

JAERI - M

85-188

水素一重水素系用深冷蒸留実験装置の
設計研究

1985年11月

山西 敏彦・木下 正弘・吉田 浩

JAERI-M レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の問合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11 茨城県那珂郡東海村）
あて、お申しこしてください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11 茨城
県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division, Department
of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun,
Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1985

編集兼発行 日本原子力研究所
印 刷 山 田 軽 印 刷 所

水素-重水素系用深冷蒸留実験装置の設計研究

日本原子力研究所那珂研究所核融合研究部

山西 敏彦・木下 正弘・吉田 浩

(1985年10月23日受理)

本報は、 H_2/D_2 系を対象とした深冷蒸留塔の実験装置の設計研究結果を要約したものである。本装置を用いた実験研究の主要目的は、蒸留塔の分離特性の把握、基礎工学データ（HETP、フラッディング速度、塔内ホールドアップ、充填部圧損）の取得及び凝縮器、充填塔、再沸器、熱交換器等主要機器の設計法の確立にある。本報において、装置の構成手法の決定、主要機器の設計計算及びその結果に基づいた構造の決定、計装制御方式の検討、計測機器の選定を行いなかでも冷凍機を含む装置全体における熱収支の検討を重要視して設計を行った。

JAERI-M 85-188

DESIGN STUDY FOR EXPERIMENTAL SYSTEM OF
HYDROGEN/DEUTERIUM DISTILLATION

Toshihiko YAMANISHI, Masahiro KINOSHITA and Hiroshi YOSHIDA

Department of Thermonuclear Fusion Research,
Naka Fusion Research Establishment, JAERI

(Recieved October 23, 1985)

A design study has been performed for an experimental system of hydrogen/deuterium distillation. The major purpose of the experiment are to study separation characteristics of the column, to measure some fundamental parameters (e.g. HETP, flooding velocity, liquid holdups and pressure drop), and to establish design methods for principal components such as the condenser, packed column, reboiler, heat exchangers and vacuum jacket. The major items in the design study are to draw a flow schematic of the system, to make design calculations for the components, to determine their structures, to examine operation and control modes, and to list up instrumental equipments. Above all, our most significant concern is to study the heat balance for the whole system including the refrigerator.

KEYWORDS : Design Study, Hydrogen Isotopes, Cryogenic Distillation,
HETP, Flooding Velocity, Liquid Holdup, Pressure Drop,
Packed Column, Heat Exchanger, Vacuum Jacket,
Heat Balance, Refrigerator

目 次

1. 緒 言	1
2. 実験装置の概要	3
2.1 極低温蒸留系	3
2.2 プロセスガス循環系	3
2.3 実験ガス供給系	4
2.4 真空排気系	5
2.5 冷媒供給系	5
2.6 サンプリング系	5
3. 主要機器の基本設計	9
3.1 ヘリウム冷凍機	9
3.2 蒸留塔	10
3.2.1 凝縮器	10
3.2.2 充填部	15
3.2.3 再沸器	15
3.2.4 蒸留塔ホールドアップ	16
3.3 極低温蒸留系熱交換器	17
3.4 極低温蒸留系における熱収支	20
3.5 低温吸着塔及び乾燥塔	23
3.5.1 吸着材の種類及び充填量	23
3.5.2 低温吸着塔冷却部	24
3.6 同位体平衡器	25
3.7 冷媒供給系における圧力損失及び熱負荷	26
3.7.1 冷媒ヘリウムガス配管系の圧力損失	26
3.7.2 ヘリウム冷凍機への熱負荷	27
4. 主要機器の構造	35
4.1 蒸留塔	35
4.2 コールドボックス	35
5. 計装制御系統	38
5.1 計装設計	38
5.2 運転及び制御方法	39
6. 結 言	41
謝 辞	41
参考文献	42

CONTENTS

1.	INTRODUCTION	1
2.	BRIEF DESCRIPTION OF EXPERIMENTAL SYSTEM	3
2.1	Cryogenic Distillation System	3
2.2	Gas Circulation System	3
2.3	Gas Supply System	4
2.4	Vacuum System	5
2.5	Refrigeration System	5
2.6	Sampling System	5
3.	DESIGN METHODS FOR PRINCIPAL COMPONENTS	9
3.1	Helium Gas Refrigerator	9
3.2	Distillation Column	10
3.2.1	Condenser	10
3.2.2	Packed section	15
3.2.3	Reboiler	15
3.2.4	Holdup within distillation column	16
3.3	Heat Exchanger in Cryogenic Distillation System	17
3.4	Heat Balance for Cryogenic Distillation System	20
3.5	Low Temperature Adsorber and Dryer	23
3.5.1	Material and amount of adsorbent	23
3.5.2	Refrigerated section of low temperature adsorber	24
3.6	Equilibrator	25
3.7	Heat Load and Pressure Drop for Refrigeration System	26
3.7.1	Pressure drop along pipe lines for refrigeration system	26

3.7.2	Heat load on helium gas refrigerator	27
4.	STRUCTURE OF PRINCIPAL COMPONENTS	35
4.1	Distillation Column	35
4.2	Cold Box	35
5.	INSTRUMENTATION AND CONTROL SYSTEM	38
5.1	Instrumentation	38
5.2	Control and Operation System	39
6.	CONCLUSION	41
	ACKNOWLEDGEMENT	41
	REFERENCES	42

1. 緒 言

水素同位体分離プロセスは、核融合炉トリチウムシステムにおける最も重要なプロセスの1つであり、現在まで深冷分離法、熱拡散法、パラジウム膜拡散法等の幾つかの方法が提案されている。なかでも深冷分離法は、

- (i) 小規模の装置で大流量の連続処理が可能である。
- (ii) 複数の蒸留塔と同位体平衡器によってカスケード構成することにより、多様な組成の多成分水素同位体ガスを分離することが可能である。
- (iii) 極低温操作のため、トリチウムの透過を低くおさえることができる。

などの特筆すべき利点を有し、核融合炉トリチウムシステムを構成するうえで、最も有望なかつ技術的信頼度の高い水素同位体分離法であると言える。

核融合炉トリチウムシステムにおける深冷蒸留塔の重要な特徴としては、処理すべき燃料ガス(D-T)の流量が少ないために、塔内径が極めて小さくなることあげられる。このような蒸留塔では充填塔形式が適しているが、その設計法及び操作法を確立するためには、HETP(1理論段高さ)、フラッシング速度、充填物の選定等に関する研究が不可欠となる。Sherman⁽¹⁾らは、充填物にエグリン(1.5mm)、ヘリパック(1.8mm)を用いて水素同位体分離実験を行い(塔内径: 0.95 cm, 充填高さ: 45.8 cm)、HETPが 5 ± 0.5 cmであったと報告している。Wilkes⁽²⁾は、同様の小型カラム(塔内径: 0.6 cm, 充填高さ: 50 cm)にエグリン(3mm)を充填し、HETPとして1.5~2.5 cmの値を得ており、両者の報告したHETPの値には大きな相違がある。また、ロスアラモス国立研究所のTSTA(Tritium System Test Assembly:核融合炉燃料循環系実証試験ループ)における4本の蒸留塔からなるカスケードシステムについて報告された最新の実験結果⁽³⁾を検討してみると、これも未だ予備的な段階を越えていない。即ち、実験条件が明記されていないので現時点で断定的な解釈は避けたいが、実験結果の信頼性が十分とは言えないようであり、今後の成果に待たねばならない。しかし、TSTAは実現システム総合実証試験を目標とするものであるので、深冷蒸留システムのみに着目した詳細な実験研究は容易でないと思われる。

深冷蒸留塔を核融合炉トリチウムシステムに適用する場合、シミュレーションモデルに基づく分離特性の解析と実験に基づく解析結果の検証とを十分に行うことにより、深冷蒸留塔の設計・操作に必要な基礎及び工学的なデータを蓄積しておかねばならないことはいうまでもない。

深冷蒸留塔の予備的な解析は、ロスアラモス国立研究所のBartlitとSherman⁽⁴⁾、モンサントマウンド研究所のWilkes⁽⁵⁾らによって行われており、概略ではあるがその分離特性が明らかにされている。また我国の研究例としては、木下⁽⁶⁾⁽⁷⁾⁽⁸⁾が、より厳密かつ汎用性の高いコンピューターシミュレーションコードシステムを開発し、深冷蒸留塔の定常及び非定常特性並びにフィードバック流れをもつ蒸留塔の分離特性を解析している。一方、深冷蒸留塔の実験的研究に関しては、実験結果の概略報告が幾つかなされているものの、いずれも実験条件が不明確であるなど問題点が多い。

著者らは深冷蒸留塔開発研究の第一段階として、内径が小さく極低温で操作されるという水素同位体系を対象とする深冷蒸留塔の特徴を模擬した蒸留塔（内径：1～2 cm，充填高さ：50 cm）を試作するとともに、取扱いが容易な N_2 -Ar系（水素に対する安全設計やHe冷凍機が不要）を用いて分離実験を行ってきた。その結果、HETPの種々のパラメータ（塔内蒸気流量，充填物の種類等）に対する定性的依存性並びに，蒸留塔の構造が分離性能に与える影響について有用な知見を得た⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。この研究の第2段階として，著者らは水素同位体（ H_2 -HD- D_2 ）系による分離実験に着手し，HETP，フラッディング速度等の深冷蒸留塔性能に関与するパラメータの定量的評価並びに理論的な裏付けを行うとともに，水素同位体系分離実験システムの設計法に関するデータの蓄積を行う所存である。

本研究の第3段階として計画しているトリチウムを用いた蒸留実験に先だてて，非放射性の H_2 -HD- D_2 系をとり上げる意義と必要性を以下に列挙しておく。

- (i) 水素以外の代替系，例えば N_2 -Ar系では，液密度，表面張力等の物性が水素同位体のそれと異なるため，水素系への定量的な拡張が難しい。
- (ii) 実験装置，計測機器，ユーティリティ等の仕様も水素系の場合の方がはるかに複雑となり，新たな実験研究が不可欠である。
- (iii) 水素系を用いて得られるHETPと各種パラメータ（塔内蒸気流量，圧力，充填物の大きさ等）との相関関係は，トリチウム系に拡張することができる。

以上の観点から，実験者自ら H_2 -HD- D_2 系深冷蒸留実験装置の設計を試み，ここにその結果を要約する。

2. 実験装置の概要

本深冷蒸留塔実験装置は、次の4通りの操作モード、(i)全環流操作、(ii)吹き流し（ワンス・スルー）操作、(iii)供給、抜き出しを伴う循環操作及び(iv)フィードバック流れを伴う循環操作により、 H_2-HD-D_2 系の分離実験を行う機能をもつものであり、以下の各系統から構成されたものである。

- (i) 極低温蒸留系
- (ii) プロセスガス循環系
- (iii) 実験ガス供給系
- (iv) 真空排気系
- (v) 冷媒供給系
- (vi) 試料ガス分析系

以下に各系統について、主要構成機器、プロセスガス流れ、計装制御系統等を中心に装置の概要と設計上の考え方を説明する。

2.1 極低温蒸留系

本系統は、極低温（約 20 K）で操作する蒸留塔（DC）及び熱交換器（HX-F）と、両者への伝導及び輻射による熱侵入を防止するコールドボックス（VT）から構成される。蒸留塔は、水素同位体ガスを液化する凝縮器（塔頂部）、凝縮液を蒸発させる再沸器（塔底部）及び充填部（塔中央部）から構成される。この系統の計装計器類としては、コールドボックスの真空度測定用の真空計（VG-1）、塔頂圧力（凝縮器部）測定用の圧力記録計（PR-DT）、充填部圧力損失測定用の微差圧記録計（PDR）再沸器液面測定用の液面記録計（LV-R）、上部及び側面液体窒素槽の液面監視用液面指示計（LV-N1, N2）が備えられる。温度記録計は、フィードガスの蒸留塔充填部入口（TR-F）及び熱交換器の入口・出口（TR-H1, H2）、蒸留塔各部（TR-DT, DM, DB）、冷媒ヘリウムガスの凝縮器入口（TR-C）の7ヶ所に設けられる。温度差記録計は、冷媒ヘリウムガスの凝縮器入口・出口（TDR-C1）及び熱交換器入口・出口（TDR-C2）に設置する。

2.2 プロセスガス循環系

(1) 配管構成

本系統は、供給、抜き出しを伴う循環操作及びフィードバック流れを伴う循環操作において、蒸留塔の塔頂、塔底及び充填部よりそれぞれ所定流量で抜き出される水素同位体ガスを再びフィードガスとして蒸留塔に供給するためのものである。主要構成機器は、水素同位体組成調整用の同位体平衡器（EX-S）、昇圧用の循環ポンプ（TP）、プロセスガス中の水分除去用の乾燥塔

(AC-H₂O), 水分以外の不純物除去用の低温吸着塔(HX-N)である。蒸留塔の塔頂及び塔底まわりのガス抜き出し配管系は、吹き流し(ワンス・スルー)操作を行うための水バブラーを介した大気放出管を備えている。なお、塔頂ガス抜き出し配管系には、再沸器ヒータ容量を測定するための流量記録計(FR-R)が備えられる。充填部には、塔の高さ方向に位置が異なる2本のガス抜き出し配管が設けられており、フィードバック流れを伴う循環操作を行う際にはどちらか一方を使用する。この配管系は、同位体平衡器を経て塔頂及び塔底からの抜き出しガスと合流し、循環ポンプ(TP)に至る。本循環ポンプの前後には、脈動を軽減するためのサージタンク(RT-S,D)と流量調節弁(NV-TP)を組み込んだバイパス配管が設けられている。循環ポンプにより昇圧されたプロセスガスは、乾燥塔、低温吸着塔を流通して蒸留塔に戻される。以上の配管系の各部には水バブラー(水素ガスの帯電による着火防止用)を介した大気放出配管を設けてあり、ヘリウムガスによる全配管系内のパージ、乾燥塔及び低温吸着塔の再生を行うことができる。

(2) ガス分析系

蒸留塔からの抜き出しガス配管系及び供給系には、水素同位体組成を測定するためのガスクロマトグラフ(GC-T, B, S, F)が備えられている。

(3) 安全機構

本実験装置の安全機構として、前記水バブラーの他に、安全弁を介した大気放出配管(塔頂及び塔底抜き出し配管系にそれぞれ1ヶ所)、再沸器の過熱防止機構、冷却材(液体窒素)の液面の監視及び自動供給装置が設置される。

(4) 計装・計器類

本系統の計装計器類としては、蒸留塔各部から抜き出すガス及び供給ガスの流量を制御し測定する流量制御記録計(FRC-T, S, B, F)、抜き出し及び供給ガスの圧力と、蒸留塔前後の差圧を測定するための圧力記録計(PR-T, S, B, F)、上記のガス温度を測定するための温度記録計(TR-T, S, B)、同位体平衡器の温度測定用温度記録計(TR-ES)が設けられる。また、蒸留塔を含むプロセスガス循環系には真空度測定用の真空計(VG-2)が、低温吸着塔用の液体窒素槽には液面監視用の液面指示計(LV-N3)がある。

2.3 実験ガス供給系

実験ガス供給系は、任意組成のH₂-HD-D₂混合ガス及び不純物としてのヘリウムガスを蒸留塔に供給するためのものであり、流量制御記録計(FRC-He, H₂, D₂)、同位体平衡器(EX-F)、スタティックミキサー(SM)等から構成される。ヘリウムガス供給系は、プロセス系内のガスパージ、低温吸着塔及び乾燥塔の再生に使用することができる。

本系統の計装計器類としては、供給配管系におけるH₂, D₂, Heガスの圧力・温度を測定するための圧力記録計(PR-H, D, He)と、温度記録計(TR-H, D, He)、同位体平衡器の温度

を測定するための温度記録計 (TR-EF) が設けられる。

2.4 真空排気系

本装置で真空排気を必要とする個所は以下の部分である。

- (i) 極低温蒸留系のコールドボックス
- (ii) プロセスガス循環系, 実験ガス供給系及び蒸留塔内部
- (iii) ガスクロマトグラフを中心とする試料ガス分析用サンプリング系
- (iv) 極低温 (20 K 前後) となる配管系の真空断熱部

上記のうち, (ii)~(iv)については 10^{-3} Torr 程度の真空度で十分であるが, (i)については, 伝導による熱侵入を極力低減するためにできる限り高真空 (10^{-5} Torr 以下) とすることが望ましい。また, (ii)については実験開始前にのみ, (iii)については試料ガス採取時に, (i)及び(iv)については常時 (実験中) 真空排気が必要である。本実験装置では, (i)(ii)(iv)については排気速度が大きく到達真空度 10^{-7} Torr の得られる真空排気装置を, (iii)については常圧 $\sim 10^{-3}$ Torr の範囲の排気が随時かつ繰り返し行える真空排気装置を設置する。

2.5 冷媒供給系

本系統は, コールドボックス内に設置された(i)蒸留塔の充填部及び再沸器冷却用のコイルと(ii)蒸留塔の凝縮器, 熱交換器及びシールド筒冷却用のコイルに, 冷媒ヘリウムガスを供給する2つの系統からなっている。第一の系統は, 実験開始前に蒸留塔全体を約 20 K まで冷却するときのみ使用するものであり, ストップ弁 (V-He(1)) が設けられている。第2の系統は蒸留操作時に使用するものであり, 冷媒ヘリウムガスは, 蒸留塔の凝縮器から熱交換器を経てシールド筒へと流通した後冷凍機へ戻される。この系統のヘリウムガス流量と凝縮器入口でのガス温度 (TR-C) は, 流量調節弁 (NV-He(2)) と流量指示記録計 (FR-C) の組み合わせ及び加熱器 (HC-C) によってそれぞれ調節し, 凝縮器冷却能力を任意に設定する。上記の流量調節弁及び流量指示記録計は極低温蒸留系コールドボックス内に設置し, 伝導等による冷媒ヘリウムガスへの熱侵入を極力抑える対策を講じている。

2.6 サンプリング系

本系統は, 蒸留塔各部より採取する試料ガス分析用のガスクロマトグラフ (GC-F, T, S, B) を中心とする, 水素同位体ガスサンプリング系である。ただしフィードガスの分析装置 (GC-F) は, 他のガスクロマトグラフと兼用する。試料ガスは, 各系統毎に設けたインラインガスサンプラー (9本/系統) に自動採取し, 適宜自動分析する。ガスクロマトグラフとしては, 自動システムによる長時間の分析操作を行うため, ヘリウムをキャリアーガスとして用いることのできる触媒燃焼式検出器を用いた分析装置⁽¹⁾を選択する。このサンプリング系の系統図を図2-2に示す。インラインガスサンプラーは, 上下に電磁弁 (1~18) を備えた9本の試料ガス採取管 (ステ

ステンレス製容積10cm³/本)を1セットとするサンプラー3セットを用意しており、蒸留塔内の濃度変化を短時間に追跡することが可能である(サンプリング時間:2~5分間隔)。なおこれらサンプラーは、同位体組成の経時変化を防ぐために液体窒素槽に浸漬して保存する。

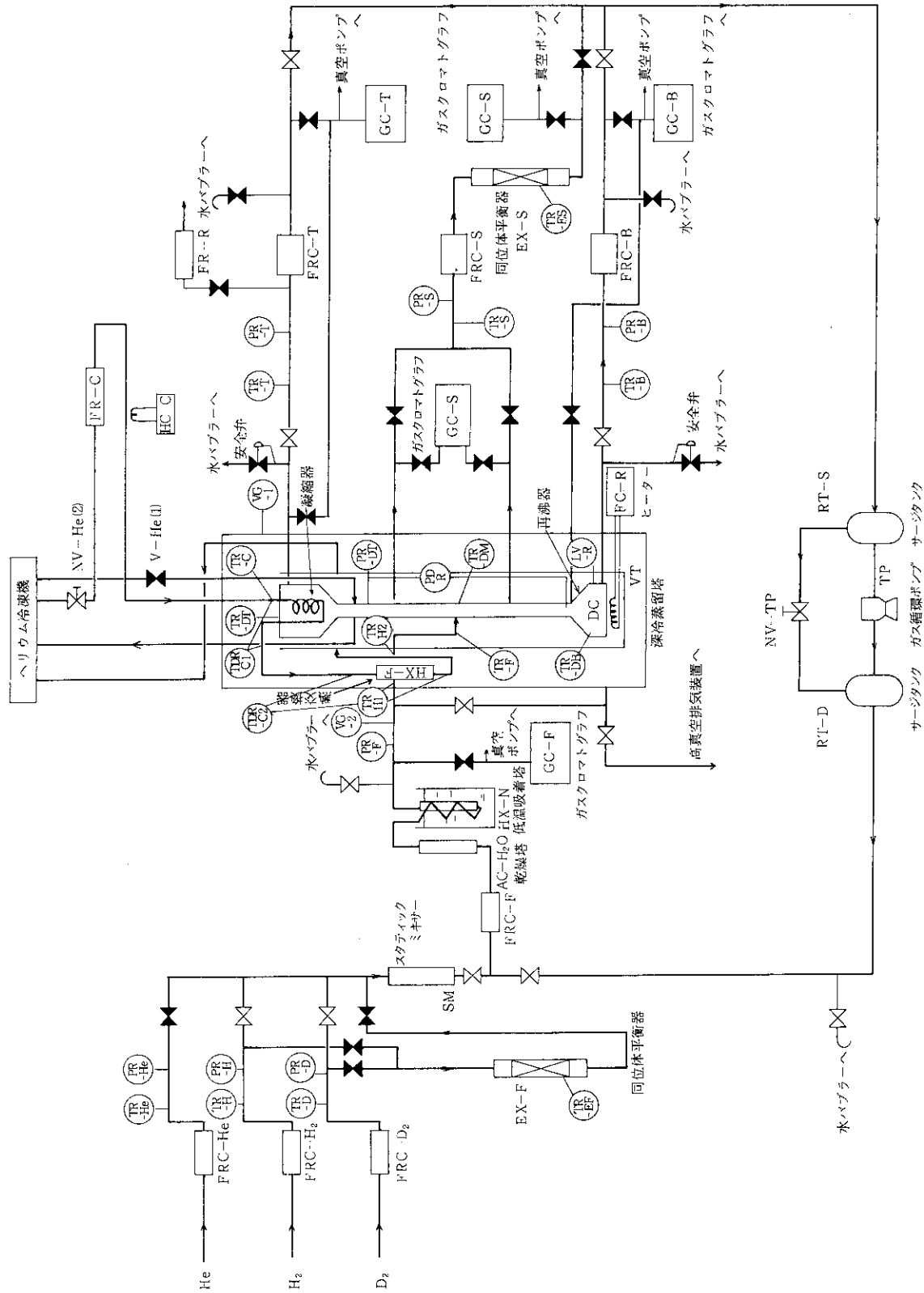


図 2.1 深冷蒸留実験装置の系統図
 計器の記号：計器類仕様 (表 5.1 参照)
 液体窒素槽の液面計については図示を省略

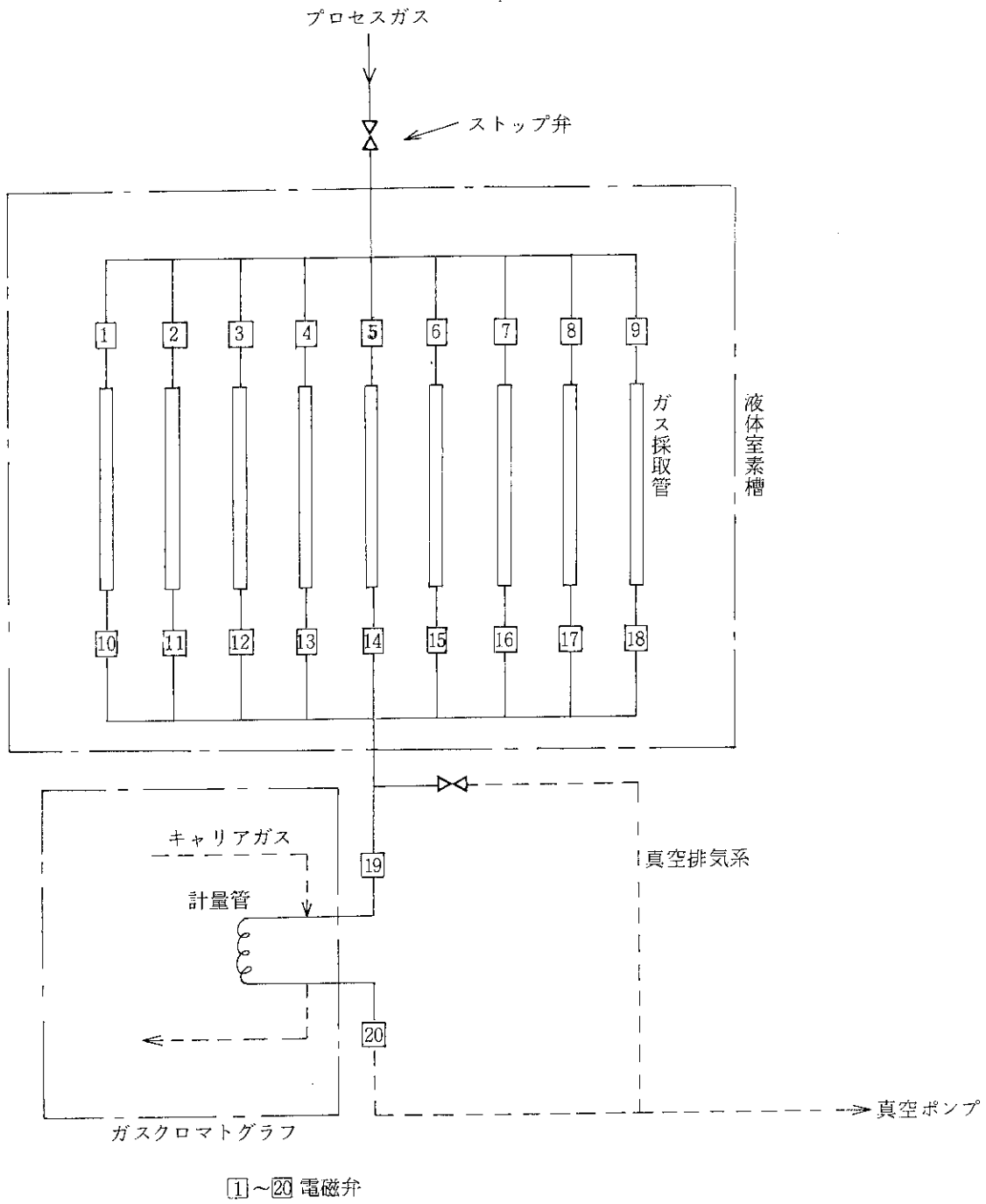


図 2.2 サンプル系の概略構成

3. 主要機器の基本設計

3.1 ヘリウム冷凍機

水素同位体の蒸留操作を行う実験装置では15～22Kの温度の冷媒が必要であり、実験装置の仕様及び実験目的に適合した冷凍機を選定しなければならない。本目的に使用可能な一般的な冷凍機は、ヘリウム冷凍機である。これは次の2つの機種に大別される。

(i) 間接冷却式

これは、冷凍機内の一次側ヘリウムガスを圧縮・膨張サイクルさせて冷凍機の銅ブロックの温度を降下させるとともに、二次側ヘリウムガスを循環させて銅ブロックと熱交換することで冷却し、冷媒ガスとして使用する方式のものである。この型の冷凍機は比較的小型で取扱いが容易であるが、二次側ヘリウムの送風器能力が小さいため大きな損失ヘッドが得られない、間接冷却式であるため低温度領域(15～18K)での冷凍能力は極めて小さくなる等の欠点を持つ。

(ii) 直接冷却式

これは冷凍機内の一次側ヘリウムガスを直接冷媒として使用する方式のものであり、装置が大型でかつ大容量のヘリウムガスタンクを必要とするものの、冷凍能力及び許容損失ヘッドが大きいのが特徴である。

上記の理由から、本設計では、タイプ(ii)型で冷凍能力の高い冷凍機(CTI-CRYOGENICS社製、2 model 1400 Compressors)を選定する。この冷凍機の概略仕様は以下の通りである。⁽¹²⁾

以下の基準条件下における最大冷凍能力

ヘリウムガス流量：13.8 g/sec
ヘリウムガス吹き込み側最大圧力：1.8 atm
ヘリウムガス吹き込み側ガス温度：20 K
ヘリウムガス吐出側圧力：2.0 atm

液体窒素使用時：400 W

液体窒素未使用時：225 W (ただし、この場合のヘリウムガス吹き込み側最大圧力は1.2 atmである)。

- 所要電力：28 kW, 380 V
- 所要冷却水量：20ℓ/min (24℃, 3 atm)
- 液体窒素消費量：10～40 ℓ/hr

冷媒ヘリウムガス供給配管及び被冷却体の圧損が大きい場合、ヘリウムガス吐出圧力を高くする必要が生ずるが、本冷凍機の冷凍能力が吐出圧力を高くすることで低下するため、適切な熱設計・装置設計を行う必要がある。吐出圧力2 atmの時の冷凍能力を100%とした場合の吐出圧力と冷凍能力の関係を表3.1に示す。

3.2 蒸留塔

3.2.1 凝縮器

(1) 設計条件

現在計画している研究目的から予定される蒸留塔の運転条件を、以下に示す。

- 空塔速度：3～10 cm/sec（塔内径2 cmの場合）。ただし、フラッディング速度を測定する場合の空塔速度は、10～20 cm/secに達するものと考えられる。
- 塔内圧力：1.5 atm
- 水素（H₂、D₂）の物性値：表 3.2, 3.3, 3.4⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾

上記の条件より、凝縮器に流入する最大蒸気量 w は、次式(3.1)よりH₂の場合0.026 mol/sec, D₂の場合0.023 mol/secとなる。ただし、水素同位体ガスは理想気体として取り扱う。

$$w = \frac{P_c v \pi D^2}{4 R T_c} \quad (3.1)$$

ここで、 P_c ：凝縮器内圧力（= 1.5 atm）

v ：空塔速度（= 10 cm/sec）

D ：塔内径（= 2 cm）

R ：気体定数（= 82.05 atm cm³/mol・K）

T_c ：凝縮器温度（1.5 atmにおけるH₂の沸点22 K, D₂の沸点25 K）

圧力1.5 atmにおけるH₂及びD₂の凝縮熱は、891及び1210 J/molであり、凝縮器で除去すべき最大熱量 Q は、H₂の場合23.2 J/sec, D₂の場合27.8 J/secとなる。凝縮器内の温度はD₂が高濃度になるほど高くなり、冷媒ヘリウムガスとの温度差を大きくできるが、除去すべき熱量も大きくなる。本設計では、凝縮器の所要除去熱量を凝縮器内温度22 Kで28 J/secとし、余裕をもつ設計とする。

(2) 冷凍機設定条件

凝縮器の冷凍能力は、冷媒ヘリウムガスの温度及び流量を調節することで任意に設定が可能であるが、前節で示したヘリウム冷凍機の基準設定条件を冷媒ヘリウム側の設計条件とする。ヘリウムガス流量は13.8 g/secであり、本実験系のヘリウムガス流路が閉ループであることから、質量流量一定として以後の計算を進める。また後述する理由から、凝縮器入口でのヘリウムガス温度は19 Kとする（本章7節参照）。極低温ヘリウムの物性値としては表3.5、図3.1及び3.2に示す値⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾を用いる。

(3) 凝縮器の構造

凝縮器は、構造が簡単で外表面からの熱侵入が小さく伝熱面積の大きいものが要求される。本実験装置では、このような条件を満足するものとして内部コイルチューブ式の凝縮器を採用する。さらにコイルチューブを凝縮器上部のフランジに直結した構造とすることにより、形状や伝熱面積の異なる凝縮器と交換可能なように考慮する。コイルチューブ材としては、外径10 mm、内径8 mmの銅管を使用する。

(4) 有効温度差

冷媒ヘリウムガスの凝縮器入口条件（質量流量：13.8 g/sec，温度19K）より，凝縮器出口でのヘリウムガス温度は次式で求められる。

$$T_2 = T_1 + Q / C_p w \quad (3.2)$$

ここで、
 T_2 ：凝縮器出口のヘリウムガス温度（K）
 T_1 ：凝縮器入口のヘリウムガス温度（=19K）
 Q ：除去熱量（=28 J/sec）
 C_p ：ヘリウムガスの比熱（J/g）
 w ：ヘリウムガスの質量流量（=13.8 g/sec）

本設計条件の温度範囲では，ヘリウムガスの比熱はほとんど変化しないため19Kにおける値（ $C_p = 5.5$ J/g）を用いてよい。即ち，(3.2)式より $T_2 = 19.37$ Kを得る。従って有効温度差 ΔT は，次式より2.81Kと求められる。

$$\Delta T = \{ (T_1 - T_c) - (T_2 - T_c) \} / \ln \{ (T_1 - T_c) / (T_2 - T_c) \} = 2.81 \text{ K} \quad (3.3)$$

ここで、 $T_c = 22$ K

(5) 冷媒ヘリウム側の熱伝達係数

本凝縮器（内部コイルチューブ式）の冷媒ヘリウムガス配管は渦巻き構造となる。一般に，渦巻き管内の熱伝達係数は，直管のそれと比較して大きくなることが知られており，以下の実験式⁽¹⁷⁾が提案されている。

$$\frac{h_i D_i}{\lambda_i} = 0.023 \left(\frac{D_i}{D_H} \right)^{0.1} \left(\frac{4w}{D \mu_i \pi} \right)^{0.85} \left(\frac{C_p \mu_i}{\lambda_i} \right)^{0.4} \quad (3.4)$$

ただし、
 $6000 < Re < 65600$
 $0.7 < Pr < 120$
 $0.1 > D_i / D_H > 0.0096$

ここで、
 h_i ：管内熱伝達係数（J/cm²・sec・K）
 D_i ：管内径（cm）
 λ_i ：ヘリウムガスの熱伝導度（J/cm²・sec・K）
 D_H ：渦巻き径（cm）
 μ_i ：ヘリウムガスの粘度（g/cm・sec）

なお，本実験装置では凝縮器をできる限りコンパクトにするためにコイルチューブの渦巻き径 D_H が6 cm以下となることが予想され，管内径を8 mmとすると $D_i / D_H \geq 0.13$ となる。また，レイノルズ数 Re ，プラントル数 Pr の値は各々 7.50×10^5 ， 0.615 （ $D_i = 0.8$ cm， $w = 13.8$ g/sec， $C_p = 5.5$ J/g・K， $\lambda_i = 2.62 \times 10^{-4}$ J/cm・sec・K， $\mu_i = 2.93 \times 10^{-5}$ g/cm・sec，ヘリウムガスの入口と出口の平均温度19.19Kにおける物性値の場合）となり，いずれも(3.4)式の適用

外となる。従って(3.4)式の計算では、渦巻きの効果を過大評価することになる可能性があるため、本設計では伝熱面積に対して余裕率を大きく取ることによって対処する。 $D_H = 6 \text{ cm}$ とし、(3.4)式に上記の値を代入することにより $h_i = 0.4998 \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$ を得る。

(6) 凝縮伝熱係数

比較的広い蒸気空間に小数の水平円管がある場合の平均膜状凝縮伝熱係数 h_o を、次式により求める。⁽¹⁸⁾

$$(\text{Nu})_L = 0.725 \left\{ \frac{(\text{Ga})_L (\text{Pr})_L}{n H} \right\}^{1/4} \quad (3.5)$$

$$(\text{Nu})_L = h_o D_o / (\lambda)_L \quad (3.6)$$

$$(\text{Ga})_L = D_o^3 g (\rho)_L^2 / (\mu)_L^2 \quad (3.7)$$

$$(\text{Pr})_L = (C_p)_L (\mu)_L / (\lambda)_L \quad (3.8)$$

$$H = \frac{(C_p)_L (T_s - T_w)}{\Delta H_{\text{vap}}} \quad (3.9)$$

$$T_w = \frac{T_1 + T_2}{2} + (Q/w C_p) / C_A (\ell / D_i)^{1/5} \quad (3.10)$$

ここで、 $(\text{Nu})_L$: 代表寸法に円管直径をとったときの凝縮液のヌッセルト数 (-)

$(\text{Ga})_L$: 代表寸法に円管直径をとったときのガリレイ数 (-)

$(\text{Pr})_L$: 凝縮液のプラントル数 (-)

n : コイルの巻数 (-)

h_o : 凝縮伝熱係数 ($\text{J} / \text{cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$)

D_o : コイルチューブ外径 ($= 1.0 \text{ cm}$)

$(\lambda)_L$: 凝縮液の熱伝導度 ($\text{J} / \text{cm} \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$)

g : 重力加速度 ($= 980 \text{ cm} / \text{sec}^2$)

$(\rho)_L$: 凝縮液の密度 (g / cm^3)

$(C_p)_L$: 凝縮液の比熱 ($\text{J} / \text{g} \cdot \text{K}$)

$(\mu)_L$: 凝縮液の粘度 ($\text{g} / \text{cm} \cdot \text{sec}$)

H : 顕潜熱比 (-)

T_s : 飽和蒸気温度 ($= 22 \text{ K}$)

T_w : 伝熱面温度 (K)

ΔH_{vap} : 蒸発潜熱 (J / g)

C_A : 熱移動単位数 (-)

ℓ : コイルチューブ長さ (cm)

$T_1 = 19.0 \text{ K}$, $T_2 = 19.37 \text{ K}$, $Q = 28 \text{ J/sec}$, $C_p = 5.5 \text{ J/g} \cdot \text{K}$

$w = 13.8 \text{ g/sec}$, $D_i = 0.8 \text{ cm}$

ここで、 C_A はReの関数であり、 $Re=7.50 \times 10^5$ のとき $C_A=0.01$ となる。⁽¹⁵⁾

いま、コイルチューブの長さを $\ell=30$ cmと仮定し上記の値を(3.10)式に代入すれば、 $T_w=20.17$ Kを得る。凝縮液の物性値としては、次式で示す温度 $T_f (=20.63$ K)における値を用いる。⁽¹⁴⁾

$$T_f = T_s - 0.75 (T_s - T_w) = 20.63 \text{ K} \quad (3.11)$$

以上の前提条件により、 H_2 、 D_2 に対する凝縮伝熱係数が求められる。

(i) H_2 のみが凝縮する場合

$(C_p)_L = 10.06 \text{ J/g} \cdot \text{K}$, $(\mu)_L = 131.6 \times 10^{-6} \text{ g/cm} \cdot \text{sec}$, $(\lambda)_L = 0.9948 \times 10^{-3} \text{ J/cm} \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$, $\gamma = 909 \text{ J/mol}$, $(\rho)_L = 0.0701 \text{ g/cm}^3$, コイルの巻数 $n=2$ なる各値を(3.8)～(3.12)式に代入すれば以下の値を得る。

$$(\text{Pr})_L = 1.331, \quad (\text{Ga})_L = 2.779 \times 10^8, \quad H = 0.0405$$

$$(\text{Nu})_L = 188.5, \quad h_o = 0.1875 \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$$

(ii) D_2 のみが凝縮する場合

$(C_p)_L = 5.881 \text{ J/g} \cdot \text{K}$, $(\mu)_L = 334.6 \times 10^{-6} \text{ g/cm} \cdot \text{sec}$, $(\lambda)_L = 1.015 \times 10^{-3} \text{ J/cm} \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$, $\gamma = 1261 \text{ J/mol}$, $(\rho)_L = 0.1684 \text{ g/cm}^3$, $n=2$ を(3.5)～(3.10)式に代入すれば以下の値を得る。

$$(\text{Pr})_L = 1.939, \quad (\text{Ga})_L = 2.482 \times 10^8, \quad H = 0.0341, \quad (\text{Nu})_L = 210.1, \quad h_o = 0.2133 \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$$

H_2 と D_2 の場合で h_o の値に大きな違いは認められないが、熱伝達係数の小さい H_2 の場合で設計を進める。

(7) 総括伝熱係数

コイルチューブ管壁の伝熱抵抗は、管内及び管外の伝熱抵抗に比べて無視できるものと考えられる。従ってコイルチューブ外表面基準の総括伝熱係数 U_o は、次式で与えられる。

$$\frac{1}{U_o} = \frac{1}{h_o} + \frac{1}{h_i} \left(\frac{D_o}{D_i} \right) \quad (3.12)$$

ここで、 U_o : 総括伝熱係数 ($\text{J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$)

$$h_o = 0.1875 \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$$

$$h_i = 0.4998 \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$$

$$D_o = 1.0 \text{ cm}, \quad D_i = 0.8 \text{ cm}$$

上記の値を(3.12)式に代入すれば、 $U_o = 0.1276 \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$ を得る。

(8) 伝熱面積

凝縮器内のコイルチューブに必要な伝熱面積 A は、次式より $A = 78.1 \text{ cm}^2$ と求められる。

$$A = Q / U_o \quad \Delta T = 78.1 \text{ cm}^2 \quad (3.13)$$

ここで、 $Q = 28 \text{ J/sec}$, $U_o = 0.1276 \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$, $\Delta T = 2.81 \text{ K}$

従ってコイルチューブの所要長さは、 $\ell = A / \pi D_o$ ($D_o = 1.0 \text{ cm}$) より $\ell = 24.9 \text{ cm}$ となる。

ここで本節(VI)に戻り(3.10)式に $\ell = 24.9 \text{ cm}$ を代入して総括伝熱係数を求め直し、(3.13)

式から求まるコイルチューブの所要長さ ℓ が一致するまで繰り返し計算を行う。最終的に得た結果は次の通りである。

$$h_i = 0.5030 \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}, \quad h_o = 0.2028 \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}, \quad U_o = 0.1348 \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}, \\ A = 73.9 \text{ cm}^2, \quad \ell = 23.6 \text{ cm}$$

(9) 概略形状

コイルの渦巻き径、巻数は、それぞれ6 cm、2段としたので、コイルの全長は37 cmとなる。必要長さに対し約50%の余裕となるが、本節(V)に述べたように、(3.4)式の適用に不確定性が大きいためである。いま、コイルのピッチを4 cmとすればコイル高さ8 cmの比較的偏平な凝縮器となる。従って充填部へ流下する凝縮液の分散性を高めるために、何本かの棒状のガイド(ここでは銅製の6本の棒)を取り付けることにする。本凝縮器の構造図を図3.3に示す。

(10) ヘリウムガスの温度の影響

以上、凝縮器の伝熱面積等の設計を行ってきたが、設計計算により定まった凝縮器の冷凍能力は、冷媒ヘリウムガスの温度及び流量によって調節を行うことが可能である。本設計で選択したヘリウム冷凍機に関しては、ヘリウムガス流量と冷凍能力の関係が不明であるため、ここでは、ヘリウムガスの温度(凝縮器入口温度)と除去熱量の関係を求めてみる。凝縮器の伝熱面積の値としては、余裕率をかける前の値を用いる。計算方法は以下の手順で進められる。

- (i) ヘリウムガス凝縮器入口温度を定め、除去熱量を仮定する。
- (ii) (3.2)式より出口温度を求め、ついで(3.3)式により有効温度差を求める。
- (iii) 入口と出口のヘリウムガス平均温度、管壁温度を算出し、その温度におけるヘリウム及び水素同位体ガスの物性値等を(3.4)～(3.10)式に代入して総括伝熱係数を求める。
- (iv) (3.13)式より除去熱量を計算する。
- (v) (i)と(iv)の除去熱量が一致するまで繰り返し計算を行う。

ただし、これらの計算過程で、 H_2 の物性値を用いた。

凝縮器温度を1.5 atmにおける H_2 の沸点22 Kとし、ヘリウムガス凝縮器入口温度(15～21.5 K)に対応する同出口温度、除去熱量、管内外及び総括伝熱係数を表3.6に示す。ヘリウムガス凝縮器入口温度の降下に伴って、有効温度差が大きくなるため除去熱量は増加するが、管内外及び総括伝熱係数はいずれも小さくなる。さらに図3.4では凝縮器温度が20 K、22 K、24 Kの場合について、冷媒ヘリウムガス凝縮器入口温度と除去熱量の関係を示しておく。

(11) フラッディング実験の検討

ここでは、本設計に基づく凝縮器を用いて、全環流操作時におけるフラッディング速度の測定が可能かどうか検討する。

表3.6より、凝縮器入口のヘリウムガス温度を16 K(H_2 の融点は15 Kである)に降下した場合、得られる除去熱量は47.4 J/secである。従って凝縮ガスが H_2 の場合には、凝縮量は $47.4 / 891 = 0.053 \text{ mol/sec}$ となる。凝縮器温度は1.5 atmにおける H_2 の沸点22 Kであり、充填部での空塔速度は20 cm/secとなる。

凝縮ガスが D_2 の場合、凝縮器入口のヘリウムガス温度を18 K、凝縮器温度を1.1 atmにおける D_2 の沸点24 Kとすれば、図3.4より除去熱量50.2 J/secを得る。図3.4は H_2 の物性値を用いて得た計算結果を示したものであるが、 D_2 の物性値を用いた場合、本節(6)に記したように凝縮

伝熱係数は D_2 の場合の方が大であるため、除去熱量を過大評価することはない。また、管壁の温度 T_w は (3.10) 式より 20.8 K となり、 D_2 の凝固は生じない (D_2 の凝固点は 19 K)。 D_2 の凝縮量は、24 K における蒸発潜熱 1230 J/mol より $50 / 1230 = 0.041$ mol/sec であり、空塔速度として 23.4 cm/sec を得る。

H_2 のフラッキング速度は ~ 12 cm/sec、 D_2 の場合 ~ 20 cm/sec 程度と考えられることから、⁽³⁾ 本設計による凝縮器により、フラッキング速度の測定は可能と考えられる。

3.2.2 充填塔

(1) 充填部

核融合炉トリチウムシステムの水素同位体分離工程で用いられる深冷蒸留塔は、処理量が小さいことから充填部内径が 1～5 cm と小さくなる。本実験装置では、この特徴を模擬するために充填部内径を 2 cm とする。充填部の末端効果の影響を除くためには、充填部高さをできる限り大きくすることが望まれるが、実験室の高さの制約を考慮して充填部高さを 50 cm とする (蒸留塔をコールドボックスから引上げて取出す必要性から、コールドボックスの高さは実験室高さの 1/2 以下に抑えねばならない)。

(2) 充填物

内径の極めて小さい充填塔に使用できる充填物としては、ディクソンリング、ヘリパック、ヘリックス、コイルパック等がある。著者らは、 N_2 -Ar 系蒸留実験 (充填部内径 2 cm, 高さ 50 cm) において、HETP、圧損、液の流動状態に関して充填物の性能を同一条件下で比較し、ディクソンリングがすべての条件を満たす最良の充填物であるとの結果を得た。⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾ また、3種類のサイズの異なるディクソンリングについてサイズの影響 (1.5 mm, 3 mm, 6 mm) を比較したところ、HETP に関しては 6 mm は不適當であり、液の流動状態に関してはむしろ 3 mm のディクソンリングが優れた性能を示すことが認められた。⁽¹⁹⁾ 水素同位体系と N_2 -Ar 系では物性値が異なるものの、定性的な結論は水素同位体系にも適用できると考えられるため、本実験装置では 3 mm のディクソンリングを採用する。

3.2.3 再沸器

再沸器の液化水素貯留部は、サンプリングによる蒸留塔内の水素ホールドアップ減少が無視できる程度の容積が必要である。一方、塔内のホールドアップを大きくすると定常到達時間が長くなる。しかし、コンピュータシミュレーションによる予測では本蒸留塔の全環流操作時の定常到達時間は 30 分以内であるので⁽²⁰⁾、蒸留操作及び分析操作の容易さを考慮すれば、ホールドアップはむしろ大きめに設計する必要がある。ちなみに、全環流操作による非定常実験の場合、サンプリングにより失われる塔内の水素の量は次式で求められる。

$$V_l = \left(\frac{Ld^2 \pi P}{4R T_{avs}} + \frac{V_s P}{R T_R} \right) \times N_1 \times N_2 \quad (3.14)$$

ここで、 V_l : 失われる水素の量 (mol)

L : 蒸留塔から試料ガス抜き出し部までの配管長さ (cm)

- d : 配管内径 (= 0.435 cm)
 P : 塔内圧力 (= 1.5 atm)
 T_{avs} : 配管の平均温度 (K)
 V_s : サンプルング容積 (cm^3)
 T_R : 室温 (= 293 K)
 N_1 : サンプルング箇所数 (= 4 箇所)
 N_2 : サンプルング回数
 $R = 82.05 \text{ atm cm}^3/\text{mol} \cdot \text{K}$

配管内に滞留している水素は、サンプルングのたびに抜き出し廃棄するものとする。上式に、 $L = 200 \text{ cm}$ 、 $N_2 = 10$ 、 $T_{avs} = 105 \text{ K}$ (293 Kと22 Kとの対数平均温度)、 $V_s = 10 \text{ cm}^3$ を代入すれば、失われる水素量 V_ℓ は0.232 molとなる。いま、再沸器に貯留する液体水素の量を再沸器容積の50%とし、 V_ℓ はその量の5%以下であるとすれば、再沸器の容積は 270 cm^3 ($0.232 \times 29.15 / 0.05 / 0.5 = 270$)となる。塔内ホールドアップの5%程度の減少は、蒸留塔内の圧力変動、ガスクロによる水素同位体濃度測定の見誤差等を考慮すれば大きな問題とはならない。以上の根拠より、本設計では再沸器の内径6 cm、高さ10 cm (容積 282 cm^3)とする。

再沸器ヒーターの容量は、以下の式で与えられる。

$$W = \frac{\pi D_{c\ell}^2 u P \Delta H_{vap}}{4 \ell T_{re}} \quad (3.15)$$

- ここで、 W : ヒーター出力 (W)
 $D_{c\ell}$: 充填部内径 (= 2 cm)
 u : 充填部内空塔速度 (cm/sec)
 P : 塔内圧力 (= 1.5 atm)
 T_{re} : 再沸器温度 (K)
 $R = 82.05 \text{ atm cm}^3/\text{mol} \cdot \text{K}$

フラッディング速度を測定する場合 ($u = 30 \text{ cm/sec}$) のヒーター容量は、 H_2 の場合 ($T = 22 \text{ K}$ 、 $\Delta H_{vap} = 891 \text{ J/mol}$) $W = 69.8 \text{ W}$ 、 D_2 の場合 ($T = 25 \text{ K}$ 、 $\Delta H_{vap} = 1211 \text{ J/mol}$) $W = 83.5 \text{ W}$ となる。従って本設計では、ヒーター容量を最大100Wとする。

3.2.4 蒸留塔ホールドアップ

蒸留塔各部の寸法に基づく蒸留塔の容積は次の通りである。

- 凝縮器 : 645 cm^3
- 充填部 : 163 cm^3
- 再沸器 : 282 cm^3

いま、蒸留塔内で液が占める体積分率を凝縮器2%、充填部20%、再沸器80%と仮定する。蒸留塔内の水素のホールドアップ N は、次式によって求められる。

$$N = P (645 \times 0.98 + 163 \times 0.8 + 282 \times 0.2) / (R T_{av}) + (645 \times 0.02 + 163 \times 0.2 + 282 \times 0.8) / (\rho)_L \quad (3.16)$$

ここで、 N : 水素のホールドアップ (mol)

P : 蒸留塔内圧力 (= 1.5 atm)

T_{av} : 蒸留塔内平均温度 (K)

$(\rho)_L$: 液体のモル容積 (cm^3/mol)

$R = 82.05 \text{ atm cm}^3/\text{mol} \cdot \text{K}$

蒸留塔内の平均温度を23 Kとすると、蒸留塔内のホールドアップはモル容積の小さい H_2 ($(\rho)_L = 34.31 \text{ cm}^3/\text{mol}$) の場合には $N = 8.55 \text{ mol}$ となる。

3.3 極低温蒸留系熱交換器

(1) 設計条件

熱交換器の基本的な設計条件として以下の値を設定する。

- 入口での水素同位体ガス温度：80 K
- 出口での水素同位体ガス温度：22 K
- 水素同位体ガス流量： $2.78 \times 10^{-3} \sim 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$
- 冷媒ヘリウムガスの入口温度：19.37 K (凝縮器出口温度)
- 冷媒ヘリウムガス流量：13.8 g/sec

(i) 除去熱量

本熱交換器における除去熱量は、次式で求められる。

$$Q = v_H C_{PH} (T_{H1} - T_{H2}) \quad (3.17)$$

ここで、 v_H : 水素同位体ガス流量 (= $2.78 \sim 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$)

C_{PH} : 水素同位体ガスの比熱

T_{H1} : 水素同位体ガスの入口温度 (= 80 K)

T_{H2} : 水素同位体ガスの出口温度 (= 22 K)

水素同位体の物性値として、熱交換器入口及び出口温度での1 atmにおける値の対数平均値(実際には1.5 atmにおける値を用いるべきであるが、熱力学データの充実している1 atmでの値を用いても大きな誤差は生じないものと考えられる)を用いる。即ち、 D_2 の定圧比熱 $C_{PH} = 24.69 \text{ J/mol} \cdot \text{K}$ を(3.17)式に代入して、 $Q = 3.98 \text{ J/sec}$ ($v_H = 2.78 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$ の場合)、 11.94 J/sec ($v_H = 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$ の場合)を得る。 H_2 の同条件における定圧比熱は $C_{PH} = 21.16 \text{ J/mol} \cdot \text{K}$ であり、除去熱量は D_2 の場合よりも小さい。ここでは安全のため、 D_2 に対する除去熱量を用いて設計する。

(ii) ヘリウムガス出口温度

熱交換器出口のヘリウムガス温度 T_2 は、(3.2)式に必要な諸値($T_1 = 19.37 \text{ K}$, $Q = 3.98$, 11.94 J/sec , $w = 13.8 \text{ g/sec}$, $C_p = 5.5 \text{ J/g} \cdot \text{K}$)を代入して、 $T_2 = 19.42 \text{ K}$ ($v_H = 2.78 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$ の場合)、 19.53 K ($v_H = 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$ の場合)を得る。

(2) 熱交換器の構造

熱交換器の設計にあたっては、伝熱面積が大きくしかも熱交換器外表面からの熱損失ができる

だけ少ないことが要点となる。しかしながら、本装置における所要除去熱量は11.94 J/molと小さいため伝熱面積をそれほど大きくする必要はない。即ち、構造の簡単な2重管方式の熱交換器を採用すれば十分である。また、熱交換器出入口における冷媒ヘリウムガス温度変化は小さいが、向流型熱交換器として設計計算を行う。

2重管の内管として外径10mm、内径8mmの銅管を用い、冷媒ヘリウムガスはこの内管を流通するものとする。2重管の外管としては、外径15mm、内径13mmの銅管を用い、水素同位体ガスは内管と外管の間隙を流通するものとする。本熱交換器における有効温度差 ΔT は、次式より求められる。

$$\Delta T = \{ (T_{H2} - T_1) - (T_{H1} - T_2) \} / \ln \{ (T_{H2} - T_1) / (T_{H1} - T_2) \} \quad (3.18)$$

ここで、 $T_1 = 19.37\text{K}$ 、 $T_2 = 19.42\text{K}$ ($v_H = 2.78 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$)、 19.53K ($v_H = 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$)、 $T_{H1} = 80\text{K}$ 、 $T_{H2} = 22\text{K}$ なる値を(3.18)式に代入すれば、 $\Delta T = 18.48\text{K}$ ($v_H = 2.78 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$)、 18.45K ($v_H = 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$)を得る。

(3) 総括伝熱係数

(i) 冷媒ヘリウム側の熱伝達係数

2重管式熱交換器の内管を流通する冷媒ヘリウム側の熱伝達係数 h_i は、(3.4)式に必要な諸値 ($D_i = 0.8 \text{ cm}$ 、 $\lambda_i = 2.66 \times 10^{-4} \text{ J/cm} \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$ 、 $w = 13.8 \text{ g/sec}$ 、 $\mu_i = 2.95 \times 10^{-5} \text{ g/cm} \cdot \text{sec}$ 、 $C_p = 5.5 \text{ J/g}$ 、 $D_H = 20 \text{ cm}$)を代入すれば、 $h_i = 0.4458 \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$ を得る。ここで、ヘリウムガスの物性値としては1 atm、19.5Kにおける値を用いた。この場合、 $D_i / D_H = 0.04$ 、 $Re = 7.45 \times 10^{-5}$ である。Re数については(3.4)式の適用範囲外ではあるが、大きな誤差は与えないものと考えられる。

(ii) 水素同位体側の熱伝達係数

環状流路を流れる流体の熱伝達係数を与える実験式として、以下の式が提案されている⁽¹⁷⁾。

$$\left. \begin{aligned} \frac{h_o D_e}{\lambda_H} &= 1.02 \left(\frac{D_e u_H \rho_H}{\mu_H} \right)^{0.45} \left(\frac{C_{PH} \mu_H}{\lambda_H} \right)^{0.5} \left(\frac{\mu_H}{\mu_{WH}} \right)^{0.14} \\ \text{ただし、} & 200 < \left(\frac{D_e u_H \rho_H}{\mu_H} \right) < 2000 \end{aligned} \right\} \quad (3.19)$$

$$\left. \begin{aligned} \frac{h_o D_e}{\lambda_H} &= 0.023 \left(\frac{D_e u_H \rho_H}{\mu_H} \right)^{0.8} \left(\frac{C_{PH} \mu_H}{\lambda_H} \right)^{0.4} \left(\frac{D_{O2}}{D_{O1}} \right)^{0.45} \\ \text{ただし、} & \left(\frac{D_e u_H \rho_H}{\mu_H} \right) > 10000 \end{aligned} \right\} \quad (3.20)$$

ここで、 h_o : 水素同位体側熱伝達係数 ($\text{J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$)

D_e : 流路間隙 ($= D_{O2} - D_{O1}$)

λ_H : 水素同位体の熱伝導度 ($\text{J/cm} \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$)

u_H : 水素同位体の流速 (cm/sec)

- ρ_H : 水素同位体の密度 (g/cm³)
 μ_H : 水素同位体の粘度 (g/cm·sec)
 C_{PH} : 水素同位体の比熱 (J/g)
 μ_{wH} : 管壁における水素同位体の粘度 (g/cm·sec)
 D_{o2} : 外管内径 (= 1.3 cm)
 D_{o1} : 内管外径 (= 1.0 cm)

まず、流体がH₂, D₂の場合のレイノルズ数を求めてみると、H₂については $Re_H = D_e u_H \rho_H / \mu_H = 120$ ($v_H = 2.78 \times 10^{-3}$ mol/sec) 及び 361 ($v_H = 8.34 \times 10^{-3}$ mol/sec), D₂については $Re_H = 212$ ($v_H = 2.78 \times 10^{-3}$ mol/sec) 及び 636 ($v_H = 8.34 \times 10^{-3}$ mol/sec) なる値が得られる。ただし水素同位体ガス粘度は、1 atmにおける80K及び22Kでの値の対数平均値 (H₂: $\mu_H = 2.56 \times 10^{-5}$ g/cm·sec, D₂: $\mu_H = 2.91 \times 10^{-5}$ g/cm·sec) を用い、密度は、入口及び出口の対数平均温度における値を理想気体として算出した (H₂: $\rho_H = 8.13 \times 10^{-4}$ g/cm³, D₂: $\rho_H = 1.63 \times 10^{-3}$ g/cm³)。以上の計算より、いずれの水素同位体についても(3.19)式の適用範囲にあることが分かる。一方管壁の温度 T_w は、(3.10)式に必要な諸値 ($Q = 3.98$ J/sec, 11.9 J/sec, $T_1 = 19.37$ K, $T_2 = 19.42$, 19.53 K, $C_P = 5.5$ J/mol·K, $w = 13.8$ g/sec, $D_i = 0.8$ cm, $C_A = 0.01$, $\ell = 16$ cm) を代入すれば、 $T_w = 19.66$ K ($v_H = 2.78 \times 10^{-3}$ mol/sec), 20.23 K ($v_H = 8.34 \times 10^{-3}$ mol/sec) を得る。従って、(3.19)式の右辺における $(\mu_H / \mu_{wH})^{0.14}$ は水素同位体流量によってほとんど変化せず、水素同位体側熱伝達係数は流量の0.45乗に比例するものとみなせる。即ち、安全側の設計として、 $v_H = 8.34 \times 10^{-3}$ mol/secの場合についてのみ伝熱面積を算出すればよい(除去熱量は流量の1乗に比例するため)。

前記対数平均温度45K及び管壁温度19.87KにおけるH₂, D₂の物性値を(3.19)式に代入すれば、H₂ ($\lambda_H = 3.37 \times 10^{-4}$ J/cm·sec·K, $C_{PH} = 21.16$ J/mol·K, $\mu_H = 2.56 \times 10^{-5}$ g/cm·sec, $\mu_{wH} = 1.31 \times 10^{-5}$ g/cm·sec) について $h_o = 1.60 \times 10^{-2}$ J/cm²·sec·K, D₂ ($\lambda_H = 3.39 \times 10^{-4}$ J/cm·sec·K, $C_{PH} = 24.69$ J/mol·K, $\mu_H = 2.91 \times 10^{-5}$ g/cm·sec, $\mu_{wH} = 1.3 \times 10^{-5}$ g/cm·sec) について $h_o = 1.72 \times 10^{-2}$ J/cm²·sec·Kを得る。以上より、流体がH₂の場合の熱伝達係数は、D₂の場合より小さいことが分かる。従って、本設計ではH₂の場合の熱伝達係数を用いる。

(iii) 総括伝熱係数

2重管式熱交換器における管壁の伝熱抵抗は、管内及び管外の伝熱抵抗に比べて無視できる。2重管内管の外面基準総括伝熱係数 U_o は、(3.12)式に諸値 ($D_o = 1.0$ cm, $D_i = 0.8$ cm, $h_i = 0.4458$ J/cm²·sec·K, $h_o = 1.60 \times 10^{-2}$ J/cm²·sec·K) を代入して求められる。即ち、 $U_o = 1.53 \times 10^{-2}$ J/cm²·sec·Kである。

(4) 伝熱面積

熱交換器に必要な伝熱面積 A は、(3.13)式より $A = 42.2$ cm² と求められる。管長 L は、20%の余裕を見込むと $L = 16$ cmを得る。

本熱交換器はコールドボックス(VT)中に蒸留塔と共に設置されるが、80Kの水素同位体ガスが流入するため熱源をコールドボックスに持ち込むこととなる。そこで、熱交換器の設置位置を

蒸留塔の凝縮器より上方とし、蒸留塔に対する影響を軽減する。

また、熱交換器の形状は、20 cm ϕ で 1/3 巻きとする。

3.4 極低温蒸留系における熱収支

コールドボックス内に設置された蒸留塔に対する、上部液体窒素槽及び側部・底部液体窒素槽からの輻射とコールドボックス上部フランジからの伝導等による侵入熱は、蒸留塔を銅製シールド筒で包み、更にヘリウムガス配管を巻きつけてシールド筒を冷却することにより除去する。

また、低温吸着塔を出て液体窒素温度付近まで冷却された水素同位体ガスは、コールドボックス内に流入するまでの配管系に侵入する熱により温度が上昇するため、上部液体窒素槽内に設置した冷却コイルにより熱交換器入口条件の 80 K まで冷却する。

本節では、シールド筒における除去熱量と冷却コイルの伝熱面積を算出する。

(1) シールド筒における除去熱量

(i) 液体窒素槽からの輻射伝熱量

コールドボックス上部及び側部・底部に設置された液体窒素槽からの輻射伝熱量 E は、以下の式で計算される。⁽¹⁸⁾ 熱交換器からの輻射伝熱量は、上部液体窒素槽からの輻射伝熱量に比して無視できる。

$$E = \alpha A_1 \phi_{12} (T_N^4 - T_{HS}^4) \quad (3.21)$$

$$\frac{1}{A_1 \phi_{12}} = \frac{1}{A_1 \bar{F}_{12}} + \frac{1}{A_1} \left(\frac{1}{\epsilon_1} - 1 \right) + \frac{1}{A_2} \left(\frac{1}{\epsilon_2} - 1 \right) \quad (3.22)$$

ここで、 α : Stefan-Boltzman 定数 ($= 5.67 \times 10^{-12} \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}^4$)

A_1 : 液体窒素槽全表面積

ϕ_{12} : 総括吸収率 (-)

T_N : 液体窒素槽温度 ($= 77.4 \text{ K}$)

T_{HS} : シールド筒温度 (K)

\bar{F}_{12} : 黒度 (-)

ϵ_1 : 液体窒素槽熱放射率 (-)

ϵ_2 : シールド筒熱放射率 (-)

いま、 $\epsilon_1 = \epsilon_2 = 0.6$ 、 $\bar{F}_{12} = 1$ 、 $T_{HS} = 22 \text{ K}$ と仮定すると、(3.21) 及び (3.22) 式より液体窒素槽からの侵入熱量は $E = 1.47 \text{ J/sec}$ と求められる。ただし、液体窒素槽及びシールド筒の表面積 A_1 及び A_2 は、シールド筒 $25 \text{ cm } \phi \times 90 \text{ cm}$ + $25 \text{ cm } \phi$ 、側部液体窒素槽 $60 \text{ cm } \phi \times 150 \text{ cm}$ 、底部液体窒素槽 $60 \text{ cm } \phi$ 、上部液体窒素槽 $56 \text{ cm } \phi$ とし、 $A_1 = 33560 \text{ cm}^2$ 、 $A_2 = 7559 \text{ cm}^2$ なる値を用いた。

(ii) コールドボックス上部フランジからの伝導伝熱量

蒸留塔から上部フランジに至る配管、計装ケーブル等として以下のものがある。

- 蒸留塔吊り金具：3本

- 水素同位体ガスの供給ノズル：1本
- 水素同位体ガスの抜き出しノズル：5本
- 導圧配管：3本
- 熱電対リード線：10本
- 再沸器，再沸器底部導圧配管，フィードガス供給配管，冷媒ヘリウムガス配管等のヒーターのリード線：4本

これらの配管，リード線からの伝熱量は，材質，形状によって異なる。ここでは，安全側の設計として最も伝熱面積の大きい蒸留塔吊り金具（ステンレス棒）で代表するものとする，全伝熱量 Q は以下の式で表わされる。

$$Q = \frac{\lambda_s A_s \Delta T_{ST}}{L_{ST}} \times n_{ST} \quad (3.23)$$

- ここで， λ_s ： ステンレス棒の熱伝導度（ $= 0.109 \text{ J/cm} \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$ ）
 A_s ： ステンレス棒の断面積（径を $1/4"$ としたとき， $A_s = 0.317 \text{ cm}^2$ ）
 ΔT_{ST} ： ステンレス棒両端温度差（ K ）
 L_{ST} ： ステンレス棒の長さ（ cm ）
 n_{ST} ： 棒の本数（ $= 26$ 本）

これらの配管，リード線類は上部液体窒素槽を貫通しているので，両端温度は 77.4 K （液体窒素槽接続部温度）及び 22 K （蒸留塔上部フランジ接続部温度）となる。即ち，温度差 ΔT_{ST} は 55.4 K となる。 $L_{ST} = 30 \text{ cm}$ とすれば（後述図 4.1 参照），全伝熱量 Q は（3.23）式より $Q = 1.66 \text{ J/sec}$ となる。

以上，シールド筒で必要とされる除去熱量は $1.66 + 1.47 = 3.13 \text{ J/sec}$ と見積られる。ちなみに，充填部での空塔速度が 3 cm/sec の場合，凝縮器での除去熱量は約 9 J/sec となり侵入熱量を無視できない。

(iii) シールド筒冷却部の構造

蒸留塔凝縮器及び熱交換器を経てシールド筒に流入する冷媒ヘリウムガスの温度は， 19.53 K （前節参照）である。従ってシールド筒出口での温度 T_2 は，（3.2）式に必要な諸値（ $T_1 = 19.53 \text{ K}$ ， $Q = 3.13 \text{ J/sec}$ ， $w = 13.8 \text{ g/sec}$ ， $C_p = 5.5 \text{ J/g} \cdot \text{K}$ ）を代入して $T_2 = 19.57 \text{ K}$ を得る。一方，有効温度差 ΔT は，（3.3）式に諸値を（ $T_1 = 19.53 \text{ K}$ ， $T_2 = 19.57 \text{ K}$ ， $T_c = 22 \text{ K}$ ）を代入すれば $\Delta T = 2.45 \text{ K}$ となる。冷媒ヘリウム側対流伝熱係数 h_i は，（3.4）式に必要な諸値（ $\mu_i = 2.9 \times 10^{-5} \text{ g/cm} \cdot \text{sec}$ ， $C_p = 5.5 \text{ J/g} \cdot \text{K}$ ， $D_c = 0.8 \text{ cm}$ ， $D_H = 25 \text{ cm}$ ， $\lambda_i = 2.6 \times 10^{-4} \text{ J/cm} \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$ ）を代入して $h_i = 0.4330 \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$ を得る。従って，伝熱面積 A は，（3.13）式より $A = 3.69 \text{ cm}^2$ となる。ヘリウムガス配管がシールド筒と接する部分を管の外表面積の $1/6$ （接触角 60° ）とすれば，所要管長 L は（外径 10 mm ） $L = 7.0 \text{ cm}$ となる。ここでは，管壁の伝熱抵抗等を考慮して50%の余裕を見込み $L = 10.5 \text{ cm}$ とする。これはシールド筒を $1/6$ 巻きする程度の長さであるが，シールド筒に温度分布ができるのを防ぐために，本設計では蒸留塔充填部（ 50 cm ）に該当するシールド筒 50 cm の部分に 10 cm 間隔で5巻き（全長 4 m ）とする。

なお、シールド筒からコールドボックスを出るまでの冷媒ヘリウムガス配管を2 m、その間の熱侵入を1 J/m・sec とすれば、⁽¹⁵⁾ コールドボックス出口でのヘリウムガス温度は(3.2)式より約19.6 Kとなる。

(2) 上部液体窒素槽内冷却コイル

(i) 設計条件

低温吸着塔からコールドボックスまでの配管長さを3 mとし配管1 mあたりの熱侵入を冷媒ヘリウムガス配管と同様に1 J/m・sec とする。低温吸着塔を出る水素同位体ガス温度を80 K とすれば、コールドボックス内に流入するガス温度は、(3.17)式より、H₂の場合96.0 K (C_{PH} = 22.47 J/mol・K, v_H = 8.34 × 10⁻³ mol/sec), 127.7 K (C_{PH} = 22.6 J/mol・K, v_H = 2.78 × 10⁻³ mol/sec), D₂の場合92.2 K (C_{PH} = 29.5 J/mol・K, v_H = 8.34 × 10⁻³ mol/sec), 116.0 K (C_{PH} = 30.0 J/mol・K, v_H = 2.78 × 10⁻³ mol/sec)となる。除去熱量はいずれの場合も1 J/sec × 3 = 3 J/sec であるので、冷媒となる液体窒素との温度差が小さいD₂の場合の値を、安全側として設計条件に選ぶ。即ち、設計条件は以下となる。

- 水素同位体ガス入口温度：92.2 K (v_H = 8.34 × 10⁻³ mol/sec)
116.0 K (v_H = 2.78 × 10⁻³ mol/sec)
- 水素同位体ガス出口温度：80 K
- 水素同位体ガス流量：2.78 × 10⁻³ ~ 8.34 × 10⁻³ mol/sec
- 冷媒：液体窒素 (77.4 K)

なお、水素同位体ガスの比熱としては、低温吸着塔出口とコールドボックス入口との平均温度における値を用いた。

(ii) 総括伝熱係数

冷却コイルにステンレス製の細管(外径6.35mm, 内径4.35mm)を用いると管内を流れる水素同位体ガスのレイノルズ数Re_Hは、H₂の場合1143 (μ_H = 42.7 × 10⁻⁶ g/cm・sec, ρ_H = 4.25 × 10⁻⁴ g/cm³, v_H = 8.34 × 10⁻³ mol/sec), 357 (μ_H = 45.6 × 10⁻⁶ g/cm・sec, ρ_H = 3.73 × 10⁻⁴ g/cm³, v_H = 2.78 × 10⁻³ mol/sec), D₂の場合1626 (μ_H = 60.0 × 10⁻⁶ g/cm・sec, ρ_H = 8.5 × 10⁻⁴ g/cm³, v_H = 8.34 × 10⁻³ mol/sec), 508 (μ_H = 64.0 × 10⁻⁶ g/cm・sec, ρ_H = 7.46 × 10⁻⁴ g/cm³, v_H = 2.78 × 10⁻³ mol/sec)となり、いずれの場合も管内の流れは層流である。従って管内熱伝達係数h_iの計算では、以下の発達した流れの円管内における層流熱伝達の式が適用できる。

$$Nu_H = 3.66 + \frac{0.0668 (D_i/L) Re_H Pr_H}{1 + 0.04 \{ (D_i/L) Re_H Pr_H \}^{2/3}} \quad \left. \vphantom{Nu_H} \right\} \quad (3.24)$$

$$Nu_H = \frac{h_i D_i}{\lambda_H}, \quad Pr_H = \frac{C_{PH} \mu_H}{\lambda_H}$$

ここで、Nu_H : 水素同位体ガスのヌッセルト数 (-)

Pr_H : 水素同位体ガスのプラントル数 (-)

いま、冷却コイル長さLを88 cmと仮定し(ちなみにLの値が数倍になってもNu_Hの変化は

小さい), (3.24)式に必要な物性値を代入すれば, H_2 の場合 $h_i = 4.84 \times 10^{-3} \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$ ($\lambda_H = 5.3 \times 10^{-4} \text{ J/cm} \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$, $v_H = 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$), $5.99 \times 10^{-3} \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$ ($\lambda_H = 6.95 \times 10^{-4} \text{ J/cm} \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$, $v_H = 2.78 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$), D_2 の場合 $h_i = 4.27 \times 10^{-3} \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$ ($\lambda_H = 4.5 \times 10^{-4} \text{ J/cm} \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$, $v_H = 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$), $4.47 \times 10^{-3} \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$ ($\lambda_H = 5.1 \times 10^{-4} \text{ J/cm} \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$, $v_H = 2.78 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$)を得る。ここでは, 安全側の設計として D_2 の場合の値を採用する。

次に, 総括伝熱係数 U_0 であるが, 一般には管外の液体窒素沸騰伝熱抵抗及び管壁の伝熱抵抗を考慮しなければならない。しかし本設計条件下では, 管内の伝熱抵抗が支配的であり, 他の伝熱抵抗は無視できるものと考えられる。そこで, $U_0 = D_i h_i / D_0 = 2.93 \times 10^{-3} \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$ ($v_H = 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$), $3.06 \times 10^{-3} \text{ J/cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{K}$ ($v_H = 2.78 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$)とする。

(iii) 伝熱面積

有効温度差 ΔT は, (3.3)式よりそれぞれ $\Delta T = 7.01 \text{ K}$ ($v_H = 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$), 13.3 K ($v_H = 2.78 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$)と求められる。両者の総括伝熱係数 U_0 は, 上述(iii)よりほぼ等しいため, 安全側の設計として有効温度差の小さい $v_H = 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$ の場合についてのみ設計計算を進める。伝熱面積 A は, (3.13)式より $A = 147 \text{ cm}^2$ と求められる。伝熱面積の余裕を20%とすれば, 所要管長 L は88 cmとなる。

冷却コイルの形状は, 直径7 cm 4巻とする。

3.5 低温吸着塔及び乾燥塔

3.5.1 吸着材の種類及び充填量

(1) 吸着材の種類

実験系内に混入した不純物 (Ar , O_2 , N_2 , H_2O 等)のうち, H_2O は乾燥塔(常温操作)で, その他の不純物は低温吸着塔(液体窒素温度操作)で吸着除去する。吸着材としては, 水素の吸着量が少なく不純物の吸着量が低濃度において大きいものを選定する。ここでは, 水蒸気及び無機ガス成分に対する吸着容量が大きく再生使用のできる一般的な吸着材として, ゼオライト系吸着材(モレキュラシーブ5A)を使用する。

(2) 吸着材充填量

プロセス系内に混入する不純物が, 装置各部の微小漏洩に基づくものと仮定する。本実験装置のバルブ, 配管継手, その他計器等の接合個所における空気換算の外部漏洩量を1個所あたり $1 \times 10^{-6} \text{ atm cm}^3/\text{sec}$ (実際の漏洩量はこの値の1/100以下であろう)とし, 漏洩個所を1000個(実際の配管系ではこの値の半分以下)とすれば, プロセスガス(流量 $2.78 \times 10^{-3} \sim 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol/sec}$)中の混入空気濃度は約5.3~16 ppmとなる。本設計において, 低温吸着塔の出口不純物濃度条件として1 ppm, 1回の実験における総運転時間を20時間とすれば, 除去すべき混入空気量は約 $70 \text{ cm}^3\text{-STP}$ となる。空気濃度1 ppmにおけるモレキュラシーブの低温吸着平衡データはほとんど知られていないが, $2 \text{ cm}^3\text{-STP/g-MS}$ 以上であることが予想される。⁽²¹⁾モレキュラシーブの真密度を 2 g/cm^3 , 充填密度を 0.7 g/cm^3 とすれば, 低温吸着塔の充填体積は 50 cm^3

($\frac{70}{2 \times 0.7} = 50 \text{ cm}^3$) となる。

一方、吹き流し（ワンス、スルー操作）を行う場合、ポンベから減圧弁をへて供給されるフィードガス中の H_2O 濃度が10 ppm（本実験で使用するガスの純度は99.999%以上である）と仮定し、乾燥塔出口条件を1 ppm、運転時間を20時間とすれば、乾燥塔で除去すべき H_2O 量は約 41 cm^3 -STPとなる。 H_2O 濃度1 ppmにおける平衡吸着量は、 H_2O 分子が単分子膜吸着しその被覆率が10%であると仮定すれば、 9.98 cm^3 -STP/g-MSとなる。ここで、 H_2O 分子の吸着断面積は 10.8 \AA^2 であり、モレキュラシーブの比表面積は $300 \text{ m}^2/\text{g}$ とした。モレキュラシーブの充填密度を前述と同様に $0.7 \text{ g}/\text{cm}^3$ とすれば、乾燥塔の充填体積は 6 cm^3 ($\frac{41}{9.98 \times 0.7} = 6 \text{ cm}^3$)となる。

(3) 充填部の内径と長さ

一般に、充填材相当直径を d_p とすれば、チャネリング等をさけるために、充填長さ L として $L > 100 d_p$ なる条件が選ばれる。モレキュラシーブ5 Aとして $1/16$ "ペレットを用いるとすると、 $L > 16 \text{ cm}$ となる。管内径 D_i についても、一般に $D_i > 10 d_p$ なる条件が望ましい。従って本設計では、低温吸着塔、乾燥塔ともに、充填管内径を 2 cm 、管長を 30 cm とする。この時充填体積は 94 cm^3 となり、(2)で算定した値（低温吸着塔： 50 cm^3 、乾燥塔 6 cm^3 ）を満足する。

3.5.2 低温吸着塔冷却部

(1) 設計条件

- 水素同位体ガスの入口温度：313K
- 水素同位体ガスの出口温度：80K
- 水素同位体ガスの流量： $2.78 \times 10^{-3} \text{ mol}/\text{sec} \sim 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol}/\text{sec}$
- 冷媒：液体窒素（77.4 K）

上記の入口温度は、低温吸着塔の上流に設置するガス移送ポンプによる圧縮熱及び配管からの熱侵入を考慮した値である。

低温吸着塔において除去すべき熱量 Q は、(3.17)式より、 H_2 の場合($C_{PH} = 25.9 \text{ J}/\text{mol} \cdot \text{K}$, $v_H = 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol}/\text{sec}$) $Q = 50.3 \text{ J}/\text{sec}$ 、 D_2 の場合($C_{PH} = 29.1 \text{ J}/\text{mol} \cdot \text{K}$, $v_H = 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol}/\text{sec}$) $Q = 56.5 \text{ J}/\text{sec}$ となる。ここでは、安全側設計として除去熱量を $Q = 56.5 \text{ J}/\text{sec}$ ($v_H = 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol}/\text{sec}$)とする。 $v_H = 2.78 \times 10^{-3} \text{ mol}/\text{sec}$ の場合には、 $Q = 56.5/3 = 18.8 \text{ J}/\text{sec}$ となる。なお、水素同位体ガスの物性値としては、入口及び出口の対数平均温度（171K）における値を用いた。

(2) 総括伝熱係数

本吸着塔の冷却部にステンレス製の細管（外径 6.35 mm 、内径 4.35 mm ）を用いると管内を流れる水素同位体ガスのレイノルズ数 Re_H は、 H_2 ($\rho_H = 2.14 \times 10^{-4} \text{ g}/\text{cm}^3$, $\mu_H = 60.53 \times 10^{-6} \text{ g}/\text{cm} \cdot \text{sec}$, $v_H = 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol}/\text{sec}$) 及び D_2 ($\rho_H = 4.28 \times 10^{-4} \text{ g}/\text{cm}^3$, $\mu_H = 85.0 \times 10^{-6} \text{ g}/\text{cm} \cdot \text{sec}$, $v_H = 8.34 \times 10^{-3} \text{ mol}/\text{sec}$) の場合にそれぞれ807及び1149となる。従って、水素同位体ガスが最大流量の場合でも管内の流れは層流であり、熱伝達係数 h_o の計算では、(3.24)式が適用できる。(3.24)式において、熱伝達係数 h_o は水素同位体ガス流量（レイノルズ数）の

1 乗以下に比例して増加することが示されているため、安全側の設計として $v_H = 8.34 \times 10^{-3}$ mol/sec の場合についてのみ伝熱面積を算出すればよい。

いま、冷却管長さを 130 cm と仮定し、(3.24) 式に H_2 の物性値 ($C_{PH} = 25.9$ J/mol \cdot K, $\lambda_H = 1.2 \times 10^{-3}$ J/cm \cdot sec \cdot K), D_2 の物性値 ($C_{PD} = 29.1$ J/mol \cdot K, $\lambda_D = 8.7 \times 10^{-4}$ J/cm \cdot sec \cdot K) をそれぞれ代入すれば、 H_2 について $h_i = 1.04 \times 10^{-2}$ J/cm 2 \cdot sec \cdot K, D_2 について $h_i = 7.66 \times 10^{-3}$ J/cm 2 \cdot sec \cdot K を得る。ここでは、安全側の設計として $h_i = 7.66 \times 10^{-3}$ J/cm 2 \cdot sec \cdot K を採用する。

次に総括伝熱係数 U_o であるが、一般には管外の液体窒素沸騰伝熱抵抗及び管壁の伝熱抵抗を考慮する必要があるものの、本設計では管内の伝熱抵抗が支配的であると考えられる。そこで、 $U_o = D_i \cdot h_i / D_o = 5.25 \times 10^{-3}$ J/cm 2 \cdot sec \cdot K とする。

(3) 伝熱面積

有効温度差 ΔT 及び伝熱面積 A は、(3.3) 式、(3.13) 式より、それぞれ $\Delta T = 51.7$ K, $A = 208$ cm 2 と求められる。伝熱面積の余裕を 20% とすれば、所要管長 $L = 130$ cm となる。

冷却管の形状を、低温吸着塔充填管の周囲に直径 7 cm、ピッチ 5 cm で 6 巻きのコイルとした場合の低温吸着塔及び乾燥塔の概略構造と寸法を、図 3.5 に示す。

3.6 同位体平衡器

本実験装置では、実験ガス供給系とプロセス循環系に同位体平衡器が設置されている。前者は、 H_2 、 D_2 ボンベより蒸留塔へ供給するフィードガスを、それぞれの混合比に応じた平衡同位体組成 (H_2 -HD- D_2 系) とするためのものである。後者は、フィードバック流れをもつ蒸留塔の分離実験を行う際に必要な、同位体平衡反応を起こさせるものである。触媒には、希金属 (Pt, Pd)- Al_2O_3 等を使用する。

同位体平衡器内の反応過程として、触媒粒子表面への境界膜内拡散、触媒粒子細孔内拡散、細孔内触媒表面反応が挙げられる。その律速過程は操作条件に依存すると考えられるが、総括反応速度は極めて速いと言われている。

(1) 設計条件

ここではプロセスガス循環系に備えられた同位体平衡器を対象とし、以下のように設計条件を定める。

- 操作温度：常温 (293 K)
- 水素同位体ガス流量： $2.78 \times 10^{-3} \sim 5.56 \times 10^{-3}$ mol/sec
- 操作圧力：1.5 atm
- 空塔速度*：10 cm/sec 以上
- 平均滞留時間*：1 sec 以上

(2) 同位体平衡器の内径及び長さ

実験条件において、最小流量の場合 (2.78×10^{-3} mol/sec) に空塔速度が 10 cm/sec 以上とな

* 海外の深冷分離装置等で経験的に用いられる設計値を基準とした値である。⁽²²⁾

るように、内径 D_i を定める (D_i を 2cm とすれば 14 cm/sec)。次に最大流量の場合 (5.56×10^{-3} mol/sec = 89.1 cm³/sec) に平均滞留時間が 1 秒以上となるように、充填高さ H を定める (H を 30 cm とすれば 1.06 sec)。本設計において上記の値を採用すれば、所要触媒量は 94 cm³ となる。触媒寸法として、充填塔内径の 1/10 以下の条件を満足する 1/16" ペレットを使用する。

3.7 冷媒供給系における圧力損失及び熱負荷

3.7.1 冷媒ヘリウムガス配管系の圧力損失

本ヘリウム冷凍機では、ヘリウムガス排出圧力により冷凍能力が変化するため、配管系の圧力損失を求め適切なガス排出圧力を定めねばならない。

冷媒ヘリウムガス流路の圧力損失は以下の式で求められる。

$$\left. \begin{aligned} \Delta H &= \Delta P g_c / \rho g \\ \Delta P &= 4 f \left\{ \left(\frac{\rho u^2}{2g_c} \right) \left(\frac{\ell}{D} + \frac{\ell_e}{D} \right) \right\} \end{aligned} \right\} \quad (3.25)$$

直管の場合、

$$1/\sqrt{f} = -4 \log \left\{ \frac{e/D}{3.71} + \frac{1.26\mu}{Du\rho\sqrt{f}} \right\} \quad (3.26)$$

渦巻き管の場合、

$$f = 0.00176 \alpha (D/\ell) (360 Nc)^{1.10} Re_c^{-0.235} \quad (3.27)$$

ここで、 ΔH : 損失ヘッド (m)

ΔP : 圧力損失 (Kg/m²)

g_c : 重力換算係数 (= 9.8 kg m/Kg • sec²)

ρ : ヘリウムガス密度 (kg/m³)

g : 重力加速度 (= 9.8 m/sec²)

f : 管摩擦係数 (-)

u : ヘリウムガス流速 (m/sec)

ℓ : 配管長さ (m)

ℓ_e : 挿入物の有効長さ

$$\left\{ \begin{array}{l} 90^\circ \text{エルボ (長径)} : \ell_e/D = 20 / \text{個} \\ 90^\circ \text{ベンド (曲率/直径} = 4) : \ell_e/D = 10 \text{個} \\ \text{仕切弁 (1/4 閉)} : \ell_e/D = 40 / \text{個} \\ \text{T型継手} : \ell_e/D = 80 / \text{個} \\ \text{オリフィス (開口比 0.288)} : \ell_e/D = 21.5 / \text{個} \\ \text{継手類 (ユニオン)} : \ell_e/D \cong 0 / \text{個} \end{array} \right.$$

D : 管内径 (m)

- e/D : 管壁の粗度 (= 0.001)
 μ : 粘度 (kg/m・sec)
 α : コイル係数 (D_c/D のみの関数)
 N_c : コイルの巻数 (—)
 Re_c : 渦巻き管のレイノルズ数 (—)
 D_c : コイル径 (m)

冷媒ヘリウムガスの供給流量(質量流量)は一定であるので、管路の圧損によりヘリウムガス圧力が低下し、流路に沿っての密度と流速が変化していく。従って、正確な圧力損失を求めるためには、管路を微小長さに分割して計算しなければならない。ここでは、分割長さを最大50 cmとし、計算区分を以下の通りとする。

- (i) ヘリウム冷凍機からコールドボックスまでの移送配管(管長:10m, 内径:10mm, 管路挿入物:考慮せず)
- (ii) コールドボックス内凝縮器入口までの移送配管(管長:1m, 内径:8mm, 管路挿入物:仕切弁(1/4閉)……1個, T型継手……1個, 90°エルボ……8個, オリフィス(開口比0.288)……1個)
- (iii) 凝縮器内コイルチューブ(管長:37cm, 内径:8mm, コイルの巻数:2, コイル径:6cm, 管路挿入物:考慮せず)
- (iv) 熱交換器(管長:16cm, 内径:8mm, コイルの巻数:1, コイル径:20cm, 管路挿入物:考慮せず)
- (v) シールド筒(管長:4m, 内径:8mm, コイルの巻数:5, コイル径:25cm, 管路挿入物:考慮せず)
- (vi) コールドボックス内移送配管(管長:2m, 内径:8mm, 管路挿入物:T型継手……1個, 90°エルボ……3個)
- (vii) 冷凍機への戻り移送配管(管長:10m, 内径10mm, 管路挿入物:考慮せず)

計算結果を表3.7に示す。同表及び表3.1より、冷凍機戻り圧力が正圧でありかつ冷凍能力の大きい設計点として、冷凍機吐出圧力3.5 atmが最適条件となる。この時冷凍能力は256 Wとなる(冷凍機吹き込みガス温度が20 Kの場合)。

蒸留塔本体を冷却する冷媒供給配管系の圧力損失についても、同様に計算できる。ただし前期計算区分のうち(iii)~(v)を削除し、次の区分(viii)を考える。

- (viii) 蒸留塔本体冷却コイルチューブ(管長:1.2 m, 内径:6 mm, コイル径:2.5 cm, コイル巻数:15, 管路挿入物:考慮せず)

本系統に最適な設計点は次の通りである。

冷凍機排出圧力:3.3 atm, 戻り圧力:1.04 atm,
 冷凍能力:約270W(冷凍機吹き込みガス温度が20 Kの場合)。

3.7.2 ヘリウム冷凍機への熱負荷

本実験装置における熱負荷は以下の通りである。⁽¹⁵⁾

- 冷媒ガス供給配管系 配管11m:11 J/sec

- 流量計：5 J/sec
 バルブ 2 個：10 J/sec (5 J/個・sec)
 継手 1 個：2.5 J/sec
 ○ 蒸留塔まわり 凝縮器：28 J/sec
 熱交換器：11.9 J/sec
 シールド筒：3.13 J/sec
 ○ 冷媒ガス戻り配管系 配管 12m：12 J/sec
 継手 1 個：2.5 J/sec

(1) 所要冷凍能力

冷媒ヘリウムガスに対する総熱負荷量は、上記より 86.0 J/sec となる。凝縮器入口ガス温度 19 K、凝縮器以後の熱負荷は 57.5 J/sec であるから、冷凍機吹き込み側ヘリウムガス温度は(3.2)式より 19.76 K となる。前述のように、冷凍機吐出ガス圧力が 3.5 atm、冷凍機吹き込み側ガス温度が約 20 K の時 256 W の冷凍能力が得られる。従って、冷凍機吐出ヘリウムガス温度は、(3.2)式より 16.4 K となる。

(2) 冷媒ヘリウムガス加熱器容量

本設計では、凝縮器入口でのヘリウムガス温度を 19 K に設定している。冷凍機吐出口より凝縮器入口までの熱負荷は 28.5 J/sec であるから、凝縮器入口でのガス温度は(3.2)式より 16.8 K となり、冷媒加熱器によって 19 K に昇温しなければならない。従って、冷媒加熱器に要求される容量は、(3.2)式より約 170 J/sec = 170 W となる。

(3) 冷凍機能力のフレキシビリティ

本実験装置用として選定した冷凍機(3.1節参照)の運転性能に関する技術データが少ないので、冷凍機に戻されるヘリウムガス温度を変更した場合の冷凍能力を正確に算定することはできない。そこで、本冷凍機特性が間接冷却型の冷凍機(フィリップス社製 PGH-105)と同様の傾向を持つものと仮定する。この場合、冷凍機吹き込み側ガス温度を 20 K → 17 K に変更すると、冷凍能力は 256 W → 128 W に半減することになる(直接冷却型の本冷凍機では、冷凍能力の減少は実際はもっと小さいであろう)。従って、(3.2)式より冷凍機吐出ガス温度が 15.31 K、凝縮器入口でのガス温度が 15.7 K となる。この時の凝縮器の除去熱量は図 3.4 より 48.6 J/sec (凝縮器温度は 22 K とする)となり凝縮器以後の熱負荷は 78.1 J/sec となる。冷凍機吹き込み側ガス温度は(3.2)式より 16.7 K となり 17 K 以下であるから、上記の条件においても余裕のある運転を行える。

表 3.1 冷凍機吐出圧力と冷凍能力

冷凍機吐出圧 (atm)	冷凍能力 (%)
2.0	100
2.5	84
3.0	73
3.5	64
4.0	59
4.5	50

ただし、吐出圧 2 atm のときの冷凍能力 (400W) を 100% とする。

冷凍機運転条件	
○	ヘリウムガス流量：13.8 g/sec
○	ヘリウムガス吹き込み側最大圧力：1.8 atm
○	ヘリウムガス吹き込み側ガス温度：20 K

表 3.2 液体水素の蒸気圧と凝縮熱

温 度 (K)	H ₂		D ₂	
	蒸気圧 (Pa)	凝縮熱 (J/mol·K)	蒸気圧 (Pa)	凝縮熱 (J/mol·K)
14	7.38×10^3	908	9.99×10^2	1241
16	2.04×10^4	922	4.07×10^3	1257
18	4.60×10^4	926	1.22×10^4	1265
20	8.99×10^4	917	2.93×10^4	1265
22	1.58×10^5	894	6.05×10^4	1253
24	2.57×10^5	853	1.11×10^5	1230
26	3.93×10^5	792	1.89×10^5	1191
28	5.73×10^5	702	2.99×10^5	1138
30	8.04×10^5	567	4.50×10^5	1065

表 3.3 気体水素の物性定数

	温度 (K)	圧力 (atm)	H ₂	D ₂
粘 度 ($\times 10^{-6}$ poise)	20	1	—	13
	30	1	—	19
	40	1	—	26
	60	1	—	37
	80	1	37	48
	100	1	42	57
	273	1	84	117
比 熱 (J / mol · K)	20	1	20.79	20.59
	25	1	—	20.59
	40	1	21.32	24.78
	60	1	21.15	27.79
	80	1	21.66	29.3
	100	1	22.63	30.14
	273	1	28.42	28.8
熱伝導度 ($\times 10^{-4}$ J/cm · sec K)	20	1	1.7	2.2
	40	1	3.1	—
	77	1	5.23	4.2
	157	1	11.8	8.1
	273	1	17.5	12.8

表 3.4 液体水素の物性定数

	温度 (K)	H ₂	D ₂
粘 度 ($\times 10^{-6}$ poise)	19	151.5	—
	20	139.2	350
	21	128.4	328
	22	118.7	304
	23	110.5	280
	24	102.6	256
比 熱 (J / mol · K)	19	17.68	22.09
	20	19.06	22.94
	21	20.56	23.88
	22	22.13	24.77
熱伝導度 ($\times 10^{-3}$ J/cm · sec · K)	19	0.973	0.96
	20	0.985	0.992
	21	0.999	1.025
	22	1.07	1.05
	23	—	1.075
密 度 ($\times 10^{-3}$ g / cm ³)	19	72.0	172
	20	70.9	170
	21	69.8	168
	22	68.6	166
	23	67.3	164
	24	66.0	162
	25	64.5	159

表 3.5 低温ヘリウムの粘度

$\mu = 2.6693 \times 10^{-5} \frac{\sqrt{MT}}{\sigma^2 \Omega_v} \text{ (g/cm} \cdot \text{sec)}$ <p>M : 分子量 T : 温度 (K) $\sigma = 2.58$ $\xi/k = 10.2$</p>			
kT/ ξ	Ω_v	kT/ ξ	Ω_v
1.5	1.314	1.9	1.197
1.6	1.279	2.0	1.175
1.7	1.248	2.1	1.156
1.8	1.221	2.2	1.138

表 3.6 ヘリウムガス凝縮器入口温度の影響

ヘリウムガス凝縮器入口温度(K)	出口温度(K)	除去熱量(J/sec)	管内熱伝達係数(J/cm ² sec·K)	管外熱伝達係数(J/cm ² sec·K)	総括伝熱係数(J/cm ² sec·K)
15	15.70	52.9	0.4907	0.1478	0.1074
16	16.62	47.4	0.4941	0.1572	0.1125
17	17.55	41.5	0.4973	0.1687	0.1184
18	18.46	35.1	0.5003	0.1832	0.1257
19	19.37	28.0	0.5030	0.2028	0.1348
20	20.27	20.4	0.5055	0.2331	0.1479
21	21.15	11.6	0.5079	0.2993	0.1704

ただし、凝縮器温度は 22 K である。

表 3.7 ヘリウムガス冷凍機吐出圧力と各所での圧力の関係

冷凍機吐出側	凝縮器入口	シールド筒入口	コールドボックス出口	冷凍機吹込み側
3.4	2.67	2.62	1.77	0.790
3.5	2.79	2.75	1.95	1.13
3.6	2.92	2.88	2.12	1.40
3.7	3.04	3.00	2.28	1.64
3.8	3.16	3.12	2.44	1.85
3.9	3.28	3.24	2.59	2.04
4.0	3.39	3.36	2.74	2.22

単位 (atm)

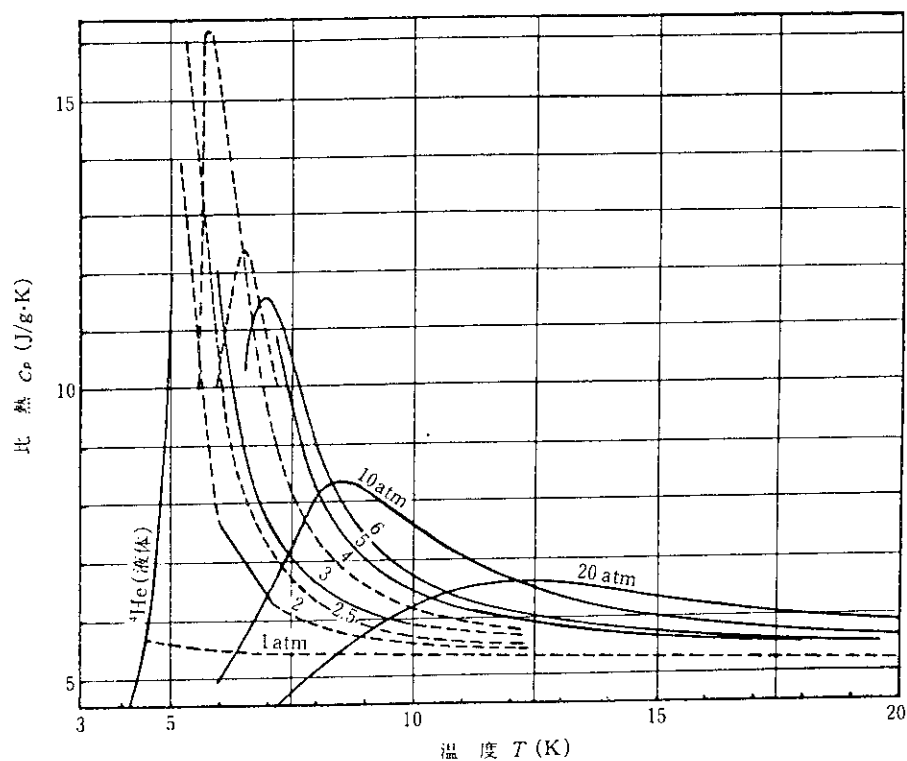


図 3.1 低温ヘリウムの比熱

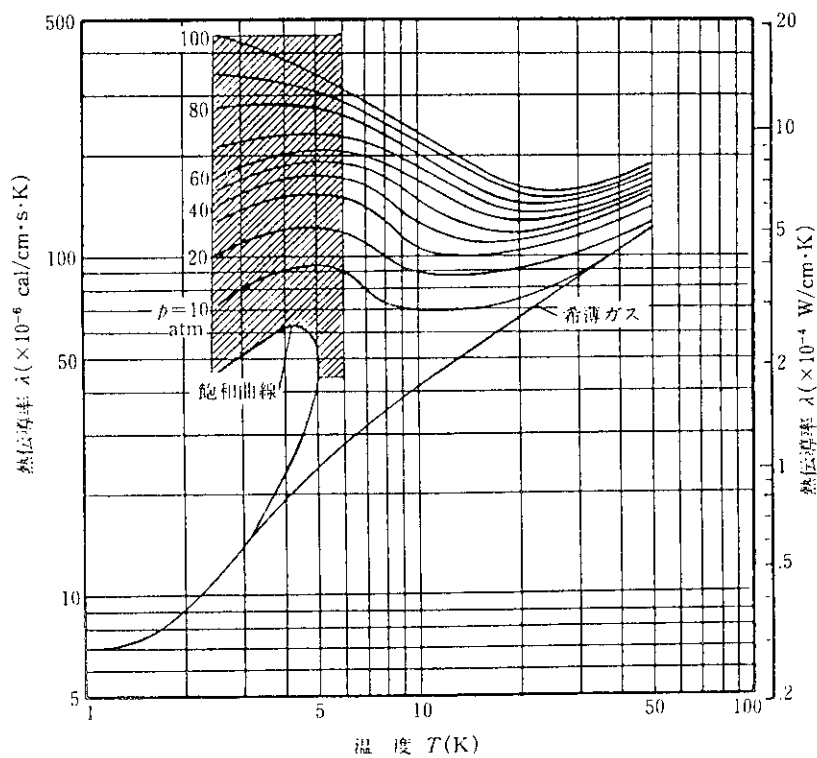


図 3.2 低温ヘリウムの熱伝導度

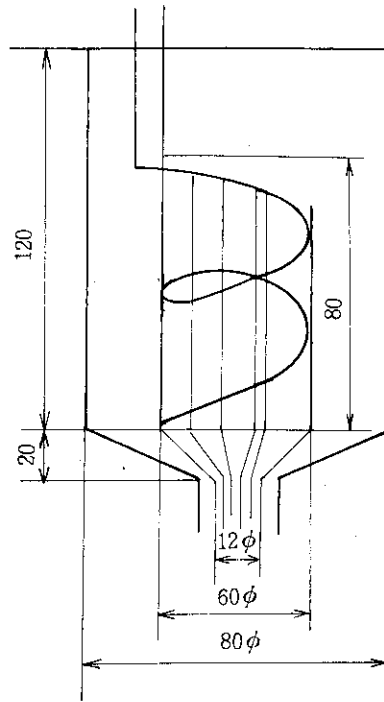
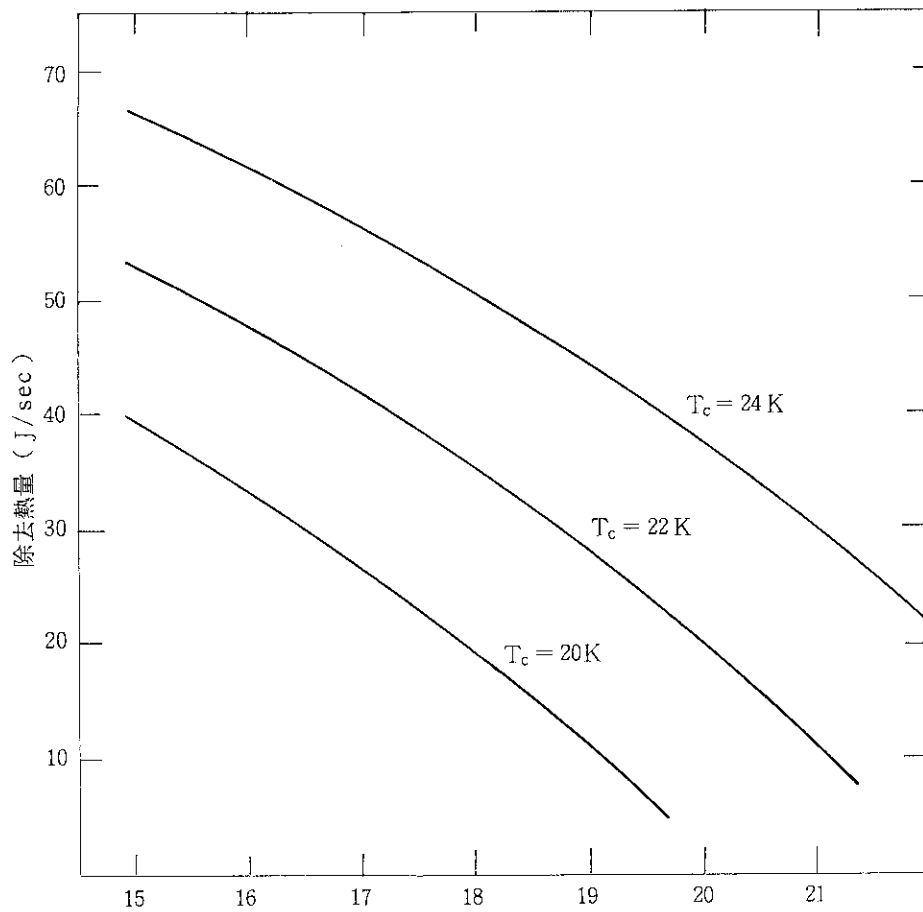
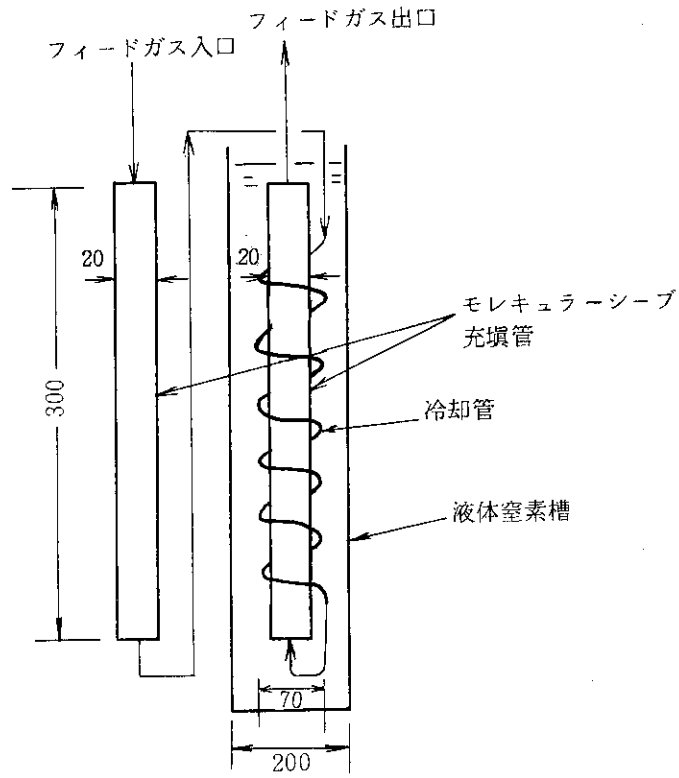


図 3.3 凝縮器構造図



冷媒ヘリウムガス凝縮器入口温度 (K)
 T_c : 凝縮器温度

図 3.4 冷媒ヘリウムガス凝縮器入口温度と除去熱量



寸法 : mm

図 3.5 低温吸着塔及び乾燥塔構造図

4. 主要機器の構造

4.1 蒸留塔

蒸留塔は、図 4.1 に示すように、凝縮器、再沸器及び充填部から構成されており、各々は交換可能なようにフランジ構造となっている。充填部と再沸器には、冷媒ヘリウムガスが流れる外部コイルチューブ（図 4.1 及び表 4.1 中の⑩）を設け 20 K 前後に冷却することができる。蒸留塔外周は、シールド筒からの熱輻射を防止するために多重層断熱材で覆う。再沸器は、液体水素の突沸及び液面の振動を防ぐために円筒状金網（SUS-304 L 製）を内蔵しており、底部に挿入した抵抗発熱体で加熱する。蒸留塔のフィードガス供給配管は、塔中央部（充填部、図 4.1 及び表 4.1 中の⑪）に一個所、抜き出し配管は、塔頂（凝縮器部、図 4.1 及び表 4.1 中の⑫）及び塔底（再沸器部、図 4.1 及び表 4.1 中の⑬）に各一個所、塔中央部（充填部、図 4.1 及び表 4.1 の⑭、⑮）に 2 個所設けている。また再沸器上部には、再沸器より発生する蒸気をサンプリングするための抜き出し配管（図 4.1 及び表 4.1 中の⑯）を設けている。なお、フィードガス供給配管には、供給ガス温度を所定温度に制御するための抵抗発熱体（図 4.1 及び表 4.1 中の⑰）を設置している。蒸留塔内の操作圧力を測定するための導圧管は、塔頂部、充填部下及び再沸器底部に各一個所ずつ取付けている（図 4.1 及び表 4.1 中の⑱、⑲、⑲）。以上の配管、蒸留塔支持金具（図 4.1 及び表 4.1 中の⑳）及び冷媒ヘリウムガス配管（図 4.1 及び表 4.1 中の㉑、㉒）は、コールドボックス上部液体窒素槽を貫通して上部フランジに接続している（図 4.1 及び表 4.1 中の㉓～㉕）。蒸留塔各部操作温度測定用の温度検出部は、図 4.1（TE-DT, DM, DB, C, F, TDE-C1, C2）に示す位置に取付けている。これら配管等の材質、規格を表 4.1 に示す。

4.2 コールドボックス

コールドボックスは、図 4.1 に示すように中心部に蒸留塔を設置した多重円筒型構造となっている。コールドボックス内の空隙は、熱伝導を防止するための真空断熱層として機能する。上部液体窒素槽（図 4.1 及び表 4.1 中の㉖）、側面液体窒素槽（図 4.1 及び表 4.1 中の㉗）は、上部フランジ及び外周面からの熱輻射を防止するためのものである。シールド筒（図 4.1 及び表 4.1 中の㉘）は、液体窒素槽からの熱輻射を防止するためのものである。本シールド筒には冷媒ヘリウムガスの流れるコイル状冷却管を取付けるとともに、断熱及び冷却の効果を高めるための多重層断熱材を巻いている。熱交換器（図 4.1 及び表 4.1 中の㉙）は、上部液体窒素槽と蒸留塔凝縮器上部の空間に設置する（3章3節参照）。冷媒ヘリウムガスの流量調節弁及びストップ弁（図 4.1 及び表 4.1 中の㉚及び㉛）は、熱侵入を防止するために上部液体窒素槽と蒸留塔凝縮器上部の空間に設置する。また、冷媒ヘリウムガス温度を制御するための加熱器は（約 170 W）、上部液体窒素槽の上方に設置する。

表 4.1 極低温蒸留系本体部の仕様

部品類 番号	名 称	材 質 ・ 規 格	備 考
1	冷媒Heガス配管取合い	ミニコンフラットフランジ	真空断熱配管
2	冷媒Heガスオリフィス部圧力検出用導管取合い	"	
3	蒸留塔ガス抜き配管取合い	"	
4	圧力検出用導圧配管取合い	"	
5	蒸留塔フィードガス配管取合い	"	
6	蒸留塔冷却用ヘリウムガスストップ弁	SUS 304 L	
7	凝縮器等冷却用ヘリウムガス流量調節弁	"	
8	" 記録計	"	
9	シールド筒冷却用コイルチューブ	シールド筒, コイル: 銅	
10	蒸留塔本体冷却用コイルチューブ	銅	
11	フィードガス供給配管	SUS 304 L	
12	塔頂ガス抜き配管	"	
13	塔底ガス "	"	
14	塔中央上部 "	"	
15	塔中央下部 "	"	
16	再沸器蒸気 "	"	
17	塔頂圧力検出用導圧配管	"	
18	充填部下部圧力 "	"	
19	再沸器液底部 "	"	
20	側面液体窒素槽供給管	SUS 304	
21	上 部 "	"	
22	側面液体窒素槽蒸発管	"	
23	上 部 "	"	
24	真空計検出部ポート	"	
25	蒸留塔吊金具	"	
26	上部液体窒素槽	"	
27	側面 "	"	
28	熱交換器		
29	シールド筒		
30	抵抗発熱体 (シース付)		
31	冷媒Heガス温度調節用抵抗発熱体		
32	再沸器液底部導圧配管気化用抵抗発熱体		
33	フィードガス温度調節用抵抗発熱体		
34	充填物支持体	円垂形金網: SUS304 L	
35	Oリング・ガスケット	金属: アルミ, 銅	
36	"	ヘリコフレックス	
37	"	(又はAlガスケット) ヘリコフレックス	
38	"	(又はAlガスケット) ヘリコフレックス	
39	コールドボックス上部フランジ	SUS 304	
40	コールドボックス真空排気ノズル	"	

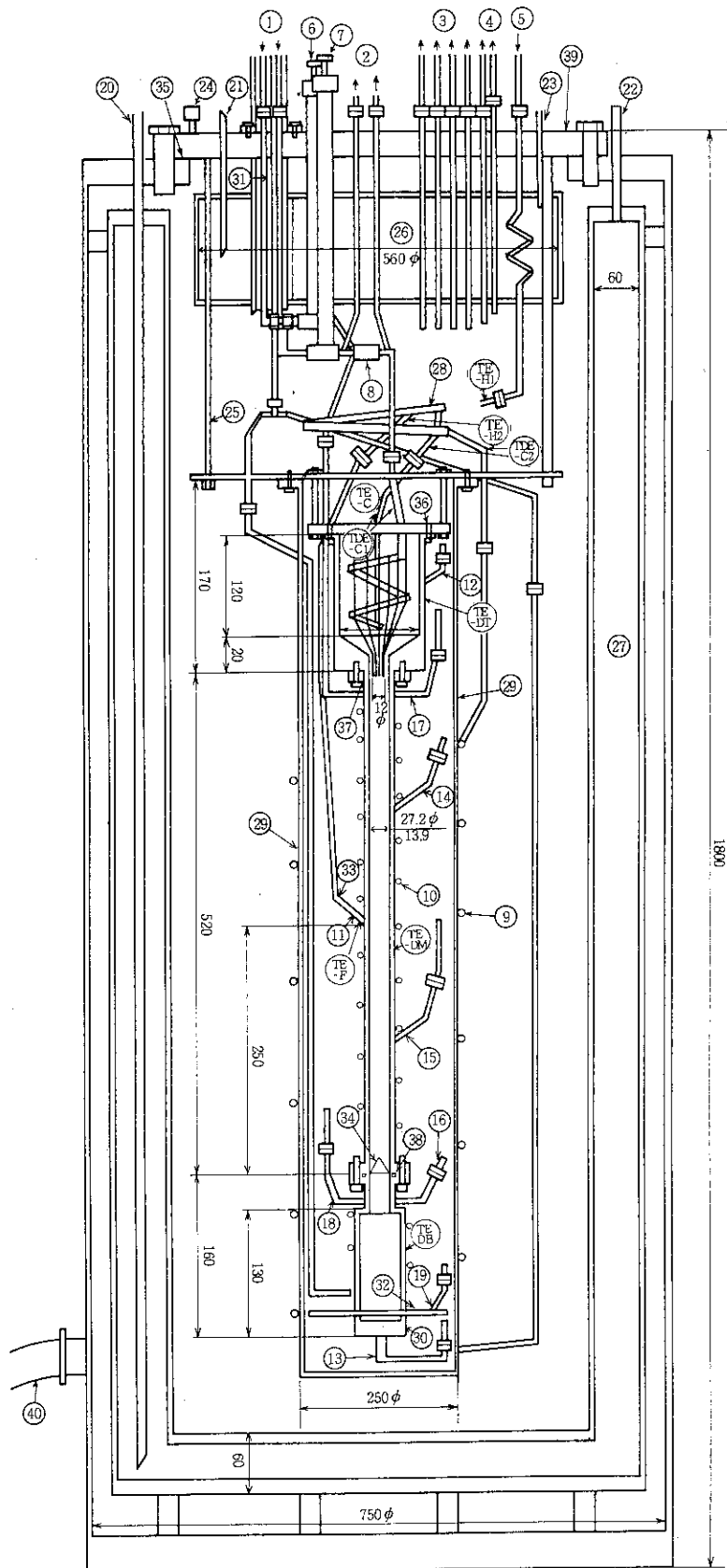


図 4.1 極低温蒸留系の構造

[表 4.1 極低温蒸留系本体部の仕様]

5. 計装制御系統

5.1 計装設計

(1) 圧力計

本実験装置における操作圧力は1～3 atmであり、この範囲において実験目的を満足する精度（有効数字3ケタ）の圧力計として静電容量式圧力計（バラトロン）を採用する。極低温蒸留系の圧力は、測定箇所の温度が極低温（約20 K）であるため、当該箇所より導圧細管（1/8"）でコールドボックス外に引き出した位置に圧力検出部を取り付ける。その他のプロセス系圧力はいずれも常温の配管部分で測定が可能であり、圧力検出部は直接当該箇所に取り付ける。

(2) 差圧計

本実験装置において差圧測定が必要な箇所は蒸留塔充填部であり、最大差圧約10 Torr、有効数字3ケタの精度の差圧計として静電容量式差圧計（バラトロン）を採用する。

(3) 流量計

(i) プロセスガス循環系

プロセスガス循環系内の水素同位体ガス流量は、塔頂及び塔底ガス抜き出し配管系で最大4ℓ-STP/min (2.78×10^{-3} mol/sec)、充填部ガス抜き出し配管系で最大8ℓ-STP (5.56×10^{-3} mol/sec)、フィードガス供給配管系で最大12ℓ-STP/min (8.34×10^{-3} mol/sec)となる。蒸留塔を含むプロセスガス循環系内の圧力変動が起こっても気体のモル流量を一定に保つために、各々の配管系の最大流量に適合する質量流量制御計を採用する。

(ii) 実験ガス供給系

本系統では、H₂、D₂及びHeを所定流量で供給することのできるように質量流量制御計を使用する。

(iii) 冷媒供給系

極低温ヘリウムガスの流量計として一般的なオリフィス差圧式の流量計を採用する。ただしオリフィス部の圧力検出部は、導圧細管（1/8"）で常温部に引き出して取付ける。

(4) 温度計

本実験装置における温度域は、(i)20 K前後、(ii)80～300 K及び(iii)300 K以上の3つの領域に分けられる。このうち(i)には金-コバルト熱電対、(ii)には銅-コンスタンタン熱電対、(iii)にはクロメル-アルメル熱電対を用いる。

(5) 液面計

極低温用の液面計が十分に開発されていないので、再沸器内に滞留する液体水素量を正確に測

定することは容易ではない。本実験装置では、液底部と液上部気相との差圧を測定することにより液面を測定する。ただし、液底部導圧配管には、管内液体水素気化用抵抗発熱体を取付ける。液体水素は密度が小さく、差圧測定には高精度が要求されるため、差圧計として静電容量型圧力計（バラトロン、最大差圧：1 Torr，有効数字：3ケタ）を用いる。なお、再沸器液面は蒸留操作を行う際に振動することが予想されるので、導圧配管内に緩衝部を設ける。

極低温蒸留系コールドボックス、低温吸着塔の液体窒素の液面測定には、抵抗式液面計を採用する。この液面計は、液体窒素自動補給用電磁弁の動作信号を出力できる。

(6) 真空計

本実験装置において真空度を測定すべき箇所は、蒸留塔本体、極低温蒸留系のコールドボックスの2箇所である。極低温蒸留系のコールドボックスには、 10^{-5} mmHg 以下の真空度を測定できるペニング真空計等を使用し、蒸留塔本体には、測定範囲が $10^{-3} \sim 10^{-4}$ のピラニ真空計等を用いる。

以上の計器類の概略仕様を、表 5.1 に示す。

5.2 運転及び制御方法

本実験装置の運転は、原則として冷媒ヘリウムガス温度と流量、蒸留塔供給抜き出しガス流量、再沸器ヒーター容量等をそれぞれ所定の値に手動設定して行う。従って蒸留塔内圧力は、再沸器ヒーター容量と等しい除去熱量がコンデンサーで得られる凝縮器温度（図 3.2 参照）、及び凝縮器内水素同位体ガス組成によって決定される。

表 5.1 計器類の仕様

計器	タグ記号	測定対象	仕様
圧力計	PR-DT	塔頂圧力	静電容量式絶対圧力計, 最大圧力: 1000, 10000 Torr 併用, 分解能: 1/10000
	PR-T, S, B	プロセスガス循環系圧力	静電容量式絶対圧力計, 最大圧力: 2kg/cm ² ・G, 分解能: 1/500
	PR-H, D	実験ガス供給圧力	静電容量式絶対圧力計, 最大圧力: 2kg/cm ² ・G, 分解能: 1/500
差圧計	TDR	充填部圧力損失	静電容量式差圧計 最大差圧: 10 Torr, 分解能: 1/10,000
真空計	VG-1	蒸留塔コールドボックス真空度	ペニング真空計, 真空度: 10 ⁻³ ~ 10 ⁻⁶ Torr
	VG-2	プロセスガス循環系真空度	ピラニ真空計, " : 10 ⁻² ~ 10 ⁻⁴ Torr
液面計	LV-N1 ~ N4	液体窒素槽液面	抵抗式, 液体窒素自動供給用信号計付き
	LV-R	再沸器液面	静電容量式液面計(差圧計) 最大差圧: 1 Torr, 分解能: 1/10,000
流量計	FRC-T, B	プロセスガス循環系 塔底及び塔頂ガス流量	質量流量計, 制御計付き, 最大流量: 5ℓ-STP/min
	FRC-S	プロセスガス循環系 サイドカットガス流量	質量流量計, 制御計付き, 最大流量: 10ℓ-STP/min
	FRC-F	プロセスガス循環系 供給ガス流量	質量流量計, 制御計付き, 最大流量: 20ℓ-STP/min
	FR-R	再沸器ヒータ校正用	質量流量計, 最大流量: 100ℓ-STP/min
	FRC-H ₂ , D ₂ , He	実験ガス供給系ガス流量	質量流量計, 制御計付き, 最大流量: 5ℓ-STP/min
	FR-C	冷媒ヘリウムガス流量	オリフィス差圧式流量計 圧力検出部: 静電容量式差圧計(最大圧力: 100 Torr, 分解能: 1/10,000) 静電容量式絶対圧計(最大圧力: 5kg/cm ² ・G, 分解能: 1/500) 温度検出部: 銅-コンスタンタン熱電対 (測温範囲: -200 ~ 50°C) 金-コバルト熱電対 (測温範囲: 15 ~ 80 K)
温度計	TR-C	コールドボックス内冷媒ガス温度	金-コバルト熱電対(測温範囲: 15 ~ 80 K)
	TR-DT, DM, DB	蒸留塔内水素温度	" " (" : ")
	TR-F	供給ガス入口温度	" " (" ")
	TR-H1, H2	熱交換器水素ガス温度	" " (" ")
温度差記録計	TDR-C1	凝縮器入口及び 出口冷媒ガス温度差	" " (" ")
	TDR-C2	熱交換器入口及び 出口冷媒ガス温度差	" " (" ")
記録計	-	多点式記録計	
	-	多ペン式記録計	

6. 結 言

核融合炉トリチウムシステムを対象とする深冷蒸留塔による水素同位体分離法を確立するために、水素一重水素を用いる深冷蒸留塔の設計検討を行った。以下に本報の主要な結論を列挙する。

- (1) 蒸留塔凝縮器，熱交換器等主要機器について，熱交換部の形状，流体の物性，流速，相変化の有無等に基づく熱伝達係数の推算手法を中心にその設計手順を示すとともに，安全側設計の考え方を明らかにした。
- (2) 凝縮器の除去熱量と冷媒ヘリウムガス温度との定量的関係を検討し，凝縮器除去熱量の調節に必要な情報を得た。
- (3) 蒸留塔への侵入熱量に対する定量的評価法を例示し，侵入熱低減のための対策についての検討を行った。
- (4) ヘリウム冷凍機を含む装置全体の熱収支，冷媒ガスラインの圧損の算出法を示し，冷凍機性能との密接な関連性を明らかにした。
- (5) 実験装置の構成法を示すとともに，装置の計測制御方式を検討した。本報で示された深冷蒸留システムの主要構成機器の設計概念及び設計計算法は，今後仕様の異なった深冷蒸留システムを設計する場合においても極めて有用である。
- (6) 本設計において，工学データの不足が示された同位体平衡器について基礎データを蓄積していくとともに，本報で推算した熱伝達係数の妥当性を実験研究と平行させて検証していくことが，今後の設計研究として重要である。

謝 辞

本稿は，当研究室において著者一同が行った設計の結果を要約したものであるが，その過程において有用な御助言を頂いた成瀬雄二研究室長，御指導を頂いた田中正俊核融合研究部長に深く感謝致します。

6. 結 言

核融合炉トリチウムシステムを対象とする深冷蒸留塔による水素同位体分離法を確立するために、水素—重水素を用いる深冷蒸留塔の設計検討を行った。以下に本報の主要な結論を列挙する。

- (1) 蒸留塔凝縮器，熱交換器等主要機器について，熱交換部の形状，流体の物性，流速，相変化の有無等に基づく熱伝達係数の推算手法を中心にその設計手順を示すとともに，安全側設計の考え方を明らかにした。
- (2) 凝縮器の除去熱量と冷媒ヘリウムガス温度との定量的関係を検討し，凝縮器除去熱量の調節に必要な情報を得た。
- (3) 蒸留塔への侵入熱量に対する定量的評価法を例示し，侵入熱低減のための対策についての検討を行った。
- (4) ヘリウム冷凍機を含む装置全体の熱収支，冷媒ガスラインの圧損の算出法を示し，冷凍機性能との密接な関連性を明らかにした。
- (5) 実験装置の構成法を示すとともに，装置の計測制御方式を検討した。本報で示された深冷蒸留システムの主要構成機器の設計概念及び設計計算法は，今後仕様の異なった深冷蒸留システムを設計する場合においても極めて有用である。
- (6) 本設計において，工学データの不足が示された同位体平衡器について基礎データを蓄積していくとともに，本報で推算した熱伝達係数の妥当性を実験研究と平行させて検証していくことが，今後の設計研究として重要である。

謝 辞

本稿は，当研究室において著者一同が行った設計の結果を要約したものであるが，その過程において有用な御助言を頂いた成瀬雄二研究室長，御指導を頂いた田中正俊核融合研究部長に深く感謝致します。

REFERENCES

- (1) J. R. Bartlit, W. H. Denton and R. H. Sherman : Proc. 3rd Topical Mtg. on Technol. of Controlled Nuclear Fusion, Santa Fe, NM, May 9-11, 1978.
- (2) W. R. Wilkes : MLM-2502, p. 10, Mound Laboratory, Miamisburg, Ohio (1978).
- (3) R. H. Sherman, J. R. Bartlit and D. R. Veirs : Nucl. Technol./Fusion, 6, 625 (1984).
- (4) J. R. Bartlit, R. H. Sherman and R. A. Stutz : Cryogenics, 19, 275 (1979).
- (5) W. R. Wilkes : Proc. Int. Conf. Radiation Effects and Tritium Technology for Fusion Reactors. Gatlinburg, Tennessee, September 30 - October 5, 1975, CONF-750989, IV, 266 (1976).
- (6) M. Kinoshita : Doctoral Dissertation, Kyoto University (1983).
- (7) M. Kinoshita : JAERI-M 84-160 (1984).
- (8) M. Kinoshita : "Drastic Reduction of Computing Time in Dynamic Simulation for Hydrogen Isotope Distillation Columns," To be published in Fusion Technol.
- (9) T. Yamanishi and M. Kinoshita : J. Nucl. Sci. and Technol., 21, 61 (1984).
- (10) T. Yamanishi and M. Kinoshita : J. Nucl. Sci. and Technol., 21, 853 (1984).
- (11) H. Yoshida et al. : J. Nucl. Sci. and Technol., 19, 578 (1982).

- (12) T. Kanegae : Private communication, Osaka Sanso Kōgyo Ltd. (1985).
- (13) H. M. Rober, G. E. Childs, R. D. McCarthy and P. E. Angerhofer : National Bureau of Standards Technical Note 641, 122 (1973).
- (14) Nihon Kagakukai : "Kagaku Binran Kisoheh," Maruzen, Tokyo (1965).
- (15) T. Kanegae : Private communication, Osaka Sanso Kōgyo Ltd. (1985).
- (16) Teionkōgaku Kyōkai : "Teionkōgaku Handbook," Uchida Rōkakuho Shinsya (1982).
- (17) Nihon Kikaigakkai : "Dennetsukōgaku Shiryō," Maruzen, Tokyo (1978).
- (18) Kagakukōgaku Kyōkai : "Kagakukōgaku Binran," 4th Ed., Maruzen, Tokyo (1978).
- (19) T. Yamanishi and M. Kinoshita : Private communication, Japan Atomic Energy Research Institute (1984).
- (20) M. Kinoshita : Private communication, Japan Atomic Energy Research Institute (1985).
- (21) G. Horrath and K. Kawazoe : J. Chem. Eng. Japan, 16, 470 (1983).
- (22) J. R. Bartlit and R. H. Sherman : Private communication, Los Alamos National Laboratory (1984).