

水素社会実現に向けた NIMS(物質・材料研究機構)の取り組み
～液化水素を含む低温水素環境下における材料特性評価～

国立研究開発法人 物質・材料研究機構

小野 嘉則、和田 健太郎、早川 正夫、片山英樹、日比 政昭、清水 禎

Yoshinori Ono, Kentaro Wada, Masao Hayakawa, Masaaki Hibi, Tadashi Shimizu, Hideki Katayama

キーワード

1. 緒言

2020 年 10 月、日本は「2050 年カーボンニュートラル」を宣言し、2050 年までに温室効果ガスの排出を全体としてゼロにする目標を掲げた¹⁾。この目標は、従来の政府方針を大幅に前倒しするものであり、その達成にはエネルギーをはじめとする産業部門の構造転換や、大胆な投資によるイノベーションといった取組を大幅に加速させることが必要とされている。このため、国はグリーンイノベーション(GI)基金事業を創設し、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)がこの基金による技術開発・実証を運営、管理することになった¹⁾。

水素は、化石燃料や再生可能エネルギーなど、様々なエネルギー源から製造することができ、発電や輸送、産業など多岐に渡り利用されること期待されるため、カーボンニュートラル達成に必要な不可欠な二次エネルギーと位置づけられており、グリーン成長戦略¹⁾において実行計画が策定されている重点分野の一つである。水素を社会実装していくには、その供給設備の大型化等を通じた水素供給コストの削減と大規模な水素需要の創出を同時に行うことが求められる。しかしながら、水素の黎明期においては、長期の水素需要量が不確実であるため、民間事業者が大規模なインフラ投資に踏み出しにくいという問題があり、この不確実性を下げるためにも、追加でのインフラ投資を最小化しつつ、供給量の増大と水素需要の創出を行うことを可能とする社会実装モデルを構築する必要がある²⁾。このため、「大規模水素サプライチェーンの構築」プロジェクトでは、水素運搬船を含む輸送設備の大型化等とともに、水素発電の実機実証(混焼・専焼)等を実施することで、水素の大規模需要の創出とともに供給コスト低減を可能とする技術確立することが目標として設定されている²⁾。

NIMS では、液化水素の製造、輸送・貯蔵、利用に関わる機器等の低コスト化の実現に資することを目的として、鉄鋼材料をはじめとした構造材料の液化水素を含む低温水素環境下での機械特性評価に関する研究開発として、「GI 基金事業／大規模水素サプライチェーンの構築／液化水素関連機器の研究開発を支える材料評価基盤の整備(FY2021-2025)^{3, 4)}」と「NEDO 競争的な水素サプライチェーン構築に向けた技術開発事業／共通基盤整備に係る技術開発／中空試験片を用いた低温高圧水素環境での材料特性評価に係る研究開発(FY2023-2027)⁵⁾」の 2 つの事業を推進している。本稿では、これらの事業概要と進捗について

て紹介させて頂く。

2. GI 基金事業／液化水素関連機器の研究開発を支える材料評価基盤の整備

水素供給コストを低減するには、水素サプライチェーン実証事業等における既存技術と比較して、大型化・高効率化を通じて各構成機器の設備コスト、運転コストを低減していくことが必要である。しかしながら、液化水素インフラの場合、極低温や水素環境といった過酷な条件で使える材料は限られるため、コストをかけずに大型化するには技術的なハードルが高いのが現状である。

1993 年度から始まった「水素利用国際クリーンエネルギーシステム技術研究開発」(World Energy Network : WE-NET) プロジェクトでは、水素エネルギーシステムでは大量の水素を安全かつ経済的に流通させることが求められ、液化水素の輸送・貯蔵技術の開発が進められた。NEDO において実施された WE-NET プロジェクトのサブタスク6 (第I期 1993-1998) およびサブタスク 10 (第II期 1999-2002) において、日本製鉄(株)(当時の新日本製鐵(株))が 1996 年に液化水素環境下の材料評価試験設備を導入し、主として金属材料を対象として材料特性(機械的特性)の評価を行ってきた⁶⁾。国外にも同様な設備は数台あるが、これまでは国内ではこの設備が 液化水素環境下で機械試験を実施できる唯一の装置であった。WE-NET プロジェクトでは、既存材料の中から候補材を選定し、液化水素および低温水素ガス環境において特性評価が実施された。その結果、母材よりも溶接部において脆化が顕著に生じ、溶接部の低温靱性改善が重要であることを明らかになり、溶接法および溶接材料に係る要素開発が行われた。また、同設備はロケットエンジン用材料の特性評価にも貢献している⁷⁾。しかしながら、本設備は、設置から 20 年以上 を経て老朽化が進み、また現在では民間企業の研究開発用の装置となっている。この設備を以て研究以外の用途、例えば材料データベースの構築、材料や材料評価試験方法の標準化・基準化などといった、水素社会実現およびその将来の発展の基礎となる共用データを取得する目的には必ずしもそぐわなくなっていると考えられた⁸⁾。

弊機構では、経済産業省が策定した水素に関する研究開発・社会実装計画²⁾に基づき、NEDO が推進する GI 基金事業の「大規模水素サプライチェーンの構築」プロジェクトに課題提案し、2021 年度に採択された³⁾。本課題では、液化水素関連機器の材料に関する規制見直しや技術開発力強化等に資するため、極低温水素環境下での機械特性を評価するための試験設備を整備し、その設備を用いて材料データベースを構築し、その利活用の促進を図ることを目標としている。事業期間は 2021 年 11 月から 2025 年度末までである。なお、本事業では、評価試験設備の整備、材料データベースの構築を進める上で産業界のニーズを適切に取り込んでいくために、「大規模水素サプライチェーンの構築」プロジェクトの実施機関等を含む関係機関の有識者からなる「液化水素関連材料評価整備委員会」を組織し、実施の初期段階から、試験設備および付帯設備の仕様、評価対象の材料の選定、データベースフォーマットの仕様など、評価基盤の詳細仕様について、検討を進めている⁴⁾。

採択以降、試験設備と付帯設備の基本設計、詳細設計、製作、据付を進めてきたが、このたび、一連の設備の設置が完了し、本格的な稼働にむけて運転を開始した⁹⁾。また、並行して今後得られる試験データを蓄積するためのデータベースシステムの基盤整備にも着手した。以下に、弊機構のGI基金事業の実施内容の一部を紹介する。

2.1 評価試験設備の開発

GI基金事業に課題提案する際、液化水素インフラで使用される材料が曝される環境(温度、圧力)について、液化水素サプライチェーンの構築事業ならびに関連機器の開発を行っている企業の方々にヒアリングをさせて頂いた。その結果を液化水素インフラのイメージ図とあわせて纏めたものが図 1¹⁰⁾である。材料が曝される水素環境は、液化水素温度である 20 K(−253℃)～353 K(80℃)、圧力 5 MPa 以下程度、である。このヒアリング結果をふまえ、20 K から 353 K までの温度域、大気圧から 10 MPa(インフラで想定される圧力の 2 倍)の圧力域となる水素・ヘリウム環境下で、引張試験、疲労試験、破壊靱性試験などの機械的特性試験を可能とする設備の整備を行うこととした。図 2¹⁰⁾は、国内の代表的な水素環境下試験設備と今回整備する試験設備が対象とする温度・圧力範囲を示したものである。なお、従来の試験設備では、燃料電池自動車(FCV)ならびに水素ステーションに使用される材料の評価を目的とした 193 K(−80℃)～573 K(300℃)、大気圧～140 MPa での試験が可能である(図 2 中破線領域内)。また、これに加えて WE-NET で導入された試験設備では、大気圧、液化水素環境でも試験ができる。今回整備した設備の試験範囲のうち、温度が 20～193 K、かつ、圧力が大気圧(0.1 MPa)～10 MPa での水素環境の試験範囲は、公開されている材料評価試験設備としては世界初の温度・圧力領域となり、これまで得ることができなかった条件下での新しい材料特性データを取得することが可能となる。また、弊機構で提案した中空試験片¹¹⁻¹⁹⁾を用いれば、20 K から 353 K の温度域で、100 MPa 程度の高圧水素ガス環境での引張試験、疲労試験も可能になる。表 1 に本事業で整備した試験設備の概要を示す¹⁰⁾。これらの評価試験設備は 2024 年 7 月末に竣工している。

2.2 特殊実験施設の開発

2.1 に示した評価試験設備と、その運転・管理に必要な水素防爆対応の特殊実験施設は、弊機構の桜地区に整備した(図 3⁹⁾)。評価試験設備を設置する実験施設については、関連法令等を満たし、更に安全を確保するための保安装置を装備した施設を検討、基本設計を行なった上で建設を進め、2024 年 2 月に竣工した。また、24,000 L の容量を持つ液化水素貯槽が 2024 年 3 月末に竣工し、引き続き、評価試験設備に供給する特殊ガスと液化水素の配管の設置工事を行った(2024 年 4 月竣工)。概要は以下の通りである¹⁰⁾。

特殊実験施設には、評価試験設備を設置する防爆実験室と、試験設備を遠隔操作するための機器類がある計測室、試験設備のための油圧源や圧縮機、配電盤がある機械室がある。防爆実験室と計測室は各 6 室、機械室は 3 室である。防爆実験室の周囲には厚さ 30 cm の

障壁を設けている。また、軽量屋根とすることで実験室内で万が一の事態になったとき、上方に爆風が抜ける構造になっている。実験中は常時圧換気扇にて排気しており、計測室に対して実験室を陰圧とすることで、万一の水素漏えい時に計測室等への水素の侵入を防止している。特殊ガスとして、水素ガス、ヘリウムガス、窒素ガスを備えており、圧縮機を利用して、高圧極低温試験機には最高 10 MPa、中空極低温試験機には最高 120 MPa の水素ガスとヘリウムガスを供給できる。

3. NEDO 競争的な水素サプライチェーン構築に向けた技術開発事業／中空試験片を用いた低温高圧水素環境での材料特性評価に係る研究開発

高圧水素中での材料特性評価に関わる試験設備は、導入費および維持費が高額であるとともに、疲労試験では *S-N* 線図を取得するのに数か月を要する。丸棒試験片の中心部に試験片長手方向に細孔を加工した中空試験片を用いた力学試験では、中空部に高圧水素ガスを封入した状態で試験実施することにより、汎用の試験設備で材料の力学特性を評価することができる¹¹⁻¹⁹⁾。中空試験法のイメージ図を図 4⁵⁾に示す。現在一般的に実施されている高圧容器を使用した中実試験片方式と比べて、少ない水素使用量で安全・簡便・安価・迅速に試験実施することが可能である。また、低温環境をつくる際、高圧容器ごと冷却する必要がないため、低温環境下での試験には適していると言える。

一方、中空試験片は、中実試験片と異なる形状であること、また、中空部に封入した高圧水素ガスによりフープ応力が生じることなどから、両方式により得られる結果の差異が懸念されていた。現状の高圧ガス関連の規制・基準では、中実試験片方式により取得した力学特性により材料の使用可否が定められている。そのため、中空試験片方式で取得したデータにより材料の使用可否を判断するには、両方式で得られる結果の差異を熟知する必要がある。これに加えて、中空試験片方式による力学試験に関する試験規格が存在せず、事業者間で共有する統一的な試験方法や手順が存在しなかったため、各事業者により取得した強度特性の整合性を担保することが困難であった。このため、NEDO 超高压水素インフラ本格普及技術研究開発事業(2018～2022 年度)において、水素適合性評価の標準試験方法として中空試験片高圧水素中材料試験法を確立する課題を提案し、採択後に研究開発を実施した。ここでは、中空試験片の中空部表面を試験片長手方向に平行に研磨して仕上げる方法も確立している(図 4⁵⁾参照)。その結果をもとに提案した中空試験片方式の引張試験法が ISO7039 : 2024 Metallic materials — Tensile testing — Method for evaluating the susceptibility of materials to the effects of high-pressure gas within hollow test pieces として規格化され、2024 年 7 月に出版された。また、緒形は、XM-19(ASME SA479)と鉄基超合金 SUH660(JIS G4312)について、中空試験片を用いて、試験圧力 90 MPa、33 K、113 K、193 K、300 K にて低ひずみ速度引張試験(Slow Strain Rate Test: SSRT)を実施し、両材料とも各温度で水素の影響による絞りの低下はなく、高い相対絞りが得られることを示した^{20, 21)}。この結果は、XM-19、SUH660 の例示基

準範囲が常用温度-253℃の低温まで拡大されたことに寄与している。

このような中空試験片を用いた試験に関する実績をベースに、弊機構では、20 K(−253℃)～室温の幅広い温度域の高圧水素ガス環境において材料特性データを取得し、液化水素関連機器の設計・製造に関わる国内事業者、それらのデータを水素利用機器の開発や設計に活用できる形で提供することを目的とした事業を進めている⁵⁾。具体的には、液化水素関連機器への適用候補材料であるオーステナイト系ステンレス鋼および低温用鋼をはじめとした種々の金属材料を対象に、高圧水素環境中での(1)低ひずみ速度引張試験(Slow Strain Rate tensile Test: SSRT)で得られるSSRT特性および(2)疲労寿命・疲労強度特性を、20 K(−253℃)～室温の温度域で戦略的に取得する。なお、本事業においても、評価対象材料、評価項目及び試験条件に関する審議や、取得したデータの妥当性評価、ならびにデータ公開方針の検討をするために、有識者による「中空試験片高圧水素環境下材料特性評価委員会」を組織し、産業ニーズに適切に対応できる体制で進めている。

4. 結言

GI 基金事業の課題「液化水素関連機器の研究開発を支える材料評価基盤の整備」では、試験設備が正確で信頼できる材料特性データを安定的かつ継続的に提供できることを 2025 年度末までに検証し、整備を完了させることを目標としている。その上で、2026 年度以降は、水素サプライチェーンに使用される材料の機械特性データを本格的に取得し、提供する予定である。また、「中空試験片を用いた低温高圧水素環境での材料特性評価に係る研究開発」(NEDO 中空)事業で得られるデータとあわせて、材料信頼性の根拠となる材料データベースを構築していく。

液化水素サプライチェーンを構成する機器では、液体水素温度から室温付近まで連続的な温度変化ならびに高圧水素環境に曝されるため、機器の設計・製造を行う上で金属材料(溶接材を含む)や複合材料、樹脂材料等の環境に依存した特性を的確に把握することが重要と考えている。NIMS としては、極低温・水素環境といった極限環境下での試験法の確立と特性評価はもとより、極限環境下において、材料特性に悪影響を与える要因を抽出する、悪影響を受けた場合の特性評価を行う、悪影響を与える要因を排除するための対策を講じる、といった系統的材料研究を進めることができる体制を整えることが重要と考えている。これを着実に遂行することがデータベースとして付加価値がつくところと考える。また、GI 基金事業で整備した評価試験設備ならびに NEDO 中空事業で使用する試験設備は、これまでに類がない低温かつ高圧水素環境で材料試験を可能とする設備である。評価試験設備とその運転、管理に必要な特殊実験施設とあわせて安全に運用しつつ、新たな材料の信頼性評価に係わる研究を持続的、安定的に進展させていくために、材料試験技術に加えて低温技術、高圧力技術に精通した人材を育成していくことが重要と考えている。このような体制を整えつつ、産業ニーズにしっかりと応えられるよう企業の皆様と密に連携させて頂きたいと考えている。また、設備を利用した研究開発を通して得られる知見については、企業の皆様はもとより、

大学や公設試験研究機関の方々にもご活用頂けるような形にしていきたい。このような材料特性評価、データベース構築ならびに研究開発活動に係わる連携を通じて、液化水素の製造、輸送・貯蔵、利用に関わる各構成機器の開発、低コスト化に寄与することを目指す。

謝辞

これらの成果は、グリーンイノベーション基金事業ならびに競争的な水素サプライチェーン構築に向けた技術開発事業の課題として、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)からの委託業務の結果得られたものである。深く御礼申し上げます。

参考文献

- 1) 2050 年カーボンニュートラルに伴うグリーン成長戦略
https://www.meti.go.jp/policy/energy_environment/global_warming/ggs/index.html
- 2) グリーンイノベーション基金事業「大規模水素サプライチェーンの構築」プロジェクトに関する研究開発・社会実装計画
https://www.meti.go.jp/policy/energy_environment/global_warming/gifund/04.pdf
- 3) 「大規模水素サプライチェーンの構築」プロジェクト 実施体制、事業戦略ビジョン
<https://green-innovation.nedo.go.jp/project/hydrogen-supply-chain/scheme/>
- 4) NEDO 水素・燃料電池成果報告会 2024 液化水素関連機器の研究開発を支える材料評価基盤の整備 <https://www.nedo.go.jp/content/100980477.pdf>
- 5) NEDO 水素・燃料電池成果報告会 2024 中空試験片を用いた低温高圧水素環境での材料特性評価に係る研究開発 <https://www.nedo.go.jp/content/100980476.pdf>
- 6) 藪本 政男, 横川 清志, 緒形 俊夫, 中川 英樹, 江口 晴樹, 藤井 秀樹, 岡口 秀治, 石尾 光太郎, 林 稔, 斎藤 正洋: 圧力技術, 38, (2000)5, p. 320
- 7) 小野嘉則, 由利哲美, 緒形俊夫, 長尾直樹, 堀秀輔, 竹腰正雄: ふえらむ, 20, (2015)6, p.222
- 8) NEDO 2019 年度調査報告書 水素社会構築技術開発事業／総合調査研究／極低温域材料試験設備の現状、課題抽出および将来展望に関する調査(2020 年 3 月)
- 9) 水素社会実現への一歩！低温・高圧水素環境下での材料特性評価設備が完成
<https://www.nims.go.jp/press/2024/10/202410280.html>
- 10) 液化水素関連機器の研究開発を支える材料評価基盤の整備 事業戦略ビジョン
<https://green-innovation.nedo.go.jp/pdf/hydrogen-supply-chain/item-001/vision-nims-liquefied-hydrogen-002.pdf>

なお、液化水素インフライメージ図は、NEDO 研究評価委員会「水素社会構築技術開発事業/研究開発項目 II (大規模水素エネルギー利用技術開発)」(中間評価) 分科会、資料5「液化水素の輸送貯蔵機器大型化および受入基地機器に関する開発」川崎重工業、東京貿易エンジニアリング、IHI 回転機械エンジニアリング、荏原製作所 の資料をもとに作成

- 11) 緒形俊夫: 日本金属学会誌, 72, (2008), pp.125-131.
- 12) 緒形俊夫: 高圧水素ガス雰囲気中の金属材料の水素脆化評価法の国際的動向、水素利用技術集成 Vol.5 (2018)
- 13) T. Ogata: Proceeding of ASME Pressure Vessels & Piping Conference 2018, ASME PVP2018—84187.
- 14) T. Ogata: Proceeding of ASME Pressure Vessels & Piping Conference 2018, ASME PVP2018—84462.
- 15) T. Ogata and Y. Ono: Proceeding of ASME Pressure Vessels & Piping Conference 2019, ASME PVP2019—93492.
- 16) T. Ogata: Advances in Cryogenic Engineering Materials, 54, 124—131 (2008).
- 17) T. Ogata: Advances in Cryogenic Engineering Materials, 56, 25—32 (2010).
- 18) T. Ogata: Advances in Cryogenic Engineering Materials, 58, 39—46 (2012).
- 19) T. Ogata: IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, 102, 012005 (2015).
- 20) H. Kobayashi, T. Sano, H. Kobayashi, S. Matsuoka, H. Tsujigami, : Proceedings of the ASME 2017 Pressure Vessels & Piping Conference 2017, ASME PVP2017-66250-1-PVP2017-66250-7
- 21) 辻上博司, 遠藤暁子, 緒形俊夫, 中村潤, 高林宏之: 圧力技術, 55, (2017) 6, pp. 26-32