



H₂関連技術についてのご紹介

JASIS 2023 新技術説明会

(株)ジェイ・サイエンス・ラボ 矢野 智大

- 1 JSLの水素関連技術
- 2 ISO14687に準拠したH₂の品質測定
- 3 オルソ・パラ水素分析計について
- 4 拡散性水素測定システム
- 5 鋼材中水素測定システム
- 6 鋼材中水素測定システム～さらなる高感度化を目指して～

1 JSLのH2関連技術ラインナップ



株式会社
ジェイ・サイエンス・ラボ
J-SCIENCE LAB Co.,Ltd.

JSLではお客様の細かな仕様に合わせたシステムをご提案できます。
特にH₂関連については以下のような装置を取り扱っています。

水素中の不純物を測定



システムGC : GAS5000シリーズ



全硫黄分析計 : GTS-200シリーズ

水素の異性体を測定



オルソ・パラ水素分析計

水素そのものを測定




拡散性水素測定システム



鋼材中水素測定システム

2 ISO14687に準拠したH₂の品質測定



株式会社
ジェイ・サイエンス・ラボ


水素は燃料電池による発熱や燃焼の際に水だけを排出するクリーンなエネルギーです。

その燃料電池に使用される水素の品質について、ISO 14687で規定されています。

ISO 14687

「Hydrogen fuel quality — Product specification」

「水素燃料の品質—製品の仕様」

2 ISO14687に準拠したH₂の品質測定



燃料電池自動車（FCEV：Fuel Cell Electric Vehicle）に充填する水素はISO 14687において不純物を最大許容濃度以下にすることが要求されています。

この水素燃料に混入する不純物が悪影響を及ぼす為、品質を厳しく管理する必要がある

↓
よって

品質管理に高感度・高精度な分析が必要

※不純物は、燃料電池の電圧低下、触媒やセルスタック（燃料電池や蓄電池で電気を発生させるもの）の被毒等の原因となる場合がある

2 ISO14687に準拠したH₂の品質測定



株式会社
ジェイ・サイエンス・ラボ



ISO 14687で規定されている14成分の不純物濃度一覧

測定成分	規格値	測定方法	GC機種	GC下限値 (S/N=2)	測定周期 (目安)
H ₂ O	5ppm	水分計	-	-	-
O ₂	5ppm	酸素計	-	-	-
He	300ppm	GC	TCD (Arキャリア)	10ppm	15分
N ₂ ,Ar	100ppm	GC	TCD (H ₂ キャリア)	5ppm	10分
CO ₂	2ppm	GC	FID (H ₂ キャリア)	0.05ppm	15分
CO	0.2ppm	GC		0.05ppm	
THC	2ppm	GC		0.1ppm	
全硫黄	0.004ppm	GC	GTS (N ₂ キャリア)	0.001ppm	50分
ギ酸	0.2ppm	イオンクロ	-	-	-
ホルムアルデヒド	0.01ppm	HPLC	-	-	-
NH ₃	0.1ppm	イオンクロ	-	-	-
全ハロゲン	0.05ppm	イオンクロ	-	-	-
微粒子	1mg/kg	フィルター	-	-	-

2 ISO14687に準拠したH₂の品質測定



JSLのGCでは以下の7項目の測定が可能

測定成分	規格値	測定方法	GC機種	GC下限値 (S/N=2)	測定周期 (目安)
H ₂ O	5ppm	水分計	-	-	-
O ₂	5ppm	酸素計	-	-	-
He	300ppm	GC	TCD (Arキャリア)	10ppm	15分
N ₂ ,Ar	100ppm	GC	TCD (H ₂ キャリア)	5ppm	10分
CO ₂	2ppm	GC	FID (H ₂ キャリア)	0.05ppm	15分
CO	0.2ppm	GC		0.05ppm	
THC	2ppm	GC		0.1ppm	
全硫黄	0.004ppm	GC	GTS (N ₂ キャリア)	0.001ppm	50分
ギ酸	<ul style="list-style-type: none"> ・ GAS5000T : He分析 ・ GAS5000TF : N₂,Ar,CO,CO₂,THC分析 ・ GTS-200シリーズ : 全硫黄分析 				-
ホルムアルデヒド					-
NH ₃					-
全ハロゲン					-
微粒子					-

2 ISO14687に準拠したH₂の品質測定



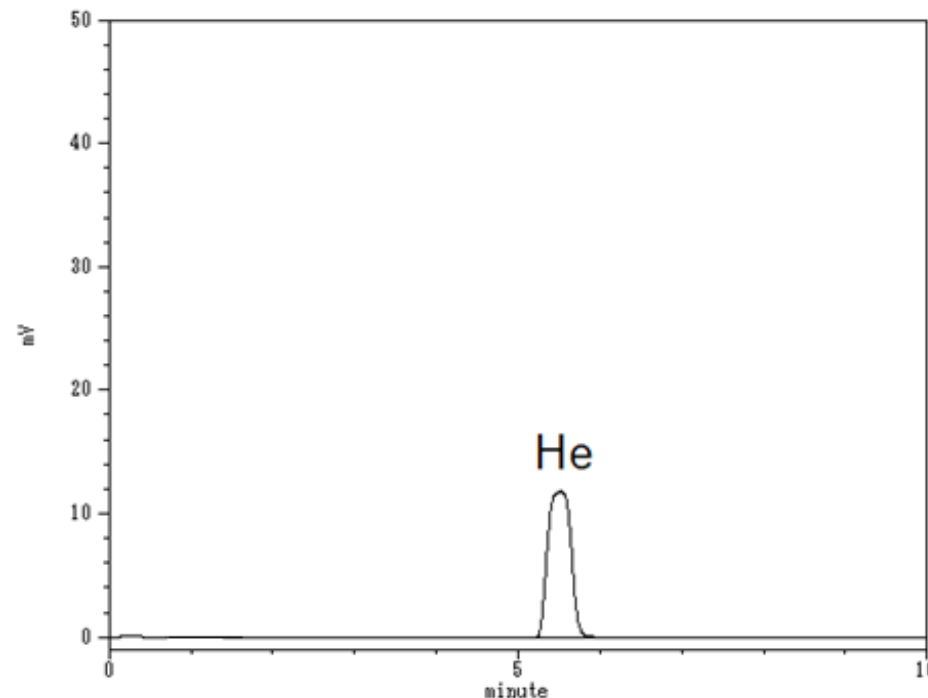
株式会社
ジェイ・サイエンス・ラボ



GAS5000T : Heの測定



主成分であるH₂をカットする機構を内蔵



ピーク名	R.T. (分)	面積 (uv*sec)	高さ (uv)	濃度	濃度単位
1	He	5.520	231111	11850	1000.0000 ppm
合計		231111	11850	1000.0000	

ArキャリアーでのHeの測定

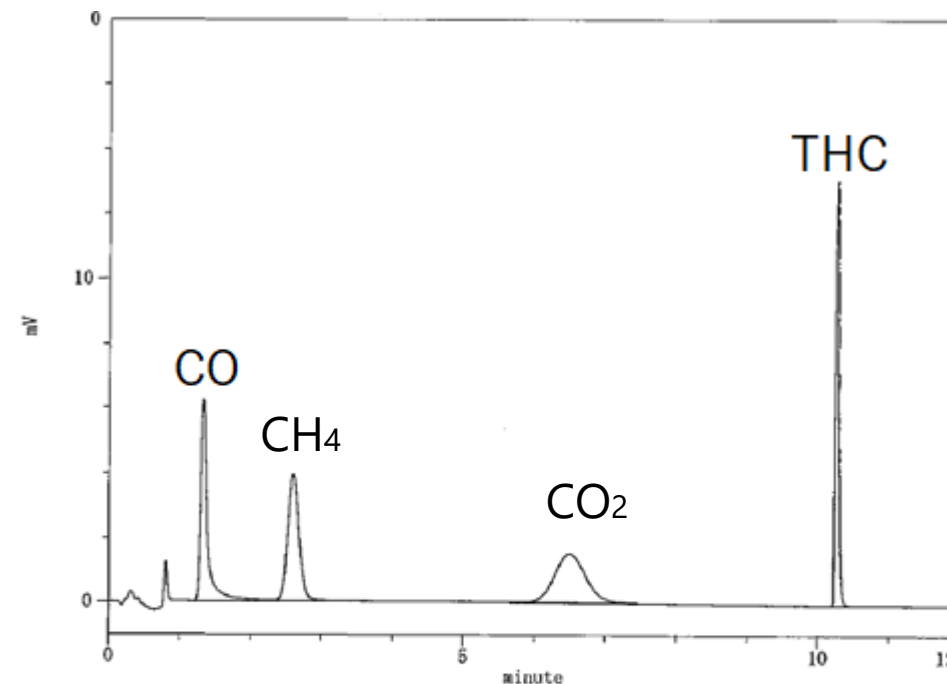
2 ISO14687に準拠したH₂の品質測定



株式会社
ジェイ・サイエンス・ラボ



GAS5000TF : N₂,Ar,CO,CO₂,THCの測定



No.	ピーク名	R. T. (分)	面積 (uv*sec)	高さ (uv)	濃度	濃度単位
1	CO	1.327	42023	6220	1.9100	ppm
2	CH4	2.603	43652	3946	1.9560	ppm
3	CO2	6.507	46342	1521	1.9400	ppm
4	THC	10.275	46269	13157	1.9560	ppm
合計			178286	24843	7.7620	

TCDのH₂キャリアーでN₂, Arを測定

FIDのN₂キャリアーでCO,CO₂,THCを測定

N₂キャリアーでのCO,CO₂,THCの測定

2 ISO14687に準拠したH₂の品質測定



株式会社
ジェイ・サイエンス・ラボ

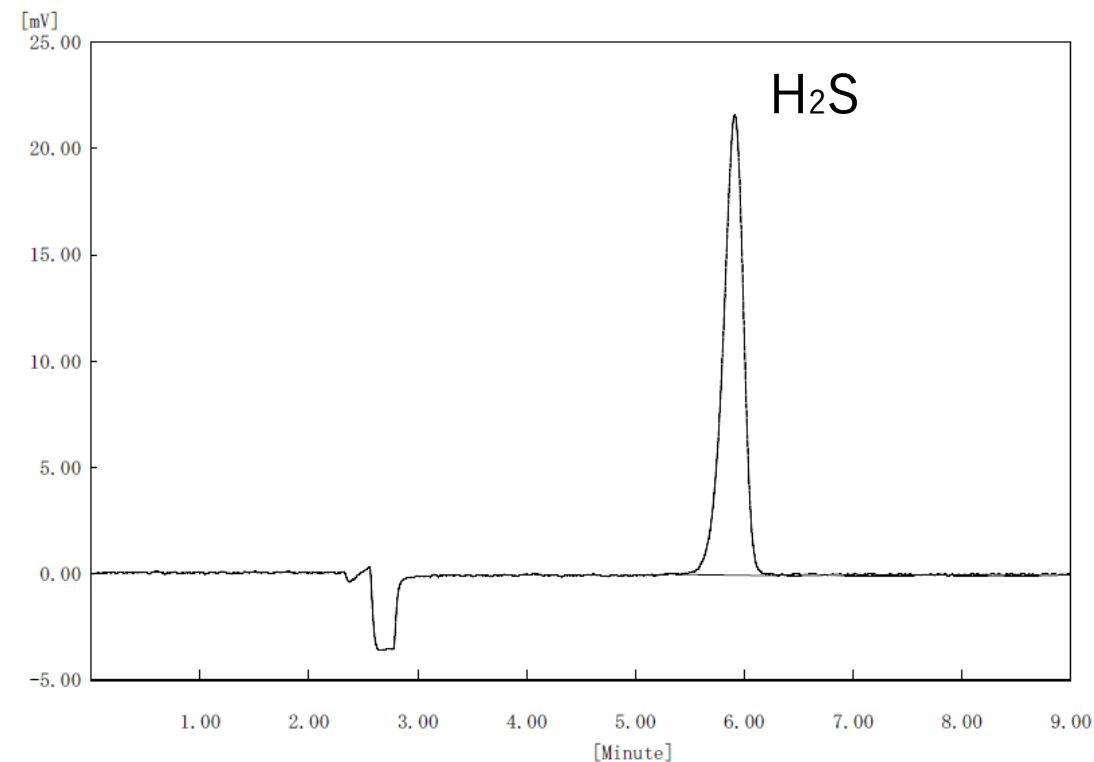


GTS-200シリーズ：全硫黄の測定

特許：第6697192号



低濃度まで測定を行う為、濃縮機構を組み込み
硫黄成分を還元して全てH₂Sに変換して測定



指数計算法
No. 成分名

リテンションタイム (分)	面積 (Count)	濃度 (ppb)
5.908	330272	10.000
	330272	10.000

全てH₂Sに変換したデータ

2 ISO14687に準拠したH₂の品質測定



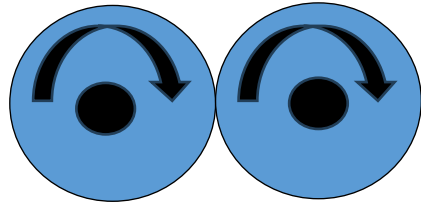
ISO 14687で規定されている14成分の不純物濃度一覧

測定成分	規格値	測定方法	GC機種	GC下限値 (S/N=2)	測定周期 (目安)
H ₂ O	5ppm	水分計	-	-	-
O ₂	5ppm	酸素計	-	-	-
He	300ppm	GC	TCD (Arキャリア)	10ppm	15分
N ₂ ,Ar	100ppm	GC	TCD (H ₂ キャリア)	5ppm	10分
CO ₂	2ppm	GC	FID (H ₂ キャリア)	0.05ppm	15分
CO	0.2ppm	GC		0.05ppm	
THC	2ppm	GC		0.1ppm	
全硫黄	0.004ppm	GC	GTS (N ₂ キャリア)	0.001ppm	50分
ギ酸	規格値0.004ppmに対しJSLのGC下限値は0.001ppmまで 測定可能				-
ホルムアルデヒド					-
NH ₃					-
全ハロゲン					0.05ppm
微粒子	1mg/kg	フィルター	-	-	-

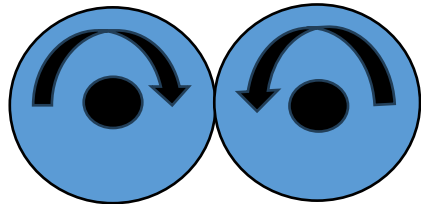
3 オルソ・パラ水素分析計

オルソ水素・パラ水素とは

オルソ水素、パラ水素は水素の核スピン異性体



オルソ水素



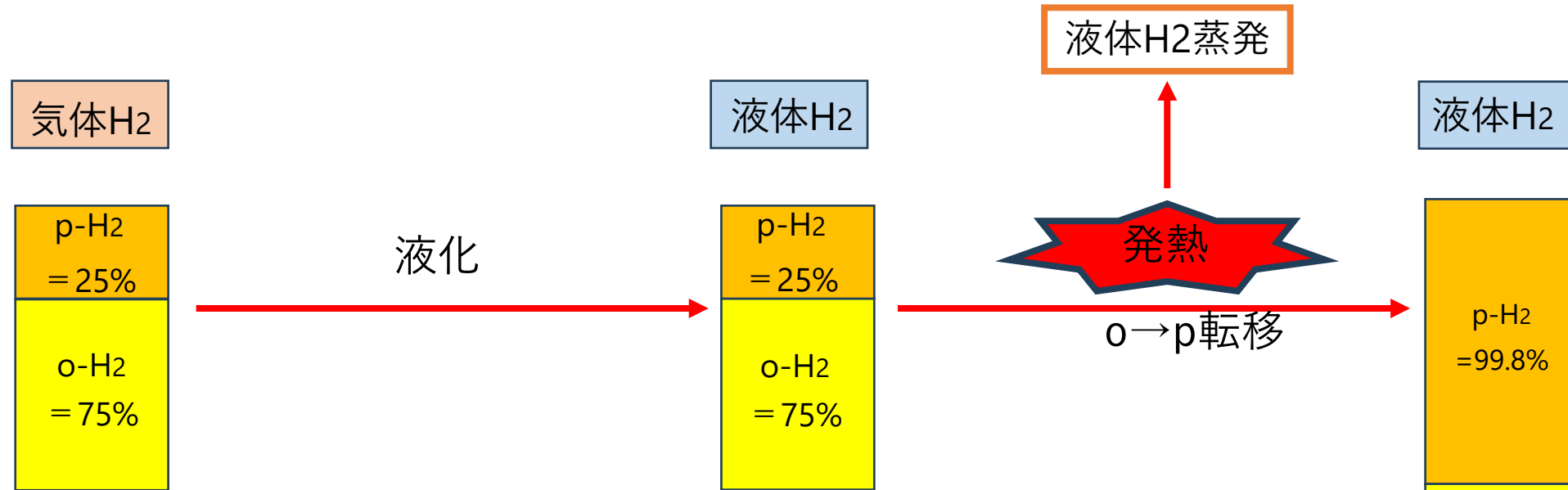
パラ水素

核スピンの向きによりオルソ水素・パラ水素に分かれる

通常、常温以上でガスとして取り扱う水素は

「オルソ水素：パラ水素 = 3 : 1」の比率で存在

3 オルソ・パラ水素分析計



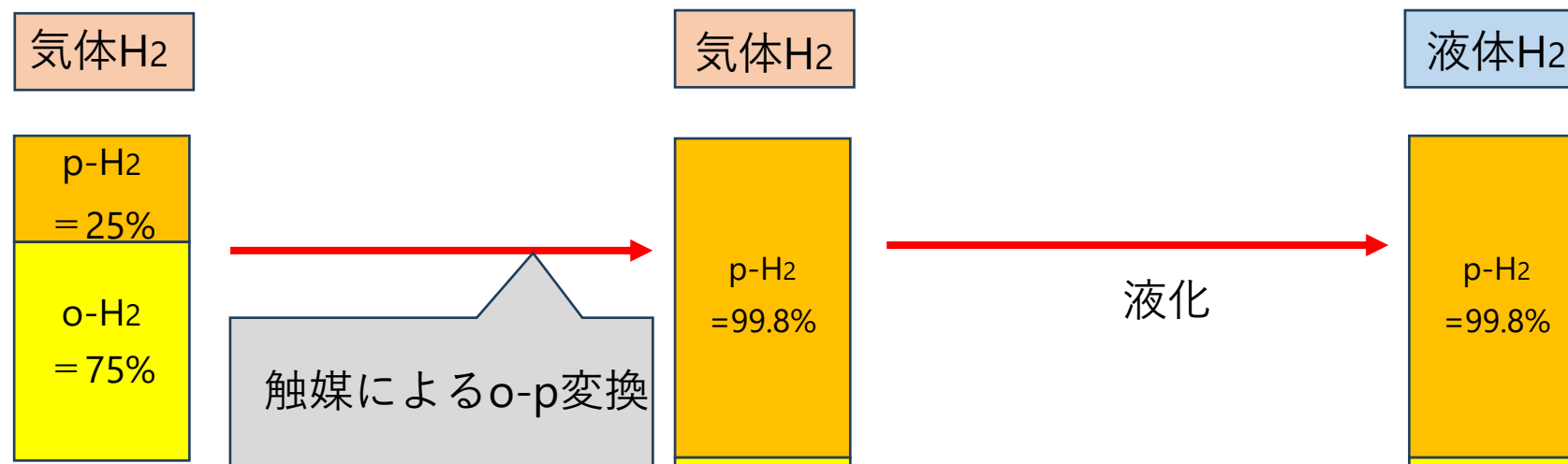
気体より液体の方が輸送するうえで効率的

数日単位でかかるオルソ→パラ転移時に転移熱が発生

3 オルソ・パラ水素分析計

あらかじめオルソ水素を触媒等を使ってパラ水素に変換しておく必要がある

↓
オルソ・パラ濃度の測定が必要



3 オルソ・パラ水素分析計



株式会社
ジェイ・サイエンス・ラボ
J-SCIENCE LAB Co., Ltd.

オルソ・パラ水素分析計：DS-502

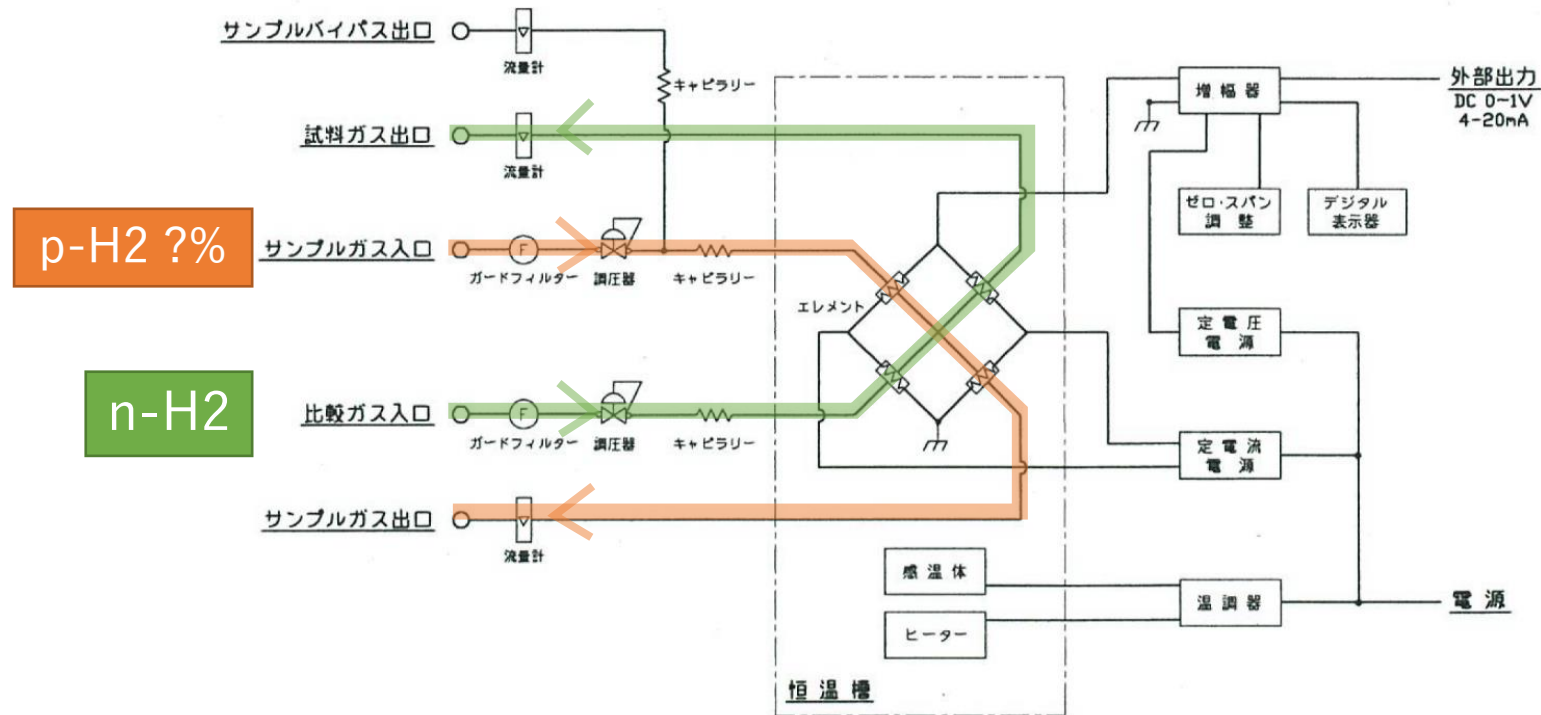


水素ガスにおける オルソ・パラ水素 $p\text{-H}_2$ ($o\text{-H}_2$)
の濃度をTCDの連続計で測定

本体(検出部+制御部)とノルマライザーで構成される
卓上設置型のコンパクトな分析計

3 オルソ・パラ水素分析計

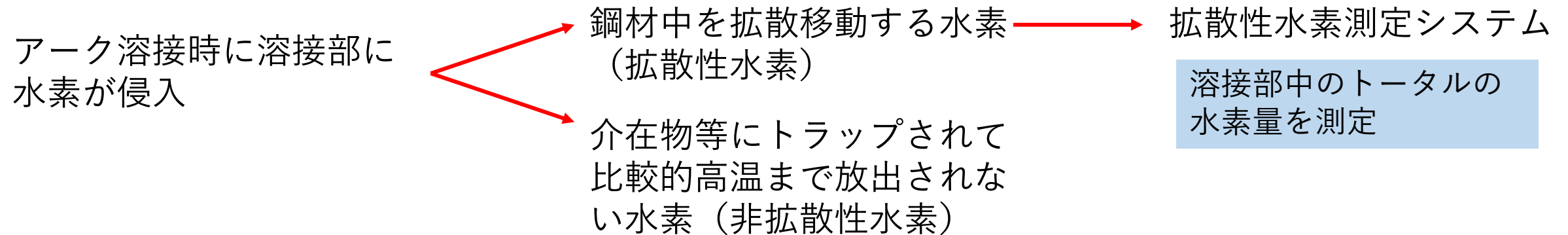
測定原理



濃度未知のパラ水素サンプルガスと濃度既知のノルマル水素の比較ガスを一定流量でTCDに導入し、その熱伝導度の差を検出することでパラ水素の連続測定を行う

4 拡散性水素測定システム

拡散性水素とは



水素が鋼材中に侵入することにより、水素脆化や低温割れ、遅れ破壊といった悪影響を引き起こす原因となる

4 拡散性水素測定システム

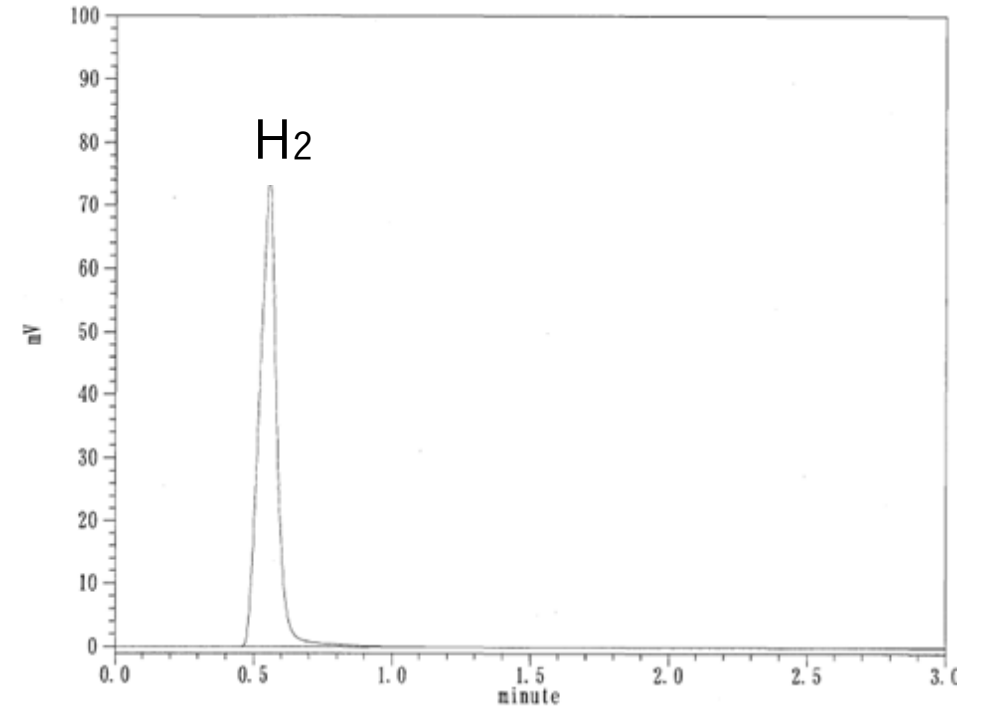
拡散性水素測定システム：GC206



試料片を用いて鋼材溶接中の水素を測定

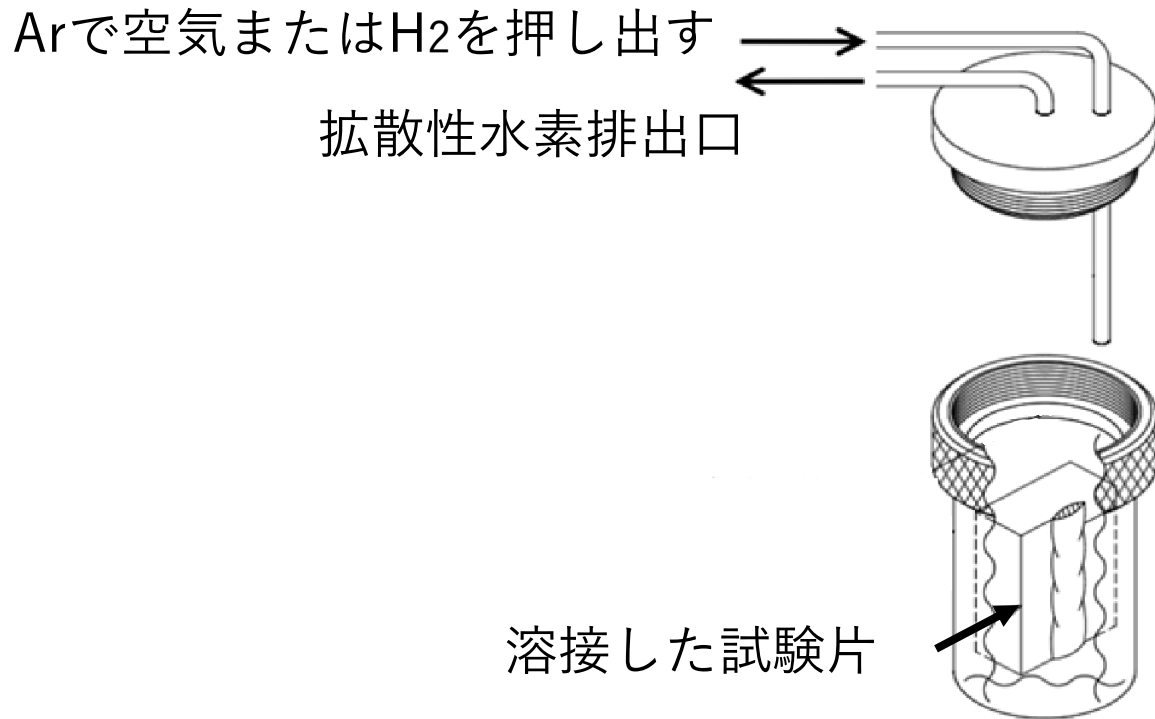
JIS : Z3118、ISO3690、ANSI/AWS A4.3-93

にも採用されている測定法で測定



No.	Peak Name	R. T. (min.)	Area (uv*sec)	Height (uv)	Conc.	Conc. Unit
1	H2	0.557	321929	74848	1.0170	mL
Total			321929	74848	1.0170	

4 拡散性水素測定システム



試料片をカプセル内に密封し、45°C、72時間かけて脱ガス

もしくは150°Cで6時間かけて脱ガス

試料片から放出した水素はカプセルに捕集され、全量をGCに導入し水素を測定

5 鋼材中水素測定システム

遅れ破壊

静的な負荷を受けている金属材料が突然破壊される現象



特徴

「壊れそう」「がたつく」といった前触れがない



その為

鋼材中の水素を評価する必要がある

5 鋼材中水素測定システム

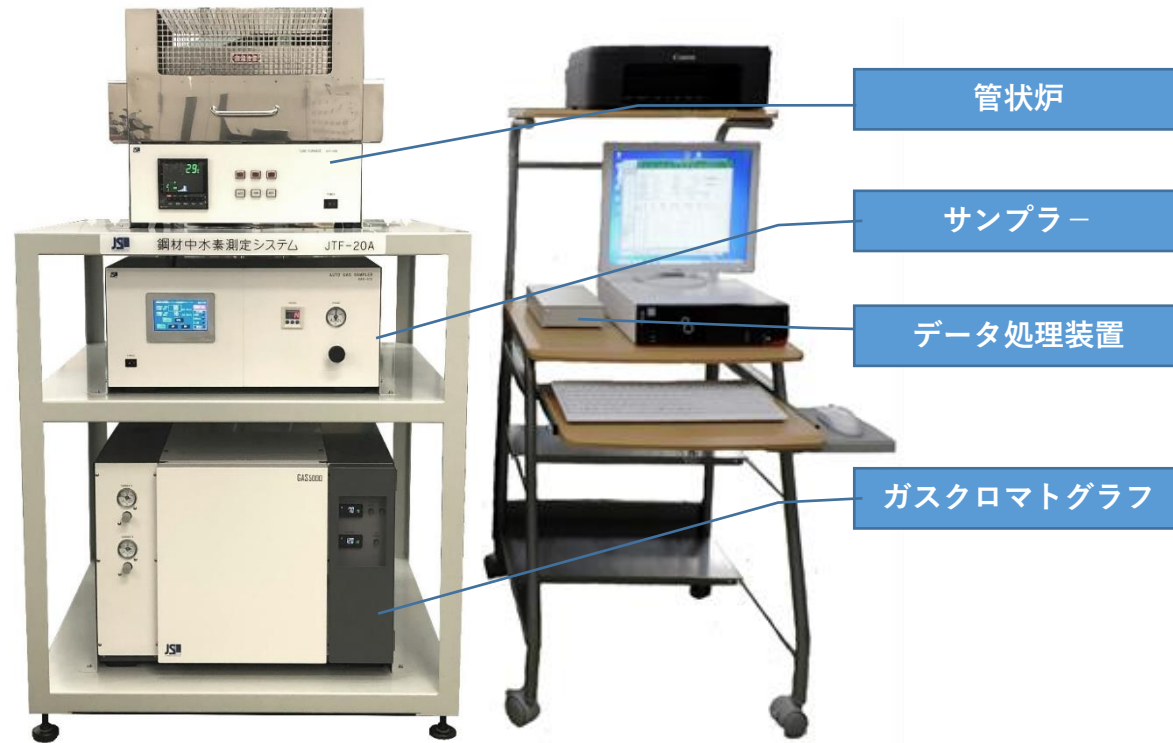


JSLでは昇温脱離分析法（TDA）
によって鋼材中の水素を評価

試料を管状炉内にて等速昇温し、温度とともに放出さ
れる水素を測定

「水素放出量－温度プロファイル」を検証する分析方法

5 鋼材中水素測定システム



測定方法

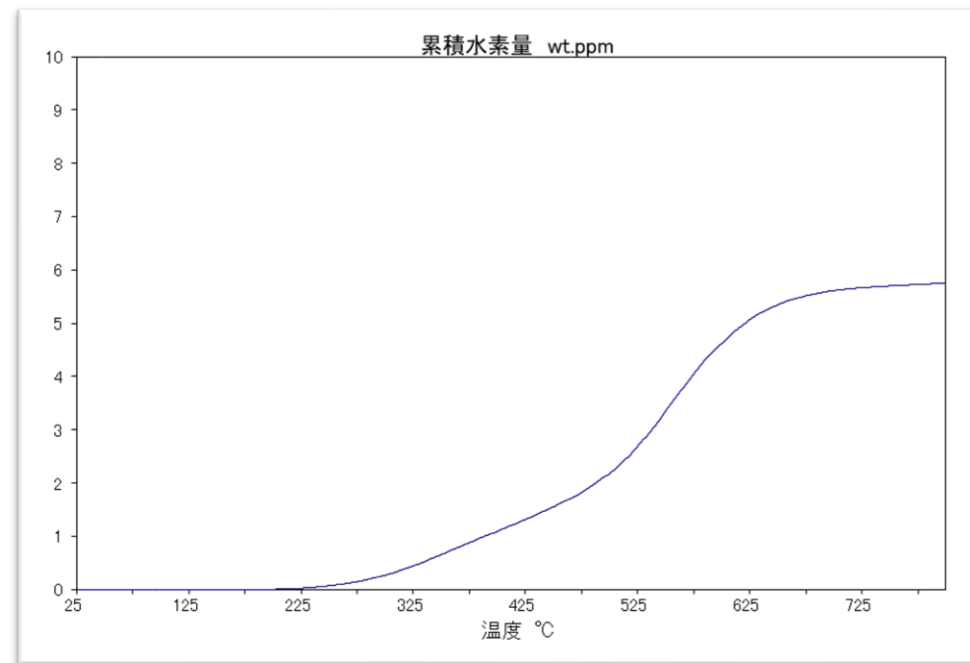
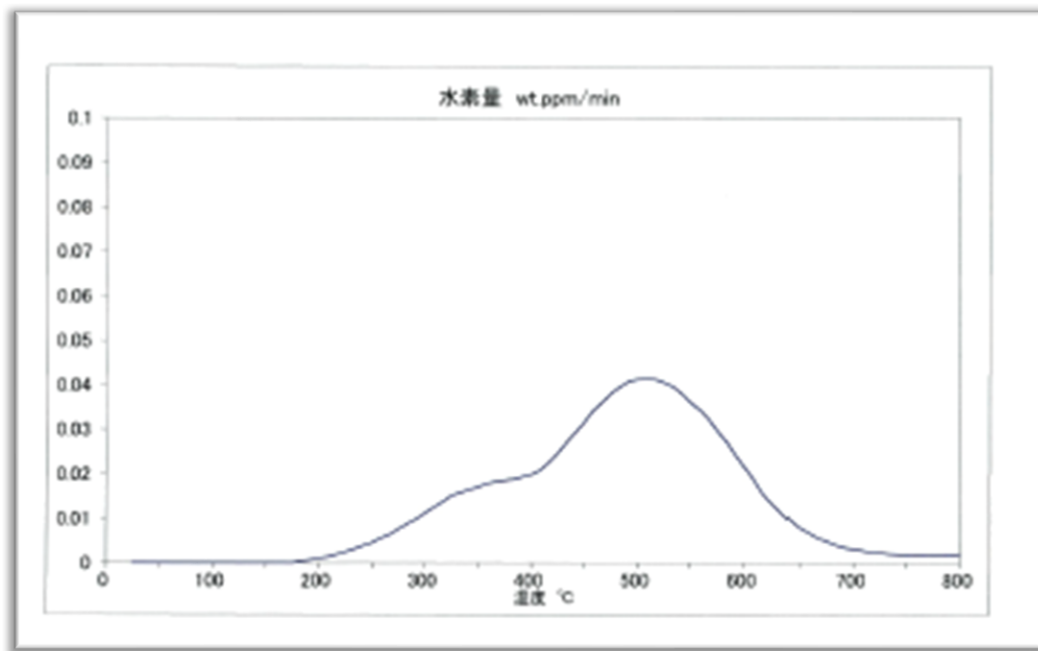
管状炉にて100°C/hを基本として等速昇温
標準で5分に1回TCDにて分析（連続バッチ測定）

TCDの検出下限値は0.5 volppm
（鋼材中の下限値ではなく1回の測定の下限值）

5 鋼材中水素測定システム

測定結果からグラフ作成

- 測定結果の表はCSVファイルにて保存
- ファイルデータから各種グラフの作成可能
- 資料に必要な情報をまとめるのに利用可能



※表記のグラフは測定中に同時作成され、途中経過をモニタすることが可能です。

※標準鋼材（日本鉄鋼連盟：水素分析用管理試料）を測定した際の参考データです。

6 鋼材中水素測定システム ～さらなる高感度化をめざして～

開発中



株式会社
ジェイ・サイエンス・ラボ



JSLでは微量還元性ガス検出器（TRD）の取り扱いもしています。

今後の目標としてこの検出器を使い、鋼材中の水素を高感度で見ることを目指しています。

微量還元性ガス検出器：TRD



酸化水銀と還元性ガスとの反応で生じる

水銀蒸気を光学的に検出



H₂、COのppbレベルでの測定が可能

※水銀蒸気に関しては装置背面のスクラバー管に吸着されJSLで引き取って適正に処理

TRDでは20volppb（0.02ppm）程度まで測定可能

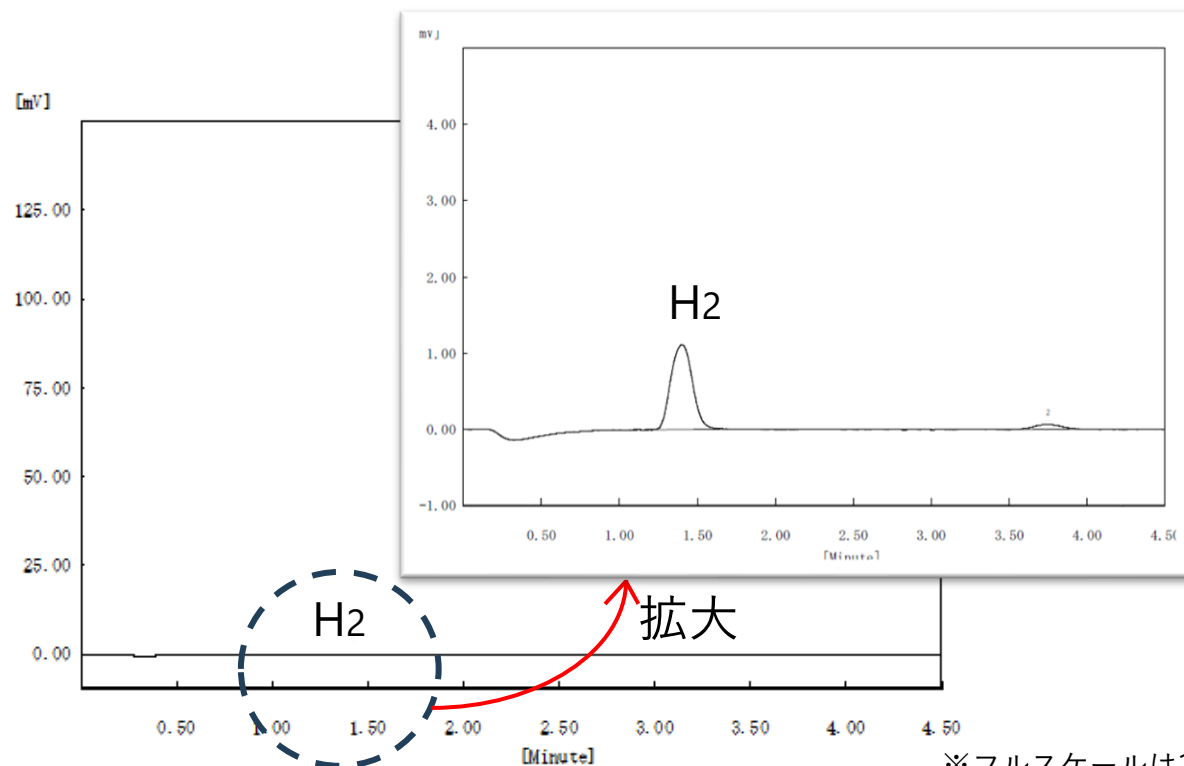
6 鋼材中水素測定システム ～さらなる高感度化をめざして～

開発中

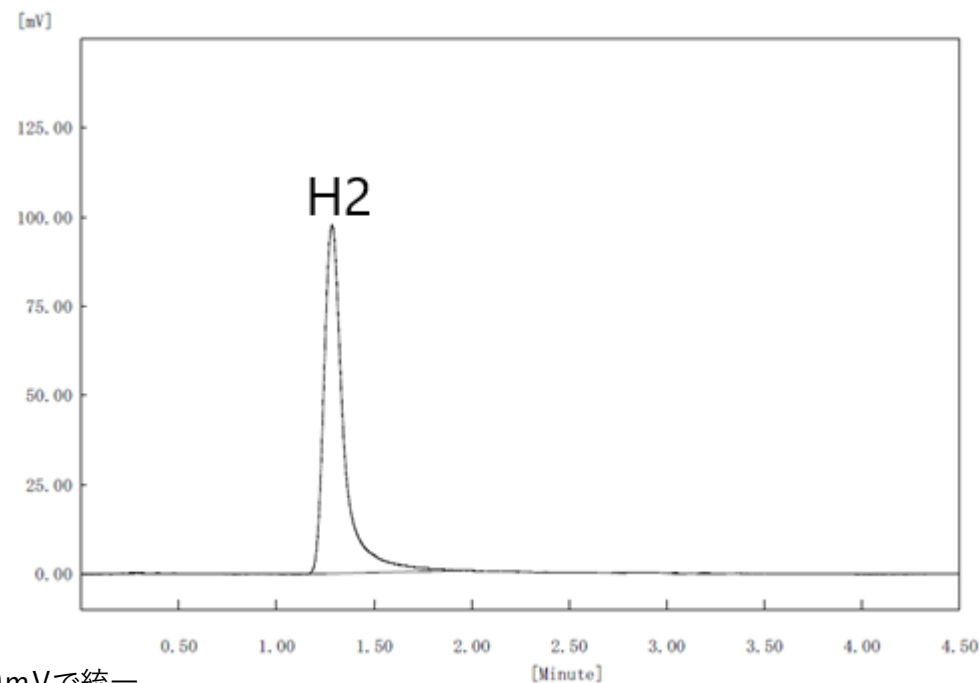


株式会社
ジェイ・サイエンス・ラボ

通常TCD検出器で分析しますがTRD検出器にすることで高感度で分析することが可能になります。



TCD



TRD

※フルスケールは150mVで統一

Ar中H₂ : 1 ppm

6 鋼材中水素測定システム ～さらなる高感度化をめざして～

開発中



株式会社
ジェイ・サイエンス・ラボ



鋼材に含まれる水素含有量が少なかったとしても
分析することが可能

TCDで扱う標準鋼材

今回測定した標準鋼材



約6 g

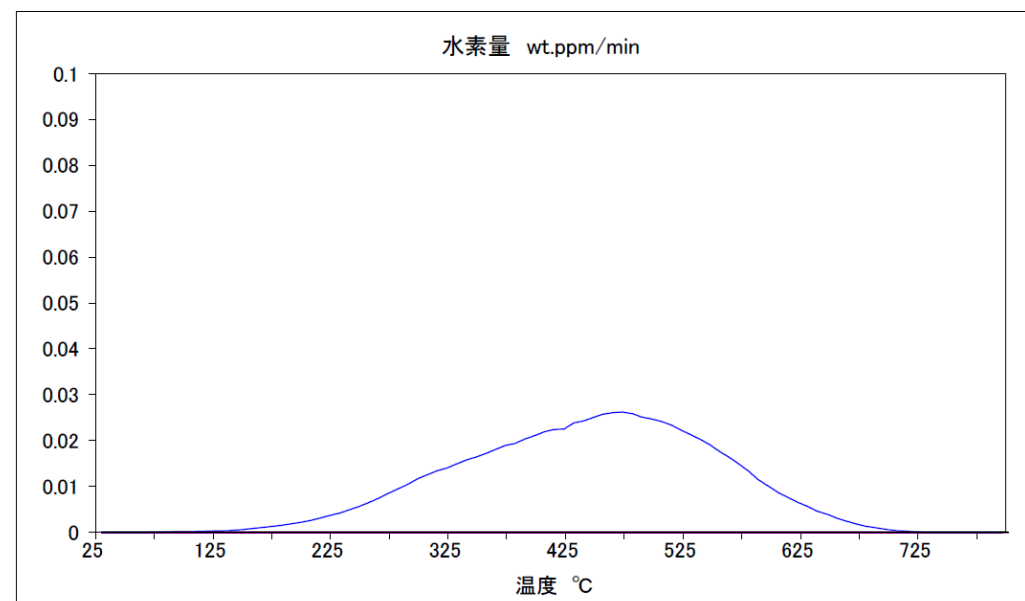
Φ5.2mm × 約40mm



約1 g

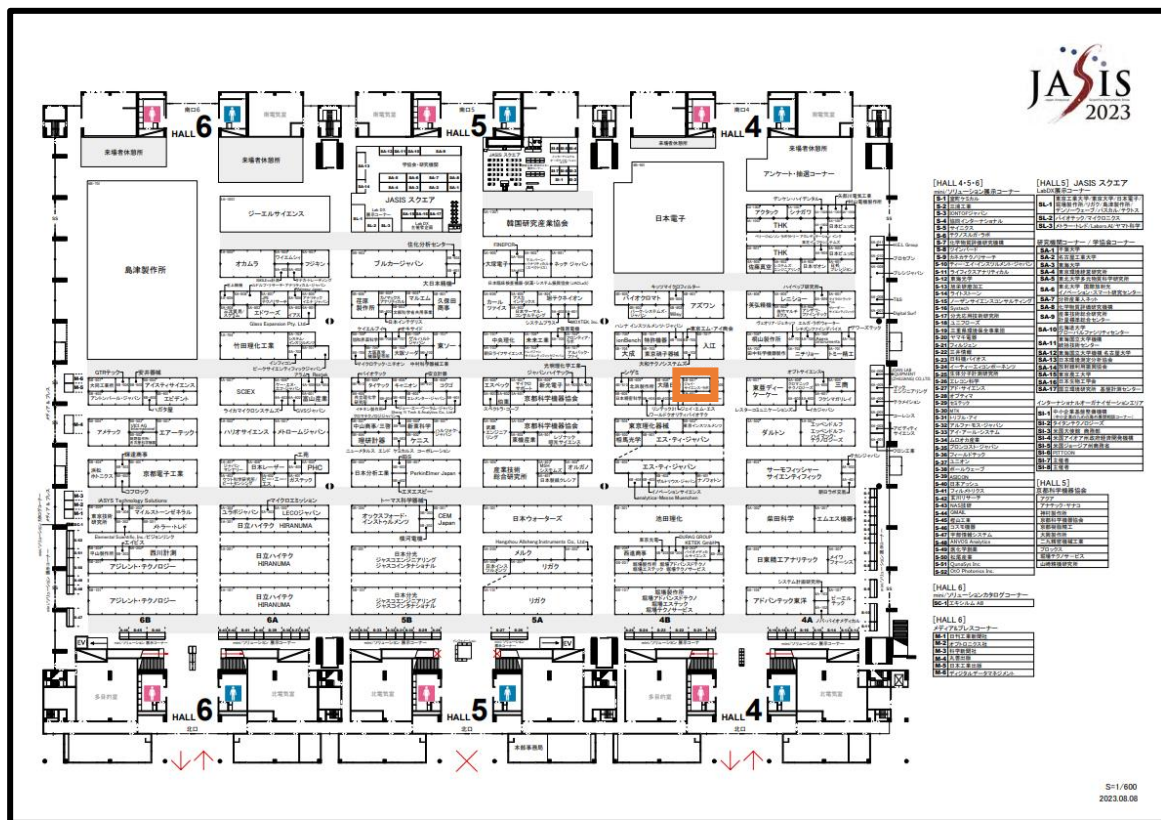
Φ5.2mm × 約6mm

今回は通常の標準鋼を1/6にカットして測定



鋼材0.909 g の放出水素量

7 質疑応答



ジェイ・サイエンス・ラボ



ブース番号案内 : 4B-607



株式会社
ジェイ・サイエンス・ラボ



J-SCIENCE LAB Co.,Ltd.

ご清聴ありがとうございました