

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

## 議題6-2-3.

# 水素用アルミ材料の基礎研究

平成 22年12月 3日

(社)日本アルミニウム協会  
住友軽金属工業(株)  
三菱アルミニウム(株)  
古河スカイ(株)  
日本軽金属(株)  
(株)神戸製鋼所  
昭和電工(株)

## I. 事業の位置づけ・必要性

- (1)社会的背景
- (2)事業の目的
- (3)水素社会構築共通基盤整備事業での位置付け
- (4)NEDOが関与する意義
- (5)国内外の研究開発の動向
- (6)実施の効果

## II. 研究開発マネジメント

- (1)事業の目標
- (2)事業の計画内容
- (3)研究開発の実施体制
- (4)研究の運営管理
- (5)情勢変化への対応
- (6)中間評価結果への対応

## III. 研究開発成果

- (1)開発目標と達成度
- (2)検討内容

## IV. 実用化、事業化の見通し

- (1)実用化、事業化までのシナリオ
- (2)波及効果

## 社会的背景

FCV搭載のVH3型複合圧縮水素容器(図1)に用いられるアルミ合金ライナー材

35MPa用例示基準は、2004年にJARI S 001として策定

- 70MPa対応の新例示基準策定(2010年)に向けて、必要データの蓄積が待たれる
- 自動車業界などから、軽量化・省素材化目的で高強度合金の開発も要望されている
- 前事業(H15・16)で、高圧水素中での試験を模擬できる評価方法として、水蒸気分圧制御大気中での低ひずみ速度(SSRT)試験(図2)を提案

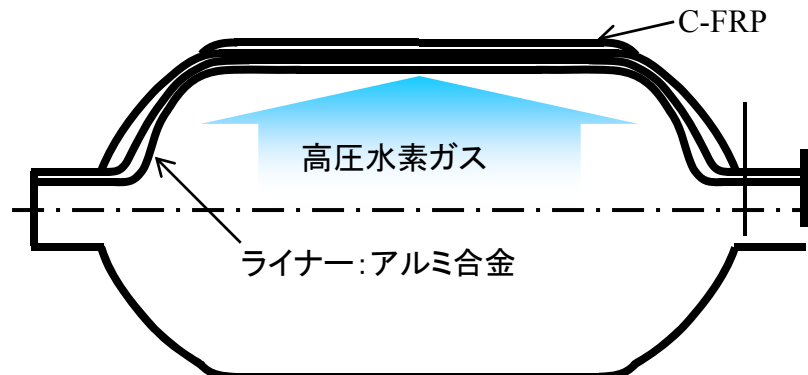


図1 VH3型高圧水素容器の構造

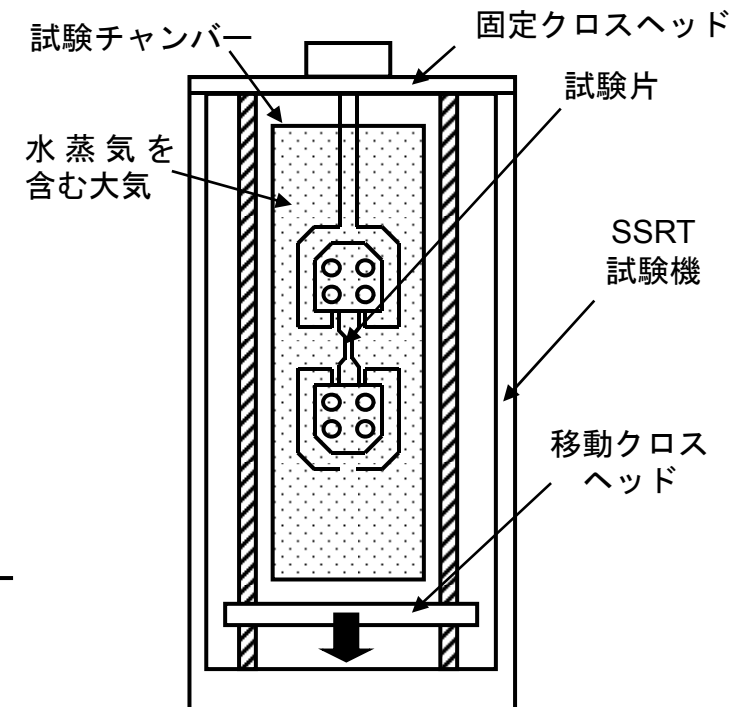


図2 水蒸気分圧制御大気環境下でのSSRT試験。

## 事業全体の目的

水素社会構築に向け燃料電池／水素エネルギー利用分野における既存規制の見直し等に資するデータ、高度な技術基準および標準化案を国内および国際標準に提案するためのデータ取得およびそれに関わる技術開発を実施する



燃料電池を広く安全に一般社会へ普及させる



我が国エネルギー供給の安定化・効率化、地球温暖化問題・地球環境問題の解決、新規産業・雇用の創出、水素エネルギー社会の実現等を図る

## 事業の目的

- 高圧水素ガス実環境下でのSSRT試験データとの相関をとり、代替評価法としての有用性を実証する。
- 本試験による脆化感受性データと水素の侵入・拡散・集積挙動との関係を調査し、基礎的な裏付けを行う。

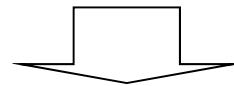
- 自動車業界や容器メーカーなどからのニーズ・情報を収集し、容器の軽量化を目指す。
- 例示基準JARI S-001,002で定められた6061合金よりも高強度の6000系・7000系合金について、関係特性の評価を行う

最有力候補材を実機の量産規模で作製し、新例示基準作成に資するデータを取得する。

## NEDOが関与する意義

水素用アルミ材の技術開発(容器・関連材料の軽量化・低コスト化)

- 社会的必要性:大、国家的課題
- 自動車・アルミニウム・圧力容器関連産業の競争力強化に貢献
- その他、水素インフラ分野へも展開可能
- 研究開発の難易度:高
- 投資規模:大＝開発リスク:大



NEDOがもつこれまでの知識、実績を活かして推進すべき事業

### (3) 国内外の研究開発の動向

FCV搭載のVH3型複合圧縮水素容器(図1)に用いられるアルミ合金ライナー材

35MPa用例示基準は、2004年にJARI S 001として策定

70MPa対応の新例示基準策定(2010年)に向けて、必要データの蓄積が待たれる

自動車業界などから、軽量化・省素材化目的で高強度合金の開発も要望されている

前事業(H15・16)で、高圧水素中での試験を模擬できる評価方法として、水蒸気分圧制御大気中での低ひずみ速度(SSRT)試験(図2)を提案

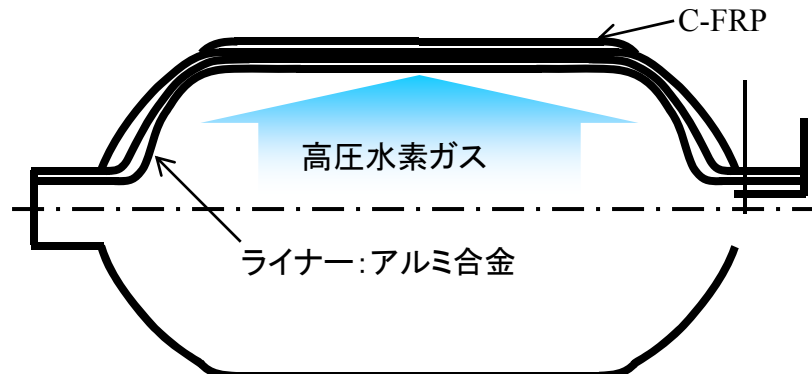


図1 VH3型高圧水素容器の構造

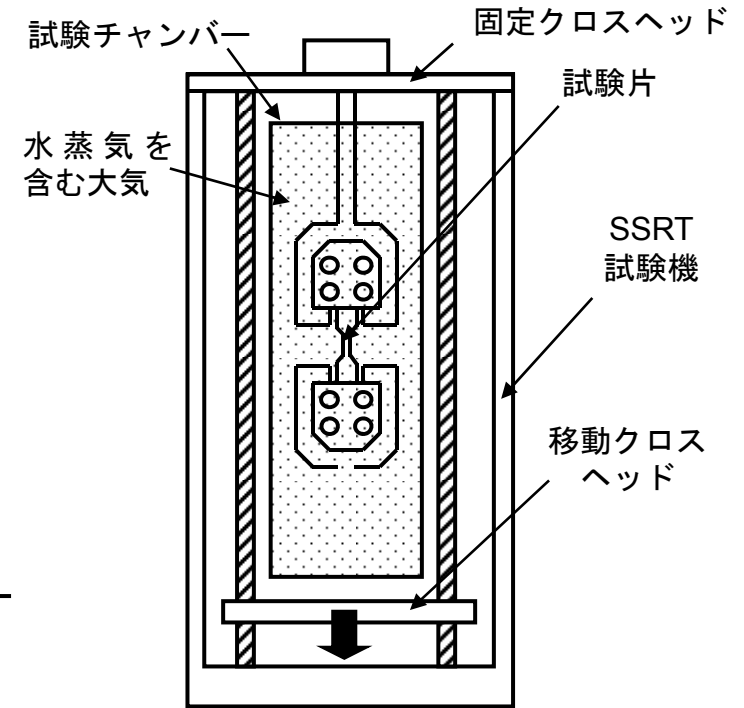
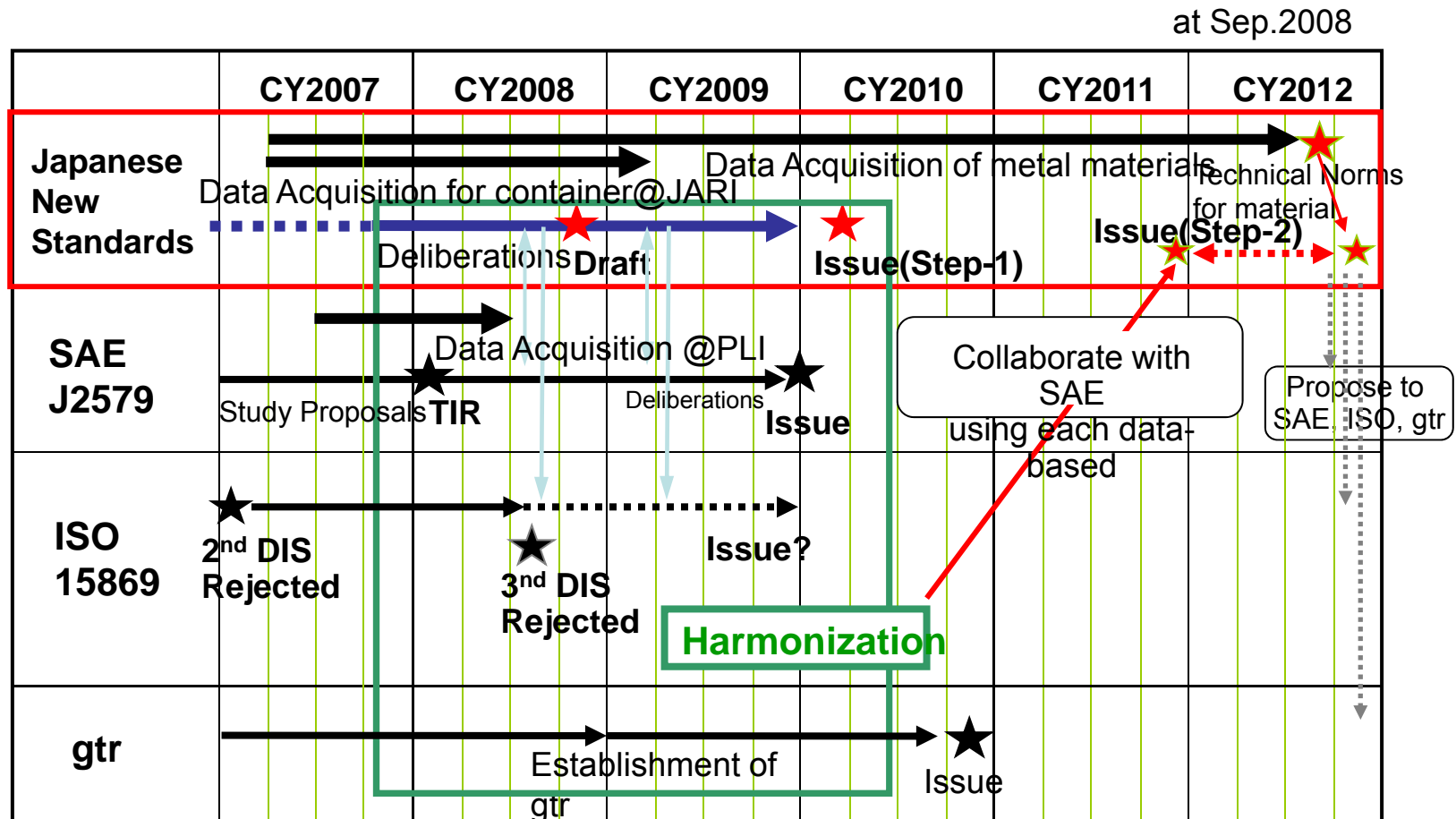


図2 水蒸気分圧制御大気環境下でのSSRT試験。

(4) 研究開発の世界比較

国際標準策定において、データを多く保有する日本が優位に進められる

Draft Schedule with International Harmonization





## 事業の目標(2009年度 最終目標)

- 高圧水素ガス実環境下でのSSRT試験データとの相関をとり、代替評価法としての有用性を実証する。
- 本試験による脆化感受性データと水素の侵入・拡散・集積挙動との関係を調査し、基礎的な裏付けを行う。
- 自動車業界や容器メーカーなどからのニーズ・情報を収集し、容器の軽量化を目指す。
- 例示基準JARI S-001,002で定められた6061合金よりも高強度の6000系・7000系合金について、関係特性の評価を行う。
- 最有力候補材を実機の量産規模で作製し、新例示基準作成に資するデータを取得する。

## 2. 研究開発マネジメントについて (1)研究開発目標の妥当性

## 研究開発目標と根拠

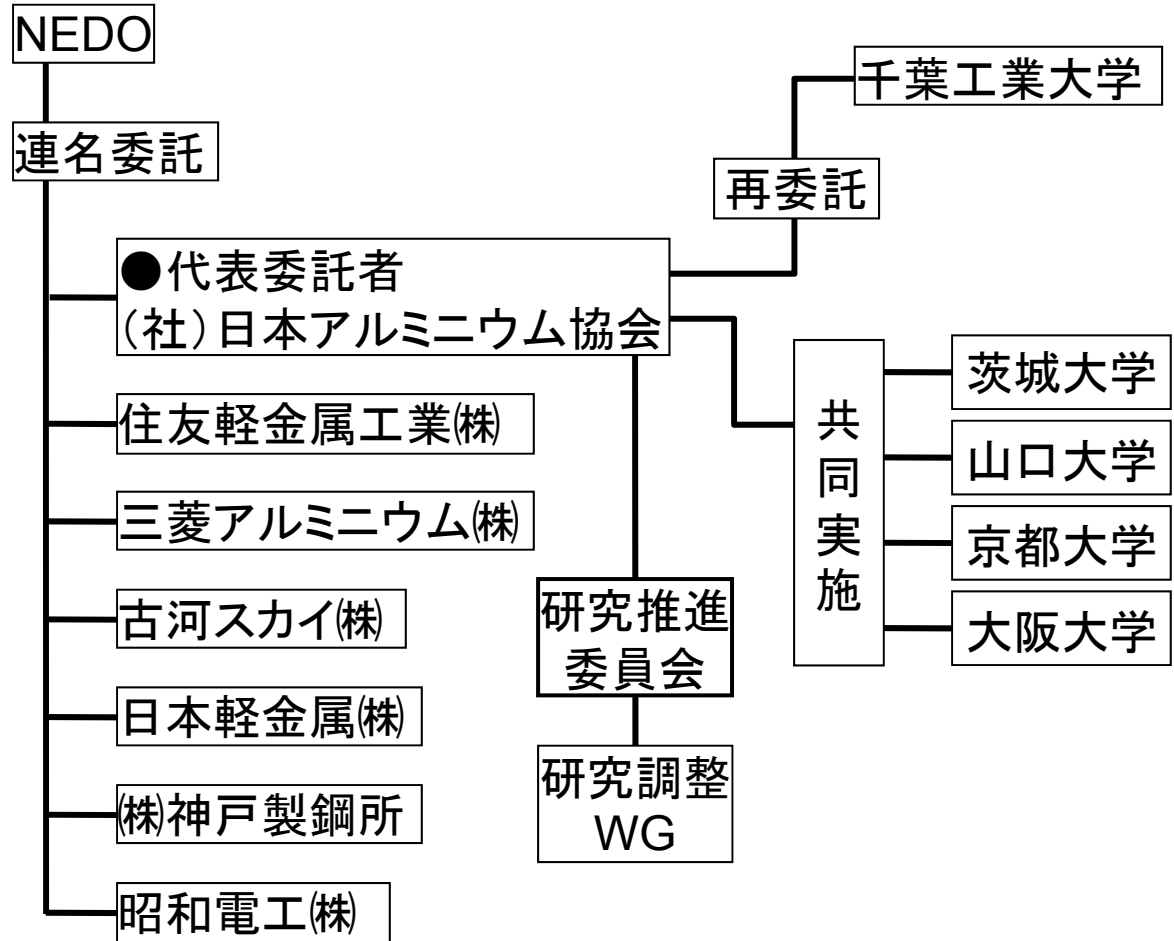
研究開発項目(個別テーマ)	研究開発目標	根拠
①耐水素脆化特性に及ぼす結晶粒粗大化の影響と、その発生要因の調査	6061および7075合金について、加工温度、加工速度との関係で、発生条件を調査し、粗大化試験材について、湿潤大気中SSRT試験により耐水素脆化性を評価する。	時として高圧容器ネック部で発生が見られ、その影響が懸念されていたため
②湿潤大気環境下でのデータの蓄積	6061合金より高強度の8合金について、湿潤大気中SSRT試験により耐水素脆化性を評価する。	自動車業界を中心に、低コスト・高強度材への要望が強かったため。迅速にできるという試験法のメリットを発揮できるため。
③水蒸気制御大気環境下と高圧下でのデータの対応関係調査	高圧下で脆化する試験材(非実用)を調製し、高圧下での試験データと水蒸気制御大気環境下でのデータを対応付ける。	代替試験として必須のため。
④水素挙動の解明	水素マイクロプリント法、昇温脱離分析などにより、アルミニウム中の水素の移動、トラップなどの挙動を解析する。	各種試験が完全に実使用と同じ条件で行えない現状を踏まえると、水素挙動の基礎データが必須となるため。
⑤LBB性の評価	引裂き試験により得られる単位き裂伝播エネルギーにより、6061,7075、および前記8合金のLBB性を評価する。	容器材料として、必要な特性であるため。
⑥例示基準策定のために必要な試験材の調製、必要データ取得	70MPa対応の例示基準策定のために必須となる試験材を見極め、量産規模で調製し、高圧を含めてデータ取得を行う。	例示基準策定に必須であるため。

## 研究開発のスケジュール

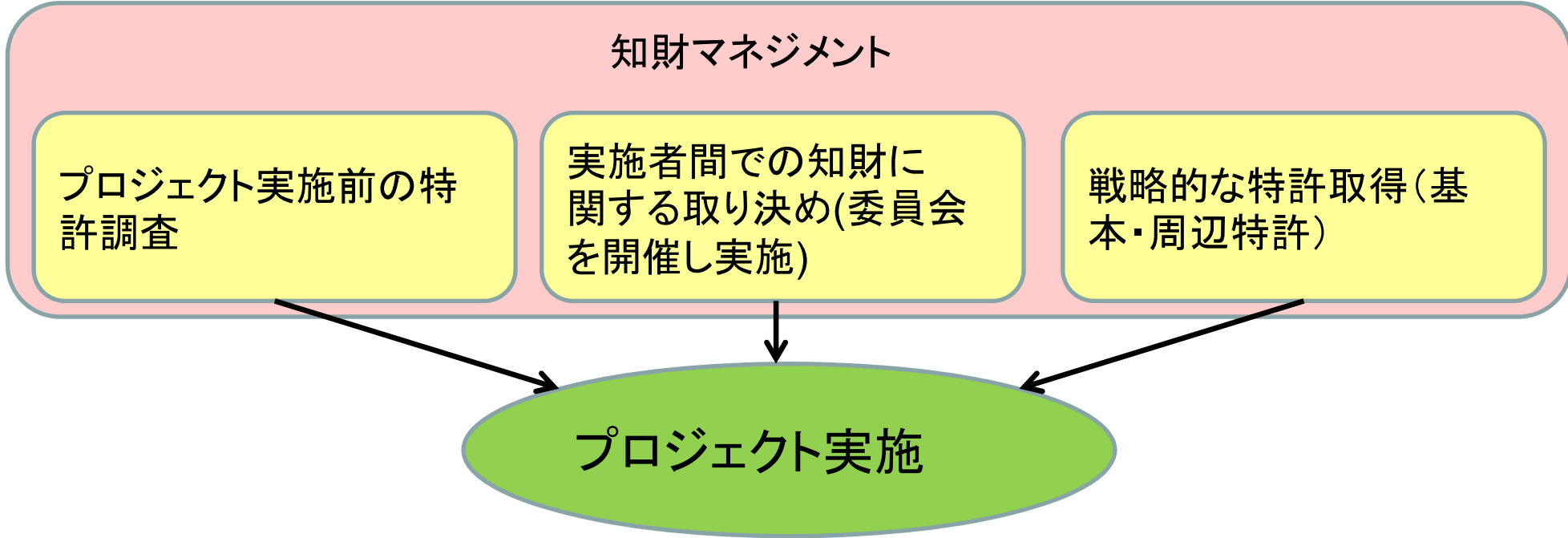
実施項目	2005	2006	2007	2008	2009
①耐水素脆化特性に及ぼす結晶粒粗大化の影響と、その発生要因の調査	→				
②湿潤大気環境下でのデータの蓄積	→				
③水蒸気制御大気環境下と高圧下でのデータの対応関係調査		→			
④水素挙動の解明	→				
⑤LBB性の評価		→			
⑥例示基準策定のために必要な試験材の調製、必要データ取得				→	

2010年3月例示基準策定(KHK殿)

# 水素用アルミ材料の基礎研究実施体制



知財マネジメントの重要性を踏まえて着実に実施した。



知財マネジメントは、研究開発事業の成否を握る要因であるだけでなく、研究開発マネジメントにも影響を及ぼす。

## 情勢変化等への対応

情勢	対応
KHK殿との綿密な打合せにより、天然ガス等での使用実績のない新規合金の例示基準化は困難であることを認識	<u>新規試験材(6066合金等)の例示基準化を断念し、高Si組成6061(6061HS)合金の量産規模調整に変更。</u>
例示基準化に高圧データ(引張、SSRT引張、平滑疲労、疲労き裂進展)の取得が不可欠であることを認識	<u>6061HS合金の高圧試験をNEDOを通じてJRCMグループに依頼、実施していただいた。</u>

## 中間評価結果への対応

評価者のコメント	対応
水素脆性の安全技術の中核の研究であり、波及効果の大きな研究である。	—
耐水素脆性の材料開発に結びつくため、実用化が期待できる可能性がある。	—
単なる測定やデータ提供に終わることなく、実用化には基礎物性をどう生かすかという視点や考え方が重要と思う。	挙動解析データと耐水素脆化特性データの関係の考察を強化。
水素用材料の評価技術として第一段階として着実な進展が見られるが、実用化した場合の評価として、材料の加工履歴、熱・機械応力、疲労など多面的な評価が必要。	耐水素脆化特性を高温でも評価。疲労特性データをより多く取得。
安全材料の情報の発信源としての役割を認識し、水素脆性に関する基礎データを多く採り、水素関連機器の材料選択の指針を示してほしい。その役割は重要である。	例示基準策定を見越して、当面の有望材料として、高Si組成6061(6061HS)、その後の候補材料として6000系、7000系合金数種を提言した。

## ・日本アルミニウム協会主催による「水素用アルミ材料の基礎研究推進委員会(年1回)」開催

### 外部有識者の意見を運営管理に反映

東京大学 菅野幹宏名誉教授、 高圧ガス保安協会 竹花 立見 室長  
日本自動車工業会 田村 浩明 WG長、榊田 明宏 WG長

- 反映内容 (1)耐水素脆化性との関係での組成の検討  
(2)例示基準策定に必要なデータの取得計画修正  
(3)低コスト・高強度材のデータ取得加速

## ・その他、以下の委員会を開催

「水素用アルミ材料の基礎研究調整WG(年5回)」

研究内容の進捗状況確認と今後の方針を協議。

「特許委員会(計3回)」

実施者間での知財に関する取り決め。戦略的な特許取得の検討。



## 3. 研究開発成果について (1)(中間)目標の達成度

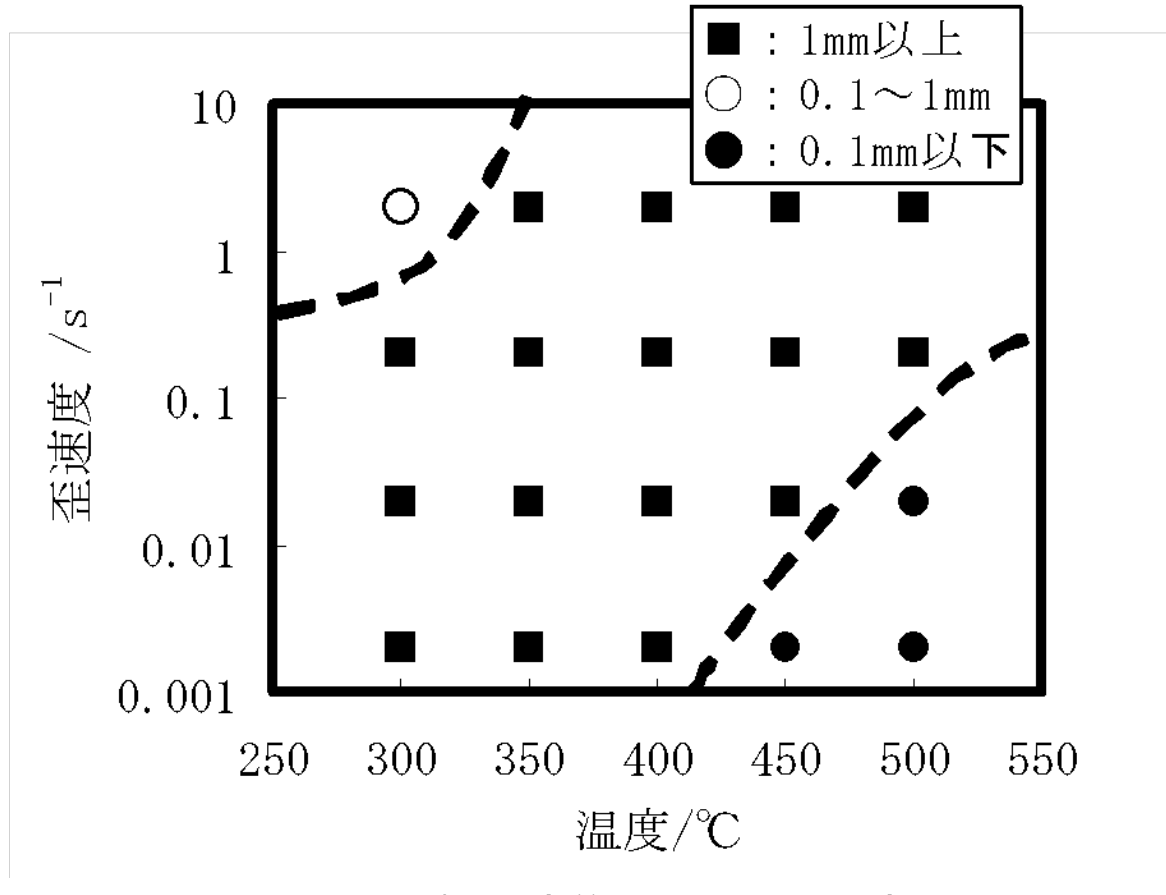
## (1) 個別研究開発項目の目標と達成状況

研究開発項目	目標	成果	達成度	今後の課題
①耐水素脆化特性に及ぼす結晶粒粗大化の影響と、の発生要因の調査	6061および7075合金について、温度・速度との関係で、発生条件を調査し、粗大化試験材について、湿潤大気中SSRT試験により耐水素脆化性を評価する。	発生条件および耐水素脆化性に及ぼす影響を明らかにした。	◎	他材種での同様な検討。一般原理の導出。
②湿潤大気環境下でのデータの蓄積	6061合金より高強度の8合金について、湿潤大気中SSRT試験により耐水素脆化性を評価する。	6000系はすべて、また7000系の一部も十分な耐水素脆化性を持つと判断された。	◎	機構解明。高圧試験データ取得。
③水蒸気制御大気環境下と高圧下でのデータの対応関係調査	高圧下で脆化する試験材(非実用)を調製し、高圧下での試験データと水蒸気制御大気環境下でのデータを対応付ける。	7000系の1材種について、25%RHの大気と70MPaの高圧水素が同等の環境であることを示した。	○	材種の拡大。
④水素挙動の解明	水素マイクロプリント法、昇温脱離分析などにより、アルミニウム中の水素の移動、トラップなどの挙動を解析する。	環境による材料内水素の挙動の差がないこと、水素侵入・放出において第二相の重要性を示した。	○	環境による水素侵入挙動の差の明確化。
⑤LBB性の評価	引裂き試験により得られる単位き裂伝播エネルギーにより、6061,7075、および前記8合金のLBB性を評価する。	7075を除く7000系で高く、6000系でやや低いことを示した。	◎	なし
⑥例示基準策定のために必要な試験材の調製、必要データ取得	70MPa対応の例示基準策定のために必須となる試験材を見極め、量産規模で調製し、高圧を含めてデータ取得を行う。	高Si組成の6061(6061HS)合金を量産規模で調製し、例示基準策定に必要なデータ取得を行った。	◎	同コストでより高強度の材種への適用。

# 研究成果

## 1. 結晶粒径におよぼす加工条件の影響

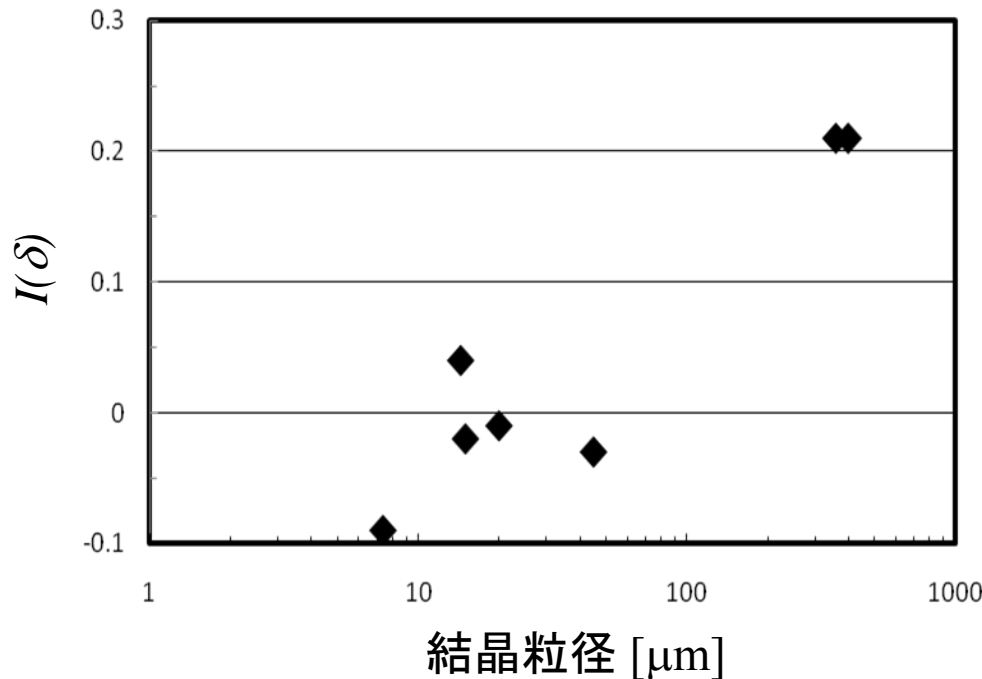
### 6061合金の結晶粒径とひずみ速度、加工温度の関係



6061合金溶体化処理材の結晶粒径と歪速度、加工温度との関係

# 研究成果

## 1. 水素脆化感受性に及ぼす粒径の影響



注

$I(\delta)$ : 脆化感受性指数

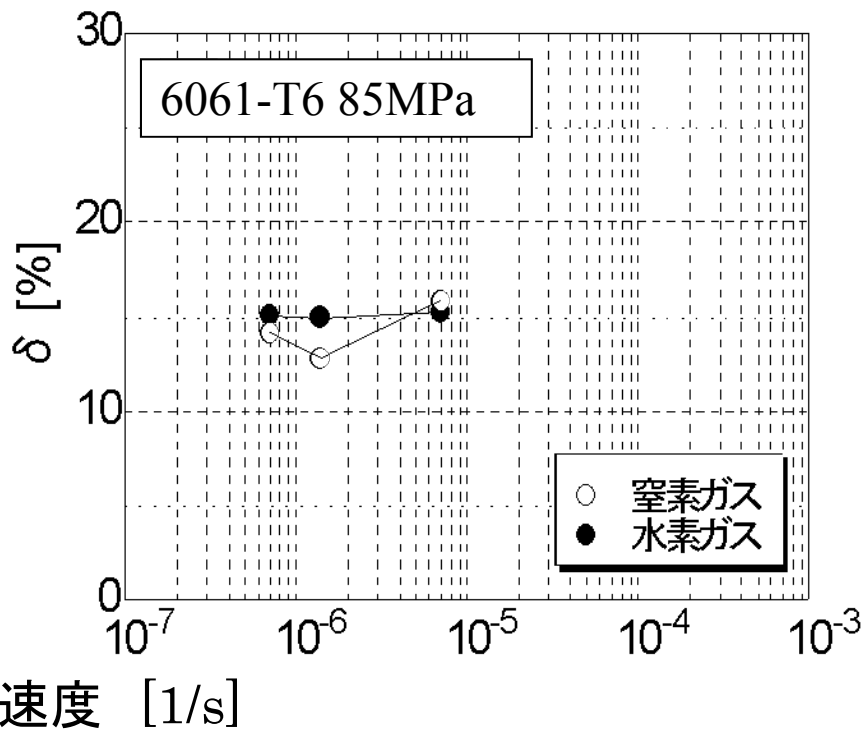
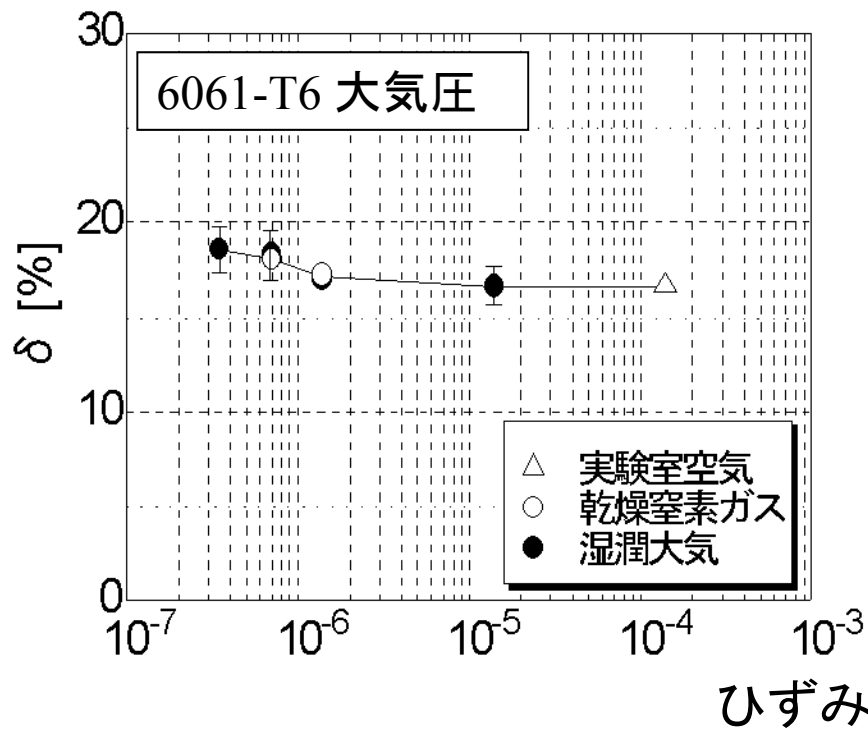
$$I(\delta) = \frac{\delta_{DNG} - \delta_{RH90}}{\delta_{DNG}}$$

$\delta$ : 破断伸び

DNG: 乾燥窒素ガス雰囲気(基準環境)

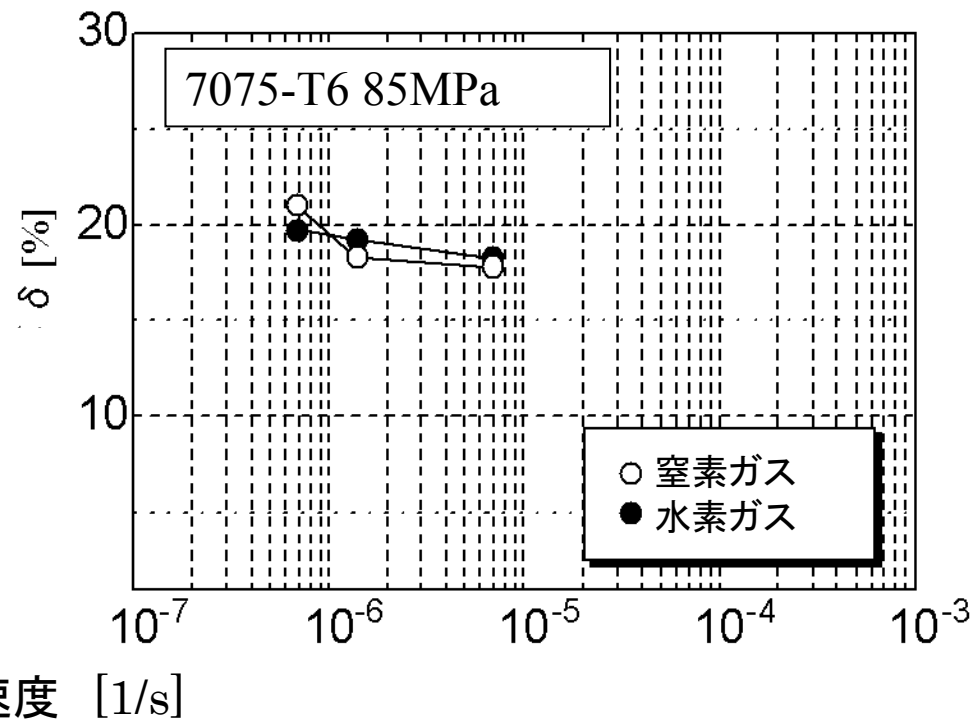
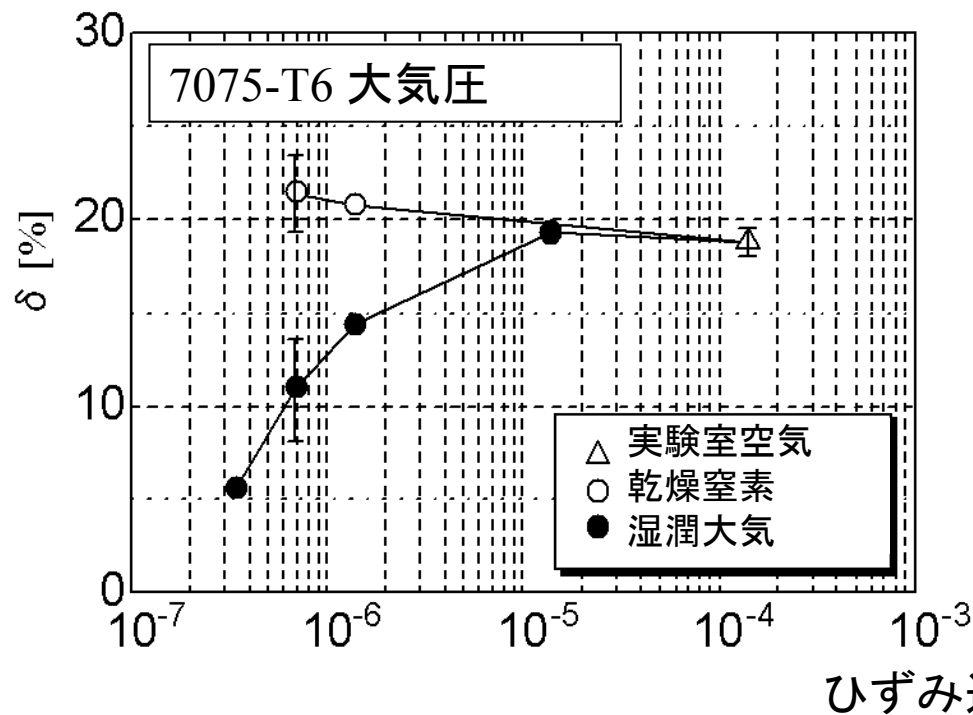
RH90: 相対湿度90%の湿潤大気雰囲気

結晶粒径が極端に粗大になると水素脆化にやや敏感になる



# 研究成果

## 2.3 高圧データとの相関調査



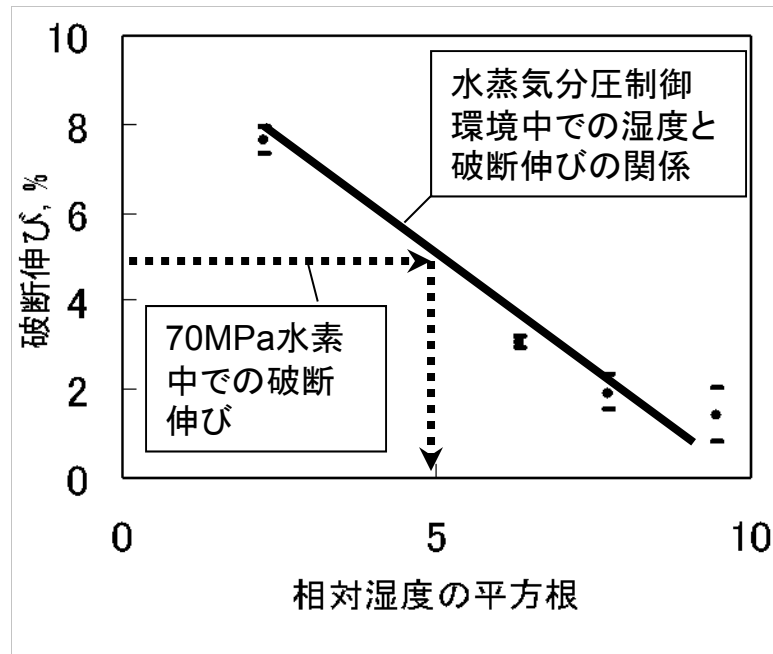
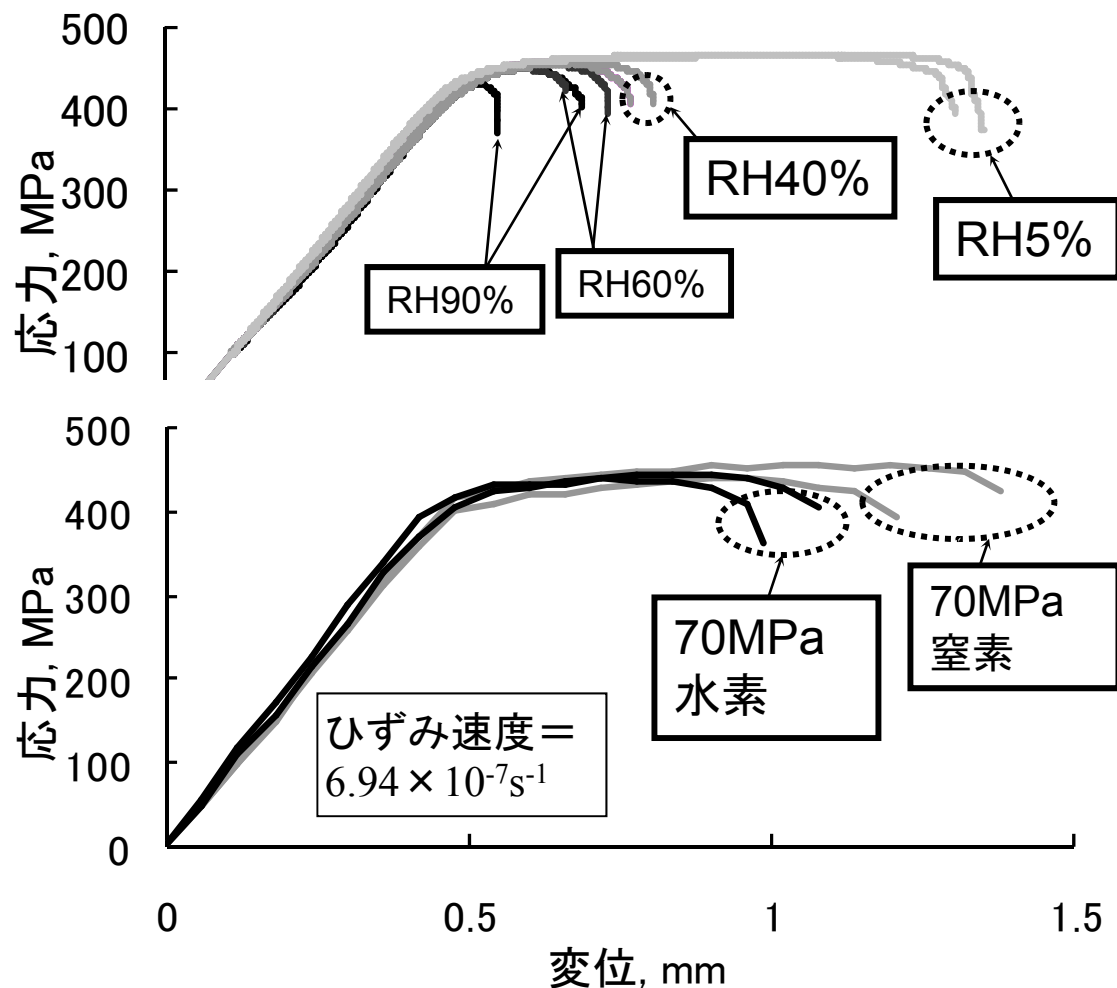
湿潤大気中で脆化を示す  
7075も高圧水素中では全く  
脆化が見られない。

湿潤大気環境のほうが高  
圧水素環境よりも厳しい。

# 研究成果

## 2.3 高圧データとの相関調査

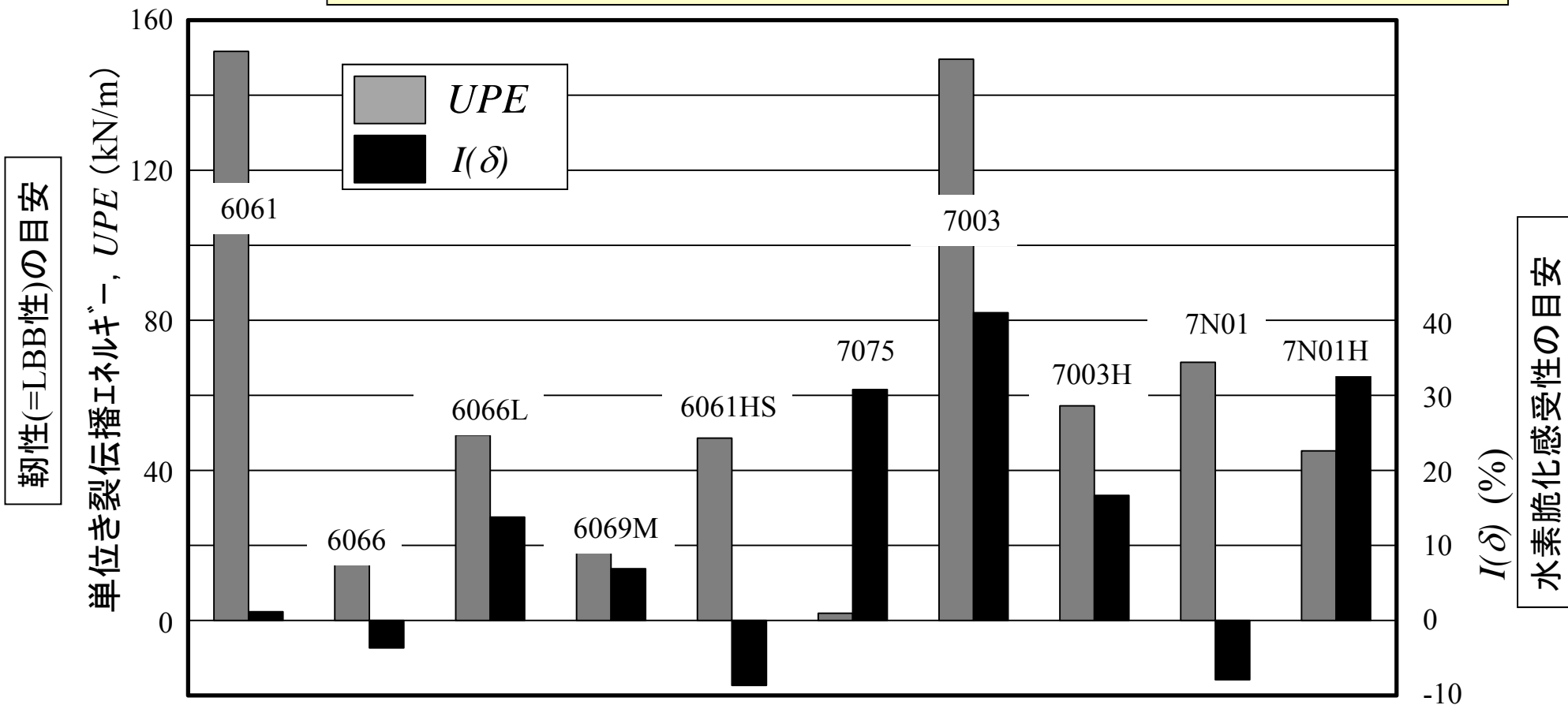
高純度7075-T6材の水蒸気分圧制御大気環境下および高圧下での  
応力-変位線図と70MPa水素中に対応する相対湿度の算出



**70MPa水素は、相対湿度25%にほぼ対応。**

# 研究成果

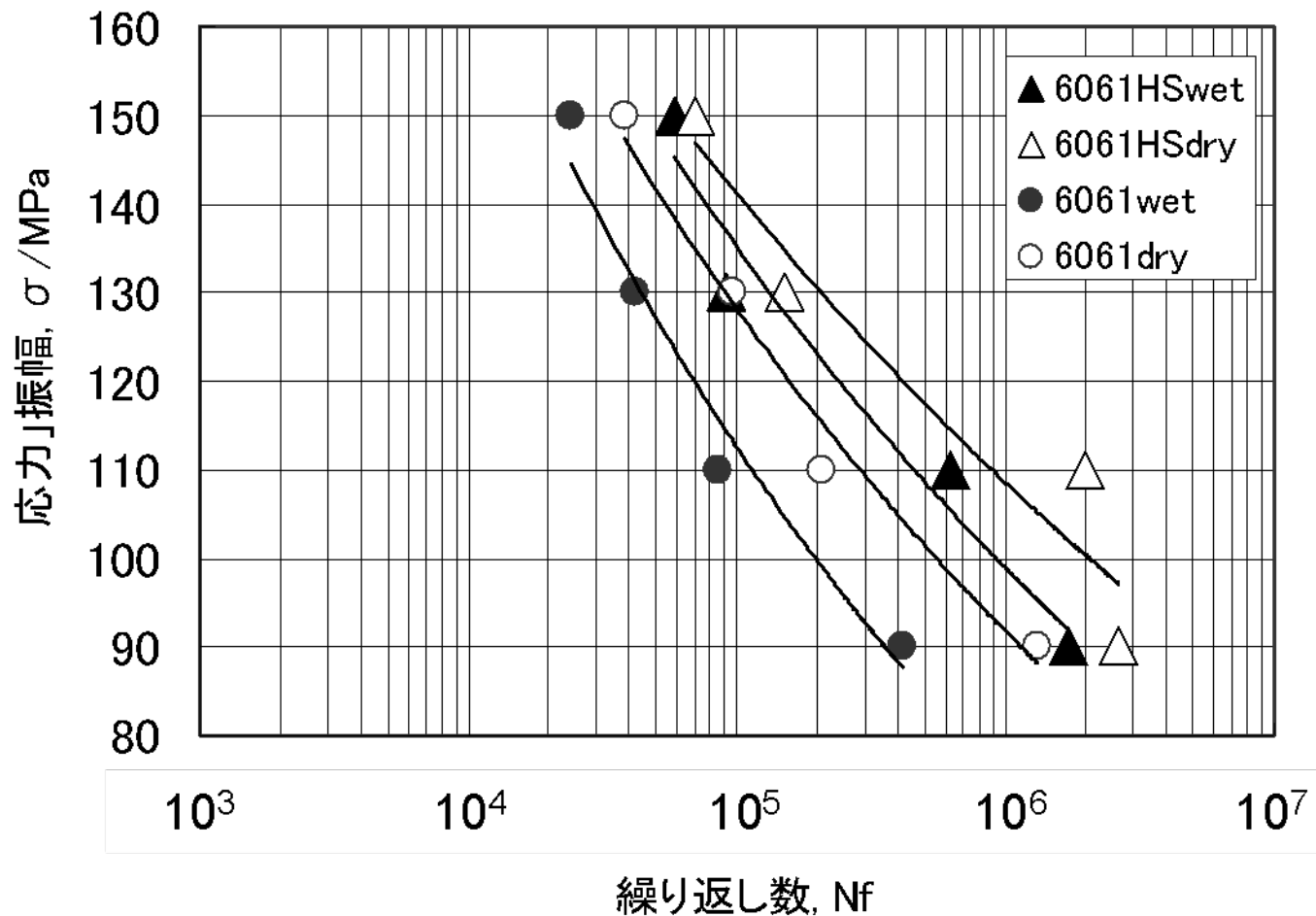
2.1, 2.2 多数の試験材の水蒸気分圧制御大気環境下でのLBB性評価および水素脆化感受性評価



- LBB性: 7000系>6000系
- 耐水素脆化性: 6000系>7000系
- 6066L(6061の高Siに近い)がバランスがとれている→6061HS

# 研究成果

## 2.1 多数の試験材の水蒸気分圧制御大気環境下での疲労特性評価

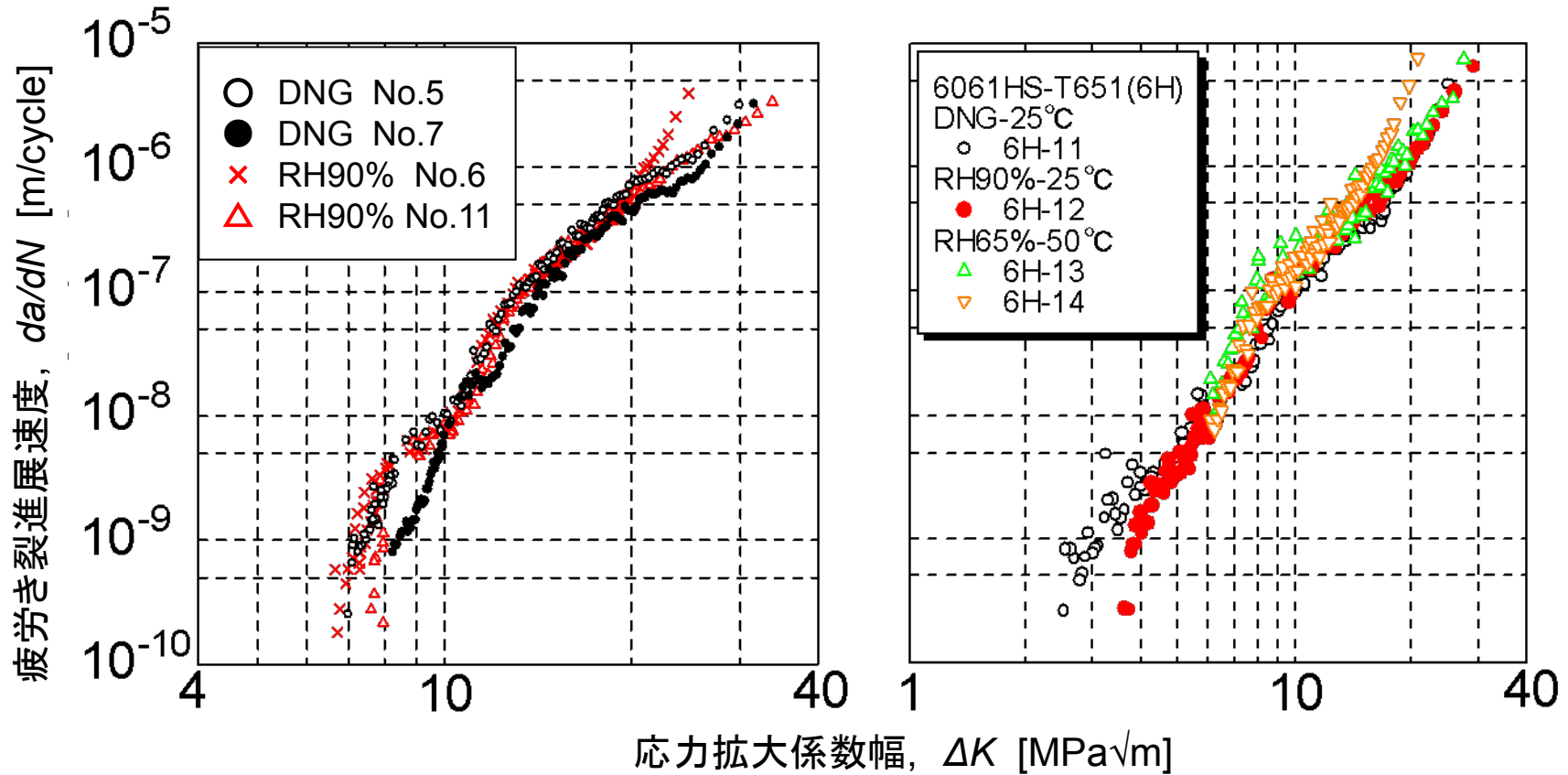


乾燥雰囲気よりも湿潤雰囲気において疲労寿命低下



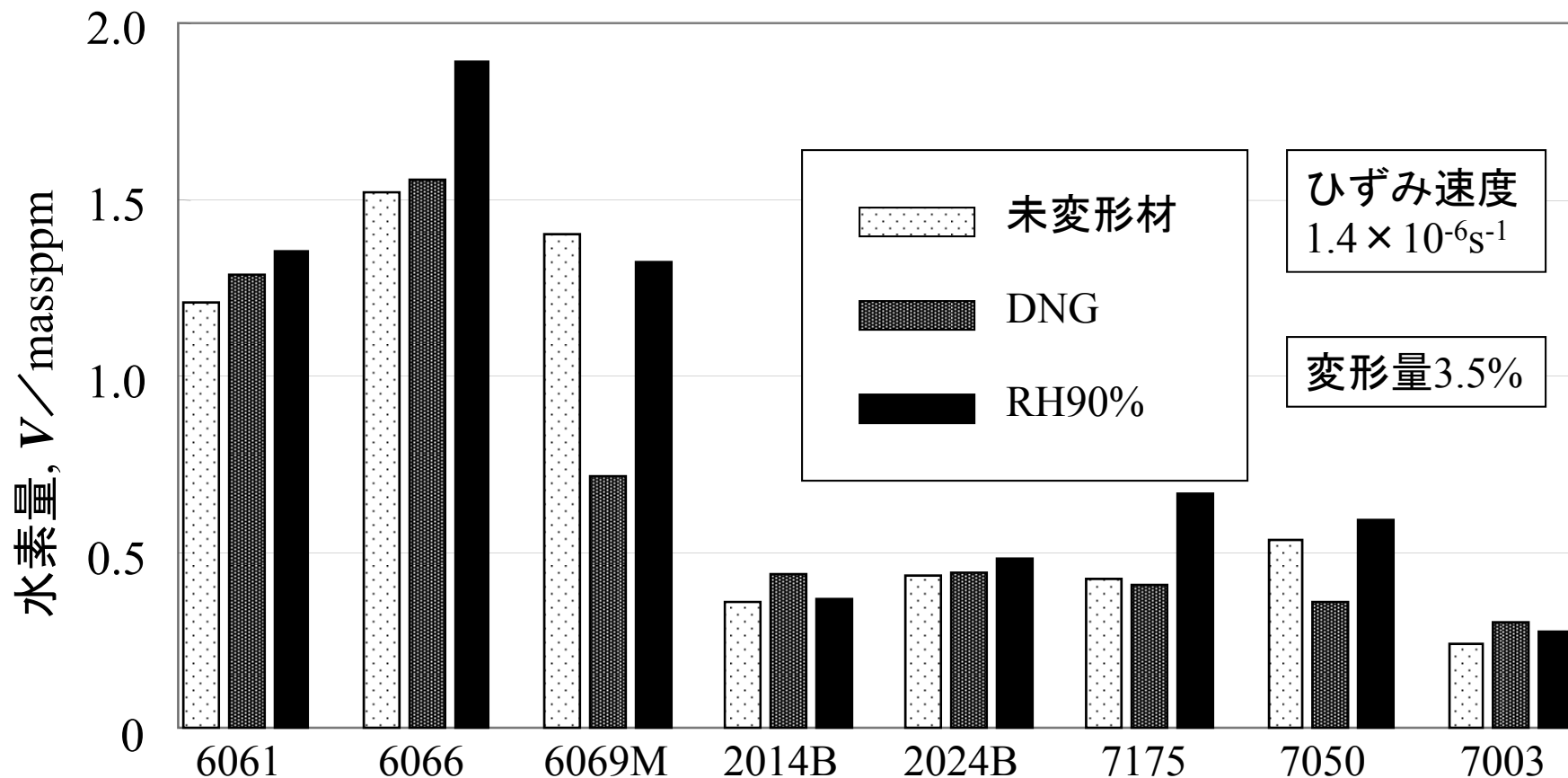
# 研究成果

## 2.1 多数の試験材の水蒸気分圧制御大気環境下での疲労特性評価

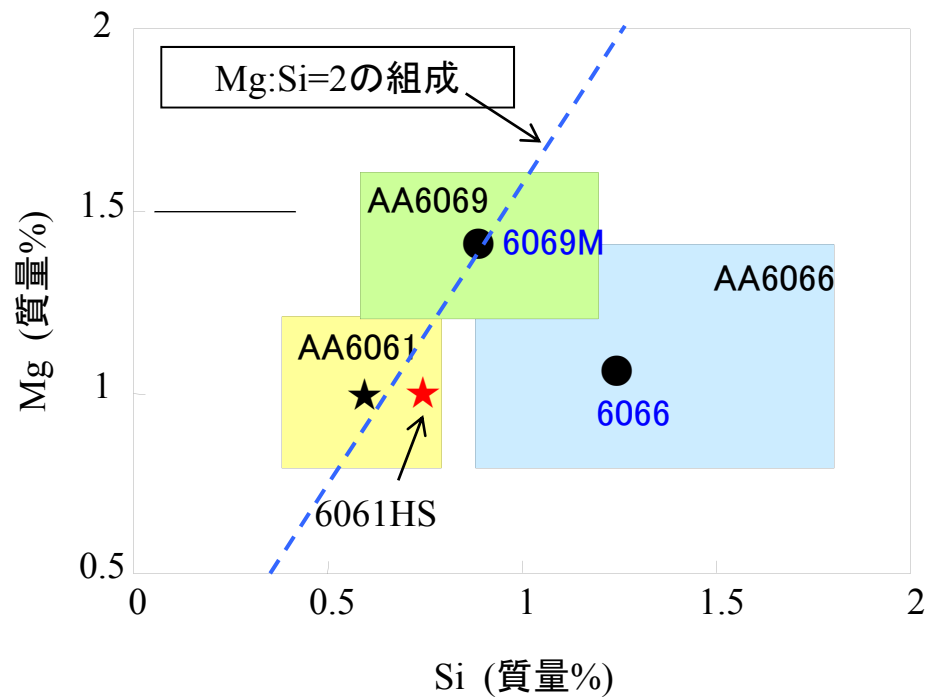


**6061や6061HSでは湿潤雰囲気にしても  
疲労き裂進展速度はほとんど変化しない**

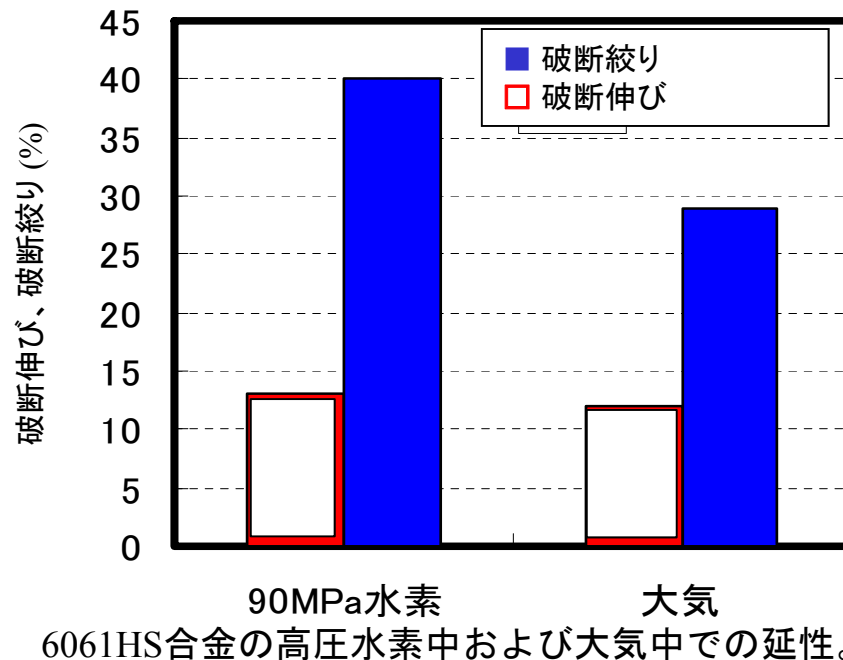
模擬環境および不活性環境で変形することによる水素量の変化



- 6000系は2000,7000系に比べて水素量が多い
- 模擬環境で変形することにより水素量が増える傾向



6061HS合金の組成(★)(他の規格合金の成分範囲との比較)。

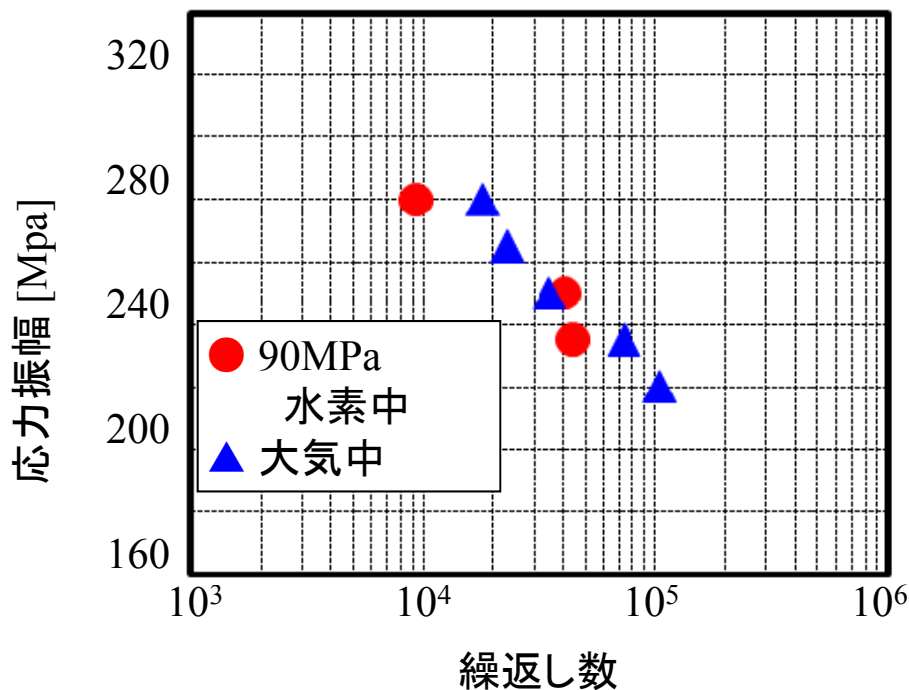


6061HS合金の高圧水素中および大気中での延性。

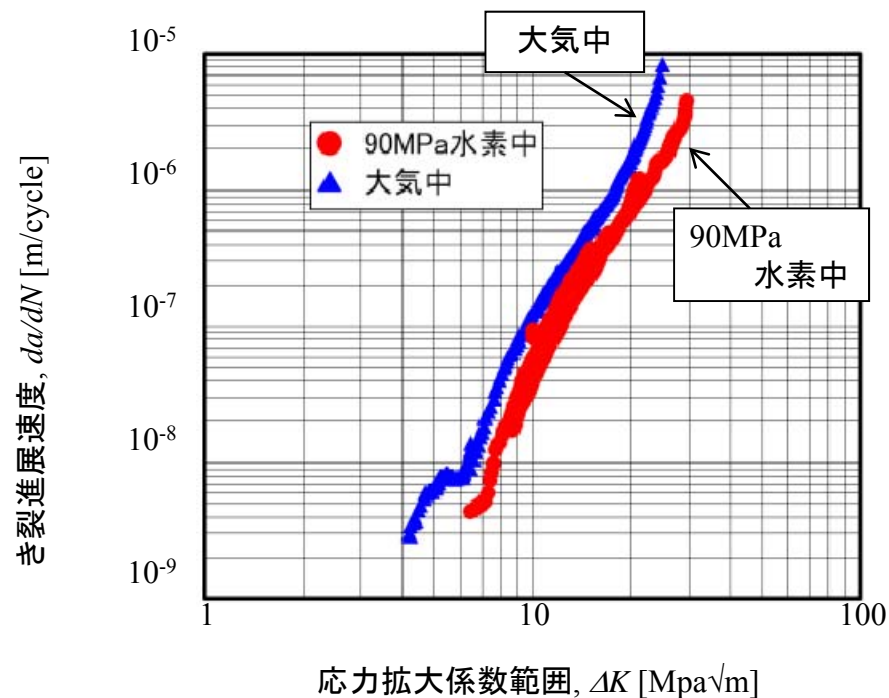
**Siを増量することにより強度が増加することを確認**

# 研究成果

## 3. 6061HSの調製、特性評価



6061HS合金のS-N曲線。



6061HS合金の疲労き裂伝播特性

6061HSは6061中心組成と同様に水素中での材料特性の劣化が全く見られない



例示基準策定に大きく貢献

## (3) 知的財産権、成果の普及

	H17	H18	H19	H20	H21	計
特許出願(成立特許)	—	—	3	—	—	3件
論文(査読付き)	1	3	1	4	4	13件
研究発表・講演	6	11	16	25	23	81件
受賞実績	—	—	1	2	2	5件
新聞・雑誌等への掲載	—	—	—	—	1	1件
展示会への出展	1	1	—	—	—	2件

4. 実用化、事業化の見通しについて (2) 事業化までのシナリオ

実施項目	2005	2006	2007	2008	2009	2010	・・・	2012		2015
①耐水素脆化特性に及ぼす結晶粒粗大化の影響と、その発生要因の調査		→								
②湿潤大気環境下でのデータの蓄積										
③水蒸気制御大気環境下と高圧下でのデータの対応関係調査										
④水素挙動の解明										
⑤LBB性の評価										
⑥例示基準策定のために必要な試験材の調製、必要データ取得										

国内例示基準策定(KHK殿)

12月国際標準gtr発行

使用材種拡大・新例示基準策定

燃料電池車の商用走行

4. 実用化、事業化の見通しについて (3)波及効果

