

# 水素を安全に使うために： 水素材料先端科学研究センターの取り組み

松永 久生<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>九州大学大学院 工学研究院 機械工学部門

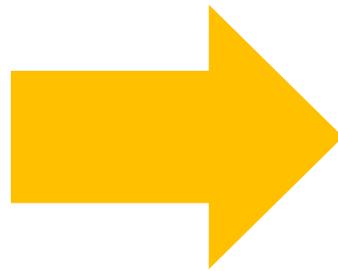
<sup>2</sup>九州大学 水素材料先端科学研究センター (HYDROGENIUS)



# 脱炭素・水素社会実現に向けて



Fossil Fuels



Hydrogen station



Fuel cell vehicle (FCV)

Ref.) <http://www.iwatani.co.jp>  
<http://toyota.jp>

# NEDO燃料電池・水素技術開発ロードマップの例(2023年2月公開分から抜粋)

FCV・HDV用燃料電池技術開発ロードマップ (FC生産技術)

	現在		2030年頃		2040年頃	
普及シナリオ (HDV)	【燃料電池HDVの初期導入段階】 ・国内バス、フォークリフト等数百台 ・トラック、鉄道、船舶で試験運転・技術実証		【HDV初期導入開始段階】 ・燃料電池HDVトラック、船舶等への本格普及開始 ・欧州10万台 国内数万台		【HDV領域のCN実現】 ・FC HDVトラックグローバル 1,500万台*2	
HDVコスト目標			FCシステム FCスタック	0.9万円/kW*1 0.45万円/kW		
普及シナリオ (FCV)	【FCV初期導入開始段階】 ・国内7,500台程度		【FCV本格普及開始段階】 ・国内目標20万台 ・国内普及目標FCV80万台*3		【FCV領域CN達成時期】 ・FCV 300-600万台*4 スタック排熱量大幅削減 高出力密度化 低コスト化 高耐久化	
FCVコスト目標			FCシステム FCスタック	0.4万円/kW *1 0.2万円/kW		
製造能力目標 HDV+FCV※	3万台/年 (公表値)	3万台/年→7万台/年	7万台/年→21万台/年 *FC HDVとFCV混流	21万台/年		→50万台/年
ライン原単位 (想定規模)	2,500台/月/ライン	→6,000台/月 ×1か所	6,000台/月 1か所→3か所	6,000台/月 3か所程度		10,000台/月 ×複数か所
生産速度 (タクトタイム)	枚葉工程 1秒/セル*6 連続工程 6m/分*7		枚葉工程 0.5秒/セル*6 連続工程 15m/分*7			0.3秒/セル*6 20m/分*7
加工費低減目標 材料費低減目標	100% 100%			▲70%*5 ▲70%		
工場エネルギーグリーン化	50%程度			80%		100%達成

水素社会において安全性と経済性を両立させるために

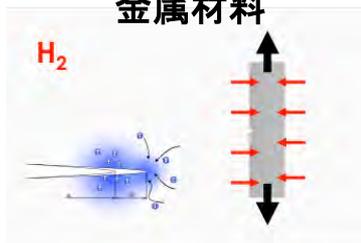
- 国内規格・基準の合理的な見直し
- 相互認証の拡充に向けた国際基準調和(国連, ISO, etc.)
- 基礎的知見・データの蓄積

が求められている。

- 高圧水素ガス中の**金属材料**、**高分子材料**、**摩擦材料**の特性、および水素の**熱物性**の研究
- 基本原理探求と試験データ蓄積を行い、産業界、規制見直し、国際標準化などに提供
- 水素社会における機器の信頼性、安全性、経済性の向上への貢献

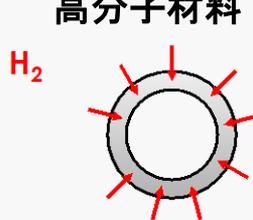


### 金属材料



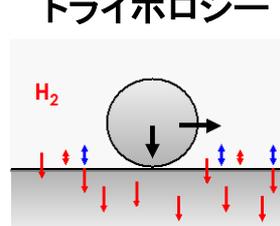
**水素脆化**: 水素は多くの金属の強度を低下させる

### 高分子材料



水素は樹脂／ゴムに侵入してシールの損傷を起こす

### トライボロジー



水素は材料の摩擦摩耗に影響する

### 水素ガスの熱物性

H<sub>2</sub>

$$pV = nRT?$$

*thermal conductivity, viscosity, specific heat, ...?*

ガスの熱物性は高圧で著しく変化する

高圧水素に適した材料の選択・開発と機器設計



配管



継手

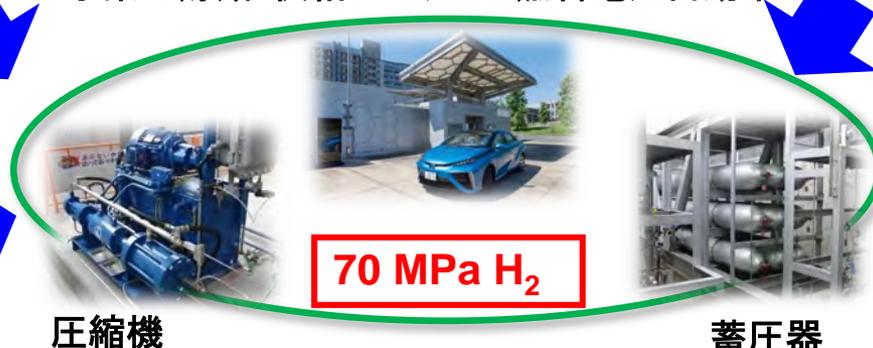


シール



バルブ

水素の貯蔵・供給システムと燃料電池自動車



70 MPa H<sub>2</sub>

圧縮機

蓄圧器

## 2006-2012年度 「水素先端科学基礎研究事業」 (NEDO)

- 2006年 5月 九州大学・産総研包括連携協定締結
- 2006年 7月 (独)産業技術総合研究所・水素材料先端科学研究センター 設立  
—通称 HYDROGENIUS
- 2007年11月 水素材料先端科学研究センター実験棟 (HY10) 開所

## Basic to Practice

## 2013-2017年度 「水素利用技術研究開発事業」 (NEDO)

- 2013年 4月 九州大学・水素材料先端科学研究センター 設立  
安全評価研究部門新設、産総研水素材料先端科学連携研究体との連携
- 2017年 1月 産総研・九大 水素材料強度ラボラトリ 開所

## 2018-2022年度 「超高压水素インフラ本格普及技術開発事業」 (NEDO)

## 2023-2027年度 「競争的な水素サプライチェーン構築に向けた技術開発事業」 (NEDO)

- 2023年 4月 国際連携研究部門新設

- 世界で唯一の一貫した水素集中拠点の形成
- 企業と連携し、国の施策を支える恒久的な世界的拠点



副センター長  
教授 澤江 義則



センター長  
教授 松永 久生



副センター長  
教授 西村 伸

研究部門

金属材料

物性

高分子

安全

トライボロジー

国際連携

104名 (2023年4月)

教授	10
准教授	5
助教	3
非常勤講師	1
学術研究員	4
技術専門職員	2
テクニカルスタッフ	23
事務	7
学生	49

**HYDROGENIUSは、高圧水素に関する基礎から応用まで一貫研究を行なう  
世界最先端の研究施設・・・膨大な知識・設備・ノウハウ・人材の蓄積**

## 水素の世界的研究拠点

国内外から研究者を結集し、水素と材料に関わる先端的な基礎研究を推進。

世界唯一の水素トライボロジーの系統的研究



世界で唯一の一貫した水素集中研究施設

120MPa 水素環境疲労試験機を世界で初めて運用。100MPa級の試験機を6台

世界初となる高温高圧水素物性データベースの整備



独自で開発した唯一無二の装置群

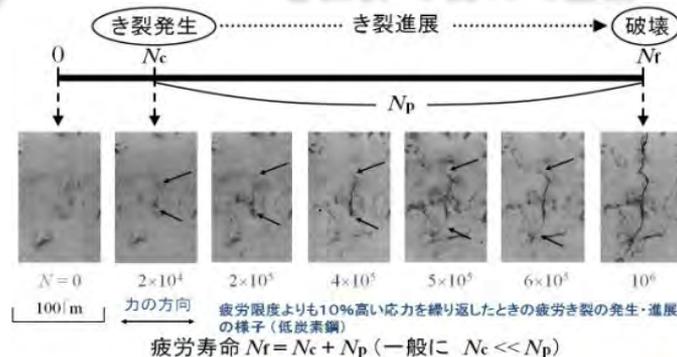
世界に類を見ない観察方法の採用



高圧水素材料データを世界で初めて整備

水素機器設計の基盤となる高圧水素トライボロジーデータベースを世界に先駆けて整備

国際規格・標準化に向けた戦略的取組み



実験条件											
試験機	圧力	温度	材料	形状	試験速度	試験時間	試験結果	試験機	圧力	温度	試験結果
高圧水素疲労試験機	120 MPa	300 °C	低炭素鋼	丸棒	0.001 mm/cycle	1000 cycles	疲労き裂発生	高圧水素疲労試験機	120 MPa	300 °C	疲労き裂発生
高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	低炭素鋼	丸棒	0.001 mm/cycle	1000 cycles	疲労き裂発生	高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	疲労き裂発生
高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	低炭素鋼	丸棒	0.001 mm/cycle	1000 cycles	疲労き裂発生	高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	疲労き裂発生
高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	低炭素鋼	丸棒	0.001 mm/cycle	1000 cycles	疲労き裂発生	高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	疲労き裂発生
高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	低炭素鋼	丸棒	0.001 mm/cycle	1000 cycles	疲労き裂発生	高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	疲労き裂発生

実験結果											
試験機	圧力	温度	材料	形状	試験速度	試験時間	試験結果	試験機	圧力	温度	試験結果
高圧水素疲労試験機	120 MPa	300 °C	低炭素鋼	丸棒	0.001 mm/cycle	1000 cycles	疲労き裂発生	高圧水素疲労試験機	120 MPa	300 °C	疲労き裂発生
高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	低炭素鋼	丸棒	0.001 mm/cycle	1000 cycles	疲労き裂発生	高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	疲労き裂発生
高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	低炭素鋼	丸棒	0.001 mm/cycle	1000 cycles	疲労き裂発生	高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	疲労き裂発生
高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	低炭素鋼	丸棒	0.001 mm/cycle	1000 cycles	疲労き裂発生	高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	疲労き裂発生
高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	低炭素鋼	丸棒	0.001 mm/cycle	1000 cycles	疲労き裂発生	高圧水素疲労試験機	100 MPa	300 °C	疲労き裂発生

## HYDROGENIUS 他機関との連携状況



**BAM**  
Bundesanstalt für  
Materialforschung  
und -prüfung  
ドイツ



**Isae ENSMA**  
Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace  
フランス



浙江大学  
ZHEJIANG UNIVERSITY  
中国



**H-Mat** Hydrogen Materials Compatibility Consortium  
米国 H-Mat program  
Sandia National Laboratories Argonne National Laboratory  
Pacific Northwest National Laboratory OAK RIDGE National Laboratory Savannah River National Laboratory



**NREL** 米国  
NATIONAL RENEWABLE ENERGY LABORATORY



**SINTEF**  
ノルウェー



**KRISs** 韓国  
Korea Research Institute of Standards and Science

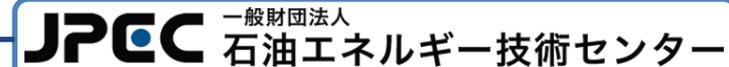


**KYUSHU UNIVERSITY HYDROGENIUS**  

- 金属材料
- 高分子材料
- トライボロジー
- 水素物性



**MPA** ドイツ  
STUTTGART



**JPEC** 一般財団法人  
石油エネルギー技術センター



**HySUT**  
一般社団法人 水素供給利用技術協会



**NIMS** 国立研究開発法人 物質・材料研究機構  
National Institute for Materials Science



**JRCM** 一般財団法人 金属系材料研究開発センター  
THE JAPAN RESEARCH AND DEVELOPMENT CENTER FOR METALS



**JAXA**  
宇宙航空研究開発機構

自動車メーカー  
高圧水素機器メーカー  
ホースメーカー  
シール部材・材料メーカー  
インフラメーカー、ステーションオーナー



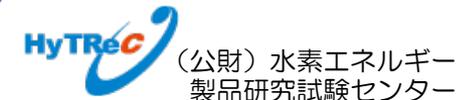
**JRMA** 一般社団法人  
日本ゴム工業会



一般社団法人 日本ゴム協会



**高圧ガス保安協会**  
The High Pressure Gas Safety Institute of Japan



**HyTRec** (公財) 水素エネルギー  
製品研究試験センター



**福岡水素エネルギー戦略会議**  
Fukuoka Strategy Conference for Hydrogen Energy



市販の高圧水素用ひずみゲージ  
共和電業  
水素による金属箔の抵抗変化の解明



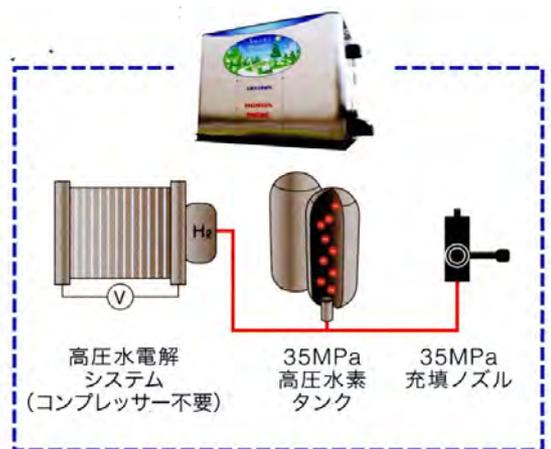
FCフォークリフト（産業競争力強化法）  
豊田自動織機  
SCM435製V1タイプ蓄圧器の設計



高圧水素ディスペンサー  
タツノ  
コリオリ式流量計フローチューブの設計



HP160製プレクーラー  
岩谷産業  
HP160とXM-19（HRX19）の  
耐水素脆性の発見

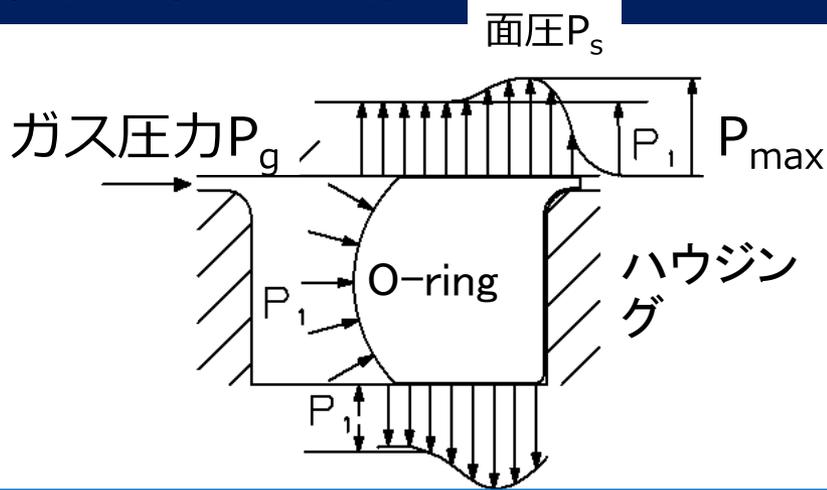


スマート水素ステーション  
ホンダ  
高圧水素中のチタン合金の強度特性評価



140MPa水素ガス圧力センサー  
長野計器  
圧力サイクル試験による強度評価

**Oリング**  
断面が円形の  
トーラス型シー  
ルデバイス  
(ゴム製)

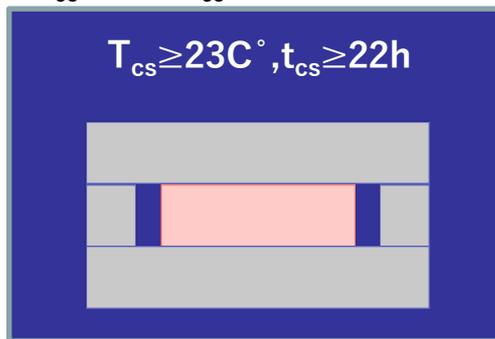
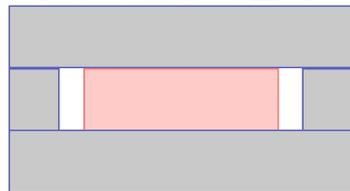


$P_{max}$  (面圧) >  $P_1$  (流体圧) でセルフシール成立

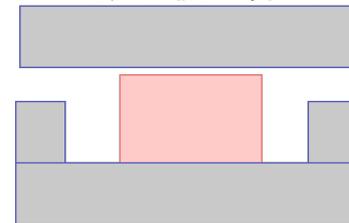
## 圧縮永久ひずみ

温度  $T_{cs}$  で時間  $t_{cs}$  の間圧縮状態を保持

室温環境下で所定の  
ひずみ量まで圧縮



室温で解放、30分後に厚  
み計測、回復率算出



- Oリングシール性能を評価する重要な指標の一つ
- 材料設計のため、ポリマー種、加硫法、添加剤などの選択・配合量との相関を把握することが重要

# 水素シール用Oリングゴム材料 配合設計 (高分子研究部門)

## Oリング用ゴム材料の圧縮永久ひずみに関するデータマイニングと影響パラメータの抽出

	R-2	R-3	R-4	R-5
RoyaleneX301	100	100	100	100
Dutral N/C				
Zinc oxide	5	5	5	5
Stearic acid	1	1	1	1
DCP	2.7	2.7		
TT			1.5	
DM			0.5	
M				2
Sulfur	0.3	1	1.5	1.5

### 架橋形態

井本稔ほか, 日本ゴム協会誌, **41**, 1103 (1968)

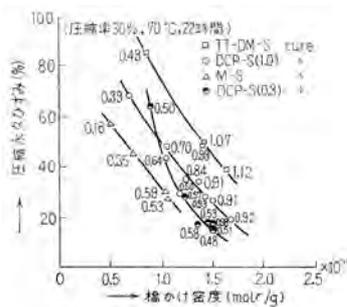


図4 橋かけ密度と圧縮永久ひずみ

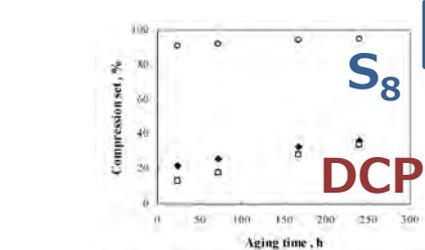


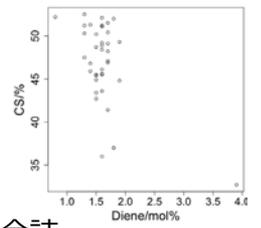
Figure 3. Compression set at 150°C as a function of aging time at 150°C. Symbols indicate curing system: ◆, Hydroxysilylation; □, Peroxide; ○, Sulfur.

白田孝ほか, 高分子論文集, **64**, 215 (2007)

### 架橋形態

Polymerization Conditions	EPDM Composition				Polymerization Temperature	Reaction Time (h)	40°C gel rate at 50°C (wt.-%)
	St. in EPDM (wt.-%)						
A	1.5	1.5	1.5	1.5	100	10	10
B	1.5	1.5	1.5	1.5	100	10	10
C	1.5	1.5	1.5	1.5	100	10	10
D	1.5	1.5	1.5	1.5	100	10	10

### 共重合組成



三宅泰治ほか, 日本ゴム協会誌, **58**, 728 (1985)

Table 3 Compound recipe of EPDM	
EPDM	100 phr
MAF Carbon black	40
Zinc Oxide	5
Processing agent	3
Co-curing agent	1
Dicumyl peroxide	4

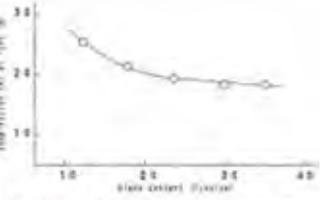


Fig. 3. Relation between diene content and compression set at 150°C. (See sample No. A through E in Table 1).

	Formulations of Mixes							
	A	B	C	D	E	F	G	H
Nordel 2722*	100	100	100	100	100	100	100	100
Zinc oxide	5	5	5	5	5	5	5	5
Stearic acid	1	1	1	1	1	1	1	1
ISAF black (N 230)*	—	5	25	50	—	5	25	50
Naphthenic oil	—	1	5	10	—	1	5	10
MBTV	1.5	1.5	1.5	1.5	1	1	1	1
TMTD*	2	2	2	2	3	3	3	3

	Physical Properties of Vulcanizates*							
	IS system				LS system			
ISAF black (phr)	A	B	C	D	E	F	G	H
Mix	1	2	3	4	1	2	3	4
Modulus 3009 (MPa)	2.9 (1.1)	3.0 (1.1)	3.6 (1.1)	3.6 (1.1)	2.4 (0.9)	2.6 (1.0)	3.4 (1.2)	3.2 (1.2)
Tensile strength (MPa)	3.4 (1.2)	7.4 (2.5)	20.1 (2.9)	23.9 (3.0)	4.4 (1.7)	8.3 (3.0)	22.9 (3.0)	22.4 (3.0)
Elongation at break (%)	109 (12)	120 (14)	469 (48)	200 (14)	100 (16)	160 (18)	160 (18)	140 (14)
Tear strength (kN/m <sup>2</sup> )	14.1 (4.6)	16.2 (4.6)	34.5 (5.8)	43.2 (5.6)	18.1 (4.6)	35.2 (7.1)	41.9 (6.6)	47.3 (7.9)
Hardness (shore A)	83 (37)	84 (37)	87 (38)	88 (38)	82 (38)	85 (38)	87 (38)	88 (38)
Compression set (%)	6	6	6	11	12	14	12	14
Abrasion loss (mm <sup>3</sup> /100 rev)	5.8	1.8	0.5	0.2	8.9	2.3	0.7	0.4
Flex cracking resistance (h cycle)	0.2	0.2	35	26	0.2	0.4	0.1	0.2
Heat building ΔT (°C)	11	12	22	30	19	21	33	43
Rebound resilience (%)	34	31	48	48	31	34	44	48
Dynamic set (%)	1.1	1.5	1.7	2.8	2.9	3.2	3.5	3.1

\* Values in parentheses are % retained of respective properties after aging at 100°C for 4 days.

### 配合

P K Pal et al, J Appl Polym. Sci., **28**, 3333 (1983)

### 共重合組成

奥本忠興ほか, 日本ゴム協会誌, **66**, 748 (1993)

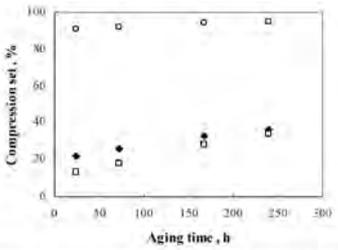


Figure 3. Compression set at 150°C as a function of aging time at 150°C. Symbols indicate curing system: ◆, Hydroxysilylation; □, Peroxide; ○, Sulfur.

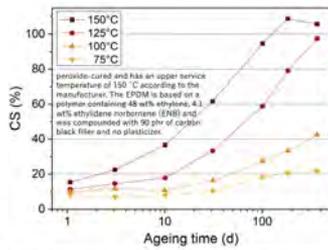
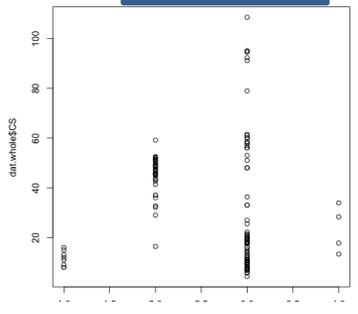
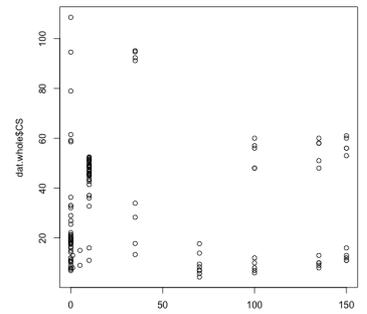


Fig. 8. Compression Set (CS) of O-rings aged in compression vs. aging time.

### CS測定条件

### ジエン構造



西亮輔, バルカー技報, **40**, 13 (2021)

Sample ポリマー種	EPDM			
	E-Control	E-A50	E-B50	E-C50
CB種	—	MT	MAF	MAF
一次粒径 (nm)	—	450	38	28
重量収収比表面積 (m <sup>2</sup> /g)	—	7	49	79
CB配合部数 (phr)	0	50	50	50
硬度 (JIS A)	48	65	70	70
引張強度 (MPa)	1.7	9.7	16.6	16.8
引張伸び (%)	185	190	215	230
100%力点 (MPa)	1.2	2.6	5.3	3.4
CS (%) at 200°C 72hr	9.1	13.4	21.4	31.6

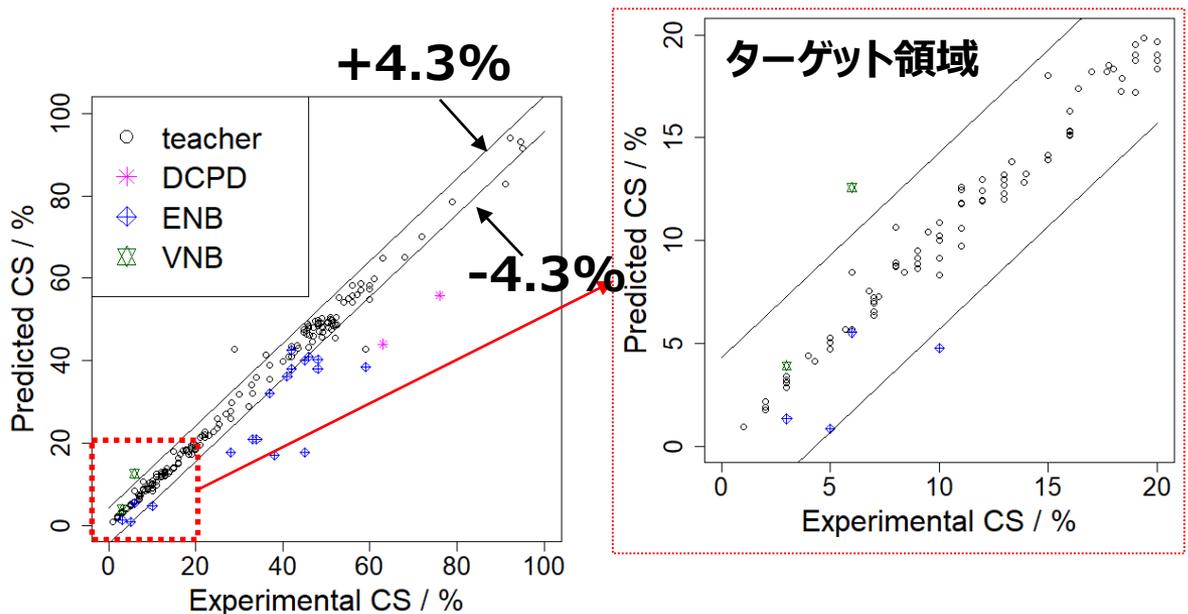
### CB配合量

表1 各種ジエン類の反応性比

化合物	反応性比 <sup>*1</sup>
<chem>C1=CC=CC=C1</chem> ジシクロペンタジエン (DCPD)	7.3
<chem>C1=CC=CC=C1C=C</chem> 5-(2-メチル-2-ブテニル)-2-ノルブオーネン	10.3
<chem>C1=CC=CC=C1C=C</chem> 5-メチレン-2-ノルブオーネン (MNB)	5.6
<chem>C1=CC=CC=C1C=C</chem> 5-エチリデン-2-ノルブオーネン (ENB)	16.0
<chem>C1=CC=CC=C1C=C</chem> メチルテトラヒドロインデン (MTHI)	0.9
<chem>C1=CC=CC=C1C=C</chem> 1,4-ヘキサジエン (1,4-HD)	0.67

触媒系: VOCl<sub>3</sub>-Et<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>  
\*1 プロピレンの重合反応性に対する比

## 人工ニューラルネットワークによる圧縮永久ひずみ予測



- ✓ DCPD, ENB, VNBは訓練にも評価にも使用していない、モデルにとって未知のデータ
- ✓ 高CS領域(20%以上)は±4.3%ラインから大きく逸脱するものもあるが、それ以下の領域では高精度で予測可能

## 得られた予測モデルを用いて約250万通りの配合についてCSを予測

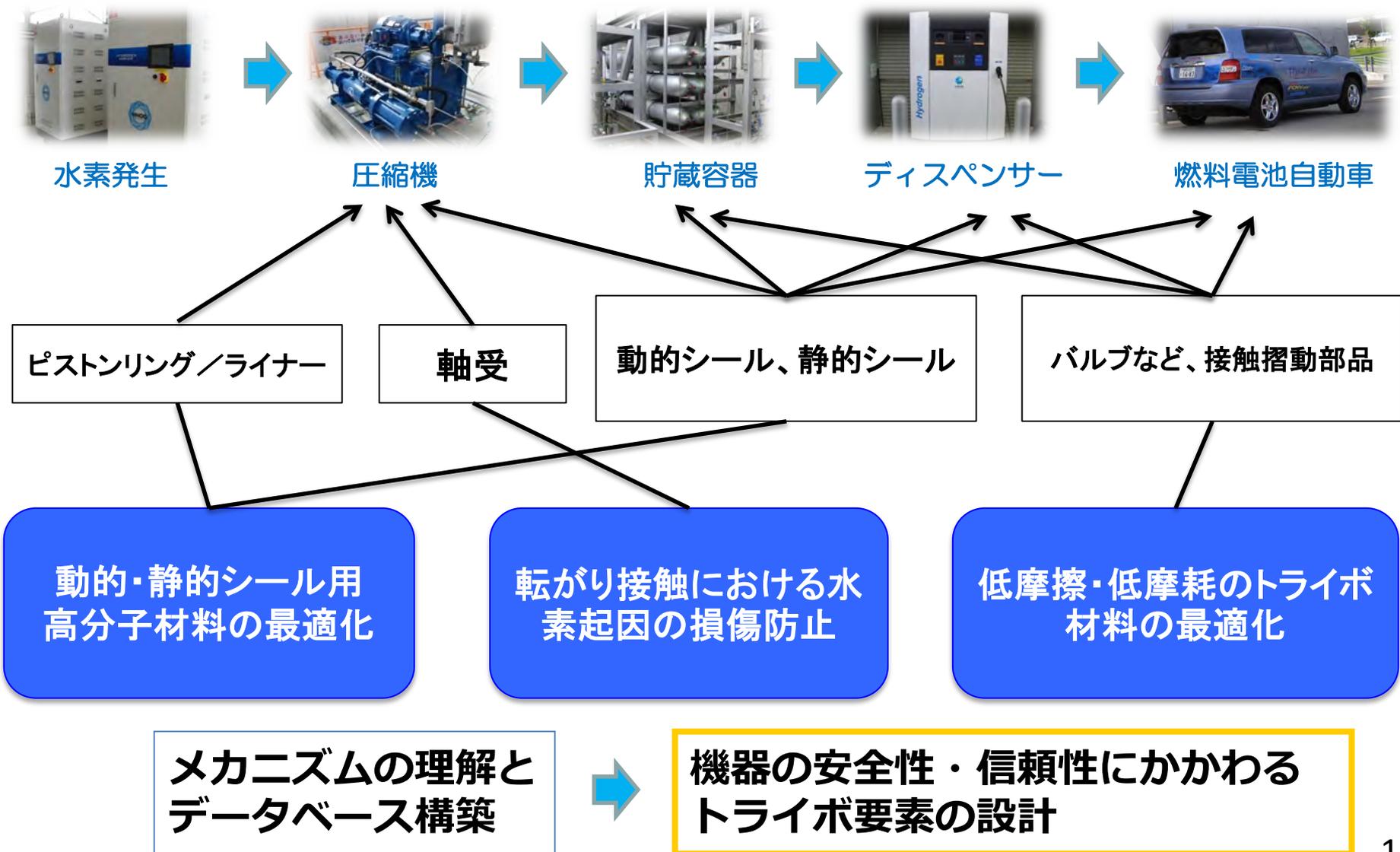
予測データ  
CS@150°C

E, P, D = 0 ~ 100 (%)  
 ジエタイプ=DCPD, ENB, VNB, 1,4-HD  
 オイル = 0 ~ 150 (phr), DCP=1~10(phr),  
 加硫温度:170°C,  
 CB以外のフィラー=0~150(phr),  
 CB=ASTM330, 550, 772,  
 CB配合量=0 ~ 150 (phr), CS温度 =  
 150°C, CS時間 = 24h

E/wt.%	P/wt.%	D/wt.%	D type	DCP/phr	CB1	CB1/phr	Predicted CS/%
60	30	10	ENB	6		0	5.8
60	30	10	ENB	6	330	10	6.3
60	20	20	VNB	9		0	6.2
60	20	20	VNB	10		0	7.7
60	30	10	ENB	7		0	7.1
50	40	10	ENB	4		0	4.1
60	20	20	VNB	9	330	10	6.6
60	20	20	VNB	9	550	10	6.8
50	40	10	ENB	4	330	10	4.3
60	30	10	ENB	5		0	5.2

架橋剤(DCP)が多く、CBが少ないほどCSは小さくなる予測結果→配合設計 (レシピ) に活用

## 高圧水素インフラにおけるトライボロジー要素



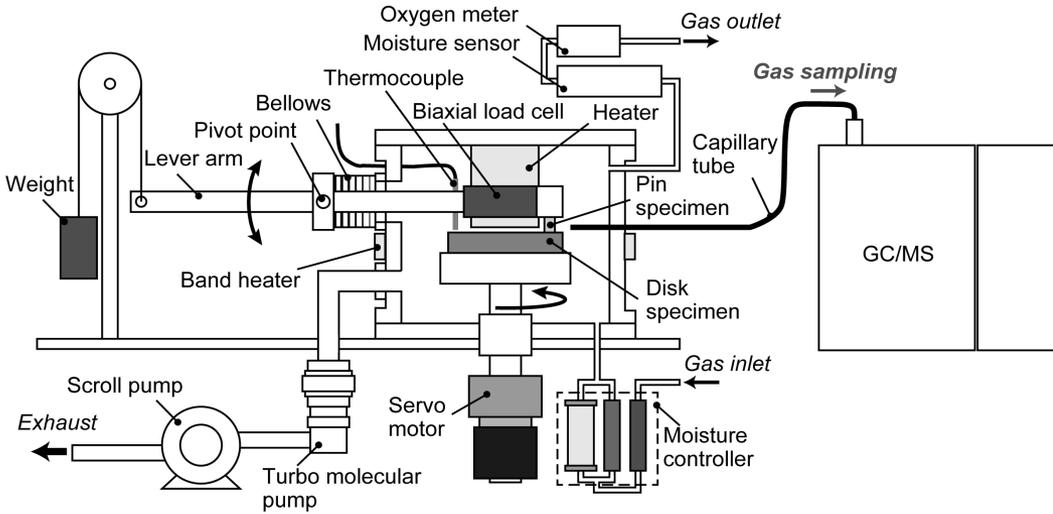
# 圧縮機ピストンリング材の摩耗とガスエミッション(トライボロジー研究部門)

NEDO長寿命高圧水素シール部材・継手部材及び機器開発に関する研究開発 (2018~2022年度)  
 NEDO水素ステーション低コスト化・高度化基盤技術開発 (2023年度~)

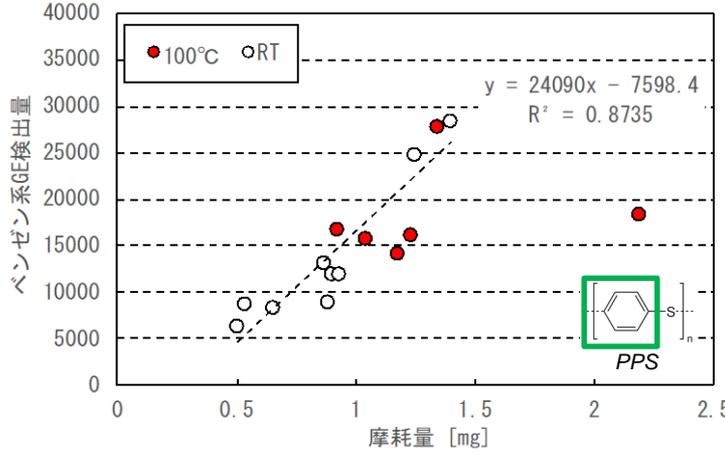
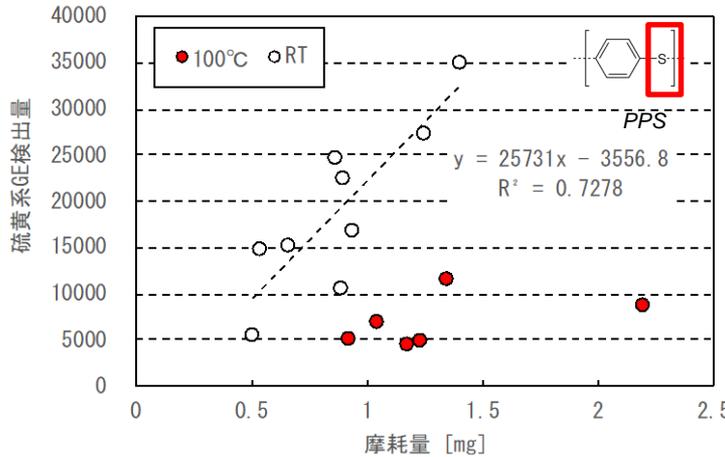
**目的** 高圧水素ガス圧縮機に用いられるピストンリング材の摩擦摩耗特性を評価すると共に、しゅう動に伴う硫化水素の発生を実験的に確認し、その発生メカニズムの解明を進める。

**方法** ピン・オン・ディスク型高度雰囲気制御型摩擦試験機を用い、高純度水素ガス雰囲気においてピストンリング材のしゅう動試験を行い、雰囲気ガス中に放出される微量成分(ガスエミッション、GE)をガスクロマトグラフ質量分析計により分析する。

## 高度雰囲気制御型摩擦試験機



## 【ピストンリング材の摩耗量とGE検出量】



- ピストンリング材に含まれるPPS樹脂が分解し硫黄系およびベンゼン系GEが発生
- GE検出量とリング材摩耗量の間に関係性あり

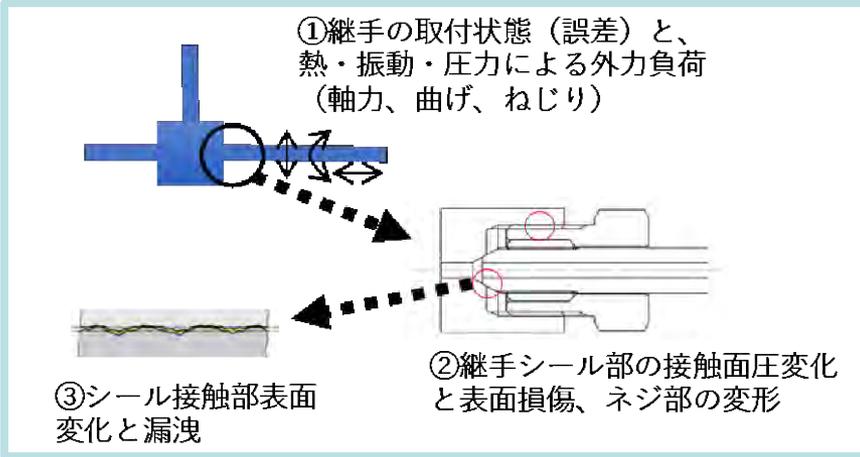
# 超高压水素配管の継手締結部の漏洩防止に関する研究(トライボロジー研究部門)

NEDO長寿命高压水素シール部材・継手部材及び機器開発に関する研究開発 (2018~2022年度)  
 NEDO水素ステーション低コスト化・高度化基盤技術開発 (2023年度~)

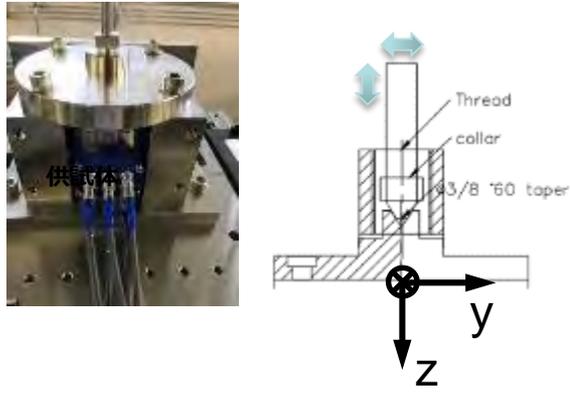
**目的** 継手のゆるみと接触界面での漏れ発生に及ぼす、施工時・運転時・メンテナンスにおける配管の組付け精度、温度変化、圧力変化、振動などの因子による影響を明らかにして継手のゆるみのメカニズムを解明し、漏洩リスク低減の指針を作成する。

**方法**

- ・独自に開発した継手要素試験装置、超高压継手要素評価試験装置による種々の繰返し外力負荷試験、および表面形状測定
- ・継手シール部のFEM弾塑性変形解析

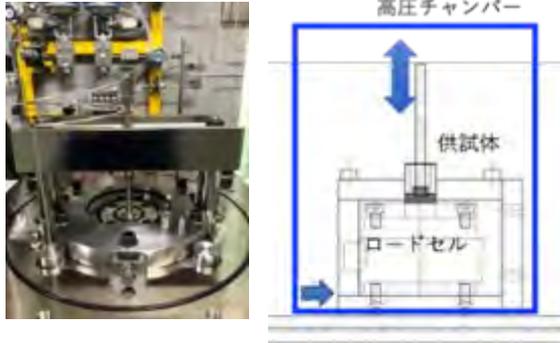


## 継手要素試験装置



締付けや外力による継手シール部の**6分力**を測定

## 超高压継手要素試験装置

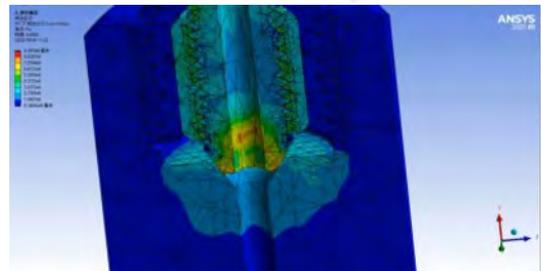


高压水素ガス(90MPa)を封入した状態で、外力負荷によるガス漏洩を計測

## 継手ゆるみの理論解析

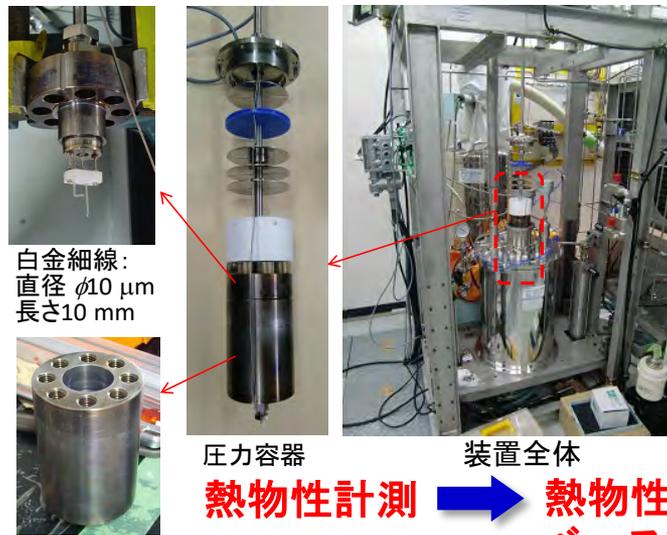
FEM弾塑性非線形解析

締付け後、圧縮下のMises等価応力例

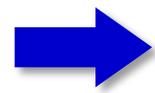


# 機器開発に必要不可欠な水素の熱物性値のデータベース構築(物性研究部門)

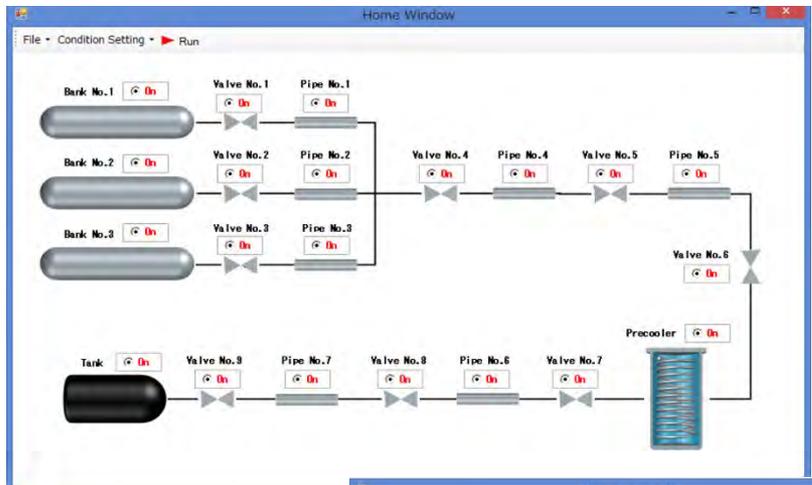
水素ステーションをはじめとする高圧水素インフラを対象として、最適な運用・設計に必要不可欠な水素の熱物性値を100 MPaまで測定。



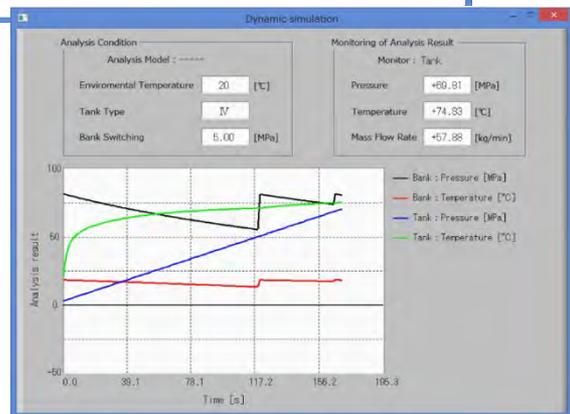
熱物性計測 → 熱物性データベースを開発



## ダイナミックシミュレーションを開発



開発したシミュレーションソフトの実行画面



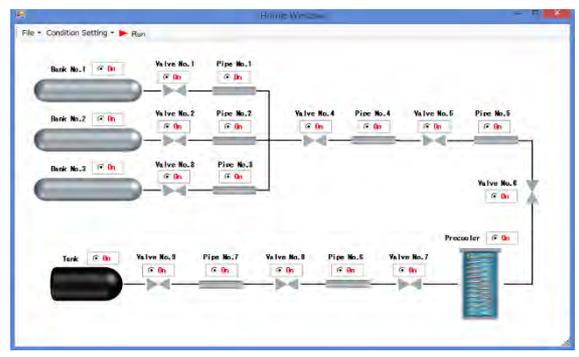
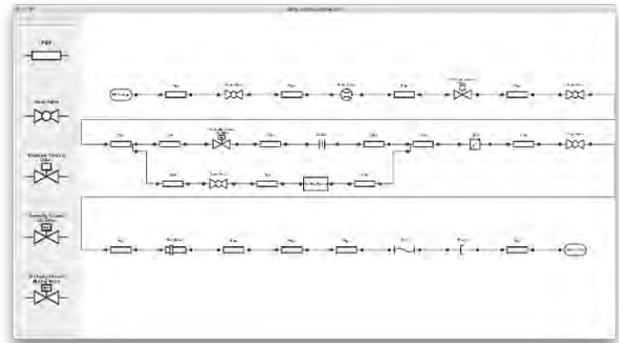
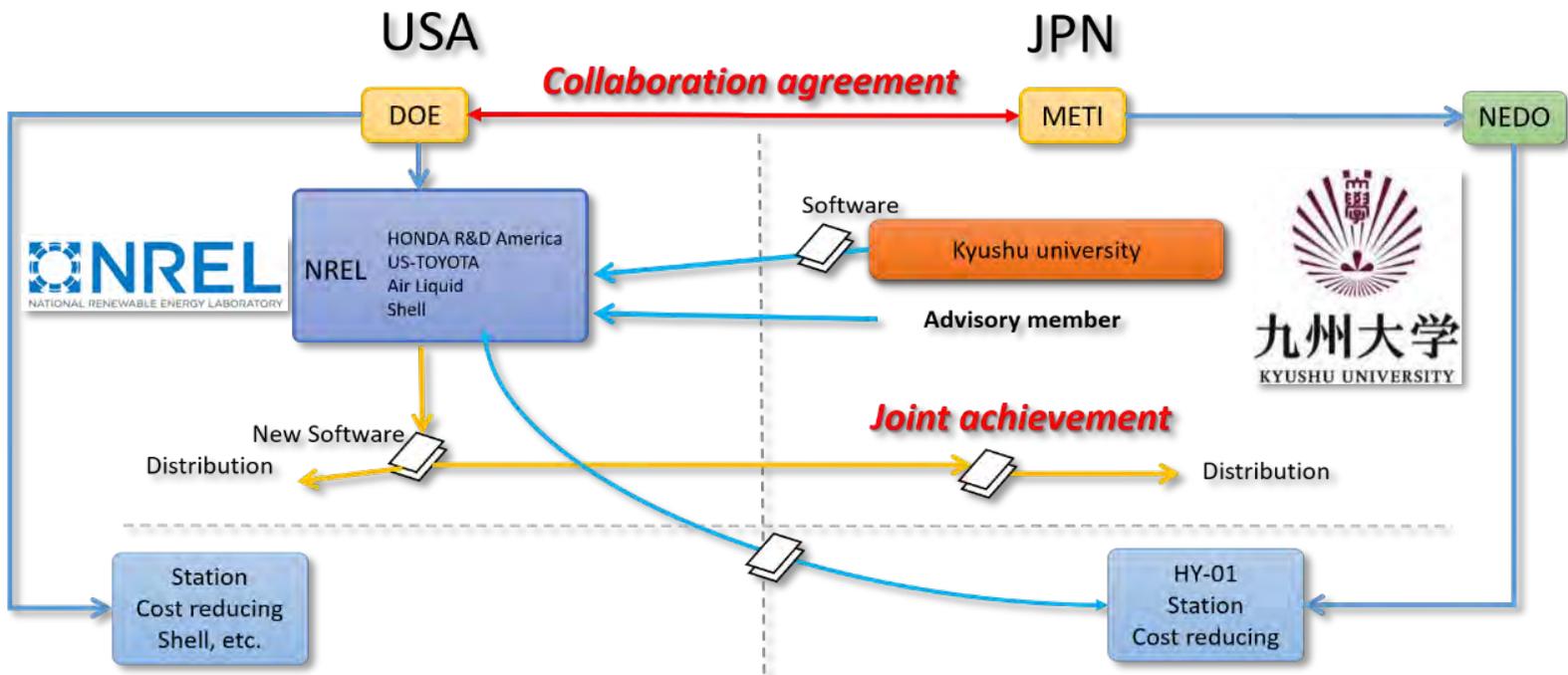
低温, 高圧水素熱伝導率測定装置 (-40 °C~常温, 100 MPaまで)

正確な熱物性値に基づき, 水素ステーション全体を対象として, 各機器を流れる水素の温度, 圧力を計算することが可能なシミュレーションソフトを開発(ダイナミックシミュレーション)

Temperature : 20 °C  
Accumulator : 255 L (× 3)  
FCV tank : 100 L  
Initial pressure of the tank : 5 MPa

# 米国NRELとの共同研究(物性研究部門)

米国NRELへ九大ダイナミックシミュレーションを譲渡し、バージョンアップ。

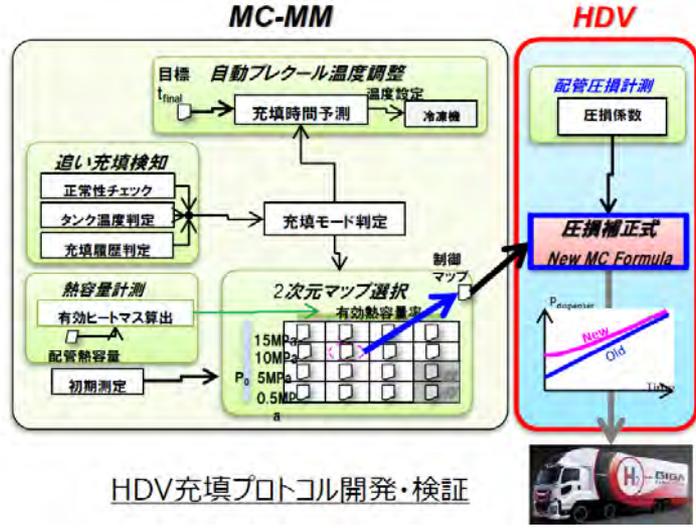
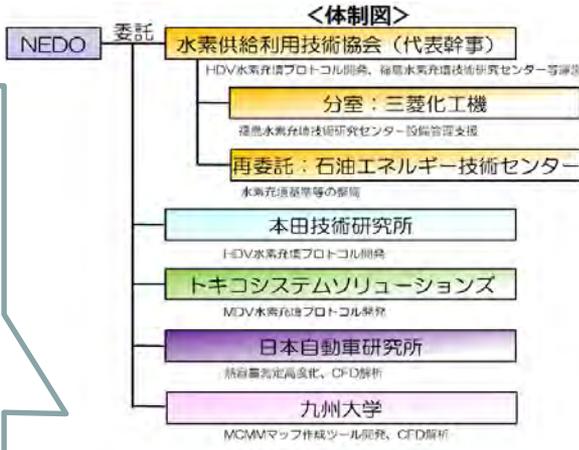


NRELのシミュレーションソフト

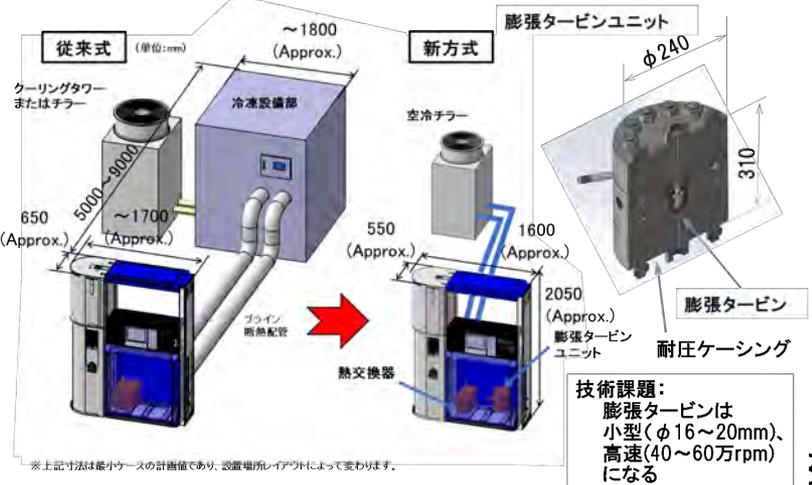
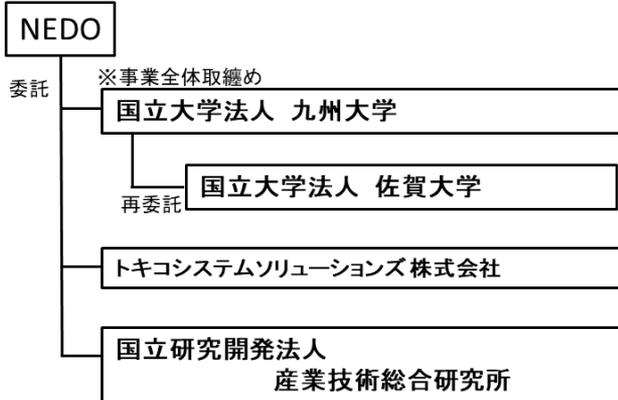
# 実用化への貢献(物性研究部門)

## 1. FCバスやトラックを対象としたHeavy-Duty Vehicle (HDV)用の水素充填プロトコルの開発.

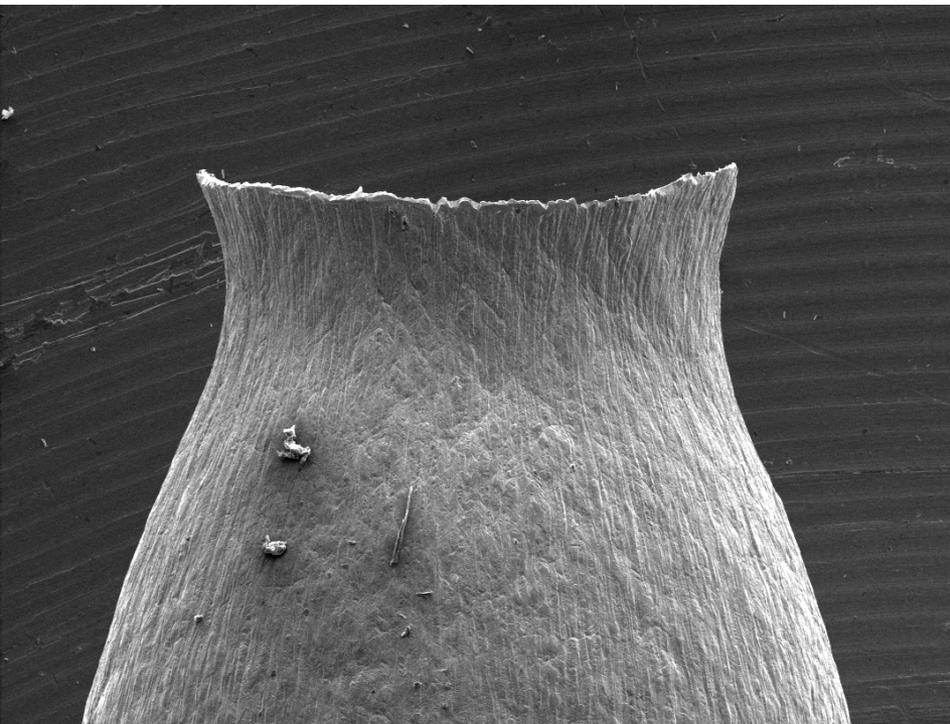
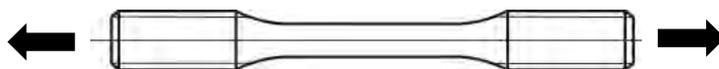
ダイナミックシミュレーションや熱物性データベースを用いた精密な熱工学的解析を通して、これらを実現する。



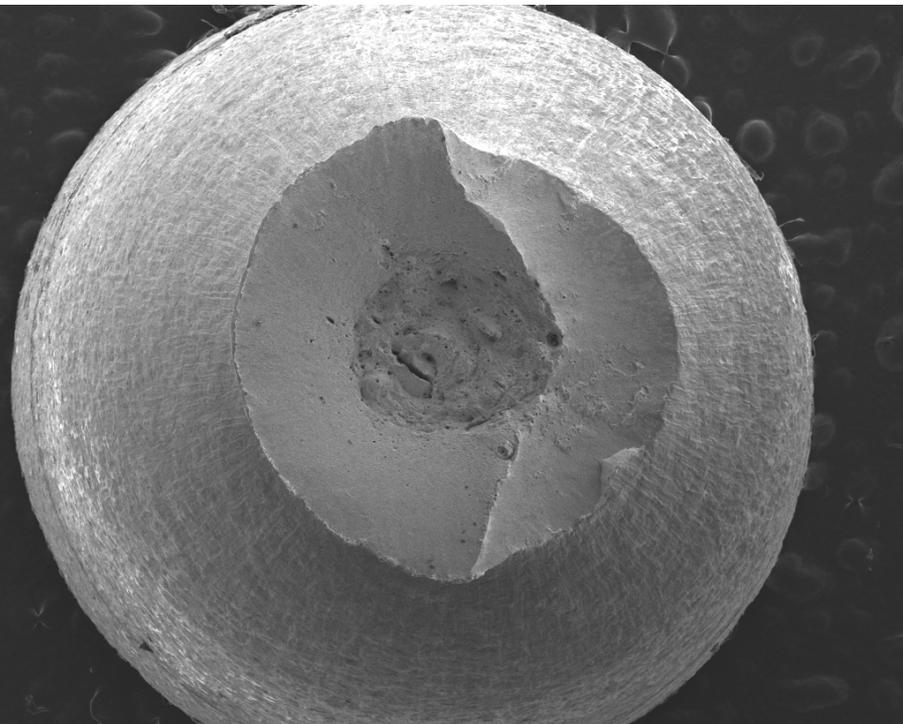
## 2. プレクール冷凍設備に替わる新プロセス技術の開発(膨張タービン式水素充填システムの開発)



# 高圧水素ガス環境での金属材料の“水素脆化”とは？（金属材料研究部門）



Side view

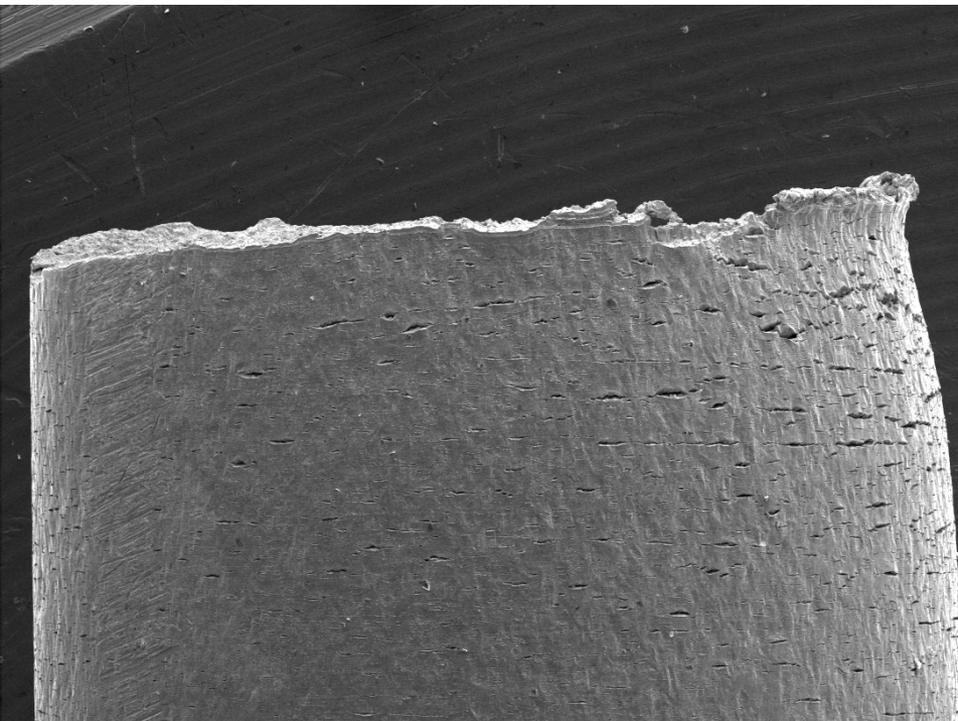


Top view

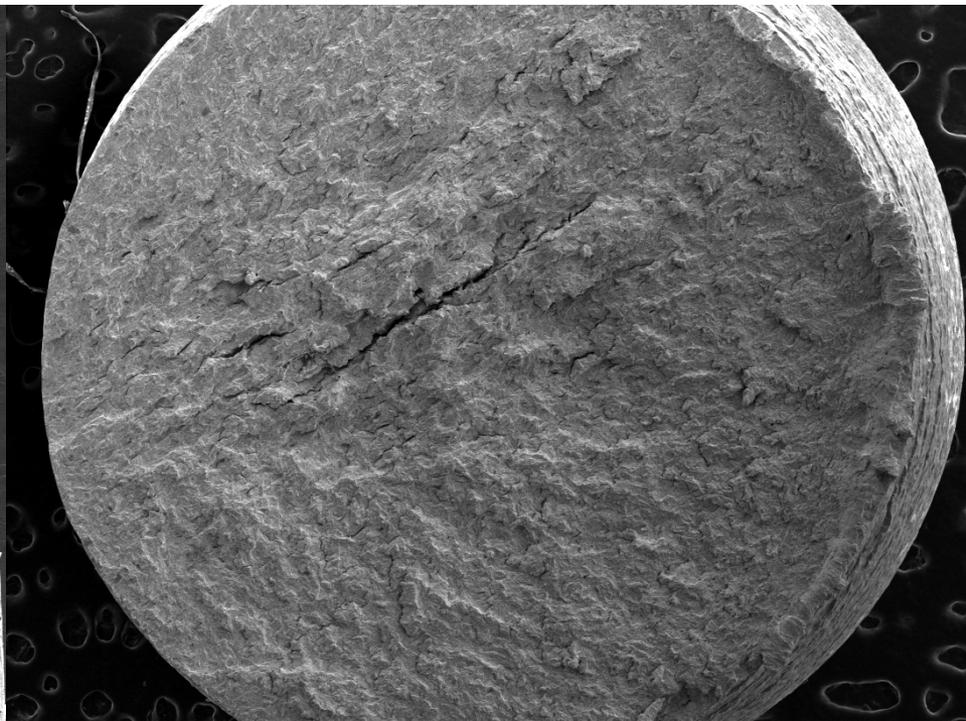
**大気中**で引張破壊させた場合（ステンレス鋼SUS304）

カップアンドコーン破壊 = 延性破壊

# 高圧水素ガス環境での金属材料の“水素脆化”とは？（金属材料研究部門）



Side view



Top view

**超高圧水素ガス中（約1000気圧）で引張破壊させた場合（SUS304）**

き裂の発生・進展を伴う特異な破壊

# NASA データベース (69 MPa H<sub>2</sub>中での引張試験)

Material	Strength ratio, H <sub>2</sub> /He		Unnotched ductility			
	Notched <sup>a</sup>	Unnotched	Elongation, %		Reduction of Area, %	
			He	H <sub>2</sub>	He	H <sub>2</sub>
Extremely embrittled						
18Ni-250 Maraging Steel	0.12	0.68	8.2	0.2	55	2.5
410 Stainless Steel	.22	.70	15	1.3	60	12
1042 Steel (quenched and tempered)	.22	----	----	----	----	----
17-7 pH Stainless Steel	.23	.92	17	1.7	45	2.5
Fe-9Ni-4Co-0.20C	.24	.86	15	.5	67	15
H-11	.25	.57	8.8	0	30	0
René 41	.27	.84	21	4.3	29	11
Electro-Formed Nickel	.31	----	----	----	----	----
4140	.40	.96	14	2.6	48	9
Inconel 718	.46	.93	17	1.5	26	1
440C	.50	.40	----	----	3.2	0
Severely embrittled						
Ti-6Al-4V (STA)	0.58	----	----	----	----	----
430F	.68	----	22	14	64	37
Nickel 270	.70	----	56	52	89	67
A515	.73	----	42	29	67	35
HY-100	.73	----	20	18	76	63
A372 (class IV)	.74	----	20	10	53	18
1042 (normalized)	.75	----	----	----	59	27
A533-B	.78	----	----	----	66	33
Ti-6Al-4V (annealed)	.79	----	----	----	----	----
AISI 1020	.79	----	----	----	68	45
HY-50	.80	----	----	----	70	60
Ti-5Al-2.5Sn (ELI)	.81	----	----	----	45	39
Armco Iron	.86	----	----	----	83	50
Slightly embrittled						
304 ELC Stainless Steel	0.87	----	----	----	78	71
305 Stainless Steel	0.89	----	----	----	78	75
Be-Cu Alloy 25	0.93	----	----	----	72	71
Titanium	0.95	----	----	----	61	61
Negligibly embrittled						
310 Stainless Steel	0.93	----	----	----	64	62
A286	.97	----	----	----	44	43
7075-T73 Aluminum Alloy	.98	----	----	----	37	35
316 Stainless Steel	1.00	----	----	----	72	75
OFHC Copper	1.00	----	----	----	94	94
NARloy-Z <sup>c</sup>	1.10	----	----	----	24	22
6061-T6 Aluminum Alloy	1.10	----	----	----	61	66
1100 aluminum	1.40	----	----	----	93	93

<span style="display: inline-block; width: 20px; height: 10px; background-color: #f08080; margin-right: 5px;"></span> Carbon and low-alloy steels	<span style="display: inline-block; width: 20px; height: 10px; background-color: #fff9c4; margin-right: 5px;"></span> α- or α'-stainless steels
<span style="display: inline-block; width: 20px; height: 10px; background-color: #d3d3d3; margin-right: 5px;"></span> γ-stainless steel	<span style="display: inline-block; width: 20px; height: 10px; background-color: #c8e6c9; margin-right: 5px;"></span> Aluminum, Copper, etc.

Extremely

Severely

Slightly

Negligibly



- In general, low-susceptible materials is expensive but has low-strength.

## Trade-off between Safety and Cost

- Reasonable material selection and strength design are necessary.

## Design by Rule

(Safety factor:  $S = 3.5 \sim 4$ )

e.g. High Pressure Gas Safety Act (Japan)

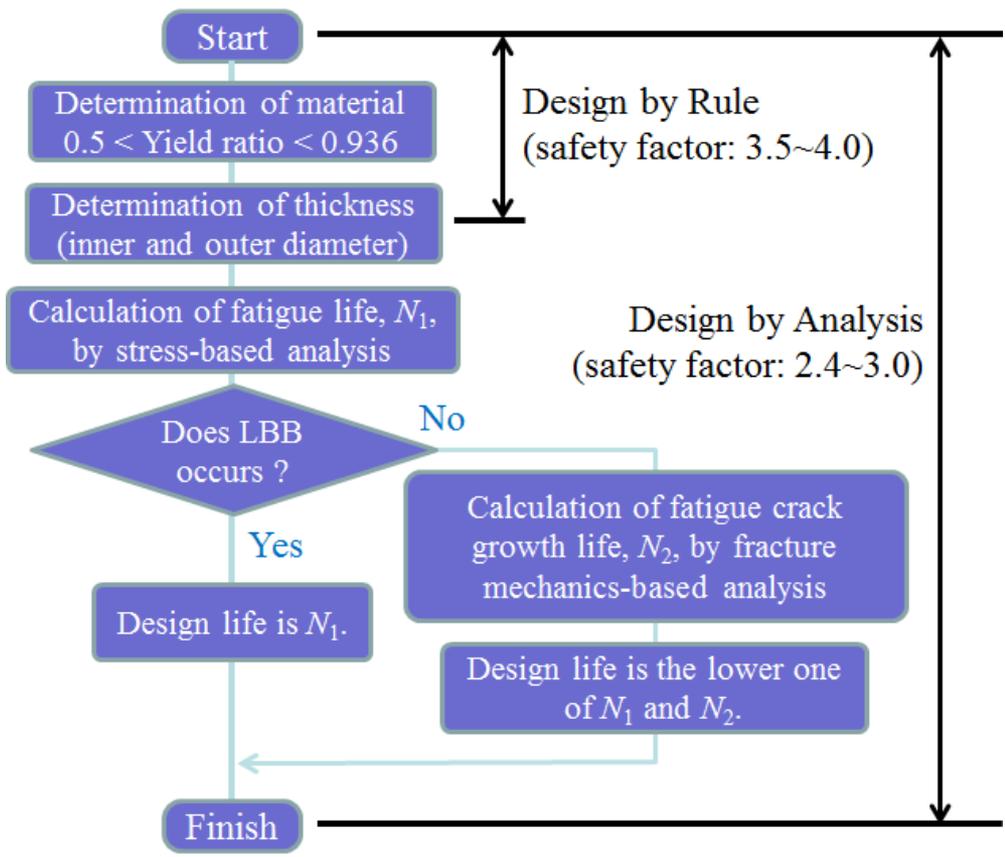
- Material selection
- Determination of wall thickness based on stress analyses

## Design by Analysis

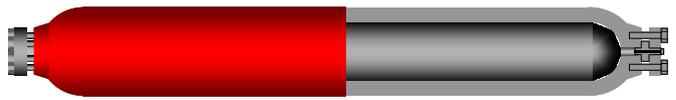
(Safety factor:  $S = 2.4 \sim 3$ )

e.g. ASME Sec.VIII Div. 3, KHK S 0220

- Material selection
- Determination of wall thickness based on stress analyses
- Analysis for LBB (Leak Before Break)
- Fatigue life analysis
- Fatigue crack growth analysis



$$\text{Safety factor: } S = \frac{\sigma_B}{\sigma_{\text{allowable}}} \quad \text{or} \quad \frac{\sigma_Y}{\sigma_{\text{allowable}}}$$

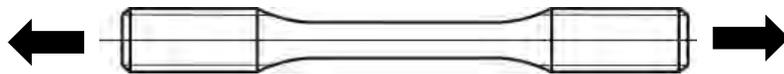


**KHK S 0220**  
(Based on ASME Section VIII. Div.3)

“KHK Standard for Pressure Equipments containing Ultra High Pressure Gas” (The High Pressure Gas Safety Institute of Japan)

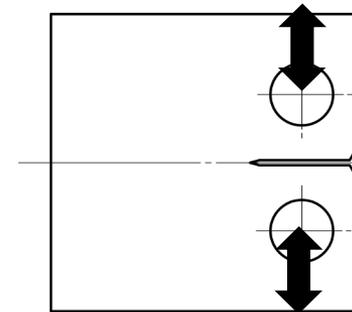
### SSRT testing

- Tensile strength, TS
- Relative TS, RTS
- Reduction in area, RA
- Relative RA, RRA



Smooth, round-bar specimen with monotonic loading

### Fatigue crack growth testing

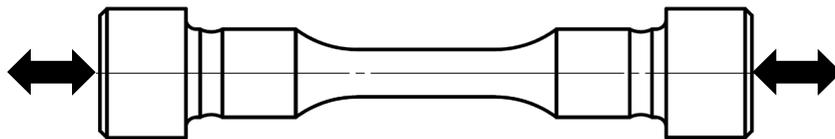


- $da/dN-\Delta K$  data
- H-assisted FCG acceleration

Compact-tension specimen with cyclic loading

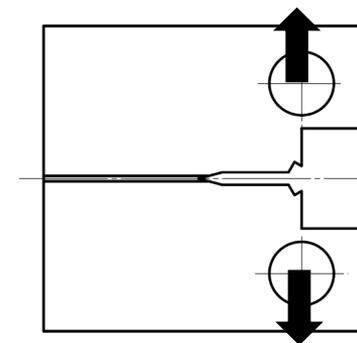
### Fatigue-life testing

- $S-N$  data
- Fatigue limit,  $\sigma_w$



Smooth, round-bar specimen with cyclic loading

### Fracture toughness testing



- Fracture toughness,  $K_{IC}$  (air)
- Threshold  $K$  for H-induced cracking,  $K_{I,H}$  (hydrogen gas)

Compact-tension specimen with monotonic loading

低圧～高圧, 低温～高温, 実用化に必要な条件に対応可能な試験機

## 九州大学



最高圧力	99 MPa	120 MPa	120 MPa	120 MPa	140 MPa	140 MPa
試験温度	-45 ~ 120 °C	RT ~ 300 °C	RT ~ 300 °C			

### 【参考】産業技術総合研究所



最高圧力	70MPa	115MPa	140MPa
試験温度	-20 °C ~ RT	RT	-80 °C ~ RT

### 【参考】物質・材料研究機構



LH <sub>2</sub>
-253 °C

### 【参考】HyTReC



水素エネルギー関連  
製品の製品試験事業

全109冊，総ページ数：約2700頁，提供総数：約3,600件

規制見直し・使用材料拡大作業

石油エネルギー技術センター  
(JPEC) [規制見直し]

高圧ガス保安協会  
(KHK) [規制見直し]

FCVと水素ステーションの  
低コスト化

自動車企業  
水素インフラ関連企業  
[水素ステーション建設・特認]

一般社団法人水素供給  
利用技術協会 (HySUT)  
[水素インフラ整備推進]

水素ステーション設置  
のための特認取得

国際貢献  
IPHEラウンド  
ロビンテストへの  
コメント

81冊

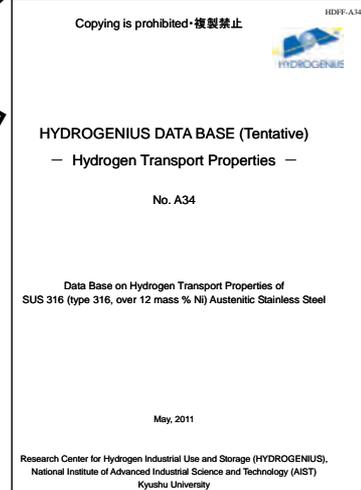
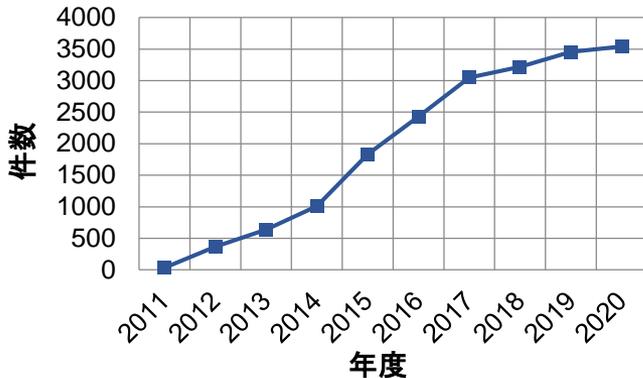
246冊

3023冊

193冊

知見の提供

水素構造材料データベース提供件数(累計)



HYDROGENIUS  
材料強度データベース

- ・SSRT特性
- ・疲労寿命特性
- ・疲労き裂進展特性
- ・水素拡散特性

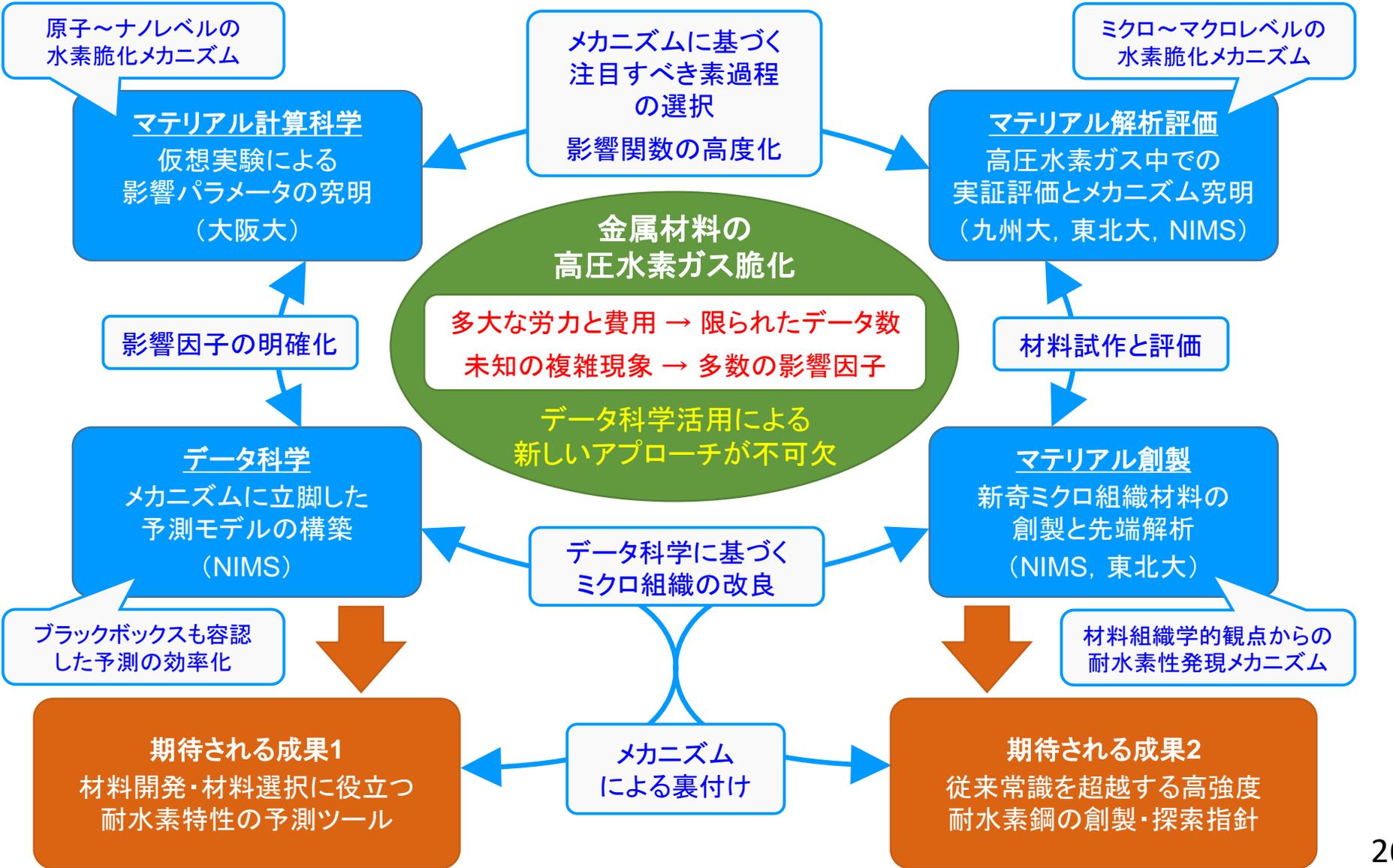
SUS316(hi-Ni), SUS304,  
SUS316, SUS316L, SUH660,  
XM-19 (HRX19), 6061-T6,  
SCM435, SNCM439, etc.

水素ステーション建設の本格化で  
インフラ企業への提供が急増

耐水素高強度材料



マテリアルDX



# 構築を目指す水素ガス中疲労き裂進展特性予測システム (RISMEでの取り組み)

## インプット: 材料と使用条件

降伏応力      化学成分      熱処理条件

水素圧力      負荷力学条件      **マイクロ組織写真**

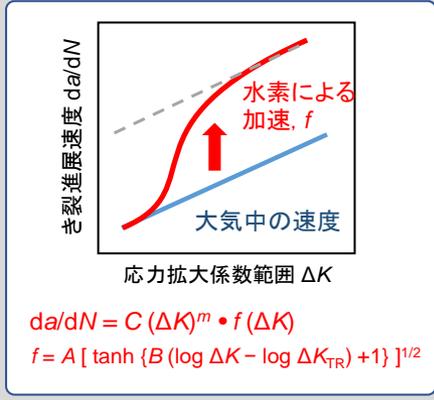
機械学習に基づく評価      耐水素性とマイクロ組織の紐づけ

き裂進展特性DB  
(既存+新規マイニング)

耐水素マイクロ組織DB  
(既存+新規構築)

## アウトプット: 疲労き裂進展特性

ベイズ統計解析による支配因子の予測



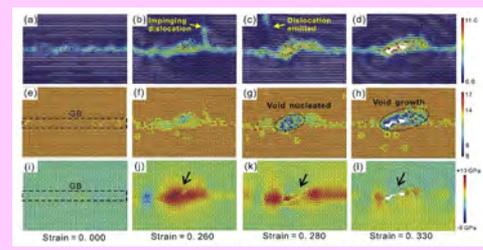
グレーボックス

水素適合性判断への活用

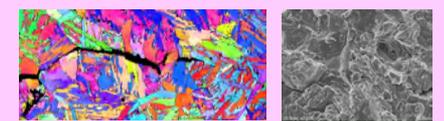
新奇マイクロ組織材料の開発への活用

- メカニズムとき裂進展特性の対応付け
- スモールデータに基づく予測システムの信頼性担保

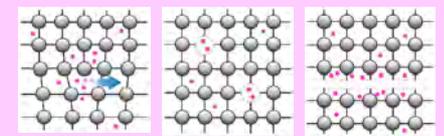
## 破壊メカニズムの階層横断的理解



素過程 (原子シミュレーション)



マイクロ破壊プロセス

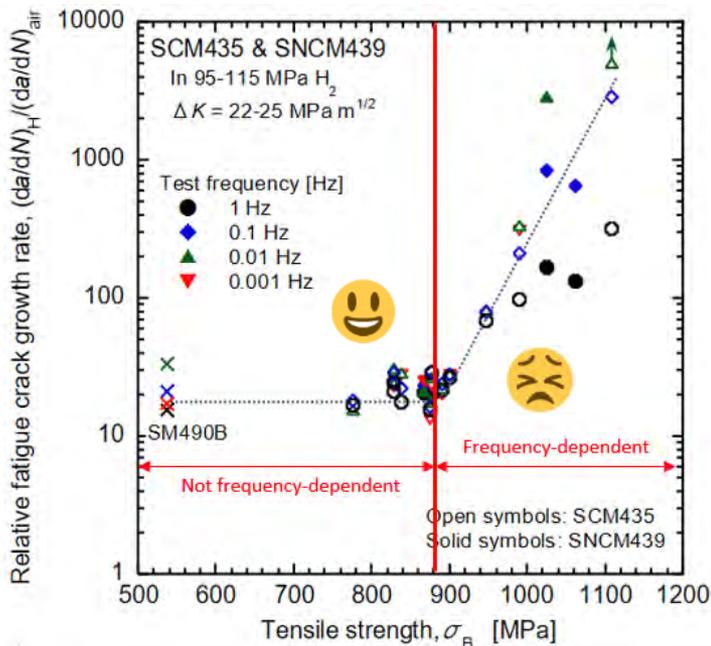


HELP      HESIV      HEDE  
基本メカニズム

## シンプルな質問(二択)

その材料の水素ガス中き裂進展は

サイクル数依存型? 😊 耐水素性: 良  
 or  
 時間依存型? 😞 耐水素性: 悪

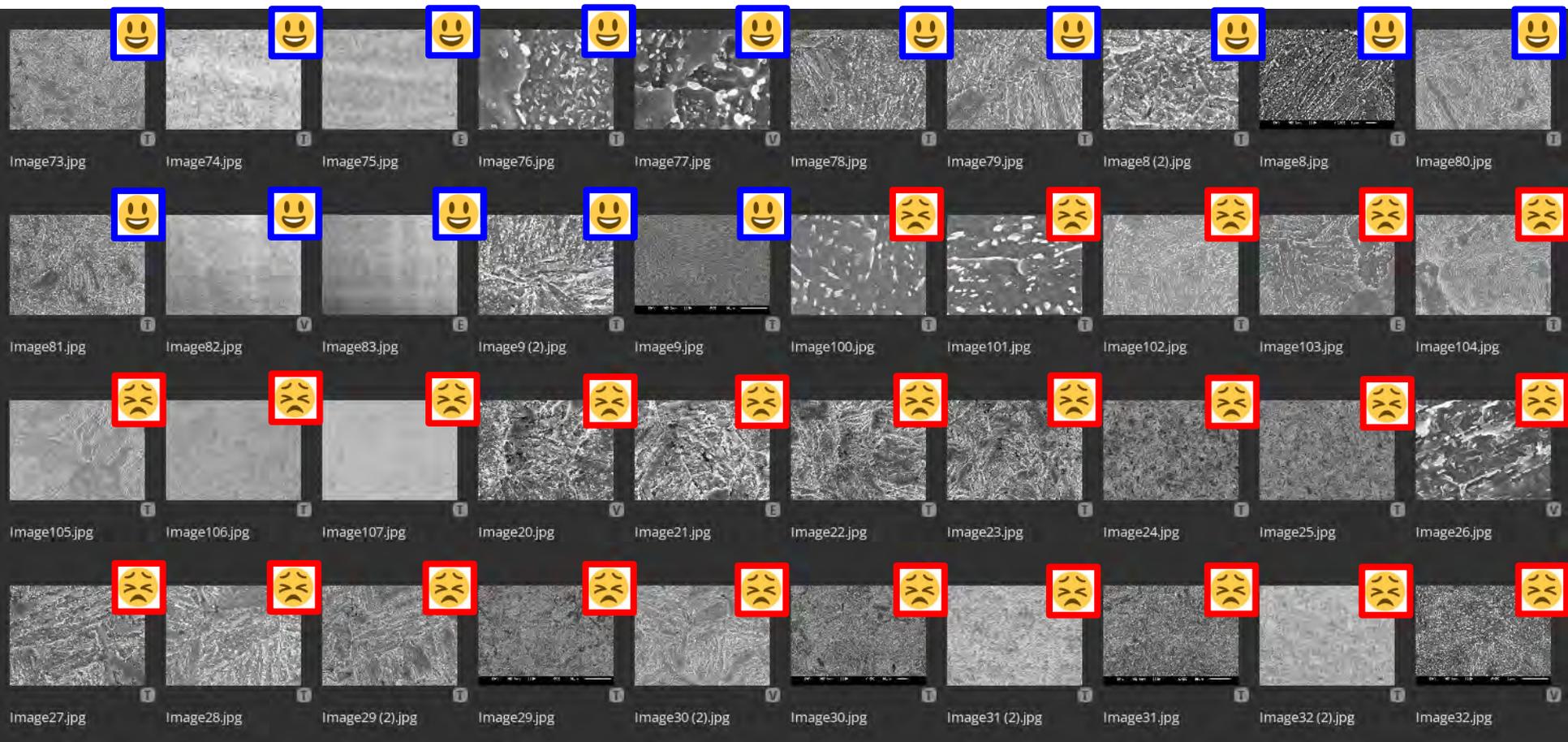


サイクル数依存型	時間依存型
J-600C ( $\sigma_B = 838 \text{ MPa}$ )	T-560C ( $\sigma_B = 947 \text{ MPa}$ )
K-630C ( $\sigma_B = 824 \text{ MPa}$ )	T-550C ( $\sigma_B = 1127 \text{ MPa}$ )
T-650C ( $\sigma_B = 875 \text{ MPa}$ )	T-600C ( $\sigma_B = 1002 \text{ MPa}$ )
	K-650C ( $\sigma_B = 903 \text{ MPa}$ )

Table 3 Heat treatment conditions of SCM435.

Material	Heat	Shape	Quenching	Tempering
Large-sized heat-treated material	J <sup>1)</sup>	Plate <sup>3)</sup>	900 °C/60 min, Oil-quenched	600 °C/100 min, Air-cooled
	K <sup>1)</sup>	Hollow cylinder <sup>3)</sup>	860 °C, Water-spray	630 °C, Air-cooled
	T <sup>1)</sup>	Hollow cylinder <sup>3)</sup>	900 °C, Oil-quenched	560 °C, Air-cooled
Small-sized heat-treated material	K <sup>2)</sup>	Near-shape of specimen <sup>4)</sup>	860 °C/60 min, Oil-quenched	650 °C/90 min, Water-cooled
			855 °C/30 min, Oil-quenched	550 °C/60 min, Water-cooled 600 °C/60 min, Water-cooled 650 °C/60 min, Water-cooled
	T <sup>2)</sup>	Near-shape of specimen <sup>4)</sup>	855 °C/30 min, Oil-quenched	550 °C/60 min, Water-cooled 600 °C/60 min, Water-cooled 650 °C/60 min, Water-cooled

# 低合金鋼のSEM組織写真(500倍~50000倍, 計204枚)による機械学習



😊 サイクル依存型

😞 時間依存型

# 正答率と今後の課題

DATA SET	IMAGES	PERCENT
Training Images	146	72 %
Validation Images	29	14 %
Test Images	29	14 %
Images in Split	204	100 %



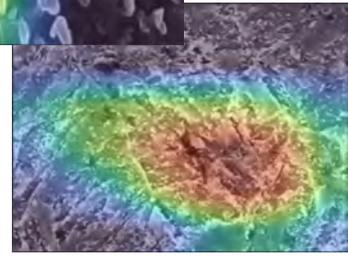
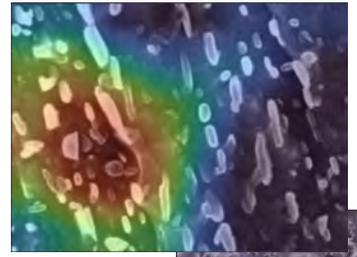
**Training-FreqDependency**  
Enhanced (272x204)  
Validation Accuracy: **96.6%**



- HALCON (Deep Learning有り) の **正答率: 50回以上試行し, 平均 約90% (最高96.6%)**
- LOBE (Microsoft社のフリーソフト) では, 平均 約80%

## 今後知りたいこと, やるべきこと

- コンピュータは何を見て判断している? (Heat Mapによる可視化など)
- メカニズムとの関連付け (疑似相関の排除)
- 画像データの蓄積 (多量化, 多様化, 最適化)
- 他の因子 (例: 化学成分, 機械的性質) の考慮と答えの複雑化 (例: き裂進展則パラメータとの関連付け) = 予測ツールの構築



Heat map

ご清聴ありがとうございました。

