

「水素先端科学基礎研究事業」

事業原簿(公開)

担当部	独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 新エネルギー部
-----	------------------------------------

— 目 次 —

概 要

プロジェクト用語集

I. 事業の位置付け・必要性について

1. NEDOの関与の必要性・制度への適合性	I -1
1.1 NEDOが関与することの意義	I -1
1.2 実施の効果(費用対効果)	I -2
2. 事業の背景・目的・位置づけ	I -3
2.1 事業の背景	I -3
2.2 事業の目的	I -4
2.3. 事業の位置づけ	I -4

II. 研究開発マネジメントについて

1. 事業の目標	II 1.-1
2. 事業の計画内容	II 2.1-1
2.1 研究開発の内容	II 2.1-1
2.2 研究開発の実施体制	II 2.2-1
2.3 研究の運営管理	II 2.2-1
3. 情勢変化への対応	II 2.2-3
4. 中間評価結果への対応	II 2.2-4
5. 評価に関する事項	II 2.2-9

III. 研究開発成果について

1. 事業全体の成果	III 1.-1
1.1 研究開発項目①「高圧水素物性の基礎研究」	III 1.-2
1.2 研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び 長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度特性研究」	III 1.-5
1.3 研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度など の影響による材料強度及び化学構造評価」	III 1.-9
1.4 研究開発項目④「高圧水素トライボロジーの解明」	III 1.-11
1.5 特許、成果の普及等	III 1.-13
2. 研究開発項目毎の成果	III 2.1-1
2.1 研究開発項目①「高圧水素物性の基礎研究」	III 2.1.-1
2.2.1 研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び 長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度特性研究」	III 2.2.1-1

2.2.2研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度特性研究」 共同研究／高圧水素プレクーラー用等高強度材料の特性評価, 岩谷産業株式会社	Ⅲ2.2.2-1
2.2.3研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度特性研究」 共同研究／高圧水素ガス用ひずみゲージの開発とひずみゲージ箔材の電気抵抗に及ぼす水素の影響の解明, 株式会社共和電業.....	Ⅲ2.2.3-1
2.3.1研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」.....	Ⅲ2.3.1-1
2.3.2研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」 共同研究／水素雰囲気下におけるゴム材料研究、NOK 株式会社.....	Ⅲ2.3.2-1
2.4 研究開発項目④「高圧水素トライボロジーの解明」.....	Ⅲ2.4-1
 IV. 実用化の見通しについて.....	IV-1
 (付録) 特許.....	付-1
文献.....	付-4
口頭発表・講演.....	付-25
受賞実績.....	付-77
シンポジウム等の開催.....	付-79
展示会等への出展.....	付-79

(添付資料)

エネルギーイノベーションプログラム基本計画

「水素先端科学基礎研究事業」基本計画

平成23年度実施方針

平成24年度実施方針

事前評価書

NEDO POST3

概要

		作成日	平成 24 年 10 月					
制度・施策 (プログラム)名	エネルギーイノベーションプログラム							
事業(プロジェクト)名	水素先端科学基礎研究事業	プロジェクト 番号	P 0 6 0 2 6					
担当推進部/担当者	新エネルギー部/森大五郎・主藤祐功・畠山正博 (H24～) 新エネルギー部/中山博之・森大五郎 (H22～) 燃料電池・水素技術開発部/檜山清志・川村 亘・高橋 靖・中山博之 (~H22)							
0. 事業の概要	<p>本事業では、水素物性等に係る基礎的な研究を実施し、高度な科学的知見の集積を行い、水素社会到来に向けた基盤整備を行うことを目的に、高圧化した状態における水素物性の解明や、材料の水素脆化にかかる基本原理の解明及び対策検討など、高度な科学的知見を要する根本的な現象解析を実施する。また、2015年燃料電池自動車普及開始に向けて、産業界と連携をとりながら必要なデータ、考え方を提示し、NEDOの他の水素関連事業との連携関係も整理して、産業界全体の効率的な技術開発に貢献することを旨とする。</p>							
I. 事業の位置付け・必要性について	<p>水素及び燃料電池を広くかつ円滑に一般社会に普及させるために、現在、産学官挙げて技術開発に取り組んでいるところであるが、燃料である水素を高圧化した状態で輸送・貯蔵するなど水素を高いエネルギー密度で取り扱う場合の水素物性については、未だ世界的にも知見集積が乏しく、特にこれらの環境下における容器や機器で使用する材料の水素脆化現象のメカニズム解明は、長期間、水素を安全に利用するためには早急に解決・確立しなければならない重要な基礎的かつ高度な科学的課題の一つである。そこで当該事業により、燃料電池自動車導入や水素インフラストラクチャーの整備を行う上で必要となる水素物性や水素環境下における材料特性に関わる基礎研究を進展させることで、燃料電池や水素エネルギーの実用化技術の進展を支え、安全性の確保、標準化等に大きく貢献すると共に、我が国の国際競争力の維持・確保に繋げる。</p>							
II. 研究開発マネジメントについて								
事業の目標	<p>燃料電池自動車、定置用燃料電池システム及び水素インフラ等水素社会構築に必要な水素物性、水素環境下材料特性に係るデータ取得、材料劣化等の基礎的研究及びメカニズム解明を行うために、具体的には、下記項目を当該事業にて実施し、その成果を用いて、関連産業界の技術開発や標準化活動を支援する。</p> <p>①高圧水素物性の基礎研究 ②高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用および加工、温度などの影響による材料強度特性研究 ③高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価 ④高圧水素トライボロジーの解明 ⑤材料等内の水素拡散、漏洩などの水素挙動シミュレーション研究(平成22年度まで実施)</p>							
事業の計画内容	主な実施事項	H18fy	H19fy	H20fy	H21fy	H22fy	H23fy	H24fy
	①高圧水素物性の基礎研究	物性測定技術、装置の開発	→	熱伝導、露点測定技術、装置の開発	→	データ取得	→	データベース公開
	②高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用および加工、温度などの影響による材料強度特性研究	高圧水素中試験装置整備	→	水素環境下での疲労試験	→		→	
		解析技術開発	→	試験品のマイクロ、マクロ解析	→	材料の疲労寿命予測、データベース公開	→	
	②③高圧水素環境下での長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度特性研究(金属材料、高分子材料)	高圧水素中試験装置整備	→	実部品(金属、樹脂)の疲労試験、劣化解析	→	水素侵入特性、シール材の長期信頼性評価	→	管理基準、信頼性評価手法の提示
			→	高圧水素曝露材の摩擦試験	→		→	

	④ 高圧水素トライボロジーの解明	高圧水素中 試験装置整備		高圧水素中摩擦試験			信頼性評価 データ公開	
	⑤ 材料等内の水素拡散、漏洩などの水素挙動シミュレーション研究	水素挙動シミュレーション整備 実験担当者との連携、事前評価など支援		材料内水素と材料強度、疲労特性の相関解析				
	成果とりまとめ	固体内拡散挙動解析 実測データとの比較検証		報告★中間評価1	報告★中間評価2		最終報告★	
開発予算 (単位：百万円)	会計・勘定	H18fy	H19fy	H20fy	H21fy	H22fy	H23fy	H24fy
	一般会計	0	0	0	0	0	0	0
	特別会計 高度化	1,620	1,791	1,631	1,739	1,019	708	765
	総予算額	1,620	1,791	1,631	1,739	1,019	708	765
開発体制	経産省担当原課	資源エネルギー庁 省エネルギー・新エネルギー部 新エネルギー対策課 燃料電池推進室						
	プロジェクトリーダー	村上敬宜(独立行政法人 産業技術総合研究所水素材料 先端科学 研究センター センター長)						
	委託先／再委託先／共同 研究先	【委託先】 独立行政法人 産業技術総合研究所 国立大学法人 九州大学 独立行政法人物質・材料研究機構 (H22～H24) 国立大学法人京都大学 (H22) 国立大学法人佐賀大学 (H22～H24) 国立大学法人長崎大学 (H22～H24) 学校法人上智学院 (H22～H24) 学校法人福岡大学 (H22) 【再委託先】 独立行政法人物質・材料研究機構 (H18～H21) 国立大学法人京都大学 (H18～H21) 国立大学法人佐賀大学 (H20～H21) 国立大学法人長崎大学 (H18～H21) 学校法人上智学院 (H18～H21) 学校法人福岡大学 (H19～H21) NOK株式会社 (H19～H21) 【共同研究先】 NOK株式会社 (H22～H24) 日本合成化学工業株式会社 (H22～H24) 岩谷産業株式会社 (H22～H23) 株式会社共和電業 (H22～H24)						

<p style="text-align: center;">情勢変化への対応</p>	<p>(A)本事業開始後、平成 20 年 7 月、燃料電池実用化推進協議会 (FCCJ) が「2015 年、一般ユーザーへの普及開始を目指す」とする『FCV と水素ステーションの普及に向けたシナリオ』を発表し、平成 21 年 3 月には、産業競争力懇話会も同様の発表を行い、2015 年に FCV・水素インフラを普及開始する合意が急速に形成されてきた。</p> <p>(B)鋼種拡大に係る規制の再点検に対する対応。</p> <p>(C)水素ステーション 100 箇所の先行整備に向けた対応。</p> <p>このような情勢変化に対応するため、</p> <p>(1) 燃料電池自動車の普及に向けた日本自動車工業会や燃料電池実用化推進協議会等々からの追加検討要望を受け、燃料電池自動車や水素スタンドの例示基準向け安全検証の根拠となる材料特性データ提供や同評価方法に関する指針等を纏める旨加速</p> <p>(2) 第 2 期水素・燃料電池実証プロジェクト(JHFC)にて計画されている 70MPa 級水素供給インフラの検討にも反映させるために、安全確認検証(例、実証終了プロジェクトから得た水素曝露機器の解体調査等)、70MPa 級蓄圧器等材料物性補足データ取得等を追加し、研究を加速中。</p> <p>(3) 燃料電池・水素技術の基準・標準化、規制見直しに向けた国際協調・体制整備に関する最近の政策提言等への対応として、材料評価データの提供・データベース構築に加えて、今後、規制見直し・国際標準化・認証制度の構築に貢献できる体制強化を推進中。</p> <p>(4) 産業界におけるニーズを的確に把握し、研究成果を効率よく展開することを狙い、平成 22 年度上期に民間企業等実施者の公募を実施。新たに 3 社の民間企業を共同研究先として追加した。(岩谷産業、共和電業、日本合成化学工業)</p> <p>(5) 平成 22 年 6 月に閣議決定された「規制・制度改革に係る対処方針(グリーンイノベーション分野)」を受け、平成 22 年末に水素ステーションの鋼種拡大に係る規制の再点検及びその結果を踏まえた対応について今後の具体的な工程表が作成され、「例示基準に記載された使用可能鋼材の拡大」が項目の一つに位置付けられた。それを受け「水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発事業」と関係して、鋼種拡大に資するデータ・安全性のデータ取りを加速して実施。結果、工程表の進捗に貢献。平成 24 年度末に技術基準(案)完成見込み。</p> <p>(6) 平成 23 年 1 月、2015 年の FCV 普及開始に先駆け、100 箇所程度の商用水素ステーション設置・実証を行う共同声明が発表された。それを受け鋼種拡大にかかる規制合理化のためのデータの取得を加速して実施すると共に、基準化対象外の材料についても高圧ガス保安法の特認を取得するために材料データを取得。その結果 2015 年の商用水素ステーションの目標コスト達成に資する低コスト水素ステーション実証が可能となる見込み。</p>
<p>Ⅲ. 研究開発成果について</p>	<p>【研究開発の対象】</p> <p>水素高圧状態下における水素の物性や水素機器材料中の水素挙動等基礎的メカニズム解明等に関し、具体的な試験、分析、解析、評価等を重ね、理論的考察を進めるとともに、科学的裏付けとなる検証データを取得・蓄積し、自ら導出した仮説・提案・指針等内容を精査・強化する。</p> <p>研究開発項目①「高圧水素物性の基礎研究」</p> <p>本研究では、100MPa、500℃までの高圧高温での水素物性のデータベースを構築し、広く WEB に公開するために、以下に示す項目を実施した。</p> <p>(1) PVT データの測定装置の開発および状態方程式の作成</p> <p>(2) 粘性係数の測定</p> <p>(3) 熱伝導率の測定</p> <p>(4) 水素ガスの種々の物質に対する溶解度の測定</p> <p>(5) 水素物性データベースの研究開発</p> <p>(6) 水素雰囲気における高沸点ガスの露点の測定</p> <p>(7) 比熱の測定</p> <p>【成果】</p> <p>・世界的にも類の無い高温・高圧力条件下で、水素の PVT 性質、粘度および熱伝導率を測定するための装置を開発し(高圧対応型バーネット法装置、細管法粘度測定装置および非正常短細線法熱伝導率測定装置)、773K、100MPa までの</p>

PVT データを取得した。

- ・従来のデータのレビュー結果をもとに高圧でかつ高温まで適用領域を拡張した推算式を作成し、データベースに組み込んだ。
- ・非定常短細線法による水素ガスの熱伝導率の測定法を確立した。本測定法を気体に適用したのは世界で初めてである。
- ・雰囲気水素ガスを H2 から D2 に切り替えることで、ゴム構造由来水素と溶解水素ガスの信号を分離し、溶解した水素ガスの溶解度をより正確に定量化できた。
- ・平成 21 年度までに開発してきた水素熱物性データベースシステムがサポートする物性値や適用範囲について、特に本プロジェクトの特徴である高圧の領域を正確にサポートできるような拡張を検討し、拡張版 PVT 関係・相平衡計算システムを開発した。
- ・このプロジェクトが開始されて 5 年が経過し、データベースサーバーやクライアントの本体となる計算機のハードとソフトの利用状況が変化した。その変化を整理して、それらに対応した改良を行う。当面、CD-ROM を利用したシステムから USB メモリを利用したシステムへの完全移行するための USB メモリ型 DB システムの構築とエクセル以外のソフトウェアのサポートを実施した。
- ・恒温槽内の攪拌性能を向上させ、温度の不均一性を低減させた。
- ・水素ステーションの条件に対応した微量高沸点ガスの露点推算法について詳細に検討し、異なる形式の状態方程式に基づいた計算を可能とする露点推算ソフトウェアを作成した。露点推算に基づき、水素ステーションにおいて凝縮・凝固する可能性があるのは、専ら残存水分であることを示した。

研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用および加工、温度などの影響による材料強度特性研究」

本研究では、高圧水素雰囲気下での水素脆化の基本原理を解明、また疲労き裂発生と伝ばに及ぼす高圧ガス水素の影響を明らかにし、そのメカニズムを解明することを実施した。また、高圧水素下長期使用可能な機械要素設計法構築とデータベース整備、最適水素材料の探索を実施した。

- (1) 疲労き裂先端における塑性変形（すべり変形）と水素の相互作用の解明
- (2) 高圧水素ガスにおける疲労き裂発生・進展メカニズムの解明
- (3) 水素機器に使用される金属材料の強度評価
- (4) 水素機器の設計・製造における部品・接合部材の強度評価
- (5) 材料中の侵入水素の存在状態解析
- (6) 材料中の結晶粒内・粒界におけるすべり変形に及ぼす水素の影響調査
- (7) 材料中の疲労き裂先端の水素状態の調査
- (8) 水素ステーションに使用された金属材料の健全性及び強度評価
- (9) 水素デバイス等の安全設計シミュレーション

<共同研究：岩谷産業>

- ・高圧水素プレクーラー用等高強度材料の特性評価

<共同研究：共和電業>

- ・高圧水素ガス用ひずみゲージの開発とひずみゲージ箔材の電気抵抗に及ぼす水素の影響の解明

【成果】

水素エネルギーシステムの安全性、信頼性を確保する基礎研究であるが、水素の可視化の実現、結晶のすべり挙動の特異性（すべりの局在化と離散化）の発見など水素脆化の基本機構に関わる成果を得た。

- ・疲労破壊、引張破壊における水素脆化は、格子脆化による脆性破壊でなく、水素で局在化したすべりによるマイクロ延性破壊であるという基本原理を確立し、FCV、インフラ関係者に水素エネルギー機器の設計思想を提示した。
- ・オーステナイト系ステンレス鋼では、製造時に侵入した水素による疲労き裂進展速度は加速するが、特殊熱処理で製造時に侵入した水素を除去すると、疲労き裂進展速度は減速することを発見した。
- ・120 MPa 水素ガス中疲労試験機などを使用し、高圧水素ガス中での低速引張（SSRT）特性、疲労特性、疲労き裂進展特性を評価する方法を確立した。
- ・外部の関係機関と連携し、実証が終了した 35 MPa 水素ステーションの蓄圧器やパイプ、試験で破裂前漏洩した 35 MPa 車載水素容器、高圧水素実験施設で水素

漏洩した高圧配管用T型ジョイントや高圧センサーなどの調査・解析(事例解析)を行っている。事例解析の結果をもとに、水素機器の安全性確保、高性能化の提言を行った。

- ・オーステナイト系ステンレス鋼および溶接構造用鋼の溶接部の高サイクル疲労強度は、0.6MPa水素ガスにより低下しないことが明らかになった。き裂性の溶接欠陥(不完全溶け込みおよび、融合不良)を含む場合、溶接部の高サイクル疲労強度は欠陥がない場合に比べて顕著に低下するが、0.6MPa水素ガスによってさらに低下が助長されることはなく、溶接の水素機器への適用可能性を示した。
- ・水素チャージにより内部破壊が生じやすくなることを示し、材料の清浄度が内部破壊の頻度に影響することを示した。
- ・本研究の材料データ、解析結果を活用し、「高圧水素プレクーラー」として、高圧ガス保安法・特定則の事前評価・大臣特認を取得する等、実用化に向けた設計適合性を確認。(岩谷産業)
- ・ひずみゲージ用金属材料のEBSD組織解析、水素侵入特性の測定、電気抵抗率の測定を行い、箔材(としてFe-Cr-Al、ゲージリードとして銅(Cu)、接合部としてはんだ(Sn-Ag-Cu)が高圧水素ガス用ひずみゲージの構成金属材料として有効であることを明らかにした。(共和電業)

研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」

本研究では、高圧水素下長期使用可能な機械要素設計法構築とデータベース整備、最適水素材料の探索を実施した。

- (1) 水素機器に使用される非金属材料(ゴム・樹脂)の強度評価
- (2) 水素機器に使用される非金属材料(ゴム・樹脂)の化学構造評価
- (3) 材料強度に及ぼす水素の影響に関する最新研究状況調査
- (4) 水素雰囲気下におけるゴム材料研究(NOKとの共同研究)
- (5) 水素耐性に優れた適用材料の研究開発(日本合成化学との共同研究)

【成果】

- ・ブリスタによる内部クラックの進展状況を観察し、ブリスタ発生メカニズムを推定した。
- ・水素曝露時に溶解した水素の溶解状態を分析し、耐ブリスタ性に優れた分子設計指針の検討を実施した。
- ・日本ゴム協会水素機器用エラストマー研究分科会との連携により研究開発動向調査および研究ニーズの把握を進めた。
- ・Oリングの使用条件を模擬した温度、加減圧条件によるシールからの漏洩量により、Oリングの破壊モードを把握し、対策の指針を確立した。(NOK)
- ・開発した材料の実機への適用評価を実施し、水素耐久性材料の設計指針を策定した。(日本合成化学)

研究開発項目④「高圧水素トライボロジーの解明」

本研究では、高圧水素環境下で使われる軸受、バルブなど摺動部材のトライボロジー基礎特性のデータ整備、耐水素トライボロジー設計指針の提案を実施した。

- (1) 軸受・バルブ摺動材料の水素トライボロジー特性の調査研究
- (2) シール材料の水素トライボロジー特性の調査研究
- (3) 耐水素表面のトライボロジー特性(耐水素表面改質)の調査研究
- (4) トライボシステム中の気体分子の挙動解析
- (5) 耐水素トライボロジー信頼性評価

【成果】

燃料電池自動車及び水素インフラ機器など高圧水素環境下で使用される軸受、バルブ、シールなど摺動材料の、水素ガス雰囲気中でのトライボロジー特性に関して検討を行った。

- ・試験ガスの純度を測定・制御する方法を確立して、材料の摩擦摩耗特性が水素ガス中の微量の水分や酸素に影響されることを定量的に示し、また摩擦にともなうトライボケミカル反応が材料によって異なることを明らかにした。
- ・高圧水素中に曝露された鋼材表面の力学的特性、化学的特性、侵入水素量などの測定を行い、高圧水素曝露により表面酸化膜の減少、表面硬度の上昇、炭素の析

	<p>出などが起こり、温度依存性があることを明らかにした。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・ 高圧水素（40MPa, 100℃）への曝露により、ステンレス鋼表面の酸化膜が還元され、PTFEの転移膜形成が促進されることを明らかにした。 ・ 研究実施項目①と連携して超高圧水素中摩擦試験機による実験技術を確認し、40MPaの水素ガス中における各種PTFE複合材の摩擦摩耗特性を明らかにした。 ・ 硬質薄膜の水素透過性の計測方法を開発し、水素透過を抑制する水素バリア性コーティング膜を探索して、DLC、TiN、TiC、TiAlNなどの硬質薄膜、ジルコニウムやニオブなどの高融点金属薄膜が水素バリア性が高いことを明らかにした。 ・ 潤滑薄膜中の気体分子の挙動の分子動力学シミュレーションを行い、潤滑剤中の溶存分子（水素）の移動はせん断によって誘起され、壁面への吸着量が増加することを明らかにした。 ・ データベースのシステムを改善するとともに、要点をまとめたデータシートを作成した。 <table border="1" data-bbox="470 705 1404 817"> <tr> <td>特許</td> <td>出願中 [国内] 9件 [外国] 34件</td> </tr> <tr> <td>投稿論文</td> <td>[査読有り] 215件 [査読無し] 1件</td> </tr> <tr> <td>その他</td> <td>発表件数 624件 受賞実績 31件 ※いずれも平成24年3月現在</td> </tr> </table>	特許	出願中 [国内] 9件 [外国] 34件	投稿論文	[査読有り] 215件 [査読無し] 1件	その他	発表件数 624件 受賞実績 31件 ※いずれも平成24年3月現在
特許	出願中 [国内] 9件 [外国] 34件						
投稿論文	[査読有り] 215件 [査読無し] 1件						
その他	発表件数 624件 受賞実績 31件 ※いずれも平成24年3月現在						
<p>IV. 実用化の見通しについて</p>	<p>1. 事業全体における実用化の見通しについて</p> <p>本事業では、水素エネルギー社会に不可欠である「水素を長期間安全に利用するための学術的な基盤」を確立することを目的としている。また水素を取り扱う容器や機器における材料の水素脆化やトライボロジーなど、水素が関わる現象や挙動の基礎的メカニズムを解明するとともに、基礎的な水素物性のデータベースを構築することで関係産業界の誰もが、その成果を活用できるようにすることで水素利用技術の信頼性向上、安全性確立に資することを意図している。</p> <p>具体的には、2008年7月に発表された燃料電池実用化推進協議会が描く「燃料電池自動車 2015年に一般ユーザーに普及開始」、「商用水素ステーションの設置開始」のシナリオに向けて、産業界と連携を取りながら必要なデータ、考え方を提示していく。2010年に予定される「商用水素ステーションの仕様決定」、「高圧容器および付属品の新基準発行」に関しては、産業界における設計、評価に資するために、各材料の疲労寿命を考えた使い方や設計方針を提言していく。2011年後半以降、水素製造・輸送・貯蔵等技術開発事業に参画する企業及び規制機関等への水素構造材料及び水素物性に関するデータを250件以上提供し、高圧水素の使用に関わる規制見直し、水素関連機器の技術開発、および、2015年に向けて設置される水素ステーション用機器の特認申請に広く活用されている。今後さらに、2015年以降の、安全性と低コスト化を実現した水素機器への規制見直しと産業界の技術開発への基盤として本事業で取得されたデータに期待される部分は大きい。また、随時最新の水素物性データベースを広く世に公開していくこと。金属材料だけでなく、バルブなど摺動材やOリングのようなシール材に関する水素環境下での劣化特性を明らかにし、データベース化を進めていくことを通して、水素インフラに使用する機器の設計手法構築や、構成部材の疲労寿命予測、メンテナンス指針を確立し、安全な水素社会を構築するための基盤となる知見を産業界に提供する。</p> <p>2. 波及効果</p> <p>基礎研究により技術的基盤を形成する過程において、研究の初期から海外の基準作成に影響のある研究者と一緒に考察・評価することにより、日本が国際標準の場に出遅れることなく、むしろ初めから同じ考え方に基づいた国際標準提案や国内基準整備等が行えるような研究体制とすることにより、結果として日本にとって技術的に有利になる産業界展開が可能となる。</p> <p>また、研究成果の普及や定着のために若手技術者を対象としたセミナーを定期的に開催するなど、人材育成や本技術分野の基礎・基盤技術の底上げを図り、近い将来、文字通り産業界で活躍する戦力となる技術者育成にも活用反映させている。</p>						

<p>V. まとめ</p>	<p>本事業は、概ね当初計画通りに推進中であるが、2015年FCV普及開始に向けた産業界から水素関連機器の低コスト化、水素中で使用される材料に関するデータ取得・提供等のニーズが高まってきたため、追加公募等により体制を見直し、状況変化に対応している。</p> <p>(1) 高圧水素環境(100MPa)での材料や部品の評価方法を確立し、高温高圧条件の状態方程式等について高精度の推算式を作成した結果、新しいコンセプトに基づいた物性推算機能付きデータベースシステムを完成。産業界へのデータ提供が可能となりつつある。</p> <p>(2) 水素脆化に関する基本原理を確立し、FCV、インフラ関係者に水素エネルギー機器の設計思想を提示した。また高圧水素環境中における各種材料特性やトライボロジーなどに関するメカニズム解析を通じて、従来の加速試験では見落としていた知見を加えることが出来た。今後は、各種材料の長期サイクル使用等実使用条件を十分に考慮した材料特性把握(裏付けデータ取得を含む)・メカニズム解析を展開し、関係産業界が実際に活用しやすい使用方法や機器設計指針等を提供していくこととする。</p> <p>(3) 2010NEDOロードマップにおける2020年普及時の水素ステーションコスト<1.5億円、自動車用水素容器コスト<数十万円の実現に向けて、基盤研究、材料データの提供等の貢献が期待される。</p>	
<p>VI. 評価に関する事項</p>	<p>事前評価</p>	<p>平成17年度実施 担当部 燃料電池・水素技術開発部</p>
	<p>中間評価</p>	<p>平成20年度7月 中間評価結果反映</p>
	<p>中間評価</p>	<p>平成22年度9月 中間評価結果反映</p>
<p>VII. 基本計画に関する事項</p>	<p>作成時期</p>	<p>平成18年2月作成</p>
	<p>変更履歴</p>	<p>平成20年3月改訂 平成20年6月改訂 平成22年3月改訂 平成23年7月改訂</p>

用語集 研究開発項目①「高圧水素物性の基礎研究」- 1

	用語	定義
E	Enskog理論	気体の粘度および熱伝導率は気体分子運動論によって推定することができる。しかし、従来の気体分子運動論では分子を単純に剛体球と仮定しているため値の定性的な傾向、例えば温度依存性などは比較的正しく予測できるものの、定量的な値については高精度の予測はできない。Enskogらは剛体球の仮定を改善するとともに統計的な手法を駆使してより厳密な予測法を確立した。この理論によれば粘度および熱伝導率の圧力依存性を比較的正確に求めることができるとされている。本プロジェクトでは高圧域の粘度および熱伝導率を実測するので、この理論の適用範囲と精度を確かめることが可能となる。
I	ITS-90 国際温度目盛	1990年国際温度目盛。ITS = International Temperature Scale。国際度量衡委員会によって、それ以前の1968年国際実用温度目盛(IPTS-68, International Practical Temperature Scale)に変わる新しい温度目盛が承認され、1990年より国際標準として使用されている温度目盛。
N	NIST	米国国立標準技術研究所(National Institute of Standards and Technology, NIST)、以前は国立標準局(National Bureau of Standards, NBS)と呼ばれ、米国の標準・規格を統括する機関。米国商務省傘下にある。
P	PVT、PVT 関係、PVT データ	圧力(P)・体積(V)・温度(T)、あるいはこれらの関係・データのこと。理想気体の状態方程式で、PVTの関係は、 $PV=nRT$ と表される。実在気体では、①分子はある大きさを持っていること、②分子が接近すると分子相互間に引力が作用することなどにより、理想気体の状態方程式からずれてくる。特に低圧・高温ほどずれが大きくなる。水素については、300K以上の温度領域では、1960年以前のデータをもとに状態方程式が作成されている。とくに450K以上の温度では、実測値が不足している。
V	VLEデータ	気液平衡データ(Vapor-Liquid Equilibrium)のことで、蒸気圧曲線を意味する。
X	XML、XML データベース	XMLとは、Extensible Markup Languageの略で、コンピュータでデータを管理する際に使用する、文書やデータの内容や構造を記述するためのマークアップ言語のひとつ。XMLデータベースとは、XMLを使用してデータを管理するタイプのデータベースのこと。
え	(水素の)エンタルピー	熱力学における示量性状態量のひとつであり、エンタルピー(H)は、内部エネルギー(U)、圧力(P)、体積(V)を用いて $H=U+PV$ で定義される。

	用語	定義
お	オルソ水素	水素分子は2個の水素原子によって構成されるが、それぞれの原子核の核スピンの向きにより2種類の状態が存在する。核スピンの向きが平行のものをオルソ水素、(ortho-hydrogen, o-H ₂)、核スピンの向きが反平行のものをパラ水素(para-hydrogen, p-H ₂)という。常温以上では、オルト水素とパラ水素の存在比は3:1であるが、低温になるほどパラ水素の割合が増加し、絶対零度付近ではほぼ100%パラ水素となる。オルソ水素からのパラ水素への転換速度は極めて遅く、故意に転換させる場合には一般的に触媒も用いて転換速度を上げている。化学的性質に違いがないが、物理的性質(比熱や熱伝導率など)が異なる。
か	管摩擦係数	管内流れにおいて、管壁面に生じる摩擦抵抗(ずり応力)を、管内平均速度を代表速度とした動圧によって無次元化することにより得られる係数。
さ	三重点、三重点温度	純物質において、固体・液体・気体が共存する状態であり、温度と圧力の値は定点をとる。三重点温度はその時の温度の値である。
	細線加熱法	非定常短細線加熱法はこの測定法を基本にして開発されている。アスペクト比が大きく細線の熱容量が無視できる程度に小さいと仮定して得られる細線の非定常温度応答の解析解に基づいた流体の熱伝導率測定法。「非定常細線加熱法」と記す方が正確である。
し	シンカー	おもり。磁気浮上式密度測定における基準となるおもりである。気体あるいは液体の密度を測定する際に、シンカーに作用する浮力を測定し、密度を求める。シンカーは高純度の物質で作製され、固体密度校正装置(液中秤量装置)により校正されて質量、体積および密度の値が付される。
	四重極質量分析器	複数の分子が混ざっている気体の組成比を求める分析器。試料ガスをこの分析器に導入すると、分子はイオン化され、分子質量(m)/イオン価数(z)に応じて変動電場によりフィルターリングされ、増倍管により各分子をカウントし、混合ガスの組成比を求めることができる。本水素溶解度測定においては、1MPa以上の条件下において使用する。高圧気液平衡セルからサンプリングし、減圧した水/水素の混合流体を気化器に導入し、参照ガスとなるHeも既知量導入し、H ₂ /He比を四重極質量分析器で測定することにより、水素溶解度を求めることができる。

	用語	定義
じ	磁気浮上密度計	アルキメデスの原理によって密度を測定する浮力法の一つ。永久磁石ならびに電磁石を用い、浮子を試料内で浮上させる。このときに浮子に働く浮力を測定することで試料の密度を求める。比較的高密度域において高精度での測定が可能である。
	ジュールトムソン係数	実在気体を等エンタルピー断熱膨張をさせると、膨張後の気体の温度が変化する。その際の圧力変化に対する温度降下の割合をジュールトムソン係数という。逆転温度以下では膨張後に温度が減少し、ジュールトムソン係数の値は正となり、逆転温度以上では膨張後に温度が上昇し、負の値となる。冷凍効果を得るには逆転温度以下で膨張を行う必要がある。
だ	断熱指数	断熱変化における圧力を P 、体積を V とし、その変化を $PV^k = \text{一定}$ と表したときの k の値。理想気体では定圧比熱を定積比熱で割った比熱比に等しい。
て	定圧比熱	圧力一定の下で、単位質量あたりの物質を単位温度上げるのに必要な熱量。
	定積比熱、定容比熱	容積一定の下で、単位質量あたりの物質を単位温度上げるのに必要な熱量。
と	等圧膨張率	圧力一定の下で、物体に熱を加える時、単位温度上昇のために生じる容積の膨張と初めの容積との割合。
	等温圧縮率	温度一定の下で、物体に圧力を加える時、単位圧力上昇のために生じる容積の収縮と初めの容積との割合。
ど	動粘性係数	動粘性係数は、粘性係数を密度で除して定義され、流体力に関する無次元量の定義に用いられる。
に	ニュートン流体	流体に対する応力-ひずみ速度の関係に、線形法則(ニュートン-ストークスの法則)が成り立つ流体。ニュートン-ストークスの法則のうち、ずり応力-ひずみ速度の関係式が、ニュートンの粘性の法則であり、ずり応力とひずみ速度の比例係数が粘性係数である。
ね	(水素の)粘性係数	粘性率、粘度とも呼ぶ。粘りの度合いを示す物性値で、流体の流れによる流体摩擦や流体の輸送などにおける圧力損失の見積りに用いられる水素の粘性係数については、希薄気体の分子運動論に基づく理論式を補正する形で多くの推算式が提案されている。水素の粘性係数の実測は、1970年代にアメリカのNBS(現NIST)とNASAが宇宙開発を目的として実施してきたが、本事業で必要とされる高温、高圧域での信頼性の高い実測値はほとんど無い。

	用語	定義
ね	(水素の)熱伝導率	伝導による熱の伝わり易さを表す物性値で、熱伝導に関する熱交換量や物体内の温度分布のシミュレーションや熱交換器などの熱設計に用いられる。水素の場合、パラ水素とノーマル水素では熱伝導率の値が異なることが知られている。水素の熱伝導率の実測は、1970年代にアメリカのNBS(現NIST)とNASAが宇宙開発を目的として実施してきたが、本事業で必要とされる高温、高圧域での信頼性の高い実測値はほとんど無い。
の	ノーマル水素	オルト水素とパラ水素の存在比が 3:1 である水素。常温以上のオルソパラ平衡組成に達した水素はノーマル水素である。
は	ハーゲン-ポアズイユ(Hagen-Poiseuille)流れ	十分に発達した円管内層流流れ。円管内の粘性境界層が管中心にまで発達しているため、速度分布が放物線状となる。ハーゲン-ポアズイユ流れでは、流量は圧力勾配に比例し、管径の4乗に比例し、また流体の粘性係数に反比例する(ポアズイユの法則)。本研究事業では、このポアズイユの法則を利用して、水素の粘性係数を測定する。
ば	バーネット法、バーネット式	大小2つの容器を設置し、試料を大きいほうの容器から小さい容器へ繰り返し等温膨張させることで、気体の密度を求める方法。特に低密度域での測定に有効である。
ば	パラ水素	水素分子は2個の水素原子によって構成されるが、それぞれの原子核の核スピンの向きにより2種類の状態が存在する。核スピンの向きが平行のものをオルソ水素、(ortho-hydrogen, o-H ₂)、核スピンの向きが反平行のものをパラ水素(para-hydrogen, p-H ₂)という。常温以上では、オルト水素とパラ水素の存在比は 3:1 であるが、低温になるほどパラ水素の割合が増加し、絶対零度付近ではほぼ 100% パラ水素となる。オルソ水素からのパラ水素への転換速度は極めて遅く、故意に転換させる場合には一般的に触媒を用いて転換速度を上げている。化学的性質に違いがないが、物理的性質(比熱や熱伝導率など)が異なる。
	パラ濃度	ある量の水素分子における、パラ水素の存在比。常温以上のオルソパラ平衡組成に達した水素のパラ水素濃度は 25%であるが、低温になるほどパラ濃度が増加し、絶対零度付近でのパラ濃度はほぼ 100% となる。ただしオルソ水素からのパラ水素への転換速度は極めて遅いため、常温の水素を絶対零度付近まで冷却しても、パラ濃度が 100%となるためには長い時間を要する。

	用語	定義
ひ	非定常短細線加熱法	静止流体中に設置された細線をステップ状に電気加熱したとき、細線の非定常的な温度上昇が周囲流体の熱伝導率および熱拡散率の関数になることを利用した流体の熱伝導率測定法。従来の細線加熱法は細線径に比して非常に長い(アスペクト比(長さ/直径)が数千以上)細線を用いるため、試料容器が必然的に大きくなるが、本測定法ではアスペクト比が数百と短い細線を用いるところに特徴がある。熱伝導率と熱拡散率を同時に測定することが可能であるが、細線周りの熱伝導に関して高精度の数値解を求める必要がある。
ぶ	ブジネ近似 (Bussinesq 近似)	自然対流の基礎方程式において、密度の変化を運動方程式の浮力(体積力)の項のみ考慮し、他の項に現れる密度は一定として扱う近似のことをいう。
ぺ	ペルチェ素子	全固体型のエネルギー変換素子である。電力を素子に与えることで、片面から吸熱、他方の面から放熱させることができる。本露点測定のうち、いわゆるレーザー露点計において使用される。容器内の一側面をペルチェ素子により冷却し、同時に温度も監視し、レーザー反射光の変化から結露を検知することで、高圧水素ガス中の微量な水蒸気を測ることができる。
よ	溶存水素計	水の中に溶けた水素ガスの溶解度を、電気化学的に測定する装置。水素ガスの溶解度が高いほど、起電力が高くなり、起電力による電流も高くなる。この電流値を変換して、水の中の水素溶解度を求めることができる。本水素溶解度測定では、1MPa 以下での条件に限って使用する。本文にも示したように、電気化学プローブ周りのサンプル流速を適切に与えることが、正確な測定に欠かせないことが分かっている。

	用語	定義
れ	レイノルズ数	流れが持つ慣性力と粘性力との比を代表する値。物体回りの流れ（外部流）では、レイノルズ数が1より十分大きい場合は慣性力支配の流れ、1より十分小さい場合は粘性力支配の流れとなり、流動形態を特徴づける重要なパラメータである。一方で、本研究事業で対象とする定常円管内流れ（粘性係数測定における細管内流れ）のような内部流では、流路の幾何学的な束縛により慣性力はゼロとなるため、上で述べたような「慣性力と粘性力との比」のような概念は定義できない。そのため、管内流れに対するレイノルズ数を管レイノルズ数と呼び区別することがある。管レイノルズ数が約2000以下では、管内流れは層流である。また、定常流れにおいて、幾何学的に相似な流れの場合は、レイノルズ数が指定されれば実際の規模の大小に関係なく全く相似な流れ模様となる。これを力学的相似の法則と呼び、円管内の流れにおいても適応される。

用語集 研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用および加工、温度などの影響による材料強度特性研究」-1

	用語	定義
1	1次イオン	2次イオン質量分析装置 SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry) において、イオン源で発生し、加速させて試料に衝突させるイオンのことを1次イオンという。水素の2次イオン検出の場合、1次イオン源として液体金属のセシウムがスパッタ率および2次イオンとしての水素の負イオン生成効率が高いため採用されている。
2	2次イオン	1次イオンが試料に衝突し、試料面から原子が叩き出される原子、分子のうち、電荷を帯びたものを2次イオンと呼ぶ。水素の場合、正イオンより負イオンとして検出する場合が感度が高い。
	2次イオン質量分析法、SIMS	2次イオン質量分析装置 SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry) の日本語訳および略称。材料の表面にイオンを高速で衝突させ、衝突によって材料から叩き出されるイオンを質量分析することにより、材料の表面に存在する元素を分析する装置。材料中に存在する水素の位置および濃度を測定することが可能。
	2重収束方式	電場と磁場を組み合わせ、イオンの速度収束と方向収束を行わせる質量分析方式。
△	$\Delta \epsilon_t$	ひずみ制御低サイクル疲労試験において用いる。「全ひずみ幅」を示す記号。
A	AlCuグリッド試料	2次イオン質量分析装置 SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry) の2次イオン像を調整するとき用いるアルミ基板上に格子状に銅を蒸着した試料。格子間隔が $25 \mu\text{m}$ と既知のため、2次イオン像の倍率を算出する場合にも用いる。
B	BCC 金属	BCC とは体心立方格子 (Body-Centered-Cubic) のことで、立方体の頂点の他、立方体の中心にも格子点がある。BCC 金属とは結晶構造が BCC である金属のこと。代表例として鉄、クロム、モリブデン、タングステン、ヴァナジウムなどがある。結晶構造は水素の拡散、吸蔵量などに大きく影響を及ぼし、BCC 金属は一般に水素拡散が速く、水素吸蔵量は少ないのが特徴である。[1]
	bcc (BCC) 構造	体心立方格子 (Body-Centered Cubic lattice) の略称。結晶構造の一種。立方体形の単位格子の各頂点と中心に原子が位置する。常温での水素の拡散係数は $10^{-8} \sim 10^{-10} \text{m}^2/\text{s}$ 程度であり、FCC 構造に比べ非常に大きい。[1],[2]
C	CPFEM	Crystal Plasticity Finite Element Method の略。「マルチスケール解析」のひとつ。

用語集 研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用および加工、温度などの影響による材料強度特性研究」-2

	用語	定義
D	DS	脆化感受性(Degradation Susceptibility)の略で、この値が高いほど脆化しやすいことを示す。一般に、材料中に水素を多く含むほど DS 値は低下する。
E	EBSP 法	走査電子顕微鏡を用いて極めてマイクロなレベルで結晶方位を測定する手法。後方散乱電子線回折パターン法の略称で、EBSD法ともよばれる。[3]
	EM(エレクトロンマルチプライヤー)	2次イオン質量分析装置 SIMS(Secondary Ion Mass Spectrometry)における、1 次ビームを走査するときに各点の信号を画像化する装置。空間分解能は 1 次イオンビーム径に依存する。水素検出の場合、大電流ビームを用いる必要があり、イオンビーム径が大きくなるため、走査像の解像度が悪くなる。また、信号の大きさが 100 万カウント/秒以下という制限があるため、強度の大きな信号の場合には、スリットを利用して信号を減衰させて使用する必要がある。
	ESA	Electrostatic Sector の略。扇型の電場発生器。セクタ(扇)型 SIMS 装置において扇型磁場コイルと組み合わせて質量分析に用いる。
F	FC(ファラデーカップ)	SIMS における、イオン電流値を計測するための器具。1 次イオンビーム値の計測や、画像データを取る前の 2 次イオンの電流値を計測するために用いている。
	fcc(FCC)構造	面心立方格子(Face-Centered Cubic lattice)の略称。結晶構造の一種。単位格子の各頂点および各面の中心に原子が位置する。常温での水素の拡散係数は $10^{-12} \sim 10^{-16} \text{m}^2/\text{s}$ 程度であり、BCC 構造に比べ非常に小さい。[1],[2]
	Ferrite grain	フェライト結晶。鉄の結晶の一種であるフェライトからなる結晶粒。
	FE-SEM	電界放射型走査電子顕微鏡。(Field Emission Scanning Electron Microscope)の略。通常の SEMと比較して、高分解能の観察が可能。
	fibre loading モデル	フェライト-パーライト鋼において、パーライト中のセメンタイトのひずみはフェライトのひずみと等しいと仮定するモデル。この仮定のもとでセメンタイト中の応力をもとめる。[4]
	F- δ 曲線	ナノインデンテーションにおける圧子の押し込み力(F)と押し込み深さ(δ)の関係を示す線図であり、材料の微小領域における弾性・塑性挙動を評価するのに用いる。

用語集 研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用および加工、温度などの影響による材料強度特性研究」-3

	用語	定義
G	Gurson の降伏関数	材料の降伏特性を連続体力学に基づいて表現する際に用いるモデル関数の一つ。ボイドのような「隙間」を多く含む個体の応力-ひずみ特性を記述したもので、延性材料の変形・破壊特性を力学的に評価する際に用いられる。
H	H ⁻	水素負イオン。SIMS において、Cs を 1 次イオンとする場合、2 次イオンとして負イオンの H ⁻ が生成される。
	HAZ	溶接継手における熱影響部 (Heat Affected Zone)。溶接熱により、母材が溶融温度近くまで加熱され、熱の影響を著しく受けた部分。
	HESFCG	水素による疲労き裂進展加速のメカニズムを示した水素助長疲労き裂継続前進機構 (Hydrogen Enhanced Successive Fatigue Crack Growth, HESFCG) のこと。疲労試験の繰返し速度が遅く、き裂先端に水素が十分に集まる時間がある場合、き裂先端の狭い領域において、低応力ですべりが局所的に起こる。そのため、水素チャージ材のき裂先端では負荷の増加につれて短いすべりが次々と起こるため、未チャージ材と比べてき裂はほとんど開口せずに前方へと進展していく。その結果、低炭素鋼および低合金鋼の水素チャージ材のき裂進展速度は未チャージ材の 10~30 倍に加速すると考えられる。 [5]
	HMT	水素による臭化銀 BrAg の還元反応を利用した水素の可視化手法の 1 つである。材料表面に塗布された BrAg が材料中から放出される水素により還元される。還元された Ag を電子顕微鏡で観察することで水素の存在位置を決定することができる。[6]
	HV	「ビッカース硬さ」を示す記号。
I	Hydrogen charged specimen	水素をチャージした試験片。材料の強度特性に及ぼす水素の影響を試験する際に用いられる。
	IMS - 7fセクタ (扇) 型 SIMS	セクタ (扇) 型の静電場発生器のマグネットを組み合わせる質量分析を行う SIMS 装置。鉄鋼中の水素を検出する場合、水素の信号が小さいため、大電流ビームを用いるダイナミック SIMS と呼ばれる手法で検出する必要がある。本装置ではダイナミック SIMS 手法が可能となっている。1 次イオン源は水素検出に特化したセシウムイオンのみが装着されている。また、液体窒素を用いた試料冷却ステージをオプションとして付加しており、温度上昇による水素離脱を防止する機能を有している。

用語集 研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用および加工、温度などの影響による材料強度特性研究」-4

	用語	定義
I	Inconel 625	米国 Inco 社で開発され耐食性、耐熱性に優れた Ni 基合金のこと。主要成分は、61%Ni、22%Cr、9%Mo である。本成果では、水素拡散係数が小さい FCC 金属である Inconel625 を対象材料の一つとした。
	ISF(インスツルメンツ ステイタス ファイル)	Cameca 製 SIMS 装置で装置内の各種パラメータの状態を保存するファイル。イオン源のように時間とともに劣化するもの以外のパラメータを再現するために便利である。
K	K-S 関係	鋼のマルテンサイトとオーステナイトとの間の結晶学的方位関係。Kurdjumov と Sachs により見出されたもの。[7]
L	LBB 解析	圧力容器、配管等の破断前漏洩(Leak-Before-Break)の成否を判断するための解析。LLB では、容器・配管に何らかの要因によってき裂が発生しても容器・配管の瞬時の不安定破壊以前にき裂の安定進展による肉厚貫通を先行させ、内部流体の漏洩検知により、装置、プラント等の安全性を確保する[8]。本プロジェクトでは、蓄圧器の鏡部に存在するしわの健全性評価に用いた。
M	MCP(マイクロチャンネルプレート)	マイクロチャンネルプレートは Micro-Chanel Plate の各頭文字をとって、MCP と呼ばれる。MCP は 2 次電子増倍管を 2 次元的に配列した板状の検出器。SIMS における二次イオンの検出に使われる。
	Md30 点	M _s 点(マルテンサイト変態開始温度)以上の温度で塑性加工すると、オーステナイトがマルテンサイトに変態するが、この変態の起こる温度にはある限界の最高温度があり、これを M _d 点という。特に、Md30 点はオーステナイト単相の試料に引張試験で 0.3 の真ひずみを与えたとき、組織の 50%がマルテンサイトに変態する加工温度として定義されるオーステナイト安定度の指標である。本プロジェクトでは、Md30 点の算出に Angel の式 $(Md30(^{\circ}C))=413-462([C]+[N])-92[Si]-8.1[Mn]-13.7[Cr]-9.5[Ni]-18.5[Mo]$ を用いる。[9],[10]
	MeX	Alicona imaging の画像処理ソフト。傾斜角度を変えて撮影した 2 枚の SEM 画像から三次元形状を再構築し、解析することができる。本プロジェクトでは、引張破壊試験片の破面表面に形成されるディンプルの三次元形状を得るために用いた。
N	Negligibly embrittled	NASA による水素脆化の調査の際、高圧水素環境中で引張試験を行い、水素の影響の度合いを分類し、明らかな変化が見られなかったものに分類された材料。[11]

用語集 研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用および加工、温度などの影響による材料強度特性研究」-5

	用語	定義
N	NH ₄ SCN	チオシアン酸ナトリウム水溶液。この溶液中に試験片を浸漬すると、試験片中に水素が侵入する。本プロジェクトでは、40℃に保持した質量パーセント濃度 20%の NH ₄ SCN 水溶液に試験片を浸漬し、水素チャージを行った。
	Ni 基合金	Ni 元素を基本とし、Ni 量が 50%以上を含んだ合金のこと。本プロジェクトでは、水素拡散係数が小さい FCC 金属である Ni 基合金を研究対象材料の一つとした。
O	O ⁻	酸素負イオン。SIMS において、Cs を 1 次イオンとする場合、2 次イオンとして負イオンの O ⁻ が生成される。水蒸気がき裂先端に閉じ込められている場合、H と同じ O ⁻ の 2 次イオン分布が得られる。
P	Paris 則	繰返し荷重をかけたときの疲労き裂進展速度とき裂先端の応力状態を示す応力拡大係数幅との関係を表す式。1963 年に Paris と Erdogan により見出された。[12]
	PBMF	Primary Beam Mass Filter の略 SIMS において、Cs イオン源から発生するイオンのうち、質量数 133 の Cs イオンのみを試料側へ導入し、他の質量数のイオンを取り除く磁場フィルター。
	PIIA	重水素とヘリウムイオンの誘起核反応を利用した水素の可視化手法の 1 つである。可視化される元素は重水素である。[13]
	Pop-in 現象	ナノインデンテーションにおける圧子の押し込み力 (F) - 押し込み深さ (δ) 曲線において、転位の集団的活動の開始に対応して不連続点が現れる現象。本プロジェクトでは、転位の易動度の指標としてその押し込み力を用いる。
R	RAE (リアクティブアノードエンコーダー)	SIMS における、マイクロチャンネルプレートと直結した 256×256 のアレイ状に検出素子を配列した 2 次イオン検出器。本研究で用いたものは最小空間分解能約 2 μm である。水素の信号は 104 カウント/秒台以下と小さいので、2 次元水素分布の良好な画像を得るために用いられている。
S	SCM435	機械構造用合金鋼。(35MPa) 蓄圧器の材料。焼入れ性が高く、高強度、高靱性。SCM435 鋼の日本工業規格 (JIS) の化学成分は、C:0.33~0.38、Si:0.15~0.35、Mn:0.60~0.85、P:0.030 以下、S:0.030 以下、Cr:0.90~1.20、Mo:0.15~0.30 (mass %)。

	用語	定義
S	S/N比	信号(Sound)と雑音(Noise)の比。数値が大きいほど信号の検出が良好になる。SIMSにおいて、水素2次イオン信号を大きくするために、1次ビーム電流密度を上げる必要があるが、ビーム径が大きくなること、ラスターサイズの深いクレータが形成されることによるクレータエッジ効果が問題となる。そこで、1次ビーム電流値とラスターサイズの最適化が必要となる。
	SEM	走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope)の略称。通常の光学顕微鏡と比較して高解像度の拡大画像を得ることができる。水素の有無による破壊形態の差異の観察等に用いている。
	SEM 像	走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope)により撮影された像。
	SGP	配管用炭素鋼管。現在、都市ガスに使用されており、水素ガスパイプの候補材料としても考えられている。SGPは0.1MPa(ゲージ圧)未満の低圧ガス用であり、1MPa(ゲージ圧)以上の高圧ガス用のSTPG370とともに、水素ガス環境下における安全性評価が進められている。本プロジェクトでは、SGP鋼管に製造される前の鋼板を用いて、水素侵入特性に及ぼす予ひずみの影響、並びに引張特性に及ぼす水素と予ひずみの影響を明らかにした。
	Sieverts 則	ある温度における金属中への水素の溶解度は水素ガス圧の平方根に比例する関係のこと。
	SIMS	二次イオン質量分析法の略称。数百 eV~20keV のエネルギーを有する細束イオンビームを試料表面に照射し、スパッタ現象に伴い二次的に放出される試料の構成元素による二次イオンを質量分析計にかけて、元素または化合物の同定および濃度の測定を行う分析法。水素の分布を三次元的にマッピングすることができる。[14]
	Slip bands	すべり帯。結晶のすべりが集中して生じる帯状の領域。
S-N 曲線	金属疲労を生じさせる応力の大きさ(Stress)と疲労寿命(Number of cycles to failure)の関係を表す曲線。金属疲労の強度を表す最も基本的なデータ。縦軸に応力、横軸に疲労寿命をとった図はS-N線図ともいわれる。	

	用語	定義
S	SSRT	遅れ破壊試験法の一つ。低ひずみ速度法を意味する Slow Strain Rate Technique の頭文字を取ったもの。遅れ破壊試験は、応力負荷方法により、定荷重法、定ひずみ法、SSRT の三つがある。前二者は、実機環境中の遅れ破壊感受性を評価するには長時間を要する。一方、SSRT は、低ひずみ速度により徐々に応力を負荷し、試験片を強制破断させるため、試験環境によらず遅れ破壊感受性を高感度に短時間で評価することができる。[15],[16]
	SSRT 試験	SSRT を用いた遅れ破壊試験。
	STPG370 鋼管	圧力配管用炭素鋼鋼管 (JIS G 3454)。水素パイプラインとして、STPG370 鋼管の中に 1MPa 以下の水素ガスを流すことが想定されている。
	SUS304	主合金成分がクロム 18%、ニッケル 8%のオーステナイト系ステンレス鋼。[17]
	SUS316	主合金成分がクロム 18%、ニッケル 12%、モリブデン 2.5%のオーステナイト系ステンレス鋼。[17]
	SUS316L	主合金成分が炭素 0.03%以下、クロム 18%、ニッケル 12%、モリブデン 2.5%のオーステナイト系ステンレス鋼。[17]
T	TDS	昇温脱離分析 (Thermal Desorption Spectrometry) 高真空中に置かれた試料を一定の速度で加熱し、試料から脱離したガスを質量分析装置で分析する。脱離した原子や分子の種類、それらの量を高感度に分析できる。試料を加熱すると、表面に吸着したり材料に吸蔵された原子や分子は、存在状態や存在場所によって決まった温度になると試料から脱離する。そこで、原子や分子が脱離する温度からその存在状態や場所を知ることができる。
	TOFD	回折波の飛行時間解析法 (Time Of Flight Diffraction)。非破壊検査の超音波探傷試験方法の一つ。TOFD は送信探触子と受信探触子を向かい合わせに配置し、送信探触子から問う音波 (縦波) を伝搬させ、材料内部に存在する欠陥の上端と下端で発生した回折波を受信探触子で受信する方法。各波の到着時間差により、音速との関係から欠陥の位置および寸法評価を行う[18]。本プロジェクトでは、蓄圧器の鏡部の非破壊検査に用い、蓄圧器内面に存在する欠陥の評価を行った。

用語集 研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用および加工、温度などの影響による材料強度特性研究」-8

	用語	定義
	Torr	圧力の単位。1Torr=133Pa。国際単位 SI では Pa が使用されることになっているが、真空工学では実用単位として、いまだによく使用されている。本事業で用いられている SIMS 装置の場合、装置内の圧力表記は Torr で統一されている。
V	V ノツチ	シャルピー衝撃試験の試験片につける切り欠。破壊の起点となる。
X	X 線回折法	X 線が結晶格子によって回折される現象を X 線回折という。この現象を利用して物質の結晶構造を調べることが可能である。このように X 線の回折の結果を解析して結晶内部で原子がどのように配列しているかを決定する手法を X 線結晶構造解析あるいは X 線回折法という。 [19]
あ	アーク法	原料であるグラファイトなどの炭素を陽極とし、陰極との間に電圧をかけることにより陽極を蒸発させ、陰極表面上に目的物を析出させる炭素材料などの合成手法である。
	アクチュエータ	作動装置 (Actuator) 疲労試験機においては、試験片に荷重を与えるピストン部分を指す。
	圧縮機	圧縮機 (Compressor)。水素ガスを圧縮する装置。水素ステーション (水素ステーション参照) の主要な構成装置。
	アパーチャ	SIMS において、一次イオンビームが通る小さな孔のことをいう。本事業で用いられている SIMS 装置の場合、PBMF アパーチャーは 3000 $\mu\text{m}\phi$ のもの、レンズ4アパーチャーは 400 $\mu\text{m}\phi$ のものを用いている。
	アラインメント	Alignment のカタカナ標記。本プロジェクトでは、疲労試験機への試験片の取付け精度を指す。これが不十分だと、試験片に荷重を付加した際に余計な曲げ応力などが発生し、正しい疲労試験データが得られない。
	アレイ状	配置として格子の交点と同じ配列で並んでいる状態。
い	陰極チャージ法	水素が吸蔵されている金属材料を模擬して疲労試験を行うために、電気化学的に水素を試験片表面に発生させて水素吸蔵を行う方法。カソードチャージともいう。電解質水溶液中で試験片を陰分極すると試験片表面に水素原子が生成し、その一部が材料に侵入する。
え	液体金属脆化	曲げや引張などの応力を受けた個体金属が、熔融した液体金属に接触すると、き裂伝ぱが著しく進行する場合があります、これを液体金属脆化と呼ぶ。一例として、常温で曲げ加工を施した鋼材に、そのままの状態でも融亜鉛めっきを施すと、本現象が生じることがある。

	用語	定義
	エッジ効果	SIMSによる水素原子の測定を行う際に、測定対象表面に角部が存在すると、あたかもそこに水素が存在するような信号が観察される現象。水素と本効果による信号の分離がSIMSによる水素観察の際には必要となる。
	エッチピット	試料表面を適当な腐食液で腐食すると、エッチピットと呼ばれる小さな孔ができる。このエッチピットの形状から、結晶の方位を知ることができる。[20]
え	エッチング	組織の観察を容易にするために、腐食等により金属の組織、結晶粒界を現出させること。
	エネルギースリット	SIMSにおいて、エネルギー幅のある2次イオンのピーク値からのエネルギー幅を選択するために用いる切れ目状の器具のこと。
	エメリー紙	紙ヤスリ。研磨加工に用いられる研磨材を紙などに付着させたもの。研磨の段階に応じて、目の粗いものから細かいものまで、数種類を使用する。ギリシャのナキサス島のエメリー岬で採取された石を研磨材として用いたことがその名称の由来。現在では、人工研磨材も用いられる。
	エメリー研磨	試験片表面の仕上げに用いる紙やすりのような研磨剤、およびそれを用いた研磨。#100～#4000など様々な粒度のエメリー紙があり、使用するエメリー紙の粒度を徐々に小さくしていくことで、必要な表面状態に仕上げる。一般的に試験片表面を鏡面仕上げしたい場合には、エメリー研磨後さらにバフ研磨を行う。
	円周切欠き	丸棒試験片の円周全体に、ある一定の深さの切欠きを導入した試験片。水素は応力集中部に集まる傾向があるため、平滑材よりも切欠き材の強度特性のほうが水素の影響を受けやすい。
	延性ストライエーション	疲労き裂が進展する際に破面上に形成される縞状の模様。負荷時に疲労き裂先端が塑性鈍化し、除荷時に再鋭化することによって、繰返し荷重一サイクル毎に一本の縞が形成される。縞の間隔はその場所におけるき裂の伝ば速度を表す。
	延性ストライエーション状模様	疲労破面上で観察される延性ストライエーションに似た縞模様であるが、延性ストライエーションほど明瞭でなく規則性が乏しいもの。鉄鋼材料では形成されやすい。
	延性低下	塑性変形がしにくくなることで、一般に強度が高いほど延性は低下する。水素脆化の特徴の一つとして、延性低下があげられる。

	用語	定義
	延性破面	材料が延性的に破壊した破面のこと。一般に、ディンプルが観察される。水素環境中もしくは水素チャージ材では大気中とは異なる破面様相を示し、水素の影響を検討するときの一助となる。
お	応力拡大係数	き裂先端近傍における特異応力場の強さを表す係数。一般に、き裂形状(長さ)及び負荷応力により求められる。き裂の形状等が異なっても、応力拡大係数が同一であれば、き裂先端近傍の応力状態は合同とみなすことができる。き裂発生やき裂進展を評価するための因子として用いられており、水素の影響を検討する場合においても重要なとなる。
お	応力拡大係数幅 ΔK	繰返し荷重下における応力拡大係数の最大値と最小値の差のこと。
	応力比 $R=-1$	応力比 $R=(\text{最小応力})/(\text{最大応力})$ 。応力比が -1 ということは、引張(+)と圧縮(-)の応力を交互に同じ大きさだけかける試験。典型的な引張圧縮疲労試験で両振り試験ともいう。
	オーステナイト	ステンレス鋼 SUS304 や SUS316L の標準的な金属組織。 γ 鉄に他の元素を固溶したもの。水素を吸蔵する量は比較的多いが、水素拡散速度は比較的遅い。
	オーステナイト系	オーステナイトは、純鉄において $911^{\circ}\text{C}\sim 1392^{\circ}\text{C}$ の温度領域にある相のことである。この領域において、鉄は面心立方格子構造をとる。Ni、Mn、Pd が固溶するとオーステナイトの温度領域が広がる。オーステナイト組織を有するステンレス鋼をオーステナイト系ステンレス鋼という。 [19],[21]
	オートグラフ	島津製作所製引張試験機。本プロジェクトでは、容量 5t のものを使用した。
	オートクレーブ	内部を高圧力にすることができる容器や装置。水素ガス中疲労試験装置の水素ガス容器のこと。
	押し込み力	ナノインデンテーションにおいて圧子を押し込む力で、そのときの圧子の押し込み深さと対比させて評価される。
か	開口変位	き裂に引張応力が作用すると、き裂先端がわずかに開き、き裂先端に新しいき裂面が形成される。このときのき裂の進展方向に対して垂直方向のき裂の開口量を開口変位と呼ぶ。水素チャージ材では、き裂先端への水素の集中により、き裂はほとんど開口せずに前方へと進展する。つまり、水素チャージ材の開口変位は未チャージ材よりも小さくなる。

	用語	定義
	介在物検査	介在物検査(Inclusion Rating)。材料中に存在する介在物の形状、寸法求め、材料の清浄度評価すること。本プロジェクトでは、極値統計法に基づいた介在物評価法を用いた。製造年代の異なる蓄圧器の材料に対して介在物検査を行い、現在使用されている蓄圧器材の清浄度が向上していることを示した。
	化学機械研磨(CMP)	弱酸性の化学腐食液に浸しながら、同時に機械的に力を作用させながら、研磨することから、化学機械研磨(Chemical Mechanical Polishing: CMP)と呼ばれている。最適な条件で CMP を行うと、無ひずみで原子レベルの平滑面が得られる。
か	鏡部(かがみぶ)	円筒形容器の端面(鏡)近傍の呼び名。蓄圧器の鏡部は胴部の端をスピニング加工または熱間鍛造で製作するため球面状になっている。
	下限界値	限界値の下限側の値のこと。水素の影響によりき裂進展の下限値が低下することにより、より低応力においても破壊を生じることがあるので、重要な値となる。
	拡散係数	拡散とは、粒子、熱などが自発的に散らばり広がる物理現象である。拡散係数とは拡散の早さを規定する物理量であり、拡散する粒子や熱の流れ(流束密度)は粒子の濃度や温度の勾配に比例し、その比例係数を拡散係数と呼ぶ。[L ² T ⁻¹]の次元を持つ。水素分子が金属あるいは樹脂、ゴム材料などの固体中に溶解あるいは脱離する過程において、固体中の水素の拡散現象が問題となる。固体中の水素の拡散係数は高圧水素中に曝露された際に発生する破壊現象などに影響を与える。
	拡散律速過程	ある現象が複数の過程を経て進む場合に、その中で一番速度の遅い(時間のかかる)過程を律速過程と呼ぶ。特に、拡散現象が全体の現象の速度を決定する場合、拡散律速過程と呼ぶ。
	下限界応力拡大係数幅 ΔKth	き裂を有する部材から、疲労き裂が進展しない応力拡大係数幅の下限界値。本プロジェクトでは、水素ステーションで使用した蓄圧器で観察された疲労き裂が進展するかを評価するために使用した。
	加工誘起マルテンサイト組織	オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 などでは、ももとの金属組織であるオーステナイト組織は準安定状態にあるために、材料がひずみを受けたことによってオーステナイトがマルテンサイトに変化する場合があり、このひずみにより生成したマルテンサイトを指す。
	加工誘起マルテンサイト変態	加工を加えることによりオーステナイトからマルテンサイトに変態すること。

	用語	定義
	カソードチャージ材	水素が吸蔵された金属材料を模擬して疲労試験を行うために、金属に水素を吸蔵させる方法の一種。高圧水素ガスを用いて試験片に水素吸蔵させることもできるが、より簡便に電気化学的に水素を試験片表面に発生させて水素吸蔵を行うことも多い。その方法をカソードチャージといい、その方法で水素吸蔵された疲労試験片をカソードチャージ材という。陰極チャージに同じ。
か	カップアンドコーン破壊	延性材料の引張試験で起こる破壊形態。本プロジェクトの炭素鋼 SGP および低合金鋼 SCM435 の引張試験では、未チャージ材と水素チャージ材はともにカップアンドコーン破壊した。本プロジェクトでは、水素チャージ材において延性破壊の特徴であるカップアンドコーン破壊が起きたことが、水素脆化を格子脆化説ではなく局所変形助長説で説明することができる証拠の一つとしている。
	カム式	運動の方向を変換する装置の一種。例えば、回転運動を直線運動に変換する。モータに偏心カム(回転中心と運動中心をずらせたカム)を取り付けることにより、モータの回転運動をピストンの直線運動に変換することができ、その波形は正弦波に近い波形となる。
	荷重負荷	荷重(力)を試験片に作用させること。
	完全脆性破壊モデル	材料中の原子間結合が分離する(破壊する)際に、塑性変形のようなエネルギー散逸過程を含まない理想的な脆性破壊が起こるとするモデルであり、破壊力学による材料強度クライテリアの礎を築いた人物の名前を冠して「Griffith モデル」とも称する。
	完全粘性体	気体や液体などの流体は一定の外力に対応して一定の変形速度で流動する。この際、変形速度と外力が比例する場合、ニュートン粘性と呼び、この性質を示す流体を完全粘性体(ニュートン粘性体)と呼ぶ。
が	ガスチャンバー	水素ガス中で実験を行う際に、水素ガスを封入する容器。
	ガルデン	シャルピー衝撃試験などで試験片中の温度調整のために使われるフッ素系熱媒体。試験片を浸漬しても水素はチャージされない。[24]
	ガルバナスタット	電気化学測定や電解反応などを行う際に用いられる、精密に電流を制御できる装置。陰極法により試験片に水素吸蔵を行う際には、定電流源として使用される。
き	気体定数	熱力学の定数であり、 $8.314\text{J}/(\text{mol}\cdot\text{K})$ である。

	用語	定義
	急冷焼準材	焼準を施した材料のこと。焼準は、焼ならしともいい、鋼をオーステナイト状態まで加熱した後、大気中で冷却する操作である。粗大組織や過熱組織を微細化して均一な組織にし、機械的性質を改善するために行う。
	供試材	試験に使用した材料。
	極値統計法	極値統計法(Extreme Value Theory)。極値分布はある基本分布関数に従うデータから一定数のデータの集合を抽出したとき、各集合の最大値や最小値が従う分布である。この分布の解析を極値統計という[25]。本プロジェクトでは、極値統計法を介在物評価法に援用した。
き	局所水素	局所に集まった水素のこと。材料の強度に大きな影響を与えたと考えられている。
	局所変形助長説	水素脆化を説明するメカニズムの一つ。材料中に水素が進入し、水素によって局所変形が生じやすくなり、巨視的には材料が大きな変形をとまわずに破壊するというモデル。
	切欠き効果	試験片につけられたき裂発生箇所となる急激な形状変化部を切欠きという。それによって生じる応力分布や強度への影響を切欠き効果と呼ぶ。金属疲労においては、切欠き等の応力集中部のある材料の疲労強度が平滑な材料の疲労強度に比べて著しく低下すること。低下の程度を表すために切欠き係数 $\beta = (\text{平滑試験片の疲労限度} / \text{切欠き試験片の疲労限度})$ が用いられる。[12]
	切欠き材	機械的に加工した切欠きを有する試験片。切欠きの底では応力が集中することから、平滑材(切欠きのない試験片)とは異なる強度特性を有する。一般の機械部品も応力集部を持っていることから、それを模擬することができる。水素は応力集中部に集まる傾向があるため、平滑材より切欠き材のほうが水素の影響を受けやすい。
	き裂	材料の割れ(分離)によって生じる不連続箇所。
	き裂開口変位	繰返し荷重が負荷されているときに、き裂先端におけるある一点において、き裂が閉じた状態と開いた状態の変位の差分。
	き裂進展寿命	試験片中でき裂が発生・進展して破断にいたるまでの繰返し数を疲労寿命といい、欠陥からき裂が発生するまでの繰返し数をき裂発生寿命、き裂が発生してから破断するまでの繰返し数をき裂進展寿命という。
	き裂長さ 2a	人工微小穴を含めたき裂の長さ。一般的に、き裂の長さは a で表されるが、人工微小穴を導入した試験の場合、穴の両端からき裂が発生するため 2a として表わしている。

	用語	定義
	極近傍	近傍のうち、極めて近い近傍のこと。
	共析鋼	鉄鋼材料を高温から冷却する場合に、オーステナイト組織からセメンタイトとフェライトに分解する反応のことを共析変態という。通常、0.77 mass%の炭素量をもつ鉄鋼材料で共析変態は起こるので、これを共析鋼という。[12],[21]
ぎ	ギガサイクル	10 ⁹ 回を越える繰返し数のこと。
	擬へき開破面	破面の様相の一種で、へき開破面の類似の様相ではあるが、へき開破壊ではないもの。水素環境中もしくは水素チャージ材で多く見られる。
ぎ	擬へき開破壊	FCC 以外の金属では、結晶中で最も表面エネルギーが低い面は割れやすい(へき開しやすい)ことから、このような特定の面は「へき開面」と呼ばれる。一方、金属材料は、条件によってはへき開面以外の面で脆性的に破壊することもあり、このような面をへき開面と区別して擬へき開面と称する。
	擬へき開模様	破面上に観察される、ぜい性的な模様のひとつ。ファセット状でリバーパターンを伴うなどへき開破面と類似した模様であるが、特定のへき開面にそった破壊かどうかは不明である。
く	クラスターイオン	原子および分子がファンデルワールス力によって複数個の集合体で、しかも電荷を帯びているものをいう。SIMS による水素検出では質量数が最小の1となる 2 次イオンを検出しているため、クラスターイオンが妨害イオンとなることを考慮しなくてよい。
	クラック	き裂のこと。
	クラックスターター	疲労き裂の発生起点として意図的に設けた人工欠陥。
	クランク式	リンク機構の一種。回転運動を直線運動に変換する。例えば、モータの力(回転運動)をピストンの力(直線運動)に変換する。
	クリープ	物体に一定な応力が作用した場合、時間の経過とともに歪みが増大する現象。通常、高温機器で問題になる。
	繰返し予ひずみ	複数回の繰返し変形により与えた予ひずみ。本事業においては、水素ガス中で繰返し予ひずみを与えている。
	繰返し速度 Hz	1 秒間に繰返す応力サイクルの回数。10Hz なら 1 秒に 10 回、0.5Hz なら 2 秒に 1 回応力が繰返される。

	用語	定義
	クレータエッジ効果	SIMS 分析で、信号強度を大きくするためには、電流密度を上げる必要がある。電流密度を上げた分析を行うと、深いクレータが形成される。クレータの側面は斜面となっており、その斜面からの信号が偽の信号となる。水素のように微量の信号を検出するためには、高電流密度による分析が不可避なため、クレータエッジ効果の影響を低減させる必要がある。
	クロスヘッド	引張試験機では、試験片の両側を掴んで、引張るが、その引張る付け根器具を駆動する部分がクロスヘッドに相当する。
	クロスヘッドスピード	引張試験の際に、試験片を固定するジグ(クロスヘッド)を移動させる速度。試験片はクロスヘッドに完全固定されているため、クロスヘッドスピードで引張られることになる。材料が受けるひずみ(変形)の速度には、一般には材料のひずみ速度を用いることが多いが、本事業では切欠き材を用いた試験のため、クロスヘッドスピードで表している。
く	空孔(原子空孔)	完全結晶(理想的な結晶)では、結晶格子の格子点に原子が配置している。一方、実材料では格子点に原子が無い部分、すなわち原子空孔が、熱力学的に決まるある一定の割合で含まれることが知られている。原子空孔は、不純物原子の拡散や材料の変形特性を左右する重要な微視構造(点欠陥)の一つである。
	矩形状	2レベルの間を規則的かつ瞬間的に変化する波形の形状を示す。
ぐ	グッドマン線図	金属疲労を受ける部品が、応力の繰返しとともに平均応力も受ける場合に、部品の破壊/非破壊を判断する線図(耐久限度線図)の一種。
け	形状因子	一般的に、様々な物理現象において、計測される物性値が物質の種類等から予想される理論値と合致せず、計測される物体の形状に影響を受ける場合、影響の度合いを表す因子を無次元量である形状因子として取り扱う場合がある。本プロジェクトにおいては、動的粘弾性測定による架橋密度算出に際し、対象となる分子の架橋点となる部分の構造(形状)の影響を形状因子として考慮した理論式を用いたが、同種の架橋構造を持つ試料間の比較となるため、形状の影響は一定であると考え、形状因子を1とした。
	結晶方位[100]	結晶格子が立方格子の場合、立方体の垂直な方向(100)面という。

	用語	定義
	結晶粒界	液体が冷却され、固体になるとき、始めに多数の微小な結晶が形成され、それぞれが別々に成長して多結晶体になる。多結晶体を構成する結晶は隣接する結晶と方向が異なっている。結晶と別の結晶との間に残された不連続な境界面が結晶粒界である。水素脆化は各種トラップサイトと密接に関係しており、結晶粒界もその一つであり、高強度鋼では、水素が侵入すると、結晶粒界に沿った割れを示すことがある。[19],[26]
こ	較正曲線	センサなどを用いて測定したい量を、予めセンサの出力である電圧などの電気信号と関係づけておく曲線。
	光学顕微鏡	試料の可視光による拡大像を観察する装置。
	高強度鋼	通常の鋼よりも強度が高い鋼。「引張強さ690N/mm ² 以上の高強度の鋼材」と定義されている。高い強度を有するものの、水素が影響する「遅れ破壊」に対しては弱い。
	高空間分解能	2次元画像において1画素間の間隔を空間分解能という。間隔が小さいほど高い空間分解能を持つ。SIMS による水素分布の面内分布可視化では高電流密度かつ高空間分解能が必要となる。
	格子	空間的に規則正しい分布をした点の集まりを空間格子という。その各点を格子点とよぶ。[27]
こ	格子欠陥	実際の金属では原子の並び方に種々の乱れが生じている。この原子の並び方の乱れを総称して格子欠陥といい、原子空孔、転位、結晶粒界などがある。格子欠陥は水素をトラップすると考えられており、金属材料に塑性変形等で格子欠陥を多量に導入すると、水素を固溶しやすくなる。[28]
	格子脆化説	Troiano、Orianiらが支持する水素脆化のメカニズム。金属中に侵入した水素が金属原子間の結合力自体を低下させ、脆性破壊が起きやすくなると考える説である。
	公称応力	引張試験や圧縮試験で、試験片にかかる荷重を試験片の断面積で割った値を表し、荷重負荷で生じる変形による断面積の変化は無視される。
	公称応力-ひずみ曲線	応力-ひずみ曲線の応力を公称応力ひずみを、公称ひずみを用いて表示した曲線。
	混合転位	刃状成分とらせん成分の両方を含んだ転位のこと。実材料中の転位は、通常、混合転位として存在する。
さ	3次元解析	立体的な解析を行うこと。

	用語	定義
	最安全き裂進展特性	水素の影響による疲労き裂進展速度の加速の上限値。水素によるき裂進展の加速は、繰返し速度が遅いほど著しいが、き裂進展の加速には上限値が存在する。このき裂進展特性を基にすると、実際の蓄圧器の疲労き裂進展寿命の最安全側評価が可能になる。本プロジェクトでは、水素チャージ材のき裂進展速度の加速の上限は、未チャージ材のき裂進展速度の約 30 倍である。このき裂進展特性は、実際の蓄圧器の安全設計に応用することができる。
	サブグレイン	方位差が小さい亜粒界(サブバウンダリー)を境界とする結晶単位。方位差が大きい粒界(バウンダリー)を有する結晶粒(グレイン)に比べると、生成・消失が容易である。
	サージング(自励振動)	ばねに対してある一定の速度で荷重の負荷・除荷を繰り返すと、ばねの変形がその荷重に追従できず、荷重とは関係なく変形する現象。サージングが発生すると、負荷したい荷重と異なる荷重が生じたことになり、正常な試験ができなくなる。
	サムホイール	SIMS の操作に用いる器具のひとつ。SIMS 装置のパラメータを、画像を見ながら手でホイールを回すことにより、連続可変で調整する器具。
	三軸塑性拘束	切欠き材の切欠き周辺は三方向(丸棒では軸方向、半径方向及び円周方向)が拘束されることにより、三軸応力状態となり、塑性変形が拘束される。
ぎ	残留応力	外部からの負荷が全くない状態で、材料中に存在する応力を残留応力と称する。加工・熱処理等によって生じる。
	残留応力測定	残留応力測定法は物理的方法と機械的方法がある。物理的な方法には X 線法、電気的および磁気的な性質を用いる方法。機械的方法には層除去法、たわみ法、局部ひずみ法などがある。本プロジェクトにおいては、蓄圧器の胴部の残量応力測定はたわみ法を用いた。
し	シアーリップ	引張試験において、試験片表面のせん断破壊域のこと。水素環境中もしくは水素チャージ材では大気中とは異なる破面様相を示し、水素の影響を検討するときの一助となる。
	自然酸化層	材料を大気にさらすと、大気中の酸素によって材料表面の薄い層が酸化する。この層を自然酸化層と称する。
	質量較正(マスキャリブレーション調整)	磁場を計測するホール素子に温度依存性があるため、磁場に対応した質量数を変化させることにより、各元素の信号ピークを較正する調整のことをいう。SIMS の分析の前には必ず行って最大ピーク信号を持つ質量数にする必要がある。

	用語	定義
	斜角超音波探傷	超音波探傷試験方法の一つ。斜角超音波探傷法では超音波を探傷面に対して斜めに送受信する。探傷方法には直射法と1回反射法がある[30]。欠陥からのエコーの大きさは入射角に依存する。欠陥の位置は超音波の入射角と経路から求める[19]。
	シャルピー衝撃試験	材料の靱性を測定するための試験。切り欠けのついた試験片を用いる。両端を支持し、試験片中央の切り欠けと反対側を振り子形のハンマーで打撃して試験片を曲げ破断させる。[12]
	シャルピー遷移温度	シャルピー衝撃試験における試験片の破壊形態が、脆性破壊となる温度領域と延性破壊となる温度領域の間の温度。
	修正 S-N 線図	推定疲労限度に対する破断起点の負荷応力振幅の比と破断繰返し数の関係を示したもの。推定疲労限度は介在物を荷重軸に垂直な面に投影したときの面積やビッカース硬さを用いて求めた値である。[25]
	ショットピーニング	小さな硬球を材料の表面に高速で衝突させることによって材料の表面に圧縮残留応力を発生させ、材料の強度を向上させる方法。
	シリコンウェハー	シリコンは半導体デバイス素材の代表例であるが、単結晶化したシリコンをデバイス加工用に薄板円盤状に輪切りにしたものである。
	シリコンシーラント	一般的にコーキング剤として用いられる防水シール材のうちシリコン系の樹脂を用いたもの。陰極法による水素チャージを行う際に、保護したい部分を被覆するためなどに用いる。
し	真空焼鈍	材料は加工等によって、材料中に残留応力と称される応力が生じる。この残留応力を消去するために、行う熱処理を焼鈍と言う。焼鈍中に材料の表面に発生する酸化を避けるために、真空中で行う焼鈍を真空焼鈍と称する。
	侵入水素	金属中に侵入した水素。
	真破断応力	引張試験などで、試験片にかかる荷重を試験片の初期の断面積で割った値を公称応力と呼ぶ。これに対し、荷重による断面積の変化を考慮し、荷重をその時点の断面積で割った値を真応力と呼ぶ。引張試験に際し、破断時の応力を破断応力と呼び、破断時の真応力、すなわち破断時の荷重を破断時の断面積で割った値を真破断応力と呼ぶ。

	用語	定義
	摺動式	疲労試験は試験片に引張や圧縮、あるいは曲げ、ねじりの繰返し負荷を加える試験である。水素ガス容器内で疲労試験を行う際、疲労荷重を負荷する軸を容器の外部から内部にガスが漏れないように貫通する必要がある。このときピストンと水素ガス漏洩防止用シール材とは互いに接触しながらすべることとなり、このような形式を摺動式という。完全に漏洩を防ぐことは難しい。シール材が摩耗するので決まった間隔でシール材の交換が必要である。
	伸線パーライト鋼	鉄鋼材料の金属組織であるフェライトとセメンタイトの層状組織に伸線加工を施した鋼のこと。伸線パーライト鋼中の水素存在状態は典型的な2つの状態に分離でき、詳細に調べられている。
	昇温脱離分析	試験片の温度を上げることにより、ある物質を試験片から脱離させる分析手法。水素量を分析する際は、この手法が用いられる。
	昇温脱離分析装置(TDS)	水素等材料内に含有している成分量を測定する装置。真空中で試験片を加熱することにより、その試験片から放出されるガス成分を連続的に測定することにより、含有していた成分量が測定できる。水素を分析対象としたとき、材料内に含有している水素量だけでなく、水素が放出してきた温度域によって、その水素の特性(拡散性等)も把握できる。
	四重極質量分析装置	真空容器内の気体の種類とそれぞれの気体の圧力を分析するための装置。ガス分子をイオン化し、四本の電極ロッド間の電場によって特定のイオンを分離し、特定の気体の圧力を測定する。本プロジェクトでは、この装置を用いた昇温脱離分析により試験片内の水素量を測定している。[30]
じ	樹脂皮膜処理	表面処理の一種で、めっきのかわりに樹脂を用いて材料表面に樹脂被膜を生成すること。
じ	準安定オーステナイト鋼	室温付近でオーステナイト構造を有する鋼であっても、塑性加工を行うことで、マルテンサイト変態する鋼。SUS304 や SUS316 などが含まれる。
	除荷弾性コンプライアンス法	き裂開閉口挙動を測定する手法の一つ。理想的なき裂は引張荷重を加えると口を開き、圧縮荷重を加えると口を閉じる。しかし疲労き裂には、き裂がその先端に形成された塑性域内を進展するために、き裂を閉じさせようとする力が作用しているので、ある程度の引張荷重を負荷しないとき裂先端は開口しない。き裂は開口しているときに進展するため、き裂が開いたり閉じたりする挙動の測定は疲労き裂進展を支配するメカニズム解明のため重要である。

	用語	定義
	人工微小穴	試験片表面にドリルを用いて開けた穴。き裂を発生させやすくしたり、発生する場所を特定したい場合に用いられる。
	靱性	材料の脆性破壊に対する抵抗の高さのこと。破壊力学パラメータの限界値 K_{IC} などで表わされる。この限界値は破壊靱性試験法により求められ、設計、あるいは破損解析などに使用される。また、靱性を比較するために、衝撃値や脆性延性遷移温度(シャルピー遷移温度)が用いられる。[12]
す	水素イオンカウント数	SIMS で検出される二次イオンは1秒あたりのカウント数で表される。一般的に水素の場合、二次イオンは炭素、窒素、酸素と比べて小さい。
	水素ステーション	水素ステーション(Hydrogen Station)。圧縮水素を燃料として使用する車両に固定した容器に圧縮水素を充填するための高圧水素貯蔵水素供給設備。水素源の水素カードル、水素を圧縮する圧縮機、水素を貯蔵する蓄圧器、圧縮水素を燃料電池自動車に充填するディスプレイ等で構成されている。定置式と移動式がある。
	水素カードル	水素カードル(Off-site hydrogen cylinders)。水素ステーション(水素ステーション参照)の主要な構成装置。水素ステーションの水素源。水素ガスの中型の輸送容器としてボンベ(単瓶:シリンダー)を集結したもの。46.7L×10本=467L、充填圧力 14.7MPa が一般的。
	水素拡散	金属中での水素に濃度差があるときに、この差をなくすような水素原子の移動。拡散の速さを規定する量として拡散係数 D を用いる。 D は温度 T によって著しく変化する。
	水素ガス透過率測定装置	水素透過率を測定する装置であり、試料を透過したガスをガスクロマトグラフィーにて定量する。測定法としては差圧法、等圧方がある。
	水素固溶度	固溶体として水素が溶け込む平衡水素濃度をフガシティの平方根で除した値。水素固溶度は温度 T によって著しく変化する。
す	水素脆化	材料中に侵入した水素によって、引張強度、伸び、絞り、あるいは疲労強度などが低下する現象。水素脆化のメカニズムは、格子脆化説や局所変形助長説などさまざまな説があるが、未だ一致した結論は得られていない。[32]
	水素チャージ材	試験片に水素を導入(チャージ)したもの。水素は材料内を水素拡散速度で移動するため、材料内部に水素が満たされるまでにある時間が必要となる。水素チャージすることにより、材料内部の水素の影響を検討することができる。

	用語	定義
	水素吸蔵	水素が金属の中へ入り込む現象。高圧水素ガス環境で使用される材料には水素が侵入する。材料強度評価を行う際、材料の水素環境中での長期使用等を考慮して、加速試験的に材料に高濃度の水素を侵入させることを指すこともある。
	水素吸蔵合金	水素の貯蔵・利用を目的に、可逆的に高密度の水素を蓄えることと放出することができるように成分を調整した金属。
	水素チャージ	水素脆化を評価するために、試験片中に水素を侵入させること。その方法は、浸漬チャージ、電解チャージ、水素ガス曝露などがある。
	水素チャンバー	試験片を水素曝露するために使用する容器。本プロジェクトで水素ガス中で曝露した試験片は全て水素チャンバー中で曝露されている。
	水素助長局所塑性変形(HELP)理論	水素が局所的な塑性変形を助長するという理論(局所変形助長説)。H.K.Birnbaum、P. Sofronis らが提案した。本プロジェクトで示す実験結果は HELP 理論で説明できることから、水素が材料の特性に及ぼす影響は格子脆化説ではなく、水素によって局所的な塑性変形が助長されて起こるものと考えられることができる。[31]
	水素助長疲労き裂継続前進機構	水素による疲労き裂進展加速のメカニズムを示した水素助長疲労き裂継続前進機構(Hydrogen Enhanced Successive Fatigue Crack Growth、HESFCG)のこと。疲労試験の繰返し速度が遅く、き裂先端に水素が十分に集まる時間がある場合、き裂先端の狭い領域において、低応力ですべりが局所的に起こる。そのため、水素チャージ材のき裂先端では負荷の増加につれて短いすべりが次々と起こるため、未チャージ材と比べてき裂はほとんど開口せずに前方へと進展していく。その結果、低炭素鋼および低合金鋼の水素チャージ材のき裂進展速度は未チャージ材の 10~30 倍に加速すると考えられる。[5]
	水素侵入メカニズム	水素の材料中における分布状態などのメカニズム。
す	水素ドーブ	イオン注入装置によって水素原子を試料に高エネルギーで打ち込むこと。シリコン単結晶に水素ドーブした場合、ある深さに濃度ピークを持つため、水素ドーブしたシリコン単結晶は SIMS における深さ方向分析の標準試料として用いられる。
	水素トラップサイト	介在物や格子欠陥など、水素を捕獲するトラップとして働く結晶中の場所。[32]
	水素昇温脱離	高圧ガスに曝露するなどの方法により試験片に吸蔵した水素を、試験片を加熱するなどの方法により脱離させること。

	用語	定義
	水素暴露試験機	材料を水素に曝し(暴露し)、材料中に水素をチャージすることを目的とする試験機。
	水素未曝露材	試験片に水素をチャージしなかったもの。水素ガス中で試験を行う場合でも、試験片内部に水素が存在するか(水素チャージ材)、存在しないか(水素未曝露材)によって強度特性は異なると考えられる。
	水素マイクロプリント法	金属材料中から放出される拡散性水素を可視化する手法の一つ。試料表面に塗布した乳剤膜に含まれる臭化銀粒子(直径約 0.1 μ m)が、放出水素により還元されて銀粒子になることを利用する。試料表面に生じた銀粒子の位置と量が、それぞれ水素の放出位置と放出量に対応する。1980 年代にアルゼンチンで開発された。
	水素溶解エンタルピー	金属中の水素の溶解のしやすさをエネルギーで表したもので、負で大きい値をとる金属ほど水素を吸収しやすい。
	垂直超音波探傷	超音波探傷試験方法の一つ。超音波(縦波)を検査表面に対して垂直に送受信させる方法。健全部では底面のエコーだけが受信されるが、欠陥が存在すると底面の他に欠陥からのエコーが観察される[18]。これらのエコーの到達時間から、欠陥の位置評価を行う。
	推定疲労限度 σ_w	推定疲労限度 s_w は、初期欠陥の主応力方向への投影面積の平方根(\sqrt{area})と、材料のビッカース硬さ(Hv)とを用いて次の村上の式[25]からもとめることができる。 [表面の微小欠陥、き裂、介在物に対する疲労限度評価式] $s_w=1.43(Hv+120)/(\sqrt{area})^{1/6}$ [表面に接するような微小欠陥、き裂、介在物に対する疲労限度評価式] $s_w=1.41(Hv+120)/(\sqrt{area})^{1/6}$ [内部の微小欠陥、き裂、介在物に対する疲労限度評価式] $s_w=1.56(Hv+120)/(\sqrt{area})^{1/6}$ ここで、 s_w : , Hv : kgf/mm ² , \sqrt{area} : μ m
す	ステンレス鋼	ステンレス鋼 は、耐食性を向上させるためにクロムを含ませた合金鋼である。鉄に約 10.5%以上のクロムを含ませた合金を指し、しばしばニッケルも含ませる。[17],[19],[33]
	ストライエーション	疲労破面に形成される縞状の破面形態。

	用語	定義
	ストレッチ・ゾーン	疲労試験後に過大荷重を1回だけ負荷した際にみられる破面領域。疲労破面に対して無特徴な帯状の破面領域となる。疲労破面は繰返し荷重の負荷により、引張荷重負荷によるき裂開口および荷重除荷によるき裂開口の影響を受けている。一方、ストレッチゾーン形成は過大荷重を1度だけ負荷して行うため、ストレッチ・ゾーンでは引張荷重負荷によるき裂開口の影響のみをみることができる。水素チャージ材および未チャージ材のストレッチ・ゾーンの幅はほぼ等しいが、水素チャージ材のストレッチ・ゾーン破面がき裂進展方向になす角度は未チャージ材よりも小さい。これは、水素チャージ材のき裂は未チャージ材に比べてほとんど開口しないことを示している。また、同じき裂長さおよび荷重で比較すると、未チャージ材のき裂進展速度はストレッチ・ゾーンの約1/10になるが、水素チャージ材ではほぼ等しくなる。[34]
	ストレッチ・ゾーン形成試験	ストレッチ・ゾーンを形成する試験のこと。疲労試験後に過大荷重を1回だけ負荷し、その後、荷重除荷によってき裂先端の変形をおこさないように高応力比で疲労試験を行う。
	スパッタリング	高電圧により元素をイオン化し、対象物に衝突させること。目的は種々で、膜を形成する場合もあれば、SIMSのように表面の元素を除去する場合もある。
	スパッタ率	1個の原子を固体試料にぶつけたときに試料からスパッタリング現象によって放出される原子の個数をいう。スパッタ率は1次イオンの入射角依存性を持っており、き裂部では平面と異なるスパッタ率となるため、水素濃度が一定でも異なる信号分布となる。
	すべり変形	原子面のすべりによって変形が進むこと。
	すべり面分離	すべりにより新生面ができること。大気中や不活性環境中では、疲労き裂もその先端において、すべり面分離による新生面が累積することによって伝ばする。つまり延性過程である。
	スループット	一定期間内に処理できる量
せ	静水圧	三つの垂直応力の平均で定義される応力。一般的には負の値が用いられるが、本プロジェクトでは正の値のものも静水圧と言っている。静水圧応力の働く場所に水素が集まる。[12]
せ	積層欠陥エネルギー	ある一つの原子面がもう一つの原子面の上に順序が狂って積み重なることによる界面欠陥を積層欠陥というが、その単位面積あたりのエネルギー。

	用語	定義
	静的荷重	荷重を負荷したままの時の荷重もしくはゆっくり荷重を負荷したときの荷重。水素が材料内をある速度で移動するため、荷重負荷速度が遅い場合、水素がき裂先端に集まりやすく、その影響が顕著に表れる。
	セメンタイト	鉄と炭素の化合物。化学式は Fe_3C で示される。鉄鋼材料においてパーライト組織や焼戻しマルテンサイト組織に現われる化合物である。 [12]
	積層欠陥 (Stacking Fault)	結晶の積層構成が乱れている部分のこと。例えば、面心立方結晶の(111)面の積層構成は…ABCABC…であるが、これが何らかの原因で…ABCACABC…のようになるとき、中央部…CACA…が他とは異なる配列となっており、この部分を積層欠陥と呼ぶ。
	積層欠陥エネルギー (Stacking Fault Energy、SFE)	積層欠陥を含む結晶は、理想配列とは異なるため、エネルギー的に高い状態にある。理想結晶と積層欠陥を含む結晶のエネルギー差を単位面積あたりの量として表したものを積層欠陥エネルギーと呼ぶ。この値が高いほど交差すべりが起こりやすい。水素が存在すると SFE が低下し、交差すべりが起こりにくくなった結果、すべりが平面的になるという主張がある。
	せん断破壊域	破壊試験の際に、せん断破壊を生じた領域のこと。引張試験の場合、せん断変形により試験片表面近くに生じる。水素環境中もしくは水素チャージ材では、大気中とは異なる破面様相を示し、水素の影響を検討する時の一助となる。
	潜在水素	製造段階(特に溶接時)に侵入した水素。実験的に水素チャージしたことによって侵入する水素と区別するために、潜在水素と名付けた。
ぜ	脆性延性遷移温度 BDTT	”シャルピー遷移温度”を参照。
	脆性ストライエーション	破面に現れる様相のひとつ。延性ストライエーションと類似の縞模様であるが、リバーパターンを伴うような脆性的破面にリバーパターンに直交するように現れる。硬い材料や腐食性環境での破面で多く見られる。破面は平坦であり塑性変形を伴っていない。水素ガス中疲労の擬へき開破面上でも観察される。
	ぜい性的な破面	鉄鋼材料が低温下、腐食環境下等で、脆性破壊した際には、へき開・粒界・擬へき開破面などが観察される。本事業では、擬へき開破面をさして用いている。
ぜ	絶対圧	絶対真空を基準に表した圧力。ゲージ圧に大気圧を加えたもの。
	全ひずみ幅	疲労負荷一サイクルにおける最大ひずみと最小ひずみの差

	用語	定義
そ	走査型電子顕微鏡	SEM(Scanning Electron Microscope) 電子銃から電子ビームを対象物に照射し、対象物から放射される二次電子を検出することで対象物を観察する。光学顕微鏡と比較して焦点深度が深く、広範囲に焦点の合った立体的な像を得る事ができる。実体顕微鏡に比べて高倍率での観察が可能。 本プロジェクトでは、SCM435 鋼の水素チャージ材の疲労破面に特徴的なファセットを観察した。応力拡大係数幅 ΔK とファセット率 f との関係を調べることで、ファセット形成とき裂進展速度の加速との関係を調べた。
	走査型レーザー顕微鏡	光学顕微鏡の一種である。光源として波長の短いレーザーを用いる。小さく絞ったレーザー光スポットで試料を走査し、反射光を検出することによって、高解像度の光学像を得る。共焦点光学系とすることにより立体的な像が構築しやすくなる。
	塑性域	材料中の塑性変形を生じている領域。原子の配列が乱れていることにより、水素が移動しやすい領域であると考えられている。
	塑性ひずみ幅	疲労一サイクル中の塑性ひずみの変化幅。これに弾性ひずみの変化幅を加えたものが全ひずみ幅である。
	塑性変形	材料にある大きさ以上の荷重を負荷すると、荷重を取り去っても材料には変形が残る。この変形のことを塑性変形という。金属材料を原子レベルで観察すると、塑性変形では金属原子の配置が少しずつずれていく現象が見られる。金属原子が少しずつずれる際に水素が一緒に移動したり、水素が入り込む欠陥(転位)ができたりするといわれている。
	塑性変形抵抗	塑性変形を生じることに対する抵抗。
	粗大すべり帯	すべりの一形態。太く、広い間隔で並んだすべり帯で、もっとも普通に見られる。
た	大気中焼鈍	材料は加工等によって、材料中に残留応力と称される応力が生じる。この残留応力を消去するために行う熱処理を焼鈍と言い、大気中で行う焼鈍を大気中焼鈍と称する。
	多段荷重	変動荷重の一種。荷重が階段状に変化するものをいう。
	タッピングモード	原子間力顕微鏡の測定モードの一つである。カンチレバーを振動させながら、試料表面を走査して、表面形状を測定する。接触させる(コンタクト)モードよりも弱い力で試料表面をなぞることから、特に試料やプローブ先端を損傷させたくない場合に利用される。[22]

	用語	定義
た	たわみ法	残留応力測定法の一つ。試料の一部に切り込み(スリット)を導入し、この切り込み部のたわみ量を測定する。たわみ量から残留応力を求める[35]。蓄圧器の胴部の残量応力はたわみ法で求めた。
	タンゲル	転位のもつれ(タンゲル)を指す。
	単結晶シリコン	原子が整然と整列しており、すべての結晶軸が同じ方向を向いているシリコンの結晶。
	炭素鋼	Feと少量のCを基本の成分とした合金。いわゆる鋼。FeとC以外の元素が多く含まれると合金鋼と呼ばれる。材料中の炭素含有量は0.02～約2%。少量のけい素、マンガン、りん、硫黄などを含むのが普通である。便宜上、炭素含有量により低炭素鋼、中炭素鋼、高炭素鋼に分類される。水素ガスパイプラインの候補材料として、低炭素鋼が注目されている。その理由は低炭素鋼配管SGPはすでに天然ガスパイプラインとして使用されており、ステンレス鋼よりも安価であるためである。低炭素鋼は主にフェライト(BCC構造の組織)およびパーライト(フェライトとセメンタイト Fe_3C の層状組織)の組織からなる。 [36],[37]
だ	第二相界面	母相中に存在する別の相を第二相といい、第二相と母相の境界部を第二相界面と称する。第二相界面も結晶粒界と同様に、材料の巨視的な性質を大きく左右する重要な微視的構造の一つである。
	第二相粒子	金属材料は二種類以上の異なる相を含む複相材料であることが多く、第二相粒子とは母相の成分組成とは異なる組成の粒子のことである。本プロジェクトで用いた炭素鋼においては、第二相粒子であるが、デンプル形式の起点となっている。
	弾性変形	弾性とは、力を加えると変形するが、除荷すれば元の寸法に戻る性質。弾性を示す範囲の変形を弾性変形という[19]。
	弾塑性破壊靱性試験	塑性域の大きさが小規模降伏条件を満たさないほど大きくなった場合(応力拡大係数Kで支配される弾性特異応力場よりも塑性域が大きくなった場合)、き裂先端の応力場は弾塑性状態を考慮する必要がある。このような大規模降伏状態で不安定破壊(荷重の増加なしにき裂が進展する現象)が始まるような破壊じん性を求める試験のこと。疲労試験でき裂を進展させた後、過大引張荷重を負荷して行う。 [34],[37]
	弾塑性破壊力学クライテリオン	き裂先端における応力場(特異応力場)を代表するパラメーターとしてJ積分を用いて、材料の破壊条件(クライテリオン)を記述したものをこのように称する。

	用語	定義
だ	断面2次モーメント	断面2次モーメント(Moment of Inertia)。曲げに対する抵抗の大きさを表す[38]。
ち	蓄圧器	蓄圧器(High Pressured Storage)。水素ステーション(水素ステーション参照)の主要な構成装置。圧縮機で圧縮した水素ガスを貯蔵する容器。現在、充填圧力は35MPaが一般的。70MPa級の蓄圧器が開発されている。
	超音波探傷	超音波探傷検査(Ultrasonic Inspection)。非破壊検査の一つ。超音波探傷試験はパルス発信機、探触子、受信機、表示部で構成[18]。試験体の表面の探触子から材料内部に超音波を伝搬させ材料中に存在する欠陥から反射された超音波(エコー)を受信し、受信までに要した時間をもとに欠陥の位置の特定を行う。
	超長作動ズームマイクロスコープ	顕微鏡の一種で、焦点距離が非常に長い顕微鏡。一般に、顕微鏡の焦点距離は数mmから十数mm程度と短い。チャンバ内での試験では、カメラから試験片表面までの距離が長くなるため、特殊な顕微鏡が必要となる。
	直線近似	物理現象を、想定されるパラメータとの相関を解明する手法の一つであり、パラメータxに対して $y=ax+b$ の一次関数として近似しすることを言う。
て	低合金鋼	金属に用途にあった性質を得るために別の元素を添加することを合金という。合金元素の総量が5mass%以下の鋼を低合金鋼という。
	定置燃料電池	燃料電池の形態のひとつで、定置型の燃料電池を指す。他には定置しない自動車用燃料電池がある。
	停留き裂	疲労限度に近い応力で疲労試験を行って未破断であった試験片に、微小なき裂が観察される場合がある。この微小なき裂を停留き裂という。このような場合、疲労限度(破壊が生じるか否かの限界の応力振幅)は、疲労き裂の発生ではなくて、一旦発生したき裂が進展するか停留するかによって決定されている。
	転位	金属の変形は特定の面に沿い、かつ特定の方向に沿って金属原子がずれる、いわゆるすべり変形による場合がほとんどである。転位とは、すべった領域とまだすべっていない領域の間に存在する線状の欠陥のことを指す。
	テヌポール	転位を観察するために、試験片を薄片状にするための研磨装置。
で	ディスペンサー	水素ディスペンサー(Hydrogen Dispenser)。水素ステーション(水素ステーション参照)の主要な構成装置。圧縮水素を燃料電池自動車に充填する装置。

	用語	定義
で	ディメンジョン 3000 形大型ステージ付走査プローブ顕微鏡	デジタルインストルメント社製の原子間力顕微鏡(AFM)の製品名である。大型ステージが付いているために、引張試験片などの大きな寸法の試験片表面の観察に適している。[22]
	デンプル	延性破面の形態の一種。試験した材料内に存在する介在物等を起点として、介在物と母材金属とがはく離することにより生じる。水素環境中もしくは水素チャージ材では大気中とは異なる破面様相を示し、水素の影響を検討する時の一助となる。
	デフレクタ値	イオンビームの軌道を補正するための偏向板の電圧値。
	データバンド	データの存在する範囲。疲労寿命などのばらつきを有するデータを1本の曲線で表すと、ばらつきが考慮できない場合があるので、ある幅をもってデータを表すことがある。
	電解チャージ法	一定温度の電解溶液中に一定電流を流し、対象材料である陰極に水素を浸入させる方法。[32]
	電解研磨	電解研磨は、電気化学的に行う研磨である。物理的な力を受けないため残留応力は発生せず、加工に伴う変質層を生じることもない。[12]
	電気油圧サーボ式	試験機の種類で、動力源に油圧を使用することにより、高速(～100Hz)で変動する大きな力を発生させることができる。また、その力の制御(油圧切替バルブの制御)を電氣的に行う。
	伝ば機構	疲労き裂が進展する(伸びる)メカニズム。水素によって疲労き裂の進展する速度が上昇するメカニズムを明らかにすることにより、材料の疲労強度に及ぼす水素の影響を明らかにすることは本プロジェクトの目的の一つである。
で	飛び量	ナノインデンテーションにおける押し込み力(F)－押し込み深さ(δ)曲線において、pop-in 押し込み力での押し込み深さの不連続部の長さ。
と	トラップ	一時的な吸着あるいは捕獲を表す用語であるが、本プロジェクトでは材料に侵入した水素が転位などの欠陥に一時的に捕獲される現象を表す。
	トラップサイト	材料中において水素が吸着される場所。材料の強度は吸着された水素によってより大きな水素の影響を受ける。
	トリチウムオートラジオグラフィ	トリチウムから発生する放射線を利用した水素の可視化手法の1つである。可視化される元素はトリチウムである。[39]

	用語	定義
	トレーサー	物質の挙動を知るために添加する元素のこと。水素脆化の研究においては、金属中の格子欠陥量を調べるため、水素を使って調べることが可能である。
な	ナイトール	硝酸とエタノールの混合溶液。金属の表面を腐食(エッチング)して金属の組織の観察や検査を容易にする際に用いられる腐食液。炭素鋼によく使われる。
	内部固溶水素	材料内に含まれる水素。強度に影響を及ぼす水素として、材料内部に存在する水素と環境中に存在する水素であり、その影響は異なると考えられている。
	内部転位組織	転位を観察するためには、試験片を薄片状にして、高エネルギーの電子を透過させ、転位の影を映し出す透過型電子顕微鏡(TEM)が使用される。観察される転位は、試験片の内部情報であることから、内部転位組織という言い方がされる。
	ナノ・メゾスケール	ナノスケールは、1ナノメートル(10億分の1メートル)から0.1(サブ)マイクロメートル(1000万分の1メートル)である。一方、メゾスケールは1マイクロメートル(100万分の1メートル)から0.1(サブ)ミリメートル(1万分の1メートル)のスケールを指す。したがって、ナノ・メゾスケールとは、10億分の1メートルから1万分の1メートルの領域である。
に	2次イオン質量分析法	数百 eV~20keV のエネルギーを有する細束イオンビームを試料表面に照射し、スパッタ現象に伴い二次的に放出される試料の構成元素による二次イオンを質量分析装置にかけて、元素または化合物の同定および濃度の測定を行う分析法。水素の分布を三次元的にマッピングすることもできる。[19],[30]
	二次元弾性有限要素法応力解析	有限要素法とは、連続関数を区分的に連続な有限個の関数で近似する方法であり、材料強度の分野では複雑形状の物体の応力やき裂のK値を求める際などにコンピュータを用いて行う数値計算法の一種である。部品や試験片の応力などを求める際、応力状態を考慮すると、必ずしも立体形状を用いる必要はなく、より簡単に実施できる平面形状(二次元)で解析を行う場合が多い。また材料の塑性変形を考慮すると解析が複雑になるので、弾性状態で解析を行う場合も多い。
	二次粒子	一次粒子が凝集して形成された粒子であり、見かけの粒子径は大きくなる。

	用語	定義
ぬ	ヌープ圧子	ダイヤモンド製の菱形の四角錘の圧子で、試料に圧痕をつけるために用いられる。菱形の鋭角の頂点には応力が集中し、き裂が進展する。本事業では水素ドーピング単結晶シリコンにヌープ圧子により模擬き裂を形成することで、き裂部における SIMS 分析の手法を開発した。
の	ノギス	長さを精密に測定するための道具。本プロジェクトでは、試験片の肉厚、き裂長さなどを測定するために使用した。
は	破壊駆動力	き裂の成長を引き起こす原因となる力学量の総称。応力拡大係数、J 積分、エネルギー解放率などがある。弾性体について考える場合、構造物の形状および負荷条件によって一意に決まる。
	破壊力学クライテリオン	き裂先端における応力場(特異応力場)を代表するパラメーターである応力拡大係数を用いて、材料の破壊条件(クライテリオン)を記述したものをこのように称する。Griffith によって導入された。
	刃状成分	結晶内部のある平面のすべりの起きた領域と、まだ起きない領域との境界として現れる線状の不整を転位というが、転位ループにおいてそのバーガースベクトルが転位線ベクトルと垂直になっている成分。[9]
	刃状転位	転位線とバーガースベクトルが垂直な転位のこと。固定されたすべり面上のみ運動することができる。
	発光分光分析法	発光分光分析方法(Emission Spectro-Photometric Analysis)。放電等により試料の表面を気化させ、そのとき放たれた光を分光器で輝線スペクトルに分光し、その波長から組成を、その強度から含有量を分析する[40]。発光分光分析は、多数の元素の分析を一度に行うことができる。
	ハッチング	網掛け。グラフや図面などで強調したり区別したい領域などに引く斜線群。
	破面遷移温度 FATT	“シャルピー遷移温度”と同義。
ば	バーガースベクトル	転位の移動によって生じるすべりをベクトルで表わしたものをバーガースベクトルという。バーガースベクトルの大きさは、結晶構造で決まり、一般に最密方向の原子間距離と等しく、方向は最密方向と決まっている(“最密方向”参照)。Frank によって定義された。[27]
	バイス	万力のこと。本プロジェクトでは発信器および受信器を固定するために用いた。
	バリエーション数	マルテンサイト変態により一つの母相結晶内に生じる結晶学的に等価で方位の異なる結晶の数。[7]
	バルク	試験片など物体の全体、マクロな挙動やマクロな特性を意味する。

	用語	定義
	バルブ	流体の流れの方向、圧力、流量を制限する機器の総称。[12]
	パーライト	顕微鏡的に薄い層状のセメンタイトとフェライトが交互に並んだ組織。鋼組織の一つ。
ば	パルス状	短時間の間に急峻に変化する(通常単発の)信号の総称をパルスといい、本プロジェクトでは、電気信号としてファンクションジェネレータにより生成した一定の幅を持った矩形波の形状を示す。
	パルス幅	ファンクションジェネレータにより発生された矩形波の幅を表す。
ひ	非拡散性水素	拡散性水素と比較して、極めて拡散速度が遅いとされている水素。一般的には、室温大気中で拡散しない状態にある水素を指す。
	ひずみゲージ	材料が荷重を受けた際に生じるひずみを測定するセンサーの一種。弾性変形の範囲では、応力がひずみに比例する関係を利用して、応力や荷重の測定にも応用される。電気抵抗が被測定体の長さや断面積によって変化することを利用する。被測定物に電極のついた金属箔を接着しひずみを加えると、材料の変形にともなって金属箔も変形して長さや断面積が変化する。よって金属箔の抵抗が変化するので、抵抗の測定からひずみが分かる。
	ひずみレベル依存性	材料の強度特性は、負荷するひずみの大きさによって変化する場合がある。これをひずみレベル依存性と称する。本事業では、き裂進展速度(一回の負荷でき裂が伸びる量)のひずみレベル依存性を検討している。
	引張圧縮荷重形式	疲労試験の際に、試験片に荷重を負荷する形式の一つ。試験片を軸方向に引張ったり、圧縮したりする負荷形式。他には、曲げ、回転曲げ、ねじりなどの負荷形式がある。
	非破壊検査	非破壊検査(Non-Destructive Inspection)。機械や構造物の健全性の評価、信頼性を保証するため、製品を破壊したり、傷つけることなく、内部や表面の状態を調べ、機械や構造物の健全性を評価すること[41]。放射線、超音波による検査のほか磁粉探傷法、浸透探傷法、電位差法などがある。
	被覆アーク溶接継ぎ手	被覆アーク溶接によって接合した部分。溶接金属、HAZ、母材で構成される。被覆アーク溶接はもっとも一般的で、手動で行われる溶接である。
	引張強度特性	引張試験によって得られる強度特性。公称応力-ひずみ曲線で最大の強度。引張強度特性にも水素が影響及ぼすため、その影響を検討する必要がある。
	表面き裂進展	試験片表面からき2次元裂が発生し、進展すること。

	用語	定義
ひ	疲労き裂	材料に対して荷重負荷を繰返すと、その負荷が一回の負荷で破壊する程度以下の負荷であっても、繰返しによって材料は破壊する。破壊を生じるまでに、材料中に微小なき裂が発生・進展し最終的に破壊する。この現象を金属疲労と称し、金属疲労の原因となるき裂を疲労き裂と称する。
	疲労き裂先端	繰返し荷重下で発生した疲労き裂部の先端のこと。 本プロジェクトでは、水素によって疲労き裂先端のすべり帯の挙動が異なることを見出した。
	疲労寿命の予測	部材の破壊までの寿命(疲労寿命)を疲労試験を実施せずに予測すること。本プロジェクトでは、水素ステーションで使用した蓄圧器の残存寿命を予測するために適用した。
び	ビーム電流値	イオンビーム電流値の略。
	ビッカース硬さ	材料の重要な基本的性質の一つである硬さを測定する際に、ビッカース硬さ試験法によって測定された値。正四角錐のダイヤモンドを一定の荷重で材料に押し付けてできたへこみ(圧痕)の寸法から硬さを計算する。
	ビッカース硬度	材料の硬さの指標の一種で、ビッカース硬度計を用いて測定した時の値。
	ビッカース圧痕	材料の硬さの一つに「ビッカース硬さ」がある。材料表面に四角錐の先端を所定の荷重で押しつけ、除荷した後に残ったくぼみの大きさで硬さを定義する。このくぼみをビッカース圧痕と称する。
ふ	ファセット	Facet。小さい面。通常細かい模様のある疲労破面などで、模様のない滑らかな結晶粒程度の大きさ(数ミクロン～数十ミクロン)の面を指す。
	ファンクションジェネレータ	正弦波や矩形波など様々な波形を発生させる装置。
	フィッシュアイ	金属中の非金属介在物(一例としてアルミナなど)を起点として疲労破壊が発生する場合には、疲労破面上に非金属介在物を中心として同心円状の模様が見られ、魚の目に例えられることから、フィッシュアイと呼ばれる。

	用語	定義
ふ	フェーズドアレイ	フェーズドアレイ(Ultrasonic Phased Array)法。非破壊検査の超音波探傷試験方法の一つ。フェーズドアレイ法では微小な超音波振動子を多数配列したアレイ探触子から、タイミングを変えて発振した超音波を合した主ビームを、特定の方向に発振および所定の深さに収束できる。複数の方向からの探傷結果を画像処理することで、複雑な形状部や擬似エコーが存在する場合でも欠陥の寸法評価が行える[18]。本プロジェクトでは、蓄圧器の鏡部の非破壊検査に用い、蓄圧器内面に存在する欠陥の評価を行った。
	フェライト系	鉄鋼材料の分類の一つである。鉄原子の結晶配置が体心立方(Body-Centered Cubic: BCC)構造を有するもの。
	フェライトパーライト組織	炭素鋼を加熱した後、ゆっくりと冷却したときにできる金属組織。硬度は比較的低い。フェライトは α 鉄の他元素の固溶体、パーライトはフェライトとセメンタイトの層状組織。鋼は焼入れ、焼戻し、焼鈍、焼ならしなどの熱処理によって金属組織を変化させることでいろいろな性質が得られる。低合金鋼においては水素の影響を受けにくい金属組織。
	複合材料	異なる材料を組み合わせることで単一の材料では発現できない特性を付与した材料の総称。母材(マトリックス)に強化材として微粒子や繊維を複合させるのが一般的である。
	フラクトグラフィ	試験片の破断した面に残された幾何学模様の特徴や寸法を肉眼や顕微鏡で観察し、破壊メカニズムを研究する方法のこと。本プロジェクトでは、例えば走査型電子顕微鏡などを用いて破断面の形を観察し、水素の影響による破面形態の違いを見出している。[12]
	雰囲気(転位による)	結晶中の刃状転位近傍の原子は、正常な格子間隔より狭められたり広がったりして、それぞれ圧縮応力場あるいは引張応力場を形成している。この転位線直下の格子間隔の伸びた部分に溶質原子が入ると、この部分の応力が緩和され、転位のエネルギーは低下し、転位は動きにくくなる。このような作用を転位の固着と呼び、この状態を雰囲気を形成しているという。

	用語	定義
ふ	フレッティング疲労	機械はいくつかの部品が組立てられて構成されている。組立に際して、はめ合いやボルト締結などが用いられた場合、組み立てられて互いに接触する部品は荷重の変動があると相対的に数ミクロン程度の微小なすべりを生じる。この微小な繰返し相対すべりをフレッティングという。フレッティングでは互いにこすられる部品の表面に強い摩擦力が作用するので微細な疲労き裂が発生する。フレッティングによる微小き裂は欠陥として作用するので、機械の組立部の疲労強度は材料単体の疲労強度に比べて著しく低い。
	フロントゲージ法	除荷弾性コンプライアンス法などを行う際に、ひずみゲージを試験片のき裂のある側に貼り付ける方法。試験片のき裂とは反対の面にゲージを貼り付ける方法はバックフェースゲージ法という。
ぶ	ブリッジ形式	フレッティング疲労試験において、試験片は疲労試験片と接触片から構成される。その接触片の形状の1種。フレッティング疲労強度を評価する際に接触面に作用する摩擦力は重要な因子である。センサを貼り付けて摩擦力の測定を行うために、接触面の一部を橋(Bridge)の様にくり抜いた形状の接触片。
ぶ	プライマリー電流値	SIMS において、観察の際に調整するパラメータの一つ。プライマリー電流値を上げることにより高い密度のイオンビームを得ることができ、強くスパッタリングができるようになる。
	プラナーすべり	転位が障害物にあたると、最初のすべり面とは異なる面に交差すべりを起こすか、最初のすべり系とは別のすべり系が活動することになるが、例えば、積層欠陥エネルギーが低いような材料では交差すべりが起こりにくく、すべり系が限定されたすべりの形態をとりやすい。このような材料で起こるすべりの形態をプラナーすべりという。水素が入ると、すべりの形態はプラナーになる傾向があるといわれている。
	プリセット	Cameca 社製 SIMS 装置において、各装置パラメータを調整項目毎に分類してあるウィンドウのことをいう。このウィンドウのパラメータを順序良く調整することにより、効率良く各種調整を行うことができる。
	プリ・ポストプロセッサ	有限要素法を行う際に、計算の前後に行う処理(前にはモデル作成、境界条件付与など、後には結果の表示や整理など)を実行するソフトウェア。
	プリアンプ	観測波形の増幅器。本プロジェクトでは、受信子により計測した波形シグナルを観測装置に入力する前に増幅するために用いた。
	プルロッド	水素ガス中疲労試験機のピストンを延長するように取り付けられた軸。この先端に試験片を取り付ける。

	用語	定義
ぶ	プレーナ(すべり線)	すべりが立体交差を起こさず、平面状に起こっている様子を表す形容詞。水素が存在する場合、積層欠陥エネルギーの低下や刃状成分の安定化によってすべりがプレーナになると報告されている。
	プレスパッタ	本分析に入る前に試料表面の汚れや不純物を除去する目的でスパッタリングすること。SIMS を用いて水素の面内分布を可視化する際、最表面は汚れや不純物が多いため、プレスパッタを行うことが必須となっている。
	プローブ波形	プローブとは計測に際して直接試料に適用して計測信号を発生する素子であり、素子が発生した信号をプローブ波形と呼ぶ。本プロジェクトでは、超音波受信子が受信した試料を透過した後の超音波を電気信号に変換した波形を指す。
	プロジェクションレンズ	SIMS において、2 次イオン像の拡大率や縮小率を調整するためのレンズ。
	プロファイル	グラフおよび図で示した分析結果のこと。
へ	へき開破面	試験片が脆性破壊した際に形成される破断面の模様。
	ヘキサジエン	炭素数6の炭化水素化合物であり、分子式 C_6H_{10} である。炭素炭素二重結合が2カ所含まれるジエンモノマーの一種である。
	変位制御	材料試験機において変位を設定し、その変位になるように試験片を制御すること。カム式試験機の場合、負荷機構の構造により変位が一定に決まっているため、変位制御しかできない。
	変形挙動評価	試験片が初期の形状から変化する挙動の評価。
べ	変形双晶	原子の様な平行移動によって起こる変化で、変形が低温で行われるときや高速変形の場合には、このような変形を伴う。稠密六方晶金属などすべり系の少ないものでは、主要な変形機構となる。[9]
	ベイナイト	ベイナイト(bainite)。オーステナイトを比較的早く冷却したときにえら得られる組織[42]。パーライト生成温度とマルテンサイト生成温度との中間温度範囲で生ずる。ベイナイト組織はパーライト変体温度近くでは羽毛状、マルテンサイト変体温度近くでは針状の組織となる[43]。
	ベローズ	Bellows。気体や液体の配管などにおいて、主に管の軸方向の変位を吸収するために蛇腹状になっており、伸縮可能な部分。水素ガス中疲労試験においては、摺動式シール機構を用いるとシールの寿命や負荷繰返し速度に制限が生じるので、摺動シールを持たない機構として考案された水素ガス封止機構の主要部品。

	用語	定義
ほ	ホール素子	磁気センサーの一種。SIMS において質量数によって信号を分離するために、高感度のホール素子が用いられているが、温度依存性があるため、マグネットの冷却水を一定温度 18℃にして、誤差が少なくなるようにしている。
	放射線透過試験	放射線透過試験(Radiographic Testing)。非破壊検査の一つ。放射性同位元素や X 線を用いて試験体内部の欠陥を検出する検査方法。放射線源とフィルムの間に試験体を配置し、試験体内部の透過写真を撮影する。写真の観察により欠陥の評価を行う[44]。他にマイクロフォーカス X 線、X 線 CT、イメージングプレート(Imaging Plate)などがある[45]。
	飽和磁化	飽和磁化(Saturation Magnetization)。強磁性体の磁化の飽和値。磁性体は磁界の中に置かれるとそれ自身が磁石になる。これを磁化という。磁化は磁界を強くしてもある一定値で飽和する。この値を飽和磁化という[19]。
ぼ	ボイド	金属材料に大きな変形を与えると、非金属介在物などの第二相粒子と母相との間の塑性変形能の差により、界面はく離や第二相粒子の割れが生じ、微小な空洞が形成される。この空洞をボイドと呼ぶ。本プロジェクトでは、水素チャージ材のボイドの成長過程を観察し、水素による延性低下は局所変形助長説で説明できることを主張した。[46]
	妨害イオン	測定対象のイオン種に共存して発生するイオンで測定対象イオンの測定値に誤差を与えるイオン。
ぼ	ポアソン比	弾性変形の範囲において、引張りを加えた時に荷重方向の伸び(ひずみ%)と荷重に直角方向の寸法の縮み(ひずみ%)の比をいう。無次元量である。
ま	マイクロメータヘッド	マイクロメータ(長さを測定する測定具の一種)を他の装置に取り付けられるようにしたもの。本事業においては、ばねの試験においてばねの圧縮距離を測定するために用いた。
	マイナー則	応力振幅が変動する場合の疲労寿命を評価する方法の一種。疲労限度以下の応力は被害に寄与しないと仮定して、疲労限度以上の応力振幅のみに対して評価を行う方法
	マクロフォトセンサ	発光ダイオード(LED)と受光ダイオードからなるセンサで、LED からの光が物体により反射した光を受光ダイオードで受けることにより、測定範囲内における物体の存在を検出する。カム式引張り試験機においてカムの変位の違いを利用すれば、繰返し数の積算ができる。

	用語	定義
	曲げモーメント	部材を曲げようとする偶力。
ま	マスフィルター (質量分離器)	SIMS における、質量数の異なるイオンを分離するための器具。磁場および電場を利用して質量数の異なるイオンの軌道を変化させて分離する。
	マルチスケール解析	FEM 解析のような連続体の仮定を用いずに、材料の微視的な繰返し構造を利用して、繰返し単位の解析を行い、巨視的な材料の挙動に反映させる解析。
	マルテンサイト系	マルテンサイトは、炭素鋼を安定なオーステナイト状態から急冷する事によって得られる非常に硬い層組織である。マルテンサイト組織を有するステンレス鋼をマルテンサイト系ステンレス鋼という。
	マルテンサイト組織	高い強度を得るために行われる鋼の焼入れによって得られる金属組織。鋼や低合金鋼は多くの場合焼入れ焼戻しの熱処理を施して使用されるので、それらの材料で造られた機械部品にはよく見られる金属組織である。水素の影響を受けて疲労強度低下を示す材料の金属組織の一つ。水素の拡散速度が他の金属組織に比べて速い。
	マルテンサイト変態	鉄鋼材料の鉄原子の結晶配置は、高温の温度領域では面心立方 (Face-Centered Cubic; FCC) 構造を有している。それを急冷すると、瞬間的に体心立方 (BCC) 構造に変化するプロセス。オーステナイト系ステンレス鋼などでは、常温で応力を加えることによりマルテンサイトを生じることもある。これを応力誘起マルテンサイト変態とよぶ。ひずみを与えて変態する場合には、ひずみ誘起マルテンサイト変態という。
む	無次元応力拡大係数 F	応力拡大係数 $K = F \sigma \sqrt{\pi a}$ の F はき裂形状や荷重条件によって変化する。この F を無次元化応力拡大係数と呼ぶ。
め	メゾスケール	「メゾレベル」と同義。
	メゾレベル	原子レベル ($1 \times 10^{-10} \text{m}$) とミクロンレベル ($1 \times 10^{-6} \text{m}$) の間。水素脆化のメカニズムを説明するためには、このレベルに着目する必要があるとされている。
や	焼きなまし	鉄や鋼の軟化、結晶組織調整または加工などによる残留応力を除去するための熱処理。熱処理炉で所定の温度まで昇温・保持し、そのまま炉内で徐冷する。
	ヤング率	弾性変形の範囲において、印可された応力に対するひずみの相関を表す係数である。単位は応力と同じ Pa 等の応力と同じ単位を用いる。

	用語	定義
ゆ	油圧サーボ式	疲労試験機の動力に油圧を用い、その制御をサーボ制御で行う方式。サーボ制御はフィードバック制御の一種で、時間と共に変化する目標値に追従して行う制御方式。疲労試験では荷重を厳密にコントロールすることが絶対条件であるので、疲労試験機にとって制御方式は重要な要素である。
	有限要素解析	解析的に解くことが難しい微分方程式の近似解を数値的に得るための方法の一つ。領域全体を小領域(有限要素)に分割し、各小領域の支配方程式を全領域のマトリックス表記にまとめ解くことにより、様々な物理量の分布(応力、温度、濃度など)を計算することができる。
	有限要素法	構造物などの応力状態を有限の要素の分割し、数値計算によって応力状態を近似的に求める方法である。FEM(Finite Element Method)と呼ばれることもある。
よ	予き裂	試験に先立ち、あらかじめ試験片に導入したき裂。機械加工の切欠き等は先端(底)の曲率半径がある程度の大きさを有するため、先端からのき裂の進展と、実際のき裂からの進展挙動が異なり、試験結果が異なる。その影響を避けるために、予き裂を導入する。
	予ひずみ	疲労試験前に予め与えるひずみ。通常塑性変形を与えることを目的とするため、降伏点以上の応力を負荷し、ひずみを与える。
ら	ライナー	高圧水素タンクなどで、水素ガスが外部へ漏れるのを防ぐための内貼り部品である。
	ラスターサイズ	集束した一次イオンビームを走査することにより、試料上の正方形領域がスパッタリングされる。この正方形領域のサイズのことをラスターサイズと呼ぶ。水素のように微弱な信号を大きくするためには1次イオン電流密度を大きくする必要があり、ラスターサイズは小さくすることが求められる。ところが、クレータエッジ効果により、端部分に偽信号が現れるため、最適化する必要がある。
	らせん転位	転位線とバーガースベクトルが平行な転位のこと。他のすべり面上に移って(交差すべりをして)運動することができる。
り	リチウムマイクロプローブ法	リチウムと水素の核反応時に発生するガンマ線を利用した水素の可視化手法の1つである。[47]

	用語	定義
	リバーパターン	リバーパターン(River Pattern)。脆性破面に見られる模様の1種[42]。脆性破面の典型であるへき開破面に見られる川の流れ状模様。リバーパタンからへき開破壊の微視的き裂進展方向がわかる[41]。
り	粒界	通常、金属材料は、多数の結晶粒が集まり構成されている。結晶粒と結晶粒の界面を粒界という
	粒界状破面	材料が破壊した面を電子顕微鏡レベルで観察する際に観察される結晶の粒界が見えているような平らな破面。
	粒界進展機構	疲労き裂が結晶の粒界を進展経路とするメカニズム。
	粒界損傷	結晶の粒界にできた損傷。ここでは、疲労過程で生じた、走査電子顕微鏡で観察可能な程度の微視的欠陥の意で用いた。
	粒界ファセット	結晶粒は多面体状である。き裂が隣り合う結晶粒の界面を進展するとき、破面上にはその一部が露出する。粒界ファセットとは露出した結晶粒界の平坦な面である。
	理論水素侵入量	材料を水素に曝した際に、理論的に試験片に侵入できる水素量。
	理論暴露時間	材料を水素に曝した際に、材料に水素が飽和するまでの時間を Fick の第二法則により求めたもの。材料内の水素量を検討するときの基本となる。
	臨界角	屈折率が大きいところから小さいところに光が入り、全反射が起きる最も小さな入射角を表す。本プロジェクトでは、ATR 計測の際にプリズムと試料の屈折率差から臨界角以上の角度で赤外光を入射させ、全反射が起こっている条件で測定した。
	臨界分解せん断応力	すべりが始まるときの活発なすべり系上に射影された応力。[9]
れ	冷間圧延	材料を常温のまま塑性加工によって棒・板などに引き延ばすこと。[12]
れ	レーザー回折法	粉体にレーザー光を照射し、そこから発せられる回折・散乱光の強度分布から粉体の粒度分布を求める方法であり、粒度分布の計測法として一般的に用いられている。
	レーザーショットピーニング	「ショットピーニング」における硬球衝突の代わりに、レーザー照射によって材料の表面に圧縮残留応力を発生させ、材料の強度を向上させる方法。

	用語	定義
	レプリカ法	試験片表面を直接的に観察できない場合、間接的に観察する方法の一種。プラスチックなどの有機材料を観察面に添付し、表面の凹凸を忠実に転写する。この転写皮膜をレプリカと呼び、レプリカによって試験片表面を間接的に観察する。レプリカは検査結果の保存にも利用される。[23]
	レンズ値	静電レンズの電圧値。
わ	ワイヤーループ法	水素マイクロプリント法において、写真乳剤(臭化銀)の膜を試料に塗布する方法の一つ。金属ワイヤーのループ(輪)で乳剤をすくって作った膜を試料表面に載せることより、薄く均一な乳剤膜を作成できる。

参考文献

- [1] 西川兼康、高田勝、機械工学用語辞典、理工学社、2003)
- [2] 深井有、田中一英、内田祐久、水素と金属-次世代への化学、内田老鶴圃、2002
- [3] 鈴木清一、EBSD 読本、TSL ソリューションズ
- [4] 鉄鋼協会フォーラム「構造材料の強度と破壊」2006/11/15、「へき開破壊のマイクロメカニズムについて」東京大学環境・海洋工学専攻 栗飯原周二、
http://sunshine.naoe.t.u-tokyo.ac.jp/aihara/data_file/20061115_forum.pdf
- [5] 投稿中論文「炭素量 0.08 mass%の配管用炭素鋼鋼管の疲労き裂進展とストレッチゾーンに及ぼす水素の影響(松岡・堤・村上)」より
- [6] Ovejero-Garcia J. Hydrogen microprint technique in the study of hydrogen in steels. J Mater Sci 1985; 20: 2623-2629.
- [7] G. V. Kurdjumov, L. M. Utevskij, R. Y. Entin, 鉄鋼の相変態、西山善次監修、江南和幸訳、(1983)、アグネ技術センター
- [8] <http://www.jsme.or.jp/0306190s.htm>
- [9] 改訂増補版金属用語集、長崎誠三編、(1995)、日本機械学会
- [10] 日本金属学会、T. Angel, J. Iron Steel Inst., 177 (1954), 165
- [11] Safety Standard for Hydrogen and Hydrogen Systems, NASA NSS 1740, 16, (2005)
- [12] 機械工学事典、社団法人日本機械学会、(1997)
- [13] Ilic R, Altstetter C. Prompt ion-induced autoradiography and its application for the determination of deuterium. Nucl Inst Meth 1981; 185: 505-512.

用語集 研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用および加工、温度などの影響による材料強度特性研究」-41

- [14] 二次イオン質量分析法、日本表面科学会編、(1999)、丸善
- [15] 漆原ら、SSRTによる高強度鋼の遅れ破壊評価、R&D 神戸製鋼技報、vol. 52、No.3 (2002)、pp. 57- 61.
- [16] 春名ら、応力腐食割れ感受性評価のための低ひずみ速度試験法 (SSRT) の進展、まてりあ、Vol. 52、No. 4 (1997)、pp. 311- 316.
- [17] 大山正、森田茂、吉武進也、ステンレスのおはなし、日本規格協会、2003
- [18] http://engy-sqr.com/kaisetu/current%20topics/ut_exam.htm
- [19] フリー百科事典『ウィキペディア (Wikipedia) 』、<http://ja.wikipedia.org/wiki/>
- [20] 機械工学用語辞典編集委員会、機械工学用語辞典、(1996)、p. 40、理工学社.
- [21] 平川賢爾、大谷泰夫、遠藤正浩、坂本東男、機械材料学、朝倉書店、2001
- [22] [日本ビーコ株式会社ホームページ:http://www8.veeco.co.jp/products/index.html](http://www8.veeco.co.jp/products/index.html)
- [23] 金属材料総合研究所、金属材料技術用語辞典、日刊工業新聞社、(2000)、p. 82、P487
- [24] トータル・メジャーメント・システム株式会社ホームページ
<http://www.tmsystem.co.jp/solvay/galden001.html>)
- [25] 村上敬宜、金属疲労 微小欠陥と介在物の影響、養賢堂、(1993)
- [26] 金属材料技術用語辞典-第2版 日刊工業新聞 2000
- [27] 幸田成康著、改訂 金属物理学序論、(1990)、コロナ社
- [28] 矢島ら、第2版 若い技術者のための機械・金属材料、(2002)、p. 54、丸善株式会社
- [29] <http://www.hihakikensa.co.jp/ultrasonic/index.html>
- [30] D. Briggs ら、表面分析:SIMS-二次イオン質量分析法の基礎と応用一、(2003)、アグネ承風社.
- [31] Beachem, C. D., A New Model for Hydrogen-Assisted Cracking (Hydrogen “Embrittlement”), Metallurgical Transactions, Vol.3 (1972), pp.437-451.)
- [32] 深井ら、水素と金属、(2002)、内田老鶴圃
- [33] ステンレス鋼便覧 日刊工業新聞社 2004、
- [34] 破壊力学(小林英男・共立出版株式会社
- [35] 中川元 他『材料試験方法』(養賢堂、1973)
- [36] JIS G0203「鉄鋼用語(製品及び品質)」
- [37] 改訂 機械材料学、社団法人 日本材料学会
- [38] 村上敬宜 著 『材料力学』(森北出版、2005)
- [39] Louthan MR Jr, Donovan JA, Caskey GR Jr. Tritium absorption in type 304L stainless steel. Nucl Tech 1975; 26: 192-200.)
- [40] http://www.jfe-holdings.co.jp/rerease/ksc/99_03/hakkou.html
- [41] 機械材料学 日本材料学会
- [42] 金属用語集 日本金属学会
- [43] http://www.jpo.go.jp/shiryuu/s_sonota/map/kagaku09/4/4-8-1.htm

用語集 研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用および加工、温度などの影響による材料強度特性研究」-41

用語集 研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用および加工、温度などの影響による材料強度特性研究」-42

[44] <http://www.kisco-ndt.co.jp/service/service-rt.html>

[45] <http://www.nstr.co.jp/rt.htm>

[46] 改訂 材料強度学、(2006)、p. 55、社団法人 日本材料学会

[47] Adler PN, Schulte RL. Stress-induced hydrogen migration in b-phase titanium. Scr Metall 1978; 12: 669-672.)

用語集 研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」-1

	用語	定義
A	AFM	原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope: AFM) の略称。試料表面をカンチレバー先端のチップで走査し、その間に発生する原子間力を制御して像映する。
	ATR アタッチメント	ATR とは赤外吸収スペクトル測定法の一つである全反射測定法 (Attenuated Total Reflection) の略称であり、透過法と異なり試料表面近くの情報を得ることが出来る。ATR 法により測定する際に必要となる付加装置を ATR アタッチメントと呼ぶ。試料を屈折率の大きい媒質結晶 (KRS5 や Ge など) に密着させ、入射角を臨界角より大きくとり、試料と ATR 結晶間で全反射が起きるように設定する。全反射が生じるとき、界面で光は試料側に少しだけでもぐりこんで反射される。試料に吸収のある領域では、吸収の強さに応じて反射光のエネルギーが減少する。この反射光を測定することによりスペクトルが得られる。反射回数は 1 回～20 回程度まで種々のものがあるが、本プロジェクトでは媒質結晶 Ge を用い、単反射により測定した。
B	BET 法	試料に吸着占有面積の判った分子を液体窒素温度で吸着させ、その量から試料の比表面積を求める方法である。吸着質としては窒素、クリプトン、ベンゼン、トルエンなどの有機化合物を用いる。単分子層吸着理論である Langmuir 理論を Brunauer、Emmett、Teller らにより多分子層吸着に拡張し、比表面積の計測方法として考案されたことから BET 法と呼ぶ。
F	FKM	ゴム材料の種類を表す記号の一つで、フッ素ゴムを表す。主にフッ化ビニリデンとヘキサフルオロプロペンとの共重合体を指し、耐油性、耐薬品性及び耐熱性に優れている。バイトンゴムなどが市販されている
H	HAF (ASTM N330)	カーボンブラックのグレードの一つである。本プロジェクトではゴム材料の充てん材として使用した。
	Henry の法則	一般的に、溶液において溶質の蒸気圧は溶液中の溶質モル分率に比例する。溶質が気体である場合には、溶液中の気体のモル分率と気相での圧力が比例することを表し、モル分率が十分に小さい範囲ではモル分率は濃度に比例するから、気体の溶解度は圧力に比例すると 言い換えることも出来る。これを Henry の法則という。
J	JIS K 6253	加硫ゴム及び熱可塑性ゴム—引張特性の求め方に関する JIS 規格である。加硫ゴム及び熱可塑性ゴムの引張強さ、切断時伸び、降伏点伸び、及び引張応力を求める方法について規定されている。
M	MHz 領域	百万 Hz 前後の周波数帯域を表す。

用語集 研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」-2

	用語	定義
N	Nipsil VN3	合成シリカの一種であり、東ソー・シリカ株式会社の商品名である。本プロジェクトではゴム材料の充てん材として使用した。
T	tan δ	→動的粘弾性参照。 試料に周期的な変形を与え、その際の応答として発生する応力を計測し、粘性および弾性を評価する手法である。弾性に相当する貯蔵弾性率(E')と粘性に相当する損失弾性率(E''), またエネルギー吸収の指標としてE''とE'の比である損失正接(tan δ)の温度依存性、周波数依存性を測定し、これらにより試料の分子構造に起因するガラス転移などについて情報が得られる。”
	TDA	昇温脱離ガス分析(Thermal Desorption Gas Analysis)。高真空下に置かれた試料を一定速度で加熱させながら、脱離していく化学種による圧力や脱離化学種の量変化を、ガスクロマトグラフィにより定量する脱離ガス分析手法であり、本プロジェクトにおいては水素量の定量に用いた。
X	XDF	Explosive Decompression Failure の略称である。ゴム材料を高圧ガスに曝露した場合、ゴム内部に溶解していたガスが、急激な減圧(Explosive Decompression)を行うことにより内部でガスが気化し、気泡を生成する。これにより破壊(Failure)に至る現象を言う。
あ	アクリロニトリル-ブタジエンゴム(NBR)	ニトリルゴムとも言う。アクリロニトリル(CH ₂ =CH-CN)とブタジエン(CH ₂ =CH-CH=CH ₂)の乳化重合により得られる共重合体をベースとした一般的な合成ゴム材料であり、耐油性が要求される用途などに用いられる。アクリロニトリルの配合量により極高ニトリル～低ニトリルの種々のグレードがある。一般的にアクリロニトリルの含有量が高い極高ニトリルは耐油性が優れ、含有量が低い低ニトリルは低温への耐性が高くなる。
	アルキメデス法	固体の体積を計測する手法で、大気中と水などの媒質中での重量を比較し、媒質中で計測した際に作用する浮力による重量差から体積を計測する手法である。
い	硫黄ラジカル(Snは不要)	ラジカルは、不対電子をもつ原子や分子、あるいはイオンのことを指す。この場合、不対電子を持つ硫黄を硫黄ラジカルと呼ぶ。
	一次粒子	粉体の基本となる最小単位の粒子を表す。
	印加	対象物に対して外部から所要の条件を与えることを表し、例えば電気回路では電源などから対象物に対して電圧や信号を与える事を示す。

	用語	定義
	インピーダンス	インピーダンスは、交流回路における電圧と電流の比である。単位はオーム(表記は[Ω])である。インピーダンスは一般に複素数となり、実部をレジスタンス(resistance)または抵抗成分、虚部をリアクタンス(reactance)と呼ぶ。
え	エチリデン	他の原子と二重結合する炭素に結合する水素のうち一つがメチル基(CH ₃ -)と置換した骨格 CH ₃ -CH=をエチリデンと称する。
	エチレン-プロピレンゴン(EPDM)	エチレン(CH ₂ =CH ₂)とプロピレン(CH ₂ =CH-CH ₃)および架橋点となるモノマーの三元共重合体をベースとした一般的な合成ゴム材料であり、チーグラ-ナツタ触媒を用いた溶液重合法で製造される。低温への耐性や耐久性に優れた、様々な用途に使用されている。耐油性は他のゴム材料に比べ劣っている。
お	オムニシール	水素ガス中疲労試験機において、水素ガス容器に貫通する軸の部分から水素ガス漏洩を生じないように封止をするシール部品。スプリング荷重式の摺動シール。
か	カーボンブラック	工業的に製造された直径 3-500nm 程度の炭素の微粒子の総称であり、粒子径(粒の大きさ)、ストラクチャー(粒子のつながり)、表面性状(官能基)により様々な特性を持つものが生産されている。本プロジェクトではゴム材料の充てん材として使用した。
	架橋密度	ゴムを含む高分子材料の分子は構成単位となる単量体が多数結合した長鎖状の構造である。長鎖状の高分子の間に新たに結合を導入した構造を持つ高分子を特に架橋型高分子と言い、高分子間に導入した結合を架橋点という。架橋型高分子の単位量(重量、体積など)中に存在する架橋点の数を架橋密度と言い、[molg ⁻¹]等の単位を用いる。
	加硫	生ゴムに加硫剤を混合し、ゴム分子間に架橋構造を導入する操作を加硫と呼ぶ。加硫によりゴムの弾性や強度が増す。一般的には加硫剤として硫黄を用いるが、酸化物による架橋反応を行った場合など硫黄を用いないものも加硫と呼んでいる。ゴム材料の加硫の状態は水素の拡散や耐ブリスタ性などへの影響が想定される。
が	カンチレバー	原子間力顕微鏡用の片持ち(カンチ)レバーで、その先端には微小なプローブが付いている。片持ちになっているのは、プローブが付いている反対側で装置に装着するためである。[22]
	外そう法	試験によって得られた数値データから、試験片データの範囲外の数値データを求める方法を外そう法という。本プロジェクトでは、ゴム材料の水素曝露直後の水素量を求めるために使用した。

用語集 研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」-4

	用語	定義
	ガスクロマトグラフィ	充填剤に対する吸着力の差を利用して、気体の定性または定量分析を行う装置。多成分かつ微量成分の分析が可能であり、制度も良い。 [23]
	ガスクロマトグラフ法	試料を加熱し、出てきたガスをキャリアガスで移動させ、カラム内で分離し、分離されたガスを検出器で検出し、ガスの量を測定する方法。本プロジェクトでは水素量を測定したり、金属中の水素トラップ状態を調べたりするために使用している。
き	キャパシタンス	コンデンサーなどの絶縁された導体に電圧を印加した際、単位電圧あたりの蓄えられた電荷量として与えられる。単位はファラド [F] である。ある物体に 1 ボルトの電圧を与えたとき、1 クーロンの電荷を蓄えたならば、その物体の静電容量は 1 ファラドである。静電容量、電気容量とも言う。
	キャリアガス	ガスクロマトグラフィ方式の昇温脱離分析装置を用いて水素量測定を行うときに、装置内に流すガスのこと。Ar ガスを用いている。
	極性基	極性を持った官能基(あるいは原子団)を表す。主に有機化合物に対して用いられる表現である。例えば、NBR 中に含まれるアクリロニトリルのニトリル基は代表的な極性基である。
	極高ニトリル	アクリロニトリル含有量 43%以上のアクリロニトリル-ブタジエンゴムであり、耐油性が優れた材料である。
く	クロブチルゴム	イソブチレンとイソプレンの共重合体をベースとした合成ゴムをブチルゴムと呼び、その一部を塩素化したものをクロブチルゴム(塩素化ブチルゴム)と呼ぶ。気体の透過率が低く、ガスシール性に優れたゴム材料である。
げ	原子間顕微鏡	試料表面と微小針(プローブ)先端に作用する微小な力(原子間力)が常に一定となるように試料表面をなぞること(走査)によって、試料表面の形状を、原子レベルの分解能で測定できる顕微鏡装置である。水平方向に加え、高さ(垂直)方向の情報を得ることができる。走査プローブ顕微鏡の一種である。
こ	孔径	フィルター等に用いられる多孔質体などに存在する微細孔の直径を表す。平均値で表す場合が多い。
	コロイダルシリカ	不定形の二酸化ケイ素(SiO ₂)あるいは二酸化ケイ素水和物であり、粒子径が 10~300nm 程度のものを水に分散させたコロイド溶液を指す。ケイ酸塩に希塩酸を作用させ製造する。Si ウエハなどの仕上げポリッシング用研磨剤として多用されている。本プロジェクトではゴムの充てん剤として用いたシリカの原料の一例として示されている。

用語集 研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」-5

	用語	定義
	コンデンサー	一般的に電極間に誘電体を挟んだ構造となっており、その静電容量により電荷(電気エネルギー)を蓄えたり、放出したりするデバイスである。静電容量の単位はF(ファラド)が使われる。
	高温気相反応	高温かつ気体状態での反応により、原料のガスから目的物を合成する手法であり、合成シリカの製造方法の一種である。
こ	剛性率	印可されたせん断応力に対し、発生するひずみとの相関を表す係数である。単位は応力と同じ Pa 等応力と同じ単位を用いる。
	ゴム領域貯蔵弾性率	粘弾性挙動の温度分散を計測した場合、ガラス転移現象を示すゴムなどの材料において、ガラス転移温度より高温側をゴム状態と称し、ゴム状態における弾性率をゴム領域貯蔵弾性率と呼ぶ。
さ	差圧法	試料の片側に一定圧力の測定ガスを加え、反対側を減圧して試料両面に圧力差をつけ、試験片中を溶解・拡散して透過したガスによって変化する減圧側の圧力増加率から気体透過率を算出する気体透過率の測定方法の一つである。
し	シール	一般的に液体や気体などの流体を貯蔵する容器において、その漏出を防ぐために用いられる部材の総称である。代表的なものに O リングや V パッキン、ライニングなどがあり、本プロジェクトでは特に高圧水素容器の O リングについて研究を進めている。
	周波数特性分析装置	周波数特性分析装置 FRA (Frequency Response Analyzer) は、連続的に変化する周波数の正弦波信号を試料に与え、その周波数応答を計測する装置のことを指し、本プロジェクトでは試料を透過する超音波信号の減衰について周波数を掃引して測定し、超音波信号の減衰の周波数応答を計測した。
じ	ジエチルジチオカルバミン酸亜鉛	報告書中に構造式を示したジチオカルバミン酸系化合物の一種で、ゴムの加硫促進剤として使用される。
	ジエンモノマー	炭素二重結合を2カ所有する化合物をポリマーを構成する単位として用いた場合の一般的な呼称である。本プロジェクトではアクリロニトリルーブタジエンごむのブタジエンがジエンモノマーの範疇に入る。
	ジシクロペンタジエン	環状炭化水素化合物の一種であり、 $C_{10}H_{12}$ である。シクロペンタジエンが二分子結合した構造である。
	ジチオカルバミン酸系	$RR'NC(=S)S-M$ (R, R':アルキル基, M:金属)の構造を持つ化合物の総称。

用語集 研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」-6

	用語	定義
す	水素透過率測定	対象とするガス(この場合水素)が試料を通して透過する量を測定する方法を表す。得られる透過率は、気体の溶解度と拡散速度の積で与えられる。試料にガスが溶けこみ(溶解)材料中を移動(拡散)することを透過と言い、試料への溶けこみやすさを示す溶解度係数と移動のしやすさを指し示す拡散係数の積を言う。
	スチレン-ブタジエンゴム	スチレンと 1,3-ブタジエンとの共重合体をベースとした合成ゴムである。耐熱性、機械強度等に優れた材料であるが、耐寒性や引き裂き強度においては他の汎用ゴムより劣っている。自動車用タイヤなど汎用的に使用されるゴム材料である。
	ステアリン酸	飽和脂肪酸(高級脂肪酸)の一種であり、分子式 $C_{17}H_{35}COOH$ 、IUPAC 名は Octadecanoic acid である。融点 $69.9^{\circ}C$ 、沸点 $376^{\circ}C$ (分解)、比重 0.9 で、CAS 登録番号は 57-11-4 である。本プロジェクトではゴム材料の添加剤として配合されており、加硫促進剤を活性化させる加硫促進助剤として用いられている。
そ	損失正接	→動的粘弾性参照 試料に周期的な変形を与え、その際の応答として発生する応力を計測し、粘性および弾性を評価する手法である。弾性に相当する貯蔵弾性率(E')と粘性に相当する損失弾性率(E'')、またエネルギー吸収の指標として E'' と E' の比である損失正接($\tan \delta$)の温度依存性、周波数依存性を測定し、これらにより試料の分子構造に起因するガラス転移などについて情報が得られる。
た	耐ブリスタ性	高圧ガス中にさらされたゴムや樹脂などの材料が、溶解したガスにより発泡し、破壊される現象をブリスタと呼ぶ。ブリスタ破壊への耐性を耐ブリスタ性と称し、本プロジェクト研究では高圧水素ガスにさらされた場合にブリスタを発生しない耐ブリスタ性に優れた材料の開発を目指している。
ち	チアゾール系	複素環式化合物の一種で、1 位に硫黄、3 位に窒素原子を持つ 5 員環化合物である。全体として芳香族性を持つ。 C_3H_3NS の分子式で表される。これらの誘導体を含め、チアゾール系化合物と称する。
	チウラム系	テトラメチルチウラムジスルフィドに代表される硫黄と窒素からなる化合物の総称。
て	低ニトリル	アクリロニトリル含有量 24%以下のアクリロニトリル-ブタジエンゴムであり、低温への耐性が優れた材料である。

用語集 研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」-7

	用語	定義
	テストフィクスチャ	試料に対して適切な形状で設計、固定された計測素子のセットを示す。本プロジェクトでは板状試料の比誘電率測定に際して、計測素子である電極を平行に設定したテストフィクスチャを用いて測定した。
	テトラメチルチウラムジスルフィド	報告書中に構造式を示したチウラム系化合物の一種で、ゴムの加硫促進剤として使用される。
で	デューティ	ファンクションジェネレータにより発信された2レベルの間を規則的かつ瞬間的に変化する矩形波の低電位側および高電位側の時間の比率
	デュロメータ硬さ	被測定物の表面に圧子(針など)を押し込み変形させ、その変形量(押し込み深さ)を測定し、硬さを評価する方法である。押し込みの際、荷重を与える方法としてスプリングを用いた場合、「デュロメータ硬さ」と呼ぶ。
	電場印加	対象物に対して外部から所要の条件を与えることを表し、この場合、電気回路において、電源などから対象物に対して電圧を与える事を指す。
と	透過係数	均質な膜により隔てられた二つの領域に圧力差(気体分子数の差)がある場合、二つの領域の圧力差が解消されるように均質な膜を透過し、気体分子が移動する。これを気体の透過現象と呼ぶ。透過現象は膜表面に気体分子が吸着、溶解し、膜中を拡散した後に膜から脱着することにより起こる。均質な膜の気体の透過量は二つの領域の気体の圧力差や気体が透過する領域の断面積、時間、厚さに依存する。これらの影響を単位量あたりに換算したものを気体の透過係数と呼び、透過係数=気体の透過量(体積)×膜の厚さ/(圧力差×透過断面積×時間)で定義される。透過係数の IUPAC 推奨の単位は $[\text{kmol}\cdot\text{m}/(\text{s}\cdot\text{m}^2\cdot\text{kPa})]$ である。慣用的に $[\text{cm}^3(\text{STP})\cdot\text{cm}/(\text{s}\cdot\text{cm}^2\cdot\text{cmHg})]$ を使用したものが最も多い。 $[\text{cm}^3(\text{STP})]$ は1気圧、 0°C でのガス体積を表す。 本プロジェクトでは水素透過率測定装置を用い、差圧法(別途説明)によりゴム材料の水素透過係数を計測した。
ど	動的粘弾性	試料に周期的な変形を与え、その際の応答として発生する応力を計測し、粘性および弾性を評価する手法である。弾性に相当する貯蔵弾性率(E')と粘性に相当する損失弾性率(E'')、またエネルギー吸収の指標として E'' と E' の比である損失正接($\tan \delta$)の温度依存性、周波数依存性を測定し、これらにより試料の分子構造に起因するガラス転移などについて情報が得られる。

用語集 研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」-8

	用語	定義
な	ナノインデンテーション法	試料表面にダイヤモンド圧子をナノメートルオーダーの深さで押し込み、そのときの押し込み力と押し込み深さの関係を測定することで、微小領域の弾性・塑性挙動を評価する手法。
の	ノルボルネン	ビシクロ[2.2.1]ヘプタ-2-エンの慣用名。環状炭化水素化合物の一種であり、分子式 C_7H_{10} である。
ひ	比誘電率	誘電率は物質内で電荷と電荷によって与えられる力との関係、電束密度と電場の比例係数にある。単位は F/m である。物質は固有の誘電率をもち、この値は外部から電場を与えたとき物質中の原子または分子の応答(分極)により決まる。誘電率の値を真空の誘電率 ($\epsilon_0 = 8.854 \times 10^{-12}$ F/m) との比として表したものが比誘電率であり、無次元量となる。
び	ビニレン	不飽和炭化水素化合物の単位となる骨格の呼称であり、化学式は $-HC=CH-$ で表される。
ふ	ファイラー	充てん材と同義であり、樹脂やゴム材料などに、強度や各種性質を改良するため添加されるカーボンブラックやシリカなどのことを示す。
	フーリエ変換赤外分光光度計	赤外分光法とは、測定対象の物質に赤外線を照射し、透過(あるいは反射)光を分光することでスペクトルを得て、対象物の特性を知る方法のことをいう。物質に赤外線を照射すると、それを構成している分子が光のエネルギーを吸収し、量子化された振動あるいは回転の状態が変化する。試料を透過(あるいは反射)させた赤外線は、照射した赤外線よりも、分子の運動の状態遷移に使われたエネルギー分だけ小さくなり、この差により分子に吸収されたエネルギー、すなわち試料中の分子の振動・回転の励起に必要なエネルギーを求めることが可能であり、試料の分子構造や状態を知るために使用される。赤外スペクトルを得る装置を赤外分光光度計と呼ぶ。分光に際して干渉計を用い、得られた干渉波形をフーリエ変換(FT)することによりスペクトルに変換する方法を用いたものをフーリエ変換赤外分光光度計と呼び、積算回数を増やすことで SN 比を増やすことが可能である。現在赤外スペクトルの計測にはフーリエ変換赤外分光光度計が一般的に用いられる。
ぶ	ブリスタ発生挙動の解析	高圧ガス中にさらされたゴムや樹脂などの材料が、溶解したガスにより発泡し、破壊される現象をブリスタと呼ぶ。本プロジェクトでは試験片に対し、ガス溶解から発泡、破壊に至る一連の挙動の解明を進めており、ブリスタ発生挙動の解析と呼んでいる。

用語集 研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」-9

	用語	定義
	分子鎖	高分子は、その構成単位である単量体(モノマー)が多数結合して構成されており、単量体が結合して作られている最も長い単量体の連鎖部分を主鎖と呼ぶ。
べ	ベンズチアゾリルジスルフィド	報告書中に構造式を示したチアゾール系化合物の一種で、ゴムの加硫促進剤として使用される。
ぼ	ポリイミド樹脂	比較的強度や電気絶縁性、耐熱性などが高い樹脂の1種。疲労試験では試験片を試験機に取り付ける部分で金属同士が直接接触しないように保護被膜として使用される。
	ポリメチルメタクリレート	メチルメタクリレート(分子式 $\text{CH}_2=\text{C}-\text{CH}_3-\text{COOCH}_3$ 、メタクリル酸メチル)をモノマー単位とする重合体であり、代表的なアクリル樹脂の一つである。透明性に優れ、工学部品や家電品(照明など)に幅広く使われている。
ま	マスターカーブ	動的粘弾性測定は試料に機械的な振動を与えて測定するため、測定可能な周波数範囲が 0.1~100Hz 程度に制限されている。一方、動的粘弾性測定においては、測定周波数と温度の間に「時間-温度換算則」が成り立つ。換算式については種々提案されているが、代表的なものに William, Landel, Ferry により確立された WLF 式がある。この関係を用いて、種々の温度における狭い範囲の動的粘弾性の周波数特性を測定し、粘弾性特性の温度の依存性を周波数の依存性に換算した上で重ね合わせることにより、広い周波数範囲についての一定温度における粘弾性の周波数特性を算出することができる。このようにして作成された動的粘弾性の周波数依存性をマスターカーブと呼んでいる。
め	メチル	飽和炭化水素化合物の基本単位となる骨格の呼称であり、化学式は $-\text{CH}_3$ で表される。
	メチレン	飽和炭化水素化合物の基本単位となる骨格の呼称であり、化学式は $-\text{CH}_2-$ で表される。
	メンブランフィルター	フッ素樹脂やセルロースアセテートで作られた孔径の揃った多孔性の合成高分子膜の総称であり、強度が強い。使用目的に合わせて様々な孔径のものが市販されている。

	用語	定義
ゆ	誘電緩和現象	物質の外部から電界を与えると、内部の原子(あるいは分子)はプラスの電荷に偏った部分と、マイナスの電荷に偏った部分に分かれる。これを電子分極と呼ぶ。電界がかかっている場合分子はランダムな方向を向いているため全体としては電気的雙極子を持たないが、電界を与えると分子が配向するために雙極子が生じる。電界により発生した電子分極が電界を除去した際にもとのランダムな方向を向いた状態に戻る現象を誘電緩和現象と呼ぶ。本プロジェクトではゴム材料の誘電緩和現象を計測することにより分子構造やその運動性に関する知見を売ることを試みた。
ら	ラマン散乱スペクトル測定	ラマン散乱は、物質に光を入射したとき、散乱された光の中に入射された光の波長と異なる波長の光が含まれる現象を言う。試料にレーザー光を照射した際に観測されるラマン散乱光の振動数と入射光の振動数の差(ラマンシフト)は物質の構造に特有の値をとることから、ラマン効果は赤外分光法と同様に分子の構造や状態を知るための分析法である。ラマン散乱と赤外線吸収の選択則は異なるため、赤外分光法とは相補的關係にある。
れ	レーザー変位計	試料にレーザー光を照射し、その反射光を計測することにより反射面の変位を計測する装置。
ろ	ロール混練機	回転速度、回転方向が異なる2本のロールが一定の間隙で平行に設置され、その間隙に混合する試料を投入し、ロール間で発生するずり応力により混練される。生ゴム材料に加硫剤を混合する際に用いられる。

参考文献

- [1] 西川兼康、高田勝、機械工学用語辞典、理工学社、2003)
- [2] 深井有、田中一英、内田祐久、水素と金属-次世代への化学、内田老鶴圃、2002
- [3] 鈴木清一、EBSD 読本、TSL ソリューションズ
- [4] 鉄鋼協会フォーラム「構造材料の強度と破壊」2006/11/15、「へき開破壊のマイクロメカニズムについて」東京大学環境・海洋工学専攻 栗飯原周二、
http://sunshine.naoe.t.u-tokyo.ac.jp/aihara/data_file/20061115_forum.pdf
- [5] 投稿中論文「炭素量 0.08 mass%の配管用炭素鋼鋼管の疲労き裂進展とストレッチゾーンに及ぼす水素の影響(松岡・堤・村上)」より
- [6] Ovejero-Garcia J. Hydrogen microprint technique in the study of hydrogen in steels. J Mater Sci 1985; 20: 2623-2629.

用語集 研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」-11

- [7] G. V. Kurdjumov, L. M. Utevskij, R. Y. Entin, 鉄鋼の相変態、西山善次監修、江南和幸訳、(1983)、アグネ技術センター
- [8] <http://www.jsme.or.jp/0306190s.htm>
- [9] 改訂増補版金属用語集、長崎誠三編、(1995)、日本機械学会
- [10] 日本金属学会、T. Angel, J. Iron Steel Inst., 177 (1954), 165
- [11] Safety Standard for Hydrogen and Hydrogen Systems, NASA NSS 1740, 16, (2005)
- [12] 機械工学事典、社団法人日本機械学会、(1997)
- [13] Ilic R, Altstetter C. Prompt ion-induced autoradiography and its application for the determination of deuterium. Nucl Inst Meth 1981; 185: 505-512.
- [14] 二次イオン質量分析法、日本表面科学会編、(1999)、丸善
- [15] 漆原ら、SSRTによる高強度鋼の遅れ破壊評価、R&D 神戸製鋼技報、vol. 52、No.3 (2002)、pp. 57- 61.
- [16] 春名ら、応力腐食割れ感受性評価のための低ひずみ速度試験法 (SSRT) の進展、まてりあ、Vol. 52、No. 4 (1997)、pp. 311- 316.
- [17] 大山正、森田茂、吉武進也、ステンレスのおはなし、日本規格協会、2003
- [18] http://engy-sqr.com/kaisetu/current%20topics/ut_exam.htm
- [19] フリー百科事典『ウィキペディア (Wikipedia) 』、<http://ja.wikipedia.org/wiki/>
- [20] 機械工学用語辞典編集委員会、機械工学用語辞典、(1996)、p. 40、理工学社。
- [21] 平川賢爾、大谷泰夫、遠藤正浩、坂本東男、機械材料学、朝倉書店、2001
- [22] [日本ビーコ株式会社ホームページ:http://www8.veeco.co.jp/products/index.html](http://www8.veeco.co.jp/products/index.html)
- [23] 金属材料総合研究所、金属材料技術用語辞典、日刊工業新聞社、(2000)、p. 82、P487
- [24] トータル・メジャーメント・システム株式会社ホームページ
<http://www.tmsystem.co.jp/solvay/galden001.html>
- [25] 村上敬宜、金属疲労 微小欠陥と介在物の影響、養賢堂、(1993)
- [26] 金属材料技術用語辞典-第2版 日刊工業新聞 2000
- [27] 幸田成康著、改訂 金属物理学序論、(1990)、コロナ社
- [28] 矢島ら、第2版 若い技術者のための機械・金属材料、(2002)、p. 54、丸善株式会社
- [29] <http://www.hihakikensa.co.jp/ultrasonic/index.html>
- [30] D. Briggsら、表面分析:SIMS-二次イオン質量分析法の基礎と応用-、(2003)、アグネ承風社。
- [31] Beachem, C. D., A New Model for Hydrogen-Assisted Cracking (Hydrogen “Embrittlement”), Metallurgical Transactions, Vol.3 (1972), pp.437-451.)
- [32] 深井ら、水素と金属、(2002)、内田老鶴圃
- [33] ステンレス鋼便覧 日刊工業新聞社 2004、
- [34] 破壊力学(小林英男・共立出版株式会社
- [35] 中川元 他『材料試験方法』(養賢堂、1973)

用語集研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」-11

用語集 研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」-12

[36] JIS G0203「鉄鋼用語(製品及び品質)」

[37] 改訂 機械材料学、社団法人 日本材料学会

[38] 村上敬宜 著 『材料力学』(森北出版、2005)

[39] Louthan MR Jr, Donovan JA, Caskey GR Jr. Tritium absorption in type 304L stainless steel. Nucl Tech 1975; 26: 192-200.)

[40] http://www.jfe-holdings.co.jp/rerease/ksc/99_03/hakkou.html

[41] 機械材料学 日本材料学会

[42] 金属用語集 日本金属学会

[43] <http://www.jpo.go.jp/shiryousonota/map/kagaku09/4/4-8-1.htm>

[44] <http://www.kisco-ndt.co.jp/service/service-rt.html>

[45] <http://www.nstr.co.jp/rt.htm>

[46] 改訂 材料強度学、(2006)、p. 55、社団法人 日本材料学会

[47] Adler PN, Schulte RL. Stress-induced hydrogen migration in b-phase titanium. Scr Metall 1978; 12: 669-672.)

	用語	定義
D	DLC	ダイヤモンドライクカーボン。ダイヤモンドに似て高硬度の、アモルファス構造の炭素。一般にコーティング膜として形成され、成膜方法によって組成や構造が異なる。
E	EDX	エネルギー分散X線分析(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, EDX, EDAX)。走査型電子顕微鏡に取り付け、観察試料表面から発生する特性X線を定量測定する方法。[1]
F	[Fcf2]/[Cr]	本報告書では、PTFE との摺動試験後、金属表面から得られた光電子スペクトルに見られる、CF ₂ を示す 689eV 付近ピークと、Crを示す 577eV 付近のピークの面積強度比であり、この値を金属表面に形成された PTFE 転移膜量を評価する指標とした。
	Fickの法則	拡散に対する基本法則。単位面積・単位時間あたりの拡散量が濃度勾配に比例するという第1法則と、濃度の時間変化に関する第2法則より成る。第1法則における比例係数は拡散係数と呼ばれる。
H	HDPE	高密度ポリエチレン。各種包装材からパイプ等まで、幅広い用途に用いられる熱可塑性樹脂。優れた摩擦・摩耗特性を有し、シーリング剤としても使用される。
L	Lennard-Jonesポテンシャル	2個の原子間に働く力のポテンシャル関数。
O	OPLS-AA 力場	OPLS-AA(Optimized Potentials for Liquid Simulations - All Atom) force field。液体分子内、及び分子間で作用する原子間力のポテンシャル関数の一種。
P	PTFE	四フッ化エチレン。各種シーリング部に用いられる代表的な樹脂材料。デュポン社の商標であるテフロンの名で有名な高分子材料。耐熱性、耐薬品性に優れ、自己潤滑性による低摩擦特性を示すことから、各種表面コーティングや摺動部材としても広く用いられている。
	PEEK	ポリエーテルエーテルケトン。転がり軸受の保持器の他、各種シーリングやパッキン等に用いられる熱可塑性樹脂。機械的特性に優れ、高い耐熱性と耐薬品性を有する。
R	RAE分析	リアクティブアノードエンコーダー分析。二次イオン質量分析計 SIMS(Secondary Ion-microprobe Mass Spectrometer)による測定における二次イオン像面分析。
S	sp ² 結合、sp ³ 結合	原子の共有結合の様式。固体炭素の場合、前者は炭素原子が他の3つの炭素原子と結合しているグラファイトの、後者は炭素原子が他の4つの炭素原子と結合しているダイヤモンドの結合状態である。
S	SUS316L-VAR	SUS316L の耐腐食性を向上させるために、炭素を中心とした不純物の量を低減した鋼種。真空容器中でアーク溶解することで作られる。

	用語	定義
X	XPS	X線光電子分光分析(X-ray Photoelectron Spectroscopy)。X線を物質の表面に照射し、光電効果によって放出される原子の内殻、外殻電子のエネルギーを測定することにより、表面近傍の元素の種類、量、及び化学結合状態を特定する分析装置。
あ	アークイオンプレーティング法(ArcIP)	陰極表面に形成される陰極点から放出される高エネルギーのイオンを利用して薄膜を形成する方法。固体陰極からの蒸発物質によってプラズマを形成するため、放電の発生および維持のためのガスを導入する必要がない。
い	移着	接触している2固体を摩擦するとき、凝着部の破断によって、一方の表面の小部分が他方の表面へ移る現象。[1]
	移着膜	移着(別項参照)によって形成された表面膜。
	イオンエッチング	イオンを固体表面に衝突させて表面材料を除去する方法。
お	AES・SAM・オージェマイクロプローブ	オージェ電子分光(Auger Electron Spectroscopy, Scanning Auger Microprobe)。物質の表面に電子線を入射し、オージェ過程を経て放出された電子を計測して、表面より数原子層の深さに存在する原子の電子構造の情報を得る。
	オーステナイト系ステンレス鋼	鋼に18%程度のCrと8~12%のNiを添加したもので、延性およびじん性に富み、また耐食性、加工性に優れるため、化学工業をはじめ建築用、家庭用など広く使われている。
か	拡散係数	拡散に関するFickの法則に現れる比例係数で、拡散の速さを規定する。
き	吸着活性度	本報告書では、固体表面の気体原子の化学吸着させやすさ、の意で用いている。
	吸着	気相または液相中の物質が、接する他の相(液相または固相)との界面において、相内部と異なる濃度を保って平衡に達する現象。 [1]
ぎ	凝着	本報告書では、摩耗の原因の一つとしての意味を持つ。特に金属に代表される結合の方向性が弱い原子の集まりにおいて、表面がきれいな状態でしゅう動すると、材料同士が真実接触部でくっついてしまう現象。
こ	転がり疲れ	転がり接触を繰り返すうちに、表面の一部にき裂が入ったり、はく離が生ずる損傷形態の総称。代表的なものに、転がり軸受のフレーキング、歯車のピッチングやスポーリングなどがある。[1]
	光電子スペクトル	XPSによって測定される、放出電子のエネルギーの分布
さ	酸化摩耗粉	一般に金属が著しく酸化された微細な摩耗粉。

	用語	定義
さ	算術平均粗さ Ra	表面の粗さ(凹凸)の大きさを表すパラメータの一つ。機械加工した部材表面の粗さの大小は、一般に Ra の値の大小で表される。
	最大高さ Rz	表面の粗さ(凹凸)の大きさを表すパラメータの一つ。表面上に存在する粗さの突起の高さを示す
し	真実接触部	二つの物の平面同士を接触させた場合に、見掛けの接触面の中に点在する本当に触っている部分。物の表面には微細な凹凸が必ずあり、その部分が優先的に接触するために生じる。真実接触部の見掛け接触面に対する割合は、容易に 1/1,000 以下になる。
じ	磁気流体シール	磁性流体が磁氣的に固定される性質を利用し、空気などのガスの通過を不可能にしたシール。
	自己潤滑性	潤滑剤を必要とせず、その材質自体が摩擦と摩耗の抑制機能を有すること。
	軸受鋼	転がり軸受の鋼球、ころ、軌道輪に用いられる鋼で、硬さ、降伏応力、じん性、耐摩耗性、疲れ強さに優れる。
す	ステライト	コバルトを主成分とし、クロム、タングステンなどを含む合金。組成範囲は広く、クロム 25~32%、タングステン 5~20%、炭素 0.5~3%がふうである。硬質で耐摩耗性があり、高温酸化に耐える。
	水素脆性誘起フレーキング	本報告書では、水素が浸入することによる鋼の水素脆化によって誘起されるフレーキングの意。
	水素化物(アランとスタンナン)	水素とほかの元素との二元化合物(アランはアルミニウムの水素化物、スタンナンはすずの水素化物)
	水素チャージ	固体内部に、人為的に水素を注入すること。
せ	接触電気抵抗	接触している2面間の電気抵抗。フレッチング試験においては摩擦面の酸化や酸化摩耗粉の介在で大きな値を示すことがある。
	接触面間分離電圧	接触面間の接触電気抵抗、または接触面間の非接触時間割合を電圧に置き換えて評価したもの。無潤滑下で測定値が高ければ、絶縁性の表面膜の形成または摩耗粉の介在が推定される。
	遷移金属	本報告書では、d軌道電子に空位が存在する周期律表上の第 3 族から第 10 族(旧表記の IVa 族から VIII 族)を指すものとする。
だ	ダングリングボンド	結晶表面において結合する相手をもたない不對結合手(非結合軌道)。
て	転移膜	樹脂材料が摩擦相手面の上に移着し、形成された薄膜のことを指す。PTFE 等の樹脂材料の場合、一般に転移膜が相手面上に形成することで同種材間において摺動が行われる状態となり、その結果摩擦摩耗が抑制される。

	用語	定義
て	転走トラック	本報告書では、転がり疲れ試験においてディスク表面上をボール表面が転がり接触する軌道の意。
と	トライボケミカル生成物	摺動面における物理化学反応による生成物。摺動により加えられる物理的なエネルギーと、摺動面材質の化学反応の相互作用により生じる。
	トライボロジー	摩擦、摩耗、潤滑など、接触摺動部で生じる諸現象に係る科学と技術の学際的分野
ど	ドロップレット	アークイオンプレーティング法において陰極点から陰極材料のドロップレット(サブミクロンから数十ミクロン程度の大きさ)が放出され、膜に付着すると膜質が低下する。
ね	熱運動	物質構成粒子の微視的な内部運動。熱運動のエネルギーの平均レベルを定義するものが温度である。
は	白色組織	白相。鋼を過酷な条件で摩擦や繰返し転がり接触させたときに生じる白色の相。
	ハステロイ	Ni 基耐熱合金。組成は Ni 54.5-66.5%、Mo 15-30%の他に Co、Fe、Cr、W 等を含む。高温において機械的強度が高く、しかも耐酸化性に富んでいる。成分により、酸化性、還元性の両環境に耐えるものもある。
ひ	比摩耗量	固体表面から摩耗した体積(単位 mm ³)を、垂直荷重(単位 N) 滑り距離(単位 m ないし mm)で除した値。異なる条件での摩耗量を比較する際によく用いられる。
ぴ	ピン・オン・ディスク試験	回転する円板試験片の表面にピン試験片を押し付けて滑り摩擦試験を行う試験法。
ふ	フレッチング摩耗	接触する2つの固体表面において接線方向の微小な相対変位が繰り返されたときに生じる表面の損傷。機械部品の接合部等、外見上は滑りがないと思われる部分でも、振動によって微小な変位が繰り返されこの損傷が生じることがある。鋼の場合は赤褐色の酸化摩耗粉を生じる。
	不動態膜	金属表面に形成された金属酸化物からなる皮膜。ステンレス鋼の場合、酸化クロムを主成分とする不動態膜が表面に形成され、これが内部を腐食や酸化から守り、ステンレスに耐食性を与えている。
	フッ素ラジカル	PTFE 分子中のフッ素と炭素の間の結合が破断することにより生じる、不対電子を持ったフッ素原子。PTFE と金属表面との間の摺動により生じたフッ素ラジカルの多くは、金属表面と反応しフッ化金属を形成する。

	用語	定義
ふ	フォース・ディスタンス・カーブ測定	原子間力顕微鏡を用いた、固体の表面特性評価法の一つ。探針と固体表面の間に働く力を、探針と表面の距離に対しプロットすることで、固体表面の凝着特性を評価する。
	フレーキング	転がり軸受の軌道輪や転動体の表面が、転がり疲れによってうろこ状にはがれる現象。
ぶ	プラズマCVD法 (PCVD)	真空容器中で、所定のガス(DLCの場合、炭化水素ガス)を高周波放電によりプラズマ化し、電極上に置かれた基板上に炭素や水素を蒸着させて薄膜を形成する方法。
	プローブ顕微鏡	先端を極めて鋭利に尖らせた探針(プローブ)を用い、対象物の表面をなぞることでその形状や特性を計測する顕微鏡。探針と表面間に生じる微少な力を検知することで表面形状を観察する物を、特に原子間力顕微鏡と呼ぶ。
へ	ヘルツ圧力	ヘルツの接触圧力。2物体が接触したとき、変形が弾性的であり、摩擦力は作用せず、接触部が物体の表面曲率半径に比べて十分小さく、物体が半無限体とみなせるとする仮定のもとで、ヘルツによって理論的に求められた接触圧力。
	平均自乗変位 m_{sdr}	本報告書では、変位の自乗平均値の意。
べ	ベーキング	固体を加熱してその表面の付着物を離脱させ清浄にする方法。
ぼ	ボール・オン・ディスク試験	回転する円板試験片の表面にボール試験片を押し付けて滑り摩擦試験、ないしは転がり摩擦試験を行う試験法。
ま	摩擦界面	本報告書では、トライボロジー現象に関与する固体表面近傍の、固-固、液-固、気-固、気-液などの境界面の総称として用いている。
	SUS440C	マルテンサイト系ステンレス鋼。焼入れにより硬化するので、高強度、耐食・耐熱性が必要な機械部品、例えばタービンプレード、シャフト、ノズルなどに使用される。炭素量が少ない方が耐食性が高いが、炭素含有量の多い方が耐摩耗性が優れる。
	膜厚比	潤滑された2面の自乗平均粗さの合成値(自乗平均平方根値) σ と、2面を平滑と仮定したときの理論的最小油膜厚さ h_{min} との比 $\Lambda = h_{min} / \sigma$ 。一般に、 $\Lambda < 1$ では固体同士の直接接触が絶えず起こり、 $\Lambda > 3$ ではほぼ完全な流体膜が生じて固体同士の接触は起こらない。
	摩擦係数	本報告書では、動摩擦係数を意味し、摩擦力を垂直荷重で除した値。

	用語	定義
ま	摩耗	しゅう動(滑り)や転がりによって、物の表面がだんだんと減っていく現象。その原因は、凝着、切削(削り取り)、疲労、腐食などに大別される。
め	メニスカスカ	本報告書では、固体の接触界面で水蒸気が液滴となって凝縮し、これによって固体間に生じる付着力の意。
も	モネル	Ni60～70%、Cu26～34%に少量の Fe、C、Si、Mn、Al、Ti などを加えた、高強度で耐食性、耐熱性に優れた Ni-Cu 合金。Ni を多く含むため高価である。
り	律速	化学反応などの動的過程がいくつかの段階によって構成されているとき、そのうちのある過程が全過程の進行を実際上支配すること。
わ	ワイブルプロット	本報告書では、確率変数を横軸にとって累積分布関数を図示するとき、関数がワイブル分布である場合に直線となるように縦軸を定義した図を用いて図示する意。

参考文献

- [1] 日本トライボロジー学会編、トライボロジー辞典、養賢堂、1995

I. 事業の位置付け・必要性について

1. NEDOの関与の必要性・制度への適合性

1.1 NEDOが関与することの意義

我が国が、将来にわたり持続的発展を達成するためには、革新的なエネルギー技術の開発、導入・普及によって、各国に先んじて次世代型のエネルギー利用社会の構築に取り組んでいくことが不可欠である。このため、政府が長期を見据えた将来の技術進展の方向性を示し、官民双方がこの方向性を共有することで、将来の不確実性に対する懸念が緩和され、官民において長期にわたり軸のぶれない取組の実施が可能となることを目指し「エネルギーイノベーションプログラム」（添付資料）が制定された。本事業は、その「エネルギーイノベーションプログラム」の一環として実施する。

燃料電池及び水素技術は、上記の目的達成に向けたキーテクノロジーとして、その実用化への期待が高い。また燃料電池の導入・普及による水素エネルギー社会の実現により我が国のエネルギー供給の安定化・効率化、CO₂の排出半減、都市、地域の環境問題の解決に大きく貢献するという意義がある。第3期科学技術基本計画（2006年3月）においては「先進燃料電池システムと安全な革新的水素貯蔵・輸送技術」が戦略重点科学技術として選定され、新・国家エネルギー戦略（2006年5月）では燃料電池自動車に関する技術開発の推進が記され、経済成長戦略大綱（2006年7月）において運輸エネルギーの次世代技術開発が重点分野として位置付けられている。2007年3月のエネルギー基本計画、次世代自動車・燃料イニシアティブ（2007年5月）においても燃料電池及び燃料電池普及のために必要となる水素技術開発の重要性が述べられ、さらには、Cool Earth 50－エネルギー革新技術計画において定置用燃料電池、燃料電池自動車及び水素製造・輸送・貯蔵が位置付けられている。また、環境エネルギー技術革新計画（2008年5月）においては燃料電池を低炭素社会実現に必要な技術として位置付け、低炭素社会づくり行動計画（2008年7月）では、2020年～2030年に定置用燃料電池の本格普及を目指している。2010年6月のエネルギー基本計画では、低コスト化を進めて、燃料電池普及による天然ガスシフトを推進し、新成長戦略（2010年6月）では、日本がイニシアティブを取り、国際標準化を推進することとしている。更に日本再生戦略（2012年7月）においては、燃料電池自動車などの次世代自動車について世界市場を獲得するために、他国を圧倒する性能・品質を実現し、世界的な潜在市場の掘り起こしを図ることとしている。燃料電池システムの大規模な導入・普及に向けて、現在、産学官挙げて技術開発に積極的に取り組んでいるところであるが、燃料である水素を液化又は高圧化した状態で輸送・貯蔵する等水素を高いエネルギー密度で取り扱う場合の水素物性については、いまだ世界的にも知見の集積が乏しく、特に、これらの環境下における容器や機器で使用される材料の水素脆化（水素の吸収によって金属材料が脆くなる現象）のメカニズム解明は、水素を長期間、安全に利用するために早急に確立しなければならない重要な基礎的かつ高度な科学的課題である。また、同基礎的かつ高度な科学的課題に対し、産業界各社が自ら活動・対応するだけでは、効率的なブレイクスルーは見込めず、研究進展にも時間を要すると考えられる。

そこで、産学を問わず有力な研究者を結集して、国費を元に、積極的に研究開発環境を整

備し、必要な研究開発を強力に推進することにより、本分野においても効率的かつ短期間に集中して仕上げるのが可能となり、その結果、産業界支援を有効に行うと共に、産学共有・共通の知的財産を形成とすることが可能になると考えられる。また世界に先駆けて、水素関連技術の掌握に繋がる基礎的研究や評価技術の確立等を行うことは、国際市場においても我が国産業界が先導的役割を果たすこととなり、さらに我が国経済力を向上させることに繋がる点で非常に有効であると考えられる。

そこで、平成 18 年度から平成 24 年度までの 7 年間にわたり、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（以下、「NEDO」という。）として「水素先端科学基礎研究事業」を実施することとし、水素物性把握や水素環境下での材料特性把握等基礎研究を進展させ、水素エネルギー社会構築に向け、燃料電池を広く一般社会へ円滑に普及させるための基盤整備を行う研究開発を行うこととした。本事業は基盤研究を通じて上記エネルギー施策制度の目標達成に適合するものである。

本事業は水素社会における安全性確保のため、水素エネルギー技術の構築のための公益性の高い基礎データの収集に重点を置いている。水素の安全利用に資するデータ取得には多大な労力と投資が必要であり、規制合理化の取り組みを民間負担で実施するには限界が有り、公的機関の関与による研究が不可欠である。さらに、世界的にも計測実績のない高圧水素物性測定や、高圧水素環境下における各種材料特性を調べることは、国際競争力を高め、かつ当該分野の国際貢献に繋がる。また、NEDOの他の水素関連事業（「地域水素供給インフラ・社会実証」「水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発事業」と連携を図ることで、産業界全体として効率的な技術開発につなげることが可能となる。このような観点から、NEDOの関与は必要であり、内外の動向をより明確にして、機動的な計画運営により情勢変化に対応していくことが必要と考えられる。

1.2 実施の効果（費用対効果）

当該事業を実施することにより、2025 年の FCV の市場規模は 6 兆円（FCV 価格を 300 万円、保有台数を 200 万台として算出）と算出しており、燃料電池自動車の市場形成に貢献することが期待されている。これは、本事業により水素ステーションに低コスト材料が使用できるようになり、水素ステーションの低コスト化に寄与し、民間団体である燃料電池実用化推進協議会（FCCJ）が平成 22 年 3 月に発表した「FCV と水素ステーションの普及に向けたシナリオ」（I-7 頁参照）：2025 年時点で FCV 累計 200 万台程度、水素ステーション 1000 箇所程度の目標達成に貢献できると考えられるからである。このシナリオにおいて、2015 年が FCV の一般ユーザー普及開始を目指す年、2025 年が FCV ・ステーションの自立拡大開始の年として、位置づけられており、2025 年には、FCV 累計 200 万台程度、水素ステーション 1000 箇所程度のシナリオが示されている。同シナリオでは、2015 年の普及開始に向けて 2006～2014 年までの間の技術課題の解決と規制見直しの推進が提示されており、本事業は当該シナリオを実現するための基盤研究としてのみならず、水素中で使用する材料における水素脆化等の課題解決および規制見直しのための基礎データ提供を通じて産業界に貢献することが期待されている。また、2015 年の普及開始に先駆け、平成 23 年 1 月、自動車メーカー及び水

素供給事業者 13 社が FCV の国内市場導入に向けて共同で取り組むことに合意し、共同声明を公表。声明においては、2015 年に自動車会社が FCV 量産車を販売すること、エネルギー事業者が 4 大都市圏を中心として FCV 量産車の販売台数の見通しに応じて必要な規模（100 箇所程度）の水素ステーションを先行的に整備することを目指すことが示された。

一方、燃料電池・水素は「Cool Earth - エネルギー革新技術計画」（平成 20 年 3 月）において、世界全体の温室効果ガスの排出量を現状に比して 2050 年までに半減するという長期目標を達成するためのエネルギー分野における 21 の革新的技術開発の中に選定されており、温室効果ガスの削減への貢献についても期待されている。

このような研究開発投資がもたらす効果として、燃料電池の導入・普及は、省エネルギー効果、環境負荷低減効果、エネルギーの供給多様化、石油代替効果、分散型電源としての利用、産業競争力強化と新規産業・雇用の創出が期待される。

本事業の開発予算を別紙 表 I 1. - 1 に示す。平成 24 年度までの予算総額は、約 93 億円であり、この内、特に平成 18、19 年度の当初 2 年間では、高圧水素の物性把握や高圧水素環境下における材料特性把握のための実験施設や機械装置整備等に充当し、研究推進環境を充実させた。ご参考として委託先別ごとの予算推移を表 I 1. -2 に示す。産業技術総合研究所を九州大学に誘致し、九州大学を拠点とした研究開発を行うため、投資は九州大学（約 40%）、産業技術総合研究所（約 50%）に集約した。同様に水素脆化等に係る基本原理の解明と水素社会実現に向けた技術基盤の確立を目的として、九州大学に国内外より研究者を結集し、世界的研究拠点として先端的な基礎研究を推進した。また平成 22 年度より、これまでの基礎研究成果を実用化に結びつける研究開発テーマを公募し、開発をスタートさせた。（共同研究。岩谷産業：高圧水素プレクーラー用等高度材料の特性評価。共和電業：高圧水素ガス用ひずみゲージの開発とひずみゲージ箔材の電気抵抗に及ぼす影響の解明。日本合成化学工業：水素に対して耐性に優れた適用材料の研究開発。）

2. 事業の背景・目的・位置づけ

2.1 事業の背景

燃料電池を含む新エネルギー技術は、科学技術基本計画(2001 年 3 月閣議決定)、エネルギー基本計画（2003 年 10 月閣議決定）等における重点分野としても位置付けられ、特に燃料電池については、燃料電池実用化戦略研究会（経済産業省資源エネルギー庁長官の私的研究会、1999 年 12 月設置）において「固体高分子形燃料電池／水素エネルギー利用技術開発戦略」が策定され、産学官が一体となって燃料電池実用化のための技術開発等に積極的に取り組むべきことが提言された。また、2002 年 5 月には、内閣官房に内閣府及び関係省庁の局長級で構成される「燃料電池実用化に関する関係省庁連絡会議」が設置され、燃料電池の安全性の確保を前提とした燃料電池に係る 6 法律 28 項目の関連規制の包括的な再点検が関係省庁の緊密な連携のもとで実施される等、燃料電池の新技术開発と共に、規制・技術基準の整備及び標準化の推進の重要性が認識され、官民挙げてその整備が進められている。

このように、官民挙げて燃料電池の導入・普及に積極的に取り組んでいるところであるが、燃料である水素を液化又は高圧化した状態で輸送・貯蔵する等水素を高いエネルギー密度で

取り扱う場合の水素物性については、いまだ世界的にも知見の集積が乏しく、特に、これらの状態における容器や機器で使用する材料の水素脆化（水素の吸収によって金属材料が脆くなる現象）のメカニズム解明は、水素を長期間、安全に利用するために早急に確立しなければならない重要な基礎的科学的知見である。

2.2 事業の目的

燃料電池及び水素技術開発の進展により、更に高い圧力の圧縮水素、液体水素等、より多くの水素を貯蔵・輸送するための水素貯蔵容器・材料の普及が見込まれている。また、これに伴って、さらに高圧化した場合の安全性等を確保しながら、低コストで、長期使用できる材料が求められてきた。NEDOが公表しているNEDOロードマップ2010年度版(I-8)では2020年頃の普及期において、70MPa水素ステーションのコスト目標を1.5億円(300Nm³/h)、水素供給コストは約60円/Nm³、また車載水素貯蔵容器コスト目標を数10万円/台(水素5kg)程度とそれぞれ設定している。また低コスト化を実現するためには、規制見直しによる使用可能鋼材の拡大といった材料に関わる課題が挙げられている。この課題を解決するためには液化・高圧化した状態における水素物性の解明及び液化・高圧水素環境下における材料の水素脆化の基本原理の解明及び対策検討など、高度な科学的知見を要する根本的な現象解析を基本とする基礎研究が不可欠と考えられている。

さらに、近年、当該分野における我が国の国際競争力確保のためには、水素社会構築に向けた標準化に必要なデータを取得し、世界に先駆けた高度な国際標準提案を行う必要性も高まってきた。このため、高圧水素や液体水素などを利用する燃料電池自動車やインフラなどでの関連機器で使用する材料の試験データ取得や基礎的なメカニズム解明が強く望まれている。

そこで本事業では、水素脆化に係る基本原理の解明及び対策を実施し、高度な科学的知見の集積及び水素利用技術の確立に資するデータの取得を行い、水素社会到来に向けた基盤整備を行うことを目的に、必要となる具体的な研究開発を行うこととした。それにより、水素の安全利用が可能となり、水素ステーション等での基盤整備が推進される。

2.3 事業の位置付け

NEDOでは、「水素安全利用等基盤技術開発事業」(平成15年度～19年度)において、水素の安全性に係るデータの取得に基づく安全技術の確立、水素の製造・輸送・貯蔵・充填等に係わる技術開発を行い、関連する各機器について基本仕様を固め、性能において世界をリードできるレベルにまで到達させた。安全技術の確立は、「水素社会構築共通基盤整備事業」(平成17年度～21年度)に引き継がれ、燃料電池の大規模な導入・普及や技術レベルの進展に対応した既存規制の見直し等に資するための安全確認データの取得、国際標準の提案並びに製品性能の試験・評価手法の確立を、産業界との密接な連携のもとで実施している。

これらの動向や並行実施事業の進捗状況を踏まえ、来るべき水素エネルギー普及のための水素供給インフラ市場立上げ(平成27年/2015年頃を想定)に向け、水素製造・輸送・貯蔵・充填に関する低コストかつ耐久性に優れた機器及びシステムの技術開発、要素技術開発、次世代

技術開発及びシナリオ策定、フィージビリティスタディ等を行い、水素エネルギーの導入・普及に必要な一連の機器及びシステムに関する技術を確立することを目的として、「水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発」（平成20年度～24年度）を推進中である。

当該「水素先端科学基礎研究事業」（平成18年度～24年度）では、水素物性等に係る基礎的かつ高度な科学的知見の集積を行い、水素社会到来に向けた基盤整備に資することを目的に、液化・高圧化した状態における水素物性の解明並びに液化・高圧化による材料の水素脆化に関する基本原理の解明及び対策検討など、根本的な現象解析を実施中である。水素中で使用する材料の水素脆化等の課題解決を計りながら、実証研究や基準・標準化に関する事業と連携を図りながら推進することにより、燃料電池の実用化・普及展開及び国際競争力の確保に資するものである。

加えて、「水素貯蔵材料先端基盤研究事業」（平成19年度～23年度）では、高性能かつ先端的水素貯蔵材料開発に必要な水素貯蔵に関する基本原理の解明及び材料の応用技術に必要な基盤研究を実施し、「水素先端科学基礎研究事業」と「水素貯蔵材料先端基盤研究事業」によって基礎固めを行うことにより、水素供給インフラを支える材料、機器及びシステム開発に関するブレイクスルーに繋がっている。

一方「水素先端科学基礎研究事業」で得た基礎研究・材料評価データは「水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発」と連携し、鋼種拡大のための材料評価データを整備し、規制緩和を推進するとともに、低コスト材料を評価し、特認取得、規制合理化に貢献した。また、「地域水素供給インフラ技術社会実証」（平成23年度～27年度）と連携し、長期間使用した水素ステーション材料の評価を行い、残存寿命などのデータ取得が実施できた。この「地域水素供給インフラ技術社会実証」を実施しながら商用ステーションの総合実証を行い、投資判断、課題の抽出・対策、工期短縮（スムーズな立ち上げ）に成果を活用し、2015年に向けた水素ステーションの先行整備（100箇所程度）を進めていく。

また、世界に目を向けた場合のFCV・ステーション技術開発動向について日本の位置づけ、技術的な開発動向等については以下のような状況である。

○FCV 車載用水素貯蔵技術

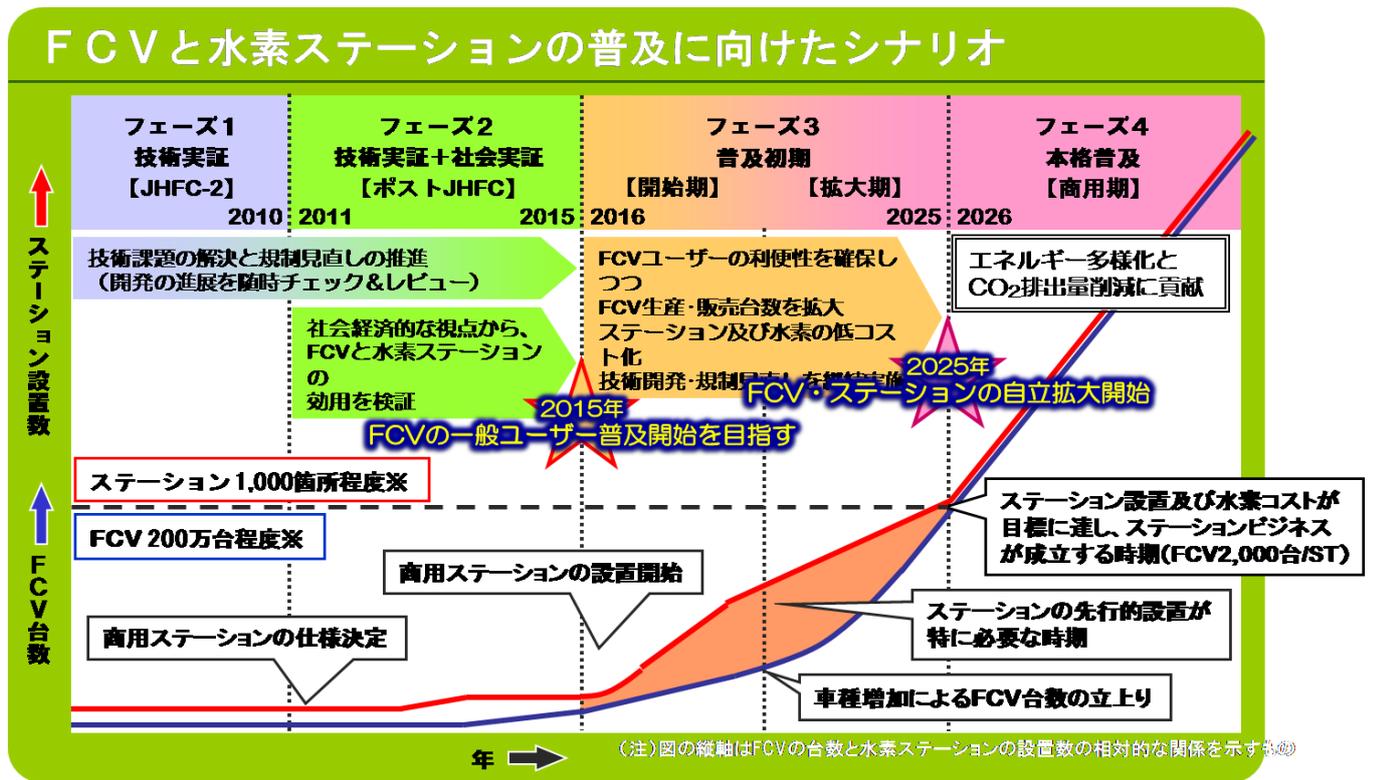
- ・ 高圧水素ガス貯蔵が主流。1回の充填による走行距離を延ばすため、水素充填量を5kg/回とする。そのためには、70MPaの高圧化が必要となる。

○水素供給インフラ技術

- ・ FCVの水素貯蔵の方向性に合わせ、水素ステーションも高圧ガス充填が主流。70MPaの水素を供給する高圧ガス充填設備が必要となる。
- ・ 充填技術では、ガソリン車並みの利便性を求めることから、3分間で5kgの水素を充填する技術（例えば-40℃のプレクール技術等）が要求される。
- ・ FCVへの水素供給に関する法整備がこれまで行われてこなかったが、大容量圧縮機による直接充填、通信充填（FCVの車載水素容器の状態をステーションに逐次伝えて充填）に関する規制を整備中。
- ・ 北米（特に米国）、欧州（特にドイツ）も日本と同様の技術開発動向で、日本としては、国際基準調和を積極的に推進している。

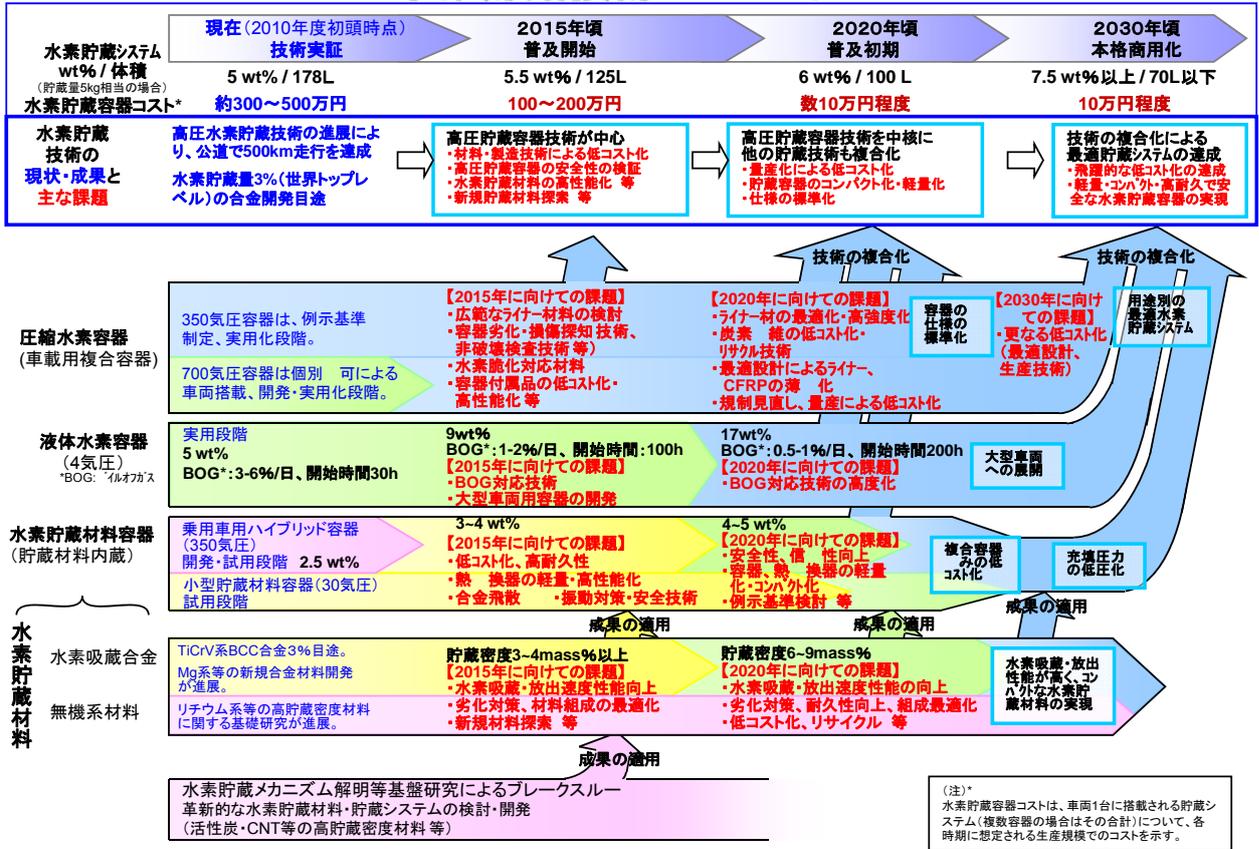
次頁以降に「燃料電池実用化推進協議会（FCCJ）」によるシナリオ、「NEDOロードマップ2010年度版 水素製造・輸送・貯蔵技術ロードマップ、水素貯蔵技術ロードマップ」を添付した。

「燃料電池実用化推進協議会（FCCJ）」によるシナリオ



※前提条件:FCVユーザーのメリット(価格・利便性等)が確保されて、順調に普及が進んだ場合

水素貯蔵技術ロードマップ



別紙

表 I 1. - 1 水素先端科学基礎研究事業 開発予算 (年度別推移)

(単位: 億円)

金額 億円	18年度	19年度	20年度	21年度	22年度	23年度	24年度	合計
⑤シミュレーション	0.2	0.3	0.4	0.7	0.2	0.0	0.0	2
④トライボロジー	2.2	2.0	3.7	1.8	0.8	0.9	0.9	12
③高分子材料	0.0	0.1	0.1	2.8	2.3	1.3	1.3	8
②金属材料	6.7	5.5	8.4	9.0	5.2	3.6	4.6	43
①水素物性	1.8	2.1	3.7	3.1	1.7	1.3	0.9	15
共通設備	5.3	8.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	13
合計	16.2	17.9	16.3	17.4	10.2	7.1	7.6	92.7

表 I 1. - 2 水素先端科学基礎研究事業 開発予算 (委託先別年度推移)

	委託先名	平成18年度	平成19年度	平成20年度	平成21年度	平成22年度	平成23年度	平成24年度	事業期間全体
委託	国立大学法人九州大学	708,109,091	1,089,693,498	484,737,163	468,501,074	518,144,928	322,761,405	421,181,500	4,013,128,657
	(独)産業技術総合研究所	911,818,066	670,682,798	1,075,718,308	1,178,073,224	436,009,828	317,702,155	301,503,950	4,891,508,327
	(独)物質・材料研究機構	0	3,989,580	4,999,050	7,998,900	5,999,700	7,999,950	7,999,950	38,987,130
	国立大学法人京都大学	0	8,307,600	9,394,350	21,829,500	8,861,000	0	0	48,392,450
	国立大学法人佐賀大学	0	0	21,638,400	19,948,950	8,397,000	5,000,000	5,000,000	59,984,350
	国立大学法人長崎大学	0	7,887,600	20,595,750	19,047,000	7,875,000	5,000,000	5,000,000	65,405,350
	学校法人上智学院	0	3,675,120	4,760,700	3,999,450	3,000,000	2,500,000	2,500,000	20,435,270
	学校法人福岡大学	0	997,500	997,500	998,550	109,000	0	0	3,102,550
	小計	1,619,927,156	1,785,233,695	1,622,841,220	1,720,396,648	988,396,455	660,963,510	743,185,400	9,140,944,084
	2/3 共同 研究	NOK(株)	0	5,324,550	10,053,750	15,884,400	7,353,150	9,881,200	8,470,700
日本合成化学工業(株)		0	0	0	0	4,427,500	13,937,000	10,087,000	28,451,500
(株)共和電業		0	0	0	0	8,754,900	7,361,200	2,964,500	19,080,600
岩谷産業(株)		0	0	0	0	7,945,000	15,724,100	0	23,669,100
小計		0	5,324,550	10,053,750	15,884,400	28,480,550	46,903,500	21,522,200	128,168,950
合計	1,619,927,156	1,790,558,245	1,632,894,970	1,736,281,048	1,016,877,005	707,867,010	764,707,600	9,269,113,034	

II. 研究開発マネジメントについて

1. 事業の目標

本事業では、水素物性等に係る基礎的な研究を実施し、高度な科学的知見の集積を行い、水素社会到来に向けた基盤整備を行うことを目的に、次に示すような目標を設定し、必要となる具体的な研究開発を行うこととした。

- (1) 燃料電池自動車や定置用燃料電池システムの普及、水素社会構築のためのインフラ整備に向け、「NEDO燃料電池・水素技術開発ロードマップ2010」に記載された2015年普及開始段階での技術レベル*1を実現するために必要な水素物性・材料特性に係るデータ取得、材料劣化等の基礎的な研究及びメカニズム解明を行う。
- (2) 基礎的研究を踏まえ、水素環境下で長期使用できる材料又は劣化評価方法や運用方法などの提案を行う。
- (3) 自動車業界および水素インフラ業界が取り組んでいる水素機器の材料に係る規制見直し・標準化の課題について「水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発」と連携し、2015年までに水素関連機器の鋼種拡大等が可能となるデータ取得・提供に貢献する。

(*1) 水素ステーションコスト：4億円（70MPa）～3億円（35MPa）
水素供給コスト：90円/Nm³

上記目標を達成するために行う具体的な研究開発項目は、下記の通り。

- ① 高圧水素物性の基礎研究
- ② 高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度特性研究
- ③ 高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度特性研究
- ④ 高圧水素トライボロジーの解明
- ⑤ 材料等内の水素拡散、漏洩などの水素挙動シミュレーション研究（平成22年度まで実施）

また年次に沿った事業全体としての中間目標及び最終目標は以下の通り。加えて、各研究開発項目毎に設定した中間目標及び最終目標は下記項目の通り。

(1) 中間目標(平成19年度末)

水素高圧状態下における水素の物性や水素機器材料中の水素挙動等基礎的メカニズム解明等に必要となる研究体制（人材招聘を含む）、研究設備や評価機器など研究環境を整備し、基礎的考察・評価を進めるための手法を検討・導出するとともに、当該分野における今後の研究開発の方向性等が有効である目処付けを行う。

(2) 中間目標(平成21年度末)

水素高圧状態下における水素の物性や水素機器材料中の水素挙動等基礎的メカニズム解明等に関し、具体的な試験、分析、解析、評価等を重ね、理論的考察を進めるとともに、科学的裏付けとなる検証データを取得・蓄積し、自ら導出した仮説・提案・指針等内容を精査・強化する。

(3) 最終目標(平成 24 年度末)

燃料電池自動車や水素ステーションなど、高圧状態の水素を利用する際に重要となる、水素高圧状態下における水素の物性、水素を取り扱う容器や機器における材料の水素脆化やトライボロジーなど、水素に関わる現象や挙動の基礎的メカニズムなどを解明するとともに、基礎的な水素物性のデータベース構築など学術的な基盤を確立し、関係産業界が水素を利用する際の技術の信頼性向上や安全性の確立に資する。

1.1 研究開発項目①「高圧水素物性の基礎研究」

(1) 中間目標(平成 19 年度末)

PVT データ、粘性係数、物質に対する水素の溶解度等水素物性に関する測定環境を整備し、精度良く計測できる手法(例えば、温度、圧力および密度測定装置用シンカーの校正等)を検討・導出する。

(2) 中間目標(平成 21 年度末)

PVT データ、粘性係数、物質に対する水素の溶解度等水素物性(平成 20 年度から熱伝導率を追加)について、具体的な試験、解析、評価を重ね、その有効性について、理論的考察を進めるとともに、測定精度や信頼性向上に向けた検討に基づき、校正技術を確立する。

(3) 最終目標(平成 24 年度末)

PVT データ、粘性係数、熱伝導率、比熱、物質に対する水素の溶解度等水素物性について、具体的な計測値及び理論的考察に裏付けられたデータを元に、水素物性データベースを纏め、関係産業界に提供するとともに、更なる測定精度や信頼性向上のための校正技術を纏める。

1.2 研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用、加工、温度などの影響による材料強度特性研究」

(1) 中間目標(平成 19 年度末)

高圧又は液化水素環境下における金属材料等に発生する水素脆化メカニズムや水素疲労メカニズムを解明するための試験・分析・解析環境を整備し、基礎的考察や評価を進めるための手法(例えば、材料中の水素濃度測定法やき裂先端近傍の組織・強度測定法等)を検討・導出する。

また、液化・高圧化状態の水素に曝される材料、部品等の加工(成形・表面修飾)等の影響について、考察・評価を進めるための具体的な試験や分析等に必要となる環境を整備

し、例えば、ステンレス鋼、低合金鋼並びに部品・部材等加工品における水素侵入特性や、加工品に生じる加工ひずみや欠陥の差異が材料疲労強度に及ぼす影響について明らかにする。

(2) 中間目標(平成 21 年度末)

高圧または液化水素環境下における金属材料等に発生する水素脆化メカニズムや水素疲労メカニズムを解明するために、具体的な材料に対する各種試験、分析、解析、評価等を重ねるとともに、水素脆化の基本原理に関する考察を深める。また、発生した現象を科学的に裏付ける検証データを取得・蓄積し、自ら導出した仮説・提案・利用のための管理指針等の内容を精査・強化する。

また、液化・高圧化状態の水素に曝される材料、部品等の加工（溶接等）プロセスや同プロセスにおける温度等の影響について、例えば、溶接材の疲労強度に及ぼす水素の影響について明らかにするとともに、炭素鋼のような低コスト材料における水素の影響評価手法について検討・導出する。

(3) 最終目標(平成 24 年度末)

高圧水素環境下における金属材料等に発生する水素脆化メカニズムや水素疲労メカニズムについて、具体的な計測値及び理論的考察に裏付けられたデータをもとに、水素環境下における組織・強度変化予測手法や疲労き裂進展挙動予測手法をまとめ、関係産業界に提供し、関係産業界が水素を利用する際の材料に関する信頼性向上や安全性の確立に資する。

また、高圧化状態に曝される材料、部品等の加工（成形・溶接・表面修飾）プロセスや同プロセスにおける温度等の影響について、上記の科学的知見も含めて、水素材料データベース、最適水素材料探索指針をまとめ、関係産業界に提供するとともに、材料劣化判断・健全性評価法や水素用機械要素設計法等を提供し、関係産業界が水素を利用する際の材料に関する信頼性向上や安全性の確立に資することに加え、規制見直し、使用材料拡大、国際標準化に貢献する。

さらに、水素関連機器に用いる材料内の水素拡散挙動・漏洩挙動を計算するシミュレーション手法を用いて、上記の実験・解析データに理論的根拠を与え、産業界に対して水素材料や水素機械の信頼性向上や安全性の確立のための科学的知見を可能なかぎり一般化して提供することを試みる。

1.3 研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」

(1) 中間目標(平成 19 年度末)

液化・高圧化状態の水素に曝される材料、部品等の加工（成形・表面修飾）等の影響について、上記 1.2(1) における科学的知見も鑑み、考察・評価を進めるための具体的な試験や分析等に必要となる環境を整備し、例えば、ステンレス鋼、低合金鋼並びに部品・部

材等加工品における水素侵入特性や、加工品に生じる加工ひずみや欠陥の差異が材料疲労強度に及ぼす影響について明らかにする。

(2) 中間目標(平成 21 年度末)

液化・高圧化状態の水素に曝される材料、部品等の加工（溶接等）プロセスや同プロセスにおける温度等の影響について、上記 1.2(2) における科学的知見も鑑み、例えば、溶接材の疲労強度に及ぼす水素の影響について明らかにするとともに、炭素鋼のような低コスト材料における水素の影響評価手法について検討・導出する。

(3) 最終目標(平成 24 年度末)

高圧化状態の水素に曝される高分子材料等の材料強度及び化学構造について、高分子材料の組成、長期使用及び加工、温度などの影響を評価し、基礎研究の結果に基づく知見も含めて、最適な耐水素高分子材料創製指針を纏め、関係する産業界に提供する。また、水素シールとして実使用される O リング等の性能評価法等、高分子材料の劣化や破壊に関する評価法や基礎的データを提供し、関係する産業界が水素を利用する際の高分子材料に関する信頼性向上や安全性の確立に資する。

1.4 研究開発項目④「高圧水素トライボロジーの解明」

(1) 中間目標(平成 19 年度末)

高圧水素環境下における軸受け、バルブ摺動材料、締結部材料、シール材料等について、滑り摩擦試験、フレッティング摩擦試験、摺動試験等トライボロジー基礎物性データを測定できる環境を整備し、精度良く計測できる手法を検討・導出する。

(2) 中間目標(平成 21 年度末)

高圧水素環境下における軸受け、バルブ摺動材料、締結部材料、シール材料等について、具体的な材料を用い、滑り摩擦試験、フレッティング摩擦試験、摺動試験等の試験、分析、解析、評価等を重ね、理論的考察を進めるとともに、発生した現象を科学的に裏付ける検証データを取得・蓄積し、自ら導出した仮説・提案・材料利用のための設計指針等の内容を精査・強化する。

(3) 最終目標(平成 24 年度末)

高圧水素環境下における軸受け、バルブ摺動材料、締結部材料、シール材料等について、具体的な計測値及び理論的考察に裏付けられたデータを纏め、関係産業界に提供するとともに、高圧水素トライボシステムや使用する材料に関する設計指針や管理指針等を提供し、関係産業界が水素を利用する際の摺動材料やシール材料に関する信頼性向上や安全性の確立に資する。

2 事業の計画内容

2.1 研究開発の内容

上記目標を達成するために、以下の6つの研究開発項目について、研究を実施する。

研究開発項目①「高圧水素物性の基礎研究」

研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用および加工、温度などの影響による材料強度特性研究」

研究開発項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」

研究開発項目④「高圧水素トライボロジーの解明」

研究開発項目⑤「材料等内の水素拡散、漏洩などの水素挙動シミュレーション研究」（水素シミュレーション研究チーム）（平成22年度まで実施）

2.1.1 研究開発項目①「高圧水素物性の基礎研究」実施内容

平成18年度～平成24年度においては、高圧水素物性に関する以下の研究実施項目を行う。

- (1) PVTデータの測定装置の開発および状態方程式の作成(主に産業技術総合研究所側で実施)
- (2) 粘性係数の測定(主に産業技術総合研究所側で実施)
- (3) 熱伝導率の測定(主に九州大学側で実施)
- (4) 水素ガスの種々の物質に対する溶解度の測定(主に九州大学側で実施)
- (5) 水素物性データベースの研究開発(主に長崎大学で実施)
- (6) 水素雰囲気における高沸点ガスの露点の測定(主に佐賀大学で実施)
- (7) 比熱の測定(主に産業技術総合研究所側で実施)

- (1) PVTデータの測定装置の開発および状態方程式の作成(主に産業技術総合研究所側で実施)

現在、高温、高圧域では信頼性の高い実測値が存在しないため、100MPa、500℃までの水素のPVT性質を測定し、これらを基に状態方程式を作成する。比熱やエンタルピー、エントロピーなどの他の物性値は、主にPVT性質を基にして作成した状態方程式から、熱力学関係式を用いて計算されるため、PVT性質は他の状態量を誘導するための基準値となり、非常に重要な性質である。信頼性の高い物性値を用いることは、機器の設計、シミュレーションの精度向上および、水素の商取引においても必要不可欠である。

PVT性質の測定は、バーネット式、定容積式、磁気式の異なる方法で測定を行う。領域が重なる場所では、クロスチェックが可能となり、実測値の信頼性向上が図れる。また、磁気式密度計の精度向上のため、密度の基準となるシンカーの校正技術を開発する。得られた実測値を基に状態方程式の作成を行い、測定領域の拡張とともに、状態方程式の適用範囲も拡張する。

<平成18～19年度>

- ① 100MPa、500℃まで水素の密度が測定可能なバーネット式PVT測定装置を開発する。このPVT測定装置に250℃恒温油槽を組み込み、温度調節を行う。バーネット法は体積の異なる2つの容器を連結させ、等温膨張によりPVT関係を求める方法である。一連の圧力測定の精度が重要なため、圧力レンジに応じて複数台の圧力センサーを設置し、重錘式圧力基準器との比較校正により圧力測定の絶対値を保証する。恒温槽を温度範囲により2つに分け、～250℃までは液体恒温槽式、250～500℃までを固体恒温槽とする。温度測定にも高い精度が要求されるので、交流測温ブリッジにより白金抵抗測温体の抵抗を測定し、ITS-90に準拠した温度測定を行うために、高精度の温度校正装置を導入する。

<平成 19 年度>

- ① 1100MPa、250°Cまで圧力、温度を変えて安全に測定ができるように、高圧水素 PVT 測定装置遠隔操作システムを導入する。
- ② 液体恒温槽で温度制御された条件下で 1MPa、250°C以下の PVT データの測定を行う。バーネット式は低圧で精度が非常によく、高圧でも相当精度のデータが得られる測定方法である。また、必要に応じて定容積法によるデータとの比較を行う。
- ③ 窒素ガスまたはヘリウムガスによる動作試験を行う。
- ④ 0.1～1 MPa、250°C以下の水素ガスによる PVT データの測定を行い、文献値と比較を行う。
- ⑤ 磁気式密度計(1)による測定データには、精度と正確さが保証されなければならない。特に、水素の密度を測定する際には、吸着の影響を排除するため、表面積の等しい2つのシンカー（シリコンとゲルマニウム）を導入し、これらのシンカーの密度を 10ppm の精度で校正する技術を開発する。さらに密度測定の不確かさを低減させるため、磁気浮上密度計測用荷重交換機構や磁気カップリングなどの要素技術を改良する（磁気浮上密度計測用非磁性高圧セル開発を含む）。また、バーネット式密度測定装置と音速測定(1)、比熱の測定(7)などで使用する熱物性測定装置の開発における装置設計において誤差要因の検討を行う。
- ⑥ 圧力計や温度計の精密校正方法を検討し、PVT 性質計測における不確かさ要因を評価する。
- ⑦ シンカーとして用いるシリコン単結晶の密度校正技術は既に確立しているため、ゲルマニウム単結晶の密度の精密校正技術を新たに開発する。
- ⑧ そのためにシンカーとして用いる質量 60g 程度の小型のゲルマニウム結晶の密度を 10ppm の精度で校正することが可能な固体密度校正システム（液中秤量システム）を開発する。
- ⑨ また、高圧水素の PVT 測定に使用する磁気式密度計の精度維持のため、アセトン洗浄に使用する磁気浮上密度計用低温トラップ及び磁気浮上密度計用スクロール型真空ポンプを導入する。同時に、同密度計の精度及び信頼性向上のため、同密度計の測定値の信頼性検証の際に使用する密度標準液充填に使用する磁気浮上密度計用チューブポンプを導入する。また、PVT 測定装置における高分解能圧力センサーは、高頻度で6ヶ月～1年程度使用すると、安定した専用台に固定された圧力基準器によってその精度を確認し、校正作業を行う必要があるため、圧力基準器据付台を導入し、上記の確認及び校正作業を行う。
- ⑩ なお、本研究実施項目に関連して、平成 19 年 5 月にギリシャで予定されている「第 11 回 プロダクト&プロセスデザインに関する物性及び相平衡国際会議」において、水素物性測定及び状態式構築に関する情報収集、また、平成 20 年度に設計を開始する磁気式密度計の技術情報を収集するため、ドイツの Rubotherm 社で現地調査を行う。

<平成 20 年度>

- ① 平成 19 年度に装置の健全性および測定原理確認のために実施した 1MPa までの水素、ヘリウム、窒素に関する物性測定の成果を踏まえて、100MPa、200°Cまでの水素の PVT データの測定を行う。
- ② 常圧から 100MPa、100°Cから 400°Cまでの水素の PVT データの信頼性を確保するため、定容積法 PVT 測定装置の開発を行なう。当初予定は、500°Cまで測定可能な装置を開発する予定であったが、KHK の審査において、427°Cまでしか認められないことが判明したため、平成 20 年度目標を 400°Cまでに修正する。平成 20 年度は、100MPa までの高圧化の準備段階として、まず 1MPa 以下、400°Cまでの装置を開発し、高圧化の際の問題点を抽出する。その際、加熱炉の温度均一性の確認を行うために赤外面像システムを導入する。
- ③ 平成 19 年度までの研究開発により、磁気式密度計の心臓部であるシリコンとゲルマニウムのシンカーの密度を 10ppm の精度で構成する技術の確立に目途がたった。また、100MPa の超高

圧下での磁気浮上密度計測用荷重交換機構や磁気カップリングなどの要素技術を初めとして、周辺技術の開発にも目途がたったため、予定を1年早めて、100MPa、250°CまでのPVTデータを測定可能な磁気式密度計の導入を開始する。これにより、PVT測定におけるトレーサビリティ確保し、かつ高精度化測定が可能となる。磁気式密度計の早期導入と並行して、測定値の精度を評価するため、新たにシリコンおよびゲルマニウムシンカーを製作する。さらに、ゲルマニウムシンカーの高温における密度変化を評価するため、ゲルマニウム単結晶の熱膨張率測定を行う。

- ④ 平成19年度に製作した液中秤量システムを用いて、上記のシリコンシンカーおよびゲルマニウムシンカーの密度校正を行う。密度校正時の温度を正確に制御するため、温度制御用精密測温ブリッジおよび温度計校正用三重点保持装置を導入するとともに、密度の参照基準として用いる中空のシリコンシリンダーを製作する。
- ⑤ 磁気式密度計の二つのシンカーの荷重交換方法を検討するため、新しく磁気浮上密度計用圧力コントローラを導入した磁気式密度計用荷重交換システムを製作する。
- ⑥ なお、本研究実施項目に関連して、平成20年8月にフランスで予定されている第18回欧州熱物性会議において水素物性測定及び状態式構築に関する情報収集を行う。

<平成21年度>

- ① 液体恒温槽を用いて、平成20年度に引き続き100MPa、200°C以下におけるPVTデータの測定を行う。窒素またはヘリウムによるPVTデータの測定を行い、装置定数の検定および装置の信頼性の確認を行うとともに、水素のPVTデータの測定を行う。そして、過去の実測値や状態方程式との比較を行い、データ評価を行う。また、平成20年度に開始した磁気式密度計の導入を完了する。さらに、真空時におけるシンカー質量の測定精度向上を図るため、磁気式密度計用ターボ分子ポンプを導入する。
- ② 100MPa、500°CまでのPVT測定が可能な高圧定容積法PVT測定装置の設計に着手する。
- ③ 校正用磁気浮上密度計の温度範囲拡張を行う。具体的には、真空断熱チャンバーおよび放射シールドを併用した固体恒温槽による温度制御システムを開発する。これにより250°CまでのPVT測定を可能にし、水素測定用磁気式密度計を校正するための基準流体のキャリブレーションを可能にする。
- ④ 本研究実施項目に関連して、平成21年6月にアメリカで開催される第17回米国熱物性シンポジウムに参加し、さらにNISTおよびUC Berkeleyを訪問して、水素物性測定及び状態式構築に関する情報収集を行う。また平成21年9月にイギリスで開催される熱力学2009に参加し、水素物性測定及び状態式構築に関する情報収集を行う。

<平成22年度>

- ① 目標とする最高圧力、温度範囲である100MPa、500°Cまでの測定を可能にするため、高圧定容積法PVT性質測定装置を開発する。また、平成21年度に導入した磁気式密度計により100MPa、250°C以下および、低圧仕様の定容積法PVT性質測定装置により1MPa、500°C以下におけるPVT性質を測定する。過去の実測値や状態方程式との比較を行い、データ評価を行う。バーネット法で測定したデータと重なる領域においてはクロスチェックが可能になり、データの信頼性が向上する。また、新しい実測値の取得により、ビリアル状態方程式の適用領域の拡張も可能になる。
- ② 産総研つくば既存の磁気浮上密度計を用いてアルゴン・ヘリウム等の基準流体に関してPVT性質を測定して値付けし、これらのサンプルを用いて平成21年度に導入した磁気密度計の校正を行う。
- ③ 本研究実施項目に関連して、平成22年10月に中国で開催される第9回アジア熱物性シンポ

ジウム(ATPC)に参加し、水素物性測定及び状態式構築に関する情報収集を行う。

<平成 23 年度>

- ① 平成 22 年度に開発導入した高压定容積法 PVT 性質測定装置により、100MPa、500°Cまでの水素の PVT 性質を測定する。
- ② 磁気式密度計によるデータおよび定容積法による PVT 性質データを用い、状態方程式の適用領域を 100MPa、500°Cまでの拡張を行う。
- ③ 平成 23 年度 8 月にギリシャで開催される第 19 回欧州熱物性会議において水素物性測定及び状態式構築に関する情報収集を行う。

<平成 24 年度>

- ① 99MPa、773K(500°C)までの水素の PVT 性質のデータを取りまとめる。
- ② 実測値に基づく状態方程式を完成し、主な熱力学性質(エンタルピー, エントロピー, 定圧比熱)を導出する。
- ③ 状態方程式の適用例として、容器の亀裂発生時における圧力変化を模擬した実験と本事業で開発された状態方程式による解析の比較を行い、状態方程式の実用性を検証する。
- ④ 平成 24 年 6 月にアメリカで開催される第 18 回米国熱物性シンポジウムに参加し、水素物性測定及び状態式構築に関する情報収集を行う。

(2) 粘性係数の測定(主に産業技術総合研究所側で実施)

水素の高压充填システムや流量測定システムの開発や設計には精度の高い粘性係数が必要とされる。100MPa、150°Cまでの範囲を超えた領域の粘性係数は、補外による推算値が用いられているため、実測データに基づく推算式が必要とされている。100MPa、500°Cまでの範囲で測定可能な細管式粘性係数測定装置を開発し、実測するとともに、温度、圧力に対する推算式を作成し、水素の基礎物性情報の一つとして提供することを目的とする。粘性係数を求めるには密度の情報が必要であるため、まず動粘性係数を測定し、PVT の実測データから得られる密度を用いて、粘性係数を求める。測定原理が全く異なる振動細線法による測定値との相互確認をすることでデータの信頼性を確保する。

<平成 18~19 年度>

- ① 高压水素粘性係数測定装置の設計・製作を行う。250°C以下の測定用に液体恒温槽を採用する。測定用細管は、内径 0.5mm 以下、長さ 500mm 程度とし、測定容器は 100MPa の耐圧仕様とする。

<平成 18~19 年度>

- ① 細管法による水素の粘性係数について、±5%の精度を確保するために差圧と流量の高精度計測方法を検討する。
- ② なお、本研究実施項目に関連して平成 19 年 6 月にメキシコで開催される「マイクロチャンネルに関する国際会議(ICNMM2007)」において、細管内の水素流動に関する速度および温度分布の測定法に関する情報収集、7月にカナダで開催される「日米熱工学合同会議」において、水素物性の測定法に関する情報収集を行う。

<平成 19 年度>

- ① 100MPa、250°Cまで圧力、温度を変えて安全に測定ができるように、高压水素粘性係数測定装置遠隔操作システムを導入する。
- ② 粘性係数測定用細管内径測定用システムを構築し、実測することにより細管内径の寸法およ

びその均一性を確認する。

- ③ 液体恒温槽で温度制御された条件下で、1 MPa、250°C以下の動粘性係数の測定を行う。
 - ・窒素ガスまたはヘリウムガスによる動作試験を行う。
 - ・0.1～1 MPa、250°C以下の水素ガスによる動粘性係数の測定を行い、既存の密度情報を用いて粘性係数に換算した後、文献値と比較を行う。

<平成 20 年度>

- ① 平成 19 年度に装置の健全性および測定原理確認のために実施した 1MPa までの水素、ヘリウム、窒素についての成果を踏まえて、100MPa、200°C以下の動粘性係数の測定を行う。
- ② 100MPa、200°Cまでの条件下で得られた水素ガスの動粘性係数を、密度情報を用いて粘性係数に換算し文献値との比較を行う。
- ③ 平成 21 年度以降に予定されている 500°Cまでの高温条件下の測定法に関する調査を行う。
- ④ 流量測定や圧力測定の校正技術の開発を継続して行う。その際、高圧水素の非定常流動状態の流量を測定するために、マスフローメータを導入する。
- ⑤ 本研究実施項目に関連して、8月にフランスで開催される第 18 回欧州熱物性会議において、粘性係数の測定法に関する情報収集を行う。

<平成 21 年度>

- ① 高圧水素粘性係数測定装置により 99MPa、200°Cまでの動粘性係数を測定し、従来密度が実測されていない領域では本プロジェクトで実測された密度の値を用いて粘性係数の算出を試みる。
- ② 細管法における差圧測定に関し超高圧までの高精度測定を検討しているが、流路内径の微小化および長さ確保の実現を試みる。さらに高圧水素粘性係数測定装置入口部に圧力調整弁を設置する改造を行い、測定中の圧力を安定化し変動を抑制する。
- ③ 超高圧条件では差圧測定の測定精度が低下する可能性を補うため、差圧測定を必要としない振動細線法粘性係数測定予備システムを構築する。
- ④ 本研究実施項目に関連して、平成 21 年 7 月にカナダで開催される第 20 回国際輸送現象シンポジウムにおいて、粘性係数の測定法に関する情報収集を行う。

<平成 22 年度>

- ① 平成 21 年度までに測定したデータと既存の実測データを基に推算式を作成した。
- ② 99MPa、500K(227°C)までの測定を行う。そして、実測データをもとにした推算式を充実する。
- ③ 平成 21 年度に構築した振動細線法粘性係数測定予備システムにより、1MPa 未満の試測定を行なう。
- ④ 本研究実施項目に関連して、平成 22 年 10 月に中国で開催される第 9 回アジア熱物性シンポジウム(ATPC)に参加し、粘性係数の測定法に関する情報収集を行う。

<平成 23 年度>

- ① 高圧水素粘性係数測定装置の改造を行い、99MPa、773K(500°C)までの測定を可能にする。
- ② 高温(500°C)条件下で気密を維持して石英細管を固定する取付法は平成 22 年度までに確立しており、これにより動粘性係数を測定し、従来密度が実測されていない領域では本プロジェクトで実測された密度の値を用いて粘性係数の算出を試みる。
- ③ 平成 23 年度 8 月にギリシャで開催される第 19 回欧州熱物性会議において粘性係数の測定法に関する情報収集を行う。

<平成 24 年度>

- ① 99MPa、773K(500°C)までのデータを取りまとめる。
- ② 実測データをもとにした整理式を充実する。
- ③ 平成 24 年 6 月にアメリカで開催される第 18 回米国熱物性シンポジウムに参加し、粘性係数の測定法に関する情報収集を行う。

(3) 熱伝導率の測定(主に九州大学側で実施)

熱伝導率は最も基本的な物性値であることに加え、水素エネルギーシステムにおける①貯蔵タンクへの急速充填の際における水素の温度上昇の推測、②水素ステーションにおけるプレクール能力の決定、③高温での運転が必要な固体酸化物形燃料電池の熱設計などに欠かせない情報となっている。本研究では高圧高温水素の熱伝導率測定に適した、非定常短細線加熱法を用いて高圧、高温域で信頼性の高い熱伝導率を測定するとともに、圧力、温度に対する整理式を作成する。その目的達成のため、熱伝導率測定装置を導入し、段階的に測定領域を拡張し、最終目標として 100MPa、500°C までの熱伝導率を測定する。

またこれまでの物性値情報の調査の結果、水素の異性体であるパラ水素とオルソ水素の濃度によって熱物性値が異なることが明らかになった。低温の水素を利用する際は、様々なパラ水素濃度の水素を利用する可能性が高いことから、パラ水素の濃度と熱伝導率の関係についての測定も開始する。

<平成 19 年度>

- ① 伝導率測定装置開発の設計データを得るために、水素熱伝導率予備実験システムを構築して予備実験を開始するとともに、数値シミュレーションを行う。なお、本研究実施項目に関連して、平成 19 年度中に清華大学（中国）の熱物性測定研究に関する現地調査を行う。

<平成 20 年度>

- ① パラ水素およびオルソ水素の濃度と熱物性値の関係を把握するため、パラ水素ガス発生装置を導入し、パラ水素濃度モニターおよびオルソ-パラ変換速度を測定するためのラマン分光計を導入する。
- ② 平成 19 年度の非定常短細線法における細線プローブ周りの温度と流れ場のシミュレーションおよび簡易実験による予備研究の成果を踏まえて、恒温制御システムを備えた 1MPa 以下、80K~400K の範囲の条件で測定が可能な細線法熱伝導率測定装置を設計製作し、導入することにより、パラ水素の濃度を変化させて熱伝導率を測定する。低温領域の温度調節に必要なため、液体窒素容器を導入する。
- ③ 熱伝導率測定用プローブの製作を高精度で迅速に行うために、極細線用抵抗溶接機を導入する。
- ④ 同時に 100MPa、500°C までの条件下の測定が可能な装置の開発・設計に着手する。
- ⑤ 本研究実施項目に関連して、平成 20 年 8 月にフランスで開催される第 18 回欧州熱物性会議、および 6 月にオーストラリアで開催される第 17 回世界水素エネルギー会議において、水素の熱拡散率および熱伝導率測定に関する技術情報の収集を行う。

<平成 21 年度>

- ① 1MPa、80K~350K までの熱伝導率測定を行う。
- ② パラ水素ガス発生装置により、任意濃度のオルソ-パラ水素について測定し、オルソ-パラ濃度と熱伝導率の相関を明らかにする。オルソ-パラ濃度にはパラ水素濃度モニターを用いる。
- ③ また、同時にラマン分光計によりオルソパラ変換速度の測定を試みる。

- ④ ラマン分光計の分光用測定セルを現状の大気圧から 1MPa まで耐圧を高め、グレーティング・フィルタを高密度に変更することにより分解能を高めるために改造する。
- ⑤ 100MPa、500°Cまでの熱伝導率測定を行うため、高圧水素熱伝導率測定装置の設計および製作を行う。測定容器内の圧力を精密に測定するため高圧水素熱伝導率測定装置用精密圧力センサを導入する。
- ⑥ 本研究実施項目に関連して、平成 21 年 6 月にアメリカで開催される第 17 回米国熱物性シンポジウムに参加し、さらに NIST および UC Berkeley を訪問して、水素の熱拡散率および熱伝導率測定に関する技術情報の収集を行う。

<平成 22 年度>

- ① 平成 21 年度に実施された任意のパラ水素濃度の水素についての測定で（1MPa、80K～350K までの範囲）、低温領域にてパラ水素とノーマル水素との差が観測され、150K 付近で最大 30% 程度の差があることを見出した。またラマン分光計によりオルソパラ変換速度の測定した結果、その変換速度は水素ガスが充填される容器の材質に大きく依存することを明らかにした。本年度は以下の課題を行う。
- ② 100MPa、500°Cまでの範囲でノーマル水素の熱伝導率を測定する。
- ③ ラマン分光計によりオルソパラ変換速度の測定を行い、変換速度と容器の材質の相関を検討する。
- ④ 本研究実施項目に関連して、平成 22 年 10 月に中国で開催される第 9 回アジア熱物性シンポジウムにおいて、水素の熱拡散率および熱伝導率測定に関する技術情報の収集を行う。

<平成 23 年度>

- ① 細線法熱伝導率測定装置を改造し、1MPa、室温から 773K(500°C)までの熱伝導率測定を可能にする。
- ② ラマン分光計によりオルソパラ変換速度と水素貯蔵タンク用材質との相関に関する測定を行う。
- ③ 平成 23 年度 8 月にギリシャで開催される第 19 回欧州熱物性会議において水素の熱拡散率および熱伝導率測定に関する技術情報の収集を行う。

<平成 24 年度>

- ① 99MPa、773K(500°C)までのデータを取りまとめる。
- ② 実測データをもとにした整理式を充実する。
- ③ オルソパラ変換速度と水素貯蔵タンク用材質の関係について温度との相関を測定する。
- ④ 平成 24 年 6 月にアメリカで開催される第 18 回米国熱物性シンポジウムに参加し、水素の熱伝導率測定および熱拡散率に関する技術情報の収集を行う。

(4) 水素ガスの種々の物質に対する溶解度の測定(主に九州大学側で実施)

水素ガスの物質への溶解度は、水素エネルギー要素技術の開発において重要である。水素の製造、貯蔵、利用システム技術において、その安全性、機能性、耐久性を評価する上で水素ガスの溶解度が必要であるが、十分に整備されていない。水素ガスは様々な材料・物質と相対するが、重工、自動車、機械、プラントエンジニアリング企業等からのニーズを踏まえて、高分子材料（ゴム、高分子電解質膜）、液体（純水、電解質溶液）にたいする溶解度を計測する。高分子材料に対しては、室温～70°C、大気圧～0.6MPa の範囲で計測する。液体に対しては、室温～70°C、大気圧～30MPa の範囲で計測する。

従来、高分子材料、たとえば高分子電解質膜への水素ガス溶解度に対しては、高分子電解質膜の両側に水素ガスの圧力差を与え、透過量を計測し、透過率 (P) のみを導出してきた。

透過率は一般に、 $P \propto c \times D$ 、すなわち溶解度 (c) と拡散係数 (D) の積と表すことができる。このことから透過率のみ計測しても、溶解度が大きいと、あるいは拡散係数が大きいと、あるいは透過が進むのか不明であった。溶解度、拡散係数を個々に計測し、どちらか支配的に透過率を決めるのかを見極めた上で材料開発指針を得る必要がある。

また従来のゴムに対する水素溶解度計測においては、ゴム試料の高圧水素雰囲気暴露、水素チャージ、その後の減圧操作、放出水素のカウンティングによる溶解度の定量化が進められてきた。しかしこの計測から付随して導出された拡散係数は、輸送プロセスを仮定した上での拡散係数であった。また、複雑な構造を有するゴム内のどのサイトに水素ガスが支配的に溶解するか不明であった。

そこで本研究では、NMR 原理を導入し、水素溶解度 (c) と拡散係数 (D) のその場同時計測を行い、水素の高分子材料に対する溶解過程を直接的かつ詳細に明らかにする。容器内に高分子試料、NMR センサーを設置し、水素ガス暴露し、NMR 信号を得る。この時の信号強度は溶解度に対応し、磁気的な摂動 (勾配磁場) を与えた際の信号強度は拡散係数に対応することから、その場で同時に高分子材料内の水素ガスの溶解度、拡散係数を計測することができる。また NMR 信号のスペクトル解析から、水素ガスが溶解するサイトを微視的に解明できる可能性もある。このような NMR 計測の特徴を活かして計測・整備された溶解度、拡散係数データは、今後の高分子電解質膜、ゴム材料の適切な開発指針を与える上で重要である。

なお、高分子電解質膜に対する水素の溶解度を含む透過性については、これを利用する燃料電池や水電解装置の性能に直接影響することから、メーカー内での計測も進んでいるようであるが、これまでに系統的にデータが開示されていない。本研究により高分子電解質膜に対する溶解度、拡散係数のデータを整備することで、国内の水素・燃料電池産業の裾野を広げることが期待できる。

液体に対する水素溶解度に対しては、高圧気液平衡セルによる水素溶解、その場溶液サンプリング、質量分析器による溶解度定量のシーケンスを導入にする。従来の高圧気液平衡セルによる水素溶解、圧力開放と気相体積変化を介した溶解度計測シーケンスに比べて本研究の方法では、水素溶解度に影響を与える液相に混入する不純物を監視でき、気相側の蒸気圧を補正することなく、より正確に液体に対する水素ガス溶解度を計測することができる。得られた一連のデータは、例えば水電解装置の実質的な効率を試算する上で、起動、停止の安全な操作を確立する上で役立つことができる。

<平成 18~19 年度>

- ① 溶解度装置は、圧力調整弁やバルブ、温度調節、及び遠隔操作に伴う制御機器などから構成され、要素点数が多い。特に、(1)溶解度が圧力に対して大きく変化するため、各圧力領域に対して適切な計測・分析装置の住み分けが必要となり、(2)密閉セルによる圧力・温度の調整→気液平衡の調整→その場サンプリング→前処理→質量分析装置による溶解度分析、など分析操作数も多い。安全で精度よく、効率的に溶解度を測定するには、装置の段階的な開発が必要となる。そこで 20MPa、40℃までの溶解度測定装置及び溶解度測定用水位監視システムを試作し、問題点を抽出する。特に、水と水素ガスを充填する高圧容器にはガラス窓を設け、セル内における水の流れ、水位とサンプリングポートの位置関係、攪拌作用の程度などを検証する。
- ② また、バルブ類の遠隔操作がノイズ等により誤動作することなく、信頼性よく作動するかどうかを評価する。同時に、正確なデータが準備されている低圧下の溶解度を試測定し、測定精度を評価するとともに、作業の効率性を検証する。このように試作機を使って問題点を抽出し、改良を重ね、平成 20 年度以降の「本」測定の基礎とする。

<平成 19 年度>

- ① 段階的に昇圧を試みる。この時、圧力を上げるとガス漏れが発生しやすいため、窒素ガス、ヘリウムガスなどを充填して漏れ試験を実施し、繰り返しに起因する不具合も含めて測定の安全性を確保する。安全性が確保された上で、1MPa程度の低圧域での水素溶解度の測定を開始する。また研究の結果、標準ガスの流動性制御によるガス濃度安定化及びサンプル水量の増加により、測定精度の向上が可能であることが新たに明らかになった。この結果を踏まえ、ガス流動性制御用のマスフローコントローラー及び大型の水蒸気除去システムの付加を行うことで、より精密な水素ガスの水溶解度測定に資する。さらに、来年度から同装置を用いて「水素が溶解した水に曝された高分子膜内の水素溶解度測定」の開始を計画している。そこで、これに先だって高圧液相ポンプを付加する改造を行い、予備実験を開始することで装置の最適化と研究手法の適正化が図られ、来年度の円滑な研究推進に資する。
- ② なお、本研究実施項目に関連して、平成19年6月にアメリカで開催されるFC会議において、水素関連技術に関する情報を収集する。また、高圧下の気液相の取り扱いに関連して、平成19年7月ドイツで開催の多相流体の国際会議(ICMF)及びチェコのThe Institute of Chemical Process Fundamentalsにおいて、11月にアメリカで開催される物理学会流体力学部門年会上において情報収集を行う。

<平成 20 年度>

- ① 核磁気共鳴(NMR)原理を応用して計測するため、水素ガスの高分子材料への溶解度を測定できる装置(溶解度測定用NMR装置)を開発する。高分子材料の周囲は、水素ガス100%、あるいは水蒸気など他のガス、液体が混在した雰囲気とする。NMR信号の授受に適するよう容器の設計に配慮しながら、水素ガスの高分子材料への溶解度を測定できる装置を構築する。なお、平成20年度は、圧力範囲を1MPa以下、温度は室温程度の条件下で、高分子材料への水素溶解度を試測定する。また、温度調節によりNMRの感度を向上させるために、永久磁石磁気回路用水循環恒温ジャケットを導入する。
- ② 前年度に開発し、安全性、効率性などを検証した溶解度測定装置を使って、水素ガスの、水などの液体への溶解度測定を本格的に開始する。純水のみならず、pHを調整した水、あるいは極性が比較的小さな液体なども検討の上対象とする。気液平衡セルによりサンプルを作製し、前処理、質量分析器により溶解度を得る。得られた実測値は、気液平衡理論による溶解度と比較・検証する。なお、より高精度に溶解度が得られるよう、前処理部分などを改造する。
- ③ 10月にアメリカで開催される2008年燃料電池セミナーにて、水素関連技術に関する情報を収集する。また、11月にアメリカで開催される第61回米国物理学会流体力学部門年会講演会にて、気液相の取り扱いに関する情報を収集する。

<平成 21 年度>

- ① 前年度までに装置の開発を終えた「NMRによる高分子材料内の水素溶解度測定の測定」では、ゴム材料と、高分子電解質に対する水素の溶解度測定を本格的に開始する。新規なRFコイルを有する本装置は、試料周囲を水素ガス、及び水蒸気も混合させた雰囲気中に制御できる。すなわちその場の雰囲気下で高分子材料内の水素溶解度を測定可能である。平成21年度は、圧力を0.1~0.6MPa、温度を室温~70℃の条件下で測定する。対象とする試料は、EPDMゴム、フッ素系の電解質膜とする。なお、溶解度測定用NMR装置の計測システムのソフトウェア改造を行い、信号処理を高速化する。また同じく溶解度測定用NMR装置の計測システムのハードウェア改造を行い、試料容器を非磁性化して計測の感度を上げる。
- ② さらに、NMR励起パルスを極短化し、減衰が早い高分子材料内の水素分子のNMR信号を、よ

り SN 比を向上させて測れるようにする。一連の改造を経て、ゴム材料についてはゴムの種類、フィラーの有無・種類を変えながら、水素溶解度データを拡充する。

- ③ 「水などの液体に対する溶解度測定」では、pH を調整した水に対する溶解度を測定する。アルカリ水電解を踏まえ、KOHaq に対する水素溶解度を測定する。平成 21 年度では、0.1mol/kg 程度の KOHaq に対する水素溶解度を、室温、大気圧～29MPa の範囲で測定する。このため、高圧溶解度測定装置の気液平衡セルを耐薬品化する改造を行う。
- ④ 10 月にオーストリアのウィーンで開催される電気化学の年次大会にて、水素関連技術に関する情報を収集する。

<平成 22 年度>

- ① 平成 21 年度までの種々の改造を経て、NMR による手法が、高分子材料内の水素ガス透過性（溶解度、拡散係数）のその場計測に有効であることを検証できた。事前に校正線を作成することで、信号強度、信号強度の変化から溶解度、拡散係数の絶対値も導出でき、他の計測法と比較照合して妥当な値であることが分かった。そこで今年度は、種類や、添加剤の異なるゴムの水素ガスに対する透過性を計測しデータを拡充する。この時、ゴム構造由来水素と溶解水素ガスの信号をより精度高く分離する必要がある。そこで、雰囲気水素ガスを H₂ から D₂ に切り替えることで、ゴム構造由来水素と溶解水素ガスの信号を分離し、溶解した水素ガスの溶解度をより正確に定量化する。
- ② NMR による手法で、高分子電解質膜内の水素ガスの透過性も計測する。ゴム試料に比べて高分子電解質膜試料は体積が小さく、試料周囲の水素ガス、溶解した水素ガスの分離が難しいと考えられる。そこでセンサーの役割を担う RF コイルを試料に直接埋め込み、計測領域を膜内に制約し、溶解した水素ガスのみをセンシングできるようにする。

<平成 23 年度>

- ① 確立した NMR 手法により、含水状態の高分子電解質膜 (PEM) に対する水素ガスの溶解度、拡散係数を計測する。水由来のプロトンと水素ガス由来のプロトンを区別するために、含浸させる水を重水とする。
- ② NMR 手法によるゴムに対する水素ガスの溶解プロセスの計測においては、実際の仕様環境を模擬するために、荷重かけた条件下での計測を実施する。このために外部から荷重を ON/OFF できるような NMR 用容器を改造する。
- ③ 平成 23 年にアメリカで開催される 2011 米国電気化学会議にて、水素関連技術に関する情報を収集する。

<平成 24 年度>

- ① NMR 手法によって得られた水素ガスの高分子電解質膜に対する、ゴム材料に対する溶解度、拡散係数をまとめる。特に高分子電解質膜においては含水量、ゴム材料においてはフィラー種、量をパラメータに溶解度、拡散係数を整理する。
 - ② 平成 24 年にアメリカで開催される 2012 米国電気化学会議にて、水素関連技術に関する情報を収集する。
- (5) 水素物性データベースの研究開発(主に長崎大学で実施)

水素製造から貯蔵、輸送、エネルギー変換機器などの水素利用機器については、多くの企業や研究機関で実用化のための研究・開発が進められており、機器の開発・設計に必要な水素の物性値を簡便に検索できるシステムの実現は産業界から大きな期待が寄せられている。そこで、広範な圧力、温度範囲にわたる水素の物性値を Web ブラウザや MS Windows で動作す

るアプリケーション・ソフトウェアから自由に検索できるシステムを構築することを目的とする。

目的を実現するための課題とそれぞれの課題解決のためのプロセスを列挙する。

- ・ 収録データの温度と圧力範囲の拡張のために、熱物性チームで新たに測定したデータのみでなく、未収録データや新しく発表されたデータを逐次収録する。
- ・ 熱物性予測式の適用範囲の拡大および精度の向上を図るため、水素の音速を室温～170℃、0～1 MPa の範囲で測定する。さらに 0.1 MPa から定圧極限までの水素の音速を測定し、熱物性予測式の精度を向上させる。
- ・ より使い易いユーザインターフェイスと利用環境を用意し、ある範囲の物性値を指定した刻み幅で出力できるように LiveCD の改良を行う。

<平成 18～19 年度>

- ① 現存する水素の主要物性値情報を網羅的に収集し、信頼できるデータを抽出する。これらのデータは、本事業で測定されたデータとの比較に用いる。
- ② 抽出された物性値情報をデータベース化する方法の検討を行う。
- ③ データベースに関して、LINUX 等のオープンソースシステムをベースにして、基本設計と試作を行う。
- ④ 物性値データベース検索システムとデータ入力システムの構築を行う。
- ⑤ 実験式や状態方程式などの成果も、データベースシステムと負荷の大きい計算クライアントをスムーズに統合するシステムについて検討する。
- ⑥ MS-EXCEL 上で物性計算を行うためのシステムを開発する。

<平成 19 年度>

- ① 収集した水素に関する物性情報は、信頼性および健全性のチェックを行い、随時、データベースに入力して充実を図る。
- ② 必要に応じて物性推算式を作成する。相平衡に関する物性値については、種々の入力パターンに対応できるようなシステムを開発する。
- ③ 文献調査と物性関連の研究機関の調査を定期的に行い、データベースの完全性を維持する。実験グループが測定したデータについても、データベースへの入力を行う。
- ④ なお、本研究実施項目に関連して、平成 18 年度では、7 月に第 16 回米国熱物性シンポジウムにおいて、水素物性、熱物性値測定等に関する情報収集、8 月にオーストラリアで開催される国際伝熱会議において、水素の熱物性、物性 DB 等に関する情報収集、同じく 8 月に韓国で開催される「機械工学における姉妹大学ジョイントシンポジウム」において水素物性に関する情報収集を行う。平成 19 年度では、7 月にカナダで開催予定の「日米熱工学合同会議」において、水素物性の推算手法応用に関する調査、8 月に韓国で開催予定の「第 18 回輸送性国際シンポジウム」11 月にイタリアで予定されている第 20 回世界エネルギー会議において、水素物性に関する情報収集を行う。

<平成 20 年度>

- ① 流体の熱物性値を利用する場合、測定値がそのまま利用できる場合は殆ど無く、測定値に基づいて作成された複雑な推算式を用いて計算する必要がある。通常、要求される熱物性値は数点あり、繰り返し計算中で利用される事も多いため、複雑な計算を伴うデータベースシステムを安定的に運用するためには、内部の計算量についても考慮が必要である。この最適化に関する研究の第一歩として、水素の熱物性が必要とされる状況を幾つか想定し、その際にデータシステム内の計算が最小となるシステムの構築を試みる。

- ② 計算コストが最小となるシステムの構築を通して、システムで使用した各種の推算式の性能や特徴の評価を行う。また、同時に最適な熱物性値データベースが供えるべき条件やその評価方法について検討を開始する。
- ③ 今年度も、測定データの収集と推算式の整理を継続する。現存する推算式を参考にしつつ、本プロジェクトの特徴でもある高温、高圧域での熱物性の推算式を作成する。このため、今年度はモデルの選定と評価を進める。また、上記の研究を円滑に効率よく遂行するために、相平衡計算・データベースシステムを導入する。
- ④ 状態式からの誘導関数の精度を向上させるため、水素中の音速測定装置の開発を開始する。このため、音速測定システムを導入する。
- ⑤ これに関連して、6月にアメリカで開催予定の第16回国際原子力会議、8月にチェコにて開催される第18回化学およびプロセス工学に関する国際会議、同じく8月にフランスで開催される第18回欧州熱物性会議に参加し水素生成と水素物性の推算手法応用に関する調査を行う。また、大阪で開催予定の冷凍空調学会年次大会に参加し、水素利用時に到底される超臨界圧あるいは二相流状態を利用した機器の現状に関する調査を行い、東京で開催予定の日本熱物性シンポジウムでは、熱物性全般に関する調査を行う。さらに札幌で開催予定のJSME-KSME Thermal and Fluid Engineering Conferenceに参加し、混相流、燃料電池技術当、水素利用機器における水素の役割や熱物性の役割当に関する調査研究や情報収集を行い、水素研究に関わる打ち合わせを九州ルーテル学院大学（熊本）等でも行う。

<平成21年度>

- ① 前年度に引き続き、システム内部の計算量を考慮したデータベースシステムの構築に対して、システム構成をハードウェアの基本構成や、使用するソフトウェアの種類や使用方法等を、これまでの成果を総括した上で再度検討し、より効率的な物性データベースサーバーが保持すべき特性等を整理する。本年度は熱物性計算の中では、際立って計算負荷が大きくなるPVT関係と相平衡の計算について重点的に検討し、最終目標である水素物性データサービスシステムの重要要素となる事が想定されるPVT関係・相平衡計算システムを開発する。
- ② MathCAD等、研究や開発の際に広く使用されているソフトウェアから開発中の水素物性データベースへのアクセスを可能とするシステムについて、基本的な要求や効率化に必要な事項等について検討し、システム開発に着手する。
- ③ 水素熱物性データベースシステムを公開するに当たり、その公開方法や範囲、ライセンスについて、現在のわが国の研究者や産業界両方の要求をできるだけ満たせるよう検討を行う。
- ④ 前年度に引き続き、状態式からの誘導関数の精度を向上させるため、水素中の音速測定装置の改良と音速の測定を行なう。具体的には、前年度導入した音速測定システムを用いて、温度170℃以下、圧力1MPa未満の条件で、共鳴法による音速測定を実施する。水素を流しながら測定するために、実験室に簡易型の水素常時監視システムを設置する。また、温度と圧力の測定精度を向上させるために、高精度の音速測定装置用圧力・温度精密測定システムを導入する。音速測定に際して、共鳴法による測定精度向上、高圧対応および高温対応に必要な条件を洗い出し、材質および球直径を最適化した音速測定部（共鳴セル）を製作する。共鳴セルに取り付ける音響測定センサーおよび発振子は、共鳴セルの製作前に導入して、予め測定装置と接続して予備実験を実施しておく。
- ⑤ これに関連して、平成21年6月にアメリカで開催予定の第17回米国熱物性会議に参加し水素物性の推算手法およびその応用、水素の音速測定技術に関する調査を行う。また、学会開催国にあるNISTの熱物性測定施設を見学すると同時に、NISTの研究者と意見交換を行ない、水素物性の測定方法および水素物性データベースに関する情報収集を実施する。

<平成 22 年度>

- ① 平成 21 年度までに開発してきた水素熱物性データベースシステムがサポートする物性値や適用範囲について、特に本プロジェクトの特徴である高圧の領域を正確にサポートできるような拡張を検討し、拡張版 PVT 関係・相平衡計算システムを開発する。
- ② XML を利用した水素物性データベースおよび文献データベースを稼働させ、ユーザーインターフェイスの拡充を図る。
- ③ 特に高圧状態における水素の PVT 関係の推算により適したモデルの構築へ向けての検討を開始する。
- ④ 平成 21 年度に引き続き、状態式からの誘導関数の精度を向上させるため、水素中の音速測定装置の改良と音速の測定を行なう。前年度末に導入した、真鍮製の球形共鳴器と、圧力および温度の高精度計測システムを用いて測定精度の向上を図る。測定範囲は、温度は室温から 170°C まで、圧力は 1 MPa 以下とする。

<平成 23 年度>

- ① 平成 22 年度までに開発してきた水素熱物性データベースシステムについて、引き続き物性チームが測定するデータの組み込み作業を続ける。
- ② このプロジェクトが開始されて 5 年が経過し、データベースサーバーやクライアントの本体となる計算機のハードとソフトの利用状況が変化した。その変化を整理して、それらに対応した改良を行う。当面、CD-ROM を利用したシステムから USB メモリを利用したシステムへの完全移行するための USB メモリ型 DB システムの構築とエクセル以外のソフトウェアのサポートを実施する。
- ③ 測定精度の確認のため、物性がよく知られている高純度アルゴンの音速測定を実施する。
- ④ 測定した音速のデータを利用して、データベースに組み込んだ迫田らの状態方程式の精度を確認する。
- ⑤ これまでに作成している 1 個の共鳴器を利用して音速の測定を続けつつ、もう 1 個の共鳴器を用いて、マイクロホンの作動範囲外の低温・高温環境での測定を可能にするために、マイクロホンを測定器外部に取り付ける装置の予備実験を実施する。
- ⑥ 平成 23 年度 8 月にギリシャで予定されている第 19 回欧州熱物性会議において水素の音速および音速測定に関する技術情報の収集を行う。
- ⑦ 第 4 回世界水素技術会議においてデータベース組み込みを想定した水素の熱物性値の状況や各種の水素利用機器の現状について情報収集を行う。

<平成 24 年度>

- ① 水素利用機器の現状を想定したアプリケーション型の物性計算システム(例えば、水素ステーションにおける熱物性値シミュレータ)を拡充する。
 - ② 100°C 以上の高温環境で音速の測定を行なう。
 - ③ 平成 23 年度に実施した音速のデータによる迫田の状態方程式の評価をさらに進め、式の係数に反映させる作業を行う。
 - ④ 音速の測定装置の攪拌、断熱、温度計の再較正などを行い、適宜チューニングを施して測定精度の向上を図る。
 - ⑤ 第 18 回米国熱物性会議において、これまでの成果を発表するとともに、熱物性値データベースに関連する技術および水素の音速とその測定に関する技術情報の収集を行う。
 - ⑥ 物性チームが測定した各種の物性値に加えて、以上の成果をデータベースに反映させる。
- (6) 水素雰囲気における高沸点ガスの露点の測定(主に佐賀大学で実施)
水素ステーションにおける車載タンクへの高圧水素の急速充填過程では、系内の低温部に

いて水素中に残存する水蒸気等の微量高沸点ガスが凝縮・凝固し、流動系の不安定や高圧水素機器の潤滑部等での不具合が生じることが懸念される。残存水分等の凝縮・凝固が生じない圧力・温度条件でステーションを運用する必要があるが、35MPa 以上の高圧水素中の ppm オーダーの水分の露点(固相として現れる場合は霜点という)を測定可能な測定装置はなく、信頼できる露点データがない。ステーションの最適な設計条件と運用条件を把握するためにも、水素ステーションの条件に対応した信頼できる露点データの拡充が必要とされている。

そこで、本研究では、40MPa 程度までの高圧下で水素中の微量水分の露点測定が可能な露点測定システムを開発し、露点データを拡充するとともに、水素ステーションの条件に対応した露点推算法の開発を目指す。

そのためには、(1)40MPa 水素対応の高耐圧性を備えた露点測定セルの開発、(2)高圧水素中の微量水分の高精度濃度モニター法と濃度調整法の開発、また、(3)残存水分が微量であり凝縮相が固相(霜)として現われるため、高圧水素と氷の高精度な固気平衡推算法の検討が課題となる。露点検知光学系と分離された構造を持つ高耐圧性の露点測定セルを開発して、課題(1)に対応する。インライン型鏡面冷却式センサを用いた水分モニター法を開発し、氷の飽和層を用いた微量水分調整法等を検討して、課題(2)に対応する。本研究の露点実測データに基づいて固気平衡推算法を改良し、水素ステーションの条件に対応した高精度な露点推算を可能とする。

<平成 19 年度>

- ① 水素対応露点計測装置開発の設計用基礎データを取得するための露点計測予備システムを導入して予備実験を行い、技術的問題点を抽出する。
- ② なお、本研究実施項目に関連して、平成 19 年 11 月に中国の清華大学視察及び「中国工程熱物理学会伝熱伝質年会」(中山大學)において、水素ガスの湿度管理技術に関する情報収集、また平成 19 年 8 月に韓国で開催予定の「第 18 回輸送性質国際シンポジウム」において、凝縮現象に関する情報収集を行う。

<平成 20 年度>

- ① 高圧水素雰囲気中に含まれる微量の高沸点ガスの露点(凝縮温度)測定が可能な装置の開発を行い、最終的に 40MPa 程度までの高圧下での測定が可能な装置の開発に着手する。測定には、凝縮開始を一次検出でき、最も高精度とされている鏡面冷却式の露点測定法を採用する予定であるが、より高精度な測定手法の検討も引き続き実施する。低圧で窒素の標準ガス等を用いた動作確認を行うため、露点測定システムの設計と製作を行う。装置の改良と測定方法の検証を進め、段階的により高圧での測定に対応させていく。また、高圧水素中の極微量の水分を制御できる水素供給装置ならびに水分濃度の測定法についても検討する。

<平成 21 年度>

- ① 40MPa までの高圧水素対応への改良を前提とした構造の低圧域用露点測定システムを用いて、1MPa 以下の窒素ガスおよび水素ガス中での水蒸気の露点測定を開始する。鏡面での凝縮を検知する光学系の精度を向上させる。システムの制御ソフトウェアを開発する。
- ② ボンベ圧 10MPa 程度までの圧力下での露点測定を想定し、システムをより高圧と低露点に対応させるために超低温サーキュレータ、温度制御部等を改良した試験容器および検証用露点計を導入する。装置の構造と機能の検証を進め、40MPa 対応システムの仕様を確定し製作の準備をする。
- ③ 低圧域における露点測定データと露点推算値、検証用露点計の測定値および既存データを比較・検討し、測定ならびに推算法について検証を進める。

<平成 22 年度>

- ① 前年度までに、40MPa 対応の露点測定セルの設計および KHK 特認取得を終え、現在、同様の構造の測定セルを組み込んだ低圧域用露点測定システムを用いて、10MPa 程度までの圧力域における測定を開始し、測定精度の向上を図っている。また、インライン型鏡面冷却式センサを用いた高圧水素中の微量水分濃度モニター法を開発し、使用中である。
- ② 平成 22 年度は、前年度に引き続き、低圧域用露点測定システムを用いて 10MPa 程度までの圧力域における水素中の水蒸気の露点測定を進め、露点データを拡充する。測定精度の向上が課題であるが、主に、鏡面温度の制御方法と露点検知光学系の改良によって対応する。
- ③ 10MPa 程度までの圧力域における露点測定データを、露点推算値ならびに検証用露点計による測定値等と比較・検討し、露点測定ならびに推算法について検証を行う。露点推算法の改良を進める。
- ④ 高圧水素中の微量水分の濃度モニター法および濃度調整法について、さらに検討を進める。

<平成 23 年度>

- ① 水素中の微量水分に対応した低中圧域用露点測定システムを用いて、水分濃度 10 ppm 以下、圧力 10 数 MPa までの露点データを拡充する。

<平成24年度>

- ① 露点データの拡充を継続し、一連のデータの信頼性を向上させる。
- ② 実測データに基づき水素中の微量水分に関する露点推算法を改良する。
- ③ より高圧域への露点推算法の拡張の可能性を検討する。

(7) 比熱の測定(主に産業技術総合研究所側で実施)

100MPa、500℃まで測定可能なフローカロリメータを開発し、定圧比熱を測定する。測定した定圧比熱を状態方程式から誘導される値と比較し、状態方程式の高精度化を検討する。

<平成 22 年度>

- ① 1MPa、500℃までの条件下で比熱の測定が可能なフローカロリメータ設計のための予備検討および情報の収集を継続する。

<平成 23 年度>

- ① 100MPa、500℃までの条件下で比熱の測定に関する情報の収集を継続する。

<平成 24 年度>

- ① 100MPa、500℃までの範囲の比熱について状態方程式から誘導した値について既存のデータの範囲で検証する。

実施計画

研究実施項目	18年度	19年度	20年度	21年度	22年度	23年度	24年度
(1)PVTデータの測定装置の開発および状態方程式の作成	<p>バーネット式PVT測定装置の設計・製作</p> <p>PVTデータの測定(100MPa、200℃まで)</p>	<p>PVTデータ測定の校正技術の開発</p> <p>定容積法PVT測定装置の設計・製作</p> <p>PVTデータの測定(1MPa、500℃まで)</p> <p>磁気式密度計の設計・製作</p> <p>磁気式密度計による測定(100MPa、250℃まで)</p> <p>高圧定容積法PVT測定装置の設計・製作</p> <p>PVT性質データの測定(100MPa、500℃まで)</p> <p>状態方程式の作成およびまとめ</p>					
(2)粘性係数の測定	<p>粘性係数測定装置の開発</p> <p>粘性係数の測定(100Mpa、500K(227℃)まで)</p>	<p>粘度測定の校正技術の開発</p> <p>振動細線式粘性係数測定装置の開発</p> <p>粘性係数測定装置の改造(100Mpa、500℃)</p> <p>粘性係数測定(100Mpa、500℃)</p> <p>整理式の作成およびまとめ</p>					
(3)熱伝導率の測定	<p>熱伝導率測定装置設計のための予備実験</p> <p>細線法熱伝導率測定装置設計・製作</p> <p>パラ水素発生装置パラ-オルソ変換速度測定用ラマン分光計の導入</p> <p>パラ水素濃度に関する熱伝導率の測定(1MPa、80-350K)</p> <p>オルソパラ変換速度の測定</p> <p>高圧水素熱伝導率の測定装置の設計・製作(100MPa、500℃)</p> <p>高圧水素熱伝導率の測定(100MPa、500℃)</p> <p>熱伝導率測定装置の改造(1MPa、500℃)</p> <p>熱伝導率の測定(1MPa、500℃)</p> <p>推算式の作成、検証、およびまとめ</p>						

<p>(4)水素ガスの種々の物質に対する溶解度の測定</p>	<p>溶解度測定装置の開発</p>	<p>水素溶解度測定用 NMR 装置の設計・製作、平衡セルの改造</p>	<p>水溶液への水素溶解度の測定</p>	<p>高分子材料内の水素溶解度の測定</p>	<p>模擬環境下での測定</p>	<p>データ整理とデータベースへの組み込み</p>	
<p>(5) 水素物性データベースの研究開発</p>	<p>水素物性既存情報の調査と信頼性評価</p> <p>データベース構築システムの設計と整備</p>	<p>水素物性データベースの整備と公開</p> <p>既存水素物性データの整理およびデータベースの開発</p>	<p>本プロジェクトで測定した物性値を利用した相平衡計算およびデータベースサービスシステムの開発</p> <p>水素中の音速測定装置の開発</p>	<p>水素中の音速測定 (1MPa 未満、170°C)</p> <p>音速測定装置の改良</p>	<p>音速の測定結果を反映した整理式の作成とデータベースへの組み込み</p>		
<p>(6) 水素雰囲気における高沸点ガスの露点の測定</p>	<p>露点測定システム設計のための予備実験</p>	<p>水素対応露点測定システムの開発</p>	<p>露点測定システムによる露点測定</p>	<p>露点推算法の改良およびまとめ</p>			
<p>(7) 比熱の測定</p>			<p>比熱測定法の検討</p>				

2.1.2 研究開発項目②「高圧化状態における金属材料等の水素脆化の基本原理の解明及び長期使用および加工、温度などの影響による材料強度特性研究」実施内容

平成 18 年度～平成 24 年度では金属材料を対象とし、以下の研究実施項目を行う。

- (1) ナノ・メゾレベルにおける強度・変形過程の解明(主に九州大学側で実施)
- (2) 高圧ガス水素下及び液体水素下における疲労き裂発生と伝ば機構の解明(主に九州大学側で実施)
- (3) 疲労き裂先端における塑性変形(すべり変形)と水素の相互作用の解明(主に産業技術総合研究所側で実施)
- (4) 高圧ガス水素下における疲労き裂発生・進展メカニズムの解明(主に産業技術総合研究所側で実施)
- (5) 水素機器に使用される金属材料の強度評価(主に産業技術総合研究所側で実施)
- (6) 水素機器の設計・製造における部品・接合部材の強度評価(主に九州大学側で実施)
- (7) 材料強度に及ぼす水素の影響に関する研究状況調査(主に産業技術総合研究所、九州大学側で実施)
- (8) 材料中の侵入水素の存在状態解析(主に上智大学で実施)
- (9) 材料中の結晶粒内・粒界におけるすべり変形に及ぼす水素の影響調査(主に物質・材料研究機構で実施)
- (10) 材料中の疲労き裂先端の水素状態の調査(主に福岡大学で実施)
- (11) 水素ステーションに使用された金属材料の健全性及び強度評価(主に物質・材料研究機構で実施)
- (12) 水素デバイス等の安全設計シミュレーション(主に九州大学側で実施)

- (1) ナノ・メゾレベルにおける強度・変形過程の解明(主に九州大学側で実施)

1) SIMSなどを用いて、き裂先端近傍などへの局所水素の濃度測定法を開発する。

水素が存在する場合のナノ・メゾレベルにおける強度・変形過程および水素の存在を直接観察可能にすることにより、水素脆化の基本原理を解明する。

<平成 18 年度>

- ① SIMS を設置し、き裂先端近傍などへの局所水素の濃度測定法を開発する(実施内容①-1))。

<平成19年度>

- ① 18 年度に導入した SIMS (19 年度に SIMS 用安定化電源・UPS を付加) 及び平成 19 年度に導入する水素環境用試験片加工機(試験片に先端曲率半径 0.05mm 以下の鋭い(き裂に近い)切欠きを加工可能なワイヤ放電加工機)を用いて、き裂先端近傍などへの局所水素の濃度測定法開発(200 μ m \times 200 μ m の領域内における水素濃度を、2 μ m \times 2 μ m 以下の領域を単位として 25 段階の濃淡で表示)を継続して実施する(実施内容①-1))。

<平成 20 年度>

- ① 平成 18 年度及び 19 年度に導入した SIMS (平成 19 年度に SIMS 用安定化電源・UPS を付加) 及び水素環境用試験片加工機(試験片に先端曲率半径 0.05mm 以下の鋭い(き裂に近い)切欠きを加工可能なワイヤ放電加工機)を用いて、疲労き裂先端近傍などへの局所水素の濃度を測定することにより、水素の存在が金属材料の強度に及ぼす影響を解明する。具体的には、疲労き裂先端近傍において、疲労き裂進展速度を加速させる水素が存在する位置(粒界/すべり帯/その他)を明らかにする。
- ② 水素環境下におけるナノレベルの強度・変形過程を解明するため、平成 20 年度に導入する TEM 水

素ガスホルダー及び平成 19 年度に導入した水素環境用試験片加工機を用いて、直接観察を行う。具体的には、水素環境下において原子寸法オーダーである転位の挙動の直接観察を行う。

- ③ 水素ガス雰囲気における超微小領域の変形挙動を観察し、水素ガスが材料の変形・強度に及ぼす影響及びメカニズムを明かにするため、集束イオンビーム加工観察装置(FIB)を導入する。

<平成 21 年度>

- ① SIMS を用いて、負荷をかけたき裂先端に水素が集まる様子を時間的に逐次観察する手法を開発する。
- ② SIMS を用いて、負荷による転位の移動にともなう、水素の転位から他のトラップサイト(き裂先端)への移動を観察する。そのため SIMS 用液化窒素容器を導入する。
- ③ 1MPa 水素ガス環境で、炭素鋼における脆性ストラエーションの機構・伝ば速度の周波数依存性をその場観察・フラクトグラフィによって解明することによって、脆性現象における水素の影響を明らかにする。
- ④ 1MPa 水素ガス環境で、炭素鋼の疲労き裂伝ばに影響する、内部水素と外部水素の役割を定量化する。
- ⑤ 九大既存の 0.1MPa 水素疲労試験機に 0.1MPa 以下が計測できる水素ガス圧力計を設置する改造を行い、0.1MPa 以下の水素が疲労亀裂進展に及ぼす影響を調べる。
- ⑥ TEM 水素ガスホルダーを用いた HVTEM(超高压電子顕微鏡)その場観察によって、き裂先端からの転位射出条件に及ぼす水素の影響、き裂から射出した転位の粒界での集積に及ぼす水素の影響を明らかにする。
- ⑦ 水素ガス環境における単結晶金属中の遅れき裂伝ば・疲労き裂伝ばを途中で中断し、そのき裂先端の転位構造を超高压電子顕微鏡で解析し、水素による伝ば速度の加速と転位構造の変化を対応づける。
- ⑧ 超高压電子顕微鏡を用いて、転位の周りの応力場が水素によって変化するかを観察する。

(2) 高压ガス水素下における疲労き裂発生と伝ば機構の解明(主に九州大学側で実施)

- 1) 超高压ガス水素下における材料評価試験技術を開発する。また、疲労き裂発生・伝ばに及ぼす高压ガス水素の影響を明らかにし、そのメカニズムを解明する。

<平成 18 年度>

- ① 1MPa 水素ガス疲労試験機(1台)を稼働させることにより、高压水素ガス中疲労試験におけるき裂開閉口挙動・マルテンサイト変態量・残留応力の測定法を開発する(実施内容②-1))。

<平成19年度>

- ① 18年度に導入した1MPa水素ガス疲労試験機(1台)を用いて、高压水素ガス中疲労試験におけるき裂開閉口挙動・マルテンサイト変態量・残留応力の測定法の開発を継続して実施する(実施内容②-1))。
- ② 高压ガス水素下での材料評価試験技術を開発する(実施内容②-1))。
- ③ 2) 上記1)を用い、き裂開閉口挙動・マルテンサイト変態量・残留応力の測定を通して、疲労き裂発生・伝ばに及ぼす高压ガス水素の影響を明らかにし、機構を解明する。
- ④ き裂開閉口挙動・マルテンサイト変態量・残留応力の測定を通して、疲労き裂発生・伝ばに及ぼす高压ガス水素の影響を明らかにする方法を開発する(実施内容②-2))。
- ⑤ これらの研究を通し、絶対圧0.1 MPa~0.7 MPaにおいて、疲労き裂進展は加速するが、上限値が存在することを見出した。上限値は水素圧力に依存せず、大気中の疲労き裂進展速度の約30倍であつ

た。水素エネルギー機械・インフラの設計において、疲労き裂進展加速の上限値が存在することは有益である。そのため、高圧水素ガス中における上限値の存在を実証することの重要性が増した。また、米国では、ASME規格のSection III「超高压圧力容器」を改訂し、燃料電池自動車の水素タンクの試験圧力を約120MPaにすることが進められている。このため、120MPa水素ガス中で稼働する材料試験機を至急開発する必要がある。

<平成20年度>

- ① 平成18年度に導入した1MPa水素ガス疲労試験機でのデータ蓄積等をもとに、超高压(120MPa)水素ガス中疲労試験を実施可能にするため、超高压水素ガス雰囲気下材料試験システムの導入を開始する。
- ② 平成18年度に導入した1MPa水素ガス疲労試験機を用いて、引き続き高圧水素ガス中における疲労き裂開閉口挙動・疲労き裂進展挙動の観察・評価、切欠き(応力集中)の影響評価およびフラクトグラフィ(破面解析)を通して、金属材料の疲労き裂発生・伝ばに及ぼす高圧ガス水素の影響を明らかにし、機構を解明する。
- ③ 水素ガス環境中でのばね(ねじり負荷を受ける材料)の疲労強度予測法の検討を行うため、マグネットカップリング並びにき裂発生およびき裂進展を直接観察するための観察用窓を付けた1MPa水素ガスバネ疲労試験機を導入する。
- ④ 上記に関連して、ばねに加工した人工欠陥からのき裂の発生および進展と荷重低下等の現象との関係の確認およびばねのき裂発生箇所である巻きの内側の観察を行なうため、高速度で試験片を撮影することが可能なバネ式疲労試験機測定装置を導入する。

<平成 21 年度>

- ① SCM435 鋼の破壊じん性値に及ぼす、水素ガス圧、ひずみ速度、温度、水素曝露の影響を統一的に表わすため、円周き裂からの伝ば過程を切断法によって明らかにする。
- ② 水素ガス中において、実体バネにおける疲労き裂伝ば特性と試験片における疲労き裂伝ば特性の関係を調査し、バネ材の疲労き裂伝ば挙動を試験片で再現する方法を見出す。
- ③ 10MPa 水素ガス中で、SCM435 鋼の微小き裂挙動のその場観察を行い、水素中での停留挙動を解明する。
- ④ 100MPa 水素ガス中での、予ひずみ・水素曝露を受けた A286 の疲労特性・き裂伝ば特性を解明する。
- ⑤ 100MPa 水素ガス中においてき裂材での遅れ破壊特性と SSRT 特性の関係を明らかにする。
- ⑥ 超高压水素ガスが疲労特性に及ぼす影響に関する研究の加速とデータの拡充のため、超高压水素ガス雰囲気下材料試験システムの導入を完了する。また、試験雰囲気温度の制御範囲を拡張するため、超高压水素ガス雰囲気下材料試験システムの改造を行う。
- ⑦ 九大既存の 100MPa 水素疲労試験機の安全性を向上させるため、100MPa 水素疲労試験機配管改造を行う。

(3) 疲労き裂先端における塑性変形(すべり変形)と水素の相互作用の解明(主に産業技術総合研究所側で実施)

- 1) 水素が可視化できる SIMS と材料の結晶方位が分析できる EBSD を組み合わせ、き裂先端での水素存在状態を解析できる技術、き裂先端での水素による塑性変形(すべり変形)の局在化を解析できる技術を開発する。開発した技術により水素脆化の基本原理を解明し、水素エネルギー機器の設計・製造に対する基本思想を確立する。

<平成 22 年度>

- ① SIMS による水素可視化の基本技術は確立しており、本年度はオーステナイト系ステンレス鋼の疲労

き裂先端での水素存在状態を解析する。

- ② EBSD による組織解析は、霞ヶ関、鶴見、大黒などの水素ステーションで実証に用いられた蓄圧器の焼き戻しマルテンサイト組織の違いを明らかにできるなど、産業界で利用できるまでに完成している。本年度は、SIMS による水素可視化技術と組み合わせ、オーステナイト系ステンレス鋼の疲労き裂先端での水素によるすべり変形(塑性変形)の局在化を解析し、水素脆化の基本原理の解明に迫る。

<平成 23 年度>

- ① SIMS による水素可視化・水素測定技術、EBSD と SEM による組織・破面解析技術を用い、疲労破壊過程や引張破壊過程におけるすべり変形と水素の相互作用を解明する。

<平成 24 年度>

- ① 本研究で得られた成果をもとに、疲労破壊や引張破壊における水素脆化メカニズムモデルを作成し、水素エネルギー機器の設計・製造に関する基本思想を提案する。
- (4) 高圧ガス水素下における疲労き裂発生・進展メカニズムの解明(主に産業総合技術研究所側で実施)
 - 1) 高圧水素ガス中疲労試験技術を開発し、70MPa 燃料電池自動車や70MPa 水素ステーションの安全性確保に不可欠な高圧水素ガス中の疲労特性を評価することを可能にする。
 - 2) 高圧水素ガス中での疲労メカニズムを解明し、70MPa 燃料電池自動車や 70MPa 水素ステーションに使用される材料の選択指針を確立する。

<平成 22 年度>

- ① 昨年度までに 1 台の 100MPa 水素ガス中疲労試験機(最高試験周波数:1Hz)と超高压水素ガス雰囲気下材料試験システム(2 台の 120MPa 水素ガス中疲労試験機、最高試験周波数:1Hz)を用い、低試験速度下での高圧水素ガス中疲労試験技術を開発した。本年度は、超高压水素ガス雰囲気下材料試験システムの改造(加熱冷却システム追加)を行い、試験雰囲気温度の制御範囲を拡充する。また 120MPa 水素ガス中高速疲労試験機(最高試験周波数:30Hz 予定)を稼働させ、高速試験速度下での疲労試験技術を開発し、疲労限度や疲労き裂進展下限界特性の評価を可能にする。
- ② 昨年度までに、今まで知られていなかった水素脆化現象(①水素による疲労き裂進展速度の加速に上限が存在すること、②過飽和水素下では疲労き裂進展特性が向上すること、③極低試験周波数では水素による疲労き裂進展加速が消滅すること)が明らかになってきた。本年度は、これらの特異な水素脆化現象をさらに調べ、水素エネルギー機器に使用される材料の選択指針の高度化を図る。さらに、水素疲労に強い抵抗を示す炭素鋼や低合金鋼を探索する。

<平成 23 年度>

- ① 今までにほとんど報告されていない高圧水素ガス中における疲労き裂進展下限界特性を集中的に調べる。

<平成 24 年度>

- ① 水素エネルギー機器の設計・製造における材料選択指針、水素脆化に対して高い抵抗を示す構造材料の創製指針を提案する。
- (5) 水素機器に使用される金属材料の強度評価(主に産業技術総合研究所側で実施)
水素機器に使用される金属材料は高圧水素ガスに曝されるので、金属材料中には水素が侵入する。水素機器の安全性を確保するためには、金属材料中にどのくらいの水素量が侵入し、侵入した水

素でどのくらいの特性低下がおこるかを評価する必要がある。これらの評価を可能にするため、水素特性データベース並びに水素材料強度データベースと水素破面・組織画像データベースを構築し、産業界に提供する。

- 1) 水素侵入メカニズムの解明
 - a. 材料中に侵入する水素量に及ぼす圧力、温度、時間の影響を評価する。
 - b. 昇温脱離法を用いて材料中に侵入した水素の存在状態を解析し、材料中の原子空孔、転位、結晶粒界、介在物、析出物等、水素トラップサイトの分離を行う。
 - c. 水素固溶度や水素拡散速度に関する水素特性データベースを構築する。
- 2) 強度評価とフラクトグラフィ
 - a. 設計に必要な引張特性、シャルピー衝撃特性、疲労特性に及ぼす水素の影響を評価する。
 - b. 破面様相や塑性変形に及ぼす水素の影響を評価する。
 - c. 水素材料強度データベースと水素破面・組織画像データベースを構築する。
- 3) 燃料電池自動車の高圧水素容器や配管、水素ステーションの配管、水素パイプライン等の振動解析とAE解析

<平成18年度>

- ① 100MPa水素ガス大型曝露容器(一部平成19年度に導入)と昇温脱離分析装置TDS(1台)を設置し、高圧水素ガス中に曝露したオーステナイト系ステンレス鋼を用い、侵入水素測定技術を確認する(実施内容⑤-1)-a)。
- ② 1MPa水素ガス疲労試験機(2台)を設置し、水素ガス環境下の疲労と引張試験技術、100MPa水素ガス曝露による水素チャージ材を用いたシャルピー衝撃試験技術を確認する(実施内容⑤-2)-a)。

<平成19年度>

- ① 18年度に導入した100MPa水素ガス大型曝露容器(一部平成19年度に導入)と昇温脱離分析装置TDS(1台)を用いて、高圧水素ガス中に曝露したオーステナイト系ステンレス鋼に加えて、低合金、炭素鋼の侵入水素測定技術を確認する。さらに、平成19年度に3台の低速度疲労試験機(10分に1回のような低速度繰り返し荷重を付加する疲労試験機)を導入し、100MPa水素ガス大型曝露容器(一部平成19年度に導入)に曝したオーステナイト系ステンレス鋼の低試験速度下の疲労特性を調べる。また、前年度に導入した水素ガス疲労試験機の稼働プログラムを改修することで、極低速度(1サイクル11分以上)の疲労試験に対応できるようにし、極低速度での疲労試験データ取得や、負荷速度に対応する疲労き裂進展量と応力拡大係数の分析に資するほか、低速度疲労試験機に試験片を正確に取り付けるため、水素試験片ひずみ測定器(ひずみゲージの出力を増幅する装置)を導入する。さらに、このような極低速度の疲労試験を行う必要が生じたことから、既設疲労試験機を極低速度で稼働できる制御部を導入する。これによって繰り返し速度を高速から極低速まで広範囲の試験が可能となり、き裂進展の加速メカニズムを明らかにすることができる。また、オーステナイト系ステンレス鋼の水素脆化メカニズムと水素疲労メカニズムの分析に関する目途付けを行う。(実施内容⑤-1)-a)。ステンレス鋼の低速疲労特性に及ぼす水素の影響を明らかにするため、九大所有の疲労試験機(島津制作所製)疲労試験機EHF-ED30KN-40L、インストロン2軸疲労試験機、(MTS社製)疲労試験機を修理し、停電によるデータ損失を防ぐため、無停電電源装置を付加する。
- ② これらの一連の研究を通して、従来は水素によって疲労き裂進展が加速しないとされていたSUS316Lにおいても、0.0015Hzのような低荷重負荷速度で疲労き裂進展速度は水素により加速されることが発見された。この結果は社団法人 日本自動車工業会(自工会)を始めとする産業界から高く評価され、さらに低応力下での疲労き裂進展試験、バネ等の実用部品の疲労試験を実施することが要望された。

- ③ 高圧水素ガス曝露条件を変え、オーステナイト系ステンレス鋼、低合金鋼、炭素鋼に侵入する水素量に及ぼす水素ガス圧力、温度、曝露時間の影響を明らかにする(実施内容⑤-1)-b)。
- ④ 18年度に導入した1MPa水素ガス疲労試験機(2台)を用いて、水素ガス環境下の疲労と引張試験技術、100MPa水素ガス曝露による水素チャージ材を用いたシャルピー衝撃試験技術の確立を引き続き図る(実施内容⑤-2)-a)。これにより、疲労、引張、シャルピー衝撃試験で破壊した試験片の水素量を測定し、幾らの水素量のときに、疲労、引張、シャルピー衝撃特性が幾ら低下するかを定量的に評価できるようになる。なお、これらの試験機は一度に使用する水素ガス量が多いため、自主的な安全対策として1MPa水素ガス疲労試験機用安全システムと1MPa疲労試験機用フードカーテンを付加し、安全確保に万全を期する。また、各種ステンレス鋼の低速度疲労試験において、小型ボックス炉を導入し、加熱による水素量調整を行う。
- ⑤ 水素環境破面観察システム(二次電子像分解能1.5nm以下、試料台寸法φ120mm以上、エネルギー分散型X線分析/EBSD機能付)を導入し、破壊した試験片の破面と表面において、水素に特有な破面様相、塑性変形挙動を観察し、水素による強度特性の低下の原因と結び付ける(実施内容⑤-2)-b)。試験片の破面や表面観察を高分解能で行うため、水素材料観察用静止形脱磁気装置(磁化した試料の脱磁気を行う装置)を導入する。フェライト量測定装置の導入により、疲労き裂先端付近でのマルテンサイト変態量を測定できるようになり、き裂進展加速とマルテンサイト変態量との関係の定量的評価に資する。デジタルマイクロスコープ及びデジタルマイクロスコープ用ズームレンズ観察システムの導入により、疲労試験中における疲労き裂周辺の塑性変形挙動をさらに精度良く、フリーアングルの観察が可能となり、き裂進展の様相の観察及びき裂進展メカニズムの解明に資する。Twin-Jet電解研磨装置の導入により、材料中のマルテンサイト組織形態と結晶方位を明らかにすることができ、材料加工時における加工誘起マルテンサイト分布の解析及び評価に資する。

<平成20年度>

- ① 平成18年及び平成19年度に導入した100MPa水素ガス大型曝露容器と昇温脱離分析装置TDSを用いて、高圧水素ガス中に曝露したステンレス鋼と炭素鋼に侵入する水素量に及ぼす圧力、温度、時間の影響を評価する。同時に100MPa水素ガス大型曝露容器に疲労試験片を曝露し、疲労強度に及ぼす水素の影響を評価する。これら二つの研究を組み合わせ、疲労強度と材料中の水素量の関係を明らかにする。また、液体水素ローリー等の溶接継手の水素分析を行うため、溶接継手が挿入できるようにTDAの試料室を改造する。(実施内容⑤-1)-d)。
- ② 100MPa水素ガス大型曝露容器に曝したオーステナイト系ステンレス鋼の低試験速度下の疲労特性の研究をさらに加速させるため、低速度疲労試験機2台(10分に1回のような低速度繰り返し荷重を付加する疲労試験機)を導入する。また、より高度な疲労試験の信頼性を確保するために試験片取付ひずみ記録用レコーダと低負荷速度荷重変動制御装置を導入する。これにより、燃料電池自動車等に多用されているオーステナイト系ステンレス鋼の実使用状態での疲労強度を明らかにする。水素バネ用疲労試験機3台を導入し、蓄圧器等に使用するばねの疲労特性を調べる。(実施内容⑤-1)-e)
- ③ 蓄圧器用低合金鋼SCM435、SNM439あるいは水素パイプライン用炭素鋼SGP、STPG370等の実用材料を対象にして、引張強度、疲労強度に及ぼす水素圧力、試験速度、試験温度等の影響評価を行うため、1MPa水素ガス疲労試験機2台を導入する。また、試験データ評価に必要な開口変位や伸びを測定するためにCOD測定用クリップゲージおよび伸び計を導入する。さらに、これらの影響評価に加え、水素純度による影響評価を行うため、高純度水素ガス製造装置(水素純度99.999999%以上)を導入する。水素環境下における疲労き裂進展下限界値を求めるため、既存のMTS疲労試験機(10ton)の制御装置をデジタル式にする。また、疲労試験の効率を上げるため、疲労試験制御用コンピューターとアンプ2式を導入する。(実施内容⑤-2)-a)。
- ④ 前年度に引きつづき水素環境破面観察システムの使用、SEMサーボ装置の改良を行い、破壊した試

験片の破面と表面において、水素に特有な破面様相、塑性変形挙動を詳細に観察し、水素による強度特性の低下の原因との関係を解明する。組織・変形挙動を観察する際に必要となる平坦な試験片表面を得るため、水素材料組織観察用研磨装置を導入する。(実施内容⑤-2)-b)。

- ⑤ この研究に関連して(財)エンジニアリング振興協会から霞ヶ関水素ステーションと鶴見ステーションの水素蓄圧タンクの提供を受け、製造時のしわの形状、材料の損傷といった点について、詳細な調査・分析を行い、高圧(～35MPa)水素ガス蓄圧器の実用化等に向けた健全性評価法の確立を目指す。蓄圧器用材料の水素侵入特性を調査するため、九大所有の昇温脱離水素ガス分析装置の修理を行う。また、蓄圧器用材料の強度特性を調べるため、九大所有の(鷲宮製)疲労試験機MFT-30の保守整備を行い、同時に停電によるデータ損失を防ぐため、無停電電源装置を付加する。

<平成 21 年度>

1) 水素侵入メカニズム

- ① 内部摩擦測定装置を導入し、疲労過程に重要な役割を果たす転位と水素の相互作用を調べる。
- ② 小型引張疲労試験機を導入し、平成 19 年度に導入した水素環境破面観察システムに接続して、塑性変形挙動に及ぼす水素の影響を結晶学的に解析する。また本水素環境破面観察システムの性能を維持するために、オーバーホール点検ならびに部品交換を行う。
- ③ 引き続き、平成 18 年度および平成 19 年度に導入した 100MPa 水素ガス大型曝露容器と平成 18 年度に導入した昇温脱離分析装置 TDS を用いて、ステンレス鋼、高強度鋼、炭素鋼に侵入する水素量を測定し、侵入水素データベースを構築する。特に、40MPa 水素ガス大型曝露容器の改造を行い急速冷却曝露容器とし、水素の拡散が速い高強度鋼や炭素鋼について、水素曝露取出しから TDS 測定までの間の水素の散逸を最小限に防ぎ、高強度鋼、炭素鋼の侵入水素データベースの高度化を図る。また、100MPa 水素ガス大型曝露容器を安全に使用するために、定期自主点検を行う。精度のよい水素測定データを取得するため、九大既存の昇温脱離分析装置 TDS のオーバーホール点検ならびに部品交換を行う。

2) ステンレス鋼の強度評価とフラクトグラフィ

- ① オーステナイト系ステンレス鋼は、燃料電池システムを構成する高圧水素タンクのライナーや、配管、バルブ等の材料として使用され、水素により疲労き裂進展速度が加速する現象が明らかになっている。また、実際に機器が使用される場合、繰返し負荷速度は 7～8 分あるいはそれ以上に非常に遅いものである。オーステナイト系ステンレス鋼では繰返し速度が 0.0015Hz(1 サイクル:11 分)と非常に遅い場合に、水素の影響が顕著に表れる。水素環境下で使用される機器の設計に反映するために、平成 18 年度に導入した 1 台の 1MPa 水素ガス疲労試験機と平成 19 年度と平成 20 年度に導入した低速度疲労試験機を用いて水素環境下で低繰返し速度の疲労試験を行い、オーステナイト系ステンレス鋼の強度データベース構築を進める。

3) 炭素鋼、低合金鋼の強度評価とフラクトグラフィ

- ① 平成 18 年度に導入した 1MPa 水素ガス疲労試験機を用いて炭素鋼、低合金鋼の疲労き裂進展特性を評価し、炭素鋼、低合金鋼の強度データベースの構築を進める。特に、低 Δk 領域の疲労き裂進展特性、疲労き裂進展下限界特性に及ぼす外部水素と内部水素の影響を明らかにするため、1 MPa 疲労試験機改造(チャンバー取り付け)を行う。
 - ② 大黒水素ステーション蓄圧器の健全性評価、有明水素ステーションの主要装置部材の健全性評価及び液水コンテナ、液水ローリーの健全性評価を行う。
- ### 4) 燃料電池自動車の高圧水素容器や配管、水素ステーションの配管、水素パイプライン等の振動解析と AE 解析
- ① 燃料電池自動車が高圧水素の充填を繰り返す過程での容器、配管系の振動、燃料電池自動車走行中の容器、配管系の振動および九州大学伊都キャンパス内に設置されている水素ステーションの水素充填中の配管の振動を実験的に解析して、振動の空間的モードを把握すると共に、応力の高

い位置を特定し、配管系の最適配置を検討する。そのため4チャンネル増設デジタル AE 解析システムを導入する。

<平成 22 年度>

1) 水素侵入メカニズム

① 昨年度までに 100MPa 水素ガス大型曝露装置と昇温脱離分析装置 TDS を用いて、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L、SUS316、SUS304 の水素特性データベースのプロトタイプを作成した。本年度は、関係機関と協議し、低合金鋼 SCM435 を中心に水素特性データベースを構築する。また、100MPa 水素ガス大型曝露容器の安全性を確保するために、定期自主検査を行う。また、高精度の水素測定データを得るために 18 年度に導入した昇温脱離分析装置 TDS についてオーバーホール点検ならびに部品の交換を行う。

2) 強度評価とフラクトグラフィ

- ① 昨年度までに高圧水素ガス曝露したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304、低合金鋼 SCM435 の水素材料強度データベースのプロトタイプを作成した。本年度は、関係機関と協議し、120MPa までの高圧水素ガス中の低合金鋼やアルミ合金の水素材料強度データベースを構築する。
- ② 本年度に整備する 120MPa 水素ガス中高試験速度疲労試験機を用い、低 Δk 領域の疲労き裂進展特性、疲労き裂進展下限界特性の評価法を開発する。
- ③ 高圧水素ガス中で得られた疲労破面を走査型電子顕微鏡で観察し、水素破面・組織データベースのプロトタイプを作成する
- ④ 関係機関と協議し、外部有識者を招いて有明水素ステーションの主要部品と部材の調査を行う。

3) 燃料電池自動車の高圧水素容器や配管、水素ステーションの配管、水素パイプライン等の振動解析と AE 解析

① 燃料電池自動車走行中の容器、配管系の振動および九州大学伊都キャンパス内に設置されている水素ステーションの水素充填中の配管の振動を実験的に解析して、振動の空間的モードを把握すると共に、応力の高い位置を特定し、配管系の最適配置を提案する。さらに、圧力変動による水素タンクの状態を AE 解析し、タンクのダメージの程度を測定すると共に、タンクの使用限界の状態を把握する。また、マンション等に水素パイプラインを設置する場合の地震による振動の影響を解析する。

<平成 23 年度>

1) 水素侵入メカニズム

① 昨年度までに導入した 100MPa 水素ガス下型曝露装置と昇温度脱離分析装置 TDS 並びに昨年度までに開発した侵入水素分析技術を用い、オーステナイト系ステンレス鋼に続き、低合金鋼とアルミ合金の水素特性データベースを構築する。

2) 強度評価とフラクトグラフィ

- ① 関係機関(自動車、インフラ、NEDO)と協力し、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316(12%Ni)、アルミ合金の引張試験、疲労寿命試験、疲労き裂進展試験を 115MPa 水素ガス中で行い、水素材料強度データベースを構築する。
- ② 上記試験で得られた破面を観察・分析し、水素破面・組織データベースを構築する。
- ③ 120MPa 水素ガス中曝露容器(KIH 用)を導入し、破裂前漏洩(LBB)評価に必要な水素助長割れ応力拡大係数下限界値 KIH を調べる。
- ④ 昨年度に引き続き、有明水素ステーションの主要部分・部材の調査を行う。また、原子力研究所依

頼のペローズの損傷解析を行う。

- 3) 自動車用複合容器および一般複合容器の圧力サイクル試験過程の AE 解析
 - ① 複合容器を軸方向に輪切りしたモデルに繰り返し応力をかけて、疲労試験を実施する。その過程を AE 計測することで、疲労過程のさらに詳細な情報が得られることを確認する。特に、ライナーの塑性変形、クラック発生・進展に起因する AE 発生と CFRP の層間はく離、粘着はく離に起因する AE 発生の位置を特定すること、および両者の AE 発生原因を区別できる AE 解析手法を開発する。
 - ② 自動車用複合容器および一般複合容器の水圧による圧力サイクル試験で、ライナーに生じるであろう塑性変形、その後のクラックの発生と成長、クラックのライナー貫通、CFRP 層内への水の浸透、最終的な CFRP 外壁からの破断前漏洩(Leak Before Break: LBB)という一連の変化過程を、AE の計測を通して観察する。そして、その観察から AE によってサイクル試験時の状態変化を検知する可能性、LBB の兆候を検出する可能性、および LBB を生じさせたライナーの貫通クラック位置を特定する可能性を考察する。

<平成 24 年度>

- 1) 水素侵入メカニズム
 - ① 水素特性データベースを公開する。
- 2) 強度評価とフラクトグラフィ
 - ① 水素材料強度データベース、破面・組織データベースを公開する。
 - ② 水素ステーションに使用される鉄鋼材料として、「水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発事業／システム技術開発／70MPa級水素ガス充填対応ステーション機器システム技術に関する研究開発」において使用される材料を、実施機関である岩谷産業(株)および(財)石油エネルギー技術センターから提供を受けて引張試験、疲労寿命試験、および、疲労き裂進展試験を 115MPa 水素ガス中で行い、水素材料強度データベースを構築すると共に成果を上記事業に反映する。
- 3) 自動車用複合容器および一般複合容器の圧力サイクル試験過程の AE 解析結果と材料強度学的現象との関連の検討
 - ① 圧力サイクル試験での複合容器の強度学的挙動と AE 発生との関連の検証
 - ② 水素ガス充填を 3 年間程度経験した中古複合容器の圧力サイクル試験における AE 試験の実施と新品複合容器との相違の検討。
- (6) 水素機器の設計・製造における部品・接合部材の強度評価(主に九州大学側で実施)

水素機器の製造条件や応力負荷条件を取り込んだ強度評価を行い、水素機器の部品・接合部材の設計法・製造法を確立し、産業界に提供する。

 - 1) 疲労強度に及ぼす製造加工プロセスの影響評価
 - a. 水素利用機器の主要材料である低合金鋼ならびにオーステナイト系ステンレス鋼の予ひずみ材について、水素チャージした材料の水素ガス中で高サイクル疲労強度に対する切欠き及び微小欠陥効果の強度設計法構築の基礎となる材料データの取得を行う。

水素環境下での製造加工プロセスが疲労強度に及ぼす影響評価を行うため、オーステナイト系ステンレス鋼について、溶体化処理を標準として、加工ひずみの効果について検討する。
 - b. 溶接部の疲労強度データ取得。溶接は機械部品製造に多用される接合法であるが、止端部の切欠きや、未溶着等の欠陥を含むことも多く、これらのき裂性欠陥は水素ガス中でのき裂進展を加速させ、損傷が発生する可能性が高い。このため、水素環境中での溶接部の疲労試験を行い、疲労

設計法の策定を行う。

- 2) 部品に作用する応力状態の影響把握
 - a. 水素中での切欠き材の疲労強度評価法を策定する。
 - b. 水素ガス中で締結部やバルブのシート面等の接触部で相対すべりが生じる部位で問題となるフレッティング疲労試験を行い、接触部の疲労設計法を策定する。
 - c. 水素環境下で使用される機器は一定応力で使用されるとは限らず、変動応力を受ける。これによって、水素中では微小き裂の進展が加速され、特に疲労限度以下の変動応力を含む変動応力条件下で疲労損傷が加速される可能性が高い。このため、水素環境中での変動応力に対する疲労設計法を策定する。
 - d. 水素環境下で使用される機器が地震等により大きなひずみの繰返しを受けた場合、特に切欠き部で微小なき裂が発生し、その後の疲労強度が激減する可能性が高い。そこで、地震を模擬した大振幅のひずみ負荷後の健全性評価法について検討を行う。
- 3) 長周期変動応力および静応力下の高サイクル疲労強度に及ぼす水素の影響把握
部材が長周期変動応力や静応力を継続的に受ける場合、感受性の高い材料では材料固有の応力拡大係数の限界値を超えると急激なき裂進展の加速が生じるという事象が発生する。低合金鋼の各温度での焼戻し材について材料データの取得を行うとともに、加速機構を解明する。
- 4) 各種材料の水素環境中の高サイクル疲労S-Nデータの取得
部品の疲労強度設計法策定の基礎となる高サイクル疲労領域のS-Nデータを、10MPaの水素ガス中で各種の材料に対して取得する。
- 5) 破壊靱性に及ぼす材料内水素と負荷速度の影響評価
破壊靱性は水素の影響により低下し、さらに低負荷速度では水素の影響がさらに顕著となる。また水素の影響は材料の硬さによっても顕著に異なる。このため、各種材料について連続水素チャージ下の破壊靱性試験を実施し、破壊靱性に対する水素感受性の低い材料を探索する。
- 6) 蓄圧器用材料の静荷重下のき裂進展下限条件に及ぼす高圧水素の影響評価
蓄圧器のように高い圧力を受ける部材はき裂が生じた場合でも壊滅的な破壊が生じない設計する必要がある。このため、き裂進展下限条件に及ぼす高圧水素の影響を評価し、設計法への反映を検討する。

<平成18～19年度>

- ① 水素環境中疲労試験装置(1MPa、荷重容量5トン)(1MPa水素ガス疲労試験機(1台)に対応)と水素環境中疲労試験装置(1MPa、荷重容量10トン)(1MPa水素ガス疲労試験機(1台)に対応)を設置し、稼働可能な状態にする(実施内容⑥-2))。
- ② 水素利用機器の主要材料となるオーステナイト系ステンレス鋼の予ひずみ材について、水素チャージした材料の水素ガス中で高サイクル疲労強度に対する切欠き効果の強度設計法構築の基礎となる材料データを取得する(実施内容⑥-1)-a)。
- ③ 疲労強度設計に不可欠な、切欠き部の応力集中効果に及ぼす水素の影響の評価線図を取得する(実施内容⑥-1))。機械部品には必ず切欠きがあり、切欠き問題は疲労強度設計の中心的課題である。大気中では切欠き材は停留き裂が発生して疲労限度となるが、水素中では特にき裂の疲労強度が低下するため、大気中の従来知見とは異なる切欠き強度特性を示す懸念がある。そこでまず、平均応力ゼロの両振り条件で各種の切欠き半径(切欠き半径0.1mmから2mmの間で3種類)について水素未チャージ材の大気中と、水素チャージ材の水素ガス中での疲労試験を行い、切欠き感度係数に及ぼす水素の影響を明らかにする。
- ④ 次に圧力容器や配管などでは内圧による平均応力が重畳するので、水素中での切欠き材に対する平均応力の評価法を明らかにする(実施内容⑥-2))。従来切欠き効果に関するデータは主に両振り条

件下でしか求められておらず、平均応力が重畳する場合にもこれを流用しているのが実状である。水素中では高平均応力に、より敏感になることが懸念される。高平均応力条件(最大降伏点の80%まで)で、各種の切欠き半径について水素未チャージ材の気中と、水素チャージ材の水素ガス中の疲労試験を行い、平均応力下の切欠き感度係数に及ぼす水素の影響を明らかにする。これらの試験は時間を要するので、次年度以降も継続するが、19年度までには主要知見が得られるように計画する。

<平成20年度>

- ① 前年度に引きつづき水素利用機器の主要材料となるオーステナイト系ステンレス鋼の予ひずみ材について、水素チャージした材料の水素ガス中で高サイクル疲労強度に対する微小欠陥に対する強度設計法構築の基礎となる材料データの取得を行う。微小欠陥作製のため、本年度導入する微小欠陥作製機によって導入した欠陥から疲労予き裂を発生させ、試験片研磨用小型旋盤で切欠きを除去し、微小予き裂測定用顕微鏡により予き裂測定を行う(実施内容⑥-1)-a)。
- ② 疲労強度設計に不可欠な、切欠き部の応力集中効果に及ぼす水素の影響のデータを取得する(実施内容⑥-1))。前年度に引きつづき平均応力ゼロの両振り条件で各種の切欠き半径(切欠き半径0.05mmから1mmの間で4種類)について水素未チャージ材の気中と、水素チャージ材の水素ガス中での疲労試験を行い、切欠き感度係数に及ぼす水素の影響を明らかにする。
- ③ 溶接部を有する水素未チャージ材と水素チャージ材の試験片の疲労試験に着手し、溶接部の疲労設計法の策定を行う。このため、マイクロ試料埋め込み機を導入し、作製した試料により、溶接部の材料組織観察を行う(実施内容⑥-1)-b)。
- ④ 水素中での切欠き材に対する平均応力の評価法を策定するために動ひずみ計を導入し、前年度に引きつづき、き裂開閉口挙動測定を行う(実施内容⑥-2)-a)。
- ⑤ 接触部のフレッティング疲労強度試験を水素ガス中で実施し、フレッティング疲労強度に及ぼす水素の影響を明らかにするため、高精度非接触段差測定器を導入して、フレッティング摩耗段差の測定を行う(実施内容⑥-2)-b)。
- ⑥ 水素ガス中変動応力疲労試験機を導入して、疲労限度以下の応力を含む変動応力疲労試験に着手する。また、高純度の水素ガス置換を行うために、水素ガス置換用油拡散形真空ポンプを導入する(実施内容と⑥-2)-c)。
- ⑦ 微小疲労き裂進展・き裂開閉口測定解析装置を用いて水素中ガス中のき裂進展挙動に及ぼすき裂開閉口挙動を高精度に計測し、水素がき裂閉口に及ぼす効果を定量的に評価する(研究実施項目⑥-2)-c)。
- ⑧ 連続的に水素チャージを行いながら、高い水素濃度を保った状況の下で疲労試験が実施可能な構造の連続水素チャージ疲労試験装置により長周期変動応力試験を行い、連続水素チャージ疲労試験き裂観察装置により高倍率でき裂先端部の観察を行う(研究実施項目⑥-2)-c)。
- ⑨ 切欠き部に地震相当の大振幅のひずみ負荷を与えた上で高サイクル疲労試験を実施し、地震負荷後の健全性評価法について検討を行う。水素チャージした試験片の安定保存のために曝露材凍結保存容器を導入する(研究実施項目⑥-2)-d)

<平成21年度>

- ① 水素利用機器の主要材料である低合金鋼について、水素チャージした材料の水素ガス中で高サイクル疲労強度に対する微小欠陥に対する強度設計法構築の基礎となるき裂進展特性データの取得を継続して行う。(研究実施項目⑥-1)-a)。
- ② 溶接部を有する水素未チャージ材と水素チャージ材の SUS304 の疲労試験を継続して実施し、溶接部の疲労設計法の策定を行う。(研究実施項目⑥-1)-b)
- ③ 疲労強度設計に不可欠な、切欠き部の応力集中効果に及ぼす水素の影響のデータを取得する(研

究実施項目⑥-2)-a)。機械部品には必ず切欠きがあり、疲労強度設計の中心的課題である。大気中では切欠き材は停留き裂が発生して疲労限度となるが、水素中では特にき裂の疲労強度が低下するため、大気中の従来知見とは異なる切欠き強度特性を示す可能性が高い。SUS304、SUS316Lについて各種の切欠き半径について水素未チャージ材の大気中と、水素チャージ材の水素ガス中での疲労試験を継続して行い、切欠き感度係数に及ぼす水素の影響を明らかにする。

- ④ 接触部のフレッティング疲労強度試験を水素ガス中で実施し、フレッティング疲労強度に及ぼす水素の影響を明らかにする。(研究実施項目⑥-2)-b)
- ⑤ 水素ガス中で変動応力試験を行う試験装置により、オーステナイト系ステンレス鋼について疲労限度以下の応力を含む変動応力疲労試験を継続して実施する。(研究実施項目⑥-2)-c)
- ⑥ 切欠き部に地震を模擬した大振幅のひずみ負荷を与えた上で、高サイクル疲労試験を継続して実施し、地震負荷後の健全性評価法を策定する。(研究実施項目⑥-2)-d)
- ⑦ 部材が長周期変動応力や静応力を継続的に受ける場合、低合金鋼では材料固有の応力拡大係数の限界値を境にして急激なき裂進展の加速が生じることが明らかになったので、連続水素チャージ疲労試験機を用いてき裂進展試験を行ってデータ取得を行うとともに、連続水素チャージ疲労試験き裂観察装置を用いてき裂進展機構を解明する。(研究実施項目⑥-3))
- ⑧ 部品の疲労強度設計線図の策定に際しては各種の材料について基準となる高サイクル疲労領域のS-Nデータが必要である。ステンレス鋼について 10^7 回までのS-Nデータを取得するために、比較的速い繰返し速度での水素ガス中疲労試験が可能な新しい形式の 10MPa 水素ガス中高サイクル疲労試験機を導入して、まずステンレス鋼の材料強度のデータベースを構築する。(研究実施項目⑥-4))

<平成 22 年度>

- ① 溶接部を有する水素未チャージ材と水素チャージ材のステンレス鋼および炭素鋼の疲労試験を実施し、溶接部の疲労設計法の策定を行う。(研究実施項目⑥-1)-b)
- ② 接触部のフレッティング疲労強度試験を水素ガス中で実施し、フレッティング疲労強度に及ぼす水素の影響を明らかにする。(研究実施項目⑥-2)-b)
- ③ 水素ガス中で変動応力試験を行う試験装置により、ステンレス鋼、低合金鋼について疲労限度以下の応力を含む変動応力疲労試験を継続して実施する。(研究実施項目⑥-2)-c)
- ④ 切欠き部に地震を模擬した大振幅のひずみ負荷を与えた上で、高サイクル疲労試験を継続して実施し、地震負荷後の健全性評価法を策定する。(研究実施項目⑥-2)-d)
- ⑤ 部材が長周期変動応力や静応力を継続的に受ける場合、低合金鋼では材料固有の応力拡大係数の限界値を境にして急激なき裂進展の加速が生じることが明らかになったので、炭素鋼についてデータ取得を行う。(研究実施項目⑥-3))
- ⑥ 部品の疲労強度設計線図の策定に際しては各種の材料について基準となる高サイクル疲労領域のS-Nデータが必要である。 10^7 回までのS-Nデータを取得するために、比較的速い繰返し速度での水素ガス中疲労試験が可能な 10MPa 水素ガス中高サイクル疲労試験機を用いて材料強度のデータベースを構築する。(研究実施項目⑥-4))
- ⑦ 追加公募により、水素材料強度特性研究チームに2社(岩谷産業株式会社、株式会社共和電業)が本事業に参画することになった。研究推進体制の役割で指導・助言を行うにあたり、材料解析のための試験を行う。また水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発事業等との連携により車載用高圧水素容器用アルミ合金の 115MPa 水素ガス中疲労き裂進展特性データ取得および水素機器に使用可能な鋼種の拡大のためオーステナイト系ステンレス鋼、低合金鋼、アルミ合金の強度特性データ取得を加速する。(研究実施項目⑥-4))

<平成 23 年度>

- ① 破壊靱性に及ぼす材料内水素の影響を負荷速度との関連を含めて検討し、破壊靱性を考慮すべき部材の設計法について検討を行う。評価対象の材料種類を拡大する。(研究実施項目⑥-5))
- ② 長周期変動応力や静応力を継続的に受ける場合に生じる急激なき裂進展の加速は硬度の高い材料でより顕著であることが明らかになった。実験を継続して行い、今年度は水素機器の溶接構造部の熱影響により硬化が予測される部材についてデータ取得を行う。(研究実施項目⑥-3))
- ③ 溶接部の疲労強度に及ぼす水素の影響を明らかにする実験を、炭素鋼の溶接材を対象とし引き続き実施し、溶接部の疲労設計法の策定を行う。(研究実施項目⑥-1)-b)
- ④ 不純物の混入した水素ガス中でフレット疲労試験を実施し、フレット疲労強度に及ぼす水素の不純物濃度の影響を明らかにする。(研究実施項目⑥-2)-b)
- ⑤ 接触部のフレット疲労強度に材料中水素濃度が及ぼす影響を解明し、フレット疲労を被る部材の長期使用の健全性について検討を行う。(研究実施項目⑥-2)-b)
- ⑥ バルブ等の厳しい応力状態で接触する部材について水素ガス中での損傷評価を実施し、バルブ等の寿命、信頼性、耐久性の向上について検討するための基礎的データを取得する。(研究実施項目⑥-2)-b)
- ⑦ 高サイクル疲労寿命域で使用される部材の設計上、もっとも基本的なデータとなる平滑材の S-N 線図を、10MPa までの水素ガス中で取得し、データベース構築を引き続き実施する。(研究実施項目⑥-4))
- ⑧ 高圧水素ガス中(10MPa)の疲労強度について微小欠陥の影響を明らかにし、微小欠陥を有する部材の疲労設計法について高圧水素の影響を考慮する必要性について検討を行う(研究実施項目⑥-2)-a)(研究実施項目⑥-4))
- ⑨ 120MPa の高圧水素中でボルト負荷によるき裂進展試験を実施できる装置を導入し、静的荷重下のき裂進展限界条件に及ぼす高圧水素ガスの影響を明らかにし、高圧水素部材の設計基準について検討を行う。(研究実施項目⑥-5))

<平成 24 年度>

- ① 破壊靱性に及ぼす材料内水素の影響を明らかにする実験を継続して行い、水素の影響による破壊靱性低下を改善する材料成分について検討を行う。(研究実施項目⑥-3))
- ② 長周期変動応力や静応力を継続的に受ける場合に生じる急激なき裂進展の加速について、各種材料についてデータ取得を引続き行い、(研究実施項目⑥-3))
- ③ 水素ガス純度が接触部のフレット疲労強度に及ぼす影響を解明する実験を継続して行い、フレット疲労強度に及ぼす水素の純度の影響を明らかにする。(研究実施項目⑥-2)-b)
- ④ 接触部のフレット疲労強度に材料中水素濃度が及ぼす影響を解明する実験を継続して行い、フレット疲労を被る部材の長期使用の健全性評価法について検討を行う。(研究実施項目⑥-2)-b)
- ⑤ バルブ等の厳しい応力状態で接触する部材について損傷評価の結果を踏まえて、寿命、信頼性、耐久性の向上法について策定する。(研究実施項目⑥-2)-b)
- ⑥ 120MPa 高圧水素ガス中の高サイクル疲労試験を実施し、高サイクル疲労強度に及ぼす高圧水素の影響を解明し、またデータベース構築を行う。(研究実施項目⑥-4))
- ⑦ 高圧水素ガス中(10MPa)の疲労強度について微小欠陥の影響を明らかにする実験を継続して行い、高圧水素中の微小欠陥を有する部材の疲労設計法を策定する(研究実施項目⑥-2)-a)(研究実施項目⑥-4))
- ⑧ 120MPa の高圧水素中でボルト負荷による静的荷重下のき裂進展試験を引き続き実施し、高圧水素部材の設計基準について検討を行う。

- (7) 材料強度に及ぼす水素の影響に関する研究状況調査(主に産業技術総合研究所、九州大学側で実施)

<平成18～19年度>

- ① 平成19年11月に米国で開催されるSeventh International ASTM/ESIS Symposium on Fatigue and Fracture (36th ASTM National Symposium on Fatigue and Fracture Mechanics)に参加し、材料強度に及ぼす水素の影響について、米国における最新の研究状況を調査する。また、平成20年1月に中国で開催されるThe eighth International Conference on Fundamentals of Fractureに参加し、ナノ・メゾレベルにおける材料強度に関する情報収集を行う。
- ② 平成19年5月にポーランドにて開催される「ENVIRONMENTAL DEGRADATION OF ENGINEERING MATERIALS」に参加し、材料強度に及ぼす水素の影響に関する情報収集及び研究成果の発表を行う。また、平成19年11月に米国にて開催される「Seventh International ASTM/ESIS Symposium on Fatigue and Fracture (36th ASTM National Symp. on Fatigue and Fracture Mechanics)」に参加し、材料強度に及ぼす水素の影響について、米国材料試験協会(ASM)における最新の研究状況を調査する。

<平成20年度>

- ① 平成20年9月にチェコにて開催されるEuropean Conference on Fracture (ECF-17)に参加し、材料強度に及ぼす水素の影響に関する情報収集を行う。また、平成20年9月にアメリカで開催される2008 International Hydrogen Conferenceに参加し、材料強度に及ぼす水素の影響について、最新の研究状況を調査する。
- ② 平成20年9月にチェコにて開催されるEuropean Conference on Fracture (ECF-17)に参加し、材料強度に及ぼす水素の影響に関する情報収集及び研究成果の発表を行う。また、平成20年11月にウクライナで開催されるWELDING AND RELATED TECHNOLOGIES INTO THE THIRD MILLENNIUMに参加し、水素機器に使用される溶接継ぎ手の強度評価に関する情報収集を行う。

<平成21年度>

- ① 平成21年7月にカナダにて開催される12th International Conference on Fracture (ICF12)に参加し、破壊力学の視点から見た材料強度に及ぼす水素の影響に関する情報収集を行う。また、平成21年9月にポルトガルにて開催される7th EUROMECH Solid Mechanics Conference (ESMC2009)に参加し、材料強度に及ぼす水素の影響について、欧州における最新の研究状況を調査する。
- ② 平成21年8月にドイツで開催される15th International Conference on Strength of Materials(ICSMA)に参加し、材料強度に及ぼす水素の影響に関する情報収集を行う。
- ③ 平成21年9月にイタリアで開催されるInternational Conference on Crack Path 2009に参加し、材料強度に及ぼす水素の影響に関する情報収集を行う。

<平成22年度>

- ① 平成22年6月にドイツにて開催されるEuropean Conference of Fracture (ECF18)に参加し、材料強度に及ぼす水素の影響について、欧州における最新の研究状況を調査する。
- ② 平成22年6月にチェコにて開催される10th International Fatigue Congress (Fatigue2010)に参加し、材料強度に及ぼす水素の影響に関する情報収集及び研究成果の発表を行う。

<平成23年度>

- ① 平成23年6月にアメリカで開催されるJSME/ASME 2011 International Conference on Materials and Processing (ICM&P 2011)に参加し、材料強度に及ぼす水素の影響に関する情報収集及び研究成果の発表を行う。

- ② 平成 23 年 7 月にアメリカ合衆国で開催される 11th US National Congress on Computational Mechanics (USNCCM11)に参加し、連続体力学シミュレーションの観点から見た材料強度に及ぼす水素の影響に関する情報収集を行う。
- ③ 平成 23 年 9 月に神戸で開催される International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics 2011 に参加し、材料強度に及ぼす水素の影響に関する情報収集及び研究成果の発表を行う。
- ④ 平成 23 年 12 月に香港にて開催される 14th Asia-Pacific Vibration Conference (APWC2011)に参加し、AE を利用した機械、構造物の健全性診断技術に関する情報収集及び研究成果の発表を行なう。

<平成 24 年度>

- ① 平成 24 年 7 月にブラジルで開催される 10th World Congress on Computational Mechanics (WCCM 2012)に参加し、連続体力学シミュレーションの観点から見た水素デバイス等の最適設計に関する情報収集を行う。
- ② 平成 24 年 8 月にロシアで開催される European Conference on Fracture 19 (ECF19)に参加し、材料強度に及ぼす水素の影響に関する情報収集及び研究成果の発表を行う。
- ③ 平成 24 年 9 月にイタリアで開催される Crack Paths 2012 に参加し、材料強度に及ぼす水素の影響に関する情報収集及び研究成果の発表を行う。

(8) 材料中の侵入水素の存在状態解析(主に上智大学で実施)

- 1) 昇温脱離法を用いて材料中に侵入した水素の存在状態を解析し、変形過程との関係を明らかにする。

<平成 18～19 年度>

- ① オーステナイト系ステンレス鋼の水素脆化メカニズムを解明するため、オーステナイト系ステンレス鋼中の原子空孔、転位、結晶粒界、介在物、析出物等、水素トラップサイトの分離を行い、侵入水素の存在状態を明確にする(実施内容⑧-1))。

<平成 20 年度>

- ① 材料中の格子欠陥(主に、転位と原子空孔)にトラップされた水素を昇温脱離法により分離し、変形過程における格子欠陥生成と脆化との関係を明らかにする。

<平成 21 年度>

- ② 安定オーステナイトステンレス鋼と準安定オーステナイトステンレス鋼について、昇温脱離分析法を用いて fcc および bcc 格子中の水素、さらには格子欠陥にトラップされた水素の存在状態分離を試みる。

<平成 22 年度>

- ① オーステナイト安定度の異なる 2 種類のステンレス鋼を対象とし、安定オーステナイトステンレス鋼(SUS316L)と準安定オーステナイトステンレス鋼(SUS304)を中心に変形過程における転位と水素の相互作用、さらには水素環境脆化との関係解明を目的とする。具体的には、水素添加したステンレス鋼に真空チャンバー内で引張変形を付与し、弾性・塑性変形過程における水素放出をこのチャンバーに取り付けた質量分析器を用いて検出する。転位運動によって試験片内部から表面まで水素が輸送されると、表面から水素が放出され質量分析器で検出可能である。各種条件(ひずみ速度、温度等)を変化させ、転位によって水素輸送される引張条件と水素環境脆化との関係解明を目指

す。

<平成 23～24 年度>

- ① オーステナイト安定度の異なる2種類のステンレス鋼を対象とし、平成22年度に確立した転位と水素の相互作用を評価する装置を用いて、安定オーステナイトステンレス鋼(SUS316L)と準安定オーステナイトステンレス鋼(SUS304)の弾性/塑性変形過程における転位と水素の相互作用、さらには水素環境脆化との関係解明を目的とする。具体的には、水素添加したステンレス鋼に真空チャンバー内で引張変形を付与し、弾性・塑性変形過程における水素放出をこのチャンバーに取り付けた質量分析器を用いて検出する。転位運動によって試験片内部から表面まで水素が輸送されると、表面から水素が放出され質量分析器で検出可能である。各種条件(弾性・塑性応力、ひずみ速度、温度等)を変化させ、転位によって水素輸送される引張条件と水素環境脆化との関係解明を目指す。
- (9) 材料中の結晶粒内・粒界におけるすべり変形に及ぼす水素の影響調査(主に物質・材料研究機構で実施)
- 1) 原子間力顕微鏡やナノインデンテーション等の先端的解析手法により、種々の水素脆化特性(引張、疲労、き裂伝播など)を有する金属に対して、粒界・粒内析出物やサブグレイン、内部転位組織、変形組織をナノスケールで統計的かつ定量的に評価し、金属組織と水素脆化特性の関係を明らかにする。さらに、耐水素脆化性に優れる金属組織の理想像についても検討を行う。

<平成 18～19 年度>

- ① オーステナイト系ステンレス鋼において、塑性変形の観点から水素脆化メカニズムを解明するため、原子間力顕微鏡等を用いて、結晶粒内・粒界のすべり変形に及ぼす水素の影響を分析する(実施内容⑨-1))。

<平成 20 年度>

- ① 種々の強度を有する結晶粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の超微細粒鋼の試作を行うと共に、浸漬による水素吸蔵特性を昇温脱離分析によって明らかにする。加えて、引張特性に及ぼす水素の影響を評価し、結晶粒の超微細化によって耐水素脆化性の変化を確認する。さらに、原子間力顕微鏡等により、超微細結晶粒におけるすべり変形を評価し、耐水素脆化性との関係から、金属組織と水素脆化メカニズムとの関係を考察する。

<平成 21 年度>

- ① 平成20年度までに作製した溝ロール圧延による結晶粒径 $1\mu\text{m}$ の0.05-0.4mass%Cの炭素鋼に対して、平滑材の疲労特性に及ぼす水素の影響を明らかにすると共に、CT試験片を用いたき裂進展特性に及ぼす水素の影響を調べる。汎用炭素鋼と比較した耐水素脆化性の向上を定量的に評価する。さらに、き裂進展経路における詳細なAFM観察、ナノ硬さ測定を行い、水素の影響を組織・力学的に解析し、耐水素脆化性に優れる理想組織像を明確にすることに寄与する。

<平成 22 年度>

- ① 超微細粒を有する低合金炭素鋼に対して、種々の微量添加元素の制御によって、革新的に耐水素脆化性に優れる材料創製の指針を得る。特に、疲労特性に及ぼす水素の影響に注目し、平滑材、切欠き材、CT試験片に対して、種々の応力比、速度効果を明らかにする。さらに、き裂進展経路における詳細なAFM観察、ナノ硬さ測定を行い、水素の影響を組織・力学的に解析し、耐水素脆化性に優れる理想組織像を明確にすることに寄与する。

(10) 材料中の疲労き裂先端の水素状態の調査(主に福岡大学で実施)

1) マイクロプリント法を用いた疲労き裂先端等における水素状態の可視化を行う。

<平成19年度>

① オーステナイト系ステンレス鋼における疲労き裂先端の水素状態を、マイクロプリント法により、可視化する(実施内容⑩-1)。

<平成20年度>

① オーステナイト系ステンレス鋼およびクロムモリブデン鋼における疲労き裂先端の水素状態を、マイクロプリント法により可視化を行う。

<平成21年度>

① 水素チャージを施した水素蓄圧器用クロムモリブデン鋼の疲労き裂先端近傍における水素集積状況を水素マイクロプリント法により可視化する。き裂先端近傍の高応力部への水素拡散・集積の挙動を明らかにすることで、疲労強度低下機構解明への手がかりを得る。また、水素配管用ダクタイル鋳鉄の引張強度特性に及ぼす水素の影響を明らかにし、水素による材料の延性低下の機構を明らかにする。

<平成 22 年度>

② ステンレス鋼やフェライト鋼、非鉄金属に水素チャージを施して疲労試験を行い、き裂先端近傍における水素の集積状況を水素マイクロプリント法(HMT)により可視化する。種々の材料について、き裂先端近傍の高応力部への水素拡散・集積の挙動を明らかにすることで、疲労強度低下機構解明への手がかりを得る。また、水素配管用ダクタイル鋳鉄に水素チャージを施して疲労試験を行う。HMTにより材料中の水素の挙動を調べ、疲労過程における水素の役割を明らかにする。

<平成 23 年度>

① 試料表面のコーティング方法を変化させることにより HMT の水素検出感度を向上させる。その方法を用いて、水素チャージを施した低合金鋼について、疲労き裂先端近傍における拡散性水素の挙動を可視化し明らかにする。

<平成 24 年度>

① オーステナイト安定度の異なる複数のステンレス鋼について、疲労き裂先端近傍の水素集積の挙動を HMT により可視化する。そして、マルテンサイト変態相がき裂先端への水素の移動に果たす役割を明らかにする。

(11) 水素ステーションに使用された金属材料の健全性及び強度評価(主に物質・材料研究機構で実施)

1) 解体された水素ステーションから各種の部品を採取し、金属材料の健全性及び強度の評価を行う。具体的には概観調査によりクラックの有無を調査した後、化学成分分析や組織調査により材料の健全性を評価し、必要に応じて各種の材料試験を実施して強度の評価を行う。また、強度評価では平均荷重を変えることができる超音波疲労試験技術を活用し、疲労限度及び疲労き裂進展下限界値に対する水素の影響についても検討する。

<平成 21 年度>

① 既に解体・調査が終了した水素ステーションの部品(SCM435 鋼製蓄圧器)から試験片を採取し、平均荷重を変えることができる超音波疲労試験により疲労限度及び疲労き裂進展下限界値に対する

水素の影響を調査する。

- ② 水素ステーションが解体された後には、各種の部品を採取し、金属材料の健全性調査を行う。

<平成 22 年度>

- ① 前年度以前に採取された部品から試験片を採取し、各種の材料試験を実施することにより、疲労特性に及ぼす水素の影響を調査する。
- ② 水素ステーションの解体が行われた際には、逐次調査を行う。

<平成 23 年度>

- ① 有明水素ステーションの蓄圧器について、金属材料の健全性の調査を継続するとともに、き裂伝ば特性を調査するための試験法を確立する。
- ② 有明水素ステーションの蓄圧器材について、基準的な $R=-1$ の条件下でのギガサイクル疲労特性を評価し、霞が関水素ステーションの蓄圧器材との比較を行う。

<平成 24 年度>

- ① 有明水素ステーション及び霞が関水素ステーションの蓄圧器についてき裂伝ば特性を調査し、両者を比較する。
- ② 有明水素ステーションの蓄圧器材について、より実用的な $R \geq 0$ の条件下でのギガサイクル疲労特性を評価し、霞が関水素ステーションの蓄圧器材との比較を行う。

(12) 水素デバイス等の安全設計シミュレーション(主に九州大学側で実施)

- 1) 材料内の温度、応力、水素、時間を因子とした有限要素法に基づくシミュレーション技術を開発し、疲労き裂進展特性に水素が与える影響を評価することを可能にする。
- 2) 材料強度に水素が与える影響を考慮した汎用計算力学シミュレーションシステムを確立し、水素利用に関連する周辺機器の安全性確保と高性能化を可能にする。

<平成 23 年度>

- ① 昨年度までに、金属表面からの水素の流束量を明らかにし、水素ガスの圧力を考慮した材料内水素拡散シミュレーション技術を開発した。本年度は、3 次元き裂の応力拡大係数評価などの解析技術の開発を行い、き裂を有する圧力容器や配管の圧力変動が疲労強度に与える影響を評価することを可能にする。
- ② 昨年度までに、3 次元有限要素法における炭素繊維強化プラスチック材料の解析技術や多点拘束条件式に基づくアセンブリ構造の解析技術を開発し、様々な水素デバイス等の応力解析を可能にした。本年度は、アセンブリ構造のモデリングや機器構成部品の結合部分に関する物理量評価などの技術を開発し、シミュレーションシステムの高度化を図る。また、開発システムにおける一連のシミュレーション作業工程の簡素化を行い、ソフトウェアとして整備する。

<平成 24 年度>

- ① これまでに得られたシミュレーション結果を整理し、水素利用に関連する周辺機器の設計に向けた、3 次元有限要素法に基づくシミュレーションに必要な材料定数のデータベースを構築し、一般公開する。
- ② これまでに確立した計算機シミュレーションシステムを用いて、水素デバイス等の最適構造設計並びに安全性評価を行い、信頼性の高い設計を実現可能にする。また、高圧水素関連の機械システム向け汎用計算力学シミュレータとして開発システムを整備し、一般公開する。

実施計画

研究実施項目	18年度	19年度	20年度	21年度	22年度	23年度	24年度
(1)ナノ・メゾレベルにおける強度・変形過程の解明		手法開発 素過程の解明	SIMSによる水素の存在位置の明確化 水素TEMホルダーの開発		き裂近傍における水素挙動の明確化 転位に及ぼす水素の影響解明		
(2)高圧ガス水素下における疲労き裂発生と伝ば機構の解明	試験技術開発	き裂発生・伝ばの解明	超高压ガス水素下における材料評価試験技術開発 疲労き裂発生・伝ば機構の解明		水素の影響を統一的に表すパラメータの提案・検証 実体バネの評価手法開発 微小き裂停留挙動に及ぼす水素の影響解明		
(3)疲労き裂先端における塑性変形(すべり変形)と水素の相互作用の解明					き裂先端における水素挙動の明確化 SIMSとEBSDによるき裂先端でのすべりの局在化の解析		
(4)高圧ガス水素下及び液体水素下における疲労き裂発生・進展メカニズムの解明					120MPa水素ガス中高速疲労試験技術の開発 水素機器に使用される材料の選択指針の確立		
(5)水素機器に使用される金属材料の強度評価		測定法開発 水素量測定 水素侵入メカニズムの解明 強度評価とフラクトグラフィ			水素侵入メカニズムの解明とデータベース 強度評価・フラクトグラフィとデータベース 健全性評価 有明ステーション健全性評価 水素ステーション用材料の評価		
(6)水素機器の設計・製造における部品・接合部材の強度評価			強度評価		破壊靱性・材料内水素と負荷速度 長周期変動応力 溶接 フレット疲労 データベース 10MPa, 120MPa 静荷重下のき裂進展下限界 120MPa		

2.1.3 研究実施項目③「高圧化状態における高分子材料等の長期使用及び加工、温度などの影響による材料強度及び化学構造評価」

平成19年度～平成24年度は非金属材料(ゴム・樹脂)を対象とし以下の研究実施項目を行う。

- (1) 水素機器に使用される非金属材料(ゴム・樹脂)の強度評価(主に九州大学で実施)
- (2) 水素機器に使用される非金属材料(ゴム・樹脂)の化学構造評価(主に産業技術総合研究所で実施)
- (3) 材料強度に及ぼす水素の影響に関する最新研究状況調査(主に九州大学側で実施)
- (4) 水素雰囲気下におけるゴム材料研究(主にNOK(株)で実施)

- (1) 水素機器に使用される非金属材料(ゴム・樹脂)の強度評価
摩擦・摩耗・劣化特性評価(ゴム材のブリスタ現象の再現と影響要因の明確化)
 - a. 圧力差、減圧速度、ゴム材とブリスタ発生状況の関係を把握する。
 - b. ブリスタによる内部クラックの進展状況を観察し、ブリスタ発生メカニズムを推定する。
 - c. 長時間水素雰囲気下に暴露されたゴム材料の物性変化(劣化)の評価を行う。
 - 1) 水素侵入・放出メカニズムの解明
 - 2) ブリスタ発生メカニズムの解明
 - 3) 強度・劣化特性評価

<平成19年度>

- ① ゴムや樹脂を100MPa大型水素ガス曝露容器にて曝露し、高圧水素ガスで引き起こされる損傷を明らかにする。特に、ゴム材料に関する研究については、ゴム材料高圧水素耐久試験機(任意の減圧速度で100MPaの水素ガスを繰返し充填できる耐久試験機)を導入し、ブリスタ発生メカニズムを解明する。加えて、高速・高精度レーザー変位計システムを導入し、曝露チャンバー内の試験片の寸法を正確に計測し、水素吸蔵によるゴム材料の膨潤挙動を明らかにする。同時に水素曝露後におけるゴム材料の粘弾性挙動を測定し、その物性変化を把握するためのOリング用ゴム材料動的粘弾性評価装置を導入する。(実施内容①-1))
- ② ゴムと補強剤を系統的に組み合わせ、100MPa水素ガス圧力容器を用いた繰返し曝露試験、100MPa水素ガス曝露材を用いた引張試験・水素分析、ゴム材料高圧水素耐久試験機を用いたOリング耐久試験を実施し、高強度のゴムと水素をトラップしない補強剤の組み合わせが高圧水素ガス中で起こるブリスタの防止に有益であることを見出した。この知見に基づき、ゴムの物性と強度測定並びにブリスタ発生・成長の観察を実施し、高圧水素ガスに耐えることができるOリングの実用化を目指す。(実施内容①-2))

<平成20年度>

- ① 平成19年度に導入したOリング用ゴム材料水素透過率測定装置、ゴム・樹脂材料中水素分析装置を用いて、ゴム・樹脂材料の水素量に及ぼす充てん剤や曝露圧力の影響を明らかにする。(実施内容①-1))
- ② 高圧水素耐久試験機に高圧下でOリング用ゴム材料の水素透過率を測定するための高圧水素耐久試験機用水素透過率測定ユニットを追加して、高圧下でOリング用ゴム材料に侵入する水素量を明らかにする(実施内容①-1))。
- ③ 平成19年度に設置した高圧水素耐久試験機を用い、高圧水素に繰返し曝露することによりOリングのブリスタ破壊が発生することが明らかになった。そこで、高圧水素耐久試験機の評価条件、すなわ

ち圧力、保持時間、温度等の運転条件、線径、圧縮率等のリング形状因子等の要因について、ブリスタ破壊に対する感度評価を実施し、リングの繰り返し高圧水素曝露によるブリスタ再現条件を検討する。このため、高圧水素耐久試験機試験体ホルダー追加、コンプレッサー増強による高圧水素リング評価加速を実施する(実施内容①-2))。

- ④ ブリスタ現象はゴム材料の引き裂き特性の影響が大きいため、き裂を導入した状態でのゴム材料の強度特性を評価が必要となる。き裂長さを測定するためのマイクロスコープおよび試験片のひずみを測定するためのデータロガーからなるゴム用き裂観察・ひずみ測定装置を導入し、ゴム材料の引き裂き特性を定量的に評価する(実施内容①-2))。
- ⑤ ブリスタ発生メカニズムを検討するため、ゴム材料の高速な圧力変化の影響の把握が必要である。このため、ゴム高速変形挙動観測装置を導入し、高速な電気刺激に対する誘電率の挙動を計測する(実施内容①-2))。
- ⑥ 水素環境中でのゴム材料の強度特性を評価するために、引張試験用水素曝露容器を導入する(実施内容①-3))。
- ⑦ ゴム材料熱特性評価装置およびゴム材料熱膨張率評価装置を導入し、平成19年度に導入したリング用ゴム材料動的粘弾性評価装置とともに使用し、高圧水素ガス中で曝露したゴム材料の構造変化に伴う吸発熱挙動、熱膨張率、粘弾性挙動を測定し、水素曝露によるゴム材料物性への影響の評価を行う(実施内容①-3))。
- ⑧ 平成19年度に導入したゴム材料高圧水素耐久試験機を用いて、ゴム材料の耐久性・シール性に及ぼす材料や充てん剤の影響を明らかにする(実施内容①-3))。
- ⑨ ゴム材料高圧水素耐久試験機を用いて高圧水素環境中で水素曝露したゴム材料の疲労試験を実施し、疲労特性に及ぼす材料強度、充てん剤および水素曝露の影響について評価する(実施内容①-3))。

<平成 21 年度>

- ① 昨年度までの研究の結果、高圧水素ガスシール用 O リングゴム材料の高圧ガス雰囲気におけるブリスタ現象を再現し、ブリスタによる破壊現象の解明が進んだ。この結果に基づきゴム材料中に溶解した水素ガスによる気泡発生からブリスタに至る破壊現象の力学的モデルを提案した。本年度は、平成 20 年度までに確立したブリスタ破壊再現実験手法および提案した破壊現象の力学的モデルに基づき材質、粒子径、比表面積等が異なる充てん剤を用いたゴム材料のデータ取得を進める。これにより、ブリスタ破壊現象に対する充てん剤の影響を明らかにする。(実施内容①-3))
- ② 高圧ガスシール用ゴム材料を対象として平成 20 年度までに確立したブリスタ破壊再現実験手法および提案した破壊現象の力学的モデルを用いて、ポリテトラフルオロエチレン等の樹脂材料のデータ取得を進める。これにより、実験手法および力学的モデルの樹脂材料に対する適用可能性を検討する。(実施内容①-1))
- ③ ゴム構造のナノオーダーの構造不均質性を評価するためゴム用原子間力顕微鏡を導入し、構造不均質性とブリスタ起点との関連について検討する。(実施内容①-2))
- ④ 平成 20 年度に導入したゴム材料気泡発生挙動観測装置を用い、0.6MPa 水素雰囲気下におけるゴム材料の分光特性測定を実施し、ブリスタの起点となる気泡発生現象を確認する。また、10MPa の高圧水素ガス雰囲気中に曝露されたゴム材料の減圧後のブリスタ発生・進展挙動および膨潤現象を観察するために、ガラス付高圧セルチャンバを導入し、高圧水素雰囲気および高圧水素雰囲気からの減圧する際の試験片形状やブリスタ発生状況を直接観察する。(実施内容①-2))
- ⑤ 平成 19 年度に設置した高圧水素耐久試験器を用い、リングを高圧水素に繰り返し曝露することによりブリスタ破壊が発生することが明らかになった。そこで、平成 20 年度に水素センサーの増設、コンプレッサー高性能化など機能を増強した高圧水素耐久試験機を用い、高圧水素耐久試験機の評

価条件、すなわち圧力、保持時間、温度等の運転条件、線径、圧縮率等のOリング形状因子等の要因について、ブリスタ破壊に対する感度評価を実施し、Oリングの繰り返し高圧水素曝露によるブリスタ再現条件を検討する。(実施内容①-2)

- ⑥ ゴム材料の正確な構成式を見積もり、ゴム材料破壊現象の力学的モデルの精度を向上させるために、2軸引張試験機を導入する。(実施内容①-2)
- ⑦ 平成20年度に導入したゴム用き裂観察・ひずみ測定装置、引張試験用水素曝露容器、平成19年度に導入したOリング用ゴム材料動的粘弾性評価装置、高速・高精度レーザー変位システム、Oリング用ゴム材料高精度密度測定装置、およびゴム変形挙動追跡装置を用いて種々のゴム材料物性を計測する。これにより水素曝露によるゴム材料物性への影響の評価を行う。これらと平行してゴム材料の疲労進展特性に及ぼす充てん材の影響について評価する。このため、ゴム用疲労試験機を導入する。(実施内容①-3))
- ⑧ 物性評価用試料調整のため、ドラフトチャンバーを導入する。(実施内容①-3))
- ⑨ 高圧水素中で曝露したゴム材料の添加剤を溶媒にて抽出し、濃縮、計量による分析、定量を実施するためエバポレーターシステム、ジーニアス天秤を導入する。(実施内容①-2))
- ⑩ 高圧水素中で曝露したゴム試験片の体積変化データ取得のためデジタルマイクロスコープを導入する。(実施内容①-1))
- ⑪ 高圧水素曝露後のゴム材料から発生する音響波形計測による破壊状況解析のため広帯域アンプを導入する。(実施内容①-1))

<平成22年度>

- ① 前年度までの研究により、ゴム材料に水素ガスによる気泡発生からブリスタに至る破壊現象の力学的モデルが確立される。本年度は提案された力学的モデルの精度向上を目的にゴム材料のマクロな変形パラメータ取得および変形に伴うミクロな構造変化に関する情報取得を進める。(実施内容①-2))
- ② ブリスタ発生メカニズムを検討するため、ゴム材料のき裂の程度、発生頻度などの発生状況を把握する必要がある。このためゴムき裂信号高速計測システムを導入し、き裂発生に伴う信号を記録し、き裂発生状況を把握する(実施内容①-2))。
- ③ 平成21年度までにポリテトラフルオロエチレン等の樹脂材料を対象に確立した力学的モデルなどを含む耐水素性評価方法を用いて、ポリエチレンなど、他の樹脂系についてのデータ取得を進める。(実施内容①-3))
- ④ 平成20年度に導入したゴム用き裂観察・ひずみ測定装置、引張試験用水素曝露容器、平成19年度に導入したOリング用ゴム材料動的粘弾性評価装置、高速・高精度レーザー変位システム、Oリング用ゴム材料高精度密度測定装置、およびゴム変形挙動追跡装置を用いて種々のゴム材料物性を計測する。これにより水素曝露によるゴム材料物性への影響の評価を行う。(実施内容①-3))
- ⑤ 樹脂材料の破壊靱性値に及ぼす高圧水素曝露の影響を明らかにするため、樹脂材料破壊靱性評価システムならびに高精度試験片研磨装置を導入して、各樹脂材料の破壊靱性試験を行う。(実施内容①-3))

<平成23年度>

- ① ブリスタ発生メカニズムを検討するため、平成22年度に導入したゴムき裂信号高速計測システムを用いて、き裂発生に伴う信号を記録し、ゴム材料のき裂の程度、発生頻度などの発生状況を把握する。これらの結果に基づき、ゴム材料とき裂発生状況の相関を検討する。(実施内容①-2))
- ② 引き続き平成20年度に導入したゴム用き裂観察・ひずみ測定装置、引張試験用水素曝露容器、平成19年度に導入したOリング用ゴム材料動的粘弾性評価装置、高速・高精度レーザー変位システム、Oリング用ゴム材料高精度密度測定装置、およびゴム変形挙動追跡装置を用いて種々のゴム材

料物性を計測する。これにより各種ゴム材料について水素曝露によるゴム材料物性への影響の評価を行い、ゴム材料種との相関を検討する。(実施内容①-3))

- ③ 前年度までにポリテトラフルオロエチレン等の樹脂材料を対象に確立した力学的モデルなどを含む耐水素性評価方法を用いて、ポリエチレンなど、他の樹脂系についてのデータ取得を進める。(実施内容①-3))
- ④ 樹脂材料の破壊靱性値に及ぼす高圧水素曝露の影響を明らかにするため、平成 22 年度に導入した樹脂材料破壊靱性評価システムならびに高精度試験片研磨装置を用い、各樹脂材料の破壊靱性試験を行う。(実施内容①-3))
- ⑤ 水素雰囲気下におけるゴム材料の疲労進展特性を評価するため、平成 21 年度に導入したゴム用疲労試験機に水素チャンバーを取り付ける。(実施内容①-3))
- ⑥ 水素充填用レセプタクルに代表されるシール構造評価のため、円筒固定タイプのシール(Oリング+バックアップリング)および装着部の設計指針提示を目的として、円筒固定シール評価セルを導入し、各種条件による評価データを収集する。
- ⑦ 産業界のニーズが高い水素ガスシール用ゴム・樹脂材料や水素搬送配管用ゴム・樹脂材料など、水素機器に使用されるゴム・樹脂材料について、産業界と協力して強度・劣化特性評価を実施し、本事業のデータの充実を図る。(実施内容①-3))

<平成 24 年度>

- ① 引き続き、平成 22 年度に導入したゴムき裂信号高速計測システムを用いて、き裂発生に伴う信号を記録し、ゴム材料のき裂の程度、発生頻度などの発生状況を把握する。これらの結果に基づき、ゴム材料とき裂発生状況の相関をまとめ、き裂に対する耐性に優れたゴム材料配合指針を提示する。(実施内容①-2))
- ② 引き続き平成 20 年度に導入したゴム用き裂観察・ひずみ測定装置、引張試験用水素曝露容器、平成 19 年度に導入したOリング用ゴム材料動的粘弾性評価装置、高速・高精度レーザー変位システム、Oリング用ゴム材料高精度密度測定装置、およびゴム変形挙動追跡装置を用いて種々のゴム材料物性を計測する。これにより各種ゴム材料について水素曝露によるゴム材料物性への影響の評価を行い、ゴム材料種との相関をまとめ、水素曝露に対する耐性に優れたゴム材料配合指針を提示する。(実施内容①-3))
- ③ 前年度までにポリテトラフルオロエチレン等の樹脂材料を対象に確立した力学的モデルなどを含む耐水素性評価方法を用いて、ポリエチレンなどの樹脂系について耐水素性データをまとめる。(実施内容①-3))
- ④ 樹脂材料の破壊靱性値に及ぼす高圧水素曝露の影響を明らかにするため、引き続き平成 22 年度に導入した樹脂材料破壊靱性評価システムならびに高精度試験片研磨装置を用い、各樹脂材料の破壊靱性試験を行い、水素曝露時の破壊靱性データをまとめる。(実施内容①-3))
- ⑤ 平成 21 年度に導入したゴム用疲労試験機および平成 23 年度に導入した疲労試験機用水素チャンバーを用いて水素雰囲気下におけるゴム材料の疲労進展特性評価を行い、各種ゴム材料について、水素雰囲気下の疲労進展特性をまとめる。(実施内容①-3))
- ⑥ 水素充填用レセプタクルに代表されるシール構造評価のため、円筒固定タイプのシール(Oリング+バックアップリング)および装着部の設計指針提示を目的として、平成 23 年度に導入した円筒固定シール評価セルを用いて引き続き各種条件による評価データを収集し、まとめる。
- ⑦ 産業界のニーズが高い水素ガスシール用ゴム・樹脂材料や水素搬送配管用ゴム・樹脂材料など、水素機器に使用されるゴム・樹脂材料について、産業界と協力して強度・劣化特性評価を実施し、本事業のデータとしてまとめる。(実施内容①-3))

- (2) 水素機器に使用される非金属材料(ゴム・樹脂)の化学構造評価(主に産業技術総合研究所で実

施)

ゴム材料の化学構造評価(ゴム材の水素曝露による劣化等、化学構造変化の明確化)

- a. 水素曝露前の状態で分析を実施し初期のゴム材料の化学構造を把握する。
- b. 長時間水素雰囲気下に曝露された、ゴム材料の分析を実施する。
- c. 水素曝露によるゴム材料の化学構造変化(劣化)の評価を行う。
 - 1) 水素吸着・反応メカニズムの解明
 - 2) 水素曝露による化学構造変化の解明
 - 3) 強度・劣化特性との相関を評価

<平成19年度>

- ① オリング用ゴム材料水素透過率測定装置、ゴム・樹脂中水素分析装置、オリング用ゴム材料高精度密度測定装置、オリング用ゴム材料試験片作製装置の導入により、各種ゴム材料(今年度はニトリルゴム、EPDM、フッ素ゴム等を予定)の水素透過率、材料中水素量、密度の変化を正確に測定して、水素に曝露されたゴム材料の物性・構造変化との相関関係を明らかにする。また、比誘電率測定用インピーダンスアナライザー、比誘電率測定用テキストフィクスチャー及びゴム電気特性測定用AE計測装置を導入することにより、電気特性(特に比誘電率)を測定して、高圧水素中における各種ゴム材料の破壊要因となる、材料中の気泡の発生状況を計測することが可能となり、各種ゴム材料の設計指針明確化に資する。加えて、ゴム材料気泡分布分析装置の導入により、AE特性計測装置と組み合わせて超音波吸収挙動の周波数特性を測定することで、高圧水素中における各種ゴム材料の破壊要因となる、材料中の気泡の発生状況をより詳細に計測でき(今年度はニトリルゴム、EPDM、フッ素ゴム等を予定)、各種ゴム材料の設計指針の明確化に資する。(実施内容②-1))

<平成20年度>

- ① ゴム材料の構造や物性は圧力に影響を受け、圧力依存性が大きいため、高圧セル本体、高圧プレス、試料設定用に用いる顕微鏡、セル内の圧力を測定する圧力測定装置、物性計測用に必要となる電極形成装置からなるゴム材料高圧物性測定セルを導入し、平成19年度に導入した高速・高精度レーザー変位システム、ゴム材料気泡分布分析装置、オリング用ゴム材料高精度密度測定装置、ゴム変形挙動追跡装置、比誘電率測定用インピーダンスアナライザー、比誘電率測定用テキストフィクスチャーおよびゴム電気特性用AE計測装置を用いてゴム材料の圧力下での誘電率や弾性率などの物性を計測する。(実施内容②-1))。
- ② 水素雰囲気下におけるゴム材料の分光特性測定を実施し、プリスタの起点となる気泡発生現象を確認するためゴム材料気泡発生挙動観測装置を導入する(実施内容②-2))。
- ③ ゴム材料の水素曝露に伴う化学的劣化評価のため、ゴム試験片粉碎装置およびゴム中水素分布状態測定装置用解析装置を導入する。これにより水素曝露後のゴム材料からNMR用試料を調整し、九州大学の既存共通設備であるNMRで計測して得られたスペクトルを解析する(実施内容②-2))。
- ④ 水素曝露に伴うゴム材料の構造変化、充てん剤の分布状況の変化を把握するためゴム用小角X線散乱測定装置の導入を開始する。(実施内容②-3))。

<平成21年度>

- ① ゴム用小角 X 線散乱測定装置の導入を完了する。ゴム材料中に溶解した水素ガスによる気泡発生現象の解明のため、本装置を用いてゴム構造のナノオーダーの構造不均質性を評価する
- ② ゴム材料の構造不均質性の温度依存性を観測することを目的に、小角 X 線散乱測定装置用冷却加熱延伸ステージを導入し、加熱および冷却状態でゴム材料の X 線小角散乱を計測する。(実施内容②-2))

- ③ 平成 20 年度に導入したゴム材料熱特性評価装置、ゴム材料熱膨張率評価装置、ゴム材料高圧物性測定セル、ゴム高速変形挙動観測装置、平成 19 年度に導入したゴム材料気泡分布分析装置、比誘電率測定用インピーダンスアナライザー、比誘電率測定用テキストフィクスチャーおよびゴム電気特性用 AE 計測装置を用いて種々のゴム材料の化学分析を実施する。また、き裂発生計測装置を導入し、ゴム中に生成した気泡からき裂が発生する状況を調査する。これにより水素曝露によるゴム材料構造への影響の評価を行う。(実施内容②-2)
- ④ これまでの検討から充てん材への水素吸着がゴム材料の水素量を増大させることが明らかになった。そこで、充てん材用水素吸着量評価装置を導入して充てん材への水素吸着量を評価し、耐ブリスタ性に優れたゴム材料を実現する充てん材を探索する。また、ゴム・樹脂中水素量分析装置を導入し、これらの充てん材を用いたゴム材料の水素量評価を行う。((実施内容②-1))
- ⑤ 平成20年度に導入したゴム試験片粉碎装置およびゴム中水素分布状態測定装置用解析装置を用い、水素曝露後のゴム材料からNMR用試料を調整し、九州大学の既存共通設備であるNMRにより計測して得られたスペクトルを解析する。これにより、水素曝露後のゴム材料中の水素の状態を明らかにする。(実施内容②-2))

<平成 22 年度>

- ① 平成 21 年度に導入した充てん材用水素吸着量評価装置を用いて充てん材への水素吸着量を評価し、耐ブリスタ性に優れたゴム材料を実現する充てん材を探索する。(実施内容②-1))
- ② 平成 21 年度に導入したゴム用疲労試験機、充てん材用水素吸着量評価装置、平成 20 年度に導入したゴム材料熱特性評価装置、ゴム材料熱膨張率評価装置、ゴム材料高圧物性測定セル、ゴム高速変形挙動観測装置、平成 19 年度に導入したゴム材料気泡分布分析装置、比誘電率測定用インピーダンスアナライザー、比誘電率測定用テキストフィクスチャーおよびゴム電気特性用 AE 計測装置を用いて種々のゴム材料物性を計測する。これにより水素曝露によるゴム材料化学構造への影響の評価を行う。(実施内容②-2))
- ③ ゴム材料の水素による加熱加圧環境下で劣化した試料調製のため、ゴム劣化試験用温度制御水素チャンバーを導入する。得られた試料の化学構造を調べ、水素による加圧加熱環境下でのゴム材料の劣化状況を調査する。(実施内容②-2))
- ④ ゴム材料の分子設計に反映させるために、固体 NMR を導入し、種々のゴム材料分析を進め、物性との相関を検討する。(実施内容②-3))
- ⑤ 水素雰囲気での加熱加圧環境下におけるゴム、樹脂材料からの脱離成分を評価する目的で、ガス劣化脱離成分解析装置の改造(マイクロジェット方式クライオトラップ、選択的試料導入装置の設置)を行う。回収物を評価することで劣化状況、ならびに水素ガスへの汚染状況を調べる。(実施内容②-2))

<平成 23 年度>

- ① 前年度に引き続き平成 21 年度に導入した充てん材用水素吸着量評価装置を用いて充てん材への水素吸着量を評価し、耐ブリスタ性に優れたゴム材料を実現する充てん材の評価を実施する。これらの結果に基づき、充てん材選定基準を検討する。(実施内容②-1))
- ② 平成 22 年度に導入したゴム劣化試験用温度制御水素チャンバー、ガス劣化脱離成分解析装置、マイクロジェット方式クライオトラップ、選択的試料導入装置を用いて、ゴム材料の水素による加熱加圧環境下で劣化した試料を調製し、その化学構造を調べ、水素による加圧加熱環境下でのゴム材料の劣化状況を調査する。さらに水素雰囲気での加熱加圧環境下におけるゴム、樹脂材料からの脱離成分を評価する目的で、回収物の分析による劣化状況評価、水素ガスの汚染状況を調べる。(実施内容②-2))
- ③ 光音響検出器を導入し、水素による加熱加圧環境下で劣化した炭素系ゴム材料の化学構造変化を

計測する。(実施内容②-2))

- ④ 平成 22 年度に導入した固体 NMR、平成 21 年度に導入したゴム用疲労試験機、充てん材用水素吸着量評価装置、平成 20 年度に導入したゴム材料熱特性評価装置、ゴム材料熱膨張率評価装置、ゴム材料高圧物性測定セル、ゴム高速変形挙動観測装置、平成 19 年度に導入したゴム材料気泡分布分析装置、比誘電率測定用インピーダンスアナライザー、比誘電率測定用テキストフィクスチャーおよびゴム電気特性用 AE 計測装置を用いて種々のゴム材料の構造および物性を計測する。これにより水素曝露によるゴム材料化学構造への影響および物性との相関の評価を行う。(実施内容②-3))
- ⑤ 産業界のニーズが高い水素ガスシール用ゴム・樹脂材料や水素搬送配管用ゴム・樹脂材料など、水素機器に使用されるゴム・樹脂材料について、産業界と協力して強度・劣化特性評価を実施し、本事業のデータの充実を図る。(実施内容②-3))

<平成 24 年度>

- ① 前年度に引き続き平成 21 年度に導入した充てん材用水素吸着量評価装置を用いて充てん材への水素吸着量を評価し、耐ブリスタ性に優れたゴム材料を実現する充てん材の評価を実施しデータベースとしてまとめる。これらの結果に基づき、充てん材選定基準を提示する。(実施内容②-1)
 - ② 前年度に引き続き平成 22 年度に導入したゴム劣化試験用温度制御水素チャンバー、ガス劣化脱離成分解析装置、マイクロジェット方式クライオトラップ、選択的試料導入装置を用いて、ゴム材料の水素による加熱加圧環境下で劣化した試料を調製し、その化学構造を調べ、水素による加圧加熱環境下でのゴム材料の劣化状況を調査する。さらに水素雰囲気での加熱加圧環境下におけるゴム、樹脂材料からの脱離成分を評価する目的で、回収物の分析による劣化状況評価、水素ガスの汚染状況を調べる。(実施内容②-2))
 - ③ 平成 23 年度に導入した光音響検出器、平成 22 年度に導入した固体 NMR、平成 21 年度に導入したゴム用疲労試験機、充てん材用水素吸着量評価装置、平成 20 年度に導入したゴム材料熱特性評価装置、ゴム材料熱膨張率評価装置、ゴム材料高圧物性測定セル、ゴム高速変形挙動観測装置、平成 19 年度に導入したゴム材料気泡分布分析装置、比誘電率測定用インピーダンスアナライザー、比誘電率測定用テキストフィクスチャーおよびゴム電気特性用 AE 計測装置を用いて種々のゴム材料の構造および物性を計測する。これにより水素曝露によるゴム材料化学構造への影響および物性との相関の評価を行う。(実施内容②-3))
 - ④ 産業界のニーズが高い水素ガスシール用ゴム・樹脂材料や水素搬送配管用ゴム・樹脂材料など、水素機器に使用されるゴム・樹脂材料について、産業界と協力して化学構造分析・評価を実施し、本事業のデータとしてまとめる。具体的には、低温(-40℃レベル)におけるゴム材料化学構造への影響および物性との相関の評価を行い、「水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発事業／要素技術／水素ステーション機器要素技術」において緊急離脱カプラの開発を実施しているトキコテクノ(株)およびボールバルブの開発を実施している(株)キッツとの連携により低温水素ガスシール性を確保するためにそれぞれの機器に必要なゴム材料の最適化に資する。また、同事業において開発されている水素搬送配管について日本合成化学(株)および横浜ゴム(株)との連携によりゴム・樹脂材料最適化に資する。以上のために平成 24 年度に試料切断機を導入して評価の効率的な推進を行う。(実施内容②-3))
- (3) 材料強度に及ぼす水素の影響に関する研究状況調査(主に九州大学側で実施)

<平成 19 年度>

- ① 平成 19 年 11 月に米国にて開催される「Seventh International ASTM/ESIS Symposium on Fatigue and Fracture (36th ASTM National Symp. on Fatigue and Fracture Mechanics)」に参加し、材料強

度に及ぼす水素の影響について、米国材料試験協会 (ASTM) における最新の研究状況を調査する。

<平成20年度>

- ① 平成 20 年 9 月にイギリスのダーラム大学及びスイスで開催される FRACTURE OF POLYMERS、COMPOSITES AND ADHENSIVES に参加し、ゴム・樹脂材料の強度評価法と材料強度及ぼす水素の影響に関する情報収集を行う。また、平成 20 年 10 月に開催される International Rubber Conference & Exhibition2008 に参加し、ゴムに関する技術、研究動向の情報収集を行う。

<平成 21 年度>

- ① ゴム、樹脂材料及びこれらの破壊、疲労現象について最新の研究動向を調査する。ゴムについては関連する幅広い分野の研究発表が行われる International Rubber Conference (平成 21 年 6 月開催、ニュルンベルク、ドイツ) に参加し、材料の開発、物性測定、分析手法などの開発状況を把握し、O リング用ゴム材料の開発に反映させる。同時にゲッティンゲン大学 (ゲッティンゲン、ドイツ) を訪問し、水素脆化現象の権威である Prof. Kirchheim と水素によるファイバー材料の水素吸着現象について討論する。また、ゴム関係の研究については平成 21 年 12 月に開催される Pacific Polymer Conference (ケアンズ、オーストラリア) においても議論されるため、樹脂材料も含む幅広いポリマー材料としての研究動向を調査する。O リング等、自動車部品としてのゴム材料の開発動向について、平成 21 年 4 月に行われる SAE2009 (デトロイト、ミシガン、米国) において情報収集を図る。また、米国のゴム、樹脂材料の研究拠点の一つであるアクロン大学 (アクロン、オハイオ、米国) を訪問し、ゴム材料の破壊現象の権威である Prof. Gent と水素によるゴム材料の破壊現象について討論する。

<平成 22 年度>

- ① ゴム、樹脂材料及びこれらの破壊、疲労現象について最新の研究動向を調査する。樹脂、ゴムについては関連する幅広い分野の研究発表が行われる平成 22 年 7 月に行われる 43rd IUPAC World Polymer Congress (グラスゴー、英国) に参加し、材料の開発、物性測定、分析手法などの開発状況を把握し、O リング用ゴム材料の開発に反映させる。また University of Durham (ダーラム、英国) の Prof. Graham Sandford を訪問し、現在進めているフッ素樹脂に関連する劣化反応について調査する。ゴム、樹脂材料の破壊現象については平成 22 年 8 月に開催される European Conference of Fracture ECF 18 (ドレスデン、ドイツ) において情報収集を行う。

<平成 23 年度>

- ① JSME/ASME 2011 International Conference on Materials and Processing (平成 23 年 6 月開催、シアトル、米国) に参加し、ゴム材料の力学的特性、計測法、動的挙動などに関する情報収集を行う。また、平成 23 年 9 月に INSTITUT P' (UPR CNRS 3346) Département de Physique et Mécanique des Matériaux (ボルドー、フランス) University of Durham (ダーラム、英国) への訪問及び Fracture of Polymers, Composites and Adhesives (ル・ディアブルレ、スイス) に参加し、ゴム・樹脂材料の強度評価法と材料強度に及ぼす水素の影響に関する情報収集を行う。

<平成 24 年度>

- ① ゴム、樹脂材料の破壊現象については平成 24 年 8 月に開催される European Conference of Fracture ECF 19 (カザン、ロシア) において情報収集を行う。ゴムについては関連する幅広い分野の研究発表が行われる International Rubber Conference 2012 (平成 24 年 9 月開催、ソウル、韓国) に参加し、材料の開発、物性測定、分析手法などの開発状況を調査する。

(4) 水素雰囲気下におけるゴム材料研究(主にNOK(株)で実施)

1) ブリスタ発生メカニズム解明と解決に向けたゴム材料の研究及び評価

ゴム材料高圧水素耐久試験機を用い、ブリスタ発生に起因する機構側要因(圧力差、昇圧・減圧速度等)の影響度を把握する。更に、その検討結果から現実的なブリスタ評価試験条件について検討を行う。

ゴム材料の配合設計についてはNOK(株)技術本部(藤沢)、Oリング設計試作についてはNOK(株)Oリング事業部(熊本)で連携を取りながら実施し、作成したゴム材料の試験評価を九州大学伊都キャンパス内(福岡)に設置した装置を用いて実施する。

<平成19年度>

- ① Oリングにおけるブリスタ発生メカニズムの解明とその解決策に関する研究を進める(実施内容④-1)。

<平成20年度>

- ① ゴム材料の種類(ポリマー)、充填剤の種類、配合量等のゴム材料構成因子をふったゴム材料を作製し、ブリスタ再現試験で発生に起因する因子を明らかにする。加えて、ブリスタによるゴム内部クラック発生～進展状況を観察し、破損に至るメカニズムを明らかにする。
- ② シール形状に関しては、高圧容器である試験用セルを数水準製作して、シール曝露面積を変えた再現試験を実施する。この結果からシール装着部の設計指針を提示する。
- ③ 限界減圧速度の確認及び、耐久性評価を実施し、各種ゴム材料の高圧水素ガス環境下における使用範囲を明らかにする。

<平成21年度>

- ① 前年までの検討の結果、ゴム材料高圧水素ガス耐久試験機を用いて、精度の高いOリングの高圧雰囲気下での輸送(拡散・溶解)特性の評価およびゴムOリングの耐久性の評価が進んだ。本年度は、評価装置運転パラメータ、材料種、シール形状に関する評価に取り組み、Oリング破壊の影響因子を抽出することで、破壊に対する影響因子の抽出を図る。

<平成22年度>

- ① 前年までにゴムOリングの破壊に対する影響因子の抽出を実施し、感度の高い因子を絞り込むことができた。本年度は、抽出した破壊因子の影響最小化に向けた検討を進める。
- ② シール溝設計についての検討を推進し、高圧水素ガスによる膨潤を考慮したシール溝設計のための基礎データを収集する。
- ③ EPDMをベースポリマーとし、異なる充填剤を添加したモデルゴムコンパウンドを作成し、Oリングに成型することで実際の使用状態での高圧水素ガスの溶解・拡散挙動の充填剤による影響を測定する。
- ④ 減圧速度によるブリスタ破壊状態などシール耐久性能に関する基礎評価のため、ゴムOリングのブリスタ発生・成長挙動を可視化する。

<平成23年度>

前年度までにOリングおよびOリング溝の設計について、高圧ガス環境下におけるOリング平面固定溝設計の基礎データ収集が進捗し、設計指針を提示できる見込みとなった。ブリスタ破壊状態の可視化検討の結果から、ゴム内に溶解したガスが圧力の開放に伴い急激に拡散する様子が観察され、ブリスタ破損メカニズムの一部が検証された。

本年度からOリングの疲労耐久試験や実用配合によるゴム材評価など、実用化を念頭に置いた検

討を開始する。

- ① 平面固定溝設計の評価を継続し、設計指針を検討する。
- ② 水素充填用レセプタクルに代表される円筒固定タイプのシール(Oリング+バックアップリング)および装着部の設計指針提示を目的として、円筒固定シール評価法を検討し、各種条件による評価データを収集する。
- ③ 定期メンテナンス期間設定を目標として、Oリング寿命推定を進める。具体的には、繰り返し加減圧によるOリングの疲労耐久評価を実施しデータを収集する。
- ④ 高圧ガス下でOリングに生じる破壊現象を検証するため、各種条件下での可視化評価を行う。
- ⑤ 推奨する材料特性提示を目的として、EPDMゴムに異なる充填剤種や変量した実用配合にて、テストピースやOリングを作製し、高圧水素ガスにおける溶解・拡散挙動特性を評価する。

<平成24年度>

前年度までに得られた平面固定溝設計の基礎データに基づき、設計指針としてまとめる。水素充填用レセプタクルに代表される円筒固定シールについては、前年度に確立した評価法を用いて基礎データを収集し、シールおよび装着部の設計指針としてまとめる。

また、実用化を目指した疲労耐久試験や実用配合材の特性評価を進め推奨する材料特性を提示する。

- ① 平面固定溝設計の評価結果をまとめ、設計指針を提示する。
- ② 前年度に確立した円筒固定シール(Oリング+バックアップリング)評価手法により各種条件による評価データを収集する。これらの結果に基づき、シールおよび装着部の設計指針を提示する。
- ③ 定期メンテナンス期間設定を目標として実施した繰り返し加減圧によるOリングの疲労耐久評価結果をまとめ、Oリング寿命推定を行う。
- ④ EPDMゴムに異なる充填剤種や変量した実用配合にて、テストピースおよびOリングを作製し、高圧水素ガスにおける溶解・拡散挙動特性を評価することで、推奨する材料特性を提示する。

実施計画

研究実施項目	18年度	19年度	20年度	21年度	22年度	23年度	24年度
(1) 水素機器に使用される非金属材料(ゴム・樹脂)の強度評価		水素量測定 測定法開発	ブリスト発生メカニズムの解明 強度・劣化特性評価	水素のゴム材料特性への影響評価 樹脂材料の水素量評価	水素のゴム材料特性への影響解明 樹脂材料の強度・劣化特性評価	水素のゴム材料特性への影響評価 水素中における樹脂材料の劣化特性評価	水素のゴム材料特性への影響まとめ 樹脂材料の強度・劣化特性まとめ
(2) 水素機器に使用される非金属材料(ゴム・樹脂)の化学構造評価		測定法開発	水素侵入・放出メカニズムの解明	水素によるゴム材料の化学構造変化評価 ブリスト現象に対する充てん材の影響評価	水素のゴム材料構造への影響解明 充てん材の探索 水素による樹脂材料の化学構造変化評価	水素における化学劣化評価 各種ゴム材料、充てん材の評価	水素における化学劣化評価まとめ 各種ゴム材料、充てん材の評価まとめ
(4) 水素雰囲気下におけるゴム材料研究		リング評価法開発	環境条件とブリストの影響度把握 ゴム材料とブリストの影響度把握	リング破壊の影響因子抽出 リング破壊因子への対応策検討		リング円筒タイプ装着溝検討	リング材料装着溝の実用化提案

※ 「(3) 材料強度に及ぼす水素の影響に関する最新研究状況調査」は平成19年5月、11月及び平成20年9月、11月、平成21年4月、6月、12月、平成22年7月、8月、平成23年6月、9月、平成24年8月、9月に実施予定。

2.1.4 研究開発項目④「高圧水素トライボロジーの解明」実施内容

平成18年度～19年度では、以下の研究実施項目を設定し、技術動向調査、及び基礎試験による裏づけを通じて、高圧水素トライボシステム構築における課題を明確化することを目標とする。

平成20年度においては、19年度までに得た研究課題、体制、知見にもとづき、高圧水素トライボロジーに関する研究を本格化する。平成21年度においては、高圧水素中での試験方法を確立してデータ蓄積を行い、支配的因子抽出を進めて、新たに項目⑤を設置してデータベースの公表をめざす。平成22年度には高圧水素中のデータ取得を加速し、水素のかかわる過程のメカニズムを探求して、水素トライボロジーのデータベース(トライボアトラス)を充実させる。平成23年度は、民間企業等と連携してトライボアトラスをさらに充実させるとともに、メカニズム探求を進めて耐水素トライボ設計指針を検討する。平成24年度はさらにデータ取得を継続してトライボアトラスを完成するとともに、関連する過程の基本原則をまとめて耐水素トライボ設計指針を整理して、関係産業界に提供する。これらにより、水素中で作動する各種機械要素の信頼性・安全性向上と価格競争力強化に資する。また、さらなる技術開発へ向けての課題をまとめる。

- (1) 軸受・バルブ摺動材料の水素トライボロジー特性の調査研究(主に産業技術総合研究所側で実施)
 - (2) シール材料の水素トライボロジー特性の調査研究(主に九州大学側で実施)
 - (3) 耐水素表面のトライボロジー特性(耐水素表面改質)の調査研究(主に産業技術総合研究所側で実施(平成22年度まで))
 - (4) トライボシステム中の気体分子の挙動解析(主に長崎大学に再委託して実施(平成21年度まで))
 - (5) 水素トライボロジー信頼性評価(主に産業技術総合研究所側で実施)
- (1) 軸受・バルブ摺動材料の水素トライボロジー特性の調査研究(主に産業技術総合研究所側で実施)

燃料電池自動車及び水素インフラ機器などでの軸受、バルブ摺動材料にかかわるトライボロジー技術の動向調査を行い、課題の方向を検討する。また、各種軸受・バルブ摺動部、すなわち鉄系、非鉄合金、炭素系材料について、水素中滑り摩擦摩耗特性の基礎データを蓄積し、課題の裏づけを行う。具体的には高圧水素中に曝露した試験片を用いたこれら摩擦摩耗試験を、諸現象への水素の影響を正しく捉えるために、各種分析装置と摩擦試験装置をトランスファーベッセルで連結した実験システムを構築し、実施する(研究実施項目②と連携)。また、水素トライボロジー特性を裏付ける基礎物性として、表面ナノ力学特性の測定、表面の化学分析を行うほか、雰囲気気体分子の挙動の解析を行う。本研究実施項目に供する材料として、研究実施項目③における検討や、民間企業における開発状況を調査し新規材料を対象に加えていく。

平成20年度からは次年度に予定している40MPaでの実験に向けて、高圧水素中摩擦試験機を製作して圧力5MPaまでの摩擦実験技術を確立し、各種摺動材料の摩擦摩耗特性に及ぼす雰囲気圧力の影響を調査する。また、高圧水素中に曝露した試験片及び非曝露試験片の常圧気体中での試験、ならびに潤滑剤を用いた試験を続行してデータを蓄積するとともに、材料表面の力学的特性と化学的特性の変化、浸入水素量などの測定を行い、水素雰囲気における摩擦と表面損傷のメカニズムを検討する。特に、試験ガスの純度を正しく把握することに注力し、実用ガスに含まれる不純物の影響を明確にする。また研究実施項目②、③と連携して、トライボロジー特性に関するデータベース設計の検討を行う。

平成21～22年度においては、最大40MPaまでの高圧水素中の摩擦試験を実施するとともに、高圧水素中に曝露した試験片及び非曝露試験片の常圧水素中での摩擦試験を行う。ガス中の不純物の把握と制御につとめ、広い濃度範囲にわたる水分量の影響を明らかにする。上記試験と表面分析にもとづいて、トライボ諸現象の支配的因子を抽出し、さらに表面損傷と潤滑のメカニズムを探求する。

平成23～24年度においては、高圧水素中の摩擦試験と高圧水素中に曝露した試験片及び非曝露

試験片の常圧水素中での摩擦試験を実施して基礎特性データを蓄積し、高圧水素の影響、水素純度の影響、水素侵入と転がり疲れ防止機構などの基本原理をまとめる。

<平成18年度>

- ① 燃料電池自動車及び水素インフラ機器などでの軸受、バルブ摺動材料にかかわるトライボロジー技術の動向調査を行い、課題の方向を検討する(調査先は、国内については有力企業、海外については、平成18年11月、米国ボストンで開催の2006 MRS Fall Meetingおよびアルゴンヌ国立研究所、ドイツ・フランフォーファ研究所および連邦材料科学計測研究所(BAM)、研究実施項目②、③と共同で実施)。
- ② 水素の影響を正しく捉える実験を行う目的で、トランスファーベッセルを用いた実験システムを、研究実施項目②と連携して導入する(摩擦試験機、環境制御対応型走査分析電子顕微鏡、環境制御対応型X線光電子分光装置、研究実施項目②と共有)。
- ③ 軸受・バルブ摺動材料として、DLCコーティング材、コバルト系合金などの高圧水素中曝露材と非曝露材について、水素雰囲気、湿潤水素雰囲気、ほか参照気体雰囲気での滑り摩擦試験を行う(水素曝露用に45MPa水素ガス大型曝露容器を導入、研究実施項目②と共有)。
- ④ 各種軸受・バルブ摺動部材料について、現有装置を用いた常圧水素環境下での摩擦摩耗試験を行い、水素中での滑り摩擦摩耗特性について基礎データを蓄積する。

<平成19年度>

- ① 技術調査を続行し、下記試験・解析結果とあわせて、軸受・バルブ摺動材料のトライボロジーの課題を明確化する(調査先は、国内については有力企業、海外については、平成19年5月、米国フィラデルフィアで開催のSTLE Annual Meeting、平成19年9月、フランス・リヨンで開催のLEEDS-LYONトライボロジー国際会議、研究実施項目②、③と共同で実施)。
- ② トランスファーベッセルを用いた実験システム(摩擦試験環境ガス分析システム、表面分析システム用静電半球アナライザを導入)、及び現有装置を用いて、代表的な軸受・バルブ摺動材料の高圧水素中曝露材と非曝露材の滑り摩擦試験を続行して基礎データを蓄積する(なお、高圧水素曝露材の製作・保管用に45MPa水素ガス大型曝露容器(再掲)、水素曝露試験片低温保存庫を導入する)。また摩擦試験片の有機溶媒による連続バッチ洗浄を行うためにドラフトチャンバーを設置する。
- ③ 研究実施項目②と連携し、トランスファーベッセル対応型の摩擦試験機の発展型を追加導入して(回転摺動摩擦試験機を導入、研究実施項目②と共有)、水素侵入に関わる試験方法を検討する。さらに、高度にガス成分を制御可能な高度雰囲気制御摩擦試験機(2台)を新たに導入し、各種材料の微量ガス成分の影響を排除した環境下での摩擦摩耗挙動に関するスクリーニング評価を速やかに進め、効率的な研究進展を図る。また研究の結果、予想以上に摩擦試験時におけるチャンバー内の水分量がトライボロジー現象に与える影響が大きい可能性が新たに明らかになったため、摩擦試験雰囲気微量水分測定装置の導入により、水素環境下摩擦試験時のチャンバー内の水分量を精密に計測(ppmレベル)し、微量の水分が水素と材料のトライボロジーに及ぼす影響の評価に資する。
- ④ 摺動材料の表面層の微視的スケールでの変形・強度特性の変化と表面反応生成物を明らかにする。併せて摩擦試験機用荷重負荷装置を追加導入し、荷重変動が摩擦時の水素侵入と材料表面の変形に及ぼす作用を明らかにする。

<平成20年度>

- ① 研究実施項目②と連携して、代表的な軸受・バルブ摺動材料の摩擦摩耗特性に及ぼす雰囲気圧力の影響を調査するために、超高圧水素中摩擦試験機を製作して雰囲気圧力5MPaまでの摩擦実験技術を確立する。
- ② 平成19年度までに導入した実験システムを用いて、各種摺動材料の高圧水素中に曝露した試験片

及び非曝露試験片の常圧気体中での試験、ならびに潤滑剤を用いた試験を続行してデータを蓄積する。このため、45MPa水素ガス大型曝露容器を追加導入する。なお、これまでの実験結果から試験ガスの純度をより詳細に把握するために、摩擦試験環境超微量水分測定装置、摩擦試験環境微量水分測定装置、摩擦試験環境ガス分析システムを導入する。また、平成18年度に導入したトランスファーベッセル対応型摩擦試験機と平成19年度に導入した高度雰囲気制御摩擦試験機において、高度雰囲気制御のための高純度フィルター、及び露点計と酸素濃度計取り付けのための配管変更を実施する。

- ③ 上記高圧水素中摩擦試験、及び常圧気体中摩擦試験の試験片について、材料表面の力学的特性と化学的特性の分析、浸入水素量などの測定を行い、表面特性に及ぼす水素雰囲気の影響を評価し、摩擦と表面損傷のメカニズムについて検討する。これに伴って、摩擦試験片高気密移送容器、浸入水素量の測定のために摩擦面材料水素浸入量測定装置を導入する。また、水素環境トライボロジー試験対応型表面分析システムを産総研水素材料先端科学研究センターに移設する。
- ④ 上記実験と分析のデータにもとづき、研究実施項目②、③と連携して、摺動材料のトライボロジー特性のデータベース設計の検討を行う。
- ⑤ 燃料電池自動車及び水素インフラ機器などでの軸受、バルブ摺動材料にかかわるトライボロジー技術の動向調査を行い、研究課題の方向について確認・修正を行う(調査先は、国内については有力企業、海外については、平成20年5月、アメリカで開催のSTLE Annual Meeting、平成20年9月、イギリスで開催のLeeds-Lyon Symposium on Tribology、平成20年10月、アメリカで開催のSTLE/ASME International Joint Tribology Conferenceおよびアルゴンヌ国立研究所など。(研究実施項目②、③と共同で実施)。

<平成 21 年度>

- ① 研究実施項目②と連携し平成 20 年度に導入した超高压水素中摩擦試験機を用いて、圧力 40MPa までの摩擦実験技術を確認し、各種摺動材料の摩擦摩耗特性に及ぼす雰囲気圧力の影響を調査する。超高压試験における、安全性向上のために超高压水素中摩擦試験機の改造(防爆パネル設置、シーケンスプログラム)を行う。さらに超高压試験における、試験ガスの微量水分含有量の把握を可能とするために高感度露点計を、試験ガスの微量酸素含有量の把握を可能とするために高感度酸素濃度計を、高感度計測器による試験ガスの純度計測を可能にするために計測用減圧機構を導入する。
- ② 高圧水素中に曝露した試験片及び非曝露試験片の常圧気体中での試験を続行してデータを蓄積する。ガス中の水分量のより正確な把握のために摩擦試験環境超微量水分測定装置を導入する。また、前年度までに不可能であった超高純度水素ガス中での試験、湿潤ガス中での試験を行う。このため、高高度雰囲気制御摩擦試験機を導入する。また、既存の摩擦試験機、及び水素環境回転摩擦試験機における試験ガス純度制御の改善を目的として、それぞれ、摩擦試験機の改造(実験ガスフィルターシステム)と水素環境回転摩擦試験機の改造(実験ガスフィルターシステム)、摩擦試験環境微量水分測定装置の増備(超高压水素中摩擦試験機用、水素環境制御型プローブ顕微鏡用、高高度雰囲気制御摩擦試験機用、および九大既存のバルブ材料摩擦試験機用の計4台)を行う。
- ③ 上記高圧水素中摩擦試験、及び常圧気体中摩擦試験の試験片について、材料表面の力学的特性と化学的特性の変化、浸入水素量などの測定を行って、水素雰囲気における摩擦摩耗特性に及ぼす支配的因子を抽出する。
- ④ 産業界のニーズの高い軸受・バルブ摺動材料について、産業界と協力して試験、分析を行い、本事業の測定データの充実を図る。
- ⑤ 燃料電池自動車及び水素インフラ機器などでの軸受、バルブ摺動材料にかかわるトライボロジー技術の動向調査を行い、研究課題の方向について確認・修正を行う(調査先は、国内については有力

企業、海外については、平成21年6月、イタリアで開催のEcotrib、平成21年9月、フランスで開催のLeeds-Lyon Symposium on Tribologyなど、研究実施項目②、③と共同で実施)。

<平成 22 年度>

- ① 研究実施項目②と連携し超高压水素中摩擦試験機を用いて、各種摺動材料の摩擦摩耗特性に及ぼす雰囲気圧力の影響を調査しデータを蓄積する。
- ② 高压水素中に曝露した試験片及び非曝露試験片について、常圧気体中での摩擦試験を実施し、データを蓄積する。試験においては、滑り速度、荷重、雰囲気ガス、不純物濃度(数十%から ppm 以下)、温度の影響を調査する。
- ③ 材料表面の力学的特性と化学的特性の変化、侵入水素量などの測定を行い、水素雰囲気における摩擦と表面損傷及び潤滑のメカニズムを探求する。
- ④ 産業界のニーズの高い軸受・バルブ摺動材料について、産業界と協力して試験、分析を行い、本事業の測定データの充実を図る。
- ⑤ 燃料電池自動車及び水素インフラ機器などでの軸受、バルブ摺動材料にかかわるトライボロジー技術の動向調査を行い、研究課題の方向について確認・修正を行う(調査先は、国内については有力企業、海外については、平成22年4月、中国で開催のInternational Symposium on Fretting Fatigue 6、平成22年6月、スウェーデンで開催のNordTrib 2010、平成22年9月、イギリスで開催のLeeds-Lyon Symposium on Tribology、平成22年10月、アメリカで開催のSTLE/ASME International Joint Tribology Conference(IJTC2010)、平成22年12月、オーストラリアで開催のASIATRIBなど、研究実施項目②と共同で実施)。

<平成 23 年度>

- ① 産業界のニーズの高い各種摺動材料について、超高压水素中摩擦試験、高压水素中に曝露した試験片及び非曝露試験片の常圧水素中での摩擦試験を続行してデータを蓄積する。製品レベルでの実用化の問題点を産業界と連携して分析し、試験に反映させる。常圧中摩擦試験においては、2 m/s までの高滑り速度の摩擦試験を可能とするために、研究実施項目②と連携して平成 19 年度に導入した高度雰囲気制御摩擦試験機の駆動系を改造するとともに、試験雰囲気に残存する ppb オーダーの酸素量を計測するために高感度酸素濃度計を導入して、各種摺動材料の摩擦摩耗特性に及ぼす滑り速度の影響、及び雰囲気中の残存酸素量の影響を調査する。
- ② 平成 19 年度に導入した水素環境回転摩擦試験機に加熱機構を付加して 100℃までの温度での実験を可能とするとともに、駆動系を改造して滑り速度範囲を拡大して繰返し接触試験を実施し、転がり疲れ試験結果等とあわせて、繰返し接触下の固体内への水素侵入機構と表面損傷との関係を探求する。
- ③ ガス純度を高度に制御した試験、材料表面の力学的特性と化学的特性の測定、侵入水素量の測定などを行い、水素雰囲気における摩擦と表面損傷のメカニズムを探求する。
- ④ 燃料電池自動車及び水素インフラ機器などでの摺動材料にかかわるトライボロジー技術の動向調査と、本研究成果の有用性の確認するための調査を行う(調査先は、国内については有力企業、学会講演会、海外については、平成23年5月、アメリカで開催のSTLE Annual Meeting、平成23年8月、中国で開催の6th China International Symposium on Tribology、平成23年9月、フランスで開催のLeeds-Lyon Symposium on Tribology、平成23年10月、アメリカで開催のSTLE/ASME International Joint Tribology Conference(IJTC2011)など、研究実施項目②と共同で実施)。

<平成 24 年度>

- ① 各種摺動材料について、超高压水素中摩擦試験、高压水素中に曝露した試験片及び非曝露試験片の常圧水素中での摩擦試験を続行する。また製品レベルでの実用化の問題点を、企業から実際

に使用される部材等の試料の提供を受けて分析するなど産業界と連携して解析し、試験に反映させる。

- ② 繰返し接触試験、転がり疲れ試験を続行し、固体内への水素侵入と転がり疲れ防止機構を明らかにする。
- ③ ガス純度を高度に制御した試験、材料表面の力学的特性と化学的特性の測定、侵入水素量の測定などを行い、高圧水素、水素純度の影響などの基本原理をまとめる。
- ④ 本研究成果の有用性を確認するための調査を行い、さらなる技術開発へ向けての課題をまとめる。(調査先は、国内については有力企業、学会講演会、海外については、平成 24 年 5 月、アメリカで開催の STLE Annual Meeting、平成 24 年 9 月、イギリスで開催の Leeds-Lyon Symposium on Tribology、平成 24 年 10 月、アメリカで開催の STLE/ASME International Joint Tribology Conference(IJTC2012)など、研究実施項目②、⑤と共同で実施)。

(2) シール材料の水素トライボロジー特性の調査研究(主に九州大学側で実施)

(a)動的シール摺動材料の摩擦摩耗特性と(b)静的シールの密封特性を研究対象とする。

(a)では、水素機械システム内のコンプレッサー等に用いられるシール材料について、トライボロジー技術の動向調査を行い、課題の方向を検討する。またシール材料を常圧付近で使用される低圧環境用と40MPa以上の高圧下で使用される高圧環境用に区分し、以下の手法により水素環境が摩擦摩耗挙動に及ぼす影響を評価する。研究実施項目①と連携して、高圧水素中の曝露、トランスファーベッセルを用いた実験システムによる摺動試験を行う。摺動試験と並行して、環境制御型プローブ顕微鏡を用い、材料の表面特性および表層部近傍の機械的物性に及ぼす雰囲気水素の影響について評価する。

(b)では、静的シール材料の密封特性について、技術動向調査を行うとともに、固体接触部での接触状態、固体内の気体透過性、ならびに長期使用にともなう材料変質による影響についての検討を行って、耐水素静的シール材料に関する課題を明確化する。

平成 20 年度からは研究実施項目①と連携し、シール材料(主として PTFE に代表される樹脂材料とゴム材料)の曝露材、非曝露材の摩擦試験ならびに表面分析等を続行するとともに、超高圧水素中における摩擦試験を実施してデータを蓄積し、水素雰囲気におけるシール材料の摩擦・摩耗のメカニズムを検討する。また研究実施項目①、③と連携して、トライボロジー特性のデータベース設計の検討を行う。

平成 21～22 年度においては、最大 40MPa までの高圧水素中の摩擦試験を実施するとともに、高圧水素中に曝露した試験片及び非曝露試験片の常圧水素中での摩擦試験を行う。ガス中の不純物の把握と制御につとめ、水分量の影響を明らかにする。上記試験と表面分析にもとづいて、水素雰囲気でのシール材料の摩擦摩耗に及ぼす支配的因子を抽出し、さらに表面損傷と潤滑のメカニズムを探求する。

平成 23～24 年度においては、高圧水素中の摩擦試験と高圧水素中に曝露した試験片及び非曝露試験片の常圧水素中での摩擦試験を実施して基礎特性データを蓄積し、高圧水素と水素純度の影響、材料の組合せの影響、表面損傷とシール機能の関係などの基本原理をまとめる。

<平成18年度>

- ① 燃料電池自動車及び水素インフラ機器などでのシール材料にかかわるトライボロジー技術の動向調査を行い、課題の方向を検討する。
- ② 水素の影響を正しく捉える実験を行う目的で、トランスファーベッセルを用いた実験システムを、研究実施項目①と連携して構築する。
- ③ 低圧水素環境用シール材料について、常圧水素環境下における摺動試験を行い摩擦係数および比摩耗量のデータを蓄積し、水素雰囲気の影響を評価する。
- ④ 高圧水素環境用シール材料について、高圧水素曝露した後、摩擦係数および比摩耗量のデータを

計測し、材料内部に吸蔵された水素の影響を評価するためのシステムを研究実施項目①と連携して構築する。

- ⑤ 摺動面の表面特性に対する水素雰囲気の影響について、環境制御型プローブ顕微鏡による評価システムを構築する(環境制御型プローブ顕微鏡を導入、研究実施項目①と共有)。
- ⑥ 静的シール材料の水素密封性に関する課題を明確化する。

<平成19年度>

- ① 技術調査を続行し、下記試験結果とあわせて、シール材料のトライボロジーの課題を明確化する。(調査先は、国内については有力企業、海外については、平成19年10月、米国サンディエゴで開催のASME/STLE International Joint Tribology Conference、研究実施項目①、③と共同で実施)。
- ② 代表的な低圧水素環境用シール用樹脂材料について、常圧水素環境下における摺動試験を継続し、摩擦係数および比摩耗量のデータを蓄積する。
- ③ 研究実施項目①と連携しトランスファーベッセルを用いた実験システムの発展型を導入し、シール用樹脂材料の摩擦・摩耗に対する水素の影響を捉える実験手法を検討する。
- ④ 高圧水素環境用シール用樹脂材料およびその摩擦相手材について、高圧水素曝露後、水素環境下における摺動試験を行い、材料内部に吸蔵された水素の影響を評価する。
- ⑤ 研究実施項目①と連携し、前述の高度雰囲気制御摩擦試験機(2台)を用いて、摩擦摩耗挙動に関するスクリーニング評価を速やかに進め、効率的な研究進展を図る。
- ⑥ 環境制御型プローブ顕微鏡により、摺動面表層部近傍における表面特性に対する水素雰囲気の影響を評価する手法を検討する。
- ⑦ 静的シール材料について、高圧水素曝露後、水素密封性を評価する。

<平成20年度>

- ① 研究実施項目①と連携して、超高圧水素中摩擦試験機を製作して雰囲気圧力5MPaまでの摩擦実験技術を確立し、代表的なシールしゅう動材料の摩擦摩耗特性に及ぼす雰囲気圧力の影響を調査する。
- ② 平成19年度までに導入した実験システムを用いて、各種シール材料の高圧水素中に曝露した試験片及び非曝露試験片の常圧気体中での試験を続行してデータを蓄積する。また、別途導入した摩擦試験機において摩擦摩耗のデータを記録するために摩擦摩耗データ収録装置を導入し、同試験機において試験中の摩擦面の“その場観察”を行うために摩擦摩耗現象観察装置を導入する。また、研究実施項目①と連携して、産総研水素材料先端科学研究センターの水素環境試験設備を整備し、ピン・オン・ディスク摩擦試験機を移設する。さらに、平成17年度以前から保有しているボール・オン・ディスク摩擦試験機、微小振幅往復動摩擦試験機、往復動摩擦試験機の試験雰囲気制御能力を向上させるために、これらの試験機を改造する。また、産総研水素材料先端科学研究センターの水素環境試験設備を整備し、これらの試験機を移設する。
- ③ 上記高圧水素中摩擦試験、及び常圧気体中摩擦試験の試験片について、摺動面表層部近傍における表面分析と浸入水素量の測定を行って、表面特性に及ぼす水素雰囲気の影響を評価し、水素雰囲気における摩擦・摩耗のメカニズムを検討する。ここで、平成18年度に導入した水素環境制御型プローブ顕微鏡において、水素容器の温度制御を可能とするための改造を行う。
- ④ 上記実験と分析のデータにもとづき、研究実施項目①、③と連携して、シール材料のトライボロジー特性のデータベース設計の検討を行う。
- ⑤ 燃料電池自動車及び水素インフラ機器などでのシール材料にかかわるトライボロジー技術の動向調査を行い、研究課題の方向について確認・修正を行う(調査先は、国内については有力企業、海外については、平成20年9月、イギリスで開催のLeeds-Lyon Symposium on Tribology、平成20年10月、アメリカで開催のSTLE/ASME International Joint Tribology Conferenceおよびアルゴンヌ国立研究所など、研究実施項目①、③と共同で実施)。

<平成 21 年度>

- ① 研究実施項目①と連携し、平成 20 年度に導入した超高压水素中摩擦試験機を用いて、圧力 40MPa までの摩擦実験技術を確立し、シール材料(主としてPTFEに代表される樹脂材料とゴム材料)の摩擦摩耗特性に及ぼす雰囲気圧力の影響を調査する。
- ② 曝露材、非曝露材の摩擦試験ならびに表面分析等を続行し、超高压水素中における摩擦試験を実施してデータを蓄積し、水素雰囲気におけるシール材料の摩擦摩耗における支配的因子を抽出する。
- ③ 産業界のニーズの高いシール材料について、産業界と協力して試験、分析を行い、本事業の測定データの充実を図る。
- ④ 燃料電池自動車及び水素インフラ機器などでのシール材料にかかわるトライボロジー技術の動向調査を行い、研究課題の方向について確認・修正を行う(調査先は、国内については有力企業、海外については、平成21年10月、アメリカで開催のSTLE/ASME International Joint Tribology Conference(IJTC2009)など、研究実施項目①、③と共同で実施)。

<平成 22 年度>

- ① シール材料(主として樹脂材料とゴム材料)について、超高压水素中摩擦試験、高压水素中に曝露した試験片及び非曝露試験片の常圧水素中での摩擦試験を続行してデータを蓄積する。試験においては、滑り速度、荷重、雰囲気ガス、不純物濃度のほか、相手面材料の種類と表面粗さの影響を調査する。
- ② 材料表面の力学的特性と化学的特性にもとづいて、水素雰囲気におけるシール材料の摩擦と表面損傷及び潤滑のメカニズムを探求する。
- ③ 産業界のニーズの高いシール材料について、産業界と協力して試験、分析を行い、本事業の測定データの充実を図る。
- ④ 燃料電池自動車及び水素インフラ機器などでのシール材料にかかわるトライボロジー技術の動向調査を行い、研究課題の方向について確認・修正を行う(調査先は、国内については有力企業、海外については、平成22年10月、アメリカで開催のSTLE/ASME International Joint Tribology Conference(IJTC2010)、平成22年12月、オーストラリアで開催のASIATRIB2010など、研究実施項目①と共同で実施)。

<平成 23 年度>

- ① 産業界のニーズの高いシール材料(主として樹脂材料とゴム材料)について、超高压水素中摩擦試験、高压水素中に曝露した試験片及び非曝露試験片の常圧水素中での摩擦試験を続行してデータを蓄積する。産業界と協力してデータの充実を図るとともに、製品レベルでの実用化の問題点を産業界と連携して分析し、試験に反映させる。特に、シール材料と相手面材料の種類の影響を広く調査する。常圧水素中の摩擦試験については、2 m/s までの高滑り速度の摩擦試験を可能とするために、研究実施項目①と連携して平成 19 年度に導入した高度雰囲気制御型摩擦試験機の駆動系を改造するとともに、試験雰囲気に残留する ppb オーダーの酸素量を計測するために高感度酸素濃度計を導入して、シール材料の摩擦摩耗特性に及ぼす滑り速度の影響、および雰囲気中の残留酸素量の影響を調査する。
- ② 材料表面の表面分析を行い、水素雰囲気におけるシール材料の摩擦摩耗のメカニズムを探求する。
- ③ シール材料の表面損傷とシール機能の関係を調べ、解析モデルを検討する。
- ④ 燃料電池自動車及び水素インフラ機器などでのシール材料にかかわるトライボロジー技術の動向調査と、本研究成果の有用性を確認するための調査を行う(調査先は、国内については有力企業、学

会講演会、海外については、平成23年9月、フランスで開催のLeeds-Lyon Symposium on Tribology、平成23年10月、アメリカで開催のSTLE/ASME International Joint Tribology Conference(IJTC2011)など、研究実施項目①と共同で実施)。

<平成24年度>

- ① シール材料(主として樹脂材料とゴム材料)について、超高压水素中摩擦試験、高压水素中に曝露した試験片及び非曝露試験片の常压水素中での摩擦試験を続行し、また、企業から実際に使用される部材等の試料の提供を受けて分析するなど産業界と連携して解析し、データを蓄積する。
- ② 材料表面の表面分析を続行し、水素雰囲気におけるシール材料の摩擦摩耗特性に及ぼす高压水素、水素純度、材料の組合せの影響などについて基本原理をまとめる。
- ③ シール材料の表面損傷とシール機能との関係に関する基本原理をまとめ、シール材料の摩擦摩耗特性とシール機能との関係を総合的に整理する。
- ④ 本研究成果の有用性を確認するための調査を行い、さらなる技術開発へ向けての課題をまとめる。(調査先は、国内については有力企業、学会講演会、海外については、平成24年9月、イギリスで開催のLeeds-Lyon Symposium on Tribology、平成24年10月、アメリカで開催のSTLE/ASME International Joint Tribology Conference(IJTC2012)など、研究実施項目①、⑤と共同で実施)。

- (3) 耐水素表面のトライボロジー特性(耐水素表面改質)の調査研究(主に産業技術総合研究所側で実施)

本研究実施項目では、材料選択および新材料開発にフレキシビリティの高い表面改質法により、水素環境下での利用に最適なトライボマテリアルの探索を実施する。基本的な耐水素メカニズムは、必要以上の水素浸入を抑止することであり、各種バリア候補材料を表面にコーティングすることによって解決を図る。また、水素をトラップする元素もしくは格子欠陥をバリア中に組み込み、更なる耐性の向上を図る。まず、軸受・バルブ摺動材料ならびにシール材料に必要とされる性能を抽出し、これに合わせた材料系と表面改質技術について、金属系複合材料の場合には溶射法を用い、硬質薄膜の場合にはPVD、CVD法を用いることにより開発を進める。並行して、技術動向調査を行って、耐水素表面改質の課題を明確化する。

摺動環境下(動的状態)において水素透過を抑制するバリア層の形成を目的に、コーティング材料の摩擦・摩耗特性の温度と雰囲気による変化、摩擦試験前後の表面・界面変化を調査し、最適なバリア材料選択のための基礎データを蓄積する。また、コーティング法によるバリア層形成の研究を進め、バリアコーティング膜の密着性や信頼性を評価するためAE法によるin-situ計測の適用を図る。また研究実施項目①、②と連携して、トライボロジー特性のデータベース設計の検討を行う。

<平成18年度>

- ① 燃料電池自動車及び水素インフラ機器などでの表面改質にかかわるトライボロジー技術の動向調査を行う。
- ② 軸受・バルブ摺動材料ならびにシール材料に必要とされる性能を明確化する。
- ③ 粒界を増やしたステンレススチール、ボロンとアルミナをドーブしたシリコンカーバイド、アルミナ、チタンナイトライドなどについて、摩擦摩耗特性評価を行う。
- ④ バリア性能を、拡散係数 $D(D=D_0 \exp(-Q/RT))$ D_0 : 振動数項 [m^2/s] Q : 活性化エネルギー [kJ/mol] T : 温度 [K] R : 気体常数($=8.3143 \pm 0.0012 [J \cdot mol^{-1} K^{-1}]$)における D_0 で評価する。

<平成19年度>

- ① 技術調査を続行し、下記試験結果とあわせて、表面改質にかかわるトライボロジーの課題を明確化する(調査先は国内については有力企業、海外については平成19年9月、フランス・リヨンで開催予定

のLEEDS-LYONトライボロジー国際会議、研究実施項目①、②と共同で実施)。

- ② -100℃から100℃までの温度環境下において各種材料の摩擦特性評価を行うことにより、水素バリア性とトライボロジー特性との関係を明らかにする。18年度に製作した温度可変摩擦試験機に精度の高い摩擦係数計測機能を付与するための改造を行い、特に低温環境下における摩擦特性を高精度・系統的に測定し、水素雰囲気下における温度と摩擦の関係について考察を進める。また、バリア性能を向上させるための材料開発を継続し、 D_0 のオーダーを 10^{-8} オーダーに拡張することを目指す。(ニッケル、 γ 鉄、プラチナなど面心立方構造を有する金属における D_0 のオーダーは概ね 10^{-7})

<平成20年度>

- ① 前年度に改造した摩擦試験機において温度制御と摩擦力測定の高精度化するための改造を行い、これを用いて、各種コーティング材料について水素雰囲気での摩擦試験を-100℃から100℃までの温度環境下において実施し、摩擦・摩擦特性に及ぼす温度と雰囲気の影響を調べるとともに、摩擦試験前後の表面分析を行い、最適なバリア材料選択のための基礎データを蓄積する。これに伴い、コーティング材料作成のための水素バリアコーティング層形成装置及び、水素雰囲気中温度可変摩擦試験装置用計測システム、耐水素表面分析装置高真空システムを導入する。
- ② 薄膜の水素透過係数の測定技術を確立し、各種コーティング材料の水素バリア性能を評価する。
- ③ コーティング膜の密着性や信頼性を評価する手法としてAE法によるin-situ計測の適用を図るために、水素雰囲気における摩擦試験におけるAE計測の手法を確立する。
- ④ 上記実験と分析のデータにもとづき、研究実施項目①、②と連携して、トライボロジー特性のデータベース設計の検討を行う。
- ⑤ 燃料電池自動車及び水素インフラ機器などでのコーティング材料にかかわるトライボロジー技術の動向調査を行い、課題の方向について確認・修正を行う(調査先は、国内については有力企業、海外については、平成20年12月、シンガポールで開催の2nd International Conference on Advanced Tribology 2008 (iCAT 2008)、研究実施項目①、②と共同で実施)。

<平成21年度>

- ① 耐水素性・潤滑剤との組み合わせを念頭におき、各種コーティング膜の各種コーティング材料について水素雰囲気での摩擦試験を-100℃から100℃までの温度環境下において実施し、摩擦・摩擦特性に及ぼす温度と雰囲気の影響を調べるとともに、摩擦試験前後の表面分析を行う。雰囲気制御と摩擦・摩擦評価の高精度化のために、水素雰囲気摩擦試験機の改造を行う。
- ② コーティング膜の主にコーティング膜の基材との密着性からの剥離の原因となるコーティング膜の基材との密着性にもとづく信頼性評価、及びそれらの評価試験法の開発を行う。信頼性評価試験雰囲気制御のために水素排気装置を導入する。
- ③ 水素雰囲気での使用に適したトライボロジー特性を発現する機能性コーティング技術の開発方針を検討する。すなわち水素雰囲気において剥離することなく良好な摩擦摩擦特性を持続する、コーティング膜の作製条件を最適化するための水素バリアコーティング層成膜制御装置を導入する。
- ④ 燃料電池自動車及び水素インフラ機器などでのコーティング材料にかかわるトライボロジー技術の動向調査を行い、課題の方向について確認・修正を行う(調査先は、国内については有力企業、海外については、平成21年8月、ドイツで開催のTHERMEC' 2009、平成21年9月、フランスで開催のLeeds-Lyon Symposium on Tribologyなど、研究実施項目①、②と共同で実施)。

- (4) トライボシステム中の気体分子の挙動解析(主に長崎大学に再委託して実施)

本研究実施項目では、トライボシステムにおける気体分子の挙動を分子動力学解析を用いて解明する。

トライボシステム中の気体分子の拡散、吸着等の分子動力学解析を行う。平成 20 年度に水素挙動分子動力学計算システムを追加導入し、前年度開発した、潤滑油中の気体分子の MD シミュレーションプログラムコードによる解析を発展させるとともに、摺動表面の凝着力に及ぼす気体分子の影響を捉えるためのプログラムコードを作成する。

<平成 18 年度>

- ① 数値計算用ワークステーションを導入し、摩擦界面とその近傍での雰囲気気体分子の挙動の分子動力学解析を行う。

<平成 19 年度>

- ① 既存の計算システムに加えて、水素挙動分子動力学計算システムを導入し、トライボシステム中の気体分子の拡散、吸着等の分子動力学解析を行う。

<平成20年度>

- ① 前年度開発した、簡単な分子構造の潤滑油中における気体分子の拡散、吸着の MD シミュレーションプログラムコードによる解析を発展させるために、水素挙動分子動力学計算システムを1式追加導入し、実際に使用される潤滑油における気体分子の挙動を検討する。
- ② 摺動表面の凝着力に及ぼす気体分子の影響を捉えるための MD シミュレーションプログラムコードを作成し、固体の元素の違いによる凝着特性に及ぼす雰囲気気体の影響を検討する。
- ③ なお、秋頃行われるトライボロジー会議(名古屋)に出席し水素研究に関する情報収集を行う。

<平成 21 年度>

- ① トライボ表面の凝着、および凝着力に及ぼす気体分子の影響に関する分子動力学(MD)解析を行う。MD プログラムコードを開発するとともに、金属/樹脂などの組合せを想定したシミュレーションを実施し、実験データとの比較を行う。
- ② トライボ表面での水素の吸着と浸入に関する分子動力学シミュレーションプログラムコードを開発する。水素の吸着、浸入の MD シミュレーションプログラムを開発するために水素挙動分子動力学計算システムの改造を行う。
- ③ よりマクロに捉えたトライボ系のシミュレーションの方法を検討する。
- ④ トライボロジーのシミュレーション技術の調査を行い、本課題に資する。

- (5) 耐水素トライボロジー信頼性評価(主に産業技術総合研究所側で実施)

本研究実施項目では、上記項目①～④の結果を集約し、水素中トライボロジーのデータベース(トライボアトラス)として整理し、データベースにもとづく摩擦係数や摩耗量などの予測方法を検討する。

平成 23～24 年度においては、トライボアトラスのデータを蓄積するとともに、民間企業と連携してデータ活用方法を検討してアトラスの充実をはかる。また、耐水素トライボ設計指針を検討して提案する。

<平成 21 年度>

- ① サブテーマ①～④のデータを集約し、トライボアトラス(水素トライボロジーのデータベース)を作成する。このためトライボアトラスデータベースシステムを導入し、前年度検討した形式の改善を図る。
- ② 水素中で作動する軸受・バルブ・シールなどの要素の実部材の評価試験法を検討する。

<平成 22 年度>

- ① トライボアトラスの作成、形式の改善を行う。
- ② トライボアトラスのデータにもとづく、実部材のトライボロジー特性の予測方法を検討する。
- ③ 産業界にトライボアトラス試供版の試用・評価を依頼し、その結果にもとづいてトライボアトラスの改善を図る。

<平成 23 年度>

- ① トライボアトラスのデータを蓄積し、ユーザーインターフェイスの開発を行う。
- ② トライボアトラスの有用性を確認するための調査と成果発表を行う。また、トライボロジーのデータベース産業界にトライボアトラス試供版の試用・評価を依頼し、その結果にもとづいてトライボアトラスの改善を図る。(調査先は、国内の有力企業と学会講演会、研究実施項目①、②と共同で実施)
- ③ 本プロジェクトで得た知見にもとづき、耐水素トライボ設計指針の検討を行う。

<平成 24 年度>

- ① トライボアトラスのデータ蓄積と改善を行って完成させる。
- ② トライボアトラスの有用性を確認するための調査と成果発表を行って、さらなる技術開発へ向けての課題をまとめる。(調査先は、国内については有力企業、学会講演会など、海外については、平成 24 年 10 月、アメリカで開催の STLE/ASME International Joint Tribology Conference(IJTC2012)など、研究実施項目①、②と共同で実施)
- ③ 本プロジェクトの知見を総合し、耐水素トライボ設計指針を整理する。

実施場所

研究実施項目①、②、⑤については、主に産業技術総合研究所水素材料先端科学研究センター、九州大学水素エネルギー国際研究センター、九州大学大学院工学研究院機械工学部門において実施する。研究実施項目③については主に産業技術総合研究所先進製造プロセス研究部門(つくば市)において実施する。また、研究実施項目④は主に長崎大学において実施する。

実施計画

研究実施項目	18年度	19年度	20年度	21年度	22年度	23年度	24年度
(1)軸受・バルブ摺動材料の水素トライボロジー特性の調査研究		開発動向調査					
		← 非曝露材の摩擦摩耗データ取得					
		← トランスファーベッセルによる実験システムの構築					
		← 高圧水素中曝露材による摩擦摩耗特性データ取得					
		← 表面化学分析・ナノ表面特性の基礎データ取得					
			← 超高圧水素摩擦試験機の製作、実験			← 超高圧水素摩擦試験の実施	
			← 高圧水素中曝露材、非曝露剤の摩擦摩耗特性データ取得				
		← 表面特性と水素量の基礎データ取得		← 支配的因子抽出	← 機構探求		← 支配的因子の作用機構解明
			← データベース設計の検討				
	(2)シール材料の水素トライボロジー特性の調査研究			開発動向調査			
		← 低圧水素環境用シール材料の摩擦摩耗特性データ取得					
		← トランスファーベッセルによる実験システムの構築					
		← 高圧水素中曝露材による摩擦摩耗特性データ取得					
		← ナノ表面特性、材料物性の基礎データ取得					
← 静的シール材料試験法検討							
		← 静的シール材料の密封特性データ取得					
			← 超高圧水素摩擦試験機の製作、実験			← 超高圧水素摩擦試験の実施	
			← 高圧水素中曝露材、非曝露剤の摩擦摩耗特性データ取得				
		← 表面特性と水素量の基礎データ取得		← 支配的因子抽出	← 機構探求		← 支配的因子の作用機構解明
		← データベース設計の検討					
					← 表面損傷とシール機能の関係解明		

<p>(3)耐水素 表面改質 のトライボ ロジー特 性(耐水 素表面改 質)の調 査</p>	<p>← 開発動向調査</p>	<p>← 表面改質による水素環境用 摩擦摩耗特性とバリア性能の関係検討 D₀のオーダー10⁻⁸のバリア性能実現 コーティング材料の摩擦摩耗データ取得 コーティング材料の水素透過係数データ取得 AE法によるコーティング材の評価方法検討 データベース設計の検討 コーティング膜の信頼性評価法開発 機能性コーティング膜の開発方法検討</p>	<p>← トライボマテリアルの開発と ← トライボ特性データ蓄積</p>	<p>← 摩擦摩耗試験</p>			
<p>(4)トライボ システム 中の気体 分子の挙 動解析</p>	<p>← 気体分子の挙動シミュレーション</p>	<p>← 凝着力のMDシミュレーション ← 吸着、浸入のMDシミュレーション ← トライボ系のシミュレーション</p>					
<p>(5)耐水素 トライボロ ジー信頼 性評価</p>			<p>← トライボアトラス作成 ← 実部材の試験法検討</p>		<p>← 耐水素トライボ設計指針検討</p>		

2.2 研究開発の実施体制

本研究開発では、研究開発項目毎の達成目標を効率的に実現するために、NEDO が選定したプロジェクトリーダー（(独)産業技術総合研究所水素材料先端科学研究センター長 村上敬宜氏）の元に、別途 NEDO が公募によって選定した独立行政法人、大学等の研究機関により連携可能な研究開発実施体制を整備・設定した（平成 23 年度実施方針別紙：事業実施体制の全体図及び平成 24 年度実施方針別紙：平成 24 年度事業実施体制図参照）。本事業は情報共有、共通認識を目的に、プロジェクトリーダーの下に研究者を可能な限り結集して効果的な研究開発を実施する。

産業界におけるニーズを的確に把握し、研究成果を効率よく展開することを狙い、平成 22 年度上期に民間企業等実施者の公募を実施し、共同研究のメーカーとして岩谷産業（株）、（株）共和電業、日本合成化学工業（株）の 3 社を追加で採択した。

2.3. 研究開発の運営管理

研究開発全体の管理・執行に責任を有する NEDO は、経済産業省及び研究開発責任者や研究開発実施者と密接な関係を維持しつつ、プログラムの目的及び目標並びに本研究開発の目的及び目標に照らし適切な運営管理を実施する。

具体的には、「水素先端科学基礎研究事業に関する推進助言委員会」（別紙Ⅱ2.3-1 参照）を設置し、学識経験者や関連業界代表者等にて構成した外部有識者の意見を取り入れながら、運営管理に努めた（年 1 回程度開催）。平成 23 年度推進助言委員会での主な指摘と対応は以下の通り。

- (1) 指摘：材料評価データは軽々しくオープンにせず、戦略的に活用されるべき。適切な活用方法の検討が必要。
対応：・ 秘密保持を前提にデータ開示規程を整備し、データの流出防止対応を実施。
・ 提供先とは覚書を結んで運用（関係者間では研究成果を有効的に使う）。
成果：・ 外部への不適切な情報の流出を防止した。
・ 適正にデータを提供することで規制合理化を推進。
- (2) 指摘： -40°C プレクールへの対応を考えると -50°C までのデータ取得を検討すべき。
対応：高圧ガス保安法の要求する強制換気に起因する温度誤差を解決しつつ、 -50°C における材料データ取得見込み（～H24 年末）
成果：プレクール時の材料の安全が確保できる。

また研究開発の効率的な推進を図るために、随時、受託者から事業進捗について報告を受けるとともに、当該研究開発内の効率的な推進に留まらず、関連した他事業や関連産業界との「研究成果に関する情報交換や研究協力等」が可能な体制を図るために、連絡会を設置し、お互いの効率的な確認・摺り合わせを促進させた（適時。年複数回開催）。

研究開発成果の実用化、事業化に向けたマネジメントとして下記の通り取り組んでいる。

- (1) 技術開発が完了しても、実用化、事業化には現行の法規制等が支障となる場合がある。
そのため 2015 年の F C V、水素インフラの普及開始期に向け F C V、水素インフ

ラの規制見直し、国際標準化に資する、材料データ取得を実施中。

(2) 実証が終了した機器の材料調査を行い、その技術の確立に向けた課題抽出を実施。

(3) 成果の特許出願等を積極的に出願している。また、外部への成果のアピールのため、論文、プレス発表等を積極的に実施することも指導している。

●研究開発テーマ間の関係について

各研究開発項目で互いに連携し、成果を生み出せる体制で進めている。研究間の成果事例を以下に示す。尚、各研究は以下の通り省略表記する。

水素物性研究：水素物性と表記する

水素金属材料強度特性研究：金属材料強度と表記する

水素高分子材料研究：高分子と表記する

水素トライボロジー研究：トライボロジーと表記する

<研究項目間の連携事例>

金属材料強度⇔水素物性：車載水素容器のき裂発生時における圧力解析（水素漏洩速度予測に貢献）

高分子⇔水素物性：ゴム材料化学構造評価（分子設計指針策定に貢献）

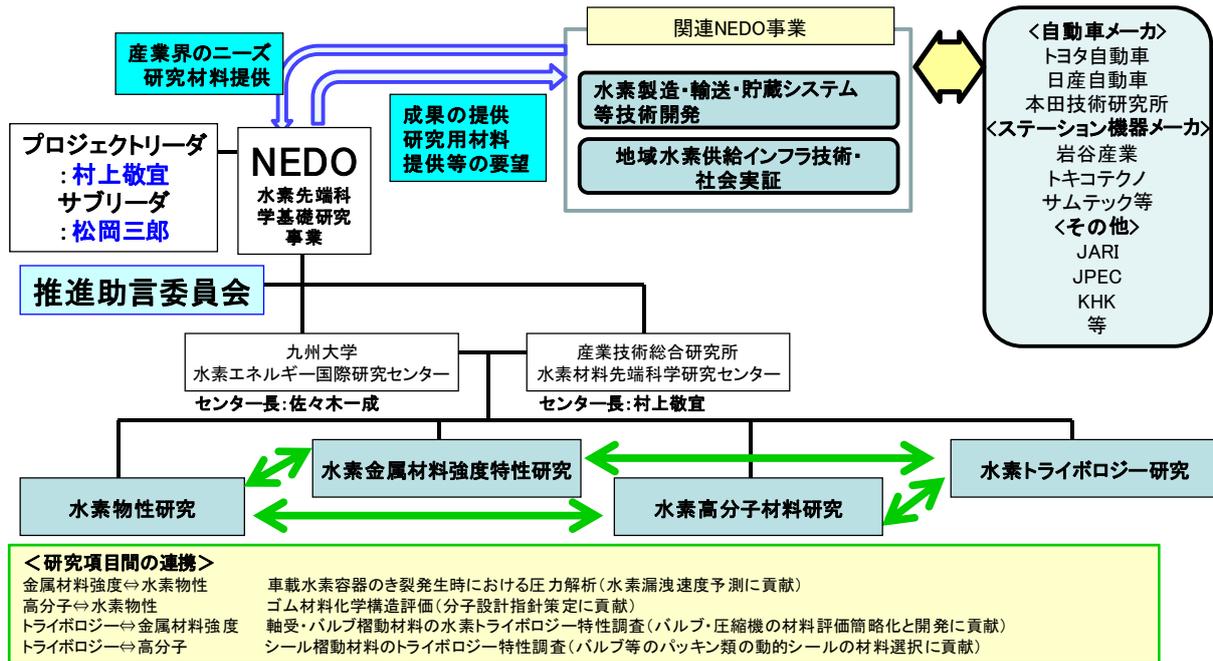
トライボロジー⇔金属材料強度：軸受・バルブ摺動材料の水素トライボロジー特性調査（バルブ・圧縮機の材料評価簡略化と開発に貢献）

トライボロジー⇔高分子：シール摺動材料のトライボロジー特性調査（バルブ等のパッキン類の動的シールの材料選択に貢献）

●NEDO 内の関連事業の連携体制について

基礎基盤研究である「水素先端科学基盤研究事業」は、来るべき水素エネルギー普及のための水素供給インフラ市場立上げ（平成27年／2015年頃を想定）に向け、「水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発」（平成20年度～24年度）における低コストかつ耐久性に優れた機器及びシステムの技術開発等における材料評価ニーズを受けて、評価データの提供等を行って課題解決につなげる連携を計っている（鋼種拡大等）。また「水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発」の成果を技術実証である「地域水素供給インフラ技術・社会実証」にて実証を行い、商用ステーションの総合実証を行い、投資判断、課題抽出・対策、工期短縮（スムーズな立ち上げ）に成果を活用している。

【研究開発の運営管理（研究間連携及びNEDO関連事業の連携）】



3. 情勢変化への対応

本事業開始後、平成 22 年 3 月、燃料電池実用化推進協議会（FCCJ）が「2015 年、一般ユーザーへの普及開始を目指す」とする『FCV と水素ステーションの普及に向けたシナリオ』を発表し、平成 23 年 1 月、自動車メーカー及び水素供給事業者 13 社が FCV の国内市場導入に向けて共同で取り組むことに合意し、共同声明を公表。声明においては、2015 年に自動車会社が FCV 量産車を販売すること、エネルギー事業者が 4 大都市圏を中心として FCV 量産車の販売台数の見通しに応じて必要な規模（100 箇所程度）の水素ステーションを先行的に整備することを目指すことが示された。

このような情勢変化に対して下記の通り対応している。

(1) 鋼種拡大に係る規制の再点検に対する対応

平成 22 年 6 月に閣議決定された「規制・制度改革に係る対処方針（グリーンイノベーション分野）」を受け、平成 22 年末に水素ステーションの鋼種拡大に係る規制の再点検及びその結果を踏まえた対応について今後の具体的な工程表が作成され、「例示基準に記載された使用可能鋼材の拡大」が項目の一つに位置付けられた。

それを受け、「水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発事業」と連係して、鋼種拡大に資するデータ・安全性のデータ取りを加速して実施。その結果工程表の進捗に大いに貢献した。平成 24 年度末に技術基準（案）完成見込み。

(2) 水素ステーション 100 箇所の先行整備に向けた対応

平成 23 年 1 月、2015 年の FCV 普及開始に先駆け、100 箇所程度の商用水素ステーション設置・実証を行う共同声明が発表された。

それを受け、鋼種拡大にかかる規制合理化のためのデータの取得を加速して実施すると共に、基準化対象外の材料についても高圧ガス保安法の特認を取得するために材料データ

を取得。その結果、2015年の商用水素ステーションの目標コスト達成に資する低コスト水素ステーション実証が可能となる見込み。

4. 中間評価結果への対応

NEDO は、技術的及び政策的観点から、研究開発の意義、目標達成度、成果の技術的意義ならびに将来の産業への波及効果等について、外部有識者による中間評価を平成20年度、平成22年度に実施し、同評価結果や評価時のコメント等を平成20年度及び22年度以降の本事業の推進・研究開発に反映させた。

4.1 平成22年度中間評価報告時の主な指摘事項及び対応

(1) 指摘：水素の基礎的成果は出ているが、実用化に近づいているか不明

対応：・鋼種拡大の成果を70MPaプレクール対応に反映するため、岩谷産業を実施者に加え、体制を強化した。また、正しく測定できる歪みゲージを開発するために、共和電業を加え、体制の強化を行った。

・2015年の商用水素ステーション整備のために特に緊急性の高い鋼種拡大に資する金属材料の評価を大幅に強化。

成果：成果が水素ステーションの建設許可に活かされ、2015年に向けた実証研究につながった。

(2) 指摘：NEDOの他の水素関連事業と一体感をもって実施することが必要。

対応①：「水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発」との連携強化

成果①：・規制合理化、国際標準化に資する材料データを特定し、取得。

・水素充填ホース亀裂対策について、日本合成化学を共同研究者に追加し、連携して「耐水素性を有する水素バリア樹脂」のデータを提供。

それにより水素充填ホース実用化（亀裂対策）に向けた課題検証（水素溶解量低減／異物対策）完了見込み。

・トキコテクノでの試験、解析により弾性特性の感度の高い因子を把握。

それにより緊急離脱カップリングのOリングの水素漏洩対策の指針を得た。

対応②：「地域水素供給インフラ技術・社会実証」との連携強化

成果②：・水素ステーションにおいて長期間使用した70MPa関連部品の材料を調査することにより残存寿命が判った。

・低コスト鋼材の水素中の強度データをHySUTに提供することで、HySUTはそのデータを水素ステーションの特認取得に役立てた。

それにより、水素ステーションの使用材料の耐久性が実証された。

4.2 平成22年度中間評価報告時の指摘事項および対応（詳細）

(1) 総合評価

エネルギー資源を殆ど持たない日本にとって、付加価値の高い独自のエネルギー技術および関連技術を開発することは不可欠である。本プロジェクトは、エネルギーイノ

バージョンプログラム達成を目的として、今後の水素社会における機器の安全性確保に資する重要な知見・技術基盤を開発し、我国の水素社会実現に至る基礎的な技術力を高めるもので、国家的・世界的エネルギー戦略にとって、重要な事業である。民間では実施が困難なこのような公共性の高い基礎基盤研究を実施することはNEDO事業として意義がある。プロジェクトリーダーの下、九州大学および産業技術総合研究所が中心となって、全体のプロジェクトをコントロールする研究体制が整っている。水素基盤社会に重要な基礎と実用分野を見据えた研究成果を挙げており、中間目標は概ね達成している。最終目標に対しても現時点で達成するための素地があり、達成までの具体的な筋道が示されている。一方、水素の周辺材料となる部分の基礎研究成果は出ているが、成果が実用的なレベルへと近づいているかどうか明確には視えない。そして、個別に細分化されたテーマの成果が実用化にどのように結びついていくのか、その道筋があいまいである等の問題点がある。また、研究開発テーマ間の連携が必ずしも明確でない。実用化の観点から各テーマの必要性、関連性を整理し、テーマ間の連携関係をより明確にすることが必要である。今後、成果をもっと広く公開し、より広い分野の研究者、専門家から批評を受ける必要もある。

【対処方針】

主に自動車業界および水素インフラ業界と水素機器の材料に係る規制見直し・標準化の課題を共有化し、2015年までに水素関連機器の鋼種拡大が可能となるデータ取得・提供の計画を作成する。また、テーマ毎に実用化が期待される成果および提供先、日程をリスト化して、産業界と共有する。更に、コミットするテーマ毎に役割を明確化する。(鋼種拡大の成果を70MPaプレクール対応に反映するため、岩谷産業を実施者に加え、体制を強化した。また、正しく測定できる歪みゲージを開発するために、共和電業を加え、体制の強化を行った。2015年の商用水素ステーション整備のために特に緊急性の高い鋼種拡大に資する金属材料の評価を大幅に強化した。)

国内外の学会等での成果の積極的な公表とその評価の反映については、金属学会等材料学会での研究発表を促進し、材料開発研究者との共同研究を検討する。

(2) 今後に対する提言

今後、産業界全体の効率的な技術開発にどう繋がるかというアウトカムの視点をより具体的に明確にすることが、本事業の成功の鍵となると考える。その時、NEDOの他の水素関連事業との連携と情報交換を密接にして、水素社会実現における問題点、重要なポイントを洗い出し、事業の目標を再検討すべきである。その際、さらなるテーマ間の連携によるシナジー効果が発揮されることを望む。また、水素ガス環境下における機器の信頼性確保に資する具体的、かつ損傷機構などのメカニズムに基づいた根拠のある提言や設計時の基本的な考え方を取り纏め、現在の規制や規格の問題点を明確にして、国際規格制定をリードするように研究・開発を実施することが望まれる。一方、国内外の権威ある学会で研究成果を積極的にアピールすべきである。このこと

は、情報を集める意味においても効果がある。また、NEDO プロジェクトは効果的に機能する産学官連携モデルとして世界から注目されているので、広報においても日本語のみならず、英文による活動報告をもっと行うべきである。

また、実施者は意識して、国際協調と国際競争の二面性という戦略を理解し、プロジェクトを推進していただきたい。NEDO は、知財とノウハウの管理、その後の利用方法について十分に準備をすべきである。

多額の投資が行われた本プロジェクトの施設は、プロジェクト終了後も、国内の水素関係の共同研究センターとして、人材育成も含めて機能させるように国やNEDO は計画し、実施すべきである。

【対処方針】

事業全体での一体感のあるアウトカムの明確化として、NEDO 水素関連事業における PL 会議を実施し、効率的な開発に向けた事業・テーマの整理を実施する。また、既に物性データベースを展開した NEDO 水素事業関係者(主に水素機器メーカー)にデータ活用状況を調査し、具体的ニーズに基づいた基本計画の見直しを実施する。その際、テーマ間の連携関係の明確化も行う。また、規制見直し・国際標準化に関連するテーマを推進する。更に、国内外の学会等での成果の積極的な公表とその評価の反映のため、金属学会等材料学会での研究発表を促進し、材料開発研究者との共同研究を検討する。また、大学の中に研究拠点を設けるという従来に例の無い研究体制の改善も本プロジェクトの重要な一面であり、現在は産総研に大きく依存している研究推進管理や企画広報の機能を九州大学において担えるよう、九大側の管理機能充実を図る必要がある。

(3) 事業の位置付け・必要性

本プロジェクトは、エネルギーイノベーションプログラム達成を目的として、今後の水素社会における機器の安全性確保に資する重要な知見・技術基盤を開発し、我国の水素社会実現に至る基礎的な技術力を高めるもので、国家的・世界的エネルギー戦略にとって、重要な事業である。民間では実施が困難なこのような公共性の高い基礎基盤研究を実施することは NEDO 事業として意義がある。さらには、その成果を安全に使用できる水素高圧貯蔵容器を製造するなど実用化、商品化へ生かせることから、本プロジェクトの意義は大きい。なお、本プロジェクトの位置づけを、エネルギーイノベーションプログラムの 5 つ柱のすべてに寄与しうる重要なテーマであると認知されるように関係各所への働きかけが必要である。一方、今後、産業界全体の効率的な技術開発にどう繋がるかというアウトカムの視点をより具体的に明確にすることが、事業の成功の鍵となると考える。その時、NEDO の他の水素関連事業との連携関係も整理して、事業全体として一体感を持って実施することが肝要である。また、物性研究は水素を扱う技術上必要であるが、外に出せるデータと、出せないデータがあるということであり、公開できないデータの管理、必要時の利用方法など、国民に明確にすべきである。

国際競争の中で、その成果を国際標準とする努力を望みたい。さらに海外動向を知る上でも、著名な国際集会には積極的に出て行くべきである。

【対処方針】

事業全体として一体感のあるアウトカムの明確化のために、NEDO 水素関連事業における PL 会議を実施し、効率的な開発に向けた事業・テーマの整理を実施する。（「水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発」との連携強化として、①規制合理化、国際標準化に資する材料データを特定し、取得。②水素充填ホース亀裂対策について、日本合成化学を共同研究者に追加し、連携して「耐水素性を有する水素バリア樹脂」のデータを提供。③トキコテクノでの試験、解析により弾性特性の感度の高い因子を把握。「地域水素供給インフラ技術・社会実証」との連携強化として、①水素ステーションにおいて長期間使用した 70MPa 関連部品の材料を調査することにより残存寿命が判った。②低コスト鋼材の水素中の強度データを HySUT に提供することで、HySUT はそのデータを水素ステーションの特認取得に役立てた。）また、当面データベースの公開は、NEDO 水素事業関係者に限定する。一方で、データベースを活用した機器開発をサポートし、ニーズに応じて適宜改良を実施する。更に、国内外の学会等での成果の積極的な公表とその評価の反映していく。

(4) 研究開発マネジメント

高压水素条件下の信頼性を確保して新たな機器開発を行う上で、最も重要な水素脆化による損傷が懸念される金属材料や高分子材料の材料強度特性やその機構、ならびにトライボロジー特性、さらに高压水素物性など、水素社会における技術基盤のうちの焦眉の急となる課題に限定して実施しており、研究課題の設定は妥当である。研究開発のチーム構成にやや分野の偏りが見られるものの、個々の基礎研究力・開発力・技術力も高く、おおむね妥当である。プロジェクトリーダーの下、九州大学および産業技術総合研究所が中心となって、全体のプロジェクトをコントロールする研究体制も整っている。一方、大きな目標を実現するために研究テーマが細分化されていき、細分化された中だけで研究が進められて全体感が見えにくくなっている傾向が見受けられる。また、研究開発テーマ間の連携が必ずしも明確でない。実用化の観点から各テーマの必要性、関連性を整理し、テーマ間の連携関係をより明確にすることが必要。さらには、本プロジェクトの中心となる鉄鋼材料の脆性破壊に関しては、脆性破壊を専門とする研究者が集まり、集中した議論ができる国内の学会、例えば日本金属学会、日本鉄鋼協会、国際集会等で成果を発表すべきである。徹底討論などを行い、研究体制を見直し、門戸を広げる手法もありうる選択である。多額な公的資金を投入した成果をもっと広報的にもさらすという義務的な視点からも重要である。

【対処方針】

各テーマが実用化に結びつく道筋の提示・明確化のために、テーマ毎に実用化が期待

される成果および提供先、日程をリスト化して、産業界と共有する。また、テーマ間の連携関係の明確化するために、コミットするテーマ毎に役割を明確化する。更に、国内外の学会等での成果の積極的な公表を行い、その評価を反映する。

(5) 研究開発成果

個々の研究テーマも、また全体としても概ね中間目標を達成している。特に、高圧水素物性や脆化現象と強度に関する基礎研究は着実に成果が出ている。成果は論文、特許、データベース、研究会やフォーラムの形でそれぞれ適切に公開されており、貴重なデータが提供されている。また、最終目標に対しても現時点で達成するための素地があり、達成までの具体的な筋道が示されている。但し、水素物性の成果の重要性はわかるが、本プロジェクトでの役割が具体的、明確に視えない。また、高分子、トライボロジーの研究チームの成果が弱い。今後、インパクトのある成果を期待したい。さらに、細分化されたテーマにおける成果が統合されてどのように水素社会実現に活用されていくのか、外部からも見えるようにすべきである。特に、チーム間で連携して初めて可能となった成果が具体的に何であるのかがほとんど見えてこない。情報発信という面から言えば、脆化現象、トライボロジーなど、異分野の研究者の意見交換、共同研究も参考にすべきであり、その成果発表を広げて行く必要がある。また、データ公開、知財の取り扱い等、成果の戦略的利用の考え方を、NEDO 事業として取り決めることが重要である。

【対処方針】

水素物性の本PJにおける役割の明確化。既に物性データベースを展開したNEDO水素事業関係者(主に水素機器メーカー)にデータ活用状況を調査し、具体的ニーズに基づいた基本計画の見直しを実施する。また、高分子チームについては、これまでの研究成果を具体的課題解決(①高圧水素用Oリング開発、②高圧水素用樹脂ガスバリアー材開発、③70MPaプレクーラーに用いる耐高圧水素、耐低温用Oリング開発)に提供する見込み。トライボロジーチームについては具体的課題が明らかでないため、実証事業の回収品調査等を通じて水素ステーション等におけるトライボロジーの課題探索を実施する。また、各テーマが実用化に結びつく道筋の提示・明確化とテーマ間の連携関係も明確化する。更に、異なる研究分野への成果発表・意見交換の推進を行う。

データベースの公開は、当面従来通りNEDO水素事業関係者に限定する。一方で、データベースを活用した機器開発をサポートし、ニーズに応じて適宜改良を実施する。

(6) 実用化・事業化の見通し

水素基盤社会に必要な水素の貯蔵、輸送用の高圧タンク材料の研究開発の方向性は、燃料電池自動車のみならず、他の水素利用インフラに向けても、出口イメージは妥当であり、高圧水素ガス条件下の貴重な材料強度データベースの提供や水素関連の各種

根本メカニズムの提示が具体的な出口イメージとして設定されている。また、国際標準化のイニシアチブを取るために国際的な取り組みも高く評価でき、その見通しもある程度明確になっている。また、人材育成を通してプロジェクトの波及効果を上げようとしている点も評価できる。但し、水素の周辺材料となる部分の基礎研究成果は出ているが、成果が実用的なレベルへと近づいているかどうか視えない。また、個別に細分化されたテーマの成果が実用化にどのように結びついていくのか、その道筋があいまいである。従って、得られた結果を基にして、「これからどうするのか」という具体的な解決策を設定すべきである。実用化への貢献を強固にするためには、日本国内外の企業の交流を進めながら、産業界ニーズを取り込んだ明確な出口イメージが必要である。明確な出口イメージを基に、各研究テーマとその成果の位置づけを再確認し、また情勢変化に対応して調整しつつ、開発を進めるべきである。

【対処方針】

各成果の実用化に向けた進捗度の明確化のために、主に自動車業界および水素インフラ業界と水素機器の材料に係る規制見直し・標準化の課題を共有化し、2015年までに水素関連機器の鋼種拡大が可能となるデータ取得・提供の計画を作成する。また、各テーマが実用化に結びつく道筋の提示・明確化のために、テーマ毎に実用化が期待される成果および提供先、日程をリスト化して、産業界と共有する。

5. 評価に関する事項

本事業に対し、技術的及び政策的観点から、研究開発の意義、目標、成果の技術的意義ならびに将来の産業への波及効果等について評価を行うと共に、各研究開発項目毎に、進捗及び成果達成状況、実用化の見通し等の中間評価を行い、研究開発計画・実用化見通しに反映した。

別紙Ⅱ 2.3-1 推進助言委員

平成 18 年度 水素先端科学基礎研究事業 推進助言委員会 委員名簿

開催日時: 平成 19 年 3 月 8 日(木) 13:30~17:00

開催場所: 川崎日航ホテル11階 橘

氏名		所属・役職
委員長	吉川 暢宏	東京大学 生産科学研究所 教授
委員	栗飯原 周二	東京大学大学院 教授
"	石丸 裕	住友ケミカルエンジニアリング(株)社長
"	尾上 清明	新日本石油(株)
"	河津 成之	(社)日本自動車工業会 燃料電池自動車分科会長
"	工藤 赳夫	兵庫県立大学大学院 工学研究科 客員教授
"	竹花 立美	高圧ガス保安協会 機器検査事業部 審議役
"	八木 晃一	(独)物質・材料研究機構

平成 19 年度 水素先端科学基礎研究事業 推進助言委員会 委員名簿

日時:平成20年3月26日(月) 13:30~17:15

場所:九州大学 伊都キャンパス ウエスト4号館 914会議室

氏名		所属・役職
委員長	吉川 暢宏	東京大学 生産科学研究所 教授
委員	南雲 道彦	早稲田大学 名誉教授
"	栗飯原 周二	東京大学大学院 教授
"	工藤 赳夫	兵庫県立大学大学院 工学研究科 客員教授
"	河津 成之	(社)日本自動車工業会 燃料電池自動車分科会長
"	尾上 清明	(株)ENEOS セルテック 常務取締役
"	竹花 立美	高圧ガス保安協会 機器検査事業部 審議役

平成 20 年度 水素先端科学基礎研究事業 推進助言委員会 委員名簿

日時:平成21年6月15日(月) 13:30~17:15

場所:九州大学 伊都キャンパス ウエスト4号館 914会議室

氏名		所属・役職
委員長	吉川 暢宏	東京大学 生産科学研究所 教授
委員	南雲 道彦	早稲田大学 名誉教授
"	石丸 裕	住友ケミカルエンジニアリング株式会社 社長
"	河津 成之	(社)日本自動車工業会 燃料電池自動車分科会長
"	竹花 立美	高圧ガス保安協会 機器検査事業部 審議役

平成 23 年度 水素先端科学基礎研究事業 推進助言委員会 委員名簿

日 時:平成23年6月15日(月) 13:30~17:00

場 所:NEDO 別館ラウンドクロス 第2、第3会議室

氏 名		所属・役職
委員長	吉川 暢宏	国立大学法人東京大学生産技術研究所 教授
委員	飯田 重樹	石油連盟
"	池田 哲史	水素供給・利用技術研究組合 技術本部 副本部長
"	河津 成之	日本自動車工業会 燃料電池自動車分科会 分科会長
"	里見 知英	燃料電池実用化推進協議会 企画第2部 部長
"	竹花 立美	高圧ガス保安協会 機器検査事業部 兼 高圧ガス保安研究室 審議役 兼 室長
"	田畑 健	社団法人 日本ガス協会 技術開発部 部長
"	南雲 道彦	早稲田大学 名誉教授
"	日比 政昭	新日本製鐵株式会社 技術開発本部 技術開発企画部 部長