

# 液化水素使用条件における当社シール材の評価

## 極低温シール試験と液化水素流通シール試験の検討

工業製品事業本部 配管・機器部品技術開発部 神原華実

### 1. はじめに

エネルギーキャリアとしての水素の利活用は、有効な温暖化対策の一つとして主要諸国で検討されており、国内においても「水素・燃料電池戦略協議会」や「CO<sub>2</sub>フリー水素ワーキンググループ」等で水素の利活用方法について検討されている<sup>1)</sup>。

なかでも液化水素は、水素ガスの1/800の体積となることから、水素の大量輸送手段としての活用が期待されている<sup>2)</sup>。

液化水素は沸点が $-253^{\circ}\text{C}$ と極低温の流体であるため、シールするためのガスケットには、水素に対する気密性に加えて、極低温条件への耐性が求められる。水素分子は分子量が小さく自己拡散係数が大きいため、ガスケット内部を透過しやすく、他の流体に比べてシールが難しいことが想定される。また、金属や樹脂などの材料は、温度が下がると強度が低下して脆くなったり、大きく収縮したりするが、ガスケットにそのような変化が生じると流体をシールすることが難しくなる。

液化水素に対するシール性の評価において、もしシールが不十分だった場合、可燃性である水素ガスが多量に漏えいして危険である。そこで、まずは不活性ガスであるヘリウムを用いて $-270^{\circ}\text{C}$ という極低温下で十分なシール性を有していることを確認したのちに、液化水素を用いて水素に対する気密性の評価を行った。本稿では、その結果を報告する。

### 2. 試料と実施試験

#### 2.1 試料

試験には、極低温用ガスケット TOMBO™ No.1839R グラシール® ボルテックス® ガスケット-L (以下, GRボルテックス-L)を用いた。本製品はテープ状の膨張黒鉛と薄鋼板を交互に重ね、うず巻状に巻き付けた構造をしており、LNGで多数実績があるガスケットである(図1)。

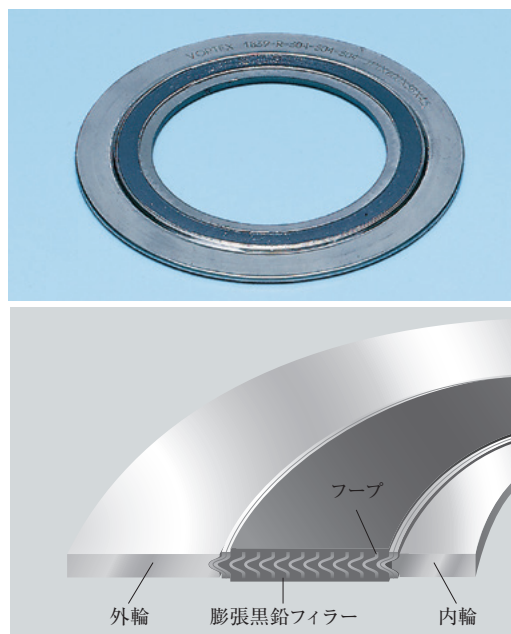


図1 グラシール® ボルテックス® ガスケット-Lの外観写真と構造図

#### 2.2 実施試験

極低温下におけるシール性は、フランジ締結体を室温から $-270^{\circ}\text{C}$ まで冷却したときの漏れ量の変化を評価した。水素に対する気密性はフランジ

締結体および配管内部に液化水素を流通させ、フランジ周辺の水素ガスの漏れの有無を評価した。

### 3. 極低温シール試験

前述した通り、金属などの材料は温度が低下すると強度低下や収縮を生じる。ガスケットが収縮すると締付面圧が下がり、漏れ量が増加する可能性がある。

低温下でのシール性の評価は、当社では従来、液化窒素を用いてシール部周辺を冷却して行ってきた。しかしながら、表1に示す通り、液化水素の沸点以下まで冷却できる流体は液化ヘリウムのみであり、その希少性、取扱い性の難しさから実験に用いるのは困難である。そこで低温流体に代わって、GM冷凍機と呼ばれる機械式の冷凍機を用いてフランジ締結体を $-270^{\circ}\text{C}$ まで冷却し、評価を行った。

表1 低温流体の沸点

流体名	沸点 (°C)
LNG	-162
液化窒素	-193
液化水素	-253
液化ヘリウム	-269

#### 3.1 GM冷凍機

GM冷凍機とは、Gifford-McMahonサイクルを動作原理としている冷凍機で、蓄冷材がシリンダ内部を往復運動し、冷媒ガスを断熱膨張して寒冷を発生させる機械式の冷凍機である。市販されているGM冷凍機のなかには $-270^{\circ}\text{C}$ 以下まで冷却することができるものもある<sup>3), 4)</sup>。

#### 3.2 試験方法

試験装置の模式図を図2に、試験条件を表2に示す。本試験では、GM冷凍機に銅製の①伝熱プレートおよび②ワイヤーブレードを連結し、③フランジ締結体を伝熱冷却した。装置内部は真空および④熱シールドで断熱している。

フランジ締結体から漏れたヘリウムガスは熱交換ガスとして作用し、装置内の温度を上昇させる

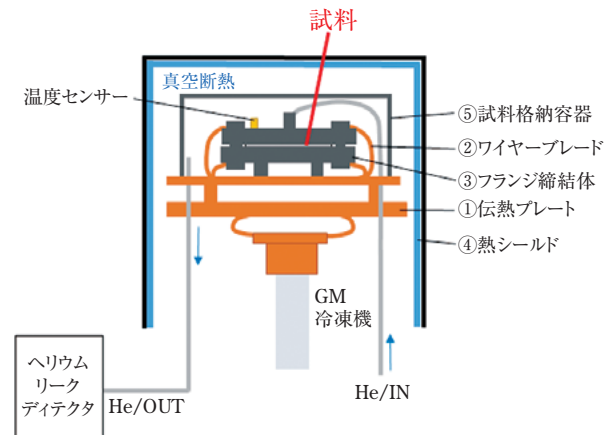


図2 シール試験装置の模式図

表2 シール試験条件

試料	1) GR-ボルテックス-L 2) ナフロンボルテックス
試料寸法	JPI クラス300LB 1B 4.5t
内外輪・フープ材質	316L鋼
温度	室温 → $-270^{\circ}\text{C}$ → 室温
流体	ヘリウム
内圧	1.2MPa
漏れの検出方法	ヘリウムリークディテクタ

ため、⑤資料格納容器で漏れたガスを捕集する、二重構造とした。

今回、GR-ボルテックス-Lの比較として、シール部分にPTFEテープを使用したTOMBO™ No.9090 ナフロン® ボルテックス® ガスケット（以降、ナフロンボルテックスという）も試験した。

#### 3.3 試験結果

試験結果を表3に示す。

フランジ締結体が $-270^{\circ}\text{C}$ まで冷却されたとき、GR-ボルテックス-Lのシールレベルは冷却前と同等の $10^{-5} \text{ Pa m}^3/\text{s}$ オーダーであり、復温後も同等であった。対してナフロンボルテックスは、室温下のシール性は良好であるものの、フランジ締結体の温度が下がると漏れ量が急激に増加した。シー

表3 シールレベル [単位:  $\text{Pa m}^3/\text{s}$ ]

	GRボルテックス-L	ナフロンボルテックス
冷却前 (室温)	$1.8 \times 10^{-5}$	$2.9 \times 10^{-10}$
低温時 ( $-270^{\circ}\text{C}$ )	$3.2 \times 10^{-5}$	$3.2 \times 10^{-2}$
復温後 (室温)	$1.1 \times 10^{-5}$	$8.8 \times 10^{-10}$

ル部の PTFE が温度低下により収縮し、シールに必要なガスケット面圧が保てなくなったためと推定される。本試験により GR-ボルテックス-L は、極低温下でもシール部の膨張黒鉛の収縮が起こり難く、耐低温性を有していることが確認された。

#### 4. 液化水素流通シール試験

極低温に対する耐性を有していても、分子量が小さい水素ガスはガスケットのシール部分を浸透して漏れてくる可能性がある。そこで、液化水素を流通させて、内部から冷却したときの漏れの有無を評価した。

##### 4.1 試験方法

試験装置の概略図を図3に、試験条件を表4に、温度サイクルのイメージを図4に示す。二つの液化水素タンクの間にはフランジ締結体を2組配置し、

表4 液化水素流通シール試験条件

試料	GR-ボルテックス-L
試料サイズ	JIS 20K 25A 4.5t
内外輪・フープ材質	316L鋼
フランジ材質	316L鋼
流体	液化水素
最大供給圧力	約0.7MPa
試験体冷却後の保持時間	10min
流通サイクル数	8サイクル
漏れの検出	水素ガス検知器 検出下限：50ppm サンプリング流量：300 ± 50ml/min
締付トルク	60Nm/本 (締付面圧 78.4N/mm <sup>2</sup> 相当)

タンク1からタンク2に液化水素を送液することで、配管およびフランジ締結部内に液化水素を流通させた。

配管は真空断熱の二重管を用い、フランジ締結部周辺はグラスウールとウレタンフォームで保冷

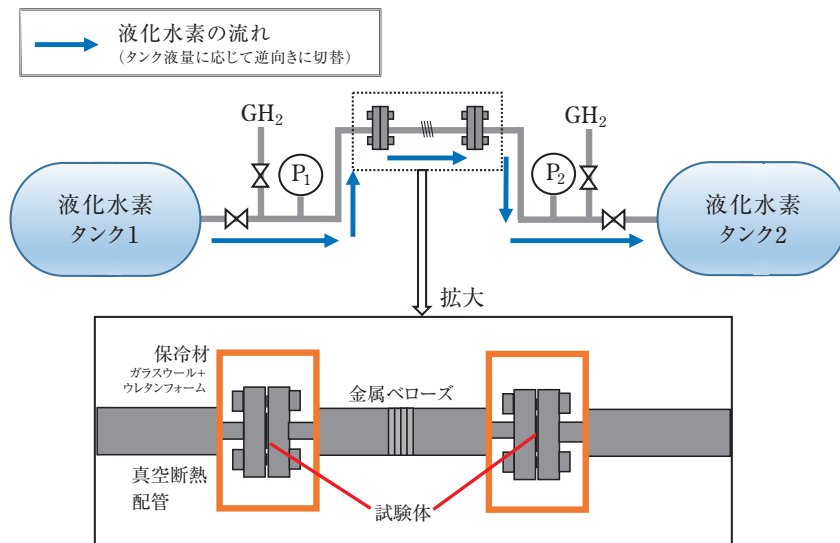


図3 液化水素流通シール試験装置の概略図

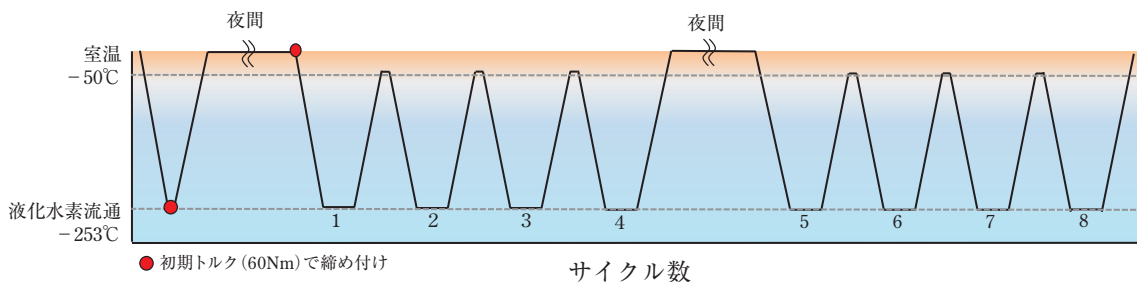


図4 試験サイクルのイメージ図

した。配管・フランジ・ガスケットの金属材質は316L鋼を用いた。316L鋼は、オーステナイトステンレス鋼のなかでも水素脆化による強度低下が生じにくいことが確認されている<sup>5)</sup>。試験準備として、一度フランジ締結体を冷却して表4の締付トルクで締め付け、翌日、室温に復温させたのち同締付トルクで再度締め付けた。

試験手順は下記の通り実施した。

- 1) 液化水素の流通を開始する。
- 2) 熱電対の温度が一定となった後、10分間保持する。
- 3) 液化水素の流通を止め、常温の水素ガスを吹き込み、復温する。
- 4) 1)～3)のサイクルを8サイクル実施する。
- 5) 液化水素による冷却と、復温のサイクルの間、10分毎に試験体周辺に水素ガス検知器のプローブを当て、漏れの有無を測定する。

## 4.2 試験結果

液化水素の流通を開始して20～30分でフランジ締結体が冷却され、熱電対の温度が一定となった。その際、受液側のタンク重量が徐々に増加していることで、配管内を液化水素が流通していることを確認した。

冷却・復温の8サイクル中の水素ガス検知器の検出結果を表5に示す。

液化水素の流通および復温の過程において、水素ガス検知器で試験体周辺の漏れ量を測定したが、全ての条件において漏れた水素ガスは検出されなかった。

表5 水素ガス検知器の検出結果

	液化水素流通後	復温後
1サイクル	ND	ND
2サイクル	ND	ND
3サイクル	ND	ND
4サイクル	ND	ND
5サイクル	ND	ND
6サイクル	ND	ND
7サイクル	ND	ND
8サイクル	ND	ND

ND：非検出

漏えいガスの吸引率を100%と仮定すると、検知器の検出下限：50ppmおよびサンプリング流量：300ml/minより、漏れ量は約 $2.5 \times 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 以下に相当する。

本試験により、GR-ボルテックス-Lの $-253^\circ\text{C}$ の液化水素に対するシール性が確認された。

## 5. おわりに

本稿では、極低温シール試験および液化水素流通シール試験により、GR-ボルテックス-Lの液化水素への適用性を評価した。今後もお客さまの使用条件に応じたシール材の評価を実施し、適用性を検証していく所存である。

### 謝 辞

このたび、極低温シール試験は株式会社 低温技術研究所において、液化水素流通シール試験は岩谷産業株式会社 中央研究所のご協力により試験を実施するに至りました。関係者の皆さまにはご尽力をいただき、深く感謝の意を表します。

### 参考文献

- 1) 水素サプライチェーン事業化に関する調査・報告書, 令和2年3月発行, 環境省。
- 2) 岩谷産業株式会社, 水素エネルギーハンドブック 第6版。
- 3) 住友重機械工業株式会社, 極低温冷凍機 (最終閲覧日: 2021年7月12日)。 <https://www.shi.co.jp/products/precision/cold/>
- 4) 松原 洋一: クライオクーラ-極低温冷凍機の基礎-, 低温工学 41巻8号 (2006)。
- 5) 45MPa 高圧水素ガス雰囲気下での金属材料の機械的特性評価, 日本金属学会誌 第69巻第12号, p.1039-1048 (2005)。

\*「TOMBO」はニチアス(株)の登録商標または商標です。

\*「グラシール」はニチアス(株)の登録商標です。

\*「ボルテックス」はニチアス(株)の登録商標です。

\*「ナフロン」はニチアス(株)の登録商標です。

\*本稿の測定値は参考値であり、保証値ではございません。

### 筆者紹介



神原 華実

工業製品事業本部  
配管・機器部品技術開発部