

水素スタンドで使用される低合金鋼製蓄圧器の
安全利用に関する技術文書

JPEC-TD 0003 (2017)

平成 29 年 12 月 22 日 制定

一般財団法人石油エネルギー技術センター

低合金鋼技術文書検討分科会委員

主査	辻 裕一	東京電機大学 工学部 教授
委員	吉川 暢宏	東京大学生産技術研究所 教授
委員	小川 武史	青山学院大学 理工学部 教授
委員	小茂鳥 潤	慶應義塾大学 理工学部 教授
委員	澁谷 忠弘	横浜国立大学 リスク共生社会創造センター 准教授
委員	西井 匠	一般社団法人 日本ガス協会 技術開発部 課長(平成 28 年度)
委員	高野 直幸	太陽日酸株式会社 開発・エンジニアリング本部 担当課長(平成 29 年度)
事務局		一般財団法人石油エネルギー技術センター

低合金鋼技術文書検討 TF メンバー

一般財団法人石油エネルギー技術センター	福本 紀・小林 拓・大島 伸司・笹川 明・主藤 祐功
株式会社日本製鋼所	和田 洋流・荒島 裕信・柳沢 祐介
国立大学法人東京大学	木村 光男
国立大学法人九州大学	松永 久生・山辺 純一郎
株式会社ベンカン機工	木之下 弘信・神道 義弘
高压昭和ポンベ株式会社	佐藤 学・増井 明久
JFE スチール株式会社	高木 周作(平成 28 年度)・長尾 彰英(平成 29 年度)
JFE コンテナ株式会社	高野 俊夫
一般財団法人金属系材料研究開発センター	前田 尚志
高压ガス保安協会	竹花 立美・佐野 尊
新エネルギー・産業技術総合開発機構	早坂 真紀

まえがき

近時、世界の CO₂ 排出量を半減することを目標として、燃料電池自動車の普及が強く期待されているが、燃料電池自動車の長所である航続距離を確保するため、車載容器の充填圧力も 70MPa (15°Cにおいて)まで許容されており、海外では常用圧力 90MPa を超える蓄圧器から瞬時最高圧力として 87.5MPa の水素充填が実施されている。一方、国内では一般高圧ガス保安規則の規定により圧縮水素スタンドの常用圧力が 82MPa 以下に制限されているが、82MPa 以上の設計圧力の蓄圧器が要求されることから、圧縮水素スタンドで使用する高圧ガス設備の設計及び材料選定において新たな基準整備が必要となった。

現行の高圧ガス保安法においては、そのような高圧ガス設備(特定設備)の材料、設計、制作、溶接、試験検査等に対応する技術基準として性能規定化された特定設備検査規則、及び特定設備の技術基準の解釈が制定されており、設計圧力が 100MPa を超える超高压領域の特定設備に対しては、詳細基準事前評価を前提として技術的に合理的な「超高压ガス設備に関する基準 KHKS 0220」が制定されている。

しかしながら、水素スタンドにおける蓄圧器用材料として低合金鋼を用いる場合においては、一般に水素脆化と呼ばれる水素の影響(正しくは、水素誘起遅れ割れ、もしくは水素誘起応力腐食割れ)による延性の低下が認められることから、かつ超高压領域で使用されるため、特定設備検査規則及び特定設備の技術基準の解釈や「超高压ガス設備に関する基準 KHKS 0220」等既存の技術基準においては、高圧水素環境における安全要件が十分に考慮されているとは言い難い。

以上の状況を鑑み、水素スタンドで使用される低合金鋼製蓄圧器の安全利用に必要な対応策を提供するため、詳細基準事前評価申請を前提として、使用者、製作者、鋼材供給者等幅広く意見を聴取し、次に述べる考え方に基づき本技術文書を作成した。

本技術文書においては性能要件を基本とし、特に鋼種を特定していないが、高圧水素環境下の材料特性の事例を示す場合には、従来蓄積されている SNCM439 のデータを示した。

また詳細基準事前評価申請時の根拠となる技術基準は、特定設備検査規則、特定設備の技術基準の解釈別添 1 及び一般高圧ガス保安規則を想定するが、水素スタンドで使用される低合金鋼製蓄圧器は最高 82MPa の高圧で使用されること、また、き裂進展が著しく加速する水素の影響を鑑み、KHKS 0220 等で規定されている解析要件等の要求も考慮することとし、検査周期を決定する方法として疲労き裂進展解析の適用を採用した。

JPEC TD 0003 目次

1	適用範囲	1
2	引用規格	1
3	用語の意味	2
4	材料	2
4.1	水素適合性の判定	2
4.2	製品と同等の材料の定義	4
4.2.1	鍛鋼品における「製品と同等の材料」の定義	4
4.2.2	継目無鋼管における「製品と同等の材料」の定義	4
5	設計	5
5.1	許容引張応力の設定	5
5.2	硬さ試験	5
5.3	衝撃試験	7
5.4	破裂前漏洩条件の検証	9
5.5	疲労解析	9
5.5.1	疲労解析における応力振幅の設定方法	9
5.5.2	蓄圧器の使切り繰返し数の設定	10
5.6	設計段階における疲労き裂進展解析	10
5.6.1	欠陥の検査方法及び初期想定欠陥寸法の設定	11
5.6.2	初期想定欠陥寸法に基づく疲労き裂進展解析の手順	12
5.6.3	疲労き裂進展解析の打切点	13
5.6.4	疲労き裂進展解析の事例	15
6	低合金鋼の水素適合性検証の事例	
6.1	SSRT データの事例	17
6.1.1	SSRT データの事例 (1)	17
6.1.2	SSRT データの事例 (2)	22
6.1.3	SSRT データの事例 (3)	27
6.2	疲労寿命データの事例	30
6.2.1	疲労寿命データの事例 (1)	30
6.2.2	疲労寿命データの事例 (2)	34
6.2.3	疲労寿命データの事例 (3)	40
6.3	疲労き裂進展データの事例	43
6.3.1	疲労き裂進展データの事例 (1)	43
6.3.2	疲労き裂進展データの事例 (2)	47
6.3.3	疲労き裂進展データの事例 (3)	50
7	補足資料	
7.1	金属加工(しわ)	54

1 適用範囲

本技術文書においては、水素スタンドで使用される鋼製蓄圧器の詳細基準事前評価申請を想定し、高圧水素環境下での長期使用を鑑み、現行の特定設備検査規則及び特定設備の技術基準の解釈の規定以外に考慮すべき注意事項及び判定根拠を技術文書として例示する。

- 常用の圧力 : 40MPa を超える圧力とする。
設計圧力 : 高圧水素環境下で当該材料特性を評価した際の試験圧力を超えないこと。
設計温度 : 下限温度を-30℃、上限温度を 85℃と想定する。
構造 : 溶接構造を有する蓄圧器は除く。

2 引用規格

- 特定設備検査規則 (昭和 51 年通商産業省令第四号)
特定設備の技術基準の解釈別添 1 (平成 24 年 3 月 23 日第 3 次改訂版)
容器保安規則関係例示基準(別添 1)一般継目無し容器の技術基準の解釈 (平成 27 年 6 月 29 日第 2 次改訂版)
- KHKS 0220:2016 超高压ガス設備に関する基準
JIS G 0306:2009 鍛鋼品の製造, 試験及び検査の通則
JIS Z 2244:2009 ビッカース硬さ試験法
JIS Z 2245:2011 ロックウェル硬さ試験法
ASTM G142-98:2016 Standard Test Method for Determination of Susceptibility of Metals to Embrittlement in Hydrogen Containing Environments at High Pressure, High Temperature, or Both
ASME Sec. VIII Div. 3 KD-10:2017 Special Requirements for Vessels in Hydrogen Service
JIS B 8266:2006 圧力容器の構造-特定規格
JPVRC 日本圧力容器研究会 材料部会 水素脆化専門委員会, 2-1/4Cr-1Mo 鋼の水素脆化割れ 下限界応力拡大係数 KIH の測定とその評価:1989
JIS G 0587:2007 炭素鋼鍛鋼品及び低合金鋼鍛鋼品の超音波探傷試験法
JIS G 0582:2012 鋼管の自動超音波探傷検査方法
NDIS 2431:2017 日本非破壊検査協会規格「圧縮水素スタンド用鋼製蓄圧器の超音波探傷試験方法」
JIS Z 2320-1:2007 非破壊検査-磁粉探傷試験-第 1 部:一般通則
JIS Z 2320-2:2007 非破壊検査-磁粉探傷試験-第 2 部:検出媒体
JIS Z 2320-3:2007 非破壊検査-磁粉探傷試験-第 3 部:装置
JIS Z 2343-1:2001 非破壊検査-浸透探傷試験-第 1 部:一般通則:浸透探傷試験方法及び浸透指示模様の分類
JIS Z 2343-2:2009 非破壊試験-浸透探傷試験-第 2 部:浸透探傷剤の試験
JIS Z 2343-3:2001 非破壊試験-浸透探傷試験-第 3 部:対比試験片
JIS Z 2343-4:2001 非破壊試験-浸透探傷試験-第 4 部:装置
JIS G 0583:2012 鋼管の自動渦電流探傷検査方法

3 用語の意味

- (1) 常用の圧力
通常の使用状態において当該設備に作用する圧力(圧力が変動する場合は、その変動範囲のうち最高の圧力)。
- (2) 最高運転圧力
設備が正常に稼働している場合の最高の圧力。
- (3) 最低運転圧力
設備が正常に稼働している場合の最低の圧力。
- (4) 運転温度
設備が正常に稼働している場合の温度。
- (5) 設計圧力
最高運転圧力以上の圧力で、対応する温度とともに設計荷重の条件に使用し、かつ安全装置の設定圧力の基礎となる圧力。
- (6) 設計温度
対象とする部分において、対応する圧力との関連から最も厳しい条件に対して定める運転温度又はそれ以上の温度で、設計に使用する温度。
備考 1. 最も厳しい条件に定める運転温度とは、材料強度に関して最も厳しくなる金属温度をいう。
2. 設計温度は通常高温側の最高設計温度であるが、低温側の使用限界の意味で最低設計金属温度の用語を用いる。
- (7) 最低設計金属温度
高圧ガスを使用する場合の低温側の使用限界の最低の金属温度。
- (8) 水素適合性
材料が高圧水素環境下で使用可能であること。
- (9) SSRT (Slow Strain Rate Tensile Test)
低歪速度引張試験。
- (10) 水素適合性検証済引張強さ
良好な水素適合性を示すことが検証された材料について、材料製造者が提示する機械的特性における引張強さ。
- (11) 許容引張応力
圧力容器の設計上許容される引張応力の限界。
- (12) 破裂前漏洩
蓄圧器の表面き裂が肉厚内を安定的に進展し、不安定破壊を生じる前に貫通して内部流体が漏洩する事象。
- (13) 初期想定欠陥寸法
検査により検出可能な大きさを超えない範囲で申請者が設計時の疲労き裂進展解析で用いる初期き裂の大きさ。

4 材料

4.1 水素適合性の判定

低合金鋼に関する水素影響の研究によれば、材料の強度が高くなるほど水素の影響が顕著となる傾向が明らかとなっており、水素影響を小さくするためには適切な強度に調整した材料を用いる必要がある。

水素の影響が小さい適切な材料強度を選定するための方法として、蓄圧器内面近傍から、あるいは本技術文書 4.2 に定める製品と同等の材料における蓄圧器内面近傍から、蓄圧器円筒胴部の周方向と試験片の軸方向が一致するよう試験片を採取する。ASTM G142-98 に準拠して設計圧力及び最低設計金属温度における水素ガス中 SSRT を実施するとともに、大気圧及び最低設計金属温度における大気中もしくは不活性ガス中 SSRT を実施する。水素ガス中 SSRT の応力-変位線図において極大値を示すことを確認したうえで、当該材料の機械的特性として測定された引張強さを水素適合性検証引張強さとする。この時、大気中と水素中の応力-変位線図を比較し、図 4.1 (a) に示すように水素ガス中 SSRT の応力-変位線図において極大値を示さない場合は不適合とする。図 4.1 (b) 及び(c) のように、大気中と水素中の応力-変位線図が同様の傾向を示し、水素ガス中 SSRT の応力-変位線図において極大値を示すことを確認した場合は適合とする。ただし、高圧水素と大気環境の試験機の機差による弾性域の勾配や最大応力の軽微な相違は除く。

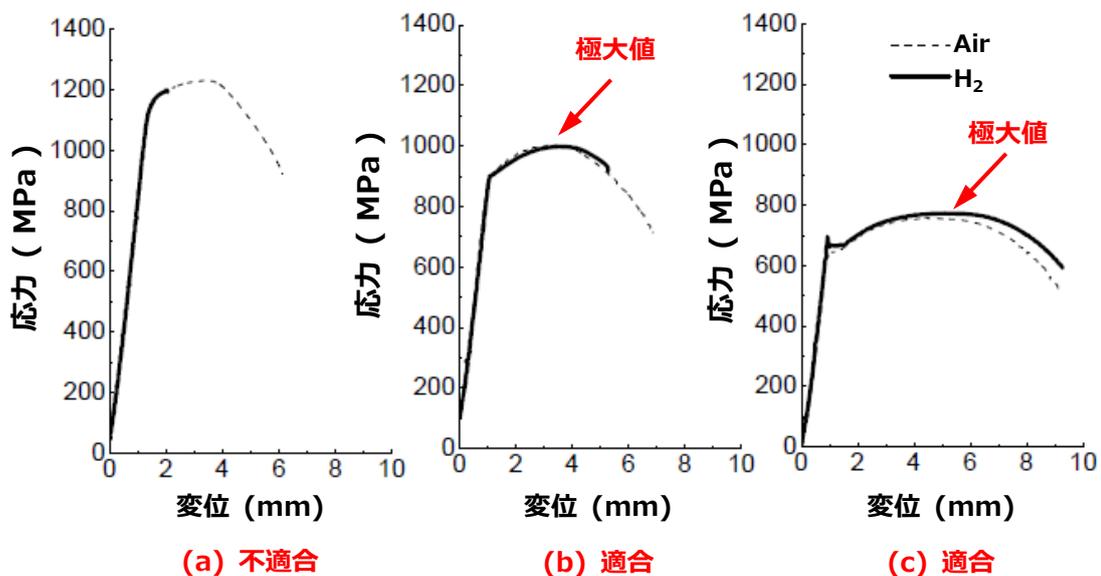


図 4.1 SSRT における応力-変位線図の模式図

以下の(1)または(2)のいずれかを満たす場合には、常温における水素ガス中 SSRT により代替可能であるものとする。

(1) 高圧水素中既存データを用いる場合

成分及び機械的特性が同等の材料において、ASTM G142-98 に準拠して大気中及び設計圧力における水素ガス中 SSRT を実施し同等性を確認した場合においては、最低設計金属温度における応力-変位線図において極大値を示すことが確認された既存データを引用することができる。

(2) 高圧水素ガス環境を模擬した環境で SSRT を実施する場合

高圧水素ガス環境を模擬することが妥当と考えられる試験環境において SSRT を実施し、設計温度における応力-変位線図において極大値を示すことを確認する。

備考： 高圧水素ガス環境を模擬することが可能な試験法として、中空試験片に高圧水素ガスを封入した試験や不凍液媒体を用いた連続陰極チャージ試験法等が検討されている。

注記： 低合金鋼の高圧水素中 SSRT 特性については、6.1 SSRT データの事例を参照のこと。

4.2 製品と同等の材料の定義

加工・熱処理等により機械的特性が大幅に変化する低合金鋼の材料性能を適切に評価するためには、蓄圧器本体から試験片を採取することが望ましいが、経済的合理性の観点から、蓄圧器本体を解体することは好ましくない。

このような観点から、蓄圧器素材となる鍛鋼品及び継目無鋼管について、小型供試体から試験片採取が可能となるよう以下のように製品と同等の材料を定義する。

4.2.1 鍛鋼品における「製品と同等の材料」の定義

JIS G 0306 を参照し、蓄圧器の素材が鍛鋼品の場合における「製品と同等の材料」の定義は以下による。

本体余長部から採取したもの。または、受渡当事者間の協定によって、(a)～(d)の条件をすべて満たすもの。

- (a) 受渡し当事者間で合意された製品と同一仕様にに基づき製造された鋼塊を用い、鍛鋼品と同一種類の熱間加工を行うもの。
- (b) 最大鍛錬成形比が、鍛鋼品の最小鍛錬成形比以下のもの。
- (c) 鍛鋼品と同一熱処理炉で、同一の熱処理を行うもの。
- (d) 厚さ又は直径は、鍛鋼品の最大厚さ又は最大直径以上のもの。

4.2.2 継目無鋼管における「製品と同等の材料」の定義

油井管用途等の利用が多い継目無鋼管においては、「製品と同等の材料」が定義された材料規格が存在しないことから、容器保安規則関係例示基準(別添 1)一般継目無し容器の技術基準の解釈を参照し、蓄圧器の素材が継目無鋼管の場合における「製品と同等の材料」の定義は以下による。

次の(a)又は(b)のいずれかを満たすことにより、継目無鋼管から製造する製品の同等性を確認する。

- (a) 蓄圧器について行う場合にあっては同一の蓄圧器製造所において同一の材料仕様かつ同一の製造条件で製造された蓄圧器であって肉厚、胴部の外径及び形状が同一であるもの。
- (b) 受渡し当事者間で合意された製品と同一仕様にに基づき製造されたブルーム又はビレットを用い、製品と同一種類の熱間加工により製造された円筒材料であって肉厚が同一である

もの(長さが胴部の外径の3倍以上のものに限る)の両端を板で閉じたうえで、製品と同一の熱処理を行ったもの。ただし、蓄圧器において、絞り加工等管端開口部を減面する加工を施さない場合にあっては、両端を板で閉じる必要はない。

5 設計

5.1 許容引張応力の設定

水素の影響を小さくするために材料の強度を適正な範囲に調整する必要があり、詳細基準事前評価申請に際しては、特定設備の技術基準の解釈別添1別表1に定められた許容引張応力を適用することが困難な場合が多い。

このような状況を鑑み、以下の(1)～(3)の手順により詳細基準事前評価申請における許容引張応力の設定方法を例示する。

- (1) 材料製造者は、水素適合性検証済引張強さ及び設計温度における引張強さと降伏点を提示する。この時、蓄圧器円筒胴部の周方向と引張試験片の軸方向が一致するよう試験片を採取する。ただし、硬さ試験等により蓄圧器円筒胴部の周方向と軸方向の機械的特性が同等と判断し得る場合は、軸方向から採取した引張試験片を用いてよい。
- (2) 蓄圧器製造者は、製品または本技術文書4.2で定めた製品と同等の材料から採取した試験片により、実際の引張強さが、許容引張応力の根拠となる材料製造者が提示した最小引張強さ以上であり、かつ、材料製造者から提示された水素適合性検証済引張強さを超過していないことを検証する。この時、蓄圧器円筒胴部の周方向と引張試験片の軸方向が一致するよう試験片を採取する。ただし、硬さ試験等により蓄圧器円筒胴部の周方向と軸方向の機械的特性が同等と判断し得る場合は、軸方向から採取した引張試験片を用いてよい。
- (3) 許容引張応力の設定においては、(1)で材料製造者から提示された引張強さと降伏点に基づき、特定設備検査規則第14条の規定(最小引張強さの1/4または最小降伏点の1/1.5のいずれか小さい値)に従う。ただし、申請者が十分な根拠をもって申請する場合にあってはこの限りではない。

5.2 硬さ試験

100MPa級蓄圧器は非常に大きな肉厚となるため、熱処理時に不均質な特性を生ずることが懸念されるため、図5.1に示すように硬さ試験を行い、以下の(1)～(5)の手順により硬さ試験から蓄圧器の引張強さを推定し、適正な範囲にあることを確認する。

- (1) 蓄圧器円筒胴部または本技術文書の4.2.1及び4.2.2に定める製品と同等の材料の断面について、肉厚方向に少なくとも最内面近傍、1/4、1/2、3/4、最外面近傍の5箇所以上の硬さを測定する。
- (2) 硬さ試験法は、JIS Z 2244に基づくビッカース硬さ試験法またはJIS Z 2245に基づくロックウェル硬さ試験法に限る。
- (3) 硬さ測定部位と同等の位置から採取した試験片による引張強さと硬さの比率から、内面(接ガス面)近傍の引張強さを推定し、水素適合性検証済引張強さを超過していないことを確認する。

- (4) 硬さ測定部位と同等の位置から採取した試験片による引張強さと硬さの比率から、最低硬さ部の引張強さを推定し、蓄圧器製造者が定めた最小引張応力に相当する材料強さを下回らないことを確認する。
- (5) 硬さ試験の成績が規定に適合しない場合には、再熱処理して再試験することができる。ただし、再熱処理の回数は2回を上限とする。

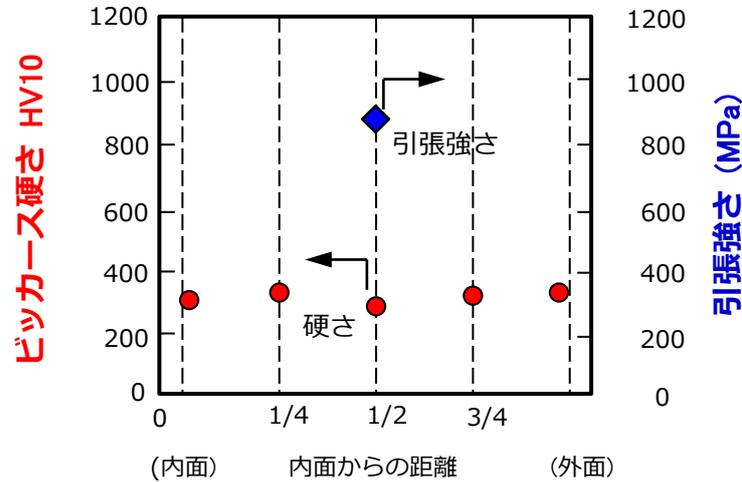


図 5.1 硬さ試験結果の模式図

良好な水素適合性を有する SNCM439 を素材として実際に製造された蓄圧器の断面において硬さ分布を実測した事例を図 5.2 に示す。肉厚 45mm 及び 58mm の場合においても均質な硬さ分布が得られることを示している。

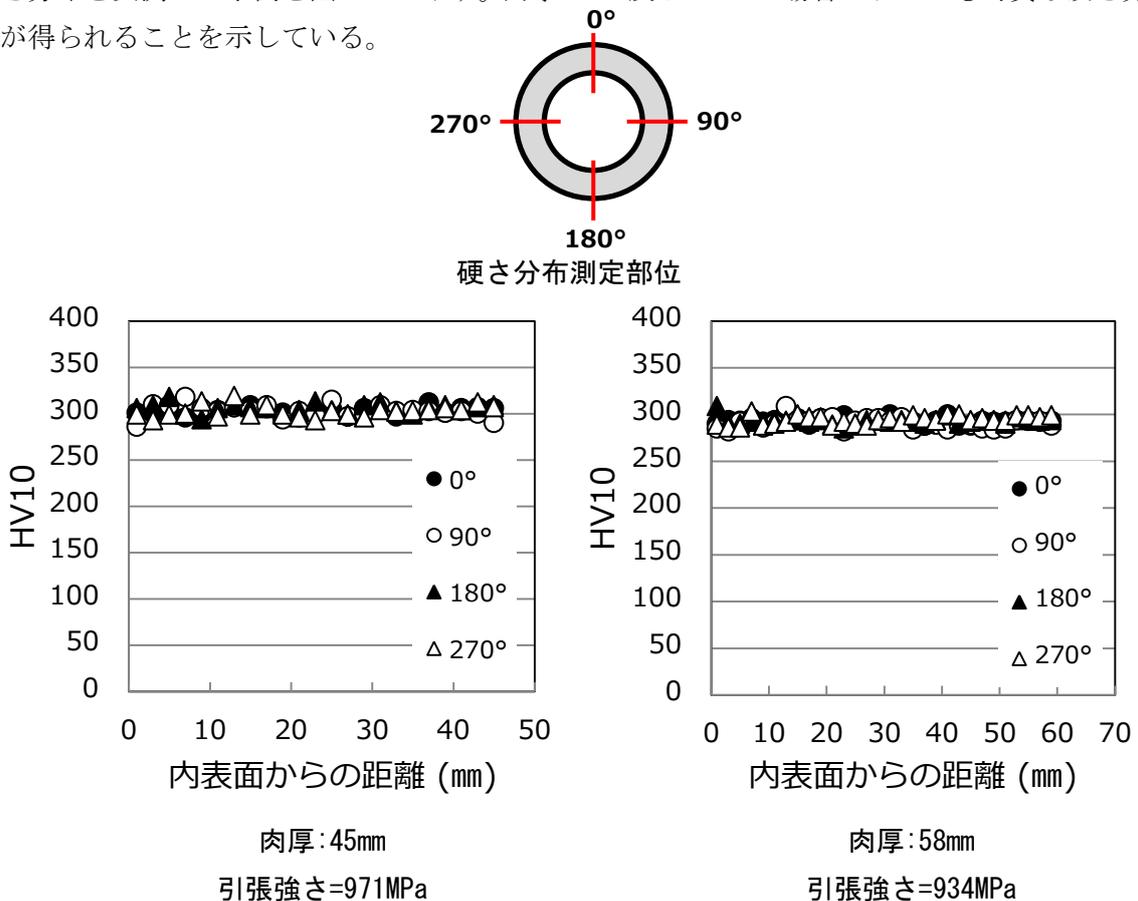


図 5.2 SNCM439 蓄圧器から採取した硬さ試験の事例

出典：（一財）石油エネルギー技術センター NEDO 水素利用技術研究開発事業/水素ステーション用金属材料の鋼種拡大に関する研究開発成果報告書

図 5.2 に硬さ分布を示した蓄圧器を供試材とし、図 5.3 に示す部位(周方向の 0°、90°、180°、270° の位置において、肉厚方向における 1/4、1/2、3/4 の部位)から引張試験片を採取し引張強さを測定した事例を図 5.4 に示す。肉厚方向及び周方向各位置における引張強さは均一な値を示しており、図 5.2 に示す硬さ分布の均一さと良好な対応を示している。

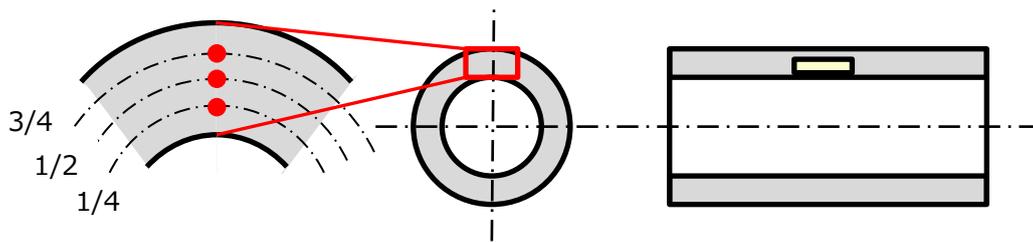


図 5.3 引張試験片採取位置

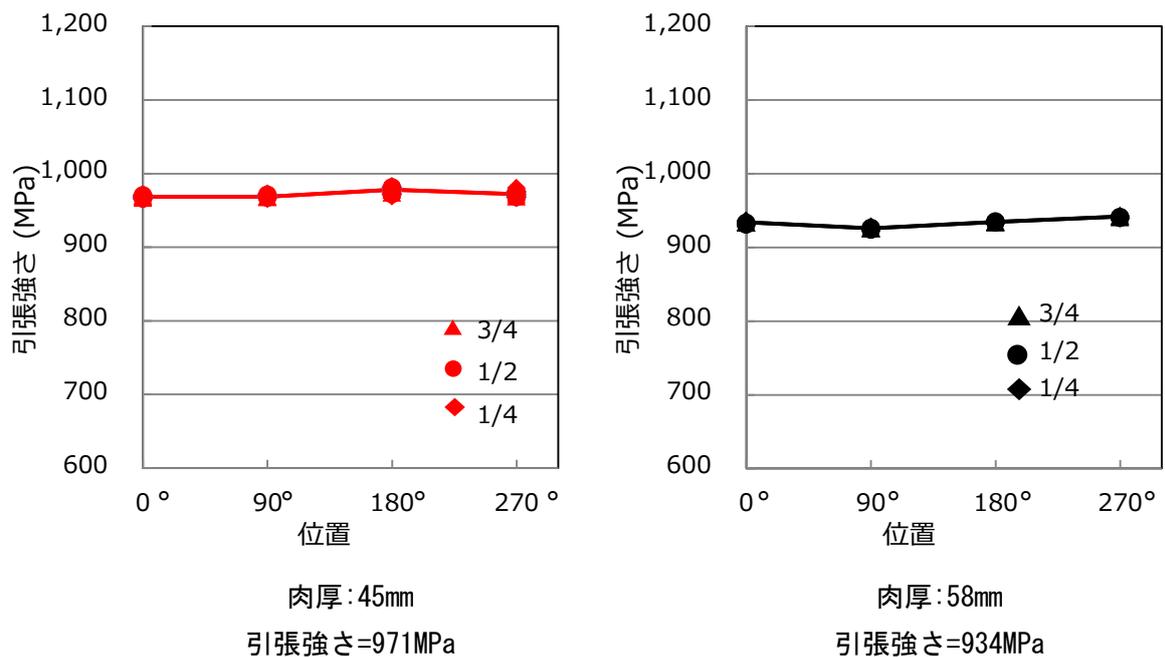


図 5.4 SNCM439 蓄圧器から採取した引張試験の事例

出典：（一財）石油エネルギー技術センター NEDO 水素利用技術研究開発事業/水素ステーション用金属材料の鋼種拡大に関する研究開発成果報告書

5.3 衝撃試験

蓄圧器は、設計温度において十分な靱性を有しなければならないことから、KHKS 0220「3.4.3 衝撃試験」を参照して、次の手順に従いシャルピー衝撃試験を実施し靱性を確認する。

- (1) 蓄圧器内面近傍の C-R 方位 (切欠き (き裂) への負荷方向: 周方向、切欠きから発生するき裂の進展方向: 半径方向)、あるいは製品と同等の材料の内面近傍の C-R 方位から試験片を採取する。この時、切欠きの位置は蓄圧器の内面となるようにする。
- (2) 前記試験片を用いて最低設計金属温度におけるシャルピー衝撃試験を実施し、吸収エネルギー値の 3 個の平均値が 40J 以上、最小値が 32J 以上であること。

良好な水素適合性を有する SNCM439 を素材として製造された蓄圧器の図 5.5 に示す部位から採取した試験片を用いてシャルピー衝撃試験を実施した事例を図 5.6 に示す。L-R 方位 (切欠き (き裂) への負荷方向: 軸方向、切欠きから発生するき裂の進展方向: 半径方向) から採取した試験片と比較し、C-R 方位から採取した試験片の吸収エネルギーが低下するものの、いずれも合格要件である 40J 以上の値が得られている。

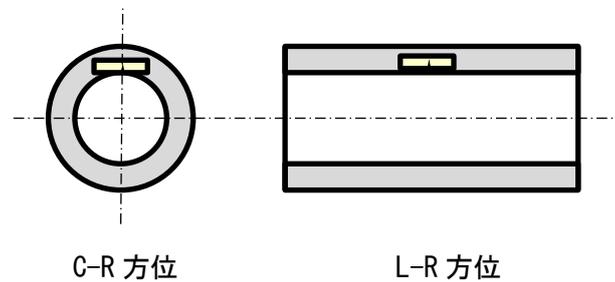


図 5.5 シャルピー衝撃試験片採取位置

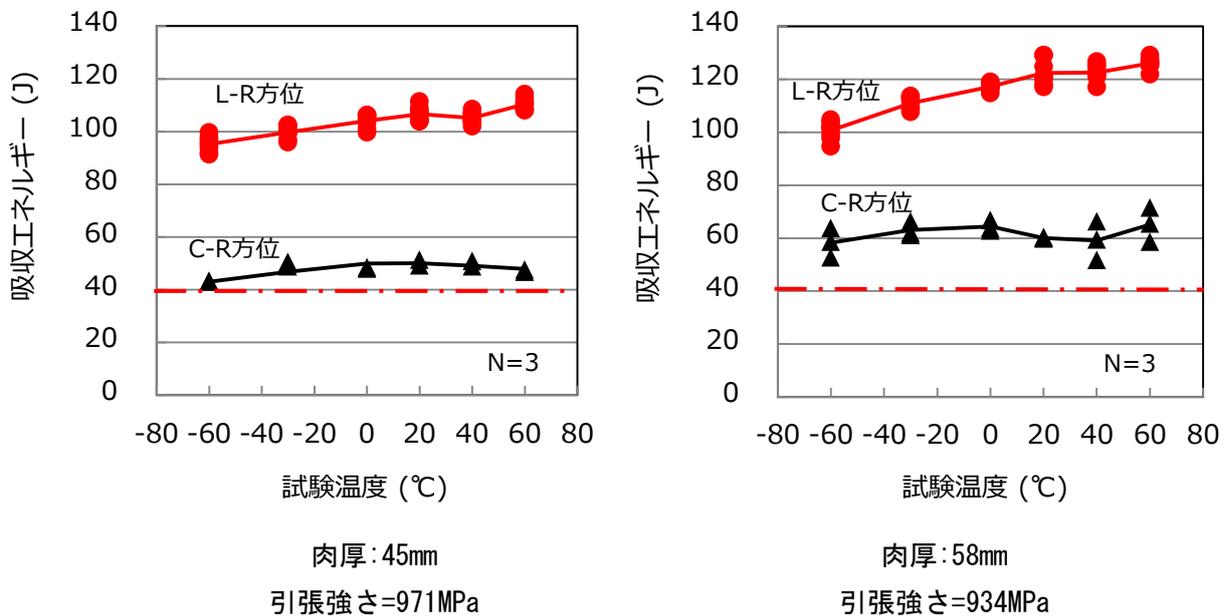


図 5.6 SNCM439 蓄圧器から採取したシャルピー衝撃試験の事例

出典: (一財)石油エネルギー技術センター NEDO 水素利用技術研究開発事業/水素ステーション用金属材料の鋼種拡大に関する研究開発成果報告書

5.4 破裂前漏洩条件の検証

蓄圧器の損傷モードとして破裂前漏洩が成立することを確認するため、次の(1)、(2)の手順により破裂前漏洩条件の検証を行う。

- (1) 蓄圧器内面近傍の C-R 方位、あるいは製品と同等の材料の内面近傍の C-R 方位から採取した試験片を用い、最低設計金属温度における平面ひずみ破壊靱性値 K_{IC} を測定する。
- (2) KHKS 0220 「4.7.2 評価法 (1)単肉円筒胴の場合」に記載された手順を参照し、前項で求めた K_{IC} 値に基づき破裂前漏洩が成立することを確認する。

5.5 疲労解析

本技術文書で規定する蓄圧器の使切り繰返し数を設定するため、5.5.1 及び 5.5.2 の手順により、蓄圧器の疲労解析を行う。

5.5.1 疲労解析における応力振幅の設定方法

JIS B 8266 附属書 8 の「3. 疲労解析の手法」に準じ、蓄圧器の疲労解析を行う。この時、低合金鋼の場合、材料の強度が高くなるほど水素の影響が顕著となる傾向を鑑み、JIS B 8266 附属書 8 の「3.3 局部的構造不連続の影響」を考慮する。

図 5.7 に、JIS B 8266 附属書 8 の「3.3 局部的構造不連続の影響」の項で指定されている方法のうち、「e) 局部的構造不連続の影響を反映させて有限要素法解析などによって定めた応力」の規定に基づき、有限要素法により蓄圧器の最大主応力を解析した事例を示す。

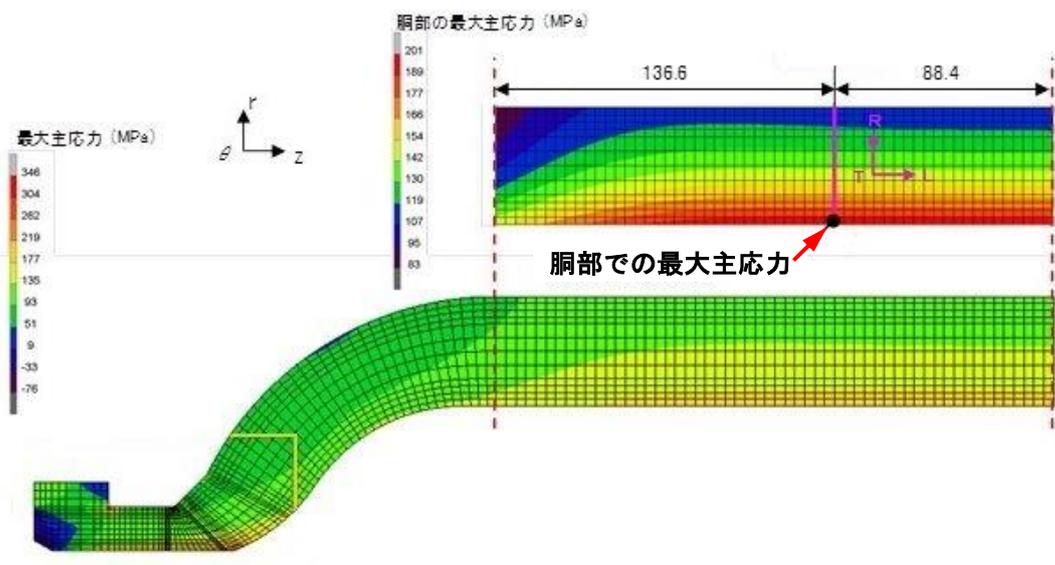


図 5.7 有限要素法により蓄圧器の主応力を解析した事例

出典：(平成 20 年度～平成 24 年度)水素製造・輸送・貯蔵システム等技術開発成果報告書
- 低コスト型 70MPa 級水素ガス充填対応ステーション機器に係わる研究開発

蓄圧器の運転圧力に基づく圧力変動を想定した応力解析の結果から、KHKS 0220 附属書 V の「3. 等価両振り応力振幅 S_{eq} 」に従って S_{eq} を算出し、次節における疲労試験の応力振幅を定める。ここで運転圧力に基づく圧力変動とは最高運転圧力と最低運転圧力の変動範囲で、最低運転圧力は 0MPa に限定しない。

5.5.2 蓄圧器の使切り繰返し数の設定

蓄圧器の使切り繰返し数の設定は、次の(1)～(3)の手順による。図 5.8 は、使切り繰返し数の設定方法を示す模式図である。

- (1) 大気中の疲労試験による S-N 曲線から、図 5.8 の①に示す疲労限度を求める。ただし、材料の鋼種、機械的特性が整合する場合においては、KHKS 0220 附属書 V 図 1 等に記載されている最適疲労曲線の 10^7 回時間強度を参照してもよい。
- (2) 前節における応力振幅の設定方法により求めた応力値のうち、図 5.8 の②に示す 2 倍以上の安全係数を考慮した等価両振り応力振幅 S_{eq2} の値を用い高圧水素中疲労試験の応力振幅を設定する。この時、 S_{eq2} は前項で定めた大気中の疲労限度を上回ってはならない。
- (3) 前項で設定した応力振幅値を用いて高圧水素中で疲労試験を実施し、蓄圧器の使切り繰返し数で破断しないことを検証する。

注記： 低合金鋼の高圧水素中疲労寿命特性については、6.2 疲労寿命データの事例を参照のこと。

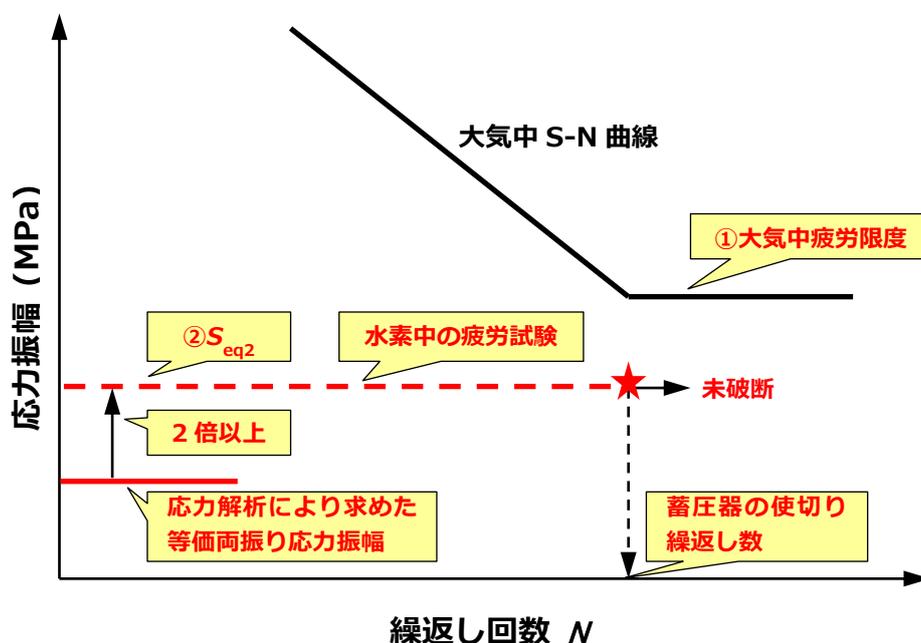


図 5.8 疲労寿命試験による蓄圧器の使切り繰返し数設定方法の模式図

5.6 設計段階における疲労き裂進展解析

詳細基準事前評価申請に先立つ設計段階において、初期想定欠陥寸法を初期き裂長さとして疲労き裂進展解析を実施し、蓄圧器の健全性を検証することにより、5.5 で定めた使切り繰返し数に到達するまでの間、当該蓄圧器の使用を継続する。

注記： 低合金鋼の高圧水素中疲労き裂進展データについては、6.3 疲労き裂進展データの事例を参照のこと。

(解説)

従来の詳細基準事前評価申請に基づく蓄圧器の認証においては、使用実績が少なく安全性についても未知な部分が多かったことから、申請の段階において、疲労解析や初期き裂を想定した疲労き裂進展解析に基づき、使用期間や使用回数が制限された蓄圧器が存在する。

この結果、保安検査等により有害な欠陥が検出されず、安全上問題のない蓄圧器であっても、申請段階に規定した使切り繰返し数もしくは使用期間に到達した場合には廃棄せざるを得ず、経済上の観点から好ましくない。

本技術文書が準拠する特定設備検査規則及び特定設備の技術基準の解釈別添 1 においては、設計係数=4 の裕度を前提としており、疲労限度設計を行えば、概ね無限寿命を想定できるが、現時点においては長期間高圧水素に暴露され、昇圧・減圧の履歴を受けた低合金鋼製蓄圧器の実績事例は限定されている。

また、蓄圧器製造時においては蓄圧器内面の詳細な検査が可能であり、疲労き裂進展寿命が蓄圧器の使切り繰返し数を下回らないことが検証できるものの、高圧水素環境下で長期間使用した場合には、製造時に検証されている有害ではない欠陥が有害な欠陥に成長する懸念がある。

前記の現状を勘案し、疲労解析により本技術文書で扱う蓄圧器の使切り繰返し数を決定したうえで、さらに検査により検出可能な欠陥の大きさを超えない初期想定欠陥寸法を初期き裂長さとして疲労き裂進展解析を実施し、次の検査まで有害な欠陥に成長しないことを確認することにより、さらなる安全を担保する。

5.6.1 欠陥の検査方法及び初期想定欠陥寸法の設定

水素ガスに接する蓄圧器表面には有害な欠陥があってはならないことから、次の方法を用いて供用中の蓄圧器に有害な欠陥が存在しないことを検証する。

鍛鋼品の場合 : 超音波探傷試験、磁粉探傷試験、浸透探傷試験

継目無鋼管の場合 : 超音波探傷試験、渦流探傷試験、磁粉探傷試験、浸透探傷試験

この時、超音波探傷試験については、JIS G 0587、JIS G 0582、NDIS 2431 等を参照する。また、磁粉探傷試験、浸透探傷試験、渦流探傷試験については、それぞれ、JIS Z 2320-1~3、JIS Z 2343-1~4 及び JIS G 0583 に定める手法等を参照する。

表 5.1 に検査の方法と初期想定欠陥寸法の設定の事例を示す。ただし KHKS 0220 「4.8.2 き裂進展解析法 (1) 円筒胴内面の軸方向き裂の進展解析 手順 2. き裂の設定」に規定されているように、申請者が検出精度を証明できる場合においては、その検査手法を用いてもよい。

表 5.1 検査の方法と初期想定欠陥寸法の設定の事例

検査の方法	磁粉探傷法 浸透探傷法 渦流探傷法	超音波探傷法	
		垂直法	斜角法
初期想定欠陥の寸法の設定(注)	長さ 1.6mm (き裂深さ/長さ=1/3)	内面き裂検出不可	深さ 1.1mm (肉厚 16mm < t < 51mm) 深さ 1.6mm (肉厚 ≥ 51mm) (き裂深さ/長さ=1/3)

(注) 出典: KHKS 0220 4.8 き裂進展解析法 表 4 設定き裂深さ

5.6.2 初期想定欠陥寸法に基づく疲労き裂進展解析の手順

図 5.9 は、水素中と大気中の疲労き裂進展特性を比較して示す。図中の破線は、水素中において加速した疲労き裂進展速度の上限を与える疲労き裂進展曲線である。5.6.1 で設定した初期き裂に基づき、破線が示す疲労き裂進展曲線を用い、KHKS 0220 「4.8 疲労き裂進展解析」に規定された手順に従って、疲労き裂進展解析を行う。応力拡大係数が後述の水素中限界応力拡大係数 K_{IH} に到達した時点を打切り点として限界き裂深さ a_c を決定する。KHKS 0220 を参照して、き裂深さが限界き裂深さに達する場合の繰返し数 N_c の 1/2 またはき裂深さが限界き裂深さ a_c の 1/4 に達する場合の繰返し回数のうち、いずれか小さい方の繰返し数を許容繰返し数とする。検査の周期を設定する場合には、検査と次回検査の間の繰返し数が許容繰返し数を超えてはならない。

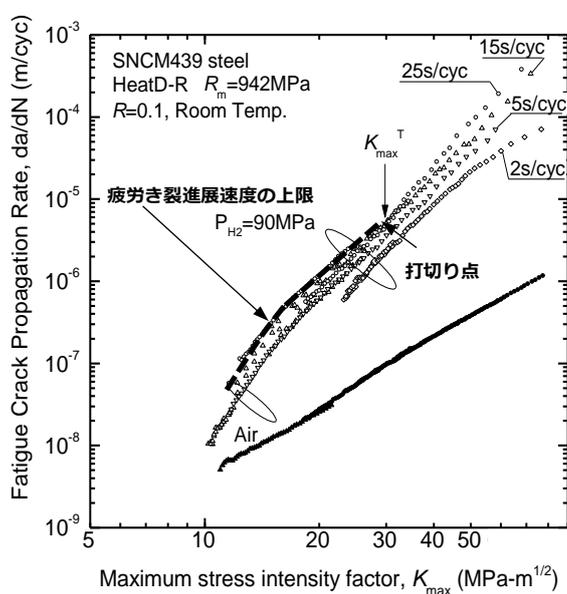


図 5.9 水素中と大気中の疲労き裂進展特性の比較

設計段階における想定初期き裂に基づく疲労き裂進展解析の手順を図 5.10 に示す。

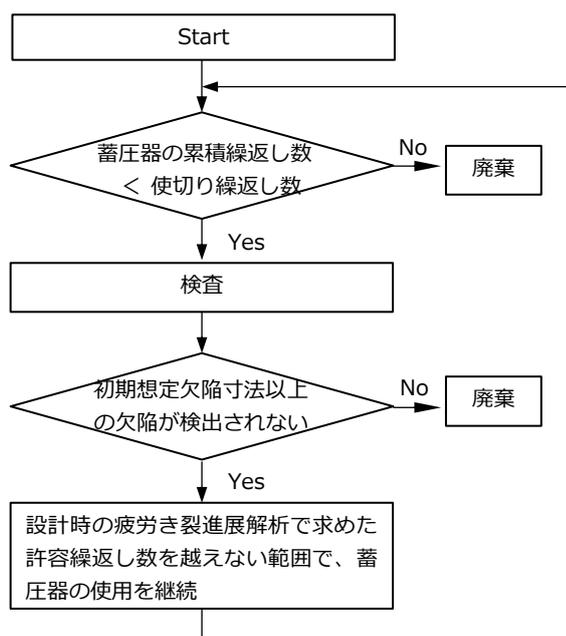


図 5.10 設計段階における想定初期き裂に基づく疲労き裂進展解析の手順

備考： 欠陥の検査の周期は、原則として年 1 回実施されると想定される。

ただし、事業者が一定の期間内における蓄圧器の使用条件(繰返し数)を示し、本項で求めた許容繰返し数から、検査の間隔を定めることができる。

5.6.3 疲労き裂進展解析の打切点

水素中では限界応力拡大係数が低下する懸念を鑑み、ASME Sec. VIII Div. 3 KD-10、JPVRC 規格の評価法に準拠して、一定変位試験、ライジングロード試験を用い、水素中限界応力拡大係数 K_{IH} を求め、疲労き裂進展解析における打切点を決定する。

一定変位試験： ASME Sec. VIII Div. 3 KD-10 に記載の試験方法

ライジングロード試験： JPVRC 材料部会 水素脆化専門委員会、2-1/4Cr-1Mo 鋼の水素脆化割れ下限界応力拡大係数 K_{IH} の測定とその評価、1989. 記載の試験方法

注記： 低合金鋼の疲労き裂進展データについては、6.3 疲労き裂進展データの事例を参照のこと。

備考： K_{IH} 評価法として、除荷コンプライアンス法等の適用等も検討されている。

大気中に比較して水素中の疲労き裂進展速度が加速し、図 5.9 に示す K_{max}^T 以上の K_{max} において、水素中での繰返し速度依存性が発現する挙動と K_{IH} の関係を図 5.11 に示す。

ここで、I から IV の記号は、き裂進展における次の Phase を意味する。

Phase I : $K_{max} < K_{maxth}$ 疲労き裂の発生下限界以下

Phase II : $K_{max} < K_{max}^T (=K_{IH})$ 水素助長疲労き裂進展

- Phase III : $K_{\max} > K_{\max}^T (=K_{IH})$ 水素誘起割れ/安定破壊
 Phase IV : $K_{\max} > K_{IC}$ 不安定破壊移行

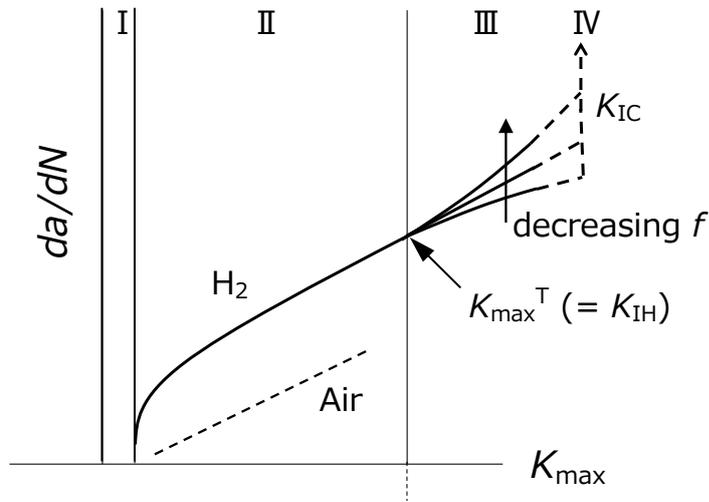


図 5.11 疲労き裂進展特性の模式図

ライジングロード法により測定された K_{IH} と水素中の疲労き裂進展特性において繰返し速度依存性が発現する K_{\max}^T を対比した事例を図 5.12 に示す。

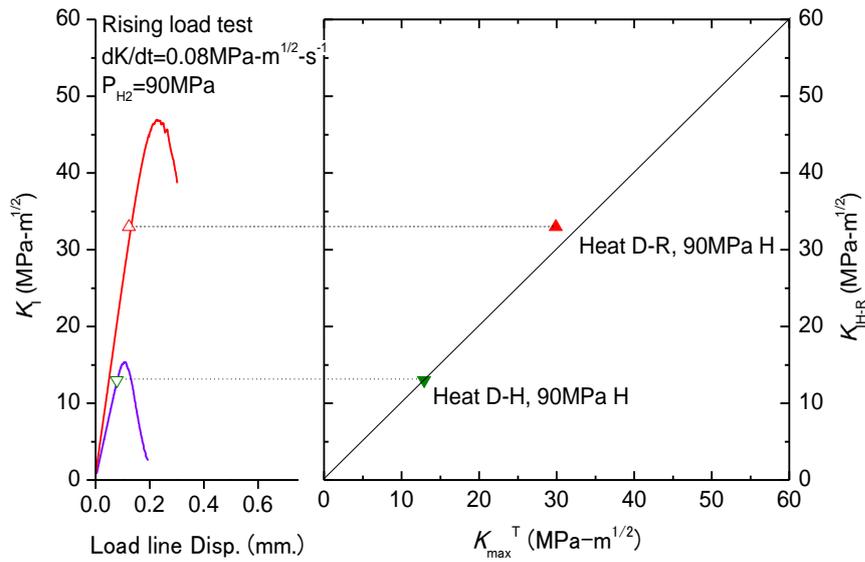


図 5.12 ライジングロード法による K_{IH} と疲労き裂進展から求めた K_{\max}^T の対比

出典： (社)日本高圧力技術協会 平成 23 年度秋季講演会

5.6.4 疲労き裂進展解析の事例

図 5.13 に疲労き裂進展解析の事例を示す。曲線は、初期き裂深さを 1mm として、内圧変動が異なる 2 条件の解析結果である。 K_{max} が K_{IH} に到達した時点で解析を打ち切り、その時の限界き裂深さ a_c と繰返し数 N_c を求める。 N_c の 1/2、又はき裂深さが a_c の 1/4 に達する繰返し数のうち、いずれか小さい方の繰返し数として決定した許容繰返し数 N_a は、内圧変動の差異に応じて、それぞれ 3.6×10^4 回及び 1.6×10^6 回となる。

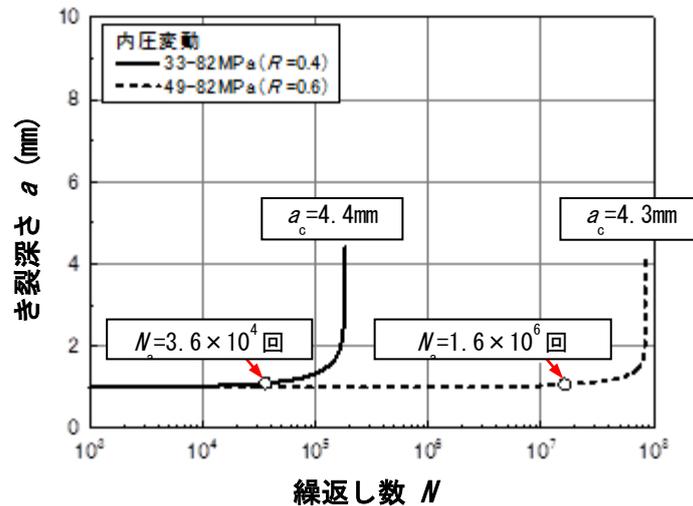


図 5.13 疲労き裂進展解析の事例

出典： 株式会社日本製鋼所 NEDO 水素利用技術研究開発事業成果報告書

6 低合金鋼の水素適合性検証の事例

6.1 SSRT データの事例

6.1.1 SSRT データの事例(1)

出典： HYDROGENIUS DATABASE / No. A68(Tentative) / 2017 /
Database on Slow Strain Rate Tensile Test (SSRT) Properties of JIS-SNCM439 Nickel Chromium Molybdenum Steel in 115 MPa Hydrogen Gas

1. MATERIALS

Table 6.1.1.1 Details of processing and related data of SNCM439.

Heat	Production process	Product form	Dimensions (mm)
B ¹⁾	Hot-rolled	Plate	Length:870 mm Width:130 mm Thickness:31 mm
G ¹⁾	Hot-rolled	Plate	Length:834 mm Width:130 mm Thickness:30 mm
J ¹⁾	Hot-forged	Cylinder	Length:3630 mm Outer diameter:320 mm Inner diameter:200 mm Thickness:60 mm

1) Reported by the manufacture.

Table 6.1.1.2 Chemical composition of SNCM439.

	Heat	Element (mass %)							
		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
Product analysis	B ¹⁾	0.43	0.22	0.82	0.012	0.002	1.81	0.86	0.25
	G ¹⁾	0.40	0.22	0.80	0.014	0.002	1.80	0.86	0.26
	J ¹⁾	0.40	0.27	0.89	0.009	0.015	1.84	0.92	0.28
Ladle analysis	B ²⁾	0.42	0.22	0.82	0.016	0.002	1.80	0.86	0.26
	G ²⁾	0.39	0.22	0.79	0.016	0.002	1.80	0.84	0.26
	J ³⁾	0.42	0.26	0.80	0.010	<0.010	1.91	0.89	0.25
	Requirement ⁴⁾	Max	0.43	0.35	0.90	0.030	0.030	2.00	1.00
Min		0.36	0.15	0.60			1.60	0.60	0.15

1) Performed by HYDROGENIUS.

2) Reported by the manufacture.

3) After the inspection certificate.

4) JIS G 4053 (2008), "Low-alloyed steels for machine structural use".

Table 6.1.1.3 Heat treatment conditions of SNCM439.

Material	Heat	Shape	Quenching	Tempering
Large-sized material	B ¹⁾	Plate	850 °C/2 h, Oil-quenched	650 °C/4 h, Air-cooled
	G ¹⁾	Plate	850 °C/2 h, Oil-quenched	640 °C/4 h, Air-cooled
	J ¹⁾	Cylinder	860 °C, Water-spray	620 °C, Air-cooled
			850 °C/2 h, Oil-quenched ⁴⁾	650 °C/4 h, Air-cooled ⁴⁾

1) Reported by the manufactures.

2) Performed by HYDROGENIUS.

3) See Table 5.

4) A block of l 108 mm, w 320 mm and t 60 mm was heat-treated.

2. MECHANICAL PROPERTIES

Table 6.1.1.4 Mechanical properties of SNCM439.

Material	Heat	Shape	Tempering Temperature (°C)	Tensile Properties				Vickers Hardness (HV)
				0.2 % proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile Strength σ_B (MPa)	Fracture elongation ε_f (%)	Reduction of Area φ (%)	
Large-sized material	B ¹⁾	Plate	650	738 ³⁾ (739 ⁴⁾)	867	22	66	275
	G ¹⁾	Plate	640	746 ³⁾ (747 ⁴⁾)	873	23	66	270
	J ¹⁾	Cylinder	620	925 ³⁾ (921 ⁴⁾)	1025	20	62	318
			650	766 ³⁾ (764 ⁴⁾)	881	25	67	263
Requirement ²⁾			max					
			min	885	980	16	45	

1) Performed by HYDROGENIUS.

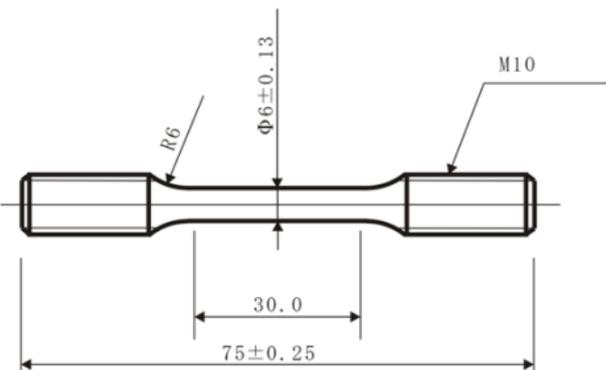
2) JIS G 4053 (2008), "Low-alloyed steels for machine structural use".

3) Determined from $\sigma\varepsilon$ curve.

4) Determined from σ stroke curve. See Fig. A1-6.

3. SLOW STRAIN RATE TENSILE TEST (SSRT) PROPERTIES

Table 6.1.1.5 Slow strain rate tensile test (SSRT) conditions.

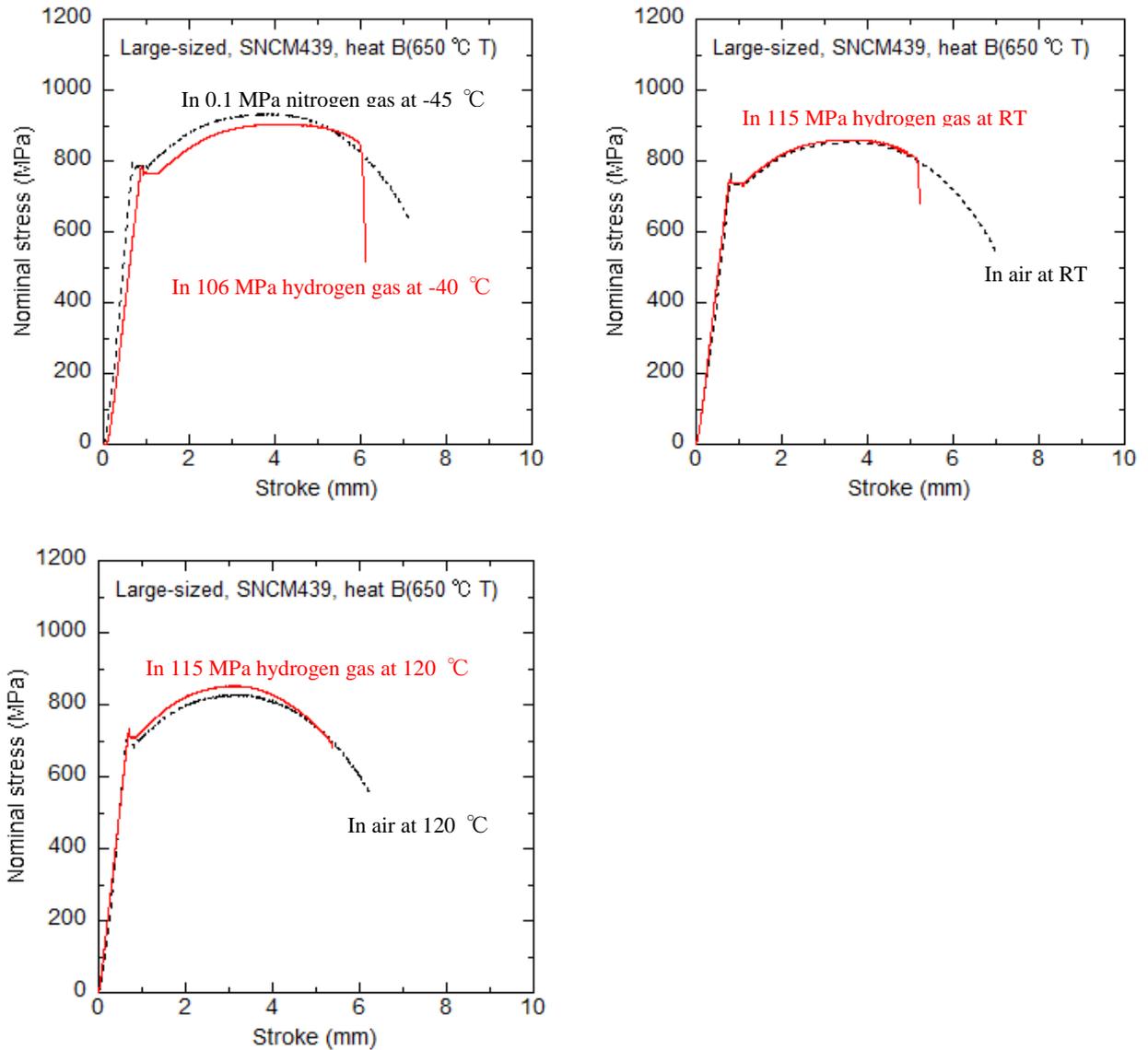
Type and capacity of testing machine	Servo-hydraulic, 50 kN	Screw type, 50 kN
Loading condition	Uniaxial, Monotonic	
Environment	In 115 MPa hydrogen gas at -45 °C through 120 °C In 0.1 MPa nitrogen gas at -45 °C In 115 MPa nitrogen gas at RT In air at 120 °C	In air at RT
Gas purity	Hydrogen gas : 99.999% (5N) Nitrogen gas : 99.999% (5N)	---
Test speed	1.5×10^{-3} mm/s ²⁾ (5.0×10^{-5} s ⁻¹) ³⁾ 2.0×10^{-3} mm/s ²⁾ (6.7×10^{-5} s ⁻¹) ³⁾	1.7×10^{-3} mm/s ²⁾ (5.7×10^{-5} s ⁻¹) ³⁾
Specimen ¹⁾ (dimensions in mm)		

1) Surface finishing was performed by circumferential polishing with 600 grade silicon carbide paper.

2) Stroke speed or cross head speed.

3) Determined on the basis of 30-mm parallel length of specimen. 5.0×10^{-5} s⁻¹ is given by $(1.5 \times 10^{-3}$ mm/s) / 30 mm. 5.7×10^{-5} s⁻¹ is given by $(1.7 \times 10^{-3}$ mm/s) / 30 mm. 6.7×10^{-5} s⁻¹ is given by $(2.0 \times 10^{-3}$ mm/s) / 30 mm.

4. EXPERIMENTAL RESULTS

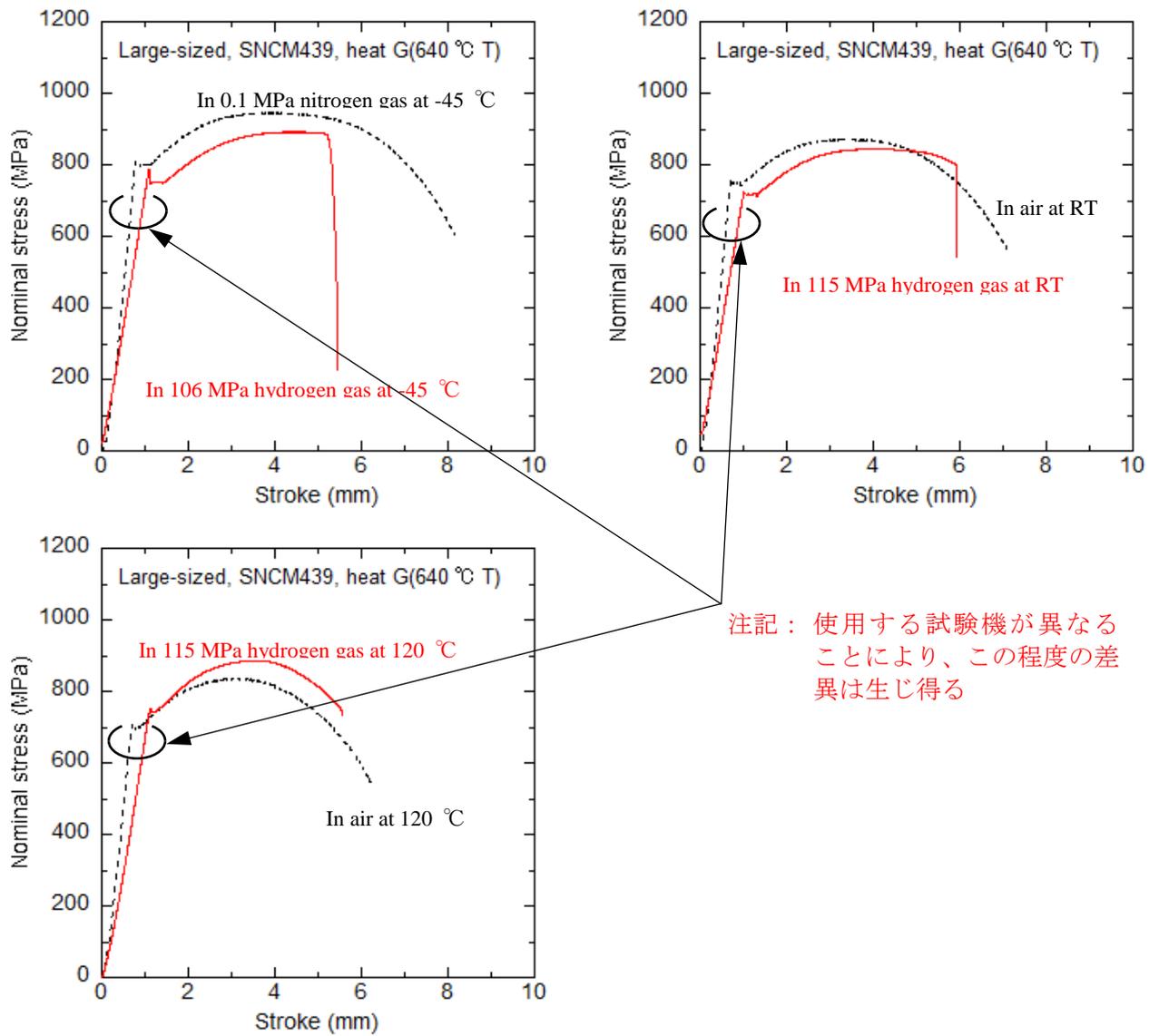


(a-3) 120 °C, 115 MPa H₂

(a) Heat B tempered at 650 °C ($\sigma_B=867\text{MPa}$)

Fig. 6.1.1 Stress - stroke curves of large-sized SNCM439 in 106 and 115 MPa hydrogen gas.

(Figure continued on next page.)

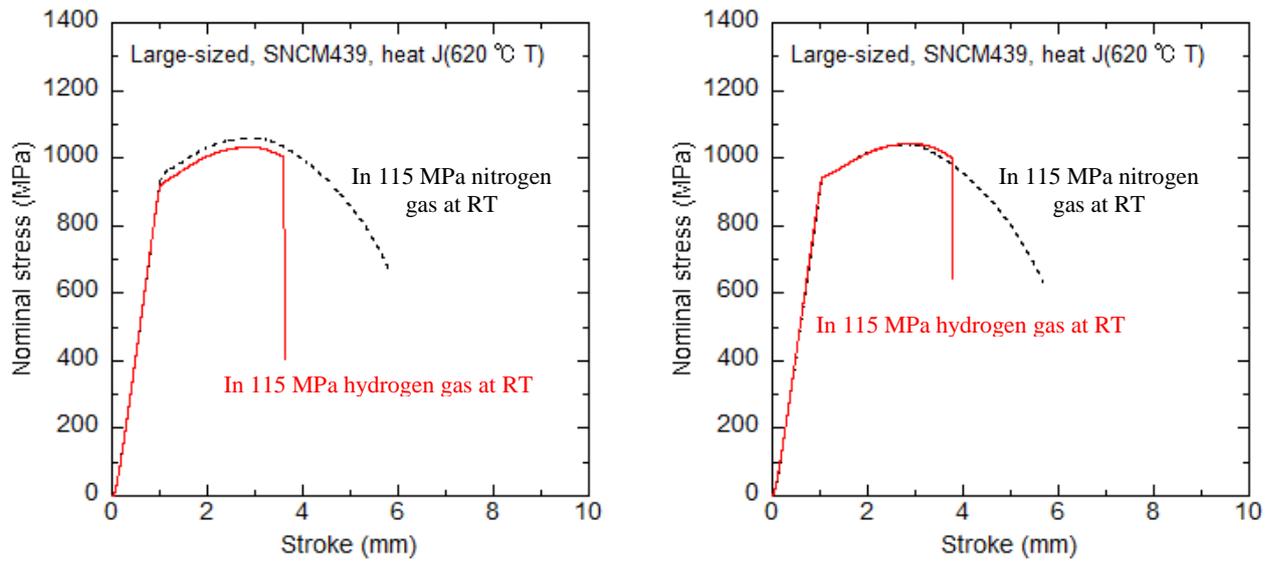


(b-3) 120 °C, 115 MPa H₂

(b) Heat G tempered at 640 °C ($\sigma_B=873\text{MPa}$)

Fig. 6.1.1 Stress - stroke curves of large-sized SNCM439 in 106 and 115 MPa hydrogen gas.
(Continued)

(Figure continued on next page.)



(c) Heat J tempered at 620 °C ($\sigma_B=1025\text{MPa}$)

1) Two specimens were used for SSRT tests in 115 MPa hydrogen gas at room temperature.

Fig. 6.1.1 Stress - stroke curves of large-sized SNCM439 in 106 and 115 MPa hydrogen gas.
(Continued)

6.1.2 SSRT データの事例(2)

出典： 株式会社日本製鋼所
NEDO 水素利用技術研究開発事業成果報告書

1. MATERIALS

Table 6.1.2.1 Details of processing and related data of SNCM439.

Heat	Production process	Product form	Dimensions (mm)
A	Hot-forged	Plate	Length:950mm Width:130 mm Thickness:30 mm
B	Hot-forged	Round bar	Outer diameter:430 mm
C	Hot-rolled	Round bar	Outer diameter:300 mm
D	Hot-rolled	Round bar	Outer diameter:300 mm

Table 6.1.2.2 Chemical composition of SNCM439.

	Heat	Element (mass %)								
		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	O(ppm)
Product analysis	A	0.42	0.22	0.81	0.017	0.002	1.81	0.85	0.26	6
	B	0.40	0.26	0.80	0.005	0.004	1.90	0.84	0.25	35
	C	0.40	0.27	0.80	0.012	0.014	1.74	0.74	0.23	12
	D	0.41	0.26	0.82	0.022	0.010	1.60	0.79	0.15	15
Requirement ¹⁾	Max	0.43	0.35	0.90	0.030	0.030	2.00	1.00	0.30	
	Min	0.36	0.15	0.60			1.60	0.60	0.15	

1) JIS G 4053 (2008), “Low-alloyed steels for machine structural use”.

Table 6.1.2.3 Heat treatment conditions of SNCM439.

Heat	Direction	Heat-treated shape	Quenching	Tempering
A	Axial	Length:160mm Width:130 mm Thickness:30 mm	850 °C/2 h, Oil-quenched	650 °C/4 h, Air-cooled
	Width			
B	Axial	Length:160mm Width:100 mm Thickness:30 mm	850 °C/2 h, Oil-quenched	645 °C/4 h, Air-cooled
	Circumferential			
C	Axial	Length:160mm Width:100 mm Thickness:30 mm	850 °C/2 h, Oil-quenched	645 °C/4 h, Air-cooled
	Circumferential			
D	Axial	Length:160mm Width:100 mm Thickness:30 mm	850 °C/2 h, Oil-quenched	630 °C/4 h, Air-cooled
	Circumferential			

2. MECHANICAL PROPERTIES

Table 6.1.2.4 Mechanical properties of SNCM439.

Heat	Direction	Tensile Properties ¹⁾			
		0.2 % proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile Strength σ_B (MPa)	Fracture elongation ϵ_f (%)	Reduction of Area φ (%)
A	Axial	730	853	20	57
B	Axial	739	885	22	61
	Circumferential	737	881	17	44
C	Axial	744	880	22	63
	Circumferential	765	892	16	37
D	Axial	762	894	20	59
	Circumferential	781	899	19	53
Requirement ²⁾	Max				
	Min	885	980	16	45

1) JIS Z 2201(2008), 14A specimen (diameter 8mm, gage length 40mm)

2) JIS G 4053 (2008), "Low-alloyed steels for machine structural use".

3. SLOW STRAIN RATE TENSILE TEST (SSRT) PROPERTIES

Table 6.1.2.5 Slow strain rate tensile test (SSRT) conditions.

Type and capacity of testing machine	Servo-hydraulic, 100 kN	
Loading condition	Uniaxial, Monotonic	
Environment	In 90 MPa hydrogen gas at RT	In air at RT
Gas purity	Hydrogen gas : 99.99999% (7N)	---
Test speed	$3.0 \times 10^{-3} \text{ mm/s}^1$ ($1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) ²⁾	
Specimen ³⁾ (dimensions in mm)		

1) Stroke speed.

2) Determined on the basis of 30-mm parallel length of specimen.

$1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ is given by $(3.0 \times 10^{-3} \text{ mm/s}) / 30 \text{ mm}$.

3) Surface finishing was performed by axial polishing with 800 grade silicon carbide paper.

4. EXPERIMENTAL RESULTS

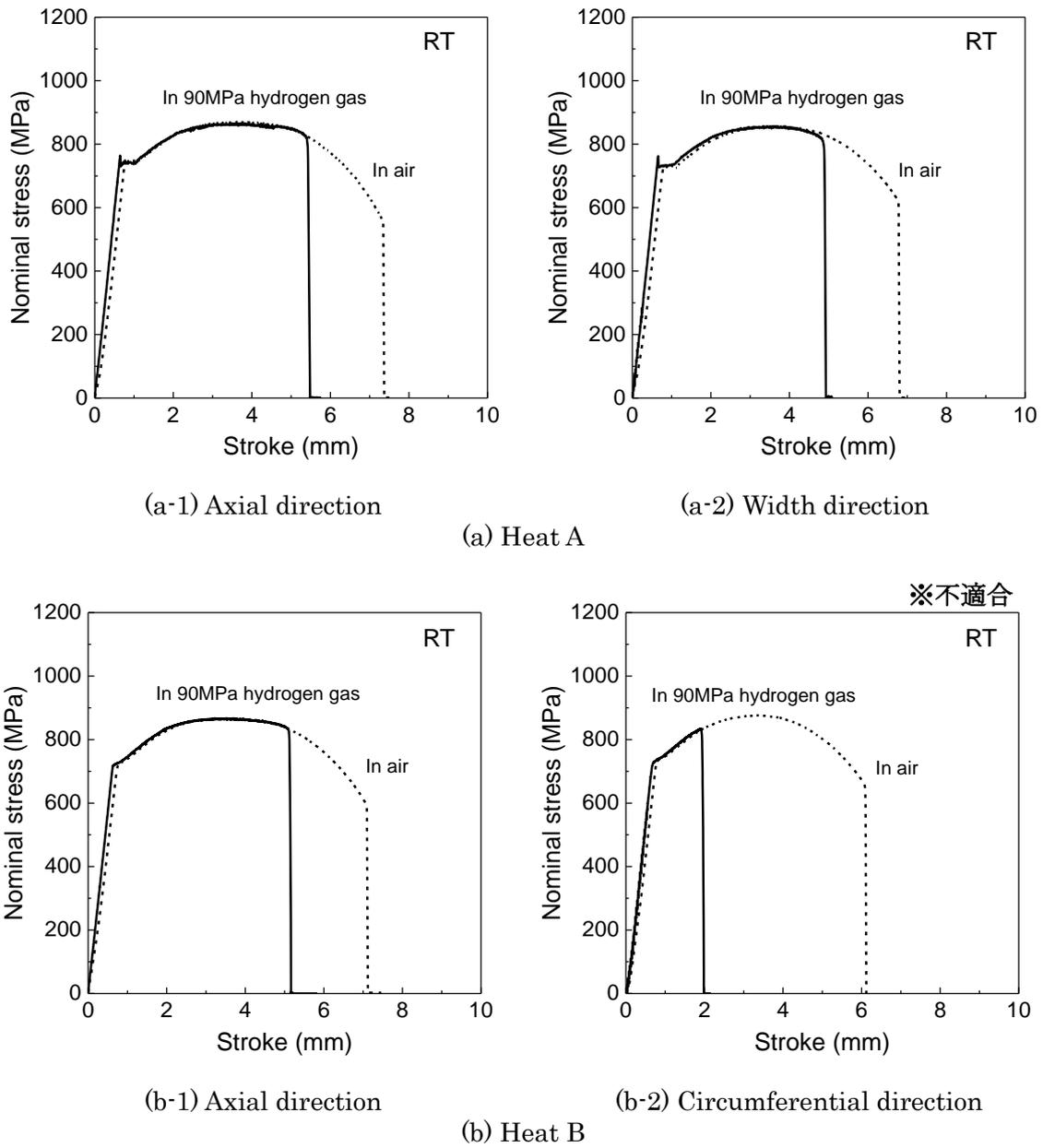
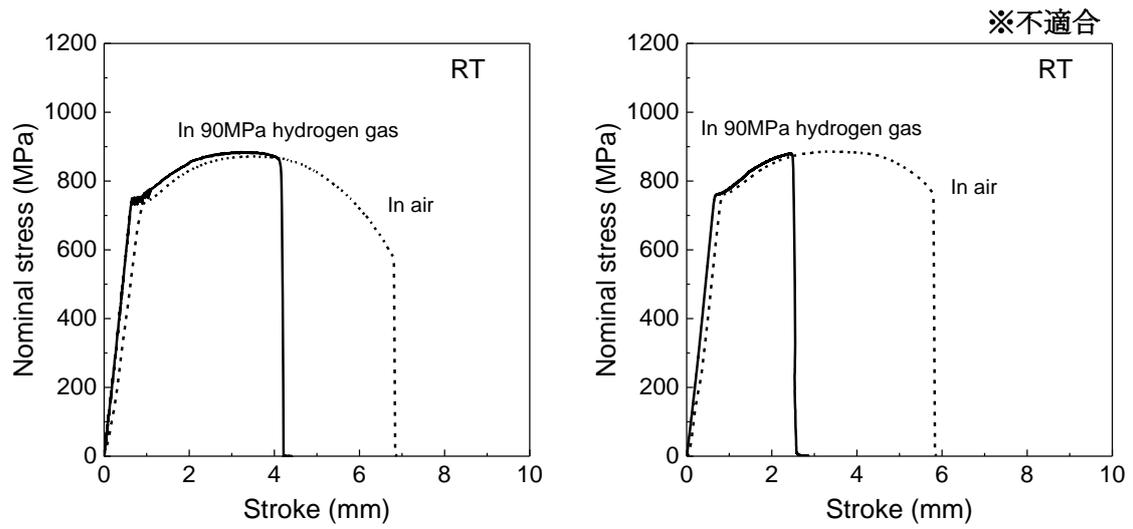


Fig. 6.1.2 Stress - stroke curves of SNCM439.

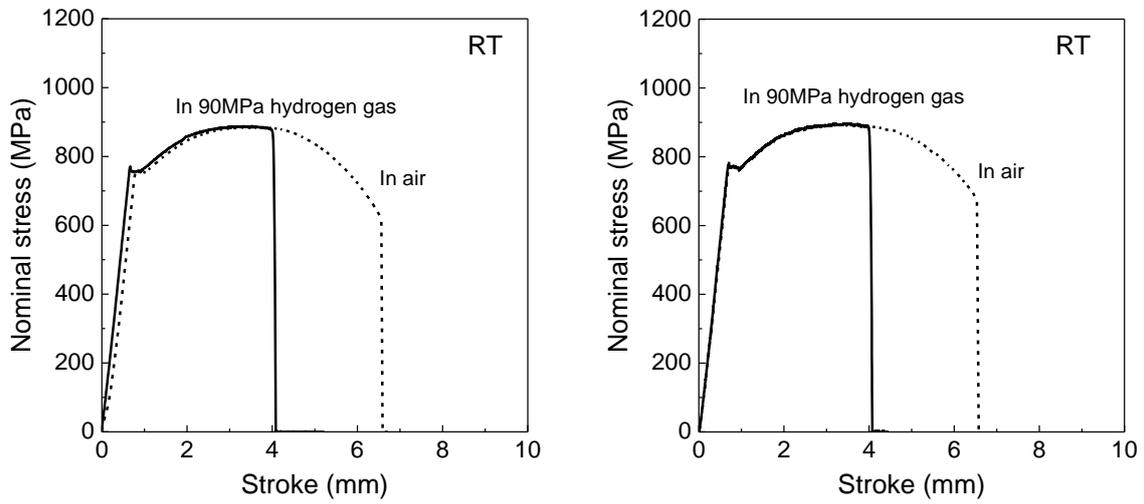
(Figure continued on next page.)



(c-1) Axial direction

(c-2) Circumferential direction

(c) Heat C



(d-1) Axial direction

(d-2) Circumferential direction

(d) Heat D

Fig. 6.1.2 Stress - stroke curves of SNCM439.

6.1.3 SSRT データの事例(3)

出典： JFE スチール株式会社
NEDO 水素利用技術研究開発事業成果報告書

1. MATERIALS

Table 6.1.3.1 Details of processing and related data of SNCM439.

Heat	Production process	Product form	Dimensions (mm)
A	Hot-rolled	Cylinder	Length:6000 Outer diameter:356 Thickness:62

Table 6.1.3.2 Chemical compositions of SNCM439.

	Heat	Element (mass %)							
		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
Product analysis	A	0.40	0.24	0.73	0.007	<0.0010	1.77	0.74	0.22

Table 6.1.3.3 Heat treatment conditions of SNCM439.

Material	Heat	Shape	Quenching	Tempering
Seamless line pipe	A	Cylinder	870 °C-80min, Oil-quench	635 °C-160min, Air-cooling

2. MECHANICAL PROPERTIES

Table 6.1.3.4 Mechanical properties of SNCM439.

Material	Heat	Shape	Tempering Temperature (°C)	Tensile Properties				Vickers Hardness (HV10)
				0.2 % proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile Strength σ_B (MPa)	Fracture elongation ϵ_f (%)	Reduction of Area ϕ (%)	
Seamless line pipe	A	Cylinder	635	787	928	21.2	71.3	280
				787	928	21.7	69.4	

3. SLOW STRAIN RATE TENSILE TEST (SSRT) PROPERTIES

Table 6.1.3.5 Slow strain rate test (SSRT) conditions.

Type and capacity of testing machine	Servo-hydraulic, 50 kN
Loading condition	Uniaxial, Monotonic
Environment	85°C: Air, 105 MPa hydrogen gas RT: Air, 105 MPa hydrogen gas 0°C : 0.1 MPa nitrogen gas, 105 MPa hydrogen gas -30 °C: 0.1 MPa nitrogen gas, 105 MPa hydrogen gas
Gas purity	Hydrogen gas : 99.999-99.9999% (5-6N) Nitrogen gas : 99.999% (5N)
Test speed	$2.0 \times 10^{-3} \text{ mm/s}^2$ ($6.7 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) ³⁾
Specimen ¹⁾ (dimensions in mm)	

1) Surface finishing was performed by circumferential polishing.

2) Crosshead speed.

3) Determined on the basis of 30-mm parallel length of specimen: $6.7 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ is given by $2.0 \times 10^{-3} \text{ mm/s} / 30 \text{ mm}$.

4. EXPERIMENTAL RESULTS

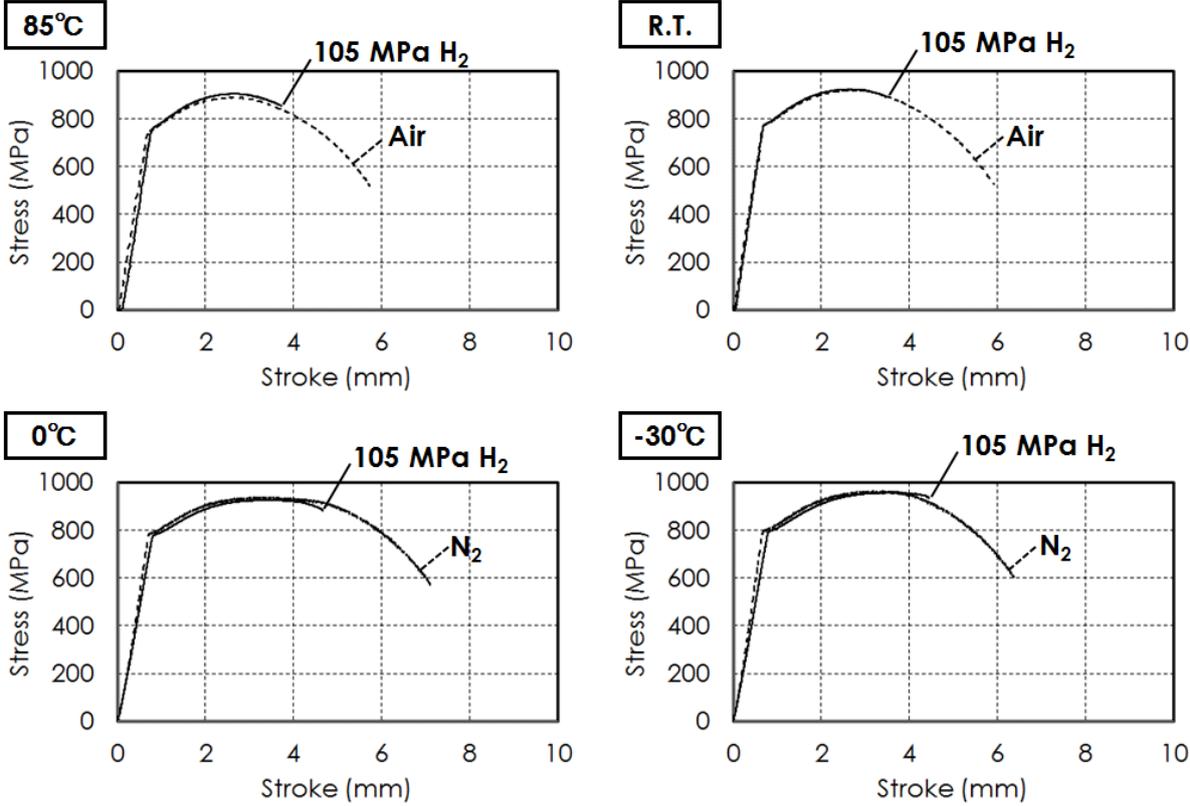


Fig. 6.1.3 SSRT curves of SNCM439.

6.2 疲労寿命データの事例
6.2.1 疲労寿命データの事例(1)

出典： HYDROGENIUS DATABASE / No. A69(Tentative) / 2017 /
Database on Fatigue Strength Properties of JIS-SNCM439 Nickel Chromium Molybdenum Steel in
115 MPa Hydrogen Gas

1. MATERIALS

Table 6.2.1.1 Details of processing and related data of SNCM439.

Heat	Production process	Product form	Dimensions (mm)
C ¹⁾	Hot-rolled	Plate	Length:870 mm Width:132 mm Thickness:31 mm
H ¹⁾	Hot-rolled	Plate	Length:830 mm Width:132 mm Thickness:31 mm
J ¹⁾	Hot-forged	Cylinder	Length:3630 mm Outer diameter:320 mm Inner diameter:200 mm Thickness:60 mm

1) Reported by the manufacture.

Table 6.2.1.2 Chemical composition of SNCM439.

	Heat	Element (mass %)							
		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
Product analysis	C ¹⁾	0.43	0.22	0.82	0.012	0.002	1.81	0.86	0.25
	H ¹⁾	0.40	0.22	0.80	0.014	0.002	1.80	0.86	0.26
	J ¹⁾	0.40	0.27	0.89	0.009	0.015	1.84	0.92	0.28
Ladle analysis	C ²⁾	0.42	0.22	0.82	0.015	0.002	1.80	0.85	0.25
	H ²⁾	0.39	0.22	0.79	0.016	0.002	1.81	0.84	0.26
	J ³⁾	0.42	0.26	0.80	0.010	<0.010	1.91	0.89	0.25
	Requirement ⁴⁾	max	0.43	0.35	0.90	0.030	0.030	2.00	1.00
min		0.36	0.15	0.60			1.60	0.60	0.15

1) Performed by HYDROGENIUS.

2) Reported by the manufacture.

3) After the inspection certificate.

4) JIS G 4053 (2008), "Low-alloyed steels for machine structural use".

Table 6.2.1.3 Heat treatment conditions of SNCM439.

Material	Heat	Shape	Quenching	Tempering
Large-sized material	C ¹⁾	Plate	850 °C/2 h, Oil-quenched	650 °C/4 h, Air-cooled
	H ¹⁾	Plate	850 °C/2 h, Oil-quenched	640 °C/4 h, Air-cooled
	J ¹⁾	Cylinder	860 °C, Water-spray	620 °C, Air-cooled
			850 °C/2 h, Oil-quenched ⁴⁾	650 °C/4 h, Air-cooled ⁴⁾

1) Reported by the manufactures.

2) Performed by HYDROGENIUS.

3) See Table 5.

4) A block of l 108 mm, w 320 mm and t 60 mm was heat-treated.

2. MECHANICAL PROPERTIES

Table 6.2.1.4 Mechanical properties of SNCM439.

Material	Heat	Shape	Tempering Temperature (°C)	Tensile Properties				Vickers Hardness (HV)
				0.2 % proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile Strength σ_B (MPa)	Fracture elongation ε_f (%)	Reduction of Area φ (%)	
Large-sized material	C ¹⁾	Plate	650	738 ³⁾ (739 ⁴⁾)	867	22	66	275
	H ¹⁾	Plate	640	746 ³⁾ (747 ⁴⁾)	873	23	66	270
	J ¹⁾	Cylinder	620	925 ³⁾ (921 ⁴⁾)	1025	20	62	318
			650	766 ³⁾ (764 ⁴⁾)	881	25	67	263
Requirement ²⁾			max					
			min	885	980	16	45	

1) Performed by HYDROGENIUS.

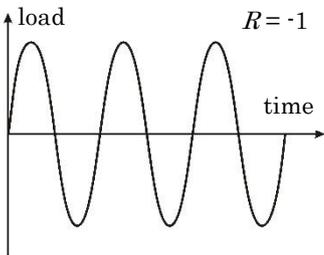
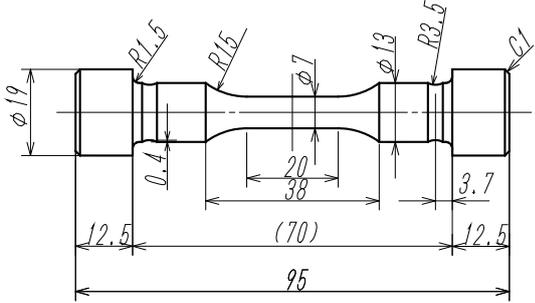
2) JIS G 4053 (2008), "Low-alloyed steels for machine structural use".

3) Determined from $\sigma\varepsilon$ curve.

4) Determined from σ stroke curve. See Fig. A1-6 in HYDROGENIUS DATABASE No.68.

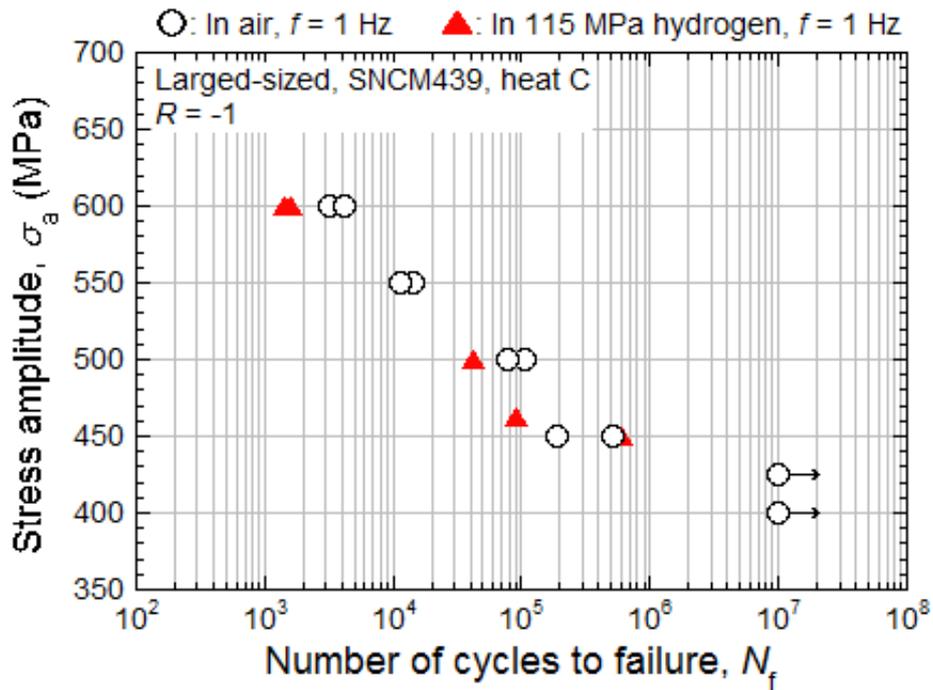
3. FATIGUE STRENGTH PROPERTIES

Table 6.2.1.5 Fatigue test conditions.

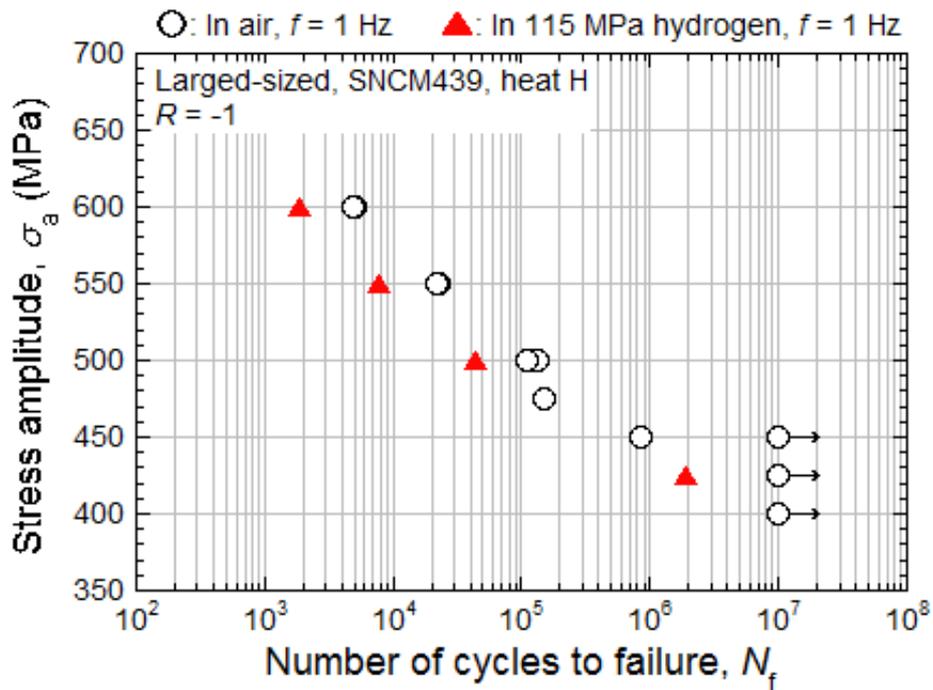
Type of test	Uniaxial
Testing machines	<ul style="list-style-type: none"> • 100 kN servohydraulic fatigue machine in gaseous hydrogen and nitrogen up to 120 MPa • 50 kN servohydraulic fatigue machine in air
Loading condition	Constant stress amplitude test under zero mean stress ($R = -1$)
Waveform	
Frequency	Sinusoidal 0.01 – 1 Hz
Environment	<ul style="list-style-type: none"> • 115 MPa hydrogen gas, RT • Laboratory air, RT
Gas purity	Hydrogen gas: 99.999 %
Specimen ¹⁾	

1) The specimen surface was finished by buffing with a colloidal SiO₂ (0.04 μm) solution.

4. EXPERIMENTAL RESULTS



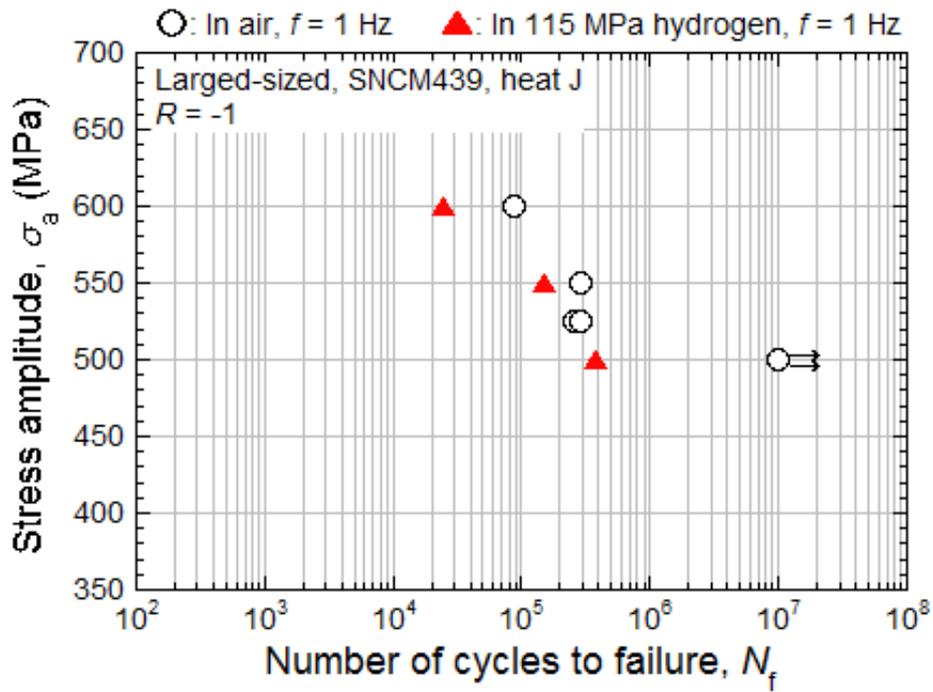
(a) Heat C, tempered at 650 °C ($\sigma_B=867$ MPa)



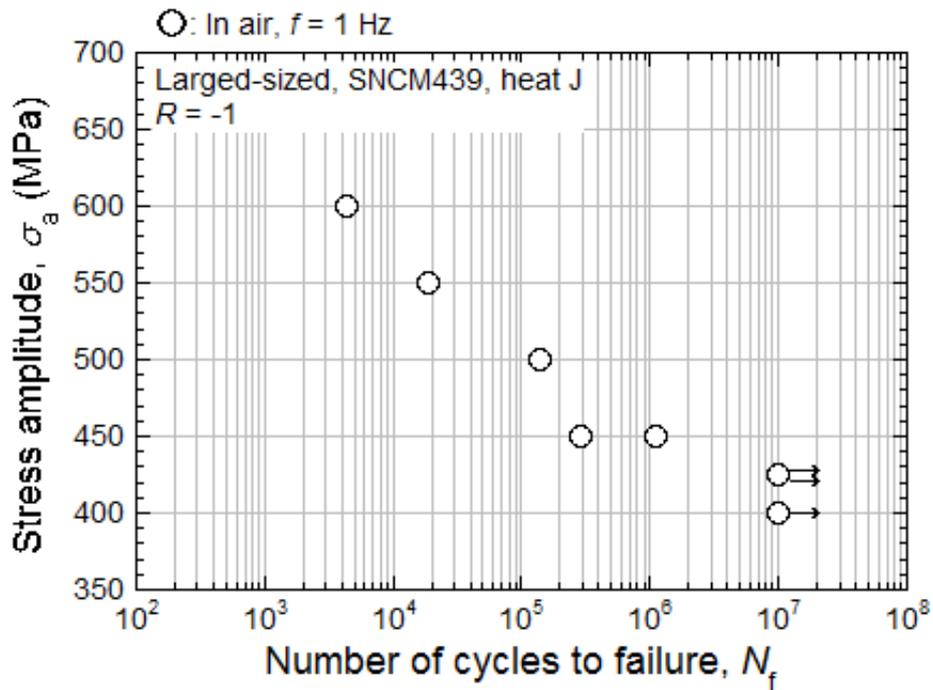
(b) Heat H, tempered at 640 °C ($\sigma_B=873$ MPa)

Fig.6.2.1 $S-N$ diagram of large-sized SNCM439.

(Figure continued on next page.)



(c) Heat J, tempered at 620 °C ($\sigma_B=1025$ MPa)



(d) Heat J, tempered at 650 °C ($\sigma_B=881$ MPa)

Fig.6.2.1 $S-N$ diagram of large-sized SNCM439. (Continued)

6.2.2 疲労寿命データの事例(2)

出典： 株式会社日本製鋼所
NEDO 水素利用技術研究開発事業成果報告書

1. MATERIALS

Table 6.2.2.1 Details of processing and related data of SNCM439.

Heat	Production process	Product form	Dimensions (mm)
A	Hot-forged	Plate	Length:950mm Width:130 mm Thickness:30 mm
B	Hot-forged	Round bar	Outer diameter:430 mm
C	Hot-rolled	Round bar	Outer diameter:300 mm
D	Hot-rolled	Round bar	Outer diameter:300 mm

Table 6.2.2.2 Chemical composition of SNCM439.

	Heat	Element (mass %)								
		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	O(ppm)
Product analysis	A	0.42	0.22	0.81	0.017	0.002	1.81	0.85	0.26	6
	B	0.40	0.26	0.80	0.005	0.004	1.90	0.84	0.25	35
	C	0.40	0.27	0.80	0.012	0.014	1.74	0.74	0.23	12
	D	0.41	0.26	0.82	0.022	0.010	1.60	0.79	0.15	15
Requirement ¹⁾	Max	0.43	0.35	0.90	0.030	0.030	2.00	1.00	0.30	
	Min	0.36	0.15	0.60			1.60	0.60	0.15	

1) JIS G 4053 (2008), “Low-alloyed steels for machine structural use”.

Table 6.2.2.3 Heat treatment conditions of SNCM439.

Heat	Direction	Heat-treated shape	Quenching	Tempering
A	Axial	Length160mm Width:130 mm Thickness:30 mm	850 °C/2 h, Oil-quenched	650 °C/4 h, Air-cooled
B	Axial	Length160mm Width:100 mm Thickness:30 mm	850 °C/2 h, Oil-quenched	645 °C/4 h, Air-cooled
	Circumferential			
C	Axial	Length160mm Width:100 mm Thickness:30 mm	850 °C/2 h, Oil-quenched	645 °C/4 h, Air-cooled
	Circumferential			625 °C/4 h, Air-cooled
D	Axial	Length160mm Width:100 mm Thickness:30 mm	850 °C/2 h, Oil-quenched	630 °C/4 h, Air-cooled

2. MECHANICAL PROPERTIES

Table 6.2.2.4 Mechanical properties of SNCM439.

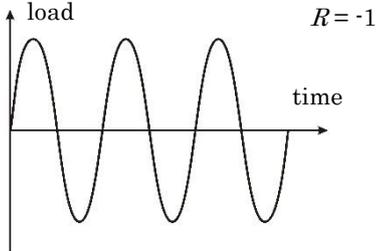
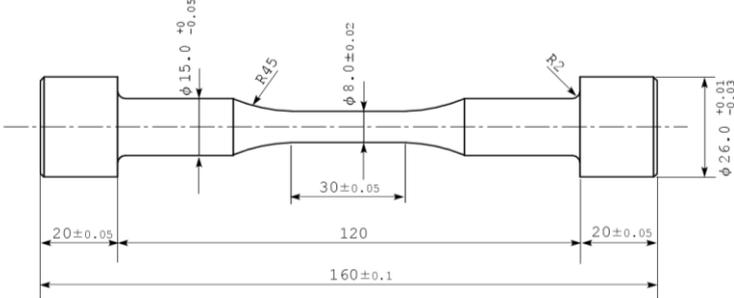
Heat	Direction	Tensile Properties ¹⁾			
		0.2 % proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile Strength σ_B (MPa)	Fracture elongation ε_f (%)	Reduction of Area φ (%)
A	Axial	730	853	20	57
B	Axial	739	885	22	61
	Circumferential	737	881	17	44
C	Axial	744	880	22	63
	Circumferential	830	954	16	42
D	Axial	762	894	20	59
Requirement ²⁾	max				
	min	885	980	16	45

1) JIS Z 2201(2008), 14A specimen (diameter 8mm, gage length 40mm)

2) JIS G 4053 (2008), "Low-alloyed steels for machine structural use".

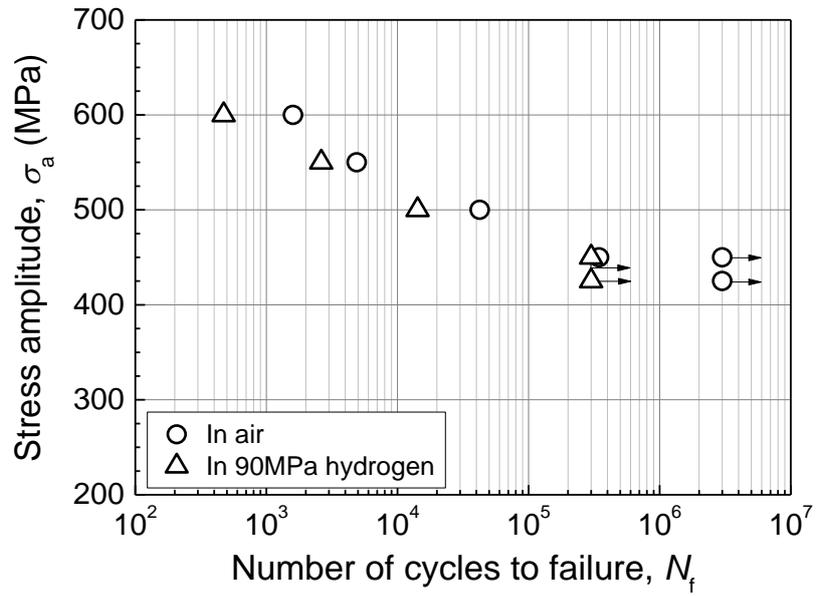
3. FATIGUE STRENGTH PROPERTIES

Table 6.2.2.5 Fatigue test conditions.

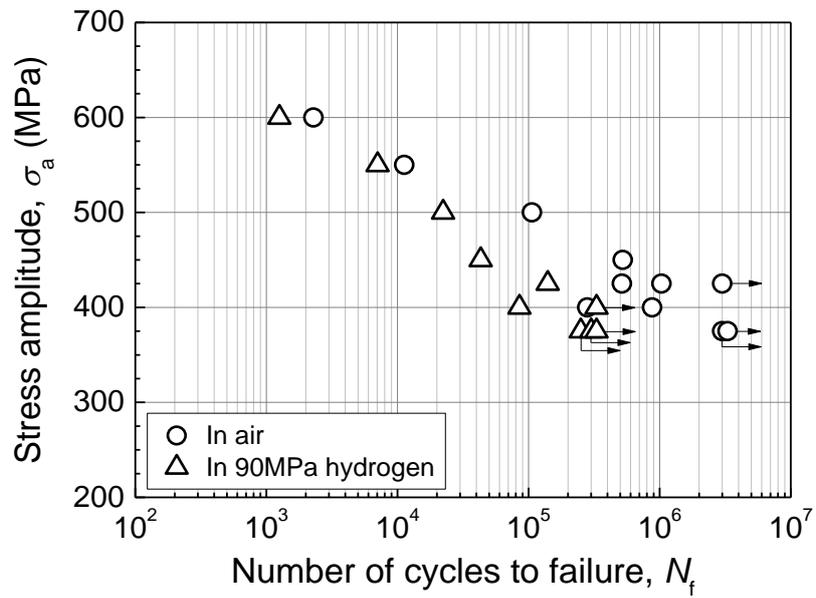
Type of test	Uniaxial	
Testing machines	Servo-hydraulic, 100 kN	Servo-hydraulic, 100 kN
Loading condition	Constant stress amplitude test under zero mean stress ($R = -1$)	
Waveform		
	Sinusoidal	
Frequency	1Hz	0.5 – 5 Hz
Environment	In 90 MPa hydrogen gas at RT	In air at RT
Gas purity	Hydrogen gas : 99.99999% (7N)	---
Specimen ¹⁾		

1) Surface finishing was performed by axial polishing with 800 grade silicon carbide paper.

4. EXPERIMENTAL RESULTS



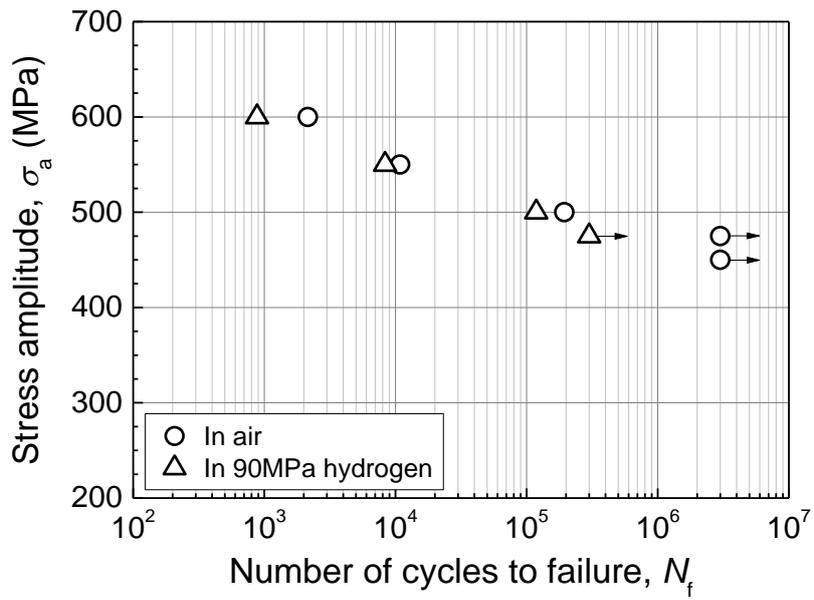
(a) Heat A, axial direction



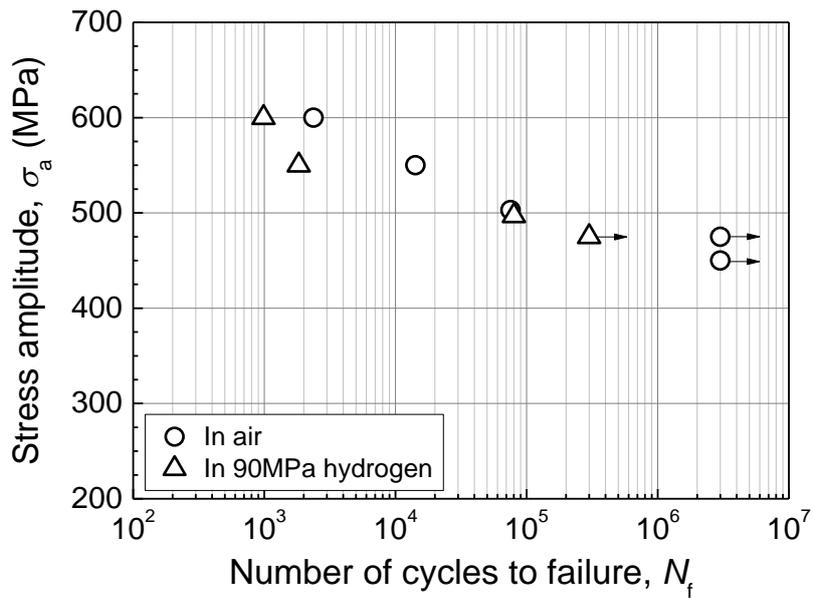
(b) Heat B, axial direction

Fig.6.2.2 *S-N* diagram of SNCM439.

(Figure continued on next page.)



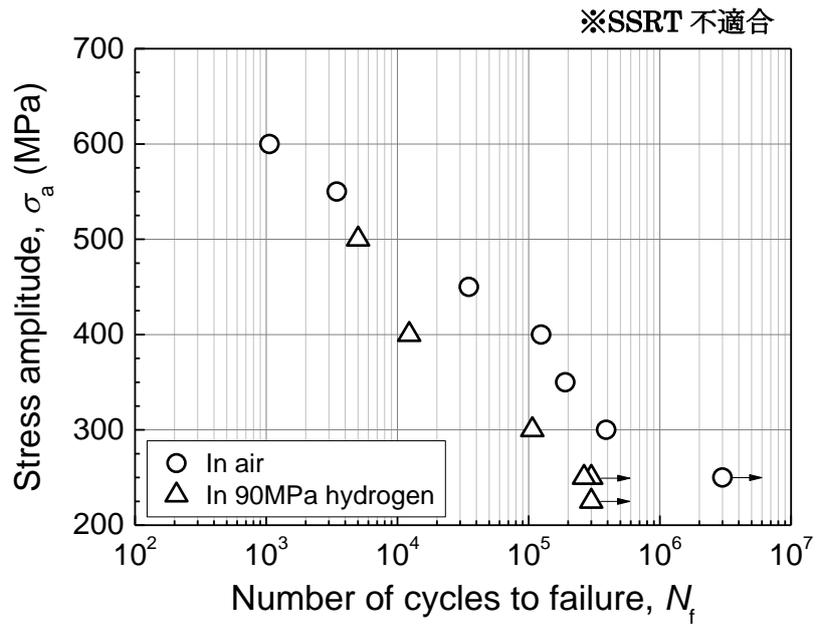
(c) Heat C, axial direction



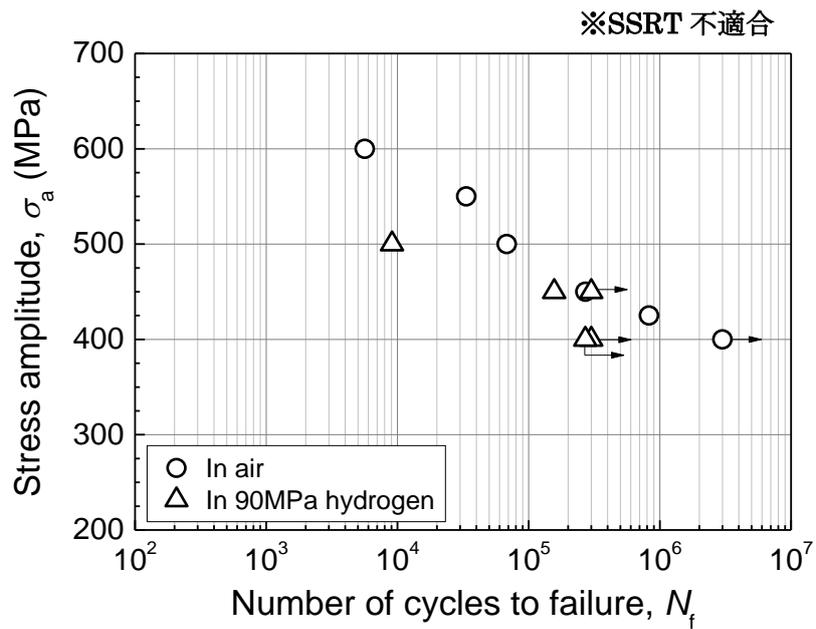
(d) Heat D, axial direction

Fig.6.2.2 *S-N* diagram of SNCM439.

(Figure continued on next page.)



(e) Heat B, circumferential direction



(f) Heat C, circumferential direction

Fig.6.2.2 $S-N$ diagram of SNCM439.

6.2.3 疲労寿命データの事例(3)

出典： JFE ステール株式会社
NEDO 水素利用技術研究開発事業成果報告書

1. MATERIALS

Table 6.2.3.1 Details of processing and related data of SNCM439.

Heat	Production process	Product form	Dimensions (mm)
A	Hot-rolled	Cylinder	Length:6000 Outer diameter:356 Thickness:62

Table 6.2.3.2 Chemical compositions of SNCM439.

	Heat	Element (mass %)							
		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
Product analysis	A	0.40	0.24	0.73	0.007	<0.0010	1.77	0.74	0.22

Table 6.2.3.3 Heat treatment conditions of SNCM439.

Material	Heat	Shape	Quenching	Tempering
Seamless line pipe	A	Cylinder	870 °C-80min, Oil-quench	635 °C-160min, Air-cooling

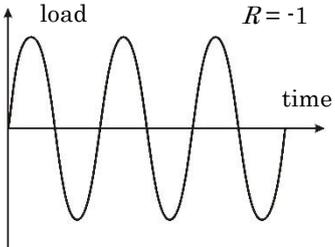
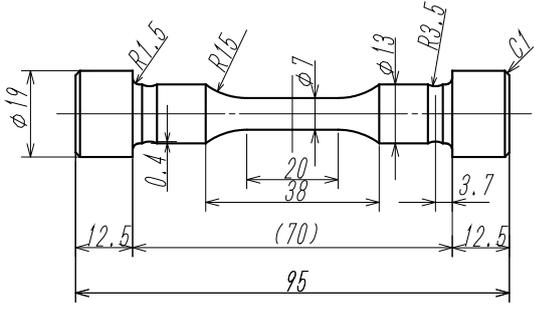
2. MECHANICAL PROPERTIES

Table 6.2.3.4 Mechanical properties of SNCM439.

Material	Heat	Shape	Tempering Temperature (°C)	Tensile Properties				Vickers Hardness (HV10)
				0.2 % proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile Strength σ_B (MPa)	Fracture elongation ϵ_f (%)	Reduction of Area ϕ (%)	
Seamless line pipe	A	Cylinder	635	787	928	21.2	71.3	280
				787	928	21.7	69.4	

3. FATIGUE STRENGTH PROPERTIES

Table 6.2.3.5 Fatigue test conditions.

Type of test	Uniaxial
Testing machines	Servo-hydraulic, 50 kN
Loading condition	Constant stress amplitude test under zero mean stress ($R = -1$)
Waveform	 <p style="text-align: center;">Sinusoidal</p>
Frequency	1 Hz
Environment	RT: air, 105 MPa hydrogen gas
Gas purity	Hydrogen gas: 99.9999 % (6N)
Specimen ¹⁾	

1) The specimen surface was finished by polishing.

4. EXPERIMENTAL RESULTS

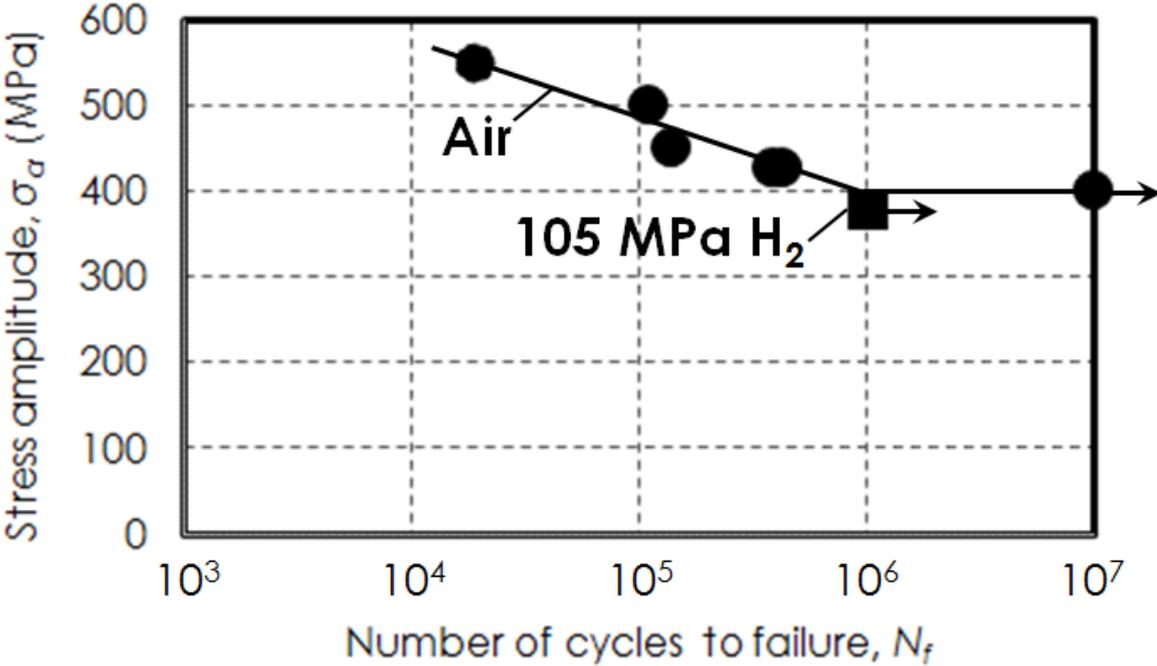


Fig.6.2.3 *S-N* diagram of SNCM439.

6.3 疲労き裂進展データの事例

6.3.1 疲労き裂進展データの事例(1)

出典： HYDROGENIUS DATABASE / No. A70(Tentative) / 2017 /
Database on Long Fatigue Crack Growth Properties of JIS-SNCM439 Nickel Chromium Molybdenum Steel in 115 MPa Hydrogen Gas

1. MATERIALS

Table 6.3.1.1 Details of processing and related data of SNCM439.

Heat	Production process	Product form	Dimensions (mm)
B ¹⁾	Hot-rolled	Plate	Length:870 mm Width:130 mm Thickness:31 mm
G ¹⁾	Hot-rolled	Plate	Length:834 mm Width:130 mm Thickness:30 mm
J ¹⁾	Hot-forged	Cylinder	Length:3630 mm Outer diameter:320 mm Inner diameter:200 mm Thickness:60 mm

1) Reported by the manufacture.

Table 6.3.1.2 Chemical composition of SNCM439.

	Heat	Element (mass %)							
		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
Product analysis	B ¹⁾	0.43	0.22	0.82	0.012	0.002	1.81	0.86	0.25
	G ¹⁾	0.40	0.22	0.80	0.014	0.002	1.80	0.86	0.26
	J ¹⁾	0.40	0.27	0.89	0.009	0.015	1.84	0.92	0.28
Ladle analysis	B ²⁾	0.42	0.22	0.82	0.016	0.002	1.80	0.86	0.26
	G ²⁾	0.39	0.22	0.79	0.016	0.002	1.80	0.84	0.26
	J ³⁾	0.42	0.26	0.80	0.010	<0.010	1.91	0.89	0.25
	Requirement ⁴⁾	max	0.43	0.35	0.90	0.030	0.030	2.00	1.00
	min	0.36	0.15	0.60			1.60	0.60	0.15

1) Performed by HYDROGENIUS.

2) Reported by the manufacture.

3) After the inspection certificate.

4) JIS G 4053 (2008), "Low-alloyed steels for machine structural use".

Table 6.3.1.3 Heat treatment conditions of SNCM439.

Material	Heat	Shape	Quenching	Tempering
Large-sized material	B ¹⁾	Plate	850 °C/2 h, Oil-quenched	650 °C/4 h, Air-cooled
	G ¹⁾	Plate	850 °C/2 h, Oil-quenched	640 °C/4 h, Air-cooled
	J ¹⁾	Cylinder	860 °C, Water-spray	620 °C, Air-cooled
			850 °C/2 h, Oil-quenched ⁴⁾	650 °C/4 h, Air-cooled ⁴⁾

1) Reported by the manufactures.

2) Performed by HYDROGENIUS.

3) See Table 5.

4) A block of l 108 mm, w 320 mm and t 60 mm was heat-treated.

2. MECHANICAL PROPERTIES

Table 6.3.1.4 Mechanical properties of SNCM439.

Material	Heat	Shape	Tempering Temperature (°C)	Tensile Properties				Vickers Hardness (HV)
				0.2 % proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile Strength σ_B (MPa)	Fracture elongation ε_f (%)	Reduction of Area φ (%)	
Large-sized material	B ¹⁾	Plate	650	738 ³⁾ (739 ⁴⁾)	867	22	66	275
	G ¹⁾	Plate	640	746 ³⁾ (747 ⁴⁾)	873	23	66	270
	J ¹⁾	Cylinder	620	925 ³⁾ (921 ⁴⁾)	1025	20	62	318
			650	766 ³⁾ (764 ⁴⁾)	881	25	67	263
Requirement ²⁾			max					
			min	885	980	16	45	

1) Performed by HYDROGENIUS.

2) JIS G 4053 (2008), "Low-alloyed steels for machine structural use".

3) Determined from $\sigma\epsilon$ curve.

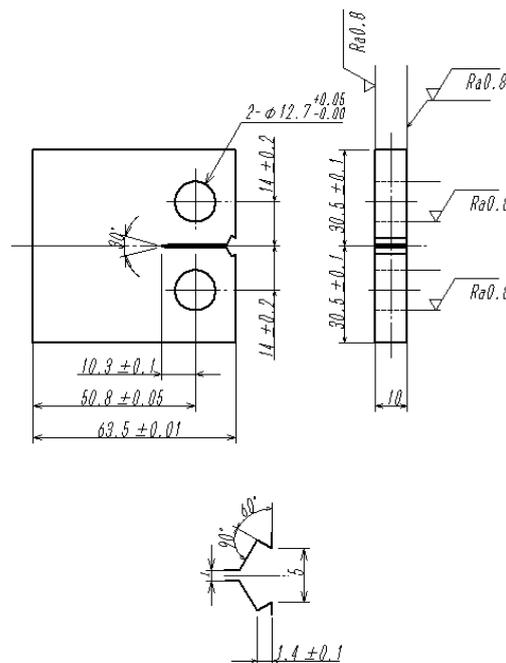
4) Determined from σ stroke curve. See Fig. A1-6 in HYDROGENIUS DATABASE No.68.

3. FATIGUE CRACK GROWTH PROPERTIES

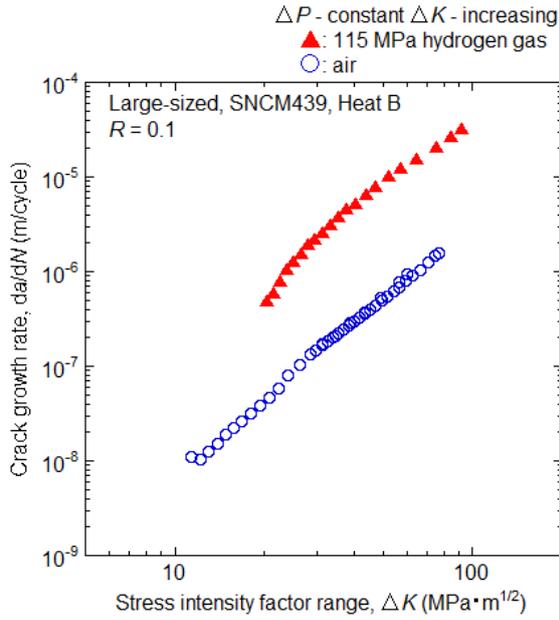
Table 6.3.1.5 Fatigue crack growth test conditions.

Testing machines	<ul style="list-style-type: none"> • 100 kN servohydraulic fatigue machine in gaseous hydrogen and nitrogen up to 120 MPa • 30 kN servohydraulic fatigue machine in air
Loading condition	Sinusoidal
Environment	<ul style="list-style-type: none"> • 95 - 115 MPa hydrogen gas, RT • Laboratory air, RT
Gas purity	Hydrogen gas: 99.999 % (5 N)
Frequency	0.001 - 5 Hz

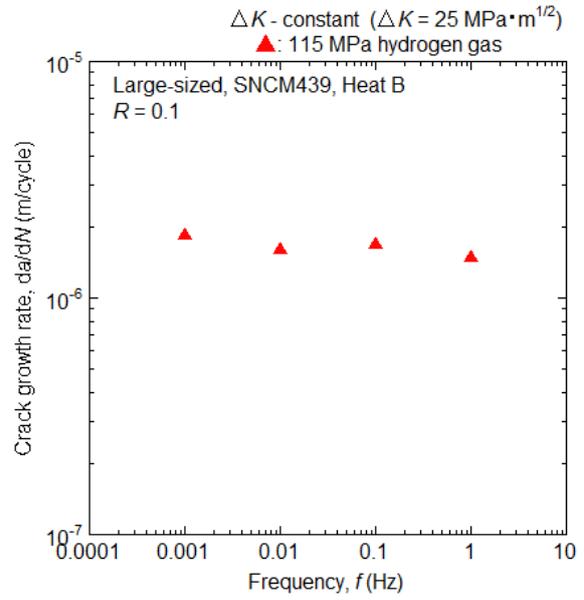
Specimen¹⁾²⁾
(dimensions in mm)



4. EXPERIMENTAL RESULTS

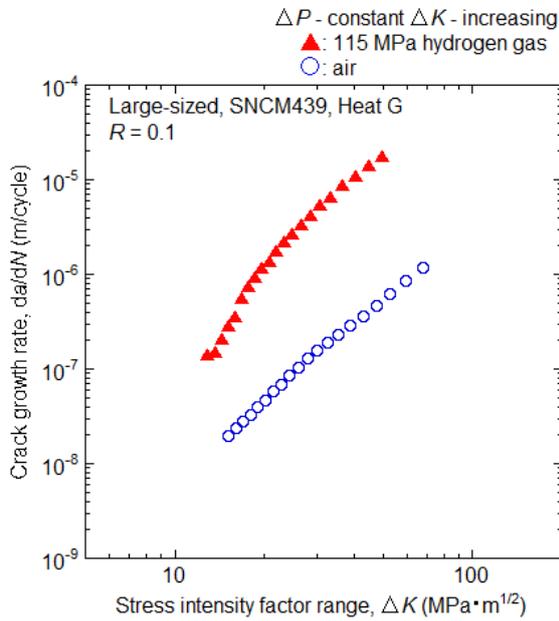


(a-1) da/dN versus ΔK

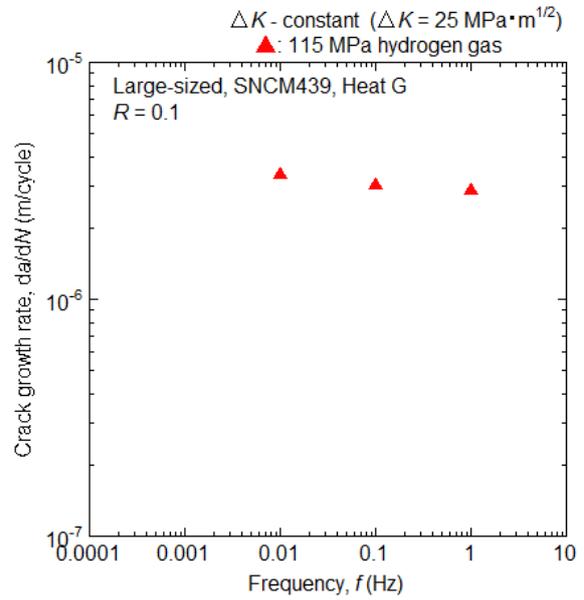


(a-2) da/dN versus f

(a) Heat B, $T = 650 \text{ }^\circ\text{C}$ ($\sigma_B = 867 \text{ MPa}$)



(b-1) da/dN versus ΔK



(b-2) da/dN versus f

(b) Heat G, $T = 640 \text{ }^\circ\text{C}$ ($\sigma_B = 873 \text{ MPa}$)

Fig.6.3.1 Relationships between da/dN and ΔK , and between da/dN and f for large-sized SNCM439.

(Figure continued on next page.)

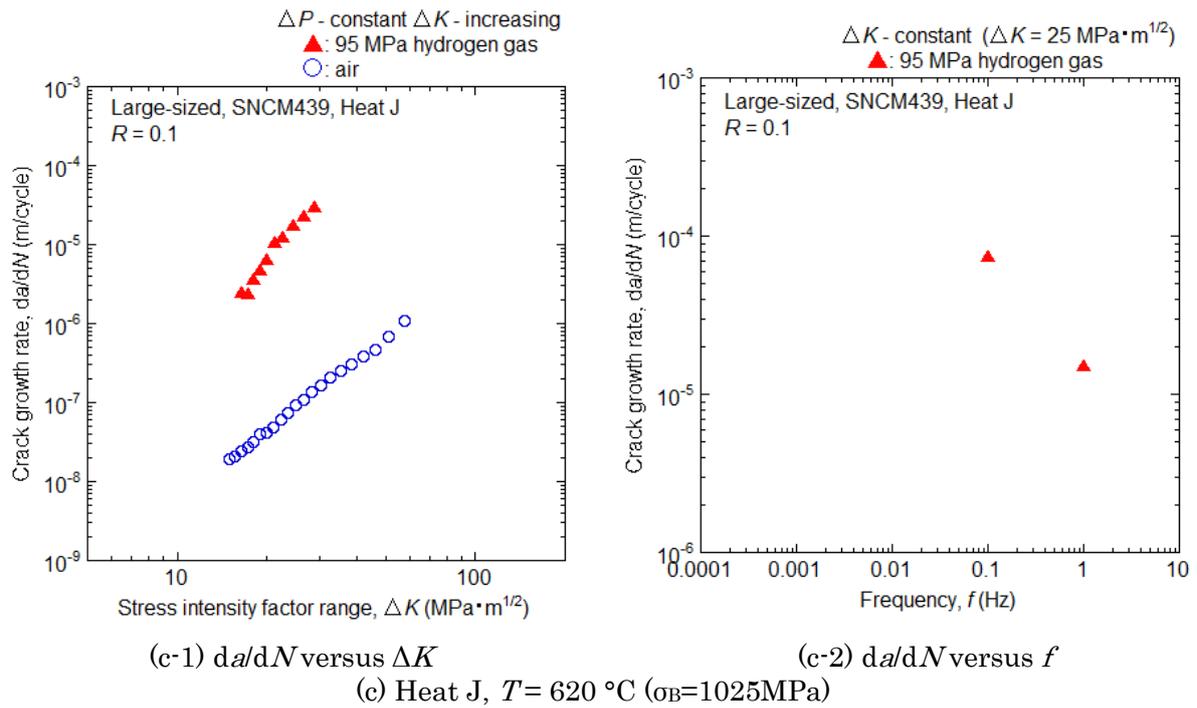


Fig.6.3.1 Relationships between da/dN and ΔK , and between da/dN and f for large-sized SNCM439. (Continued)

6.3.2 疲労き裂進展データの事例(2)

出典：Yoru Wada, Effect of cycle frequency on fatigue crack propagation behavior for steels in hydrogen storage, Proceedings of ASME 2013 Pressure Vessels and Piping Conference, 2013, Paris, France, PVP2013-97485.

1. MATERIALS

Table 6.3.2.1 Details of processing and related data of SNCM439.

Heat	Production process	Product form	Dimensions (mm)
D	Hot-forged	Plate	Thickness:75 mm
E	Hot-rolled	Round bar	Outer diameter:200 mm

Table 6.3.2.2 Chemical composition of SNCM439.

	Heat	Element (mass %)							
		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
Product analysis	D	0.42	0.22	0.80	0.014	0.0023	1.82	0.86	0.25
	E	0.40	0.23	0.78	0.022	0.0100	1.72	0.83	0.20
Requirement ¹⁾	Max	0.43	0.35	0.90	0.030	0.030	2.00	1.00	0.30
	Min	0.36	0.15	0.60			1.60	0.60	0.15

1) JIS G 4053 (2008), "Low-alloyed steels for machine structural use".

Table 6.3.2.3 Heat treatment conditions of SNCM439.

Heat	Heat-treated shape	Quenching	Tempering
D	Thickness:35 mm	850 °C, Simulated cooling 60 °C/min	640 °C, Air-cooled
E	Outer diameter:200 mm Inner diameter:60 mm Thickness:70 mm	870 °C, Oil-quenched	620 °C, Air-cooled

2. MECHANICAL PROPERTIES

Table 6.3.2.4 Mechanical properties of SNCM439.

Heat	Direction	Tensile Properties			
		0.2 % proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile Strength σ_B (MPa)	Fracture elongation ε_f (%)	Reduction of Area φ (%)
D	Width	804	942	-	65
E	Axial	808	957	-	67
Requirement ¹⁾	max				
	min	885	980	16	45

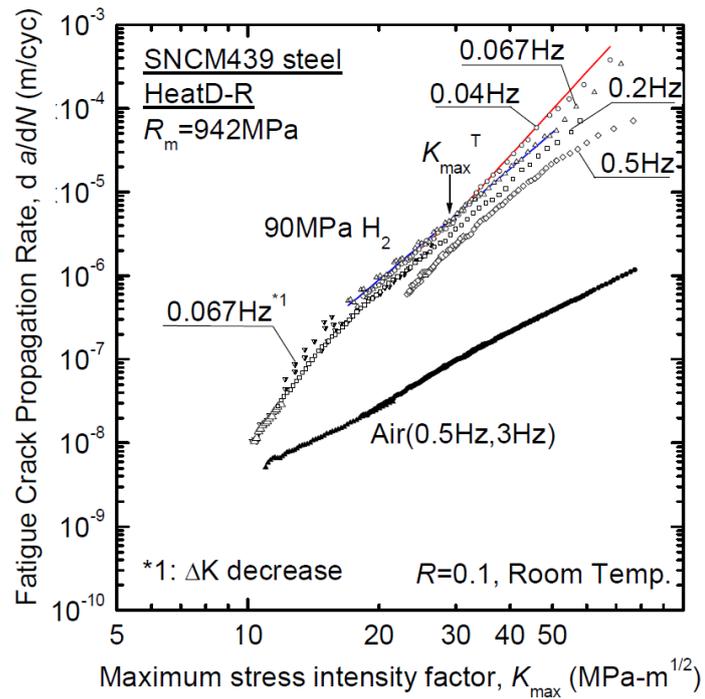
1) JIS G 4053 (2008), "Low-alloyed steels for machine structural use".

3. FATIGUE CRACK GROWTH PROPERTIES

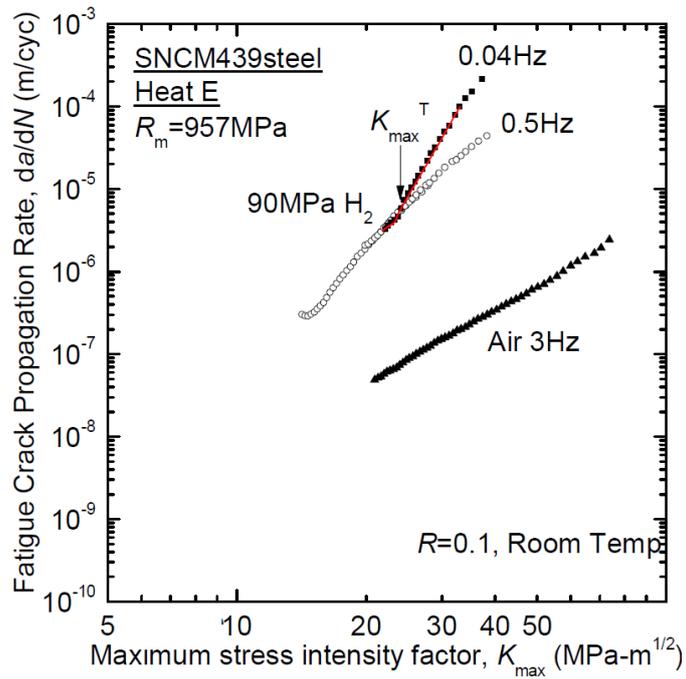
Table 6.3.2.5 Fatigue crack growth test conditions.

Testing machines	Servo-hydraulic, 100 kN
Loading condition	Sinusoidal
Environment	90MPa hydrogen gas, RT
Gas purity	Hydrogen gas: 99.99999 % (7 N)
Frequency	0.067, 0.04, 0.2, 0.5 Hz
Specimen (dimensions in mm)	

4. EXPERIMENTAL RESULTS



(a) Heat D



(b) Heat E

Fig.6.3.2 Relationships between da/dN and K_{max} for SNCM439.

6.3.3 疲労き裂進展データの事例(3)

出典： JFE スチール株式会社
NEDO 水素利用技術研究開発事業成果報告書

1. MATERIALS

Table 6.3.3.1 Details of processing and related data of SNCM439.

Heat	Production process	Product form	Dimensions (mm)
A	Hot-rolled	Cylinder	Length:6000 Outer diameter:356 Thickness:62

Table 6.3.3.2 Chemical compositions of SNCM439.

	Heat	Element (mass %)							
		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
Product analysis	A	0.40	0.24	0.73	0.007	<0.0010	1.77	0.74	0.22

Table 6.3.3.3 Heat treatment conditions of SNCM439.

Material	Heat	Shape	Quenching	Tempering
Seamless line pipe	A	Cylinder	870 °C-80min, Oil-quench	635 °C-160min, Air-cooling

2. MECHANICAL PROPERTIES

Table 6.3.3.4 Mechanical properties of SNCM439.

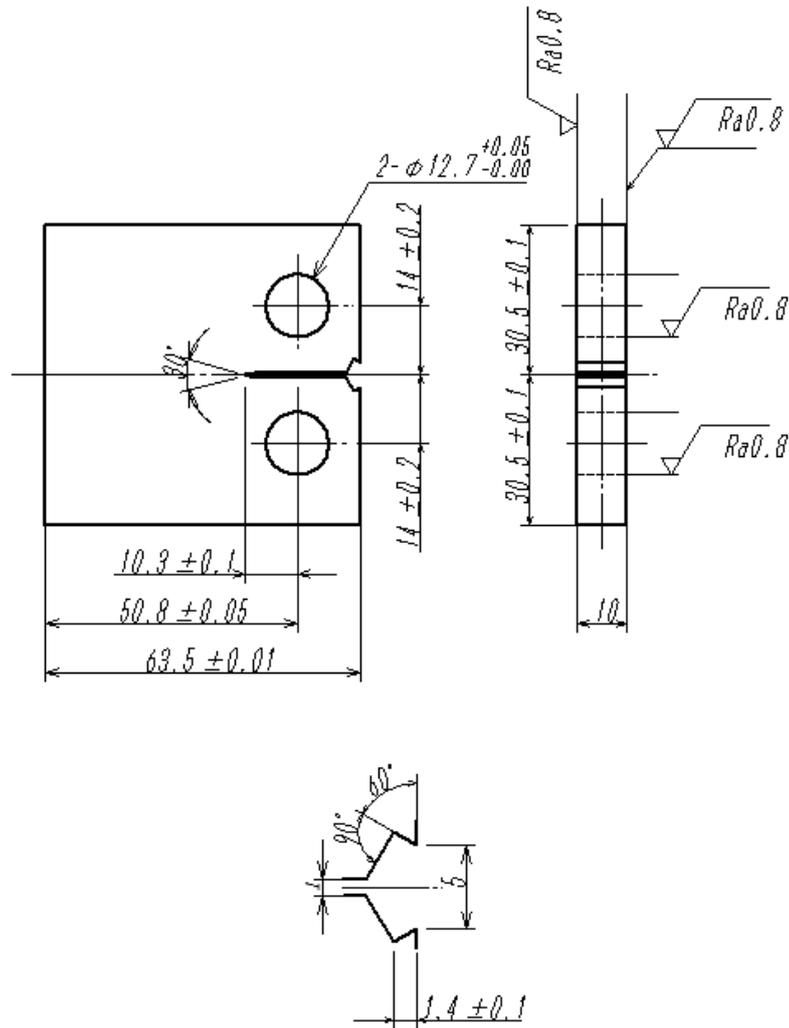
Material	Heat	Shape	Tempering Temperature (°C)	Tensile Properties				Vickers Hardness (HV10)
				0.2 % proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile Strength σ_B (MPa)	Fracture elongation ϵ_f (%)	Reduction of Area ϕ (%)	
Seamless line pipe	A	Cylinder	635	787	928	21.2	71.3	280
				787	928	21.7	69.4	

3. FATIGUE CRACK GROWTH PROPERTIES

Table 6.3.3.5 Fatigue-crack growth test conditions.

Testing machines	Servo-hydraulic, 50 kN
Loading condition	Sinusoidal
Environment	RT: Air, 93 MPa hydrogen gas
Gas purity	Hydrogen gas: 99.9999 % (6N)
Frequency	1 Hz

Specimen¹⁾²⁾
(dimensions in mm)



4. EXPERIMENTAL RESULTS

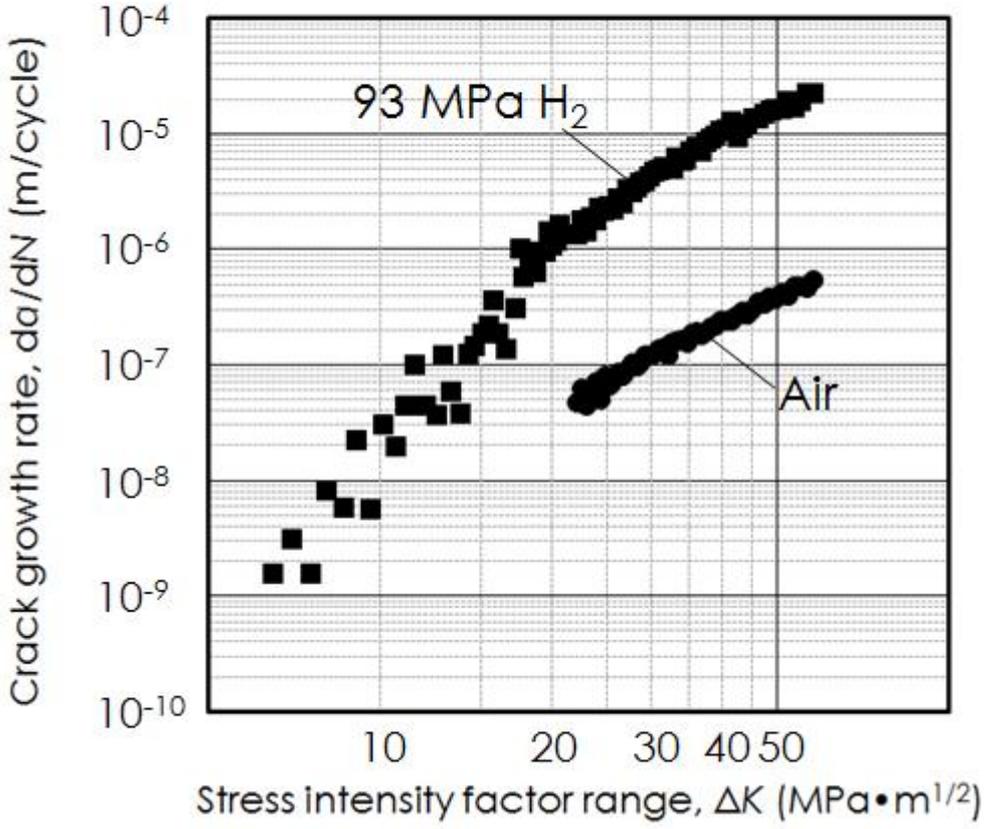


Fig.6.3.3 Relationships between da/dN and ΔK of SNCM439.

7 補足資料

7.1 金属加工(しわ)

口金部の絞り成形により、鏡部内面に生ずるしわ底部がき裂進展の起点となる初期欠陥を包含していることが懸念され、製造品の開口部または外面から欠陥を探傷し、所定の大きさ以下であることを確認することが望ましいが、現時点では具体的な解決策が見通せないことから、当面は注意喚起に留めることとした。

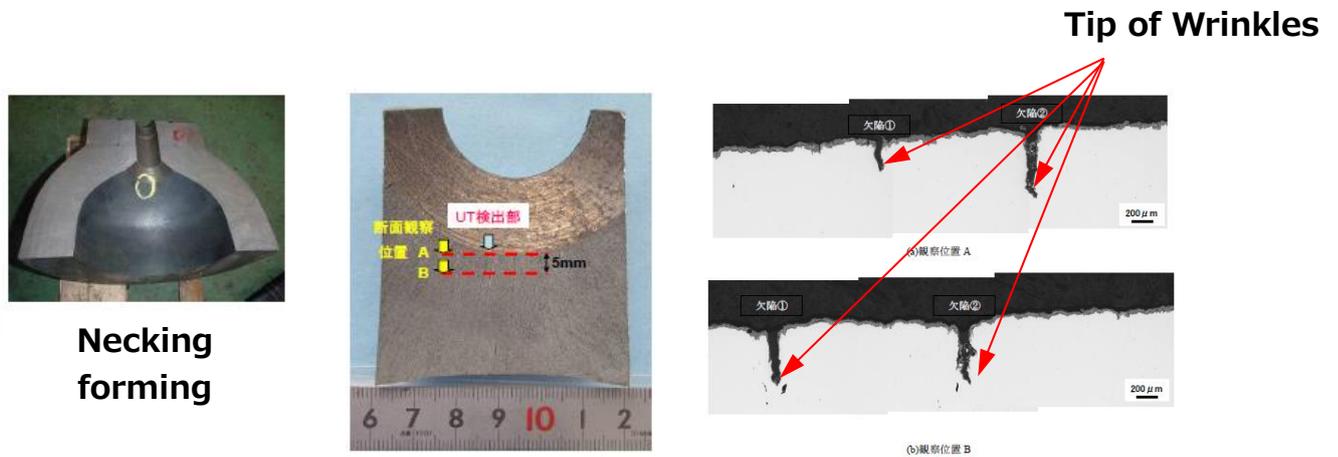


図 7.1 鏡部内表面に観察されたしわの事例

参考文献：(平成 20 年度～平成 24 年度)水素製造・輸送・貯蔵システム等技術発成果報告書
- 低コスト型 70MPa 級水素ガス充填対応ステーション機器に係わる研究開発