

# NEDO水素・燃料電池成果報告会2022

発表No.C-7

超高压水素インフラ本格普及技術研究開発事業/  
水素ステーションのコスト低減等に関連する技術開発/  
長寿命高压水素シール部材・継手部材及び機器開  
発に関する研究開発

発表者： 九州大学 西村 伸  
水素供給利用技術協会 高井 康之

一般社団法人水素供給利用技術協会，国立大学法人 九州大学  
一般財団法人 化学物質評価研究機構，N O K 株式会社  
高石工業株式会社，日本ピラー工業株式会社，株式会社キッツ  
株式会社フジキン，株式会社タツノ，トキコシステムソリューションズ株式会社

2022年7月28日

連絡先  
一般社団法人水素供給利用技術協会  
E-mail:hysut@hysut.or.jp  
TEL:03-3560-2802

# 事業概要

## 1. 期間

開始 : 2018年6月

終了（予定） : 2023年3月

## 2. 最終目標

○継手部材、シール部材の耐久性を、水素ステーションにおける充填回数30,000回相当とする。

○継手部材、シール部材の加速耐久性評価法を確立する。

## 3. 成果・進捗概要

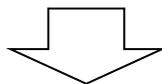
開発項目	成果
① セーフティデータベース（SDB）の解析知見の整理	商用水素ステーションの水素微量漏えい事例について、設備区分および部位を整理し、経時的な傾向の推移、充填回数に対する漏洩事例発生頻度の傾向について確認。
② 部材・機器の用途別評価条件の選定、試験方法の検討	劣化要因に基づいたシール材の強制劣化手法と加速耐久性評価法を検証。強制劣化の程度と充填回数の関係性を確認するため検証試験を実施し、強制劣化手法の妥当性を確認。
③ シール基盤・改良開発	水素機器用高分子材料水素特性データベースを拡充。 高圧水素シール部材15k～30k回充填相当劣化モデル作製－高圧水素シール性評価による加速耐久性評価法開発、加速評価法案設定、リング面圧時分割評価システムを開発。 HRS使用済みシール部材の回収、調査を実施。 高圧水素圧縮機ピストンリング材の摩耗に伴うトライボケミカル反応による硫化水素発生を確認。
④ 継手基盤・機器開発	シール部の軸力低下の原因、完全緩みを生じる曲げモーメントを推定。 締結によるメステーパ面のシール部の塑性変形と繰り返しにより変形の進行を確認。 継手のFEM解析で、締付けトルクやシール部軸力などが計算可能。
⑤ シール成果に基づく機器開発	基盤・改良開発成果に基づき設計製作した機器（バルブ、フィルター等）の加速耐久性評価法による評価を実施。

# 1. 事業の位置付け・必要性

## 社会的背景

水素基本戦略（再生可能エネルギー・水素等関係閣僚会議が 2017年12月26日発表）では、モビリティにおける水素利用の中核は燃料電池自動車と水素ステーションの普及と位置づけられており、水素ステーションについては 2020 年度までに 160 箇所、2025 年度までに 320 箇所の整備を目標とし、2020 年代後半までに水素ステーション事業の自立化を目指すとの国家方針が示されている。

事実、2018年度末の商用水素ステーション数は100ヶ所を越し、着実に導入が進んでいる。



## 事業の目的

高圧ガス保安協会から報告された水素ステーションにおける事故は2011～2015年度に28件を数え、その原因は全て水素の漏えいである。更に、漏えい部位の3/4が締結部とシール部である。

今後の水素ステーションの増加と、充填頻度の上昇によって、今後更に漏えい事故が増加すると予想されるために漏えい防止の過半を占める締結部とシール部の漏えい防止対策が急務となっている。

## 2. 研究開発マネジメントについて 研究開発目標と根拠

研究開発項目	研究開発目標	根拠
<p>長寿命・高信頼性のシール, 継手, 機器の開発</p> <p>中間目標 (2020年)</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 継手部材, シール部材の耐久性を, 水素ステーションにおける充填回数15,000回相当とする.</li> <li>• 継手部材, シール部材の加速耐久性評価法案を設定する.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 本事業開始前の現状として, シール, 継手の耐久性は充填回数2,200回相当であり, 使用期間は1年間に満たない.</li> <li>• 使用期間約2年間に相当する充填回数15,000回相当を事業目標とする. (2020年: 水素ステーション160ヶ所、FCV 4万台前提)</li> <li>• 事業期間3年間で, 使用期間2年間の機器開発を行うため, 短期間で耐久性評価を可能とする加速耐久性評価法が不可欠である.</li> </ul>
<p>最終目標 (2022年)</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 継手部材, シール部材の耐久性を, 水素ステーションにおける充填回数30,000回相当とする.</li> <li>• 継手部材, シール部材の加速耐久性評価法案を確立する.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 使用期間約2年間に相当する充填回数30,000回相当を事業目標とする. (2022年: 水素ステーション200ヶ所、FCV 5万台前提)</li> <li>• 事業終了後も継続される機器開発のため, 機器製造者, 機器利用者等, 関係者が適用しうる加速耐久性評価法の確立が不可欠である.</li> </ul>

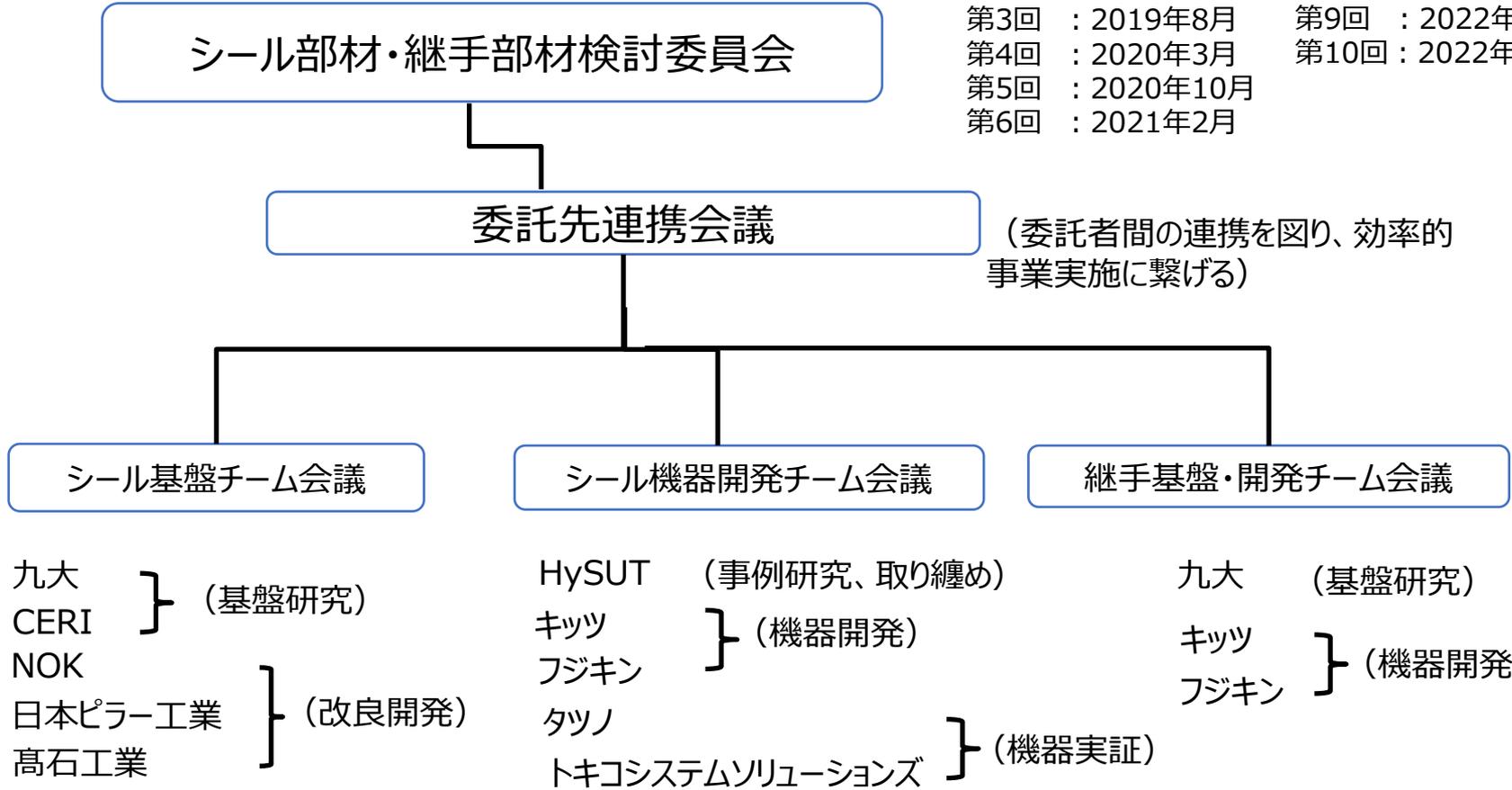
## 2. 研究開発マネジメントについて 研究開発のスケジュール

研究開発項目	2018年度	2019年度	2020年度	2021年度	2022年度
	充填相当回数2200回 ▽		充填相当回数15,000回 ▽		充填相当回数30,000回 ▽
①セーフティーデータベース (SDB) の解析知見の整理	SDB情報の整理・展開			同左	
②部材・機器の用途別評価条件の選定、試験方法の検討	加速試験評価方法の検討 (現状品分析等)	加速試験評価方法の検討 (実条件と加速条件の相関)	加速試験評価方法の検討 (評価方法の検討) (改良シールの試験)	加速試験評価方法の妥当性検証	
③シール基盤・改良開発	水素機器用高分子材料水素特性DBの拡充			同左	
	シール加速試験評価方法の検討			シール加速試験評価方法の確立	
	改良シール材の開発			改良シールシステム提案	
⑤シール成果に基づく機器開発	現行機器の劣化等 状況把握	新規機器 (バルブ、フィルタ) の開発 (加速試験評価法を適用)			
		(設計)	(試験：He等)	(試験：H2)	(試験：H2耐久試験)
④継手基盤・機器開発	漏洩発生条件の整理 要素評価試験装置及び 供試体の開発		要素評価試験による諸因子の影響評価		漏洩評価方法確立、漏洩リスク低減指針作成
	FEM解析スキーム検討		FEM解析、表面トポグラフィモデル検討		新型／改良型継手の開発と評価
					理論解析による評価の裏付け

## 2. 研究開発マネジメントについて 研究開発の実施体制 / 研究開発の進捗管理

(有識者、水素ステーション運営者、ディスペンサーメーカー、業界団体等のメンバーから組織されるによって構成され、本事業のステアリングを行う)

- 第1回 : 2018年10月
- 第2回 : 2019年3月
- 第3回 : 2019年8月
- 第4回 : 2020年3月
- 第5回 : 2020年10月
- 第6回 : 2021年2月
- 第7回 : 2021年5月
- 第8回 : 2021年11月
- 第9回 : 2022年2月
- 第10回 : 2022年5月



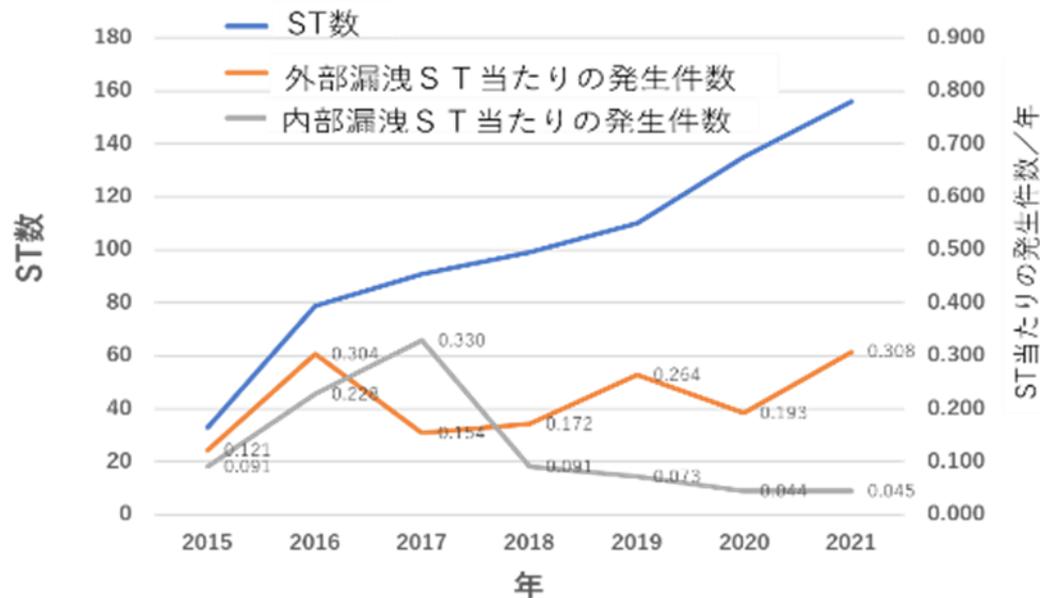
HySUT : 一般社団法人水素供給利用技術協会  
 CERi : 一般財団法人 化学物質評価研究機構

## 2. 研究開発マネジメントについて 知的財産権等に関する戦略

---

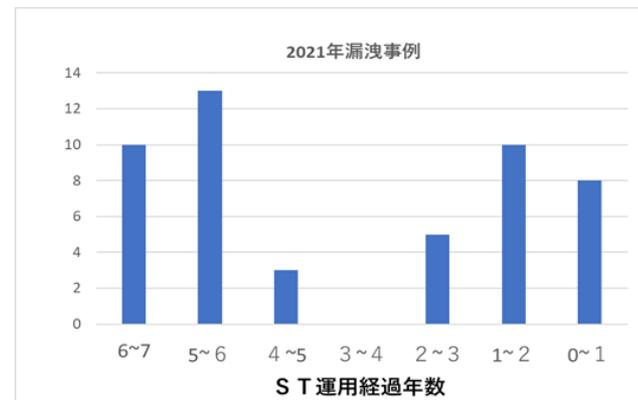
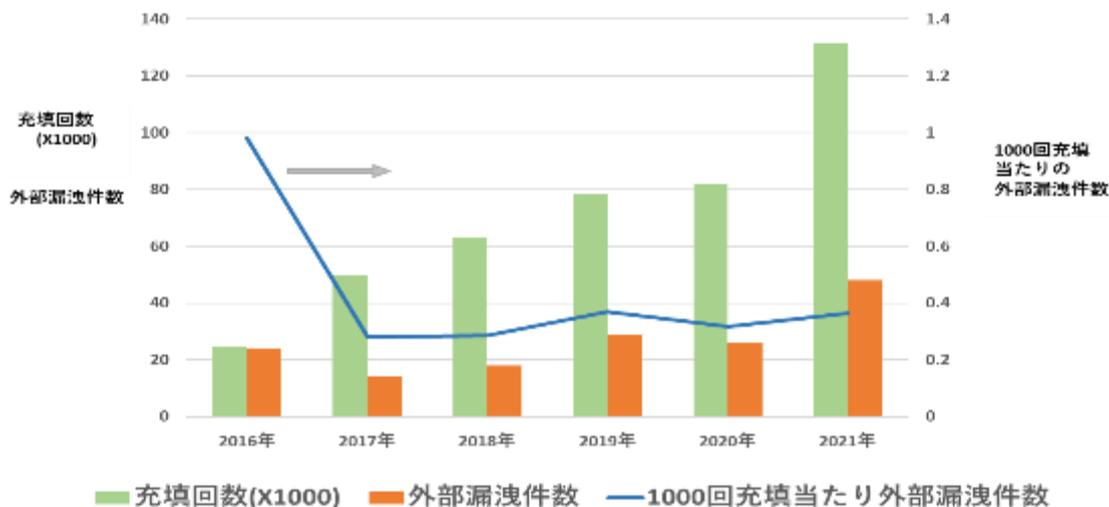
- 本事業の実施により得られた知的財産権は、発明者等が属する参加者の職務発明規程等に基づき当該参加者に承継させる。
- 本事業共同実施者には基本特許の無償実施について基本合意（国内標準となる部分については普及を妨げないオープン特許戦略）

1 ST当たりの漏洩事例発生率 (2019年以降は微小漏洩Dランク含む)



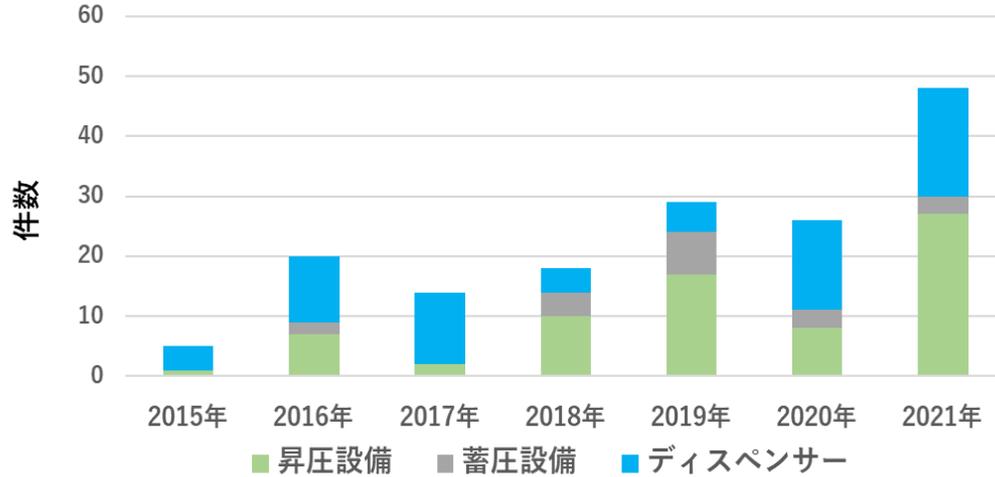
- ST数は年々増加し、2020年には135箇所となり、2021年には156箇所
- 外部漏洩のST当たりの発生頻度は、2017年以降年間0.2~0.3回程度へ若干増加傾向で推移
- 国内総充填回数は年々増加し、2021年には、131,000回以上となった
- 2017年以降、外部漏洩は充填回数1000回当たり年間0.3回前後の発生頻度で推移

充填回数の推移と漏洩事例発生率 (2019年は以降は微小漏洩Dランク含む)



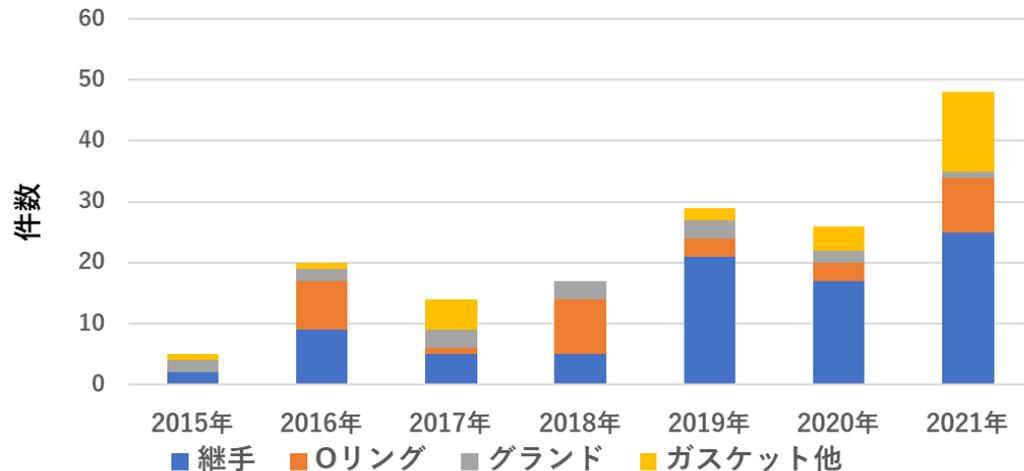
・漏洩はある程度運用経過したSTの発生が多い。運用開始1~2年以内のSTからの漏洩も多く、経年による劣化、緩みと設置初期の不備が要因か

外部漏洩発生設備の推移 (2015年～2021年)

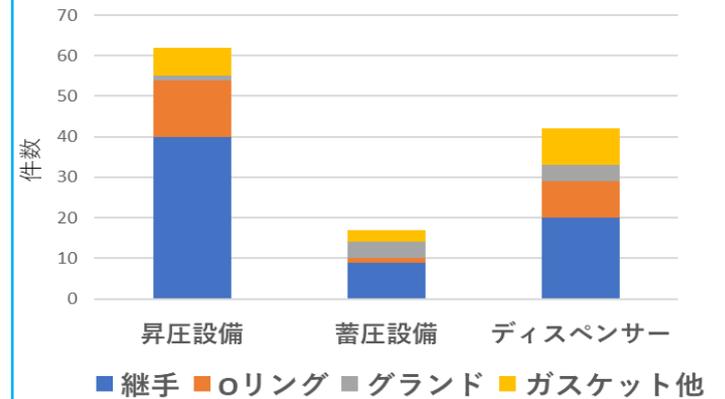


- 2019年以降、継手からの漏洩が半数以上の発生比率となっている
- Oリング、グランドからの漏洩発生に大きな傾向変化はない
- 外部漏洩発生設備ではディスペンサーと昇圧設備が大半を占めるようになってきている

外部漏洩部位の推移 (2015年～2021年)



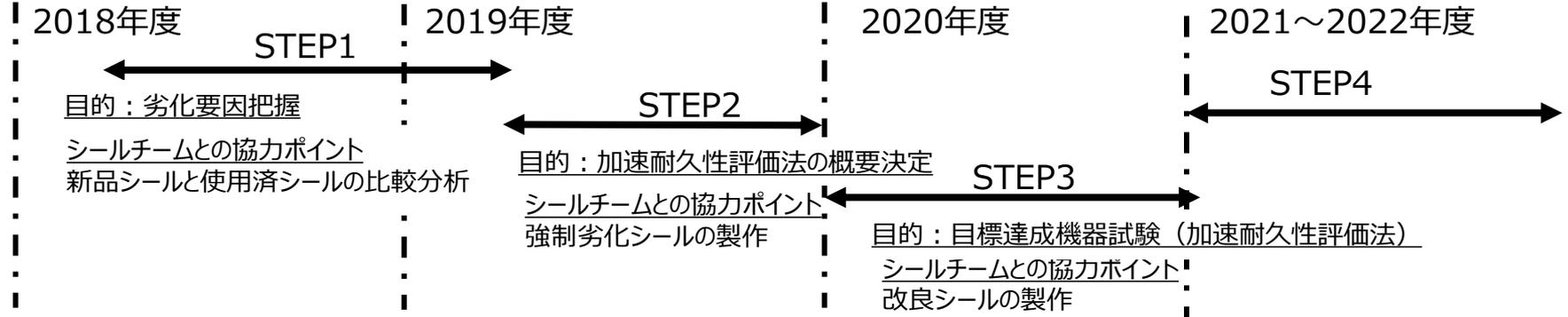
設備別外部漏洩部位 2018～2021年



- 昇圧設備の漏洩は継手とOリングからが多く、継手が大半を占める
- 設備により漏洩発生部位は偏りがあり、振動が大きい昇圧設備では継手の緩みによる漏洩が顕著

## 加速耐久性評価法（シール部材と機器試験の連携）

規定充填回数後のシール材と相応の劣化状態を、加速的に与える評価方法を確立させる取り組み

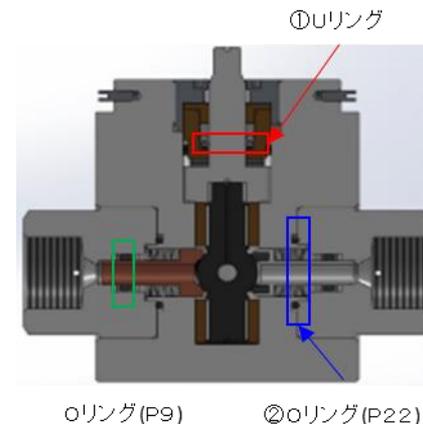


No.	目的	シール供試体	取り組み方法	次STEPへ進む為の判定基準
STEP1	商用STで使用したシール材の劣化要因を把握	新品シール 使用済シール	新品シールと使用済シールを比較分析し、劣化因子を調査する	劣化因子が絞り込めること
STEP2	加速耐久性評価法案の概要決定	強制劣化シール	STEP1で絞り込んだ劣化因子を、強制的に付与した強制劣化シール材を製作・使用し、加速耐久性評価法案を決定する	リークが発生すること
STEP3	加速耐久性評価法による充填回数15,000回相当の達成	改良シール	STEP2で決定した加速耐久性評価法案を用いて、目標充填回数相当に耐える機器を開発する	15,000回相当の試験に合格すること
STEP4	評価方法の妥当性検証 充填回数30,000回相当の達成	改良シール	STEP3で開発したシール材、機器を実証試験で評価する	30,000回相当の試験に合格すること

## キット製遮断弁のUリングとOリングの分析と加速耐久性評価法

2020年度に充填15,000回相当の仮想相関図からシール材の漏洩閾値を想定し、右図に示すUリングとOリング(P9 / P22) の拡径及び潰し疲労による強制劣化手法によるシールを作成。各シール材にて試験を実施した結果、強制劣化手法によるシール材のみ漏洩が発生したことから、強制劣化手法として有効な結果となった。

但し、Oリング(P9)は漏洩が確認できなかった。

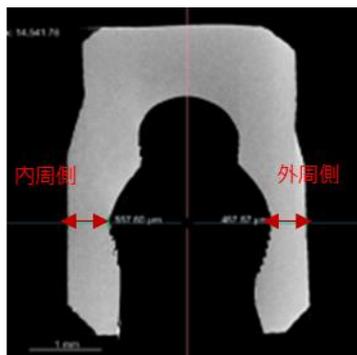


### 【2021年度 実施内容】

1. 前年度試験したUリング及びOリング(P22)の試験前後の寸法検証を実施。

漏洩との関係性と寸法変化の傾向性が確認出来、強制劣化手法として正しいと判断できた。

#### ①Uリング

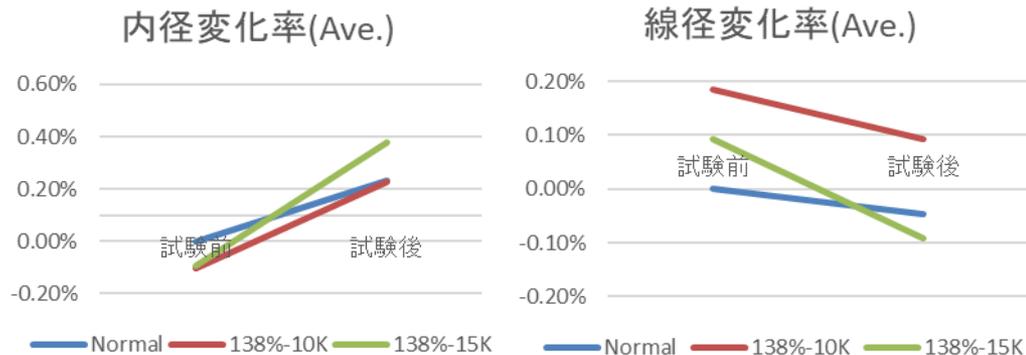


・実機回収品(漏洩の実績なし)  
内周側の肉厚が厚くなっていた。



・前年度の加速耐久性評価品  
内周側の肉厚が薄くなっていた。

#### ②Oリング(P22)



潰し回数に伴い、内径と線径の変化率の傾きが大きくなっている傾向。

特に線径の変化(減少)率は138%-15Kの疲労品はNormalの約4倍

シール面圧が小さくなる ⇒ 漏洩方向

シール面圧が小さくなる ⇒ 漏洩方向

— : 138%-10K  
潰し率138% 繰返し潰し10,000回  
— : 138%-15K  
潰し率138% 繰返し潰し15,000回

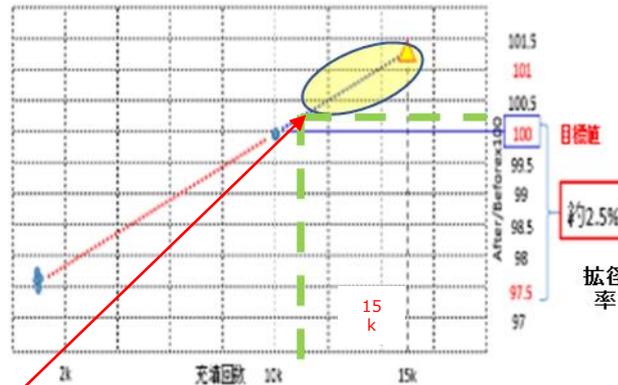
## キット製遮断弁のUリングとOリングの分析と加速耐久性評価法

【2021年度 実施内容】

2. 強制劣化手法が仮想相関図における充填何回分に相当するのか、Uリング及びOリングのNormalシール材で圧力サイクル試験を15,000回と30,000回で検証試験を行い、過去の試験結果と照らし合わせ、妥当性を確認した。

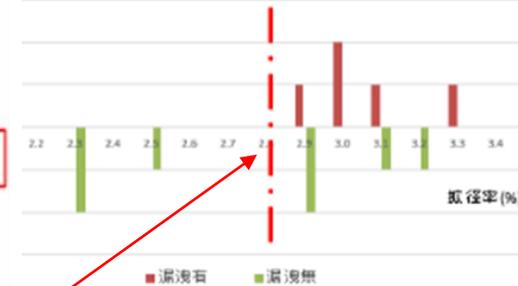
### ①Uリング 試験結果

	サイクル数	連続漏洩及び発生回数
供試体No.1(1)	15,000回	無し
供試体No.1(2)	15,000回 (No.1シール材交換)	有り 約14,500回 (110ppm)
供試体No.2	30,000回	有り 約15,500回 (100ppm)
供試体No.3	30,000回	有り 約11,000回 (130ppm)



拡径による漏洩閾値 (2.5~3%付近)

Uリングの拡径と漏洩数の関係

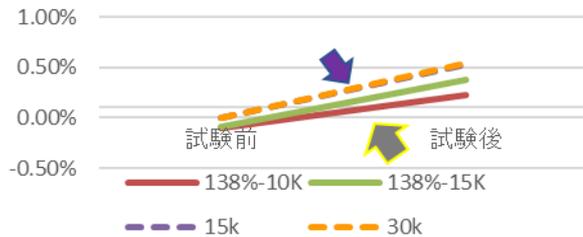


漏洩開始は仮想相関図にある、この範囲で発生 ⇔ 拡径による漏洩閾値

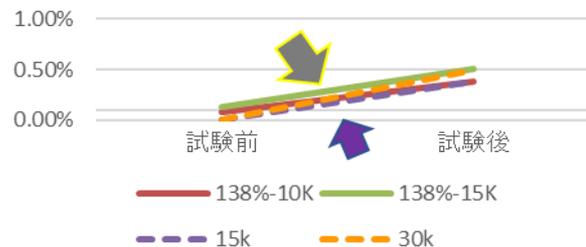
①Uリング ②Oリング  
強制劣化手法の妥当性  
↓  
OK

### ②Oリング(P22) 試験結果

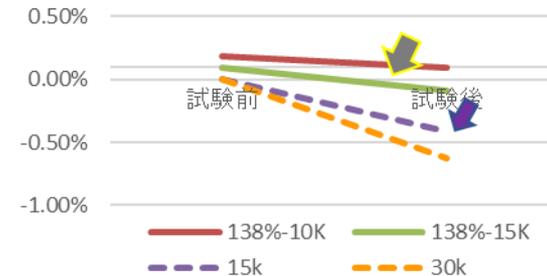
①内径変化率(Ave.)



②外径変化率(Ave.)



③線径変化率(Ave.)



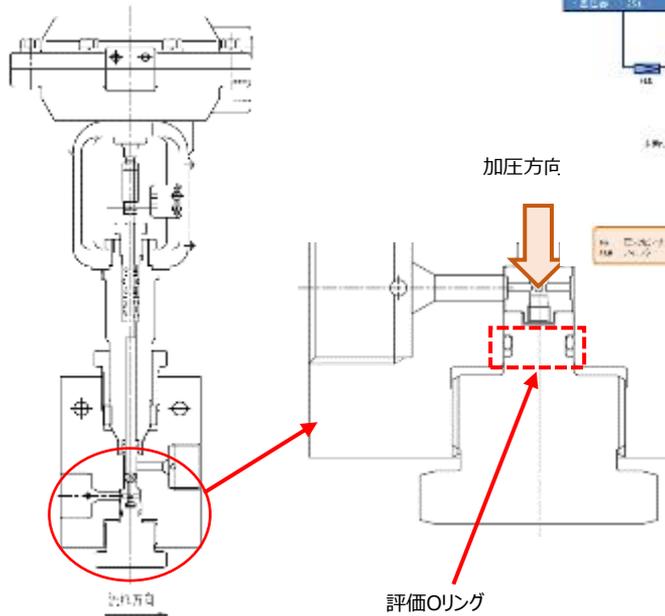
圧力サイクル試験15,000回と138%-15Kが同じような変化率(傾き)となった。

138%-15Kは充填回数15,000回相当と考えられる

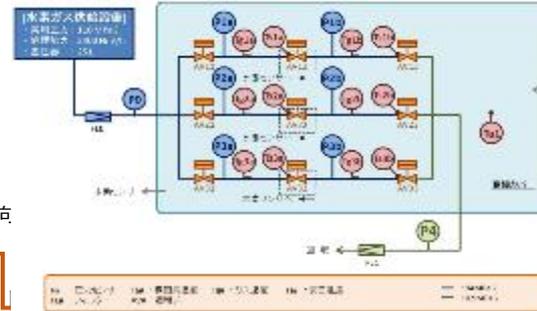
### 底プラグリングの加速耐久性評価試験

2020年度までに設定した加速耐久性評価条件を用いて、評価試験を実施。  
 評価用Oリングは、シールチームの高石工業様にて改良された引裂き強さ向上品を使用した。

#### ➤ 評価方法



#### ➤ 評価フロー



圧力サイクル 0⇔90MPa 30,000回充填相当 ガス温度：常温

Step	項目	AV11-AV31	AV12-AV32	AV13-AV33	備考 (○：開 ●：閉)
0	初期状態	●	●	●	
1	遮断弁閉	●	○	●	
2	昇圧	○	○	●	P#a、P#b ≥ 90MPaG (1s)
3	高圧保持	●	●	●	2s
4	2次側脱圧	●	●	○	P#b ≤ 0.6MPaG (1s)
5	1次側脱圧	●	○	○	P#a ≤ 0.6MPaG (1s)
6(1)	低圧保持	●	○	●	1s

#### ➤ 評価結果

No.	Oリング					試験結果
	強制劣化回数※1※2	相当充填回数※1※3	つぶし率 (%)	加速倍率※4	合計回数	
1	0	5,333	19.6	1	5,333	漏れなし
2	0	5,333	16.4	1	5,333	漏れなし
3	0	5,333	13.6	1	5,333	漏れなし
4	15,000	5,333	18.6	1	20,333	漏れなし
5	15,000	5,333	16.1	1	20,333	漏れなし
6	15,000	5,333	13.8	1	20,333	漏れなし
7	30,000	5,333	19.2	1	35,333	漏れなし
8	30,000	5,333	15.9	1	35,333	漏れなし
9	30,000	5,242	13.2	1	35,242	35,242回で微小リーク(約1,500ppm)
10	0	5,333	18.6	2	10,666	漏れなし
11	0	5,333	16.1	2	10,666	漏れなし
12	0	5,333	13.8	2	10,666	漏れなし

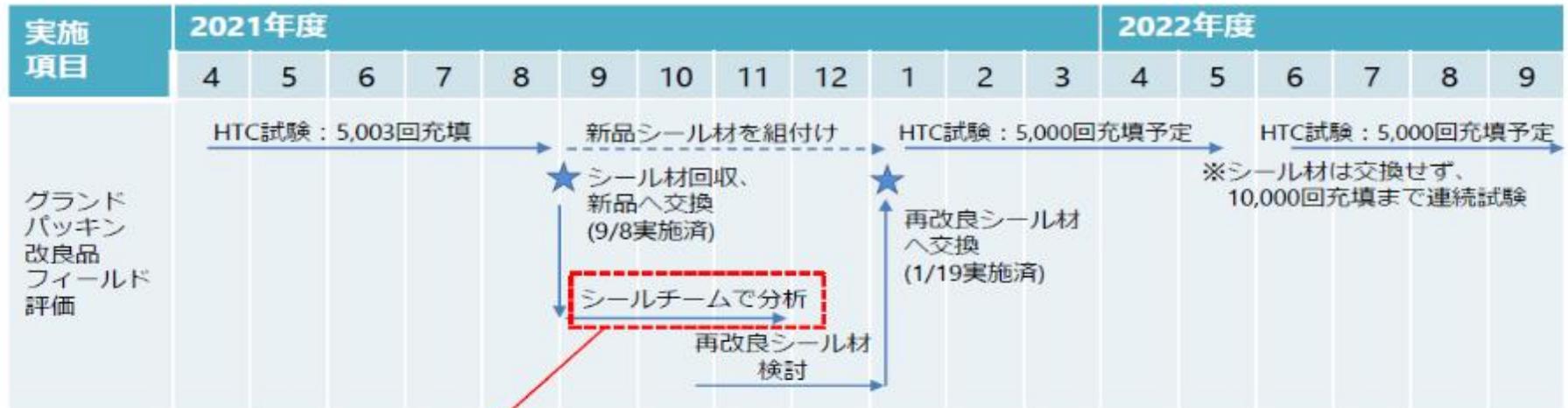
※Oリングは固定シールだが加減圧により溝内を動く。充填回数15,000回 & 30,000回相当の移動距離をOリングに付与し強制劣化品を製作。

Oリングは九州大学様で考案された、機械的疲労(つぶし疲労)方法にて強制劣化させた。

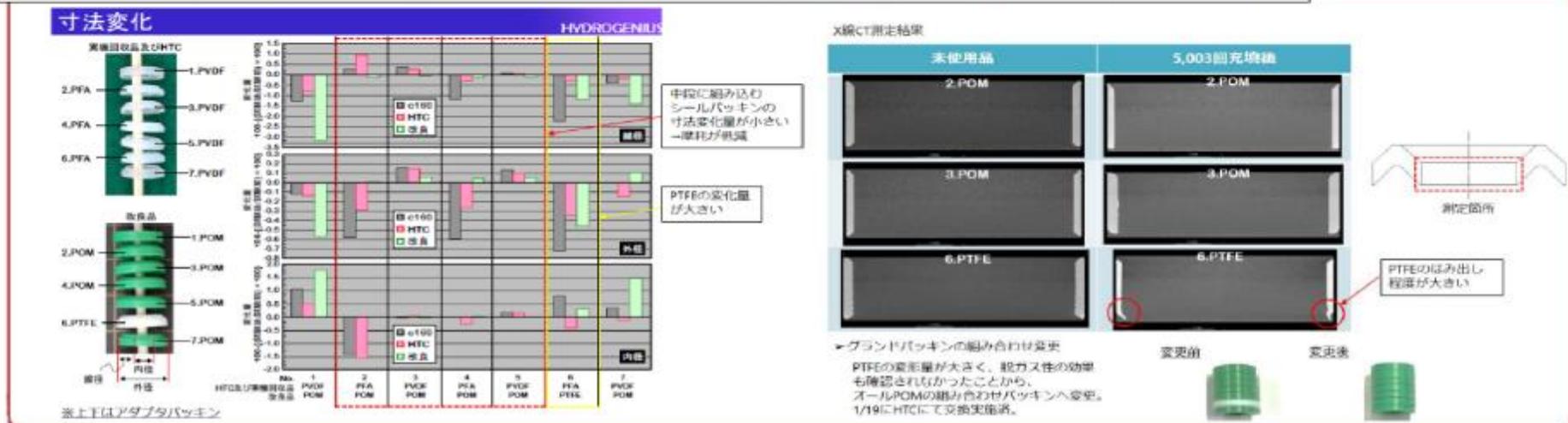
※1 回数×3がリレブの作動回数(圧力サイクル回数)。  
 1充填当たり3回のバルブ作動の高。  
 ※2 強制劣化回数：予めOリングに付与した表面摩擦の劣化回数  
 ※3 相当充填回数：実ガスで付与した回数  
 ※4 加速倍率：バックアップリング内径拡大で得られる倍率

### グランドパッキンのHTCフィールド評価試験

2020年度までに改良したグランドパッキンについて、HTCでのフィールド評価を試験。  
 評価用グランドパッキンは、シールチームの日本ピラー工業様にて改良された評価品を使用した。

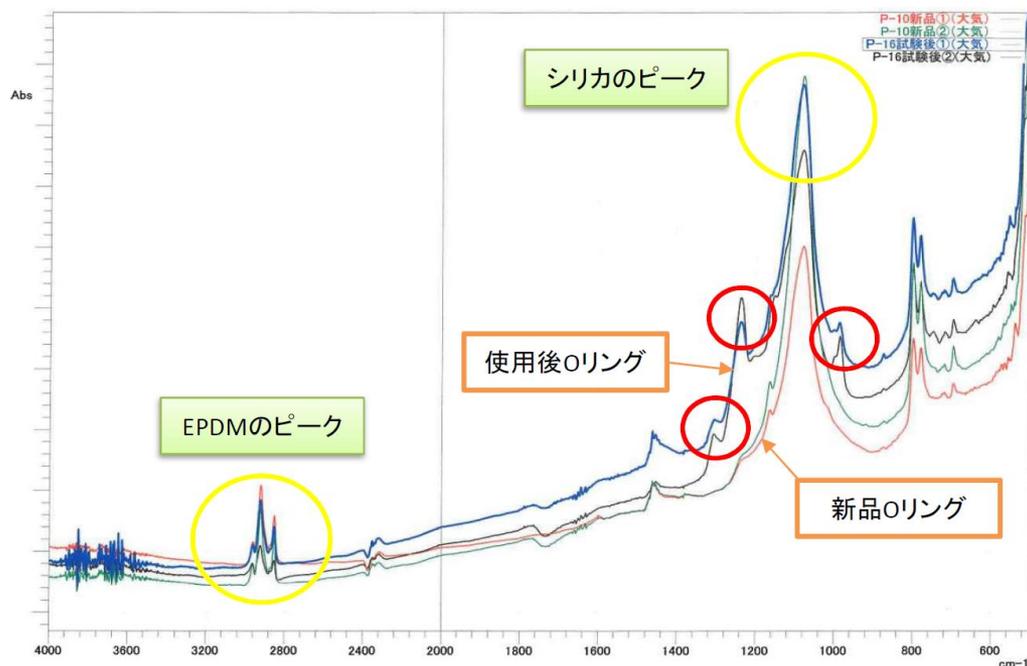


➢HTCフィールド評価 5,003回充填後のパッキン調査結果 ※バルブ作動回数：3回/1充填×5,003 = 15,009回相当



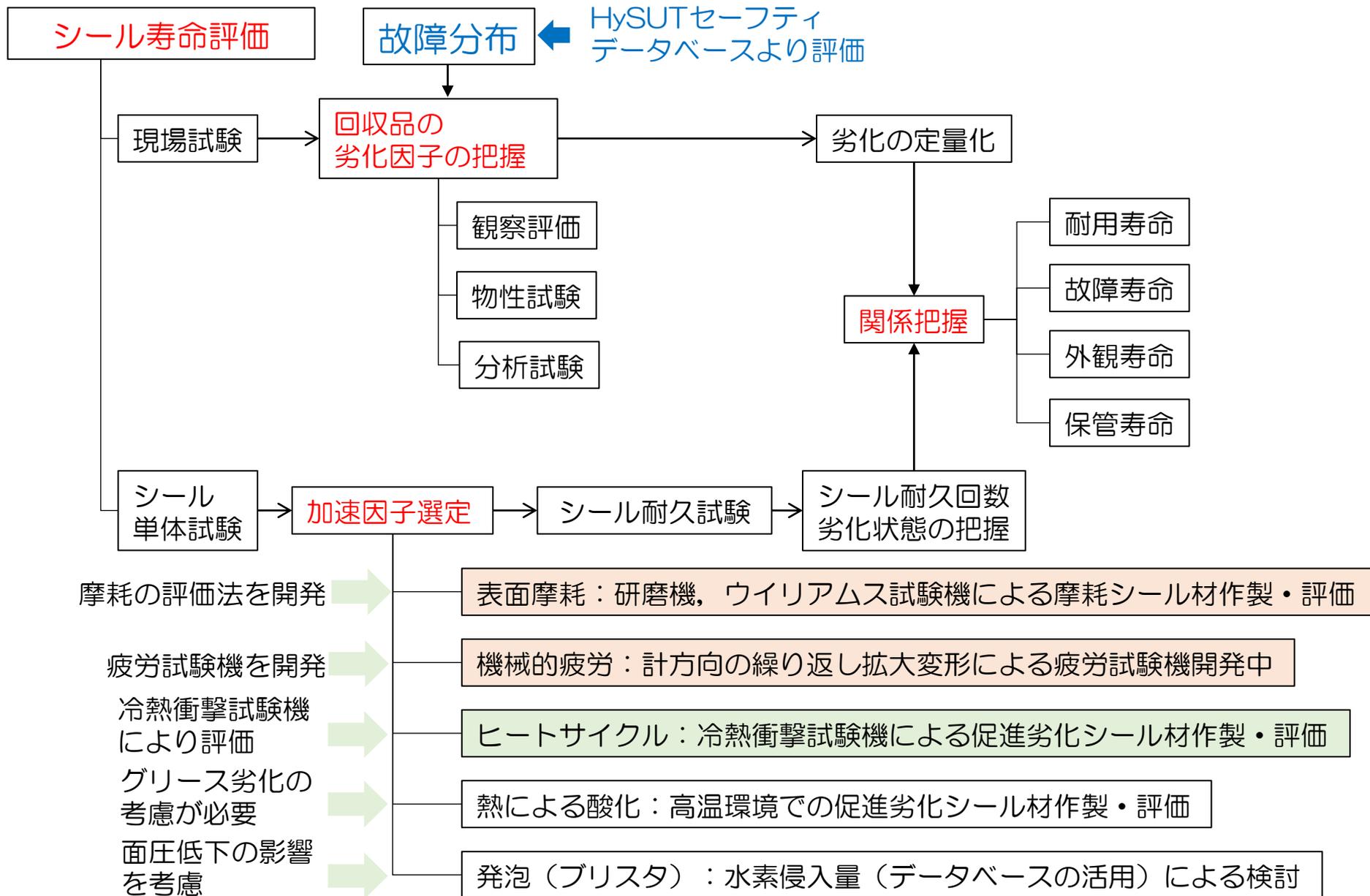
## ORING分析調査

1. 調査目的：加速試験の妥当性を確認するため、現行品質のORINGの性状を確認する。
2. 調査方法：約12000回の水素ステーションでの実充填を模擬した充填試験で使用した緊急離脱カップリングに組み込まれている現行品質のORINGの充填試験前後での性状を比較する。
3. 調査結果：表面分析によりゴム配合剤の変化が見られたが、材料硬度、寸法に有意な変化はなし。



硬度、寸法測定結果

	充填試験後	規格値
硬度 (IRHD)	86.8	90±5
内径 (mm)	15.83	15.8±0.24
線形 (mm)	2.44	2.4±0.09



3. 研究開発成果 サブテーマ③シール基盤・応用開発 劣化模擬シール部材作製・シール性評価法 (九州大学, CERI)

### 表面摩耗

**軸摩耗** 供試シール部材 (Oリング)

シリンジ本体  
ピストン シリンダー

シリンジポンプ

速度コントローラー

圧力計

カウンター  
圧力読み取り

### 平面摩耗

回転

研磨紙

試験片台

ウイリアムス  
摩耗試験機

荷重検出  
(回転力)

### 機械的疲労

Oリングの繰り返し加減圧に伴い、Oリング径が拡大・縮小を繰り返す。

減圧時 加圧時

樽状ロッドの大径部通過によりOリング径拡大

供試シール部材 (Oリング)

### ヒートサイクル

冷熱衝撃試験機

高温槽・低温槽間を供試材が繰り返し移動

高温槽

低温槽

供試シール部材 (Oリング)

### グリース浸漬

シール部材をグリース中に浸漬、加圧し所定の期間高温保持

### 劣化Oリング

Oリング表面粗さ計測  
三次元解析装置

各劣化因子加速劣化法により作製した劣化モデルOリングを作製し、物性、形状、表面粗さ変化などを計測

### Oリングシール性評価法

試験用高圧水素ガス容器

加速因子により摩耗・劣化させたOリングを試験用高圧水素ガス容器に装着し、高圧水素ガスを繰り返し印加し、透過曲線を取得。リーク量の変動からOリングのシール性低下、破壊に伴う漏洩を検出する評価法を確立。

劣化模擬Oリング

リーク検出

加減圧によるリーク

初期リーク

透過試験 (一定圧力)

サイクル試験 (10cycle)

Test Pressure (MPa)

Time

LeakAmount(A.U.)

Oリング耐久性の加速因子として選定した表面摩耗、機械的疲労、ヒートサイクル、グリース浸漬による劣化模擬Oリング・シール部材作製法および評価法を確立。各因子によるOリングの劣化とシール特性の相関把握。

### 3. 研究開発成果 サブテーマ③シール基盤・応用開発 劣化模擬シール部材作製・シール性評価法 (九州大学, CERi)

#### 加速因子試験法まとめ

試験法	劣化試験機・劣化条件	評価項目	評価結果
ヒートサイクル	冷熱衝撃試験機 -40°C⇔+65°C, -60°C⇔+65°C 0, 15, 150, 1,500, 15,000, 30,000回	ヒートサイクル回数が大きい劣化Oリングはシール時の水素透過量小さくなる。	定圧透過量：不変 サイクル透過量：減少 架橋密度上昇による硬度上昇に伴う面圧の増加によりシール性向上
平面摩耗	ウィリアムス試験機/研磨機 研磨紙：#240, #400, #1000 摩耗体積：0.4%, 0.8%, 1.2%	ウィリアムス試験後の劣化Oリングは最大表面粗さでリーク。研磨機摩耗劣化Oリングは表面粗さと水素透過量が相関。	定圧透過量：増加 サイクル透過量：不変 加減圧時のOリング摺動による表面摩耗によるリークパス形成、シール性低下
軸摩耗	ピストン型摩耗試験機 Rz：300、Rz6.3、Rz3.2、Rz1.6 摩擦距離50cm, 500cm, 5000cm	表面粗さが小さいシリンダーによる摩耗が顕著。劣化Oリングは表面粗さと水素透過量の相関が見られない。	
機械疲労(拡径)	Oリング拡径疲労試験機 100, 1,000, 10,000, 100,000回	拡径疲労によりOリング内径が拡大。水素透過量は疲労回数の増加により増大。	可塑剤配合ゴム 定圧透過量：増加 サイクル透過量：減少 可塑剤ブリードによる硬度上昇に伴う変形抑制によりシール性低下 可塑剤未配合ゴム 定圧透過量：不変 サイクル透過量：減少 架橋密度低下による硬度低下に伴う変形拡大によりシール性向上
高圧水素曝露(ブリスタ)	高圧水素曝露容器 10~90MPaおよび90MPa×1~20回	低圧 (<1MPa) によるシール性評価実施。Oリングゴム材の内部破壊によりシール性低下	定圧透過量：増加 サイクル透過量：不変 侵入水素による内部破壊に伴うリークパス形成、シール性低下

15,000回相当のモデル劣化Oリングのシール性を評価した。ヒートサイクルはシール性が向上し、安全側に変化する。平面摩耗、軸摩耗による表面粗さ変化、拡径疲労による内径拡大の結果、透過量は変化するが、リークには至らない。グリースによるゴム・樹脂の劣化が確認されたので、材料に対して適切なグリース使用が求められる。

加速耐久性試験法 (案)

シール部材加速劣化



Oリング  
シール部材

拡張疲労

実機溝寸法より拡張率設定

表面摩耗

実機溝材料・表面粗さによる  
摩耗

グリース浸漬

使用予定グリースによる評価  
使用材料の劣化が抑制される  
グリース選定

実機設計およびHFSにおける充填時の  
作動条件よりOリング疲労回数,  
摺動距離を設定 (>30,000回)

30,000回充填耐久性

シール特性低下が  
所定の範囲内

劣化Oリング・シール部材を実機に装着し、実機の耐久評価劣化シール部材と初期品の性能差を検証

シール特性  
低下大

30,000回以下でリークの可能性

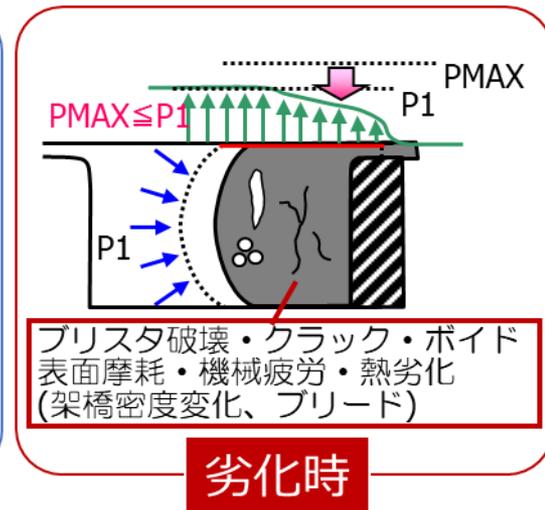
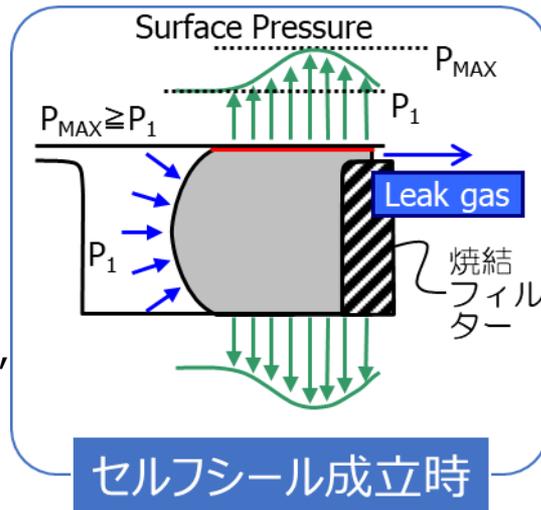
各種バルブ実機用シール部材 (Oリング) について加速劣化シール部材作製

↓  
各メーカーで加速劣化シール部材を用いた実機のシール性評価実施

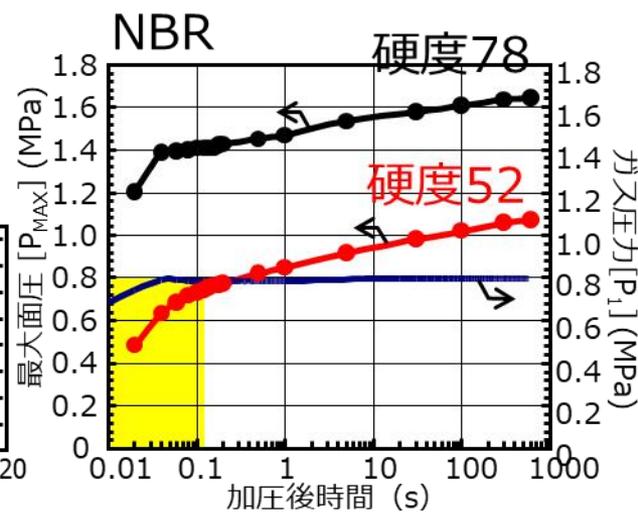
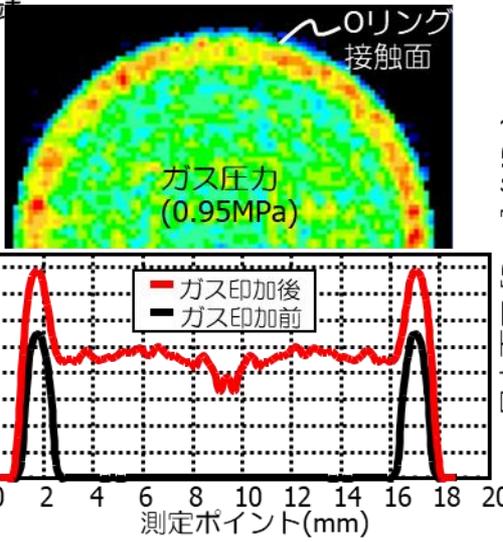
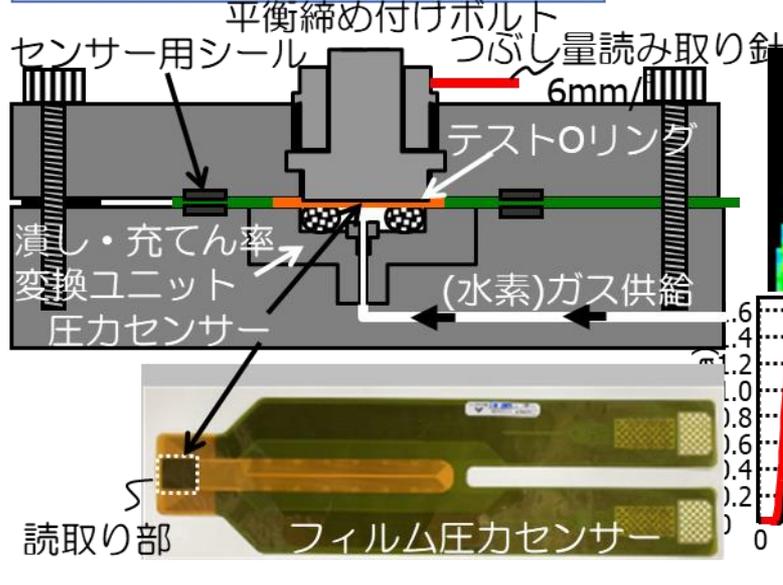
### Oリングリーク挙動の検証

Oリングはハウジングによるつぶしに伴い発生する面圧がシールすべき流体圧を上回る場合にシールが成立する（セルフシール）。

これまでの検討から、リークの発生は、面圧低下によるシール部材と相手材界面からのリークであると想定される。シール部材の摩耗、疲労による形状変化、物性変化による面圧への影響を実測し、漏洩メカニズム解析を目的として、Oリング面圧時分割計測システムを開発した。



### 面圧時間分割計測システム

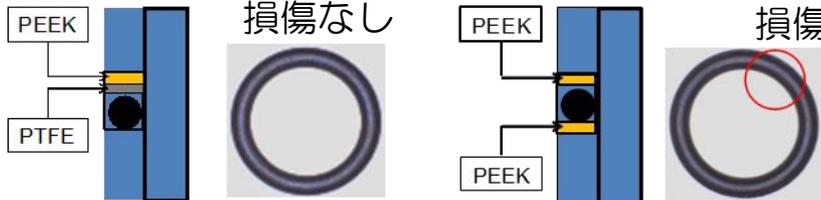
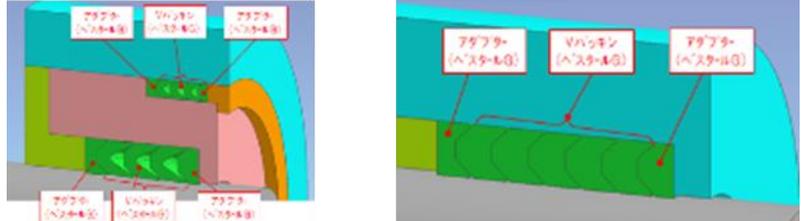


硬度が低いOリングは、加圧直後の極めて短い時間、面圧最大値( $P_{MAX}$ )が印加圧力( $P_1$ )を下回る。セルフシールが成立しない時間帯が生じる。→微小漏れの可能性

### 3. 研究開発成果 サブテーマ③シール基盤・応用開発 長寿命シール部材の開発

(NOK, 高石工業, 日本ピラー工業)

設定した加速耐久性評価方法により高圧水素機器に実装しうる長寿命シール部材開発に向け、既存材料、現行材料の実力値把握、シール部材評価手法の確立が重要である。各社において、評価法を検討し、既存材料、現行材料評価を実施。また、開発の基盤データとして水素機器用高分子材料水素特性データベースを拡充（九州大学）。

<p>NOK</p> 	<p>高温・低温環境ともにグリース塗布による摩耗粉発生抑制に対する有効性を確認。</p> <p>グリース塗布なし (25000回)      グリースA塗布 (30000回)</p>  <p>磨耗粉</p> <p>図 耐久試験後Oリングホルダー外観</p>	<p>溝設計およびグリース適用による摩耗の抑制を検討。 グリース有無ともに35%圧縮で10%圧縮に比べ摩耗を抑制。 溝内周すき間の縮小が内周側破損抑制に有効。 充填率75%で屈曲座屈破損を抑制。充填率85%、95%での評価を予定。</p>
<p>高石工業</p> 	<p>Oリング損傷を抑制するバックアップリング仕様を決定。材料改良により30,000サイクルの耐久確認。実機での評価を含め信頼性の検証を実施。</p> <p>バックアップリング仕様</p>  <p>損傷なし      損傷</p>	<p>引裂き強度を向上によるOリング損傷抑制を目的に配合開発。引裂強度、耐摩耗性を向上させた配合について試験実施中。 サブテーマ⑤のバルブメーカーと評価用バルブに適用するOリングの設計を進めている。加速劣化Oリングのバルブ評価実施予定。</p>
<p>日本ピラー工業</p> 	<p>水素透過特性、摩耗特性から、ベスタールG(POM)を選定、バルブ用シール部材を設計。</p> <p>ボーフバルブ      ニードルバルブ</p> 	<p>ボールバルブ：POM製Vパッキンのみのシールユニットにて評価中(組付け性、長期耐久性の検討)。2022年度、30,000回相当の充填に耐え得るシールを確立。 ニードルバルブ：オールPOM製Vパッキンに変更して試験継続中。2022年度、30,000回相当の充填に耐え得るシールを確立。</p>

### 3. 研究開発成果 サブテーマ③シール基盤・応用開発 ピストンリング材の摩擦摩耗とガスエミッション

- 協力企業2社より提供された高圧水素ガス圧縮機用ピストンリング材について、高度雰囲気制御摩擦試験機を用いたしゅう動試験により、高温・高純度水素ガス雰囲気における摩擦特性、耐摩耗性を評価
- ピストンリング材とSCM435のしゅう動試験中に、ピストンリング材より発生する分解ガスの成分と発生量をGC/MSにより評価
- 高圧水素ガスにピストンリング材を曝露し、摩擦特性、耐摩耗性、分解ガス発生への影響評価するとともに、熱安定性、内部損傷、水素侵入量等を比較

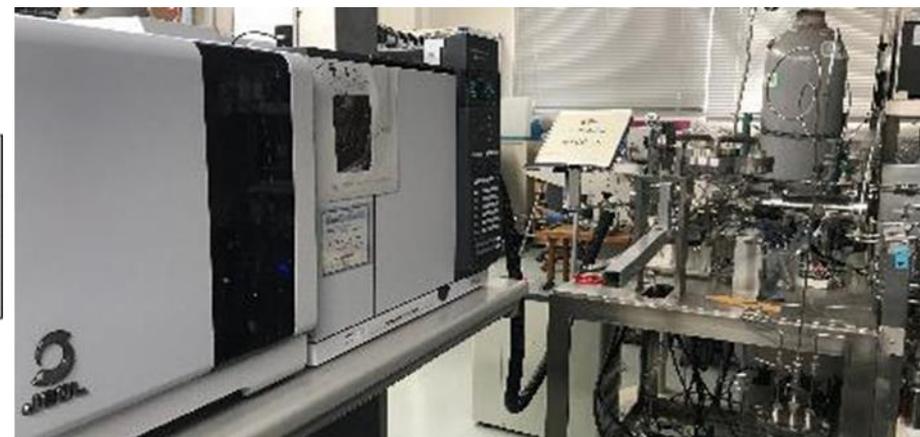
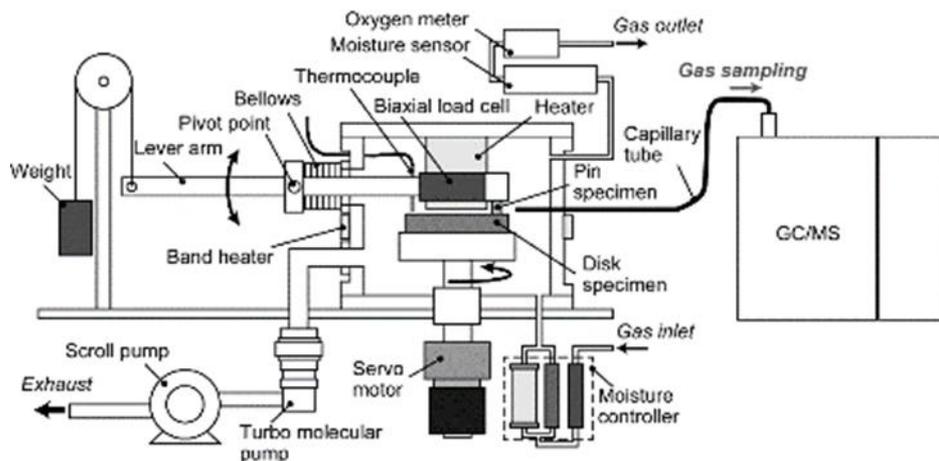
#### 【評価対象】

ピン試験片： 高圧水素ガス圧縮機用ピストンリング材 5種（表面旋削仕上げ）  
ディスク試験片： SCM435（表面研磨，Ra = 0.05）

#### 【試験条件】

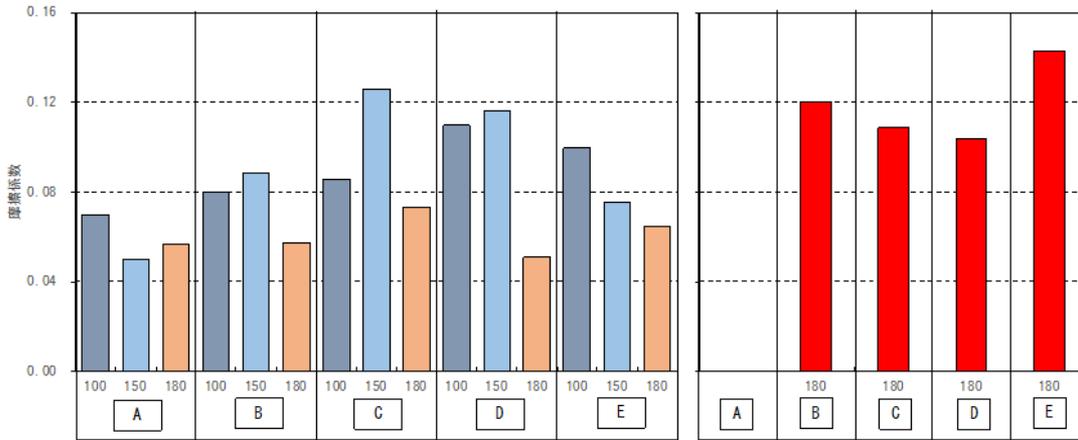
雰囲気： 水素ガス（水分量 5 ppm 以下）  
試験片温度： 100℃， 150℃， 180℃

面圧： 2 MPa， 4 MPa  
滑り速度： 4 m/s（PV値： 8， 16）  
しゅう動距離： 40 km



### 3. 研究開発成果 サブテーマ③シール基盤・応用開発 ピストンリング材の摩擦・摩耗とガスエミッション

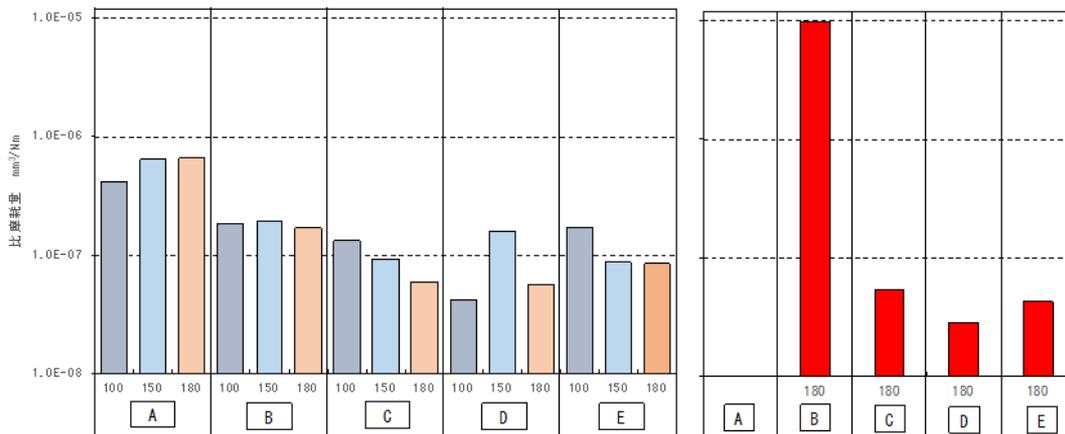
#### 【ピストンリング材の摩擦・摩耗】



(a) 面圧：2 MPa (PV値：8)

(b) 面圧：4 MPa (PV値：16)

#### 試験終了時における摩擦係数の比較



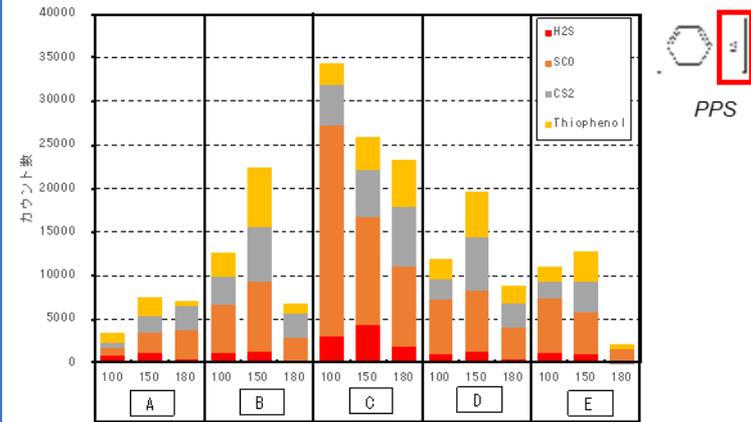
(a) 面圧：2 MPa (PV値：8)

(b) 面圧：4 MPa (PV値：16)

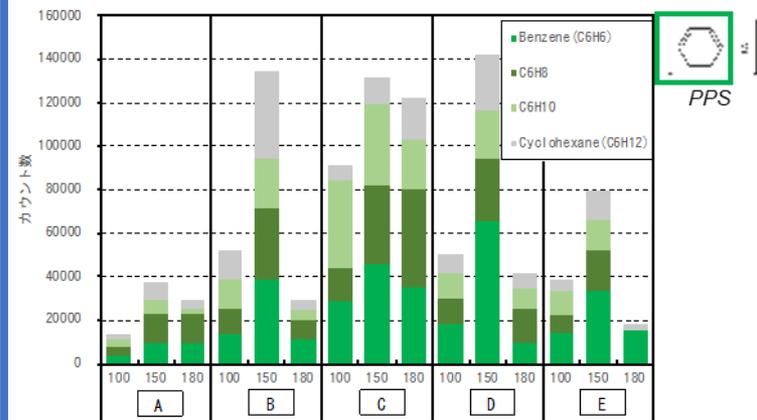
#### 比摩耗量の比較

- いずれのピストンリング材もPV値8では180℃まで比摩耗量 $10^{-6}$  mm<sup>3</sup>/Nm以下の優れた耐摩耗性を維持
- PV値16, 180℃の条件では, B材がシビア摩耗遷移を示し摩耗が大幅増

#### 【ピストンリング材からの分解ガス】



硫黄系分解ガス検出量の比較 (PV値：8)



ベンゼン系分解ガス検出量の比較 (PV値：8)

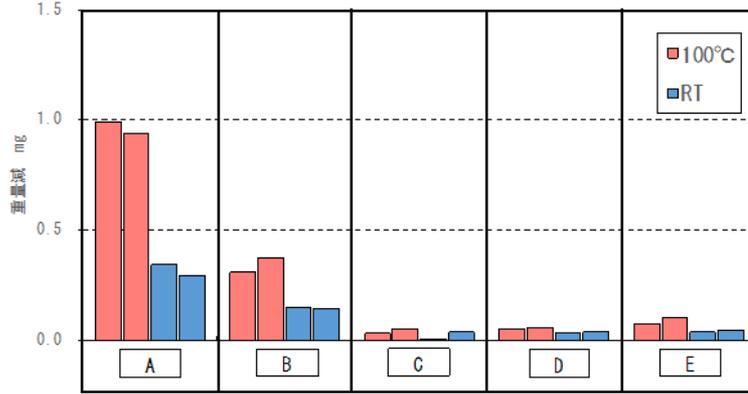
- 比摩耗量と分解ガスの検出量には相関がなく, 分解ガス発生は材料組成に依存する
- 100℃~180℃の範囲で, 試験片温度と分解ガスの検出量の間には明確な相関が見られない

### 3. 研究開発成果 サブテーマ③シール基盤・応用開発 ピストンリング材の摩擦・摩耗とガスエミッション

#### 【高温高圧水素曝露】

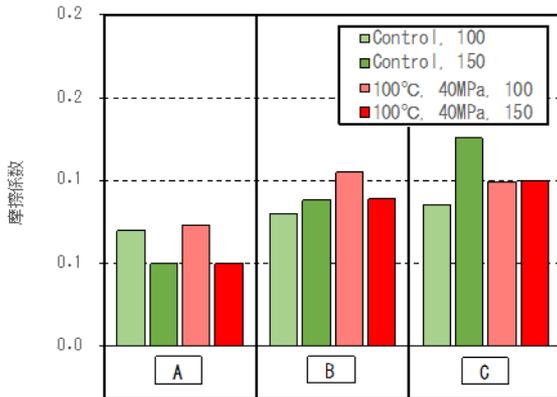
ガス圧：40 MPa, ガス温度：RT, 100 °C

曝露時間：2 時間×5 回

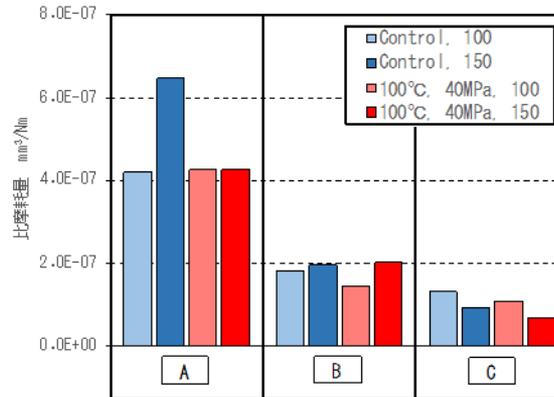


高温高圧水素曝露による重量減

- 高温高圧の水素ガスに繰り返し曝露することにより重量が減少
- ピストンリング材の組成により減少量が大きく異なる



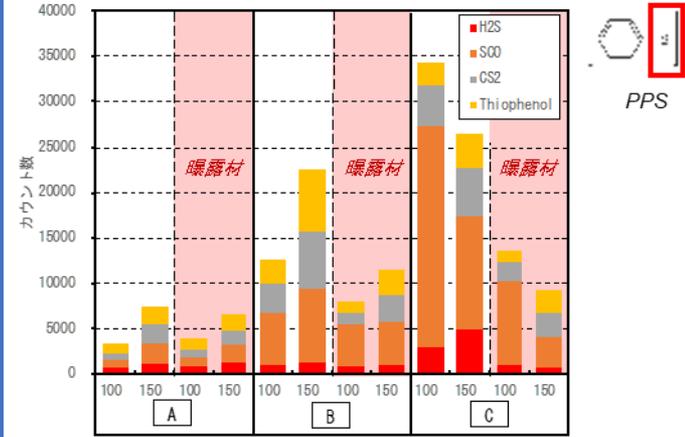
曝露後の摩擦係数 (PV値：8)



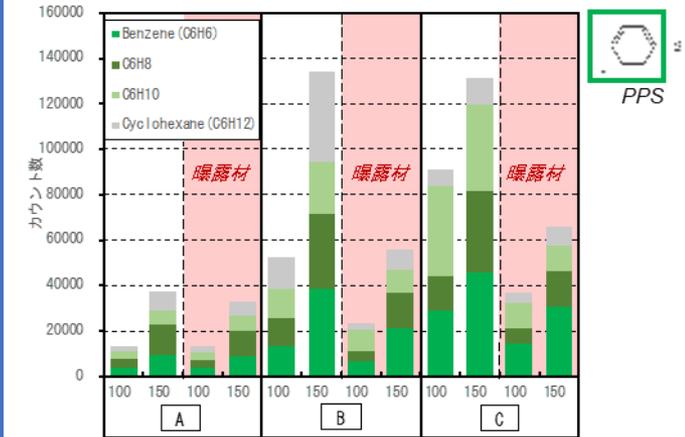
曝露後の比摩耗量 (PV値：8)

- 繰り返し曝露による摩擦・摩耗への影響は認められない

#### 【分解ガス検出量への影響】



曝露後の硫黄系分解ガス検出量 (PV値：8)



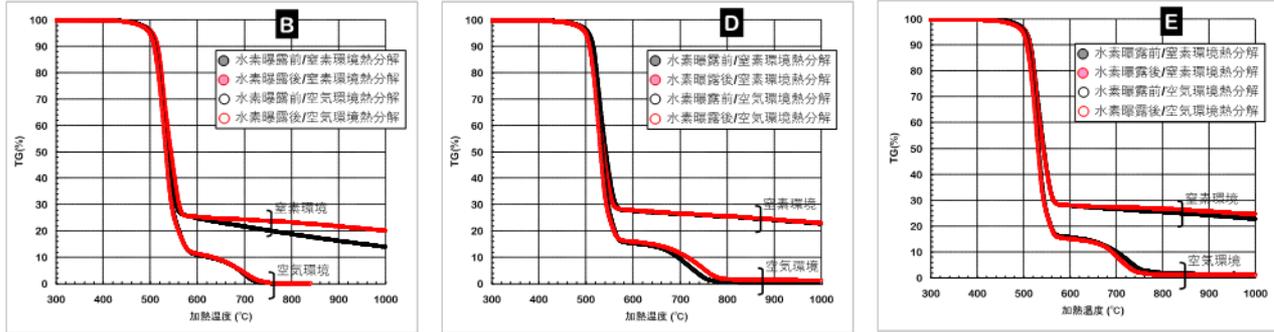
曝露後のベンゼン系分解ガス検出量 (PV値：8)

- 特に分解ガスの検出量が多かったピストンリング材では、繰り返し曝露により検出量が大幅に減少

### 3. 研究開発成果 サブテーマ③シール基盤・応用開発 ピストンリング材の摩擦摩耗とガスエミッション

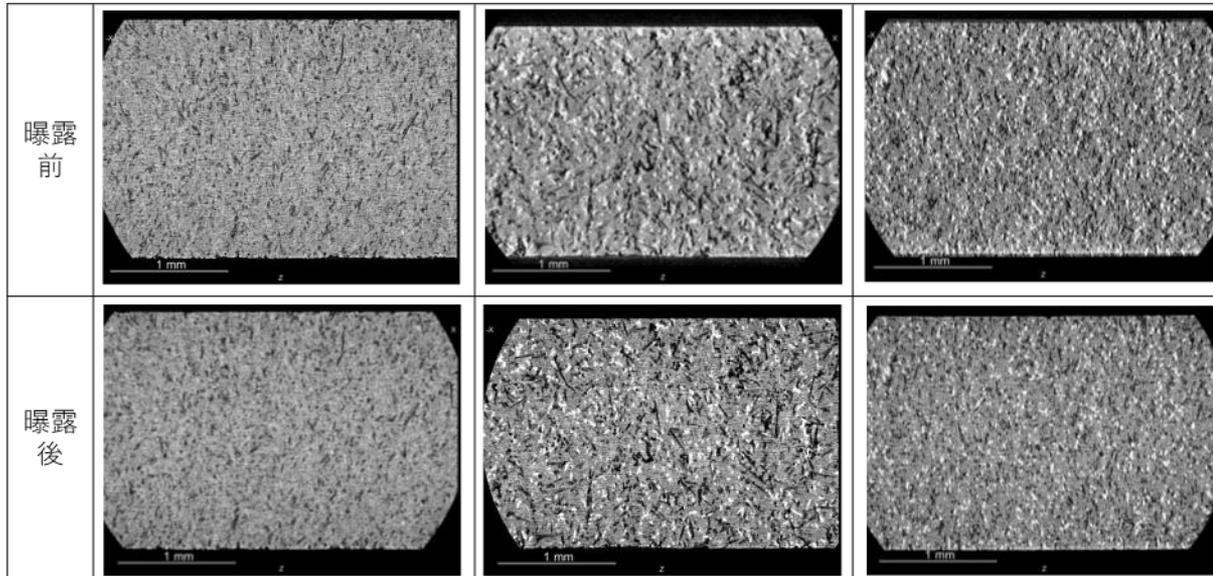
#### 【高圧水素曝露による高圧水素特性】

ガス圧：90 MPa, ガス温度：30℃, 曝露時間：250時間



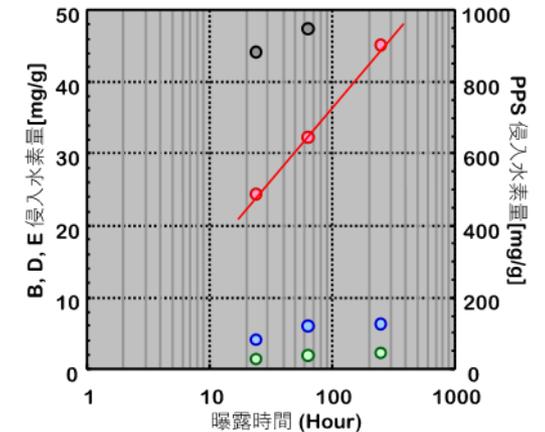
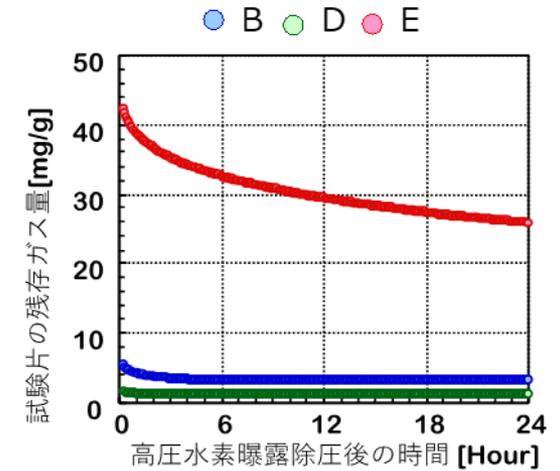
示差熱分析による水素環境熱安定性評価結果の比較

- ピストンリング材の組成により熱分解後の重量減少に差が認められ、水素曝露による影響も認められる



高圧水素曝露前後のX線CT画像による内部破壊の比較

- 静的曝露ではCT画像で確認された内部の欠陥等に大きな変化は認められない

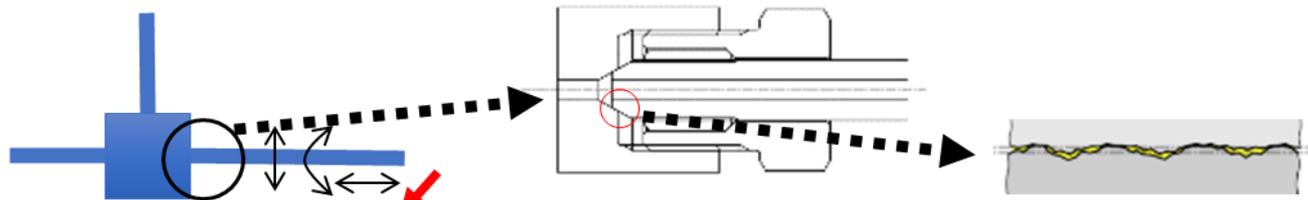


水素侵入量の比較

- ピストンリング材への水素侵入量はPPS等と比較が少ない
- ピストンリング材の組成により水素侵入量に相違

**目的** 継手のゆるみと接触界面での漏れ発生に及ぼす、施工時・運転時・メンテナンスにおける配管の組付け精度、温度変化、圧力変化、振動などの因子による影響を明らかにして、新型あるいは改良継手の開発を行い、機械継手の漏洩リスクの評価方法と漏洩リスク低減の指針を作成する。

継手ゆるみの基本的考え方



①継手の取付状態（誤差）と、熱・振動による外力負荷（軸力、曲げ、ねじり）

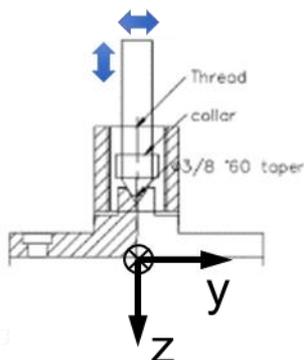
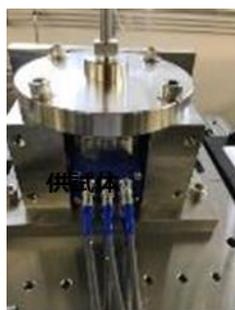
②継手シール部の接触面圧変化と表面損傷、ネジ部の変形

③シール接触部表面変化と漏洩

評価法開発方針

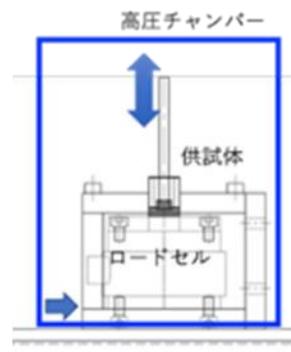
①種々の外力・取付け誤差等と ②継手シール部の接触面圧の変化、③接触部表面状態の関係から、漏洩条件を明らかにする。

継手要素試験装置の開発



締付けや外力による継手シール部の6分力を測定

超高压要素試験装置の開発

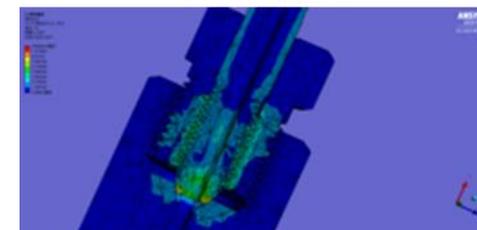


高圧水素ガス（90MPa）を封入した状態で、外力負荷によるガス漏洩を計測

継手ゆるみの理論解析

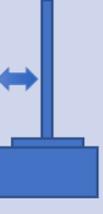
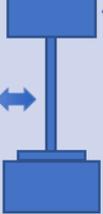
FEM弾塑性非線形解析

締付け後、曲げモーメント下のMises等価応力例↓



## さまざまな負荷形態

### 継手要素試験（主に3/8in配管）

初期ミスアラインメント（取付誤差）	なし	軸方向	横方向
締結試験			
軸力試験 軸力サイクル試験			
曲げサイクル試験			

### 超高压継手要素試験（主に9/16in配管）

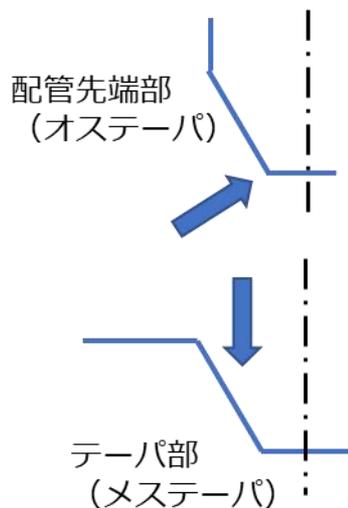
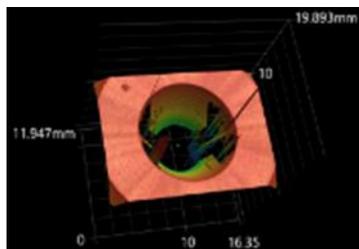
初期ミスアラインメント（取付誤差）	なし	軸方向	横方向
繰返し締結試験			
引張漏洩試験			
軸力サイクル試験	検討中		

負荷力、負荷モーメントのほか  
グリース塗布状態（塗布位置）  
配管先端の曲率半径、テーパ角、  
仕上げなどの影響

※軸力は温度変化による熱応力を模擬

# 2021年度の主な成果

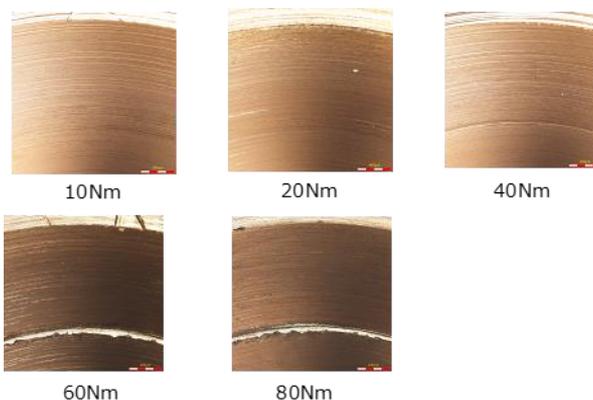
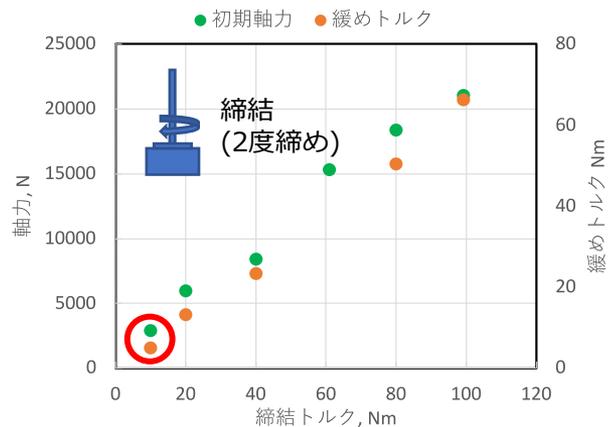
## シール部の観察



共焦点レーザ顕微鏡,  
レーザ3D形状測定機,  
デジタルマイクロスコープ

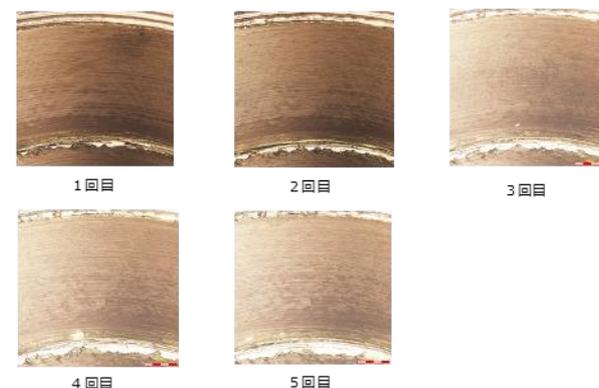
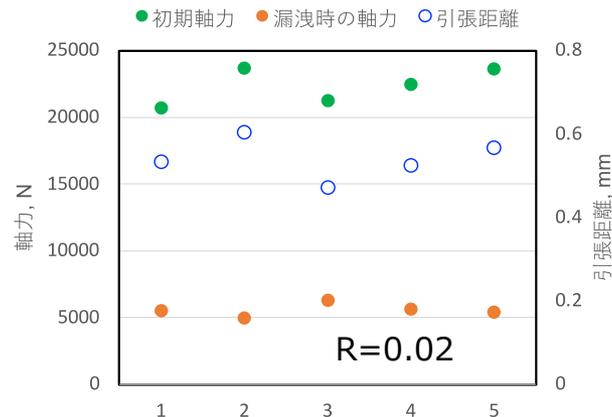
## 締結・漏洩試験とシール部の観察例

締結トルクと軸力、緩めトルクと漏洩の関係 (R=0.2mm, 90MPa水素)



締結トルク10Nmの場合のみ漏洩,  
10Nmではメステーパ部に塑性変形なし

繰返し締結における締結回数と軸力、漏洩時の引張距離の関係 (締付トルク100Nm, 90MPa水素)



繰返し締結により初期軸力と漏洩するときの引張距離が増加

テーパ部で塑性変形部が軸方向に前進

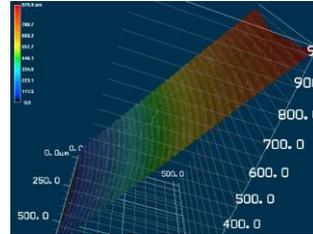
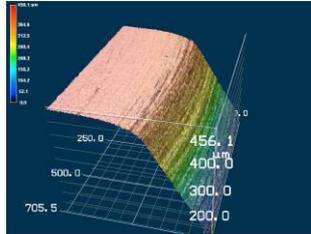
# 2021年度の主な成果

## 締結試験とシール部の粗さ測定

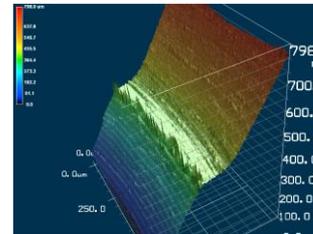
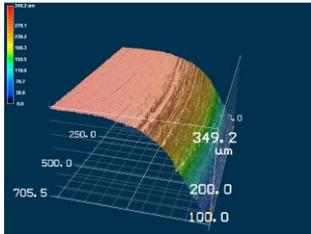
配管先端R部

継手試験片メステーバ

新品



締結1回

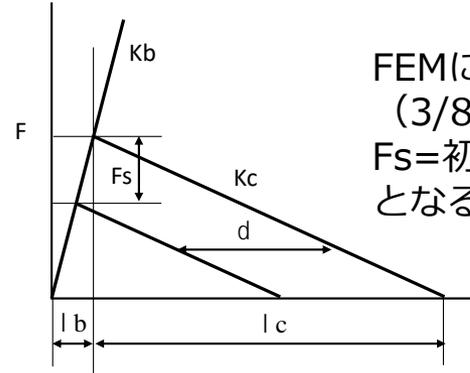


C/T継手では、締付けと外力付与でシール部は大きく塑性変形し巨視的な平面が保たれず、表面凹凸は乱れ周方向にそろった加工目とは異なる。



表面粗さ（3Dトポグラフィ、計測中）特徴とFEM計算による接触面圧分布にもとづき、表面トポグラフィ接触モデルを再検討。

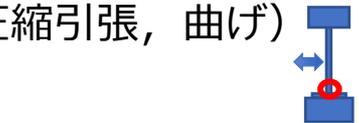
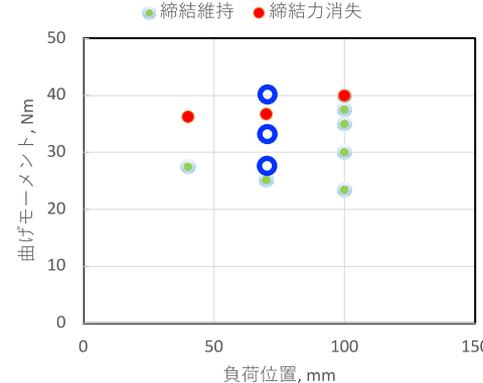
## ねじ締結体の力学モデル



FEMによる試算  
(3/8in配管の場合)  
Fs=初期締結力F=12 kN  
となる $\delta=0.026$  mm

へたり（シール部、ねじ部での塑性変形による）でねじの回転なしに締結力が失われる

## 100万サイクル試験（圧縮引張、曲げ）



青丸が100万サイクル試験最大曲げ応力はそれぞれ335MPa, 398MPa, 481MPa

曲げ応力398MPa : 10万サイクルで配管破損

## 2021年度のまとめ

### ・継手要素評価試験

- 繰り返し曲げで継手の完全緩みを生じる曲げモーメントを推算した
- 繰り返し曲げ，繰り返し圧縮において締結力消失条件以下の条件では100万サイクルの負荷でシール部の軸力低下は生じない
- シール部の軸力低下の最も有力な原因は軸力サイクル負荷と初期ミスアライメント

### ・高圧水素ガスを用いた継手要素評価試験

- 締付け状態から軸力をステップ状に低下させる引張漏洩試験を行い、締結直後の状態でガス漏えいを生じるときの軸力は5kN（9/16in配管）程度であることがわかった
- 締結によりメステーパ面のシール部は塑性変形し，締結の繰り返しにより変形が進行する
- メステーパ面，シール部の塑性変形は配管先端Rによって変わる

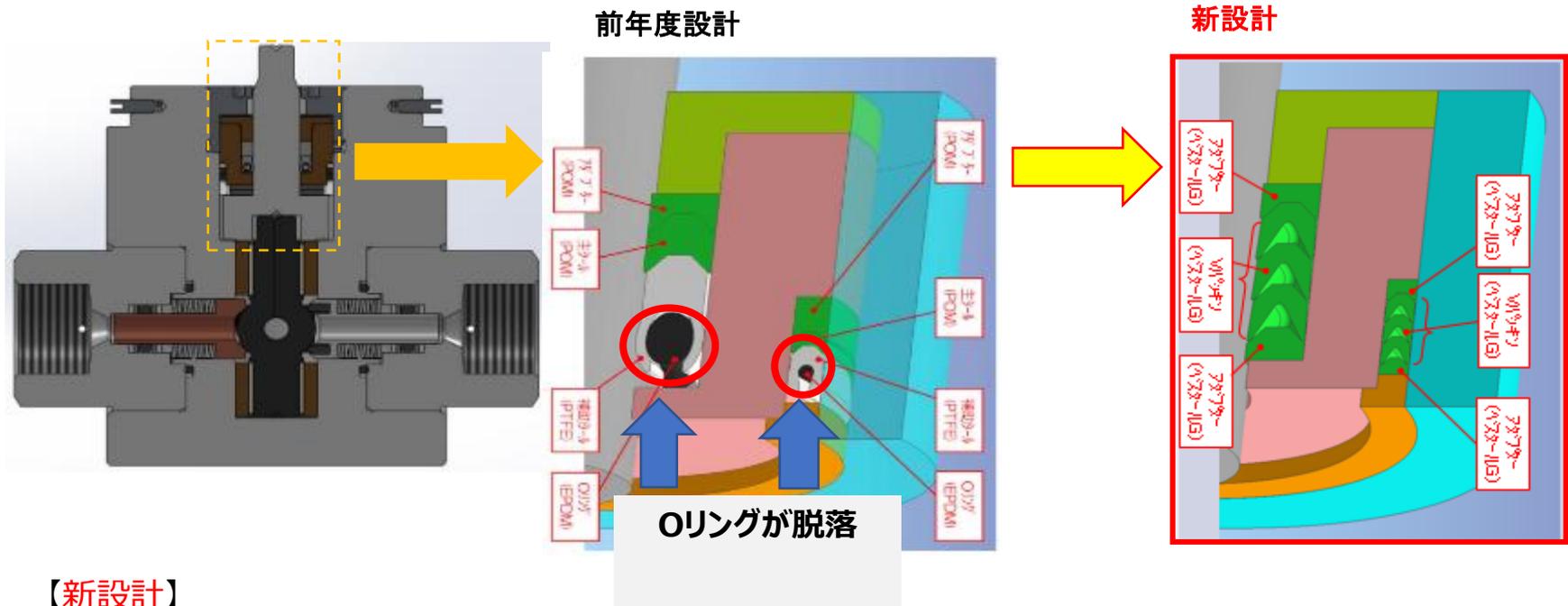
### ・解析

- 継手のFEM解析で，締付けトルクやシール部軸力などが計算可能になった
- ねじ締結体の力学モデルにおけるばね定数を推算した（手計算とFEM）
- ねじ締結体の力学モデルによってシール部の塑性変形による締結力低下を説明した
- 既存の確率論的表面粗さのシール理論の適用は困難であり，実際の表面粗さの特徴を考慮にいれたモデルの検討が必要である

2020年度に開発したシール材で圧力振幅試験を実施したところ、数回の圧力振幅で漏洩してしまっただ。原因は下図にあるUリング内のOリングが圧力振幅で脱落してしまっただ。

2021年度は上記反省点から、シール材の新設計を実施。

キッツの社内試験で新設計シール材の基礎評価として気密試験、連続作動試験(5,000回)を実施し合格した。



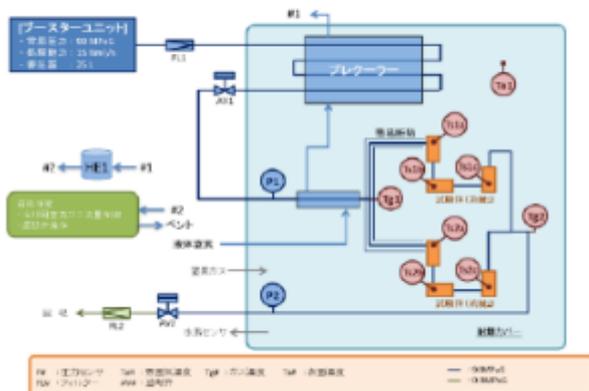
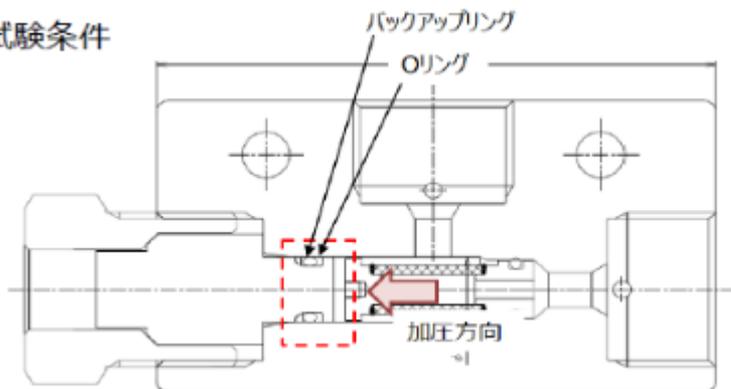
**【新設計】**

- Vパッキンのみの構成としたシールユニット。
- 締め代(圧縮率)を多く設定。
- 「高強度のPOM」+「多めの締め代」により、バルブ構造的に締め付け力が付与出来なくても、シール性の発揮に期待。

### 新型フィルター加速耐久性評価

新型フィルターのOリングを強制劣化させ、加速耐久性評価を実施した。(ガス温度：-40℃)

#### ●試験条件

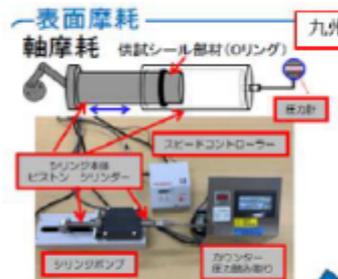


圧力サイクル 0 ⇄ 82MPa 30,000回充填相当 ガス温度：-40℃

Step	項目	AV1	AV2	制御条件
0	初期状態	●	●	-
1	昇圧	○	●	昇圧：95MPaG (1秒)
2	高圧保持	●	●	高圧保持：3秒
3	脱圧	●	○	減圧：0.6MPaG (1秒)
4 (0)	低圧保持	●	●	低圧保持：2秒

※ バルブの開閉状態 ○：開 ●：閉

#### ●Oリングの強制劣化



九州大学様資料  
Oリングは固定シールだが加減圧により溝内を動く。充填回数15,000回相当の移動距離をOリングに付与し強制劣化品を製作。Oリングは九州大学様で考案された、表面摩耗方法にて強制劣化させた。

#### ●試験結果

No.	Oリング			試験結果
	強制劣化回数 <sup>※1</sup>	相当充填回数 <sup>※2</sup>	合計回数	
1	0	15,000	15,000	漏れなし
2	0	15,000	15,000	漏れなし
3	0	15,000	15,000	漏れなし
4	15,000	15,000	30,000	漏れなし
5	15,000	15,000	30,000	漏れなし
6	15,000	15,000	30,000	漏れなし
7	30,000	10,900	40,900	40,900回で微小リーク(286ppm)
8	30,000	12,900	42,900	42,900回で微小リーク(698ppm)
9	30,000	15,000	45,000	漏れなし
10	50,000	3,600	53,600	53,600回で微小リーク(153ppm)
11	50,000	15,000	65,000	漏れなし
12	50,000	12,900	62,900	62,900回で微小リーク(585ppm)

※1 強制劣化回数：予めOリングに付与した表面摩耗の劣化回数

※2 相当充填回数：実ガスで付与した回数

低温下、30,000回相当の充填回数で漏れなし

#### ●今後の予定

30,000回充填相当以降の回数でリークが発生した現品の分析

### 3. 研究開発成果 特許や論文, 学会発表, 広報等の取り組み

(年度)	2018	2019	2020	2021	計
論文(査読付き)	0	0	0	0	0件
研究発表・講演	5	6	1	4	16件
受賞実績	0	0	0	0	0件
新聞・雑誌等への掲載	0	0	0	0	0件
展示会への出展	0	0	0	0	0件
特許出願(うち外国出願)	0	1(0)	0	1	2件

※2022年3月現在

漏えいの無い長寿命・高信頼性のシール、継手の開発により、本プロジェクトの成果として、「水素ステーションの安全性向上、信頼性向上、水素ステーション運営コスト低減」が実現できる。

具体的な成果として、

- 水素ステーションの休業日数の削減：1日/年
- メンテ期間の短縮：2～3日/定修（定修はほぼ1回/年）
- 運営コスト低減：1～2百万円/年

従って、日本全体の水素ステーションでは3.2～6.4億円/年の低減が見込まれる。（2025年度 水素ステーション数：320）

4. 今後の見通しについて 実用化・事業化に向けた具体的取組

項目	2018	2019	2020	2021	2022	2023~2033
①セーフティーデータベース (SDB) の解析知見の整理	SDBデータ解析継続			同左		最終目標
②部材・機器の用途別評価条件の選定、試験方法の検討	・加速耐久性評価条件案決定			・加速評価条件確立		規格化検討
③シール基盤・改良開発	・使用済みシール部材調査 ・シール部材加速耐久性評価法案確立			・シール部材加速耐久性評価法確立		規格化検討
	・データベース構築	・新規シール部材候補材選定		・新規シール部材		各種水素機器への適用検討
④継手基盤・機器開発	・要素評価試験 ・評価方法の確立 ・理論解析モデル構築			漏えいリスク低減指針 ・新型/改良型継手開発		実用化検討
⑤シール成果に基づく機器開発	・バルプラボ試験実施 ・15,000回充填相当の検証			・バルプラボ試験 ・HRS実証 ・30,000回充填相当の検証		実用化検討

▲ : 基本原理確認 ● : 基本技術確立

水素ステーションでの利用拡大  
 水素ステーション機器  
 国内メーカーの国際競争力に寄与  
 水素ステーション以外への用途展開