍機(XENON10 ではPC090、XENON100 ではPC150)を各1台ずつ設置、運転している。10ヶ月連続運転の実績。

-XENON10 では、16,000時間経過後、性能劣化。ロータリーバルブ交換

-圧縮機(CW404)はアドソーバ交換

-XENON100 では、10,000時間経過。交換等なし。

#### • PET 実験: (医療用 PET でのガンマ線検出)

液体キセノン検出器用にパルス管冷凍機(PC150)1台設置、運転している。3ヶ月の連続運転実績。

-8,000時間以上、運転。交換等なし。

宇宙線、暗黒物質等の検出実験では粒子の飛来が予測できないので、定期的保守を必要としない小型冷凍機が望まれる。GM 型パルス管冷凍機では、ロータリーバルブと圧縮機の一定運転後の部品交換等が必須である。現在の技術では1～2万時間での交換が一般的である。ロータリーバルブ部材、圧縮機吸着材が当面の検討課題となろう。また、スターリング型であれば保守期間や寿命は大幅に伸びると思われるが、振動、実験装置への組込みにおける制限(最近はコールドヘッド分離も可能)、コスト等に関する検討が必要になろう。蓄冷器への不純物蓄積が起こるのか、またそのことによる性能劣化等の可能性についても、今後継続される長期運転において、調査を行なっていく予定である。

Table 1. Operation experiences in each LXe physics experiments (as of March 2010).

Experiment ID	Cumulated operation hours	Continuous operation
MEG(2007-)	13,800 (detector) 16,400 (1000L Dewar)	Incl. 8 months. Incl. 8 months.
XENON(2008-)	19,000 (XENON10) 10,000 (XENON100)	Incl. 10 months.
PET(2007-)	8,100 (Nantes R&D) 6,000 (KEK R&D)*	Incl. 3 months. Incl. 3 months.
XMASS(2010-)	Start soon	NA

\*Mainly, PC150 pulse tube cryocooler, except \*(PDC08)

謝辞: データ収集等における MEG, XENON, PET 実験グループのご協力感謝いたします。

## GM 冷凍機における精密温度制御 High-precision temperature control using a GM cryocooler

中村 太紀, 長谷川 靖洋, 村田 正行, 山本 浩也(埼玉大); 小峰 啓史(茨城大)  
 NAKAMURA Daiki, HASEGAWA Yasuhiro, MURATA Masayuki, YAMAMOTO Hiroya (Saitama Univ.);  
 KOMINE Takashi (Ibaraki Univ.)  
 E-mail: nakamura@energy.env.gse.saitama-u.ac.jp

### 1. はじめに

GM(Gifford McMahon)冷凍機は、低温領域での物性測定や超電導磁石の冷却に使用されている。しかしながら、4.2 K 付近の温度領域では、試料まで熱を伝える銅の比熱が非常に小さくなるため、ディスプレイサにおける約 1 秒周期のピストン運動が原因で  $\pm 100$  mK 程度温度が振動することが大きな課題であった。今回我々は市販の GM 冷凍機に FRP ダンパーを適用し、PID 制御をすることで、4.2K 付近で 0.2mK 以下の分散に抑え、3.5000K-300.000K 各温度での温度制御を可能とする方法を提案する。

### 2. 実験方法

本研究で用いた低温測定装置の概念図を Fig.1 に示す。使用した GM 冷凍機は住友重機械工業(株)製、SRDK-101D である。4.2K-GM 冷凍機は、一般的に 2 段のステージからなっており、1st ステージで 60 K 程度、2nd ステージで 4.2 K 以下に冷却される。2nd ステージの直下には銅ブロックが設置されており、これに内蔵されたメインヒーター (50  $\Omega$ ) を PID 制御することで温度の粗制御を行った。さらにその下に設置された試料ステージにはサブヒーター (0.25  $\Omega$  @4.2K) が内蔵されており、これにより温度の微調節を行って目的温度を実現した。温度センサーは校正された Cernox 温度計を用い、温度調節器には LakeShore 社製 340 Temperature Controller を使用した。以上は一般的な低温物性測定装置であるが、4.2K 領域での温度振動を低減するために FRP を 2nd ステージと銅ブロックの間、試料ステージ直下に設置し、PID 制御を行った。

### 3. 実験結果

PID 制御を行わない場合の銅ブロックでの温度を、Fig.2 に示す。FRP を設置しない場合、Peak-to-Peak で約 100mK 程の温度振動が観測された。しかし 2nd ステージと銅ブロックの間に厚さ 0.5mm の FRP を設置することで、冷却能力、冷却時間をほぼ変えることなく温度振動が約 40mK に軽減された。厚さ 1.0mm の FRP を使用した場合、熱抵抗が大きく最低到達温度が約 0.4mK 上昇した。

また、2nd ステージと銅ブロックの間に厚さ 0.5mm の FRP を設置し、2 ループ PID 制御を行った際の試料ステージ温度を Fig.3 に示す。FRP を試料ステージ直下にも厚さ 0.5mm の設置した場合、さらに精密な温度制御が可能となり、 $\pm 1$ mK 以内での温度制御が可能となった。

### 4. まとめ

GM 冷凍機 2箇所 に FRP ダンパーを設置することを提案した。これにより、 $\pm 1$ mK 以内の精密温度制御が可能となった。

### 謝辞

本研究の一部は、(財)日本科学協会笹川科学研究助成、(財)住友財団の研究助成を受けて実施された。

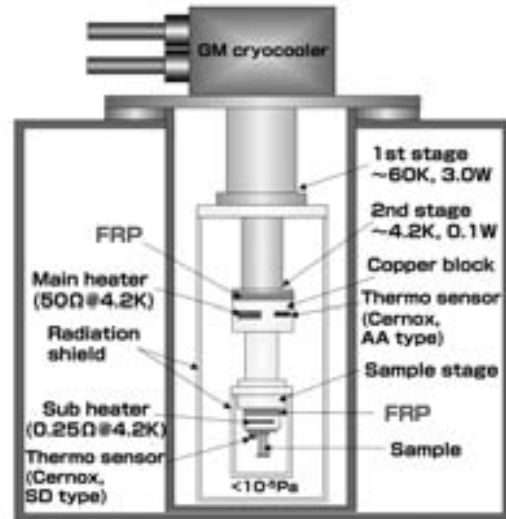


Fig.1 Experimental setup of a cryostat using a cryocooler.

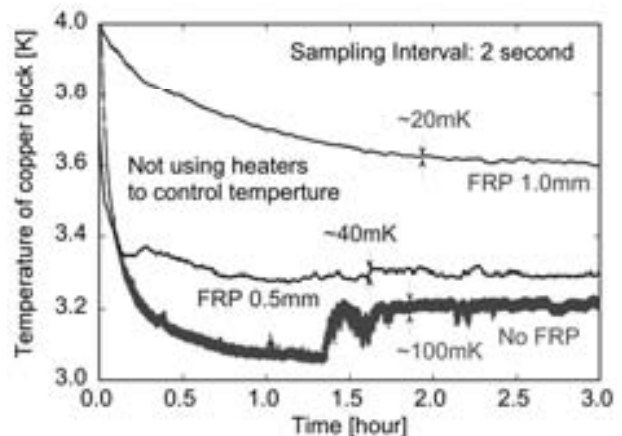


Fig.2 Time series of a copper block attached to a GM cryocooler.

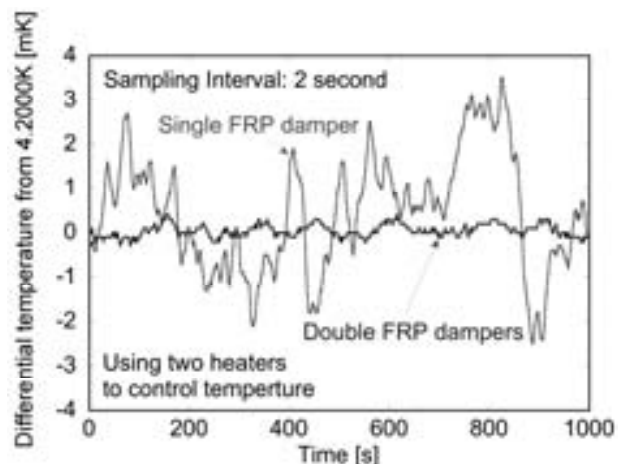


Fig.3 Time series of sample stage temperature using 4.2000K temperature feedback with the heaters

# 蓄冷材の構成が GM 冷凍機の性能に及ぼす影響

## Consideration of GM Cryocooler Performance by Varying Regenerator Material Configuration

杉本 堯(東工大); 栗山 透(東芝); 岡村 哲至(東工大)

SUGIMOTO Gyo(Tokyo Tech); KURIYAMA Toru (Toshiba Co.); OKAMURA Tetsuji (Tokyo Tech);

E-mail: sugimoto.g.aa@m.titech.ac.jp

### 1. はじめに

GM 冷凍機内の 2 段蓄冷器に充填している球状の蓄冷材について、物質は同一であるが空隙率を変化させた時の GM 冷凍機の性能に及ぼす影響を実験により調査した。本実験では蓄冷材の構成要素である空隙率が冷凍能力に及ぼす影響を調べるとともに最適条件を明らかにすることで GM 冷凍機の性能向上を目的とした。加えて空隙率を変化させたときの球径依存性も調べた。蓄冷材は球径が約 0.06mm から 1.18mm の鉛球を用いて実験を行った。

### 2. 実験方法

本実験ではシリンダ内径が1段 70mm、2段 32mm の2段コールドヘッドを用い、圧縮機は5kW 入力のものを使用した。ストロークは 20mm で運転した。また全ての実験において同じ1段蓄冷器を用い、等しい充填圧力で測定を行った。

実験に用いた鉛球を Fig.1 に示す。実験では球径が異なる鉛球を組み合わせることで空隙率を変化させた。A~J の鉛球から2種類を質量比 1:1 で組み合わせたとときの空隙率を Table.1 に示す。空隙率の測定は蓄冷器を模擬したメスシリンダーを用いて行った。組み合わせが同じものは単一球のみで蓄冷器を作製した場合の空隙率である。また表中の斜線部は異なる球径の鉛球が完全に混ざり合わず空隙率の測定が不可能であったことを表している。空隙率は 30~40%まで変化している。この内実験に用いたものを Table.1 の黒マスで示す。

### 3. 実験結果

Fig.2 に Table.1 の黒マスの蓄冷材を充填した蓄冷器を用いて2段ステージの冷凍能力を測定した結果を示す。全ての場合において1段ステージを 45K に保ち、冷凍機は 74rpm で作動させた。Fig.2 から空隙率を変化させたときの冷凍能力は G と C+G の蓄冷材を用いた場合に最も高い値を示したが定性的な傾向はみられなかった。また Fig.2 の冷凍能力を球径依存性にして表示したものが Fig.3 である。横軸の球径は組み合わせたと蓄冷材の全鉛球の平均値であり、混合する一方の鉛球の球径と個数をそれぞれ Xmm、α 個とし、もう一方の鉛球の球径と個数をそれぞれ Ymm、β 個として以下の式を用いて算出した。

$$\frac{X\alpha + Y\beta}{\alpha + \beta}$$

Fig.3 から最も冷凍能力が高いのは球径の平均値が 0.23mm 付近のもので空隙率には依らず重要なのは球径だということが本実験よりわかった。これは空隙率が同じ蓄冷材でも充填している球径の平均値が違うためヘリウムとの伝熱面積に差が出るからだと考えられる。つまり圧力損失と蓄冷器の非効率による熱損失を考慮すると伝熱面積が適切でないものは空隙率に依らず冷凍能力が下がってしまうと考えられる。

### 4. まとめ

GM 冷凍機の2段蓄冷器において、異なる球径の鉛球を充填することで空隙率を変化させて蓄冷器を作製し、冷凍能力の変化を測定した。実験結果から高い冷凍能力を得るためには蓄冷材の構成として空隙率ではなく球径の方が重要な要素であることがわかった。

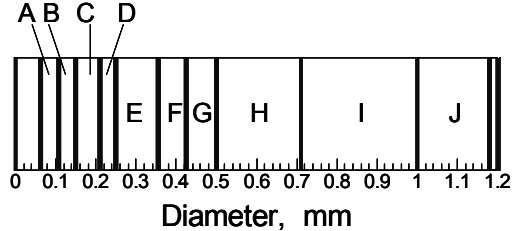


Fig.1 Classified categories according to a diameter of Pb spheres.

Table.1 Porosity of Pb mixed different diameter

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
A	38	37	36		33	32	30	30	/	/
B		39	38	37	35	33	31	30	/	/
C			40	38	36	35	34	32	31	/
D				39	37	36	35	34	32	31
E					40	38	37	35	33	32
F						39	38	36	34	33
G							39	37	36	34
H								38	37	36
I									39	37
J										39

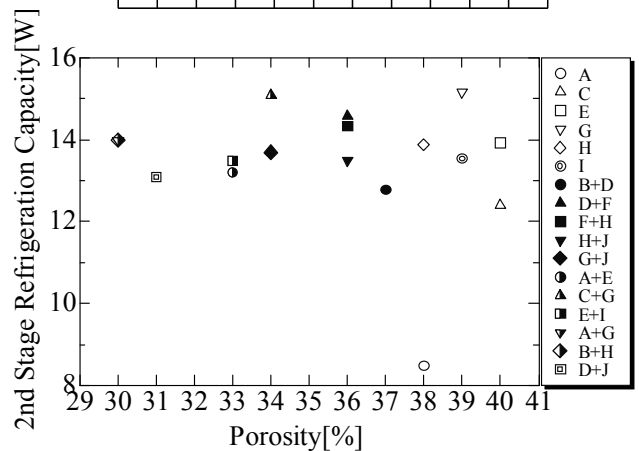


Fig.2 Porosity dependence of cooling capacity at 18K.

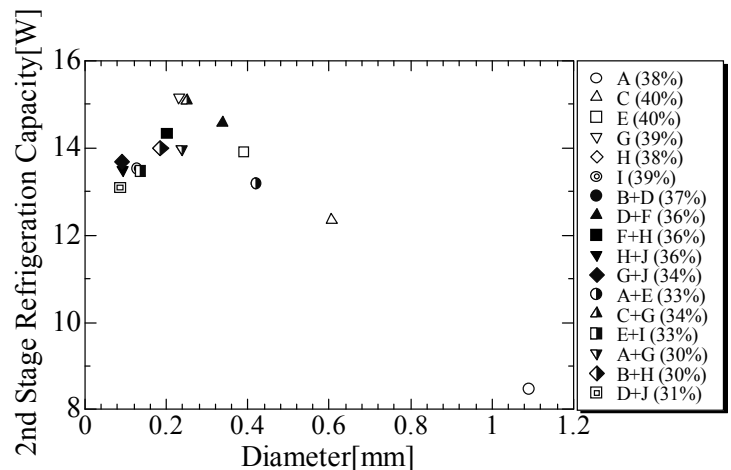


Fig.3 Diameter dependence of cooling capacity at 18K.

## 複合熱電材料による2段ペルチェ電流リードの熱侵入低減効果

Double Peltier current lead using mixed thermoelectric modules for the heat leak reduction

河原敏男、藤井友宏、江本雅彦\*、浜辺誠、孫建、渡邊裕文、イワノフユウリ、山口作太郎（中部大、\*核融合研）  
 KAWAHARA Toshio, FUJII Tomohiro, EMOTO Masahiko\*, HAMABE Makoto, WATANABE Hirofumi,  
 SUN Jian, IVANOV Yury, YAMAGUCHI Satarou (Chubu Univ., \*NIFS)  
 E-mail: toshi@isc.chubu.ac.jp

### 1. はじめに

地球環境問題の解決のために、地球温暖化ガスの代表であるCO<sub>2</sub>に対して2020年までに25%削減が数値目標として挙げられるなど低炭素社会の構築が緊急の課題となっている。超伝導による送配電技術は、自然エネルギーと組み合わせるとスマートグリッド構築の基盤技術となるものであり実用化が強く求められている。中部大学では、20m級の直流超伝導ケーブル試験装置(CASER-1)を世界で初めて作製し、実用化を目指して熱侵入低減のための各種パラメータを評価してきた[1]。さらに、2009年度にはこれを発展させ200m級超伝導直流送電実証実験装置(CASER-2)の建設を行った。

超伝導を直流送配電システムに用いる場合の熱侵入には、超伝導ケーブルの断熱2重管での熱侵入と、電流リードからの熱侵入があり、超伝導送配電システムを短距離ではあるが消費電力が大きいデータセンターなどのアプリケーションに導入する場合末端での熱侵入低減が必須である。そこで、ペルチェ電流リード(PCL)の研究を行い、銅の電流リードに比べて6割程度の熱侵入となることを明らかにしてきた[2]。PCLでは電流が流れたときの冷却効果と熱電材料での低熱伝導率により熱侵入を抑える。

PCLの性能は熱電特性に依存し、高性能熱電材料を用いることで性能向上が可能である。また、多段モジュールとすることによるペルチェ効果の増強も検討されてきた[3]。一般に熱電特性は作製プロセスに依存して各種存在する。そして、熱電性能指数は温度特性があるため性能の高い温度範囲が試料ごとに異なる。そこで、2種類の熱電材料を複合化することによるPCL性能向上を検討した結果を報告する。

### 2. 熱電特性

熱電材料の特性として電気低効率・ゼーベック係数・熱伝導率を測定しPCLの性能評価に用いる。Fig.1に、2種類のモデル試料の測定値より熱電性能指数Zを計算し温度依存性をプロットした結果を示す。

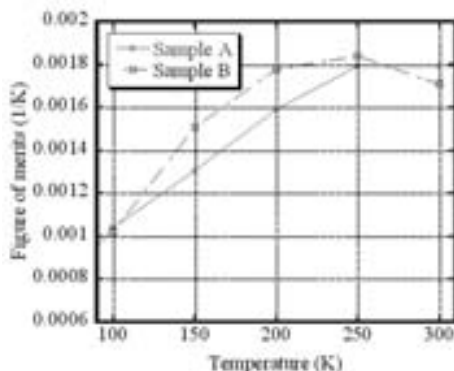


Fig.1 Thermoelectric properties of samples A and B.

### 3. 熱侵入の評価

電流リードの熱分布は、電流方向の一次元熱伝導方程式で評価した[4]。このとき、熱バランスとして、熱伝導による熱流入、電流リードでのジュール熱、ペルチェ効果

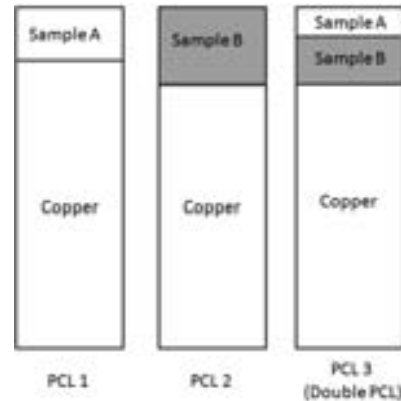


Fig.2 Schematic structures of PCL and double PCL. Upper temperature is set to RT and bottom to 77 K.

による熱ポンプ効果を考える。熱電素子は室温側に導入し、熱電材料特性の実測値を用いて熱侵入量を極小にする形状因子(Shape factor)を求め、そのときの熱侵入量を計算した。

熱電材料の構成は、Fig.2に示すように、Sample Aのみを室温側に導入したPCL 1、Sample Bのみを導入したPCL 2、さらに、高温側からSample A、Bの順に熱電材料を導入したPCL 3の3種類に関して計算を行った。

Table 1 Heat loss  $Q$  for PCL with shape factors.

	$L/A$ (1/m) (Sample A)	$L/A$ (1/m) (Sample A)	$L/A$ (1/m) (Copper)	$Q$ (W/kA)
PCL 1	41	0	27600	31.8
PCL 2	0	80	22200	31.9
PCL 3	25	40	25850	30.7

Table 1に熱侵入計算の結果とそれぞれの形状因子をまとめる。Fig.1に示すように低温で性能指数の高いSample Bを低温側に用いた2段電流リードでは、単独の熱電材料を用いた場合よりも熱侵入が小さくなることが分かった。また、形状因子は、単独の場合の約半分となり、高温側と低温側で分担してPCLとして働くことで性能向上が図られている。これは、傾斜機能材料と見なすことができPCL性能向上の一つの方策として有用である。

### 4. まとめ

PCLの性能は熱電材料の特性に依存するため各種熱電材料の特性評価を行い、PCLとしての性能を見積もった。電流リードのように温度範囲が大きい応用では、単一素子で最適化した場合に比べて、2種類の熱電材料の組み合わせた2段PCLでは熱侵入が低減できることが分かった。

### 参考文献

1. S. Yamaguchi, *et al.*: Rev. Sci. Instrum., Vol. 75 (2004) pp.207
2. S. Yamaguchi, *et al.*: J. Phys.: Conf. Ser., Vol. 97 (2008) 012290
3. T. Yamaguchi, *et al.*: IEEE Trans. Appl. Supercond., Vol. 13 (2003) pp.1914
4. H. Okumura, *et al.*: IEEE Trans. Appl. Supercond., Vol. 7 (1997) pp.715



# 冷凍機を使用した小型液化装置の液化速度に関する検討

## Study on liquefaction rate of a small-scale liquefier with refrigerators

中納 暁洋, 前田 哲彦, 伊藤 博 (産総研); 増田 正夫, 川上 理亮, 加藤 敦史 (高砂熱学工業);  
 丹下 学 (芝浦工業大学), 高橋 徹 (筑波大学), 松尾 正宏 (ジェット東理社)  
 NAKANO Akihiro, MAEDA Tetsuhiko, ITO Hiroshi (AIST); MASUDA Masao, KAWAKAMI Yoshiaki,  
 KATO Atsushi (Takasago Thermal Engineering Co.,Ltd.); TANGE Manabu (Shibaura Inst. Tech.);  
 TAKAHASHI Toru (Univ. of Tsukuba); MATSUO Masahiro (JECC Torisha Co.,Ltd.)  
 E-mail : a.nakano@aist.go.jp

### 1. はじめに

我々はこれまで統合型水素利用システムに関する研究を行ってきた。このシステムの運用では液体水素(LH<sub>2</sub>)からのボイルオフガスを水素吸蔵合金タンクに貯蔵するケースも考慮している。よって、ボイルオフガスの主成分であるパラ水素に対する水素吸蔵合金の吸・放出特性を把握する必要があったことから、水素中間保持容器と称する2段階GM-冷凍機を用いた小型水素液化機を設計・製作し、前回の会議において水素の液化に成功した旨の報告を行った。今回はこの液化機の液化能力について調査を行った。ここでは最大液化速度を調査した実験結果を示すと共に、その推算方法について報告を行う。

### 2. 実験結果

液化機の詳細は前回の会議にて報告を行っている。ここでは省略する。最大液化速度について調査した実験の結果を Fig. 1 に示す。この実験では室温における7 m<sup>3</sup>の水素ガスの液化を行った。Fig. 1a は導入水素ガス体積流量の時間変化、Fig. 1b は LH<sub>2</sub> 容器の内部温度、及び内部圧力、Fig. 1c は液体水素量を表す。なお、Fig. 1b の内部温度に関し、T1,T2,T3 はそれぞれ容器内底部、中間部、上部の温度を表す。本実験よりこの液化機の最大液化速度は導入水素ガス体積流量で 12.1 NL/min、液体水素量で 19.9 L/day であることが分かった。次に、最大液化速度の推算方法について考察を行い、実験結果との比較を行った。

### 3. 最大液化速度の推算方法について

最大液化速度の推算方法については以下の手順で行った。まず、冷凍機製造元のカタログより使用冷凍機の冷凍能力を把握する。本冷凍機の場合、1 段階目コールドヘッドが  $Q_c(1st)=30W@45K$ 、2 段階目のそれが  $Q_c(2nd)=5.4W@10K$  である。次に液化温度 20 K と室温 300 K の対数平均温度  $\bar{T}$  を求める。この場合、 $\bar{T}=103.4K$  となる。次にその温度での冷凍機 1 段階目、及び 2 段階目コールドヘッドの冷凍能力変換値、 $Q_{conv}$ 、を冷凍機の理論カルノー効率を使用し以下の式を用いて求める。

$$Q_{conv}(1st, or, 2nd) = Q_c(1st, or, 2nd) \cdot \left( \frac{\eta_T}{\eta_T(1st, or, 2nd)} \right) \quad (1)$$

次に、求めたそれぞれの冷凍能力変換値の和をとり、推算冷凍能力値、 $Q_{ecc} (=Q_{conv}(1st)+Q_{conv}(2nd))$  を求める。この場合、 $Q_{ecc} = 171.7 W$  が得られる。質量流量は  $Q_{ecc}$  と最小液化仕事、 $E_f$  から  $Q_{ecc}/E_f$  で求まる。なお、水素の  $E_f$  は約 12.1 MJ/kg である。求めた質量流量を室温での体積流量に換算すると 10.5 NL/min、液体水素量に換算すると 17.3 L/day となる。一方、メーカーの冷凍機仕様書に出ていた Cooling Load Map の最大冷凍能力から求めた値は 13.5 NL/min、及び 22.1 L/day であった。実験値はこれら推算値の間に位置し、本手法による推算結果が妥当であることが分かる。

なお、本推算方法は、2 段階目コールドヘッドが流体の飽和蒸気圧温度以下の温度まで到達でき、且つ、各段コールドヘッドに位置する熱交換器は十分な流体との熱交換能力を有すると仮定している。

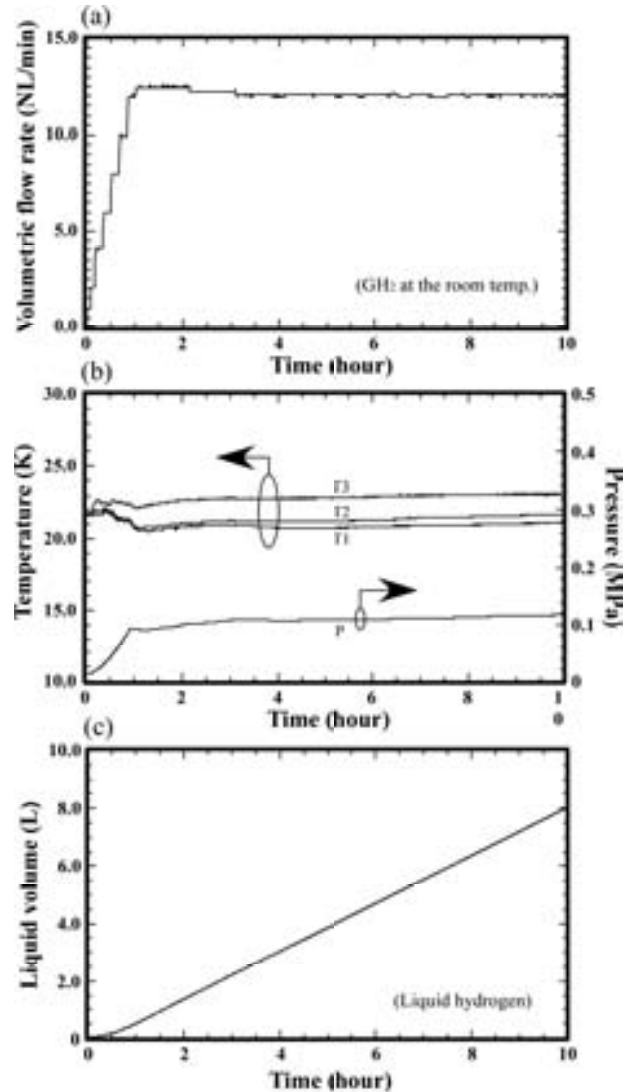


Fig. 1 Experimental results. (a) Volumetric flow rate of the introduced gaseous hydrogen. (b) Temperature at each position and the pressure in the tank. (c) Amount of liquid hydrogen stockpiled in the tank.

### 4. まとめ

小型水素液化機の最大液化速度の推算方法を提案し、実験結果との比較を行った。推算値は実験結果を良く表していたことから、他の液化機についても比較を試みた。当日は、その比較の結果についても報告を行う。

### 謝辞

本研究成果は(独)新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)が実施する事業の委託契約に基づいた「水素貯蔵装置及び水電解・燃料電池一体型セルの研究開発(平成19-21年度)」による支援を受けて得たものである。

# 超伝導マグネット組込型シート状自励振動式ヒートパイプの開発

## Development of built-in falt-shaped oscillating heat pipes for superconducting magnets

三戸利行, 柳長門, 田村仁 (NIFS); 夏目恭平 (総研大); 玉田勉, 式町浩二, 平野直樹, 長屋重夫 (中部電力)  
 MITO Toshiyuki, YANAGI Nagato, TAMURA Hitoshi (NIFS); NATSUME Kyohei (SOKENDAI);  
 TAMADA Tsutomu, SHIKIMACHI Koji, HIRANO Naoki, NAGAYA Shigeo (CEPCO)  
 e-mail: mito@nifs.ac.jp

### 1. はじめに

超伝導マグネットの新たな冷却技術として、シート状の自励振動式ヒートパイプ (Oscillating Heat Pipes: OHP) を組み込むことにより、マグネット内の発熱を効果的に除去できる伝導冷却構造を開発している。折り返しパイプ構造による OHP の低温動作実験の成功を受け[1,2]、実際の超伝導マグネットへの組込に適した形状として、アルミニウム板に OHP の流路を溝加工し、蓋部を溶接したシート形状の OHP を開発した。低温での動作実験結果及びマグネット適用時の効果について報告する。

### 2. OHP 埋込冷却パネル

自励振動式ヒートパイプ (OHP) は、ヒートパイプ内に封入した作動流体の気液 2 相の密度変化および温度勾配によって発生する自励振動を利用した熱輸送素子である。Fig. 1 に構造を示した外径 1.59mm (1/16 インチ)、内径 0.78mm のステンレスパイプを 10 回折り返して両端に銅ブロックをハンダ付けし、片端を加熱部もう一端を冷却部とした OHP に、水素、ネオン、窒素を作動流体として低温での動作実証実験を行った。OHP 内の気体と液体の割合をパラメータとし、低温部の温度を一定に制御しながら加熱部へのヒーター入熱量を変化させ、OHP の等価的な熱伝達量を測定した結果を Table 1 に示す。幅広い液体充填率および温度範囲で安定な自励振動の発生を確認すると共に、低温での高純度金属の熱伝導率に匹敵する高い等価熱伝導率が得られることを実証した。

実際の超伝導マグネット内に OHP を冷却パネルとして組み込む場合、パイプ折り返し構造では、作動流体の断面積を大きくとることができず、結果として効率的な冷却パネルとはならない。そこで、Fig. 2 に示したアルミニウム板に OHP 流路を溝加工し、蓋の部分溶接してリークタイトな構造とした冷却パネルを開発した。

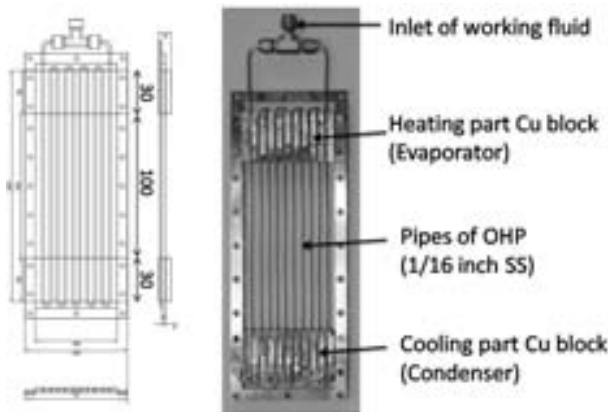


Fig. 1. Structure of the turned pipe OHP.

Table 1. Heat transport characteristics of the turned pipe OHP

Working fluid	Liquid filling ratio [%]	Operating temperature range [K]	Equivalent thermal conductivity [W/m·K]
H <sub>2</sub>	31 - 80	17 - 27	500 - 3,000
Ne	16 - 95	26 - 34	1,000 - 8,000
N <sub>2</sub>	17 - 70	67 - 91	5,000 - 18,000

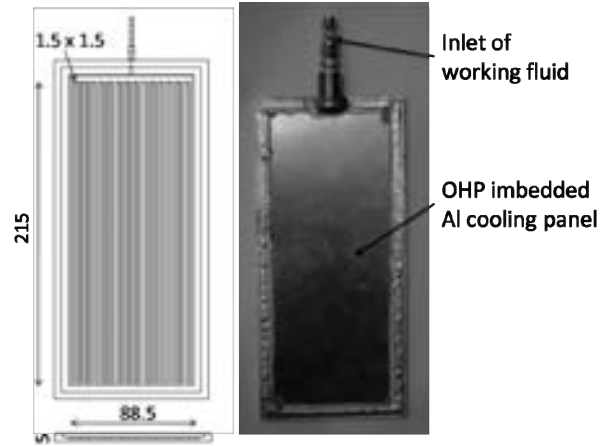


Fig. 2. OHP imbedded cooling panel.

冷却パネル内の流路は 1.5 mm 角の正方形断面で長さが 215 mm、88.5 mm の幅の中に、1.5mm の間隔をおいて 30 本の折り返し構造の OHP を構成している。作動流体の導入部はスエジロック継手で外部のバッファータンクに接続可能となっている。

### 3. OHP 組込超伝導マグネットの冷却方式

複数の OHP 冷却パネルを組み込んだ超伝導マグネットの冷却構成例を Fig. 3 に示す。マグネット内の発熱は OHP の高い熱輸送特性を利用して OHP の両端に運ばれ、冷凍機からの強制冷却によって OHP の両端が冷却される。

本研究は、核融合科学研究所、新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO)、科研費 (21360456) の助成を受けたものである。

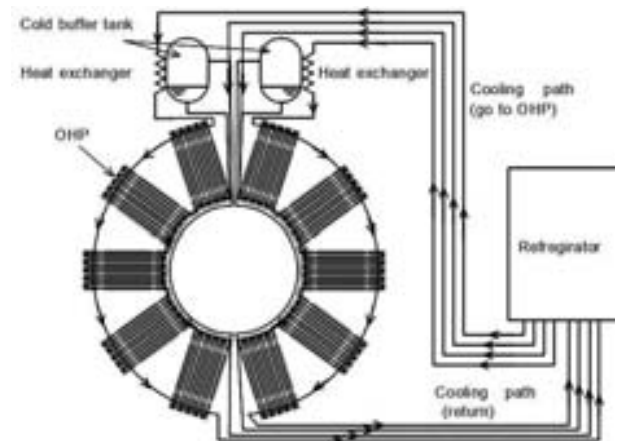


Fig. 3. Cooling scheme of a superconducting magnet with OHP cooling panels.

### 参考文献

[1] 三戸利行他, 「自励振動式ヒートパイプを用いた超伝導マグネットの高効率冷却技術の開発」2009年度秋季低温工学・超伝導学会講演概要集, p. 140.  
 [2] 夏目恭平他, 「超伝導マグネット冷却用自励振動式ヒートパイプの低温動作特性」, 2009年度秋季低温工学・超伝導学会講演概要集, p. 160.

# レーザー核融合高速点火方式用クライオターゲットの開発 — 新概念による燃料層形成実証試験 —

Development of cryogenic targets for fast ignition laser fusion  
— Demonstration of a novel approach to the formation of hydrogen ice layer —

岩本 晃史, 坂上 仁志, 三戸 利行(NIFS);

藤村 猛, 中井 光男, 乗松 孝好(阪大レーザー研); 長井 圭治(東工大)

IWAMOTO Akifumi, SAKAGAMI Hitoshi, MITO Toshiyuki (NIFS);

FUJIMURA Takeshi, NAKAI Mitsuo, NORIMATSU Takayoshi, (ILE, Osaka Univ.); NAGAI Keiji (Tokyo Tech)

E-mail: iwamoto.akifumi@LHD.nifs.ac.jp

## 1. はじめに

レーザー核融合高速点火方式用固体水素ターゲットの開発を行っている。開発の最重要課題の一つは、厚さ約20ミクロンの均一な固体水素燃料球殻を形成する技術の開発である。我々はこれまでに例のない概念を用いた燃料層形成手法を新たに提案し、ダミーターゲットを使用した実証試験を行った。その結果、世界で初めて高速点火方式用ターゲットの固体水素燃料層形成に成功した。

現在、大阪大学レーザーエネルギー学研究中心(ILE)では Fast Ignition Realization Experiment (FIREX)計画を遂行中である。この計画では、新方式である高速点火方式によるレーザー核融合の実現を目指しており、核融合反応を起こすために2種類のレーザーを必要とする。一つは燃料を超高密度に圧縮するレーザー、もう一方はその圧縮された燃料を加熱し、核融合点火を起こすレーザーである。米国では中心点火方式用ターゲットをほぼ完成させているが、高速点火方式では異なる仕様のターゲットを新たに開発する必要がある。ILE、東工大と NIFS が共同でそのターゲット開発を行っている。

## 2. FIREX 用ターゲットの仕様

Fig.1 に代表的な FIREX 用ターゲットを示す。燃料は水素の同位体である。厚さ約20ミクロンの球殻状の固体燃料層が必要であり、この燃料層は表面荒さや真球度などの厳しい基準を満たす必要がある。

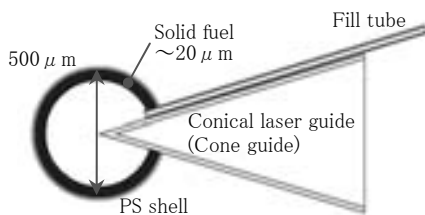


Fig. 1 Typical target for FIREX.

## 3. 新たな燃料層形成概念

我々が提案する全く新しい概念による燃料層形成手順を Fig.2 に示す。ターゲットは周囲のガスヘリウムにより冷却されており、その温度は制御可能である。また、燃料は Fig.1 に示すように燃料導入管から供給される。

(a): まず初めに、水素の3重点より少し高い温度までターゲットを冷却し、燃料導入管を使用してシェル内に飽和蒸気圧の水素ガスを充填する。その後、シェル内で水素の液化が始まるが、その液体水素は表面張力のおかげでコーンガイドの周辺に集中的に存在する。この状態で水素の供給を止め、その液量を保ちながら固化を実行するために、水素ガス圧を

飽和蒸気圧付近に制御しながらターゲットを3重点以下に冷却する。(b): 次に、室温部からコーンガイドにレーザー光を照射し、コーンガイド付近のみ温度を上昇させる。その結果、コーンガイド周囲の固体水素は昇華し、シェル内の低温部分に再昇華し、温度分布に従い固体水素を移動させることができる。(c): 最終的にコーン周囲を除いたシェル内に、固体水素層がほぼ均一に形成される。この過程の結果、コーン周囲には水素が存在しないため、その部分に水素を供給する必要がある。しかし、この状態では、水素は固体であるため、水素を追加することはできない。(d): そこで、液体状の水素を再度コーン周辺に供給するために、3重点以上に温度を上昇させ、燃料導入管から液体状の水素を追加し、追加後は再度固化温度まで冷却する。この間、シェル内に形成されていた固体水素層は部分的に融解を起こすが、大部分は自身の熱容量により固体層を維持することが可能である。必要であれば (b'): レーザー加熱→(c): 固体水素移動完了→(d): 液体燃料追加の過程を繰り返すことで、必要な厚さの固体水素層を形成することが可能である。最終的には (f) で完成となる。

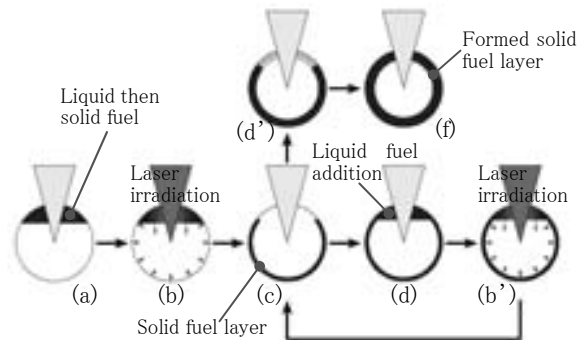


Fig. 2 Proposed layering sequence.

## 4. 実証試験

我々が提案した手法について、直径2mmのPSシェルダミーターゲットを使用した実証試験を行った。燃料はノーマル水素を用いた。その結果を Fig.3 に示す。燃料層厚 155~192 μm、最も大きな欠陥は約 30 μm であった。

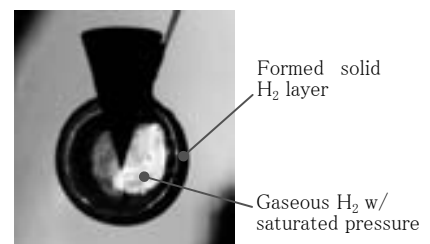


Fig.3 Layered H<sub>2</sub> fuel in the dummy target.