

2015年12月21日(月)

平成27年度 福岡水素エネルギー戦略会議  
高圧水素貯蔵・輸送研究分科会  
高圧水素下における機械要素研究会

# 水素材料先端科学研究センター(HYDROGENIUS) 金属材料研究部門 最近の取組みと成果

九州大学 HYDROGENIUS  
松永久生, 山辺純一郎, 松岡三郎

# 伊都キャンパス(水素キャンパス)



# HYDROGENIUSの研究体制

合計135名 (2015.10)

135名のうち約60名大学院生

センター長



杉村丈一

技術委員会

評議委員会

分科会

日本ゴム協会水素機器用エラストマー材料研究分科会

水素構造材料データベース検討委員会

副センター長



総括  
西 孝之



研究  
高田保之



企画/管理  
牧原正記

研究企画室

知的財産等運営委員会

安全衛生推進委員会

水素利用技術開発研究事業  
(NEDO)

KHK JHFC HySUT JPEC  
JARI JAMA NIMS CERI  
佐賀大学 横浜ゴム NOK  
岩谷瓦斯 日本合成化学工業 等

外部機関との連携

金属材料  
研究部門



部門長：松岡三郎  
メンバー64名

高分子材料  
研究部門



部門長：西村伸  
メンバー23名

トライボロジー  
研究部門



部門長：杉村丈一  
メンバー27名

物性  
研究部門



部門長：高田保之  
メンバー11名

安全評価  
研究部門



部門長：牧原正記  
メンバー3名

共同研究

機器利用

学内協力組織

工学研究院機械工学部門

カーボンニュートラル・エネルギー国際研究所

システム情報科学研究所  
電気システム工学部門

水素エネルギー国際研究センター

産総研

◇創エネルギー研究部門  
水素材料グループ  
◇安全科学研究部門

# 水素利用機器で高圧水素ガスに曝される部材



H<sub>2</sub> Source



Compressor



Tribology

Bearing

Metallic Material

Pressure Gauge

Fe-Cr-Al

Reservoir (V1)

SCM435, SNCM439

SUS630  
A286

Tube, Connector

SUS316  
SUS316L  
SUS304

Pressure Transducer

Tube, Connector

SUS316  
SUS316L  
SUS304

Polymer Material

PTFE, FKM

Tube, Seal

PE

Dispenser

Epoxy resin

High Pressure Hose  
Emergency Coupler

Valve



Receptacle



Plug



FCV

Hose



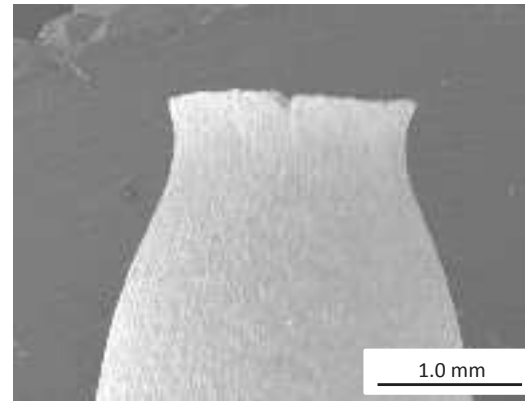
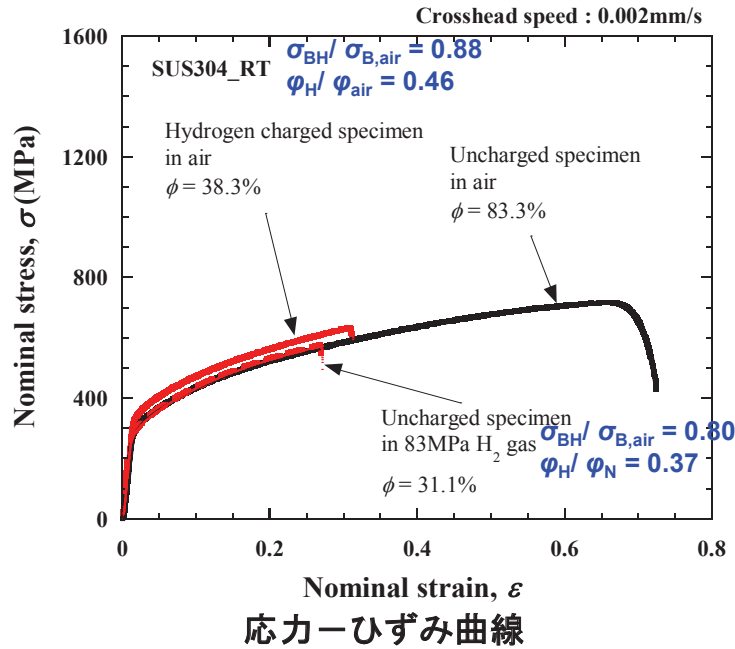
70MPa Tank (V3)

SUS316L, 6061-T6,  
6066-T6, SCM435

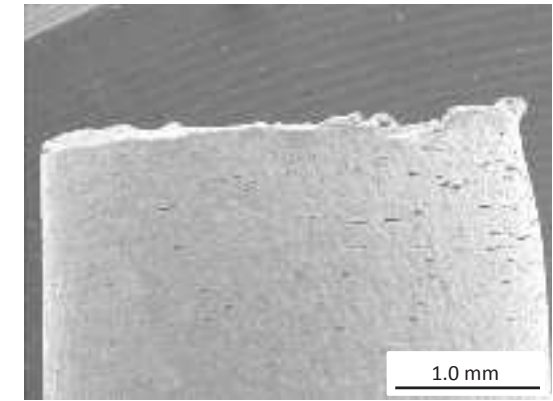
O-Ring

Thermophysical Property

# ステンレス鋼のSSRT試験結果



大気中, 絞り $\phi_{air} = 83.3\%$

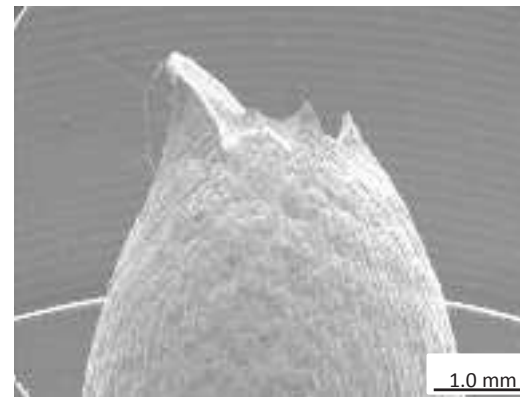
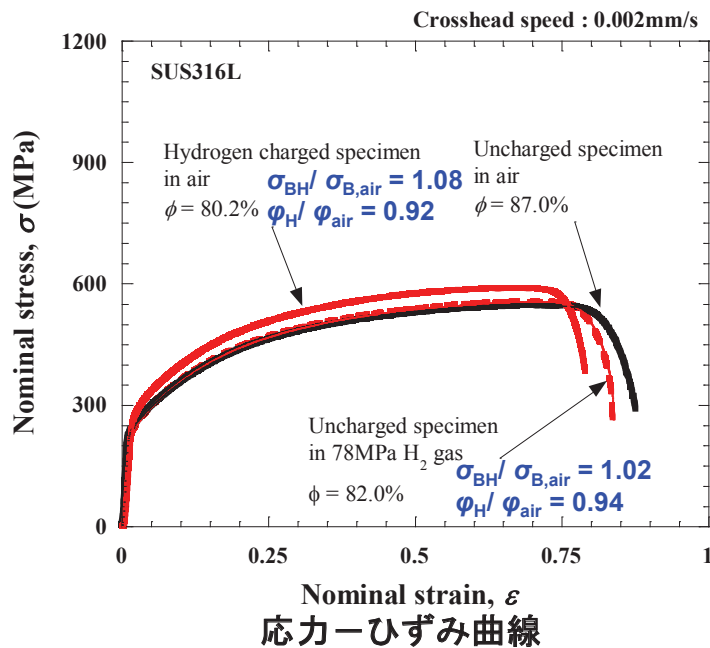


水素ガス中, 絞り $\phi_H = 38.3\%$

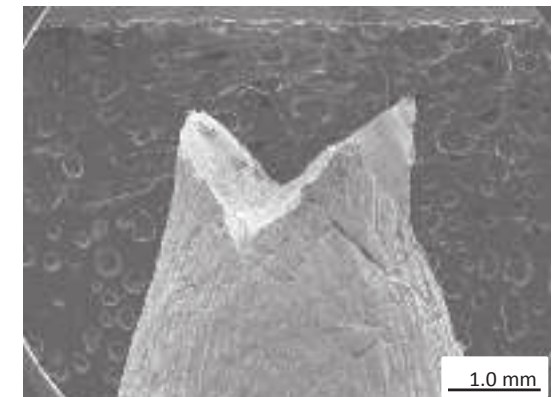
相対絞り $\phi_H/\phi_{air} = 0.46$

破壊様相(走査型電子顕微鏡写真)

室温でのSUS304 (18.16Cr-8.15Ni, mass%) のSSRT試験結果



大気中, 絞り $\phi_{air} = 87.0\%$



水素ガス中, 絞り $\phi_H = 82.0\%$

相対絞り $\phi_H/\phi_{air} = 0.94$

破壊様相(走査型電子顕微鏡写真)

室温でのSUS316L (17.64Cr-12.22Ni, mass%) のSSRT試験結果

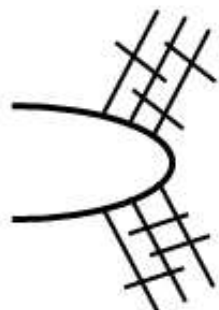
# 水素脆化 (Hydrogen Embrittlement) とは？

## Mechanics, Microstructure and Environment

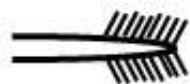
- Plasticity-induced Crack Closure
- Oxide-induced Crack Closure
- Roughness-induced Crack Closure



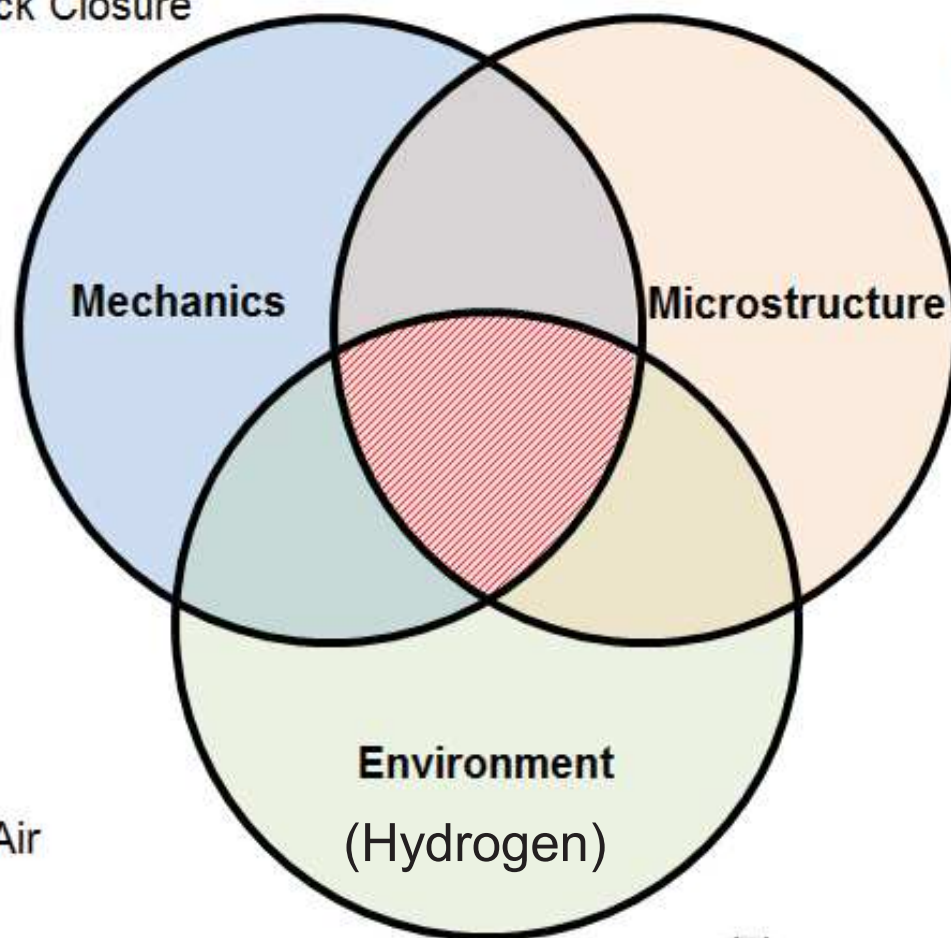
- Non-propagating Crack  
→ Fatigue Limit



Crack Tip Blunting in Air



Crack Tip in H<sub>2</sub>

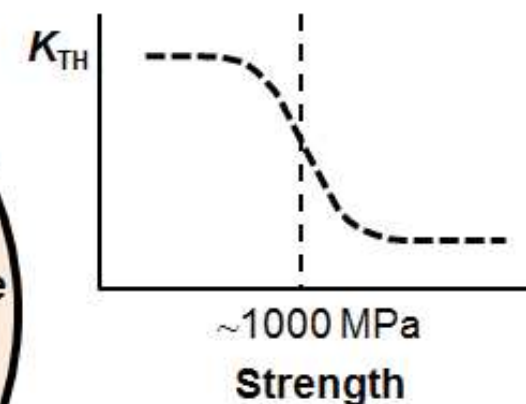


H<sub>2</sub>O, O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>  
Hydrogen  
Embrittlement

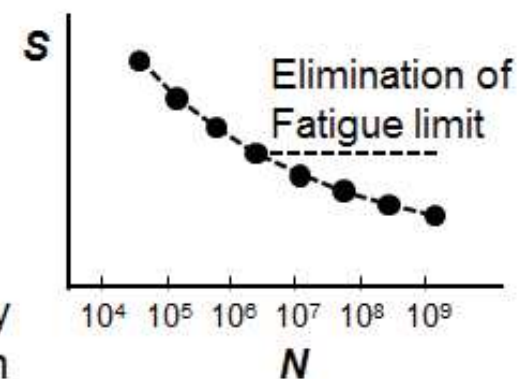


Hydrogen Trapped by  
Non-metallic Inclusion

- Hydrogen Embrittlement  
Fracture Toughness  $K_{TH}$



- Very High Cycle Fatigue
- Hydrogen Embrittlement  
Fatigue

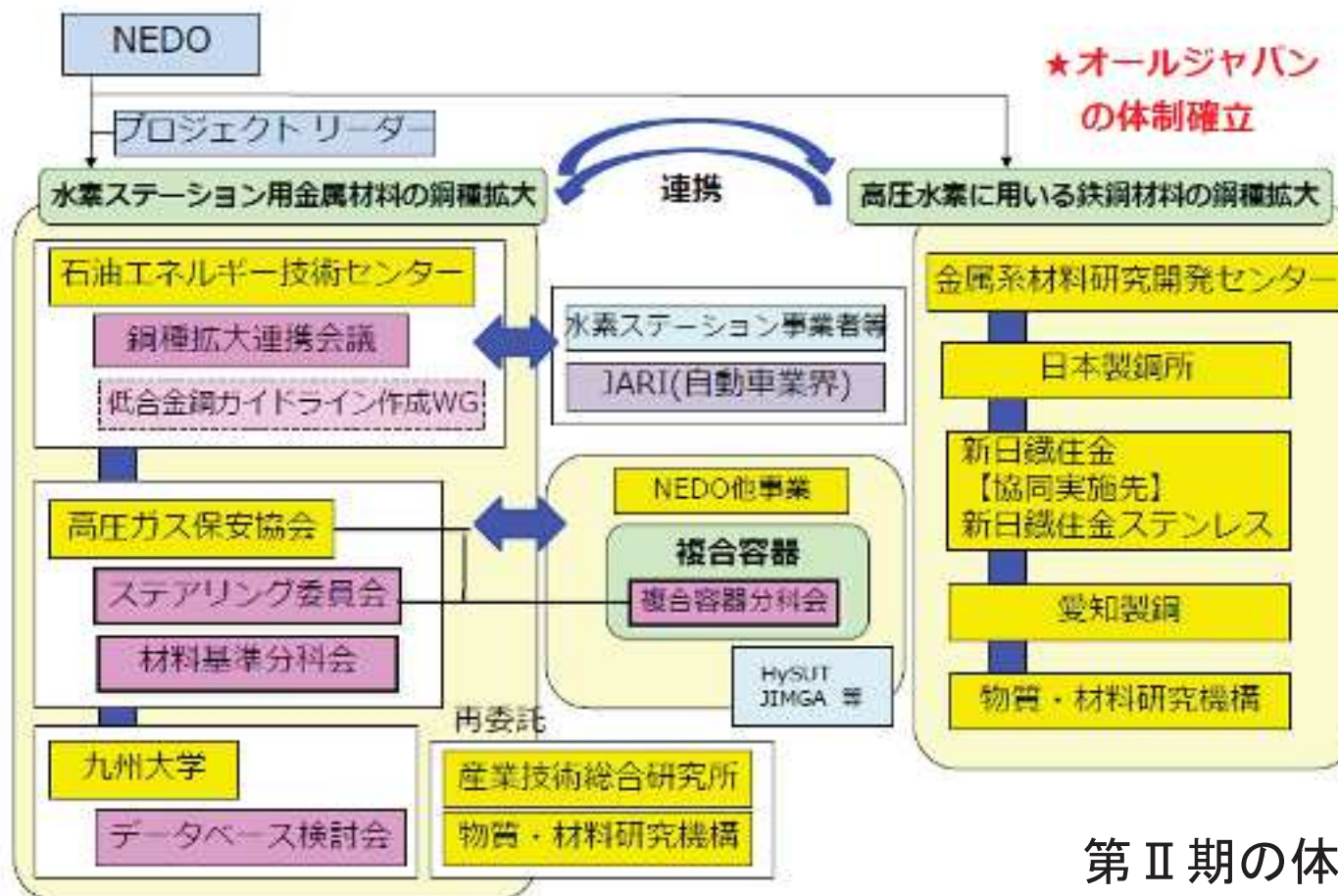


## HYDROGENIUS 第Ⅰ期(2006～2012年度)

- NEDO水素先端科学基礎研究事業(PL: 村上敬宜先生)
- 九大の単独研究

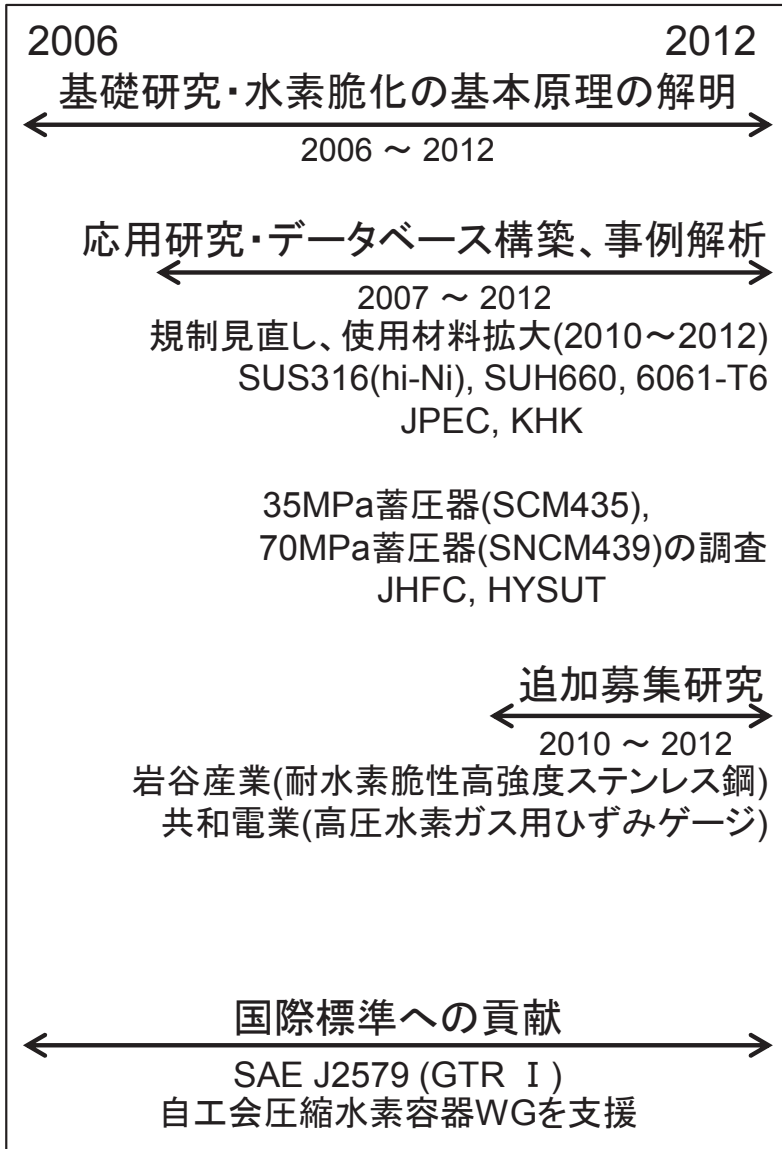
## HYDROGENIUS 第Ⅱ期(2013～2017年度)

- NEDO水素利用技術研究開発事業(PL: 尾上清明先生, 杉村丈一先生)
- JPEC, KHK, 九大の共同研究「水素ステーション用金属材料の鋼種拡大」

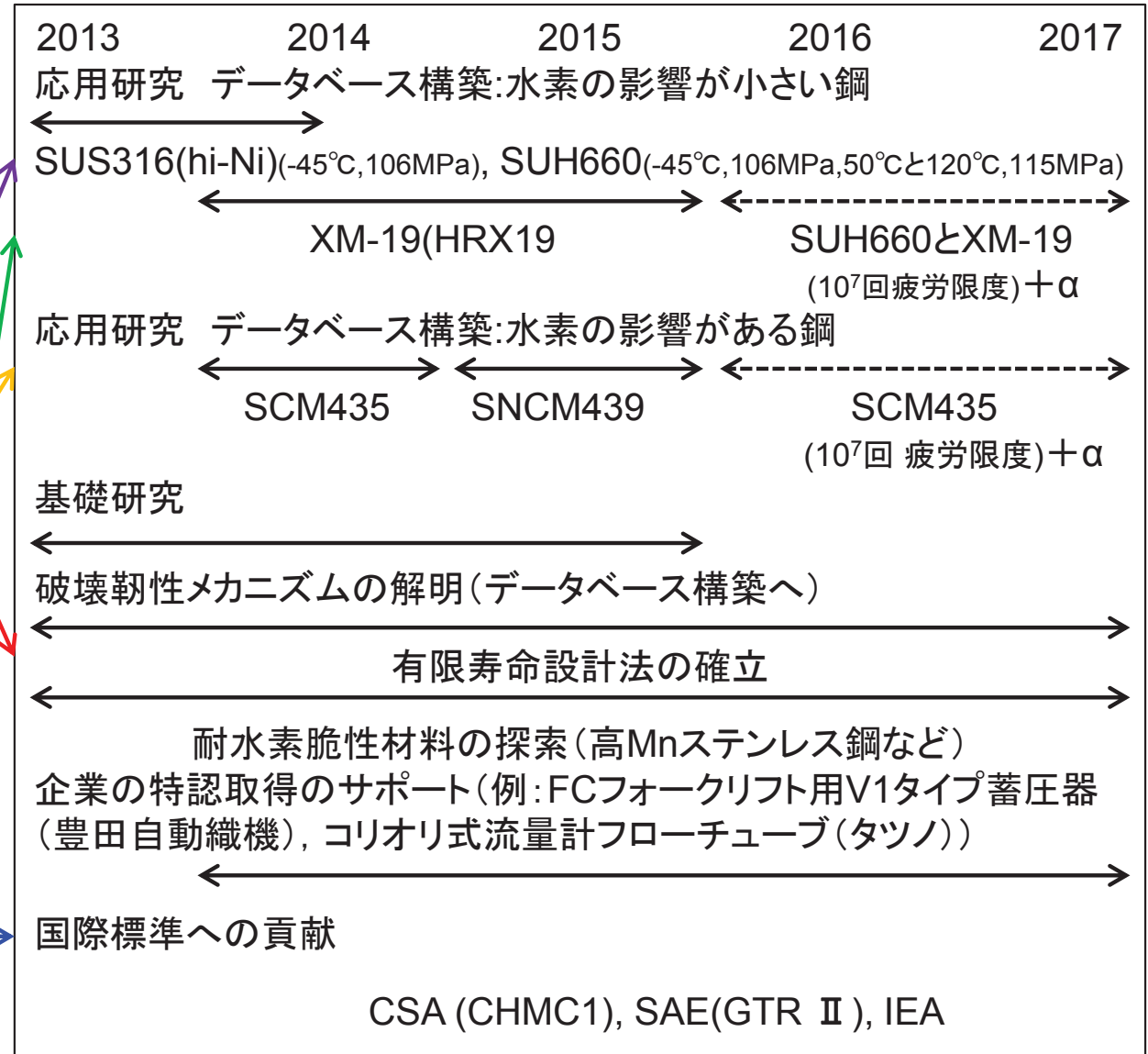


第Ⅱ期の体制図

## 水素材料先端基礎研究事業 I期(水素材料強度特性チーム)



## 鋼種拡大プロジェクト II期(金属材料部門)












**Fatigue and Fracture Division,**  
 HYDROGENIUS (Research Center for  
Hydrogen Industrial Use and Storage ),  
 Kyushu University

## 高圧水素ガス材料試験機

					
圧力	~ 120 MPa				
試験温度	-45 ~ 120 °C				

## 水素の影響がある多くの材料のデータベース構築が可能

### (試験機)

- 50~120°C, 100MPa水素ガス油圧サーボ試験機(1Hz) 1台
- 50~120°C, 120MPa水素ガス油圧サーボ試験機(1Hz) 3台
- 室温~300°C, 140MPa水素ガス油圧サーボ試験機(1Hz) 1台
- 50~300°C, 140MPa水素ガス共振疲労試験機(20Hz) 1台

### (曝露容器)

- 室温~300°C, 100MPa水素ガス曝露容器 2台
- 室温~300°C, 120MPa水素ガス曝露容器 2台

### (昇温脱離分析装置)

- TDA(室温~800°C) 2台
- TDS(室温~1000°C) 2台

300°C, 140MPa水素ガス  
油圧サーボ試験機  
(H26年度末導入)



圧縮機出口温度200~300°C  
でのデータ取得が可能

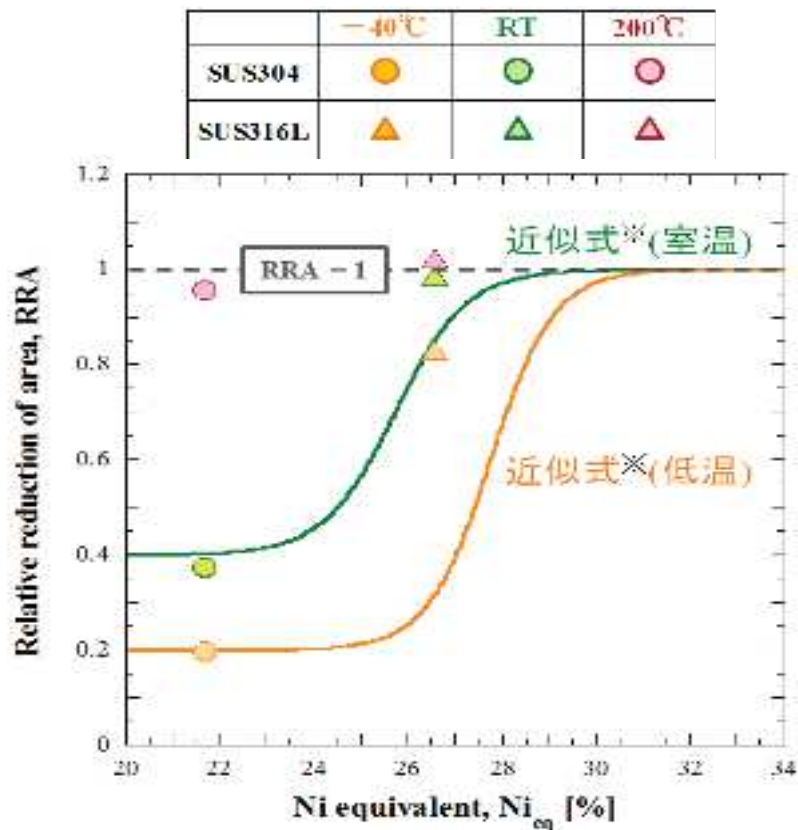


300°C, 140MPa水素ガス  
共振疲労試験機  
(H26年度末導入)

6日で疲労限度取得  
( $10^7$  cycles)が可能

# 新規に導入した試験機による試験結果

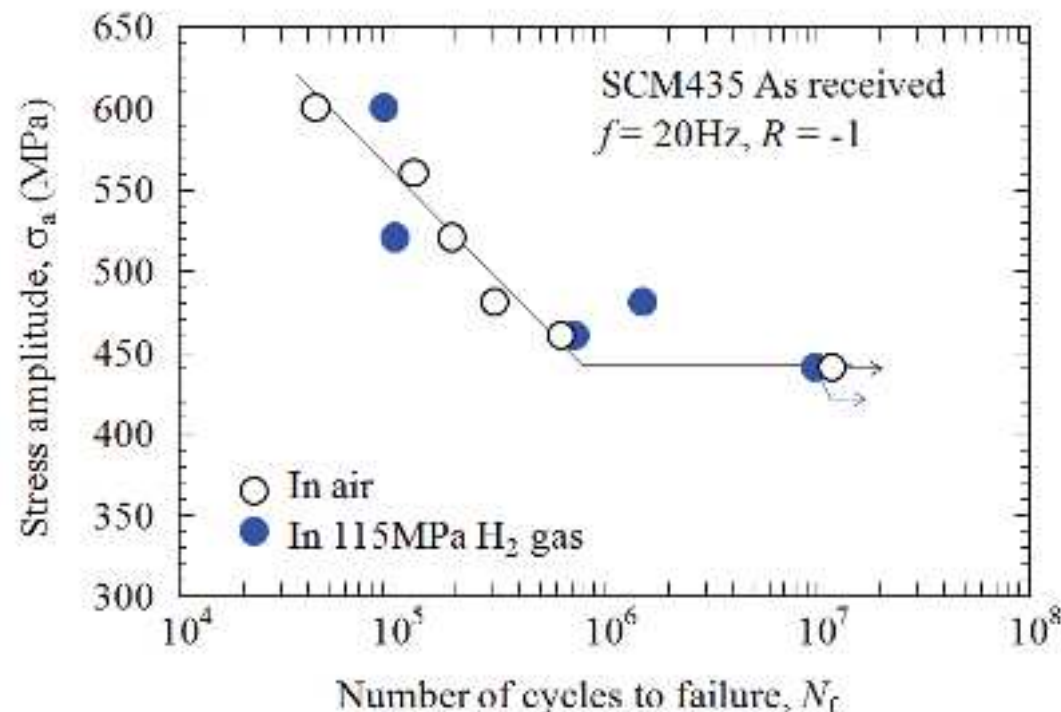
300°C, 140MPa水素ガス油圧サーボ試験機  
(H26年度末導入)



115MPa水素ガス中の  
ステンレス鋼の相対絞りとNi当量の関係

- ・圧縮機の出口温度は200度～250度.
- ・200°Cでは, SUS304でも115MPa水素ガス中でRRAは低下しない.

300°C, 140MPa水素ガス共振疲労試験機  
(H26年度末導入)



室温, 115MPa水素ガス中の  
SCM435(新日鐵住金提供)のS-N特性

- ・115MPa水素ガス中において,  $10^7$ 回疲労限度を取得.
- ・液体水素ポンププロジェクト(JIMGA)への貢献.

## 公式による設計 (Design by Rule)

起こりうる全ての破壊モードを想定しないかわりに、安全係数を高くすることで安全性を確保<sup>1)</sup>

- ・特定設備規則
- ・安全係数S:4
- ・材料決定, 肉厚決定

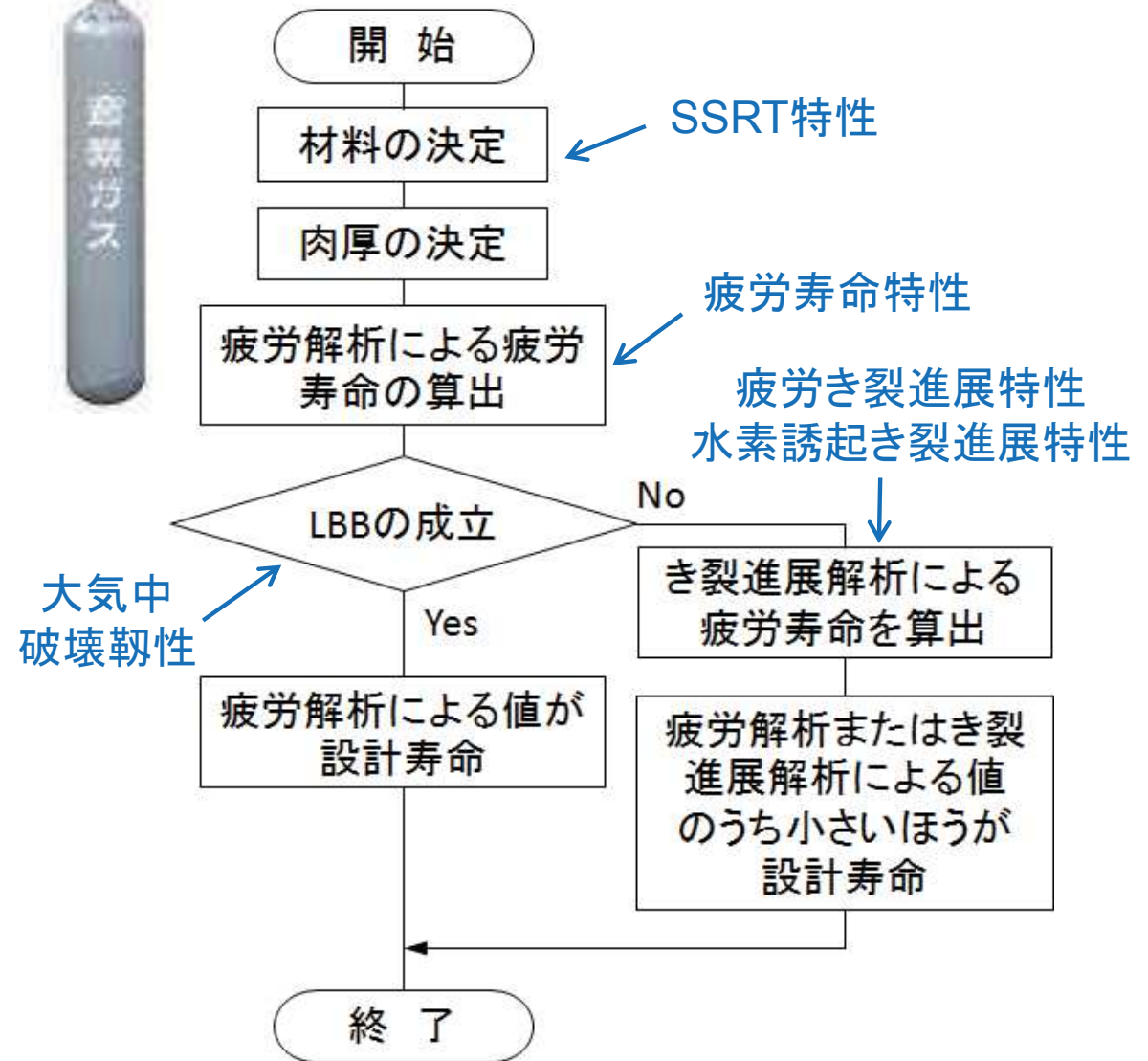
SSRT特性, 疲労寿命特性

## 解析による設計 (Design by Analysis)

低い安全係数で経済性を向上させ、破壊モードを想定した詳細な評価で安全性を確保<sup>1)</sup>

- ・ KHK S 0220 (高圧ガス保安協会)
- ASME規格 Sec.VIII Div. 3、
- 欧州規格 EN13445
- ・ 安全係数S:2.4
- ・ 材料決定, 肉厚決定, LBB判定, 疲労解析, き裂進展解析

SSRT特性, 疲労寿命特性,  
大気中破壊靱性, 疲労き裂進展特性  
水素誘起き裂進展特性



解析による設計 KHK S 0220

## 35MPa水素ステーション(2000年頃)

### (1)公式による設計, 安全係数4

・使用できる材料:水素の影響がない材料

- ①水素中のSSRT試験結果において, 引張強度, 降伏点, 伸びおよび絞りが大気中と同等以上
- ②水素中の疲労試験結果(疲労寿命特性)が大気中と同程度
- ③水素ガス中の疲労き裂進展速度が大気中と同程度

・認められた材料:SUS316L, SCM435\*

(\*:SCM435は, 水素の影響があるので, 超音波探傷により有害な欠陥がないことが確認できるもの)

## 70MPa水素ステーション(2010年度から2012年度)

### (1)公式による設計, 安全係数4

・使用材料の拡大:水素の影響が少ない材料

- ①SSRT試験で水素に最も影響を受けやすい絞り値が判定基準を満たすこと
- ②水素中の疲労試験結果(疲労寿命特性)が大気中と同程度

・対象となった材料:SUS316(hi-Ni), SUH660, 6061-T6(SCM435は対象外)

### (2)解析による設計, 安全率2.4

水素の影響が少ない材料を用いて解析による設計が可能

## 70MPa水素ステーションでの使用材料の拡大(2010年～2012年)

①材料選択：SSRT試験で水素に最も影響を受けやすい絞りが判定基準を満たすこと

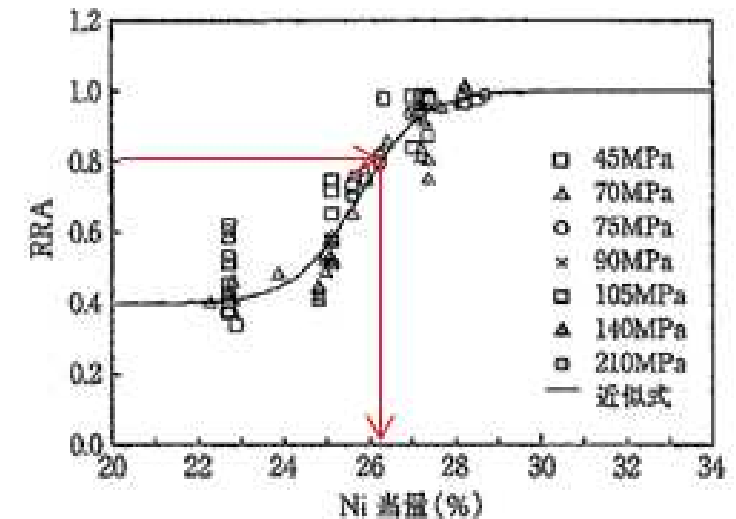
判定式

$$\begin{array}{ccc} \text{引張試験または} & \times & \text{相対絞り} \\ \text{ミルシートの絞り} & & \text{(RRA)} \\ (75\%) & & (0.8) \end{array} \geq \text{規格値} \quad (60\%)$$

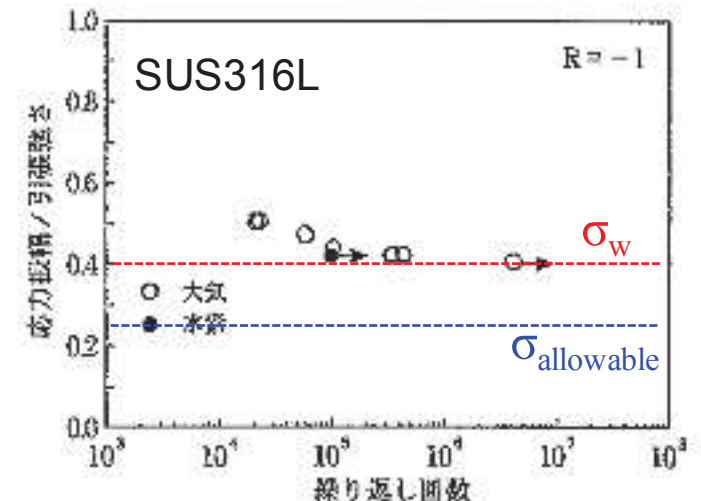
- ・絞りが75%以上，Ni当量が26.3%以上のSUS316ステンレス鋼は，90MPa水素中において20℃～85℃で使用できる。

②設計の根拠：水素中の疲労限度が大気中と同程度

- ・大気中における $10^7$ 回疲労強度(疲労限度)が引張強度の0.4倍以上で，水素の影響がないステンレス鋼。



相対絞り  $RRA (= \phi_H / \phi_{Air})$  とNi当量の関係  
 $Ni \text{ 当量} (\%) = 12.6C + 0.35Si + 1.05Mn + Ni + 0.65Cr + 0.98Mo$

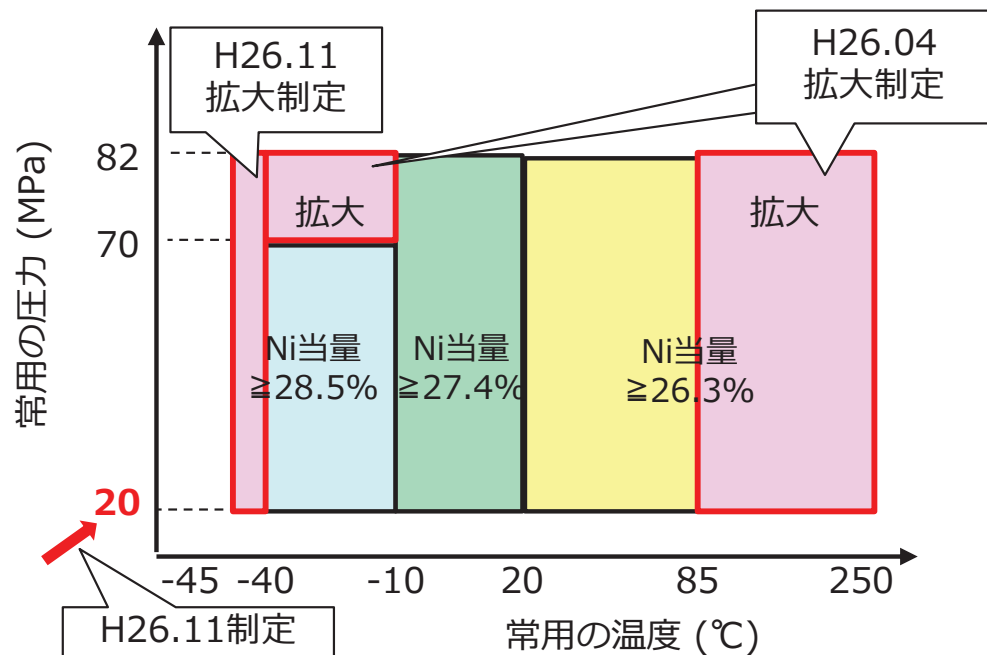


SUS316Lの引張強度で基準化したS-N曲線

# 例示基準化：使用可能鋼種と使用可能範囲の拡大

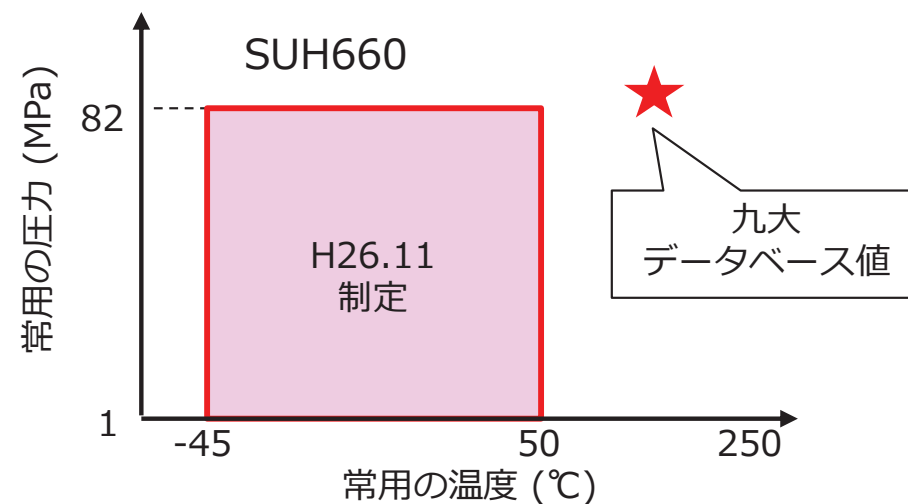


## SUS316(Ni当量品)の使用可能温度範囲の拡大



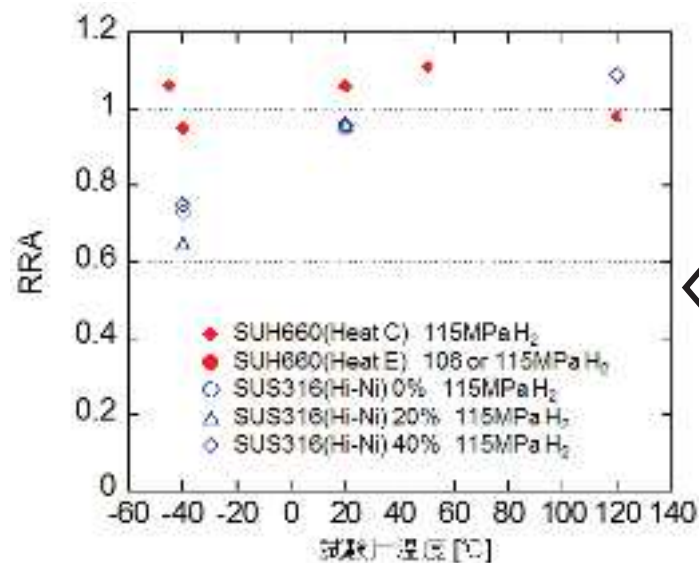
20MPa以下; Ni当量の枠外(加圧鋼も可)

## SUH660の例示基準化



## XM-19 (HRX19)の耐水素性の実証

→特認で多くの使用実績



SUS316(hi-Ni)とSUH660の試験温度とRRAの関係

XM-19 (HRX19)の  
応力-ストローク曲線

