液体窒素
利用の手引き

千葉大学理学部極低温室

目次

1. 性質
1.1　液体窒素の性質　・・・・・・・・・・・3
1.2　寒剤による危険性　・・・・・・・・・・3

2. 取り扱い
2.1　液体窒素容器　・・・・・・・・・・・・6
2.2　高圧ガスボンベ　・・・・・・・・・・・9

3. 液体窒素タンク利用方法
3.1　汲み出しの概要　・・・・・・・・・・11
3.2　汲み出し手順　・・・・・・・・・・巻末別紙

4. 連絡先　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・12

1. 性質

1.1 液体窒素の性質

沸点は 77K（-196℃）と非常に冷たい液体です。放って置くとすぐに蒸発してしまうため、保存には真空断熱された専用の容器が必要となります。

気化した場合は約 700 倍にも膨張します。また無色透明、無味無臭で比重が空気に近いため使用にあたっては酸欠に十分な注意が必要です。

液体窒素を専用の容器に汲んでいるときに白く噴き出しているのは、周りにある空気が冷やされて、空気が含んでいる水蒸気が凝縮しているためです。

表.1 主な寒剤の物理的性質

寒剤の種類	N_2	He	O_2	H_2
沸点（K）	77.3	4.2	90.1	20.3
分子量	28	4	32	2
液体密度（kg/L）	0.808	0.125	1.144	0.078
気体の比重（空気＝１）	0.967	0.138	1.105	0.069
液体から気体になると体積は何倍？	646	699	799	790

※ 体積比は 0℃、1atm の状態での値

表.1 より各寒剤に共通していえることは、①温度が非常に低い事、②液体と気体の体積比が非常に大きい事です。これらの性質から①は凍傷、②は爆発、窒息につながる危険性があります。

1.2 寒剤による危険性

（1） 凍傷

ごく少量の液体窒素が人体にかかった場合、皮膚表面で体温によって蒸発し直接液が皮膚に触れることは避けられます。もちろん大量にかかった場合は凍傷になります。液中に手などを入れる行為は絶対にしないで下さい。

液体窒素によって冷却された金属等に触れる場合は必ず革手袋をして下さい。軍手は使用しないで下さい。万一液がかかった場合、軍手に染み込み、液体を滞留させるので非常に危険です。また気化したばかりの極低温の冷気も素通り

させます。衣類も同様なのでかからないように細心の注意を払って扱って下さい。かかった場合は素早く払い落として下さい。

革手袋はきついものではなくゆるいものを使用して下さい。液体窒素が裾から中に入り込んだ時にすぐに脱ぎ捨てられるようにするためです。靴下にサンダル履きやズボンの裾を折り曲げるのも好ましくありません。

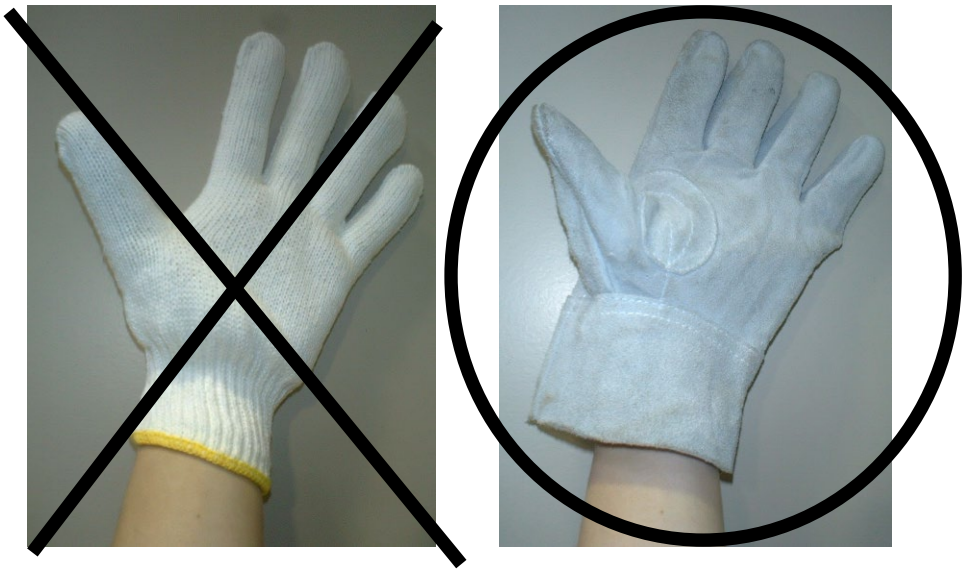


図 1-1　軍手は危険：染み込む　すぐ脱げない　　革手袋：染み込まない　すぐ脱げる

（2） 爆発

液体窒素は 77K（-196℃）で沸騰して気化します。断熱容器に保管していても完全な断熱は出来ないので、容器の中では絶えず蒸発し続けています。液体が気化すると膨張し、窒素の場合体積が約 700 倍にも膨張します。液体窒素の入っている容器を密閉すると、蒸発した窒素ガスが行き場を失い圧縮されてゆきます。やがてとんでもない高圧に達してしまい、高圧に耐え切れず容器が破裂爆発を起こします。 容器は絶対に密閉してはいけません。

誤って容器をぶつけたり損傷を与えたりすると断熱真空層が壊れる事があります。その場合液体窒素の蒸発が激しくなり霜が付着しやすくなります。この容器口に付いた氷が成長して容器口をふさいでしまい密閉状態を作り出し容器が破裂してしまう事も考えられます。容器は丁寧に扱いましょう。

また、密閉してはいけませんが開放し過ぎもいけません。必ずキャップをして下さい。長時間大気に触れすぎると大気中の酸素（窒素より少し沸点が高い；90K（-183℃））が液面で冷却され溶け込み、やがて液体窒素が液体酸素に置換されてしまいます。液体酸素は非常に不安定で有機物と反応して爆発するなど、

液体窒素よりも更に危険です。液体酸素は淡い青色を示すので、もし長時間放置した液体窒素の色が青みがかっていたら絶対に使用しないで下さい。

（3） 窒息

室内にて液体窒素が大量にこぼれた場合、急速に蒸発した窒素が空気を押しのけ（前述のとおり体積が約 700 倍に膨張）酸素濃度を下げます。これまでの事故例によると酸欠を認識したときは既に手遅れな場合がほとんどです。徐々に酸素濃度が低下していく場合は頭痛、めまいなどで気が付くきっかけはありますが大量の低温寒剤による短時間の窒息の場合は気が付くことができずに、酸欠で倒れてしまいます。窒素は無色透明で無味無臭なため、充満している事に気付くのは困難ですので、換気は必ず行って下さい。

息を止めても我慢できるのと低酸素濃度の空気を呼吸するのとは全く違います。濃度によっては一呼吸で倒れます。実験室で人が倒れていた場合、助けに入室すると本人も酸欠で倒れかねません。救助の時は冷静に判断して下さい。

表.2 酸素濃度と人間の症状

酸素濃度	症状
18%	安全の下限界、連続した換気が必要
16%	呼吸数増加、脈拍数増加、頭痛、吐き気
12%	めまい、吐き気、筋力低下（自由がきかない）
10%	中枢神経障害、意識喪失、嘔吐
8%	失神昏倒、死亡
6%	即失神、心肺停止、短時間で死亡

※エレベーターでの運搬について

寒剤容器をエレベーターで運搬する時は酸欠事故を防ぐため同乗厳禁の措置をとり、転倒しないよう固定して容器のみで移動を行って下さい。これは地震、停電、故障などの理由によりエレベーターに閉じ込められ窒息する危険を防ぐためです。

運搬方法

①出発階で一人が容器のみを乗せて出発させる

②目的階でもう一人が容器を降ろす

途中からの利用者の同乗を防止するため『同乗しない旨を掲示する』必要があります。無人輸送中の容器の固定、エレベーターの混み合う時間帯を避ける等

ご配慮下さい。

図 1-2 「同乗禁止」の例

2. 取り扱い

2.1 液体窒素容器

容器には液体窒素が溜まる槽の外側に真空断熱槽があり熱の授受を遮ってます。液が溜まる槽に支えがあるとそこを伝わって熱が逃げてしまうため、一般的に頸部のみで支えている（吊るしている）構造となっています。このため傾斜には弱く、転倒させる等の衝撃を与えることのないように取り扱わないといけません。

(1) 開放式容器

文字通りバルブ操作によって密閉できない容器です。

前述の通り頸部が構造上弱いため、容器を傾けて液体を汲み出せるのは 5～10L 程度までの小型容器です。それ以上の容量の容器では汲み出し用ポンプ（サイフォン）を利用して汲み出します。

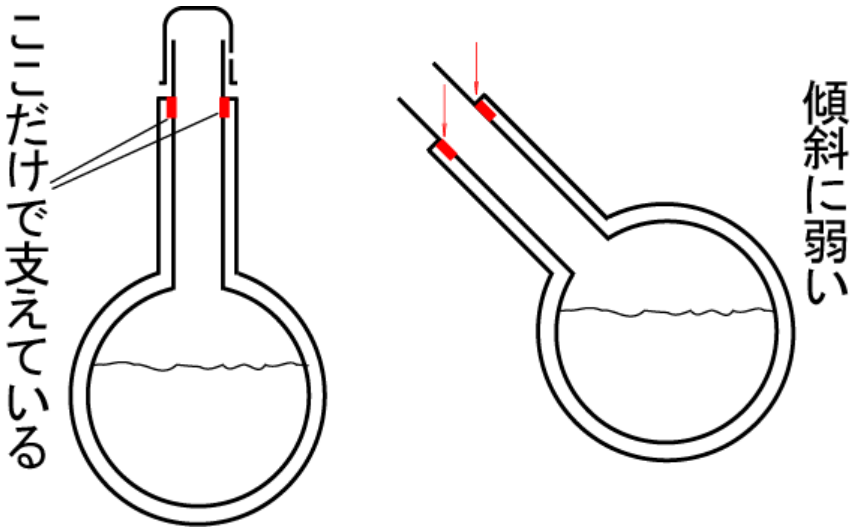


図 2-1　開放式容器の構造

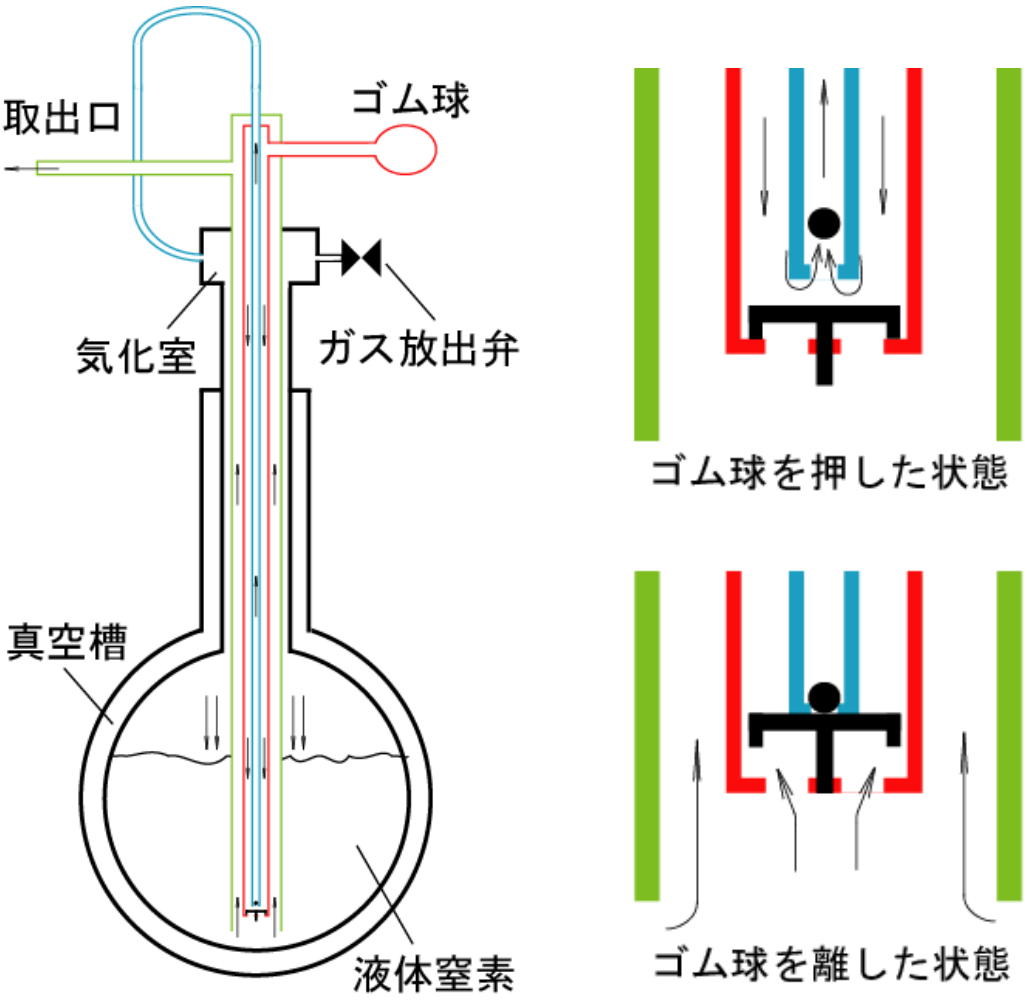


図 2-2　汲みだし用ポンプ（サイフォン）の構造

開放式容器に付属しているキャップには気化したガスが抜けられるように小さな穴が開いてます。このキャップは空気中の水蒸気による着氷や酸素の溶解混入を防いでいるので、使わない時は必ずキャップをして下さい。

(2)　自加圧式容器

バルブ操作によって密閉できる容器ですので、利用時以外はガス放出弁を必ず開けて、密閉されている事のないよう十分な注意が必要です。

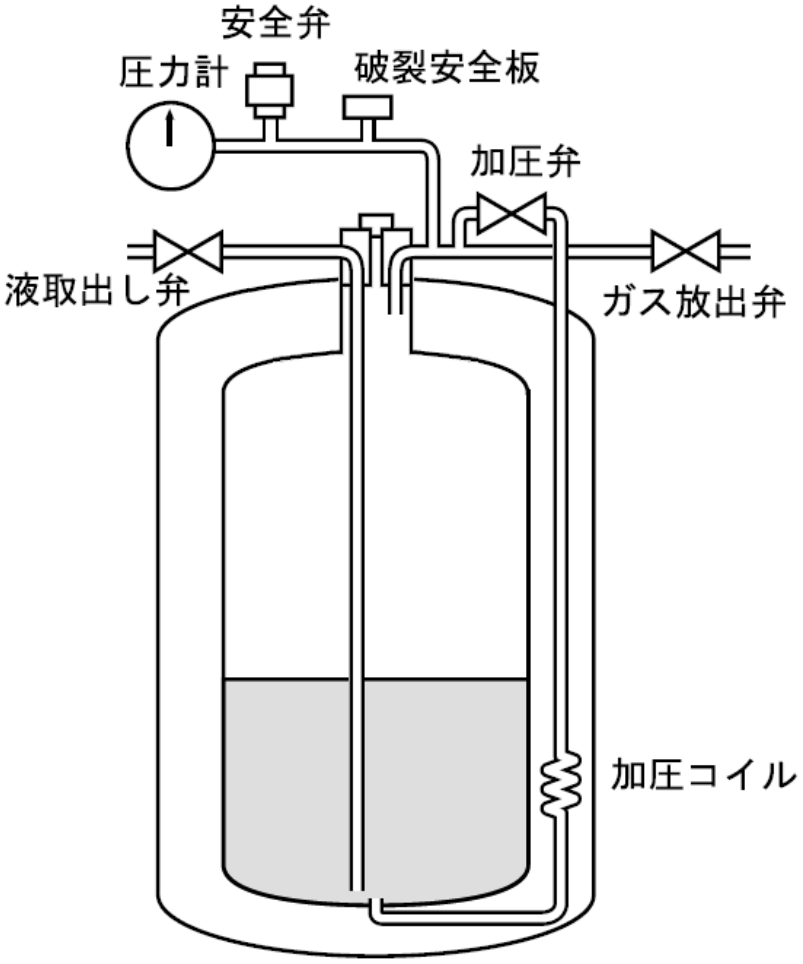


図 2-3　自加圧式容器の構造

自加圧式容器のしくみ：ガス放出弁、液取出し弁を閉めて密閉状態にします。加圧弁を開けると加圧コイルに液が導かれ、ここで蒸発しガスとなります。気化すると体積が膨張するので内部の圧力が上昇します。これによって液面が押され液取出し弁を開ければ液体窒素が取り出せます。終了時はガス放出弁を開けて内圧を下げ、加圧弁と液取出し弁を閉めます。

自加圧式容器はガス放出弁から蒸発ガスを逃がしていますので、汲み出し口には必ず栓をして下さい。万一、汲み出し口に空気や水分が凍結して密閉されてしまった場合は、凍結部位を取り除かなくてはいけません。この場合内部の圧力が高くなっている恐れがあるので、汲み出し口は覗き込まず、顔をなるべく遠ざけて作業して下さい。

2.2 高圧ガスボンベ

高圧ガスボンベは内圧が約 150 気圧にも達するので取り扱いには細心の注意が必要です。

（1） 保管

・ガスボンベ容器は転倒しないように鎖で壁や架台に固定する。
・熱せられて内部の圧力が上昇するのを防ぐため直射日光があたる場所や熱源の近くには置かない。
・万一、ガス漏れを起こしてもガスが滞留しないよう風通しの良い場所に置く。
・未使用時は専用のキャップを必ずしておく。

衝撃を受けて一番弱い部分は容器から突き出しているバルブの部分です。使用後は必ずキャップをして下さい。

図 2-4　高圧ガスボンベ

(2)　バルブ操作

高圧ガスボンベのバルブを開ける時は体が圧力調整器の正面にこない位置に立ち、ゆっくり静かに開けて下さい。急激に開けるとガス出口に接続してある圧力調整器内へ瞬時にガスが流れ込み断熱的な圧縮により発熱を起こします。また接続不具合やバルブおよび圧力調整器が損傷していた場合、圧力調整器やボンベが飛ばされるなど危険な事も考えられます。

圧力調整器（レギュレーター）の操作

圧力調整器はガスボンベに入っているガスの圧力を目的の圧力まで減圧するために利用します。ガスボンベ側の圧力計が一次圧力計でボンベ内の圧力を表示しています。また出口側の圧力計は二次圧力計で減圧させた後の圧力を表示しています。中央の調整バルブは押し込む（右に回す）方向に回すと開き出口側の圧力を高める事ができます。

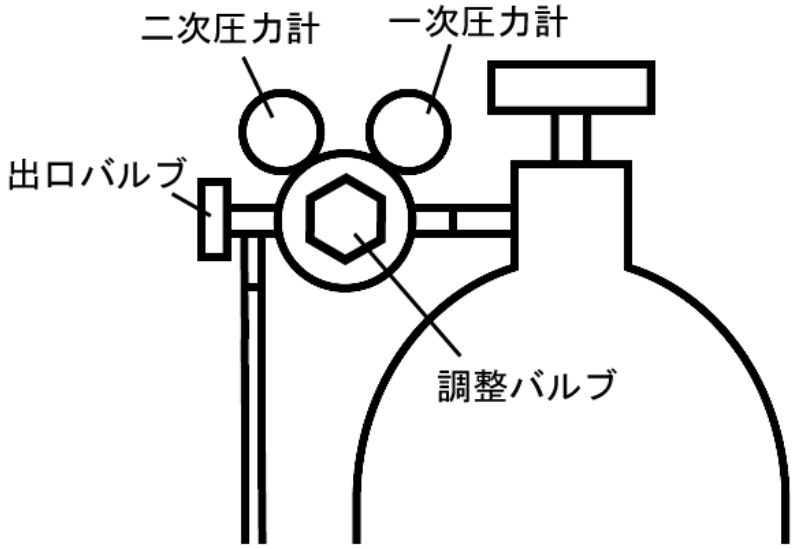


図 2-5　圧力調整器

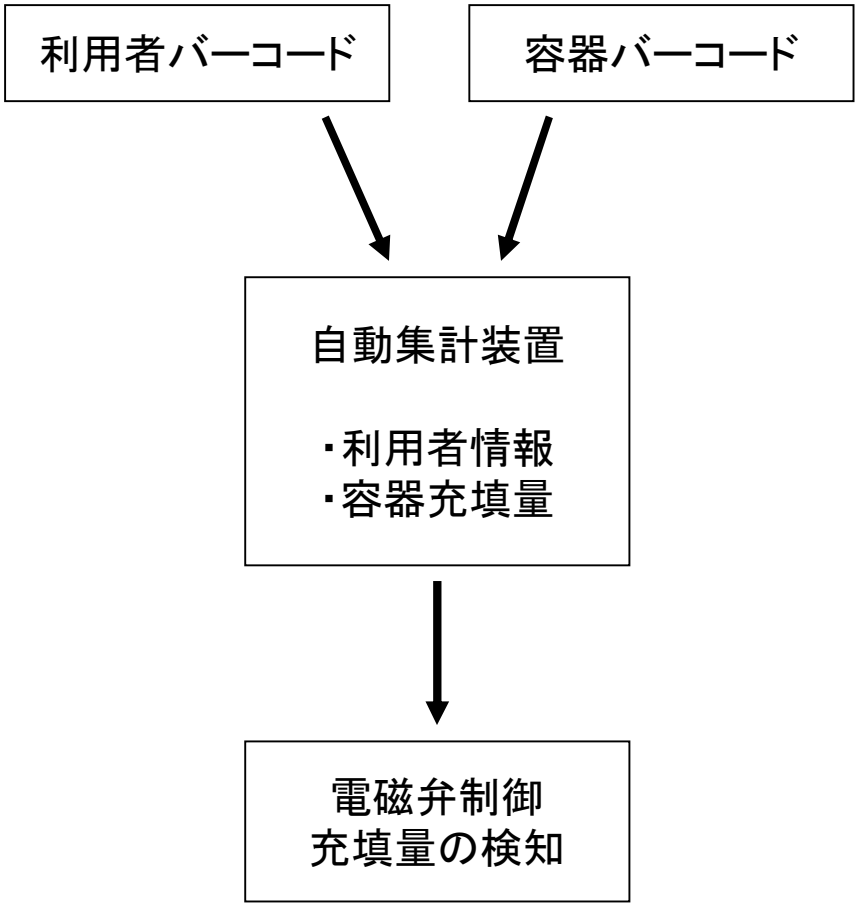
使用時の注意点：

・砂やほこり等を取り除く（容器のバルブを開閉し吹き飛ばす)。
・接続前に圧力調整器の調整バルブと出口バルブが閉まっていることを確認する。
・バルブ操作中は圧力調整器の圧力計を正面から見ないようにする。圧力計が破損した場合ガラスの破片が飛び散り大変危険です。
・ガスの種類毎に専用のものを用意する（酸素は油分があると大変危険)。

3. 液体窒素タンク利用方法

3.1　汲み出しの概要

液体窒素自動供給装置はバーコードを読み取ることで利用者識別・容器識別を行い、充填量を重量変化より検知し制御しています。バーコード読み取りデータおよび充填検知データは自動で集計されます。



容器バーコードに登録されている充填量（上限量）まで重量が達すると自動で電磁弁が閉まります。

3.2　汲み出し手順

巻末に別紙として添付いたします。

4. 連絡先

〒263-8522
千葉県千葉市稲毛区弥生町1番33号
国立大学法人千葉大学理学部極低温室

＜平日・昼間＞
常駐職員　吉本佐紀　　・・・・043-290-2875
施設長　　音　賢一　　・・・・043-290-2761
理学部事務室（総務）　・・・・043-290-2871

＜休日・夜間・装置故障等＞
極低温室 吉本・・・・・・・・090-6266-3506
理学研究科 大濱・・・・・・・090-2757-5866

＜非常事態発生時＞
消防署　・・・・・・・・・・・・・・・・・119
警察署　・・・・・・・・・・・・・・・・・110
警備会社　　・・・・・・・・・043-301-0151
総合安全衛生管理機構　　・・・043-290-2219
正門門衛所　　・・・・・・・・043-290-2110

参考文献

大阪大学低温センター吹田分室「液体窒素の取り扱いについて」
東京大学物性研究所低温液化室「新人教育講習会テキスト」
東北大学極低温科学センター「低温寒剤の取り扱いと危険防止」
琉球大学極低温センター「保安教育テキスト液体窒素利用の手引」
高圧ガス保安協会「高圧ガス保安技術」

編集にあたり以上の文献を参考にさせていただきました。

液体窒素汲み出し手順

2019.5.15（12訂版）

千葉大学理学部極低温室

1.利用者バーコードで解錠します。

ゲートの扉は常時ロックされた状態です。利用者バーコードを使って解錠します。
※2010年の装置導入時より配布してきた従来のバーコードより、横幅の狭いバーコードを2018年より導入しています。幅狭の方が感度が良い傾向です。交換希望の際はご連絡ください。

バーコードの向きは縦向きの方が読み取りやすい傾向です。旧バーコードはあまり接近させ過ぎると反応できないので少し距離を開けます。幅狭の新バーコードは接近させた方が感度が良いです。

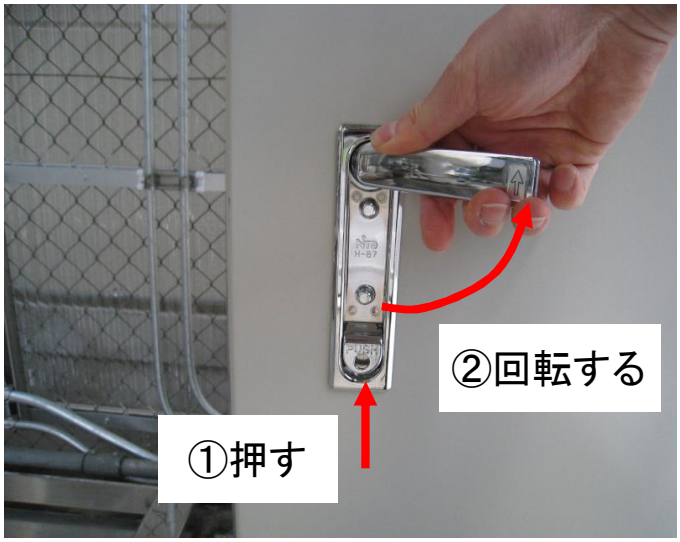
バーコードが読みこまれると10秒ほど解錠されます。扉を開けたままにしておくとブザーがなりますので閉めてください。扉が閉まると自動で施錠されます。

中から扉を開けるには扉右脇にある「一回解錠ボタン」を押すと解錠できます。大型容器の搬入搬出など時間がかかる時は「連続解錠ボタン」を使ってください。「連続解錠ボタン」を使った場合は必ずもう一度ボタンを押して連続解錠を終了させてください。

2.中に入ったら容器を汲み出し台の上に置きます。

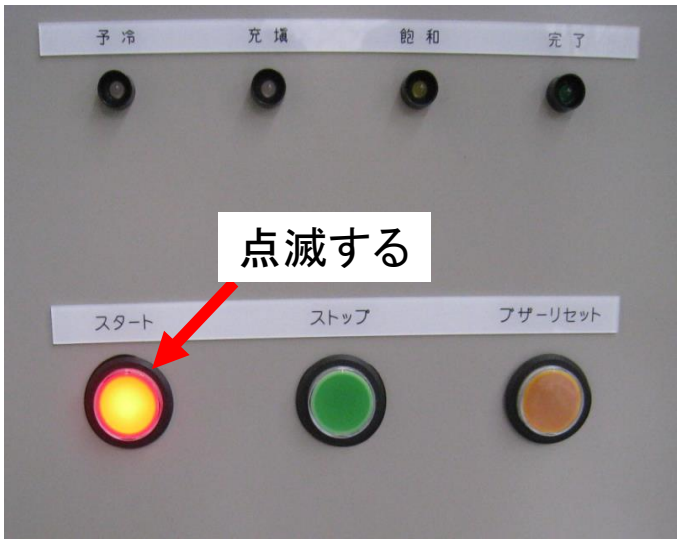
100Lや50Lなど車輪付き容器は車輪をロックします。

3.自動供給装置の扉を開きバーコードリーダーで読みこみます。

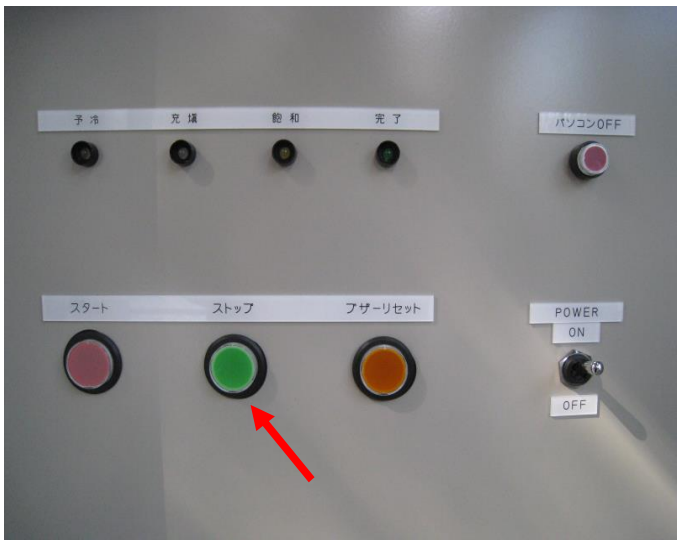


はじめに「容器バーコード」、次に「利用者バーコード」の順に読み取ります。レーザー光は覗き込まないでください。また絶対に人の目に向けないようにしてください。受信できると読み取り機がピッと反応し背面部が緑色に点灯します。

読み込みが完了すると容器番号や設定量が表示され、スタートボタンが点滅します。容器番号と利用者番号の所属が一致しないとエラーになり次へ進めません。

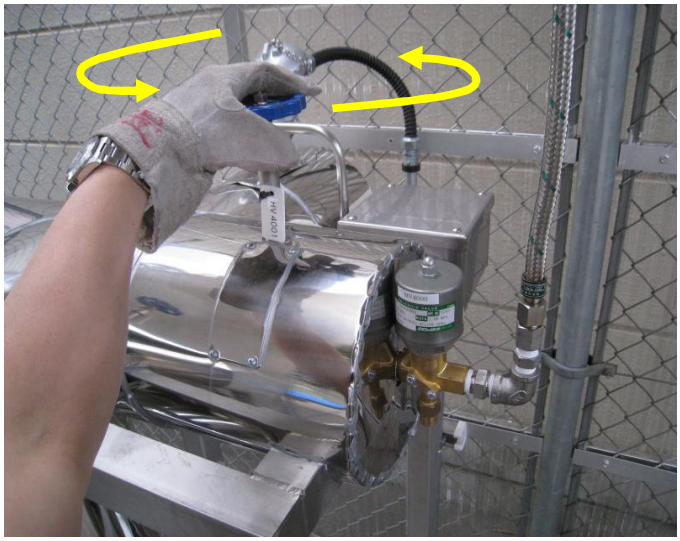


スタートボタンが点滅しないなど（稀にあります）リセットしたい場合はストップボタンを押してください。なお、ストップボタンは「長押し」しないでください。表示されている数値が「0000」（初期状態）になっているのを確認したら、もう一度バーコード読み込みからやり直してください。



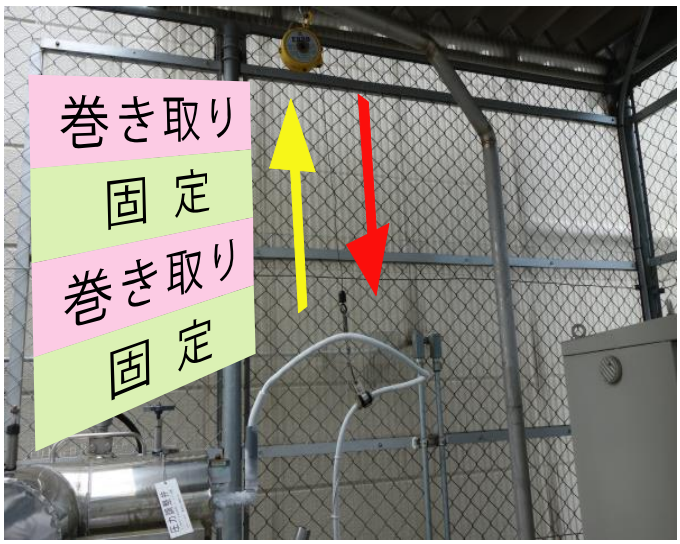
4.手動バルブが閉じていることを確認します。

前利用者の誤解で全開になっていて、硬い場合があります。硬い＝閉止ではありません。バルブを一度開いてみて閉め直せば確実にバルブの閉止を確認できます。この時点では電磁弁は閉まっているので手動弁を開けても何も出ませんので安心して操作してください。

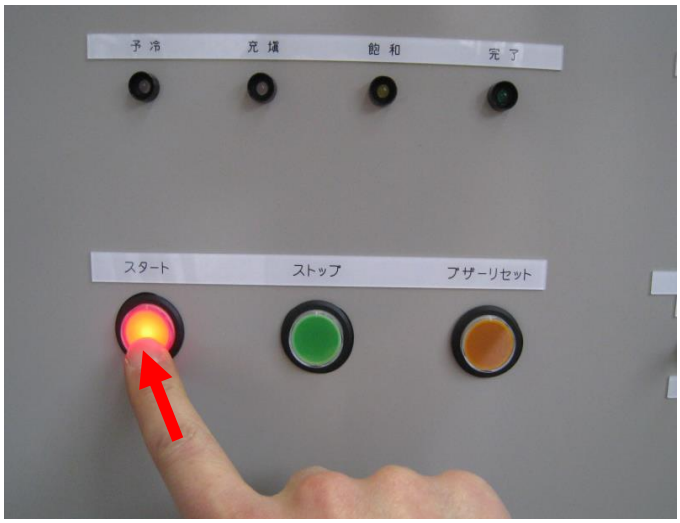


5. 供給ホースをセットします。

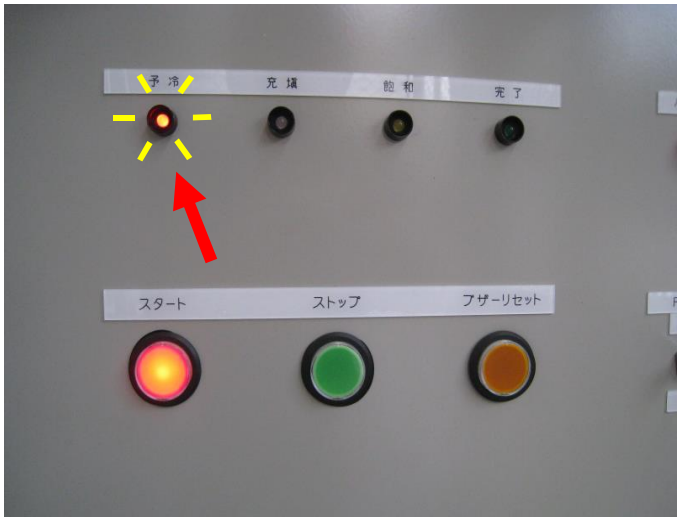
吊り下げ式のケーブルリールは引っ張って“カリカリ”と音がする時はこの位置で固定できます。更に引っ張って“カリカリ”音がしないところでは 上へ巻き取られて元の位置に戻ります。この“カリカリ”音のする「固定ゾーン」と音がしない「巻き取りゾーン」が交互になっています。 容器毎に高さが異なるので程よい位置で固定します。



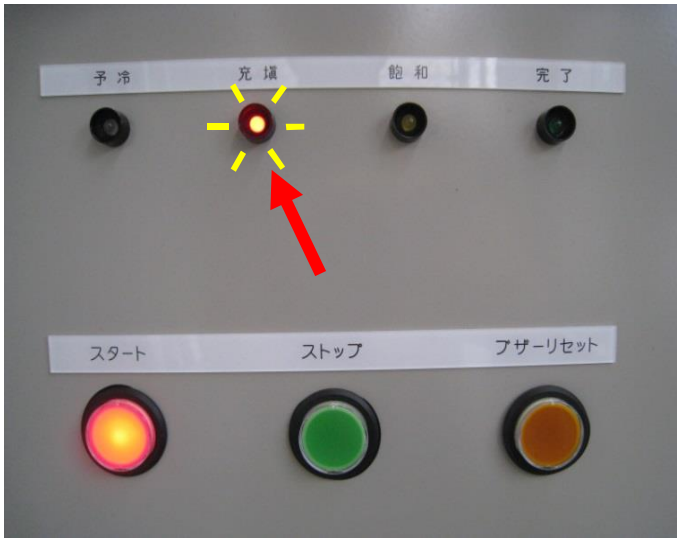
6. ホースをしっかり握ってからスタートボタンを押します。



※液体窒素タンクから汲み出し口までの経路が暖まっている場合には「予備冷却」という機能がはたらきます。これは、汲み出し口を開いて液体窒素を流そうとしても経路が長く全体が冷えるまでに時間がかかってしまうため、汲み出し口手前の排気口を開いて大流量で素早く経路を冷やしてしまおうという機能です。脇の排気口より激しく窒素ガスが噴出されますが故障ではありませんのでご安心ください。なお直前に利用があり経路が既に冷えている場合は「予備冷却」は作動しません。



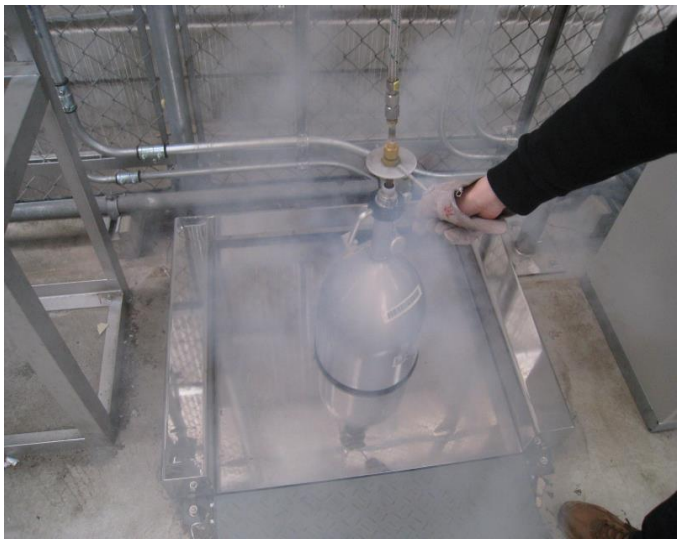
予備冷却が完了すると自動で排気が終わり電磁弁が開き、充填ランプがつきます。この時汲み出しホースから窒素ガスがわずかに流れますが故障ではありません。



7.手動バルブをゆっくり開いて汲み出します。

開度が小さいと途中で蒸発してしまい、いつまでも窒素ガスのままです。ある程度は開いてください。

最初は蒸発した窒素ガスが出て来るので勢いがあります。冷えてきて液体窒素に変わると圧力が落ち着きます。



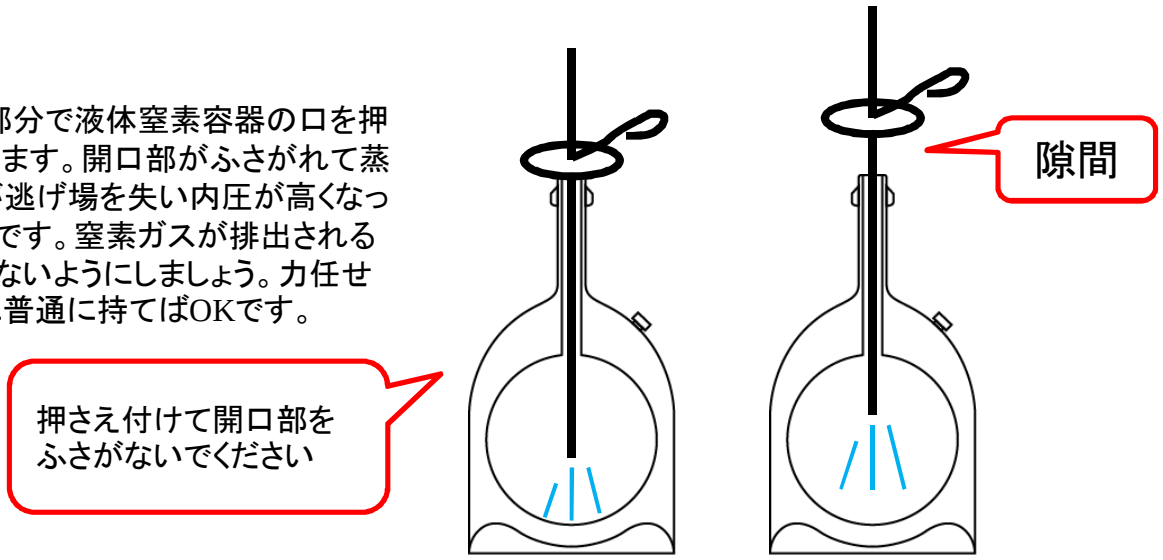
※誤って重量計の上に足を掛けますと体重がかかってしまいます。体重を機械が充填完了と認識してしまいますのでご注意ください。誤認識してしまった集計データをそのままにしますと課金対象になってしまいます。誤データは消去しますので必ずご一報ください。

＜安全停止機能＞

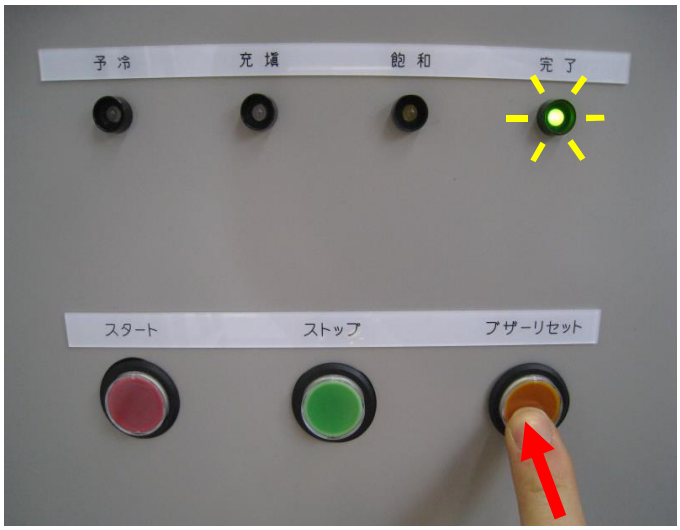
この供給装置は充填中に重量の変化量を検知しています。ある一定期間に変化量がゼロの場合自動的に安全停止します。慎重になり過ぎて手動バルブ開度が小さ過ぎる場合なかなか液体窒素が溜まらず安全停止してしまう事があります。もう少し手動バルブを開いてある程度の流量を確保してください。
また、容量の大きな100L容器などは外気温まで温まった状態から汲む場合は、熱容量が大きいため、なかなか溜まらず変化量ゼロになりがちです。安全停止してしまった場合はお手数ですが再度汲み直してください。

＜密閉厳禁＞

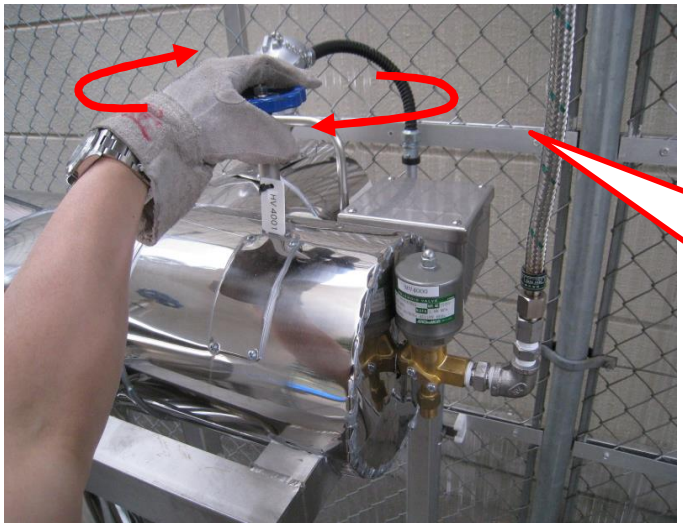
供給ホースの笠部分で液体窒素容器の口を押さえ付ける人がいます。開口部がふさがれて蒸発した窒素ガスが逃げ場を失い内圧が高くなってしまうので危険です。窒素ガスが排出されるよう隙間をふさがないようにしましょう。力任せに押さえ付けずに普通に持てばOKです。



充填量が設定値まで到達すると自動で停止します。完了のランプが点灯しブザーが鳴りますのでブザーリセットボタンで解除してください。



8.手動バルブを必ず閉めます（既に流れが止まっているため忘れやすい）。



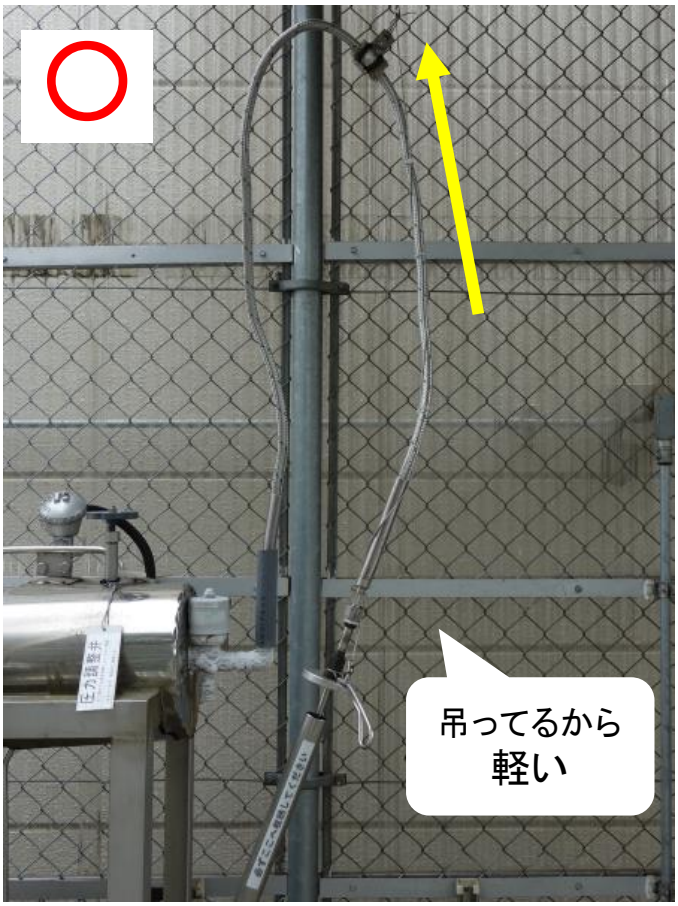
閉める向きは時計回りです！

窒素の流れが止まっているため逆向きに回しても気が付かず全開にしてしまう人がいます。バルブを回す向きにご注意ください。

9.ホースを元の位置に戻します。

ケーブルリールは引っ張ると「固定」と「巻き取り」が交互に替わるので、少し下へ引っ張ってやると上へ巻き取られ元の位置へ戻ります。必要以上に引っ張る人、力任せに引っ張る人が居ますが、故障の原因と成っています、おやめください。少し引くだけで十分です。

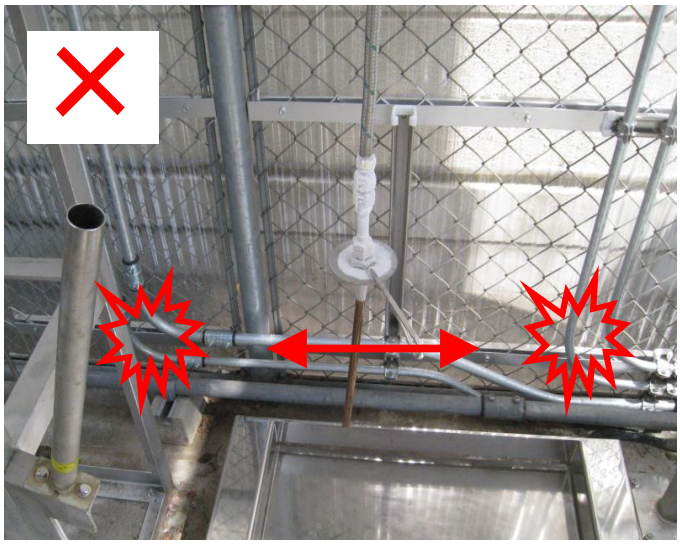
供給ホースを上へ巻き取らない状態で収納パイプへ戻そうとすると供給ホースの重量を自分で持ち上げる事になるので重いです。また供給ホースの付け根に負荷がかかり寿命を縮めてしまいます。上へ巻き取っておけば高い位置で吊られているので収納パイプへ戻す際も軽く安易になります。そしてホースにも負荷がかかりません。



巻き取った状態

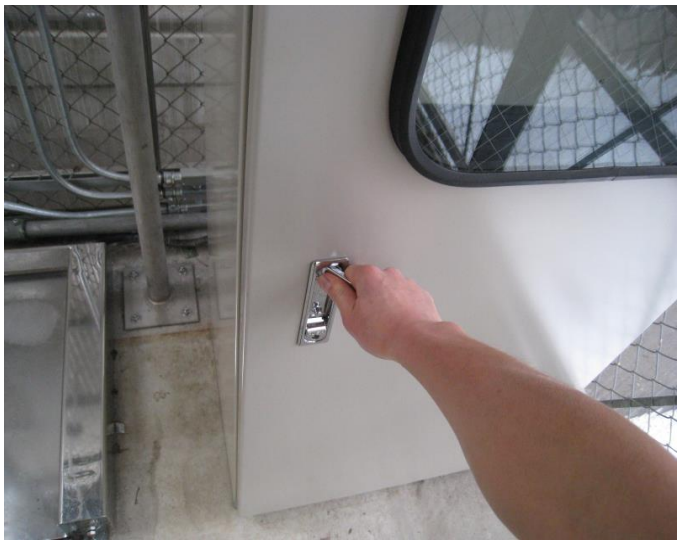
巻き取っていない状態

供給ホースは収納パイプへ必ず収納してください。ブラブラ吊るしたままの状態ですと強風などにあおられて激しく揺れて非常に危険です。



10.集計装置の扉を確実に閉めます。

バーコードリーダーのコードを挟まないようにご注意ください。

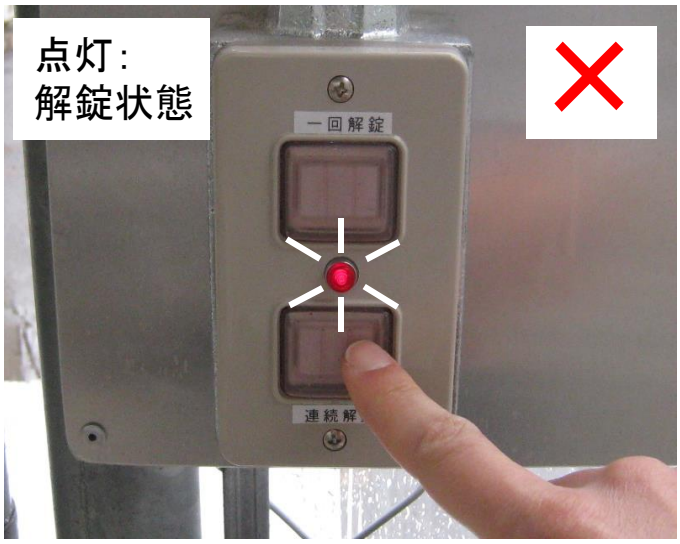


11.退場の際は解錠ボタンを押すとフェンス扉を開けることができます。

「一回解錠ボタン」を押すと10秒程解錠されます。

※解錠ボタンは「一回解錠」と「連続解錠」の2つがあります。「連続開錠」は出入りに時間のかかる大型容器やメンテナンス時に使用するもので開錠状態のままになります。「連続開錠」を使用した際はもう一度ボタンを押して連続解錠を終了してください。

もし「連続開錠：赤ランプ点灯」のままになっているのを発見したら、もう一度「連続開錠」を押して通常の状態（赤ランプ消灯）へ戻してくれるようご協力をお願いします。



12.フェンス扉が施錠されたことを確認します。

「一回解錠」を押した数秒後に自動で施錠されます。

補足事項

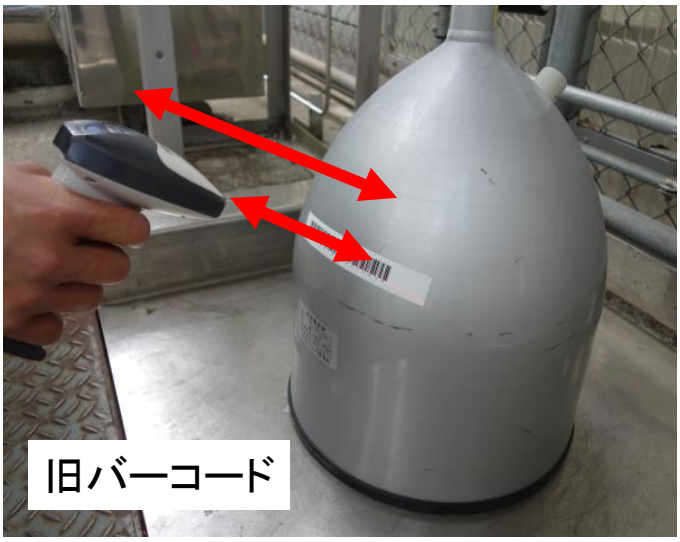
＜バーコード読み取り＞

【旧バーコードの場合】

読み取りにくい場合はバーコードと読み取り機の角度や距離をいろいろ変化させてみて下さい。じっと静止させているよりも、変化を与えた瞬間に読み取れる傾向があります。赤いレーザー光がバーコード全域に当たるようにある程度距離をとってください。近過ぎると読み込めません。

【新バーコードの場合】

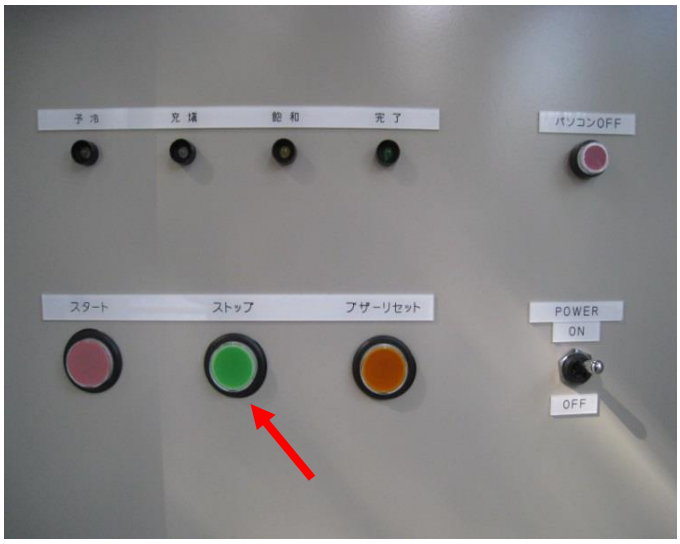
近づけた方が感度が良いです。バーコードの幅が狭いので近寄せても全幅を照射でき、近い分感度も良くなります。※新バーコードへ順次移行しますので、交換希望の際はご連絡ください。



日光が当たっていたり明るい日中などバーコードリーダーの読み取り感度が低下します。ノートや手をかざして影を作ってみたり、容器を回して暗い方へ向けてやると読み取り感度を高めることができます。

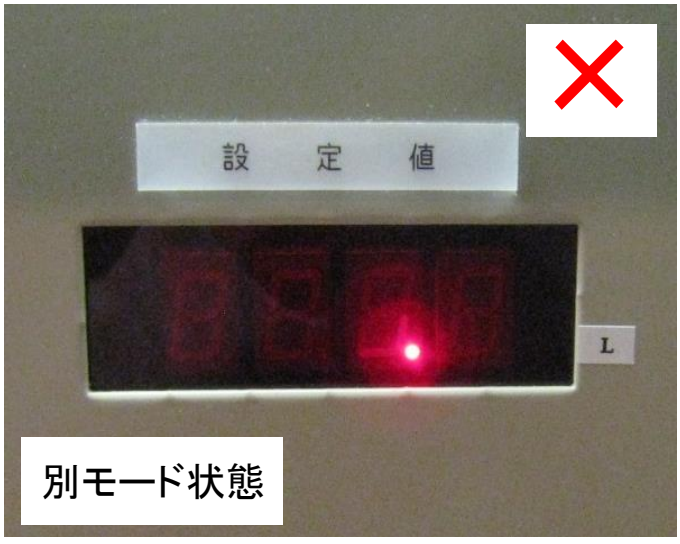
＜リセット機能＞

バーコード読み込みに失敗したり、スタートボタンが点灯しないなど不具合でリセットしたい場合はストップボタンを押してください。ストップボタンにはリセットの機能があります。



表示が「0000」の初期化状態に戻ったのを確認してから再びバーコード読み込みを行ってください。

なお、ストップボタンは絶対に「長押し」しないでください。自動集計装置の設定が通常のモードでなくなり、バーコードを読み込めなくなります。もし下記写真のように自動集計装置の表示が別モード状態になっている場合は再度ストップボタンを「長押し」して通常状態へ戻してください。

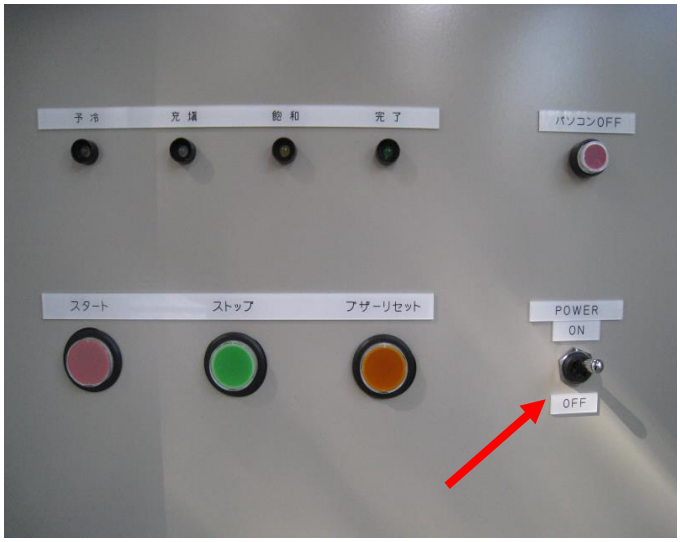


＜リセット機能２＞

ストップボタンによるリセットでも効き目の無い不具合の場合は、更に効き目の強い「電源の再起動」を行います。

まず**はかりの上に何も無い状態**にしてください。電源ON時の状態がZERO設定となります。物が置いてあるとZERO位置がずれてしまいます。容器を載せている場合は容器をはかりから下ろします。

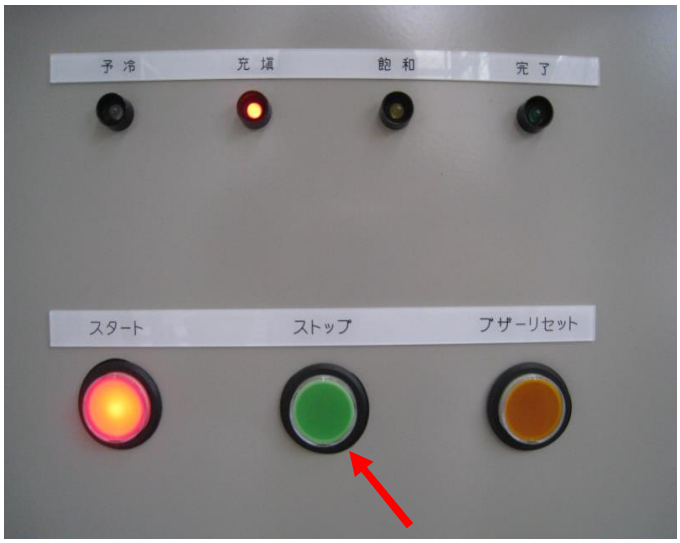
電源をOFFにし再びONにします。これでリセットされます。これでも効果が無い場合は担当職員へお問い合わせください。



＜手動停止＞

設定量まで汲む必要が無く任意の量を汲みたい場合、充填量がお好みの量に達した段階でストップボタンを押していただくと充填を停止できます。

例えば100容器で50Lだけ汲みたい場合、充填中に充填量の表示を監視していただき、50Lに達したらストップボタンを押してください。



また、汲んでいる最中に溢れ出して充填量が設定値に到達しない場合もストップボタンを押して手動停止してください。設定値に達せず容器口からあふれてしまう事が毎回起こる場合は設定値がずれていると思われますので変更いたします。お手数ですがご連絡ください。

＜よくあるトラブル＞

１．満タンでないのに勝手に停止してしまう。

1-1.流量不足

［解決方法］ 流量が少ないと思われるので手動バルブをもっと開けてみてください。

汲み出し装置の安全停止機能がはたらいたと思われます。汲み出し中、装置は重量変化を見ています。一定時間中（初め120秒、以降40秒ごと）にこの重量に変化が見られない場合、安全のため電磁バルブを閉じて汲み出しを停止します。無人かつ供給ホースが外れている/液が容器からあふれている等に備えた機能です。

液体窒素の流量が少ない場合、容器内で蒸発してしまいなかなか溜まりません。このため変化量が足りずに安全停止機能がはたらいていると考えられます。容量の大きな100L容器などは熱容量もそれなりに大きくなるため、室温からの温まった状態で汲もうとすると、手動バルブ全開でもなかなか溜まらず安全停止してしまう事があります。この場合も、お手数ですが再度汲み入れ操作をしてください。

1-2.誤検知

［解決方法］ 重量計に足を掛けていないか立ち位置を確認してください。

稀なケースですが自らの体重で停止させていたという事例がありました。重量計に足を踏み入れないようにご注意ください。また体重によって充填完了となった集計データは課金対象になってしまうので必ずご一報ください。データを削除します。

２．電磁バルブが閉まらない

2-1.機械的不具合

［解決方法］ 手動バルブを閉じて流れを断ってみてください。

液体窒素の流れが止まったことをきっかけに電磁バルブが閉まる傾向があります。改めて手動バルブを開いてみて電磁バルブが閉まったか確認してみてください。手動バルブを開いても流れないようなら解決です（微量のガスは流れます）。

それでも閉まらない場合は、弁体に異物が引っ掛かっている可能性があります。氷の場合は暖まれば解消するので、手動バルブを閉じて暖めます。職員へ連絡してください。

2-2.電気的不具合

［解決方法］ 汲み出し装置の電源を切ってみてください。

電磁バルブは電気の供給がない状態では閉止するようになっています。これでも閉まらない場合はやはり弁体に異物が引っ掛かっている可能性があります。職員へ連絡してください。