

1-3 高圧ガスの取り扱い¹

概要

酸素や水分の影響しない環境での実験で使用するガスボンベや、低温実験に必要な寒剤は法律上「高圧ガス」に分類される。主に物理や化学、生物などの実験科学者が実験室で使用することを念頭に置き、高圧ガスの取り扱いや注意すべきことを述べる。

1. はじめに

我々は、主には窒素と酸素の混合物である「空気」が存在する空間で生活している。何もしなければ、我々が実験室で行う各種の実験は空気雰囲気下での現象を観測していることになる。しかし、酸素との接触を嫌う化学反応を行う必要はあるだろうし、空気中に含まれている水分が実験に悪影響を及ぼす場合もある。有機合成実験において酸素や水分の影響を受けさせず、目的の反応に干渉しないアルゴンや窒素でフラスコ内を置換することがよく行われる。また、低温実験では沸点の低い窒素やヘリウムが、溶接時にはアセチレンガスが、ガラス細工などのためのガスバーナーには酸素ガスが使われている。これら、目的のガスを実験室で移用する場合、我々は当該ガスが封入されたガスボンベを利用する。通常、実験室で最も普及しているのは、背丈ほどの高さの一抱えくらいの筒状の容器である。図1のようなガスボンベを一度は見たことがあるだろう。都市ガス通っていない地域では燃料用ガスが充填されている一回り大きいボンベを見ることもあるかもしれない。

このガスボンベ、大して大きくはない。どれほどの肉厚かわからないが、あのボンベの中のガスは縁日で見かける風船を何個膨らますことができるのであろう？あるいは有機合成実験のフラスコを数回置換しただけで終わってしまうのではない？しかしそれでは実用的ではないし、そもそも容器の中が大気圧と同じであったらバルブを開けても中のガスはボンベの外に出ない。実はガスボンベの中は高い圧力で封入することにより、多くの分子量を内包できるようにしてある。

図1に示すこの容器は7 m³容器と呼ばれている。あの縦長容器の中は小さいように見えて7 m³もあるのか、と思うのは間違いである。標準状態(273 K, 1 気圧)に換算すると7 m³の体積を占める分子量が詰め込まれているという意味である。標準状態では1モルの気体は22.4 Lを占めるので7/0.0224=312モルの気体分子が入っていることになる。7 m³という体積は広さ約一坪(3.3 m²)、高さ約2 mの部屋の体積とほぼ同じである。神田川沿いの(神田川に沿ってなくてもよいが)三畳一間



図1 高橋研で使用している7 m³ヘリウムガスボンベ

¹ 執筆者 物理学科 助教 開康一(ko-ichi.hiraki@gakushuin.ac.jp)

の小さな下宿は高圧ガスポンベを 1 本半程使うと部屋を目的のガスで満たすことが出来てしまうわけである。

逆の計算をやってみよう。ガスポンベを注文すると 150 気圧に充填された状態で納入される。温度が同じであれば、体積はほぼ $1/150$ になるので $7\text{m}^3/150 \sim 0.047 \text{ m}^3$ 。つまりポンベの容積は 50L 程度であることがわかる。高圧ガスポンベは 7m^3 (1L フラスコの置換を 7000 回) のガスを小さいスペースで用いることができる。また、大気圧より十分に大きい圧力を利用して容器内の液体窒素を追い出す際にも便利である。しかし、150 気圧は大きすぎるし、使用しているうちにガスポンベ内のモル数(\propto 圧力)が減るので中の圧力もガスの放出に従って減少する。そのため、適当に減圧して使いやすい圧力に保って使用することが多い。

液体窒素を使うことができる環境であれば、純ガスが必要な場合、後述のように液体窒素容器から自然蒸発する窒素ガスを用いることもある。同じモル数であれば一気圧の下で液相の方が数百倍も体積が小さいので貯蔵/運搬に便利である。

高圧ガスポンベにしる、液体窒素にしる、標準状態の(窒素)ガスに比して体積当りのモル数が非常に大きいということから、法律でこれらは「高圧ガス」として指定されている。高圧ガスは取り扱いを誤ると危険なものであるため、「高圧ガス保安法²」の下で運用されなければならない。法律的には高圧ガスの定義は高圧ガス保安法により下記のように定められている。

高圧ガスとは

「常用の温度において圧力が 0.2MPa 以上となる液化ガスであって、現にその圧力が 0.2MPa 以上であるもの又は圧力が 0.2MPa となる場合の温度が 35 度以下である液化ガス,, (以下省略)」

と、書かれているが、何を言っているのかよくわからない。法律の言葉はわかりづらい。要するに、「標準状態では大きな体積を占めるモル数の分子の集合を高圧、又は液化することにより体積を小さくしてあるもの」を指していることと想像できる。我々実験科学者が使用するガスポンベや液化窒素(液体窒素とも呼ぶ)は高圧ガスに区分されている。高圧ガスを一定量以上扱う場合は高圧ガス保安法の枠内で高圧ガスを運用しなければならない。学習院大学理学部も高圧ガス事業所として定められている。しかし、高圧ガス保安法は石油会社やガス会社の事業所で使われることを想定している法律なので、この法律を一生懸命勉強しても、我々実験科学者にとって役に立つことは少ない。本稿では実験科学を研究するための実験室で、ガスポンベや液化ガス、つまり、高圧ガス保安法で言うところの「高圧ガス」を使う場合の方法、その際注意することをまとめる。

2. ガスポンベ

2.1. 一般

² 1997 年までは「高圧ガス取締法」であったものが規制緩和により法律が改正された。

ガスボンベは、法律(容器保安規則)により、内容物によってボンベ本体の色が以下のように定められている。ただ、日本の法律で決められている規則なので諸外国とは必ずしも一致していない。

- 二酸化炭素（炭酸ガス）：緑色
- 酸素：黒色
- 塩素：黄色
- 水素：赤色
- アンモニア：白色
- アセチレン：褐色
- その他の種類：灰色

ヘリウムも窒素もアルゴンなどは「その他」として灰色のボンベに充填される。使用/保管する場合は図1のようなガスボンベスタンドに立てる。ガスボンベは150気圧もの高圧で運搬されることに耐えられなければいけないので頑丈である。鉄製なので当然重い。何かの拍子で転倒すると危険であるのでしっかりと固定すること。

2.2 使用方法

ボンベ内のガスを実験に使用する場合は容器上部に取り付けたバルブを通して取り出す。150気圧に充填されたガスボンベのバルブをそのまま開けるだけでは常圧の差のため勢いよくガスが噴出する。ボンベの中のガスが減ってくると圧力が減少し、それに伴い、勢いに変化する。圧力が高すぎることとその圧力が安定していないことが実用上問題である。実験では減圧弁(レギュレータ)を使用する。減圧弁とは高圧の気体または液体を減圧し一定圧力に保持して用いるための調節弁である。一般的な減圧弁の模式図を図に示す。減圧弁の入口と出口のそれぞれの圧力を示す二つのゲージがついている。

減圧弁入口圧力はそのままガスの残量と読み替えることができる。実験に使用する場合は、(1) ボンベ本体のバルブを開く、(2) 減圧弁で適正な圧力にする、(3) 減圧弁出口バルブを開けて実験し使用する、の順序で行う。使用が終わった場合は逆の順序にすればよい。手順2で、ガスを出すためにはこのバルブを右に回すことに注意すべきである。多くのバルブは右回しは閉じる方向なので、感覚的には奇異に感じられるかもしれない。図に示すように矢印と increase/decrease などの注意が書かれてある。



図 2. 窒素ガス用減圧弁(左)とヘリウムガス用減圧弁(右).
ヘリウム用の減圧弁入口は逆ねじであることを示す筋が彫ってある。

2.3 注意点

また、注意すべきなのは、ガスの種類に対応した減圧弁を使うことである。窒素、アルゴンガスボンベは純ネジ、ヘリウムなどは逆ネジである。したがって窒素用の減圧弁はヘリウムボンベに装着できない。逆ネジのものは図に示すように筋がついている。逆ねじの減圧弁を着脱する際、特に取り外す際は注意しなければならない。ヘリウム用が逆ネジであることを知らないまま、ネジを無理に回そうとし、大きな力を加えた挙句、減圧弁そのものを破壊してしまい、ガスが勢いよく噴出してボンベがあらぬ方向に飛んでいったという事故例が報告されている。

2.4 ボンベ内のガスを使い切った後

内部に空気が入ることを防ぐため、完全に使い切ることは避けるべきである。多くの場合、ガスを購入する場合、中身のガスのみを購入し、容器はガス販売者のものを使用する。若干のガスを残した状態で返却することが望ましい。また、使用後のボンベは速やかに販売者に引き取ってもらうべきである。容器を買い取って使用している場合は定期的に検査を受けることが義務付けられている。期限を過ぎたボンベへの充填は禁止されている。

3. 液化ガス

ボンベのガスだけでなく、たとえば液化窒素のような液化ガスも高圧ガス保安法の適用を受ける。以下では主に液体窒素と液体ヘリウムを念頭に置いて液化ガスについて述べる。

3.1 窒素(N₂)

3.1.1 一般

高圧ガス保安法では我々がよく「液体窒素」と呼んでいるものは「液化窒素」と呼ぶ。本稿でもこれ以降液化窒素と呼ぶ。

液化窒素の一気圧下での沸点は 77.3K、密度は 0.8kg/L である。たった 1L の液化窒素は一気圧では 700L 以上のガスになる。このことを利用して純ガスの代わりに蒸発ガスを利用する方法も広く用いられている。図のような装置を組み立てることによりボンベを用意することなく実験室で純ガスを利用できる。尚、南 7 号館ではコールドエバポレータ(CE と略す。南 1 号館横にあるような大型の液体窒素容器のこと)からの蒸発ガスを各実験室に供給している。このことにより、各実験室(研究室)で管理しなければならない窒素ボンベの数を大幅に減少させることができた。

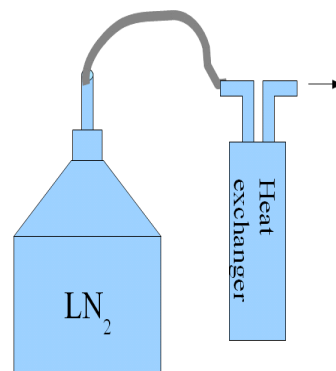


図 3 液体窒素容器から純窒素ガスを得るための装置の概念図

3.1.2 液化窒素容器

蒸発を抑えるために断熱容器に入れて保管する。下に一般的な液化窒素容器の模式的な図を示す。真空断熱層によって熱の浸入を抑えた構造になっている。図を見てもわかるとおり、

断熱真空層の中に液溜めがぶら下がった構造をしている。そのため、力学的に弱いので大きな衝撃は与えるべきではない。また大きく傾けることも極力避けるべきである。

デュワー瓶

1898年に水素の液化に成功したことで有名な Dewar (デュワー)博士は低温容器にもその名を使われている。いわゆる真空断熱容器のことである。シーベル容器とも呼ばれる。10Lから50L程度の容器として用いられている。学習院大学理学部では最も多くの研究グループがこのタイプの容器を運用している。直接注ぐ方法の他、サイフォンで液を取り出す方法も使われている。

自加圧式(セルフアー)

50L以上の大容量の容器として図5のような自加圧式容器が普及している。セルフアーと呼ばれる。断熱真空層によって熱の流入を小さくしている点ではシーベル容器と同様である。一部外界との熱接触をよくしてある(加圧コイル)。この部分につながる弁(加圧弁)を開くことにより、加圧コイルに流れ込んだ液化窒素が蒸発し、容器内部の圧力の上昇を起こす。ガス放出弁を閉じて、液取り出し弁を開けることにより液化窒素を取り出すことができる。また、液取り弁を閉じてガス放出弁を開けることにより純窒素ガスを取り出すことができる。

普段使わない場合、加圧弁と液取り弁を閉じ、ガス放出弁を開けておく。中に液化窒素が入っている場合、少量ずつでもガス放出弁から蒸発ガスが出ている。液化窒素容器と一緒に閉空間に入ることは避けるべきである。特に液化窒素をエレベータで運搬する際は、人間は同乗してはいけない。エレベータを使用する必要がある場合は、液化窒素容器を乗せ、目的の階のボタンを押し、人間は階段を利用して移動するか、あらかじめ目的の階に人間が待機して受け取る。途中の階でエレベータを利用しようとした第三者も液化窒素容器運搬中は当該エレベータを使ってはいけない。

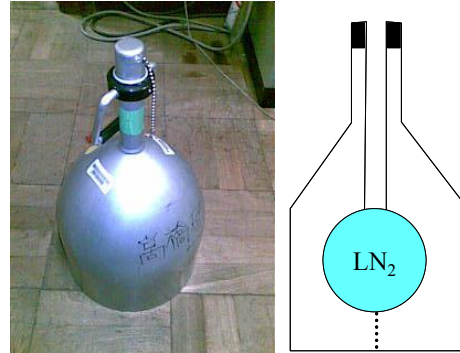


図4. 容積10Lのシーベル容器の概観と構造の模式図。液溜めがぶら下がっている構造なので力学的に弱い。丁寧に扱おう心がけるべきである。

3.2 ヘリウム

3.2.1 一般

ヘリウムは最も小さい気体分子である。常圧での沸点は4.2Kであり、世の中で最も温度の低い寒剤である。寒剤としてのヘリウムの重要さは他のものでは代えられない。

しかし、ヘリウムは日本国内で産出していない。使用量のすべてを輸入に頼っている。最もヘリウムの産出量が多いのは米国である。日本もほとんどの量を米

国から輸入している。地球上のヘリウムガスそのものが希少であることに加えて運送コストがかかるので当然高価である。学習院大学では一部設備を除き、蒸発したヘリウムガスを回収し、それを精製してヘリウム液化機で再度液化し、運用している。ヘリウムを使う場合は回収系の外に逃げないように細心の注意をするべきである。

3.2.2. 液化ヘリウム容器

液化ヘリウムは比熱が小さいので液化窒素用のそれよりも外部からの熱の流入による自然蒸発を抑える工夫がなされている。液化ヘリウムの容器は断熱真空層の中にスーパーインシュレーションと呼ばれるアルミを蒸着したフィルムが何層にも重なって入っている。これは輻射熱を防ぐためのものである。また、首部分は強化プラスチック製であることが多く、しかも長い。いずれも伝導による熱の流入を防ぐための工夫である。気をつけるべきは、「ヘリウム液溜めは細長いプラスチックの首によってのみ支えられている」ことである。したがって力学的強度は非常に弱い。衝撃を与えないよう、傾けないよう細心の注意で運搬すべきである。

3.2.3. 液化ヘリウムの装置への汲み出し

液を取り出す場合、液化窒素のように容器に「注ぐ」ことはできない。比熱が小さいため、とたんに蒸発してしまう。液化ヘリウムを装置に入れるときは液化ヘリウム用転送管(トラン



図 5. 高橋研で使用している 100L セルファー。液を取り出す場合、

1. ガス放出弁を閉じ

2. 加圧弁を開け、

3. 液取り弁を開ける

ガスを取り出す場合は

1. 液取り弁を閉じ

2. 加圧弁を開け、

3. ガス放出弁を開ける

使用後は逆の手順。通常は加圧弁と液取り弁が閉、ガス放出弁が開。

スファータチューブ)という特殊な管を用いて取り出す。

トランスファータチューブとは断熱真空に囲まれた管のことである。多くは「コ」の字型、又は「U」字型である。一見単なる管にしか見えなくても、その中身は二重構造になっており、内側の管と外側の管の間は断熱真空層によって隔てられている。当然力学的に弱い。

まず双方の足をヘリウム容器と装置に差し込み、容器を風船、あるいはヘリウムガスで加圧することで液化ヘリウムを実験装置に送る。注ぐのではなく、管を通して送っているということからヘリウムの場合、液を装置に注入することを「転送」という。ヘリウムの場合は転送管までも魔法瓶構造にしなければいけない。

使用頻度が多いトランスファータチューブは断熱真空が劣化することがある。そうすると外界との熱接触が大きくなり、トランスファータチューブの中で液化ヘリウムが蒸発してしまう。そうなると装置に液を転送することはできない。手で触って冷たい場合は断熱真空層の再排気が必要である。転送作業中、トランスファータチューブ表面に霜がついていることを発見した場合、直ちに作業を中止し、断熱真空層の再排気を行ってからやり直した方がよい。



図 6. 液化ヘリウムを装置に転送している場面. 右図の風船によって容器の圧力を上昇させ装置側に送っている。

4. 安全な実験のために注意すべきこと

高圧ガスを扱う場合、高圧ガス保安法の管理下で行わなければいけないのは、高圧ガスが危険性を持つものだからである。扱いを誤ると人体に危険である。水素やアセチレンなどの爆発性を有するガス、アンモニアなどの人体に有害なガスが危険であるのはもちろんであるが、通常は特に危険性を認識していないアルゴン(Ar)や窒素(N₂)などの不活性ガスの場合でも

1. 圧力の急激な変化(物理爆発)
2. 酸素濃度の低下による窒息
3. 低温の液化ガスによる凍傷など

という危険がある。それぞれ説明する。

4.1. 物理爆発

一部破損などの理由により強度が弱い個所ができることで、そこに圧力が集中し、材料の

破壊を起こす。実際に、バルブ回しで無理やり開けて弁が破壊し、そこからガスが噴き出し、ボンベそのものがミサイルのように飛んで行った、という事故が起きている。転倒に気をつける(破損の原因となる)、継手などはしっかり締める、配管がはずれている箇所がないかなど、日頃から注意していれば事故は防げる。

4.2. 窒息

不活性ガスの事故で最も多いのは酸素濃度低下による窒息事故である。人間は酸素濃度 21%の空気の中で生活している。酸素濃度が空気のそれを下回ると健康に害を及ぼす。下に酸素濃度とその酸素濃度の雰囲気で起きる人体への影響をまとめた。

酸素濃度	症状
～14%	呼吸量・脈拍の増加注意・思考力減少
～10%	判断力が無くなる筋力の減少
～6%	吐気、身体の不自由減失死亡に至る危険
6% 以下	吸入時間により呼吸停止けいれん発作呼吸停止後心停止まで数分

通常の呼吸で息を止めると肺の中にある約 6L の空気があるので血中酸素分圧の低下は急激には起きない。しかし、酸素濃度が極端に低い空気を吸い込むと「呼吸中枢の無限約刺激」という現象が起き、それによりその空気を吐き出す動作ができなくなり、血中酸素分圧が低下され脳に送られる。脳は直ちに活動を低下(停止)することになる。この現象は 2 秒以内に起こると言われている。

ヘリウムガスを吸い込んだ後に声を出すとアヒル声と呼ばれる甲高い声に変わることが知られているが、そのアヒル声用風船の中身はヘリウムガス 80%+酸素 20%の混合ガスであることはあまり知られていない。実験室にあるヘリウムガスは 99.9%以上の純度である。ガスボンベからの「純ガス」を吸い込むと一瞬にして窒息する。

一瞬にして窒息しないまでも液化窒素容器があるだけでその自然蒸発の窒素ガスにより酸素濃度は下がる。クライオスタットの中を窒素で置換し、そのままバルブを閉め忘れ、部屋の中の窒素濃度が高くなったことによる窒息事故も報告されている。気づいたとき(そもそも気づかないかもしれないが)には体が動かない、という事態にならないように換気には十分注意することが必要である。

実験室で注意すべきは下記 3 点

- 絶対に純ガスを吸ってはいけない
- 十分な知識がない者への供給も行ってはならない。
- 実験室では換気に十分気をつけること

4.3. 低温

一気圧下での窒素の沸点は 77K であり、ヘリウムのそれは 4.2K である。人間にとっては非常に温度が低い低温の世界である。人体がその温度で冷やされれば当然血液も細胞も凍り

付いてしまい、甚大な被害が生じる。凍りつかないまでも皮膚に少量触れば低温やけどの症状が出る。液化ガスを取り扱う場合に低温という観点で気をつけるべきことは、直接触れることはもちろん、液体窒素で冷やされたものにも触れてはいけない。液体窒素を転送したばかりの金属配管などはもちろんのこと、ゴムチューブなども触れないようにすべきである。液体窒素を扱う際には皮手袋を使用すべきである。素手で作業することがないように注意する。尚、軍手は皮手袋の代わりにならない。軍手に限らず、繊維は液体を吸収してしまうので「液体窒素温度の手袋をはめている」ことと同じになってしまう。寒剤がかかった場合、被害(やけどの症状)はより大きくなる。

金属配管やゴムチューブなどは液体窒素が通って冷えたことにより、空気中の水分を凝結させるために白い「霜」がつく。この霜がなくなれば(つまり 0°C以上)手で触れても大きな問題はないだろう。また、一般に物質は温度が冷えると「脆く」なる。低温脆性という。ゴムチューブなどは冷えた状態で無理な力がかかると割れ/折れることがある。その拍子に人体などに液体窒素が吹き付けられるとよくないので、転送中は液体窒素の上流で待機していることが望ましい。

もし、寒剤が皮膚に接触して凍傷になったら、速やかに流水で洗い流し、体温が回復するのを待つ。然る後に医師の指示に従うこと。凍傷の患部をいきなり湯につけないこと。

また、容器の蓋を閉めないために、混入した吸気が寒剤の低温により固まって蒸発口をふさいでしまい、物理爆発が起きる事故例もある。

- 冷たいものには直接触れない
 - 取り扱う必要がある場合は皮手袋を用いる(軍手は×)
 - 容器の蓋は必ず閉める
- よう注意すべきである。

5. 付録：学習院大学における取り扱い

5.1 液化窒素の汲み出し方法

南1号館との東側に液化窒素貯槽がある。この手の大きい貯槽のことをコールドエバポレータ(以下 CE)と呼ぶ。学習院大学の液化窒素用 CE の容積は 4000L である。層内の通常の圧力は 0.65 MPa (6.5 気圧)である。CE 敷地は通常は施錠されている。汲み出し手順は以下の通りである。

1 理学部事務室にて鍵と皮手袋を受け取り、鍵で開錠して敷地に入る。



図 7. 学習院大学が保有する液化窒素用コールドエバポレータ。

- 2 汲み出し前の容器の重量を測る.
- 3 容器を地面に置き, 2 本ある汲み出し管のうちどちらかを取る. このとき皮手袋を必ず用いること
- 4 注意しながら汲み出し弁を開ける. 層内の圧力が高いので一気に開けると危険である.
- 5 管が室温であるため, 弁を開けてからしばらくは暖かいガスが出てくる. 管が冷えるに従い, 管から出るガスは白みを帯びてくる.
- 6 管が冷えてきたら, 容器に差し込む
- 7 容器からあふれる前に弁を閉じる
- 8 汲み出し後の容器+窒素の重量を測り, 汲み出しに要した液化窒素の量を算出する.
- 9 理学部事務室に鍵と皮手袋を返却し, ノートに使用量を kg 単位で記入する.

5.2.ヘリウムの回収/液化

学習院大学ではヘリウムの液化及び回収系の管理は物理学科高橋研究室が担当している.

南 1-104、105 及び南 4 号館地下実験室にはヘリウム回収用の配管が配備されている. 実験室で蒸発するヘリウム, ヘリウム層を減圧するための真空ポンプの排気はすべて回収している. 大気に放出されたヘリウムを再び回収することは不可能である. 回収率の低下は単に液体ヘリウムを生産するためのコストを上昇させるのみならず、地球上で貴重な資源であるヘリウムを失うことである. ヘリウムを使用する場合は大気に放出させる量を極力小さくすべく注意すべきである. だからといってヘリウム以外のガスを回収系に入れると液化機に負担がかかる. そのため、純度監視装置を用いて回収ヘリウムガスの純度が 90%以下になると警告灯が灯り, 自動的に不純ガスが大気放出されるようになっている. 回収ヘリウムガスの純度が下がっている場合, 回収するためのホースが外れていることが原因であることが多い.

ヘリウムの転送の前にはヘリウムガス回収装置の電源を on にし, あらかじめ南 1 号館の回収風船(地下: 10m³)をしぼませておくこと.

参考文献

小林俊一, 大塚洋一 低温技術 東京大学出版会
高圧ガスハンドブック 日本産業ガス協会
保安係員定期講習テキスト 高圧ガス保安協会