

平成31年度  
戦略的基盤技術高度化・連携支援事業  
戦略的基盤技術高度化支援事業

「燃料電池車向け超高純度水素を石油化学コンビナート由来の副生ガスから精製するためのバナジウム膜を用いた水素精製デバイスの開発」

研究開発成果等報告書

令和2年5月

担当局 九州経済産業局  
補助事業者 公益財団法人 大分県産業創造機構

## 目 次（例）

### 第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1-2 研究体制

1-3 成果概要

1-4 当該研究開発の連絡窓口

### 第2章 本 論

2-1 研究設備の導入

2-2 単体ユニットの開発

2-3 水素精製デバイスの開発

### 最終章 全体総括

3-1 研究開発の成果

3-2 研究開発後の課題

3-3 今後の事業展開

## 第1章 研究開発の概要

### 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

#### 【研究開発の概要】

従来の圧カスイング吸着（PSA）方式より製造コスト及びランニングコストが低く、かつ高効率な水素の製造プロセス実現のため、これまで実用化が困難とされていたバナジウム金属膜による水素精製技術において、水素脆性破壊を回避する条件が発見されたことに基づき、石油化学コンビナート由来の副生ガスからの高純度水素の供給を実現するために、複数枚の膜による単位ユニットを開発し、単位ユニットを積層することで水素精製量が向上した水素精製デバイスを開発する。

#### 【研究開発の背景】

日本国政府は水素社会の実現をこれからの日本の産業の柱と捉え、国を挙げてその実現に向けた努力を続けている。経済産業省では平成28年3月22日に「水素・燃料電池戦略ロードマップ改訂版」を策定し、FCV（燃料電池車）の普及を目指している。具体的には、水素ステーションの整備目標を2020年までに160箇所程度、2025年までに320箇所とし、FCVの普及台数目標を2020年までに4万台程度、2025年までに20万台程度、2030年までに80万台程度と想定している。そして、2030年のFCV普及目標80万台時点に対し、標準的な水素供給能力（1基300Nm<sup>3</sup>/h）を持つ水素ステーション換算で900基程度が必要としている。

圧カスイング吸着（PSA; Pressure Swing Adsorption）方式による水素製造は、製造コスト及びランニングコストが高く、より低コストの水素精製技術が求められていた。

そこで、水素透過金属膜として実用化が困難とされていたバナジウム膜による水素精製技術において、水素脆化による破壊を回避する条件が、大分工業高等専門学校（以下、「大分高専」と称する）の松本教授【SL】が所属する研究グループにより発見されたことに基づき、全国9箇所の一つに数えられる大分県の石油精製・石油化学コンビナート（以下、「石油化学コンビナート」と称する。）由来の副生ガスから、水素精製デバイスを組み合わせた水素精製システムによって高純度水素の供給を可能にする技術を開発する。

図1に、本研究開発の概要を示す。

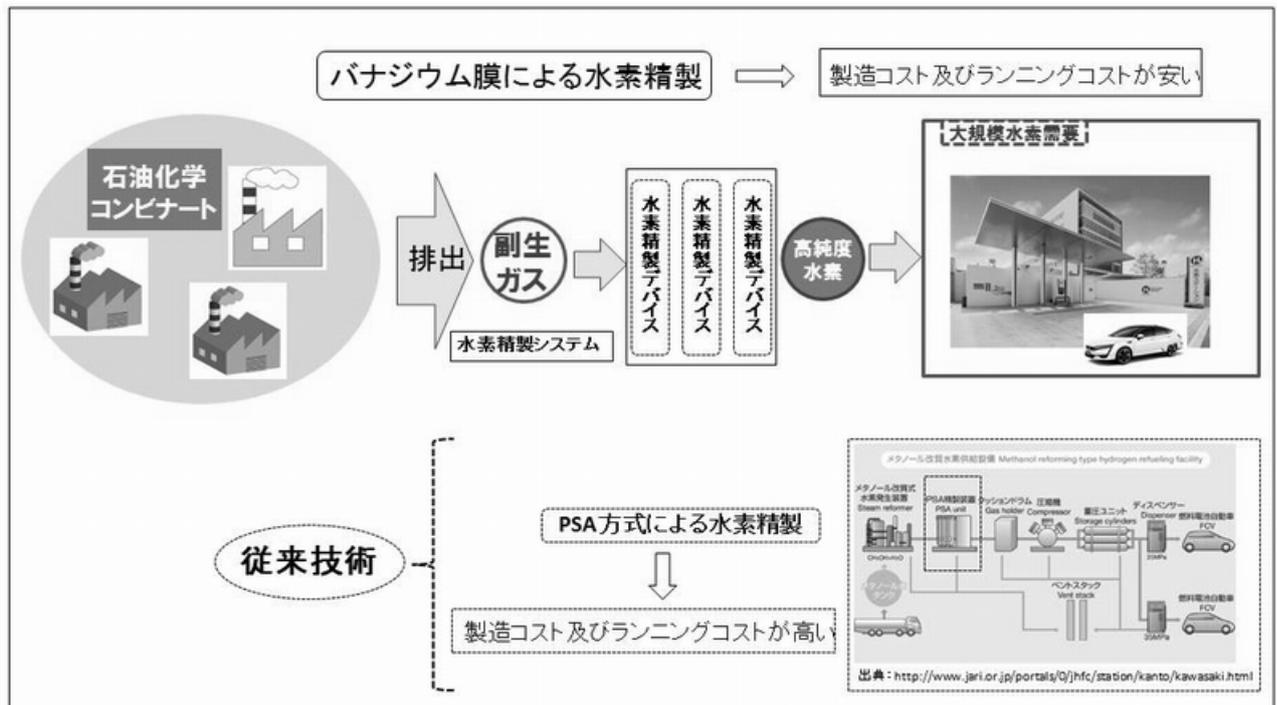


図 1 本研究開発の概要 (出典：ハイドロネクスト)

【研究目標】

(十) 材料製造プロセスに係る技術に関する事項

1. 材料製造プロセスに係る技術において達成すべき高度化目標

(3) 川下分野横断的な共通の事項

①川下製造業者などの共通の課題及びニーズ

ア.高効率化の実現

川下製造業者、消費者にとっては、PSA方式より製造コスト及びランニングコストが安く、水素を製造することがニーズとして存在するため、水素精製能力の高効率化が求められる。

イ.純度の高い水素の獲得

当該生成プロセスにおいて、混合物の中から不要物の除去・分離等を行うことで、純度 99.97%の水素を獲得することが求められる。

ウ.省資源化・省エネルギー化への対応

環境配慮への意識の高まりから、省資源化への対応といった要求が高まっている。そのためにも生成プロセスにおけるエネルギー利用量の低減、副生産物等の再利用が求められる

これら目標に対し、具体的な数値目標として水素精製能力1リットル/minの性能を有する単体ユニット、水素精製能力10リットル/minの性能を有する水素精製デバイスを開発し、目標性能に到

達していることを確認した。個別の研究については、第2章にて後述する。

## 1-2 研究体制

本事業の研究体制については、以下のとおりである。

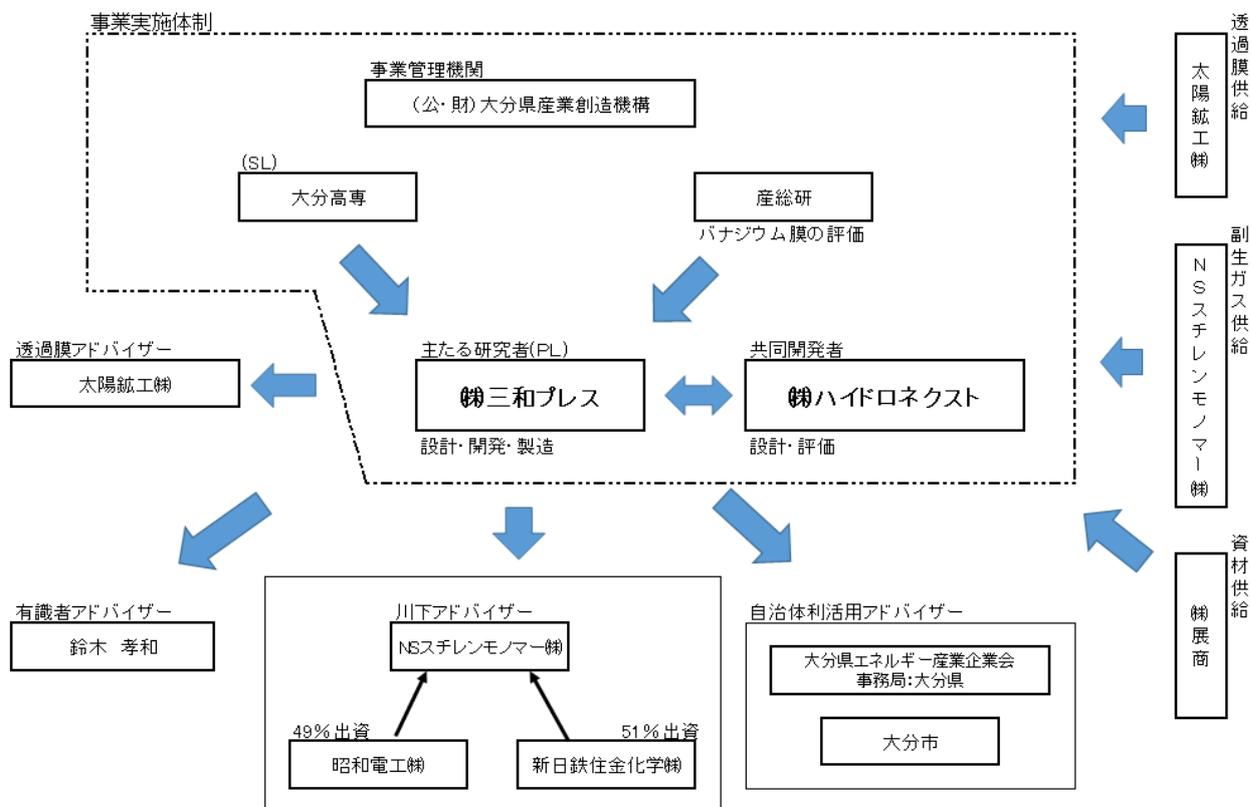


図2 研究体制図

## 1-3 成果概要

### (実験設備の導入)

ガスクロマトグラフ、水素透過性能検査装置、10種ガス混合装置の導入を計画し、実施した。

### (単体ユニットの開発)

水素精製能力1リットル/min、ユニット気密性0.1Pa以下の単体ユニットの開発に成功した。

### (水素精製デバイスの開発)

水素精製能力10リットル/min、デバイス気密性0.1Pa以下の水素精製デバイスの開発に成功した。本デバイスでは、副生ガスを模した模擬副生ガスでの透過テストにおいて、上記性能を満たした。

### (精製水素ガスの純度)

精製した水素ガスの純度99.97%以上の目標を達成した。

(バナジウム膜の評価)

水素透過を実施したバナジウム膜が水素脆化していないことを確認できた。

#### 1-4 当該研究開発の連絡窓口

窓口企業：株式会社ハイドロネクスト 大分市三佐650番地 097-529-5756

担当者：代表取締役 永井 正章 (nagai@hydronext.co.jp)

## 第2章 本論

### 2-1 研究設備の導入

開発した単体ユニット、水素精製デバイスの評価を行う上で、精製水素ガス純度及び副生ガスの成分分析を行うガスクロマトグラフ、水素精製能力及び気密性を検査する水素透過性能検査装置、模擬副生ガスを製造する10種ガス混合装置の導入を計画し、実施した。



写真1：10種ガス混合装置

## 2-2 単体ユニットの開発

水素透過を実現する最小単位のユニットを単体ユニットと称し、精製水素能力1リットル/minの性能を有する単体ユニットの設計を行う。手順は以下の通りである。

### ①バナジウム膜1枚の透過性能の確認

実際に搭載するバナジウム膜の大きさ、枚数を検討するために、基礎性能試験を実施し、膜のサイズを決定した。

### ②単体ユニットの開発

水素透過能力1リットル/minを達成でき、かつ小型化を実現できる単体ユニットの構造について、合計6つのパターンの単体ユニットを創案し、サンプルを製造した。その上で、『ガス流路の効率性』・『膜の総面積』・『製造のしやすさ』・『ユニットサイズ』において評価を行い、単体ユニットの基本構造を決定した。

### ③単体ユニットの製造・検査

決定した構造の単体ユニットを製造し、純水素による透過性の試験を繰り返すことで複数枚方式での課題を解決した結果、目標精製水素能力1リットル/min、単体ユニットの気密性0.1Paを達成した。

### ④精製水素の純度検査

単体ユニットにおける精製水素の純度を大分高専に設備したガスクロマトグラフを用いて分析し、99.97%以上であることを確認した。

### ⑤バナジウム膜の評価

水素精製試験を行ったバナジウム膜について、意図的に水素脆化破壊したもの、その他の要因で破壊が起きたもの、破壊が起きていないものを産業技術総合研究所にて解析し、単体ユニットにおける水素脆化が起きないノウハウを確立した。

### ⑥大分コンビナートからの副生ガスの解析

川下想定企業の協力を得て、実際に副生ガスをサンプリングし、大分高専に設置したガスクロマトグラフィーにて成分分析を行い、副生ガスの構成を把握した。その情報から、ハイドロネクストにおいて10種ガス混合装置により模擬副生ガスを製造し、その模擬ガスを用いて単体ユニットの性能検査を行い、目標値を達成していることを確認した。

尚、実際の副生ガスの透過試験については、別途の透過装置にて透過試験を実施し、99.97%以上純度のガス精製ができることを確認している。

## 2-3 水素精製デバイスの開発

単体ユニットの複合体で精製水素能力10リットル/minが実現できるデバイスを水素精製デバイスと称し、単体ユニットの設計において得られた成果を用いて水素精製デバイスを開発する。実施手順は以下のとおりである。



写真2：水素精製デバイスのデモ機

### ①単体ユニットの性能向上の研究

単体ユニットでは、精製水素能力の目標である1リットル/minを達成したが、構造に工夫を施すことで単体ユニットの性能向上ができることが予想されたため、水素精製デバイス開発の基礎研究として取り組んだ。その結果、これまでの単体ユニットの性能の4倍以上の成果を得た。これは、単体ユニットにおけるバナジウム1枚当たりの性能が、バナジウム短膜ユニットでの精製性能と同等の精製水素性能である。

### ②水素精製デバイスの開発

性能向上を達成した単体ユニットを4基接続した水素精製デバイスを開発し、純水素による精製性能検査を実施した。精製性能検査により単体ユニットを複数接続することで生じる問題点を抽出し、様々な条件下で繰り返し試験を実施することで、目標値である精製水素能力10リットル/min、気密性0.1Paを達成した。

### ③模擬副生ガスによる検査

模擬副生ガスによる精製性能検査を実施した。精製性能検査により水素分圧による影響で生じる問

題点を抽出し、様々な条件で繰り返し実施することで、目標値である精製水素能力10リットル/min、気密性0.1Paを達成した。

#### ④精製水素の純度検査

模擬副生ガスからの水素精製デバイスにおける精製水素の純度を大分高専に設置したガスクロマトグラフで分析し、99.97%以上であることを確認した。

#### ⑤バナジウム膜の評価

水素精製試験を行ったバナジウム膜について、意図的に水素脆化破壊したもの、その他の要因で破壊が起きたもの、破壊が起きていないものを産業技術総合研究所にて解析し、単体ユニットにおける水素脆化が起きないノウハウを確立した

## 最終章 全体総括

### 3-1 研究開発の成果

本研究において得られた成果は、大分コンビナート副生ガスの模擬ガスから純度99.97%以上の純水素10リットル/minを得られる水素精製デバイスの開発に成功したこと、運転条件のノウハウが確立できたこと、2つの特許を申請したことである。

### 3-2 研究開発後の課題

副生ガスから水素ステーションに純水素を提供するためには、さらなる大容量化に取り組む必要があることから、水素精製デバイスの性能向上、水素精製デバイスの連結による大容量化が課題である。

運転条件を実行するための運用システムの構築、透過金属膜及び装置の耐久性試験などを行うことで、製品化が実現すると考えている。

### 3-3 今後の事業展開

本技術の事業化に向けて、実証連携、共同研究の打診が複数来ている。環境省の実証事業における新技術としての参画、産業廃棄物ガスからの高純度水素製造の実証、水素事業を計画している企業との共同研究依頼などを2020年から随時、実行することになっている。このほか、海外からの共同開発の打診も複数来ており、早期の事業化を目指して邁進していく所存である。



写真3：2020年2月のFC-EXPO 出展の様子

以上