

液化水素実験設備と極低温物性測定装置の紹介

研究開発本部 浜松研究所 研究部門

1. はじめに

日本では、2050年のカーボンニュートラル目標の実現に向けて、官民挙げてさまざまな活動が行われている。目標実現の手段の一つとして、水素社会の実現が計画されている。水素は燃焼してもCO₂を発生しないため、現在燃料源として主に用いられている石油や天然ガスなどを水素に置き換えていくことで、脱炭素化を図ることができる。そのため、効率的な水素貯蔵および水素輸送技術の開発が急務となっている。

水素キャリアの有望な候補の一つとして液化水素がある。

液化水素は沸点が20K（-253°C）と極めて低いこと、水素は金属などを脆化させることから、液化水素下、また液化水素温度下で使用できる材料は限定される。今後液化水素が大量に扱われるようになり、液化水素設備が大型化した場合、新たな課題が発生することが懸念される。

当社では、液化水素温度下で使用できる断熱材、シール材、それらを用いる工法を開発していく計画を進めている。

開発には液化水素温度下での材料物性の把握や、液化水素実験で性能を確認することが必須である。しかし、そのような条件で物性取得や実験を行うことができる研究機関や、受託試験が可能な企業・研究機関が、現状では極めて少ない。また現在公開されている物性データは金属材料が多く、今後水素社会の普及に必要となる無機材料や有機材料の物性データは少ない。

当社では液化水素温度までの極低温で物性を取得できる装置の導入と、液化水素実験ができる実験棟を建設することにした。装置の一部は完成し、すでに稼働しているが、全体の完成は、2026年3月を予定している。本稿では、その極低温物性測定装置と液化水素実験設備について紹介する。

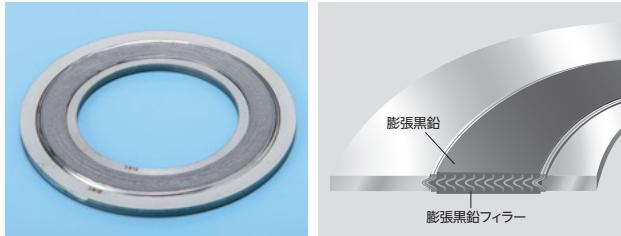
2. ニチアスの極低温保冷技術と製品

当社の低温保冷施工や製品は、日本国内へLNG（液化天然ガス）が導入された当初から長年にわたる実績がある。

施工実績に関しては、LNG地下式・地上式貯槽、LNG配管、機器類の保冷施工をはじめとして、多数の施工実績がある。また、ご使用いただいている製品としては、硬質ウレタンフォーム保温材TONBO™ No.5001-TN「フォームナート® カバーTN」、TONBO™ No.5000-TN「フォームナート® ポードTN」（図1）、極低温配管支持材として使用される高密度硬質ウレタンフォームTONBO™ No.5010「フォームナート® サポート」（図2）、さらには、TONBO™ No.1839R「グラシール® ボルテックス® ガスケット-L」（図3）をはじめとした各種シール材など多岐にわたる。

現在、国内には50か所を超えるLNG受入基地があるが、当社はそのほぼすべての基地において保冷工事を手がけており、各種製品をご使用いただいている。

LNG（111K、-162°C）での断熱材、断熱構造、シール材の適用性については、液化窒素（77K、

図1 フォームナート[®] TNシリーズ図2 フォームナート[®] サポート図3 グラシール[®] ポルテックス[®] ガスケット-L

–196°C)での試験、性能評価を行うことにより可能であり、当社でも物性、性能評価、さらには実機を模した冷却試験を液化窒素を用いて実施し、製品、工法開発を行ってきた。

3. ニチアスの目指す液化水素対応製品・工法と必要な研究開発設備

当社のLNG向け製品、工法や、すでに液化水素向け配管部材などで実績のある製品を踏まえ、液化水素向けの新たな製品・工法の開発を行うためには液化水素温度での材料物性の取得と、製品、工法の性能評価が必要である。

材料開発において必要不可欠な物性は、熱伝導率、熱膨張収縮率、機械的特性（引張強度や圧縮

強度など）があげられる。物性測定温度については、使用する製品が必ずしも液化水素温度になるとは限らないため、液化水素温度を含む任意の温度で物性測定ができることが必要である。また液化水素を使用し物性測定を行う場合、安全対策とコストの点で課題がある。そのため冷凍機を用いて物性測定を行うことを考えた。

液化水素向け製品、工法の性能評価については、実機を模した配管やフランジを用いた実験を行う必要がある。しかしその場合、冷凍機では冷却能力や均熱性が不足する。そのため液化水素を用いた実験設備の導入を行うことにした。

次項よりそれぞれの設備について紹介する。

4. 液化水素温度を含む極低温物性測定装置

4.1 热伝導率測定装置

当社では低温域における断熱材の熱伝導率測定に、保護熱板法（Guarded Hot Plate method、以下GHP法）を導入している。この装置は–160°C～250°Cの任意温度で熱伝導率を測定できる。しかし、液化水素温度（–253°C）には対応していないため、液化水素温度（–253°C）の温度域まで測定できる装置を自社で開発することとした。

種々の熱伝導率測定方法を検討し、過去¹⁾にも液化水素温度での実施例がある円筒法を採用した。円筒法とは、円筒状の試験体の内径側または外径側に熱源を配置し、放射状に試験体を通過する熱流から試験体の熱伝導率を算出する測定方法である。開発した装置は円筒内部にヒーター、円筒外部に冷凍機によって冷やされる冷却部を設けた構造である。なお、円筒法とGHP法では試験体の形状が「円筒」、「板状」の違いがあるものの、基本的な原理は同様である。それぞれの装置の基本仕様と試験方法の概念図を図4、開発した装置外観を図5に示す。

開発した装置は–253°C～–160°Cで断熱材の熱伝導率を測定可能であり、前述したGHP法の装置と併用することで、–253°C～250°Cまでの温度範囲で熱伝導率を測定可能とした。

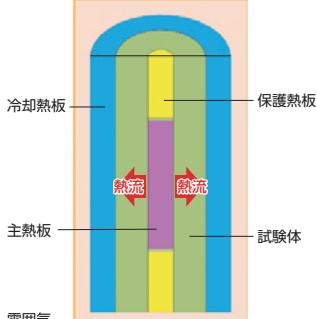
項目	円筒法（開発装置）	GHP法
温度範囲 [℃]	-253 ~ -160	-160 ~ 250
測定雰囲気	真空, 不活性ガス	真空, 不活性ガス
試験体	円筒状断熱材粉体	板状断熱材
試験方法概略 (断面図)	 <p>冷却熱板 保護熱板 主熱板 試験体 雰囲気</p>	
	 <p>冷却熱板 試験体 保護熱板 主熱板 試験体 冷却熱板 雰囲気</p>	

図4 装置の仕様と試験方法の概念図



図5 極低温用熱伝導率測定装置（円筒法）

表1 極低温用TMAの仕様

項目	内容
測定温度範囲	4 ~ 493K (-269 ~ 220°C)
試料サイズ	最大 ϕ 12 × H50mm (膨張および針入)
最大荷重	5N
測定範囲	$\pm 2500 \mu\text{m}$
測定モード	膨張収縮, 針入, 3点曲げ, 引張 粉体膨張収縮



図6 極低温用TMA

4.2 熱膨張収縮率測定装置

温度の変化する環境で使用する材料は、熱膨張収縮を把握しておくことが重要である。あらゆる材料は温度変化により膨張または収縮する。そのため、多数の材料を組み合わせたり、接着および密着して使用したりする場合には、その寸法変化を許容する目地設計を行うか、相手材を含め熱膨張収縮を合わせる必要がある。金属材料は極低温での膨張収縮に関する測定結果が公表されており充実しているが、当社で販売する断熱材や構造材、シール材などの無機材料、有機材料については公表データが少ない。

そのため熱膨張収縮の測定を目的に、極低温用TMA (Thermo Mechanical Analyzer) を導入した。

本装置の仕様を表1に示した。また外観を図6に示した。

本装置は一般的な高温用TMAと同様に、試験

体を冷却・加熱した時の寸法変化を、プローブを通じてLVDT（差動トランス）にて計測する。

冷却はGM冷凍機を冷熱源とし、伝熱媒体としてヘリウムを使用することで4K (-269°C) までの冷却を可能としている。

本装置は粉体の熱膨張収縮の測定も可能である。また、引張モード、3点曲げモードでの測定を実施できる。

4.3 機械的特性測定装置

材料の機械的特性を把握することは、当社製品設計上、またユーザーがその製品を使った製品を設計する場合に重要な要素である。

液化水素下で使用する構造材、特に金属材料については、極低温脆性と水素脆性の点から機械的特性に関するデータが必須であり、WE-NET¹⁾においてデータが取得されているとともに、NIMS(物質・材料研究機構)において、極低温下でのデータや、液化水素下でのデータ取得が進められている。また、他の研究機関でも液化ヘリウム下での機械的特性のデータ取得が行われている。

当社が開発を進めている液化水素温度で使用できる断熱材や構造材、シール材は、十分なデータの取得がない。多孔質な材料の場合、金属材料用の機械的特性測定装置では測定荷重が小さすぎて測定精度が低くなる場合がある。また、液化水素や液化ヘリウムに浸漬して測定を行う事例もあるが、多孔質構造内に液化ガスが侵入し、表面張力の影響を考慮する必要がでてくる可能性がある。

表2 極低温用強度試験機

項目	内容
試験温度	20 ~ 113K (-253 ~ -160°C)
ロードセル	5kN, 100kN
試験モード	引張試験、圧縮試験、3点曲げ試験



図7 極低温用強度試験機

そのため、液化ガスに浸漬することなく、低荷重～高荷重での機械的特性の測定が実施できる装置を導入する。

本装置の仕様を表2に、外観を図7に示した。

極低温用強度試験機は、万能試験機に極低温槽を取り付けた構成である。

試験体の冷却は、GM冷凍機からの冷熱を試験治具からの固体伝熱とヘリウムガスによる気体伝熱で行っている。荷重を検知するロードセルは交換式であり、目的に応じて使い分けることができる。

試験材料や目的により、適切な試験モードが実施できるよう引張試験、圧縮試験、曲げ試験が実施できる構造としている。

5. 液化水素実験設備

当社に導入した液化水素実験設備について紹介する。

外観を図8に、実験設備の構成を図9に示した。



図8 水素実験棟外観

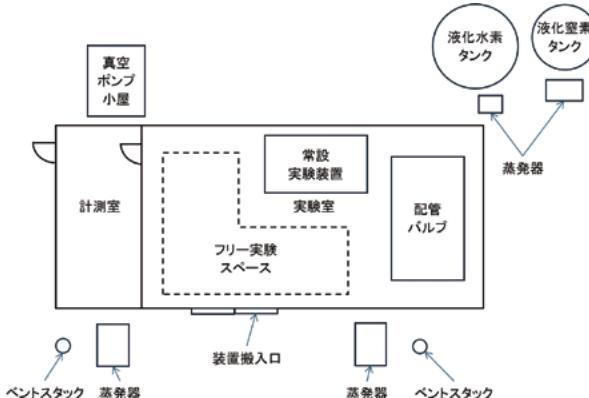


図9 液化水素実験設備の構成

水素実験棟の近くに、液化水素貯槽と液化窒素貯槽を導入した（図8）。貯槽はどちらも加圧蒸発器付低温貯槽（コールドエバポレータ：CE）である。2つのCEを用いて、液化水素、液化窒素、水素ガス、窒素ガスを用い安全な実験を行うことができる。液化水素は1～5L/min（設備設計値）で流すことができる。

液化水素実験は、図10に示す水素実験棟内で実施する。水素実験棟のサイズは15×6.5×H8mである。

水素実験棟内は、図9に示すように実験室と計測室に分けてている。実験室内には断熱材開発を目的とする常設の実験設備とさまざまな液化水素実験を行うフリー実験スペースを設置している。液化水素を用いた実験は、目的に応じて設計・製作した評価装置を用いて行う。実験室内天井には防爆クレーン（図11）を設置しており、重量の大きい実験設備に対応している。



図10 水素実験棟入口側

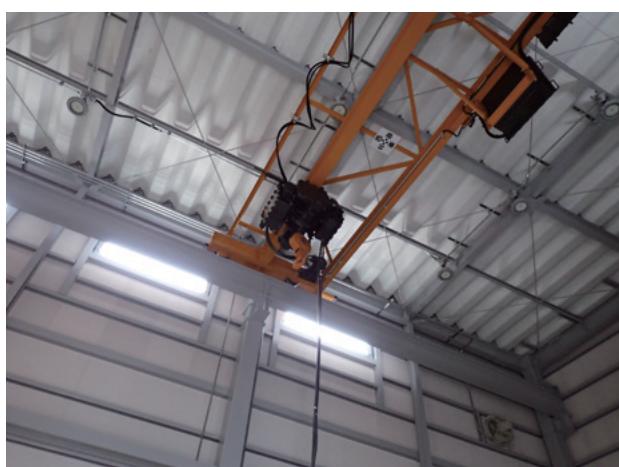


図11 防爆クレーン



図12 ベントスタック

水素実験棟の屋外に、実験で使用した液化水素を蒸発・加温するための蒸発器（図10）を設置している。蒸発器で加温した水素は、ベントスタックから大気放出する。図12に示すように、周囲の実験棟よりも高い位置から放出する。

6. おわりに

当社では、本稿で紹介した極低温物性測定装置、液化水素実験設備を用いて液化水素を貯蔵・輸送する施設で使用できる当社独自の断熱材やシール材、工法などを、お客様のご意見、ご要望を踏まえつつ開発していく所存である。

なお、当設備では、当社製品・サービスと関連の無い受託試験の実施はいたしかねます。何卒ご理解を賜りますようお願い申し上げます。

謝辞

液化水素実験設備の設計にご協力いただいた神戸大学／水素・未来エネルギー技術研究センター長／武田教授に心より感謝申し上げます。

引用

- WE-NET : World Energy Network 水素利用国際クリーンエネルギー・システム技術開発 1993-2002

* 「TOMBO」はニチアス(株)の登録商標または商標です。

* ®が付されている名称はニチアス(株)の登録商標です。