

事業名：超高压水素インフラ本格普及技術研究開発事業/国内規制適正化に関わる技術開発/連続陰極水素
 チャージ法による水素インフラ用鋼材の水素特性判断の簡易評価手法の開発 発表者名：JFEスチール株式会社

○事業概要

●背景及び目的

高压水素ガスインフラに用いられる素材は、高压水素ガス中での材料特性取得が必要である。しかし、高压水素ガスに対応した試験装置は、世界的にも限定されており、必要データの取得には多大な時間およびコストを要する。この状況を鑑み、本事業では、高压水素ガス環境下での材料特性を、より多くの研究機関で、より低コストかつ簡便に評価可能な手法の開発を目的とした。具体的には、低合金鋼を対象とし、高压水素ガス中と同等の水素を電気化学的に試験片中にチャージし、汎用のSSRT試験機や疲労試験機を用いた連続陰極水素チャージ材料試験法（以降、陰極チャージ法）を開発する。

●成果概要

- ① -30°C 、室温、 85°C で105MPa水素ガス中と同等の水素をチャージできる陰極チャージ条件が決定された（図1）。
- ② 陰極チャージSSRTの応力-変位曲線は、き裂発生していない最高荷重点までは高压水素ガス中SSRTと同等であった（図2）。この結果から、水素インフラへの低合金鋼適用可否判断が陰極チャージ法でも可能であると判断した。
- ③ 陰極チャージ疲労試験では高压水素ガス中疲労試験と同等の結果を得た（図3）。
- ④ SSRTおよび疲労試験においてJFEスチールと複数機関でラウンドロビンテストを行い、同等の結果を得た。
- ⑤ 陰極チャージ試験方法の規準化案を提案した。

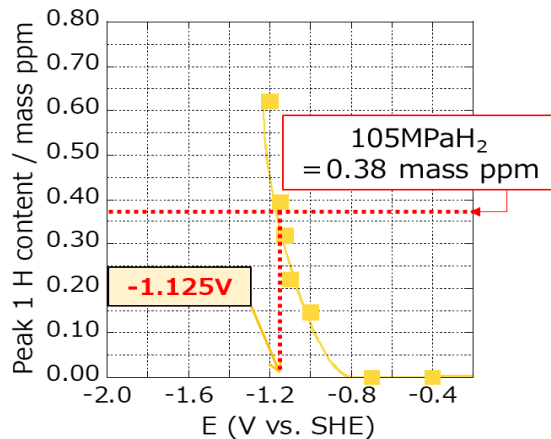


図1 室温陰極チャージした供試材中の拡散性水素量におよぼす電位の影響
 溶液: 1M NaOH+3g/L NH_4SCN

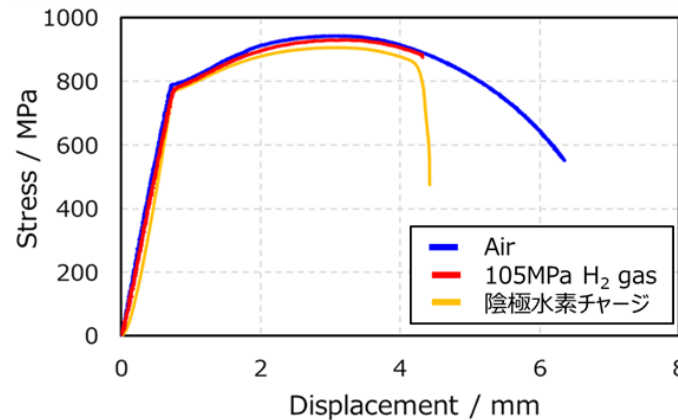


図2 陰極チャージ、大気および105MPa水素ガス中で得られた室温SSRT結果の比較

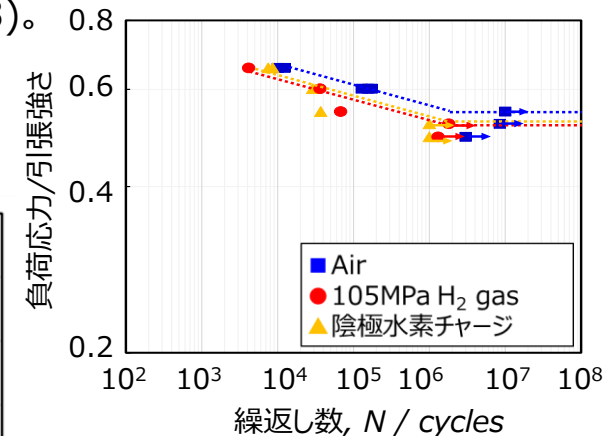


図3 陰極チャージ、大気および105MPa水素ガス中での疲労試験結果

連絡先

JFEスチール株式会社 高木周作
 E-mail : s-takagi@jfe-steel.co.jp
 TEL: 044-322-6146

供試材 ・材料 : SNCM439 : 0.40C-0.23Si-0.71Mn-1.73Ni-0.73Cr-0.22Mo (mass%)
 ・機械的特性 : 0.2%YP=776, TS=921MPa, tEl=24.4%, RA=70.3%
 ・マイクロ組織 : 焼戻しマルテンサイト鋼

表 105MPa水素ガス中と同等の水素を導入するための陰極チャージ条件

| | 105MPa水素ガス中の水素チャージ量 (wt.ppm) | 陰極チャージ溶液 | 105MPa水素ガス中と同等の水素をチャージできる電位 E_1^* (vs.SHE) | 電位 E_1^* での陰極チャージ後サンプルを105MPaH ₂ ガス中試験片と同様の温度履歴付与後に測定した場合の水素量 (wt.ppm) | 電位 E_1^* での陰極チャージ終了直後に測定した場合の水素量 (wt.ppm) |
|------|------------------------------|---|--|---|---|
| 85℃ | 0.32 | 1M NaOH +3g/L NH ₄ SCN | -1.125V | 0.31 | 0.33 |
| 室温 | 0.38 | | | 0.38 | 0.39 |
| -30℃ | 0.31 | 1M NaOH +3g/L NH ₄ SCN +45% DMSO | -1.275V | 0.30 | 0.44 |

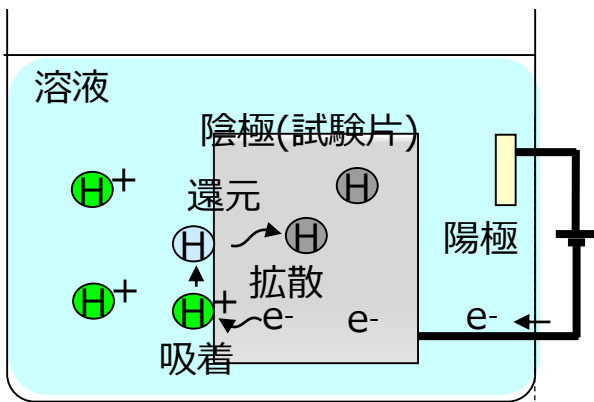


図 陰極チャージ法模式図

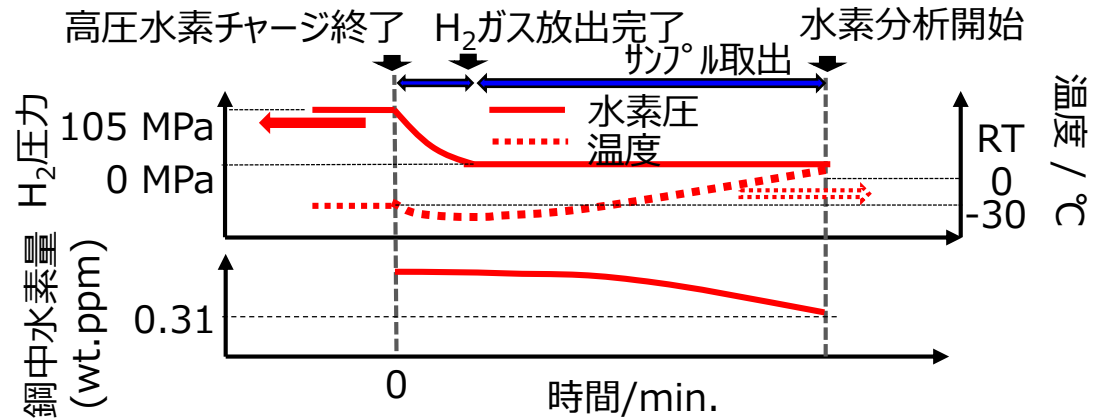


図 -30℃ 105MPa水素ガス中チャージにおいてサンプルが経る水素圧および温度履歴とサンプル中の水素量変化イメージ

陰極チャージ法で、高圧水素ガス中と同等の水素チャージ可能。
 水素チャージから分析までの温度履歴を一致させる必要あり。

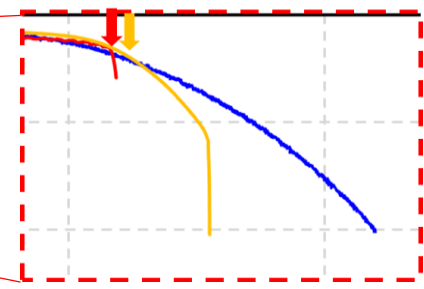
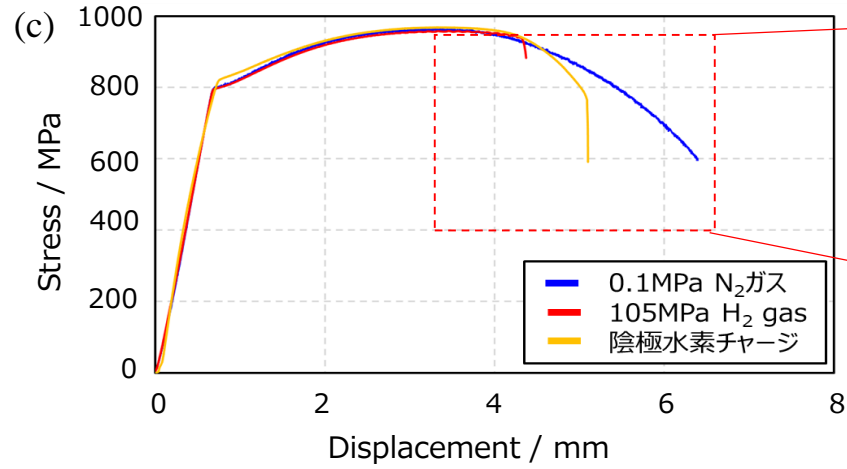
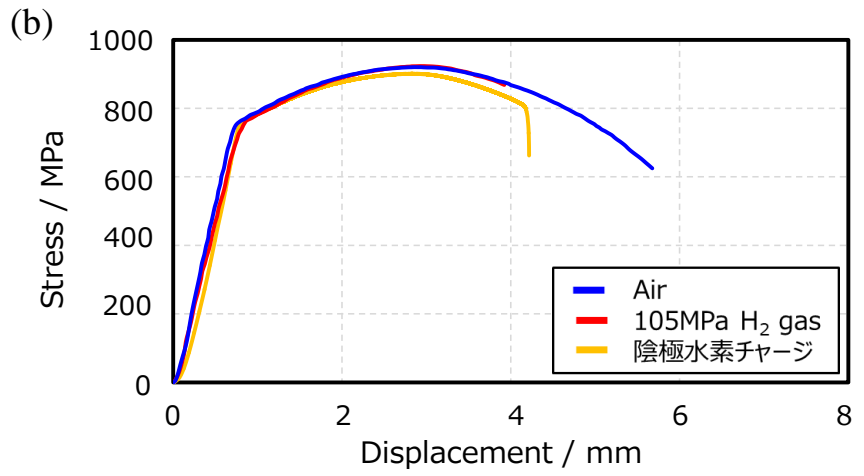
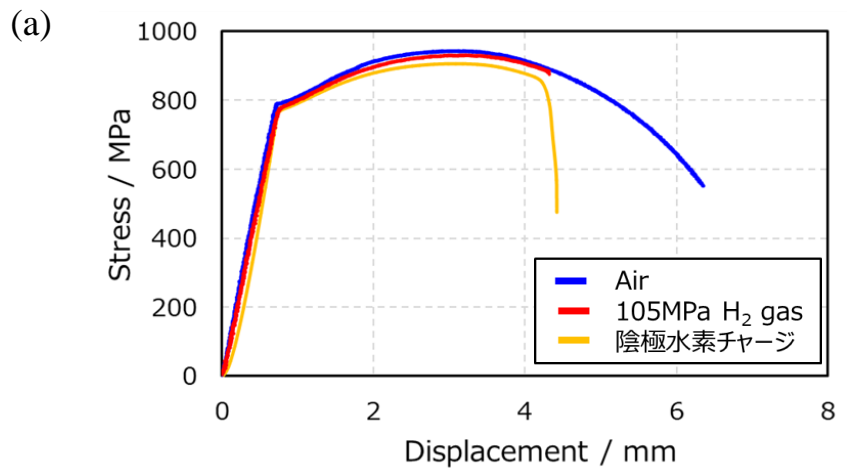


図 陰極チャージSSRTで得られた応力-変位曲線と大気中および高圧水素ガス中で得られた結果の比較 (a) 室温, (b) 85°C, (c) -30°C

陰極チャージSSRTの応力-変位曲線は、き裂発生していない最高荷重点まで、高圧H₂ガス中SSRTと同等。この結果から、水素インフラへの低合金鋼適用可否判断が陰極チャージ法でも可能と判断。

表 蓄圧器に低合金鋼を適用するために必要な高圧水素ガス中の特性例

| 試験 | 高圧水素ガス中の必要特性 |
|------|--|
| SSRT | 設計圧力以上の試験圧力で水素ガス中SSRTを実施し、荷重-変位曲線が不活性ガス環境の最高荷重点を超過すること |
| 疲労試験 | 水素ガス中の疲労限が大気中（不活性雰囲気中）に比較し低下しないこと |

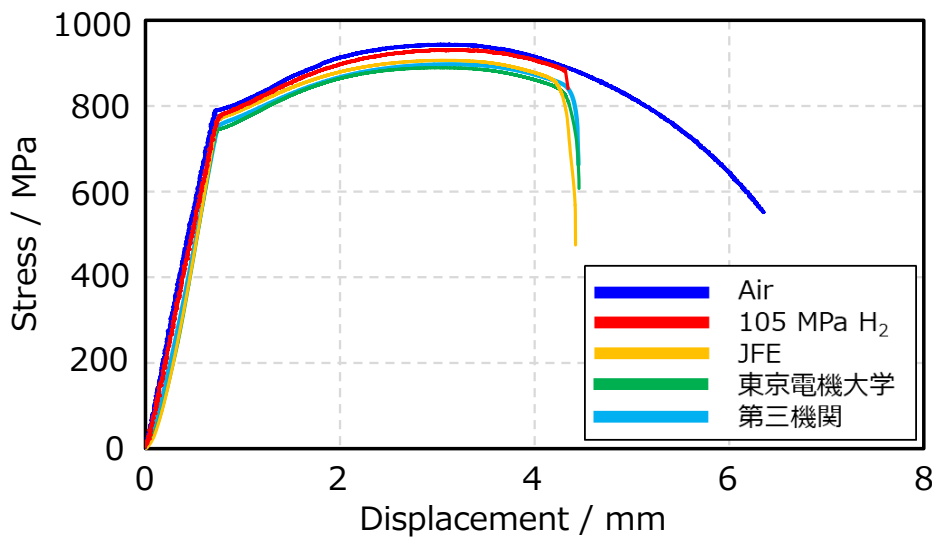


図 室温陰極チャージSSRT試験のラウンドロビントテスト結果

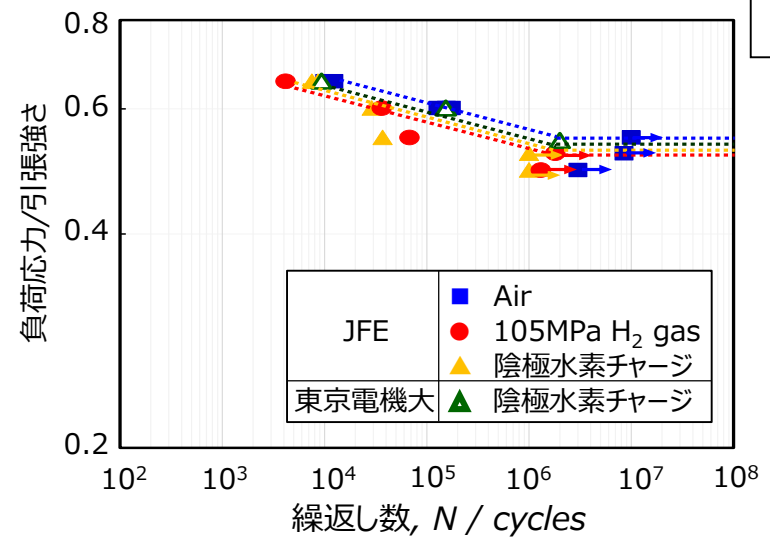


図 室温陰極チャージ疲労試験のラウンドロビントテスト結果

陰極チャージSSRT試験、陰極チャージ疲労試験とも、複数機関で同等の結果が得られた。

【規準化案概要】

- ・位置づけ : 高圧水素ガス中の低合金鋼の使用可否の1次スクリーニングを行う。
理由 : 陰極チャージ法は高圧水素インフラ材料の適用可否判断が可能であると判断できる結果が得られたが、まだ議論が不足していると考えられるため。
- ・スクリーニング基準 : 陰極チャージSSRTの応力-変位曲線が不活性ガス中の最高荷重点を超過する。
: 陰極チャージ疲労試験の疲労限が大気中（不活性雰囲気中）に比較し低下しない。

・規準化案

SSRT、疲労試験条件は既存の試験規格で実施。例えば、SSRTはASTM G142、疲労試験はASTM E466。

試験片に指定の水素チャージ方法で水素チャージしながら、目的に該当する試験を実施する。

a : 対象 低合金鋼。例えば、SCM435、SNM439

b : 水素チャージ方法

b-1 水素チャージ条件 下記の定電位条件とする。

- ・5℃以上 1M NaOH + 3g/L NH₄SCN溶液中で -1.125V (vs.SHE)

- ・5℃未満 1M NaOH + 3g/L NH₄SCN + 45%DMSO溶液中で、 -1.275V (vs.SHE)

b-2 試験片の水素チャージ領域は、幅10mm以上とする。それ以外はシールすることが好ましい。