

-150°C超低温冷却システムの開発

●Development of -150°C Super Low Temperature Cooling System



望月武利[✉] 大西泰寛[✉] 越智重貴[✉] 塩野真士[✉]

要旨

コールドトラップ冷却用として、-150°C超低温冷却装置を開発した。この冷却装置には6成分の冷媒を封入した四段気液分離形混合冷媒冷凍サイクルを採用し、2.2kWの圧縮機1台で冷却温度-150°Cにおける冷却能力35Wという超低温冷却を可能にした。

ABSTRACT

A -150°C super-low cooling system has been developed for a cold trap. This system employs a four-phased separation mixed refrigerant cycle enclosing 6 types of refrigerants and can obtain a cooling capacity of 35W at -150°C with one 2.2 kW compressor.

1. まえがき

バイオの分野における細胞の長期保存のための低温貯蔵や、真空排気速度を高めるために必要なコールドトラップなど、いろいろな分野で超低温が求められている。低温が得られる装置として、-40°Cまではフロン冷媒による冷却装置、-200°C以下はヘリウムによる冷却装置が一般に使用されている。今回開発の目標とした-150°Cの領域では液体窒素を冷却剤とした冷却装置が使用されているが、冷却剤が高価であること、補充が必要であることなど汎用性に難点があると思われる。そこで、今回混合冷媒を用い、1台の冷凍機で-150°Cが得られる図1のような外観の超低温冷却システムを開発したので報告する。

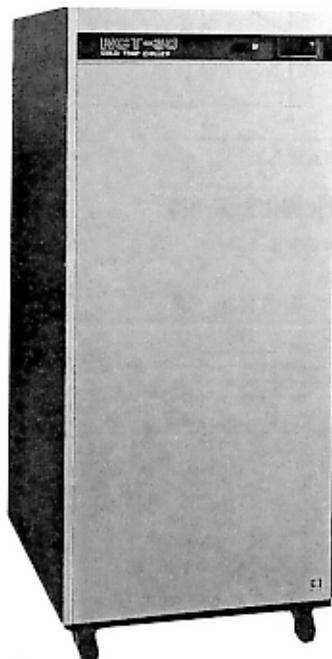


図1 超低温冷却装置外観

2. 各種超低温冷却システム

一般に、单一成分のフロン冷凍サイクルで冷却できる温度は-40°C程度までである。单一冷媒でそれ以下の超低温を得ようとしては、低沸点冷媒を非常に高い圧力で凝縮させ、非常に低い圧力で蒸発させる必要がある。しかし、

- (1) 冷媒の圧縮比が高すぎると圧縮機の効率が著しく低下し、冷却能力が得られない。
- (2) 機器の耐圧が問題となり、凝縮圧力に上限がある。などの理由により、超低温の冷却システムでは多元冷凍サイクルが用いられている。図2に天然ガス液化装置として使われている三元冷凍サイクルを示す。冷媒には、プロパン、エタン、メタンが使用されている。プロパンが封入された冷凍サイクルでは、熱交換器Aで冷却され凝縮してできた液冷媒を蒸発させ、熱交換器Bを冷却す

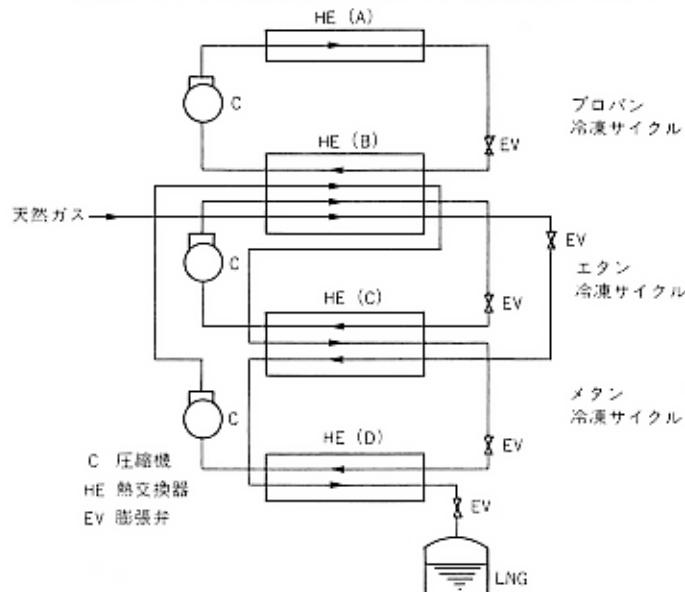


図2 天然ガス液化用三元冷凍サイクル

る。エタンが封入された冷凍サイクルでは、熱交換器Bで冷却され凝縮してできた液冷媒を蒸発させ、熱交換器Cを冷却する。メタンが封入された冷凍サイクルでは、熱交換器Cで冷却され凝縮した液冷媒を蒸発させ、熱交換器Dを超低温で冷却する。天然ガス液化装置はこの熱交換器Dの超低温を用いて天然ガスを液化させる装置である。この多元冷凍サイクルにも以下の問題がある。

(1) 圧縮機が複数台必要となる

冷凍サイクルにおけるトラブルの大部分は圧縮機の故障で占められている。即ち、圧縮機の数を増やすことは、信頼性の低下を招く。

(2) 各段の冷凍サイクルの能力を調和させる必要がある。

各段の冷凍サイクルが独立して冷却を行っているので、各冷凍サイクルの冷却能力を各段の負荷変動に対して調整し、バランスをとる制御が必要になる。しかし、特に小形の冷却システムでは、複雑な制御を行うことができないので、各段の冷凍サイクルの冷却能力を制御してバランスをとることは困難である。

そこで、このような問題点を解決するために考案されたのが混合冷媒冷凍サイクルである。図2の三元冷凍サイクルを混合冷媒冷凍サイクルに置換えると図3の三段気液分離形混合冷媒冷凍サイクルとなる。¹¹⁾ この冷凍サイクルは1台の圧縮機で圧縮された混合冷媒をその沸点の差異によって分離、冷却を繰返し、低沸点成分の冷媒を抽出する。抽出した低温の低沸点液冷媒を蒸発させることにより超低温を発生させようというものである。

3. 混合冷媒冷凍サイクル

混合冷媒の特性を生かした冷凍サイクルにもいくつかの種類がある。

- (1) 冷凍サイクル中の冷媒の成分を変化させることにより、冷却能力、冷却温度の制御を可能にした冷凍サイクル。
- (2) 蒸発に伴う温度変化を利用して、2温度冷却を可能とした冷凍サイクル。

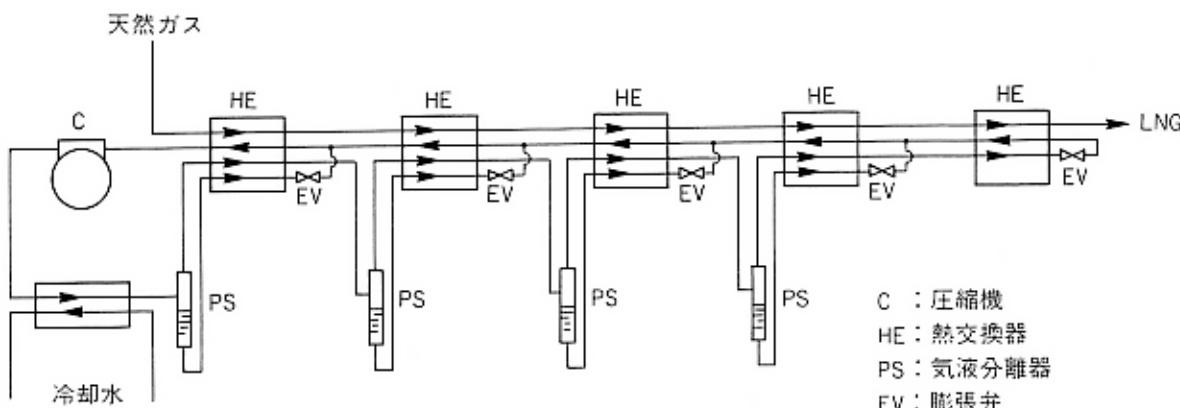


図3 天然ガス液化用混合冷媒冷凍サイクル

(3) 順次気液分離を繰返しながら低温の低沸点冷媒を抽出して超低温冷却を可能にした冷凍サイクル。などが挙げられる。ここでは、筆者らが採用した混合冷媒冷凍サイクルの冷却の原理について、混合冷媒の性質を示しながら説明する。例として、基本の一級気液分離形混合冷媒冷凍サイクルに高沸点成分冷媒と低沸点成分次媒の2成分混合冷媒を封入した場合について説明する。

図4に、高沸点冷媒と低沸点冷媒の2成分混合冷媒の気液平衡を示す。気相域にある混合比Aのガス冷媒(1)を気相線を越え冷却すると、気液2相の状態(2)になる。このときの気相の冷媒成分比はB、液相の冷媒成分比はCとなる。さらに冷却すると、冷媒成分比Aの液冷媒(3)となる。即ち、混合冷媒は凝縮あるいは蒸発の過程で気液2相成が発生し、低沸点成分の濃いガス冷媒と高沸点冷媒の濃い液冷媒とに分離するという特徴がある。

図5に一段気液分離形混合冷媒冷凍サイクルを示す。この冷凍サイクルは、圧縮機、コンデンサ、エバボレータ、膨張弁と、この混合冷媒冷凍サイクルの特徴である

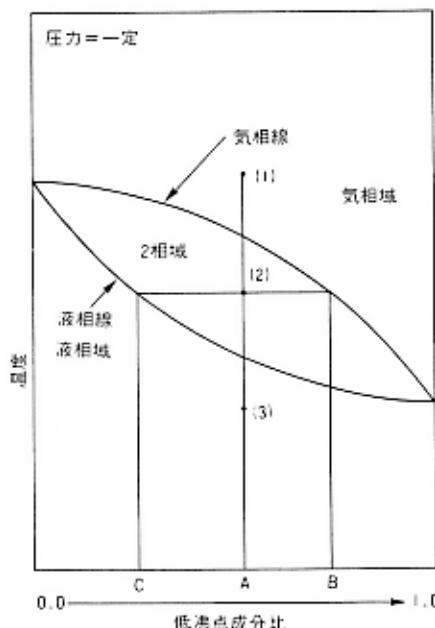


図4 混合冷媒の気液平衡

気液分離器、カスケードコンデンサ(熱交換器)から構成されている。

図6において、サイクル内に封入された成分比Aのガス冷媒(1)は圧縮機により圧縮され高圧で高温のガス冷媒(2)となる。その後、コンデンサにより常温まで冷却され部分的に凝縮して冷媒成分比Cの液冷媒(3)と、冷媒成分比Bのガス冷媒(4)になる。次に、気液分離器で、ガス冷媒(4)と液冷媒(3)を密度差により分離する。分離した液冷媒(3)を膨張弁により減圧し低温の冷媒(5)を作り、さきに分離したガス冷媒(4)をカスケードコンデンサにおいて冷却し完全に凝縮させ低温の液冷媒(6)とする。これを膨張

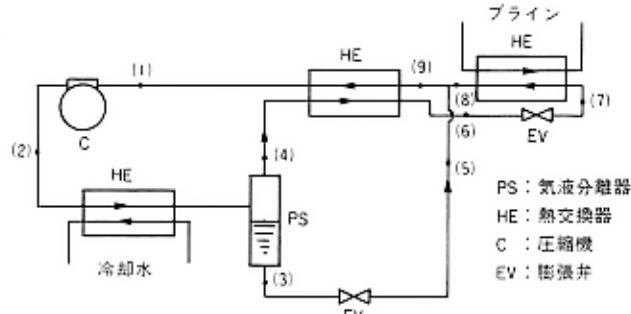


図5 一段気液分離形混合冷媒冷凍サイクル

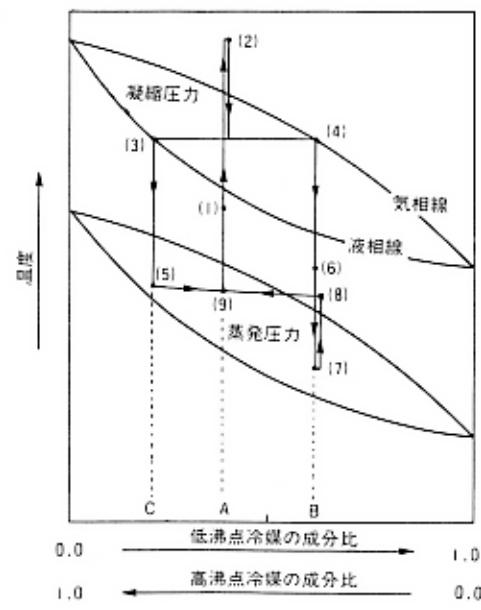


図6 混合冷媒のサイクル特性

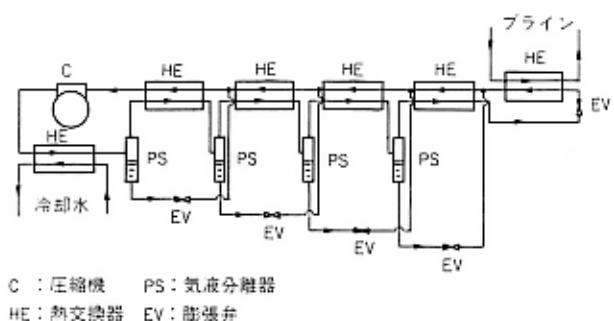


図7 四段気液分離形混合冷媒冷凍サイクル

弁で減圧することにより、単一冷媒では得られなかった低温の冷媒(7)を得ることができる。この原理を応用し、気液分離の回数を増すことによって、-150°Cという超低温が得られる混合冷媒冷凍サイクルを開発した。

4. -150°C超低温冷却装置仕様

表1に超低温冷却装置の主な仕様を示す。また、図7にその基本サイクル構成を示す。

冷却装置の冷却性能は図8に示すような熱負荷装置を使用して測定した。熱負荷装置は真空断熱し、超低温における熱侵入を最少限におさえ、小さな負荷でも精度よく測定できるようにした。ヒータにより熱負荷を加え、冷却装置の冷却能力とバランスしたポイントを冷却装置の冷却能力とした。図9に冷却能力と冷却温度、圧縮機入力の関係について示す。-140°Cで130W、-150°Cで35Wの冷却能力が得られる。このときの入力は2.17kWと1.83kWであるから冷却装置の成績係数(COP)は冷却温度-140°Cで0.06である。また、装置の立上がり特性として、起動後の吐出圧力、蒸発圧力、各気液分離温度、入力の変化を図10に示す。各段のカスケードコンデンサが順次冷却され、約60分で超低温冷却が得られる。

表1 超低温冷却装置仕様

項目	仕様
外形寸法	670W×630D×1480H(mm)
電源	3φ, 200V, 50/60Hz
圧縮機	2.2kW
サイクル	四段気液分離形 混合冷媒冷凍サイクル
冷媒	6成分混合冷媒 R11, R12, R13, R14, R50, R740
冷却温度	-150°C(最低)
冷却能力	130W(-140°C)
冷却方式	ブライン自然循環方式 (ブライン: R14)

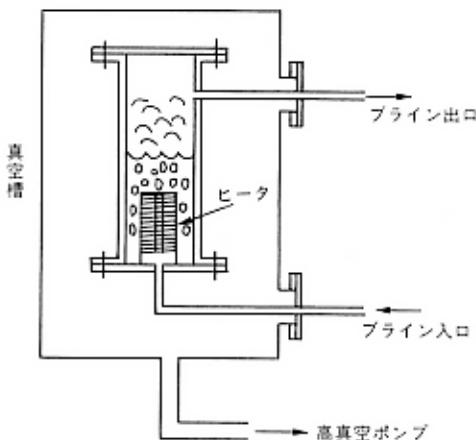


図8 热負荷装置

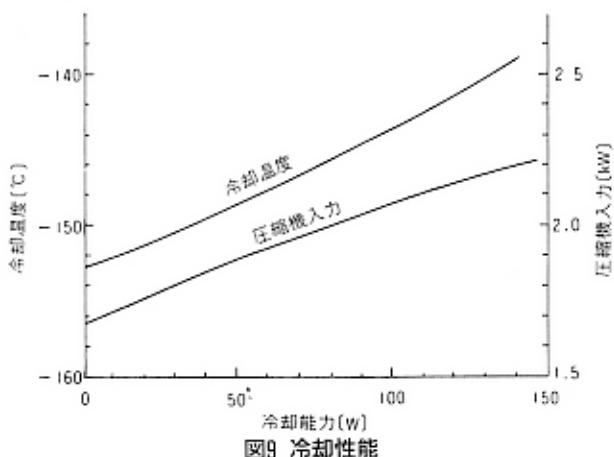


図9 冷却性能

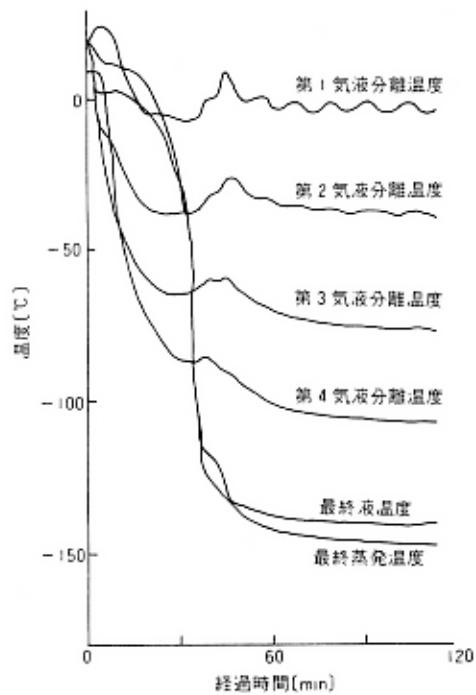


図10 起動特性(熱交換器各部温度)

5. 超低温冷却装置の特徴

5-1 四段気液分離形混合冷媒冷凍サイクル

超低温冷却システムの開発にあたり、問題となるのが、冷媒の圧縮比である。蒸発圧力を下げてその蒸発温度を下げる、あるいは低沸点の冷媒を凝縮しやすくために凝縮温度上げる、即ち、凝縮圧力を上げるなどして圧縮比を高めれば比較的容易に超低温を発生させることができる。しかし、圧縮比を高くすると次のような弊害が発生する。

- (1) 冷媒の物性により冷凍サイクルの熱効率が下がる。
- (2) 圧縮機の特性によって体積効率が下がり、冷却能力が下がる。

即ち、圧縮比を高くして到達温度を下げることができても冷却能力が得られないで、蒸発圧力を高く、凝縮圧力を低くして、圧縮比を低く抑えることが冷凍サイクルの冷却効率向上のため必要である。そこで今回の超低

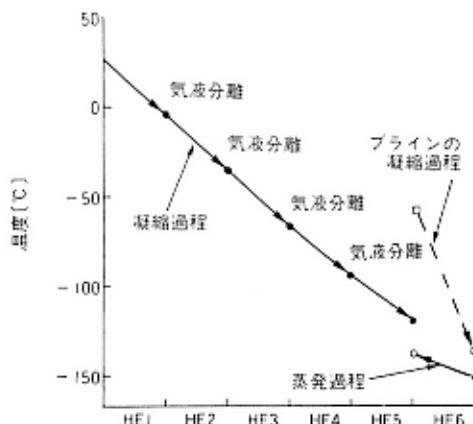


図11 気液分離と冷却の過程

温冷却装置には四段気液分離形混合冷媒冷凍サイクルを採用した。図11に示すように一段あたりの冷却温度幅を小さくすることで圧縮比を小さくした。これによって冷却効率があがり、冷却温度-140°C時の成績係数(COP)0.06が得られた。

5-2 热交換器の高性能化

超低温冷却装置に使われている二重管式熱交換器は、カスケードコンデンサをはじめ、全部で6台前後になる。冷却装置の冷却性能向上のためには熱交換器の性能向上が不可欠である。そこで、二重管式熱交換器を高性能化、小形化するため、二重管式熱交換器の内管に高性能の伝熱管(コルゲート付内面溝付き管)を採用した。この伝熱管の採用によって装置そのものも小形化が可能となった。また、熱交換器部は小形化によって表面積が減少し断熱効率が向上したので、熱漏れを最少限に押えることができるとともに、熱交換器の伝熱性能が向上したため、蒸発側と凝縮側の熱交換のエクセルギ効率が改善され、冷却性能が向上した。

5-3 液インジェクション回路

冷蔵庫などに使われる冷媒R12に比べ混合冷媒は比熱比が高い低沸点冷媒を含んでいるために、圧縮機での圧縮時の温度上昇は計算上約60°Cも高くなり、吐出ガス温度の異常上昇を招く。吐出ガス温度の異常上昇は冷媒の熱分解の速度を早めるので何らかの方法で冷媒温度を下げる必要がある。図12に冷媒と油と鉄とが共存しているときの冷媒の分解速度を示す。²⁾この図から分解しやすい冷媒R11も冷媒温度を約40°C下げれば、冷媒の熱分解速度を10分の1にできることがわかる。

また、この吐出ガス温度の上昇は圧縮機の過熱を招き、冷凍機油の粘度の低下による潤滑不良、電動機の巻線温度の上昇による絶縁不良等圧縮機の寿命を著しく縮めるので、この点からも圧縮機の冷却が必要である。

開発した装置では、圧縮機の冷却のために、圧縮機ヘッド冷却ファンを取り付けるとともに、液インジェクション回路を採用した。この液インジェクション回路は、図7

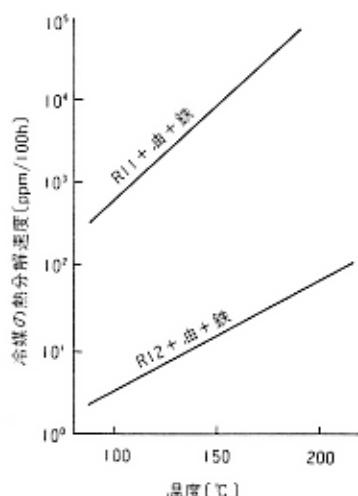


図12 冷媒の熱分解速度

に示すサイクルにおいて、第一気液分離器で分離した液冷媒を分岐して、圧縮機の吸入口に噴出させる吸入ガス冷媒冷却回路で、吐出ガス温度を低下させる効果がある。図13に液インジェクションの量と圧縮機の吐出ガス温度、圧縮機内の冷凍機油温度との関係を示す。横軸には液インジェクションの量の目安として、液の流量調整に使用したキャビラリチューブの長さの逆数をとってある。この回路の設置により、吐出ガス温度を24°C下げることができた。この冷却により熱分解速度の早い冷媒R11だけに限って言えば、冷媒の熱分解速度を約6分の1にできた。また、冷凍機油の温度が5°C下がったことから、圧縮機の過熱も抑えられ、焼付きや、絶縁不良の防止に効果があった。

5-4 吐出圧力の異常上昇の防止

冷凍サイクルの運転中には、冷凍サイクル中に封入された冷媒の一部は低温の液冷媒としてあるいは低温の

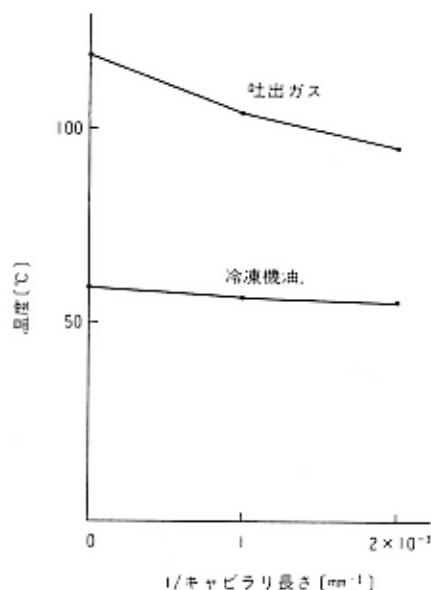


図13 液インジェクション効果

ガスとして存在している。しかし、停止時にはすべて常温のガス冷媒として存在している。そのため、冷凍サイクルの起動時には圧縮機によって冷媒の大半が冷凍サイクルの高圧側に集まるので、吐出圧力が異常に上昇してしまう。そこで、一般的には冷凍サイクルの低圧側に膨張タンクを取り付け、冷凍サイクルが起動して低圧側の圧力が下がると、膨張タンク内の冷媒を徐々に低圧側から冷凍サイクル内へ供給してやることで、冷凍サイクルの起動時の吐出圧力の低減を図っている。今回はこれを一步すすめ、吐出圧力が異常に上昇したときには冷媒を冷凍サイクルの高圧側から膨張タンクに注入する回路を追加した。従来は冷凍サイクルのバランス圧力でしか膨張タンク内に冷媒を溜めておけなかったが、この改良で、起動時の吐出圧力で冷媒を膨張タンクに回収することができるようになった。これによって、膨張タンクを従来より小さくすることができ、冷却装置の小型化が可能になった。

6. 応用

従来液体窒素で冷却してきた冷却システムを今回開発した超低温冷却装置で代替する具体例としてコールドトラップを取り上げる。

液体窒素で冷却するコールドトラップは従来から高真空装置に使われてきた。図14にコールドトラップが使用されている高真空システムの真空排気装置を、図15に使

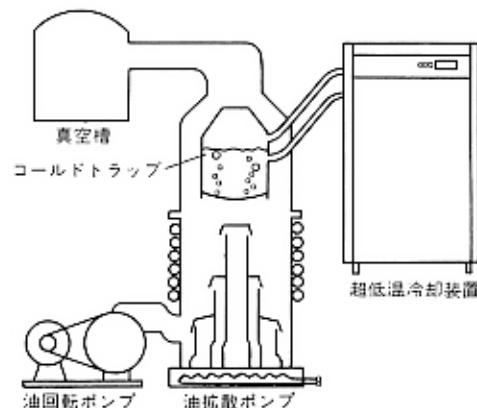


図14 高真空排気装置

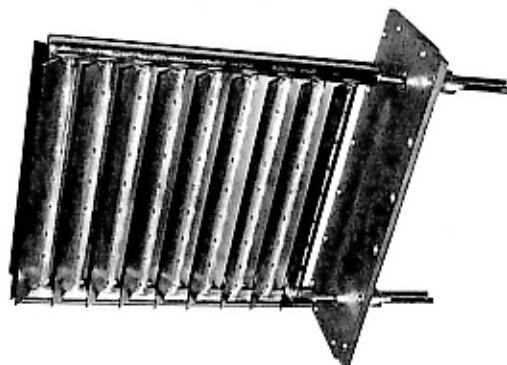


図15 コールドトラップ外観

用されているコールドトラップの外観写真を示す。この真空排気系は油拡散ポンプ、油回転ポンプ、コールドトラップからなる到達真空度が 10^{-6} Torr レベルの高真空排気システムで、光学系薄膜製造装置などに使用される。このような真空排気系で問題となるのが排気速度と油拡散ポンプの作動油の逆拡散である。このような排気システムで真空槽の排気をしたとき、真空槽に残留するガス成分を図16に示す。³⁾ 大半が水蒸気と炭素系高分子、即ち油拡散ポンプの作動油の逆拡散成分であることがわかる。まず装置の稼働率を向上させるには、目標の真空に到達するまでの時間短縮が必要である。装置の排気速度の向上にはこの水蒸気と油拡散ポンプの作動油の蒸気を急速に除去することが重要である。また、油拡散ポンプの作動油の逆拡散は、真空槽を油で汚染し到達真空度の低下させるだけでなく、成膜製品の油による汚染を招き、品質を悪化させる。真空槽の油汚染防止には、油拡散ポンプの作動油の蒸発成分を完全に除去することが不可欠である。

この水蒸気と油拡散ポンプの作動油の蒸気圧を図17に示す。⁴⁾ 従来は、これらの蒸気をコールドトラップで冷却、凝縮してトラップするためには -196°C の液体窒素を使って

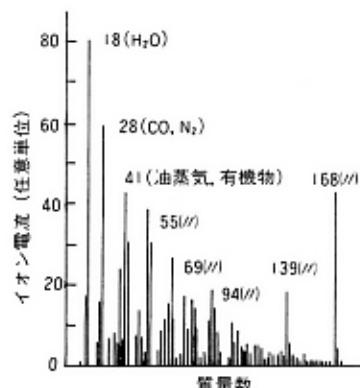


図16 真空槽内残留ガス成分

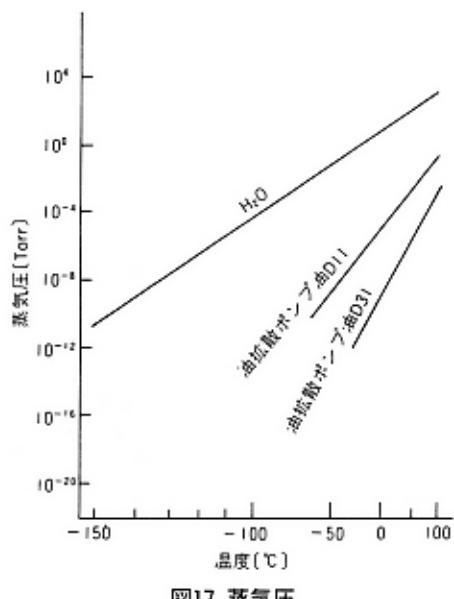


図17 蒸気圧

いた。しかし、到達真空度が 10^{-6} Torr であるような油拡散ポンプを使用した排気装置では、 -130°C 程度の冷却で水蒸気圧を 10^{-8} Torrまで下げられることがわかる。また、油拡散ポンプの作動油の蒸気圧も 10^{-12} Torr以下に下げられることがわかる。即ち、コールドトラップは -130°C で冷却すれば、真空槽に残留する水蒸気をほとんど除去することができ、また油拡散ポンプの作動油の逆拡散を完全に防止できることがわかる。そこで、実際に真空排気系のコールドトラップを冷却してその効果を確認した。図18にそのときの排気性能を示す。超低温冷却装置によってコールドトラップを冷却すれば、真空排気時間を約18分、約45%短縮できることがわかった。

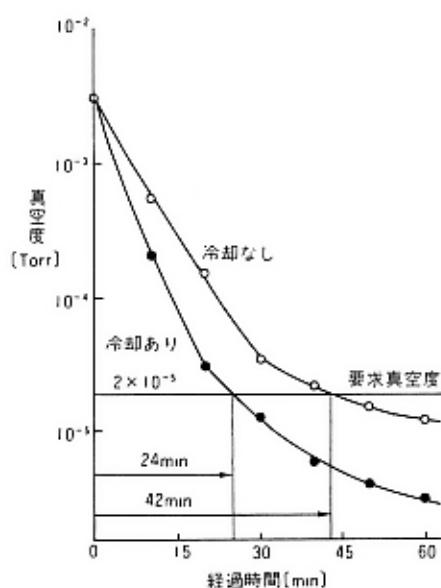


図18 コールドトラップの冷却効果

7. まとめ

今回2.2kWの圧縮機を使用し、6成分混合冷媒を封入した四段気液分離形混合冷媒冷凍サイクルによって冷却温度 -150°C で冷却能力35Wが得られる超低温冷却装置を開発した。この冷却装置に液インジェクション回路、吐出ガスバイパス回路などを採用することによって、冷却水温度 $15\sim35^{\circ}\text{C}$ 、熱負荷0~140Wの範囲における運転を可能にした。

今後、さらに混合冷媒冷凍サイクルの高機能化を目指し、冷却温度 -180°C の冷却装置の開発を進める。また、コールドトラップ用冷却装置のシリーズ化をはじめ、フリーザ等への応用を図る。

参考文献

- 1) 日本冷凍協会：冷凍空調便覧 新版・第4版、基礎編。
- 2) ダイキン工業㈱：ダイフロンガスハンドブック（冷媒編）
- 3) 中山勝矢：Q&A真空50問 共立出版㈱(昭57-12)
- 4) 日本真空技術㈱：真空ハンドブック(1985.5)