

# SUS316L加工硬化材の 疲労強度に及ぼす 水素の影響と向上法の検討

久保田 祐信  
近藤 良之

九州大学大学院 工学研究院 機械工学部門

# 背景

水素利用機器の疲労強度評価にあたり、  
高圧水素ガスに長期間触れた材料を模擬することが必要

- ・水素を材料中に加速的に侵入させた水素チャージ材料の作製
- ・実環境を考慮した高圧水素ガスによる水素チャージ
- ・水素特区・大臣特認を利用した迅速な研究開発

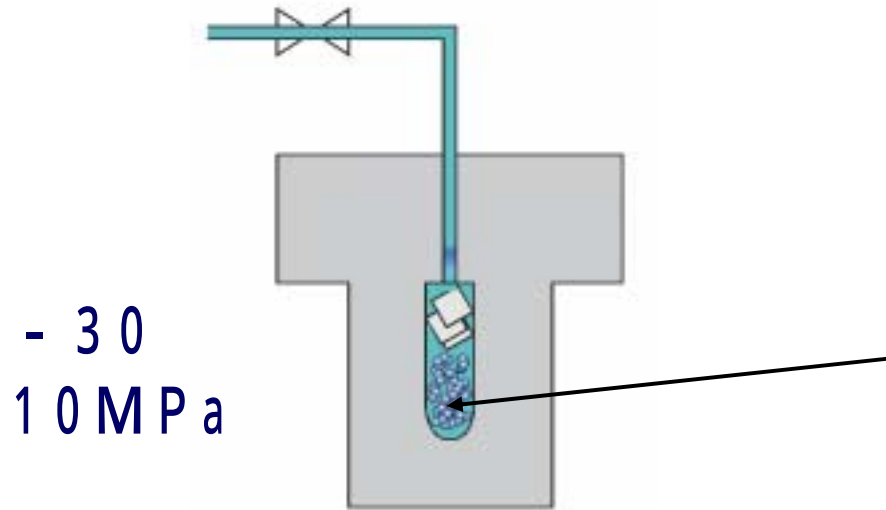
水素吸蔵合金を利用した高圧力の発生

100MPa ( 1000気圧 )

# 1 . 高压水素ガス暴露試験装置開発

# 高圧力の発生原理

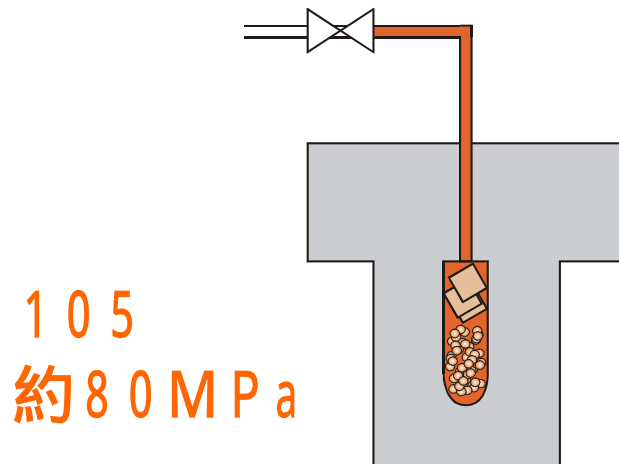
## 1. 水素吸蔵合金に水素を吸蔵させる



水素吸蔵合金 (TiZrCrFe系)



## 2. 水素吸蔵合金から水素を放出させる



仕様

100 MPa

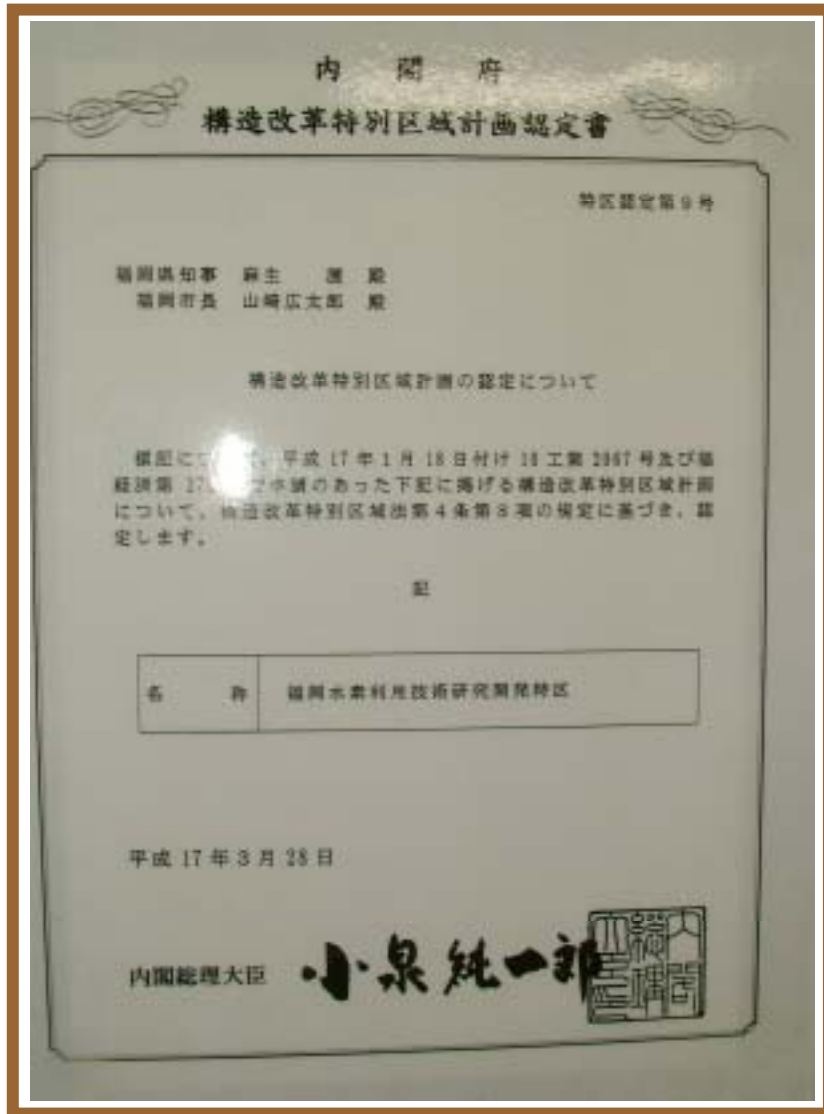
実用水素自動車 35 MPa  
水素自動車開発目標 70 MPa  
水素ガスボンベ 15 MPa

400 cc

部品の評価が可能

# 背景（つづき）

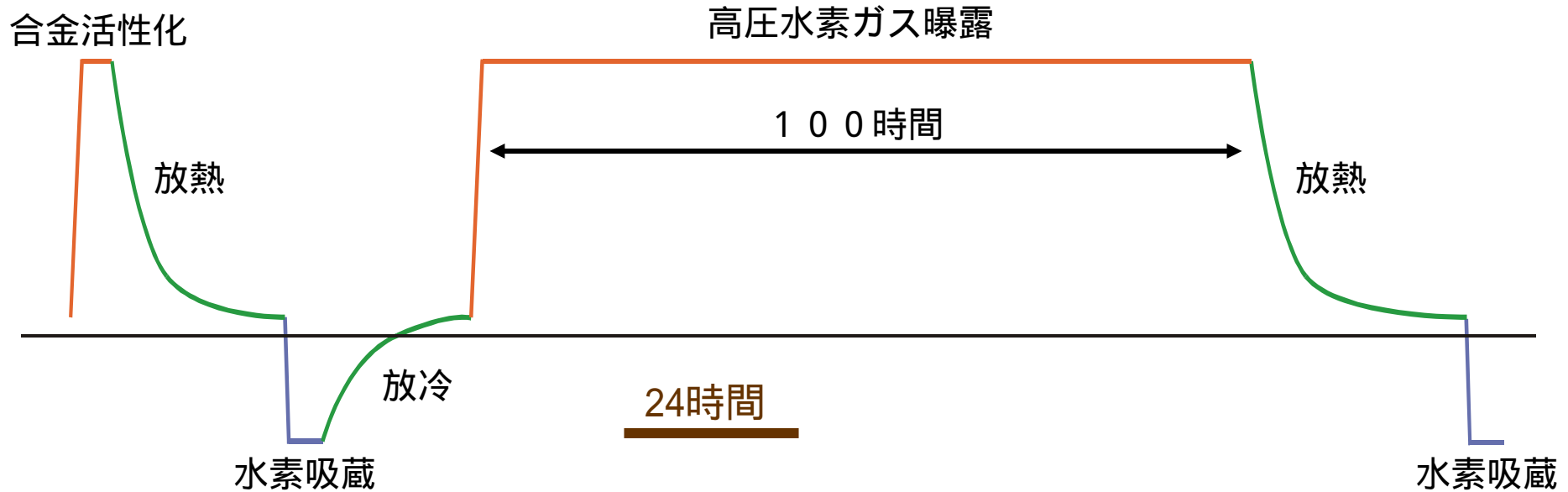
## 水素特区認定書



## 特定設備の適用



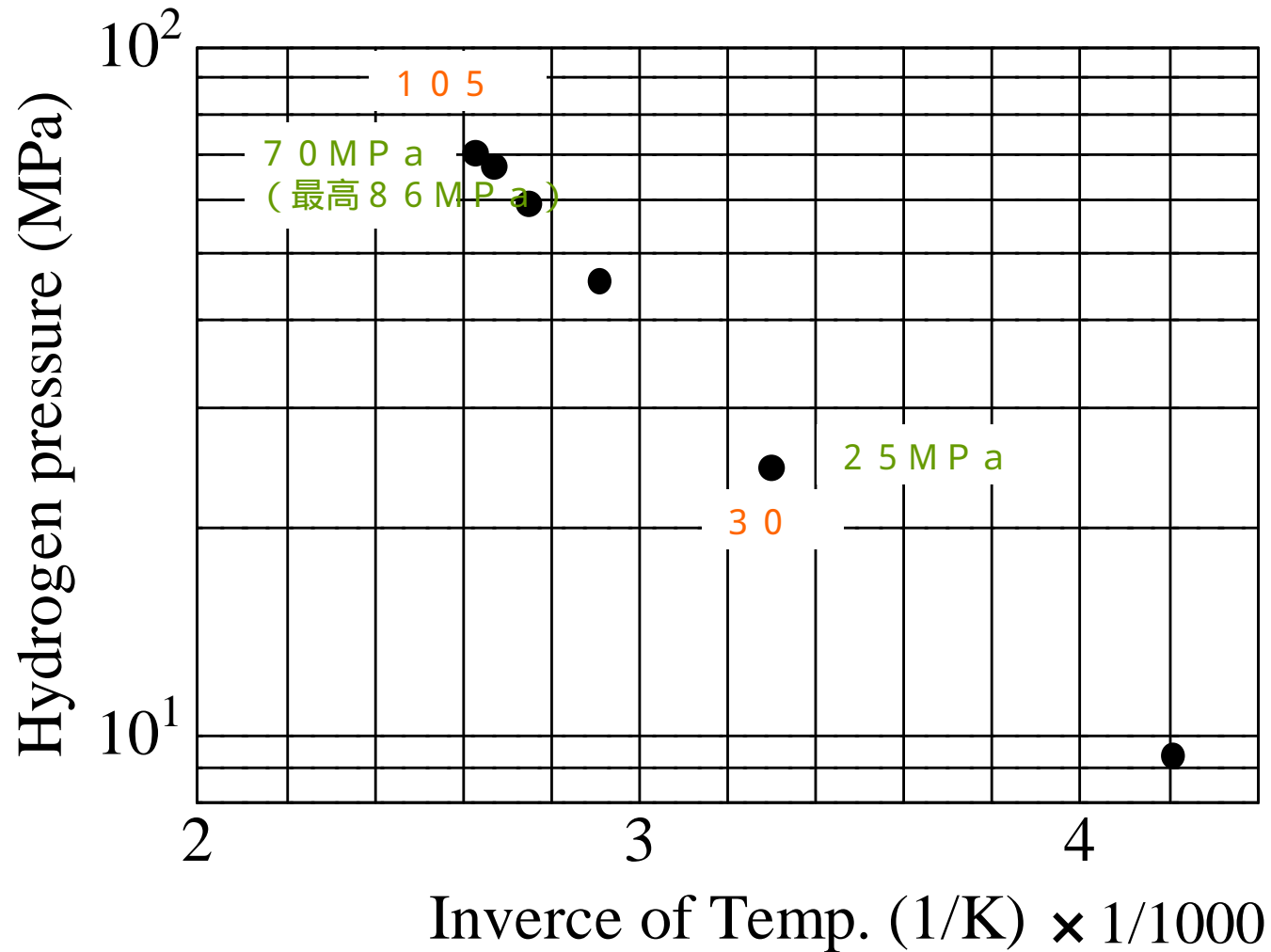
# 高压水素ガス曝露実験プロセス



1 サイクル

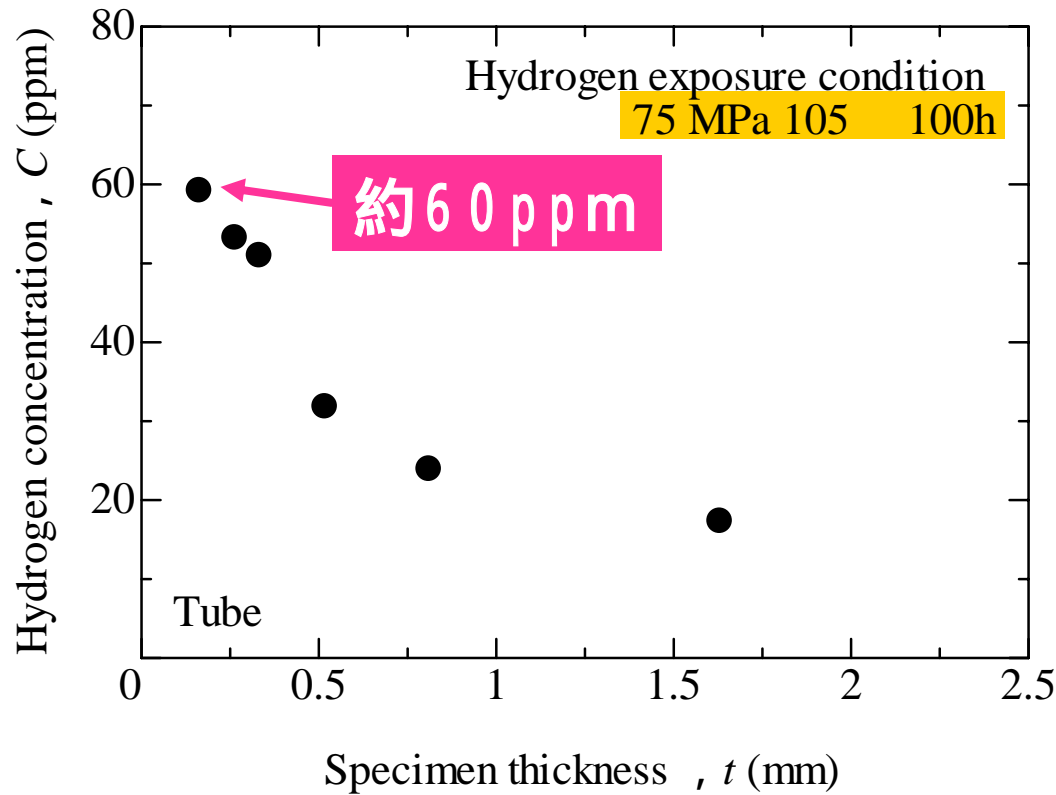
最短全 8 日 ( 曝露 100 時間のとき )  
通常 14 ~ 16 日

# 温度と圧力の関係



# チャージ水素量

## 素材の水素量 (板厚平均濃度)



$t = 0.164, 0.264, 0.333,$   
 $0.518, 0.811, 1.631$  mm

**高い表面水素濃度**



# 装置の概要

## 高圧水素ガス容器

- ・内容積400cc  
直径42mm
- ・ステンレス鋼製  
肉厚100mm  
重量300kg



冷却・加熱槽

# 曝露装置外觀



制御装置



液体窒素供給装置

常時換気装置



# 高圧水素ガス曝露装置開発のまとめ

- ・ 100 MPa級の高圧水素ガス中で 部品・試験片を曝露試験できる装置を開発した。
- ・ 曝露実験により得られた水素チャージ量は満足できる高い値であった。
- ・ 小口径配管材の水素曝露 疲労試験, その他の試験において役割を果たした。
- ・ 装置は水素研究のインフラとして今後も活用できる。

## 2 . 水素侵入状態での疲労強度に 及ぼす実機製造に関わる 影響因子データ取得と 設計法確立

# 小型試験片による水素の影響評価

**配管材料**

**硬化させたステンレス鋼 SUS316L**

類似の材料を用いて、  
通常実験室で行われるような実験を行い、  
水素の影響を調査

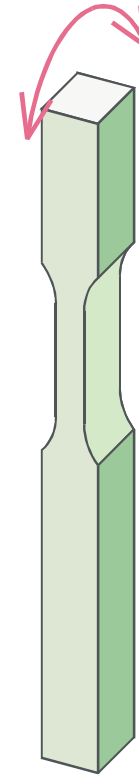
**実験に使用した材料**

SUS316L

単軸引張により40%の塑性ひずみを与えて硬化

硬化前 HV200

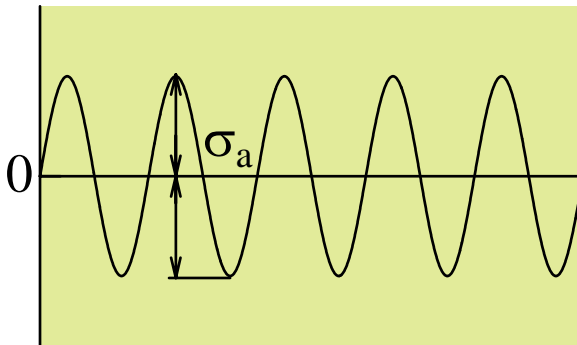
硬化後 HV290



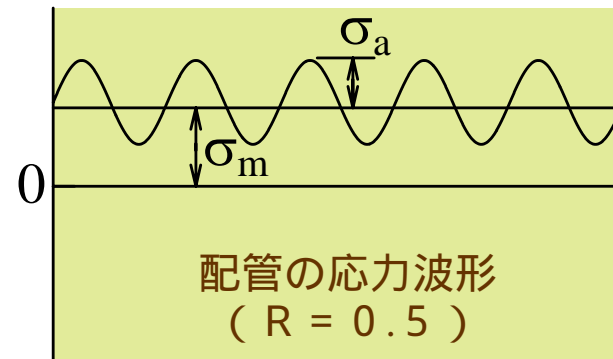
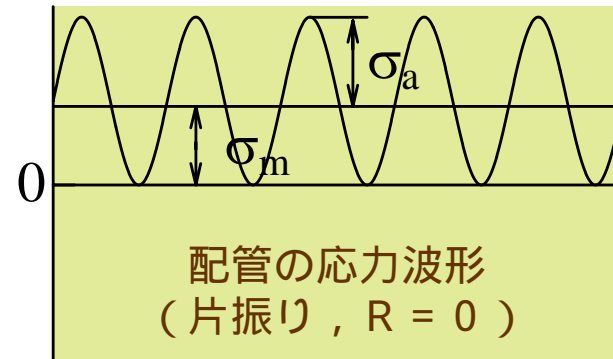
# 研究の目的

## 着目点

- ・ SUS316L 硬化材の疲労強度に水素の影響があるかどうか
- ・ 微小欠陥の有無 / 形状は影響するかどうか
- ・ 応力状態の影響はどうか

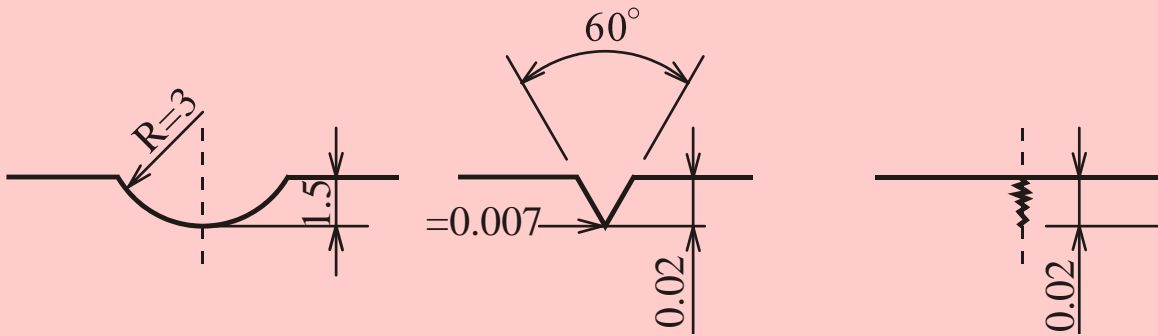


通常行われる疲労試験  
(両振り,  $R = -1$ )



# 微小欠陥の付与

3種類の微小欠陥を導入した試験片を作製

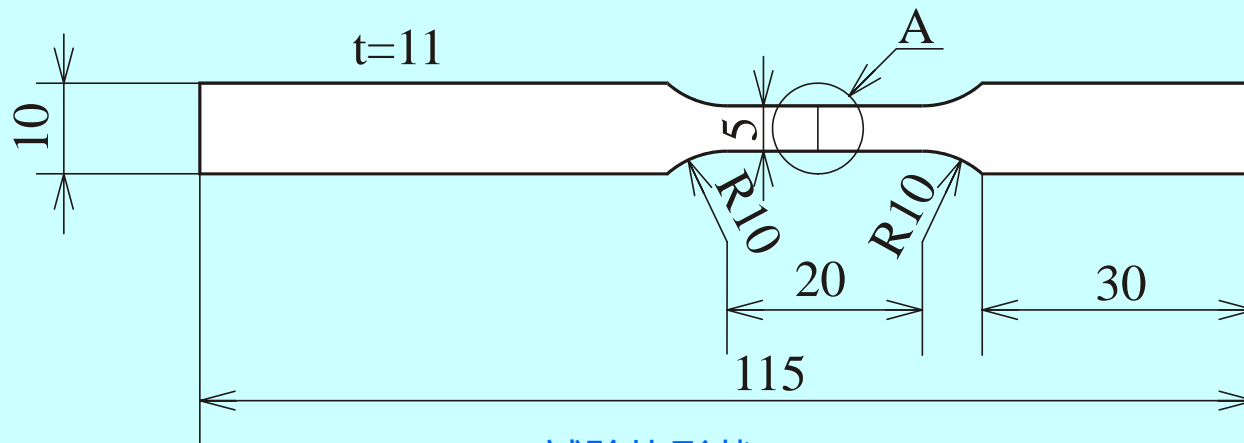


ゆるい切込み

微小切欠き

微小き裂

(欠陥無し)



試験片形状

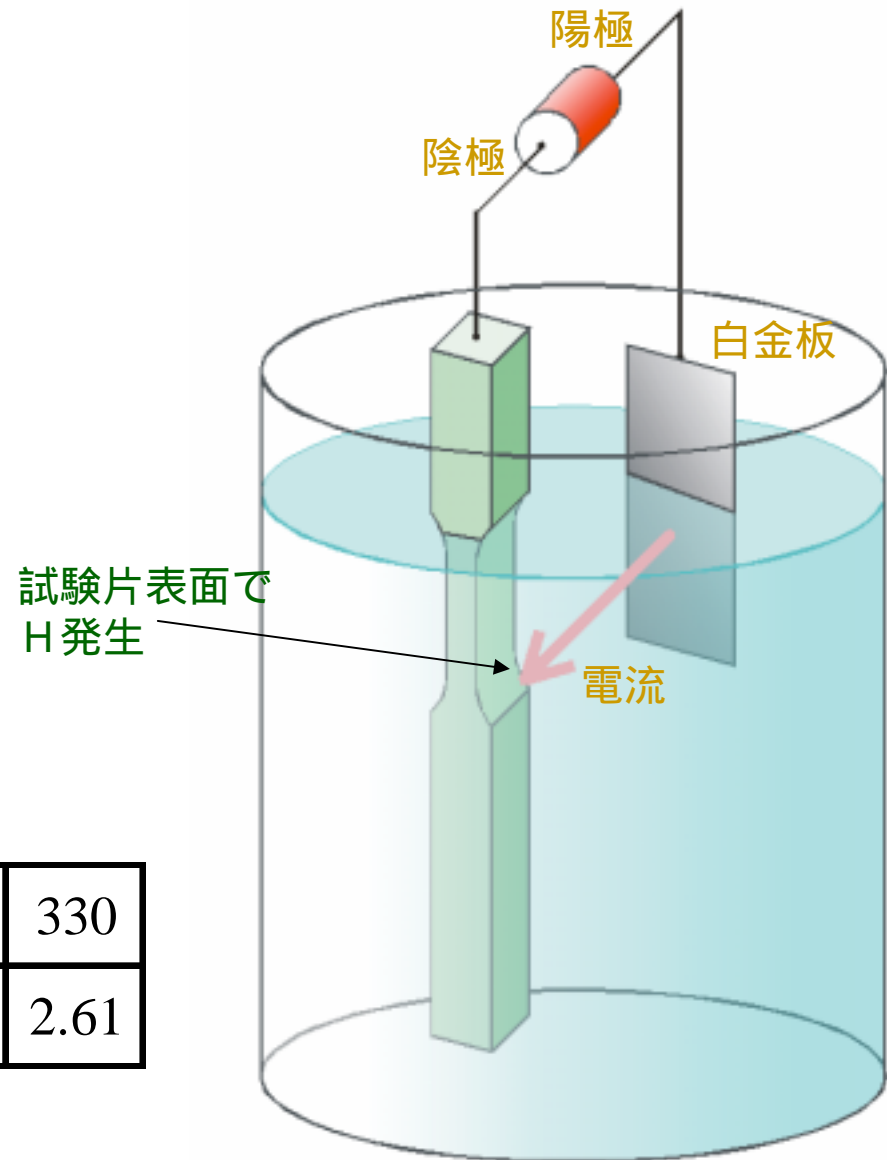
# 水素チャージ

## カソードチャージ法

- 電解液 pH=2.0の希硫酸
- 電流密度 50A/m<sup>2</sup>
- 溶液温度 20
- チャージ時間 330時間

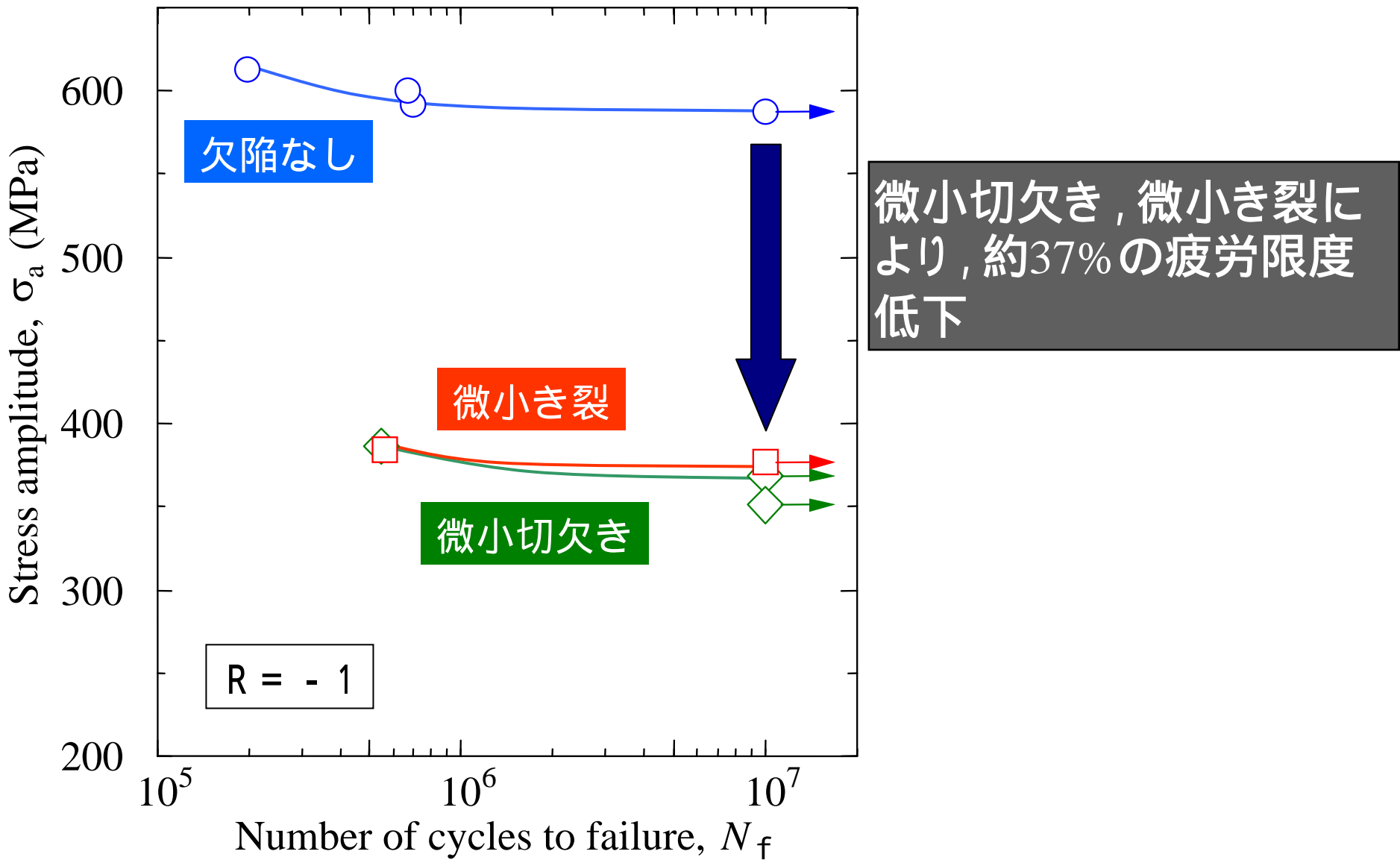
## 水素板厚平均濃度

|                          |      |      |
|--------------------------|------|------|
| Charge time (hour)       | 0    | 330  |
| Hydrogen condition (ppm) | 1.98 | 2.61 |

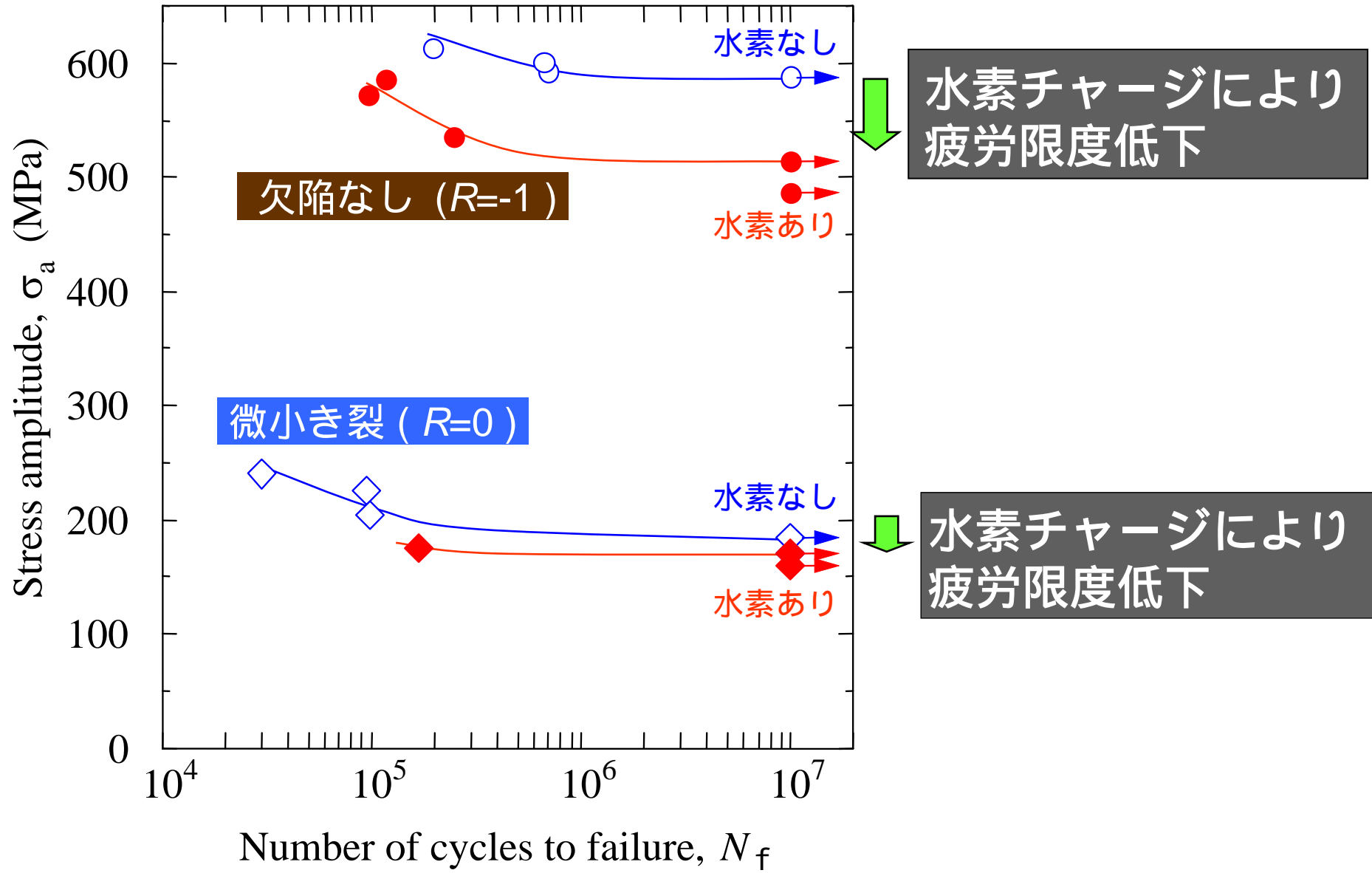




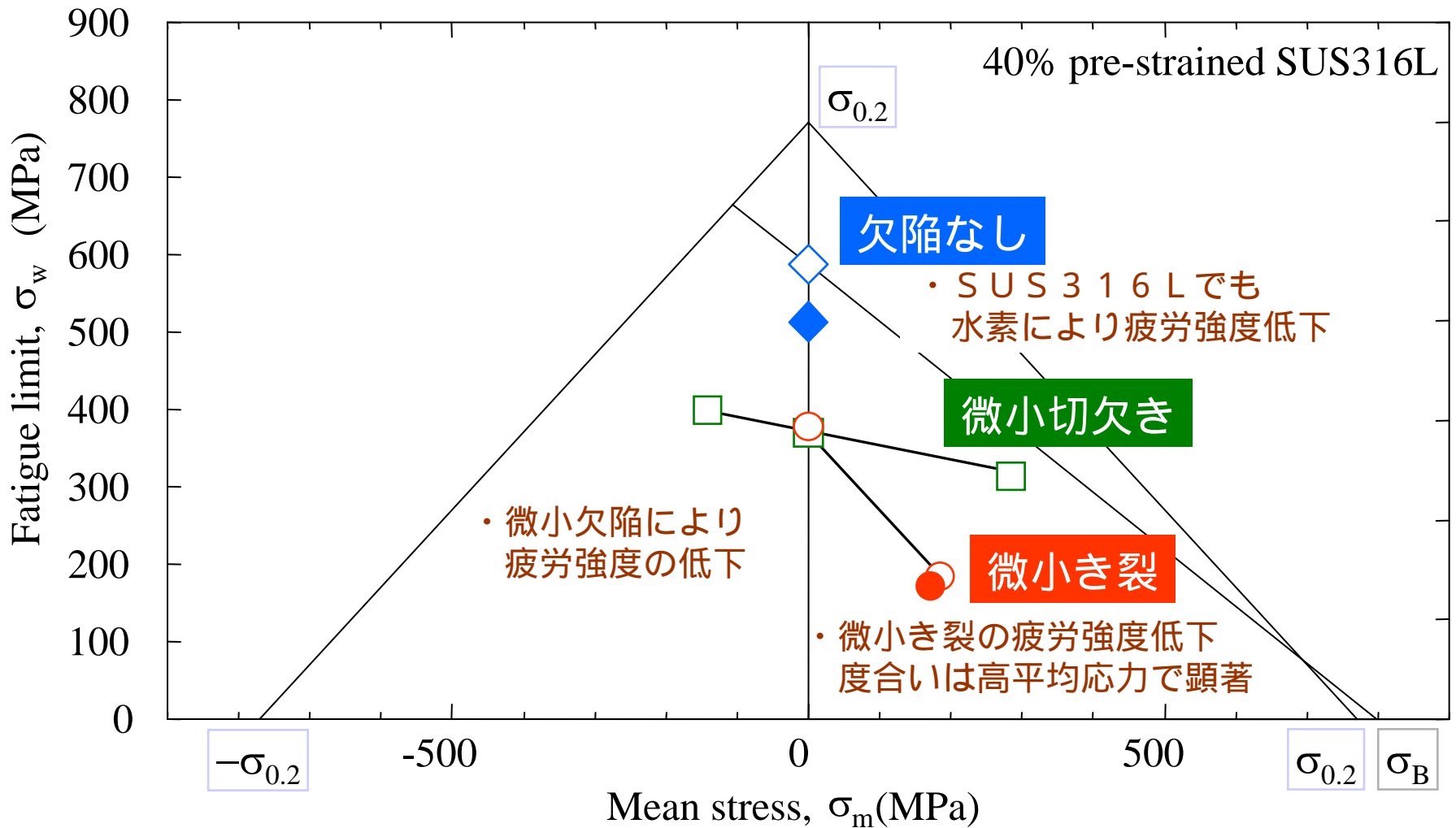
# 微小欠陥の種別の影響



# 水素チャージの影響



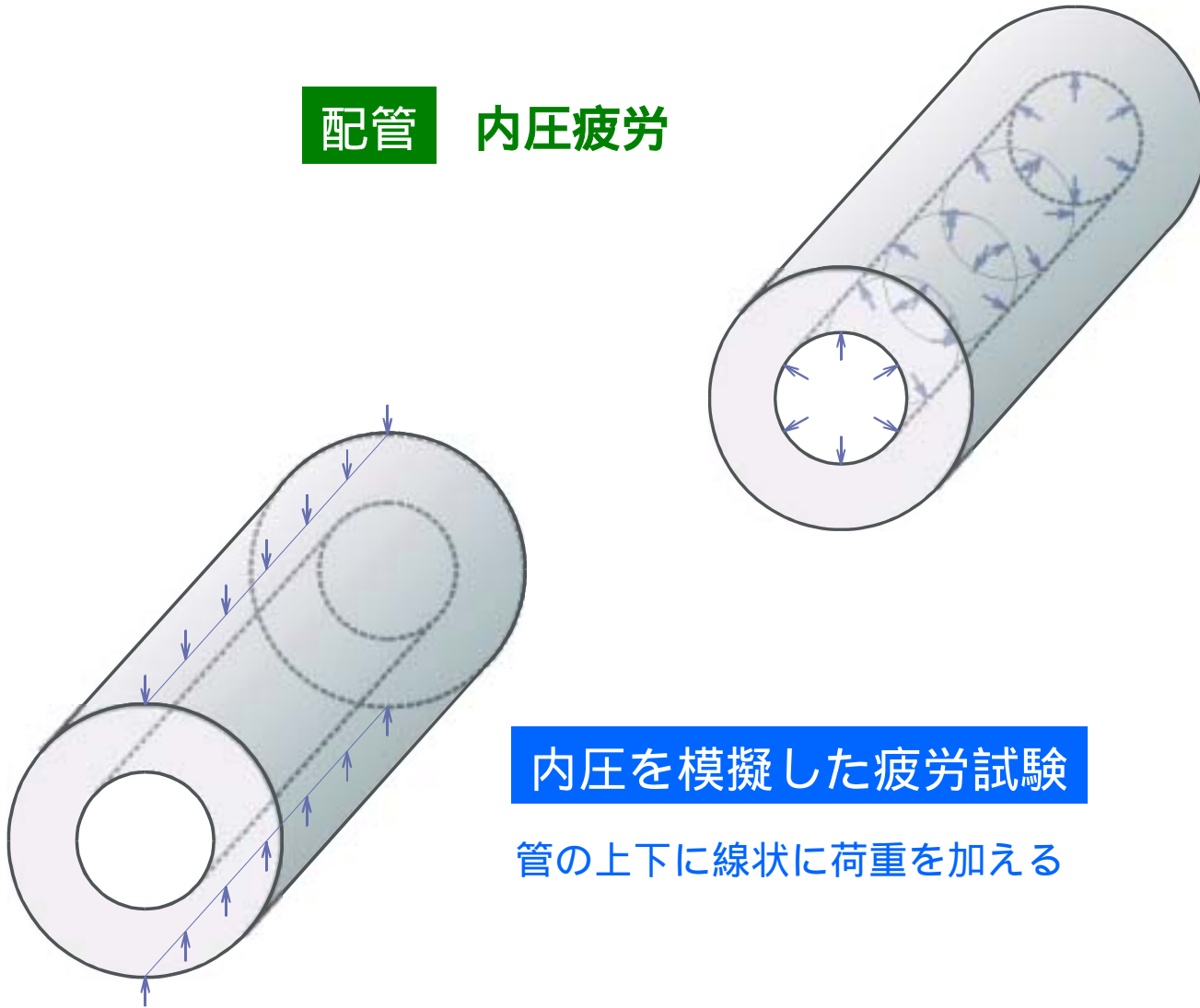
# 疲労限度線図（まとめ）



### 3 . 試作部品の製作と水素曝露・疲労試験

# 管材の疲労試験

配管 内圧疲労



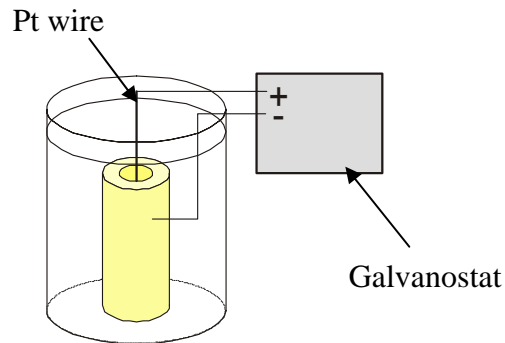
内圧を模擬した疲労試験

管の上下に線状に荷重を加える

# 水素チャージ条件

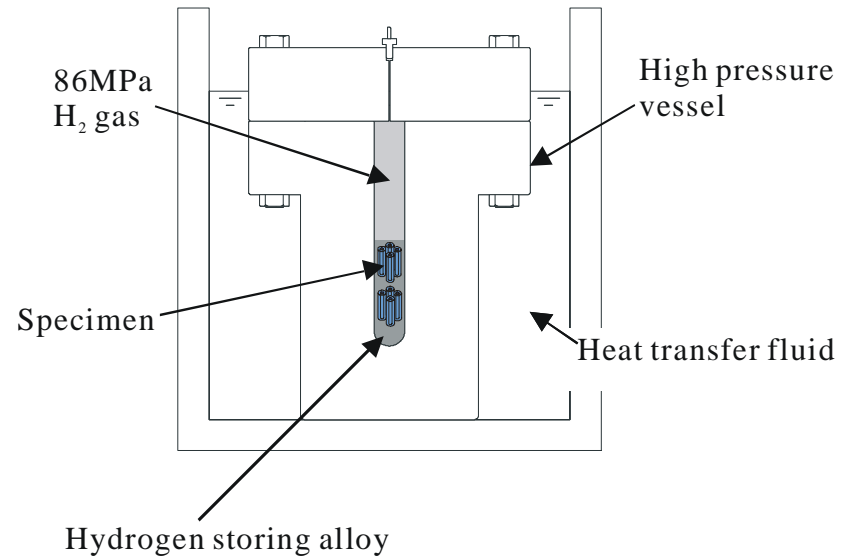
## カソード法

|        |                      |
|--------|----------------------|
| 陰極     | 試験片                  |
| 陽極     | 白金線                  |
| 電解液    | 希硫酸 pH 2.0           |
| 電流密度   | 763 A/m <sup>2</sup> |
| チャージ時間 | 100 h                |
| 温度     | 室温(円管)・66 (偏平管)      |



## 高圧水素ガス曝露法

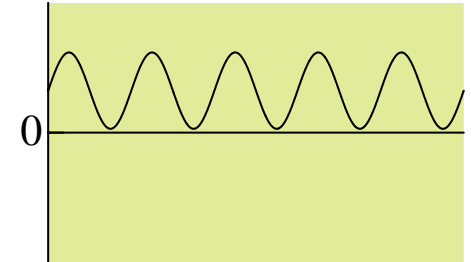
|      |             |
|------|-------------|
| 水素圧力 | 70 ~ 86 MPa |
| 温度   | 105         |
| 曝露時間 | 100 h       |



表面水素濃度: 60ppm

# 試験条件

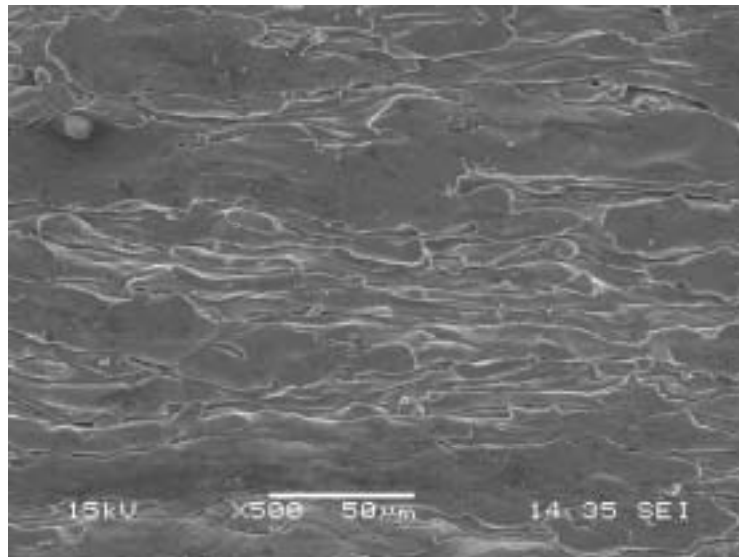
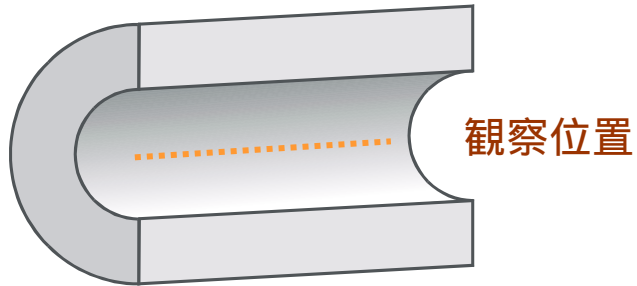
|        |                              |
|--------|------------------------------|
| 管の種類   | 円管                           |
| 荷重条件   | $P_{\min} / P_{\max} = 0.05$ |
| 周波数    | 19.7 Hz (1180 rpm)           |
| 環境     | 室温・大気中                       |
| 水素チャージ | カソードチャージ・曝露チャージ・なし           |



偏心カム式内圧模擬疲労試験装置

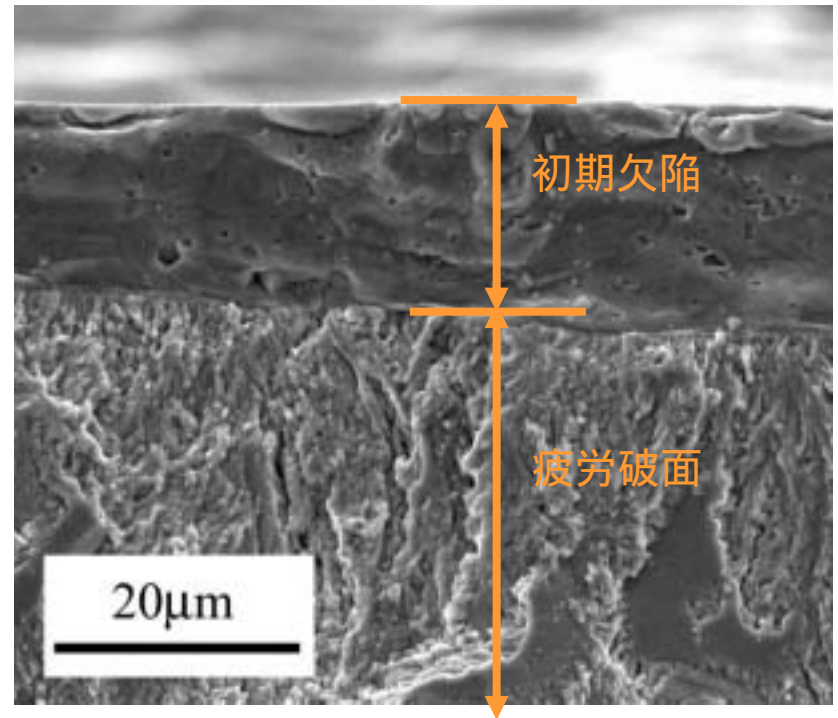
# 破壊起点の観察

## 円管の内面



配管内面に無数のしわが観察された

## 疲労破面

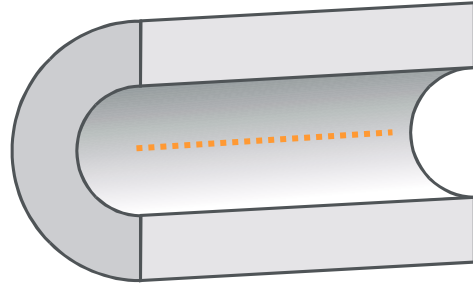


“しわ”がき裂起点

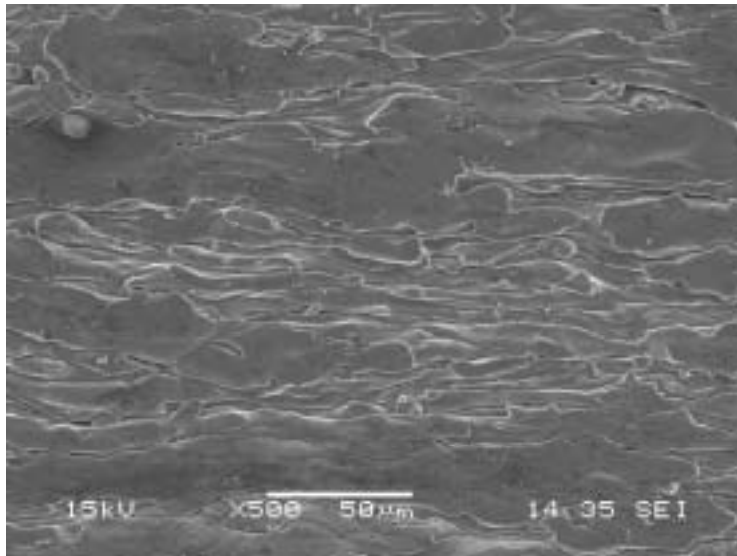


# 破壊起点の観察

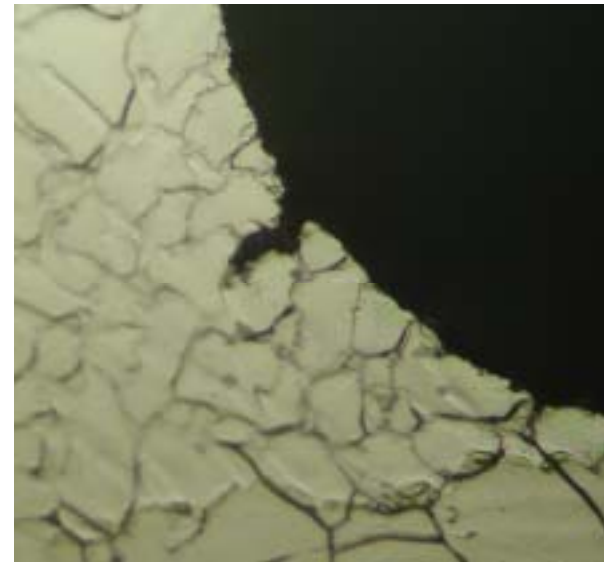
## 円管の内面



低い疲労強度の原因（初期欠陥として作用）



無数のしわが観察された



“しわ”の断面は...き裂状の欠陥

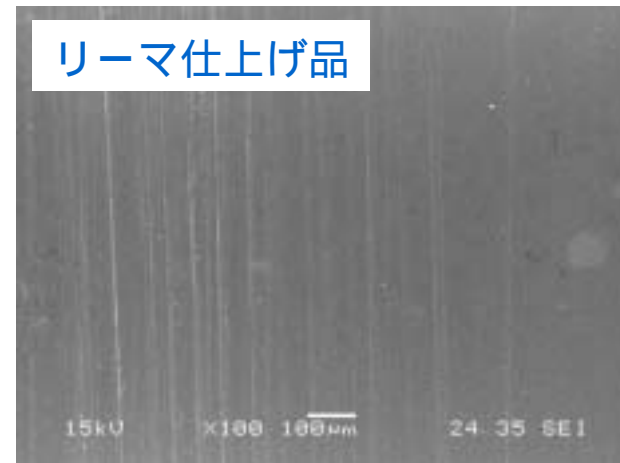
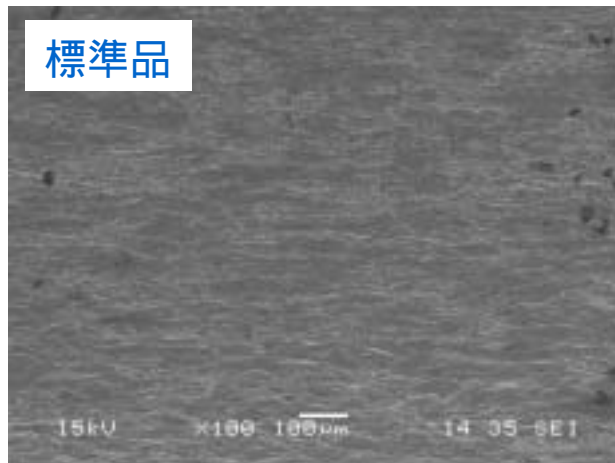
# 高強度化 / 水素影響低減の方策

素材にもともと存在する微小欠陥が疲労強度を低下させている。

↓  
き裂状

初期欠陥除去がもっとも良い方法

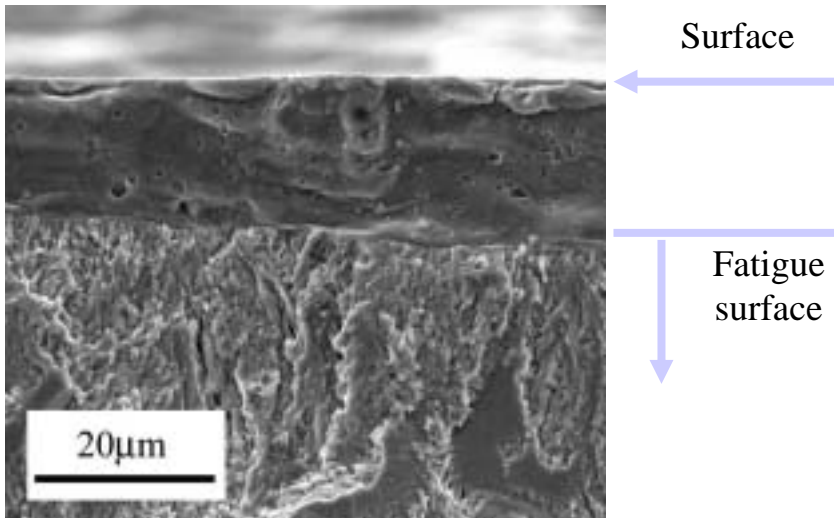
実験室的に、リーマにより内面を加工



# 内面仕上げによる疲労強度向上

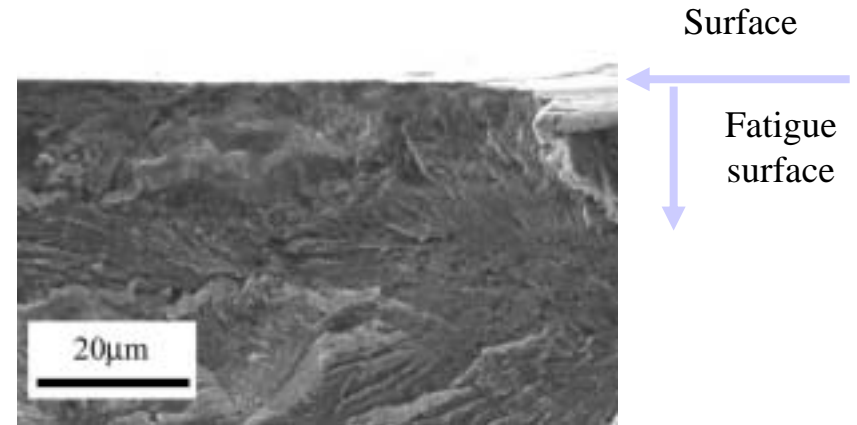
標準管

内面のしわを起点にき裂発生

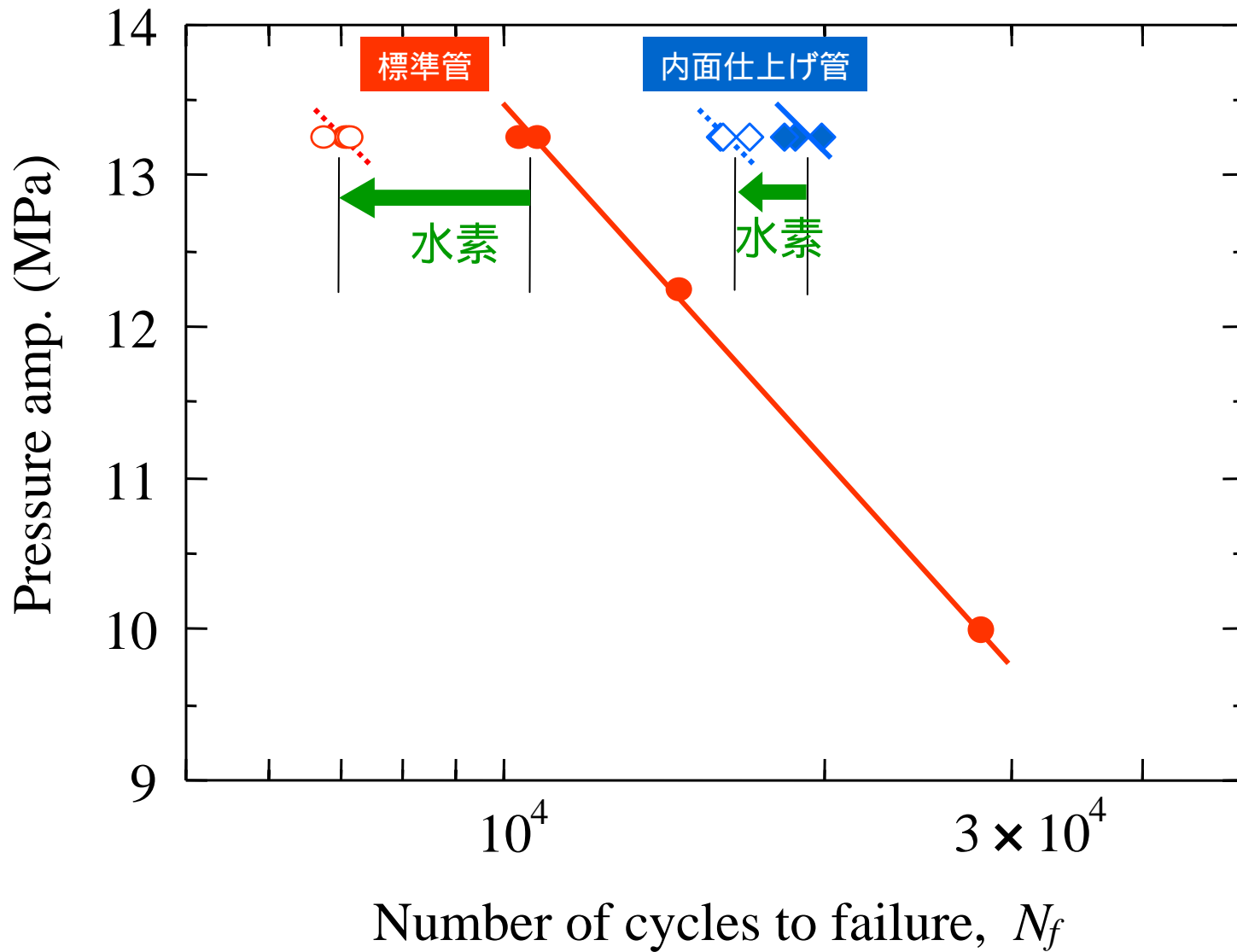


リーマ管

しわの除去により強度向上



# 小口径管の内圧疲労強度と改良の程度



# 総括

- ・ 耐水素材料として例示されているオーステナイト系ステンレス鋼SUS316Lであっても，材料中に侵入した水素は疲労強度を低下させる．

- ・ 小口径管は，内面の微小欠陥を除去することで，疲労強度向上が図られ，かつ，水素による疲労強度低下を減少させることができる．