（添付-1）
各研究開発項目の詳細

研究成果詳細目次

研究開発項目Ⅰ：燃料電池自動車及び水素供給インフラの国内規制適正化、国際基準調和・国際標準化に関する研究開発

Ⅰ-1　水素ステーションの設置・運用等における規制の適正化に関する研究開発 1
Ⅰ-2　水素ステーション用金属材料の鋼種拡大に関する研究開発 27
Ⅰ-3　燃料電池自動車及び水素ステーション関連機器向け使用可能鋼材の拡大に関する研究開発 ... 49
Ⅰ-4　複合圧力容器蓄圧器の基準整備等に関する研究開発 85
Ⅰ-5　自動車用圧縮水素容器の基準整備・国際基準調和に関する研究開発 112
Ⅰ-6　水素ステーション用複合容器の供用中検査手法の研究開発 139
Ⅰ-7　水素ステーションにおける水素ガス品質管理方法の国際標準化に関する研究開発 161
Ⅰ-8　燃料電池自動車への水素充填時における過充填防止のための措置に係る技術基準の見直し等に関する研究開発 184
Ⅰ-9　燃料電池自動車の水素安全基準等の国際調和に関する研究開発 218
Ⅰ-10　水素ステーション等機器の国際標準化動向に関する検討 240
Ⅰ-11　水素スタンドの緊急時対応ガイドラインの整備に関する検討 256

研究開発項目Ⅱ：燃料電池自動車及び水素ステーション用低コスト機器・システム等に関する研究開発

Ⅱ-1　樹脂製ライナー低コスト複合容器蓄圧器の開発 272
Ⅱ-2　樹脂製ライナー低コスト複合容器蓄圧器の開発 289
Ⅱ-3　タイプ２複合容器蓄圧器の研究開発 311
Ⅱ-4　タイプ２複合容器蓄圧器の研究開発 333
Ⅱ-5　水素ステーションの高圧水素用ホースとシールシステムに関する研究開発 342
Ⅱ-6　高圧水素機器用ホース等システム部材の研究開発 382
Ⅱ-7　多給糸フィラメントワインディングによる複合容器の設計高度化に関する研究開発 390
Ⅱ-8　オンサイト型水素ステーション用低価格水素製造装置の開発 403
Ⅱ-9　複合型高圧水素圧縮機の研究開発 424
Ⅱ-10　燃料電池自動車用水素貯蔵材料に関する研究開発 434
Ⅱ-11　水素ステーションにおける水素計量管理方法に関する研究開発 469
Ⅱ-12　有機ケミカルハイドライド法脱水素設備の水素ステーション用小型化・低コスト化 489
Ⅱ-13　低コスト・プレクーラーの研究開発 500
Ⅱ-14　アルミ製ライナー低コスト複合容器蓄圧器の開発 525
Ⅱ-15　スチール製ライナー低コスト複合容器蓄圧器の開発 539
Ⅱ-16　樹脂製ライナーの低コスト複合容器蓄圧器の開発 556

研究開発項目Ⅲ：水素ステーション安全基盤整備に関する研究開発

Ⅲ-1　水素ステーション高度安全・安心技術開発 573
Ⅲ-2　高圧水素ガス用高窒素高強度ステンレス鋼配管の溶接継手に関する研究開発 597
Ⅲ-3　水素ステーションにおける雷被害対応技術の研究開発 625
Ⅲ-4　水晶振動子を利用した信頼性向上が期待できる水素センサの研究開発 635
Ⅲ-5　光学式水素ガスセンサおよび水素ガスリークディテクタの研究開発 657
Ⅲ-6　水素火炎可視化機能を有する監視システムの研究開発 683

Ⅲ-7　電気化学式水素ポンプに係る研究開発 708
Ⅲ-8　水素社会構築に向けた社会受容性調査 728
Ⅲ-9　実環境下における安全運用技術の研究開発 743
Ⅲ-10　四大都市圏から全国普及に向けた水素ネットワークの技術課題に関する検討 752

研究開発項目Ⅳ：CO2 フリー水素及び国際機関等に係る政策・市場・研究開発動向に関する調査研究
Ⅳ-1　海外の政策・市場・研究開発動向に関する調査研究 766
Ⅳ-2　有機ハイドライドを用いたロシアからの CO2 フリー水素導入に関する調査研究 781

(I-1)「水素利用技術研究開発事業／燃料電池自動車及び水素供給インフラの国内規制適正化、国際基準調和・国際標準化に関する研究開発／水素ステーションの設置・運用等における規制の適正化に関する研究開発」

委託先：（一財）石油エネルギー技術センター、（一社）日本産業・医療ガス協会、岩谷産業（株）、豊田通商（株）、日本エア・リキード（株）、（国）佐賀大学

●成果ｻﾏﾘ（実施期間　：平成25年度～平成29年度）

・FCV及び水素供給インフラ市場の立ち上げ及び普及拡大に向け、水素スタンドを含む水素供給インフラに関連した11項目の検討を実施し、水素供給インフラの設置等手続きの簡素化及び設置要件の緩和等を目的に一般高圧ガス保安規則等の関連法規の整備及び適正化に資する研究開発等を実施した。　（2月時見込）

・研究項目ごとに外部有識者で構成される検討会と事業全体を統括・管理する規制適正化検討委員会を設置することにより、効率的な運営を実施した。　（2月時見込）

●背景/研究内容・目的

FCVの4大都市圏を中心とした国内市場への導入と一般ユーザーへの販売開始を踏まえ、水素供給事業者がFCV量産車の販売台数の見通しに応じて素供給インフラの先行整備を目指すこととなり、水素インフラ市場の立ち上げ及び普及拡大に向け、水素供給インフラの設置等手続きの簡素化及び設置要件の緩和等を目的に一般高圧ガス保安規則等の関連法規の整備及び適正化を目的とする。

●研究目標

実施項目	目標
①70MPaスタンドの保安検査基準の整備に関する検討	蓄圧器の供用中検査を可能とするため、超音波探傷試験を取り入れた検査方法等をまとめ、保安検査基準〔案〕等を策定する。
②圧縮水素運送自動車用複合容器の安全弁に関する検討	高圧ガス保安法に係る技術基準〔案〕を策定する。
③水素スタンドの距離規制見直しに関する検討	水素スタンド離隔距離短縮に必要な検討項目を整理し、実験を通じて距離短縮の方策をまとめ、技術基準〔案〕の策定する。
④-1公道でのガス欠対応のための充填場所の確保に関する検討〔公道充填〕	公道水素充填を可能にするための課題抽出、安全な設備仕様とその運用方法を確立する。
④-2　同　上　　〔ﾃﾞｨｰﾗｰ充填〕	特定多数場所へのガス欠対応用超小型水素充填装置設置および運用・規制の課題を整理する。
⑤圧縮水素輸送自動車用容器の充填時の上限温度の緩和に関する検討	圧縮水素運送自動車用容器の使用上限温度(85℃)以下で使用可能とする為の高圧ガス保安法に係る技術基準案策定、水素トレーラー火災の原因究明及び当面の再発防止対策を検討する。
⑥液体水素による貯蔵・水素スタンド規制・基準の整備に関する検討	液化水素を水素源とする圧縮水素スタンドの技術基準〔案〕を策定する。
⑦2種製造設備に相当する水素供給設備の技術基準の整備に関する検討	第二種製造者の圧縮水素スタンドの技術基準〔案〕を策定する。
⑨温度上昇を防止する装置〔散水基準〕の見直しに関する検討	圧縮水素スタンド蓄圧器の散水設備に関し、散水量低減を可能とするより合理的な例示基準の改正に資する資料を策定する。
⑩水素スタンドにおけるセルフ充填の許容に関する検討	海外の事例を調査し、安全性と利便性の確保の観点から、必要な技術的課題を抽出し、対応策を検討する。得られた結果を反映したセルフ充填のｶﾞｲﾄﾞﾗｲﾝ〔案〕を策定する。
⑪圧縮水素運送自動車用容器の固定方法の追加に関する検討	圧縮水素運送自動車用容器固定方法にネックマウント方式を追加するために必要なデータを採取し、技術基準〔案〕を策定する。
⑫有機ハイドライドを用いた水素スタンドの基準整備に関する検討	有機ハイドライド水素供給装置を既存の水素スタンドと同様の用途地域に設置可能とするために必要なリスク評価と安全対策の検討を行い、技術基準〔案〕等を策定する。

●実施体制及び分担等

- NEDO
  - 石油ｴﾈﾙｷﾞｰ技術ｾﾝﾀｰ　項目①～⑫
    - 青山学院大学　項目③　（共同実施）
    - 岐阜大学　項目③　（共同実施）
    - 九州大学　項目⑨　（共同実施）
    - 横浜国立大学　項目⑫　（再委託）
    - ＪＡＸＡ　項目⑥　（再委託）
    - ＮＩＭＳ　項目⑥　（再委託）
  - 日本産業・医療ｶﾞｽ協会　項目⑥,⑦
  - 岩谷産業　項目⑥
  - 豊田通商　項目④-1
  - 日本エア・リキード　項目④-2
  - 佐賀大学　項目⑤

●これまでの実施内容／研究成果

●研究成果まとめ

実施項目	成果内容	自己評価
①	蓄圧器の供用中検査を可能とするため、超音波探傷試験を取り入れた検査方法等をまとめ、保安検査基準〔案〕等を策定した。	○
②	高圧ガス保安法に係る技術基準〔案〕を策定し、例示基準が見直された。	○
③	水素スタンド離隔距離短縮に必要な検討項目を整理し、実験を通じて距離短縮の方策をまとめ、技術基準〔案〕を策定した。〔2月時見込〕	○
④-1	公道水素充填を可能にするための課題抽出、安全な設備仕様とその運用方法を確立した。	○
④-2	超小型水素充填装置の試作と充填実証試験の実施、設備・運用・規制面の課題を整理した。	○
⑤	圧縮水素運送自動車用容器の使用上限温度(85℃)以下で使用可能とするための高圧ガス保安法に係る技術基準〔案〕を策定し省令が改正された。水素トレーラー火災の原因究明及び当面の再発防止対策を検討した。	○
⑥	液化水素を水素源とする圧縮水素スタンドの技術基準〔案〕を策定した。〔2月時見込〕	○
⑦	第二種製造者の圧縮水素スタンド技術基準〔案〕を策定し省令が改正された、	○
⑨	圧縮水素スタンド蓄圧器の散水設備に関し、散水量低減を可能とするより合理的な例示基準の改正に資する資料を策定した。	○
⑩	海外の事例を調査し、安全性と利便性の確保の観点から、必要な技術的課題を抽出し、対応策を検討する。得られた結果を反映したセルフ充填のｶﾞｲﾄﾞﾗｲﾝ〔案〕を策定した。〔2月時見込〕	○
⑪	圧縮水素運送自動車用容器の固定方法にネックマウント方式を追加するために必要なデータを採取し、技術基準〔案〕を策定した。〔2月時見込〕	○
⑫	有機ハイドライド水素供給装置を既存の水素スタンドと同様の用途地域に設置可能とするために必要なリスク評価と安全対策の検討を行い、技術基準〔案〕等を策定した。〔2月時見込〕	○

●今後の課題

作成した技術基準（案）の審査過程における説明対応を実施し関連法規の改正に繋げるとともに、自主基準の制定を行い事業者の水素スタンド設置、運用の効率化を目指す。

特許出願	論文発表	外部発表	受賞等
0	0	35	0

●実用化の見通し

策定した技術基準（案）等が審査され関連法規の改正等の措置が成される。（一部改正済）

課題番号：Ⅰ－1

水素利用技術研究開発事業／燃料電池自動車及び水素供給インフラの国内規制適正化、国際基準調和・国際標準化に関する研究／

水素ステーションの設置･運用等における規制の適正化に関する研究開発

一般財団法人石油エネルギー技術センター（JPEC）
一般社団法人 日本産業・医療ガス協会（JIMGA）
日本エア・リキード株式会社　（平成26年度終了）
豊田通商株式会社　（平成26年度終了）
国立大学法人佐賀大学　（平成25年度終了）
岩谷産業株式会社

１．研究開発概要

FCV量産車を2015年に4大都市圏を中心とした国内市場への導入と一般ユーザーへの販売開始を目指し開発を進めていることや、水素供給事業者が2015年までにFCV量産車の販売台数の見通しに応じて100箇所程度の水素供給インフラの先行整備を目指すこと等が示された。

このような背景の下、水素インフラ市場の立ち上げ及び普及拡大に向け、水素スタンドを含む水素供給インフラに関連した以下８項目の検討を実施し、水素供給インフラの設置等手続きの簡素化及び設置要件の緩和等を目的に一般高圧ガス保安規則等の関連法規の整備及び適正化に資する研究開発等を実施した。

本研究は、研究項目ごとに外部有識者で構成される検討会と事業全体を統括・管理する規制適正化検討委員会を設置することにより、効率的な運営を実施した。

各開発項目の概要は以下の通り。

（1）70MPaスタンドの保安検査基準の整備に関する検討＜JPEC＞

一般高圧ガス保安規則別表第3に基づき実施される70MPaスタンドの保安検査及び定期自主検査において、その検査方法を詳細に明確化することにより適切な設備の維持管理を行うために資するものである。また、蓄圧器の保安検査は従来よりその内面の健全性を確認するため、開放して内面を観察する方法が採用されることが多いが、より効率的で的確な手法である超音波探傷検査方法に関し標準化することで広く活用されることが望まれている。よって、蓄圧器に関する超音波探傷方法の標準化に資する資料の作成も実施する。また、これらの検討、後述する各検討テーマ及び連携する検討テーマ等により得られた知見等を水素スタンド安全技術基準・指針の自主基準（案）として取りまとめる。

（2）圧縮水素運送自動車用複合容器の安全弁に関する検討＜JPEC＞

容器保安規則と技術基準により圧縮水素運送自動車用容器に装置することが規定された溶栓式安全弁に加え、ガラス球式安全弁の装置も可能となる規定の作成に資するものである。容器保安規則第17条第1項第7号による、容器の通常の使用範囲を超えた圧力又は温度に対応して適切に作動する附属品として、圧縮水素運送自動車用附属品の技術基準JIGA-T-S/13/04の第3条第7項に溶栓式安全弁を装置することを規定している。本事業の研究開発により、現状の技術基準では使用が規定されていないガラス球式安全弁が、装置可能となり安全弁の選択肢を広げられる技術基準案を作成する。また、溶栓式安全弁の現状の規定内容についても検討し、必要な改正内容を技術基準（案）に反映する。

（3）水素スタンドの距離規制見直しに関する検討＜JPEC、青山学院大学(共同実施)、岐阜大学(共同実施)＞

現行の高圧ガス保安法等では、一定条件に基づく火炎長、爆風圧、拡散等により圧縮水素スタンドの離隔距離を設定している。本検討では、従来の距離設定で使用された閾値の妥当性評価、漏洩水素着火時の影響に関してより実態に近づけた評価方法等の検討を行い、規制見直しを実現するための方法論の検討を行う。その結果、規制見直し実現の道筋を明らかにすることができた場合、引き続き必要な実験等を行い、離隔距離を見直した技術基準（案）を作成し、審査過程における説明を行う。

（4）公道でのガス欠対応のための充填場所の確保に関する検討

④-1　公道充填＜JPEC、日本エア・リキード＞

公道でのガス欠対応のために、レスキュー車両に車載可能な簡易水素充填設備の試作品を製作し、現行法規下での充填実証を行う。試作品を用いて実証試験を行うことにより、問題点を明確にする。その後、必要に応じ、試作品を改造し、改造品を用いて実証試験を行う。ガス欠対応の際に、水素充填を可能にするための課題を抽出し、安全な設備仕様とその運用方法を確立する。将来の不特定場所における公道充填における課題を把握する。

④-2　ディーラー充填＜豊田通商＞

FCV 普及初期においては水素ステーションが適正な間隔で設置されない可能性があり、燃料切れが発生する可能性がある。これを防止する為、数台の FCV 車に最低限の距離移動が可能な量を充填できる燃料量を保管できる超小型充填装置を、可能であれば不特定多数の場所に設置することを想定する。また、FCV 普及後も新 FCV 車販売時に水素燃料を小量提供することが可能なディーラー若しくはそれに準ずる場所を特定多数の場所として選定し、安全に配慮した設備の検討、コスト把握を通して、そこに超小型水素充填装置を設置する場合の規制及び充填作業関係者の対応を調査する。

（5）圧縮水素輸送自動車用容器の充填時の上限温度の緩和に関する検討＜JPEC、佐賀大学＞

水素トレーラー等の車両に固定した高圧ガス容器は、その温度を常に 40℃以下に保つことが定められている。一方、圧縮水素自動車燃料装置用容器については、充填・移動・貯蔵時に 85℃までの温度上昇が認められている。圧縮水素運送自動車用容器は、圧縮水素自動車燃料装置用容器と同様基準に基づき製作されており、環境試験温度は-40℃から 85℃である。本検討では圧縮水素運送自動車による水素ステーションへの効率的な水素供給を可能とするため、圧縮水素運送自動車用容器について充填・貯蔵・移動時の上限温度を緩和するため、充填条件や設備、要件などの技術的な安全性の評価・検討を実施する。

また、水素トレーラー移動中の車両火災の原因とその対策について検討し、原因究明及び当面の再発防止対策を検討し、関係者・業界等に発信する。

（6）液体水素による貯蔵・水素スタンド規制・基準の整備に関する検討

＜JIMGA、岩谷産業、JAXA（再委託）、NIMS（再委託）＞

⑥-1 液体水素による貯蔵・水素スタンド（液体水素を受け入れて貯蔵し、気化させて燃料電池自動車に充填するタイプの水素スタンド、以下「液化水素貯蔵型圧縮水素スタンド」と呼ぶ）の技術基準整備

液化水素貯蔵型圧縮水素スタンドは、水素の輸送効率が高く、燃料電池自動車の本格的な普及に必要であるにもかかわらず、現時点では、保安距離の確保や資格者の選任等、設置に係る制約が大きく、また、市街地への建築の可否が不明瞭である。

また、液化水素貯蔵型圧縮水素スタンドは圧縮水素スタンド同様、適切な管理により安全確保が可能であり、海外においても主要メーカー製の液体水素型水素スタンドが数多く設置されていることから、燃料電池自動車の本格普及に向けて水素スタンドの整備を図る上では、液化水素貯蔵型圧縮水素スタンドも市街地に建設できるようにすると共に、ガソリンスタンドとの併設を可能とすることが必要である。

このため、本事業においては、液化水素貯蔵型圧縮水素スタンドに関する国内外の調査・研究を通じて、また過去の NEDO 事業※の成果を活用しながら規制合理化に向けた各種データや知見を取りまとめ、一般高圧ガス

保安規則の技術基準・例示基準等の見直しに資する検討案を作成するとともに、関係省庁が行う技術基準等の整備に資する資料の取りまとめを実施する。

※平成15～16年度　水素安全利用等基盤技術開発 水素インフラに関する研究「水素インフラに関する安全技術研究」

平成17～21年度　水素社会構築共通基盤整備事業 水素インフラ等に係る規制再点検及び標準化のための研究開発 「水素インフラに関する安全技術研究」

⑥-2 液化水素ポンプ昇圧型圧縮水素スタンドの技術基準整備

平成 26 年度までの検討により、液化水素貯蔵型圧縮水素スタンドの建設が可能となった。加えて液化水素ポンプ昇圧型圧縮水素スタンド（液化水素を受け入れて貯蔵し、液化水素ポンプで昇圧後に気化させて燃料電池自動車に充填するタイプの水素スタンド）の技術基準化の可能性について予備検討を実施した結果、これについても従来の圧縮水素スタンド同様、適切な管理により安全確保が可能である見通しが得られた。

このため平成27年度より、液化水素ポンプ昇圧型圧縮水素スタンドについても国内外の調査・研究を通じて、また過去の NEDO 事業の成果を活用しながら規制合理化に向けた各種データや知見を取りまとめ、一般高圧ガス保安規則の技術基準・例示基準等の見直しに資する検討案を作成するとともに、関係省庁が行う技術基準等の整備に資する資料の取りまとめを実施する。

⑥-3 液化水素ポンプ設置の技術基準化に資するデータの取得等＜岩谷産業株式会社、国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構（岩谷産業株式会社より再委託）、国立研究開発法人物質・材料研究機構（岩谷産業株式会社より再委託）＞

液化水素ポンプ昇圧型圧縮水素スタンドの設置を可能とする高圧ガス保安法一般則等の関連法規の整備及び規制の適正化を実現させるため、液化水素ポンプ設置の技術基準化に資するデータ等の取得に関し、以下2つのテーマについて研究開発を行う。

⑥-3-1 液化水素ポンプ昇圧型圧縮水素スタンドの火気離隔距離・敷地境界距離の技術基準化提案の根拠となるデータを屋外実験あるいは数値シミュレーションにより取得する。

⑥-3-2 液化水素ポンプ昇圧型圧縮水素スタンドに使用可能な実用的高強度材料（SUH660、XM-19 など）の技術基準化提案の根拠となるデータを、試験により取得・評価する。

（7）2種製造設備に相当する水素供給設備の技術基準の整備に関する検討＜JIMGA＞

FCV の導入初期において、自動車ディーラー等に設置が想定される、小規模な水素供給設備の基準としては、高圧ガス保安法一般高圧ガス保安規則第 12 条があるが、都市部に多い既存の自動車ディーラー等では、火気距離など制約要因も多い。また、近年開発された水電解機能を有する昇圧装置によるオンサイト型水素スタンドの市街地への設置が強く望まれている。そこで、小規模製造水素供給設備の規制合理化に向けた各種データや知見を取りまとめるとともに、水電解機能を有する昇圧装置について安全性を確認することにより、小規模製造水素供給設備に関する一般高圧ガス保安規則の技術基準・例示基準等の見直しに資する検討案を作成する。

（9）温度上昇を防止する装置（散水基準）の見直しに関する検討＜JPEC、九州大学（共同実施）＞

圧縮水素スタンドの蓄圧器には、一般高圧ガス保安規則第7条の3第2項15号及び第20号により、温度の上昇を防止するための装置を設置することが規定されている。当該装置については、一般高圧ガス保安規則関係例示基準「59 の 3. 温度上昇を防止するための装置（圧縮水素スタンド）」第4項により、外部からの輻射による蓄圧器の受熱量に基づき、その表面積（複合容器蓄圧器の場合にあっては、覆い等の外面又は内面及び表面積）１平方メートルにつき 5L/min 以上の水量を全表面に放射できる能力を持つ水噴霧装置又は散水装置の設置が必要となる。

本検討では、圧縮水素スタンド蓄圧器の散水設備に関し、散水量低減を可能とするより合理的な例示基準の

改正に資する資料を策定する。

（10）水素スタンドにおけるセルフ充填の許容に関する検討＜JPEC＞

高圧ガス保安法上、高圧ガスの充填は許可を受けた事業所の管理下で行う必要があり、現行の水素スタンドでは一般ドライバーによる水素の充填は行われていない。今後、FCV の普及拡大に伴い、現行のガソリンスタンドと同様にセルフ充填の許容が必要と考えられる。

海外においては水素スタンドにおけるセルフ充填も実施されている。海外の事例を調査し、その調査結果も参考としつつ、安全性と利便性の確保の観点から、必要な技術的課題を抽出し、ハード面及びソフト面の対応策を検討する。得られた結果を反映したセルフ充填のガイドライン（案）を策定する。

（11）圧縮水素運送自動車用容器の固定方法の追加＜JPEC＞

現行の圧縮水素運送自動車用複合容器の固定方法は、容器の胴部の２ヶ所以上をフレームに固定するサドルマウント方式のみが例示基準化されている。一方、海外では、容器口金を直接フレームに固定するネックマウント方式が採用されている。ネックマウント方式を採用することにより、低重心化およびコスト削減が可能となる。圧縮水素運送自動車用複合容器の固定方法について、ネックマウント方式を追加する方向で、必要な措置を講ずる。

（12）有機ハイドライドを用いた水素スタンドの基準整備＜JPEC、横浜国立大学（再委託）＞

有機ハイドライドを水素キャリアーとして利用する水素製造装置（以下、有機ハイドライド型水素製造装置）の実用化開発が進められている。有機ハイドライドは石油燃料と同様に常温での液体輸送、貯蔵が可能であり、水素スタンドにおける水素製造装置としての利用が検討されている。有機ハイドライド型水素製造装置を既存の水素スタンドと同様の用途地域に設置出来るように、必要な措置を講ずる。

２．研究開発目標（設定の理由も含め）

研究開発の目標を以下のとおりとする。

水素供給インフラに関連した開発項目の検討を実施し、水素スタンド等水素供給インフラの設置等手続きの簡素化及び設置要件の緩和等を目的に一般高圧ガス保安規則等の関連法規の整備及び適正化に資する資料の作成と、それに基づく技術基準の制定等の規制改正を目標とする。開発項目ごとの研究開発目標を表１に示す。

表１　開発目標

開　発　項　目	目　　標
(1)70MPa スタンドの保安検査基準の整備に関する検討　〈JPEC〉	蓄圧器の供用中検査を可能とするため、超音波探傷試験を取り入れた検査方法等をまとめ、保安検査基準（案）等を策定する。
(2)圧縮水素運送自動車用複合容器の安全弁に関する検討　〈JPEC〉	高圧ガス保安法に係る技術基準（案）を策定する。
(3)水素スタンドの距離規制見直しに関する検討　〈JPEC〉	水素スタンド離隔距離短縮に必要な検討項目を整理し、実験を通じて距離短縮の方策をまとめ、技術基準（案）を策定する。
(4)-1 公道でのガス欠対応のための充填場所の確保に関する検討（公道充填）〈JPEC/日本ｴｱﾘｷｰﾄﾞ〉	公道水素充填を可能にするための課題抽出、安全な設備仕様とその運用方法を確立する。
(4)-2　　同　上　（ディーラー充填）	超小型水素充填装置の試作と充填実証試験の実施、設備・運用・

〈豊田通商〉	規制面の課題を整理する。
(5)圧縮水素輸送自動車用容器の充填時の上限温度の緩和に関する検討〈JPEC/佐賀大〉	圧縮水素運送自動車用容器の使用上限温度(85℃)以下で使用可能とするための高圧ガス保安法に係る技術基準（案）策定、水素トレーラー火災の原因究明及び当面の再発防止対策を提案する。
(6) 液体水素による貯蔵・水素スタンド規制・基準の整備に関する検討〈JIMGA・岩谷産業〉	液化水素を水素源とする圧縮水素スタンドの技術基準（案）を策定する。
(7) 2 種製造設備に相当する水素供給設備の技術基準の整備に関する検討〈JIMGA〉	第二種製造者の圧縮水素スタンドの技術基準（案）を策定する。
(9)温度上昇を防止する装置（散水基準）の見直しに関する検討　〈JPEC〉	圧縮水素スタンド蓄圧器の散水設備に関し、散水量低減を可能とするより合理的な例示基準の改正に資する資料を策定する。
(10)水素スタンドにおけるセルフ充填の許容に関する検討　〈JPEC〉	海外の事例を調査し、安全性と利便性の確保の観点から、必要な技術的課題を抽出し、対応策を検討する。得られた結果を反映したセルフ充填のガイドライン（案）を策定する。
(11)圧縮水素運送自動車用容器の固定方法の追加に関する検討　〈JPEC〉	圧縮水素運送自動車用容器固定方法にネックマウント方式を追加するために必要なデータを採取し技術基準（案）を策定する。
(12)有機ハイドライドを用いた水素スタンドの基準整備に関する検討　〈JPEC〉	有機ハイドライド水素供給装置を既存の水素スタンドと同様の用途地域に設置可能とするために必要なリスク評価と安全対策の検討を行い、技術基準（案）等を策定する。

３．研究開発成果

３．１　研究開発成果、達成度

（1）70MPa スタンドの保安検査基準の整備に関する検討＜JPEC＞

本検討の目標は、圧縮水素スタンド（70MPa 水素ステーション）の保安検査に関して、より合理的な保安検査基準検討案及び定期自主検査指針検討（案）を策定することである。

① 保安検査基準（案）の検討

35MPa 水素スタンド保安検査基準に関する検討結果を取りまとめ、有識者による審議、パブリックコメントを経て「水素スタンド保安検査基準(35MPa)JPEC-S 0001(2015)」を制定した。さらに改正された一般高圧ガス保安規則に準じた 70MPa 水素スタンドの保安検査項目の整理を継続し、70MPa 水素スタンドの保安検査基準（案）を策定した（○）。

② 定期自主検査指針（案）の検討

35MPa 水素スタンド定期自主検査指針に関する検討結果を取りまとめ、さらに改正された一般高圧ガス保安規則に準じた 70MPa 水素スタンドの定期自主検査項目を整理した。これを基に 70MPa 水素スタンドの定期自主検査指針（案）を策定した（○）。

③ 蓄圧器の超音波検査方法の標準化に関する検討

実水素ステーションの蓄圧器（70MPa スタンド）のフェーズドアレイ法等の手法による超音波探傷検査を行い、その妥当性を検証し検査方法をまとめた。図 1 に超音波探傷検査の状況を示す。

図 1　超音波探傷検査

また、保安検査基準、定期自主検査指針の検討と超音波検査方法の標準化検討のフローを図 2 に示す。

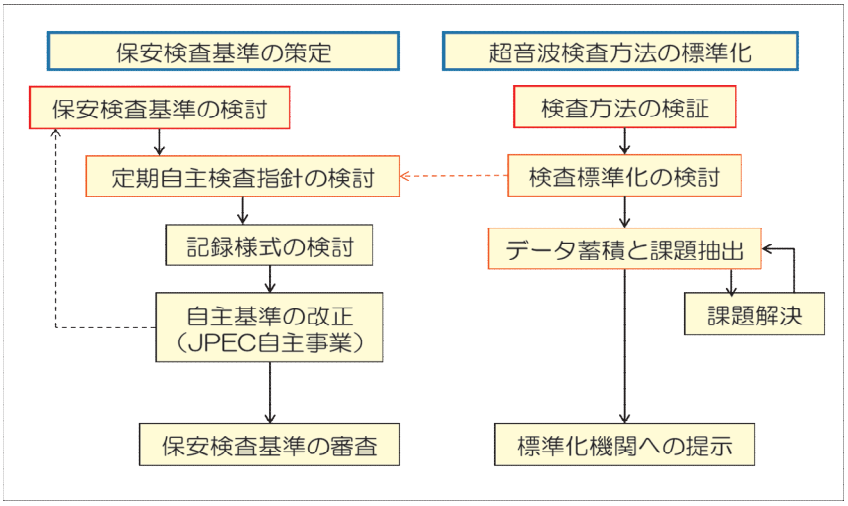


図 2　保安検査基準等の検討フロー概要

（2）圧縮水素運送自動車用複合容器の安全弁に関する検討＜JPEC＞

本検討の目標は、安全かつ安価な圧縮水素運送自動車用複合容器の安全弁として適当な可能性があるガラス球式安全弁に関し、性能基準化に必要な実験を行い、高圧ガス保安法に係る技術基準（案）を策定することである。

図 3 にガラス球式安全弁の外観を示す。

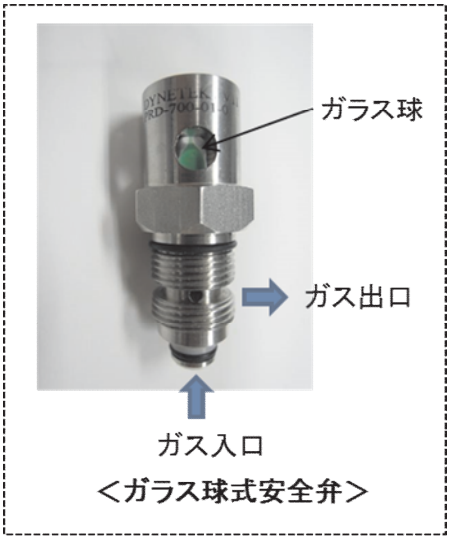


図3　ガラス球式安全弁外観

①HFCV-gtr と海外標準の調査・検討

FCV 用容器に装置される熱作動式安全弁（ガラス球式安全弁及び溶栓式安全弁を含む）の各試験内容が、圧縮水素運送自動車用容器に装置される熱作動式安全弁にも適用できることを確認した。

②技術基準（案）の策定

上記検討結果に基づき、ガラス球式安全弁に対応した技術基準（案）を策定し、例示基準が見直された（○）。

国内技術基準（JIGA-T-S/13/04）の構成に準拠し、燃料電池自動車の国際基準 HFCV-gtr の試験内容を適時設計確認試験に導入することを検討した。概要は以下の通りである。

a．試験項目

・安全弁の試験項目を、現状の技術基準（対象：溶栓式安全弁）に比べ充実させた。

（圧力サイクル試験、加速寿命試験、温度サイクル試験、塩水腐食試験、安全弁環境試験、応力腐食割れ試験、落下・振動試験、気密試験、作動試験、流量試験）

・バルブと緊急遮断装置についても、HFCV-gtr を参考に試験項目を充実させた。

（耐圧試験、気密試験、塩水腐食試験、環境試験、振動試験、応力腐食割れ試験）

b．試験条件

・各試験で規定する圧力や温度、及びサイクル数等の具体的数値は、当該附属品が装置される容器の試験内容や水素トレーラーの条件等を検討して決定した。

・実験による試験方法の確認

新規に規定する試験項目の中から、主要なものに試験方法の確認を実施した。

（温度サイクル試験の温度管理、作動試験の環境設定、流量試験の測定方法、等）

（3）水素スタンドの距離規制見直しに関する検討＜JPEC、青山学院大学(共同実施)、岐阜大学(共同実施)＞

本検討の目標は、水素スタンド設備が確保すべき各種離隔距離（敷地境界距離、火気離隔距離、公道ディスペンサー距離）に関して、離隔距離短縮に必要な実験・シミュレーションによる検討を行い、高圧ガス保安法に係る技術基準（案）を策定することである。

①　距離規制見直しのロジックの明確化検討

各種離隔距離に関わる現行法規制を設定根拠等も含め調査した。また、水素の拡散・着火挙動に関する

過去の研究を調査した。これらの調査結果を基に、省令に定める距離 8m 確保と同等とみなすことができる代替措置のロジックを検討した。

事業者からのヒアリングならびに、規制当局との意見交換を行い、新たな代替措置に関わるリスク評価についても検討した。

② 実験・シミュレーションによる高圧水素噴流の拡散・着火・燃焼挙動の解明

82MPa、φ0.2mm ピンホールからの実験データ（82MPa）の着火現象を解明した。高圧水素噴流の拡散燃焼の数値解析モデルの作成、および実験データ（82MPa）によるモデルのバリデーションを行った。

③ 距離規制代替措置のまとめと技術基準（案）の策定

適切な構造の筐体や必要な個所を鋼板等のパネルで遮蔽する新たな代替措置を構築し、これらの代替措置をまとめ、技術基準（案）を策定した（○）。(2 月時見込)

図 4 に技術基準（案）の概要を示す。

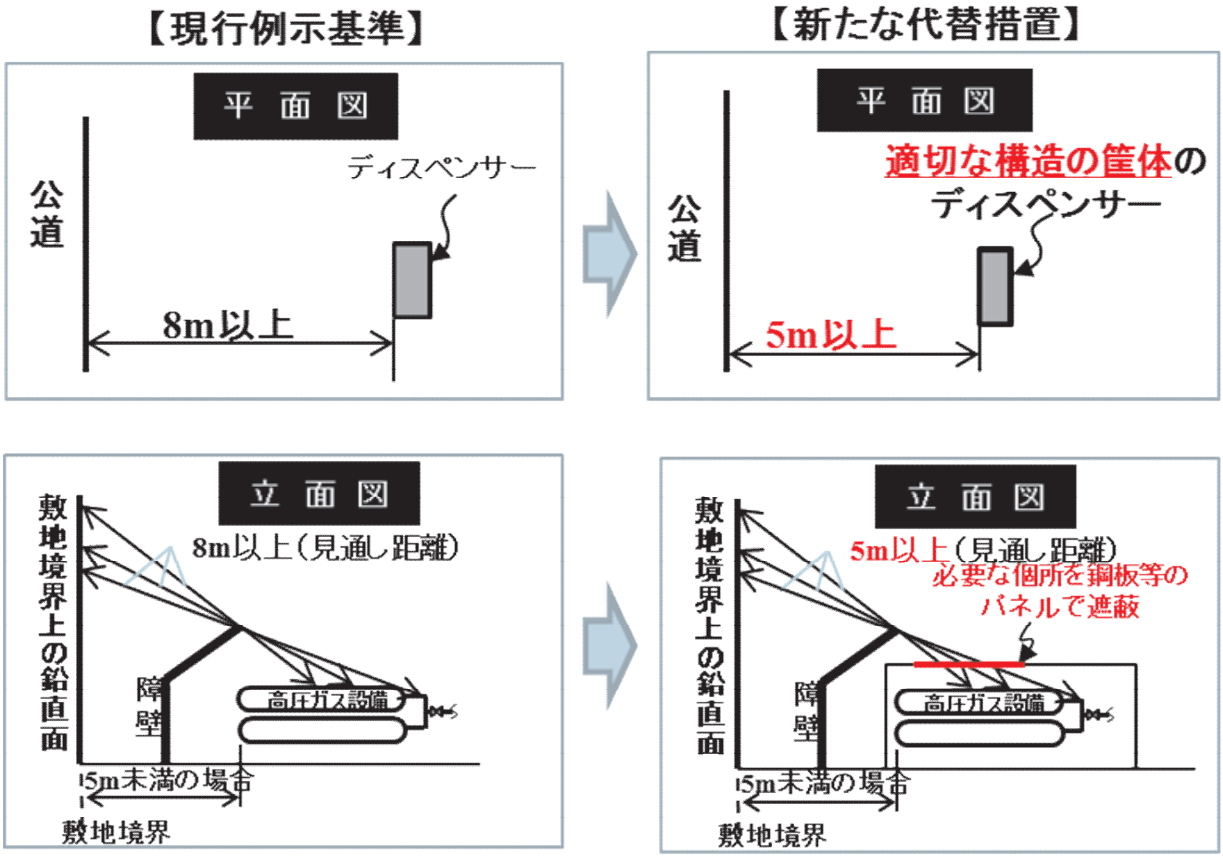


図 4　技術基準（案）の概要

（4）公道でのガス欠対応のための充填場所の確保に関する検討（平成 26 年度終了）

（4）-1　公道充填<JPEC、日本エア・リキード>

本検討の目標は、ガス欠対応の際に、公道での FCV への水素充填を可能にするための課題を抽出し、安全な設備仕様とその運用方法を確立することである。

以下の検討を実施し、製作した設備を用いた製造者敷地内での実証試験を実施し、実証試験の結果を元に設備の操作性改善を図った（○）。

・車載簡易充填設備の設計方針の決定

・車載簡易充填設備の詳細設計

・簡易充填設備の製作

・実証試験（製造者敷地内）の実施

図５に制作した車載簡易充填設備とそれを用いた実証試験の様子を示す。

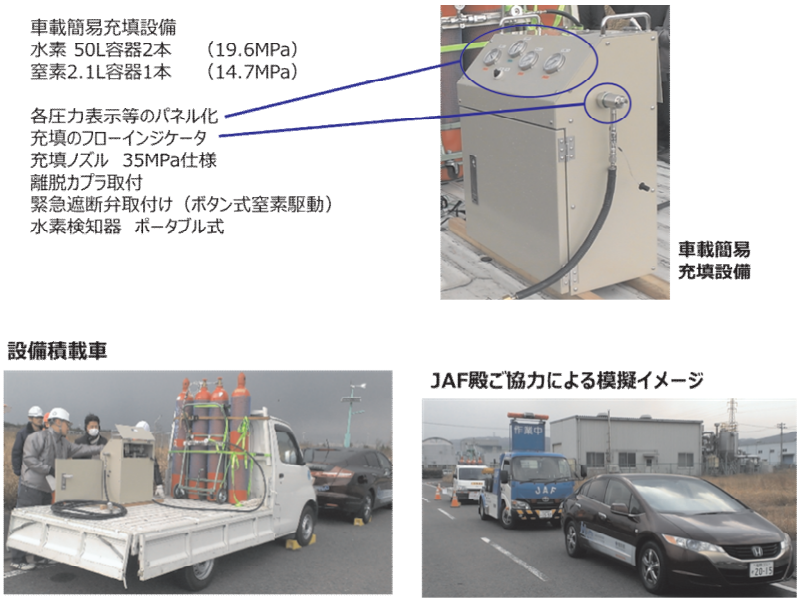


図５　簡易充填設備と公道充填（模擬）試験

実証試験等の結果に基づき公道での水素充填に関し、以下の項目につき課題を整理した（○）。

・設備仕様　　：水素搭載量、水素品質、設備に必要な安全対策

・運用方法　　：現行法令下で可能な運用方法

・課題　　：法令面の課題、運用面の課題

・将来の実用設備と運用方法（案）

：法令改正を前提として実用的な設備と運用方法を考察

（4）-2 ディーラー充填<豊田通商>

本検討の目標は、FCV 普及初期のインフラ対策として、特定多数の場所においてガス欠対応の充填を行う為の超小型水素充填装置の設置に関する規制及び関係者の対応を調査することである。

以下の検討を実施し、現行法の規制下で超小型充填装置が設置可能なディーラー等を選定し、試作した超小型水素充填装置を使用し、燃料電池車への充填作業等の実証試験を実施した。併せて実際の作業体験によるソフト面に対する要望調査、問題点の把握を実施した（○）。

検討のフローを図６に示す。

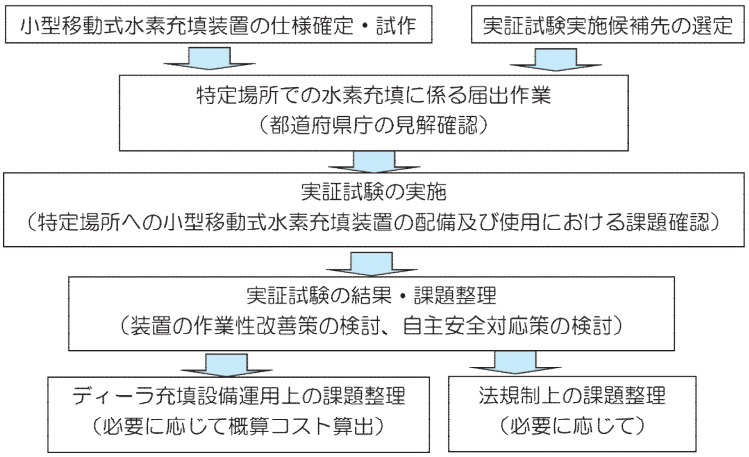


図6　ディーラー充填検討フロー

a．超小型水素充填装置の試作

ディーラー等への設置を前提とした超小型水素充填装置の仕様を検討し、以下の仕様で図7に示す充填装置を試作した（○）。

設備の仕様　：充填圧力最大15MPa（FCV　100km走行可能）

1カードル充填台数　約10台

図7　超小型水素充填装置

b.実証試験

試作した超小型水素充填装置を用いて日本各地10か所ディーラー充填試験を実施した。実証試験の結果からディーラー充填の課題を整理した（○）。

ディーラー充填の主な課題として以下のものが挙げられた。

・高圧ガス保安法の規制

・装置の設置面積や火気離隔距離のためのスペース

　都心ディーラーで確保困難、充填可能ディーラーは郊外店に集中

・水素充填設備の作業性、設置

　手動バルブは操作の煩雑さからディーラーでの受け入れ困難

　障壁相当の安全設備設置、バルブの自動化等は設備・運用コスト増

・作業有資格者、作業員の教育の問題

・安全等に配慮した操作面・保安面の対策が必要

（5）圧縮水素輸送自動車用容器の充填時の上限温度の緩和に関する検討＜JPEC、佐賀大学＞

本検討の目標は、圧縮水素運送自動車用容器の使用上限温度(最高85℃)以下で安全に使用できる技術基準(案)を策定することである。以下の検討を実施し、容器の使用上限温度を65℃に引上げることを可能とする技術基準(案)を策定した。

また、平成26年度下期より水素トレーラー移動中の車両火災の原因とその対策について検討した。原因究明及び再発防止対策を検討し、安全対策を提案することを目標とする。

① 安全な使用上限温度の検討

圧縮水素輸送自動車用容器の使用上限温度はFCV容器同様85℃であるが、使用状況から判断してFCV容器より高温持続時間が長期化傾向であることから、容器の上限温度を圧縮水素輸送自動車用容器の『設計確認試験における加速応力破壊試験』の試験内容に基づき、容器の使用上限温度を65℃に決定した。

② 容器温度の測定方法の検討

充填時に最も高温となる部位は容器内表面である。本来ならこの部位に熱電対を設定し温度を測定し、その温度が使用上限温度（65℃）を超えないように監視する必要がある。しかし容器内表面に熱電対を設置する構造とした容器の製作は現実的には困難なため、本検討では鋼製容器と同様に、容器外表面に貼りつけた熱電対により容器温度を測定する方法を採用することとした。

③ シミュレーションによる容器温度の推定方法の検討

容器外表面の温度測定値から容器内表面温度を推定する有効な手段は、シミュレーションを活用することである。本検討では佐賀大学が開発したシミュレーションを用いた容器内表面温度の推定方法を検討し、計算例として纏めた。図8に水素充填時の容器（タイプⅢ）内水素温度、容器外表面の実測値とシミュレーション結果を示す。外表面の熱伝達率αを適当な値に設定すればシミュレーションにより容器温度を推定できることを明らかにした。

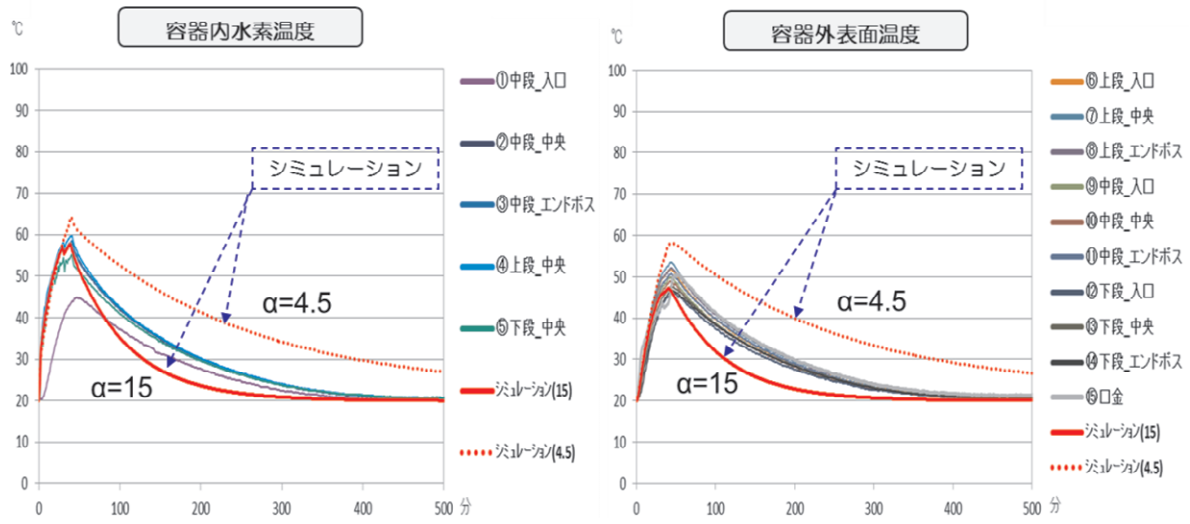


図8　シュミレーションによる容器温度の推定

④　技術基準（案）の検討

上記検討結果に基づき、容器外表面の温度測定を実施することで使用上限温度を65℃まで引上げることを可能とした技術基準（案）を策定し、省令改正済み（○）。

⑤　審査過程における説明

燃料電池自動車等に関する水素関連技術の安全性の評価基準の検討委員会（KHK 主催）にて「圧縮水素自動車用複合容器の取扱時における上限温度緩和に関する技術基準（案）について」審議され、一般高圧ガス保安規則に係る省令が改正された。　表2に改正内容（要点のみ）を示す。

表2　一般高圧ガス保安規則に係る改正内容

一般高圧ガス保安規則　改正部分（要点）

第六条第2項
（新設）第2号ル　圧縮水素運送自動車用容器に圧縮水素を充てんするときは、当該圧縮水素運送自動車用容器の温度を常に六十五度以下に保つとともに、温度が四十度を超える場合は、容器の破裂を防止する措置を講ずること。
（新設）第8号ヘ　圧縮水素運送自動車用容器は、常に温度六十五度以下に保つこと。
第四十九条第1項第22号
（新設）圧縮水素運送自動車用容器は、常に温度六十五度以下に保つとともに、その外部からの雨水等による劣化を防止するための措置を講ずること。

一般高圧ガス保安規則例示基準関係　改正部分（要点）

（新設）21の3　圧縮水素運送自動車用容器に圧縮水素を充填する際に、当該容器の温度が40℃を超える場合に講じる「容器の破裂を防止する措置」とは、次の各号に掲げる措置をいう。
1．容器の温度の監視は、本基準12.で規定する温度計で行い、かつ電気的に温度を出力及び表示できるものを用いること。
2．温度計は、容器の外表面の温度を測定するものとし、バンクごとに一つ以上設置すること。
3．容器の外表面の温度計の測定値に基づき、容器の内表面の温度が65℃を超えるおそれがある場合に、速やかに充填を停止するものであること。
（新設）75の2 圧縮水素運送自動車用容器の雨水等による劣化を防止するため、当該圧縮水素運送自動車用容器の外表面には防水塗料を塗布し、口金部へシール材を塗布すること。

⑥　水素トレーラー安全技術の検討

平成26年10月に発生した複合容器水素トレーラーの移動中の車両火災について、火災事故の経過把握、安全対策の評価と追加安全対策を検討した。

水素トレーラー安全技術の検討は、火災事故時の状況ならびに火災発生時の安全対策の適応状況を確認するとともに、各種分析、解析結果により事故シナリオを想定した。また、この事故シナリオを基に安全面での対応策について検討した。図9に検討フローを示す。

車両火災の経過把握及び事故シナリオの設定、配管・容器等への影響把握のための試験・測定、溶栓弁等安全対策の作動状況等確認を実施し、検討結果を基に水素トレーラー車両火災の原因究明及び再発防止対策を検討し、安全対策を提案した（○）。

また、「水素トレーラー安全技術ガイドライン JPEC-TD　0002(2017)」を策定した。想定されたシナリオに「安全対策」を記入したものを図10に示す。

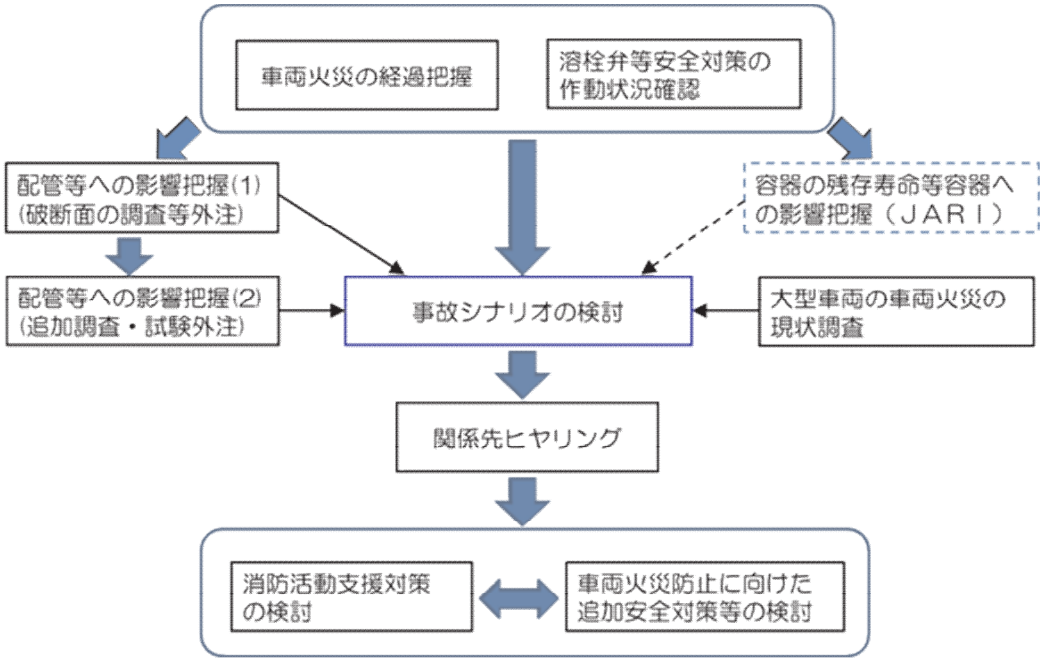


図9　　検討フロー

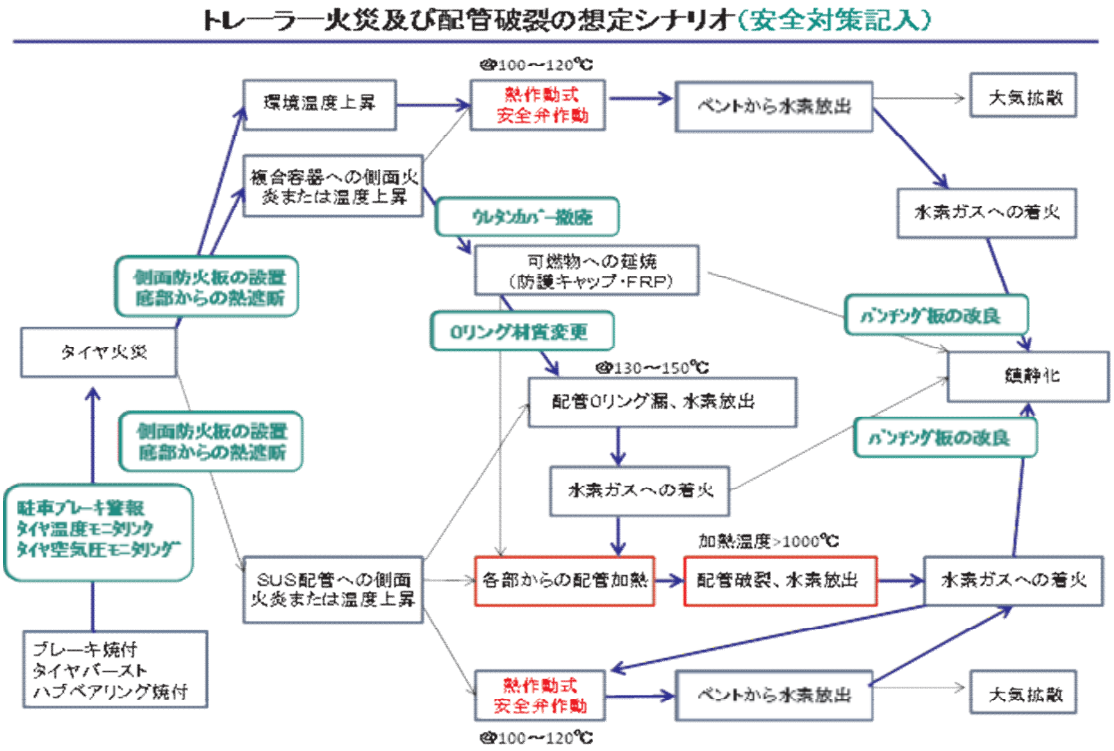


図10　想定シナリオ

（6）液体水素による貯蔵・水素スタンド規制・基準の整備に関する検討

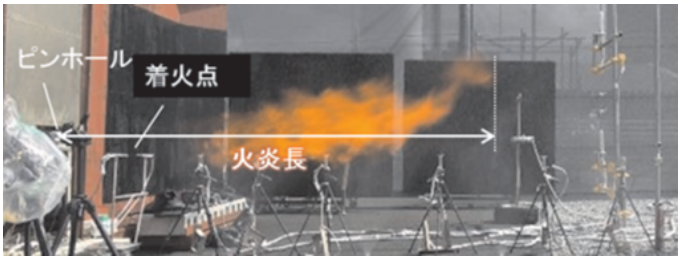
＜JIMGA、岩谷産業、JAXA（再委託）、NIMS（再委託）＞

本検討の目標は、海外で主要な方式としても普及している液体水素による貯蔵・水素スタンドも市街地に建設できるようにすると共に、ガソリンスタンドとの併設を可能とするための高圧ガス保安法、消防法、建築基準法に係る技術基準（案）を策定することである。

液化水素実験系を構築し、1%濃度距離、火炎長、爆風圧、輻射熱のデータを取得し、妥当性の解析を行った。過去のNEDO事業と同様の補正を行い、各距離を算出した。

図11に液化水素ポンプ実験設備と漏洩拡散試験の様子を示す。また、表3に液化水素試験結果より算出した各距離を示す。

(a) 液化水素漏洩拡散試験



(b) 火炎長の測定

図11　液化水素ポンプ実験設備と漏洩拡散試験の様子

表3　液化水素試験結果より算出した各距離※

	1%濃度距離	爆風圧 1kPa 距離	火炎長	輻射熱 1.26[kW/m^2]距離
ピンホール口径	0.2mm	1mm	1mm	1mm
40MPa 条件	8.81m	5.97m	4.79m	7.09m
82MPa 条件	9.93m	8.94m	5.86m	8.67m

※ 平成15～16年度 NEDO事業「水素安全利用等基盤技術開発―水素インフラに関する研究開発―水素インフラに関する安全技術開発」 と同じ補正を行い、距離を算出

また、実用的高強度材料（XM-19, SUH660）について、低温低歪速度引張試験（SSRT）および破壊靭性試験を実施し、耐水素脆化特性および低温靭性評価を行った。これより、液化水素ポンプ昇圧型圧縮水素スタンドの実用的高強度材料（XM-19、SUH660）について技術基準化提案の根拠となるデータを取得した。

図 12 に XM19 と SUH660 の SSRT 試験結果を、図 13 に破面の電子顕微鏡写真を示す。

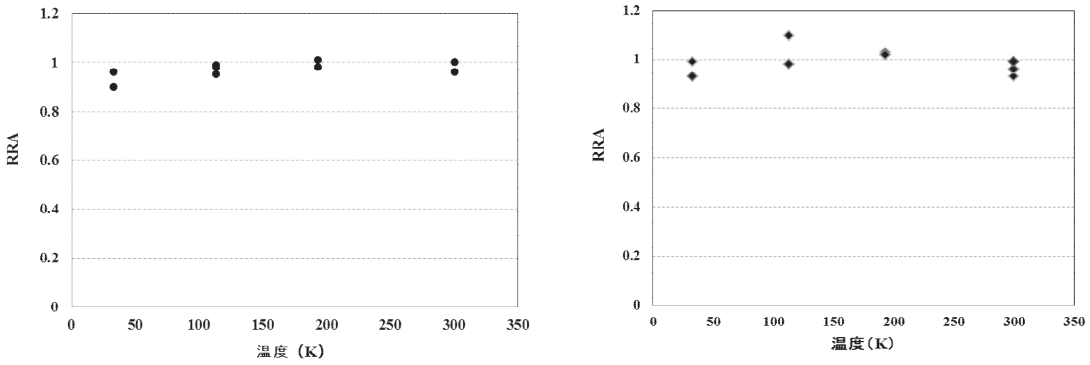


図 12　XM19 と SUH660 の SSRT 試験結果
（RRA が 1 近傍であることを確認）

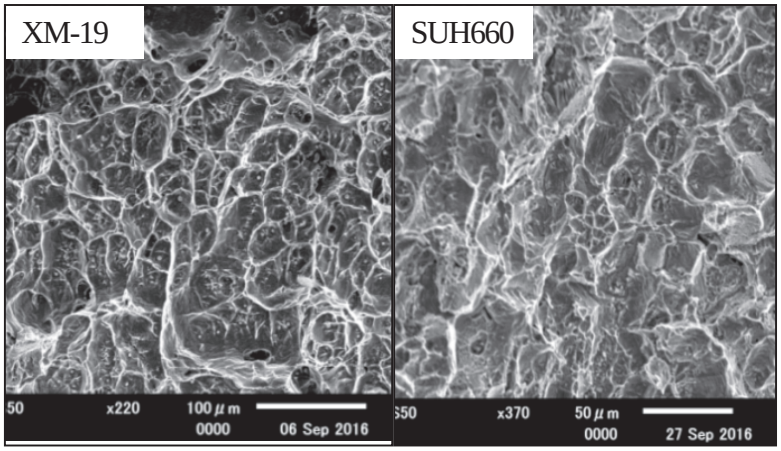


図 13　破面の電子顕微鏡写真
（ディンプル状の破面であることを確認）

これらの結果受けて、リスクアセスメント、安全対策を検討、液化水素を水素源とする圧縮水素スタンドの技術基準（案）を策定した（○）。（2 月時見込）

（7）2 種製造設備に相当する水素供給設備の技術基準の整備に関する検討＜JIMGA＞

本検討の目標は、小規模な圧縮水素スタンドとして必要な技術基準を整備し、市街地への設置を可能とするための高圧ガス保安法に係る第二種製造者の圧縮水素スタンドの技術基準（案）を策定することである。

① 第二種製造者の技術基準（案）の検討

以下に示す内容を考慮して、1 日の処理能力が 30m³ 未満の第二種製造者の圧縮水素スタンドの技術基準（案）を策定した。また、高圧ガス保安法の省令等の改正がなされた（○）。

図 14 に第二種製造者の技術基準案の考え方を示す。

・水素スタンド特有の設備の技術基準を適用（ディスペンサー等）
・離隔距離の規定を適用（敷地境界距離等）
・水素による影響を考慮（材料の制限等）

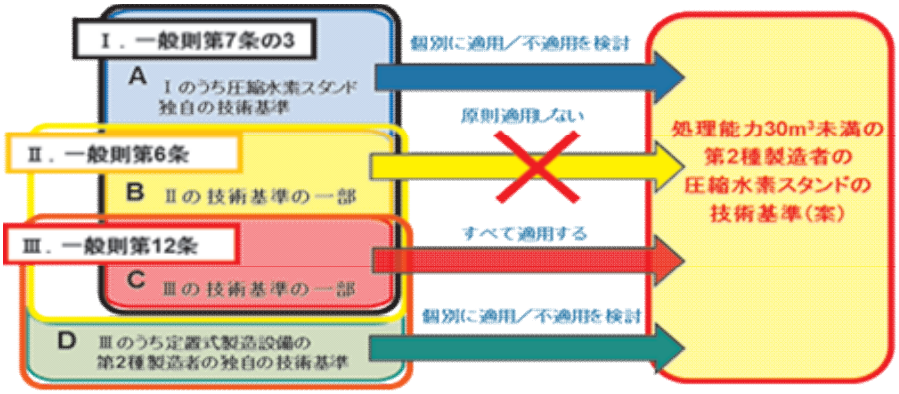


図 14　第二種製造者の技術基準案の考え方

② 水電解機能を有する昇圧装置の安全性の検討

第二種製造者の圧縮水素スタンドに設置することが想定される水電解水素昇圧装置（水の電気分解により水素及び酸素を発生し、かつ、発生した水素のみの圧力を上昇する装置）について安全性の検討を行った。図 15 に水電解水素昇圧装置の概略フローを示す。表 4 に水電解水素昇圧装置のリスクアセスメントによる安全対策の例を示す。

・特定設備検査事前評価申請を通じて水電解スタックの安全性を確認

・リスクアセスメントにより水電解水素昇圧装置の必要な安全対策を検討

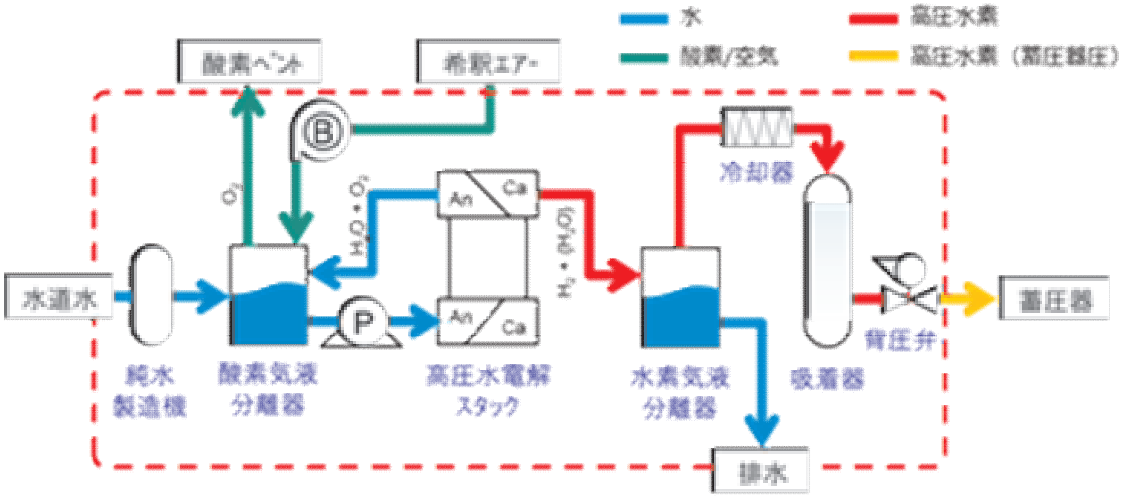


図 15　水電解水素昇圧装置の概略フロー

表 4　水電解水素昇圧装置のリスクアセスメントによる安全対策の例

安全対策名	有効性	目的
安全弁設置	非常に有効	内圧上昇防止
手動弁誤操作、いたずら操作対策	有効	誤操作・いたずら防止
適切な材料選定	極めて有効	水素脆化等による配管・機器類損傷防止
敷地境界に防火壁設置	非常に有効	敷地外火災対策
設置エリア周辺の障壁設置	極めて有効	車両飛び込み対策
配管・機器の隔離	非常に有効	塩化物SCC対策
水電解水素昇圧装置出口側圧力上昇監視及び運転停止インターロック	非常に有効	配管・機器類損傷防止
水電解水素昇圧装置内の漏洩検知器設置	非常に有効	水素漏洩による災害防止
水電解水素昇圧装置のケーシング内設置	極めて有効	飛散物、近隣火災による損傷対策

（9）温度上昇を防止する装置（散水基準）の見直しに関する検討＜JPEC、九州大学（共同実施）＞

本検討の目標は、水素スタンドの散水設備基準に関して見直しを行い、散水量低減を可能とするより合理的な例示基準の改正に資する資料を策定することである。

水素スタンドの蓄圧器の散水設備に関し、散水量を低減可能とするための方法を検討にあたって以下の項目を実施した。

・関連法規の整理：圧縮水素スタンドを含む高圧ガス設備に関する散水基準の整理

・散水量低減方法の検討：外部火災による蓄圧器の受熱量及び輻射熱遮熱方法の検討

・シミュレーション等の実施と検証：蓄圧器の受熱量及び散水量をパラメータとしたシミュレーションを実施し、蓄圧器の温度状態を把握する。シミュレーション等の結果から、散水量低減方法の有効性を検証する。

・検討結果を反映した例示基準の改正に資する資料の策定

図 16 に解析モデルの概略図を示す。従来の考え方は、蓄圧器の全面で熱を受けるものだったが、これは過剰な条件だったので、正確な受熱面を基に解析を行った。

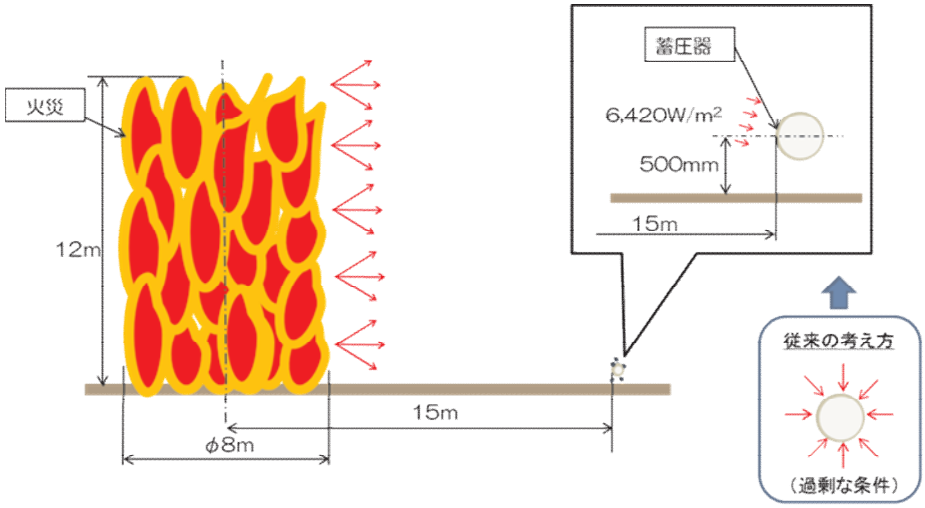


図 16　解析モデルの概略図

実際の水素スタンド蓄圧器の設置状況をもとに、蓄圧器の受熱面積、散水量による蓄圧器温度変化や、輻射熱を有効に遮る方策を講じた場合の温度上昇防止効果等をシミュレーションにより明確化し、散水量低減を可能とするより合理的な例示基準の改正に資する資料を策定した（○）。

図 17 に散水時のイメージを示す。

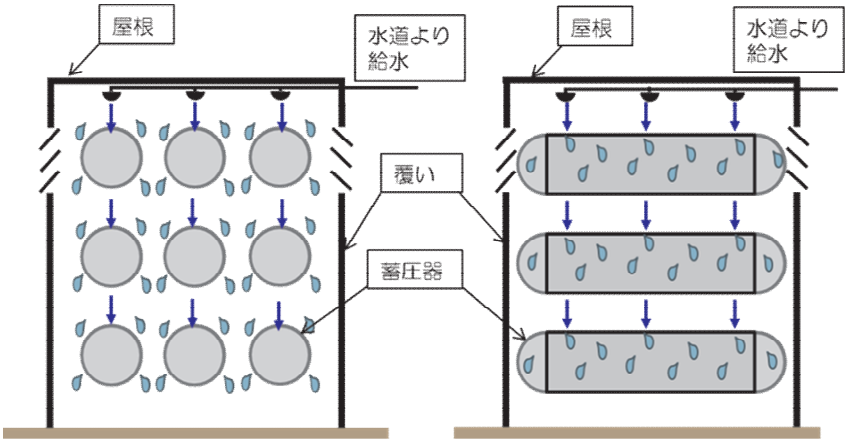


図 17　　散水時のイメージ

(10) 水素スタンドにおけるセルフ充填の許容に関する検討＜JPEC＞

本検討の目標は、海外の事例を調査し、安全性と利便性の確保の観点から、必要な技術的課題を抽出し、対応策を検討する。得られた結果を反映したセルフ充填のガイドライン（案）を策定することである。平成 27 年度下期より検討を開始した。検討フローを図 18 に示す。

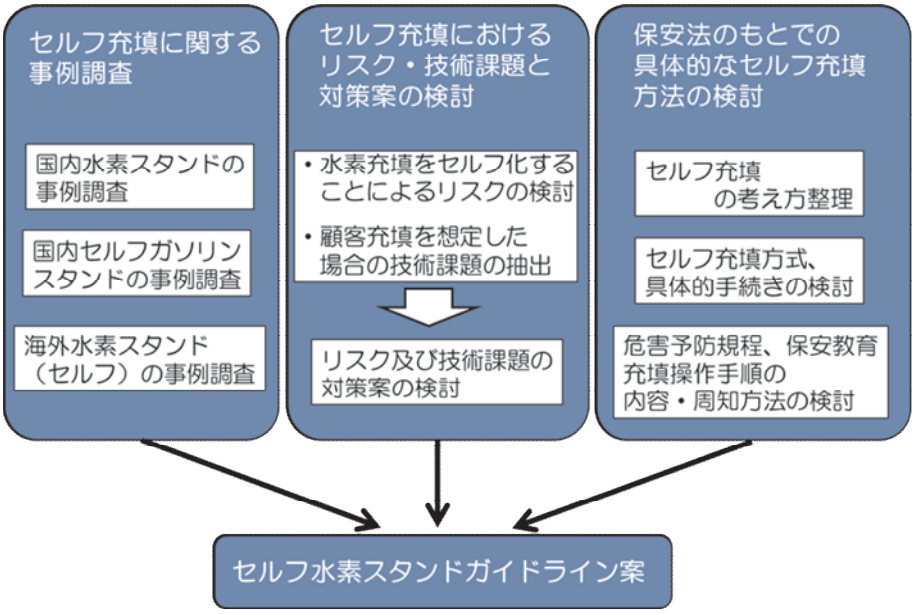


図 18　検討フロー

セルフ充填に関する調査として、国内商用水素スタンドとセルフガソリンスタンドの現状、米国セルフ水素スタンドの事例を調査した。セルフ充填の技術課題と対応策に関して、安全性と利便性の確保の観点から、必要な技術的課題を抽出し、ハード面及びソフト面の対応策を検討した。　表 5 に技術課題と対応策を示す。

表5　技術課題と対応策

項目	対応策
静電気除去装置	対策可否要検討
車載容器の記載事項確認	契約顧客自身による目視確認 （機械的確認方法も妨げない）
充填ホースの損傷防止	圧縮水素ｽﾀﾝﾄﾞ安全技術基準 JPEC-S 0007(2017)に規定済
ノズル落下による損傷防止	ﾊﾞﾗﾝｻｰの設置
ノズル装着の確認	・正しく装着されなければ、充填できない構造のﾉｽﾞﾙを使用する ・嵌合確認のための表示
充填状況表示	対策可否要検討
脱圧の自動化	自動脱圧
顧客とのｺﾐｭﾆｹｰｼｮﾝﾂｰﾙ設置	ｲﾝﾀｰﾎﾝ、監視ｶﾒﾗ等の設置 顧客への周知方法、ﾏﾆｭｱﾙ整備

セルフ充填作業に関して、高圧ガス保安法に則り懸案事項を検討し、充填作業に関する考え方を具体化し、これらの検討結果を基に水素スタンドにおけるセルフ充填のガイドライン（案）を策定した（◯）。(2 月時見込)

(11) 圧縮水素運送自動車用容器の固定方法の追加に関する検討＜JPEC＞

本検討の目標は、圧縮水素運送自動車用容器の固定方法にネックマウント方式を追加するために必要なデータを採取し、技術基準（案）を策定することである。平成 28 年度より検討を開始した。図 19 にトレーラーの低重心化、省スペース化（イメージ）を示す。

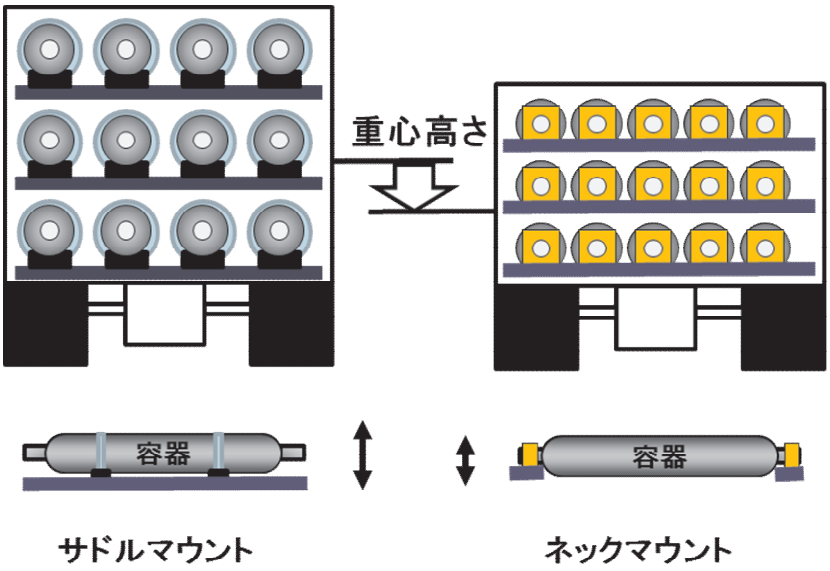


図 19　トレーラーの低重心化、省スペース化（イメージ）

ネックマウントトレーラーに関する情報収集として、海外事故事例を調査し、ネックマウント由来の事故がないことを確認した。

容器の健全性検証試験を実施し、下記データを取得し、容器の健全性が担保できることを確認した。

・定常使用 15 年分の振動を付与（加振）する振動耐久試験を実施した容器に対し、耐圧・破裂試験データ

・非定常（事故時）想定の衝撃を付与する衝撃試験を実施した容器に対し、耐圧・破裂試験データ

・容器固有振動数試験等から容器の疲労破壊の可能性に関するデータ

図 20 に容器の健全性担保検証試験の流れ（例）を示す。ネックマウントトレーラーに関する情報収集、単体フレーム作成・振動耐久試験等の各種データ採取を完了し、技術基準（案）を策定した（○）。(2 月時見込)

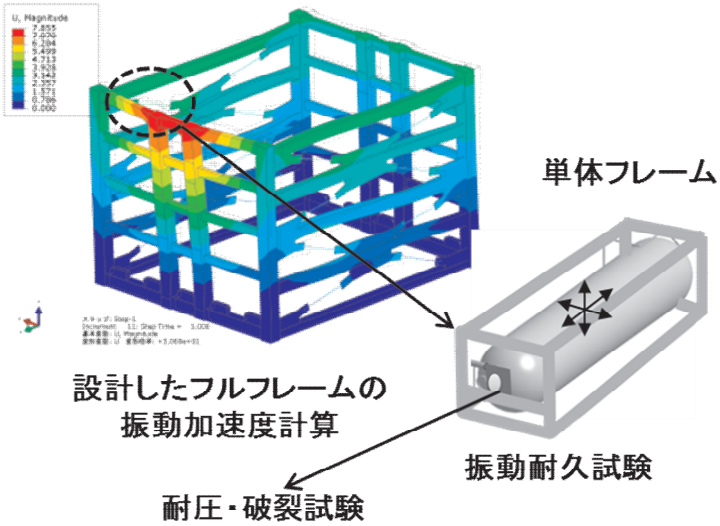


図 20　容器の健全性担保検証試験の流れ（例）

(12) 有機ハイドライドを用いた水素スタンドの基準整備<JPEC、横浜国立大学（再委託）>

本検討の目標は、有機ハイドライド水素供給装置を既存の水素スタンドと同様の用途地域に設置可能とするために必要なリスク評価と安全対策の検討を行い、技術基準（案）等を策定することである。平成 28 年度より検討を開始した。図 21 に有機ハイドライド水素供給のイメージを示す。

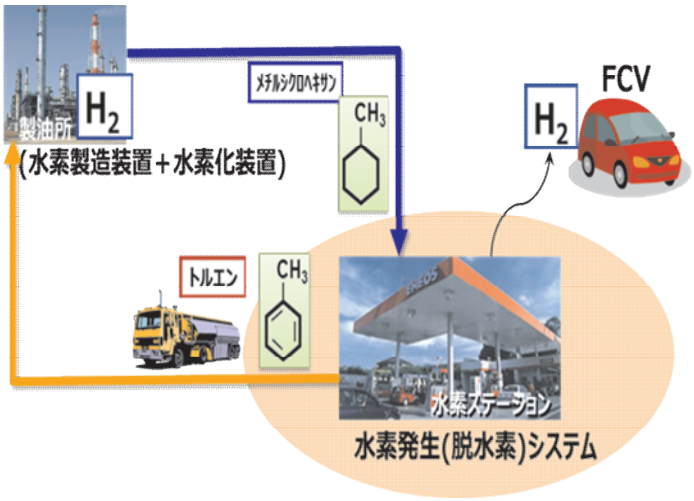


図 21　有機ハイドライド水素供給のイメージ

有機ハイドライドを用いた水素スタンドの関連技術として、有機ハイドライドの技術調査（性状など）ならびに有機ハイドライドを用いた水素スタンド建設に係る関係法規等を調査した。

本調査結果を基にして、有機ハイドライドを用いた水素スタンド設備仕様を調査しモデルフローを作成した。

リスク評価・安全対策の検討として、モデルフローを用いたリスク評価を行い、リスク低減に必要な安全対策を抽出した。更にリスク低減のための安全対策の仕様を検討した。これらの結果を基に技術基準（案）を策定した（〇）。(2 月時見込)

図 22 に有機ハイドライド型水素スタンドのフローを示す。

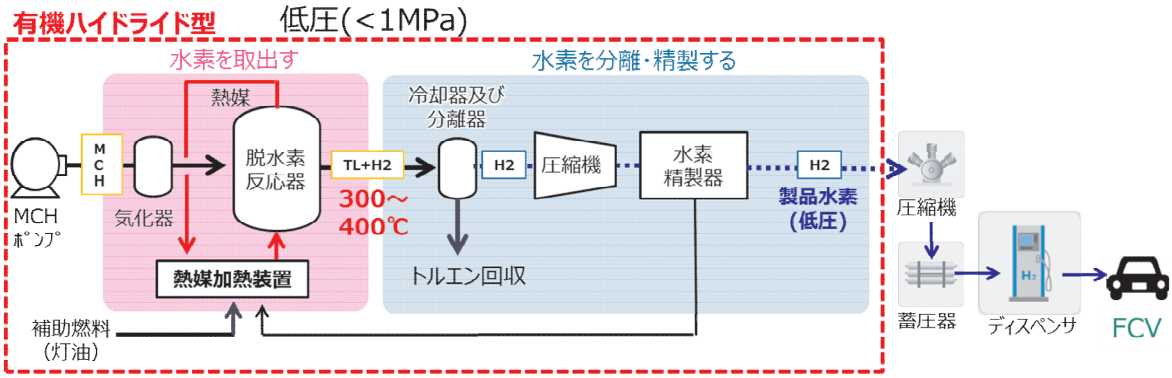


図 22　有機ハイドライド型水素スタンドのフロー

図 23 にリスク評価の流れとその結果に基づく安全対策をまとめた技術基準策定の検討フローを示す。

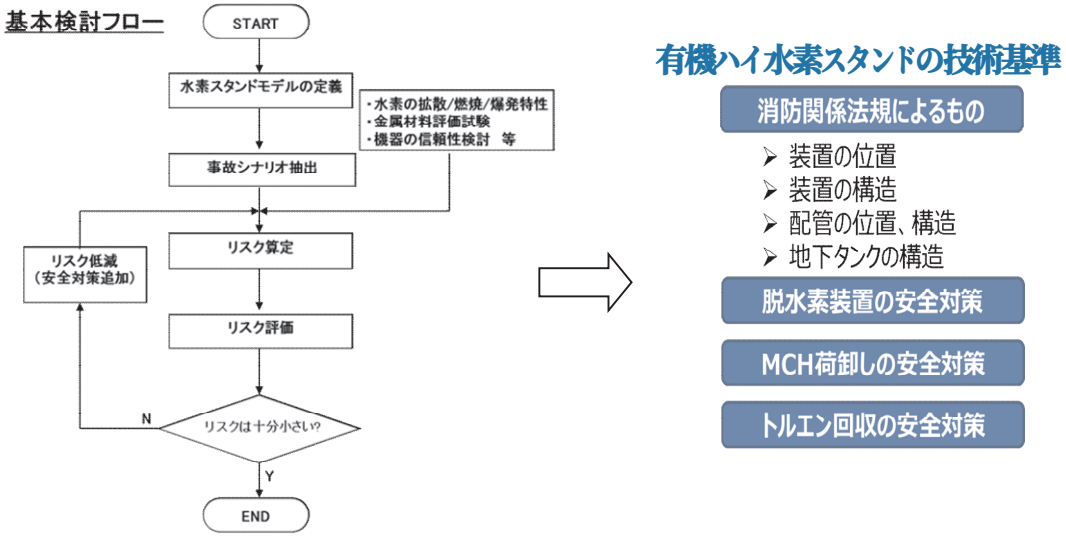


図 23　検討フロー（リスク評価と安全対策、技術基準）

3．2　成果の意義

本研究開発の実施により、一般高圧ガス保安規則等の関連法規の整備及び適正化がなされ、FCV 普及拡大に伴う水素スタンド等の水素インフラ市場の立ち上げ及び普及拡大に向け、水素供給インフラの設置等手続きの簡素化及び設置要件の緩和等が促進される。

これにより水素インフラの普及拡大に寄与することができた。

３．３　開発項目別残課題

本テーマの各開発項目は計画通りに検討を行い、開発目標はすべて達成された。各開発項目の残課題について表６に示す。

表６　成果内容と達成度

開発項目	成果内容（平成30年２月）	残課題
(1)70MPa スタンドの保安検査基準の整備に関する検討　〈JPEC〉	蓄圧器の供用中検査を可能とするため、超音波探傷試験を取り入れた検査方法等をまとめ、保安検査基準（案）等を策定した。	なし (法制化審査対応)
(2)圧縮水素運送自動車用複合容器の安全弁に関する検討　〈JPEC〉	高圧ガス保安法に係る技術基準（案）を策定し、例示基準化が見直された。	なし
(3)水素スタンドの距離規制見直しに関する検討　〈JPEC〉	水素スタンド離隔距離短縮に必要な検討項目を整理し、実験を通じて距離短縮の方策をまとめ、技術基準（案）を策定した。（２月時見込）	なし (法制化審査対応)
(4)-1 公道でのガス欠対応のための充填場所の確保に関する検討（公道充填）<JPEC/日本ｴｱﾘｷｰﾄﾞ〉	公道水素充填を可能にするための課題抽出、安全な設備仕様とその運用方法を確立した。	なし
(4)-2　　同　上 （ディーラー充填）　〈豊田通商〉	超小型水素充填装置の試作と充填実証試験の実施、設備・運用・規制面の課題を整理した。	作業有資格者の確保、充填作業員の教育
(5)圧縮水素輸送自動車用容器の充填時の上限温度の緩和に関する検討 〈JPEC/佐賀大〉	圧縮水素運送自動車用容器の使用上限温度(85℃)以下で使用可能とするための高圧ガス保安法に係る技術基準（案）を策定し、省令が改正された。水素トレーラー車両火災の原因究明及び再発防止対策を検討し、安全対策を提案した。	なし
(6)液体水素による貯蔵・水素スタンド規制・基準の整備に関する検討 〈JIMGA・岩谷産業〉	液化水素を水素源とする圧縮水素スタンドの技術基準（案）を策定した。（２月時見込）	なし (法制化審査対応)
(7) ２種製造設備に相当する水素供給設備の技術基準の整備に関する検討 〈JIMGA〉	第二種製造者の圧縮水素スタンドの技術基準（案）を策定し、省令が改正された。	なし
(9)温度上昇を防止する装置（散水基準）の見直しに関する検討〈JPEC〉	圧縮水素スタンド蓄圧器の散水設備に関し、散水量低減を可能とするより合理的な例示基準の改正に資する資料を策定した。	なし

(10)水素スタンドにおけるセルフ充填の許容に関する検討　〈JPEC〉	海外の事例を調査し、安全性と利便性の確保の観点から、必要な技術的課題を抽出し、対応策を検討する。得られた結果を反映したセルフ充填のガイドライン（案）を策定した。(2 月時見込)	なし (法制化審査対応)
(11)圧縮水素運送自動車用容器の固定方法の追加に関する検討　〈JPEC〉	圧縮水素運送自動車用容器固定方法にネックマウント方式を追加するために必要なデータを採取し技術基準（案）を策定した。（2 月時見込）	なし (法制化審査対応)
(12)有機ハイドライドを用いた水素スタンドの基準整備に関する検討〈JPEC〉	有機ハイドライド水素供給装置を既存の水素スタンドと同様の用途地域に設置可能とするために必要なリスク評価と安全対策の検討を行い、技術基準（案）等を策定した。(2 月時見込)	なし (法制化審査対応)

４．まとめ及び課題、事業化までのシナリオ

水素ステーションの設置・運用等における規制の適正化に関する開発項目は、その目標達成により、水素ステーションの設置要件の緩和を目的とする一般高圧ガス保安規則等の関連法規の整備及び適正化が図られ、FCV 及び水素供給インフラの一般普及を促進する。

５．研究発表・特許等

表 7　研究発表実績

№.	年月日	発表先	題目	発表者
1	2014 年 5 月 9 日	技術情報協会 セミナー	『水素ステーション普及へのロードマップ・規制動向と燃料電池市場の展望』	遠藤 明 (JPEC)
2	2014 年 7 月 4 日	燃料電池実用化推進協議会	『水素ステーション・規制見直しの取組み状況』	遠藤 明 (JPEC)
3	2014 年 12 月 17 日	第 5 回冷凍部会（公開）例会	環境・安全委員会ワーキング『2015 年に向けた水素インフラと安全規制』	小川 敬 (JIMGA)
4	2015 年 5 月 13 日	H27JPEC 技術開発・調査事業成果発表会	『製油所水素のトレーラー輸送等に関する技術課題と検討状況』	森本正史 (JPEC)
5	2015 年 8 月	「ペトロテック」（石油学会）	『水素ステーション整備に向けた規制見直し状況と今後の課題』	川付正明 (JPEC)
6	2015 年 10 月 19 日	ICHS2015	NUMERICAL SIMULATION ON LOW-SPEED HYDROGEN JET DIFFUSION	朝原　誠 (岐阜大)
7	2015 年 12 月 3 日	第 48 回安全工学研究発表会	高圧水素のピンホール漏えいにおける拡散領域の予測	朝原　誠 (岐阜大)
8	2016 年 3 月 14 日	第 1 回環太平洋熱工学会議（PRTEC2016）	Numerical Simulation on Dispersion Process of Unsteady High Pressure Hydrogen Jet Flow	坪井　伸幸 (岐阜大)

9	2016 年 6 月 16 日	第 21 回動力・エネルギー技術シンポジウム	水素-ガソリン併設型スタンドにおける火災発生時の輻射熱計算	黒木太一 (九州大)
10	2016 年 6 月 30 日	International Journal of Hydrogen Energy 41 (2016)	The qualitative risk assessment of an electrolytic hydrogen generation system	笠井　尚哉 (横国大)
11	2016 年 6 月 30 日	第 48 回流体力学講演会	高圧水素噴流の漏えい挙動に関する３次元数値解析	坪井　伸幸 (岐阜大)
12	2016 年 8 月 22 日	水素の燃焼と爆発ワークショップ	高圧水素噴流の非定常性に関する３次元数値解析	坪井　伸幸 (岐阜大)
13	2016 年 8 月 22 日	水素の燃焼と爆発ワークショップ	水素噴流低濃度領域での強制着火による火炎の安全性評価	富樫 憲一 (岐阜大)
14	2016 年 8 月 22 日	水素の燃焼と爆発ワークショップ	Numerical Simulation of Hydrogen Jet Flow with Adaptive Mesh Refinement Method	Tang Xinmeng (岐阜大)
15	2016 年 9 月 20 日	International Symposium on Transport Phenomena	Risk Assessment Study about Fire Outbreaks of Hydrogen Refueling Station with Gas Station	黒木太一 (九州大)
16	2016 年 10 月 22 日	日本機械学会熱工学コンファレンス 2016	水素噴流拡散中での強制着火による火炎の成長・消滅の過程	朝原　誠 (岐阜大)
17	2016 年 11 月 10 日	火薬学会 2016 年度秋季研究発表会	ピンホールからの 82MPa 高圧水素噴流の拡散及び着火特性	岡林 一木 (JPEC)
18	2016 年 11 月 12 日	日本機械学会流体工学部門講演会	高圧水素噴流の拡散過程の３次元数値解析	坪井　伸幸 (岐阜大)
19	2016 年 11 月 23 日	日本燃焼学会第 54 回燃焼シンポジウム	高圧水素噴流の拡散および着火の非定常特性	岡林 一木 (JPEC)
20	2016 年 11 月 23 日	日本燃焼学会第 54 回燃焼シンポジウム	高圧水素噴流の非定常特性が着火に及ぼす影響に関する数値解析	朝原　誠 (岐阜大)
21	2016 年 12 月１日	第 49 回安全工学研究発表会	水素噴流への強制着火により発生する火炎の人体近傍における安全性評価	富樫 憲一 (岐阜大)
22	2017 年 1 月 11 日	米国航空宇宙学会年会 (2017)	Three-dimensional Numerical Simulation on Dispersion Process of Unsteady High Pressure Hydrogen Jet Flow	坪井　伸幸 (岐阜大)
23	2017 年 5 月 10 日	JPEC フォーラム	水素スタンドにおけるセルフ充填に関する検討状況について	河島　義実 (JPEC)
24	2017 年 5 月 10 日	JPEC フォーラム	高圧水素噴流の着火・燃焼挙動の検討（距離規制見直し関係）	小森　雅浩 (JPEC)
25	2017 年 5 月 10 日	JPEC フォーラム	蓄圧器の温度上昇防止対策の検討（散水基準見直し関係）	森本　正史 (JPEC)
26	2017 年 6 月 14 日	日本高圧力技術協会技術セミナー	極低温高圧水素環境における材料強度評価	辻上　博司 (岩谷産業)

27	2017 年 6 月 14 日	JIMGA 総会　産業・医療ガス合同セミナー	水素スタンドプロジェクト進捗状況	相馬　一夫 (JIMGA)
28	2017 年 6 月 29 日	第 49 回流体力学講演会	高圧水素噴流中の強制着火の数値解析：流動特性が火炎成長に及ぼす影響	坪井　伸幸 (岐阜大)
29	2017 年 7 月 1 日	JRCM REPORT	中空試験法による高圧水素の簡便な影響評価法の取り組み状況と今後の課題	緒形　俊夫 (NIMS)
30	2017 年 7 月 5 日	安全工学シンポジウム 2017	ピンホールから漏洩する高圧水素噴流中での強制着火による火炎挙動	朝原　誠 (岐阜大)
31	2017 年 7 月 5 日	安全工学シンポジウム 2017	水素噴流への強制着火により発生する火炎による繊維の燃焼可能性の検討	富樫 憲一 (岐阜大)
32	2017 年 7 月 16 日	ASME 2017 PVP	日本における水素ステーション設備に使用する材料の評価と選定の現状	辻上　博司 (岩谷産業)
33	2017 年 7 月 31 日	日本高圧力技術協会「圧力技術」	液化水素ポンプ昇圧型水素ステーション用高強度材料の水素適合性・低温靱性評価	辻上　博司 (岩谷産業)
34	2017 年 9 月 3 日	日本機械学会	超高圧液化水素のピンホール噴流の拡散挙動	丸　祐介 (JAXA)
35	2017 年 9 月 3 日	日本機械学会	超高圧（84MPa）液化水素の流量計測	小林 弘明 (JAXA)

以上

(I-2)「水素利用技術研究開発事業／燃料電池自動車及び水素供給インフラの国内規制適正化、国際基準調和・国際標準化に関する研究開発／水素ステーション用金属材料の鋼種拡大に関する研究開発」

委託先：（一財）石油エネルギー技術センター、高圧ガス保安協会、（国）九州大学

●成果ｻﾏﾘ（平成25年度～平成29年度）

・汎用材の利用拡大に関し、SUH660、銅合金の例示基準化に繋げた。さらに20MPa以下のNi当量規制除外により、ｸﾛﾓﾘ鋼を含む多鋼種を使用可能とした。
また、低合金鋼の利用拡大に向け、 事前評価申請で認可を受けるのに必要な指針を低合金鋼技術文書としてまとめた。
・超高圧、広温度範囲での利用拡大について、SUS316(高Ni)材を3領域で例示基準化に繋げると共に、 海外規格材の例示基準への取り込み検討を行い、SUH660の温度拡張について基準化に繋げた。また、HRX19など多鋼種をﾃﾞｰﾀﾍﾞｰｽ化して水素ｽﾃｰｼｮﾝ建設に大きく寄与した。また、溶接の安全利用に必要な要件を提示した。

●背景/研究内容・目的

水素ｽﾃｰｼｮﾝに使用する金属材料は、耐水素特性に優れ、かつ安価な鋼種が産業界から求められている。
そこで水素に対して安全・安心を担保し、併せてｺｽﾄ低減を可能とする鋼種拡大のための研究開発を行う。

●研究目標

実施項目	最終目標（H29年度）
①-1 汎用材の利用拡大	汎用材の累計５～８種の研究、評価、使用条件の明確化
①-2 新たなニーズに基づいた汎用鋼種拡大	
②-1 超高圧、広温度範囲での利用拡大	ｽﾃﾝﾚｽ材の累計３～５種、もしくはその他材料の研究、評価、使用条件の明確化
②-2 新たなニーズに基づいた超高圧、広温度範囲の鋼種拡大	

●実施体制及び分担等

- NEDO
  - 石油ｴﾈﾙｷﾞｰ技術ｾﾝﾀｰ 項目①,②
  - 高圧ｶﾞｽ保安協会 項目①,②
  - 九州大学 項目①,②
    - （再委託）物質・材料研究機構
    - （再委託）産業技術総合研究所

●これまでの実施内容／研究成果

①汎用材の利用拡大について、以下の例示基準化、技術文書化を達成した。
・SUH660（1種），銅合金(2種)の例示基準化を達成した。
・20MPa以下域でのNi当量規制を除外する例示基準化を達成した。（ｸﾛﾓﾘ鋼を含む多鋼種の使用可）
・汎用SUS材の使用可能域拡大を研究した。規制見直しまで踏み込める結果とはならなかったが、現行規制の妥当性を実データで検証した。
・低合金鋼の超高圧での特性を研究し、SCM435，SNCM439について利用方策を提言した。
・低合金鋼の利用を更に拡大するため、低合金鋼技術文書を発行した。
②超高圧・広温度範囲での鋼材利用拡大について、以下の例示基準化、ﾃﾞｰﾀﾍﾞｰｽ化を達成した。
・SUS316(高Ni)材の使用可能域拡大の例示基準化を達成した。（高温、低温、超高圧の3種）
・高強度ｽﾃﾝﾚｽ鋼HRX19材の耐水素特性を立証した。
・多鋼種の各種特性をﾃﾞｰﾀﾍﾞｰｽ化して、広く産業界への提供を実施した。
・HRX19材の溶接技術を研究し、溶接の安全利用に必要な要件を提示した。
・海外規格材の例示基準への取込みを実施した。（SUH660温度拡張(1種)）

●今後の課題

・汎用材のニーズへの対応検討。
（新たな水素特性判断基準の検討等）

●実用化の見通し

本事業における実用化とは、水素ステーションでニーズの高い鋼材について、事業者の申請負荷を軽減し、新たな鋼材（＝例示基準化されていない鋼材）を使いやすくすることで、水素ステーションでの利用を促進することである。
例示基準化された鋼材は水素ｽﾃｰｼｮﾝ建設に広く活用され、水素事業推進へ大きく寄与している。

●研究成果まとめ

実施項目	成果内容	自己評価
①-1	・SUH660，銅合金の例示基準化 ・20MPa以下のNi当量規制除外（ｸﾛﾓﾘ鋼を含む多鋼種の使用が可）	◎
①-2	・汎用SUS材の使用可能域拡大研究 ⇒現行規制の妥当性を検証済 ・低合金鋼の超高圧利用方策提言 ・低合金鋼ｶﾞｲﾄﾞﾗｲﾝ作成研究 ⇒技術文書発行	◎
②-1	・SUS316(高Ni)材の使用可能域拡大 ・HRX19の耐水素特性立証 ・ﾃﾞｰﾀﾍﾞｰｽ構築、産業界への提供	◎
②-2	・HRX19の溶接研究 ・海外規格材の例示基準への取込み（SUH660温度拡張，HRX19の基準化に向けた道筋の明確化）	◎

特許出願	論文発表	外部発表	受賞等
0	40	218	1

課題番号：Ⅰ-2

水素利用技術研究開発事業/燃料電池自動車及び水素供給インフラの国内規制適正化、国際基準調和・国際標準化に関する研究開発/

水素ステーション用金属材料の鋼種拡大に関する研究開発

実施者：一般財団法人石油エネルギー技術センター（JPEC）
高圧ガス保安協会（KHK）
国立大学法人九州大学（九大）
（再委託先）国立研究開発法人産業技術総合研究所
（再委託先）国立研究開発法人物質・材料研究機構

1．研究開発概要

本研究では、大別して次の 2 つのサブテーマを実施する。

① 汎用材の水素環境下での利用に関する研究開発

前事業（水素製造･輸送・貯蔵システム等技術開発、H20～H24 年度実施）にて取り組んだ鋼種拡大対象材料は、高度な耐水素性能を有する鋼材であるが、汎用の鋼材ではないため入手性に課題がある。一方、汎用材すなわち当該水素ガス中以外で圧力機器の材料として汎用的に用いられている材料を、水素ガスに対する耐性に応じて最大限使用する手法があれば、水素ステーションの安全と低コスト化を同時に満足する非常に有効な技術となるが、現状のところ確立した技術はない。

そこで、水素系構成機器の使用に応じて検討対象とする鋼材の選定と、水素ガス中での挙動の解明、評価試験方法の確立を行う必要があり、具体的には、水素ステーションのコスト低減に繋がる可能性があって、かつ機能維持に必要な汎用金属材料（例えば、SUS304、SUS310S、SUS316、SUH660、Cr-Mo 鋼、Ni-Cr-Mo 鋼、銅系材料、アルミニウム系材料など）について、水素ガス中での挙動の解明及び評価試験方法の検討を行い、水素の影響を受ける材料の場合は、その評価方法を確立する。

これら検討を通じて、汎用材の使用条件を明確にするとともに、将来の技術基準化に繋がる検討を推進し、汎用材の水素ガス中での利用に関する技術基準の整備に資する資料の検討･作成を行う。

② 超高圧、広温度範囲の材料設計のためのデータベース構築

70MPa 級水素充填設備においては、-40℃以下の低温となるプレクール設備や 200℃程度の高温となる圧縮機で使用できる材料が求められており、使用温度領域での材料評価は必須である。しかし、現状は試験設備の制約等で、十分な材料評価データが得られておらず、設計上適切な温度領域での材料使用ができていない。また、水素曝露を行った金属材料における水素の影響評価についても、十分な検討は行われておらず、圧縮機の信頼性向上のための検討が望まれる。

そこで、プレクール設備や圧縮機の設計等に基づき、材料使用温度及び使用条件を明確にし、使用候補材の選定を行う。次に試験条件や試験方法を検討して、試験設備を整備するとともに試験方法を確立し、水素曝露を含めた水素構造材料データベースの構築と材料使用基準の整理･拡充を行う。

2. 研究開発目標

2.1 目標

最終目標(平成 29 年度)について、業界の鋼種拡大ニーズと研究工程、基準化の工程などを勘案し、**表 1** の通りとした。

表 1　研究目標

実施項目		最終目標（H29 年度）
①-1	汎用材の利用拡大	汎用材の累計５～８種の研究、評価、使用条件の明確化
①-2	新たなニーズに基づいた汎用鋼種拡大	
②-1	超高圧、広温度範囲での利用拡大	ステンレス材の累計３～５種、もしくはその他材料の研究、評価、使用条件の明確化
②-2	新たなニーズに基づいた超高圧、広温度範囲の鋼種拡大	

2.2 実施体制、及び分担

研究の分担を**図 1** に、実施体制を**図 2** に示す。

体制構築に際しては、他の NEDO 事業や、鉄鋼業界など関連業界との情報共有化・連携を密にすることを重視し、オールジャパンの取組み体制を構築した。

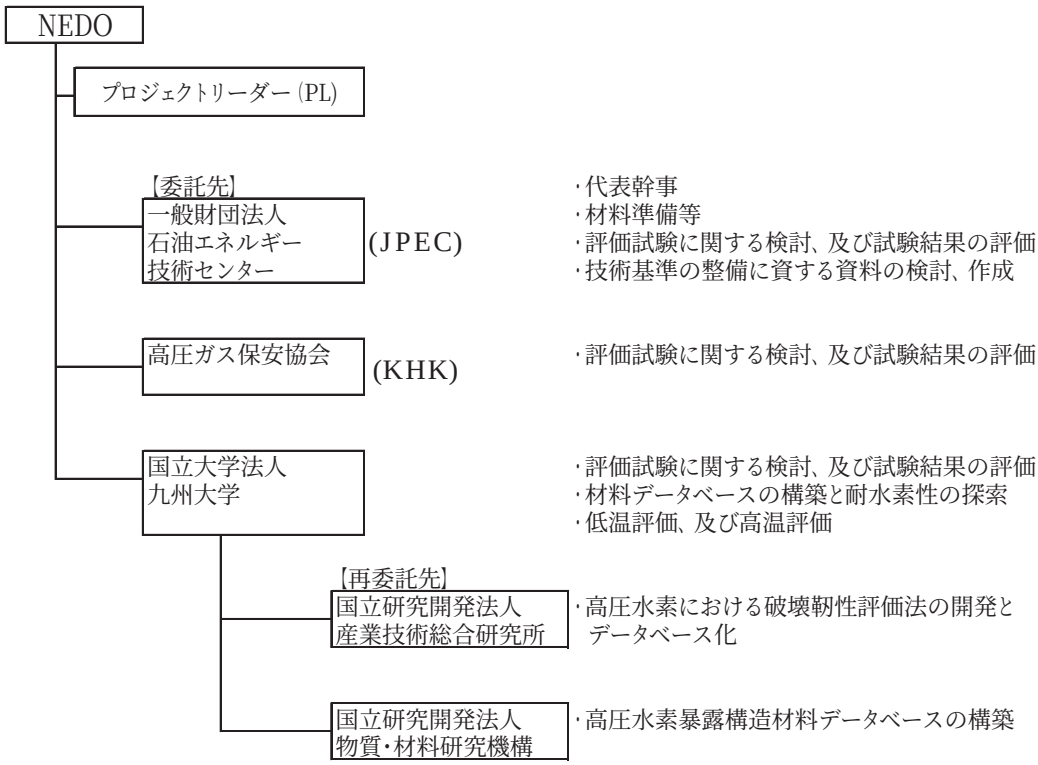


図 1　研究分担

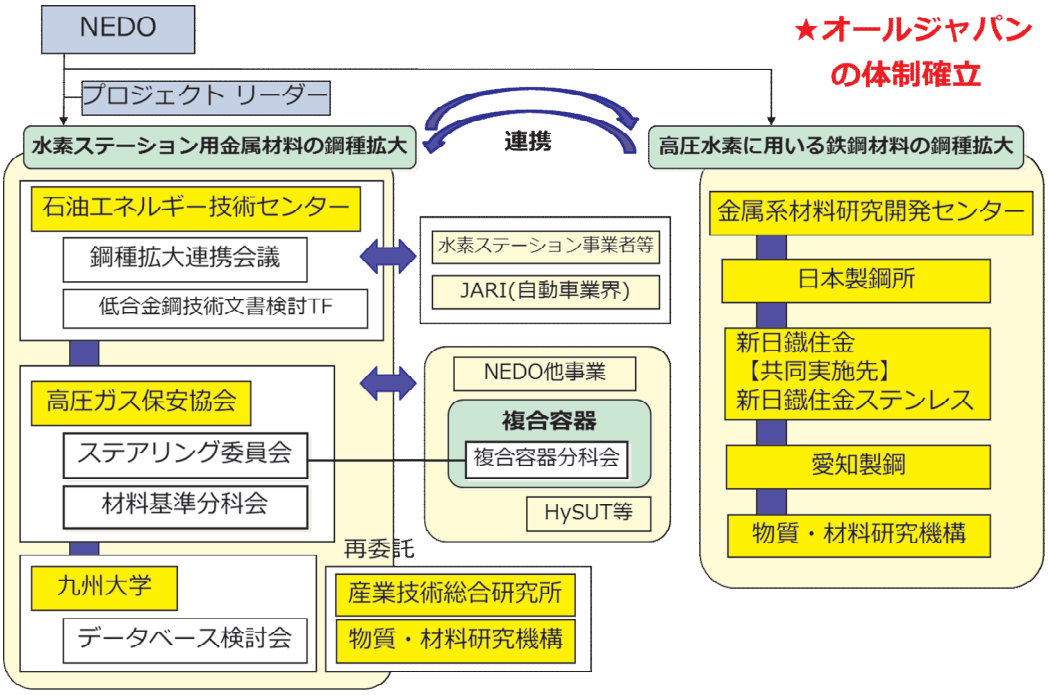


図 2　研究実施体制

3．研究開発成果

3.1 研究開発成果、達成度

最終目標に対する成果の全体像を**表 2** に示す。成果、及び達成度の詳細については以下の項で述べる。

表 2　最終目標に対する成果

実施項目	最終目標（H29 年度）	成果	自己評価
①-1 汎用材の利用拡大	汎用材の累計 5～8 種の研究、評価、使用条件の明確化	・SUH660（**1 種**），銅合金（**2 種**）の例示基準化 ・20MPa 以下の Ni 当量規制除外（ｸﾛﾓﾘ鋼を含む**多鋼種**の使用が可）	◎
①-2 新たなニーズに基づいた汎用鋼種拡大		・汎用 SUS 材の使用可能域拡大研究 ⇒現行規制の妥当性を検証済 ・低合金鋼の超高圧利用方策提言 ・低合金鋼ｶﾞｲﾄﾞﾗｲﾝ作成研究⇒技術文書発行	◎
②-1 超高圧、広温度範囲での利用拡大	ステンレス材の累計 3～5 種、もしくはその他材料の研究、評価、使用条件の明確化	・SUS316(高Ni)材の使用可能域拡大（**3 種**） ・HRX19 の耐水素特性立証（**1 種**） ・ﾃﾞｰﾀﾍﾞｰｽ構築、産業界への提供	◎
②-2 新たなニーズに基づいた超高圧、広温度範囲の鋼種拡大		・HRX19 の溶接研究 ・海外規格材の例示基準への取込み（SUH660 温度拡張基準化（**1 種**），HRX19 の基準化に向けた道筋の明確化）	◎

(1) 汎用材の水素環境下での利用に関する研究開発

①材料試験準備等（JPEC）

研究開発の推進に当たっては、研究開発成果の確実な実用化を図るために、水素ステーションに関わる事業者へのニーズ調査（アンケート，ヒアリング）を行った。調査結果を踏まえ、鋼種拡大の方向性を**図 3** の通り定めた。水素ステーションの建設事例が増えていく中で、コスト減･軽量化･コンパクト化への要望を確認しており、これに伴う溶接技術や高強度材に対する高い関心が見られた。また、事前評価申請要件の明確化や、既に使用可能な材料の使用範囲拡大等、実際の業務から生じるニーズを確認した。

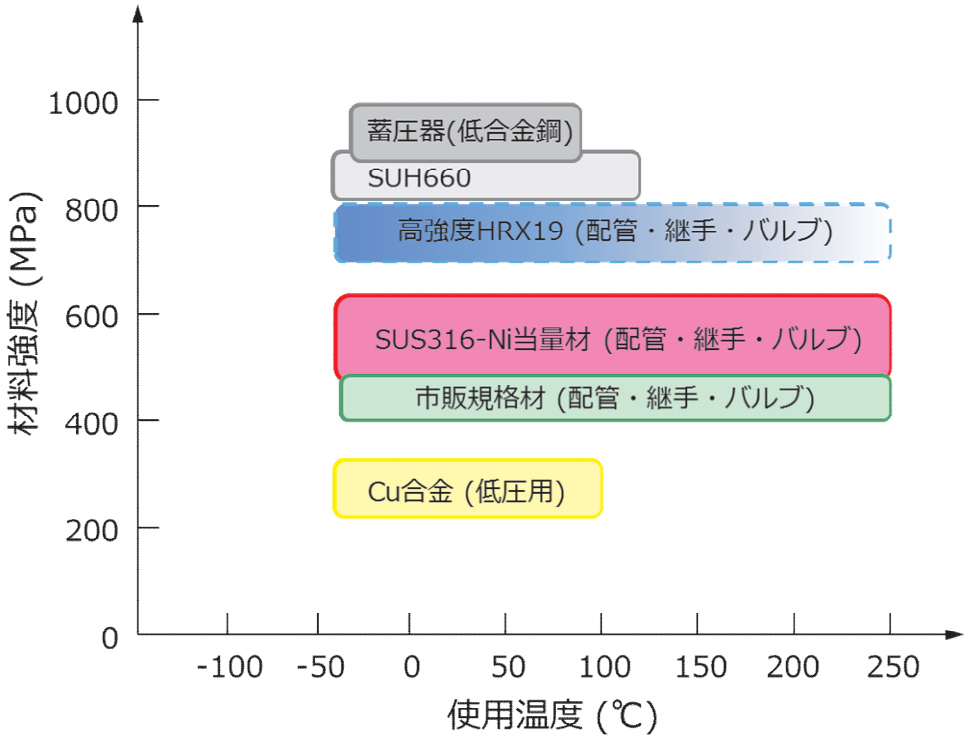


図 3　鋼種拡大の方向性

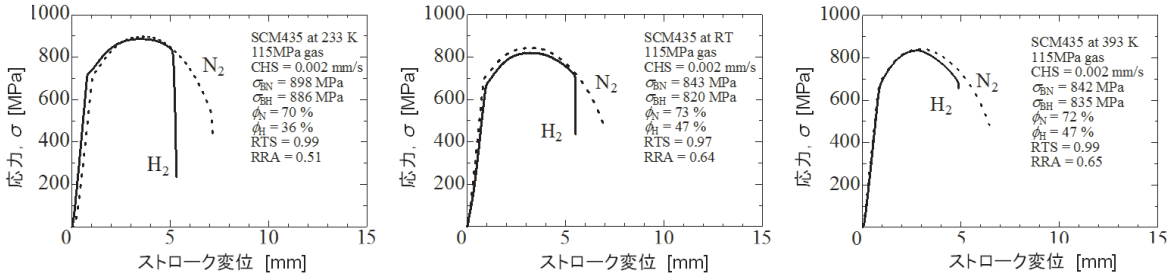
②高圧水素構造材料データベースの構築と耐水素脆性の探索（九大）

a.高圧水素構造材料データベースの構築

SCM435、SNCM439、SUS304、SUS305、SUS316、SUS316L、SUS316(hi-Ni)、SUH660、XM-19 (HRX19)および 6061-T6 について、115～135MPa の水素ガス中で各種強度試験を実施した。XM-19 (HRX19)、SCM435 および SNCM439 については、データベース検討会 (②-d.参照) で検討後、鉄鋼メーカーの協力により素材を調達した。必要に応じて、それらの標準材に加えてロットや化学成分、熱処理条件等の異なる素材についても試験を実施した。**図 4** に、例として SCM435 の諸特性を示す.

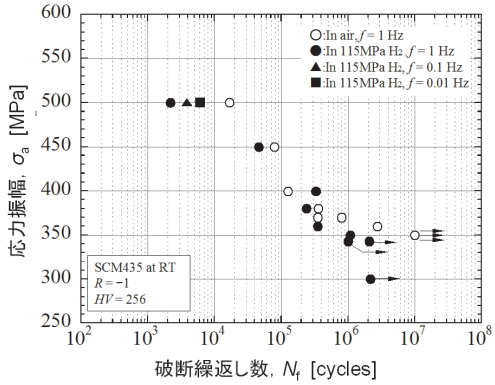
上記の各材について、SSRT 特性、疲労寿命特性、疲労き裂進展特性ならびに水素拡散特性を取得した。その結果をもとに「水素構造材料データベース」を構築し、適時更新しながら国内の機関および企業に提供した。**図 5** に示すように、平成 24 年度にデータ提供を開始して以降、平成 29 年 8 月末時点で、国内の各種機関と国内企業への提供総数は 2,775 件に達した。特に、平成 26 年度以降は、水素ステーション建設の本格化に伴ってインフラ企業への提供が急増した。同データベースは、国内の規制見直し･使用材料拡大作業や水素ステーション設置のための特認取得の基盤として欠かせないものとなっている。

また、高圧水素ガス中の 10^7 回疲労限度の取得に要する時間を 1/20 に短縮できる共振疲労試験機を開発し、115 MPa 水素ガス中で 4 種類の鋼材について**図 6** に示すような *S-N* 線データを取得した。これらに統計的評価法を適用し、疲労限度が 115MPa 水素ガス中で低下しないことを示した。

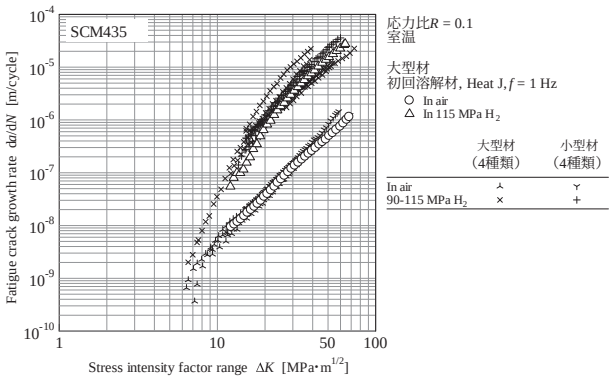


(a-1) −45℃　　(a-2) 室温　　(a-3) 120℃

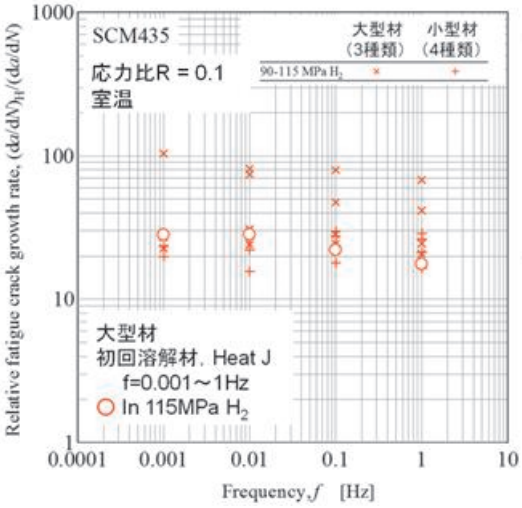
(a) SSRT 特性



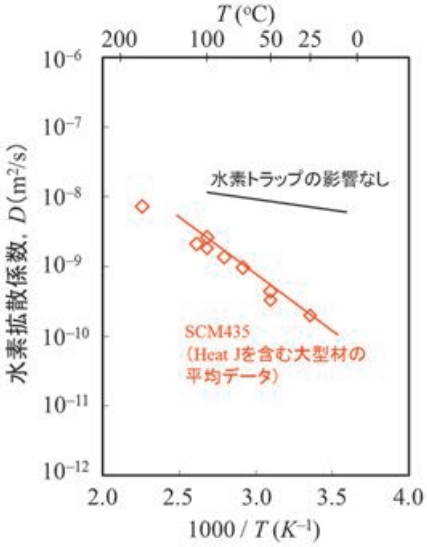
(b) 疲労寿命特性



(c) 疲労き裂進展特性



(d) 相対き裂進展速度と試験周波数の関係



(e) 水素拡散特性

図 4　SCM435 の諸特性

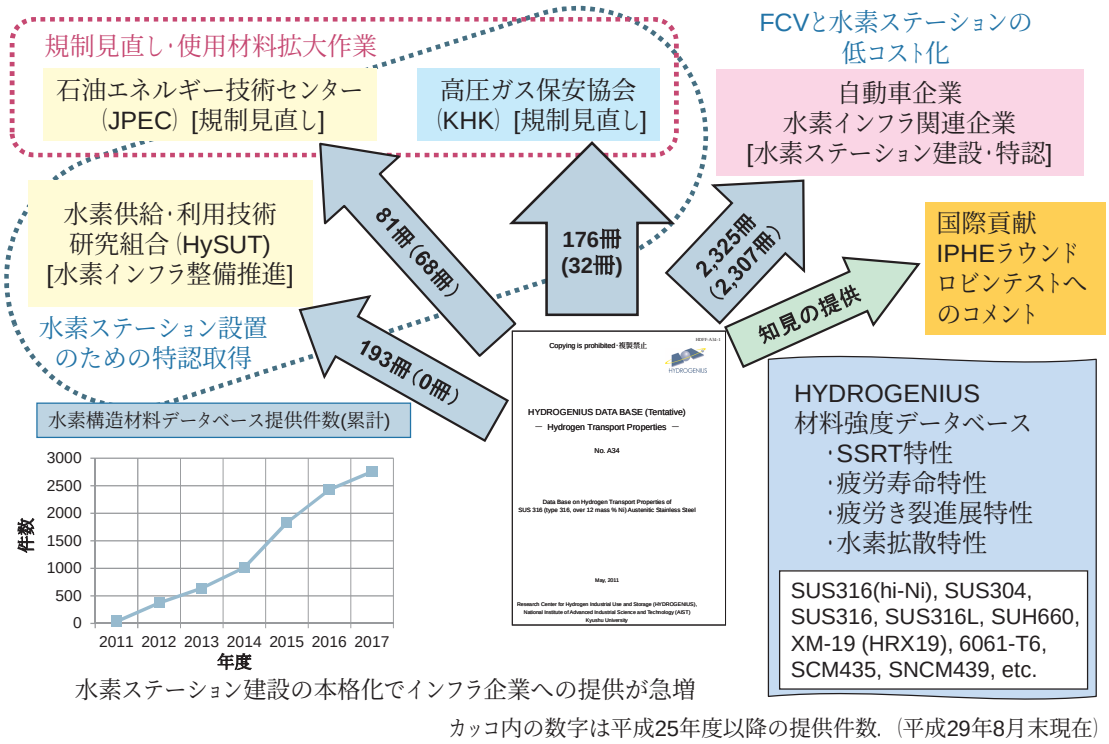
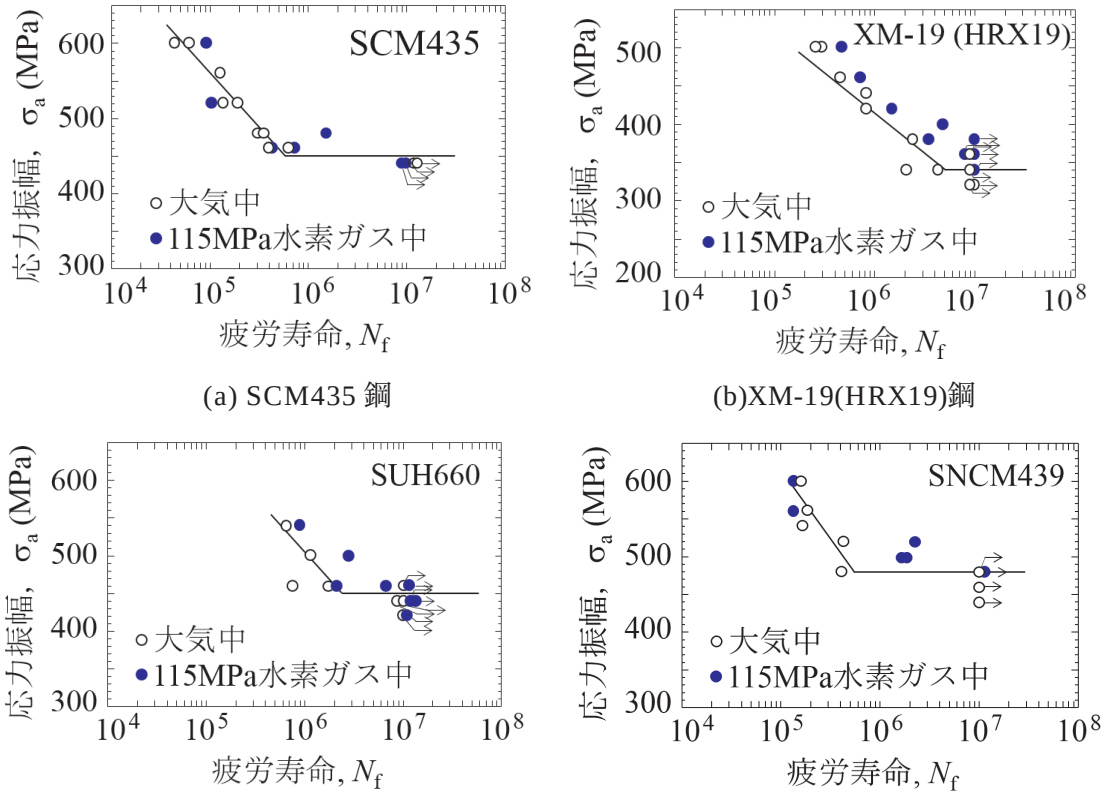


図 5　水素構造材料データベースの構築と提供（平成 29 年 8 月末時点での提供総数：2,775 件、うち平成 25 年度以降（本 NEDO プロジェクト期間中）の提供件数：2,407 件）



(a) SCM435 鋼　(b)XM-19(HRX19)鋼

(c) SUH660 鋼　(d) SNCM439 鋼

図 6　共振疲労試験機により取得した 115 MPa 水素ガス中の *S-N* データ

b.水素脆化メカニズムの解明と有限寿命設計法の検討

低合金鋼などの比較的水素感受性の高い材料を高圧水素ガス中で使用可能するために、「水素ガス環境中において、安全係数の基準となる引張強さが確保され、かつ無限寿命設計の根拠となる疲労限度が低下しない材料は公式による設計で使用可能である」ことを提案した。その妥当性を明らかにするために、115MPa 水素ガス環境中において焼入れ･焼戻し時の試料寸法や熱処理条件が異なる種々の SCM435 と SNCM439 の SSRT 試験を実施し、高圧ガス環境中における微小き裂の発生･進展メカニズムを調査した。その結果、両鋼において、強度レベルや微視組織を適切に調整すれば、−45℃～120℃の温度域において、破壊メカニズム（＝微小き裂の発生･進展）の観点からも引張強さが確保されることが示された。これに、高圧水素ガス中で実施した一連の疲労寿命試験、疲労き裂進展試験および破壊靭性試験から得られた知見を組み合わせることにより、SCM435 と SNCM439 の使用指針として、『厚さ $t \leqq 30$mm、引張強さ $\sigma_B \leqq 900$ MPa を満たす SCM435 ならびに厚さ $t \leqq 60$mm、引張強さ $\sigma_B \leqq 900$ MPa を満たす SNCM439 は、温度が−45℃から 120℃、圧力が 115MPa 以下の水素ガス中で使用できる』ことを提案した。ただし、上記の肉厚制限（$t \leqq 60$mm）と強度レベルの上限（$\sigma_B \leqq 900$ MPa）は、本事業で取得したデータから仮決定したものであり、今後、追加試験や材料開発を行うことで変更していく必要がある。

また、水素ステーションの蓄圧器のように高応力比で繰返し応力の負荷を受ける機器に解析による設計を適用するにあたり、使用履歴の管理に基づく実際の応力負荷条件（部分充填）を反映させることの重要性を指摘した。これに関連して、有限寿命設計（解析による設計）による疲労強度設計事例を示し、その有効性を明らかにした。

さらに、各種オーステナイト系ステンレス鋼、低合金鋼および炭素鋼について、水素ガス中で進展するき裂およびその破面を精緻に観察した。そして、高圧水素ガス中において、SSRT 試験や破壊靭性試験で加速される静的き裂および繰返し荷重下で加速される疲労き裂が、実施者が提案した Hydrogen-induced Successive Crack Growth（HISCG）モデルにしたがい全て同じメカニズムで進展することを明らかにした。すなわち、上記 3 種類のき裂は、水素の影響下ですべりの局在化によってき裂開口を起こさず鋭いままで進展することに伴い加速するものの、ミクロなすべり変形を伴う延性き裂であり、高圧水素ガス中でも安定に成長することが示された。得られた知見を総合して、引張試験において引張強さを確保できない SUS304 や SUS316 などのオーステナイト系ステンレス鋼を高圧水素ガス中で使用可能にするために、『水素ガス中全伸び $\delta_H \geqq 10$ %または水素ガス中絞り $\varphi_H \geqq 10$ %を満たすステンレス鋼 SUS304, SUS316、SUS316L は、温度が－40 ℃から室温、圧力が 115MPa 以下の水素ガス中で使用できる』ことを提案した。ただし、全伸びの制限「$\delta_H \geqq 10$ %」については、SUS304、 SUS316、SUS316L の中で δ_H が最も小さい SUS304 おいて、0.2％耐力が確実に確認できるという条件で、SCM435 の実験結果も参考にして決定した暫定的な値である。したがって、規格や基準で全伸びを採用する場合には、学術的合理性に加えて、現存の基準･規格との整合性なども考慮してその基準値を決定する必要がある。

c.耐水素性の探索

SUS304 相当の価格で製造可能であり、Ni 当量が 20 %以下の新規開発材料である 15Mn 基オーステナイト合金について、疲労き裂進展特性に及ぼす水素の影響を検討した。0.7MPa 水素ガス中で予備試験を行い、本合金が新たな耐水素鋼として有望であることを明らかにした。また、引張強さが 1300～1400 MPa と高強度なベリリウム銅合金の各種強度試験を 115MPa 水素ガス中で実施し、同合金が、これまで報

告されている金属の中で、水素の影響を受けない最も引張強さの高い金属材料であり、かつ高い熱伝導率を有する優れた材料であることを示した。

d.データベース検討会の開催

九州大学で実施する各種試験に用いる素材のサンプリング方法、得られた実験データや研究成果の妥当性について、様々な分野の専門家から意見を集約して事業に生かすことを目的として、インフラメーカーから9名、鉄鋼メーカーから8名、自動車メーカーから8名、および大学から3名を委員として迎え、「九州大学データベース検討会」を設立した。オブザーバ約30名を含めた参加総数約50名の同検討会を年に1回開催した。また、検討会の運営･準備のため、幹事（約10名）から構成される幹事会を年に3回開催した。

③ 高圧水素中における破壊靱性試験法の確立とデータベース化（産総研）

熱処理条件を変えて強度レベルを調整したSCM435を用いて、大気中の破壊靭性値 K_{IC} と水素ガス中の水素誘起き裂進展下限界値 $K_{I,H}$ を求める最適な試験法を検討した。水素ガス中においては、J_{IC} 試験（除荷あり変位増加試験、ASTM E1820）、除荷なし J_{IC} 試験（除荷なし変位増加試験、ASTM E399）、定荷重試験(KD-10)および定変位試験(KD-10)の4種類の試験を行った。**図7**に、得られた結果を示す。大気中の K_{IC} は J_{IC} 試験のみで求まった。一方、115MPa水素ガス中の $K_{I,H}$ は上記の4種類の試験全てで求めることができるが、試験時間と試験片本数の節約の観点から、除荷なし J_{IC} 試験が最適であることを明らかにした。測定手法が異なっても得られた $K_{I,H}$ は良く一致し、また引張強さの増加とともに $K_{I,H}$ は減少する傾向を示した。このようにして広範囲の強度レベルと試験条件のもとで得られた弾塑性破壊靱性試験の結果を、九州大学で実施した115MPa水素ガス中のSSRT試験ならびに疲労き裂進展試験結果と組み合わせることで、②-bで述べたHISCGモデルの構築に貢献した。これにより、水素機器のLBB評価、使用回数制限の理論的根拠が明確となった。

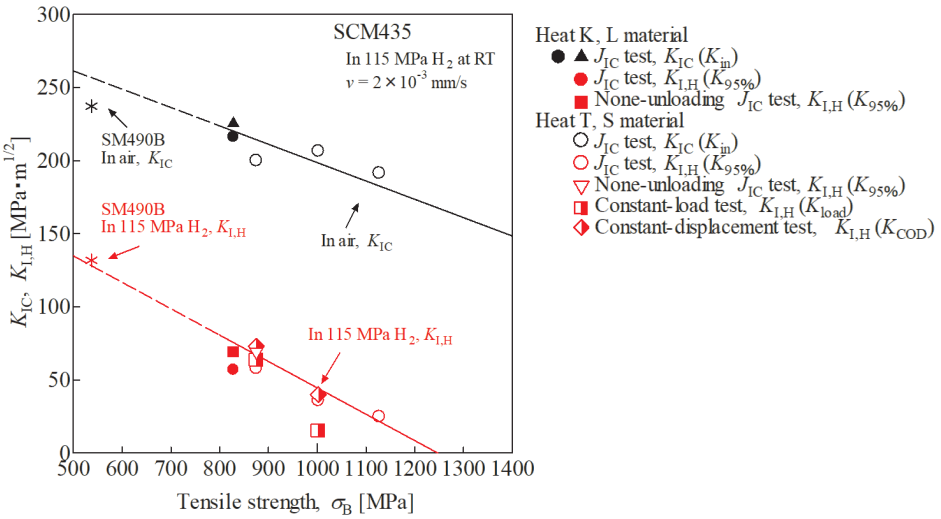


図7 SCM435の大気中における K_{IC} および115MPa水素ガス中 $K_{I,H}$

④ 高圧水素曝露構造材料データベースの構築（物材機構）

九州大学と連携して、高圧水素曝露によって材料中に侵入した内部水素がSSRT特性、疲労特性および疲労き裂進展特性に及ぼす影響をSCM435、SUS304、SUS316LおよびSUH660について調査した。

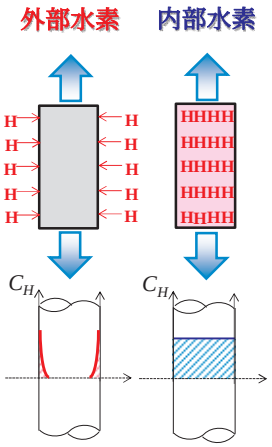
得られた結果を総合して、**表 3** に示すような内部水素試験の適用範囲を提案した。得られた試験結果については、2018 年 2 月までにデータベース化を完了する。

表 3　各材料の外部･内部水素による破壊形態の分類と内部水素試験の適用可能性の提案

鋼種名	SSRT試験	疲労寿命試験	疲労き裂進展試験
Low-Ni_{eq}(SUS304)	○ 外部水素:HIS[2] 内部水素:HIS[2]	○ (内部水素により疲労限上昇) 外部水素:HIS[2] 内部水素:HIS[2]	○ (内部水素でき裂進展加速) 外部水素:HIS[2] 内部水素:HIS[2]
High-Ni_{eq}(SUS316L)	○ 外部水素:D 内部水素:D (ボイドシート)	○ 外部水素:S 内部水素:S	○ 外部水素:S 内部水素:S
High-Ni_{eq}(SUH660)	△ 外部水素:D 内部水素:F	○ 外部水素:S 内部水素:S	○ 外部水素:S 内部水素:S
SCM435	× (内部水素で特性に変化なし) 外部水素:HIS[2] 内部水素:D	× (内部水素で特性に変化なし) 外部水素:HIS[2] 内部水素:S	○ (内部水素でき裂進展加速) 外部水素:HIS[2] 内部水素:HIS[2]

HIS[2]:水素継続すべり破面
D: ディンプル破面
S: ストライエーション (疲労破面の代表)
F: ファセット破面

○: 適用可能→データベース化
△: ある限られた条件のみ適用可
×: 適用不可



⑤評価試験に関する検討、及び試験結果の評価（KHK、九大、JPEC）

高圧ガス保安協会（KHK）、九大、JPEC は、協力して水素環境に対する耐性に応じた汎用材使用の可能性を明らかにするために、材料試験方法や評価指標などを検討した。併せてプレクール装置や圧縮機等の設計を考慮した、超高圧、広温度範囲の評価試験方法を検討した。また、海外での金属材料の使用状況や材料評価方法等に関する調査ならびに、他の NEDO 事業（高圧水素に用いる鉄鋼材料の鋼種拡大に関する研究開発、自動車用圧縮水素容器の基準整備・国際基準調和に関する研究開発）等との連携も行い事業を推進した。

KHK は、「ステアリング委員会」及び「材料基準分科会」を設置し、これら評価試験結果に基づく検討内容に関する審議を行った。開催は各々3 回/年度の頻度で実施した。また JPEC は、「連携会議」を開催し 3 者での課題検討を行うと共に、他の NEDO 事業、インフラ関係者との連携も図った。連携会議の開催は 3～4 回/年度の頻度で実施した。

⑥技術基準の整備に資する資料の検討（JPEC）

a．SUS316（Ni 当量品）

前事業（水素製造･輸送・貯蔵システム等技術開発、H20～H24 年度実施）で実施した水素適合性試験結果を踏まえ、不足していた低温域ならびに高温域のデータを新たに取得し、-45℃～250℃の温度域において、82MPa まで使用可能とする許容範囲の拡大について、一般則例示基準への反映に向け、技術基準の整備に資する資料を作成した。

b．20MPa 以下の圧力域における Ni 当量規制の除外

一般産業用に流通する高圧水素ガス設備において、長期間にわたり十分な安全が確保されている

事実を示すことにより、一般則例示基準への反映に向け、技術基準の整備に資する資料を作成した。

c．SUH660

-45℃～120℃の温度域において良好な水素適合性を示すことを検証し、ステアリング委員会において承認を得た。ただし、高温域での許容引張応力が規定されていないことから、上限温度は 50℃とされた。

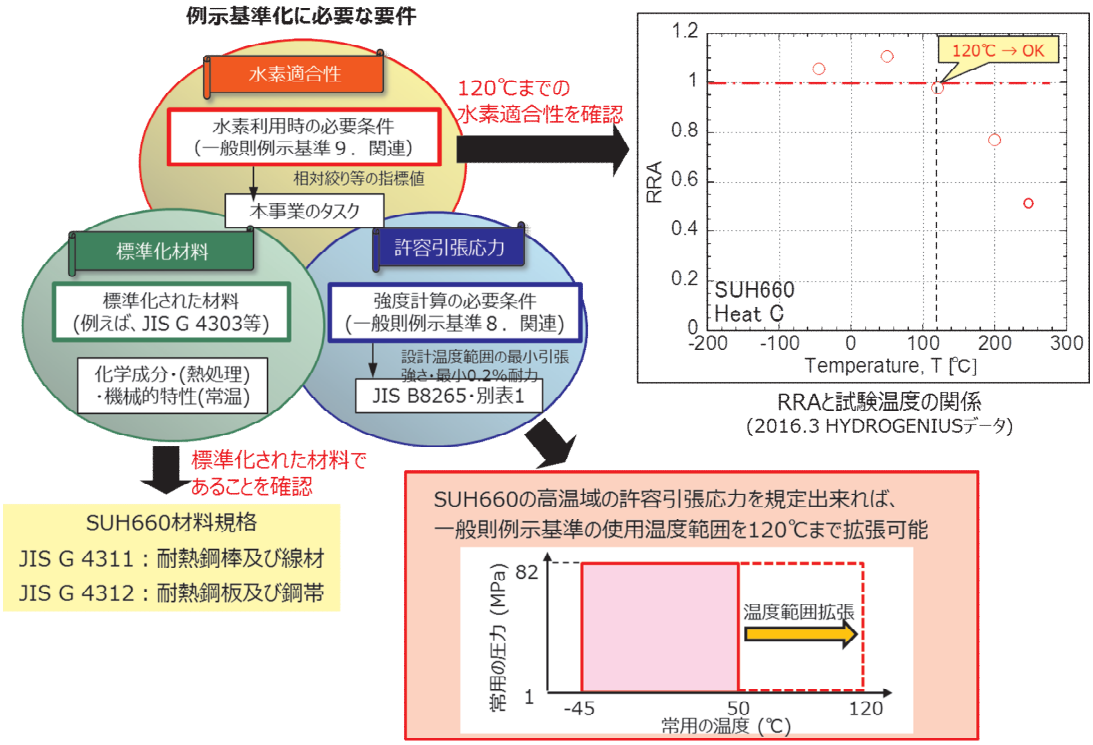


図 8　SUH660 の例示基準化に必要な要件と高温拡張に向けての流れ

その後、許容引張応力設定の根拠になり得る材料を揃えるため、以下の取り組みを行った。

・ASME 規格調査：ASME 1998 Sec. Ⅱ Part D Table 1A に許容引張応力表(安全係数=4)が規定されていることを確認した。

・HPIS での許容引張応力設定：HPI 圧力容器材料規格分科会に、ASME 規格に準拠した許容引張応力表を申請し、承認された。（HPIS C104：安全係数 4）

・JIS B8265 での許容引張応力設定：JIS 圧力容器技術委員会において、HPIS C104 の許容引張応力表が審議され、承認された。その後、平成 28 年 6 月 27 日付けで追補が官報公示された。

このような取り組みの結果、高温域の許容引張応力を規定することができ、120℃までの水素適合性試験結果と合わせて、-45℃~120℃の温度範囲での基準化に資する資料を作成した。

d．銅/黄銅系材料(C3604・C3771)

産総研の研究報告によれば、銅/黄銅系材料は高圧水素中の良好な適合性が報告されていること、また、バルブ工業会の協力を得て 25MPa 以下の圧力域で使用される一般産業用バルブで長期間にわたり十分な使用実績を有していることを示し、一般則例示基準への反映に向け、技術基準の整備に資する資料を作成した。

a～d の取り組みにより一般則例示基準 9.2 が改正され、次の項目が追加された。

- SUS316（Ni 当量品）の使用可能域拡大
  (温度上限：85℃→250℃、温度下限：-40℃→-45℃、圧力上限：70MPa→82MPa）
- 20MPa 以下の Ni 当量規制除外
  (クロモリ鋼を含む多鋼種の使用が可)
- 使用可能な材料に SUH660 を追加（上限温度 50℃） ⇒ その後、温度範囲拡大
  (温度範囲：-45℃～120℃、圧力範囲：82 MPa 以下)
- 使用可能な材料に銅/黄銅系材料(C3604・C3771)を追加
  (温度範囲：-40℃～100℃、圧力範囲：25 MPa 以下)

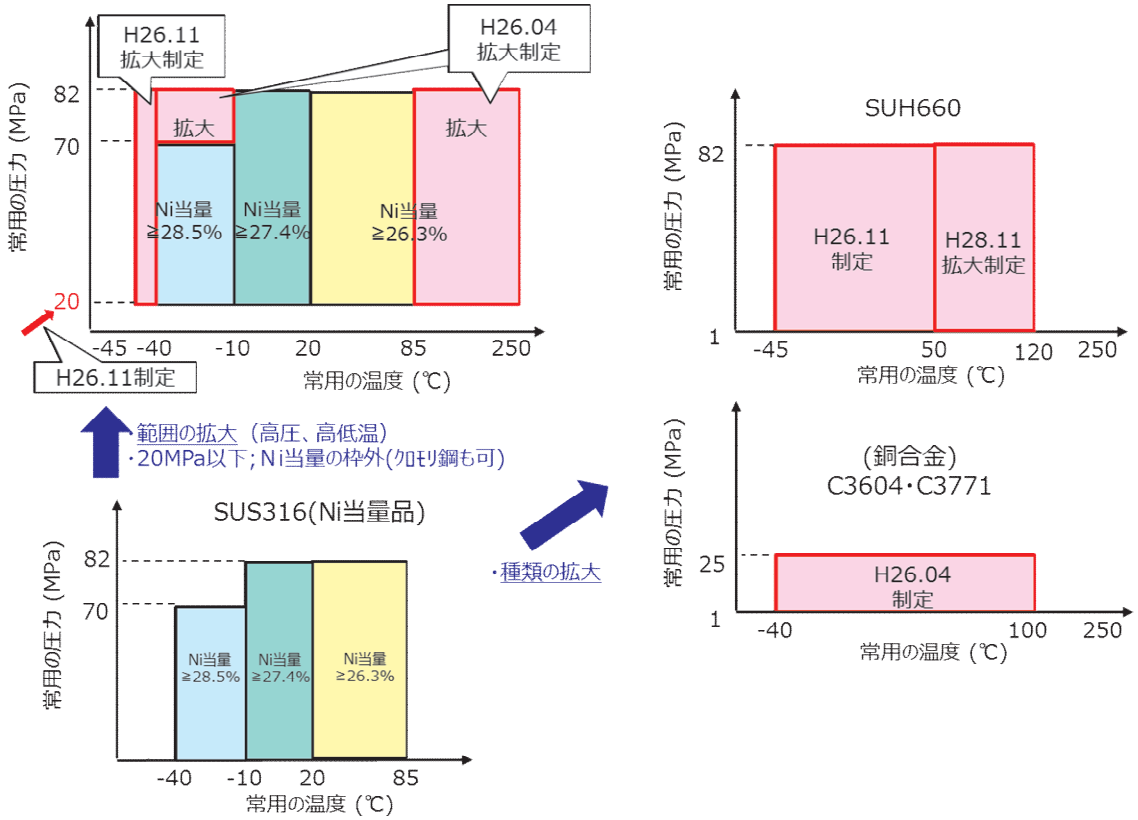


図 9　一般則例示基準化実績

e．汎用 SUS 材の使用可能域拡大研究

SUS316 系の Ni 当量規制合理化の可能性を調べるため、市中流通材について、Ni 当量・加工度・試験片採取位置を変えた場合の耐水素性を調べた（水素圧力 45MPa@-10℃）。その結果、市中流通材の RRA は既存の近似線を上回った。試験結果の下限値も考慮すると、規制合理化の提案までは出来ないが、-10℃における近似線の妥当性を実データで検証することが出来た。既存の近似線は安全側に設定されており妥当であると言える。

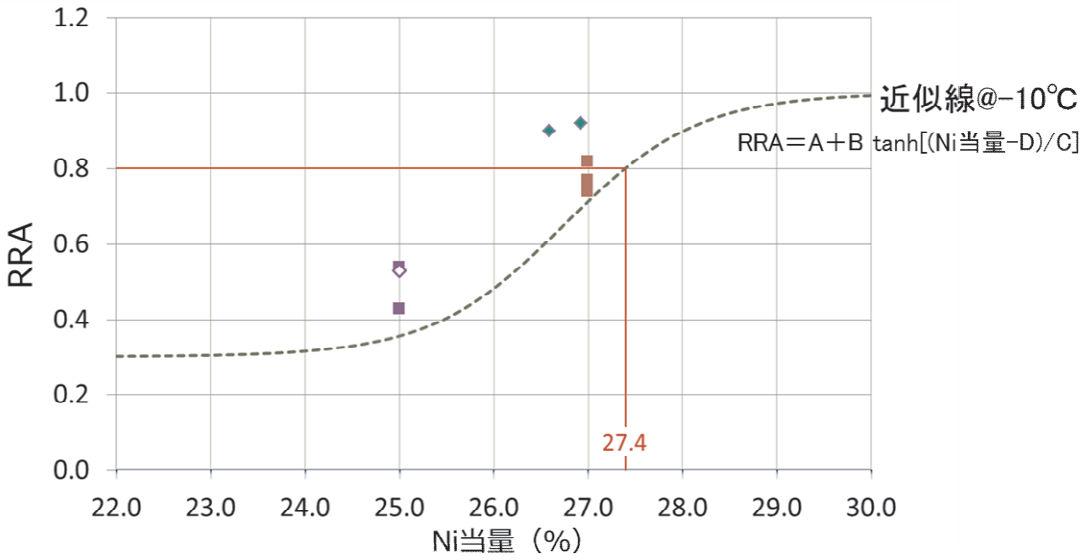


図 10　市中流通材の SSRT 測定結果 (-10℃, 45MPa)

f．低合金鋼ガイドライン作成研究

低合金鋼は高強度で比較的安価だが水素の影響がある材料である。水素適合性について、Ni 当量のような一義的な指標で規定するのが難しい。そこで、事前評価申請で認可を受けるのに必要な指針を低合金鋼技術文書として示すことで、蓄圧器への利用を促進することとした。低合金鋼技術文書の作成に向けて、タスクフォースと分科会を組織し、その運営を通じて技術的内容の精査と充実化を行った。平成 29 年度に低合金鋼技術文書を発行する。

低合金鋼技術文書の構成

1　適用範囲
2　引用規格
3　用語の定義
4　材料
4.1　水素適合性の判定
4.2　製品と同等の材料
　4.2.1　鍛鋼品における「製品と同等の材料」の定義
　4.2.2　継目無鋼管における「製品と同等の材料」の定義
5　設計
5.1　許容引張応力の設定
5.2　硬さ試験
5.3　材料の靭性検証(衝撃試験)
5.4　破裂前漏洩条件の検証
5.5　蓄圧器応力解析
5.6　蓄圧器の累積許容繰返し数の設定(疲労寿命試験による検証)
5.7　設計段階における検査周期の設定
　5.7.1　有害な欠陥の検査方法
　5.7.2　検査周期の設定
　　5.7.2.1　疲労き裂進展の打切点
　　5.7.2.2　疲労き裂進展解析

図 11　低合金鋼技術文書の構成

低合金鋼技術文書の構成を図 11 に示す。このうち、水素適合性の判定については、水素ガス中 SSRT の荷重－変位線図において、最大荷重点を超過することを確認することを骨子としている。水素ガス中 SSRT の事例を図 12 に示す。材料の強度が高すぎる場合、最大荷重点に到達する前に破断する事例がみられる。このように、材料の強度が高くなるほど水素の影響が顕著となる傾向があり、水素影響を小さくするためには適切な強度に調整した材料を用いる必要がある。水素適合性の判定については、このような観点で低合金鋼技術文書に記載した。

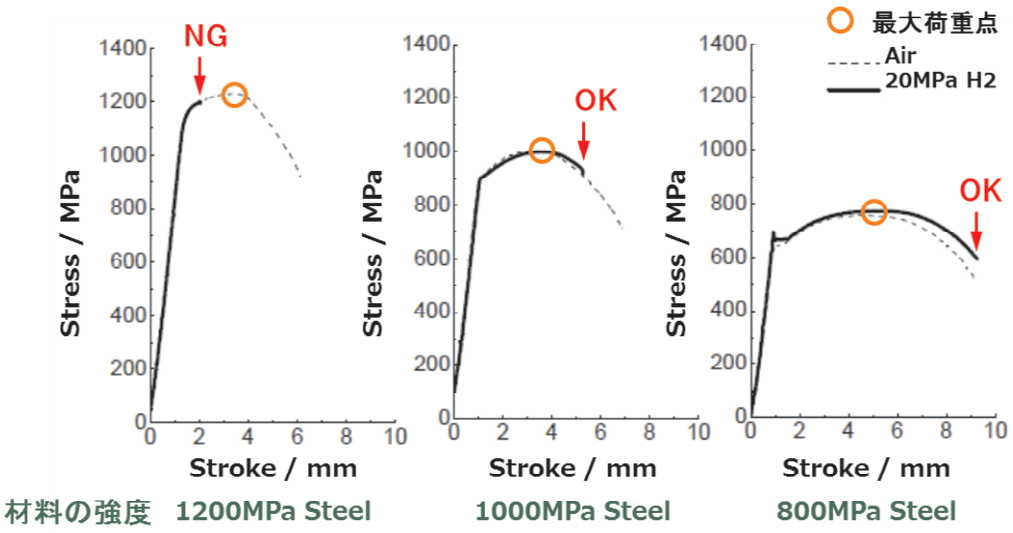


図 12 水素ガス中 SSRT の事例

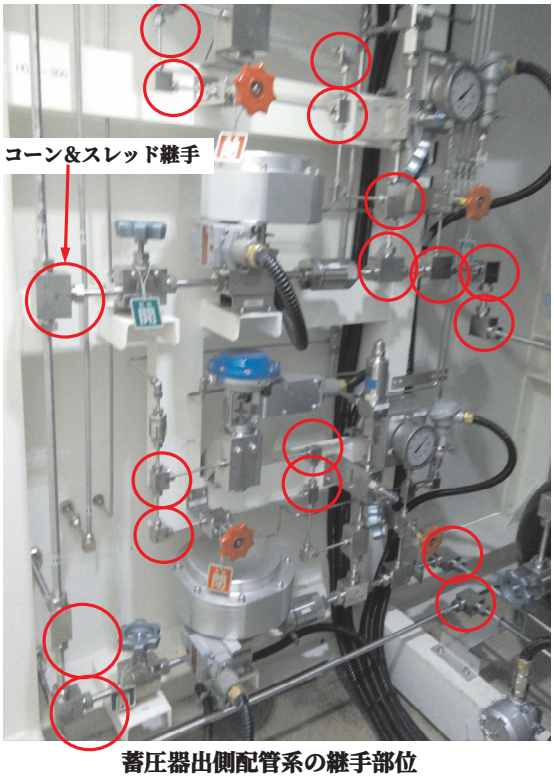
出典： Wada, Y. et al., Proc. 2007 ASME Pressure Vessels and Piping Division Conference (ASME2007) PVP2007-26533

g．HRX19 の溶接研究

商用水素ステーションにおいて、コーン＆スレッド継手からの微小な水素漏洩が頻発しており、事業者にとって多大な負担となっていることを確認した(図 13)。このような課題を解決するため、コーン＆スレッド継手を HRX19 等の溶接継手に代替することを目標とし、高圧水素中で使用する溶接継手の安全要件として次の項目を抽出した。

【安全要件】溶接部の水素適合性・標準化材料・溶接継手強度・溶接健全性　（図 14 参照）

ASME PVP 2017 において国内議論の現状を報告し、高圧水素中で使用する溶接継手の安全使用に関して海外有識者の意見を聴取した。海外有識者の意見や HRX19 溶接の検討結果等を踏まえ、溶接の安全利用に必要な要件を提示した。



＜機械継手の課題＞と＜溶接接手への期待＞

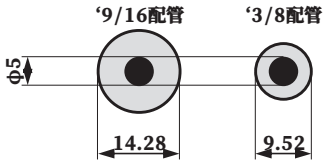
①個数が多い

1ステーションあたり、数百カ所の機械継手

→コスト高の一要因

→溶接により機械継手低減、配管肉厚低減（下図）

→低コスト化の期待



②緩み、漏れの対策

工場組立て後の輸送(振動)時に緩みを生ずる事例あり

→定期的な保守点検が必要（点検費用が必要）

→高信頼性、メンテナンス費用の低減

③施工が難しい

締結作業にスキルが必要（１ヵ所締めると他所が漏れ易く、全体の再作業になりがち）

→施工期間短縮

図 13　機械継手の課題と溶接継手への期待

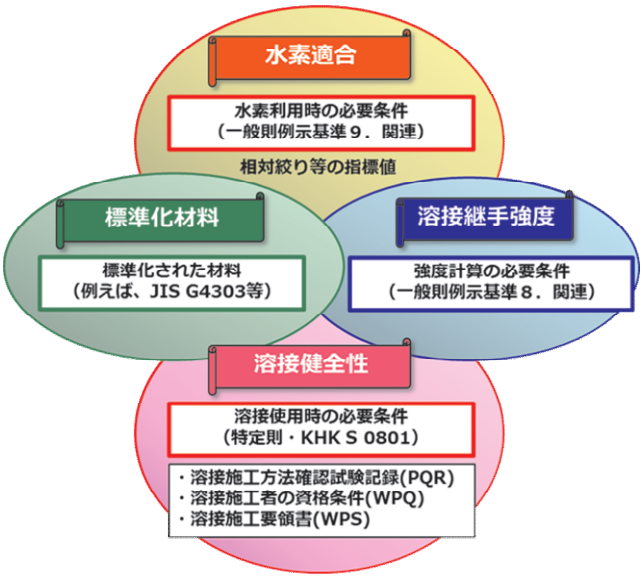


図 14　高圧水素中で使用する溶接継手の安全要件

(2)超高圧、広温度範囲の材料設計のためのデータベース構築

①材料試験準備等（JPEC）

(1) ①　にて前述。

②プレクール設備を想定した低温評価（九大）

高い耐水素性を有する高強度材料として今後の使用拡大が予想される SUS316(Ni>12%)冷間圧延材および SUH660 について、−45℃（106 MPa）の水素ガス中で SSRT 試験を実施した（**図 15**）。いずれにおいても強度･延性の低下が軽微であることを確認した。

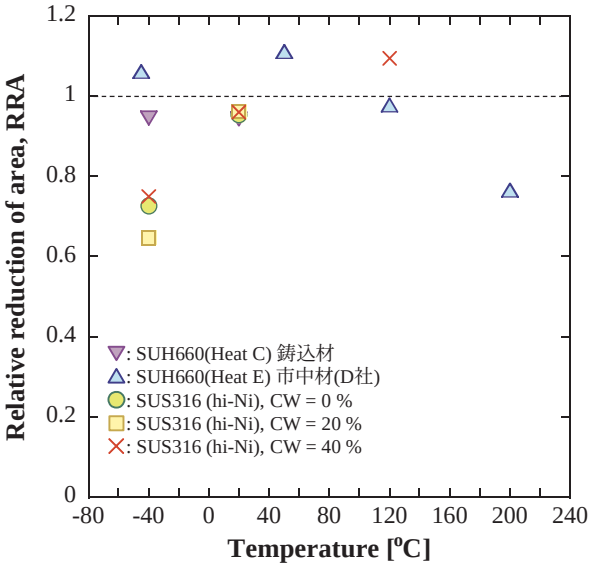


図 15　SUH660 と SUS316(hi-Ni)の試験温度と相対絞り（RRA）の関係

③水素曝露試験を含む圧縮機の吐出を想定した高温評価（九大）

SUS316(Ni>12%)冷間圧延材について、120℃，106 MPa の水素ガス中で SSRT 試験を実施した。また、SUH660 について、120～200℃，106 MPa の水素ガス中で SSRT 試験を実施した。（**図 15**）

上記の試験により、両鋼において、120℃で強度･延性の低下が軽微であることを確認した。

④評価試験に関する検討、及び試験結果の評価（KHK、九大、JPEC）

(1) ⑤　にて前述。

⑤技術基準の整備に資する資料の検討（JPEC）

(1) ⑥　にて前述。

3.2 成果の意義

(1) 汎用材の利用拡大

汎用材の例示基準化を達成したことで、鋼材入手が容易になったこと、及び事前評価申請等の諸手続きが簡素化されたことにより、水素ステーション建設の効率化、コスト低減につながっている。

・SUH660 は、水素充填ノズル、カプラー用として使用され、ステーション毎に事前評価申請の必要がなくなった。

・銅合金(C6061,C7071)は、水素ステーションに水素を受け入れる低圧系バルブ類で、高価な SUS316(Ni 当量品)の代替材料として使用が可能となった。

・20MPa 以下の Ni 当量規制除外で、クロモリ鋼を含む多数鋼種の使用が可能となった。

・低合金鋼技術文書により、事前評価申請で認可を得るために必要な指針を示すことで、蓄圧器への利用促進に繋がった。

(2) 超高圧、広温度範囲での利用拡大

SUS316(Ni 当量品)の超高圧、広温度範囲での例示基準化による利用拡大（ステンレス鋼の利用拡大）により、70MPa 級水素ステーションの超高圧域での水素ステーション建設の効率化、コスト低減につながっている。

・SUS316(Ni 当量品)の例示基準範囲拡大で事前評価申請の負荷が軽減され、一般申請で済む範囲が拡大された。近い将来、87.5MPa 充填が実現した際に対応可能なデータも取得済みである。

・HRX19 の耐水素特性を立証し、実用化を達成した。海外規格材である XM-19 について、HPIS 及び JIS B8265 で許容応力を設定し、国内規格を整備した。

・データベース構築により、広く産業界にデータ提供を行った。詳細基準事前評価や特定案件事前評価（大臣特認）申請に活用されており、水素ステーション普及に貢献している。

・溶接の安全利用に必要な要件を提示し、水素漏洩リスクのない溶接継手の普及促進に向け、事業者に指針を示した。

・SUH660 の許容応力について、ASME 規格を参照して国内規格を整備し、海外規格材の導入に向けての道筋をつけた。

3.3 開発項目別残課題

最終目標を達成した上で、更なる鋼種拡大に取り組み、最終目標を上回る成果を上げてきた。本事業における残課題はない。今後の課題として、SUS316 や SUS304 のような汎用材を使用したいというニーズに対応するため、新たな水素特性判断基準の検討等が求められている。

4．まとめ及び課題、事業化までのシナリオ

4.1 まとめ

表 4 に成果のまとめを示す。

表 4 成果のまとめ

	鋼材等		使用・検討条件等	成果
範囲拡大	ＳＵＳ３１６（Ｎｉ当量品）		－４５℃～２５０℃	**例示基準改正**
			Ｎｉ当量規制合理化	**規制合理化には至らなかったが、現行規制の妥当性を検証**
	ＳＵＨ６６０		－４５℃～５０℃	**例示基準改正**
			温度範囲拡張（～１２０℃）	**例示基準改正**
	ＨＲＸ１９		－４５℃～２５０℃	**基準化に向けた道筋の明確化**
種類拡大	銅合金系		－４０℃～１００℃、２５ＭＰａ以下	**例示基準改正**
	低合金鋼	ＳＣＭ４３５	７０ＭＰａ級蓄圧器	**使用指針と設計指針の提案**
		ＳＮＣＭ４３９		
	汎用鋼（ＳＵＳ，低合金鋼含む）		２０ＭＰａ以下	**例示基準改正**
使い方拡大	許容応力値の海外規格引用		ＳＵＨ６６０の３５０℃までのＡＳＭＥ規格値のＪＩＳへの引用	**JIS B8265改正**
	溶接		ＨＲＸ１９を事例として溶接材の水素適合性を検証	**溶接の安全利用に必要な要件の提示**
	低合金鋼の利用拡大		７０ＭＰａ級蓄圧器	**低合金鋼技術文書発行**

目標に対する達成状況は以下の通り。

①汎用材の利用拡大の目標に対する達成状況
・SUH660（**1 種**），銅合金（**2 種**）の例示基準化
・20MPa 以下の Ni 当量規制除外（ｸﾛﾓﾘ鋼を含む**多鋼種**の使用が可）
・汎用 SUS 材の使用可能域拡大研究⇒現行規制の妥当性を検証済
・低合金鋼の超高圧利用方策提言
・低合金鋼ｶﾞｲﾄﾞﾗｲﾝ作成研究　⇒ 技術文書発行

例示基準化達成数で、8 種を達成した。さらに低合金鋼技術文書発行等、目標数を上回る実用化を達成した。

②超高圧、広温度範囲の利用拡大の目標に対する達成状況
・SUS316(高Ｎｉ)材の使用可能域拡大（3 種）
・HRX19 の耐水素特性立証（1 種）
・ﾃﾞｰﾀﾍﾞｰｽ構築、産業界への提供
・HRX19 の溶接研究
・海外規格材の例示基準への取込み検討
（SUH660 温度拡張基準化（1 種），HRX19 の基準化に向けた道筋の明確化）

例示基準化達成数で、4 種を達成した。さらに HRX19 の耐水素特性立証・溶接実用化等、目標数を上回る実用化を達成した。

4.2 事業化までのシナリオ

本事業における実用化とは、水素ステーションでニーズの高い鋼材について、事業者の申請負荷を軽減し、新たな鋼材（＝例示基準化されていない鋼材）を使いやすくすることで、水素ステーションでの利用を促進することである。

申請方法	内容	イメージ図	本事業での取り組み
一般申請	○例示基準の範囲内	例示基準規定範囲 申請範囲	・新たな鋼材の例示基準化 ・規制合理化の可能性検討
詳細基準事前評価	○例示基準の範囲外に及ぶ場合 申請者が作成した詳細基準が関係規則に定める機能性基準に適合するか否かが判断される。	例示基準規定範囲 申請範囲 詳細基準事前評価	・技術文書化 ・事前評価要求事項の明確化

事業者の申請負荷 小 ↕ 大

図 16　水素ステーションに関わる申請方法と事業者の申請負荷

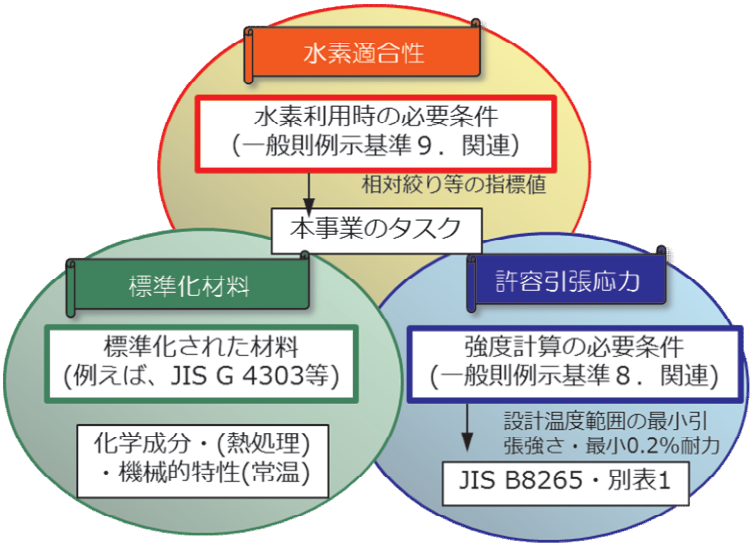


図 17　鋼材の例示基準化に必要な要件

高圧ガス保安法は、平成 8 年の改正により原則性能規定化が行われているが、実際には参考基準であるはずの例示基準が仕様規定における技術基準と同様に扱われているのが現状である。このため例示基準化されていない事項（鋼種を含む）については、都度、事前評価による承認事項となっており、手続きに時間と労力を要している。（産業構造審議会保安分科会 第 8 回高圧ガス小委員会資料より）

業界へのニーズ調査でも、この実情は顕著に表れていて、耐水素特性が明確になった鋼種については、例示基準化を要望する声が非常に大きい。そこで、本事業において例示基準化に向けた取り組みを行った。

図 18 に水素ステーションのコスト構成を示す。鋼種拡大の寄与はほとんどの機器に及ぶものの、コスト的にはいずれも製作・加工費の割合が高く、材料費のみが全体コストへ及ぼす影響は少ない。汎用品化、例示基準化により、材料入手、各種手続きの簡素化、及び利用方法の改善（溶接など）効果が非常に大きい。つまり、新たな鋼材の例示基準化により、申請負荷を軽減することがニーズとなっている。本事業において、例示基準化に資する資料の作成を行っており、このニーズに合致している。

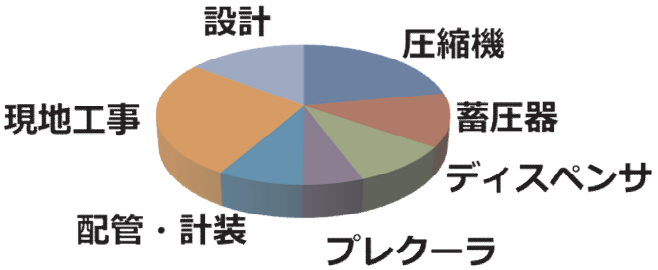


図 18 水素ステーションのコスト構成
出典：NEDO 報告書「製造・輸送・貯蔵システム等技術開発」

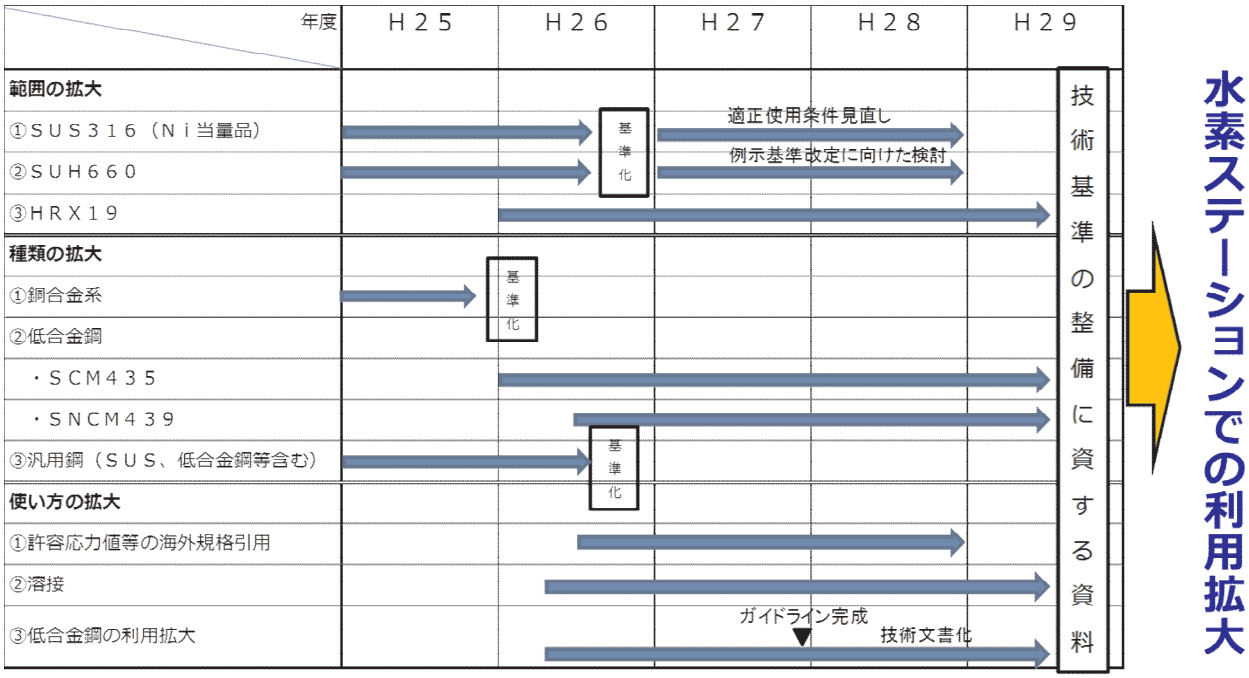


図 19 実用化へのスケジュール

以上述べた通り、ユーザーニーズに基づき、各種鋼材の実用化（例示基準化等）を達成し、水素ステーションでの利用拡大に繋げた。

(I-3)「水素利用技術研究開発事業／燃料電池自動車及び水素供給インフラの国内規制適正化、国際基準調和・国際標準化に関する研究開発／燃料電池自動車及び水素ステーション関連機器向け使用可能鋼材の拡大に関する研究開発」

委託先：(一財)金属系材料研究開発センター、(株)日本製鋼所、新日鐵住金(株)、愛知製鋼(株)、(国研)物質・材料研究機構

●成果ｻﾏﾘ（実施期間　：平成25年度～平成29年度）

・低合金鋼SNCM439を用いて高圧水素中での各種評価試験を実施し、評価方法の検討と影響因子について検討して「低合金鋼技術文書」作成のためのデータ提供を行った。
・HRX19溶接継手はHRX19母材と同等の優れた耐水素脆化特性を有することを確認。また、室温,-40℃において耐水素ガス脆化特性向上にCu,Nは寄与することを確認した。
・高圧水素用SUS305に関して良好な耐水素脆化特性を確認すると共に、C添加がオーステナイト相の安定化に効果があることが判明した。
・簡便な評価法を活用し、低温域の高圧水素環境中の機械的特性を評価し、水素脆化に関する知見を得た。

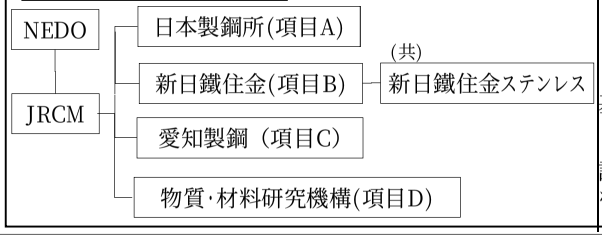
●背景/研究内容・目的

燃料電池自動車及び水素ステーション関連機器向け使用可能鋼材の拡大を目的に材料評価データの取得と使用方法を確立し、鋼材使用の技術基準整備を行う。蓄圧器に適用されるCr-Mo鋼と蓄圧器周辺機器(配管・バルブ等)に適用されるステンレス鋼の高圧水素環境下における強度、靱性、疲労特性等の材料評価データを取得すると共に、水素脆化機構の解明と評価手法の開発により耐水素脆化特性に応じた使用方法の確立を目指す。

●研究目標

実施項目	目標
A.蓄圧器に適用される使用可能鋼材の拡大のための技術開発	低合金鋼の安全利用に資する知見の獲得と蓄圧器製造の基準(技術文書)作成への協力(鋼種拡大事業と連携)
B.高圧水素に用いるステンレス鋼の鋼種拡大と関連評価技術の開発	新規水素用高機能ステンレス鋼の基準・標準化に必要な材料データ採取と溶接等に係わる利用技術データの拡充
C.高圧水素用継手・バルブ向けステンレス鋼の鋼種拡大の研究開発	水素環境下で使用するMoフリーSUS305相当ステンレス鋼の棒鋼・鍛造品の開発による使用可能鋼材の拡大。
D.低温及び高温ガス環境下での材料特性に関する研究	中空試験片を用いた簡便な評価法の確立と各種鉄鋼材料の極低温域までの高圧水素環境中引張特性の取得。

●実施体制及び分担等



●これまでの実施内容／研究成果

(項目A)SNCM439鋼を対象に、水素助長割れ下限界応力拡大係数の評価法、SSRT及び疲労特性に及ぼす非金属介在物の影響に関する検討を行い、得られた知見を「低合金鋼技術文書」に反映した。
(項目B) ①HRX19鋼を対象に各種溶接材料、溶接条件（ガス種類、入熱など）を考慮した溶接継手を作製し、-50℃～300℃の材料特性を取得し、水素脆化感受性が低いことを確認した。②STH-2鋼において、室温,-40℃・高圧水素ガス中の材料特性データを取得し、Cu・N添加は耐水素ガス脆化特性の向上に有効であることを確認した。
(項目C)Moフリーで省資源なSUS305相当ステンレス鋼の棒材および鍛造品を開発し、高圧水素ガス環境下でのSSRT試験、疲労き裂進展試験、低サイクル疲労試験を実施し、良好な水素環境特性を得た。
(項目D)簡便な高圧水素中の材料試験法を活用して、STH2等の共通試験材材料やSUS630等の各種構造用材料の高温及び低温水素環境中の引張特性を評価するとともに高圧水素環境中の脆化に係る知見と基準化・標準化に資するデータを取得した。

●今後の課題

低合金鋼については、取得データや技術文書を活用し、圧縮機等、畜圧器以外の水素環境使用部品への用途展開を図る。

水素環境使用可能鋼材として開発したステンレス鋼(HRX19,STH-2,SUS305相当鋼)については、特性データの拡充と許容応力の取得により基準化を推進する。

中空試験片による水素環境中特性の評価方法については、条件範囲の拡大と外圧試験法との差異の定量的評価を進めて標準化を進め、鋼材普及に貢献する。

●実用化の見通し

低合金鋼の水素環境への適用可能条件を基に水素関連設備への適用を進める。

開発した水素環境用ステンレス鋼は、量産設備で製造した材料をユーザーにて特性評価を推進中であり、今後適用拡大を進める。

●研究成果まとめ

実施項目	成果内容	自己評価
A.蓄圧器に適用される使用可能鋼材の拡大のための技術開発	低合金鋼の水素ガス中の材料特性に及ぼす影響因子を把握。技術文書策定に貢献。	○
B.高圧水素に用いるステンレス鋼の鋼種拡大と関連評価技術の開発	HRX19の溶接継手は母材と同等の優れた耐水素脆化特性を有し、STH-2の耐水素ガス脆化特性向上にCu, Nが有効であることを確認。	○
C.高圧水素用継手・バルブ向けステンレス鋼の鋼種拡大の研究開発	水素環境で使用可能SUS305相当ステンレス鋼を開発し、良好な特性を獲得。	○
D.低温及び高温ガス環境下での材料特性に関する研究	簡便な評価法を活用して低温域の高圧水素環境中の機械的特性を評価。	○

特許願	論文発表	外部発表	受賞等
3	10	76	3

課題番号：I-3

水素利用技術研究開発事業／燃料電池自動車及び水素供給インフラの国内規制適正化、国際基準調和・国際標準化に関する研究開発／

燃料電池自動車及び水素ステーション関連機器向け使用可能鋼材の拡大に関する研究開発

一般財団法人金属系材料研究開発センター
株式会社日本製鋼所
新日鐵住金株式会社
共同実施：新日鐵住金ステンレス株式会社
愛知製鋼株式会社
国立研究開発法人物質・材料研究機構

１．研究開発概要

本研究開発においては、燃料電池自動車及び水素供給インフラの国内規制適正化、国際基準調和・国際標準化に関する研究において必要となる燃料電池自動車及び水素ステーション関連機器向け使用可能鋼材の拡大を目的に、鋼材の材料評価データの取得と使用法の確立の検討を行うと共に、より広い温度範囲の材料評価技術等を確立し、必要なデータを取得して使用するために必要な技術基準の整備につなげるための検討を行った。

特に、主として蓄圧器に適用される使用可能鋼材拡大のための Cr-Mo 鋼を中心とした金属材料の開発を行うとともに、主として蓄圧器周辺機器（配管・ﾊﾞﾙﾌﾞ等）に適用される使用可能鋼材拡大のためのステンレス鋼等を中心とした金属材料の開発の開発を行い、それらの高圧水素下における強度、靱性、疲労特性等の材料評価データを水素脆化機構の解明と評価法の開発を平行して進めながら取得し、その耐水素性に応じた使用方法を確立するための検討を実施した。

２．研究開発目標

2.1 主として蓄圧器に適用される使用可能鋼材拡大のための技術開発

簡便かつ短時間の試験で高圧水素機器の安全性評価が可能となるような評価試験方法を検討し、得られた評価試験結果に対してクライテリアを設けることで粗悪材が使用されることを防ぎ、水素ステーション用材料として安全性を確保する手法について提案を行う。また、機器の安全設計の面からもステーションユーザー、機器のメーカーや大学等の有識者とともに議論し、合理的設計に関する提言を本研究開発に反映させる。

2.2 主として蓄圧器周辺機器(配管、バルブ等)に適用される使用可能鋼材拡大のための技術開発

(1)高圧水素に用いるステンレス鋼の鋼種拡大及び関連評価技術の開発

①高圧水素ガス用材料の高機能化と利用技術拡充

ステンレス鋼に関しては、引張強さは 520MPa 以上(望ましくは 800MPa 以上)、高圧水素ガス環境で水素脆化は軽微で、かつ経済性や製造性に優れる材料を目標とする。水素脆化特性に関して、水素中の引張・疲労特性が SUS316L と同等以上、さらに望ましくは－40℃、圧力 70MPa 以上の水素ガス環境で水素の影響がほとんど無いことを目標とする。冷間加工材に関してはさらに

高強度で、なおかつ同等の水素脆化特性を有することを目標とする。溶接継手に関しても上記と母材と同等の強度で、かつ同等の水素脆化特性を有することを目標とする。

②国際標準化、規制見直しに資する評価試験法の開発

本プロジェクトにて材料特性評価に使用する 45MPa 級および 99MPa 級高圧水素ガス雰囲気下材料試験装置、高圧水素中低ひずみ引張試験装置、内外圧疲労試験装置、高圧水素中小型疲労試験装置による材料評価試験法を確立し、JIS や ASTM 等の材料試験法に関する主要規格との差異、利点、欠点を整理すると共に、これらを勘案した上で、国際標準化、規制見直しに資する評価試験法として提案する。

③高圧水素ガス用材料の金属学的評価

N 添加低 Ni 省 Mo ステンレス鋼(STH2)をはじめとするステンレス鋼において、高圧水素中材料試験材の破面および金属組織の観察・解析を行い、耐水素脆化特性を発現あるいは低下させる金属学的要因を明らかにすることを目標とする。本評価を通じて、高圧水素中材料特性データの信頼性および妥当性を検証し、使用可能鋼材拡大の合金設計に反映するとともに、関係各機関にデータを提供する。

④長期使用水素関連機器の解体調査

プロジェクト期間中に長期使用水素関連機器の調査機会や要望があれば、容器および配管類(液体および高圧水素)を中心に解体調査を実施し、水素中で長期使用したことによる劣化の有無、程度を調査し、関係各機関にデータを提供する。

(2)高圧水素用継手・バルブ向けオーステナイト系ステンレス鋼の鋼種拡大のための研究開発

①Mo レス高圧水素用オーステナイト系ステンレス鋼の開発

燃料電池自動車における高圧水素システム及び、水素ステーションにおける高圧水素用機器の高性能化、軽量化、省資源化によるコスト削減を目的として、高圧水素用継手・バルブ類を対象として、Mo(モリブデン)を含有しないため省資源性に優れる SUS305 相当のオーステナイト系ステンレス鋼を開発し、関係各機関にデータを提供することで高圧水素環境下にて使用できる鋼材種類の拡大に努める。

最終目標として、高圧水素中にて、引張・疲労特性が SUS316L と同等の Mo を含有しない SUS305 相当の高圧水素用オーステナイト系ステンレス鋼の棒鋼・鍛造品を開発する。これにより、高圧水素用機器の素材において、一般例である SUS316L から、より安価な Mo を含有しないステンレス鋼への置き換えを図る。

②高硬度オーステナイト系ステンレス鋼の開発

高圧水素用機器の長寿命化を目的として炭素を添加し硬度を高めたオーステナイト系ステンレス鋼を開発し、関係各機関にデータを提供することで高圧水素環境下にて使用できる鋼材種類の拡大に努める。

最終目標として、炭素を添加し硬度を高めたオーステナイト系ステンレス鋼が、高圧水素中における引張特性が大気中と比較して顕著な低下を示さないことを確認する。これにより、炭素添

加による高硬度化が高圧水素中での延性に及ぼす影響を明らかとし、高圧水素環境下にて使用できる鋼材種類の拡大に向けた、安全・安心に資するデータとする。

③長期間使用水素関連機器の解体調査

長期使用水素関連機器の調査機会に応じて、継手及びバルブ類を中心に解体調査を実施し、水素中で長期使用したことによる劣化の有無、程度を調査し、データを提供する。

(3)低温および高温ガス環境下での材料特性に関する研究

本研究課題では、低温における試験も容易な中空試験片を用いた簡便な高圧水素中の材料試験法を活用して、共通試験材材料の高 Ni 316L と低 Ni 316L、Mn 添加低 Ni 省 Mo ステンレス鋼(STH2)や SCM435 や SUS630 等の各種構造用材料の高温及び低温水素環境中の引張特性を取得し、各温度や圧力で比較検討すると共に、試験中に温度やガスの種類や圧力を変えることで、高圧水素環境中の脆化に係る知見と基準化・標準化に資するデータを取得する。

３．研究開発成果

3.1　研究開発成果、達成度

(1) 主として蓄圧器に適用される使用可能鋼材拡大のための技術開発

①水素ガス中の破壊挙動に関する検討の実施

水素蓄圧器においては、図 1 に示すように非破壊検査で検出可能な初期欠陥を想定したき裂進展評価を行い、供用中検査間隔の目安とされる余寿命評価を行って安全性を確保している。その際には、水素助長割れが顕著になる前に運転を停止するとの考えから水素助長割れ下限界応力拡大係数 K_{IH} を基に限界き裂深さを設定し、更に安全マージンを考慮して許容繰返し回数を決めている。K_{IH} の評価方法としては、き裂進展開始時若しくはき裂進展停止時の特性から評価する方法が提案されている。

蓄圧器用材料の一つである SNCM439 鋼を用いて、水素ガス中での破壊靱性試験（ライジングロード試験）及び ASME KD-10 に準拠した定変位遅れ割れ試験を実施し、K_{IH} を把握した。ライジングロード試験は、1T-C(T)試験片を用いて、大気中及び 90MPa 水素ガス中で、開口変位速度が 0.0002mm/s となるように制御して実施した。大気中及び水素中の荷重-変位曲線を比較し、両曲線の分岐点から K_{IH} を求めた。定変位試験は、1T-WOL 試験片を用いて、酸素量を 1ppm 以下となるように制御したグローブックス内でボルトロードにより荷重を負荷した。初期に負荷する K_I 値は 70～140MPa・$m^{1/2}$ とし、90MPa 高純度水素ガス中に 1000h 保持した。

各試験法により測定した K_{IH} と引張強さの関係を図 2 に示す。T.S.1000MPa 近傍では両測定法による K_{IH} はほぼ同等であるが、T.S.890MPa では測定法による影響が見られ、ライジングロード試験法は定変位試験法に比べて K_{IH} が小さい傾向である。試験方法によって K_{IH} が異なる要因として、定変位試験では進展き裂に生じる残留リガメントや塑性ウェイクの影響が指摘されており、これらの影響はき裂進展量が大きいほど大きくなると推察される。本測定結果を進展き裂長さ Δa と K_{IH} の関係で整理して図 3 に示す。定変位試験結果を Δa=0 に外挿した値はライジングロードの結果と一致する傾向であり、これらをき裂進展に伴う影響を含まない K_{IH} と見なせば、ライジングロード試験と定変位試験は同等の K_{IH} となる可能性が考えられる。

また、試験後の破面観察結果を図 4 に示す。ライジングロード試験では粒界破壊と疑へき開破壊が生じており、水素脆性を示す破面形態であった。定変位試験では、K 値の大きいき裂進展開

始域で擬へき開破壊の割合が多くなる傾向が見られたものの、き裂進展停止域の破壊形態はライジングロード試験とほぼ同じであった。

以上の結果から、水素蓄圧器の K_{IH} の把握においては、1000h 以上かかる定変位遅れ割れ試験ではなく、ライジングロード試験を用いることで評価を簡略化できる可能性が示された。

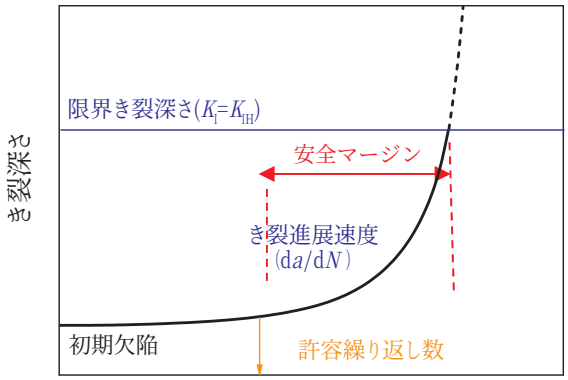


図 1　疲労き裂進展解析の模式図

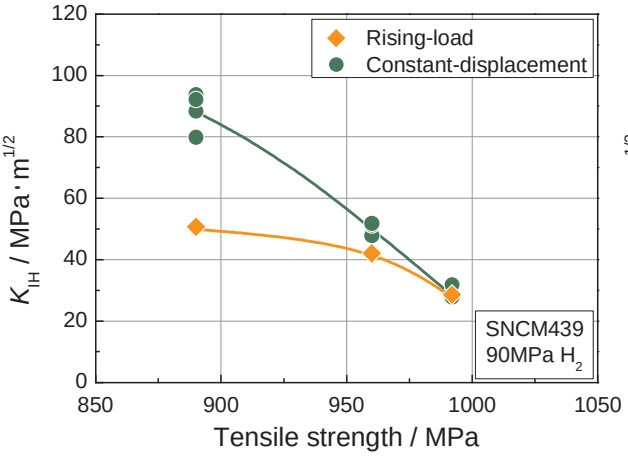


図 2　引張強さと K_{IH} の関係

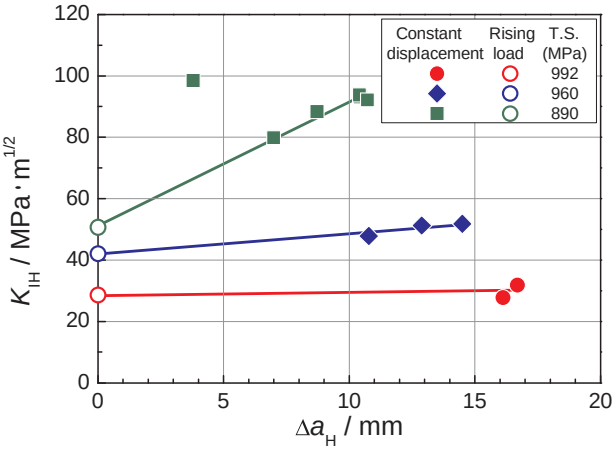
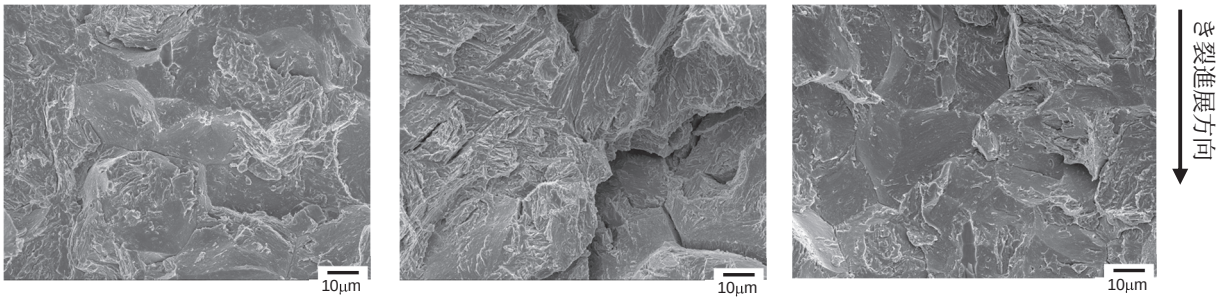


図 3　水素中き裂進展量と K_{IH} の関係



(a) Rising load
(Crack initiation region)

(b) Constant displacement
(Crack initiation region)

(c) Constant displacement
(Crack arrest region)

図 4　破面観察結果

②水素中疲労特性に及ぼす非金属介在物の影響に関する検討の実施

蓄圧器用材料である SNCM439 鋼を用いて、水素ガス中での SSRT 及び疲労強度に及ぼす非金属介在物の影響を検討した。供試材には一般流通材を含めた 4 鋼種を用意し、各素材の化学成分を表 1 に示す。熱処理条件は、850℃油焼入れと焼戻しを施し、強度レベルを引張強さで 850～900MPa に調整した。非金属介在物の測定には 2 通りの手法を用いた。極値統計を用いて推定した試験片中の最大介在物寸法及び、JIS G 0555 点算法により測定した各介在物の面積率を表 2 に示す。脱酸手法や鋼中不純物レベルの違いなど製造方法に起因する違いにより、介在物の大きさや量に違いのあることが確認された。

90MPa 水素ガス中 SSRT 試験結果を図 5 に示す。いずれの材料も最高荷重点を超えてから破断しており、素材 A が最も延性に優れる結果であった。同図には相対絞り（水素中の絞り/大気中の絞り）も併記したが、本試験の範囲内では非金属介在物との相関は明瞭でない。

疲労試験結果を図 6 に示す。なお、縦軸は応力振幅を引張強さで規格化して示している。大気中の結果と NIMS データシート（No.56, SNCM439 鋼）とを比較すると、素材 A,C,D では NIMS データとほぼ同等の疲労限度であるが、素材 B では疲労限度が低下する傾向である。従来からの報告通りに、粗大な非金属介在物が疲労破壊の起点となり、疲労限度が低下したと判断される。

素材 A,C,D については、有限寿命領域で大気中に比べて水素中の疲労寿命が低下する傾向であるが、大気中の疲労限度と水素中の 30 万回疲労強さは同等の傾向である。一方、素材 B に関しては、応力振幅の小さな領域においても水素中で疲労寿命が低下する傾向にあり、非金属介在物起点で発生したき裂が水素により大きく影響を受け疲労寿命の低下をもたらしているものと考えられた。本試験では水素中の試験を 30 万回までとしており、さらに長寿命域における挙動の把握が今後の課題である。

以上の結果から、本試験の範囲においては、水素中の SSRT 特性に極端な低下は認められないことが判った。また、疲労特性に関しては粗大な非金属介在物により疲労限度の低下が認められるものの、大気中の特性を把握することで水素中の特性をある程度推定できる可能性が示唆された。

表 1　化学成分　(mass%)

素材	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
規格	0.36/0.43	0.15/0.35	0.60/0.90	≦0.030	≦0.030	1.60/2.00	0.60/1.00	0.15/0.30
A	0.42	0.22	0.81	0.017	0.002	1.81	0.85	0.26
B	0.40	0.26	0.80	0.005	0.004	1.90	0.84	0.25
C	0.40	0.27	0.80	0.012	0.014	1.74	0.74	0.23
D	0.41	0.26	0.82	0.022	0.010	1.60	0.79	0.15

表 2　非金属介在物の面積率（JIS 0550 点算法）

素材	最大介在物寸法 $\sqrt{area_{max}}$ (μm)	非金属介在物の面積率（%）		
		A系（硫化物・シリケート系）	B系（アルミナ系）	C系（粒状酸化物系）
A	24	0.017	0.000	0.004
B	46	0.013	0.021	0.021
C	19	0.075	0.000	0.075
D	21	0.046	0.000	0.058

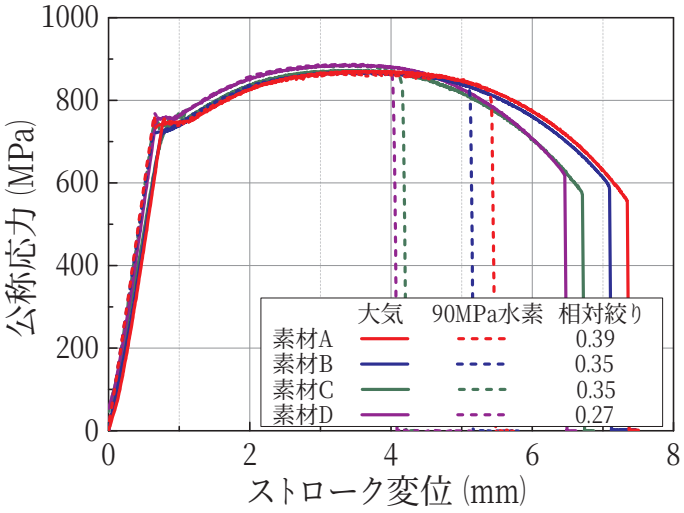


図 5　SSRT 試験結果

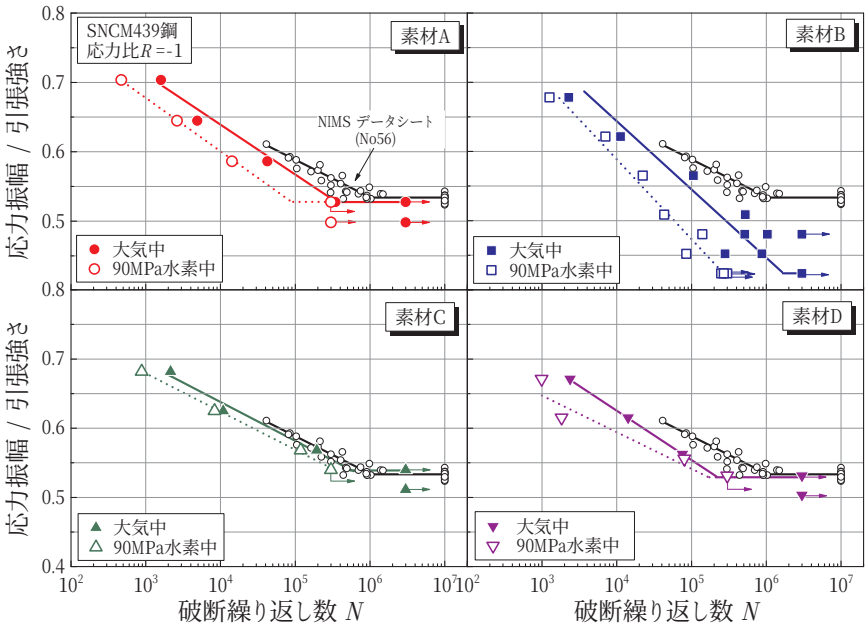


図 6　疲労試験結果

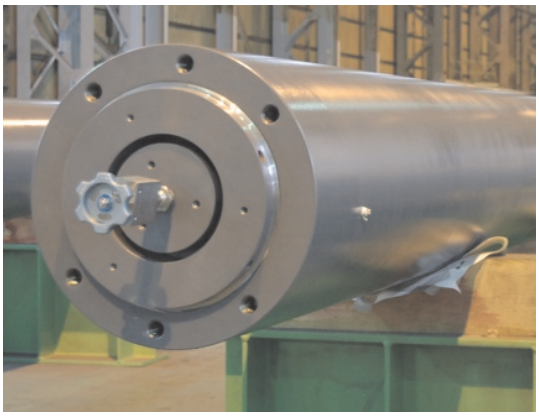
③低合金鋼技術文書作成に向けた取り組み

「水素利用技術研究開発事業／燃料電池自動車及び水素供給インフラの国内規制適正化、国際標準調和・国際標準化に関する研究開発／水素ステーション用金属材料の鋼種拡大に関する研究開発」に参画する石油エネルギー技術センター殿及び九州大学殿らと連携し、Cr-Mo 鋼等を用いた蓄圧器製造の技術文書を作成中である。本技術文書は国内の圧力容器に関する法規、技術基準及び海外の設計規格をベースとして蓄圧器の製造における技術課題を抽出し、これらの課題を整理した構成となっており、低合金技術文書として発行される予定である。

④設計係数低減に関する検討

低合金鋼を用いて超高圧ガス設備に関する基準（KHKS 0220）を適用した設計係数低減水素蓄

圧器を開発した。設計係数を低減することで、耐久性や安全性に影響を及ぼすことが懸念されるが、低合金鋼における水素中データを充実させ、薄肉・軽量化による耐久性への影響を避けるため厳しい検査基準を設け、詳細な解析を実施することで、従来型の特徴である高耐久性や安全性を維持しつつ、重量は 2.9ton と従来型に比べ約 40%の軽量化を達成した(図７)。



(a) 従来型蓄圧器

(b) 軽量化した蓄圧器

図 7　鋼製水素蓄圧器外観

低合金鋼の高圧水素ガス中における評価試験で得られた知見をベースに、従来の規格だけではコントロールしきれない水素に対する影響因子を把握した。その知見を活かし、安全な機器の製造に必要な素材条件及び設計条件を明確にし、低合金鋼技術文書の作成に貢献した（○）。

(2) 高圧水素に用いるステンレス鋼の鋼種拡大および関連評価技術の開発

①高窒素ステンレス鋼 HRX19 の溶接性に関する検討

素材には、開発鋼である HRX19 鋼 (22Cr-12Ni-4.5Mn-2Mo-0.3N) の固溶化熱処理板を用いた。表３に示す溶接材料を用いて自動 TIG 溶接実験を行い、溶接継手の特性を評価した。図８に示す低ひずみ速度引張試験 (Slow Strain Rate Test, SSRT) 用試験片を採取し、常温の 90MPa 水素中ならびに大気中でひずみ速度 $3\times10^{-6}(s^{-1})$で SSRT を行い、水素中の破断伸び・絞りを大気中の破断伸び・絞りと比較した。図９に示す外圧疲労試験片を採取し、常温で外圧疲労試験を行った。内部充填ガスは水素または Ar とし、内圧は 85MPa、外部の水圧をサイクルタイム 20s/cycle で変動させ試験を行った

表３　溶接材料の化学成分 (mass%)

代符	化学成分 (mass%)
309MoL	0.01C-23Cr-14Ni-2Mn-2Mo
309Mo	0.1C-23Cr-14Ni-2Mn-2Mo
308N2	0.07C-21Cr-10Ni-2Mn
317LN	0.001C-20Cr-13Ni-2Mn-3.6Mo

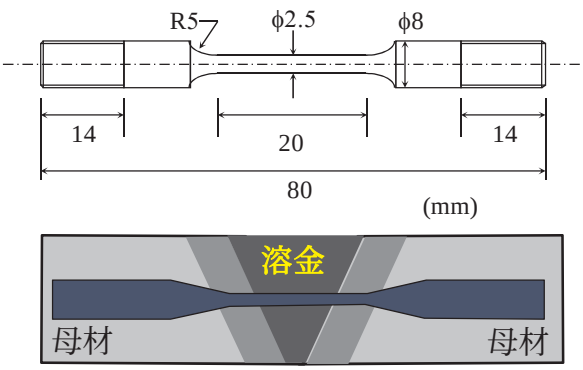


図８　SSRT 試験片

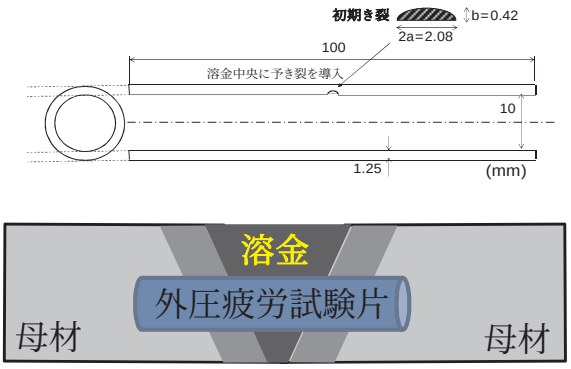


図９　外圧疲労試験片

図 10 に SSRT の結果を示す。今回検討した溶接継手の相対破断伸び(水素中と大気中の破断伸びの比)、相対絞り(水素中と大気中の絞りの比)は 90%以上であり、良好な特性を示した。図 10 の横軸は溶接材料の化学組成で整理しており、実際の溶接金属の化学組成は母材の HRX19 の化学成分(Ni 当量 34)に近づくと推定される。図 11 に外圧疲労試験結果を示す。溶接継手は母材と同程度の疲労特性を示すことが確認された。

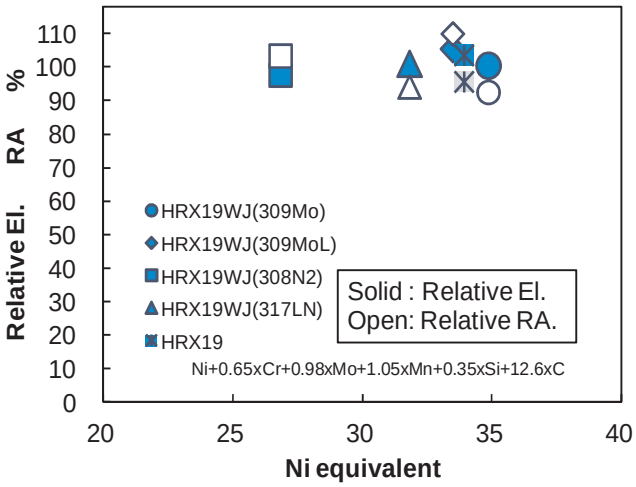


図 10　SSRT の結果

Open：相対破断伸び、Solid：相対絞り

Ni 当量＝Ni＋0.35Cr+0.98Mo＋1.05Mn＋0.35Si+12.6C

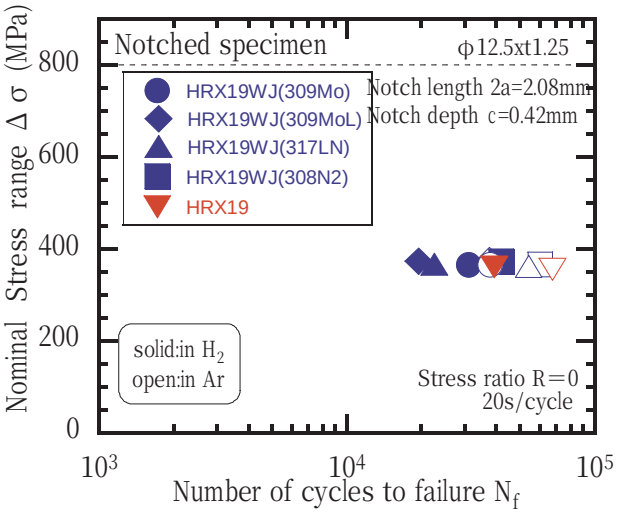


図 11　外圧疲労試験結果

素材には、開発鋼である HRX19 鋼(22Cr-12Ni-4.5Mn-2Mo-0.3N) の固溶化熱処理板を用いた。表３に示す溶接材料を用いて自動 TIG 溶接実験を行い、溶接継手の強度特性を評価した。各種溶接継手の引張強度と溶接金属中の窒素量の関係を図 12 に示す。窒素量と引張強度の相関を議論するため、余盛を削除した試験片を用いて評価している。溶接金属中の窒素量増加に伴い、溶接金属の引張強度は向上した。これより、溶接金属の高強度化には溶接金属中の窒素量を増加させることが有効であることが明らかとなった。オーステナイト系ステンレス鋼の引張強度にはδフェライトの影響も考えられるため，溶接金属中のδフェライト量を比較した結果を図 13 に示す。溶接金属中の窒素量が約 0.15mass%では、いずれの溶接材料を用いた場合でも、5～8%程度のδフェライトを含有しており、同程度の窒素量およびδフェライト量を含有することから、溶接金属の引張強さには窒素以外の固溶元素の影響があると考えられた。

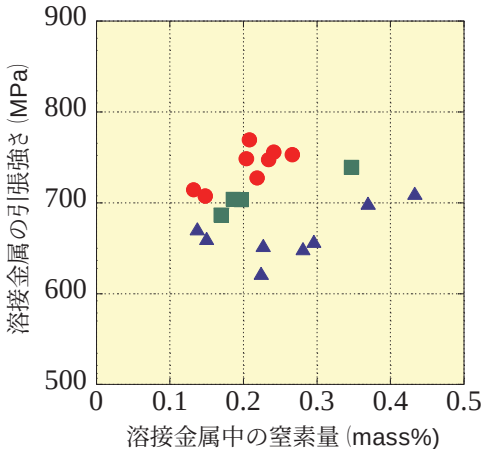


図 12 溶接継手の強度特性

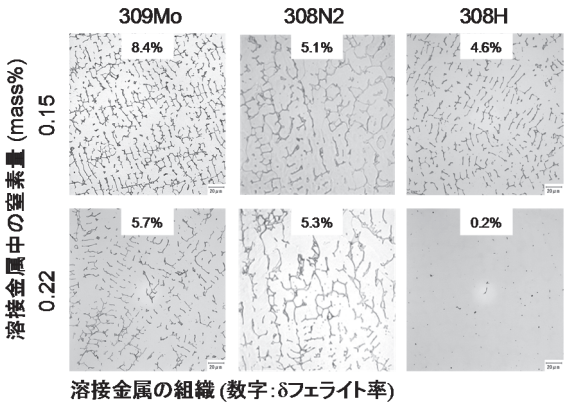


図 13 溶接金属の組織観

素材には、開発鋼である HRX19 鋼(22Cr-12Ni-4.5Mn-2Mo-0.3N)の固溶化熱処理板を用いた。表４に示す溶接材料を用いて、自動 TIG 溶接実験を行い、溶接継手の各種温度域における水素脆化特性を評価した。なお、溶接は多パスにて施工し、シールドガスには Ar に 2%､5%および 8%N_2 ガスを混ぜた混合ガスを用いた。ﾊﾞｯｸｼｰﾙﾄﾞｶﾞｽには Ar を使用し、予熱および後熱処理は実施しなかった。作製した溶接継手鋼板の肉厚中央部より平行部φ2.5 丸棒試験片を採取し、HRX19 溶接継手の水素脆化特性評価に用いた。低ひずみ速度引張試験は、常温 90MPa 水素中、-50℃70MPa 水素中および 300℃85MPa 水素中ならびに同温度の大気中でひずみ速度 $3\times10^{-6}(s^{-1})$で行い、水素中の破断絞りを大気中の値と比較し、水素脆化特性を評価した。

表４ 溶接材料の化学成分(mass%)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	N	Ni 当量**
YS309MoL*	0.010	0.35	1.67			13.9	23.7	2.2			33.5
YS309Mo*	0.11	0.41	2.30	0.008	0.001	13.56	23.40	2.17	0.02	-	34.8

＊JIS Z3321 ＊＊Ni 当量＝Ni＋0.65Cr+0.98Mo＋1.05Mn＋0.35Si+12.6C

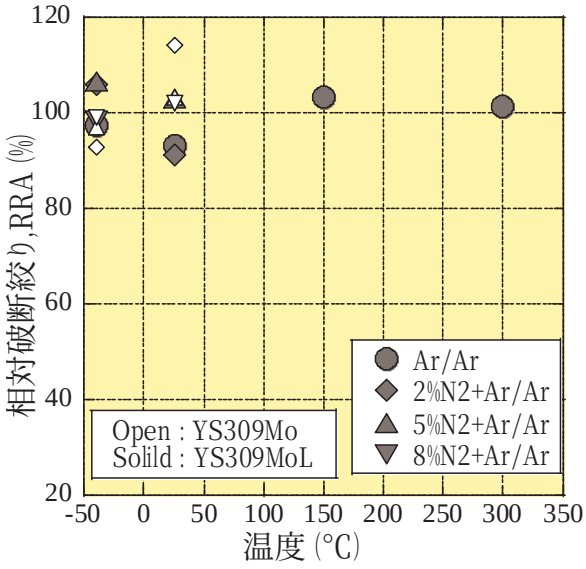


図 14 HRX19 溶接継手の SSRT 結果

図 14 に今回検討した HRX19 溶接継手の各種温度域における SSRT 結果を示す。YS309Mo および YS309MoL を用いた HRX19 溶接継手の相対破断絞り（水素中と大気中の破断絞りの比）はともに 90%以上であり、-50℃から 300℃までの温度領域で良好な特性を示した。

溶接材料を用いない場合の HRX19 溶接継手の安全性を評価するために、ノンフィラー溶接継手の水素特性を評価した。素材には、開発鋼である HRX19 鋼(22Cr-12Ni-4.5Mn-2Mo-0.3N)の固溶化熱処理板を用いた。自動 TIG 溶接実験を行い、ノンフィラー溶接継手の特性を評価した。常温 90MPa 水素中、-40℃70MPa 水素中、ならびに同温度の大気または Ar 中でひずみ速度 3×10^{-6}(s^{-1})で低ひずみ速度引張試験(SSRT)を行い、水素中の破断伸び・絞りを大気・Ar 中の値と比較した。

溶接材料を用いず、シールドガス中の窒素混合率および溶接入熱を変化させ、溶接継手の引張試験を実施した結果を図 15 に示す。試験片は余盛のままの状態で採取した。シールドガス中の窒素混合率が同じ場合、いずれの混合率でも入熱が低い方が引張強さは高強度であった。また、入熱が大きい場合，引張強さは窒素混合率の増加に伴い高くなった。一方で、入熱が低い場合では

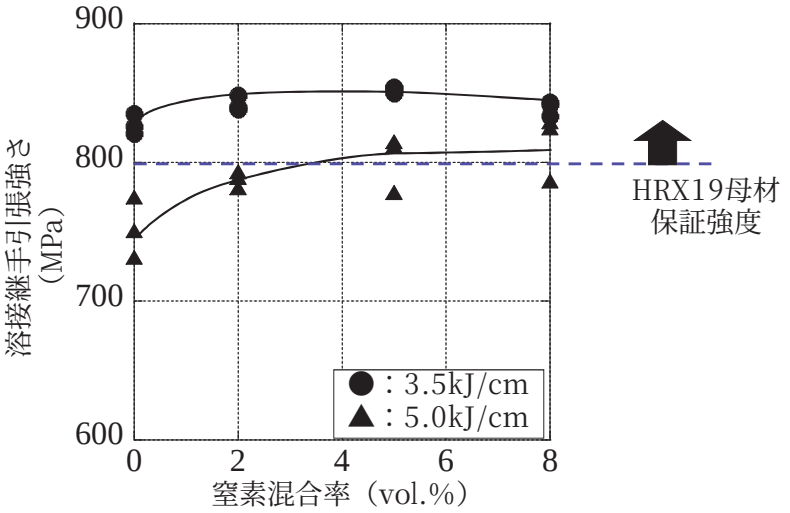


図 15　引張強度に及ぼす窒素混合率の影響

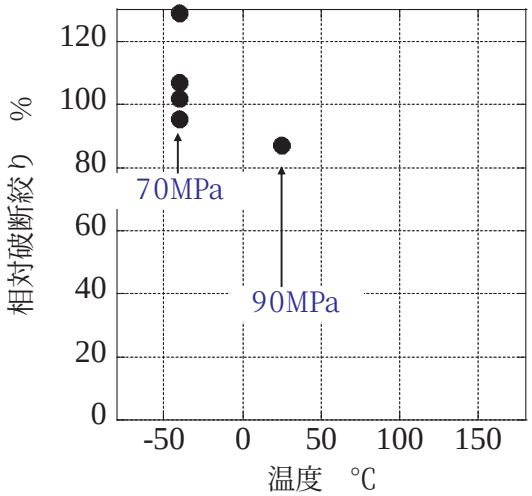
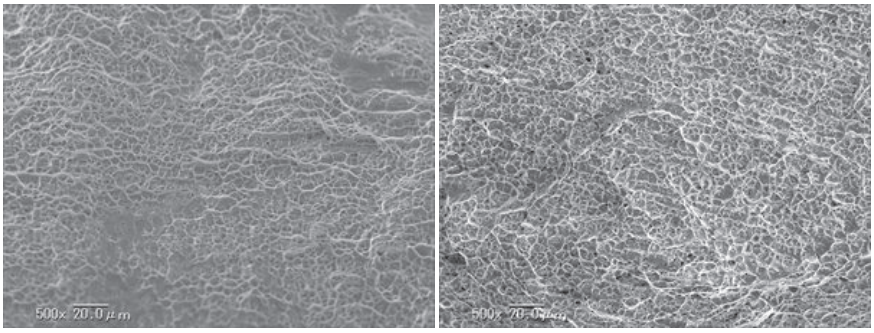


図 16　ノンフィラー溶接継手の SSRT 結果

引張強さは混合率 2vol.%までは大きくなり、その後飽和した。

図 16 にノンフィラー溶接継手の耐水素脆化特性を評価した結果を示す。余盛を切削し溶接部が試験片中央になるように板状試験片を採取した。いずれの溶接継手も相対破断絞り値が高く、優れた耐水素脆化特性を有する。 図 17 に SSRT 後の破面観察結果の一例を示す。水素中、大気中の破面にはディンプルが観察されており、水素中においても延性的な破壊形態を示す。本結果から、溶接ワイヤーを用いない場合においても、HRX19 溶接継手の水素脆化特性は母材同様に優れていることが明らかになった。



70MPaH_2@-40℃　　大気中@-40℃

図 17　SSRT 後破面観察結果

②低 Ni・省 Mo ステンレス鋼 STH2 の溶接性に関する検討

母材には、STH2 の厚さ 15mm の溶体化処理材を用いた。YS309MoL を溶接材料として自動 TIG 溶接実験を行った。溶接継手に対して組織観察を実施した。溶接継手から図８に示す試験片を採取し、-50℃・70MPa 水素中，室温・90MPa 水素中で歪速度 5.0×10^{-5} s^{-1} にて SSRT 試験を行った。

図 18 に STH2 溶接継手の光顕組織例を示す。凝固割れなどの溶接欠陥は確認されなかった。図 19 に SSRT 試験結果を示す。-50℃、室温ともに母材と同様に水素による絞りの低下は確認されなかった。

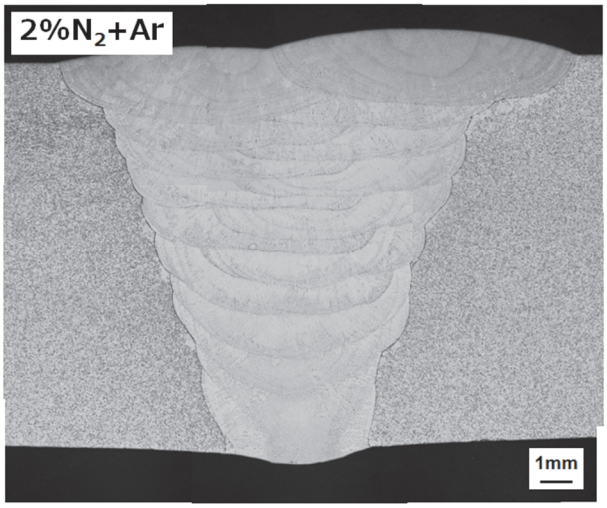


図 18　STH2 溶接継手の光顕組織例

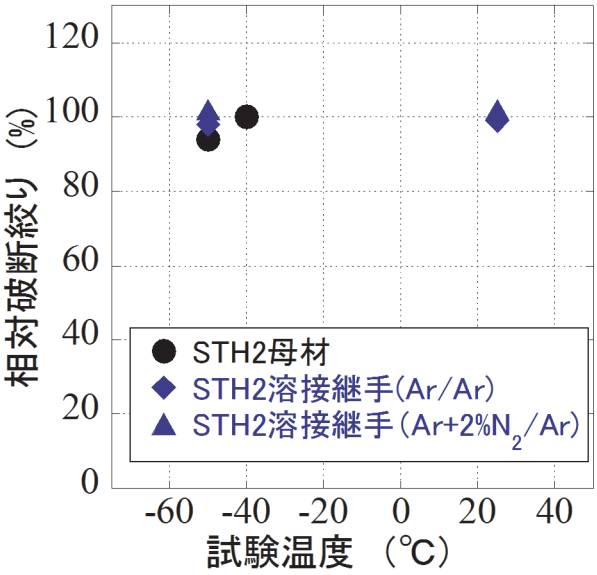


図 19　STH2 溶接継手の SSRT 試験結果

③低 Ni・省 Mo ステンレス鋼 STH2 の耐水素ガス脆化特性

前事業において、開発鋼である STH2 の 90MPa までの高圧水素ガス中における引張特性・疲労き裂伝ぱ特性・のデータ取得を完了し、STH2 は優れた耐水素脆化特性を有していることを確認した。一方、fcc 金属の水素脆化感受性は、オーステナイト相安定度の高い領域で高まる場合がある。したがって、オーステナイト相安定度が高くなった場合の STH2 の耐水素ガス脆化特性を評価するため、ベース成分（Fe-15Cr-9Mn-6Ni-2.5Cu-0.18N）と成分変化鋼を真空溶解により準備した。今回評価した真空溶解材の符号 1A，2A，3A は、Mn,Ni,Cu,N をそれぞれ 10%,7%,3%,0.2%まで高め、Cr 量を 15～17%の範囲で変化させた。これら真空溶解材は、熱間鍛造・熱間圧延により 15mm 厚熱延板とし、1100℃で 4min の溶体化熱処理を施して SSRT に供した。

SSRT は、溶体化熱処理材の板厚中心付近から丸棒引張試験片（平行部 7mmφ，35mm 長）を採取し、-40℃の大気中および 90MPa 水素ガス中で実施した。歪速度は大気中 8×10^{-4} s^{-1} 、水素ガス中 8×10^{-5} s^{-1} とした。

図 20 に SSRT の結果を示す。1A, 2A, 3A は、大気中と比較して 90MPa 水素ガス中でベース成分と同様に高い伸びを示した。同材の相対伸びと相対絞りはともに 100%以上となり、水素ガス脆化は皆無であった。これより、STH2 において、Cr,Mn,Ni,Cu,N 量を高めることによる耐水素ガス脆化特性の低下は生じないことを確認した。

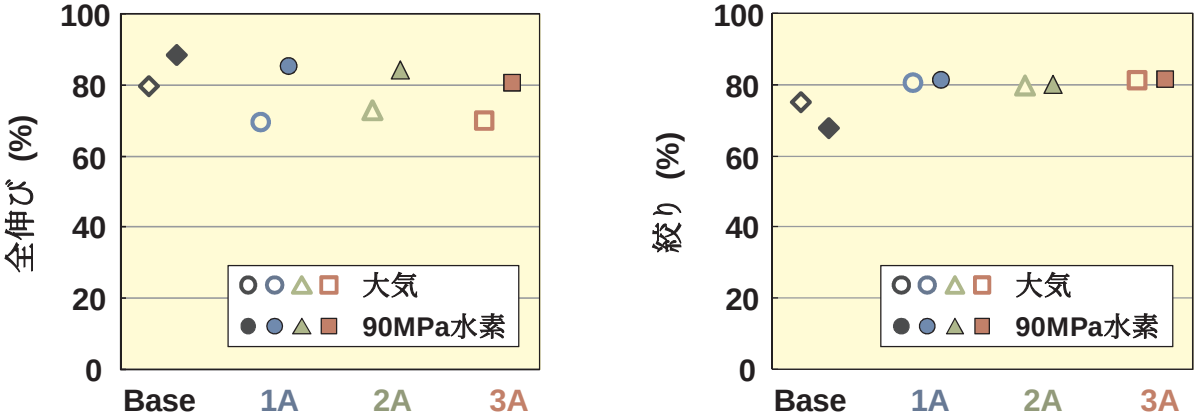


図 20　オーステナイト相安定度を高めた STH2 の-40℃・90MPa 水素中における
全伸びおよび絞り。Base 成分(Fe-15Cr-9Mn-6Ni-2.5Cu-0.16N)に対し、
符号 1A，2A，3A は、Mn,Ni,Cu,N をそれぞれ 10%,7%,3%,0.2%まで高め、
Cr 量を 15～17%の範囲で変化させている。平行部 7mmφ，35mm 長の丸棒を使用。
歪速度は水素中 8×10^{-5} s^{-1}、大気中 8×10^{-4} s^{-1}。

また、現在、国内水素ステーション用の例示基準材として SUS316L が認可されており、その使用可能圧力・温度範囲は Ni 当量によって区分されている。本 Ni 当量評価式は Ni+0.65Cr+0.98Mo+1.05Mn+0.35Si+12.6C で示されるが、Cu、N といった元素の影響は未考慮である。そこで、将来の水素用鋼材の鋼種拡大のため、耐水素ガス脆化特性におよぼす Cu, N 添加の影響を評価した。Fe-15Cr-9Mn-6Ni 鋼をベースに Cu および N 添加量変化鋼を真空ラボ溶解で準備した。真空溶解材より厚さ 1mm の冷間圧延板を作製し、1100℃で 30s の熱処理後、空冷した。本冷延熱処理材を供試材とした。SSRT 試験には板圧延方向より採取した平行部長さ 20mm、幅 4mm の板状引張試験片を使用した。SSRT 試験の温度は室温で、雰囲気は大気および 90MPa 水素ガスとした。歪速度は大気 、水素ガスとも 5×10^{-5} s^{-1} で一定とした。耐水素脆化特性は相対絞り（水素中と大気中の比）で評価し、絞りは SEM 破面写真から求めた。

図 21 に Ni 当量と相対絞りの関係を示す。相対絞りは平山の式よりも三加の式で良く整理することができ、Ni 当量=27.8 の場合、相対絞りは 43%程度であるが、Cu および N 添加により Ni 当量を高めることで相対絞りは増加した。また、図 22 に水素中破面の一例を示す。Ni 当量=27.8 の場合、全面が擬へき開破面であるが、Ni 当量が 30.0 の場合、破面は全面がディンプルを有する延性破面であった。図 23 に Base 鋼（Ni 当量 27.8/三加の式）と 1Cu 添加鋼（Ni 当量 30.0/三加の式）の EBSD 解析により求めたオーステナイト（γ）相の KAM（方位差）マップの例を示す。相対絞りが 40%程度まで低下した Base 鋼は加工誘起マルテンサイト相が 10%程度生成し、更にγ相の粒界及び粒内で方位差が高くなり（緑~黄）、不均一な歪の集中が示唆された。これに対し、1Cu 添加鋼は加工誘起マルテンサイト相の生成が抑制され、γ相の粒界及び粒内の方位差が小さくなった。以上より、耐水素ガス脆化特性は、Cu および N 添加により加工誘起マルテンサイト相の生成およびγ相における不均一な歪集中が抑制され、水素の影響を受けにくい変形組織へ遷移したことで向上したものと考えられる。

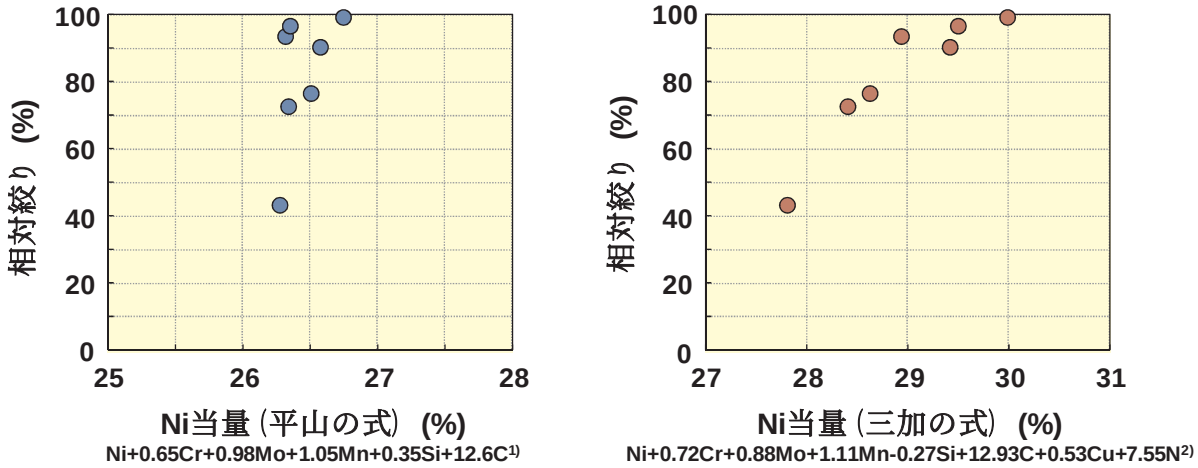


図 21　室温における相対絞りと Ni 当量の関係。Fe-15Cr-9Mn-6Ni 鋼をベースに Cu および N を変化させている。平行部長さ 20mm、幅 4mm の板状引張試験片を使用。歪速度は大気 、水素ガスとも 5×10^{-5} s^{-1} 。

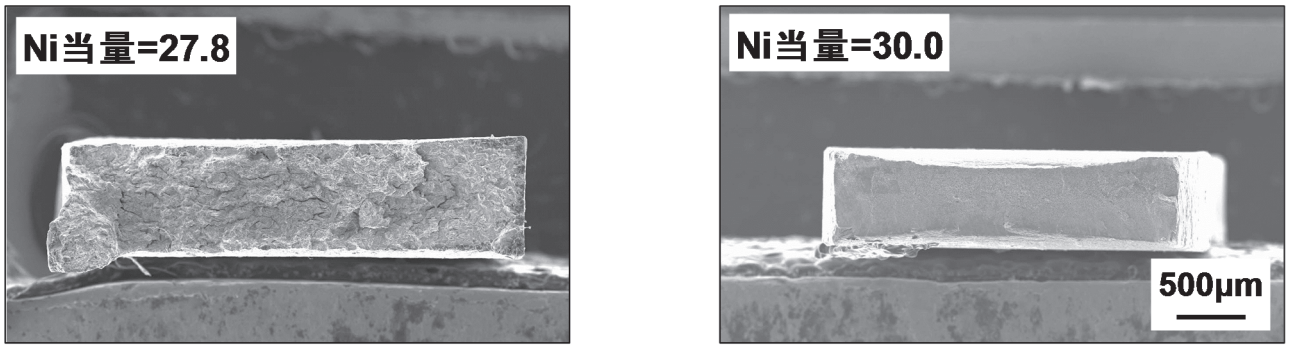


図 22　Ni 当量（三加の式）が 27.8 と 30.0 の場合の室温・90MPa 水素中破面

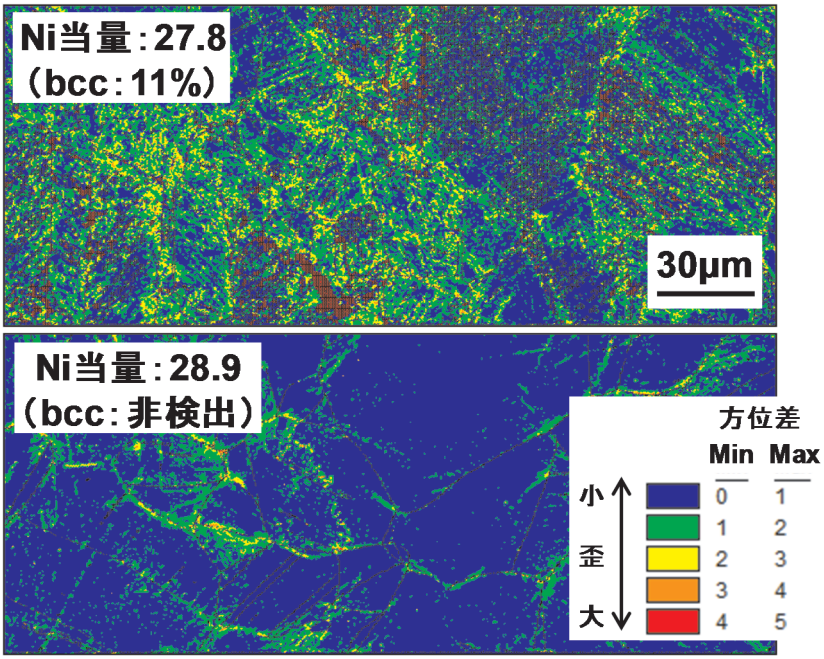


図 23　Base 鋼（Ni 当量 27.8/三加の式）と 1Cu 添加鋼（Ni 当量 30.0/三加の式）の EBSD 解析より求めたオーステナイト（γ）相の KAM（方位差）マップ例

-40℃における耐水素ガス脆化特性におよぼす Ni, Cu, N 添加の影響を評価した。15Cr-9Mn-Ni-Cu-N 鋼をベースとし、Ni 添加量を 5.5～7.0%、Cu 添加量を 0～3.0%、N 添加量を 0.04～0.2% の範囲で変化させた厚さ 15mm のラボ熱間圧延板を作製し、1100℃で 4min の溶体化処理後、水冷した。本溶体化処理材を供試材とした。SSRT 試験には板圧延方向より採取し平行部径 7mm、平行部長さ 35mm および平行部径 3mm、平行部長さ 20mm の丸棒引張試験片を使用した。SSRT 試験の温度は-40℃で、雰囲気は大気および 70, 90MPa 水素ガスとした。歪速度は、平行部径 7mm 試験片においては大気中を 8.3×10-4 s^{-1} 、水素ガス中をさらに低速の $8.3\times10^{-5}s^{-1}$ とし、平行部径 3mm 試験片においては大気中、水素ガス中ともに 5.0×10^{-5} s^{-1} とした。

図 24 に-40℃における相対絞りの Ni, Cu, N 量による重回帰結果を示す。室温の場合と同様にこれら元素の添加量増加により相対絞りは増加した。また、相対絞りとの関係は RRA＝28.7Ni＋22.5Cu＋179N－173.8＝28.7（Ni＋0.78Cu＋6.24N－6.1）で表された。重回帰より求めた Ni に対する Cu,N の係数はそれぞれ 0.78,6.24 であり、γ 相安定度の指標である三加の式の 0.53, 7.55 と概ね一致する。これは、γ 系ステンレス鋼の耐水素脆化特性はγ 相安定度と良い相関にあることを改めて示した結果といえる。

図 25 に-40℃・70MPa 水素中の破面の例を示す。Ni 当量の 29.6 から 30.2 への増加に伴い破面形態は擬へき開からほぼディンプルへと遷移した。

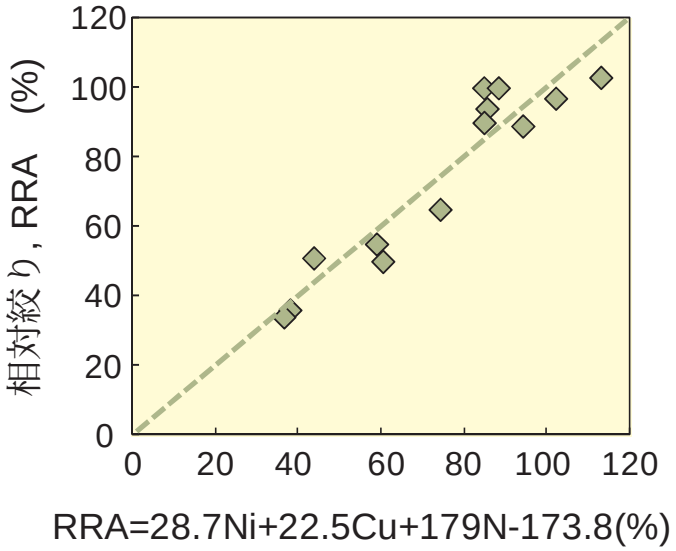
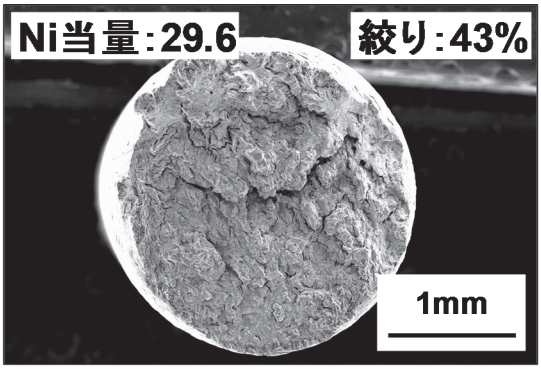


図 24　-40℃における相対絞りの Ni, Cu, N 量による重回帰結果



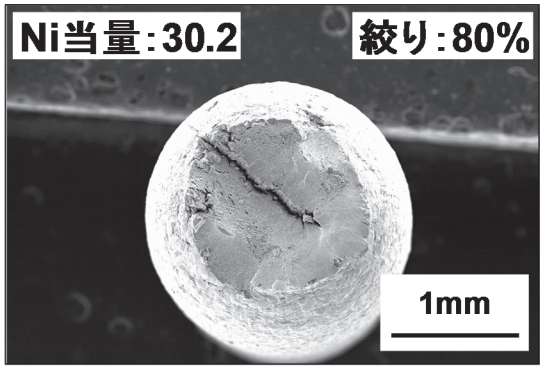


図 25　-40℃・70MPa 水素中の破面例

④SUS316L（Ni 当量≧28.5%）拡散接合材の-40℃における耐水素ガス脆化特性

水素インフラ用途の例示基準材である SUS316L に対し、利用技術データ拡充のため、拡散接合後の耐水素ガス脆化特性を評価した。SUS316L（Ni 当量≧28.5）の拡散接合材から平行部径 3mm、平行部長さ 20mm の丸棒引張試験片を採取した。SSRT 試験の温度は-40℃で、雰囲気は大気および 70MPa 水素ガスとした。歪速度は 5.0×10^{-5} s^{-1} で一定とした。

表５に SUS316L（Ni 当量≧28.5%）拡散接合材の-40℃における SSRT 試験結果を示す。相対伸び、絞りとも 100%を上回っており、水素の影響は皆無であった。これより、Ni 当量≧28.5%を満たす SUS316L であれば拡散接合後も母材 [3]と変わらず優れた耐水素ガス脆化特性を有することが確認できた。

※3) 平成 26 年度 NEDO 成果報告会

表５　SUS316L（Ni 当量≧28.5%）拡散接合材の-40℃における SSRT 試験結果

環境	引張強さ MPa	破断伸び %	破断絞り %	相対伸び %	相対絞り %
70MPa 水素	620	103	75	110	109
大気	617	94	69		

以上のように、成果の総括として HRX19（22Cr-12Ni-4.5Mn-2Mo-0.3N）を対象に各種溶接材料（309Mo,309MoL、317LN および 308N2）、溶接条件（ガス種類、入熱など）を考慮した溶接継手を作製し、-50℃から 300℃まで材料特性を取得し、水素脆化感受性が低いことを確認すると共に溶接継手の強度特性は固溶窒素量以外の固溶元素の影響も効果的であることを明らかにした。(○)また、15Cr-9Mn-5.5~7Ni-0～3Cu-0.04～0.2N 鋼において、室温,-40℃・高圧水素ガス中の材料特性データを取得し、Cu・N 添加は耐水素ガス脆化特性の向上に有効であることを確認した。(○)

(3)高圧水素用継手・バルブ向けオーステナイト系ステンレス鋼の鋼種拡大のための研究開発

①Mo レス高圧水素用オーステナイト系ステンレス鋼の開発

燃料電池自動車における高圧水素システム及び、水素ステーションにおける高圧水素用機器の高性能化、軽量化、省資源化及び、長寿命化によるコスト削減を目的として、高圧水素用継手・バルブ類に使用する SUS305 相当の高圧水素用オーステナイト系ステンレス鋼の開発を進めた。

高圧水素ガス環境での延性を確認するため、高圧水素環境にて低歪速度引張試験（Slow Strain Rate Tensile test, SSRT）を実施した。試験に用いた供試材の化学成分を表６に示す。何れの供試材も JISG4303 の SUS305 に相当する化学成分としている。尚、表６においては、ミルシートに記載の無い成分である窒素の含有量も化学分析を行い掲載している。溶解番号 131 は SUS305 としてみなし得る窒素量の上限材、溶解番号 141 は精錬を伴う工場設備での生産を想定しての窒素量の下限材の位置づけとした。表６における Ni 当量は、加工誘起マルテンサイトの生成のし難さを現した平山の式（Ni 当量(%)=Ni+0.65Cr+0.98Mo+1.05Mn+0.35Si+12.6C)を用いている。Ni 当量は高い程、高圧水素環境での延性を低下させる加工誘起マルテンサイトが生成し難くなる。一般例である SUS316L の場合-40℃での使用においては 28.5 以上が求められる。尚、SUS305 は Mo を含有していないため、平山の式における Mo の項の値はゼロとして計算している。

溶解番号 131 と 141 の供試材は、VIM 溶解炉を用いて作製した 30~50kg の鋼塊を母材として熱間鍛伸し、実験室レベルで作製した丸棒を評価に用いている。溶解番号 00972 の供試材は

、2tVIM 炉を用いて作製した鋼塊を元に、工場の量産設備で熱間圧延し作製した丸棒を評価に用いている。溶解番号 22526 の供試材は、量産汎用材の製造と同様に、50t 電気炉と AOD 精錬設備からなる工程にて溶解・精錬し、連続鋳造により製造した鋳片を元に、工場の量産設備で熱間圧延し作製した丸棒を評価に用いている。また、熱間鍛造品に関しては、溶解番号 22526 の圧延材丸棒の固溶化熱処理材を鍛造母材として粗形品を作製し、熱間鍛造後に水冷することで、熱間鍛造後の固溶化熱処理工程を省略する工程を採用している。尚、冷間引抜材に関しては、各供試材の固溶化熱処理状態の丸棒を、ドローベンチを用いて冷間引抜加工した鋼材を評価に用いている。冷間引抜材における減面率は、冷間加工度を意味し、（1－（引抜後の断面積÷引抜前の断面積））×100（%）にて求められる。

表 7 に高圧水素中 SSRT を実施した温度と圧力を示す。SSRT の相対絞りは、同じ温度条件の大気圧大気中もしくは、窒素中における SSRT の絞りとの比（水素中絞り／（大気中もしくは窒素中の絞り））として求めた。試験の結果、何れの試験においても相対絞り 0.80 以上の、一般例である SUS316L と同等の優れた延性が確認できた。

試験結果の代表例として、溶解番号 22526 の供試材の SSRT における応力変位曲線を図 27 に、その相対絞りを表８に示す。尚、試験においては図 26 の形状の引張試験片を用い、ストローク速度は 0.0001mm/秒にて試験を実施している。何れの試験条件においても、引張強さを示した後に破断に至っており、相対絞り 0.8 以上の優れた延性が認められる。

さらに、表 7 において記号※を付与して示している条件においては、九州大学の協力により SSRT データが採取されている。その試験条件と試験結果は、九州大学のデータベースに収蔵されており、これらのデータを合わせることで、高圧水素用の SUS305 は、広範な温度範囲、圧力範囲において良好な延性が確認されている。

また、オーステナイト安定化元素である窒素の添加量が下限である溶解番号 141 の供試材においても、相対絞り 0.80 以上の良好な延性がみとめられたことから、高圧水素用 SUS305 においても、一般例である SUS316L と同様に Ni 当量を用いたオーステナイトの安定度の制限を設けることができると考えられる。

表６　供試材の化学成分(%)

記号	溶解番号	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	N	Ni当量
●	131	0.08	0.46	1.20	0.030	0.005	12.86	18.85	0.09	27.5
■	141	0.12	0.96	1.91	0.031	0.006	12.85	18.98	0.01	29.1
◆	00972	0.11	0.97	1.95	0.004	0.006	12.91	18.91	0.06	29.0
▲	22526	0.11	0.95	1.92	0.032	0.006	12.88	18.87	0.06	28.9
SUS305 (JIS G4303)		≦0.12	≦1.00	≦2.00	≦0.045	≦0.030	10.50 -13.00	17.00 -19.00	-	

表７ SSRT 試験の実施条件（表中の記号は、表１に示す溶解番号に対応）

試験温度(℃)	-45	-40	室温	室温	90	120	210
試験圧力(MPa)	106	70	115	85	85	115	85
固溶化熱処理材	◆※	●■	◆※	●■	●■	◆※	■
冷間引抜材 (減面率12%)							◆
冷間引抜材(減面率20%)	◆※		◆※			◆※	
冷間引抜材(減面率25%)		●		●	●		
50tAOD溶解 実機圧延固溶化熱処理材		▲		▲	▲		
熱間鍛造品		▲		▲	▲		

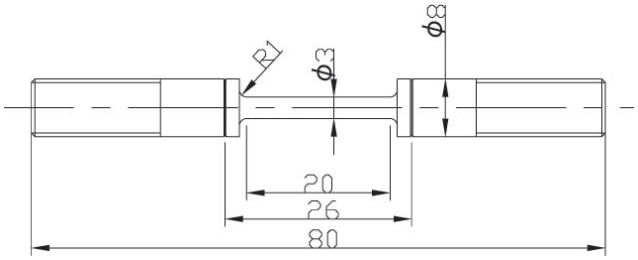


図 26 引張試験片形状(寸法の単位:mm)

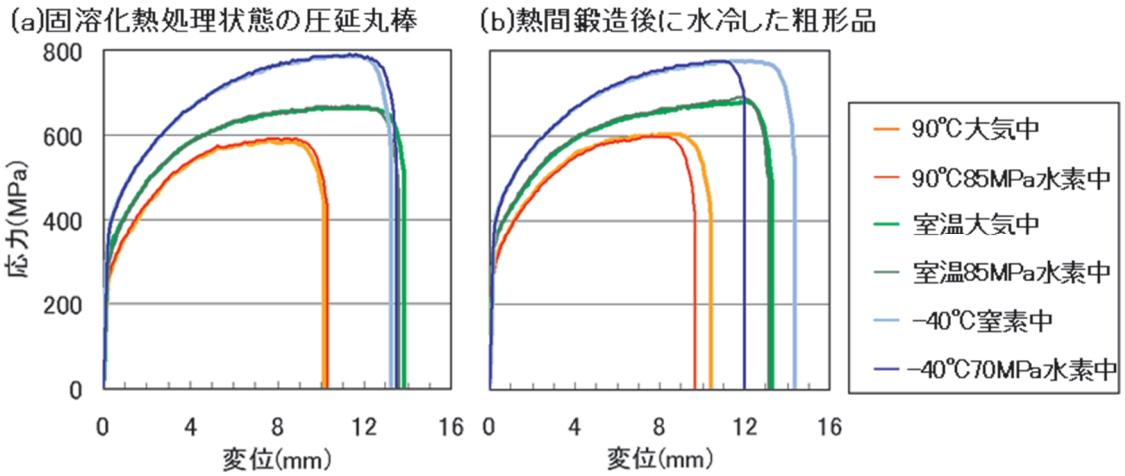


図 27 ＳＳＲＴにおける応力変位曲線

表８ 相対絞り（水素中/大気中もしくは窒素中）

	(a) 棒鋼	(b)鍛造品
-40℃	0.95	0.87
R.T.	1.12	0.95
90℃	1.04	0.92

疲労き裂進展試験においては、溶解番号 00972 の供試材の圧延材を母材として、試験片を採取出来る形状とするためにさらに熱間鍛伸した後に、固溶化熱処理を施した鋼材から厚さ 12.7mm 幅 50mm の CT 試験片を採取し、試験に用いた。試験は、室温 70MPa の高圧水素中および、室温大気圧大気中において、周波数 1Hz の荷重一定制御にて実施した。疲労き裂進展試験の結果を図 28 に示す。大気中の試験結果を比較して、高圧水素中においても疲労き裂の進展速度に加速は認められず、大気中と同等の特性であることが確認でき

た。高圧水素中においても疲労き裂の進展速度に加速は認められないことは一般例である SUS316L と同様の良好な特性であることを意味している。

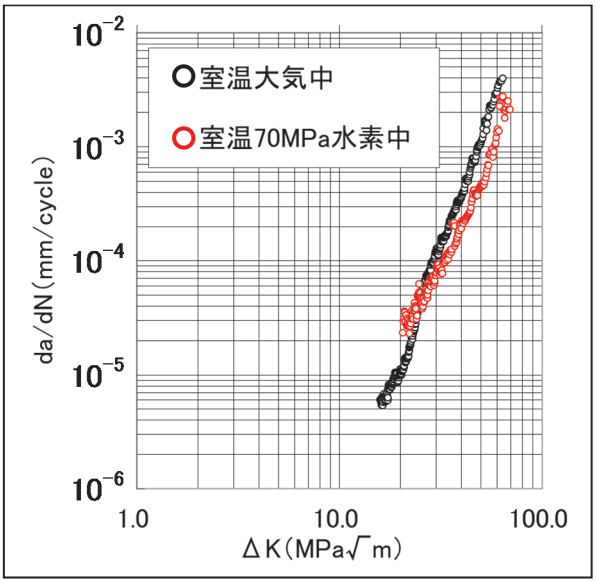


図 28 疲労き裂進展試験の結果

溶解番号 00972 の冷間引抜材から採取した V ノッチを有する板状の試験片を用いて、高圧水素環境にて 4 点曲げ疲労試験を実施した。試験片形状を図 29 に示す。試験における 4 点曲げの下支点間距離は 60mm、上支点間距離は 20mm とした。冷間引抜材における試験結果を図 30 に示す。比較材である SUS316L 冷間引抜材と SUS305 の供試材は、若干引張強さが異なるため、試験荷重を引張強さで除した値を図 30 における縦軸の値としている。試験の結果、高圧水素環境においても、SUS305 は SUS316L と同等の疲労寿命が認められた。

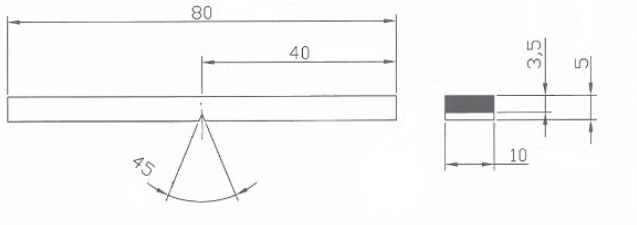


図 29 4 点曲げ試験片の形状　(寸法の単位：mm)

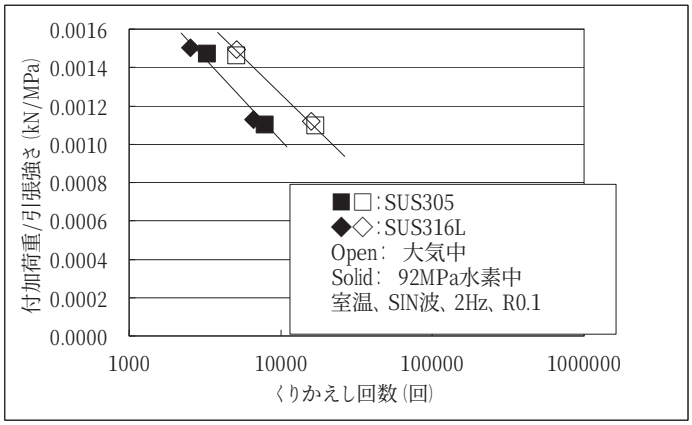


図 30 高圧水素中 4 点曲げ疲労試験の結果

高圧水素用機器は、切削加工工程を経て製造されるため、切削コスト感を把握するためのデータとして、高圧水素用 SUS305 の切削性を旋盤加工における工具の磨耗量を評価することで確認した。評価結果を図 31 に示す。評価には JIS 規格の成分範囲内で、硫黄添加量が少なく成分調整した鋼材（Low S：SUS316L は 0.004%S、SUS305 は 0.006%S）と硫黄添加量が多く成分調整した鋼材（High S：0.026%S）を評価した。

評価の結果、SUS305 の JIS 規格成分内で硫黄添加量を高めることで、工具磨耗を抑制し、良好な切削性が得られることが確認できた。

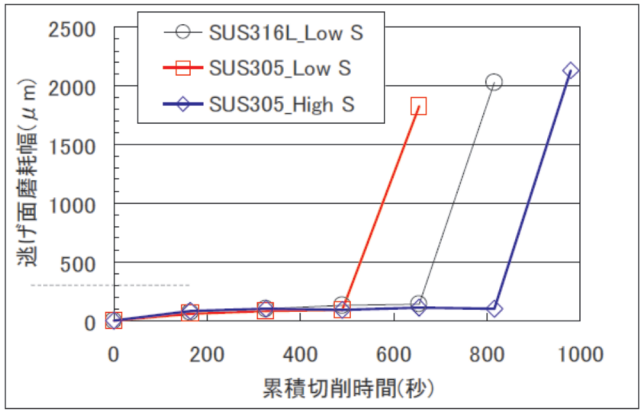


図 31 旋削性の評価

切削性を改善するために硫黄の添加濃度を高めると、金属組織中に分散する快削粒子であるマンガン硫化物の量が増加する。金属組織中のマンガン硫化物の粒子の連なりを介してガスの漏れが生じないかを確認するため、SUS305(0.006%S)、SUS304(0.024%S)、SUS303(0.303%S)の固溶化熱処理材丸棒より、硫化物が伸長する圧延方向が試験片の厚さ方向となるように厚さ 0.5mm の試験片を採取し、ヘリウムリークディテクタを用いた吹き付け法にてリークの有無を確認した。ヘリウムリークテストの結果、最も硫黄の添加量が多い SUS303 を含めて、総ての試験片でリークは認められなかった(図 32)。

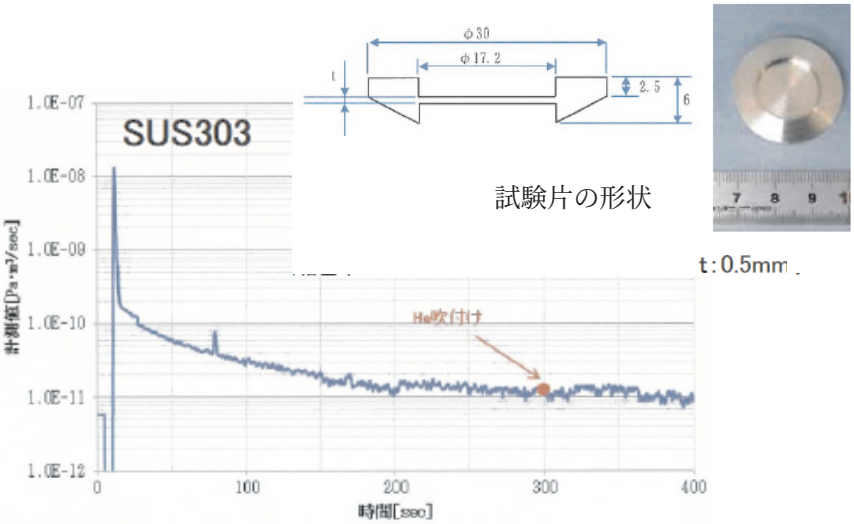


図 32 ヘリウムリークテストの結果

化学成分、機械的性質および、ミクロ組織に関し、高圧水素用 SUS305(愛知製鋼㈱における商品名 AUS305-H2)と SUS316L との比較を表９、表 10 および図 33 に示す。SUS316L は、水素ステーション用機器向けに量産している鋼材の例として挙げている。AUS305-H2(高圧水素用 SUS305)は、Mo を含有せず省資源でありながら、現行材である高圧水素用 SUS316L と同等の強度および、ミクロ組織を有する。

以上のように、Mo を含有せず低コストな、SUS305 相当の高圧水素用オーステナイト系ステンレス鋼を開発した。調査の結果、その特性は高圧水素中においても、引張・疲労特性が一般例である SUS316L と同等であることが認められた。(○)

表９ 化学成分の例

鋼種	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Ni当量
SUS305 成分規格	0.12 以下	1.00 以下	2.00 以下	0.045 以下	0.030 以下	10.50 -13.00	17.00 -19.00	-	-
AUS305-H2	0.11	0.95	1.92	0.032	0.006	12.88	18.87	-	28.9
SUS316L	0.021	0.53	1.19	0.032	0.004	13.44	17.02	2.76	28.9

Ni当量(平山の式) = 12.6C+0.35Si+1.05Mn+Ni+0.65Cr+0.98Mo

表 10 機械的性質の例

鋼種	状態	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	伸び (%)	絞り (%)
AUS305-H2	固溶化熱処理材	272	604	60	76
	冷間引抜材(減面率20%)	708	800	33	71
SUS316L	固溶化熱処理材	265	578	56	81
	冷間引抜材(減面率20%)	690	772	28	75

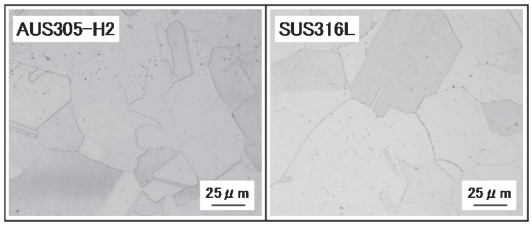


図 33 ミクロ組織の例（固溶化熱処理材）

②高硬度オーステナイト系ステンレス鋼の開発

SUS305 をベースとして最大 0.8%まで C(炭素)を高めた評価材を作製し、固溶化熱処理材の硬さを測定すると共に、室温から-60℃の温度範囲にて引張試験を行った。オーステナイトの安定性の評価として、引張試験後の試験片破断部近傍において比透磁率を測定し、高圧水素ガス環境での延性低下を招く加工誘起マルテンサイトの生成の有無を確認した。評価の結果、C の添加量に比例して、硬度が増加することが確認された(図 34)。また、0.2%を越えて C 量を高めることにより、低温引張試験後の試験片破断部近傍における加工誘起マルテンサイトの生成量は減少した。硬さと延性の良好なバランスが認められた 0.4%C の供試材(Fe-0.40C-0.95Si-1.87Mn-12.55Ni-19.64Cr)において、高圧水素環境での延性を確認す

るために室温高圧水素中にて SSRT を実施した。SSRT においては、図 1 に示す形状の引張試験片を用い、ストローク速度は 0.0001mm/秒とした。図 35 に高圧水素中 SSRT における応力-変位曲線を示す。試験の結果、高圧水素環境においても大気中と同等の引張強さを示し、良好な延性が確認された。尚、0.4%の C 添加により SUS305(0.11%C)と比較して、固溶化熱処理材において 1.3 倍程度の引張強さが認められた。

高圧水素用 SUS305(0.11%C) は、一般例である SUS316L(0.03%C)と比較して Mo を含有しないことに伴い低下するオーステナイト安定度を C の添加量を 0.11%程度まで高めることで補っている。高硬度化を目指した 0.4%C 添加鋼においても良好な延性が認められたことから、C 添加によるオーステナイト安定化に関し、十分な余裕があることを併せて確認することができた。(○)

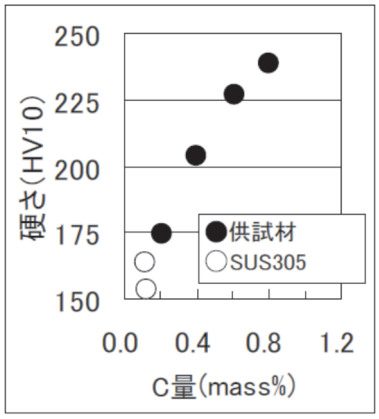


図 34 C 添加量と硬さの関係

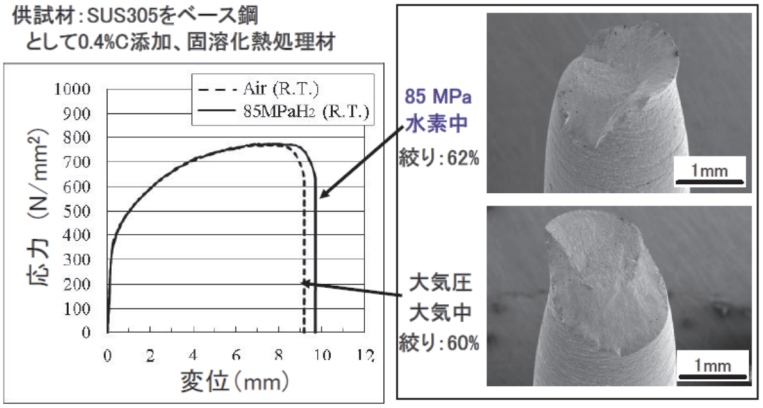


図 35 0.4%C 添加鋼の高圧水素中 SSRT の結果

③長期使用水素関連機器の解体調査

大黒水素ステーションにおける継手・バルブ類の解体調査を実施し、水素中で長期使用したことによる劣化の有無を調査した。調査の結果、ワレ等の異常は認められなかった。(○)

(4)低温域における共通試験材料の特性評価

①試験法の概要と試験片の改良

開発した高圧容器を使わず中空試験片内を高圧ガス環境にする簡便な高圧水素環境材料特性評価法の概略図を図 36 に示す。本評価法は、高圧容器を用いずに同等の試験結果が簡便に得られるだけでなく、試験片温度を変え易く極低温から高温までの試験ができる、高圧水素の使用量が僅かで試験中でも短時間でガスを置換し切り替え易い等々の利点があり、本課題における試験を可能にした。

さらに本評価法による試験を重ねる中で、当初の試験片はネジ部の端に市販の配管継手を埋め込むかパイプを溶接し継手で繋いでいたため、加工費が高い（3～5 万円）、溶接部から漏れ易い、配管継手の使用圧力の制限(82MPa)等の短所があったが、図 37 に示す改良した新試験片の加工費は 22,000 円で溶接を使わず溶接部からの漏れが無く、圧力も 100MPa が可能になった。(◎)

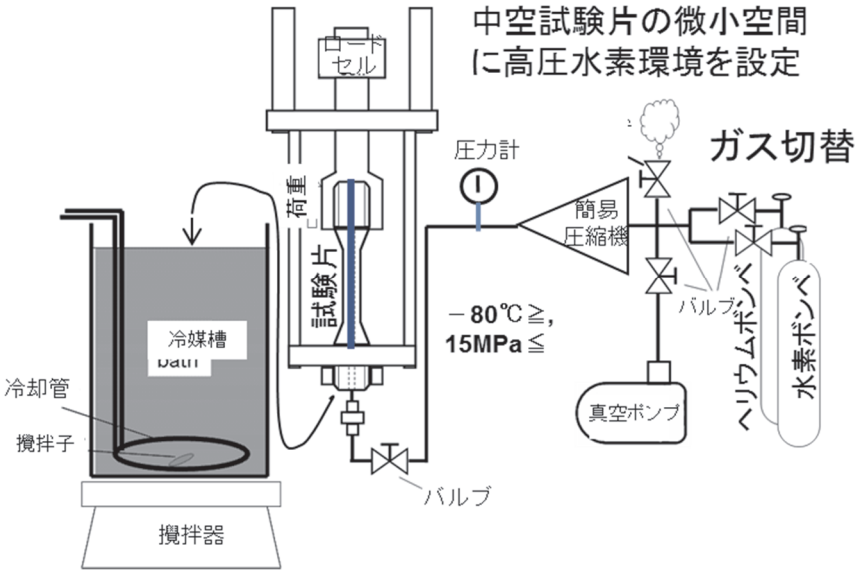


図 36　簡便な高圧水素環境試験の概要

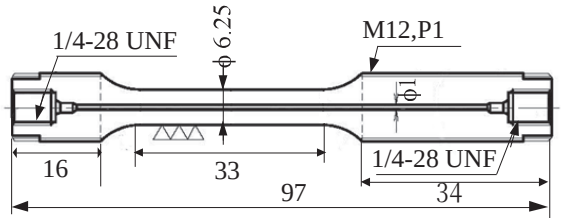


図 37　改良された新中空試験片（単位:mm）

②高 NiSUS316L と低 NiSUS 316L の評価

図 38 に低 NiSUS316L 材の各温度における 70MPa 水素中とヘリウム中の引張曲線と破断面を、図 39 に各温度における高 Ni SUS316L 材と低 Ni SUS316L 材の絞りの結果として a) 絞り比及び b) 絞りとフェライト量の変化を示す。高 NiSUS316L 材は、190K の低温においても水素の影響は小さく、絞りは 70 %近くで絞り比は 0.95 以上である。低 Ni SUS316L 材は、室温にでは絞りが 70 %で絞り比も 0.9 であるが、低温では水素の影響は大きく、絞り比も 0.6 以下となる。また、この低 NiSUS316L では、材料の組織の異方性があり、水素の影響によるき裂の進展が進み易い方向があり、破断前に内部からの亀裂が表面に達し、内部の高圧水素が漏れて抜けてしまい水素の影響がほとんどなくなり、その後は延性的に絞れるためもあって破断面が楕円形となり、長軸と短軸の平均ではなく長軸側の寸法を破断直径とすると、絞りと相対絞りの値は図 40a) に示すように、さらに小さくなる。

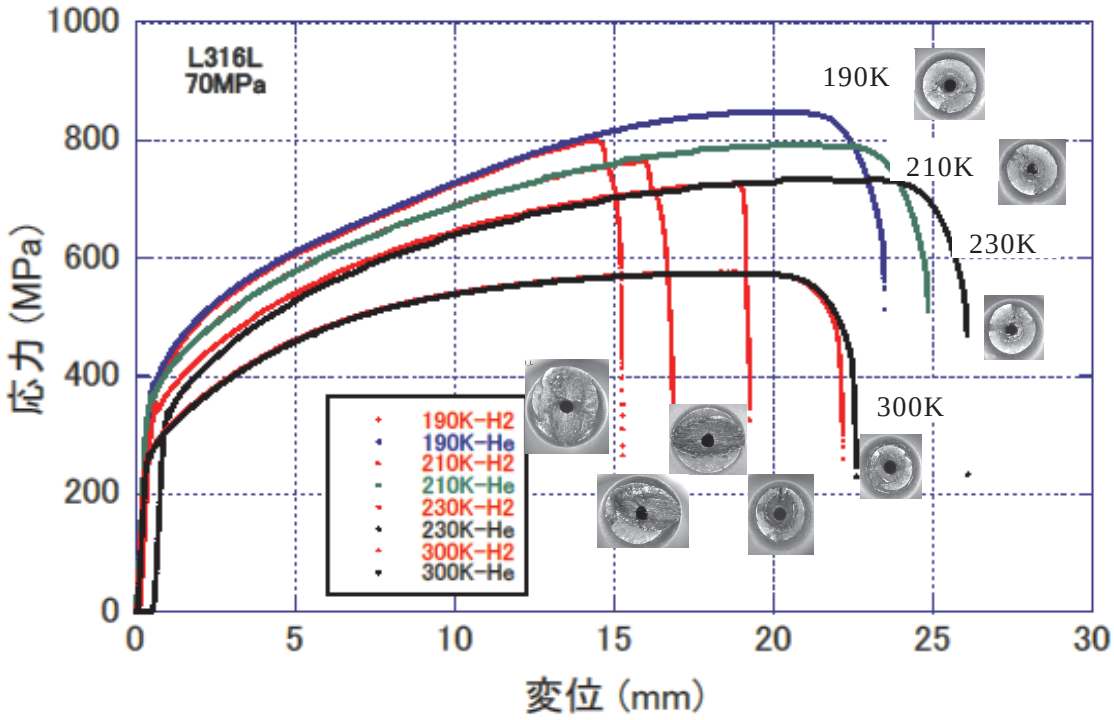


図 38　低 NiSUS316L 材の各温度における 70MPa 水素中とヘリウム中の引張曲線と破断面

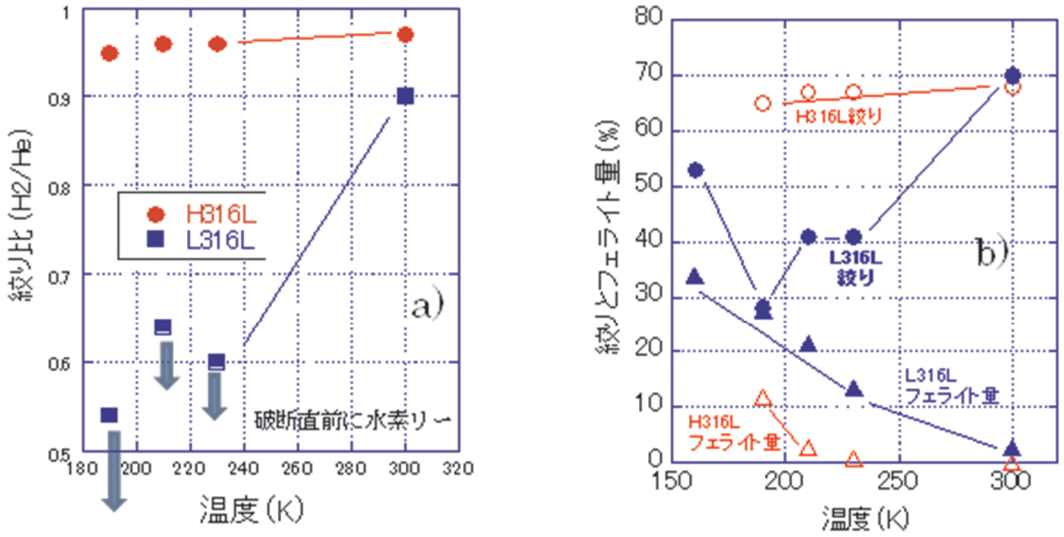


図 39 各温度における高 Ni SUS316L 材と低 Ni SUS316L 材の絞りの結果、a) 絞り比、b) 絞りとフェライト量

③STH2 と HRX19 の評価

表 11 に共通試験材料 STH2 の化学組成を示す。図 40 に各温度における 70 MPa 水素中とヘリウム中の 0.2 %耐力と引張強さと相対絞りを示す。室温から液体窒素温度 77 K の低温まで、70 MPa 水素中においてもヘリウム中と殆ど変わらない 0.2 %耐力と引張強さが得られた。オーステナイト系ステンレス鋼は、通常は Ni を９～12%ほど含有し、含有量が少ないとオーステナイト相が不安定で低温で加工誘起マルテンサイト変態をすることから、高圧水素の影響が 190 K 付近で最大となるが、STH2 材は、Ni の含有量が少ないにもかかわらず、破断後のマルテンサイト量は少なく、190 K の低温においても水素の影響は小さく、絞りは 50 %で、水素環境中の絞りをヘリウム環境中の絞りで除した相対絞りは 0.8 以上で、高圧水素ガス環境の影響が小さい。(○)

図 41 に HRX19 の各温度における 70MPa 水素中とヘリウム中の応力－伸び曲線と相対絞りを示す。HRX19 は 190 K の低温においても水素の影響は小さく、絞りは 50 %以上で、水素環境中

の絞りをヘリウム環境中の絞りで除した絞り比は 0.9 以で、高圧水素ガス環境の影響が小さい。190 K での絞り比が約 1 であることから、これ以下の低温でも水素の影響が無いと言える。○

表 11　共通試験材料 STH2 の化学成分　(mass %)

C	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	Mo	N
0.06	0.5	9.5	15	6	2.6	0.2	0.2

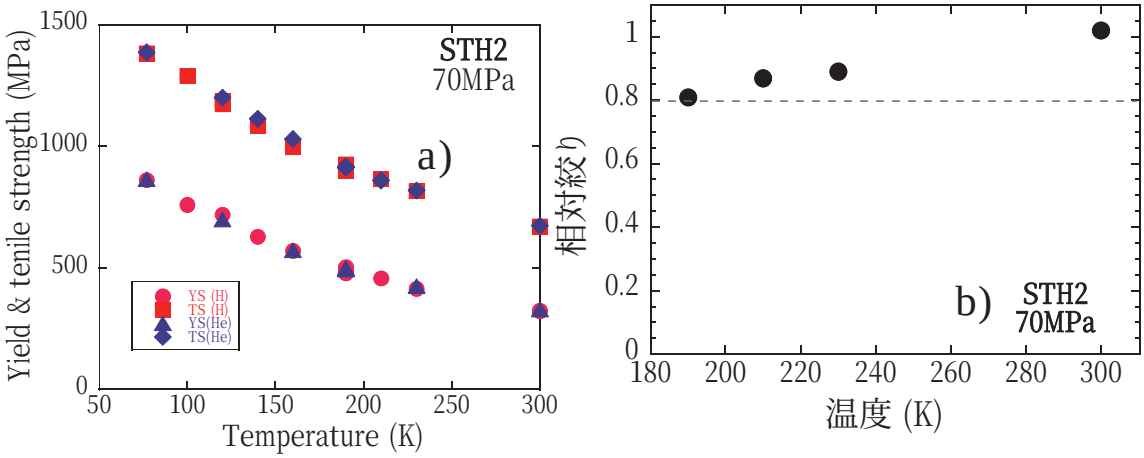


図 40 STH2 の各温度における 70 MPa 水素中とヘリウム中の 0.2 %耐力と引張強さ a)と相対絞りｂ）

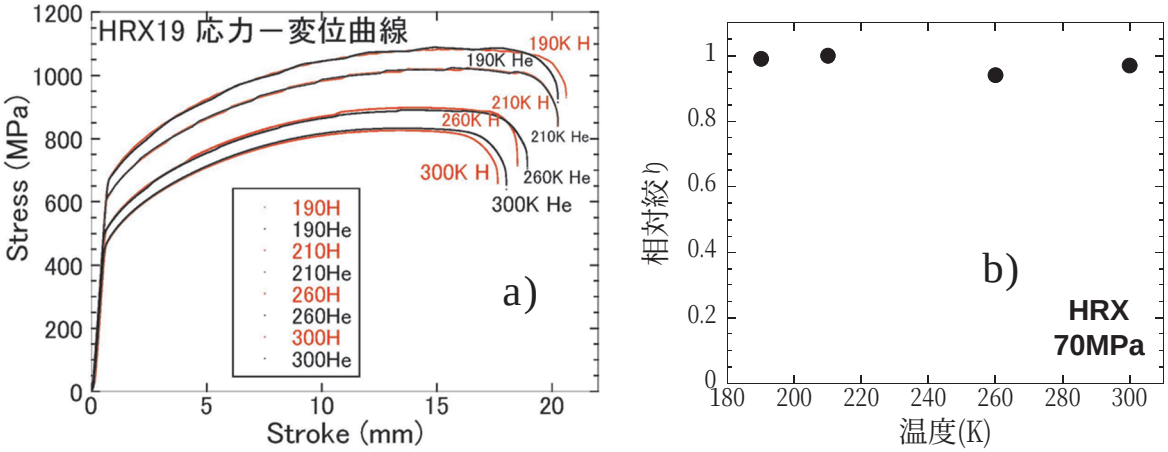


図 41 HRX19 の各温度における 70 MPa 水素中とヘリウム中の 0.2 %耐力と引張強さ a)と相対絞りｂ）

④水素の影響に関する知見の獲得

a.ガス置換による高圧水素環境の影響

水素が材料に影響をもたらす臨界の応力または変形量を推察する知見を得るための、高圧水素環境中での引張試験の途中でヘリウムに置換する試験では、水素環境中でも伸びのある材料として低 Ni 316L 材を、水素環境では 0.2 %耐力前で破断し応力の影響を評価する材料としてマルテンサイト系のステンレス鋼で 0.2%耐力は高いが水素の影響を受け易い SUS630 を用いた。

低 Ni 316L 材では、11 MPa 水素環境中での最高荷重点でガス置換をした。ガス置換後、荷重が水素環境中での最高荷重より増加し、ヘリウム中とほぼ同じ応力—変位曲線を示し、得られた伸びも絞りもヘリウム環境中試験と殆ど変わらないことから、低 Ni 316L 材では高圧水素環境中

の最高荷重点まで影響がなく、絞りが始まってから影響が出ると考えられる。(○)

図 42 に示すように、SUS630 では、室温では 11 MPa 水素中で 1236 MPa で破断したことから、1000 MPa、1100 MPa、1200 MPa でガス置換をしたが、1000 MPa と 1100 MPa では、ガス置換後に水素の影響は見られなくなった。1200 MPa では、変位を止めガス置換をするため水素を抜くまでの数秒の間に、き裂が表面に達し、水素が漏れて抜けた。SUS630 は-10 ℃から-40 ℃辺りで水素中での強度が最も小さくなる。-13 ℃（260 K)の 10 MPa 水素中では 1000 MPa または 832 MPa 付近で破断したので、耐力の約 54 %の 752 MPa でガス置換をしたところ、水素の影響がみられなかった。-43 ℃（230 K) においては 70MPa 水素中で耐力の約 47 %の 640MPa で破断するが、破断応力の 92%の 590MPa で水素を放出し、大気に置換したところ、図 43 に示すように水素の影響がみられない応力－変位曲線が得られ、高圧水素中の破断応力直下まで水素の影響が無いことを確認した。(○)

b.高圧水素ガス温度の影響

図 44 に SUS630 の 10 MPa と 70 MPa の水素圧力一定の環境中での相対絞りに及ぼす温度の影響を示す。-10 ℃から-40 ℃で水素の影響の増加を確認するとともに相対絞りも水素の圧力が高くなると小さくなり水素の影響が大きくなる。これは、新生面やき裂面での衝突頻度の増加による吸着された水素分子の増加及び水素分子の分解に際して表面反応律速から、高圧水素環境から吸収される水素原子即ち格子内に侵入し動き回る水素原子の頻度の増加によると考えられる。(○)

c.高圧水素ガス圧力の影響

図 45 に示すように、室温で水素ガス 13 MPa で負荷応力 900 MPa まで 0.01 kN/s で負荷し、応力を一定のままで、水素ガスの圧力を 2, 3 MPa ずつ段階的に昇圧し 15 秒間保持を繰り返すと、水素ガス圧が 48 MPa で約 10 秒後に破断に至った。260 K で水素ガス 13 MPa で負荷応力 700 MPa まで負荷し、応力を一定で水素ガス圧力を段階的な昇圧と保持を繰り返すと、水素ガス圧が 50 MPa で約 10 秒後に破断に至った。水素の影響が小さくなる 190 K で水素ガス 13 MPa で負荷応力 900 MPa まで負荷し水素ガスの圧力を段階的な昇圧と保持を繰り返すと、水素ガス圧 65 MPa で破断に至った。

試験片の引張負荷応力を一定に保ち、水素ガス圧を上げていくと 10 MPa と 70 MPa の結果から内挿される圧力で破断し、この結果から高圧水素の影響は、引張応力と水素ガス圧によることが明らかになり、引張応力による材料の歪み量と高圧水素による水素の材料中に飛び込むエネルギーの兼ね合いにより、材料中に水素が侵入する条件が成立すると、材料中に水素が侵入し、数秒間で破断に至る知見が得られた。

以上のように圧力一定で応力を漸増させた時の「破断応力」と「臨界圧力」のプロットが同じ線上に乗ることから、水素ガス脆化は臨界の水素圧力・応力で一義的に決まっていることを解明した。(○)

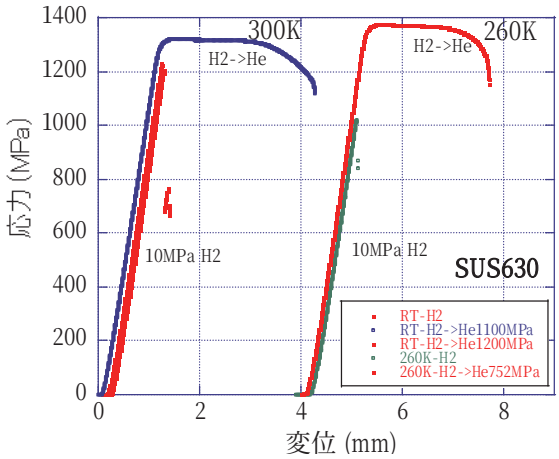


図 42 SUS630 の室温と 260 K において 0.2 %耐力の 80 %で H2 から He に置換した引張曲線

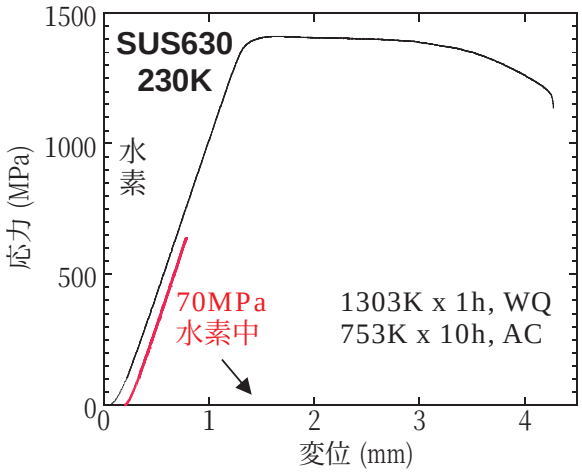


図 43 SUS630 の 230 K において 70 MPa 水素で試験を始め、590 MPa で水素を放出し、真空引き後に空気置換した応力ー変位曲線

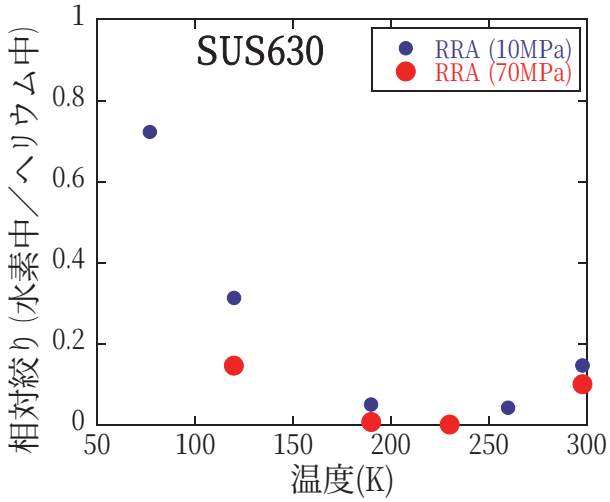


図 44 水素圧力一定の環境中での SUS630 の相対絞りに及ぼす温度の影響

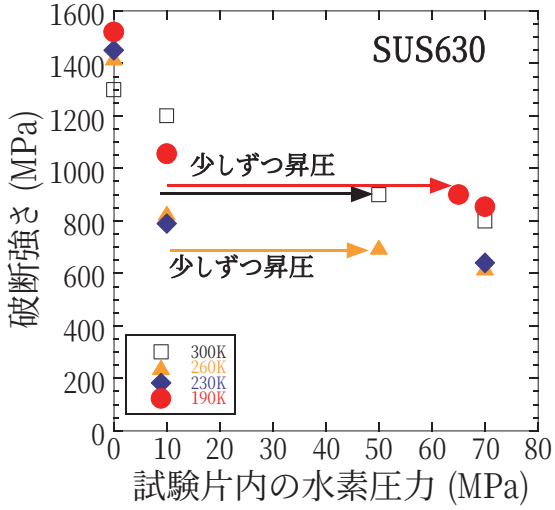


図 45 水素ガス環境での破断応力の水素圧の影響及び引張負荷応力を一定に保ち、水素圧を上げる試験で得られた破断時の水素ガス圧

3.2　成果の意義

(1)主として蓄圧器に適用される使用可能鋼材拡大のための技術開発

水素ステーションにおいて Cr-Mo 鋼を安全に使用できるようにするため、低合金鋼技術文書の作成に携わり、必要な材料データの採取と材料製造企業としての知見を反映させた。低合金鋼の技術文書の発行により水素中において低合金鋼を安全に使用するための設計指針が示され、様々な事業者が製造可能となるため、素材の低コスト化を経て将来的に市場の拡大につながるものと考えられる。また、設計係数を低減した軽量化蓄圧器においては、水素ステーション建設費等の低コスト化に寄与し、普及拡大に貢献出来るものと考えられる。

(2)主として蓄圧器周辺機器(配管、バルブ等)に適用される使用可能鋼材拡大のための技術開発

水素社会インフラ基盤構築に向けて、HRX19 を使用する上で必要になる利用技術データの拡充を中心に高圧水素中の各種データを蓄積した。 特にフィラーを用いた溶接継手およびフィラーを用いない溶接継手の水素中のデータの拡充を実施し、実用化に必要なデータを取得した。

一方、水素ガス脆性の指標として N,Cu の影響を反映した Ni 当量式の提案に資する材料特性データを取得し、その知見より開発した低コストステンレス鋼開発は水素環境用鋼種拡大に寄与するものである。

Mo を含有しないため低コストな高圧水素用 SUS305 に関して良好な耐水素ガス脆化特性を確認すると共に、C 添加がオーステナイト相の安定化に効果があることが判明した。一般例である高圧水素用 SUS316L の市場の一部を、低コスト鋼で置き換えることが可能と考えられる。

中空試験片を用いた簡便な高圧水素環境下の試験においては試験法を改善し、試験手順を確立させると共に、STH2 と HRX19 について、-80 ℃の低温でも 70 MPa 水素環境で水素の影響が小さいことを明らかにした。

また、水素の影響に関する新たな知見として次の 3 点が明らかになり今後の鉄鋼材料の水素環境中での挙動を理解する上で大いに有用な知見である。①SUS630 について、230 K、70 MPa 水素ガス環境中で 0.2 %耐力の約 47 %の 640 MPa、全く弾性変形中でクリープしないし転位が動かない応力状態でありヤング率の約 0.3 %、で破断することを見い出した。②水素ガス脆化は臨界の水素圧力・応力で一義的に決まっていることを解明した。③水素が材料に影響をもたらす臨界の応力または変形量を推察する知見として、高圧水素環境から吸収される水素原子が増加し、負荷応力で bcc の結晶格子が 0.2～0.3 %歪んだ際に、引張応力による材料の歪み量と高圧水素による水素の材料中に飛び込むエネルギーの兼ね合いにより、材料中に水素が侵入する条件が成立すると、水素が侵入しき裂が発生し進展を早め数秒間で破断に至る、。

3.3 開発項目別残課題

高圧水素用継手・バルブ向けオーステナイト系ステンレス鋼の鋼種拡大のための研究開発においては、今後は許容応力等に関するさらなるデータ蓄積により一般則例示基準化を進めることで、高圧水素用機器へのより簡便な適用が可能となり、低コスト鋼材の普及を加速する効果があるものと考えられる。

また、中空試験片を用いた水素環境中の機械的性質を把握する簡便な評価試験方法に関しては、①低温域の高圧水素環境特性取得、②実機の製造に不可欠な溶接部材の評価、③加工誘起変態とδフェライト量の最適値と残留応力の把握、実機の許容応力の判定に必要な疲労特性評価への展開、④低温域における引張-圧縮疲労特性の取得と従来データとの比較、⑤実用環境の低温域高圧水素環境条件による材料評価、等が今後の課題として挙げられる。

４．まとめ及び課題、事業化までのシナリオ

本研究開発は燃料電池自動車や水素ステーションにおいて使用される耐水素環境性に優れた鉄鋼材料を広く提供可能となることを目標として、蓄圧器に使用される材料として低合金鋼を、主として蓄圧器周辺機器(配管、バルブ等)に使用される材料としてステンレス鋼を各々開発対象鋼種として、使用可能な鉄鋼材料の種類を拡大することを目標として実施された。

4.1 主として蓄圧器に適用される使用可能鋼材拡大のための技術開発

低合金鋼の水素中での破壊安全性を評価するため KIH の測定方法による影響を明確化した。また、SSRT 及び疲労特性に及ぼす非金属介在物の影響についても検討した。得られた知見を提供することで、低合金鋼技術文書作成に貢献した。低合金鋼技術文書は水素中で安全性を確保出来る

ための性能要件を与えるものであり、JPEC の技術文書として発行される予定である。
設計係数を低減し軽量化した蓄圧器は開発が終了し事業化が達成できた。今後は普及拡大を目指し、耐久性を犠牲にすることなく蓄圧器の更なるコスト低減について検討を進める。

4.2 主として蓄圧器周辺機器(配管、バルブ等)に適用される使用可能鋼材拡大のための技術開発

(1) 高圧水素に用いるステンレス鋼の鋼種拡大および関連評価技術の開発

種々の溶接条件により HRX19 溶接継手を作製し、高圧水素ガス中において水素脆化特性を評価した結果、高圧水素中において水素脆化感受性は極めて低いことが明らかにした。さらに、溶接継手の強度特性は固溶窒素量以外の固溶元素の影響も効果的であることを明らかにした。

(2) 高圧水素用継手・バルブ向けオーステナイト系ステンレス鋼の鋼種拡大のための研究開発

HRX19(22Cr-12Ni-4.5Mn-2Mo-0.3N)については、各種溶接材料(309Mo,309MoL、317LN および 308N2)、溶接条件(ガス種類、入熱など)を考慮した溶接継手を作製し、-40°Cから 300°Cまで材料特性を取得し、水素脆化感受性が極めて低いことが判明した。更に溶接継手の強度特性は固溶窒素量以外の固溶元素の影響も効果的であることが判明した。STH2 については、Cu と N 添加量増加により室温における耐水素ガス脆化特性が向上することを確認した。また、SUS316L(Ni 当量≧28.5)は拡散接合後も良好な耐水素ガス脆化特性を有することを確認した。

SUS305 鋼については、高圧水素用継手やバルブ等の素材として使用される棒鋼形状での高圧水素用 SUS305 鋼材の商品化に取り組む。工場の量産設備を用いた製造工程を確立しており、ブランド鋼種名「AUS305-H2」として、鋼材サンプルをユーザーに販売している。提供した鋼材サンプルにより高圧水素用 SUS305 が高圧水素用機器の低コスト化に有効であることをユーザーと確認している。水素ステーション用機器への簡便な適用に向けて、より多くのデータ蓄積による一般則例示基準化が望まれる。

(3) 低温域における共通試験材料の特性評価

低温における試験も容易な中空試験片を用いた簡便な高圧水素中の材料試験法を活用して、STH2 等の共通試験材材料や SUS630 等の各種構造用材料の高温及び低温水素環境中の引張特性を評価するとともに高圧水素環境中の脆化に係る知見と基準化・標準化に資するデータを取得した。
今後は、実機の製造に関わる溶接部材を中心に、許容応力の判定に必須の疲労特性を取得し、実用環境の-30°C付近の高圧水素環境中の特性を評価し、簡便法を標準試験法として公知し JIS と ISO への提案を図ることで、実用材料の普及を促進する。

今後の事業化については、開発鋼種の実用化推進と用途拡大による使用量増加が目標となるが、そのためには開発鋼種の水素環境用材料としての基準化・標準化の実現が大きな原動力となると考えられ、その実現に向けて関係機関と連携して取り組んで行く予定である。特に、現事業においては、「水素ステーション用金属材料の鋼種拡大に関する研究開発」(石油エネルギー技術センター、高圧ガス保安協会、九州大学)と連携し、各種委員会への出席・討議や試験材の提供、等において相互協力、密接な連携を保ちながら、更にインフラ業界や自動車業界の動きも注視しながら効率良く水素環境用鋼種の拡大事業に取り組んできた。
以上のような水素環境で使用される材料評価データの蓄積とこれに基づく使用法の確立は、今後の燃料電池自動車及び水素供給インフラの本格的な普及に向けて、より安価で信頼性の高い鉄鋼材料を提供する上で意義深く、将来の水素社会の構築に大いに貢献するものである。

５．研究発表・特許等

－研究発表・講演、文献等、その他－

【日本製鋼所】

No.	年月	発表先	題目	発表者
1	H26 年 3 月 (2014 年)	日本鉄鋼協会第 167 回春季講演大会	高強度低合金鋼の水素助長割れ下限界応力拡大係数の評価	柳沢祐介
2	H26 年 11 月	水素ワークショップ（韓国）	Hydrogen Assisted Cracking Threshold of High-Strength Low-Alloy steel	柳沢祐介
3	H26 年 11 月	水素ワークショップ（韓国）	MATERIAL SELECTION AND SAFETY VALIDATION OF STEEL TANKS FOR HYDROGEN STATIONS	和田洋流
4	H26 年 12 月	平成 26 年度日本鉄鋼協会北海道支部冬季講演大会	耐水素脆性に優れる高強度オーステナイト鋼の開発	佐藤慎也
5	H27 年 3 月 (2015 年)	日本鉄鋼協会第 169 回春季講演大会	高圧水素機器用高 Mn 非磁性鋼の開発	佐藤慎也
6	H27 年 5 月	HPI 春季講演大会	高強度低合金鋼の水素助長割れ下限界応力拡大係数の評価	柳沢祐介
7	H27 年 5 月	JRCM NEWS	蓄圧器用部材の水素助長割れ下限応力拡大係数の評価	柳沢祐介
8	H27 年 6 月	学振 129 委員会第 112 本委員会	水素ステーション蓄圧器の開発と安全性評価	柳沢祐介
9	H27 年 7 月	ASME PVP 2015	Hydrogen Assisted Cracking Threshold of High-Strength Low-Alloy steel	柳沢祐介
10	H27 年 12 月	学振 129 委員会	水素ステーションにおける最近の動向	和田洋流
11	H28 年 9 月 (2016 年)	日本鉄鋼協会秋季講演大会	高圧水素機器用高 Mn 非磁性鋼の開発	佐藤慎也
12	H29 年 10 月 (2017 年)	JRCM NEWS	高圧水素蓄圧器用部材の安全性評価	荒島裕信

【新日鐵住金、(共同実施先)新日鐵住金ステンレス】

No.	年月	発表先	題目	発表者
13	H25年12月 (2013年)	溶接学会論文集第31巻第4号 (2013) 264-251.	オーステナイト系ステンレス鋼溶接金属の水素脆化に及ぼす化学成分および組織の影響	平田弘征 大村朋彦 浄徳佳奈 中村潤 小薄孝裕
14	H25年4月	燃料電池 Vol.12, No.4 (2013) 70-74.	水素エネルギー用低Ni省Mo型ステンレス鋼の開発	秦野正治 高橋明彦 松本和久 藤井秀樹 大宮慎一
15	H25年7月	Proceedings of ASME PVP2013	Mechanical Properties of High Nitrogen －High Strength Stainless Steels in High Pressure Gaseous Hydrogen environment	J. Nakamura T. Omura Y. Tomio H. Hirata M. Terunuma E. Dan T. Osuki
16	H25年7月	Proceedings of ASME PVP2013	Mechanical Properties of a New Nitrogen-strengthened Stainless Steel with Reduced Amount of Ni and Mo in High Pressure Gaseous Hydrogen	K.Matsumoto S. Ohmiya H. Fujii M. Hatano
17	H25年10月	「水素脆化研究の基盤構築」研究会報告書 （2013）31-34.	ステンレス鋼の水素脆化とγ相の変形組織について	秦野正治 藤井秀樹 大宮慎一 藤浪真紀 南雲道彦
18	H25年12月	日本金属学会誌 第77巻第12号（2013）593-598.	水素エネルギー用低Ni省Mo型オーステナイト系ステンレス鋼の変形組織	秦野正治 高橋明彦 藤井秀樹 大宮慎一
19	H26年1月 (2014年)	MATERIAL STAGE Vol.13, No.10(2014) 18-20.	N添加した低Cr, Ni省Mo型水素環境用ステンレス鋼の耐水素脆化特性	松本和久 秦野正治 大宮慎一 藤井秀樹

No.	年月	発表先	題目	発表者
20	H26年9月	溶接学会全国大会	高窒素含有22Cr-13Ni-5Mn-2Mo-Nb、Vステンレス鋼溶接継手性能	浄徳佳奈 中村潤 平田弘征 大村朋彦 小薄孝裕 照沼正明
21	H26年9月	鉄鋼協会第168回秋季講演大会	ステンレス鋼の水素脆化特性に及ぼす表面水素濃度の影響	大村朋彦、他
22	H26年10月	材料と環境	高圧水素ガス環境における低合金鋼の水素吸蔵挙動	大村朋彦、他
23	H26年11月	JRCM NEWS No.337 (2014) pp.2-4.	高圧水素用高強度高窒素ステンレス鋼の開発	大村朋彦、他
24	H26年12月	溶接構造シンポジウム2014	水素インフラ用高強度高窒素ステンレス鋼の溶接性	浄徳佳奈 中村潤 平田弘征 大村朋彦 小薄孝裕 照沼正明
25	H27年3月 (2015年)	JRCM NEWS No.341(2015) pp.2-4.	水素エネルギー用低Ni省Mo型ステンレス鋼の開発	秦野正治
26	H27年3月	鉄鋼協会 第169回春季講演大会	SUS316Lの引張特性におよぼす温度と水素チャージの影響	松本和久 秦野正治
27	H27年9月	鉄鋼協会第170回秋季講演大会（シンポジウム）	SUS304の塑性変形に伴う微細構造組織と水素脆化	秦野正治
28	H28年3月 (2016年)	CAMP-ISIJ vol.29 (2016) p.295	SUS316L水素チャージ材の水素脆性におよぼす変形組織の影響	松本和久 秦野正治
29	H28年5月	溶接学会、第234回溶接法研究委員会	水素インフラ用高強度高窒素ステンレス鋼の性能	栗原伸之佑 上山正樹 小薄孝裕 中村潤 浄徳佳奈
30	H28年6月	HPI技術セミナー	高圧水素用材料HRX19®	中村潤

No.	年月	発表先	題目	発表者
31	H28年8月	溶接技術、8月号	高圧水素用高強度ステンレス鋼の開発と溶接性	浄徳佳奈 中村潤 小薄孝裕 平田弘征
32	H28年9月	鉄鋼協会第172回秋季講演大会（シンポジウム）	放射光X線を活用したSUS304の加工誘起εマルテンサイト変態におよぼす水素添加の影響	秦野正治
33	H28年10月	10th International Conference on Trends in Welding Research & 9th International Welding Symposium of Japan Welding Society (9WS)	Weldability of 22Cr-13Ni-5Mn-2Mo-Nb, V stainless steel containing high nitrogen under high pressure hydrogen gas	小薄孝裕 栗原伸之佑 浄徳佳奈 大村朋彦 平田弘征
34	H29年1月 (2017年)	鉄と鋼 Vol.103 (2017), No.1 pp.54-63.	N添加した低Ni省Mo型オーステナイト系ステンレス鋼の機械的特性におよぼす内部水素の影響	松本和久 秦野正治
35	H29年6月	HPI技術セミナー	高圧水素用材料HRX19®	中村潤
36	H29年9月	第14回SPring-8 産業利用報告会	放射光X線を活用したSUS304鋼の水素脆化に係る微細構造解析	秦野正治
37	H29年9月	溶接学会全国大会	高窒素含有22Cr-13Ni-5Mn-2Mo-Nb、Vステンレス鋼溶接継手性能(2)	浄徳佳奈 中村潤 平田弘征 大村朋彦 小薄孝裕 照沼正明
38	H29年9月	鉄鋼協会鉄鋼協会 第174回秋季講演大会 （シンポジウム）	SUS304の水素脆化に及ぼす加工誘起εマルテンサイト変態の影響	秦野正治

【愛知製鋼】

No.	年月	発表先	題目	発表者
39	H25 年 11 月 (2013 年)	(社)水素エネルギー協会 (HESS)第 142 回定例研究会	水素社会に向けた金属材料の開発	窪田和正 中村潤 松本和久 服部憲治 荒島裕信
40	H26 年 9 月 (2014 年)	日本鉄鋼協会第 168 回秋季講演大会	オーステナイト系ステンレス鋼の機械的性質に及ぼす高圧水素ガス環境の影響	渡邊義典 窪田和正 中川英樹
41	H27 年 3 月 (2015 年)	日本金属学会誌 第 79 巻 第 3 号（2015）	水素チャージを施した高圧水素用省 Mo オーステナイト系ステンレス鋼の機械的性質と室温クリープ変形	窪田和正 渡邊義典
42	H27 年 3 月	日本鉄鋼協会第 169 回春季講演大会シンポジウム「新エネルギーとステンレス鋼」	水素ステーションにて用いられるステンレス鋼	窪田和正
43	H28 年 9 月 (2016 年)	日本鉄鋼協会第 172 回秋季講演大会	高 C オーステナイト系ステンレス鋼の機械的性質に及ぼす高圧水素ガス環境の影響	窪田和正 渡邊義典
44	H29 年 3 月 (2017 年)	特殊鋼	水素社会を支える特殊鋼	渡邊義典
45	H29 年 4 月	JRCM NEWS /第 366 号	高圧水素用ステンレス鋼 AUS305-H2 の開発	窪田和正

【物材機構】

No.	年月	発表先	題目	発表者
46	H26 年 4 月 (2014 年)	Advances in Cryogenic Engineering, vol.60, 320-326, 2014	Evaluation of Mechanical Properties of Structural Materials at Cryogenic Temperatures and International Standardization for those methods	T. Ogata
47	H26 年 10 月	ＮＩＭＳイブニングセミナー	極限環境における材料信頼性評価/－200 度以下の破壊	緒形俊夫

No.	年月	発表先	題目	発表者
48	H27 年 8 月 (2015 年)	JRCM NEWS、No.346、p.2	高圧容器を使わない簡便な高圧水素環境中材料特性評価法の開発および低温における材料特性の評価	緒形俊夫
49	H27 年 6 月	国際低温材料会議	Hydrogen Environment Embrittlement_on Austenitic Stainless Steels from Room Temperature to Low Temperatures	緒形俊夫
50	H27 年 9 月	日本鉄鋼協会　水素フォーラム	SUS316L および高 Ni 当量材の室温から低温での 70MPa 水素環境における引張特性	緒形俊夫 松本 和久 秦野 正治
51	H27 年 11 月	機械学会材料力学部門講演	高圧水素下での疲労強度評価法	緒形俊夫
52	H28 年 6 月 (2016 年)	日本高圧力技術協会セミナー	高圧水素環境の簡便な材料評価技術	緒形俊夫
53	H28 年 11 月	1st Asian ICMC and CSSJ 50th Anniversary Conference	極低温における引張特性に及ぼす高圧水素ガスと高圧液化水素の影響	緒形俊夫
54	H29 年 3 月 (2017 年)	日本溶接協会 ろう部会先端材料接合委員会	高圧水素環境の簡便な材料評価技術	緒形俊夫
55	H29 年 7 月 (2017 年)	JRCM NEWS、No.369、p.2	中空式試験法による高圧水素の簡便な影響評価法の取り組み状況と今後の課題	緒形俊夫

－特許等－

No.	出願日	出願番号	発明の名称	委託会社名
1	H26 年 11 月 28 日	特願 2014-241571	耐水素脆化特性に優れた高強度オーステナイト鋼およびその製造方法	(株)日本製鋼所
2	H29 年 5 月 11 日	特願 2017-094893	水素蓄圧器用の低合金鋼および水素蓄圧器	(株)日本製鋼所
3	H29 年 2 月 23 日	特願 2017-032735	高圧水素用オーステナイトステンレス鋼	愛知製鋼(株)

－受賞等－

【新日鐵住金】

1. H26 年度溶接学会優秀研究発表賞、平成 26 年度秋季全国大会 プログラム番号 324
「高窒素含有 22Cr-13Ni-5Mn-2Mo-Nb、V ステンレス鋼溶接継手性能」 浄徳佳奈

2.2015 年日経優秀製品・サービス賞日経産業新聞優秀賞
「高圧水素用材料 HRX19®」新日鐵住金

【物質・材料研究機構】

3.平成 26 年度工業標準化事業表彰(経済産業大臣表彰) 緒形俊夫

以上

(I-4)「水素利用技術研究開発事業／燃料電池自動車及び水素供給インフラの国内規制適正化、国際基準調和・国際標準化に関する研究開発／複合圧力容器蓄圧器の基準整備等に関する研究開発」 委託先：（一財）石油エネルギー技術センター、高圧ガス保安協会、（国）東京大学

●成果サマリ（実施期間 ：平成25年度～平成29年度）

・Type3複合圧力容器（以下、Type3）を用いて、実際の水素ステーションでの部分充填を想定した圧力サイクル試験を実施し、応力範囲が小さくなることで疲労寿命が延びることを確認した。これにより疲労試験に関する技術文書改正素案及び解説書案を作成した。Type4複合圧力容器（以下、Type4）とType2複合圧力容器（以下、Type2）についても部分充填を想定した試験を実施し、Type4では損傷モードを確認した。また、Type2では部分充填効果と損傷モードを確認し、自主基準案を作成した。
・各種CFRPのストレスラプチャー試験、疲労試験を実施し、設計、寿命評価等に資するデータを取得した。これらにより複合圧力容器の設計における合理的な設計係数を設定する方法を提示した。
・Type2，3，4各容器の正確な応力解析を可能にするソフトウエアを開発し、応力規準により疲労強度評価を行う手法を確立し、最適設計方法を提示した。

●背景/研究内容・目的

水素ステーションで使用される複合容器蓄圧器の実使用条件は技術基準で要求されている疲労試験圧力条件と異なり、部分充填圧力となる。そこで実使用圧力での疲労寿命評価や疲労設計方法の高度化を行うための研究開発を実施し、技術基準の整備を行う。これにより、複合容器の安全性を確保したうえで長寿命化、低コスト化を図る。

●研究目標

実施項目	最終目標（H29年度）
①-1)複合圧力容器蓄圧器の疲労寿命評価手法の検討	Type3,4,2容器の疲労寿命評価方法の確立を目指した各種設計及び各種応力範囲における疲労寿命データの取得
①-2)技術基準案の検討	Type3,4,2容器の疲労寿命評価方法等の技術基準案の策定に資する資料の検討、基準策定に向けた課題の提示
②CFRPの評価方法の高度化	複合圧力容器設計方法や寿命評価方法等へのCFRP評価データ活用方法の提示
③複合圧力容器蓄圧器の疲労設計方法の高度化	Type3,4,2容器の部分充填を考慮した疲労設計方法にもとづく最適設計手法の確立
④保安検査方法に関する検討	適用可能性がある検査方法の課題と実用化に向けた開発検討案の提示

NEDO
- 石油エネルギー技術センター　項目①、④
- 高圧ガス保安協会　項目②、④
- 東京大学　項目③、④

●これまでの実施内容／研究成果

①－1) ・Type3各種設計容器を用いて部分充填圧力サイクル試験を行い、平均応力が高くなっても応力範囲が小さくなれば疲労寿命が延びるデータを取得し、部分充填条件での疲労試験方法の有効性を確認した。
・Type4、2各種設計容器の部分充填圧力サイクル試験を行い、部分充填効果と損傷モードを確認した。
・Type3、2容器ライナー材試験片による疲労試験を行い、応力範囲と疲労寿命との相関を確認した。

①－2) ・Type3容器の試験結果を用いて疲労試験に関する技術文書KHKTD5202の改定素案及び解説書素案を作成した。今後KHKTD5202は本素案を基に改正作業が進められる見込み。
・Type4容器の試験結果を用いて適切な疲労寿命評価方法を提示した。また、Type2容器の試験結果を用いて実容器を用いた試験（破裂試験、圧力サイクル試験等）を課さない自主基準案を作成した。

②各種CFRPのストレスラプチャー試験及び疲労試験を実施し、設計、寿命評価等に資するデータを取得した。

③・各容器の胴部・鏡部等境界領域も含めた有限要素解析方法を確立し、Type3容器では鏡部での漏洩を防止する設計と寿命延長を可能とした。Type4容器では口金金属、CFRP及び口金/ライナー/CFRP界面の詳細応力評価方法を、Type2容器では胴部及びネジ部の詳細応力評価方法を構築し、応力規準による各容器の疲労設計方法を提示した。
・各容器の製造誤差及び使用温度変化による疲労寿命への影響評価法を確立した。

④保安検査の実績調査を行い、海外ステーションと容器メーカーでは実績がないことを確認した。また、関連するNEDO事業で開発しているAE法の検討を行い、実用化に向けた課題と開発検討案を提示した。

●実用化の見通し

①Type3、4、2容器共に、本評価方法に応じた設計を行うことで長寿命化あるいは低コスト化が図られる。
②試験結果を用いてより合理的な複合圧力容器蓄圧器の設計係数が決定できる。
③ソフトウェアを公開することで、事業者が容易に疲労設計方法を適用でき、長寿命化や低コスト化を図ることが可能となる。
④事業者が有効な保安検査を検討することで将来実用化が期待できる。

●研究成果まとめ

実施項目	成果内容	自己評価
①-1)	Type3,4,2容器の疲労寿命評価方法の確立に資する各種設計及び各種圧力範囲における疲労寿命データを取得	○
①-2)	Type3容器の疲労試験に関する基準の改定素案を提示し、本素案を基に改正される見込み Type4容器は疲労寿命評価方法を、Type2容器の自主基準案を提示	◎
②	Type3,4,2容器設計や寿命評価のためのCFRP評価データ活用方法を提示	○
③	ソフトウエアを開発し正確な応力解析によるType3,4,2容器の疲労設計方法を確立	○
④	AE法の課題と開発検討案提示	○

特許出願	論文発表	外部発表	受賞等
0	1	18	0

課題番号：Ⅰ－4

水素利用技術研究開発事業／燃料電池自動車及び水素供給ｲﾝﾌﾗの国内規制適正化、国際基準調和・国際標準化に関する研究／

複合圧力容器蓄圧器の基準整備等に関する研究開発

一般財団法人石油エネルギー技術センター（JPEC）
高圧ガス保安協会（KHK）
国立大学法人東京大学（東大）

１．研究開発概要

複合圧力容器蓄圧器においては、その評価方法のひとつである疲労試験（常温圧力サイクル試験）と実使用条件が大きく異なるものがあり、その評価方法のさらなる高度化、CFRP 層の評価方法の高度化、疲労設計方法の高度化などが望まれている。そこで、水素ステーション用複合圧力容器蓄圧器に係る基準整備等のための研究開発を行う。

事業推進に当っては、次の４テーマに取り組む。

（1）複合圧力容器蓄圧器の評価方法の高度化 (JPEC)
（2）CFRP の評価方法の高度化 (KHK)
（3）複合圧力容器蓄圧器の疲労設計方法の高度化（東大）
（4）複合圧力容器蓄圧器の保安検査方法に関する検討（JPEC、KHK、東大）

２．研究開発目標

２．１　複合圧力容器蓄圧器の評価方法の高度化 (JPEC)

（1）Type3*複合圧力容器蓄圧器（以下、Type3 容器）

常温圧力サイクル試験に用いる圧力媒体の影響を調査し、溶媒の選定を行う。

その溶媒を用いて各種応力範囲での圧力サイクル試験を検証し、部分充塡（例えば使用圧力が 0MPa~100MPa ではなく、60MPa～100MPa のような応力範囲）を想定した疲労寿命評価方法の確認を行う。

疲労寿命評価方法の高度化が図られた場合には、運転管理手法も含めた技術基準案の策定に資する資料の検討を行う。

（2）Type4*容器

各種応力範囲での圧力サイクル試験を検証し、損傷モードの確認を行うと共に、部分充塡を想定した疲労寿命評価方法の確認を行い、疲労寿命評価方法の高度化に資する資料を提示する。

（3）Type2*容器

各種応力範囲での圧力サイクル試験を検証し、損傷モードの確認を行うと共に、部分充塡を想定した疲労寿命評価方法の確認を行い、疲労寿命評価方法の高度化に資する資料を提示すると共に基準策定に向けた課題を提示する。

＊Type3：金属製ライナーの全面を繊維強化プラスチックで巻付けた（フルラップ）構造の複合容器
＊Type4：プラスチック製ライナーの全面を繊維強化プラスチックで巻付けた（フルラップ）構造の複合容器
＊Type2：金属製ライナーの胴部を繊維強化プラスチックで周方向に巻付けた（フープラップ）構造の複合容器

２．２　CFRP の評価方法の高度化（KHK）

CFRP の疲労試験において、残存強度（疲労試験を中断時の引張強さ）が未疲労試験の引張強さより低下するが報告されている。また、FRP 複合容器は FRP 層が厚くなることで、残存破裂圧力（疲労試験を中断時の破裂圧力）が初期破裂圧力よりも低下することが報告されている。

このため、複合圧力容器蓄圧器の FRP 層の評価方法の高度化を図ることを目的として、CFRP のストレスラプチャー試験及び疲労試験を実施し、設計、寿命評価などに資するデータを取得する。さらに、複合圧力容器蓄圧器設計方法や寿命評価方法等へのデータ活用方法を提示する。

２．３　複合圧力容器蓄圧器の疲労設計方法の高度化（東大）

２．１項で取得する圧力サイクル試験データ及び２．２項で取得する CFRP の試験データなどを取り入れ、設定された疲労寿命を満足する Type3 容器、Type4 容器、Type2 容器の疲労設計方法を確立する。また、製造時の誤差及び使用温度変化が疲労強度に与える影響の評価方法を確立する。

なお、これらの検討を行うに不可欠である Type3 容器及び Type4 容器の CFRP 鏡部について、正確な有限要素モデルを作成するためのソフトウエアを開発する。

２．４　複合圧力容器蓄圧器の保安検査方法に関する検討（JPEC、KHK、東大）

複合圧力容器蓄圧器の保安検査方法に関する文献調査、海外水素ステーションでの実態調査を実施する。また、アコースティックエミッション（AE）法などの最新の検査方法に関しても、関連する NEDO プロジェクトと連携し検討、調査を行う。調査した結果から、適用可能性のあるものについては課題を提示し、実用化に向けた保安検査方法の開発検討案を提示する。

３．研究開発成果

３．１　研究開発成果、達成度

（1）複合圧力容器蓄圧器の評価方法の高度化

①Type3 容器

技術文書KHKTD 5202 に記載されている疲労試験の圧力サイクル試験条件である設計圧力の10%以下から設計圧力以上の圧力範囲で行うこととなっている。

本事業では、以下に記載する複合容器の圧力サイクル試験等により、この疲労試験を実際の水素ステーションでの運用条件に沿った圧力条件で実施することで使用圧力サイクル数の延長が可能であることを確認し、表 1 の技術文書改定希望案（抜粋）を提出し、KHK において技術文書を改正する見込みとなった。（平成29 年 8 月末現在）

なお、本試験方法を適用するに当たっては、水素ステーションでの使用圧力管理が重要である。

表 1　技術文書改定希望案（抜粋）

該当項目	変更希望案	現行
5.2.3.1 疲労試験 a)試験の方法	2)　試験は非水槽式とし、試験体に試験液体（試験中は、試験液体を適切に管理すること。）を充満させた後、加圧装置を用いて**設定する最低圧力以下の圧力から常用圧力以上の圧力範囲で**、毎分 10 回以下で圧力サイクルを負荷する。	2)　試験は非水槽式とし、試験体に試験液体（試験中は、試験液体を適切に管理すること。）を充満させた後、加圧装置を用いて設計圧力の10%以下から設計圧力以上の圧力範囲で、毎分10 回以下で圧力サイクルを負荷する。

a. 各種圧力範囲での容器圧力サイクル試験

表 2 に示す小型容器（多種圧力範囲におけるサイクル寿命の傾向確認）、中型容器（実際に使用される圧力範囲（設計圧力 90～106MPa）での部分充塡効果を確認）、大型容器（実ステーションで使用されているものと同等の 300L 級の容器での確認）で圧力サイクル試験を行い、部分充塡条件で平均応力が高くなっても圧力範囲（ライナー金属部に掛かる応力範囲）が小さくなればサイクル寿命が延長することを確認した。

表 2　Type3 各試験容器の概略仕様

	小型容器	中型容器 A	中型容器 B	大型容器
設計圧力（MPa）	45	106	95	99
内容積, L	30	90	110	300
全長, mm	770	1590	1290	4960
外径, mm	340	480	490	440
破裂圧力（MPa）	174	315	205	271

※ライナー材：アルミニウム合金 A6061-T6

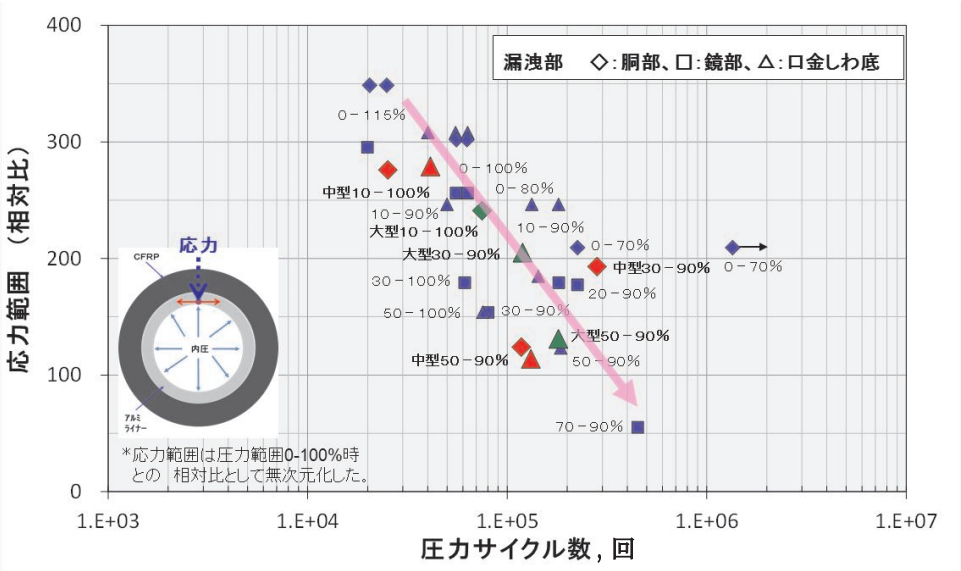


図１　Type3 容器圧力サイクル試験結果

各種圧力範囲における圧力サイクル試験結果を図１に示す。縦軸は、圧力サイクル試験において、アルミニウム合金ライナーの漏洩部にかかる応力範囲を相対比で表している。なお、試験圧力においてそれぞれの容器の漏洩部に掛かる応力は、２．３項で開発した正確な有限要素モデルを作成するためのソフトウエアを使用し東京大学にて算出した。

この圧力サイクル試験結果より、実際の水素ステーションでの使用条件に近い部分充填条件で疲労試験（圧力サイクル試験）を行うことで、使用寿命（設計圧力サイクル数）の延長を図れることを確認した。

b. 容器圧力サイクル試験用圧力媒体の選定

Type3 容器で長期間にわたる圧力サイクル試験を実施するにあたり、試験時に腐食の影響を及ぼす恐れのない圧力媒体の選定を行った。

図２に各種圧力媒体を使用した小型容器における圧力サイクル試験結果を示す。圧力媒体としては、イオン交換水、腐食防止剤を含有したイオン交換水、50%エチレングリコール水溶液、フッ素系熱媒体を使用した。いずれの媒体においても腐食の影響は確認できず、圧力サイクル数にも有意な差は見られなかった。この結果から、以後の試験媒体を 50%エチレングリコール水溶液とした。

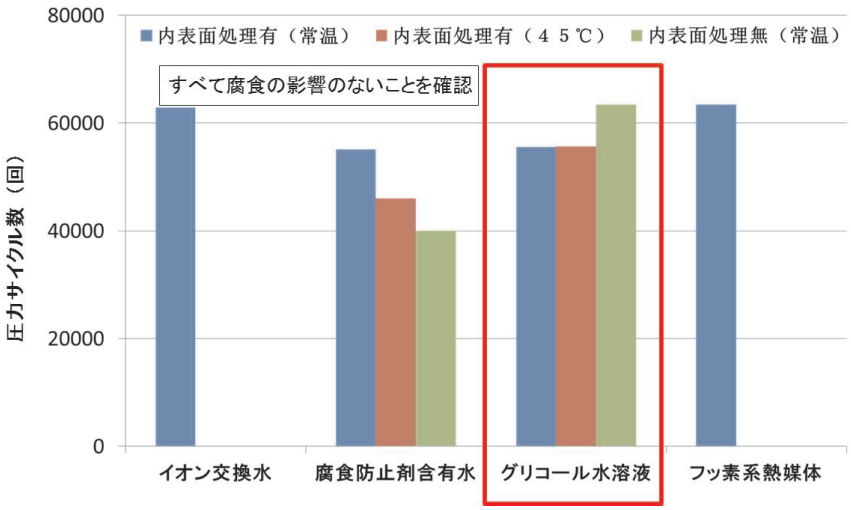


図２　圧力媒体を変更した圧力サイクル試験結果（内圧力条件：0～65MPa）

c. アルミニウム合金試験片による疲労試験

Type3 容器で応力範囲と疲労寿命のデータを取得する前段階として、伸び歪みを与えたアルミニウム合金試験片を用いて、応力範囲の変化と疲労寿命の相関を確認した。

自緊処理時には 0.8%程度の伸び歪みがアルミニウム合金ライナーにかかる。これが応力範囲と疲労寿命の関係にどのように影響するかを確認するため、伸び歪み（予歪）を与えたアルミニウム合金試験片（丸棒型）による疲労寿命評価を行った。結果を図 3 に示す。この結果、伸び歪みはアルミニウム合金の疲労特性に大きな影響を与えないことを確認した。また、これにより将来、アルミニウム合金試験片の疲労試験データを用いた設計疲労曲線を使った Type3 容器の疲労解析による設計の可能性を確認した。

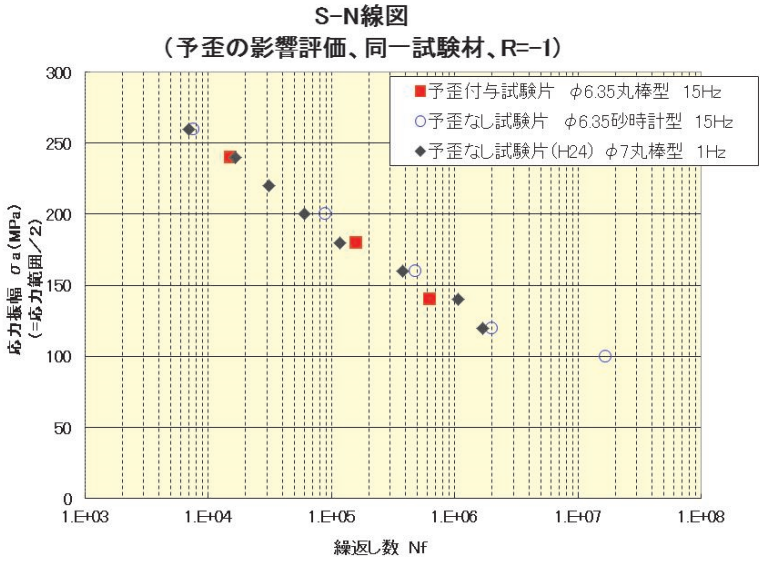


図 3　アルミニウム合金試験片による予歪の影響評価

出典：予歪なし試験片データ：平成 20 年度～平成 24 年度成果報告書

（水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発事業）（Hydrogenius）

d. 圧力サイクル試験後の漏洩部調査及び応力解析

圧力サイクル試験後のアルミニウム合金ライナーの漏洩部調査を行った。図 4、図 5 に中型容器 A での圧力サイクル試験後のライナー漏洩部の破面観察写真を示す。圧力条件 30~90%（31~95MPa）で圧力サイクル試験を行い、282,051 回で胴部から漏洩した。その胴部き裂貫通箇所の破面が図 4 である。圧力条件 50~90%（53~95MPa）で圧力サイクル試験を行い、131,495 回で鏡部口金端部（鏡部のねじ部下側（容器内部側））から漏洩した。その鏡部口金端部き裂貫通箇所の破面が図 5 である。

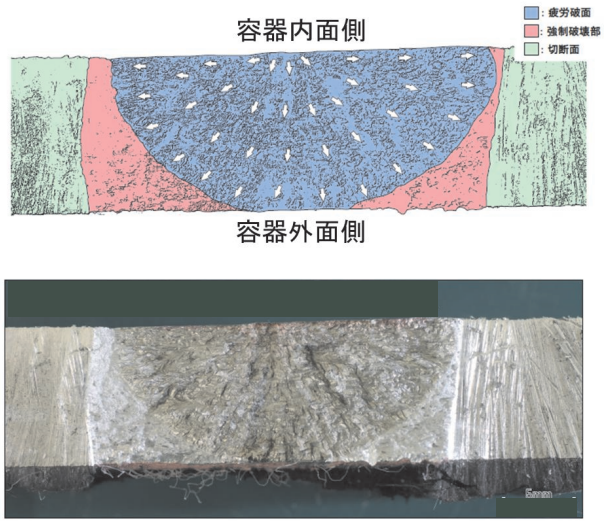


図４　中型容器Ａ（30~90%試験後）漏洩部破面

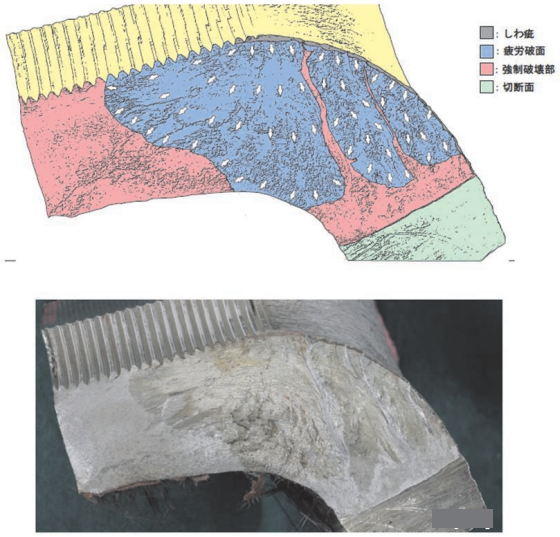


図５　中型容器Ａ（50~90%試験後）漏洩部破面

このように試験圧力条件によって疲労損傷箇所が変化することが判明した。この疲労のメカニズムを解明すべく、東大において試験容器ごと及び容器の部位ごとに詳細な応力解析を行った。図６に中型容器Ａのライナー胴部内面の応力解析結果を示す。横軸の内圧１が容器に設計圧力 106MPa をかけたときの応力値（相対値）を示している。

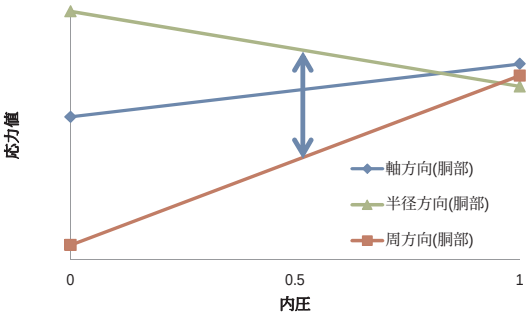


図６(a)　ライナー胴部にかかる応力

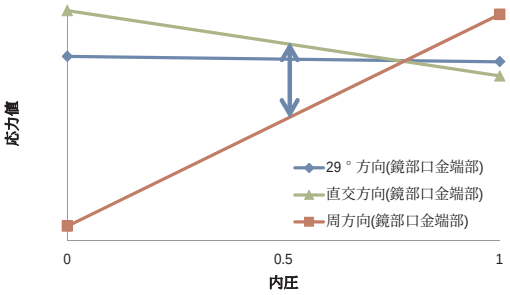


図６(b)　ライナー鏡部口金端部にかかる応力

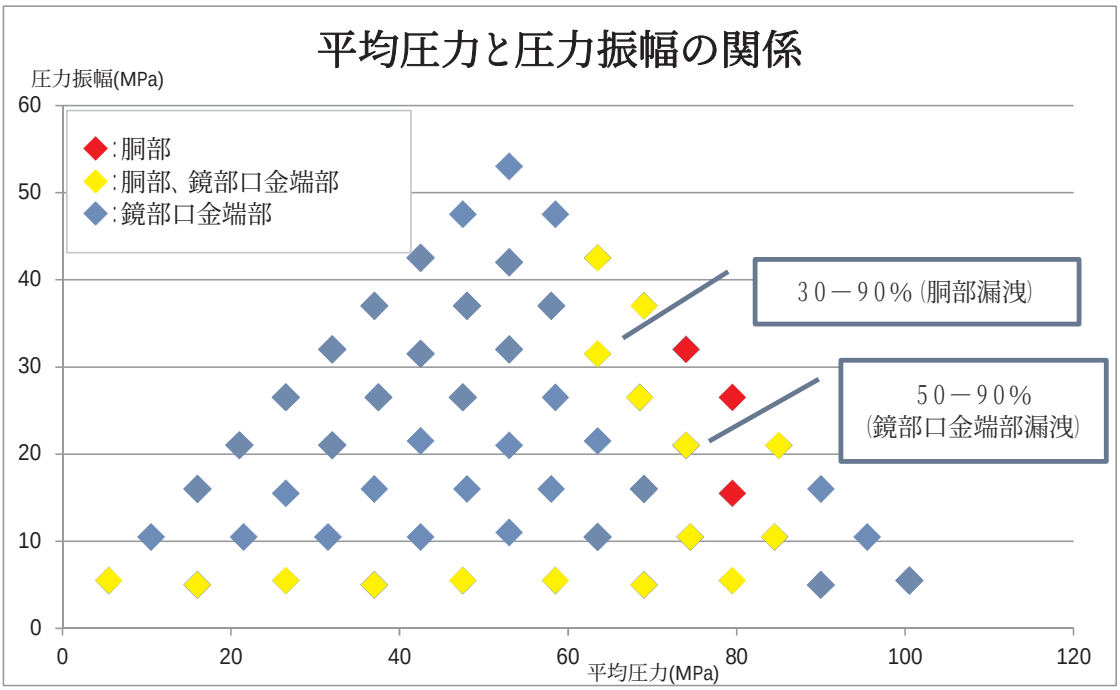


図 6 (c)　中型容器 A の使用圧力条件による疲労箇所の推定結果
＊各試験条件において繰返し応力強さの振幅の高い部位を示している

JIS B 8266 の附属書 8 の疲労解析の方法によれば、各主応力差（ここでは、半径方向、軸方向、周方向の 3 主応力の差）の変動範囲を定め、その絶対値の 2 分の 1 の最大値を繰返し応力強さの振幅としている。この手法を適用し、各部位（胴部、鏡部口金端部）の振幅を求めることで、部分充塡条件（例えば図 6(a)(b) で内圧が 0.5~0.9 に変動する条件）によって、繰返し応力強さの振幅の大きさの順序（例；胴部→鏡部口金端部）が変化することを確認した。これにより使用圧力条件による疲労箇所の推定が可能となり、部分充塡条件に適した設計が可能となった。

②Type4 容器

a. 小型容器圧力サイクル試験

表 3 の仕様の圧縮水素自動車燃料装置用容器（以下、車載容器）を用いて、容器が損傷に至るまで圧力サイクル試験を行い、損傷のモード、損傷の状態を調査した。

表 3　Type4 試験容器の概略仕様

	小型容器
公称使用圧力（MPa）	70
内容積, L	36
全長, mm	830
外径, mm	320
破裂圧力（MPa）	185

図 7 に圧力サイクル試験結果を示す。試験圧力条件は、次の 6 点とした。1)0~100%、2)0~125%、3)20~125%、4)40~125%、5)60~125%、6)80~125%。容器メーカー殿から試験容器の応力解析実施の了承が得られなかったため、縦軸は試験圧力範囲としている。なお、公称使用圧力を蓄圧器における設計圧力とおきかえ、

70MPa を 100%として表示している。

損傷モードは、2)の 0~125%の圧力条件においてのみ破裂となり、他の条件では口金金属部からの漏洩となった。なお、車載容器の技術基準では、0~125%の圧力条件で 45,000 回まで破裂、漏洩が起こらなければ良いとされており、本試験容器はその条件で 100,000 回以上の十分な寿命を有している。

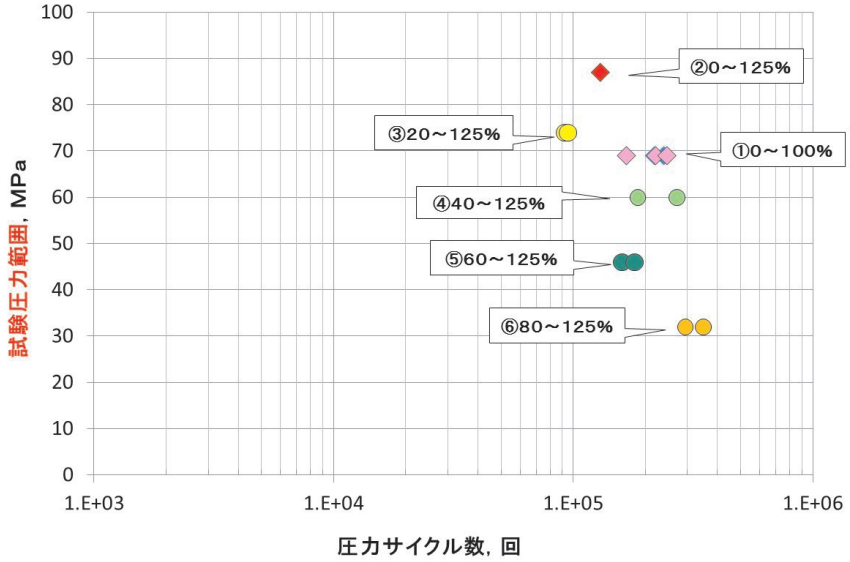


図 7　Type4 小型容器圧力サイクル試験結果

b. 小型容器圧力サイクル試験後損傷部調査

容器の断面図（一部形状を隠している）と漏洩あるいは破損箇所を図 8 に示す。

試験圧力が 1)3)4)5)の条件では、口金の金属（アルミニウム合金 A6061-T6）の根元部分からき裂が発生し、ベントホールと呼ばれる加工に必要な連絡孔を伝い、試験液体（イオン交換水）が漏洩した。

試験圧力が 3)6)（3）は試験を行った 2 体のうち 1 体）の条件では、口金ねじ部の内側にき裂が発ししていた。o リングによるシールが出来なくなり漏洩に至ったと推定する。

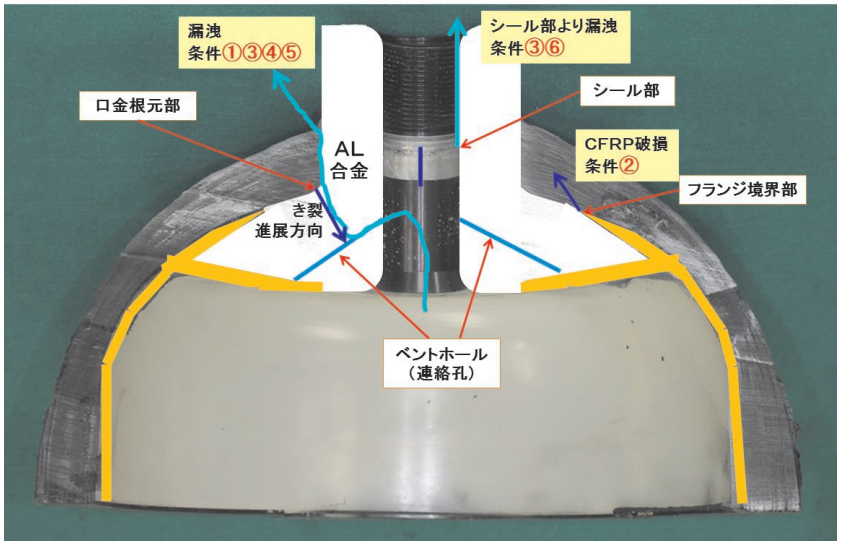


図 8　Type4 小型容器の断面図と漏洩あるいは破損箇所

試験圧力が 2)の条件では、損傷モードは破裂となった。図 9 に示すように、破裂していない反対側の鏡部分の調査から、フランジ境界部付近の CFRP が破損し、破裂に至ったと考えられる。

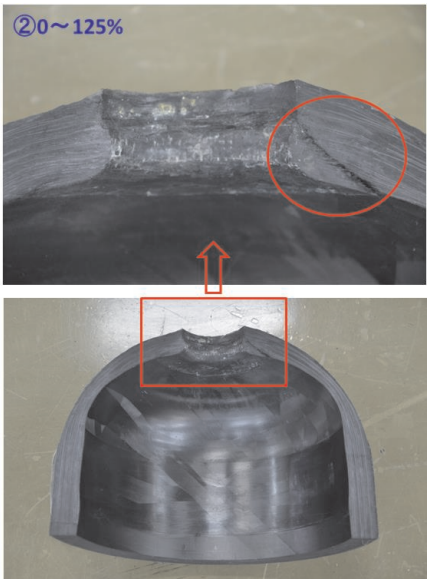


図 9　CFRP 部の観察（破裂箇所と反対側）

これらの結果から、Type4 容器は口金部（ボス部）の適切な疲労設計を行うことで、十分な疲労寿命を得られ、金属部の疲労に対して部分充填条件による寿命延長が期待できると推測される。（0~100%の条件で 16 万回~25 万回の寿命が得られている）ただし、使用条件によっては、条件 2)のように、CFRP 部が先に疲労し、破裂に至る危険がある。

このため、CFRP の健全性（実際の使用条件で CFRP は破損しないこと）を確認するための、CFRP 試験片による評価手法の検討を行っている。

c. 高圧容器圧力サイクル試験

NEDO の別事業で実施している Type4 複合容器蓄圧器の開発と連携し、100MPa、100L 級の容器の評価を準備している。（H29.9.25 現在）この結果から水素ステーションで使用する蓄圧器としての課題を抽出する。

Type4 容器に関しては、破損するまでの疲労試験を実施し、これまでにない有用な知見が得られ、今後の蓄圧器用 Type4 容器の疲労設計に役立てることができた。

③Type2 容器

a. 各種圧力範囲での容器圧力サイクル試験

表 4 の容器を用いて圧力サイクル試験を実施した。小型容器での圧力サイクル試験状況を図 10 に示す。

表 4　Type2 試験容器の概略仕様

	小型容器	中型容器 A	中型容器 B	大型容器
設計圧力（MPa）	35	100	100	100
内容積, L	18	150	100	200
全長, mm	940	2,100	2,600	2,700
外径, mm	240	450	360	390

図 10　小型容器圧力サイクル試験状況

図 11 に小型容器の圧力サイクル試験結果（途中）を示す。試験が終了した圧力条件は、設計圧力 35MPa を 100%として 1)0~125%、2)0~100%、3)20~100%の 3 条件である。現時点では漏洩部の応力解析中であることから、縦軸は胴部中央内面の応力振幅の概算値を表示としている。応力振幅の概算値は、KHKS 0220 (2016) 附属書 V による平均応力補正を実施し、等価両振り応力振幅に換算した。

図 11 には小型容器ライナー材の疲労曲線も記載した。ライナー材の疲労曲線は、SCM435 のシームレスパイプ（素管肉厚約 30mm）の周方向より採取した丸棒型試験片を用いて、常温大気中、応力比 R＝-１、周波数 20Hz で、14S-N 法により疲労試験を実施して取得した。また、得られた疲労曲線について KHKS0220 解説 4.4.5 b) 2)の設計疲労曲線作成方法に基づき、応力振幅を 1/2 倍して作成した設計疲労曲線も併記した。

圧力サイクル数は、1)0~125%条件で 43,000～47,000 回、2)0~100%条件で 76,000～105,000 回、3)20~100%条件で概ね 160,000 回となり、応力振幅が小さくなれば疲労寿命が延びる部分充塡効果を確認した。また、ライナー材の設計疲労曲線に対して、サイクル試験結果は高応力長寿命側となった。損傷モードは、1)0~125%条件で胴部漏洩であったが、2)0~100%条件で胴部漏洩と口金部漏洩、3)20~100%条件で胴部漏洩と口金部漏洩を確認した。

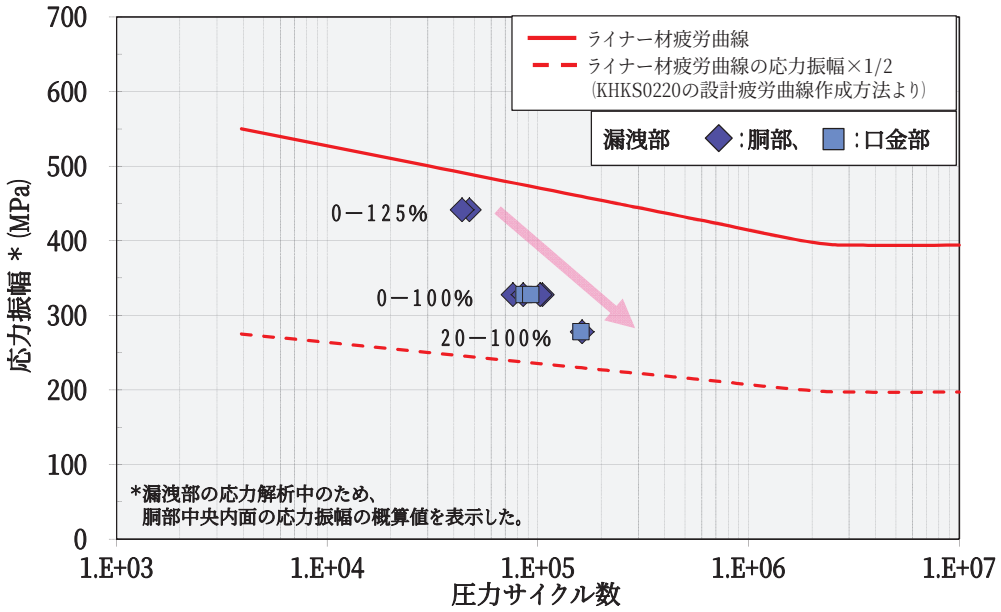


図 11　Type2 小型容器圧力サイクル試験結果（途中）

b. 小型容器圧力サイクル試験後損傷部調査

圧力サイクル試験後の低合金鋼ライナーの漏洩部調査を行った。1)0~125%条件の全数と 2)0~100%条件の一部及び 3)20~100%条件の一部においてライナー内面を起点とする疲労破面を確認した。図 12 (a-1) にライナー内面を起点とする疲労き裂を、(a-2) にライナー内面を起点とする疲労き裂進展破面を示すが、これらは胴部内面の最大応力位置近傍において疲労き裂が発生し、き裂が外面まで進展して貫通し、漏洩に至る典型的な疲労き裂進展破面であった。

また、2)0~100%条件の一部においてライナー外面を起点とする疲労破面を確認した。図 12 (b-1) にライナー外面の局所腐食を起点とする疲労き裂を、(b-2) にライナー外面を起点とする疲労き裂進展破面を示すが、これらは胴部外面の局所腐食を起点として疲労き裂が発生し、き裂が内面まで進展して貫通し、漏洩に至った。局所腐食の原因として、ライナー（金属）と CFRP 層間の電位差腐食や水分混入の影響が考えられることから、ライナー/CFRP 層間の電位差腐食や水分混入の防止措置を講じる必要であることを確認した。

さらに、2)0~100%条件の一部及び 3)20~100%条件の一部において口金部からの漏洩を確認した。図 12 (c) に口金部ねじ谷底からのき裂進展による漏洩部を示す。ねじ谷底の合成ピーク応力振幅値を低減するためには、応力振幅を狭めるだけでなく、最大応力も低減して平均応力を低減する必要がある。これにより、中型・大型容器の圧力サイクル試験においては、口金部径の縮小、応力集中を低減するねじ山形状の適用、圧力サイクル試験の実施における適切な圧力（応力）範囲の設定などの対策を実施した。

c. 自主基準案作成

表 5 に提案する Type2 自主基準案の構成を示す。現行の特定則・例示基準の規定以外に考慮すべき注意事項及び判定基準を例示する。

ライナー材に低合金鋼を使用するため、別事業で検討している Type1 蓄圧器に係る低合金鋼技術文書（案）の内容を反映させる。また、Type2 は周方向に CFRP を巻く比較的単純な構造であることから、Type1 と同様に、容器の破壊試験（破裂試験、圧力サイクル試験など）を行わない自主基準案とする。

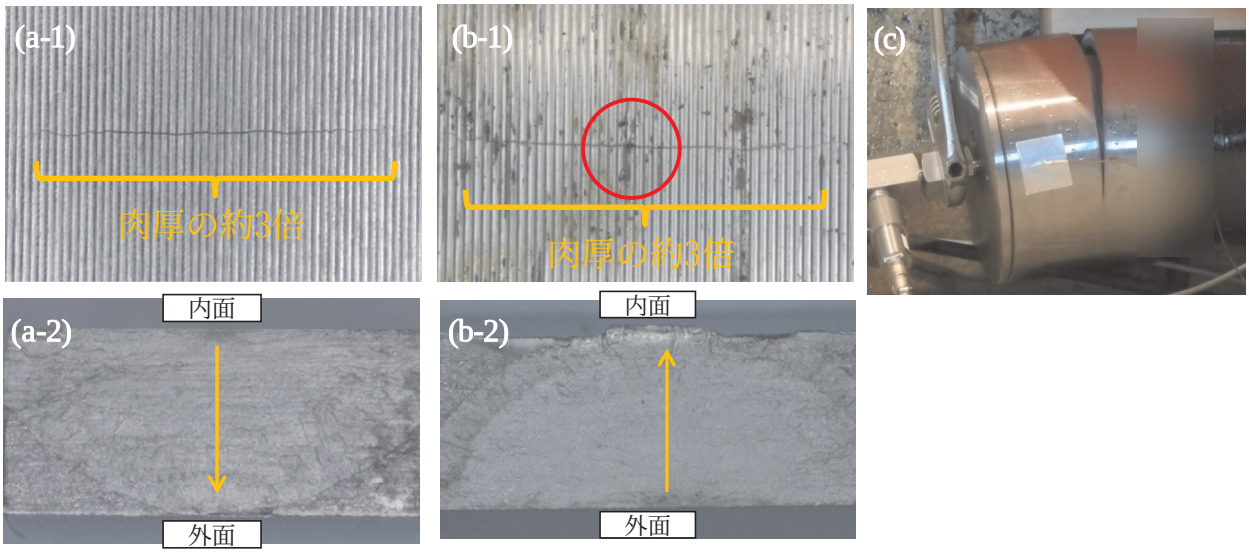


図 12　Type2 小型容器の漏洩部観察

(a-1) ライナー内面を起点とする疲労き裂、(a-2)ライナー内面を起点とする疲労き裂進展破面

(b-1) ライナー外面の局所腐食を起点とする疲労き裂、(b-2)ライナー外面を起点とする疲労き裂進展破面

(c) 口金部ねじ谷底からのき裂進展による漏洩部

表 5　Type2 自主基準案の構成

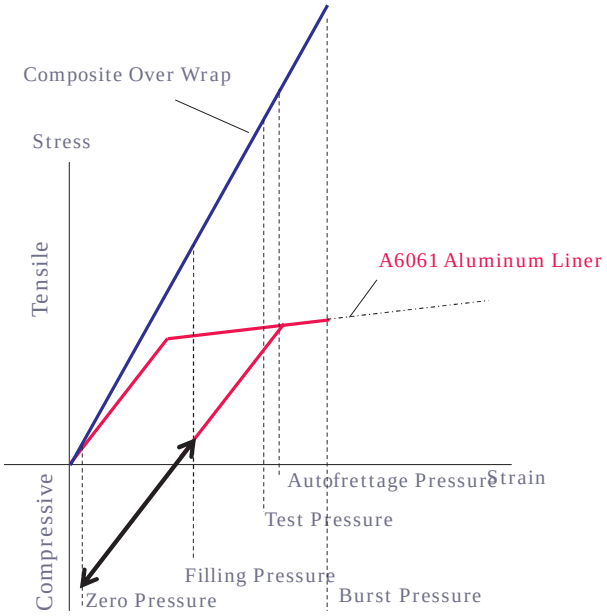
大項目	中項目	小項目
1. 適用範囲	内容積、設計圧力、設計温度、最大使用期間	
2. 材料	2.1　耐圧部分の金属材料 2.2　耐圧部分の非金属材料	2.1.1 金属材料、2.1.2 強度の設定、2.1.3 硬さ分布の確認、2.1.4 靱性の確認 2.2.1 炭素繊維、2.2.2 樹脂 CFRP 層の引張強さ、2.2.3CFRP 層の層間せん断試験、2.2.4 炭素繊維及び樹脂の重量、2.2.5 材料仕様書の作成
3. 設計	3.1 設計の確認 3.2 材料の縦弾性係数等	3.1.1 金属層胴部の肉厚、3.1.2CFRP 層の最大応力、3.1.3 複合圧力容器の肉厚、3.1.4 複合圧力容器の応力解析、3.1.5 破裂前漏洩の確認、3.1.6 ねじ部の静強度確認、3.1.7 疲労解析、3.1.8 疲労き裂進展解析 3.2.1 金属層材料の縦弾性係数及び線膨張係数、3.2.2CFRP 層材料の縦弾性係数
4. 加工	4.1 材料の切断 4.2 成形 4.3 成形後の熱処理 4.4 内面検査 4.5 金属層に使用する材料の機械試験 4.6 口金部のねじ加工 4.7 電位差腐食防止の施工 4.8 ワインディング 4.9 熱硬化処理 4.10CFRP 層に使用する材料の機械試験 4.11 自緊処理	4.5.1 引張試験、4.5.2 水素中 SSRT、4.5.3 衝撃試験 4.10.1 引張試験、4.10.2 層間せん断試験、4.10.3 炭素繊維及び樹脂の重量
5. 構造	5.1 複合圧力容器に設けなければならない穴、5.2 耐圧試験、5.3 気密試験	
6. 検査	6.1 設計の検査 6.2 材料の検査 6.3 加工の検査 6.4 構造の検査	6.1.1 設計の検査、6.1.2 設計の検査の方法 6.2.1 材料の検査、6.2.2 材料の検査の方法 6.3.1 加工の検査、6.3.2 加工の検査の方法 6.4.1 胴の真円度、6.4.2 鏡部の形状、6.4.3 耐圧試験、6.4.4 気密試験、6.4.5 構造の検査の方法

（2）CFRP の評価方法の高度化

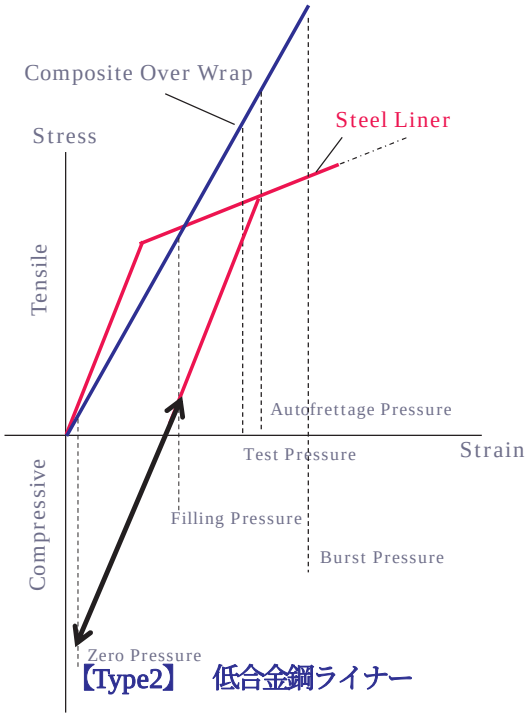
低合金製ライナーを用いた Type2 容器の応力とひずみの関係は、アルミニウム合金製ライナーの Type3 容器の応力と歪みの関係ときわめて似ていることが分かった（図 13）。設計係数をカーボン繊維の特性に合わせると、弾性率 340MPa 以上、破断伸び 1.4%程度のカーボン繊維を用いることが適切であると考えた。

このため、以前から実施している弾性率 230GPa、破断伸び 2.1%の繊維、弾性率 294GPa、破断伸び 2.0%の繊維の疲労試験に加え、新たに弾性率 340GPa 以上、破断伸び 1.4%の CFRP を選定し、ストレスラプチャー試験及び疲労試験を実施した。図 14 に CFRP の一方向疲労試験結果を示す。これまでの試験で、弾性率 340GPa の CFRP も既存の CFRP と同様の疲労特性を示していることが分かった。

また、CFRP のストレスラプチャー試験結果の結果を図 15 に示す。Type3、Type2 容器に適した高弾性率炭素繊維は、破断伸びは低いが、ストレスラプチャー特性は他の炭素繊維と同等であることを明らかにした。これらのデータは、複合容器の設計係数の検討を行うための資料及び合理的な設計を行うための資料となる。



【Type3】アルミニウムライナー



【Type2】　低合金鋼ライナー

・一般的な炭素繊維の破断伸び＝1.5%程度

・0.2%耐力の歪＝276/69600　0.4%

・自緊処理後の歪＝0.4×2＝0.8%　と想定

例として、自緊処理圧力と耐圧試験圧力の比を 1.1

耐圧試験圧力と設計圧力の比を 1.5 とすると

・設計圧力での歪＝0.8/1.1/1.5＝0.485%

・設計係数は、1.5%/0.485%　3.1

・一般的な炭素繊維の破断伸び＝1.5%程度

・0.2%耐力の歪＝824/206000＝0.4%

・自緊処理後の歪＝0.4×2＝0.8%

例として、自緊処理圧力と耐圧試験圧力の比を 1.1

耐圧試験圧力と設計圧力の比を 1.5 とすると

・設計圧力での歪＝0.8/1.1/1.5＝0.485%

・設計係数は、1.5%/0.485%　3.1

図 13　アルミライナーType3 容器と低合金ライナーType2 の設計係数

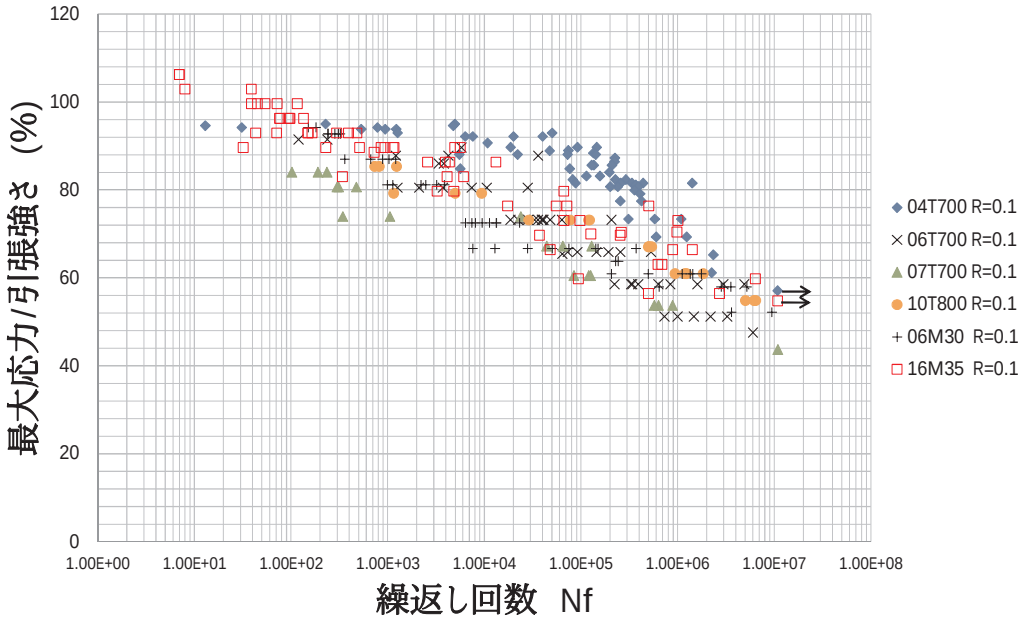


図 14　各種 CFRP の一方向疲労試験結果

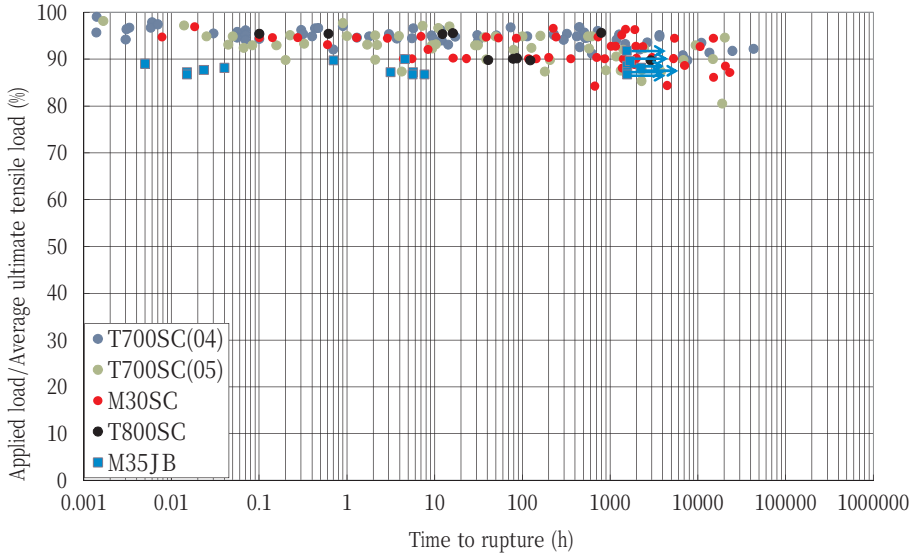


図 15　各種 CFRP のストレスラプチャー試験結果

（3）複合圧力容器蓄圧器の疲労設計方法の高度化

①最適設計に必要な有限要素モデル作成ソフトウエアの開発

複合容器蓄圧器の疲労設計方法開発のためには、まず容器の応力解析を正確に行う必要がある。複合容器の CFRP 層は薄く、また Type3 および Type4 蓄圧器の鏡部においては積層構造が非常に複雑になる。その状況を正確に有限要素モデル化するために、鏡部の形状と CFRP の積層形状をパラメトリックに自動生成するアルゴリズムが必要となる。赤道部付近のフープ巻き端部の位置のずれ、赤道からボスにかけてのフルラップヘリカル巻きの層厚変化、ハイアングルヘリカル巻きの端部と赤道からそこまでの層厚変化を考慮して、なおかつ容器外面形状が滑らかな軸対称有限要素モデルを半自動的に作成するソフトウエアを開発した。開発したソフトウエアでは、まずライナーの内面と外面の形状を実測あるいは設計図面の読み取りにより離散値として与え、離散点を滑らかにつなぐ関数表記を

行う。そのようにして定めたライナー表面に順次積層構成にしたがって CFRP 層を形成していく。CFRP フープ巻、ヘリカル巻き、ハイアングルヘリカル巻き層それぞれを 1 層ごとに形状表現する必要がある。そのアルゴリズムの一例を図 16 に示す。また作成したソフトウエアの利便性を高めるため、ユーザーインターフェイズまで開発を行った。

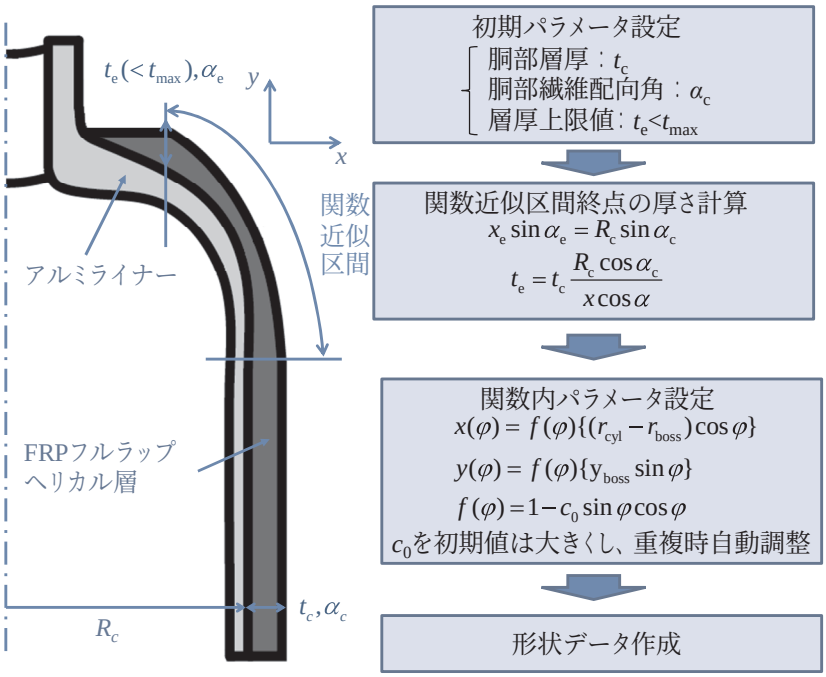


図 16　ヘリカル巻き層形状データ作成アルゴリズム

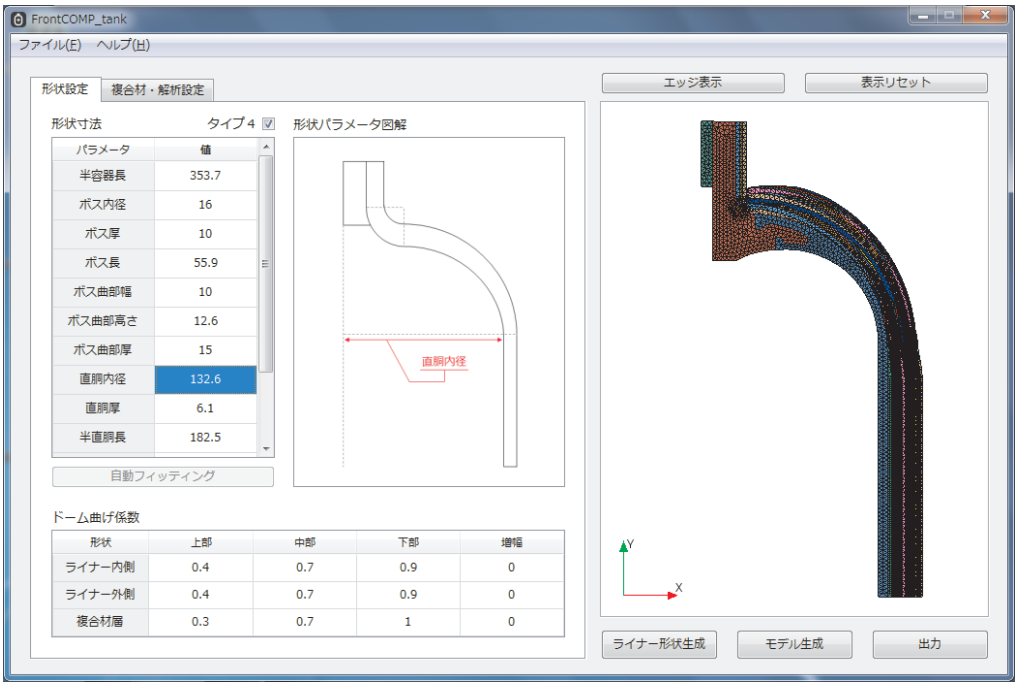


図 17　FrontCOMP tank 起動画面（Type4 容器例題）

②Type3 蓄圧器の疲労設計方法開発

本研究の成果として開発された Type3 複合圧力容器の CFRP 積層構成を忠実にモデル化できるソフトウ

ェア「FrontCOMP_tank」で各種Type3容器のモデルを作成し、アルミライナーの応力変動と圧力サイクル試験結果から疲労強度の評価を行った。圧力サイクルに対するピーク応力振幅は「2015 ASME Boiler & Pressure Vessel Code Ⅷ Div.3 KD-3」に従い計算した。対象となる容器としてはすでに圧力サイクル試験が行われている30Lの小型容器、約100Lの中型容器A、300Lの大型容器とした。それぞれの設計圧に対して軸対称有限要素解析を行い、ライナー応力振幅を計算し、サイクル試験結果と合わせることでA6061-T6の疲労曲線上にプロットした結果を図18に示す。圧力サイクル試験と解析結果との相関は高く、ピーク応力を正確に評価する本手法により、容器疲労強度評価が可能であると考えられる。応力規準で疲労強度評価を実行可能とすると、応力規準による最適設計によりCFRP量を変えないで応力値を規準値にまで低減する最適設計や応力規準値を保持したままCFRP量を最小化する疲労強度に関わる最適設計が可能になる。鏡部形状を設計変数として行った応力値低減の最適設計結果を図19に示す。

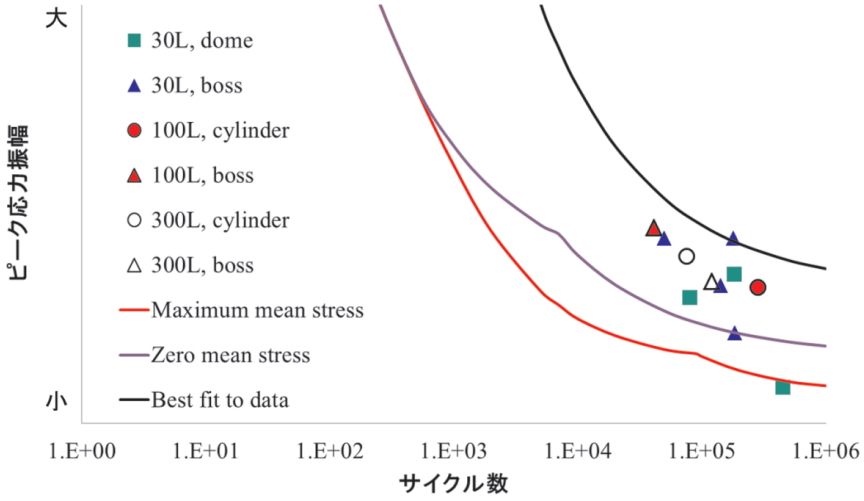


図18　ライナー材（A6061-T6）の疲労曲線

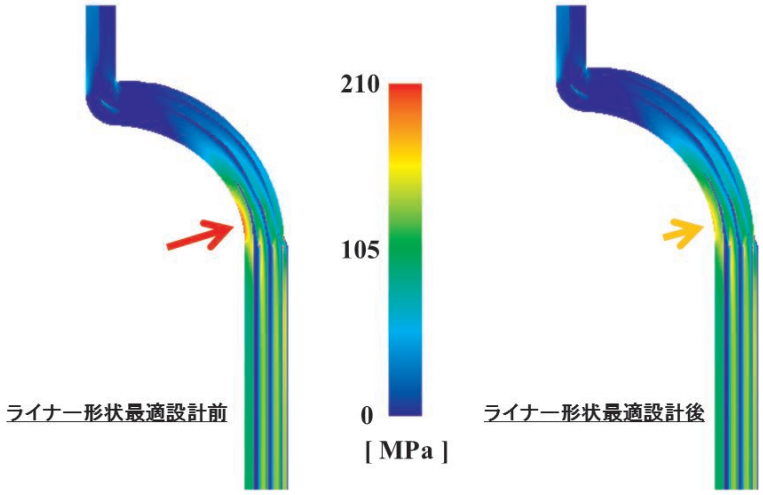
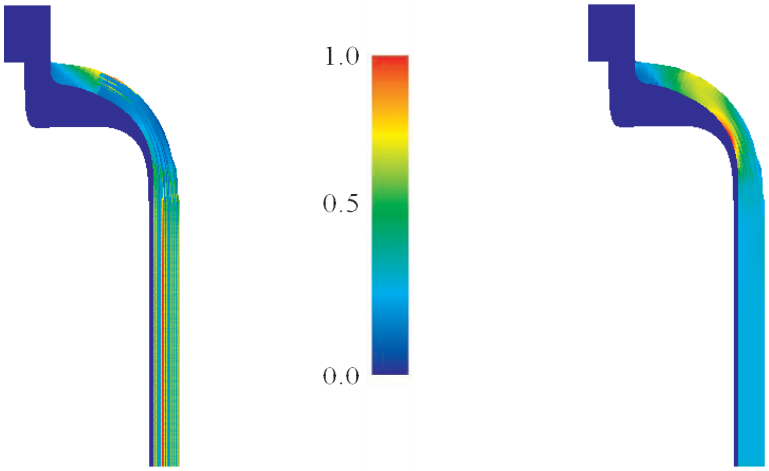


図19　最適設計前後の応力範囲

③Type4蓄圧器の疲労設計方法開発

Type4 複合圧力容器の試験容器に対応した軸対称 FEM モデルを作成し、内圧負荷に対する有限要素解析を行った。求めたFRP層の主応力および主ひずみを規準とし破裂試験および圧力サイクル試験との定性

的な比較を通じて解析モデルの信頼性について評価した。図 20 に示すように、CFRP 層で主応力が最も高くなったのは最内フープ層の胴部周方向応力でこれが破裂試験の胴部での破裂の原因となったと考えられる。また、樹脂ライナーでの最大主ひずみはドーム部で発生しており、これが FRP 層中の樹脂劣化を引き起こし、圧力サイクル試験での疲労破壊につながったものと考えられる。Type3 同様、応力規準により疲労強度評価が可能であると考えられるが、実容器を用いた圧力サイクル試験結果との照合を通じた妥当性の検証が必要である。



(a)第１主応力分布　　(b)第１主ひずみ分布

図 20　試験容器 FRP 層の応力・ひずみ分布（最大値で無次元化）

④Type2 蓄圧器の疲労設計方法開発

Type2 複合圧力容器の試験容器に対応した軸対称 FEM モデルを作成し、内圧負荷に対する有限要素解析を行った。今後試験結果と照合し、Type3 同様の手法により鋼製ライナーに発生するピーク応力振幅を規準として疲労設計が可能であることを検証する。

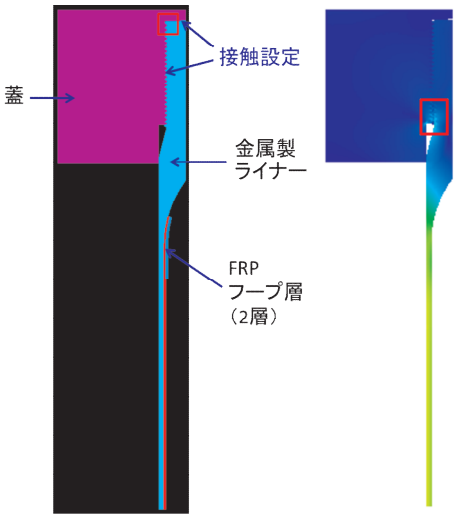


図 21　小型容器の有限要素解析

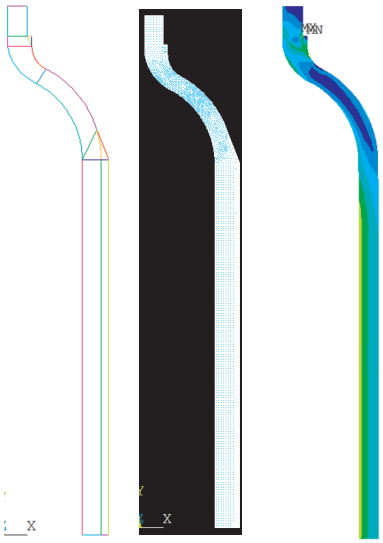


図 22　中型容器の有限要素解析

⑤製造プロセス誤差及び使用温度環境の影響検討

a. オートフレッテージの誤差の影響評価

Type3 複合圧力容器において硬化プロセスによって発生すると予想されるアルミライナーと CFRP 層との隙間が容器の疲労強度を支配すると考えられているライナー応力に与える影響について有限要素解析により評価を行った。評価方法として Type3 CFRP 試験容器モデルに対し，隙間量を予め CFRP 層全体を半径方向に一定値シフトすることによって与えた有限要素モデルを作成した。解析では自緊処理後に内圧 65MPa を負荷した弾塑性解析によるライナー応力を評価した。アルミライナーは弾塑性等方性体として、CFRP 層は複合則を用いて直交異方性弾性体として材料定数を設定した。1 mm、2 mm の隙間量を予め設定したアルミライナーと CFRP 層の間は接触面と設定した。解析の結果，ライナーの胴部に発生する周方向応力とドーム部に発生する軸方向応力に対する応力範囲と平均応力の違いは、隙間 2mm の時でも隙間の無いモデルの結果に比べ、1%以下となり、隙間 2mm まではほとんどライナーの応力に影響を及ぼさないことを確認した。

b. 使用温度環境が容器疲労強度へ与える影響の評価

使用環境温度-30℃、20℃、60℃を想定して、圧力サイクルにより発生するライナーのピーク応力振幅を評価した。自緊処理圧の負荷と除荷のプロセスまでは、いずれの場合も基準温度を保つと設定した。FRP 層の直交異方性の線膨張係数を均質化法により求めた。ライナーの応力振幅分布を図 23 に示す。温度変化が応力振幅値にあたえる影響は小さいことを確認した。

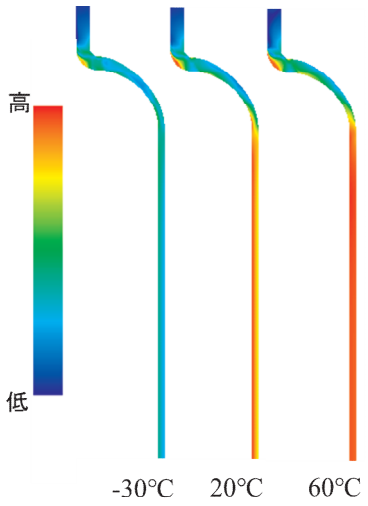


図 23　環境温度の変化によるピーク応力振幅の変化

（4）複合圧力容器蓄圧器の保安検査方法に関する検討

現状では、設計時の設計確認試験における疲労試験及び製造後の製造確認試験における疲労試験によって蓄圧器の使用寿命が設定されている。これに対して、より安全に、より長期間にわたって蓄圧器を使用すべく、適切な保安検査方法の実施が求められている。本事業では、水素ステーション用蓄圧器に対して適切な保安検査方法としてどのような手法があるのか、どのような手法に可能性があるのかを調査することで、将来の保安検査手法の確立に貢献する。

①複合容器の保安検査に関する海外調査

海外水素ステーションユーザーの一つである米国 Shell 社に確認したところ、カリフォルニア州 4 ステー

ションでは蓄圧器（鋼製含む）は保安検査の実績・計画なし（ノーメンテナンス）。他ユーザー1 社も同様に保安検査は行っていない。

米国複合容器メーカー2 社に製作時の容器検査について調査した。米国 ASME 規格では複合容器の製作時の検査として AE 検査を推奨しているが、複合容器メーカーでは、容器の製作時に AE 検査及びその他非破壊検査は実施していないとのこと。

その他文献調査を行っているが、現段階で複合容器に対して確立された保安検査方法は見つかっていない。

②別事業との連携

「複合容器の供用中検査方法の研究開発」で他者が実施している圧力の増減による疲労き裂の進展状況を AE 法により監視する AE 検査手法の開発事業と連携し Type3 容器の疲労寿命評価の可能性を検討した。JPEC で実施した圧力サイクル試験中に AE 計測を実施（図 24）し、疲労き裂進展の発生と思われるシグナルが計測された。その後の事業者の検討で、疲労の蓄積と AE パラメータが相関することが確認できている。

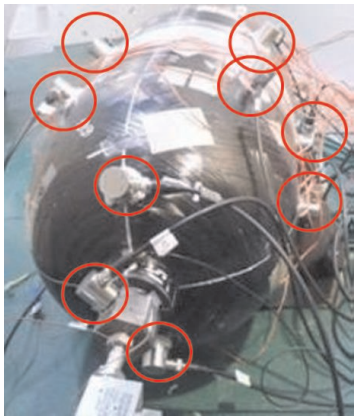


図 24　小型容器圧力サイクル試験時の AE 計測

前述の項目（1）①の Type3 容器の圧力サイクル試験結果からもわかるように、現状では設計圧力の高い Type3 容器においては圧力条件によって漏洩箇所が変化する場合がある。そのため、将来的に保安検査手法として期待はできるものの、一定の閾値を定めて安全性を確保するといったレベルには達していない。今後、更なる実容器におけるデータの蓄積、実際の水素ステーションでのノイズ確認などが必要である。

また、AE 検査手法については、疲労箇所が一定（胴部）と推測される Type2 容器への適用が期待できる。

３．２　成果の意義

（1）複合圧力容器蓄圧器の評価方法の高度化（JPEC）

実際の小型 Type3 容器を使用し、圧力サイクル試験を実施し、実際の水素ステーションでの部分充填を想定した圧力サイクル条件で、圧力範囲の変化と疲労寿命に相関があることを確認した。

これにより設計圧力サイクル数の設定のための疲労試験（圧力サイクル試験）の圧力条件として、圧力下限値を通常使用される状態での最低の圧力以下に設定することで、設計圧力サイクル数（使用可能充填放出回数）を延長することが可能となる。本成果を技術基準案策定に資する資料とすべく検討しまとめることで、技術基準案が公開されれば、事業者が容易により長寿命あるいはコストの低い複合容器を設計、製作することができ、それに基づき水素ステーションでの使用認可を取得できるようになる。

【低コスト化の例としての仮想計算】

（仮定）

- 使用寿命 10 万回の蓄圧器を開発する
- これまでの設計で製造した場、蓄圧器１基の製造費用は 10 百万円／300Ｌ
- 圧力サイクル試験費用は 20 百万円／月
- 試験はｎ＝4（図 25 参照）で実施する

技術文書 KHKTD5202 において認められている
設計圧力サイクル数は、疲労試験数ｎのとき、
漏れ発生回数をＬとすると
ｎ＝２の場合　Ｌ／4.0 回、ｎ＝３の場合　Ｌ／3.5 回
ｎ＝４の場合　Ｌ／3.0 回、ｎ＝５の場合　Ｌ／2.6 回

図 25　疲労試験における設計圧力サイクルの考え方

（計算）

従来の技術文書に従って疲労試験設計圧力の 10%～100%で疲労試験（圧力サイクル試験）を実施すると、サイクル時間は 3 回／分、蓄圧器の圧力サイクル性能は 30 万回必要となる。試験蓄圧器の製造費用も含め試験費用は 224 百万円。

新規の技術基準に従って部分充填条件である設計圧力の 50%～90%で疲労試験を実施すると、サイクル時間 6 回／分に短縮でき、試験費用が半減できる。また、部分充填条件で 30 万回の性能で良いため、従来の設計よりも使用する CF 量を低減できる。さらに２．３項の最適設計方法を活用することで CF 量を減らせるため、70%（想定）の 7 百万円で蓄圧器 1 基を製造することができる。よって試験費用は 121 百万円となる。表 6 参照。

表 6　従来疲労試験方法と新提案試験方法での概算費用比較

	従来設計、従来疲労試験	新設計、新提案疲労試験
300L 容器製造費用	10 百万円	7 百万円
試験用容器費用（4 基）	40 百万円	28 百万円
疲労試験時間（30 万回）	69 日	35 日
疲労試験費用（4 回）	184 百万円	93 百万円
合計	**224 百万円**	**121 百万円**

このように部分充填条件による疲労試験を採用することで、開発時の疲労試験で **1 億円**以上のコスト削減と蓄圧器そのものの低コスト化（70%）が図れる。

（2）CFRP の評価方法の高度化（KHK）

本事業で得られた疲労試験の結果から、CFRP の疲労特性は CFRP と母材の接着力に影響されることが分かりつつある。蓄圧器用 FRP 圧力容器は、実使用で要求される圧力の繰返し回数が 10 万回、設計確認試験で要求される繰り返し回数が 30 万回から 90 万回になる。この繰り返し回数は CFRP の接着力の低下に

基づく強度低下の領域にあたるため、正しいCFRPの強度評価を行うための基礎データを積み上げ、合理的な設計及び検査の方法を示すものである。

また、ストレスラプチャー試験は、蓄積した各種CFRPの経時特性データと疲労試験データを比較することにより、容器タイプ毎に適切な設計係数（安全率）を示し、設計方法の高度化に資するデータとする。

（3）複合圧力容器蓄圧器の疲労設計方法の高度化（東大）

Type3、Type4、Type2 複合容器の胴部・鏡部の境界領域も含めた詳細な応力解析が可能なソフトウエアを開発した。これを用いて詳細な有限要素解析が可能となり、応力規準にて蓄圧器の疲労設計、さらには最適設計が可能となる。Type3蓄圧器については、実容器を用いた圧力サイクル試験の結果に基づく検討を行い、応力規準の疲労設計および最適設計が可能であることを実証できた。公開することで、複合容器メーカーにおいてアルミニウム合金の設計疲労曲線を使った疲労設計が可能となる。

疲労設計高度化の成果を活用することで、圧力サイクル試験に代表される設計確認試験の省力化が進み、また部分充填による容器寿命の延長を適確に評価可能となり、設定寿命に応じた低コスト化が期待できる。

３．２（1）を参照。

（4）複合圧力容器蓄圧器の保安検査方法に関する検討（JPEC、KHK、東大）

これまでの調査結果では、現段階で複合容器に対して確立された保安検査方法は見つかっていない。非開放検査方法の一つとして、別事業で実施しているAE検査手法の可能性を確認できた。

３．３　開発項目別残課題

（1）複合圧力容器蓄圧器の評価方法の高度化（JPEC）

Type3 容器については、疲労試験における圧力サイクル試験を部分充填条件により行うことで、試験回数が増えることになる。費用削減のためには、できる限り実容器での圧力サイクル試験点数を削減する必要がある。また、実使用において圧力条件を変更した場合（初期の設定圧力より狭い圧力範囲で使用した場合）に、累積損傷則を適用し、適切な使用回数をカウントできるようにすることで、使用回数の延長が期待できる。これらを目指した材料試験片による適切な評価試験方法を検討する必要がある。

Type4 容器については、圧力サイクル試験回数（漏洩しない場合 Type3 の 2 倍の試験回数が必要）を削減し、より安全に使用するために CFRP 部の評価方法を確立する必要がある。

Type2 容器については、提案した自主基準案に関して、破壊試験をしないことの妥当性を確認するためのデータの蓄積が必要である。

（2）CFRP の評価方法の高度化（KHK）

CFRP の疲労試験及びストレスラプチャー試験のデータの蓄積を行い、容器のタイプ別の設計係数（安全率）の検討を行うことで複合圧力容器の合理的な設計手法委等への活用方法を提示できる見込みである。また、疲労において CFRP と母材の接着力の低下に基づく疲労強度低下の原因についても検討を開始しており、これらが設計及び設計確認試験に与える影響が明らかとなる見込みである。

（3）複合圧力容器蓄圧器の疲労設計方法の高度化（東大）

Type4 および Type2 容器に関しても、Type３同様に応力規準により疲労強度評価が可能であると考えられるが、実容器を用いた圧力サイクル試験結果との照合を通じた妥当性の検証が必要である。

（4）複合圧力容器蓄圧器の保安検査方法に関する検討（JPEC、KHK、東大）

Type3、Type4、Type2 それぞれの特徴を踏まえ、それぞれに対する保安検査方法の検討が必要である。現在、複合容器蓄圧器は実使用開始されているものもあるが、設計等確立されているとは言えず、確定した保安検査方法を早期に適用することは困難である。しかし、将来的に可能性のある AE 検査方法などでデータを継続蓄積していく必要がある。

4．まとめ及び課題、実用化までのシナリオ

（1）複合圧力容器蓄圧器の評価方法の高度化（JPEC）

Type3 容器については、小型・中型・大型容器で圧力サイクル試験を実施し、部分充填条件での疲労寿命評価方法の妥当性を確認し、現在の技術文書 KHKTD 5202 に記載されている疲労試験方法が、実使用条件に基づいた疲労試験の実施を認める内容に改定される見通しとなった。これにより、事業者が設計圧力サイクル数の設定方法として、部分充填条件での疲労試験方法を容易に利用することができるようになり、Type3 容器の疲労寿命の延長あるいは低コスト化が期待できる。加えて疲労試験の時間を短縮することでき、設計確認試験における費用の低減と納期の短縮を期待することができる。

Type4 容器に関しては、車載用小型容器を用いた圧力サイクル試験を実施し、損傷モードの確認、応力範囲の変化と疲労寿命の相関を確認した。更に、別事業で開発した蓄圧器仕様の Type4 容器の圧力サイクル試験を実施し、限られた回数しか評価しない車載用容器と異なる蓄圧器用途としての Type4 容器の課題を確認した。本結果を蓄圧器メーカーと共有し、安全で使用寿命が長く、低コストな Type4 容器蓄圧器の実用化を目指していく。

Type2 容器に関しては、小型・中型・大型容器での圧力サイクル試験、ライナー材（低合金鋼）による疲労試験、小型容器での破裂試験を実施した。これにより、各種タイプ（ボンベ型、ストレート型）の特徴を確認し、事業者が認可取得時の参考となり得る自主基準案の提案を行った。自主基準案では破裂試験や圧力サイクル試験のような破壊試験を実施不要としており、補足データの蓄積が必要である。

（2）CFRP の評価方法の高度化（KHK）

アルミニウム A6061 合金ライナーに適した高弾性率 CFRP の疲労試験を実施し、すでに複合容器用として実績のある CFRP よりも破断伸びが小さいにもかかわらず、同じ応力と疲労の傾向を示していることが分かった。今後、各種 CFRP での疲労試験、ストレスラプチャー試験のデータを蓄積し、安全係数の検討を行う。また、蓄積したデータの範囲で、複合容器の合理的な設計手法等へのデータの活用方法を提示する。

（3）複合圧力容器蓄圧器の疲労設計方法の高度化（東大）

胴部・鏡部の境界領域も含めた設計・解析方法が可能なソフトウエアを開発し、詳細な応力解析に基づき Type3 容器のライナーで発生する応力状態を正確に評価し、ピーク応力振幅を規準とする疲労強度評価方法が有効であることを示し、応力規準による最適設計手法まで提案した。同様の応力規準による疲労強度評価および最適設計手法を Type4 および Type2 容器にも適用可能であると思われるが、実容器を用いた圧力サイクル試験を通じた検証が必要である。また、疲労強度に与える製造プロセスの誤差および使用温度環境の影響についても、応力規準に基づく疲労強度評価の枠組みで、開発したソフトウエアを活用して、有限要素解析により的確に評価できることを実証した。

（4）複合圧力容器蓄圧器の保安検査方法に関する検討（JPEC、KHK、東大）

海外水素ステーションでの複合容器の保安検査については、調査の範囲では実績・実施計画はなかった。また、米国容器メーカーでは、容器製作後に非破壊検査は実施していないとの調査結果であった。

保安検査として期待できる非開放検査手法として、AE 法について調査及び別事業で実施している「複合容器の供用中検査方法の研究開発」と連携を行った。その結果、Type3 容器におけるアルミライナーの疲労の蓄積と AE パラメータが相関することが確認できた。今後もデータを蓄積し、水素ステーションでの保安検査手法として、適用できるように検討を行う。更に Type2 容器にも適用し得るか検討を開始する。

５．研究発表・特許等

―研究発表・講演、文献等、その他―

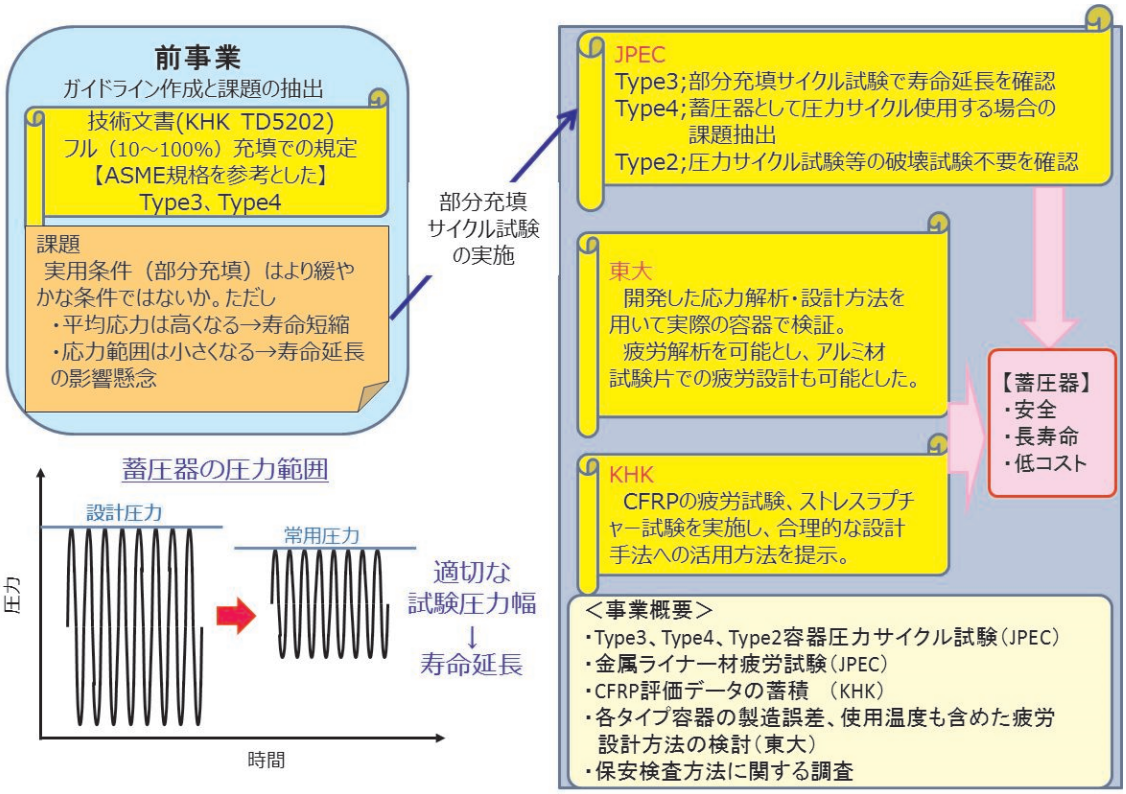
No.	年月	発表先	題目	発表者
1	平成 25 年 12 月	圧力技術，51(6)2(2013)	TypeⅢ複合容器の圧力ｻｲｸﾙ寿命予測	吉川 暢宏（東京大学） 針谷 耕太（東京大学） 吉田 剛(JPEC) 石本 裕保(JPEC) 佐藤 克哉(JPEC) 秋山 浩司(JFEｺﾝﾃｲﾅｰ) 竹花 立美（KHK）
2	平成26年7月	平成26年度JPEC技術開発･調査事業成果発表会 (口頭発表)	複合圧力容器蓄圧器の寿命延長に係わる研究開発	中妻　孝之(JPEC)
3	平成26年11月	平成 26 年度 高圧ガス保安協会 総合研究発表会 （口頭発表）	ＦＲＰ複合容器を取り巻く技術情報について	竹花　立美(KHK)
4	平成27年4月	高圧ガス，52(4), p251-252(2015)	複合圧力容器蓄圧器の基準整備等に関する研究開発について	竹花　立美(KHK) 木村　勝之(KHK)
5	平成27年5月	平成 27 年度 JPEC 技術開発･調査事業成果発表会 (口頭発表)	高圧水素を充填する複合容器蓄圧器の技術基準の検討状況	岡崎　順二(JPEC)
6	平成27年5月	一般社団法人日本高圧力技術協会　平成 27 年度春季講演会	CFRP 製超高圧容器の詳細積層構成 FEM モデル作成ソフトウェアの開発	キムサンウォン（東京大学） 吉川暢宏（東京大学） 吉田　剛(JPEC) 中妻　孝之(JPEC) 岡崎　順二(JPEC) 石本　裕保(JPEC) 川又　和憲(JPEC)
7	平成27年9月	日本機械学会 2015 年度年次大会	炭素繊維強化プラスチック製圧力容器の詳細積層構成有限要素モデル作成ソフトウェアの開発	キムサンウォン（東京大学）
8	平成27年10月	第 8 回構造物の安全性・信頼性に関する国内シンポジウム	製造誤差補正モデルによる CFRP 製超高圧水素容器の詳細応力評価	キムサンウォン（東京大学）
9	平成27年10月	福岡水素エネルギー戦略会議平成 27 年度技術者	高圧水素タンクの技術動向と今後の展開	川又　和憲(JPEC)

		育成コース		
10	平成27年11月	日本機械学会 M&M2015 材料力学カンファレンス	TYPE3 CFRP 製蓄圧器のライナー形状最適化に関する研究	キムサンウォン（東京大学）
11	平成27年12月	日本機械学会材料力学部門「第 10 回高圧水素機器の設計合理化に関する研究分科会」	AE 検査の適用可能性に関する調査	中妻　孝之(JPEC)
12	平成27年12月	高圧ガス保安協会 総合研究所 第1回水素安全技術セミナー（口頭発表）	高圧水素用材料及び容器の基準について	竹花　立美（KHK）
13	平成28年5月	平成 28 年度 JPEC フォーラム（口頭発表）	高圧水素を充填する複合容器蓄圧器の技術基準に関する検討状況	主藤　祐功(JPEC)
14	平成28年12月	高圧ガス, 53(12),pp50-52(2016)	複合圧力容器蓄圧器の基準整備等に関する研究開発について	宮下　哲司、佐野　尊（KHK）
15	平成28年12月	高圧ガス保安協会 総合研究所 第2回水素安全技術セミナー（口頭発表）	高圧水素設備に使用される材料について	竹花　立美、　佐野　尊（KHK）
16	平成29年1月	東北大学　第６回CFRP研究会　講演会	水素ステーション用金属材料の選定基準と CFRP を用いた複合圧力容器蓄圧器の技術基準化への取り組み	小林　拡(JPEC)
17	平成29年5月	平成２９年ＪＰＥＣフォーラム（口頭発表）	複合容器技術基準の進捗状況について	藤澤　俊郎(JPEC)
18	平成29年9月	化学工学会　第４９回秋季大会　講演	水素ステーション用複合容器蓄圧器の技術基準の検討	岡崎順二(JPEC)
19	平成29年10月	日本機械学会 M&M2017 材料力学カンファレンス	CFRP 製 TYPEⅢ蓄圧器の疲労強度評価法	キムサンウォン（東京大学）

―特許等―

なし

（参考）研究開発全体イメージ図



(I-5)「水素利用技術研究開発事業／燃料電池自動車及び水素供給インフラの国内規制適正化、国際基準調和・国際標準化に関する研究開発／自動車用圧縮水素容器の基準整備・国際基準調和に関する研究開発」

委託先：(一財)日本自動車研究所，(国)茨城大学，(株)UACJ，日本軽金属(株)，(株)神戸製鋼所，サムテック(株)

●成果ｻﾏﾘ（実施期間：平成２５年度～平成２９年度）

・GTR13 Phase2の高圧ガス保安法関連領域（容器および附属品）に関するの主な3課題（容器破裂圧適正化・水素適合性試験法・アルミニウム合金の腐食試験法）について、審議に必要な適切なデータを取得し、データを基にした試験法案を作成した。試験法策定のための国内審議を推進し、日本案をとりまとめ、国内合意を得た。
・平成29年10月に開始されたGTR13 Phase2インフォーマルワーキング（IWG）にて、日本案を提案することで、国際基準への反映を実現する。

●背景/研究内容・目的

GTR13 Phase2の高圧ガス保安法関連領域（容器および附属品）についての課題の審議に必要となる適正なデータを取得し、試験法案を提案する。試験法策定のための国内審議を推進し、日本案を取りまとめる。その後、GTR13 Phase2に日本案を提案し反映させることで、国内規制へ適用可能なレベルに推進する。

●研究目標

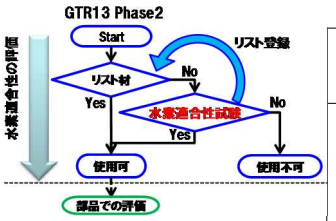
実施項目	目標
①自動車用圧縮水素容器の安全性評価	GTR13 Phase2の既存課題（容器破裂圧適正化・水素適合性試験法）に対して、審議に必要な適正なデータを取得し、試験法案を提案する。
②国内基準の適正化および国際基準調和	試験法策定のための国内審議を推進し、日本案を取りまとめる。その後、国際審議（GTR13 Phase2）に日本案を提案する。
③アルミニウム系材料の材料評価および試験法開発	日本からGTR13 Phase2への新規提案案件（アルミニウム合金の腐食試験法）に対して、審議に必要な適正なデータを取得し、試験法案を提案する。

●実施体制及び分担等

NEDO
- 自動車研究所(①，②)
  - （再委託）東京大学(①，②)
  - 産業技術総合研究所(②)
  - 九州大学(②)
  - 青山学院大学(③)
- 茨城大学(③)
- UACJ(③)
- 日本軽金属(③)
- 神戸製鋼所(③)
- サムテック(③)

●これまでの実施内容／研究成果

①・70MPa-VH4容器を用いて、初期とEnd of Life(EOL)の破裂圧データを取得した。取得したデータから、初期破裂圧は、現在の規定値225%NWPに対し、End of Lifeの残留破裂圧規定と相関のある200%NWPへの低減が可能であると考えられる。
・室温・低温水素中のSSRT試験データおよび疲労試験データを取得した。取得したデータを基に、疲労限より低い応力で使用するオーステナイト系ステンレス鋼に限定した水素適合性試験法を作成した。
②・国際基準（GTR13 Phase2）の主な3課題（破裂圧適正化・水素適合性試験法・アルミニウム合金の腐食試験法）の各試験法案と実証試験データについて、国際基準への提案に向けた国内審議で承認された。
・平成29年10月に開始されたGTR13 Phase2インフォーマルワーキング（IWG）にて、日本案を提案することで、国際基準への反映を実現する。
③・自動車用圧縮水素容器に用いるアルミニウム合金の腐食を評価する試験法として、湿潤ガス応力腐食割れ（HG-SCC）試験法案を開発した。
・6000系アルミニウム合金の「HG-SCC試験」を実施し、各種合金の特性が評価できることを確認した。



●研究成果まとめ

実施項目	成果内容	自己評価
①	[容器破裂圧適正化]初期(劣化前)と End of Life(劣化後)の破裂圧データの取得・解析により、初期破裂圧規定2.25NWP⇒2.0NWP化のロジック構築。 [水素適合性試験法]高圧水素中のSUS304，316，316LのSSRT試験データとSUS304の疲労試験データを取得し、策定した試験法案の妥当性を評価した。	○
②	実証試験データと試験法案の国内審議から、国際議論の場への開示承認を得た。平成30年2月のGTR13 Phase2 IWGに提案予定。	○
③	腐食試験法作成のための実証試験データとして、6000系アルミニウム合金の応力腐食割れ特性データを取得した。策定した湿潤ガス応力腐食割れ（HG-SCC)試験法案の妥当性も見えつつあり、国内外での先行規格化を推進中。	◎

●今後の課題

・合格材料のﾘｽﾄ化における材料の国際的な同等性証明
・GTR13 Phase2審議対応

●実用化の見通し

・燃料電池自動車の国際取引（相互承認）が可能となり、燃料電池自動車の低コスト化に繋がる。

特許出願	論文発表	外部発表	受賞等
2	1	16	0

課題番号：Ｉ－５

水素利用技術研究開発事業／燃料電池自動車及び水素供給インフラの国内規制適正化、国際基準調和・国際標準化に関する研究開発／

自動車用圧縮水素容器の基準整備・国際基準調和に関する研究開発

一般財団法人日本自動車研究所
株式会社 UACJ
日本軽金属株式会社
株式会社神戸製鋼所
国立大学法人茨城大学
サムテック株式会社

１．研究開発概要

水素・燃料電池自動車に関する規制は、車両の規制（道路運送車両法）と圧縮水素容器・附属品の規制（高圧ガス保安法）のふたつに大別される（図 1-1）。本事業では、圧縮水素容器・附属品（高圧ガス保安法）を取り扱う。

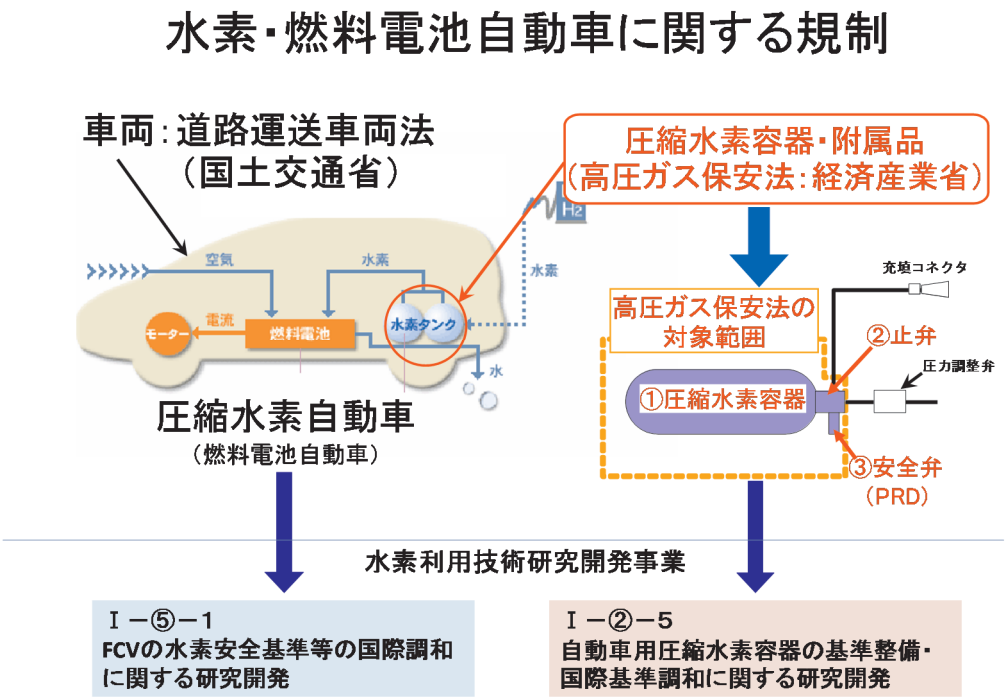


図 1-1　水素・燃料電池自動車に関する規制

水素・燃料電池自動車の世界統一技術基準 GTR13-HFCV が 2013 年 6 月の UN/ECE/WP29（自動車基準調和世界フォーラム）で採択されたが、各国合意が得られなかった項目については審議が先送りされ、Phase2 で審議することとされた。世界統一技術基準 GTR は、国内規制への適用が必須となるため、国内規制を考慮した国際基準調和を進める必要がある。GTR13-HFCV Phase2 の高圧ガス保安法関連領域（容器および附属品）に関する日本が考える主な課題は、以下の３項目である。

A　容器破裂圧力の適正化の検討
B　金属材料の水素適合性を評価する試験法の作成（性能要件化）
C　アルミニウム合金の腐食を評価する試験法の作成（性能要件化）

本事業では、上記課題の審議に必要となる適正なデータを揃え、試験法策定のための国内審議を推進し、日本案を取りまとめる。その後、国際審議（GTR13-HFCV Phase2）に日本案を提案し反映させることで、国内規制へ適用可能なレベルに推進することを目的とする。

また、本事業では、一般財団法人 日本自動車研究所が幹事会社として本実施内容を取り纏めながら、

国立大学法人 茨城大学、株式会社 UACJ、日本軽金属株式会社、株式会社神戸製鋼所、およびサムテック株式会社が共同実施し、一般財団法人 日本自動車研究所からの再委託先である国立大学法人 東京大学、国立研究開発法人 産業技術総合研究所、国立大学法人 九州大学、および学校法人青山学院 青山学院大学と協力して実施した。なお、実施に当たっては、他の NEDO 事業（水素ステーション用金属材料の鋼種拡大に関する研究開発等）や規制当局、燃料電池実用化推進協議会、一般社団法人 日本自動車工業会などとの連携を構築し、研究開発に反映させる体制を整えた。図 1-2 に本事業の研究体制を、図 1-3 に GTR13-HFCV Phase2 の国内審議体制を、図 1-4 に委員会審議体制を示す。

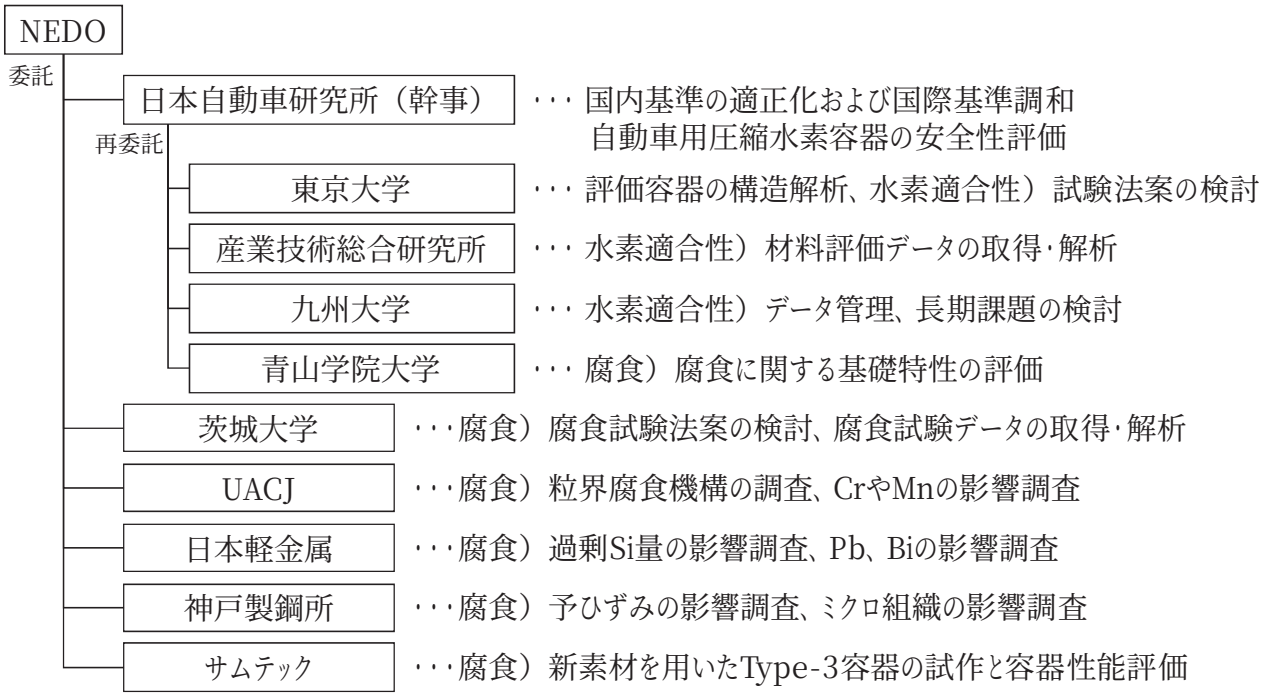


図 1-2　研究体制

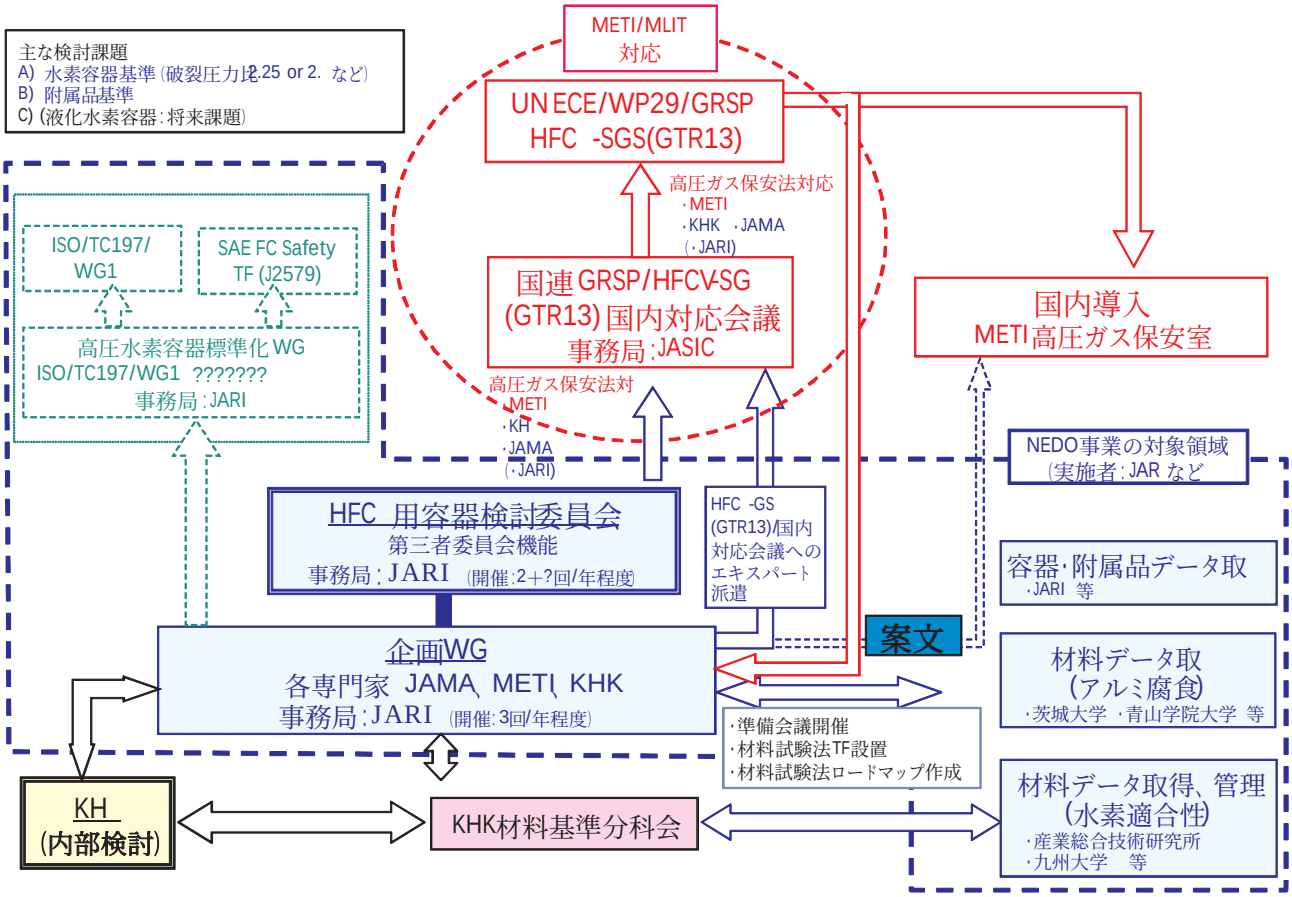


図 1-3　GTR13-HFCV Phase2 の国内審議体制

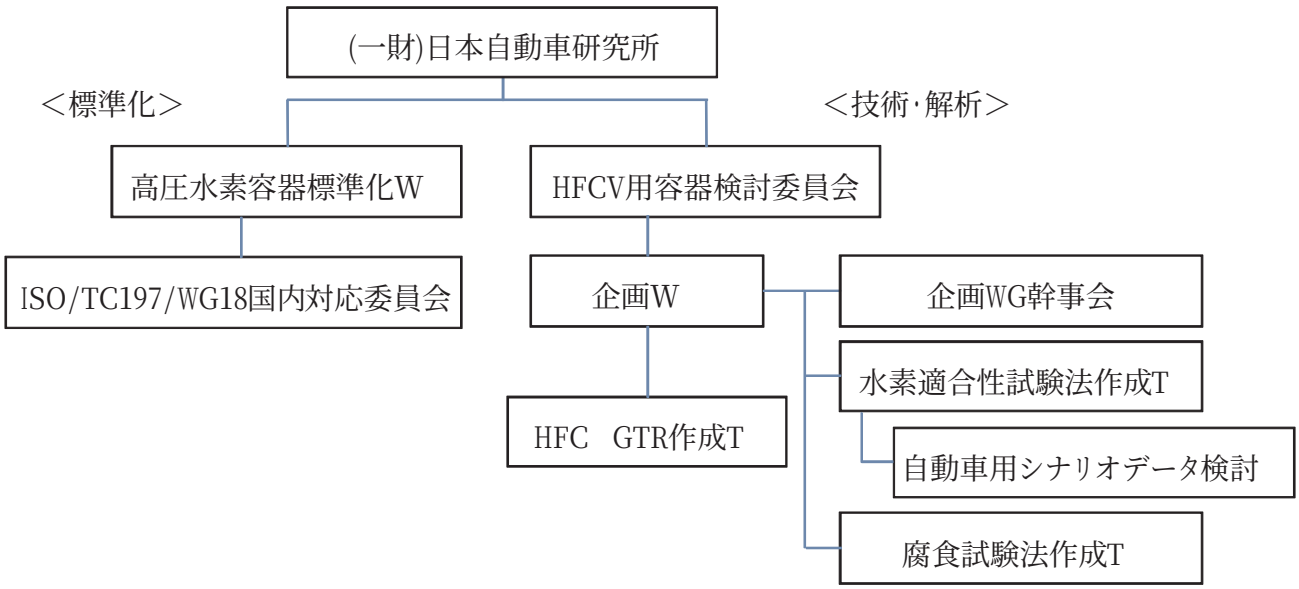


図 1-4　委員会審議体制

２．研究開発目標

水素・燃料電池自動車の世界統一技術基準 GTR13-HFCV Phase2 の高圧ガス保安法関連領域（容器および附属品）についての 3 つの課題（容器破裂圧力の適正化、金属材料の水素適合性試験法作成、アルミニウム合金の腐食試験法作成）に対して、適正なデータを取得し、国内・国際審議を推進することで、日本から試験法案を提案し国際基準に反映させることを目的とする。

実施項目①：自動車用圧縮水素容器の安全性評価（一般財団法人日本自動車研究所）

国連基準 GTR13-HFCV Phase1 審議において、自動車用圧縮水素容器の基準策定が進められた。その中で、例えば、容器の破裂圧力を最高充填圧力の 2.25 倍から 2.0 倍に低下させるといった提案に対して、日本は根拠データが整備できていない状況であったことから反対し、結果として当該事項の審議は Phase2 に先送りされた。国連基準 GTR は国内規制への適用が必須となるため、前述の GTR13-HFCV Phase1 での既存課題に対して、根拠データを取得しながら、国内法への円滑な反映を考慮した国際基準調和（GTR13-HFCV Phase2 審議）を進める必要がある。これにより、自動車用圧縮水素容器の安全性を保持し、コスト削減ならびに量産性向上などを実現することができる。

そこで、本事業で組織する委員会の審議を通して、国内基準整備および国際基準調和のため、HFCV GTR Phase2 の審議を日本主導で進めるべく、破裂圧力の適正化（例えば 2.25 倍を 2.0 倍に低下させられるか）について、審議に必要なデータ整備のための試験計画の作成およびデータ取得（圧力サイクル試験後の破裂圧力調査など）を実施する（①-1）。また、金属材料の水素適合性を評価する材料試験法の開発のための根拠データの取得を実施し、水素適合性試験法案を作成する。（①-2）。

実施項目②：国内基準の適正化および国際基準調和（一般財団法人日本自動車研究所）

自動車用圧縮水素容器の基準としては、国内には高圧ガス保安法の例示基準があり、国際基準には 2013 年 6 月の UN/ECE/WP29（自動車基準調和世界フォーラム）で採択された国連基準（GTR13-HFCV）がある。その後、GTR13-HFCV Phase1 では審議が先送りされた項目などについての審議を進めるため、GTR13-HFCV Phase2 の活動が開始される。GTR13-HFCV Phase2 の審議（GTR の審議期間は、当初 2 年間として活動が開始され、審議の進捗に合わせて審議期間は延長される）では、国内導入を前提として、国内審議と国際会議の対応を本事業により進捗させる。そこで、GTR13-HFCV Phase2 の高圧ガス保安法関連領域について、産学官で連携しながら、日本が主導的に国連基準策定を牽引するための推進体制（HFCV 用容器検討委員会等）を構築し、世界統一技術基準の確立におけるリーダーシップを発揮していく。具体的には、本事業で得られた容器ならびに材料関係のデータを用いて、試験法策定のための国内審議を推進するとともに、国連会議の対応を行う。

一方、国際標準についても国連基準との整合が必要であり、米国 SAE J2579(HFCV 用燃料システム規格)、ISO/TC197(水素技術) WG18（車載用水素容器および安全弁）及び関連する標準化の活動により、国内基準、国際基準と国際標準との整合を図る。

実施項目③：アルミニウム系材料の材料評価および試験法開発（国立大学法人茨城大学、株式会社 UACJ、日本軽金属株式会社、株式会社神戸製鋼所、サムテック株式会社、一般財団法人日本自動車研究所）

本項目では、自動車用圧縮水素容器及びこれに関連するアルミニウム材料の基準整備・国際基準調和のための審議に必要な材料データを取得する。これまでの例示基準で指定されてきた 6061 は、データよりも他の容器での使用実績で指定されてきたように考えられる。ここでは、容器全体および関連材料の低コスト化で、投入が期待されている 6066、6069 について、まず高圧ガス保安法の他の容器の規則で必要とされる材料評価方法（従来法）を適用し、従来評価法に対する実力および組成の影響を把握する。一方、これら材料を用いた Type-3（VH3）容器を試作し、容器としてのデータ取得を行う。次に、高圧ガス保安法の他の容器の規則で必要とされる材料評価方法に代わる高圧水素容器および関連材料独自に必要な材料評価法（新評価法）の検討（評価基準の見直しも含む）を行い、両方法を前記 3 材種およびそれ以外の数材種について適用し、水素独自の評価法の妥当性を示すデータを取得する。従来評価法として、(a)粒界腐食（Intergranular Corrosion, IGC）試験、(b)応力腐食割れ（Stress Corrosion Cracking, SCC）試験、(c)長期負荷割れ（Sustained Load Cracking, SLC）試験があり、この他に当然、(d)水素脆化（Hydrogen Embrittlement, HE）試験が必要となる。(d)において最終的に高圧水素試験データが必要となるが、高圧水素ガス中で、実用アルミニウム合金が脆化したという報告はないので、簡便的に湿潤大気中での低ひずみ速度法（SSRT）試験および疲労試験である程度の評価が可能である。前事業にお

いて、評価基準に対する適合条件が組成や組織に敏感に影響されることが、明らかになっている。また各データに対する基礎的・理論的裏付けを行うことにより、効率的に基準化が可能となる。耐 SLC 性については、高圧容器破損の主因とする報告がある中で、その機構がほとんど知られていないので、どのような条件で起こりやすくなるのかなど基礎的データを収集する。そのため、代表的 6000 系合金が規格組成の範囲で主要元素（Mg、Si、Cu）が SLC に及ぼす影響を明らかにする。これにより、⑦6351、6082、6066、6069 といった代表的合金が自動車用圧縮水素容器及びこれに関連するアルミニウム材料として適するか、おおむね判定され、これまでの基準に付きまとってきた「過剰 Si で耐力 250MPa 以上の合金は使用不可」の条項の妥当性が判定されると考えられる。また、これまでの基準に付きまとってきた「Pb、Bi は 0.01%以下であること」の条項の是非およびマイナー元素の影響を論じるため、Pb、Bi の上限規定が真に必要かどうかの調査、マイナー元素である Cr や Mn が耐 SLC 性に及ぼす影響の調査、SLC 機構の調査を行う。

３．研究開発成果

３．１　研究開発成果、達成度

（１）課題Ａ：容器破裂圧の適正化に資する実証試験データ取得（実施項目①-1）

ａ．目的

GTR13-HFCV Phase2 の既存課題のひとつである容器破裂圧力の適正化において、End-of-Life（EOL）で 180%NWP（Nominal Working Pressure：公称使用圧力）の残留破裂圧力保証を実現するための適切な初期破裂圧力の規定のしかた（例えば初期破裂圧力規定の廃止，または 225%NWP から 200%NWP への低減等）を検討する必要がある。そのための実証試験として、複数種類の容器を用いて初期と End of life（GTR13-HFCV の液圧シリーズ試験による）の破裂圧力データを取得し、劣化とばらつきの評価を行い、End-of-Life の残留破裂圧力規定と相関のある適切な初期破裂圧力を検討することを目的とする。

ｂ．実証試験方法

試験には、同一ロット（連続生産）の自動車用圧縮水素容器を使用した。本容器は、EC79 基準で設計されたプラスチックライナー全体を CFRP でフルラップした Type4 容器である。

初期破裂圧力データは、GTR13-HFCV の Burst test による方法（初期-A）で取得した。

図 3-1 に GTR13-HFCV の液圧シリーズ試験概要を示す。液圧シリーズ試験は、従来の各国規格（CSA-HGV2、KHKS 0128、EC79 など）で行われている各種試験を連続して 1 個の容器に与える「連続負荷」試験である。サイクル数は各国の意見が分かれたため、5,500 回、7,500 回、11,000 回の中から各国が設定することとされているが、本事業では従来規格の容器を使用するため、従来規格と同等の 11,000 回に設定した。

液圧シリーズ試験を 1 回行うには、約 3 ヶ月の期間を要するため、初めに、液圧シリーズ試験と同等の結果が得られ、かつ時間短縮が図れる試験条件を検討した。その結果、液圧シリーズ試験（EOL-B）と液圧シリーズ試験から高温保持を除いた試験（EOL-C）は、同等の結果が得られることがわかった。よって、条件 B と条件 C の結果を End of life の破裂圧データとした。

初期-A：初期破裂試験
EOL-B：液圧シリーズ試験（破裂試験含む）
EOL-C：液圧シリーズ試験から高温保持を除いた試験（破裂試験含む）

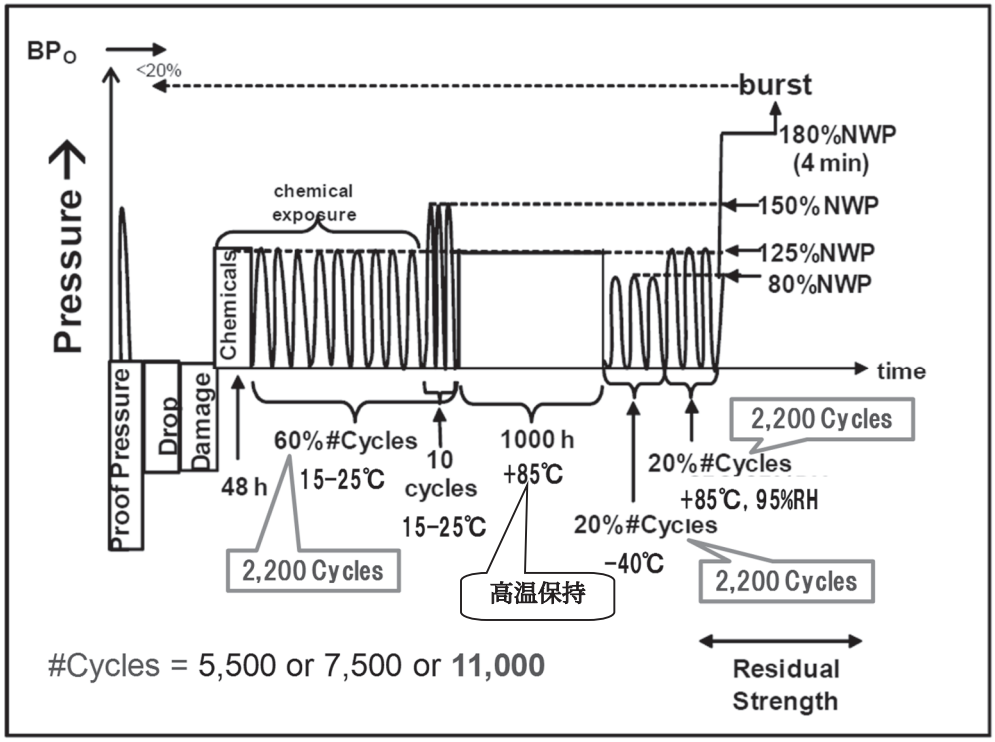


図 3-1　GTR13-HFCV の液圧シリーズ試験概要

c．実証試験結果

初期の破裂圧力（初期-A，N 数=10）と End of life の破裂圧力（EOL-B，N 数=4 および EOL-C，N 数=10 の合計 N 数=14）を比較した（図 3-2）。

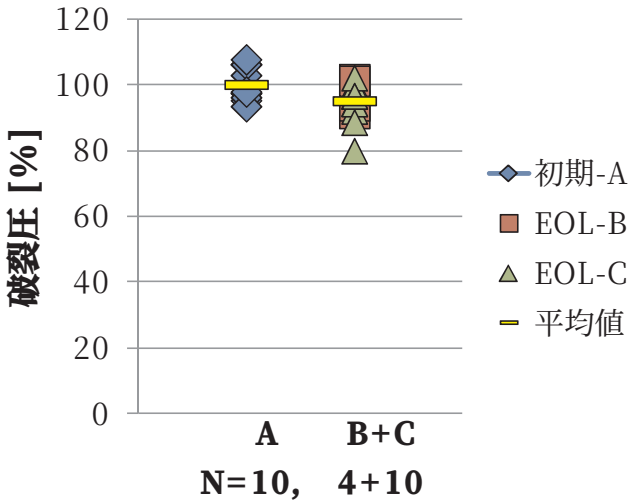


図 3-2　初期と EOL の破裂試験結果

その結果、End of life の破裂圧力は、初期の破裂圧力から平均値で 5%程度低下した。また、初期の破裂圧力のばらつきは±10%弱だったが、End of life の破裂圧力のばらつきは平均値に対して+10%/-15%程度であり、圧力の低い側にばらつきが増加した。

d．容器の構造解析

液圧シリーズ試験による破裂圧の劣化要因を明らかにするため、容器の構造解析を用いて、EOL 試験の一部である容器表面傷付け（図 3-3）に着目し、表面傷が CFRP のひずみに及ぼす影響を調査した。解析の手順を次に示す。

① ライナー形状や FRP の積層情報に従い、傷のない Type-4 容器の FEM モデルを作成する。
② 2 種の傷と同寸法に相当する要素の剛性をほぼ 0 に変更することで、傷ありモデルをそれぞれ作成する。
③ 3 種の容器に対して 70 MPa の内圧に対する解析を実施し、傷の胴部 CFRP 周方向ひずみへの影響を調べる。

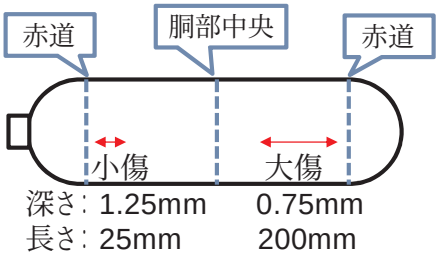


図 3-3　EOL 試験における容器表面傷着けの方法

解析結果の一例を図 3-4 に示す。周方向ひずみの評価場所は最内のフープ層内面である。横軸は長手軸方向座標で、縦軸は周方向ひずみ値である。横軸は胴部中央を 0、赤道を 1 として無次元化し、縦軸は傷なしモデルの直胴部最大周方向ひずみを 1 として無次元化し、表示している。下の図で示してあるように、直胴部での周方向ひずみは外面の傷の存在により上昇する。小傷の場合、より深い傷の影響で赤道近傍の狭い範囲でのひずみ上昇は大傷より大きいが、その部分のひずみが上昇しても最大ひずみ値より低いため、容器強度への影響はないと思われる。一方、大傷の場合、最大ひずみ値場所の外面に傷が存在するため、ひずみ最大値が 5%程度上昇している。以上の結果から、容器表面傷付けにより破裂圧力が 5%程度低下することが分かった。

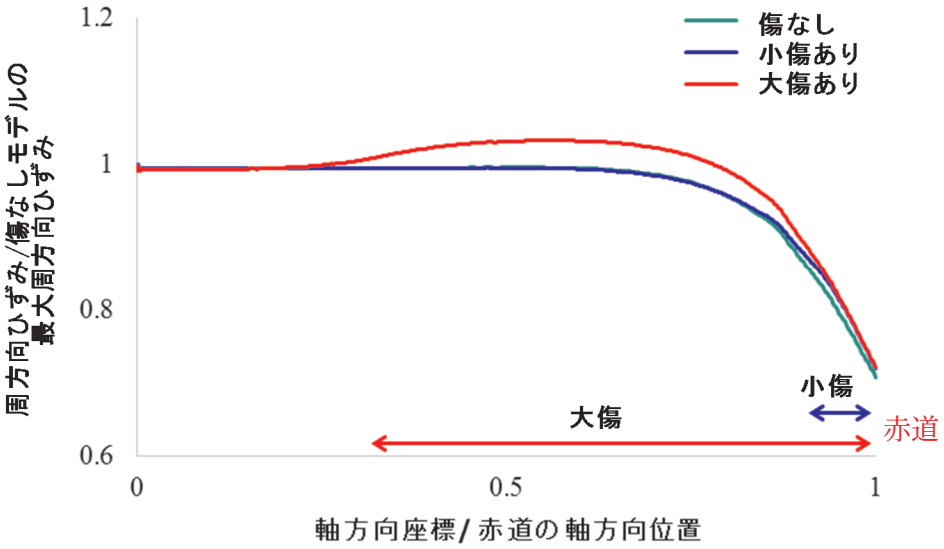


図 3-4　傷の容器直胴部周方向ひずみへの影響

e．初期破裂圧の検討

初期破裂圧力の平均値を $BP_{初期}$、End of life の残留破裂圧力の平均値を BP_{EOL} とすると、取得した実証試験データから、初期のばらつきは $BP_{初期}$±10%、EOL のばらつきは PB_{EOL}+10%/-15%、$BP_{初期}$と PB_{EOL} を比較した劣化率は約 5%であった。このばらつきと劣化率を用いて、End of life の最小残留破裂圧力が 180%NWP 以上となるように $BP_{初期}$を設定した模式図が図 3-5 である。この図から、初期の最小破裂圧力が 200%NWP 以上であれば、End of life で 180%NWP の残留破裂圧力が確保されることが分かる。このことから、初期の最小破裂圧力は、現状の規定値 225%NWP に対し、End of life の残留破裂圧力規定と相関のある 200%NWP への低減が可能であると考えられる。

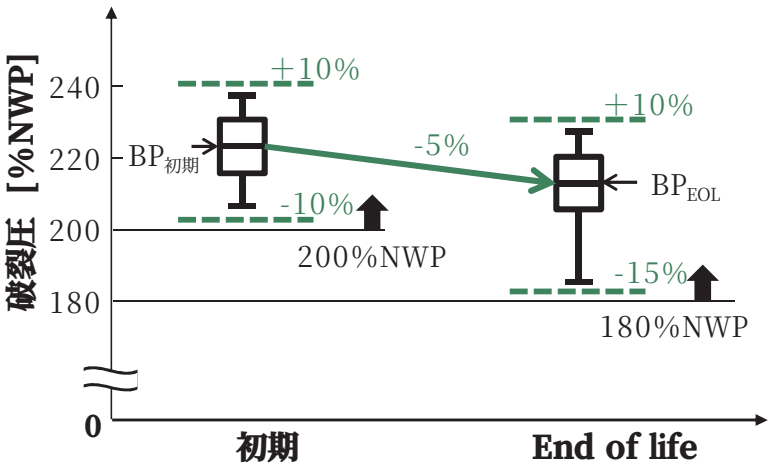


図 3-5　初期と EOL の破裂圧力とばらつきの関係

（２）課題Ｂ：金属材料の水素適合性試験法作成に資する材料データ取得（実施項目①-2）

ａ．目的

GTR13-HFCV Phase1 において、水素ガスサイクル試験が規定されているが、実際の長期使用を想定した金属材料への水素の影響は評価できない。このため、材料の水素適合性に関する規定が必要であるが、GTR13-HFCV Phase1 では、金属材料に関する規定は見送られ、各国の基準を適用することとされた。なお、国内基準では、容器および附属品で使用可能材料はアルミニウム合金 A6061 とステンレス鋼 SUS316L（ニッケル当量規制あり）のみである。GTR13-HFCV Phase2 では、材料指定や成分規定の代わりとなる水素適合性試験法を日本から提案することで、国内法へ導入可能な基準となるよう審議を推進する必要がある。図 3-6 に材料の水素適合性に関する規定方法の概念図を示す。本実施項目では、金属材料の水素適合性を評価する試験法作成に資する実証試験データを取得し、取得したデータを基に、水素適合性試験法案を作成することを目的とする。

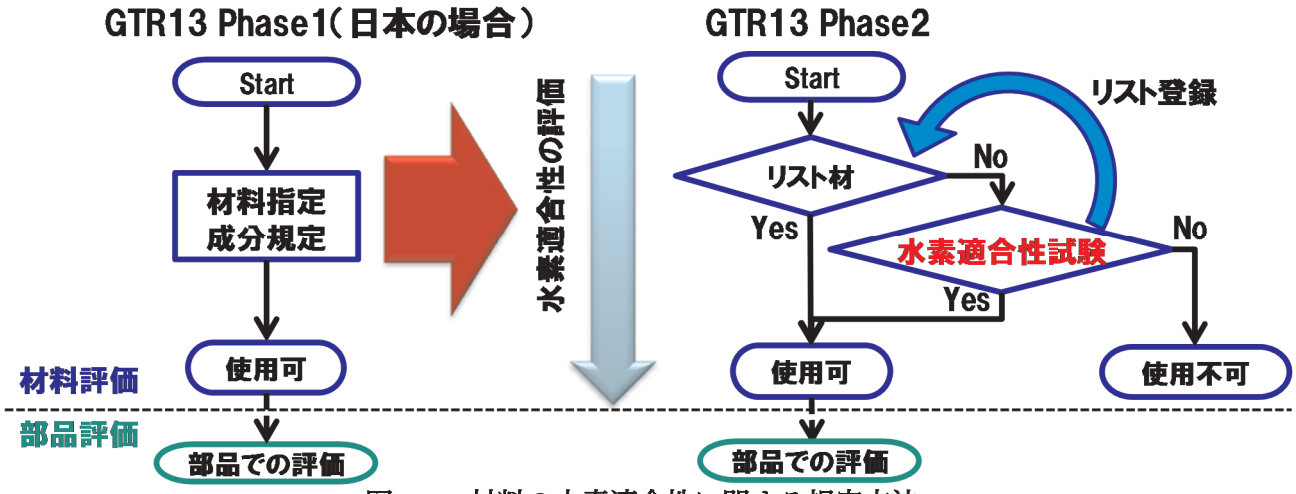


図 3-6　材料の水素適合性に関する規定方法

b．水素適合性試験法のコンセプトの検討

実証試験の試験条件を検討するため、はじめに水素適合性試験法のコンセプトを検討した。図 3-7 に水素適合性試験法のコンセプトの概念図を示す。

＜水素適合性試験法のコンセプト＞

・対象とする部品：ボス、主止弁、逆止弁、TPRD。
（ライナーは対象外）

・対象とする材料：オーステナイト系ステンレス鋼。

・部品性能保障の基本的な考え方：

- 水素中でも基本的な材料特性（引張強度、降伏応力、伸びなど)の要求値を満足する材料を使用する。
- 使用される温度範囲の高圧水素中において、大気中と比較して疲労限が低下しないことを確認し、大気中の疲労限より低い応力レベルで使用する。
- 上記要件を満足した材料を使用して部品を製造し、最終的に部品耐久試験を実施する。

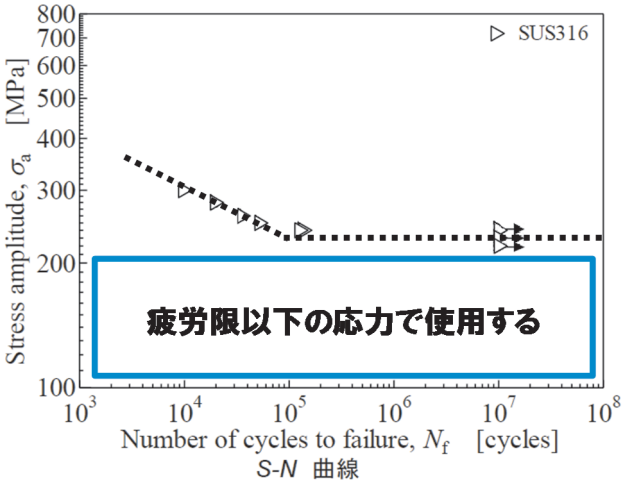


図 3-7　水素適合性試験法のコンセプト

c．水素適合性試験法作成のための実証試験

以下に実証試験条件の概略を示す。

評価材料　：SUS304, SUS316, SUS316L
SSRT 試験　：大気中および水素中で、室温、低温（-45℃、-80℃）の引張特性を評価
疲労試験　：大気中および水素中で、室温の疲労特性を評価。
温度（-45℃、-80℃）の影響、周波数の影響を調査。

結果の一例として、図 3-8 に SUS304 の大気中と水素中の SSRT 試験データを示す。-45℃、105MPa 水素ガス中の伸びは 15～16%、相対絞りは 0.19 だった。-80℃、105MPa 水素ガス中の伸びは 16%、相対絞りは 0.20 だった。低温、水素中でも、12%以上の伸びがあることが確認できた。

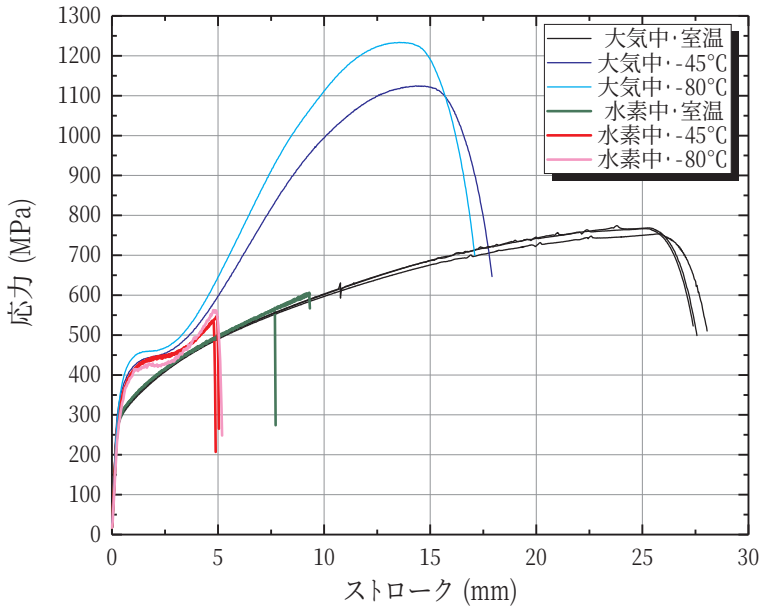


図 3-8　SUS304 の大気中と高圧水素ガス中の SSRT 試験データ

図 3-9 に SUS304 の室温・低温（-45℃、-80℃）大気中および室温・低温（-45℃）水素中の疲労試験データを示す。室温水素中の疲労限応力は室温大気中と同等で、低下しないとの結果が得られた。また、室温大気中の S-N 曲線と比較して、低温大気中では、疲労限応力が上昇した。同様に、低温水素中でも疲労限応力が上昇した。

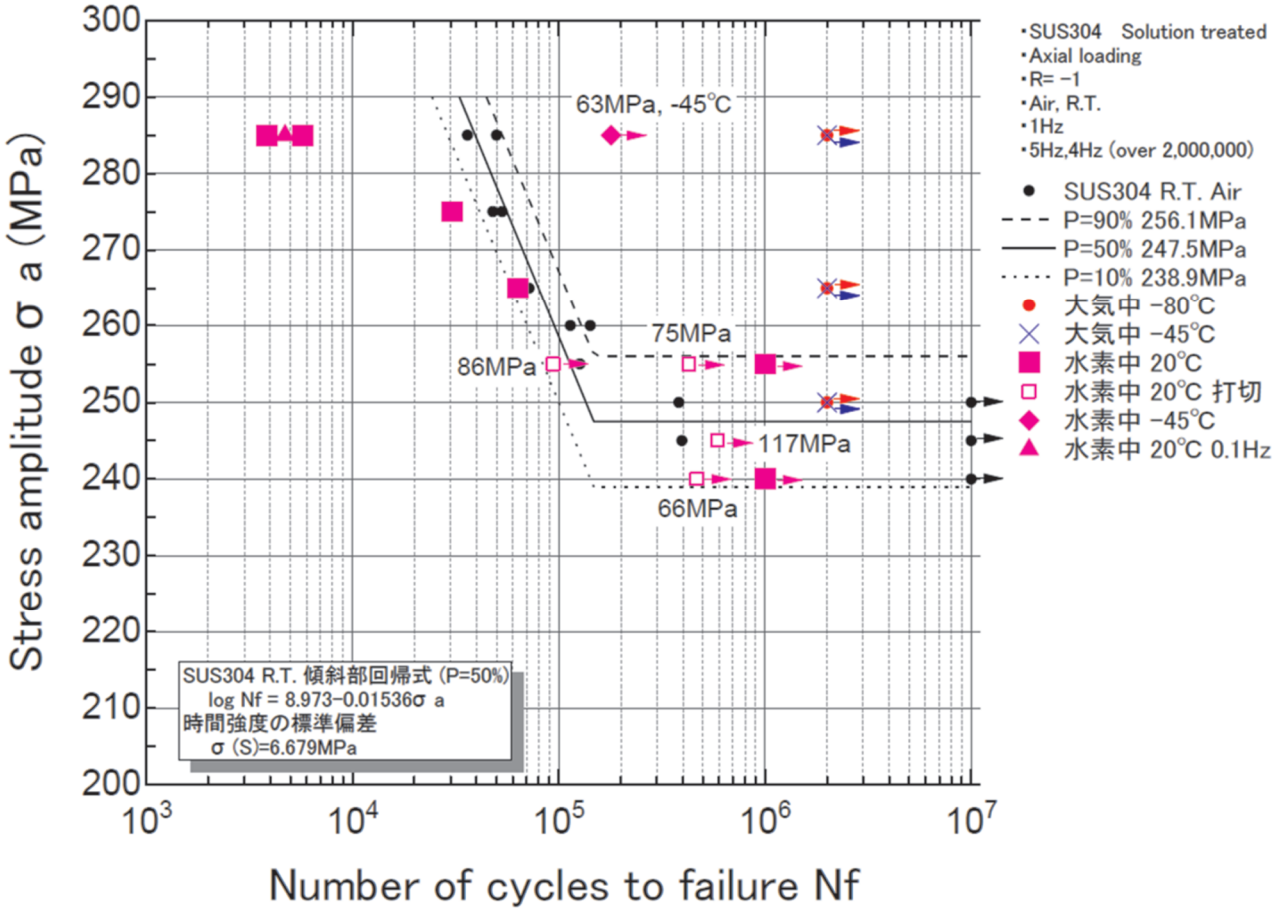


図 3-9　SUS304 の大気中と高圧水素ガス中の疲労試験データ

d．金属材料の水素適合性に関するメカニズムの検討

SUS304 と SUS316L の水素ガス中 SSRT 試験を実施し、水素ガス中において水素助長継続き裂進展（HISCG：Hydrogen-Induced Successive Crack Growth:）が生じる伸びについて検討した。低合金鋼の実験結果に基づく検討結果から、水素ガス中 SSRT 試験において伸びが 10%以上であることは、水素ガス中において、降伏点が確実に確保され、延性低下が HISCG で生じるということがわかっている。結果として、HISCG が生じる伸びはオーステナイト安定度によって異なり、SUS304 の方が SUS316L よりも低い値を示した。しかし、SUS304 においても HISCG は伸び 17%以上で生じた（図 3-10）。

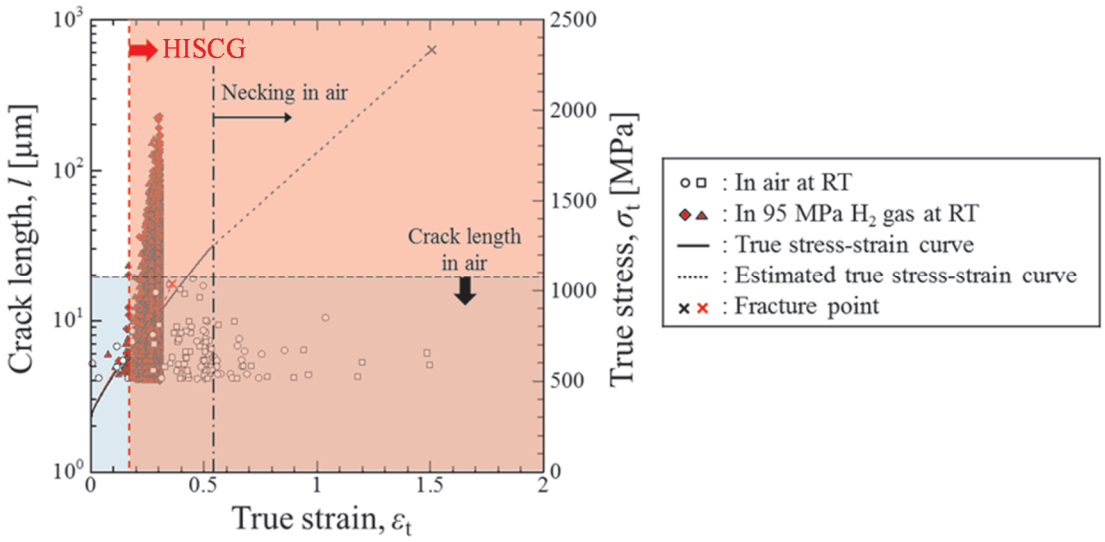


図 3-10　SUS304 の SSRT 試験における表面き裂進展

e．水素適合性試験法（案）の検討

実証試験結果を基に、水素適合性試験法案を検討した。図 3-11 に試験フローおよび判定基準案を示す。

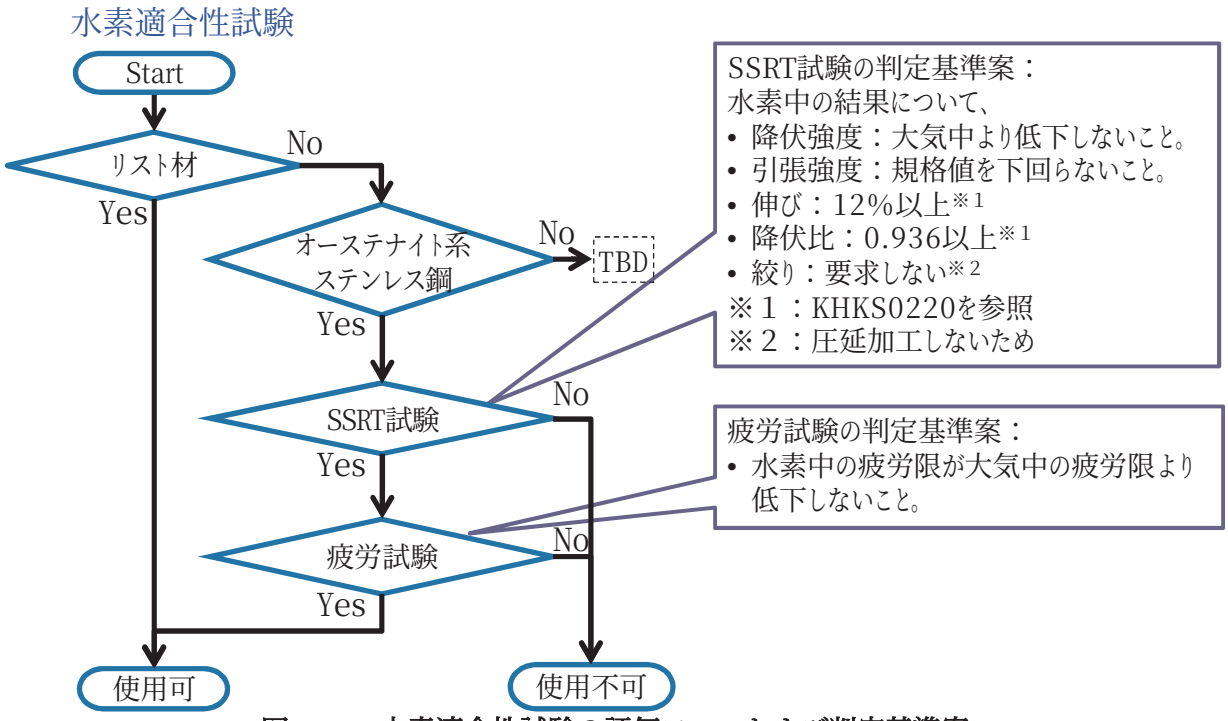


図 3-11　水素適合性試験の評価フローおよび判定基準案

（３）課題Ｃ：アルミニウム合金の腐食を評価する試験法の作成（実施項目③）

ａ．目的

GTR13 Phase1 では、金属材料に関する規定は見送られ、各国の基準を適用することとされた。現在、国内基準において水素用途で使用可能なアルミニウム合金は、A6061 のみである [1)]。さらに、過剰 Si 規制や Pb・Bi 規制がある [1)]。GTR13 Phase2 では、アルミニウム合金の腐食問題に着眼し、材料規定や過剰 Si 規制等の代わりとなるアルミニウム合金の腐食性に対する合否判定のための試験法を日本から提案することで、国内法へ導入可能な基準となるよう審議を推進する必要がある。図 3-12 にアルミニウム合金の腐食性に関する規定方法の概念図を示す。本実施項目では、アルミニウム合金の腐食試験法の作成および試験法の妥当性を示す実証試験データの取得を目的とする。

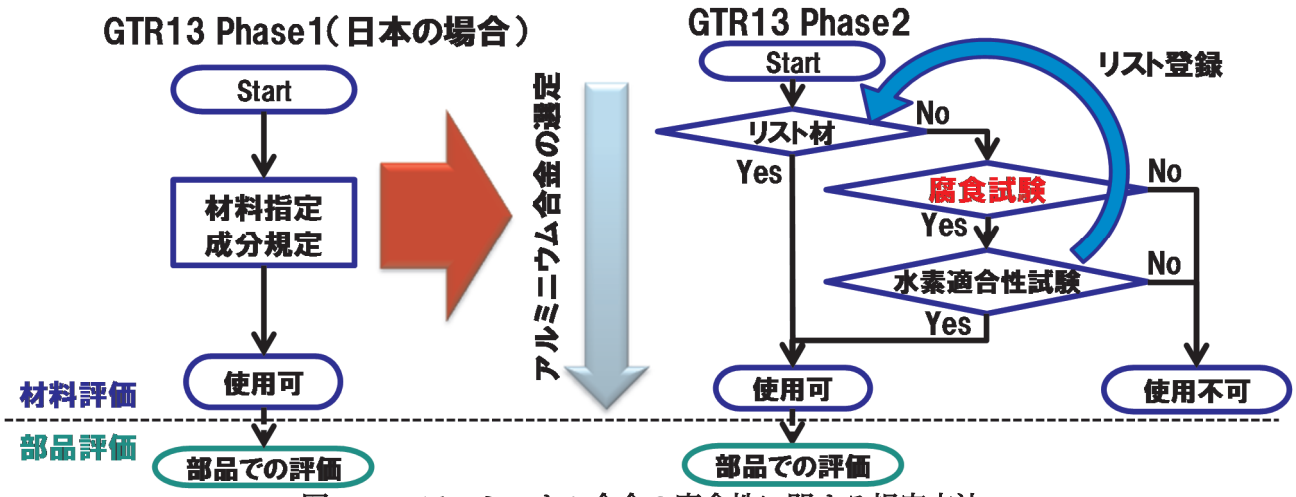


図 3-12　アルミニウム合金の腐食性に関する規定方法

ｂ．事前調査

アルミニウム合金の腐食に関する従来評価法（圧縮天然ガス自動車燃料装置用容器の技術基準 [2)]）を実施し、候補材料の実力および組成の影響を把握した。

耐 IGC 性評価方法としては、圧縮天然ガス自動車燃料装置用容器の技術基準に示される方法にて評価を行った。3 種の合金の中では、6066 低 Si 合金が最も腐食深さが小さかった。また、低 Si 低 Mg 合金が最も腐食深さが大きくなった(図 3-13)。今回作製した 6061 合金および 6066 系合金 3 種は現行規定を満足していなかった。6066 合金と Cu 量の関係を調査した結果を図 3-14 に示す。6066 合金の耐 IGC 特性は Cu 量の低減に伴い向上するが、基準を満足するには 6066 規格外の 0.5mass%以下にする必要があることが明らかとなった。

従来評価法のうち、耐 SLC 性については、高圧容器破損の主因とする報告がある中で、その機構がほとんど知られていないので、どのような条件で起こりやすくなるのかなど基礎的データを収集する必要

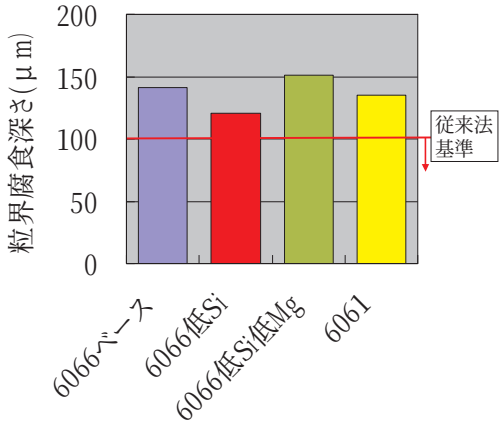


図 3-13　耐 IGC 特性評価結果

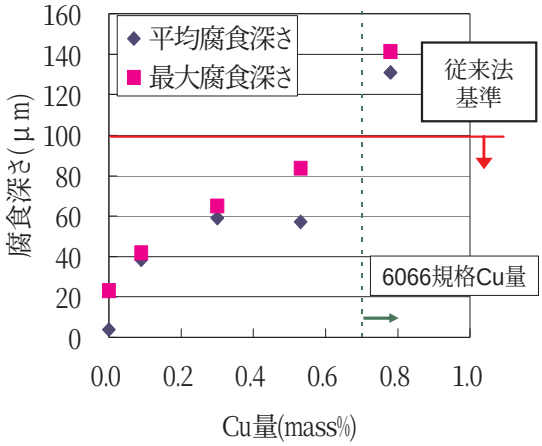


図 3-14　6066 合金における耐 IGC 特性と Cu 量の関係

がある。

試料は株式会社 UACJ により作製された 6061, 7075, 6066 および 6069 合金 T6 材である。天然ガス容器基準 [2]別添 9 に従い、疲労予亀裂を導入し、0.2%耐力（MPa 単位）の 0.056 倍の値（MPa√m）となる応力拡大係数（K）値(=K_{IApp})が亀裂先端に負荷されるようにテーパピンを挿入した。そして各試験片を、腐食環境（常温の 3.5%±0.1%(mass%)塩化ナトリウム溶液中)、乾燥（相対湿度 10%以下）および湿潤（相対湿度 90%以上）の 2 種類の大気環境の計 3 種類の試験環境で 90d 保持した。90d 経過後、テーパピンを取り除き再度上記 K 値の 0.6 倍以下の範囲で疲労負荷を加え、再疲労による亀裂長さが 1mm 以上になった後、CT 試験片を急速破断させた。破断後の CT 試験片の破面を SEM で観察し、疲労予亀裂と疲労再亀裂の間の SLC 長さを測定した。測定は、試験片厚さの 25%, 50%および 75%の位置で測定し、これら 3 つの値の平均値で耐 SLC 特性を評価した。試みに K＝1.5K_{IApp} を負荷した場合の評価結果を図 3-15 に示した。湿潤大気で乾燥大気よりも SLC が長くなる傾向があることが分かる。

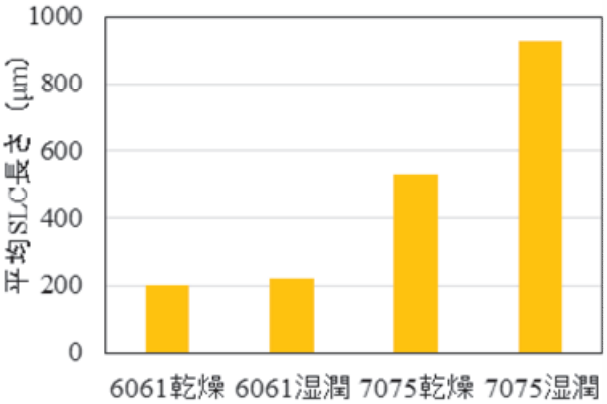


図 3-15　6061，7075 合金の平均 SLC 長さの測定結果(ただし 1.5 K_{IApp} を負荷)

c．アルミニウム合金の腐食を評価する試験法案の開発

自動車用圧縮水素容器に用いるアルミニウム合金の腐食を評価する試験法を策定するに当たり、上述の圧縮天然ガス自動車燃料装置用容器の技術基準に規定されている 3 つの試験(IGC、SCC、SLC; ISO 7866 Annex A,B にも同様な試験法の記載がある)について、これらが圧縮水素容器の場合に必要かどうかを精査した [3]。その結果、図 3-16 に模式的に示したように、ライナー材が曝される環境としては、水素に曝されるが大気には曝されない内部環境と、大気に曝されるが水素に曝されない外部環境とに分ける必要があると考えられた。外部環境は、特に水素容器に限られた環境ではない。使用環境としては、通常の自動車に使用される足回り部品のように、融雪剤等の過酷な環境になるが、これに耐えるアルミニウム材料の選定については、自動車製造企業が独自の基準を設け、重大な事故例は報告されていない。したがって今回新たに策定しなければならないのは、内部環境に曝される材料の基準(評価法)であるとの結論に達した。

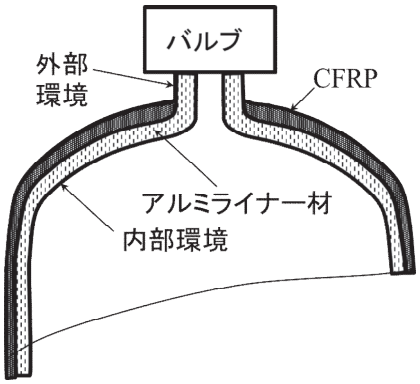


図 3-16　ライナー材が曝される環境

内部環境を考えた場合、水素適合性がまず必須であることは言うまでもないが、アルミニウム材料の場合、大気中に比べて高圧水素中で力学特性が劣るという結果は見られていない [4-12]。しかしここで注意しなければならないのは水素中の不純物水分である。試験環境中の水蒸気は金属アルミニウムと式(1)の反応を起こし、熱力学的計算ではその時に生じる水素ガスのフガシティが 10^{53}Pa 以上と桁外れに高くなり(相対湿度 87%、温度 25℃において X=3 の水和酸化物バイエライトが生じる場合)[13]、生じた水素ガスの一部が原子状水素として材料内に侵入し、水素脆化を引き起こす可能性があると考えられている。

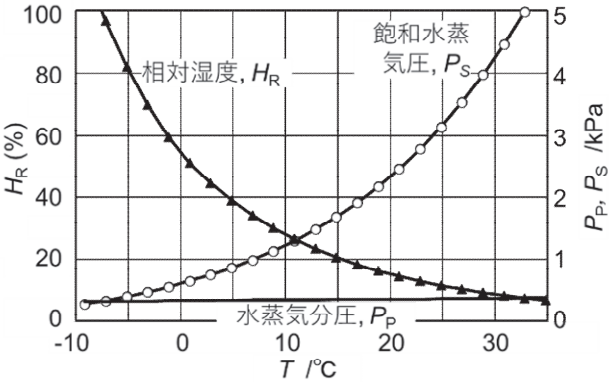


図 3-17　5ppm の不純物水分を含む水素(15℃,70MPa)中の水蒸気分圧、飽和水蒸気圧、相対湿度の温度依存性

$$2Al(s) + (3+X)H_2O \rightarrow Al_2O_3 \cdot X(H_2O)(s) + 3H_2(g) \cdots\cdots (1)$$

一般にアルミニウムの酸化皮膜は保護性が高く、式(1)の反応が生じても、その部分が直ちに保護性皮膜に覆われ反応は持続しない。しかし引張負荷がかかり続けるような場合の亀裂先端では、微視的塑性

変形により保護性皮膜が破れて、反応が持続する可能性がある。

現在 FCV に使用が認められている水素ガス中の不純物水分の許容量は 5ppm であるが、図 3-17[3]に示すように、5ppm の水分を含む水素ガスを国際基準で定められている 15℃で 70MPa に充填すると、-7℃で相対湿度が 90%に達する [3]。ベース環境が大気でなく水素であっても、合金によっては、乾燥環境で進展しないき裂が湿潤環境にすると進展するとの報告がある [14]。したがってアルミニウム合金の場合、水素に曝され大気と遮断される内面において、水素中の水分による脆化を懸念する必要がある。高圧水素ガス中で湿度を調整する試験は、実施困難であり、7075 合金では大気中でも高湿度とすることにより脆化が見られる [6,7,15]ことから、湿潤大気環境での試験が評価環境として妥当と考えられる。

そこで、アルミニウム合金の腐食を評価する試験法として、「湿潤ガス応力腐食割れ試験(Humid gas stress corrosion cracking(HG-SCC) test)」法案を開発した。本試験法は、海外でも受け入れられやすいように、ISO 7866[16] Annex B(圧縮天然ガス自動車燃料装置用容器の技術基準 [2])に記載されている SLC 試験に近い形を取っている。ただし上述の湿潤環境に関する議論を踏まえ、SLC 試験で規定されていない湿度条件を規定している。そして今後、日本高圧力技術協会にて HPIS 規格化予定である。図 3-18 に HG-SCC 試験方法(案)を示す。

HG-SCC試験方法（案）
試験片：CT試験片
試験内容：１．疲労による予亀裂を導入する。
２．応力拡大係数が、材料の耐力によって定められる値K_{IAPP}（長さ1㎜の亀裂に耐力値相当の応力を付加した時のK_I値）になるように負荷する。
３．湿潤大気中（25℃±5℃、85%RH以上）で90日間、負荷した状態で保持する。
４．疲労による後亀裂を導入した後、試験片を破断する。
５． HG-SCCによる亀裂長さを測定する。
判定基準：HG-SCCによる亀裂長さが0.16 mm以下を合格とする。
（参考規格：ISO 7866:2012 Annex B 長期負荷割れ(SLC)試験）

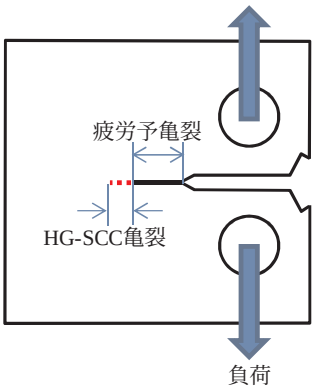


図 3-18　アルミニウム合金の HG-SCC 試験方法(案)

d．HG-SCC 試験の妥当性を示す実証試験

成分を変化させた様々な 6000 系アルミニウム合金について、開発した湿潤ガス応力腐食割れ(HG-SCC)試験で適正な材料選択が可能か、また、過剰 Si 規制や Pb・Bi 規制を試験法に置き換えられるか検討するためのデータを取得することを、実証試験の目的とした。

6000 系アルミニウム合金の主要元素である Mg、Si、Cu の割合を変えた供試材を作製した。図 3-19 に 6000 系合金の組成範囲（Mg、Si）と作製した試験材の組成を示す。HG-SCC 試験を実施した結果の一例として、図 3-20 に主要試験材の荷重割合変化を示す。過剰 Si-無 Cu の⑦および⑬において荷重低下が著しく、負荷中に亀裂が進展していると推察される。また、6000 系アルミニウム合金に Pb や Bi を添加した供試材の HG-SCC 試験も実施し、影響を評価した。その表面での亀裂進展量を測定した結果を上述の主要試験材の結果とともに表 3-1 に示す。主要組成の影響については、⑤-1 のみ例外的に亀裂が進展しているが、それ以外は、荷重割合変化に対応し過剰 Si-無 Cu の試験材のみで亀裂進展が著しい。Pb、Bi の悪影響はここでは見られない。

図 3-21、図 3-22 には、図 3-19 に示す組成のうち、それぞれ⑩～⑱および⑫～⑱について、それぞれ荷重低下率変化と亀裂進展量を掲げた。ここでも過剰 Si-無 Cu の試験材で亀裂進展が著しいことが確認できる。

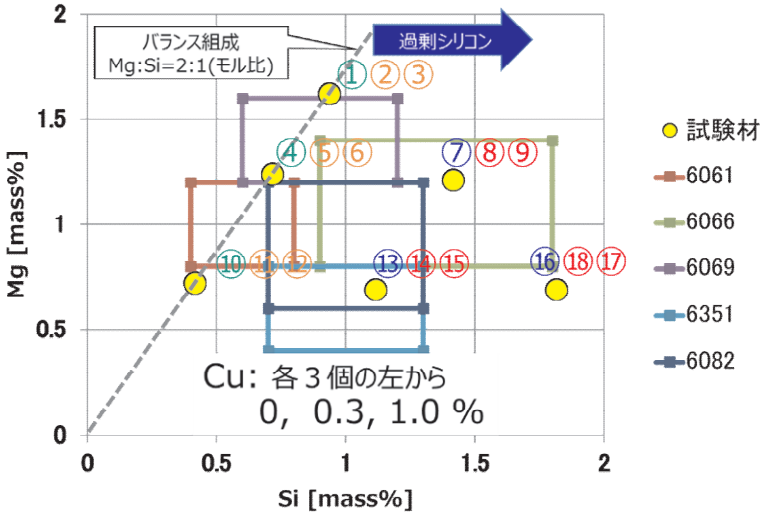


図 3-19　6000 系合金の組成範囲(Mg,Si)と試験材組成

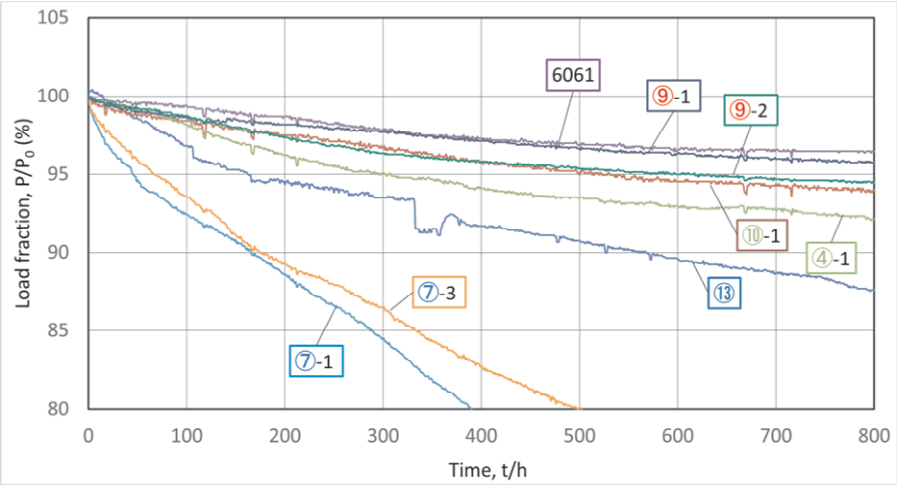


図 3-20　主要試験材の HG-SCC 試験時の荷重割合変化(ハイフン以下は試験片番号)

表 3-1 各試験材に負荷した K_{IApp} 値と表面での亀裂進展量 Δa_s (“PB”は 0.05%Pb+0.05%Bi 添加)

試験材	K_{IApp}[MPa√m]	Δa_s(表面)[mm]
④-1	16.5	0.028
⑦-1	19.6	>5
⑦-2	19.6	>5
⑨-1	19.6	0.005
⑨-2	19.6	0.008
⑬-1	18.9	0.194
⑤-1	19.0	0.226
⑤-2	19.0	0.020
⑤PB-1	18.2	0.026
⑤PB-2	18.2	0.019
⑮-1	18.8	0.040
⑮-2	18.8	0.036
⑮PB-1	17.8	0.052
⑮PB-2	17.8	0.046
6061-1	15.4	0.015

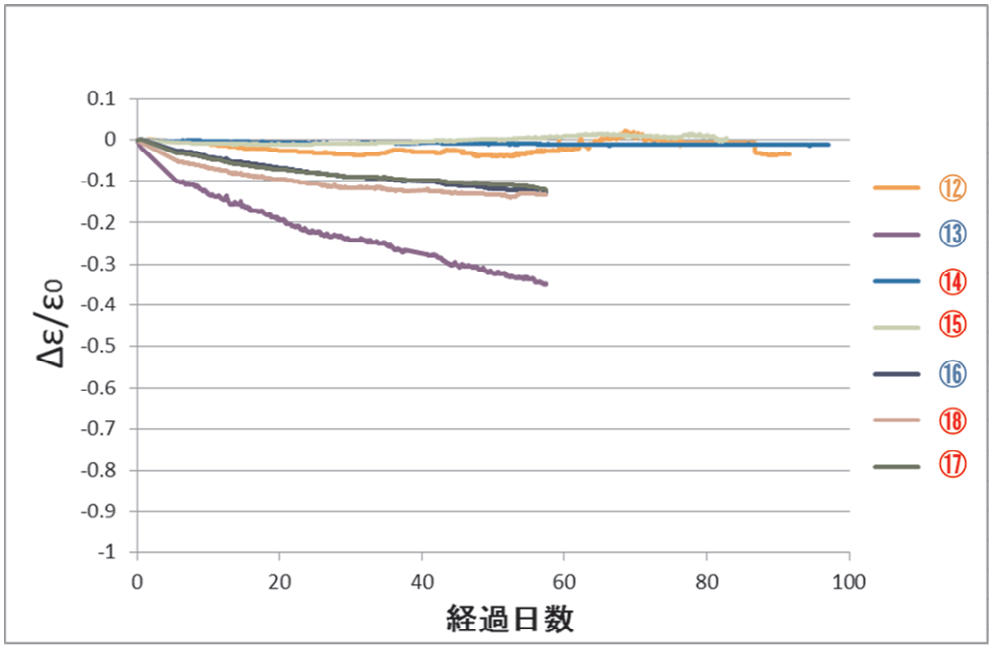


図 3-21　試験材⑫～⑱の HG-SCC 試験中の荷重低下率($\Delta\varepsilon/\varepsilon_0$, 試験片に貼り付けたひずみゲージにより評価)

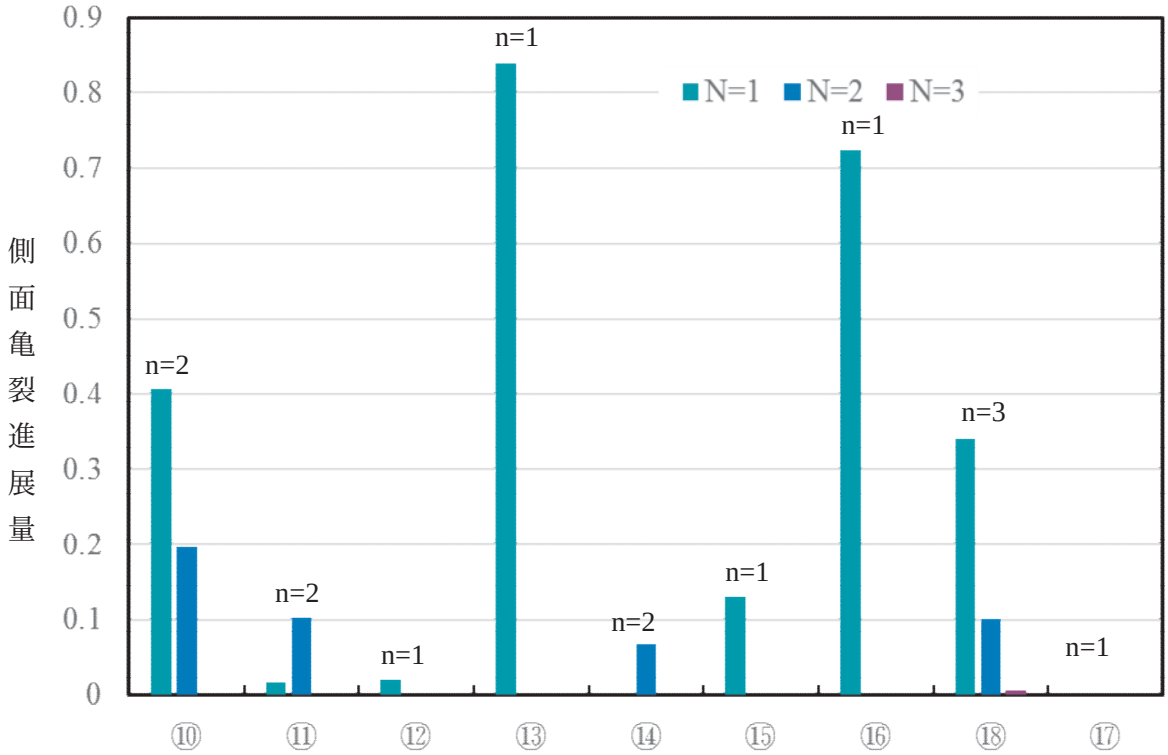


図 3-22　試験材⑩～⑱の HG-SCC 試験時の亀裂進展量(試験片側面で測定)

e．HG-SCC 試験の検証試験

荷重漸増試験および定変位試験により湿潤環境の K_{ISCC} を測定し、6000 系アルミニウム合金の HG-SCC 特性を評価することで、HG-SCC 試験の負荷条件が適正であることを検証することを目的とした。

実証試験の供試材について、荷重漸増試験および定変位試験により湿潤環境で応力腐食割れの発生する下限界値 K_{ISCC} の測定を実施した。図 3-23 に測定結果を示す。HG-SCC 試験の負荷荷重 K_{IAPP} と測定した下限界値 K_{ISCC} を比較した結果、HG-SCC 試験の負荷条件が適正である(過剰 Si-無 Cu 材では K_{IApp}＞K_{ISCC})ことを検証できた。また、K_{ISCC} の低い試験材では、粒界割れの傾向が強く現れていた。

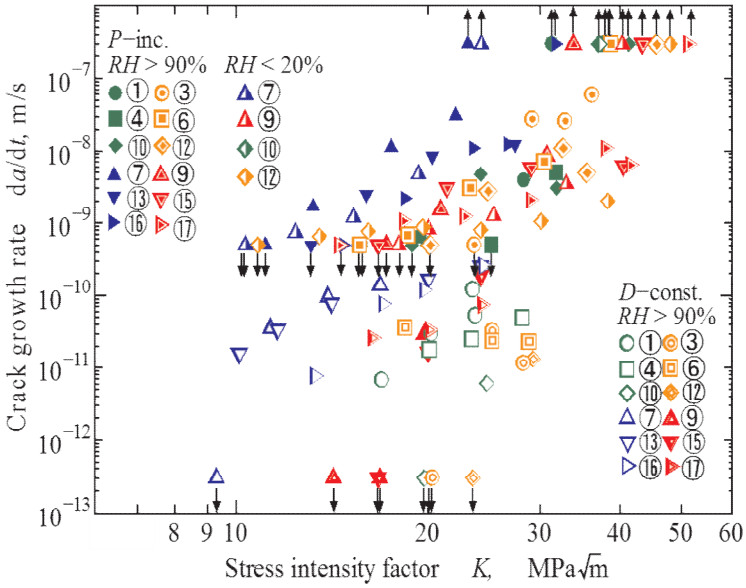


図 3-23　荷重漸増試験および定変位試験により得られた亀裂進展特性

f．HG-SCC 特性に及ぼす結晶粒サイズの影響

HG-SCC 特性は、合金成分や調質条件だけでなく、結晶粒サイズにも影響される可能性がある。その影響の度合いを把握する目的で、図 3-19 の組成の中で⑬および⑮に 0.6%の Mn を添加した試験材(それぞれ 13M および 15M)を溶製し、製造条件(熱間圧延時の加熱温度)を調整することにより、同一成分で結晶粒サイズの異なる材料を試作した。その結晶粒組織を図 3-24 に示す。ねらい通り微細粒材(13MF,15MF)と粗大粒材(13MC,15MC)とを作り分けることができた。各試験材の HG-SCC 試験中の荷重低下率を図 3-25 に掲げた。これを見る限り、荷重低下率に大差はなく、結晶粒サイズの影響は見られない。しかし図 3-20～3-23、表 3-1 では、Mn 以外の元素について 13-MF や 13MC とほぼ同組成の試験材⑬で、HG-SCC 亀裂の顕著な進展が見られた。また一般には粗大粒のほうが、低延性・低靭性になるといわれている [17]。したがって粗大粒の 13MC において、何故亀裂がほとんど進展しなかったのかについては、今後解検討が必要であるが、現段階では、今回の HG-SCC 試験をはじめ、亀裂進展試験では、想定される亀裂進展面からのずれが大きいほど、力学的に亀裂進展しにくくなるので、進展面に近くかつ進展面と平行な粒界が少ない 13MC のような場合には、粗粒で亀裂が粒界に沿って進展しやすくても、試験においては亀裂進展量が少なくなったと推察された。

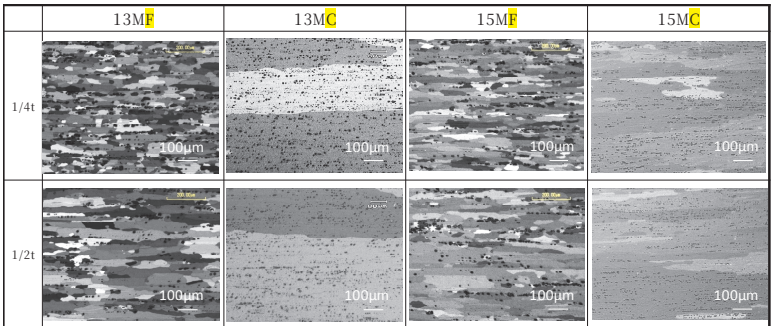
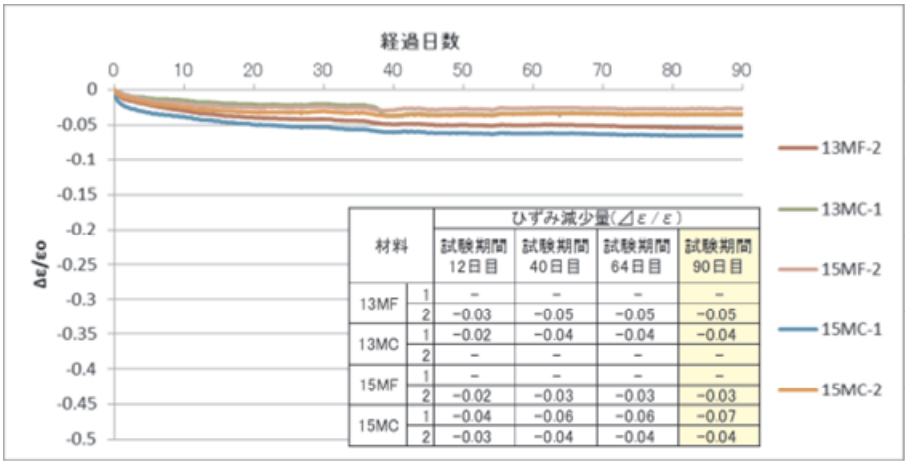


図 3-24　試験材 13M および 15M の光学顕微鏡組織
(13MF,15MF: 通常プロセス(微細粒)材、13MC,15MC: 粗粒化プロセス材)



材料		ひずみ減少量(Δε/ε) 試験期間 12日目	試験期間 40日目	試験期間 64日目	試験期間 90日目
13MF	1	–	–	–	–
	2	−0.03	−0.05	−0.05	−0.05
13MC	1	−0.02	−0.04	−0.04	−0.04
	2	–	–	–	–
15MF	1	–	–	–	–
	2	−0.02	−0.03	−0.03	−0.03
15MC	1	−0.04	−0.06	−0.06	−0.07
	2	−0.03	−0.04	−0.04	−0.04

図 3-25　結晶粒組織調整材の HG-SCC 試験中の荷重低下割合($\Delta\varepsilon/\varepsilon_0$, 試験片に貼り付けたひずみゲージにより評価)

g. Pb，Bi の存在状態調査

Pb、Bi の上限規定が真に必要かどうかの調査を行うために、6061 合金に近い⑤、6066 合金に近い⑮に対して、AA 規格における 6000 系アルミニウム合金のその他成分の上限(各々0.05%)以内の範囲で、Pb、Bi を添加した試験材計 8 種類を調製した。その組成を表 3-2 に示す。その製造工程は、ブックモールド鋳塊(幅 200mm、厚さ 70mm)を長さ 180mmm に切断、面削(幅 180mm、厚さ 50mm)したのち、均質化処理(530℃-10h)・熱延(厚さ 7mm)を行い、その後 T6 処理とした。各試験材について、基本的な引張り特性の評価をはじめ、提案中の HG-SCC 特性の評価、その結果の裏づけとしての Pb、Bi の存在状態の調査を行った。HG-SCC 特性については、主要組成の影響とともに既にｄ節で述べたので、ここでは Pb、Bi の存在状態の調査結果を報告する。

表 3-2　Pb、Bi の影響調査用供試材の化学組成(質量%)

No.	Si	Fe	Mg	Cu	Pb	Bi
5P1	0.7	0.1	1.2	0.3	0.01	-
5B1	0.7	0.1	1.2	0.3	-	0.01
5P5	0.7	0.1	1.2	0.3	0.05	-
5B5	0.7	0.1	1.2	0.3	-	0.05
5PB	0.7	0.1	1.2	0.3	0.05	0.05
15P5	1.1	0.1	0.7	1.0	0.05	-
15B5	1.1	0.1	0.7	1.0	-	0.05
15PB	1.1	0.1	0.7	1.0	0.05	0.05

15PB-T6 調質材について、EPMA(Electron Probe Micro Analyzer)を用いて Pb、Bi の存在状態を調査した。図 3-26 は元素のマッピングの結果を示す。Bi と Mg はほぼ同じ場所に存在することが分かる。図 3-26 の反射電子組成像から第二相粒子を選んで、EPMA 点分析により第二相粒子の半定量分析を行った。その分析箇所を図 3-27、点分析結果を表 3-3 に示す。Pb が検出された箇所では Mg と Bi が極わずかしか検出されなかったが(箇所 4)、Bi と Mg は同時に検出された(箇所 5)。Mg-Bi の 2 元状態図 [18]から Mg_3Bi_2 化合物が存在することにより、本合金系では Bi は Mg と化合物を形成したと推測される。

5PB および 15PB に存在する相を同定する目的で、X 線回折(θ-2θ法)を行った。回折チャートは省略するが、同定結果を表 3-4 に示す。5PB、15PB ともに、Pb は単体として存在し、Bi は上述の推測通り Mg と Mg_3Bi_2 化合物を形成することが確認される。

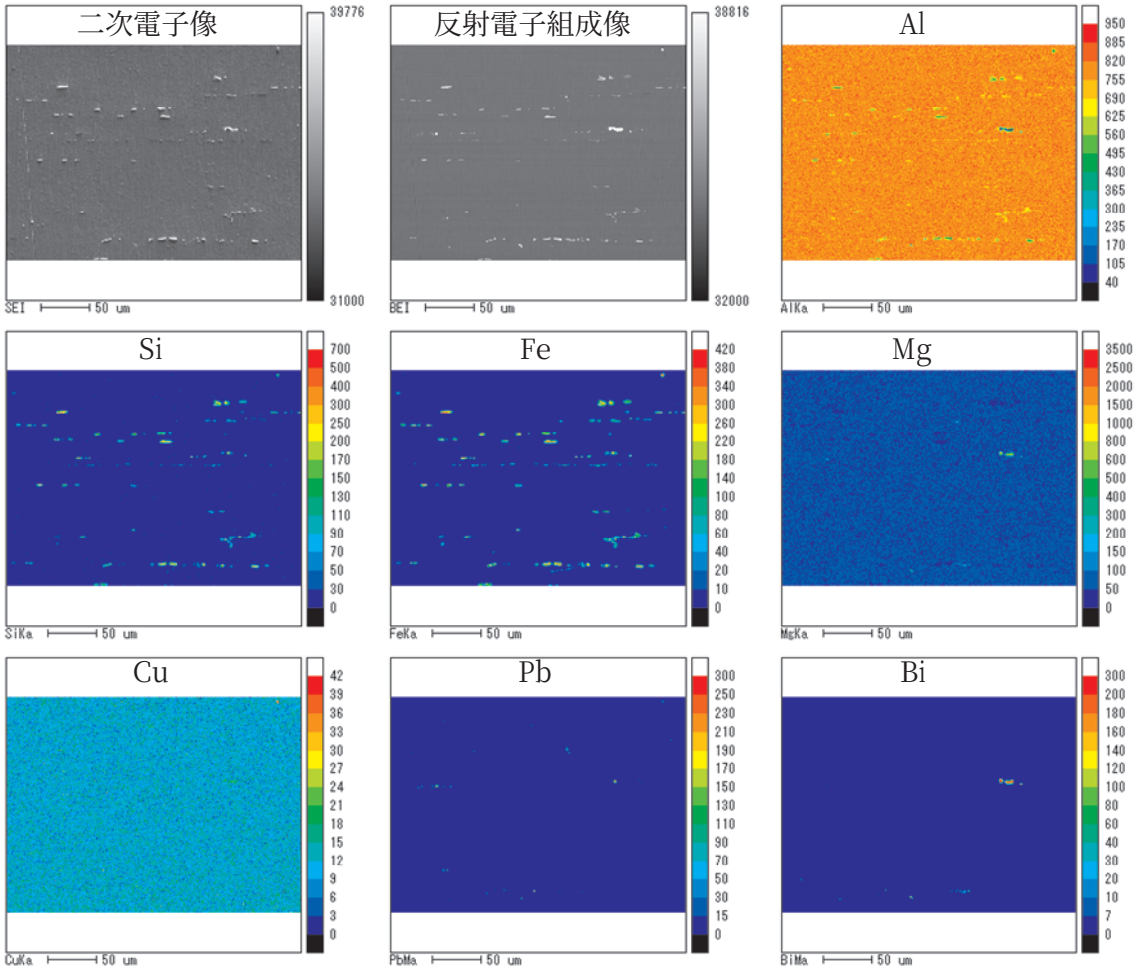


図 3-26　5PB 材の EPMA マッピング結果

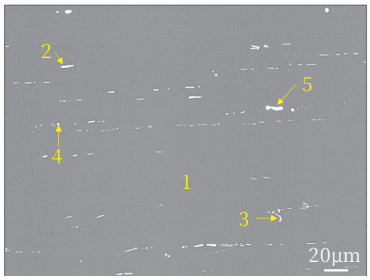


図 3-27　EPMA 点分析箇所

表 3-3　定性・半定量分析結果(質量%)

分析箇所	Al	Si	Fe	Mg	Cu	Pb	Bi	O	推定化合物
1	95	2	-	0.6	2	-	-	0.8	マトリクス
2	59	16	24	0.2	0.6	-	-	0.5	Al-Fe-Si
3	76	10	12	0.5	0.9	-	-	0.5	Al-Fe-Si
4	51	0.3	-	0.5	0.7	45	0.8	1	Pb
5	7	0.2	-	9	0.6	0.8	79	4	Mg_3Bi_2

表 3-4　XRD により検出された化合物

供試材	XRD で検出された化合物
5PB	β-AlFeSi、Mg_3Bi_2、Pb、Mg_2Si
15PB	β-AlFeSi、Mg_3Bi_2、Pb、Mg_2Si

h.　予ひずみの影響調査

耐 HG-SCC 性に及ぼす予ひずみの影響を明らかにするため、引張変形した 6061-T6 板材を湿潤大気中で HG-SCC 試験に供した。

供試材として t7×L75×W200 mm の 6061-T6 材(これまでの 6061 合金と別ロットなので、以後、6061(2)-T6 と表記する)を用意し、LT 方向に最大で 10%の引張塑性ひずみを与えた。その後、ひずみ量がほぼ均一な領域(図 3-28)より CT 試験片を作製し、HG-SCC 試験用の。図 3-29 に約 50 日間までの HG-SCC 試験中のひずみ減少量を示す。ひずみの減少量は小さく，予ひずみの影響は無いかもしくは極めて小さいことが分かった。

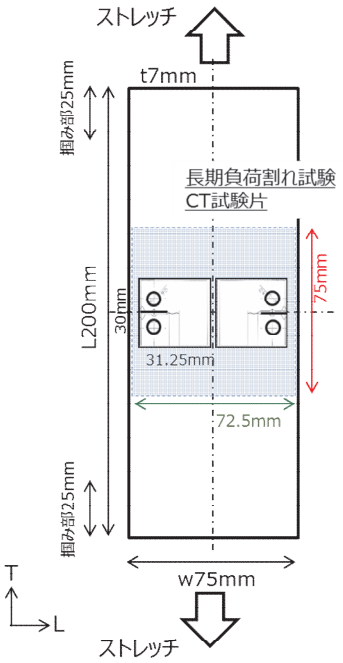


図 3-28　引張ストレッチ板からの CT 試験片の採取位置

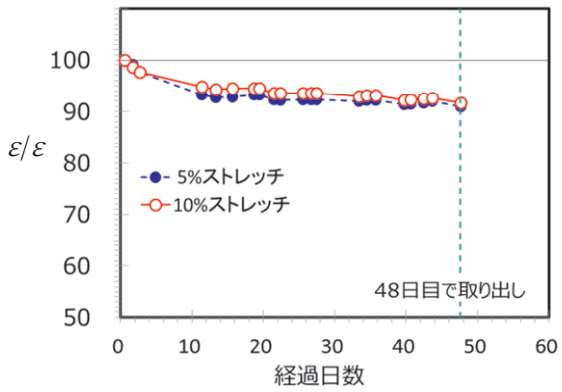


図 3-29　6061(2)-T6 板材の HG-SCC 試験中の荷重割合変化($\varepsilon/\varepsilon_0$, 試験片に貼り付けたひずみゲージにより評価)

i.　車載用容器としての適合性評価

6061 材を用いた 70MPaTYPE3 容器を製作し、車載用容器としての適合性評価を行った。基本性能評価として KHKS0128 による破裂試験、落下サイクル試験を実施し、耐久性能評価として GTR 耐久性能試験を実施した。GTR 耐久性能試験結果を表 3-5 に示す。6061 材の車載用容器としての適合性が確認された。また今回の試験により、GTR 耐久性能試験における連続試験のダメージ(低下率 7 %)を把握することができ、今後の車載用容器の設計指針を得ることができた。

表 3-5　GTR 耐久性能試験

	試験項目	結果
1	耐圧試験	105MPa において異常膨張なし
2	落下試験	実施
3	表面損傷試験	実施
4	化学物質曝露及び常温気圧サイクル試験	化学物質暴露後の常温サイクル試験でサイクル回数 6600 回において漏れなし
5	高温静圧試験	リークなし
8	限界温度気圧サイクル	リークなし
6	残留水圧試験	126MPa において破裂なし。
7	残留破裂強度試験	188.1MPa ＞ $BP_0$161.6MPa で破裂
合否		合格

参考文献

1) 70MPa 圧縮水素自動車燃料装置用容器の技術基準 KHKS0128, (2010).
2) 圧縮天然ガス自動車燃料装置用容器の技術基準(JGA 指-NGV07-05), 社団法人日本ガス協会.
3) 伊藤吾朗: 材料と環境, 65(2016), 432-437.
4) 大宮慎一, 藤井秀樹, 材料とプロセス, 18[3], 596(2005).
5) 大宮慎一, 藤井秀樹, 材料とプロセス, 18[3], 597(2005).
6) 伊藤吾朗, 水素製造・吸蔵・貯蔵材料と安全化, サイエンス＆テクノロジー(株), p.234 (2010).
7) 「水素社会構築共通基盤整備事業――水素インフラ等に係わる規制再点検及び標準化のための研究開発――水素用アルミ材料の基礎研究」平成１７年度～平成２１年度研究成果報告書, (独)新エネルギー・産業技術総合開発機構, (2014)
8) 籔木政男, 横川清志, 緒形俊夫, 中川英樹, 江口晴樹, 藤井秀樹, 岡口秀治, 石尾光太郎, 林稔, 斎藤正洋, 圧力技術, 38, 319(2000).
9) WE-NET サブタスク 6「低温材料技術の開発：平成 8 年度成果報告書, 新エネルギー・産業技術総合開発機構, (1997).
10) 水素の有効利用ガイドブック, (独)新エネルギー・産業技術総合開発機構, p.81 (2008).
11) R.P.Jewett, R.J.Walter, W.T.Chandler and R.P.Frobmberg, NASA CONTRACTOR REPORT (NASA CR-2163), “ Hydrogen Environment Embrittlement of Metals ” , National Aeronautics and Space Administration, (1973).
12) Safety Standard for Hydrogen and Hydrogen Systems, National Aeronautics and Space Administration, (2005).
13) R. E. Ricker and D. J. Duquette, Metall. Trans. A, 19A, 1775(1988).
14) M. O. Speidel, “The theory of stress corrosion cracking in alloys”, ed. by J. C. Scully, North Atlantic Treaty Organization. Scientific Affairs Division, p.289 (1971).
15) 大崎修平, 池田淳, 木下勝之, 佐々木侑慥, 軽金属, 56, 721(2006).
16) ISO 7866, Gas cylinders, Refillable seamless aluminum alloy gas cylinders, in Design, Construction and Testing, 2nd Ed., 2012.
17) 伊藤吾朗, 江藤武比古, 宮木美光, 菅野幹宏: 軽金属, 38(1988), 818-838.
18) M. Hansen and K. Anderko: Constitution of Binary Alloys, McGraw-Hill, (1958)

（４）国内基準の適正化および国際基準調和（実施項目②）

ａ．国連基準と国内規制の調和

ア）国内会議

試験法作成のための各 TF（タスクフォース）および上位審議体の企画 WG で各課題検討状況を審議した。また水素適合性試験法作成に資するデータの信憑性を審議する“自動車用シナリオ・データ検討会”を立上げ、専門家によるデータ確認を行った。更にこれらの結果について、第三者審査機能を持つ HFCV 用容器検討委員会に報告し、国際審議の場へ提案するための承認を得た。主な成果は以下のとおり。

- 容器破裂圧適正化：実証試験結果に基づく検討シナリオの検証および追加調査計画等の承認。
  ⇒ 初期破裂圧に対する劣化後（EOL）の破裂圧低下率とばらつきを実証し、劣化後破裂圧 180%NWP が確保できるか検証した結果、立案した検討シナリオに基づき初期破裂圧 200%NWP（←現 225%NWP）への変更可能性を裏付けるデータであることが承認された（図 3-30）。また負荷条件の中から落下試験が劣化要因として大きいことが認識され、X 線 CT 撮影による CFRP の損傷評価結果からもその影響が大きいことが認められた。
- 水素適合性試験法：試験法コンセプトの合意に基づき取得した実証試験データの信憑性評価、およびメカニズム解析を基にした試験法と評価判定基準案の提案。⇒ 高圧水素環境下の SSRT 試験で材料特性（引張り強度、降伏点、伸び）が大気中と変わらないまたはある判定値を下回らない、かつ水素中の疲労寿命試験で疲労限が低下しないことを判定基準とした試験法として国際基準審議の場に提案することが承認された（図 3-31）。これらはオーステナイト系ステンレス鋼を、疲労限以下の応力レベルで部品に使用することを前提にしたものである。
- 腐食試験法：アルミニウム合金の湿潤環境中の応力腐食割れ（HG-SCC）特性を評価する試験規格案を立案し、実証試験を基に試験法を提案。⇒ 実証試験結果から、湿潤環境において最大 1mm のき裂が存在した状態で降伏応力がかかってもき裂が進展しないことを判定基準とした試験法（図 3-32）が認められ、国際基準審議の場に提案することが承認された。また国際提案に先立ち、国内における規格化として、日本高圧力技術協会（HPI）にて HPIS として規格化することが合意され、国際提案時の引用規格として発行された。

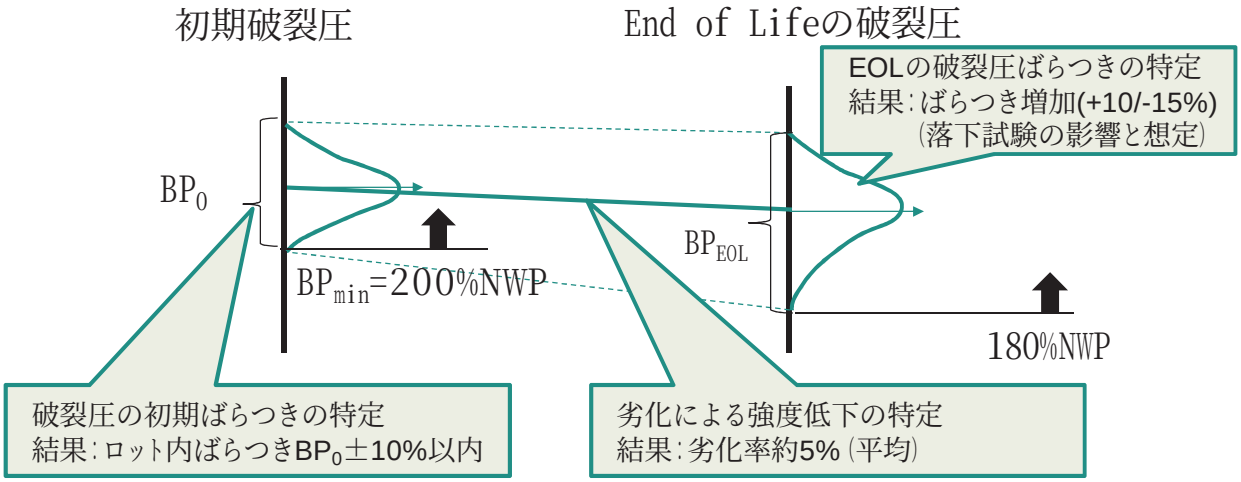


図 3-30　実証試験結果に基づく破裂圧の考え方

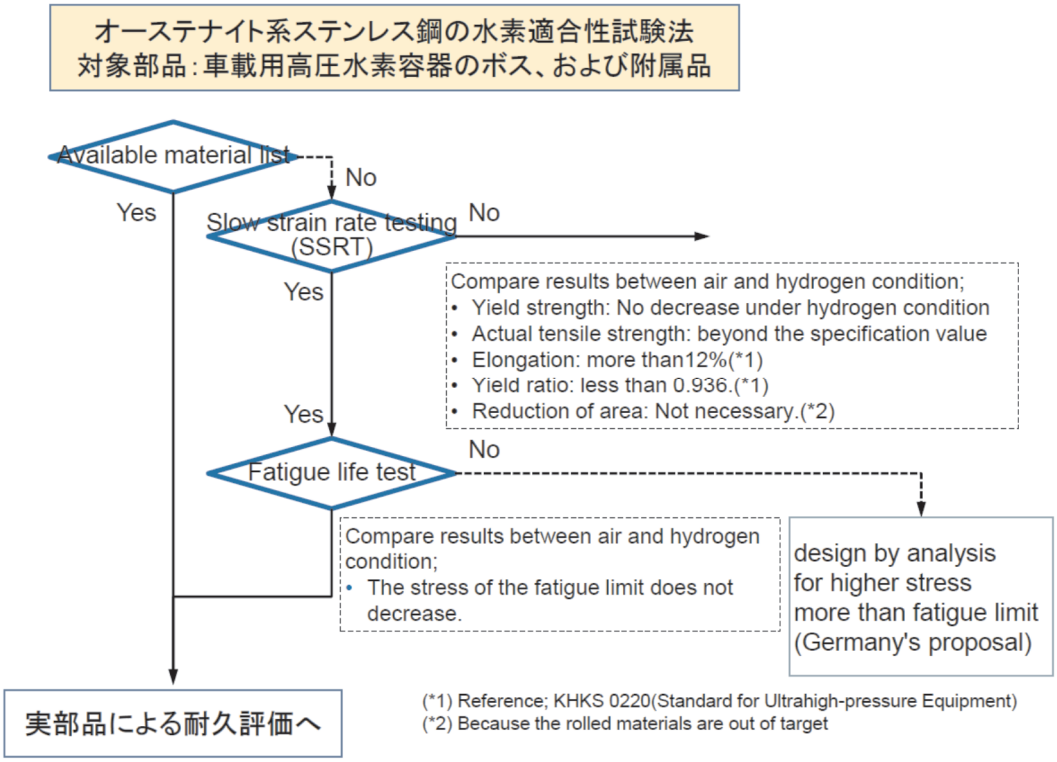
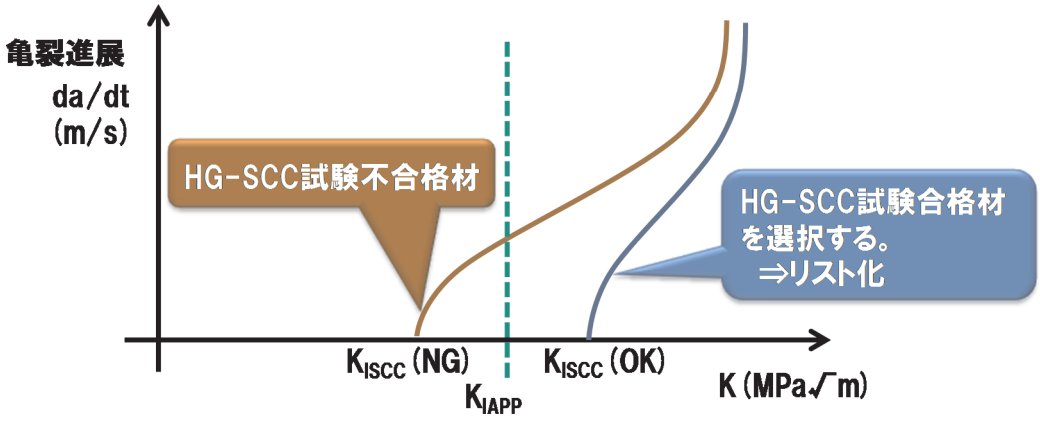


図 3-31　オーステナイト系ステンレス鋼の水素適合性試験法

■ **腐食試験法作成TFで検討している試験法名を、「Humid gas stress corrosion cracking (HG-SCC) test（湿潤ガス応力腐食割れ試験）」とする。**

■ **HG-SCC試験合格材は、降伏応力負荷状態かつ1mmの亀裂が存在しても亀裂進展しない（$K_{IAPP} < K_{ISCC}$）。降伏応力以下かつ亀裂1mm以下の使用で腐食問題は考慮不要という材料を選択する。**



※K_{IAPP}：き裂1mm, 降伏応力負荷時の応力拡大係数

図 3-32　湿潤ガス応力腐食割れ試験の考え方

イ）GTR13 Phase2

国連での審議開始が当初想定に対し約2年程度遅れたが、2017年10月に第1回GTR13-HFCV Phase2インフォーマルWG（IWG）が開催され、今後2年間の技術審議を目途に、国際基準議論が開始された（必要に応じ延長の可能性あり）。第1回IWGでは各国からの提案に基づく議題の共有がなされ、日本からは本事業で検討を行った3課題を議題として提示した。2018年から各議題の技術的な内容について、本格的な国際審議が行われる。

b．国際標準化

ア）SAE J2579（FCV燃料システムの米国安全規格）

GTR13-HFCV Phase2への米国提案の基になる可能性が高い規格と位置づけ、積極的に審議に参加した。

- 容器の耐久強度を評価する試験の一部として、SAEから提案を受けたStress Rupture試験について、炭素繊維製容器については不要な負荷であることを示し、提案はガラス繊維または将来の新繊維（炭素とガラスの混合繊維含む）のみへの適用とし、炭素繊維製容器は従来の試験法での評価を可能とすることで合意を得た。
- 金属材料の水素適合性試験法は、日米独の3カ国でSAE傘下に材料専門家会議を構成し、日本で検討した試験法案を積極的に提案した。一部継続審議を必要とする部分はあるものの、前述の日本提案の多くが認められ、GTR13-HFCV Phase2への提案のベース試験法として共有された。
- アルミニウム合金の腐食試験法規格案（前述のHG-SCC試験法）のSAE J2579への織込みを提案し、その必要性が認められ、J2579ドラフトに織り込まれた。織込みについては、前述の日本高圧力技術協会規格（HPIS（英文））を完全引用することになった。

イ）ISO 19881（水素容器の国際標準）、およびISO 19882（水素容器用安全弁）

CDベースで平成27年度までにGTR13-HFCV Phase1との整合取りを提案し合意を得た。その後DIS投票にかけられ、日本からは賛成で投票した。2018年中にはIS化が完了すると思われる。

３．２　成果の意義

国際基準（GTR13-HFCV Phase2）に日本案を提案し反映させることで、国際基準を国内規制へ適用可能となる。国際基準（GTR13-HFCV Phase2）に日本の提案が反映されることで、容器破裂圧の適正化および使用可能材料の拡大により、容器の軽量化・コスト削減が可能となる。国際基準（GTR13-HFCV Phase2）を国内導入することにより、燃料電池自動車の国際取引（相互認証）が可能となり、燃料電池自動車の低コスト化に繋がる。

３．３　開発項目別残課題

・材料の同等性証明およびリスト化の検討

水素適合性試験法に合格した材料に対して、UNRでの同等性証明、または、リスト化する際の成分範囲を検討する必要がある。特に、ステンレス鋼は国際的に規格材の成分範囲が統一されていないため、材料の同等性の証明方法を検討する必要がある。

・GTR13 Phase2審議対応

当初、GTR13 Phase2の審議は本事業期間内に開催される予定であったが、実際は、GTR13 Phase2インフォーマルワーキング（IWG）が平成29年10月に開始され、平成30年度以降も継続して審議が行われることとなった。このため、審議の進捗に合わせて、海外からの対案に対して検討するための研究開発（データ取得・解析）が必要となる可能性がある。

４．まとめ及び課題、事業化までのシナリオ

実施項目①：自動車用圧縮水素容器の安全性評価

・課題A：容器破裂圧力の適正化の検討

GTR13-HFCV Phase2での破裂圧の適正化の審議に資する実証試験データとして、70MPa-VH4容器

を用いて､ばらつきも含めて初期と End of Life の破裂圧データを取得した｡初期破裂圧を検討した結果、現在の規定値 225%NWP に対し、End of Life の残留破裂圧規定と相関のある 200%NWP への低減が可能であると考えられる。
・課題 B：金属材料の水素適合性を評価する試験法の作成
　室温・低温水素中の SSRT 試験データおよび室温水素中の疲労試験データを取得した。実証試験データを基に、オーステナイト系ステンレス鋼製のボス・付属品に限定して、使用される温度範囲の高圧水素中でも室温大気中に比較して疲労限が低下しないことを確認し、室温大気中の疲労限より低い応力レベルで使用するコンセプトで、水素適合性試験法案を作成した。

実施項目②：国内基準の適正化および国際基準調和
実施項目①と③で検討した国際基準（GTR13-HFCV Phase2）の主な課題（破裂圧適正化・水素適合性試験法・アルミニウム合金の腐食試験法）の各試験法案と実証試験データについて、国際基準への提案に向けた国内審議で承認された。平成 29 年 10 月に開始された GTR13 Phase2 インフォーマルワーキング（IWG）にて、日本案を提案することで、国際基準への反映を実現する。

実施項目③：アルミニウム系材料の材料評価および試験法開発
・課題 C：アルミニウム合金の腐食を評価する試験法
　自動車用圧縮水素容器に用いるアルミニウム合金の腐食を評価する試験法として、湿潤ガス応力腐食割れ（HG-SCC）試験法案を開発した。実証試験では、6000 系アルミニウム合金の主要元素である Mg、Si、Cu の割合を変えた供試材を作製し、「HG-SCC 試験」を実施した。主要元素の影響、Pb・Bi の影響、予ひずみの影響等を調査し、各種合金の特性を評価できることが確認された。検証試験では、荷重漸増試験および定変位試験により 6000 系アルミニウム合金の HG-SCC 特性を評価し、「HG-SCC 試験」の負荷条件が適正であることを確認した。作成した試験法案は、今後、日本高圧力技術協会にて HPIS 規格化予定である。その後、SAE J2579(米国水素システム安全規格)に引用規格として織り込まれる予定。同様に GTR13-HFCV Phase2 でも引用規格として織り込まれるよう提案する。

５．研究発表・特許等
－研究発表・講演、文献等、その他－

No.	年月	発表先	題目	発表者
1	2013 年 5 月 19 日	一般社団法人軽金属学会第 124 回春期大会	水素ボンベバルブハウジング用 6000 系アルミニウム合金の開発	日本軽金属）邢 劼 ほか
2	2014 年 9 月 5 日	日本機械学会関東支部第 22 回茨城講演会	6066 および 6069 アルミニウム合金の耐水素脆化特性評価	茨城大学）田中瑞輝, 寺田将也,伊藤吾朗
3	2014 年 11 月 15 日	一般社団法人軽金属学会第 127 回秋期大会	Al-Mg-Si 系合金における長期負荷割れ試験時のき裂進展挙動	茨城大学）寺田将也, 田中瑞輝, 車田 亮, 伊藤吾朗
4	2015 年 5 月 16 日	一般社団法人軽金属学会第 128 回春期大会	Al-Mg-Si 系合金の耐長期負荷割れ特性	茨城大学　車田亮, 伊藤吾朗, 他
5	2015 年 8 月 28 日	第 23 回茨城講演会	6000 系アルミニウム合金の長期負荷割れ	茨城大学　伊藤吾朗, 車田亮, 小林純也, 他
6	2015 年 9 月 28 日	公益社団法人腐食防食学会第 183 回腐食防食シンポジウム	燃料電池自動車用水素関連アルミニウム材料の腐食・水素脆化試験	茨城大学　伊藤吾朗
7	2015 年 11 月 21 日	一般社団法人軽金属学会第 129 回秋期大会	Si 過剰の 6000 系アルミニウム合金の耐 SLC 性に及ぼす Cu 添加の影響	茨城大学　車田亮, 伊藤吾朗, 他
8	2015 年 11 月 22 日	一般社団法人軽金属学会第 129 回秋期大会	水素ボンベバルブホウジング用 Al-Mg-Si 系合金の各種特性に及ぼすケイ素の影響	日本軽金属　邢 劼
9	2016 年 6 月 13 日	ICAA15(The 15th International Conference on Aluminum Alloys)	Effects of Si Content on the Tensile Strength and Machinability of Al-Mg-Si-Cu-Mn-Cr Alloys	日本軽金属 Jie XING (邢 劼), 他
10	2016 年 9 月 12 日	日本機械学会 2016 年度年次大会 CD-ROM 論文集および口頭発表	Al-Mg-Si 系合金の湿潤大気中応力腐食割れの評価方法	青山学院大学 小川武史, 他
11	2016 年 11 月 5 日	軽金属学会第 131 回秋期大会	燃料電池自動車用圧縮水素容器用アルミニウム合金の国際標準化の現状	茨城大学 伊藤吾朗
12	2016 年 11 月 5 日	軽金属学会第 131 回秋期大会	水素容器用バルブハウジング向け Al-Mg-Si 系合金の機械的性質および切粉分断性に及ぼすケイ素の影響	日本軽金属 邢 劼, 他
13	2016 年 11 月 30 日	学術雑誌「材料と環境」掲載	水素用アルミニウム合金の使用環境と国際標準化へ向けた試験方法	茨城大学 伊藤吾朗
14	2017 年 3 月 16 日	日本機械学会関東支部第 23 期総会･講演	Al-Mg-Si 系合金の湿潤ガス応力腐食割れ特性に及	青山学院大学 小川武史, 他

		会講演論文集および口頭発表	ぼす化学成分の影響	
15	2017 年 10 月 7 日	日本機械学会 M&M2017 材料力学カンファレンス	メゾスケールシミュレーションによる Type IV 高圧水素容器の破裂圧の予測	東京大学 李 然, 吉川暢宏
16	2017 年 10 月 7 日	日本機械学会 M&M2017 材料力学カンファレンス	車載用高圧水素容器材料の鋼種拡大に向けての評価方法と考え方	東京大学 木村光男, 吉川暢宏
17	2017 年 10 月 11 日	自動車技術会 2017 年秋季大会	圧縮水素容器の破裂圧力に及ぼす液圧シリーズ試験の影響	JARI 冨岡純一, 増田竣亮, 田村浩明, 田村陽介

－特許等－

No.	出願日	出願番号	発明の名称	委託会社名
1	平成 25 年度	特願 2013-081282	水素経路用アルミニウム合金とその製造方法	日本軽金属株式会社
2	平成 27 年度	特願 2015-242853	疲労強度特性に優れた切削加工用アルミニウム合金押出材およびその製造方法	日本軽金属株式会社 株式会社神戸製鋼 株式会社 UACJ サムテック株式会社