

高効率結晶光学素子冷却装置運転マニュアル

2014 年 3 月 5 日

理研 ビームライン基盤研究部 和賀井達也

はじめに：

本マニュアルは“株式会社 鈴木商館”が作成した取扱説明書を元に作成したものです。
以下、鈴木商館のマニュアルの順に従って記述します。

取扱業者：株式会社 鈴木商館

低温事業部 低温機器部

〒350-0833 埼玉県 越谷市 芳野台 2-8-52

件名：高効率結晶光学素子冷却装置

工事番号：AS69-068

契約番号：9109-0617

目次

1. 準備
2. 予冷運転 #1 (全体予冷)
3. 予冷運転 #2 (バイパス運転)
4. 予冷運転 #3 (分光器冷却)
5. 定常運転
6. 停止・終了
7. インターロック

1. 準備

1-1. 接続

- (1) 冷却水、電源の接続を確認して下さい。
- (2) 循環冷却機（以降：クライオスタット）、操作制御盤と決められたケーブルで接続して下さい。

1-2. 電源

- (1) ラックの背面扉を開けてブレーカーを ON にします。200V 受電ランプが点灯します。

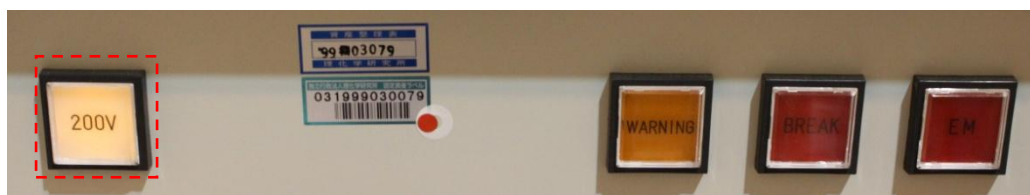


図 1 高効率結晶光学素子冷却装置 制御コントローラー操作部（上部）

- (2) インターロック運転中のスイッチが OFF になっている事を確認して下さい。

＜注意＞インターロック切替が ON の状態で MAIN ボタンを押すとインターロックが作動してしまいます。

- (3) 制御コントローラーの“Main”ボタンを押して下さい。



図 2 高効率結晶光学素子冷却装置 制御コントローラー 操作部（定常運転前）

2. 予冷運転 #1 (全体予冷)

2-1. ガス置換 (予冷を行う前日までに終えておきましょう。)

- (1) 以下の手順でクライオスタットと循環配管(以降：VJP)の接続を確認する。

全てのバルブは閉状態とする。

V12 は切り替え弁なので通常運転中は「N」側(ノーマル運転)とし、パージ作業をするときは「P」側(パージ)とする。

以下の表は下記の定義で表記する。

○：全開、△：半開あるいは調整、×：閉、N：通常、P：パージ、数値単位：MPa

LN₂ ポンプは運転制御のインバータの設定値を表記する。

V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V10	V11	V12	V13	V14	V16
×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	0.05	×	0.04	×	×

- (2) LN₂ 補充ノズル(バルブ V4 側)に LN₂ 容器からの真空断熱フレキ配管が接続されていることを確認する。外れている場合はシステムの中に水分が入らないように乾燥されていることを確認してから接続を行うこと。

→配管の中に空気が残らないように LN₂ を使ってガス置換を 30 秒前後行う。

(V4 を開ける前に V9 を開にする。ナットの所から空気を出すように)

- (3) GN₂ 補給ノズル(バルブ V12 側)にパージ用 GN₂ ボンベからの配管が接続されている事を確認する。接続するときはホースの中の空気を追い出すためフローさせながら接続して下さい。また、バルブ V13 (調圧バルブ) で圧力を予め 0.05Mpa 以下に調整する。

- (4) V1、V2、V3 のバルブは開、他のバルブは全て閉にして下さい。V7 バルブから排気を行います。排気後、GN₂ 導入を V12(P)から行います。この作業を 2~3 回繰り返します。以下に具体的な操作方法を記述します。

具体的な操作手順：(循環装置付近のキャビネットにこの操作の手順書があります)

①真空引き

- i) V1、V2、V3 開、その他バルブは閉
- ii) スクロールポンプ(以後 SCP)起動
- iii) V7 開 (20 分以上真空引き)
- iv) V7 閉

②GN₂ フロー

- i) V7 閉、SCP 停止、V2、V3 閉
- ii) V12 を「閉」から「P」に変更。P1、P2 の圧力が 50 以上になるまで待つ
- iii) フレキを外し、V7 を開（調整）。圧力が安定して N₂ が 2L / min ぐらい流れるようにする。（1 時間程度）

①、②の作業を数回繰り返す行う。

③ V7、V12 を閉にして完了。（全バルブ閉、P1 および P2 は 50 以上に保って終了）

<注意点>

- ・ 空気を入れないこと
- ・ 真空状態で V1、V2、V3、V12 以外を開けない。
- ・ P1、P2 を 50 程度の加圧状態にして終了する事

<注意>大量の空気あるいは水分がクライオスタット及び VJP 管内に残留した状態での冷却運転は機器の操作不良の原因になるばかりか、LN₂ ポンプの破損の原因になります。

2-2. 予冷開始

(1) 二結晶分光器前後のバルブ V5 及び V6 をグラパネ上で閉操作します。冷凍コンプレッサーに冷却水が流れている事を確認します。

(2) P1 及び P2 の圧力が負圧でないことを確認します。（空気の混入を防ぐため）

<注意>クライオ内が負圧の状態ではバルブを開けると空気が混入してしまいます。

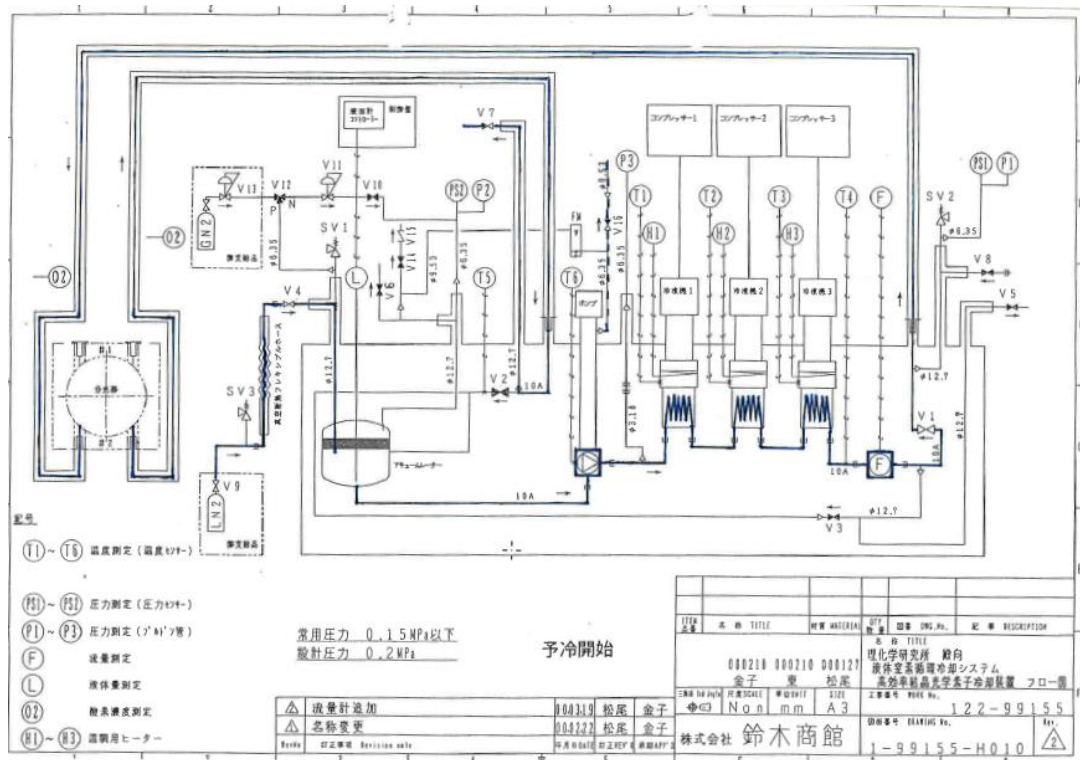
(3) V2、V3 : “閉”、V9、V4 の順に開にします。続いて V7 : “開”にして LN₂ を装置内に導入します(次頁図 3)。V7 を調整し、導入する LN₂ の量をコントロールします。

（全開でも圧力が“0”にならないければ OK！ 「PS1、PS2 < 100、 LN₂ < 0.1MPa」）
~~LN₂ ポンプのシャフトを冷却するため V16 を半開にし、GN₂ を解放します。~~

V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V10	V11	V12	V13	V14	V16
○	×	×	○	×	×	△	×	○	×	0.05	×	0.04	×	×

↓（間髪いれずにすぐ次へ）

(4) “Ref”ボタンを押して冷凍機を運転します。冷凍機運転設定“Inv.”は「L」にします。



(5) 各部の温度(「冷凍機」: T1、T2、T3 「流量計」: T4 「分光器出口」: T5

「ポンプ」: T6)の温度が徐々に低下します。数時間程度 V7 からそれまで大気解放されていた GN₂に液体窒素が混じり噴出され始めます。この状態で V7 をさらに調節し、液が少量流れる状態 (軽くシャワー状にできるくらい) で冷却を続けます。

Image

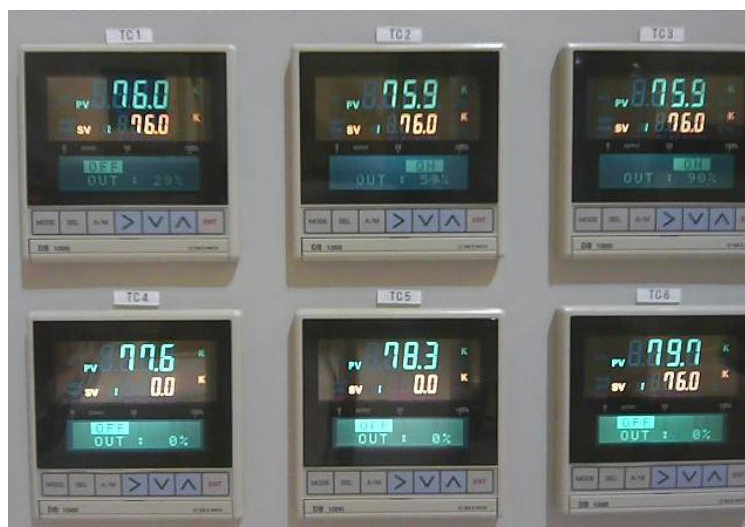


図4 高効率結晶光学素子冷却装置 制御コントローラー 温度制御部

LN₂が流れる状態になってからの急激な LN₂ の導入は LN₂ の消耗が多いばかりで、多くの LN₂ は冷却に寄与されません。(効率よく使用しましょう。)

- (6) クライオスタット、循環配管(VJP)は分光器より早く冷却が完了します。流す LN₂ 流量をコントロールし、予冷を続けます。分光器内部温度が 95K(-178℃)以下に達したら次の予冷モードに移ります。

→制御コントローラーの横の PC で分光器内外の温度を記録しています。分光器内部の温度は図 5 の第 1 結晶及び第 2 結晶ホルダーの温度を見ましょう。

Present MX100 data										
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
第1結晶ホル	第1結晶ホル	第1ステージ	第1Xステージ	第1カゴ下	第2結晶ホル	第2結晶ホル	第2ステージ	第2Xステージ	第2カゴ下	TC-Slit外
3276.7000	-192.5920	25.1120	28.3396	28.4298	3276.7000	-194.1760	24.8639	27.7697	28.2021	28.3231

図 5 分光器内外温度 Logging 画面

3. 予冷運転 #2 (バイパス運転)

- (1) 下記の条件に各部の温度が達していることを確認します。~~予冷#2を実行して下さい。~~

- ・ T1、T2、T3、T4、T6 < 80K
- ・ 分光器内温度（結晶ホルダーの温度） < 95K

温度確認後、バイパスの VJP を予冷します。V3 を 1 回転と半分程度開け、5 分程度待ちます。完了後は V3、V7 を閉じます。

- (2) 予冷#1 ではアキュムレータに LN₂ は貯蔵されません。アキュムレータに LN₂ を貯留します。V6 を開にすることにより、アキュムレータに LN₂ が貯留されます。制御コントローラー上部においてある液面計コントローラーの表示で ~~90%~~80%前後の LN₂ を貯留します。貯留が完了したら、V4、V6 を閉にします。

<注意> V4 を開のままにしますと、圧力によりアキュムレータに貯留された LN₂ が LN₂ 容器に逆送されてしまいます。(LN₂ を逆送しないようにして下さい。)

- (3) バイパス運転するため、V3 を開にします。

- (4) LN₂ ポンプを起動します。(操作方法是次のページに記載)

LN₂ ポンプ制御のインバータの制御方法は付属の取扱説明書を参照下さい。

LN₂ はバイパスの流路で循環運転が開始されます。(次頁図 6)

アキュムレータ内の圧力が上がりすぎるときは、V6 の開閉で調整して下さい。

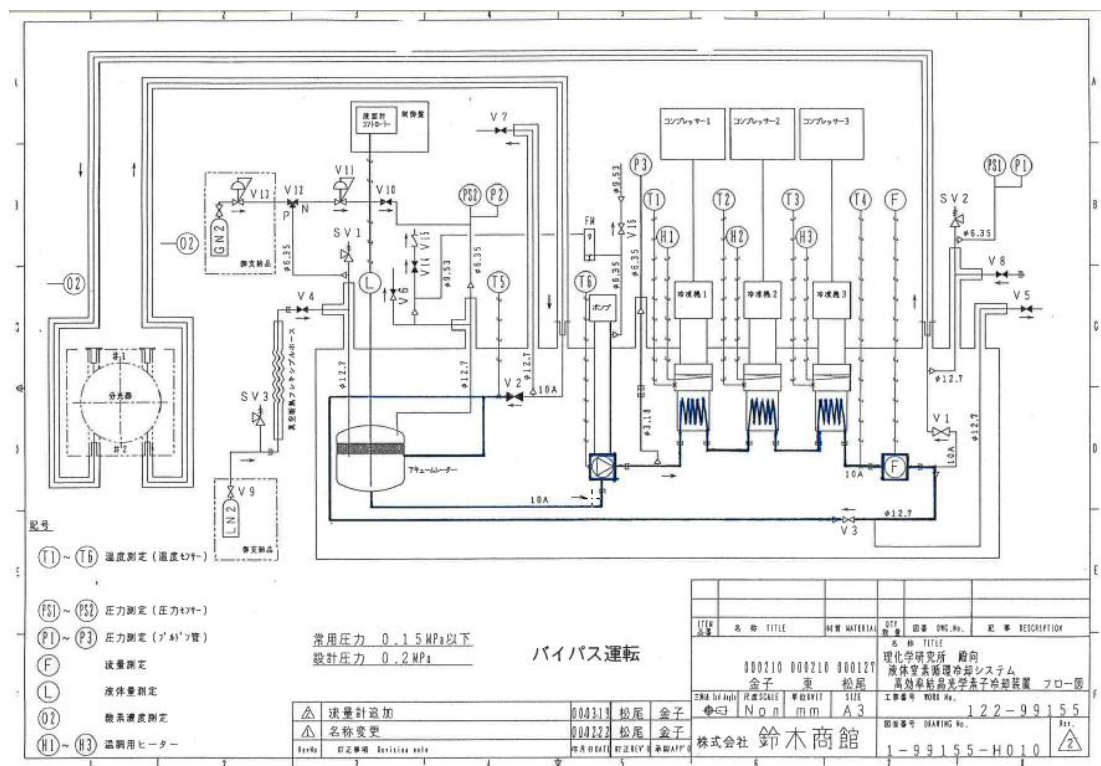


図 6 バイパス運転時のフロー経路



図 7 ポンプモータ制御パネル

操作方法

i) p.2、図 2 の“Pump”ボタン(上)を押します。



ii) “DSPL”ボタンを押して“Fout”に合わせ、出力が“0”であることを確認し、p.2、図 2 の“Pump”ボタン(下)を押します。



iii) “Free”に戻し、 ボタンを押して値を“54.00”に変更して下さい。
“Data/Enter”ボタンを押すとポンプが動作します。

iv) “DSPL”ボタンを押して“Fout”に合わせ、出力が“54.00”になっている事を確認して下さい。確認後“Free”に戻します。

(5) 安定に循環運転されていることを確認して下さい。

(バイパス運転時の LN₂ 流量：13kg / min 程度、液面計：70%以上)

V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V10	V11	V12	V13	V14	V16
○	×	○	×	×	△	×	×	○	×	0.05	×	0.04	×	×

Memo：予冷運転#2 と#3 は操作として連動しています。これらの操作はマニュアルを見なくても出来るぐらいよく理解しておきましょう。

3. 予冷運転 #3 (分光器冷却)

(1) バイパス運転状態のまま ~~V1：開~~、V2：開にします。バイパスバルブ V3 が「開」状態なので LN₂ はすぐには分光器に流れません。

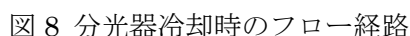
(2) 次に V3 をアキュムレータの液面值、内圧(P1、P2)を注意しながら徐々に閉じます。また LN₂ の流量も同時に監視します。

※重要※

流量が“0”になる場合、ポンプに熱やガスが溜まっていてポンプが働いていない事が考えられます。この場合、V16：開にすることでポンプが正常に働きます。ポンプが正常に働いたら V16 を閉じます。

この操作を行っても流量が“0”の場合は循環配管に氷か何かが詰まっている事が考えられます。この場合は LN₂ を全て排気し、始めからやり直さなければなりません。

V4：“開”にし、V6の開閉を調節してLN₂を補充します。補給が終了したら、V4は閉じて下さい。V4が開の状態のままだと、アキュムレータの内圧が高くなった場合、LN₂がLN₂容器に逆送してしまいます。(図8)



V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V10	V11	V12	V13	V14	V16
○	○	△	○/×	×	△	×	×	○	×	0.05	×	0.04	×	×

※確認※

- 9

5. 定常運転

前途の予冷運転が終了した後、システムは定常運転モードに入ります。(図 9)

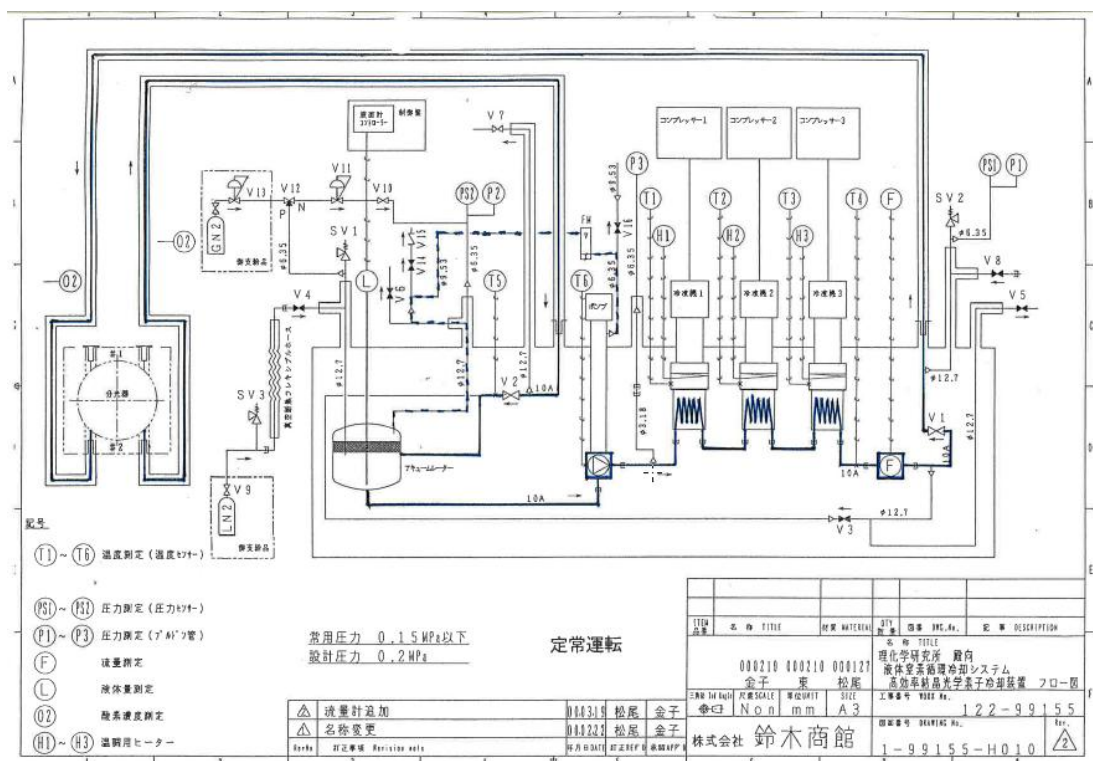


図 9 定常運転時のフロー経路

(1) V1、V2 全開、V3：全閉

V9：開 (LN₂ 補給時の準備のため、「開」状態にしておく。)

V10：開 (レギュレータバルブによる調圧運転のため「開」状態)

→基本調整済みなので触らない

V11：内圧が設定値(0.05MPa にする。)

V12：N (ノーマル運転)

V13：レギュレータバルブへの圧力供給のため、V11 より少し高めの圧力(0.06MPa)に設定。(V13：GN₂ 用の二次圧調節バルブ)

V16：大気解放弁は「閉」.[特に必要なければ行わない→但し、(フローメータ)のニードルバルブを調節して 1L/min 程度 GN₂ ガスをアキュムレータに戻す。]

V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V10	V11	V12	V13	V14	V16
○	○	×	×	×	×	×	×	○	○	0.05	N	0.04	×	×

その他確認：

- i) LN₂ の流量及び TC1 から TC6 の温度の安定性
- ii) 主制御盤：リセット → 制御コントローラーのインターロック：ON

(2) 分光器の負荷に応じて循環ポンプの回転数及び冷凍機は温度設定を変化させることが出来ますが、予め制限された上限及び下限の変更は出来ません。

分光器への入熱が大きい場合は冷凍機運転モードを「H」に変更して下さい。

入熱が小さい場合には「L」モードで運転します。

<注意> 入熱が少ない場合に冷凍機運転モードを「H」で運転しますと LN₂ の温度が下がりすぎ、LN₂ が固化し LN₂ が流れなくなります。

その他機器は自動運転されます。

- ・ GM 冷凍機に設置されたコントローラ(T1、T2)により設定温度(変更可能)になるよう制御運転される。
- ・ LN₂ ポンプは設定回転数 (変更可能)での運転になる。
- ・ ポンプ吐出側の圧力が装置の出口側安全弁「SV2」の設定値 (0.18MPa)を越えると安全弁が作動し LN₂ が放出される。これを避けるため圧力計「PS2」を監視してポンプの回転数を調節(減速)する。(手動操作) 本体側で 50

運転状況を BL 担当者に伝える。Ex：「液面計：～%、LN₂ の流量：～kg / min です。」
(近くにある紙に P1、P2、流量を記録する。)



図 10 高効率結晶光学素子冷却装置 制御コントローラー 操作部 (定常運転時)

6. 停止・終了

6-1. 停止 (休止) (インターロックを OFF にしましょう。)

- (1) 分光器への熱負荷が無くなる(低下する)場合は通常運転の状態で LN₂ ポンプの周波数を下げてください。この場合に LN₂ の固化を防ぐため、冷凍機運転モードを「L」にします。

<注意> 入熱が少ない場合に冷凍機運転モードを「H」にしますと液体窒素の温度が下がりすぎ、LN₂ が固化し流れにくくなり、インターロックが作動してしまいます。LN₂ ポンプを止めてしまいますと LN₂ 流量がゼロになり、インターロックが作動してしまいます。

6-2. 停止・終了

- (1) インターロックを OFF にします。

アラームが鳴りますので PLC 上で止めて下さい。



- (2) LN₂ ポンプを停止します。

- ・  ボタンを押して周波数を“0”にする。→“Data/Enter”ボタンを押します。
→“Fout”の表示が 0 になったことを確認します。

- ・ p.2、図 2 の“Pump”ボタン(下)を押し、“Pump”ボタン(上)を押します

“Ref”を押して冷凍機を停止します。

- (3) 内部の LN₂ を排出する。 ※以降負圧にならないように N₂ で加圧状態を保つ事※

レギュレーターのゴムの劣化を防ぐため

- ・ V12 をパージ (P) に変更してから行う。(内圧が高くなり、レギュレーターから抜けようとする。→ 冷えた窒素でガスケット (材質: ゴム) が痛んでしまうため)

- ・ V2 バルブ: “閉”にした後、V5: “開”にすると内圧により LN₂ がクライオスタットから排出されます。(LN₂ が出なくなると N₂ の流量は“0”になっています。N₂ の流量が“0”にならないように調整する。)

Point: 内部の圧力が低くなると LN₂ の排出がされにくくなります。V5 を閉めて内圧を P1 の表示で 40 以上まで上がってから V5 を開けると残りの LN₂ が出やすくなります。この作業を LN₂ が出なくなるまで数回繰り返します。

- ・ V5 から LN₂ が排出されなくなったら V5 を僅かに開いている状態にします（指で N₂ が少し出ているのを感じる程度）。バイパスバルブ V3 を開にしてページを続けます。このタイミングでレギュレーターのライン V10 を閉にします。

Memo :

V5 を僅かに開いている状態にすることで VJP に GN₂ が充満し、温度を早く上げることが出来ます。また、VJP の乾燥も行えます。

(3) 負圧にならないように監視する。

- ・ LN₂ を抜き始めてから 120K に到達するまでは気化量が多いので内圧が上がる傾向がある。100K を切ると内圧が下がりやすくなるので、N₂ の導入量を増やして内圧が P1 の表示で 50 程度になるように調整する。

Memo :

温度が上がると分光器の真空度が悪くなり、アラームが鳴ります。あらかじめ TPG300(真空ゲージ)を OFF にしてアラームを出しておいてもいいです。

- ~~(4) システムが冷えている時に外部からの水分混入を防ぐために、GN₂ のラインは開通しておく。(V10 : 閉、V11, V13 : 開、V12 : P)~~

V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V10	V11	V12	V13	V14	V16
○	×	○	×	×	×	×	×	○	×	0.05	P	0.04	×	×

Memo :

朝 10 時から循環装置の立ち下げを行うと、17 時頃までには 250K 位まで昇温することが出来ます。現場から最後に離れるときは必ず V5 及び V12 を閉にします。

- (5) 内部に液が無くなった後に長期運休する場合は V14 を開け、GN₂ の保圧ラインは閉止させる。(V10, V11, V12, V13 : 閉) 期間中に内圧が上昇した場合には逆流弁 V15 が作動し、自然減圧する。V2、V3 も開にします。

V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V10	V11	V12	V13	V14	V16
○	○	○	×	×	×	×	×	×	×	0.05	×	0.04	○	×

7. インターロック

インターロックには、

Break：機器の運転が停止される。

Warning：機器の異常を警告する。

の二種類があります。

特に **Break** が作動した場合、機器は自動的に停止します。

予冷時、運転初期など機器の運転が不安定な状態ではインターロックは **OFF** にして運転して下さい。

7-1. BREAK

インターロックが **ON** の状態の時、下記の条件が発生した時に作動します。

BREAK が作動すると 200V 入力が停止され、全ての機器が停止されます。

	設定値	対象測定機器	備考
LN ₂ 温度の異常上昇	85K 以上	温度計 T1、T2、T3	・ 熱負荷冷凍能力が追いつかない時に発生。 ・ 冷凍機の不具合
LN ₂ 循環量異常低下	2L / min 以下	質量流量計	・ 圧力損失に対し液相ポンプの能力不足の場合に発生。 ・ 液相ポンプの不具合
緊急ボタンを押した時	停止 / 運転	緊急ボタン	インターロックに関係なく BREAK が作動します。

7-2. WARNING

下記の条件が発生した時に作動します。**WARNING** ランプが点灯し警告を発します。原因を対処することにより運転を継続する事が出来ます。

	設定値	対象測定機器	備考
LN ₂ 液面低下	22%以下	LN ₂ 液面計	長期間の連続運転でアキュムレータの液体窒素が減ったことを警告します。
冷凍機温調温度の低下	65K 以下	温度計 T1、T2、T3	冷凍能力に対し、負荷が少ない場合、液体窒素の固化温度に近づいた事を警告します。

以上