平成２４年度経済産業省委託事業

平成24年度水素ネットワーク構築導管保安技術調査
（付臭剤添加による金属系材料の水素脆化影響調査）

調査報告書

平成２５年３月

日鉄住金パイプライン&エンジニアリング株式会社

目次

Ⅰ．調査の概要 1
１．　背景と目的 1
２．　調査体制 1
３．　調査内容 5
３．１　事業内容 5
３．２　実施方法 5
３．３　実施期間 5
Ⅱ．調査の報告 6
１．調査の内容計画、検討 6
１．１　概要 6
１．２　調査内容と経緯 6
１．３　調査計画 8
１．４　実施場所 10
２．試験装置・設備等の製作・導入 11
２．１　試験装置(付臭剤添加水素ｶﾞｽ中の疲労き裂進展試験用水素ﾁｬﾝﾊﾞｰ)導入目的 11
２．２　水素ガス中の疲労試験方法 12
２．３　水素チャンバーの基本仕様 13
２．４　水素チャンバーの構造の当初計画と試験片セット方法 14
２．５　試験装置導入 16
３．供試鋼材 18
３．１　化学成分 18
３．２　引張特性 19
３．３　シャルピー衝撃特性 19
３．４　水素侵入特性 20
３．５　大気中疲労き裂進展特性 22
４．水素ガス中でのき裂進展試験要領 25
４．１　供試鋼 25
４．２　試験片の製作 25
４．３　疲労き裂伝播試験条件 26
４．４　試験水素ガスの封入条件 27
４．５　水素中疲労き裂進展試験方法 28
４．６　試験条件の確認 32
５．疲労き裂進展試験結果 36
５．１　試験結果データ 36
５．２　疲労き裂進展速度の補正と試験結果の考察 47
６．まとめ 53

Ⅲ. 参考資料 54
参考資料１　水素チャンバー製作仕様. 55
参考資料２　供試鋼材ミルシート. 65
参考資料３　供試水素ガス分析試験成績書. 66

Ⅰ．調査の概要

１．背景と目的

天然ガスは中東以外の地域にも広く分散して賦存しており、他の化石燃料に比べて相対的に環境負荷が少ないクリーンなエネルギーである。エネルギー基本計画（平成１５年１０月）では安定供給及び環境保全の両面から重要なエネルギーと位置付けられ､他のエネルギー源とバランスを踏まえつつ、天然ガスシフトの加速化を推進することが示されている。

一方、燃料電池の普及等、将来の水素社会の実現のためには、水素の供給システムに係るインフラ整備や効率的な輸送・貯蔵技術の実用化が重要な課題と位置付けられている。

水素の供給方法については、利用の地点で水素を分離製造・供給する方法と、水素を導管で輸送する方法が考えられる。水素パイプラインは欧米では千ｋｍ以上の実績があるものの、日本においてはほとんど実績がなく、規模の大小を問わず実用化のための技術要件が明確にされていないため、パイプラインによる水素供給に関し、水素による管材料等の透過性、脆性等の安全に影響を及ぼす課題を解決しておく必要があることから､平成１７年度から平成１９年度の３ヵ年調査事業｢地方都市ガス事業天然ガス化促進対策調査（水素供給システム安全性技術調査）｣では水素供給システムの構築に必要な安全性に係るデータを取得し、水素供給システムの安全性に係る項目及び既定値が整理された。

一般需要家向けの水素のパイプライン供給に際しては、保安確保のために必要となる導管等のガス工作物について、そのネットワークとしての運用に係る安全基準や工法等の具体的措置を明確化するため､これに有用な基盤技術､知見を整理し､ガス事業法の技術基準等の見直しに反映させることで、水素ネットワーク社会構築における保安確保を図ることを目的とし、前述の３ヵ年調査事業の調査結果を踏まえ、平成２３年度から平成２５年度までの３カ年の計画で水素ネットワーク構築導管保安技術調査（付臭剤添加による金属系材料の水素脆化影響調査）が進められている。

２．調査体制

経済産業省では平成２３年度から水素ネットワーク構築導管保安技術調査を開始し、平成２４年度は調査事業全体が５事業に分割され、一般競争入札が実施された。日鉄パイプライン株式会社[1] はそのうち「平成２４年度水素ネットワーク構築導管保安技術調査（付臭剤添加による金属系材料の水素脆化影響調査）」の事業を受託した。

本調査にあたっては、学識経験者、専門家、ガス事業者を代表する団体等から構成される「水素ネットワーク構築導管保安技術調査特別専門委員会」の年度始め、年央、年度末の審議により調査を行った。図２．１に調査実施体制（全体関連図）、図２．２に調査実施体制（日鉄住金パイプライン＆エンジニアリング株式会社）を示す。また、表２．１に委員会の名簿を示す。

脚注[1]：会社名は受託当時のもの。平成24年10月1日付けの日鉄パイプライン株式会社と住友金属パイプエンジ株式会社の経営統合を受け、本調査事業は日鉄住金パイプライン＆エンジニアリング株式会社に承継された。

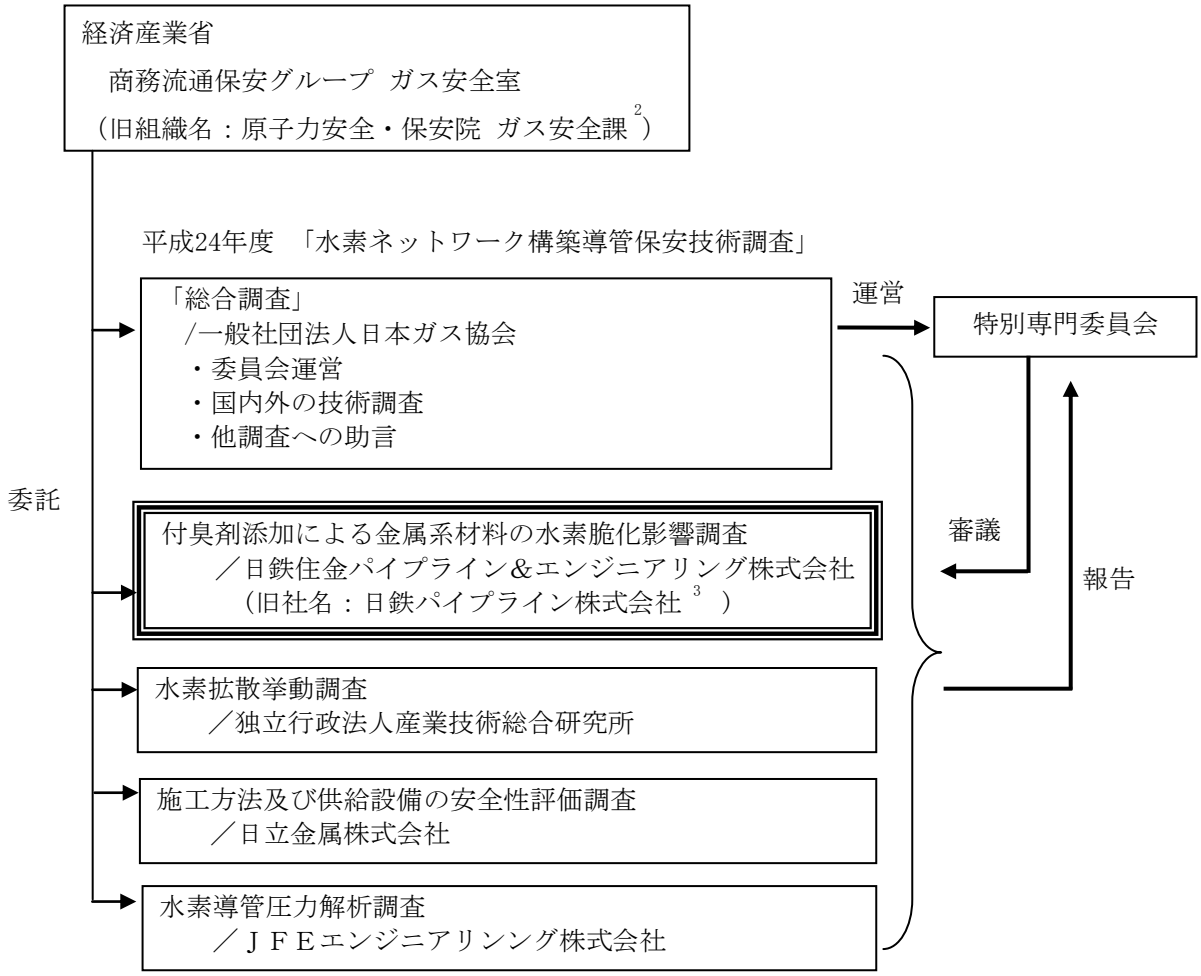


図２．１　調査実施体制（全体関連図）

脚注[2]：旧組織名は調査開始当時のもの。平成２４年９月１９日付けの経済産業省 原子力安全・保安院の組織改編を受け、ガス安全課は経済産業省 商務流通保安グループ ガス安全室に移行。

脚注[3]：脚注1参照

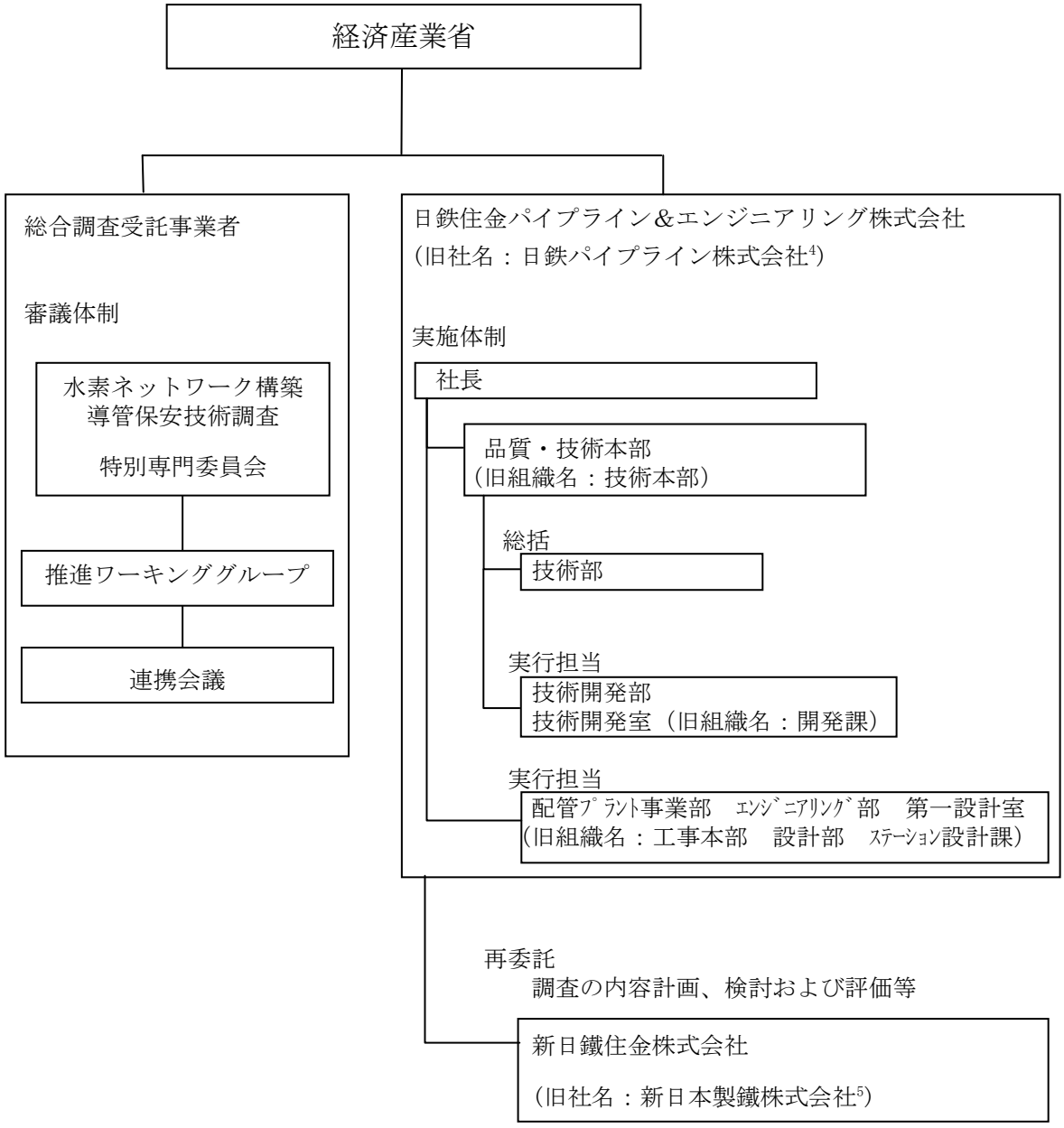


図２．２　調査実施体制（日鉄住金パイプライン＆エンジニアリング株式会社）

脚注[4]：脚注1参照

脚注[5]：会社名は調査開始当時のもの。平成24年10月1日付けの新日本製鐵株式会社と住友金属工業株式会社の経営統合を受け、本調査事業は新日鐵住金株式会社に承継された。

表２．１　水素供給システム安全性技術調査特別専門委員会名簿

委員長	岡崎　健	東京工業大学大学院 理工学研究科大学院理工学研究科教授
委　員	粟飯原 周二	東京大学 工学系研究科システム創成学専攻教授
	吉川　暢宏	東京大学 生産技術研究所革新的シミュレーション研究センター教授
	西村　寛之	京都工芸繊維大学大学院 工芸科学研究科 先端ファイプロ科学部門教授
	井上　雅弘	九州大学大学院 工学研究院地球資源システム工学部門 水素エネルギー国際研究センター准教授
	菱沼　祐一	東京ガス株式会社 技術開発本部 基盤技術部長
	西川　秀昭	大阪ガス株式会社 理事 導管部長
関係者	堀越　裕太郎	経済産業省 商務流通保安グループ ガス安全室 ガス供給保安担当補佐
	川原　佑介	経済産業省 商務流通保安グループ ガス安全室 ガス熱供給保安係長
事務局	和田　洋幸	一般社団法人 日本ガス協会 常務理事
	一般社団法人	日本ガス協会 技術開発部 燃料電池・水素グループ

３．調査内容

３．１　事業内容

平成２３年度水素ネットワーク構築導管保安技術調査（付臭剤添加による金属系材料の水素脆化影響調査）事業（以下、「平成２３年度事業」という。）の調査結果を踏まえ、漏えい検知のために使用する付臭剤を添加した水素による配管材料への水素脆化挙動に係る調査を実施した。

３．２　実施方法

（１）き裂伝播試験装置の製作

平成２３年度事業で実施した基本設計に基づき、試験装置（温度調整機構付き圧力チャンバー）を１式（予備品含む）製作した。

（２）き裂伝播試験の実施

上記（１）で製作した試験装置を用い、平成２３年度事業で機械特性評価等を実施した鋼管材料１種類（配管用炭素鋼鋼管(SGP) JIS G 3452、口径400A）を試験材に供し、水素ガス雰囲気下、水素ガスに付臭剤（総合調査受託事業者の助言に基づき２種類の付臭剤を選定）を添加した雰囲気下でのき裂伝播試験（サンプル数２以上）を実施した。

なお、当該調査の実施に当たっては、平成２４年度水素ネットワーク構築導管保安技術調査（総合調査）の受託者の助言等を受けつつ実施した。

３．３　実施期間

平成２４年６月２６日から

平成２５年３月１５日まで

Ⅱ．調査の報告

１．調査の内容計画、検討

１．１　概要

平成２４年度は平成２３年度水素ネットワーク構築導管保安技術調査（付臭剤添加による金属系材料の水素脆化影響調査）事業（以下、「平成２３年度事業」という。）の調査結果を踏まえ、漏えい検知のために使用する付臭剤を添加した水素による配管材料への水素脆化挙動に係る調査を実施した。

１．２　調査内容と経緯

平成２４年度の調査方針としては、平成２３年度より前の調査結果では想定する水素配管の使用水素環境条件の範囲では一般に低中圧用配管に使用される鋼材であるSGP、また中高圧での使用を想定したSTPG370に関し、機械的特性（引張特性（SSRT含む））や破壊特性（衝撃特性、破壊靭性（J-Rカーブによる延性破壊特性含む））に対して水素の影響が見られなかったが、疲労特性に関して高サイクル疲労試験でのS-Nカーブや、低サイクル疲労試験による破断寿命には大きな差は見られなかったものの、疲労き裂進展速度の測定結果が、ひずみ振幅の大きい領域においてのみ大気中での結果に比べ著しく早くなる傾向が見られたことや、想定する付臭剤の成分が鋼材の内部へ侵入するものではなく、水素と付臭剤のみの環境では腐食性もないため、機械的特性や破壊特性については影響を及ぼす要因とならないことから、付臭剤の影響が表れる可能性が考えられる、試験中に新生面が生じる疲労き裂進展特性についてのみ、より詳細な調査を行うこととなっている。

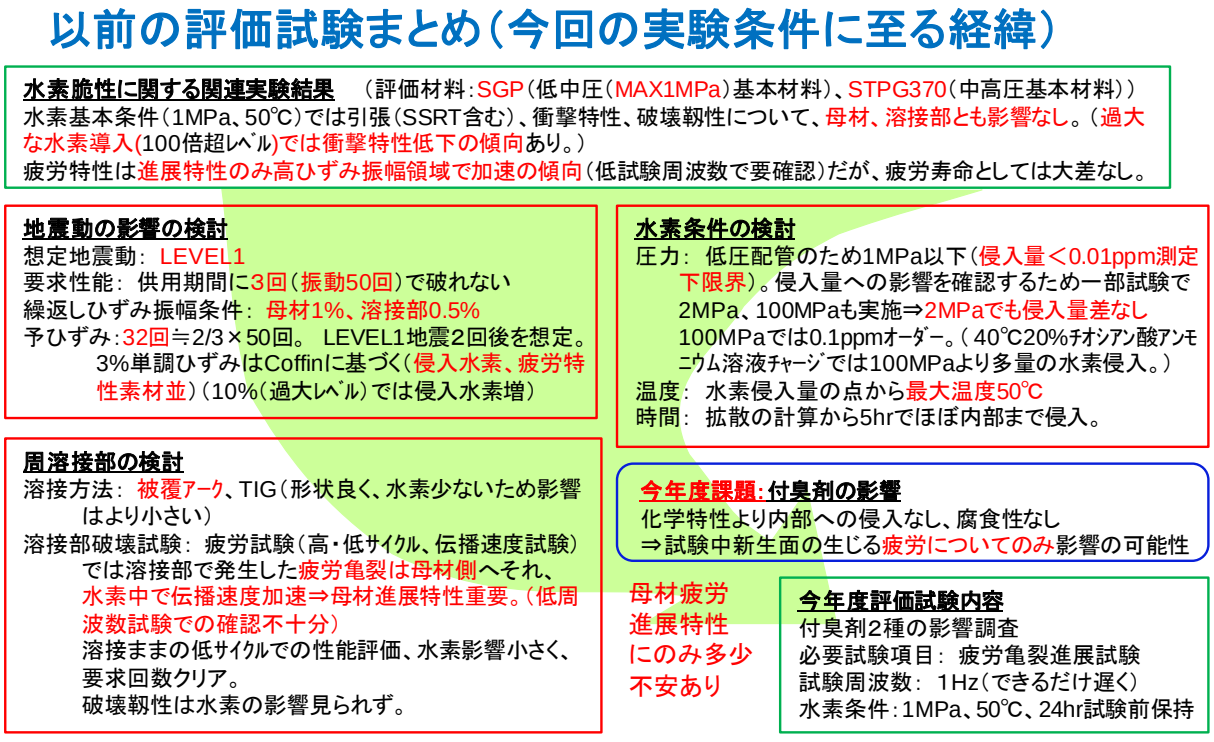


図１．２―１　　平成23年度事業以降の調査に至る経緯

なお、水素環境の条件としては配管のガス圧の上限から圧力を1MPaとし、温度条件としては水素の侵入量が増加する高温側の条件として50℃が想定された。

平成１７年度から平成１９年度の３ヵ年調査事業「地方都市ガス事業天然ガス化促進対策調査（水素供給システム安全性技術調査）」の調査内容については平成２３年度事業の調査で既に概要がまとめられているが、本年度も、事業の位置づけをより明確にするため、上述した調査方針を説明する資料として改めて図１．２―１を作成した。

平成17年度から19年度の調査では配管材料の機械的特性、破壊靭性、疲労特性が実用条件での水素侵入量とともに調査された。特に水素侵入条件の面から厳しい条件となるLEVEL1地震動を想定した予ひずみ後の特性の調査や、地震等の過大負荷によって破壊の生じやすい溶接部の評価が行われた。

この結果、想定より厳しい水素環境（より高圧）下でも材料への水素侵入量は限定的であり、機械的性質や破壊性能にはほとんど影響を及ぼさず、疲労き裂進展特性、特にひずみ振幅が大きく、き裂進展特度が早い領域において水素の影響がみられることが示された。ただし、こうした進展特性の変化が見られても、高サイクル疲労試験におけるS-N曲線では大気中の結果と差が見られず、地震動を想定した溶接部低サイクル疲労試験の破壊限界についても大気中の結果の寿命の短い側での分布が多いものの大きな差はなく、部材として要求レベルを満足していた。なお、溶接部の低サイクル疲労試験では発生進展した疲労き裂が母材側へ逸れていくことが示されたため、進展特性は母材での性能が重要であることが示された。また、水素環境下での疲労き裂進展速度は繰返し負荷の周波数の影響を受けることが懸念されているが、この点については調査期間の都合上十分な調査を行うことができなかった。こうした調査の結果に基づいて、平成２３年度事業以降の本調査では、ガス漏れ時の発見の容易さのために添加される付臭剤の材料への影響についてと、母材での疲労き裂進展特性を十分低い試験周波数で調査することが求められている。

本年度の調査では、（１）平成２３年度事業で設計された水素中でのき裂伝播試験装置（加温機能付き）の製作と、平成２３年度事業で検討された水素中での疲労き裂進展特性を評価する方法と今回作製する装置を用いた（２）水素中、および付臭剤を添加した水素中での疲労き裂進展試験を行った。

１．３　調査計画

（１）き裂伝播試験装置の製作

平成２３年度事業で実施した設計に基づき、試験装置（温度調整機構付き圧力チャンバー）を１式（予備品含む）を製作することである。以下に、当該装置の基本仕様および装置を試験機にとりつけた場合の外観イメージ図を示す。

水素チャンバーの基本設計仕様

(1) 試験項目

1) 試験項目	：４点曲げ疲労き裂伝播試験
2) 試験片サイズ	：12mm×7mm×80mm
3) 受け治具支持点距離	：48mm
4) 押し治具支持点距離	：24mm
5) き裂寸法測定方法	：微弱電流電位差法（クラックゲージ法も可能）

(2) 水素チャンバー

1) 設計圧力	：14.5MPa
2) 常用圧力	：10MPa　（平成２４年度　9.1MPaに設定）
3) 設計温度	：室温～100℃
4) 常用温度	：75℃　（平成２４年度設定）
5) 高圧ガスの種類	：H_2ガス
6) 容器容量	：約60000mm^3
7) 接ガス部材質	：SUS316, SUS316L, SUH660
8) 内部配線取り出し	：10pinハーメチックコネクタ
9) 対応試験機	：㈱島津製作所製EHF-u5

(3) 温度調整機構

1) 電源	：100V(50/60Hz)
2) 温度設定範囲	：室温～999℃
3) 制御方法	：PID制御
4) 温度表示精度	：±3℃（使用環境条件下において）
5) 室温表示精度	：±1℃（使用環境条件下において）
6) 使用環境	：5～40℃※1（湿度85%）但し結露なきこと
7) 昇温時間	：≦1時間（設定温度75℃、室温20℃の環境において）
8) センサー	：K熱電対
9) ヒーター	：1.5kW(max)

(4) 圧縮型内部ロードセル

1) 定格容量	：20kN
2) 非直線性	：±1%RO以内
3) 温度保証範囲	：0～50℃※2（但し結露なきこと）
4) 零点の温度影響	：±0.01%RO/℃以内
5) 許容印可電圧	：5V ACまたはDC

6）推奨印可電圧　　：1～2V ACまたはDC

7）推奨動ひずみアンプ　　：㈱共和電業DPM-900シリーズ

（5）安全対策（平成２４年度追加事項）

1）過大圧力時対策　　：ラプチャーディスク

〔注記〕

※1：温度調節器自体を設置する環境の温度

※2：銅製水冷ｼﾞｬｹｯﾄを取り付け、内部ﾛｰﾄﾞｾﾙの歪みｹﾞｰｼﾞ貼付部の温度が50℃以下に保たれる構造

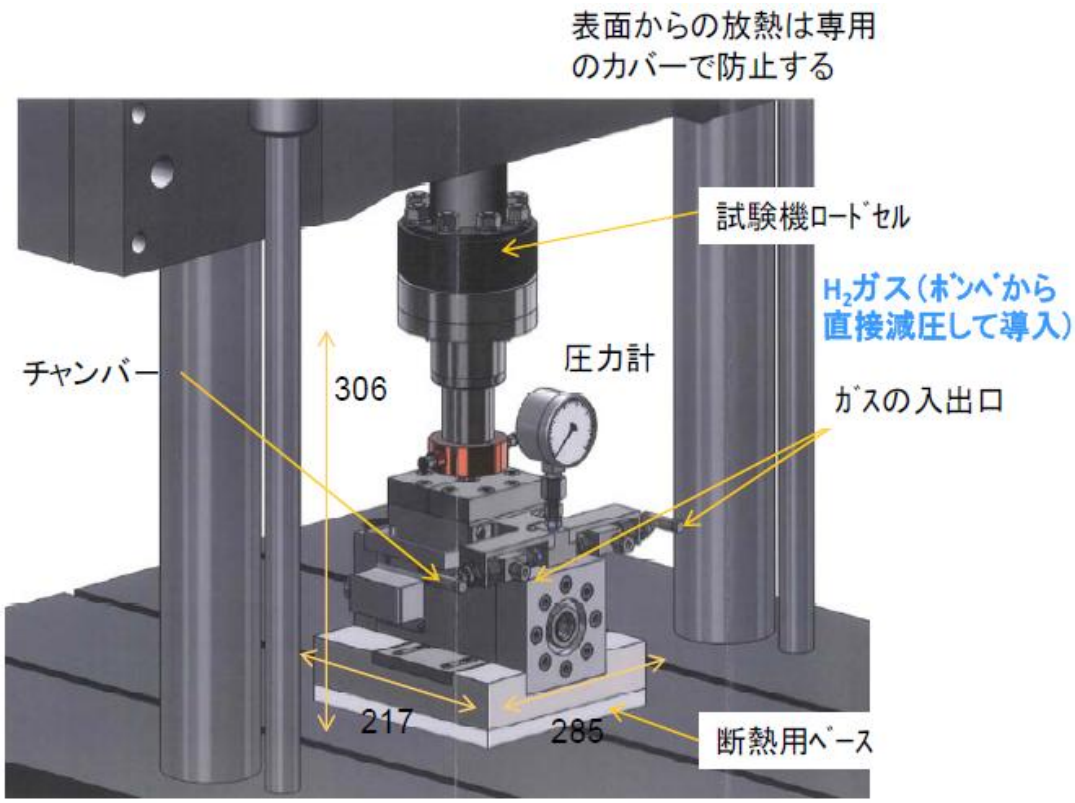


図１．３―１　疲労試験機に試験装置（温度調節機構付き圧力チャンバー）を取り付けたイメージ

（２）き裂伝播試験の実施

上記（１）で製作した試験装置を用い、平成２３年度事業で機械特性評価等を実施した鋼管材料（１種類以上）を試験材とし、水素雰囲気下、水素に付臭剤（総合調査受託事業者の助言に基づき２種類以上の付臭剤を選定）を添加した雰囲気下でのき裂伝播試験（サンプル数２以上）の実施である。

鋼管材料については、今年度（１）の水素チャンバーの製造から認可まで長期間を要すること、また、水素中での疲労き裂伝播特性は鋼中の水素拡散挙動と関係するため試験周波数に大きく依存し、十分に遅い周波数での実験が必要であることから、多数の疲労試験を行うことは困難であるため、低中圧用の鋼材SGPに絞って実験を行うことにした。

付臭剤については、総合調査受託事業者からの助言に基づき、シクロヘキセンと２－ヘキシンを用いることとなった。なお、これらは北九州の水素タウンでの使用実績や土中透過性の確認試験の結果、良好な性能を有していることが確認されている。

き裂進展速度の測定法については、水素チャンバー内での測定であることからクリップゲージなどの機械的装置での測定は困難であるため、試験片に直接添付して測定できるクラックゲージ法による測定またはクラックゲージへの水素ダメージを考慮して平成２３年度に確立した微弱電流での電位差法による測定法を用いることとした。

１．４　実施場所

（１）き裂伝播試験装置の製作

水素中疲労試験用チャンバーの作製については類似装置の設計・製作の実績のある株式会社神戸工業試験場にて行った。

（２）疲労き裂進展試験の実施

疲労き裂進展試験は各種材料での水素中での疲労試験についても実績のある株式会社日鐵テクノリサーチで行った。

（３）調査結果の取り纏め

実験によって得られた結果の評価については日鉄住金パイプライン＆エンジニアリング株式会社と新日鐵住金株式会社で行った。

２．試験装置・設備等の製作・導入

２．１　試験装置（付臭剤添加水素ｶﾞｽ中の疲労き裂進展試験用水素ﾁｬﾝﾊﾞｰ）導入目的

前述したように、平成１９年度までの結果、水素ガス中での低サイクル疲労領域での溶接部き裂進展速度が大気中に比べて増大。溶接部低サイクル疲労試験でも水素侵入処理材の寿命が大気暴露材の結果のばらつきの下限程度であった。

地震で付与されるような0.5%程度の繰り返しひずみを50回程度与えても、素材として水素侵入量は大きく変化しないが、10%以上の予ひずみ材では水素侵入量が増大した。これらのことから、低サイクル疲労では特に歪集中となるき裂先端部金で累積塑性歪の増大により水素トラップサイトが増加し、進展速度を速めると考えられる。一方、繰り返しひずみの小さい領域では伝播速度に差がなくなることから、繰り返し負荷による大ひずみ域の大きさの影響や、比較的早い周波数での実験が行われたこともあり、より低周波数では影響が表れる可能性が考えられる。

また、上記の平成１９年度までの地震で部材に生じるひずみに対しての性能を評価では、部材のひずみ量に着目して低サイクル疲労試験が行われ、議論がなされた。しかし、疲労き裂はその進展により大きくなるとき裂のK値が上昇、また、き裂先端の塑性域が増大するため、同じひずみであってもK値や塑性域寸法が異なるため、進展速度に及ぼす力学的影響因子がその試験ごとに異なってしまうため、破壊力学的に定量的なき裂進展速度の変化がわかりにくくなっていた。

そこで、平成２３年度からの事業では疲労き裂の進展速度の評価に一般的に用いられる破壊力学パラメーターであるΔKに対するき裂進展速度ｄａ／ｄＮ（き裂寸法をａ、繰り返し回数をＮとして、一回の負荷によるき裂進展量を表すパラメーター）で評価することとした。なお、水素での加速がみられたｄａ／ｄＮの領域は10^{-7}m/cycle以上のき裂が早く進展する領域であるため、その速度での評価が可能な試験片と、試験条件の設定が必要となった。

一般的にΔKに対するｄａ／ｄＮの関係を求める場合、ＣＴ（コンパクトテンション）と呼ばれる試験片で疲労試験が行われるが、付臭剤添加水素ガスを用いることに関して既存装置を持つ試験機関から、装置の使用許可を取り付けることが出来ないことや、水素ガスのチャンバー中で行う場合にはこの試験を行うには試験片や治具の広いスペースが必要になることから、1MPa以上の水素ガスの場合、高圧ガス貯蔵設備としての認可が必要となり、装置の導入が高価、かつ、装置作製期間が長くなることや認可のために防爆の建屋なども必要とされ実施困難であった。そこで、低コストで作製期間の短い専用の水素チャンバーを準備することとし、その内部で疲労試験を行う方法として、４点曲げ疲労試験法を選択した。

試験片形状についてはＩＳＯ１２１０８：２００２で規定されている４点曲げ試験片の形状を採用し、き裂寸法の測定法については水素チャンバーの中で測定することを考慮して、クラックゲージ法と電位差法を使うことを考えた。クラックゲージ法については試験片の側面にクラックゲージを添付して、き裂の進展量を直接測定するもので、精度は高いがゲージへの水素の影響が懸念されるため、クラックゲージでの校正曲線により測定するため精度はクラックゲージ法より低いがより水素の影響を受けにくいと考えられる電位差法の使用も考慮した。

４点曲げ試験片を選択した理由は、負荷が一方向から押すだけでできるため試験治具の体積も含めチャンバーの内容積（容積×設計圧力が4000000m^3MPa以下であれば特定設備とならない。）が小さくでき、クラックゲージや電位差法で試験片表面に添付したゲージやメッキ膜が３点曲げ試験より曲げ変

形によりはがれにくいと考えられることや、３点曲げよりもき裂を含む広い領域に応力／ひずみが生じるためより水素の影響が発現し易いものと考えられるからである。

以上のことを考慮して設計された疲労試験用の小型水素チャンバーを作製し、疲労き裂伝播特性試験に備えることとなった。

２．２　水素ガス中の疲労試験方法

平成２３年度事業で検討した水素ガス中での疲労試験方法の基本構成を図２．２―１に示す。この方法は安全性を考慮して少量でありながら必要十分な水素をチャンバーに封じ込め、その内部の温度を保持しながら内部の試験片に繰返し負荷を与えることで疲労試験を行う方法である。この方法では所定の圧力、所定の温度の水素中で長時間にわたって疲労試験ができる機能が必要となるため、この疲労き裂進展試験に特化した水素チャンバーが必要である。また、この装置ではチャンバー内に内部ロードセルを持っており、内圧により発生する試験機への反力をキャンセルして荷重を測定することができることも大きな特徴である。

本装置の基本仕様を図２．２―２に示す。

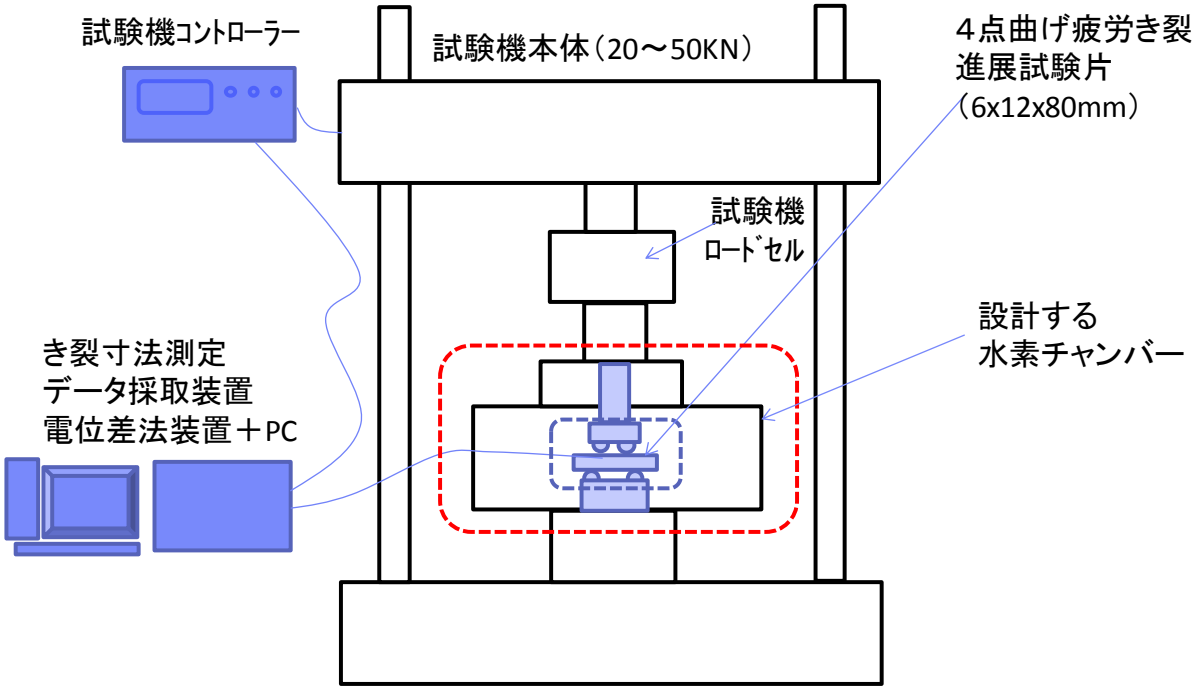


図２．２－１　　付臭剤添加水素ガス中での疲労試験の試験装置の基本構成

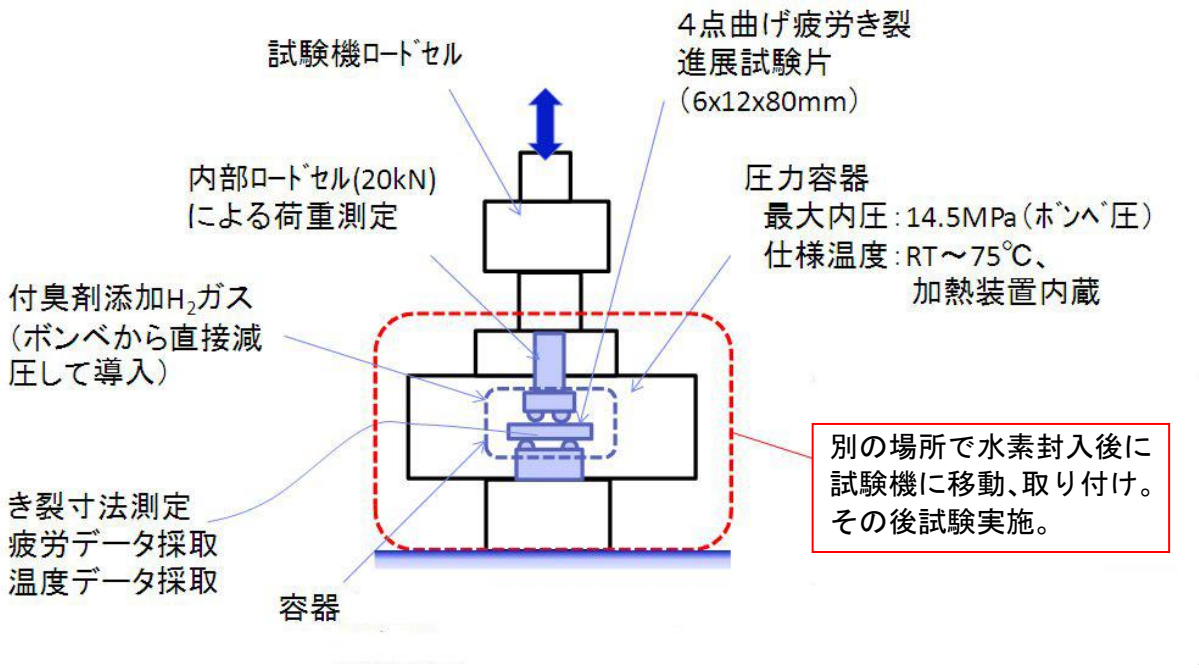


図２．２－２　水素チャンバーの基本仕様

２．３　水素チャンバーの基本仕様

１．３節で基本設計仕様を示したが、ここでは疲労き裂進展試験を行うチャンバーの仕様設定理由を簡単に説明する。

水素ガス圧　　：～14.5MPa（ボンベ圧）
　　直接、一般のガスボンベをつないでも破壊しない仕様とした。
想定付臭剤　　：シクロヘキセン等、アルゴン等不活性ガスも可
最大使用温度　：75℃
　　試験予定温度が５０℃であることと、多少高温側での試験を考慮し
　　シール部の素材の特性の関係上必要十分と考えられる７５℃に設定した。
最大荷重　　：２０ｋＮ
　　内部ロードセルの最大荷重であり、試験片の寸法から十分な荷重容量を設定した。
内容積　　：最大ガス圧でも高圧ガス保安法に基づく高圧ガス貯蔵設備の規定容積以下とする。
　　これによる水素ガスの充てん後は高圧ガス保安法の規制を受けない一般の場所
　　での試験を可とする。
計測　　：内部ロードセル（最大２０ｋＮ）による圧力補正後の荷重の外部出力あり
　　温度は熱電対データを外部出力。
　　き裂寸法測定については、クラックゲージ法、電位差法などの二系統の入力
　　内圧については常時表示のための圧力計を装備、試験条件の1MPaでも視認性の

高いものとした。

試験片寸法　：ＩＳＯ　１２１０８：２００２準拠の４点曲げ疲労試験片
寸法１２ｍｍ×６ｍｍ×８０ｍｍ　（評価材の管厚を考慮した）

試験治具部　：荷重受け支点、及び加力支店はＩＳＯ１２１０８：２００２等に示されている治具を参考にローラー治具とする

水素ガス導入：ｉｎ／ｏｕｔ二系統バルブ。数回置換して内部の水素ガス純度を高める方式
なお、水素ガスの充てんは高圧ガス法に準拠した取り扱い可能場所にて行う。

内部表面状態：付臭剤の付着を極力抑えるよう内部の仕上げ粗さを十分に小さくする。
交換可能部品等は、付臭ガスの成分ごとに交換可能なようにする。

移動性　　：チャンバーは水素充てん場所と試験場所が異なるため、容易に移動させられること。また、試験片は移動の際にずれないこと。

２．４　水素チャンバーの構造の当初計画と試験片セット方法

試験機にチャンバーを取り付けた場合のイメージを図２．４－１に示す。

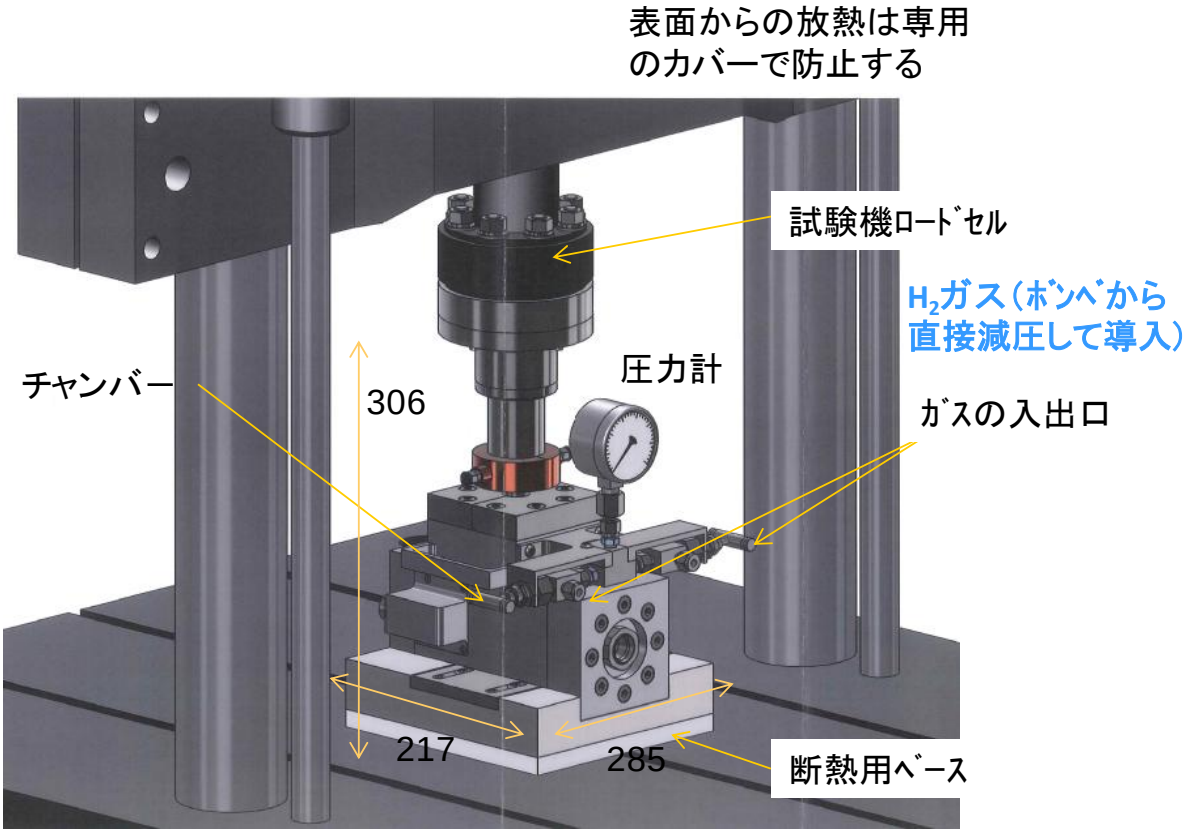


図２．４－１　試験機にチャンバーを取り付けた場合のイメージ
（材質：SUS316, SUS316L, SUH660）

チャンバーは大変コンパクトであり、総重量が２０ｋｇ程度であることから、二名作業で装置を容

易に移動できるものとした。

なお、試験中は試験温度の安定化のため熱の放散を防止するカバーを取り付けるものとした。

次に、図２．４－２に装置断面図を示す。

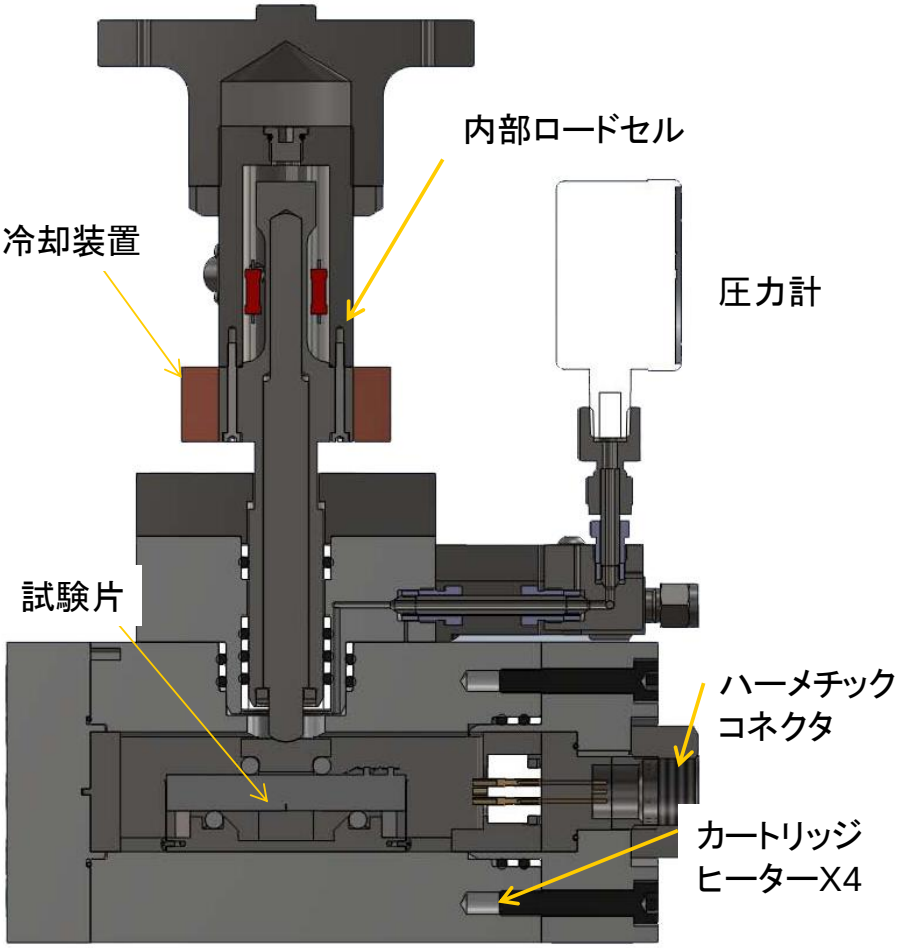


図２．４－２　水素チャンバーの断面図

試験片やチャンバー内温度、き裂進展測定データなど各種測定信号はハーメチックコネクタを介して取り出される。また、ヒーターは４本で加熱し、試験片の温度を測定し所定の温度に保持する。

次に、設計した水素チャンバーを用いた試験の際の試験片挿入方法について図２．４－３を用いで示す。

試験片は、熱電対やき裂長さ測定用のクラックケージや電位差法のためのメッキ処理などを施し、図に示した様に専用の試験治具に取り付けた後、試験片ホルダーに収納し、これをチャンバーの中に挿入して水素を導入する。水素はガスの充てんと、抜気を繰り返して、内部のガスの純度を高め、所定のガス圧とする。その後加熱し内圧を調整してから試験を行うが、試験片の内部に水素が十分に侵入するよう24時間をおいた後に試験を開始するここととした。

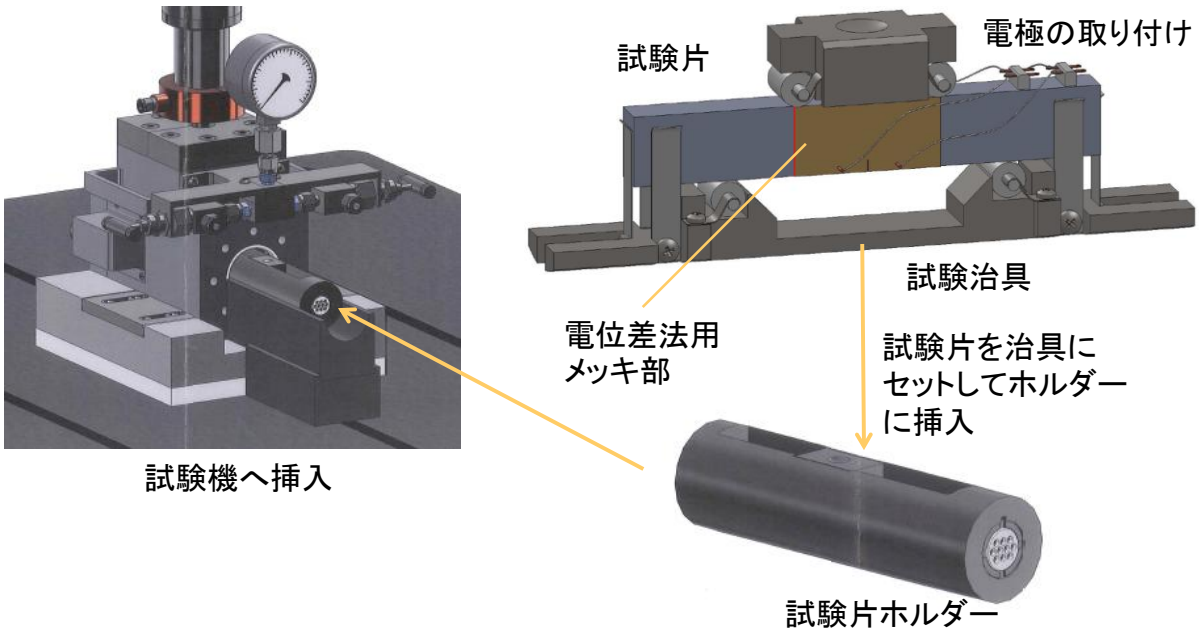


図２．４－３　水素チャンバーへの試験片挿入方法

２．５　試験装置導入

１．３節および前節で示した仕様の水素チャンバーを導入した。

装置の作製は本装置の設計メーカーであり、類似装置の設計作製で実績のある株式会社神戸工業試験場にて行った。

図２．５－１、図２．５－２および参考資料に最終的に導入した装置の仕様と図面を示す。

常用圧力については9.1MPaとし、安全対策としてラプチャーディスクを途中に加え、加熱装置の故障で温度が上昇しすぎた場合を想定し、過大な圧力が発生してもこれを逃がす機構を設けた。

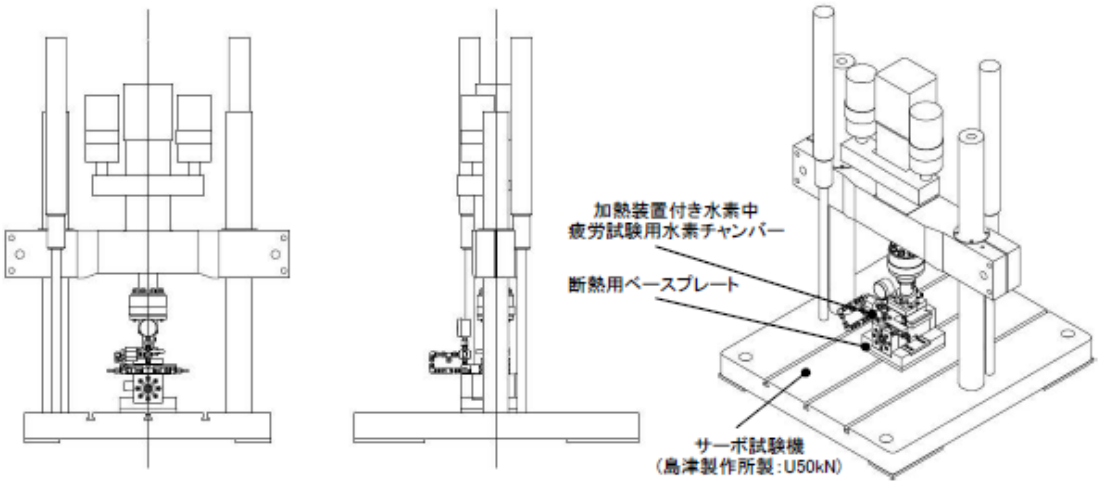


図２．５－１　　水素チャンバーの据え付けイメージ（変更後）

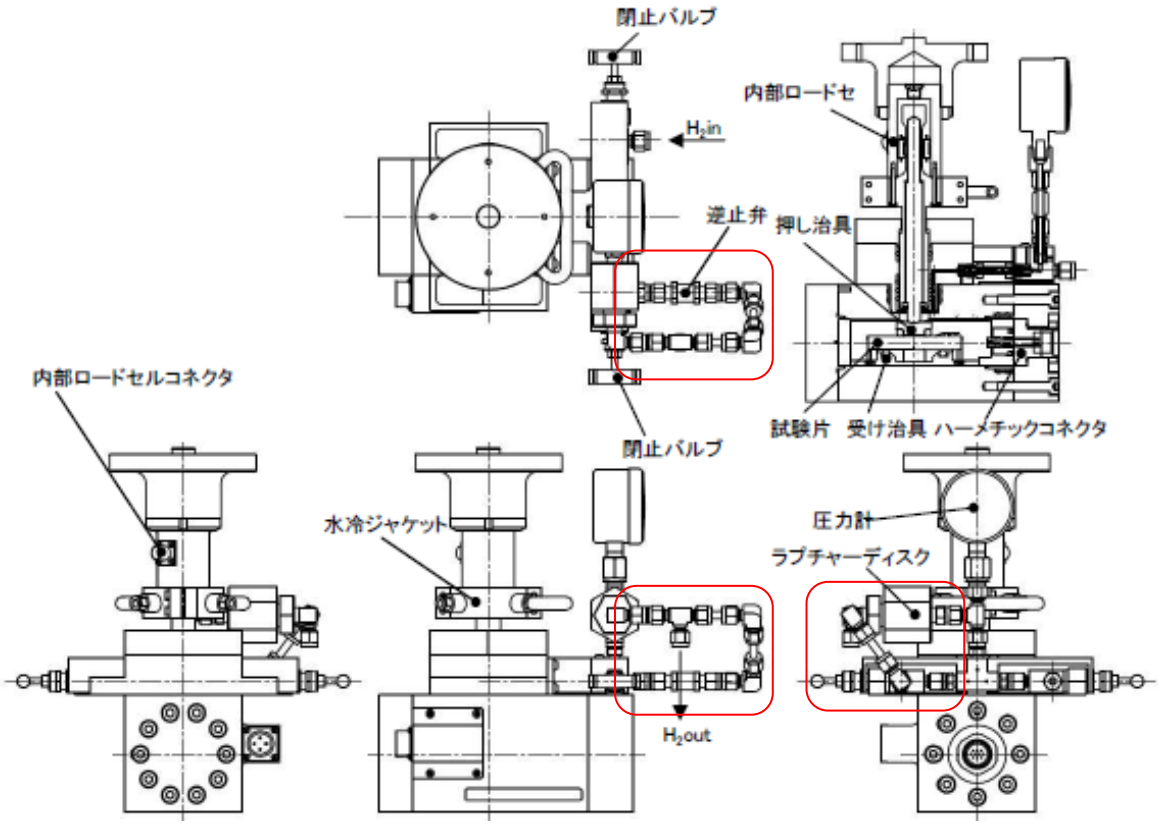


図２．５－２　水素チャンバーの三面図（仕様変更によりラプチャーディスクを追加）

３．供試鋼材

現在の低中圧都市ガス配管としてはSGPが広く用いられている。より高圧を考慮した場合、一般的にはSTPGの使用が考えられることから、平成１９年度までの調査では供試鋼に次の2鋼種が選択されている。今年度の調査においては水素中での実験のための水素チャンバーの製作期間が長期に及ぶため実施期間が限定され、基本材料としてSGPのみ調査に用いた。

・JIS G 3452　配管用炭素鋼管　SGP　（400A　外形406.4mm、厚さ7.9mm）

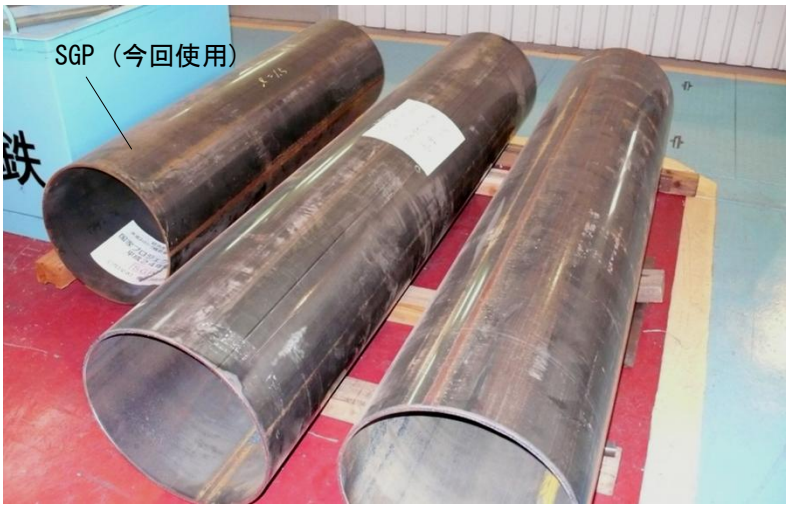


図３－１　供試鋼材外観

SGPは熱延鋼板を冷間で塑性加工により円筒状にし、合わせ目を電縫溶接して製造されている。この鋼材は低炭素の低強度鋼であり一般には水素による脆化が生じにくいと考えられている鋼材である。なお、供試鋼材は平成２３年度の調査で使用した鋼材と同じロットのものを調達したので、化学成分や機械的特性、破壊・疲労特性、水素侵入特性については同じと考えられることから、改めての調査は行わず、平成２３年度のデータを再提示する。

３．１　化学成分

供試鋼材SGPの化学成分分析結果を表３．１－１に示す。各成分の分析法は次の通りである。

・分析成分は、C,Si,Mn,P,S,Nb,Ni,Mo,Ti,Cu,Cr,V,Al,B,O,Nの16成分とした。

・分析方法は、

C：鉄及び鋼中の炭素定量法　JIS G 1211 3 (3)　・・・・・ 赤外線吸収法

S：鉄及び鋼中の硫黄定量法　JIS G 1211 3 (2) (e)・・・　赤外線吸収法

Ｎ、Ｏ：鉄及び鋼中の窒素定量法　JIS G 1228 3 (4) ・・・不活性ｶﾞｽ搬送融解熱伝導度法

他：鉄及び鋼中の光電測光法による発光分光分析法(ｶﾝﾄﾊﾞｯｸ)　JIS G 1253

表３．１－１　供試鋼の化学成分

鋼種	調査年度	分析元素 (mass-%)						
		C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni
SGP	H23年度分析	0.08	0.011	0.32	0.015	0.005	0.130	0.017
	H23年度ミルシート	0.08	0.010	0.33	0.013	0.005	0.150	ー
	規格値	ー	ー	ー	≦0.04	≦0.04	ー	ー

鋼種	調査年度	分析元素 （mass-%）						
		Cr	Nb	V	Ti	T-Al	Mg	N(ppm)
SGP	H23年度分析	0.031	<0.003	<0.003	0.029	0.022	ー	18
	H23年度ミルシート	ー	ー	ー	0.031	ー	ー	
	規格値	ー		ー	ー	ー	ー	ー

３．２　引張特性

引張試験については、図３．２－１に示す試験片を用いて、室温において、引張速度1mm/minで試験が行われた。試験片の採取位置は縦シームの電縫溶接部から90°の位置である。表３．２－１にこの試験の結果得られた供試鋼の機械的特性を示した。

なお、いずれの試験片も試験片平行部中央で破断する結果となる正常な延性破壊が見られた。

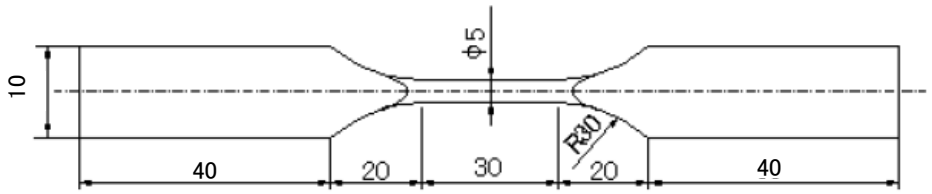


図３．２－１　引張試験片

表３．２－１　供試鋼の機械的特性（ミルシート値と測定値の比較）

鋼種	調査年度/調査	YS (N/mm	TS (N/mm	uEL (%)	EL (%)	RA (%)	試験機関	GL	試験片
SGP	H23 / 引張試験	329	436	16.2	38.6	75	NSTR	20mm	丸棒φ 5
		331	435	16.2	39.8	72	NSTR	20mm	丸棒φ 5
	H23 / ミルシート	360	424	ー	39	ー	ミル	50mm	JIS 12B
	規格値	ー	≧ 290	ー	≧ 30	ー	ー		

注記　　標点間距離：20mm本試験、50mmミルシート　試験速度：　JISZ2241 準拠

３．３　シャルピー衝撃特性

シャルピー衝撃試験片の採取位置は縦シームの電縫溶接部を基準にして45°と135°位置である。試験片採取方向は鋼管長手方向と板厚管通ノッチとなるように採取した。

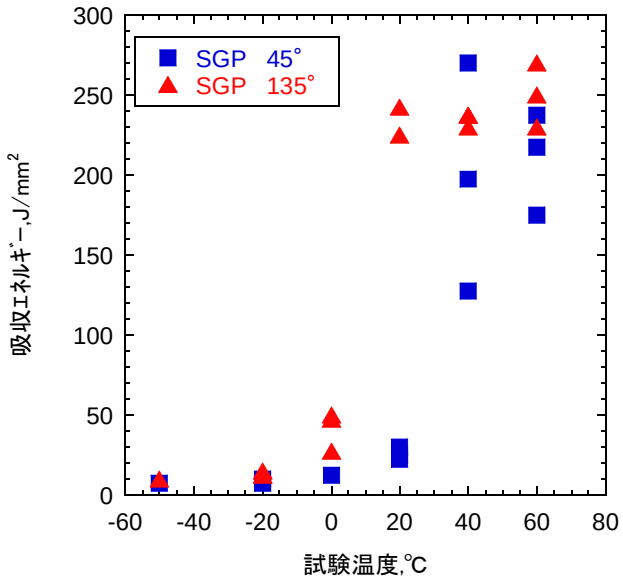


図３．３－１　シャルピー衝撃試験結果―吸収エネルギー―（SGP）

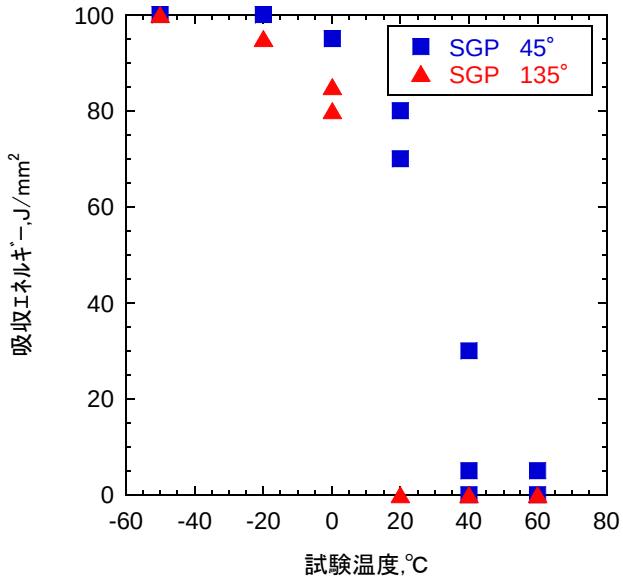


図３．３－２　シャルピー衝撃試験結果―脆性破面率―（SGP）

なお、SGPはシャルピー衝撃に関する規定はなく、材料として、特に問題のあるというものでもないが、平成１９年度までの調査で使用した鋼材と比較し、靭性の低い材料であることから、水素によってより脆化する場合については使用最低温度以上で脆性的に破壊する可能性がある。ただし、衝撃値の面からは本事業の供試材としては問題なく、破壊性能の観点からは安全側の評価ができる材料と考えられる。

３．４　水素侵入特性

（１）水素侵入処理法

水素侵入処理は水素ガス圧力1MPa（ゲージ圧）、温度50℃の水素ガス中に100時間試験片を暴露する

ことにより行われた。試験片は保持時間経過後ただちに液体窒素中に投入し、分析まで保管された。

（２）水素分析方法

水素分析は二種類の装置によって行われた。まず、分析精度の高い四重極質量分析計による昇温脱離分析(Thermal Desorption Spectrometry： TDS)によって分析用試験片を曝露チャージ後すぐに測定した。

使用された分析装置は四重極質量分析計（アネルバ株式会社製：M-100AQ-M）

また、Arキャリアガスでのガスクロマトグラフィーによる昇温脱離分析によっても行った。

なお、いずれの測定法でも測定精度下限は0.01 ppmである。

（３）分析条件

水素分析は受け入れままと水素1MPa侵入処理後について各1本ずつ実施した。

昇温速度は1時間あたり100℃として温度に対する放出水素量を測定。

測定温度：R.T～800℃

昇温速度：100℃／hr

試料洗浄：アセトンにて超音波洗浄1分間

分析終了後、再度昇温分析を行い、バックグラウンド測定を行った。

（４）試験片

寸法72mm×15mm×6mmを使用。

（５）水素分析

分析の結果表３．４－１の結果が得られた。この結果から想定されるガス配管の水素環境では水素侵入量は大気中暴露材とほとんど差がなく、素材としての水素脆化の懸念はあまりなく、き裂先端など、局所的に大きな塑性変形によって水素のトラップサイトとなりうる転位が導入される部位での水素及び付臭剤添加の影響を考慮すべきと考えられる。

表３．４－１　水素分析結果一覧(mass ppm)

	Q-mass		ｶﾞｽｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾌｨｰ		
鋼種	受け入れまま	1MPa	受け入れまま	1MPa	2MPa
～300℃					
SGP	0.001	0.000	0.004	0.001	0.005
～600℃					
SGP	0.063	0.027	0.036	0.037	0.039

なお、装置の定量限界は0.01mass　ppmであることからそれ以下の値は参考値。

３．５　大気中疲労き裂進展特性

３．５．１　試験片採取

供試材からの疲労試験片の切り出しシーム溶接部から４５°の位置から行われ、試験片は長手方向が管の長さ方向になるように採取された。

３．５．２　大気中での疲労き裂伝播試験方法

図３．５－１に示す4点曲げによる疲労き裂伝播試験の概略図を示した。また、図３．５－２に試験装置の構成を示した。試験片の温度コントロールは試験片を挿入した保温槽の中に温風を導入し、槽内の温度を温風器のヒーターをコントロールする方法で試験温度に保持して試験が行われた。試験片温度は50℃に保持されるようコントロールして試験を実施された。

4点曲げ試験治具寸法は試験片の寸法から、水素チャンバー内での試験を想定し、設計し、4点曲げ試験の下スパンは48㎜、上スパンを24㎜とした。なお、試験片はＩＳＯ１２１０８：２００２に準拠する４点曲げ疲労試験片で、寸法は12㎜×80㎜×6㎜とされた。

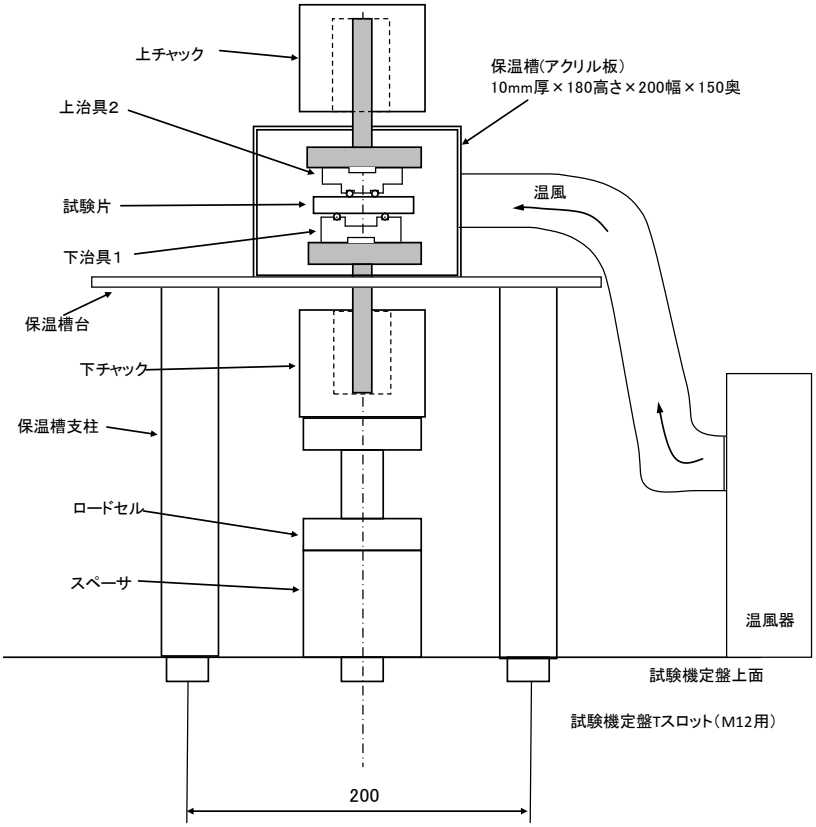


図３．５－１　4点曲げ疲労き裂伝播試験の概略図

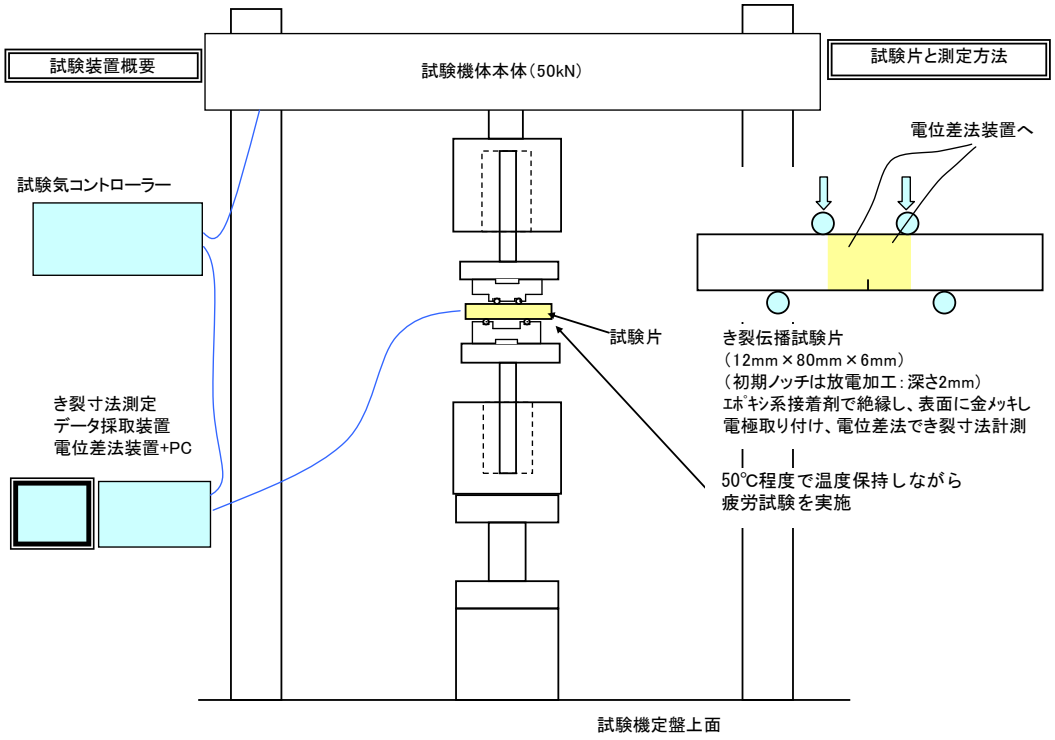


図３．５－２　４点曲げ試験治具

３．５．３　電位差法による疲労き裂長さの計測

図３．５－３に計測・温度コントロールの概略を示す。図のような構成で電源、ナノボルトメータ、パソコン、制御計測ソフトを用いた電位差法による疲労き裂長さ測定がおこなわれた。

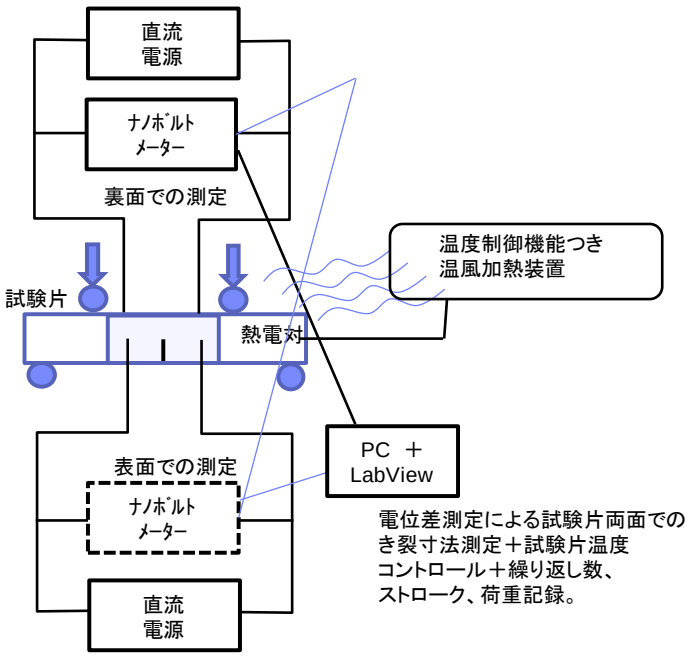


図３．５－３　計測・温度コントロールの概略

３．５．４　大気中疲労試験

大気中での疲労試験結果を図３．５－４に示す。この結果を今年度の水素中での結果と比較することにより水素の影響について考察する。

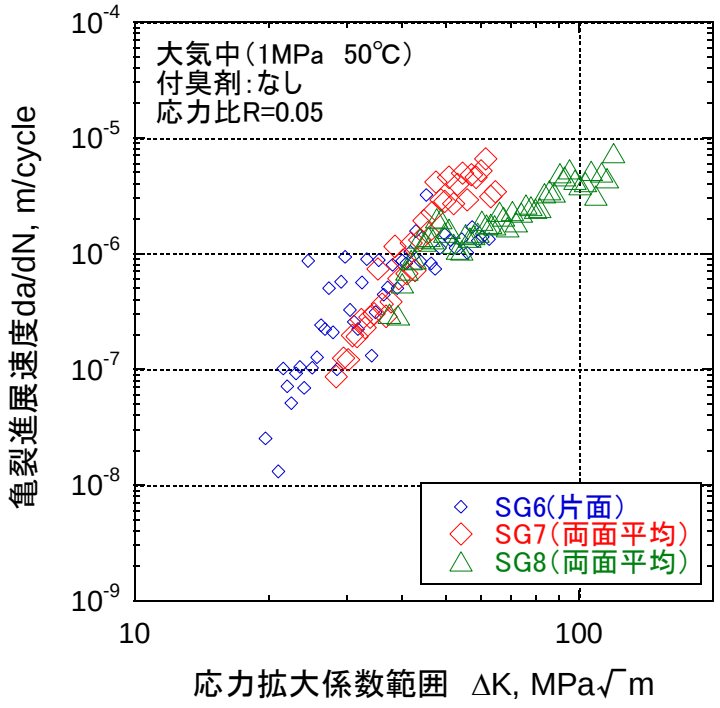


図３．５－４　平成２３年度大気中での疲労き裂進展特性

４．水素ガス中でのき裂進展試験要領

４．１　供試鋼

供試材は、前章で述べた供試材と同一の配管用炭素鋼鋼管SGP（JIS G 3452、 呼び径400A、外径406.4 mm、厚さ7.9 mm）の未使用の管である。使用したSGP配管は、平成２３年度の調査で用いられたものと同一の鋼材である。

４．２　試験片の製作

疲労試験片の切り出し位置はシーム溶接部から４５°の位置であり、概略図を図４．２－１に示した。

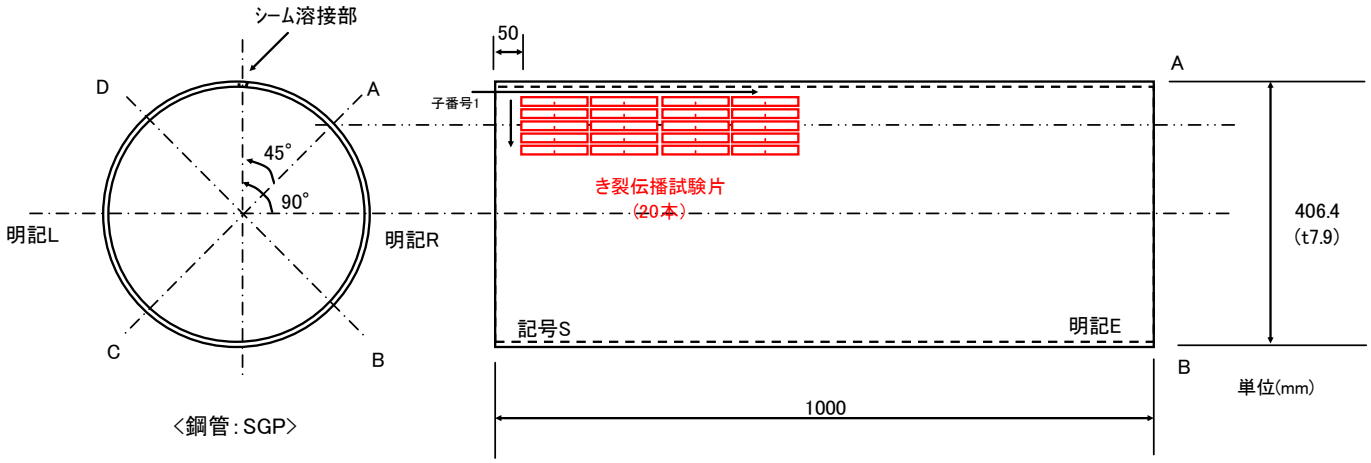
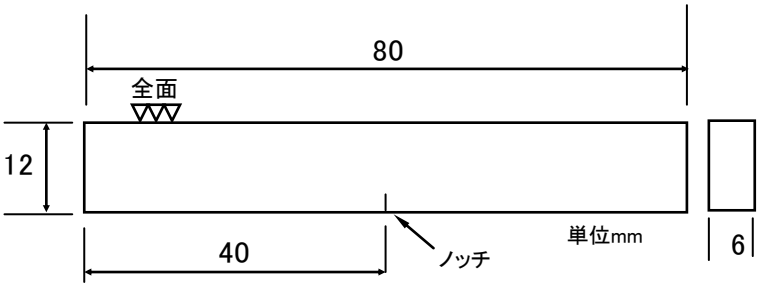


図４．２－１　試験片採取位置

図４．２－２に試験片の形状を示す。また、写真４．２－３にクラックゲージを貼付した疲労き裂伝播試験片の外観を示す。

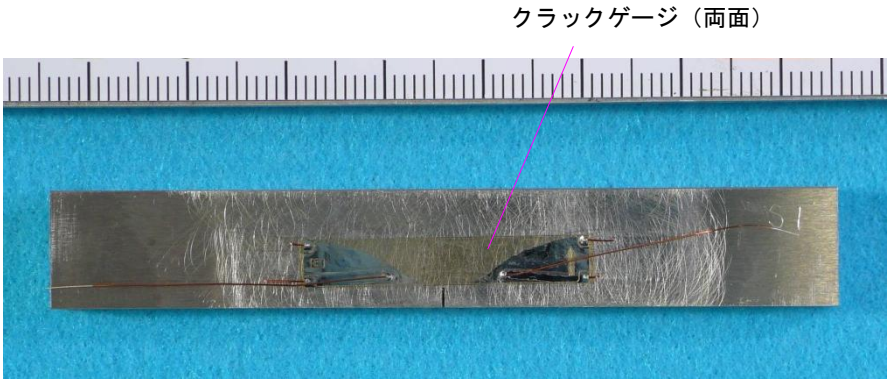
・試験片は縦シーム溶接を基準にして、鋼管の長手方向より採取した。
　試験片は6mm(B)×12mm(W)×80mm(L)とし、長さ中央の片側に2mm-幅0.2mmの放電ノッチを入れた。

・本試験ではクラックゲージ法によるき裂伝播測定のため、クラックゲージ*を両面に貼付した。
　＊クラックゲージ：共和電業製　KV-5C
　（き裂測定範囲5mm、き裂測定間隔　0.1mm）



＜き裂伝播試験片加工＞
・サイズ：板厚6mm×幅12mm×長さ80mm
・ノッチ：放電ノッチ　幅0.2mm×深さ2mm

図４．２－２　疲労き裂伝播試験片の形状



クッラクゲージ法でき裂進展を測定する試験片

写真４．２－３　疲労き裂伝播試験片の外観

４．３　疲労き裂伝播試験条件

疲労き裂伝播試験条件を下記に示す。

１）試験雰囲気

・使用ガスは①H_2、②H_2+2ヘキシン、③H_2+シクロヘキセンの3種類とした。

・水素チャンバー内圧力は1MPa、温度は50℃とした。

２）荷重条件

・試験はΔK-da/dNが10^{-7}m/cycle以上における領域の試験結果が得られるように、①初期ΔK=16.2MPa$\sqrt{m}$、②初期ΔK=19.4MPa$\sqrt{m}$、③初期ΔK=28.0MPa$\sqrt{m}$の3条件で行った。
H_2+2ヘキシンは④K=37.2MPa$\sqrt{m}$も加えて4条件で実施した。

・試験周波数は1Hzとした。

・応力比は定荷重振幅で実施し、0.05とした。

４．４　試験水素ガスの封入条件

疲労き裂伝播試験を行う準備段階として、水素チャンバー内に封入する各種水素ガスの濃度が99.99%以上となるように、水素チャンバー内の空気を各種水素ガスにより置換して水素ガスの濃度管理を行った。水素チャンバー内の空気置換方法を下記の①～③、表４．４－１に水素濃度管理のために実施した置換回数を示す。

① 水素ボンベ付属の圧調弁を全開とした状態で水素チャンバー内（大気圧0.0MPaG）に水素ガスを封入し、水素チャンバー内を各種水素ガスにより昇圧した。

② 次に水素チャンバーの遮断弁を閉とした状態で、水素チャンバー内の圧力を0.3MPaGまで減圧するように排出した。

③ そして①と②の作業として、封入（昇圧）を4～5回、それに応じた排出を繰り返し、水素チャンバー内の各種水素濃度が99.99%以上となるまで置換した。

④ 最後に試験温度50℃で1MPaになることを想定した室温での圧力で封入した。

表４．４－１　水素濃度管理のための置換回数

水素ガス名称	水素ﾁｬﾝﾊﾞｰ内	昇圧１回目	昇圧２回目	昇圧３回目	昇圧４回目	昇圧５回目
純水素	水素封入圧力[MPaG]	2.97	2.95	2.93	2.91	－
	エア体積 [Nm^3]	1.978×10^{-6}	2.603×10^{-7}	3.446×10^{-8}	4.592×10^{-9}	－
	エア濃度 [%]	3.2982	0.4338	0.0574	0.0077	－
	水素濃度 [%]	96.701	99.565	99.942	99.991	－
ｼｸﾛﾍｷｾﾝ	水素封入圧力[MPaG]	2.95	2.93	2.91	2.89	－
	エア体積 [Nm^3]	1.992×10^{-6}	2.637×10^{-7}	3.514×10^{-8}	4.715×10^{-9}	－
	エア濃度 [%]	3.3199	0.4395	0.0586	0.0079	－
	水素濃度 [%]	96.679	99.559	99.940	99.991	－
2-ﾍｷｼﾝ	水素封入圧力[MPaG]	1.98	1.97	1.96	1.95	1.94
	エア体積 [Nm^3]	2.920×10^{-6}	5.658×10^{-7}	1.101×10^{-7}	2.155×10^{-8}	4.236×10^{-9}
	エア濃度 [%]	4.8672	0.9430	0.1836	0.0359	0.0071
	水素濃度 [%]	95.132	99.056	99.815	99.963	99.991

４．５　水素中疲労き裂進展試験方法

図４．５－1に疲労き裂伝播試験の概要図を示す。疲労き裂伝播試験は、貸与された温度調整機構付き水素チャンバー内で4点曲げを実施し、き裂寸法測定をクラックゲージ法として動ひずみアンプとPCにより計測した。

図４．５－２と図４．５－３に疲労き裂伝播試験の水素チャンバー概要図と水素ガス封入の概要図を示す。　水素チャンバーはチャンバー内に試験片をセットしてから水素ガスを封入し、所定の圧力・温度となるように所定時間保持し、圧力変化が小さいことを確認してから試験を供した。

チャンバー内の水素ガスは、高圧ガス製造設備の許可を受けた場所で指定回数ガス封入と排出を繰り返し十分にチャンバー内の空気を抜き、濃度管理を行った。

図４．５－４に疲労き裂伝播試験におけるき裂計測及び温度計測の外観、図４．５－５に疲労き裂伝播試験における水素ガスの封入と排出の外観を示す。

図４．５－６に疲労き裂伝播試験の試験片と測定概要図を示す。き裂伝播試験片は6mm(B)×12mm(W)×80mm(L)とし、試験スパンは上スパンを24mm、下スパンを48mmとした。また、き裂寸法測定は、クラックゲージ法を適用して行い、動ひずみアンプとPCにより計測した。温度は装置付属のヒーターでコントロール保持し、試験片に熱電対を取り付けて計測した。

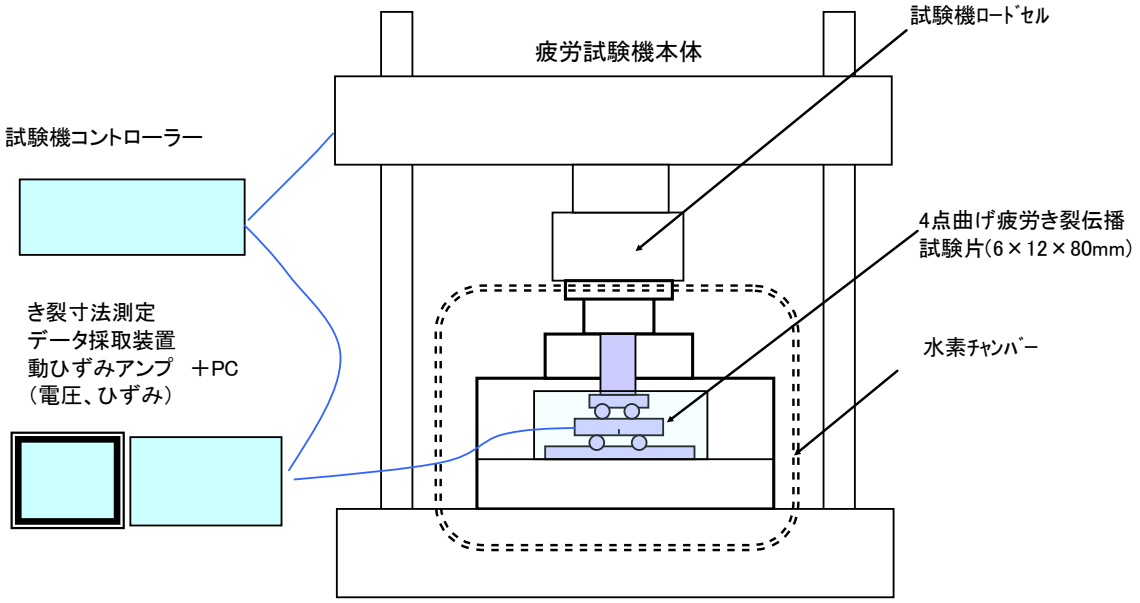


図４．５－1　疲労き裂伝播試験の概要図

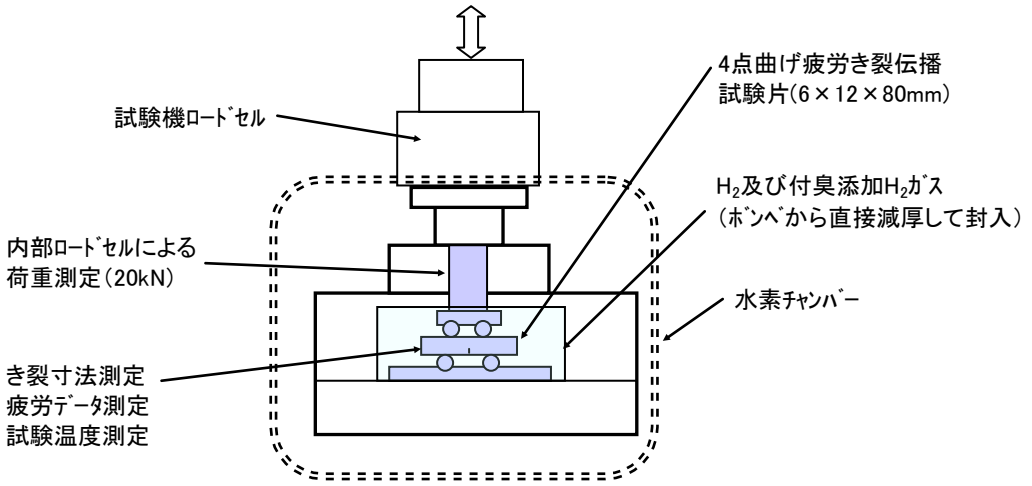


図４．５－２　疲労き裂伝播試験の水素チャンバー概要図

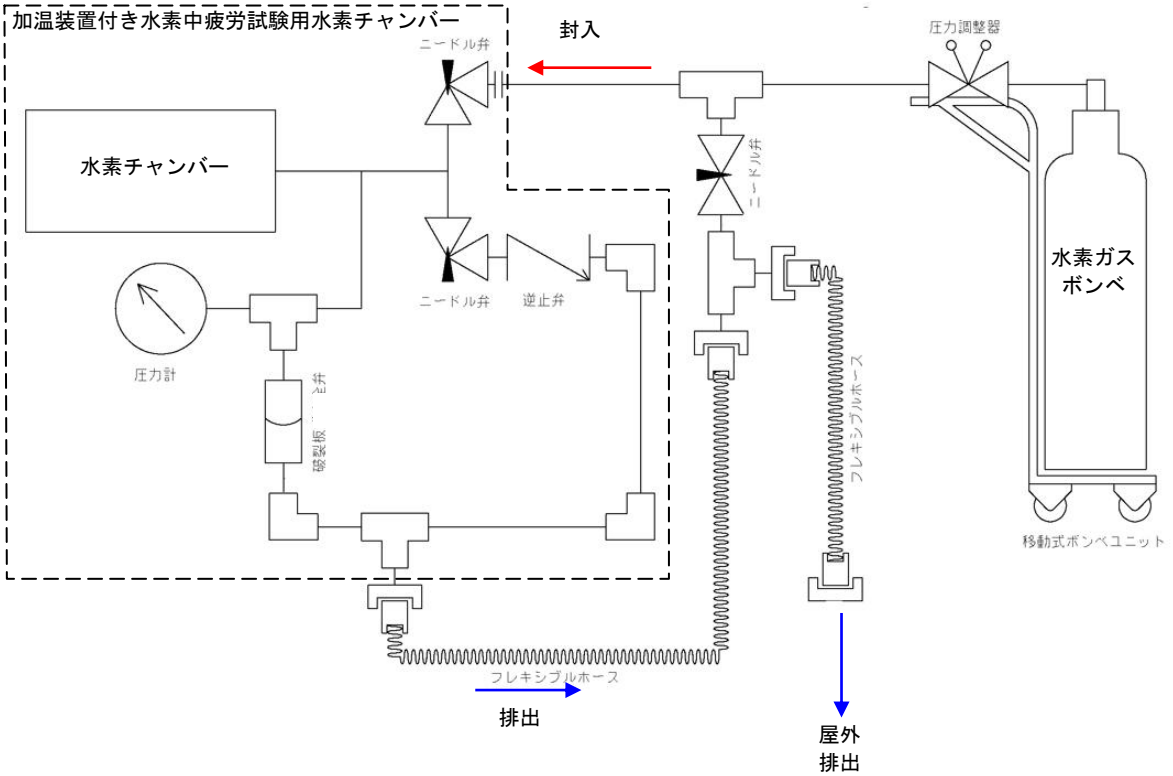
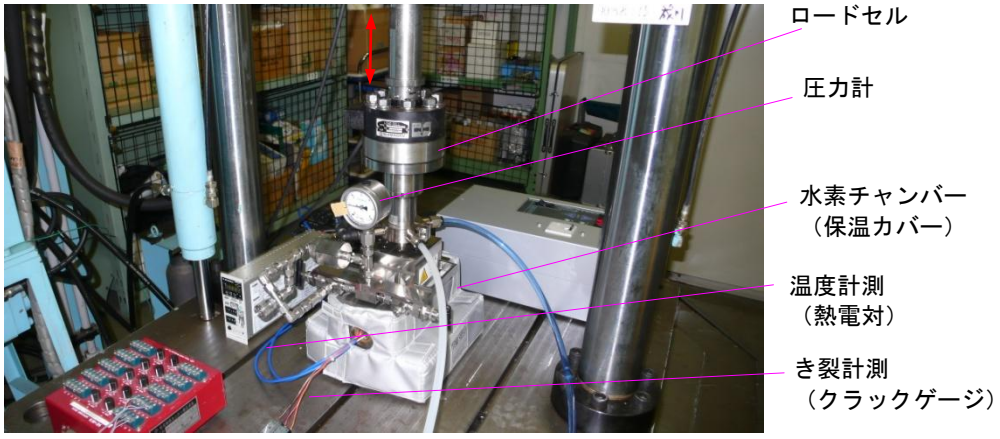
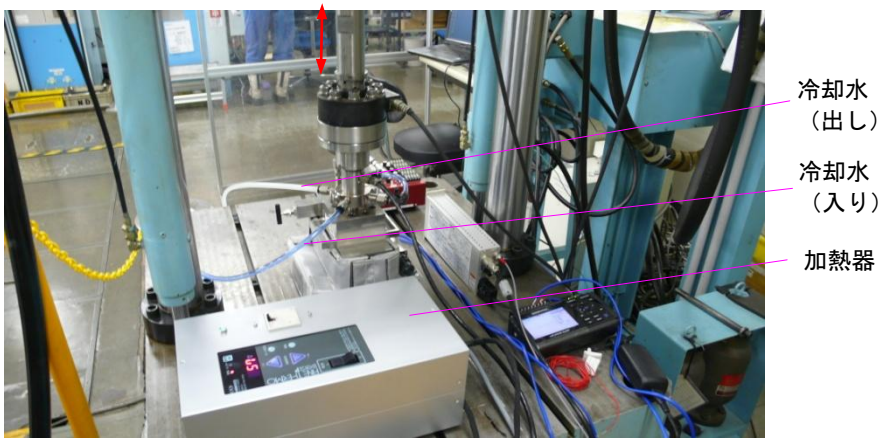


図４．５－３　疲労き裂伝播試験の水素ガス封入の概要図

（１）全体外観

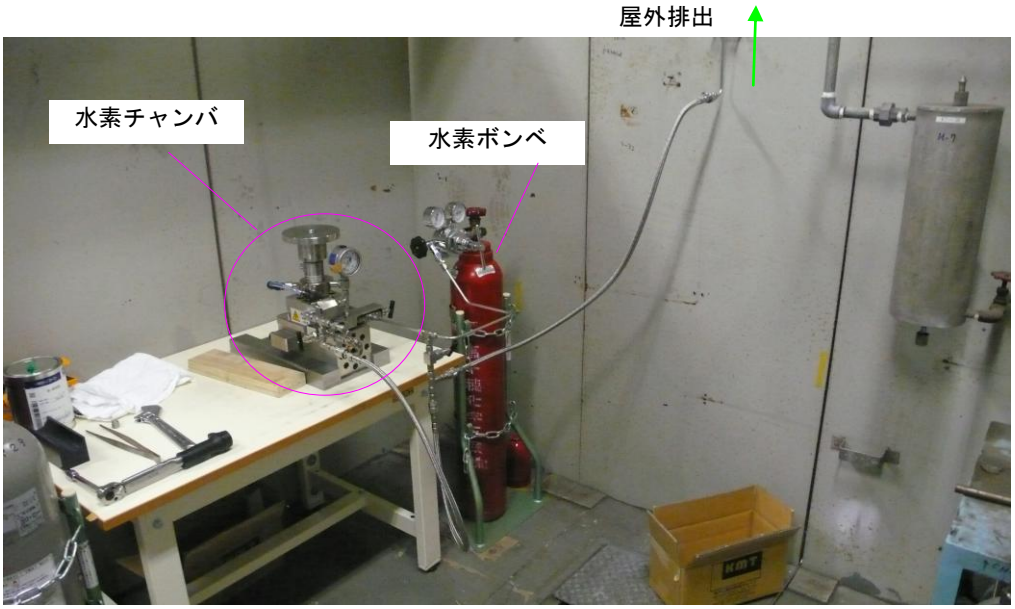


（２）水素チャンバー（表側）

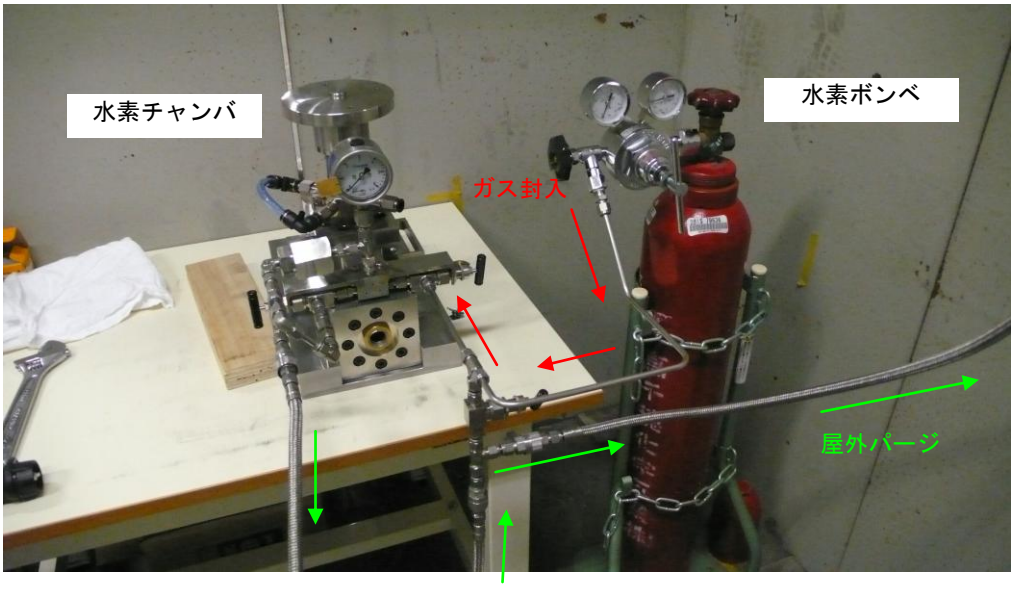


（３）水素チャンバー（裏側）

図４．５－４　疲労き裂伝播試験におけるき裂計測及び温度計測の外観

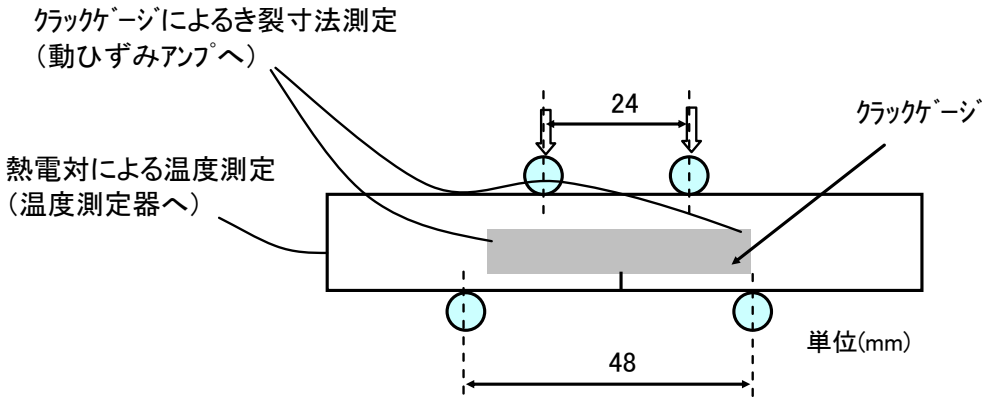


（１）全体外観



（２）水素チャンバー（表側）

図４．５－５　疲労き裂伝播試験における純水素及び付臭水素ガス封入及び排出の外観



・き裂伝播試験片
　寸法：12×6×80（mm）
　初期ﾉｯﾁ：放電加工、深さ2mm
・4点曲げｽﾊﾟﾝ
　上ｽﾊﾟﾝ：24mm
　下ｽﾊﾟﾝ：48mm
・ｸﾗｯｸｹﾞｰｼﾞによるき裂測定
　動ひずみｱﾝﾌﾟへ
・熱電対による温度測定
　温度測定器へ

図４．５－６　疲労き裂伝播試験の試験片と測定概要図

以上の方法により４．３節に示した条件での水素中疲労き裂進展試験が可能となる。

４．６　試験条件の確認

試験の開始にあたって次の三項目について予備的に試験を行い試験が条件通りにできることを確認した。

（１）き裂長さ測定

図４．６－１にクラックゲージ法による疲労き裂長さの測定例（記号SG7）を示す。本試験において疲労き裂長さは、試験片の表裏面に貼付したクラックゲージがき裂の伝播によって0.1mm(da)ごとに破断する時間（電圧変化）を読み取って求めた。図中のa1は表面、a2は裏面に貼付したクラックゲージのき裂長さでaは平均化したものを示す。

そして、き裂伝播速度は、クラックゲージの破断時間に対応した繰返し載荷数（dN）を求めてからda/dNとして算出した。

（２）試験温度計測

図４．６－２、４．６－３にクラックゲージ法による試験時間と試験温度及び疲労き裂長さとの測定例（記号SG7）を示す。図４．６－２は昇温開始から載荷終了まで推移を示し、図４．６－３は載荷開始から載荷終了までの推移を示す。

・試験温度は、疲労試験機に取り付けて昇温を開始してから24時間温度を50℃に保持し、さらに、載荷開始から載荷終了まで50℃を安定してキープした。

（３）チャンバー内圧力

図４．６－４に疲労き裂伝播試験のチャンバー内圧力の状況を示す。

・チャンバー内圧は温度によって変化するので、封入時のガス圧力は試験温度50℃において1MPaとなるように室温に応じて調整して行った。そのため、図４．６－４の封入時における圧力計の指示は1MPaより僅かに低い値を示し、図４．６－４(2)の昇温を開始して24時間保持した載荷前における圧力計の指示はほぼ1MPaを示している。

・また、図４．６－４の載荷終了時における圧力計の指示は、載荷前と同じほぼ1MPaを示している。これより、本疲労試験は水素チャンバーに圧力変化がない状態で実施していることを確認した。

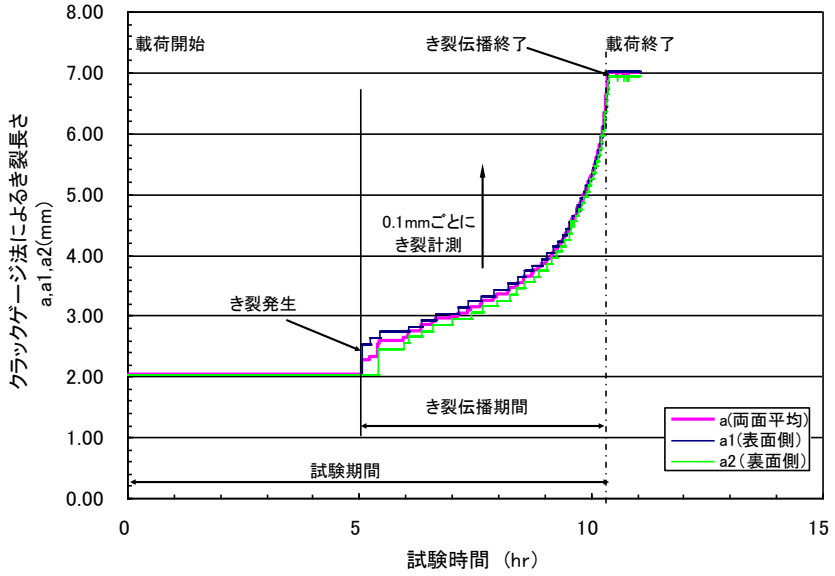


図４．６－１　クラックゲージ法による疲労き裂長さの測定例（記記号SG7）

（試験条件：H_2、1MPa、50℃）

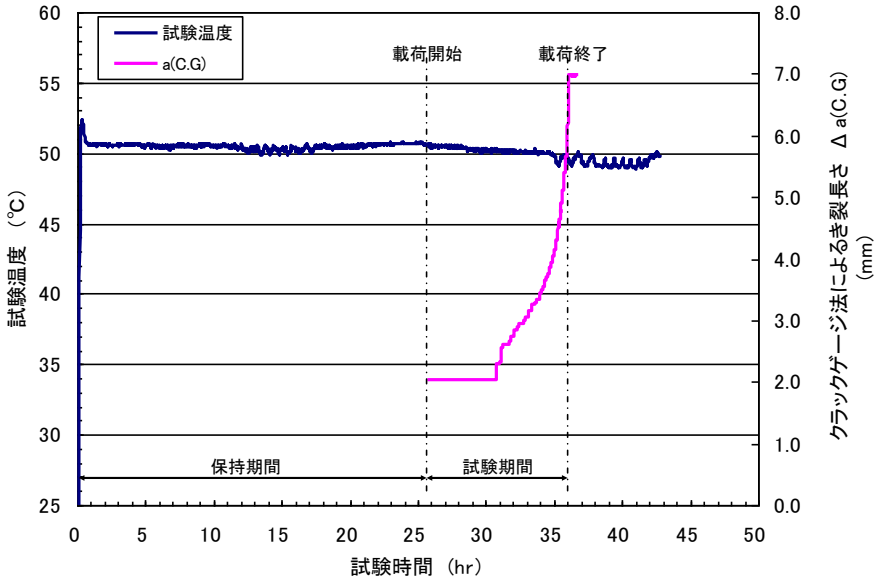


図４．６－２　試験時間と試験温度及び疲労き裂長さの測定例
―昇温開始から載荷終了まで推移―
（記号SG7、試験条件：H_2、1MPa、50℃）

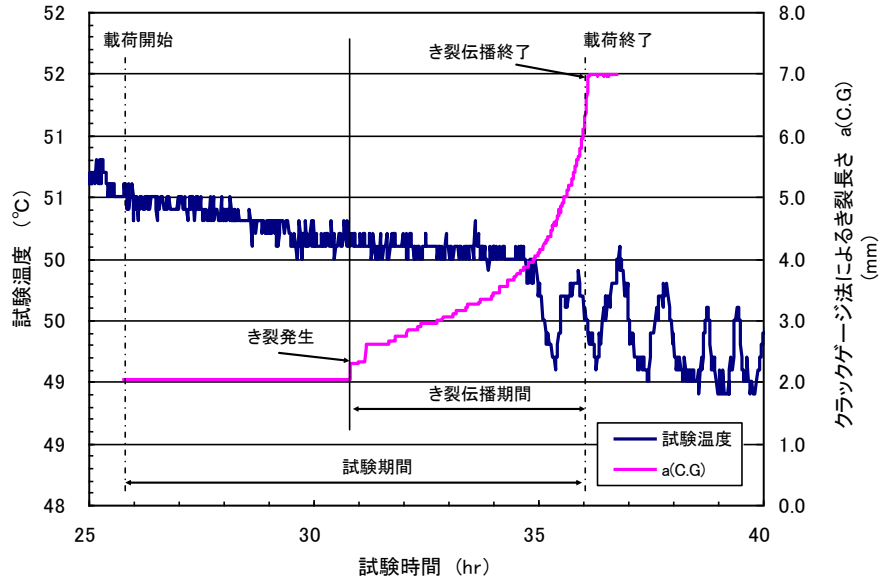
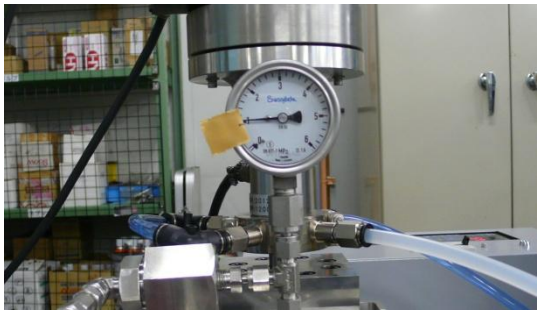


図４．６－３　試験時間と試験温度及び疲労き裂長さの測定例
―載荷開始から載荷終了まで推移―
（記号SG7、試験条件：H_2、1MPa、50℃）

（１）ガス封入時

（昇温開始前）



（２）載荷開始前

（昇温開始して24時間保持後）

（３）載荷終了後

図４．６－４　疲労き裂伝播試験のチャンバー内圧力の状況

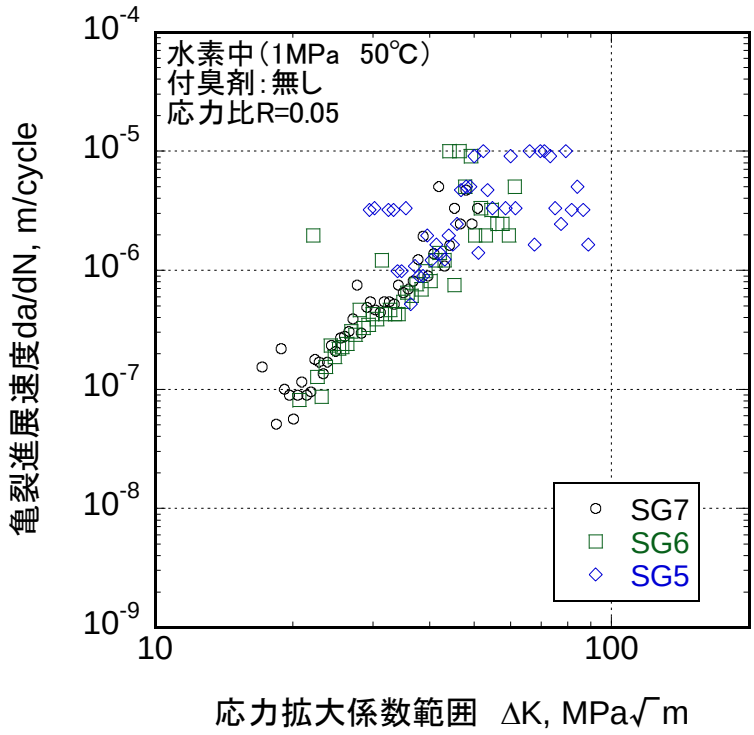
５．疲労き裂進展試験結果

５．１　試験結果データ

表５．１－１にクラックゲージ法による疲労き裂伝播試験条件、図５．１－１～５．１－３にクラックゲージ法で求めた各種ガスのda/dNとΔKの関係の生データを示す。なお、da/dN－ΔK関係は各付臭ガスの条件ごとの傾向を把握するためにまとめて示した。また、試験片後の伝播経路及び破面については、図５．１－４～５．１－７に疲労き裂伝播試験後の試験片伝播経路、図５．１－８～５．１－１１にその破面を示す。

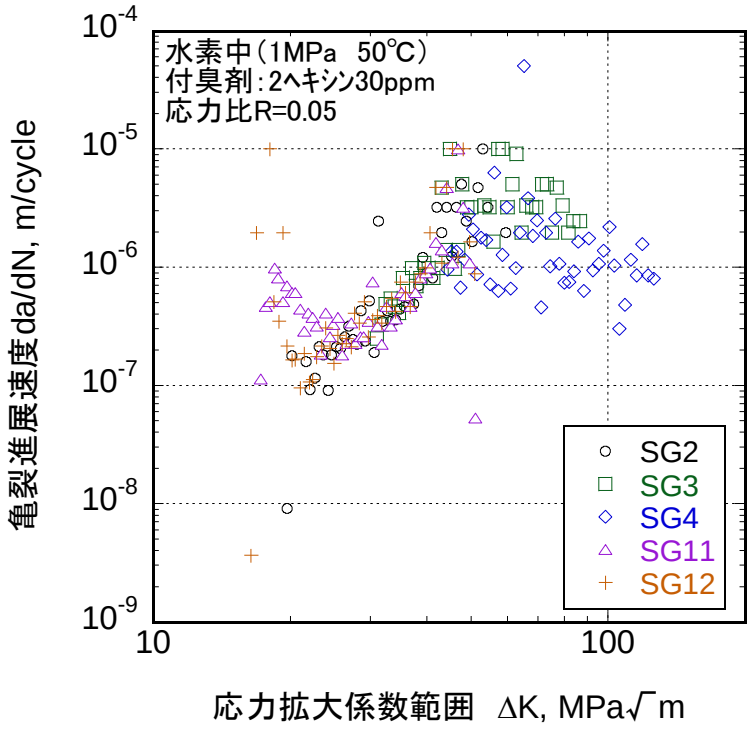
表５．１－１　疲労き裂伝播試験条件　（試験条件：各種ガス、1MPa、50℃）

記号	鋼種	き裂測定法	雰囲気条件	厚み B (mm)	幅 W (mm)	初期き裂長さ a (mm)	a/W	最大荷重 Fmax (kN)	最小荷重 Fmin (kN)	応力比 R	初期応力拡大係数 ΔK (MPa√m)
SG7	SGP	両面ｸﾗｯｸﾞｹﾞｰｼﾞ法	H_2 | 1MPa-50℃	6.0	12.0	2.0	0.17	5.0	0.25	0.05	16.2
SG6				6.0	12.0	2.0	0.17	6.0	0.30	0.05	19.4
SG5				6.0	12.0	2.0	0.17	8.7	0.43	0.05	28.0
SG11			H_2+2ﾍｷｼﾝ | 1MPa-50℃	6.0	12.0	2.0	0.17	5.0	0.25	0.05	16.2
SG12				6.0	12.0	2.0	0.17	5.0	0.25	0.05	16.2
SG2				6.0	12.0	2.0	0.17	6.0	0.30	0.05	19.4
SG3				6.0	12.0	2.0	0.17	8.7	0.43	0.05	28.0
SG4				6.0	12.0	2.0	0.17	11.5	0.58	0.05	37.2
SG10			H_2+ｼｸﾛﾍｷｾﾝ | 1MPa-50℃	6.0	12.0	2.0	0.17	5.0	0.25	0.05	16.2
SG8				6.0	12.0	2.0	0.17	6.0	0.30	0.05	19.4
SG9				6.0	12.0	2.0	0.17	8.7	0.43	0.05	28.0



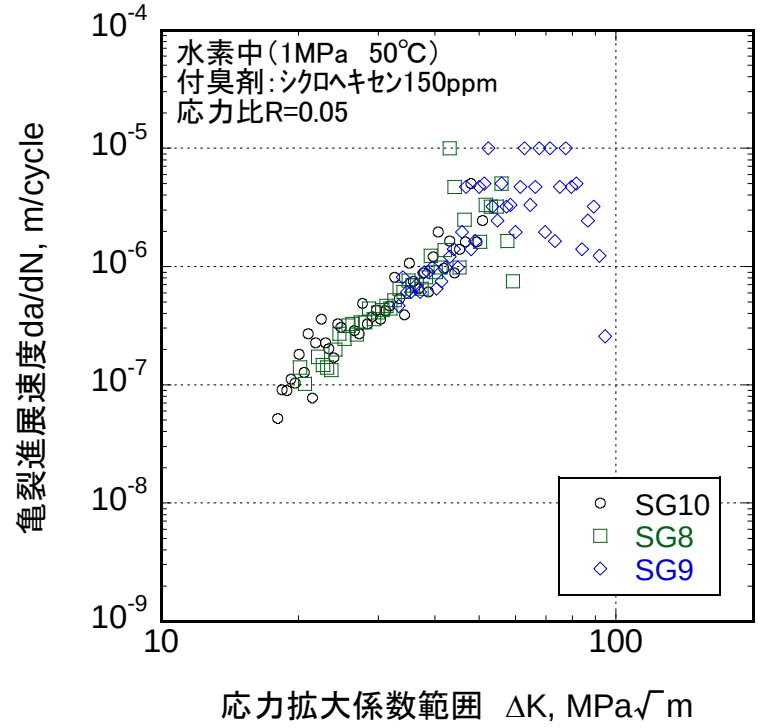
SG7（初期ΔK=16.2MPa√m）、SG6（初期ΔK=19.4MPa√m）、SG5（初期ΔK=28.0MPa√m）

図５．１－１　H_2のda/dNとΔKの関係　（試験条件：H_2、1MPa、50℃）



SG11、SG12（初期ΔK=16.2MPa√m）、SG2（初期ΔK=19.4MPa√m）、
SG3（初期ΔK=28MPa√m）、SG4（初期ΔK=37.2MPa√m）

図５．１－２　H_2＋2ヘキシンのda/dNとΔKの関係　（試験条件：H_2＋2ヘキシン、1MPa、50℃）



SG10（初期ΔK=16.2MPa√m）SG8（初期ΔK=19.4MPa√m）SG9（初期ΔK=28.0MPa√m）

図５．１－３　H_2＋ｼｸﾛﾍｷｾﾝのda/dNとΔKの関係　（試験条件：H_2＋2ヘキシン、1MPa、50℃）

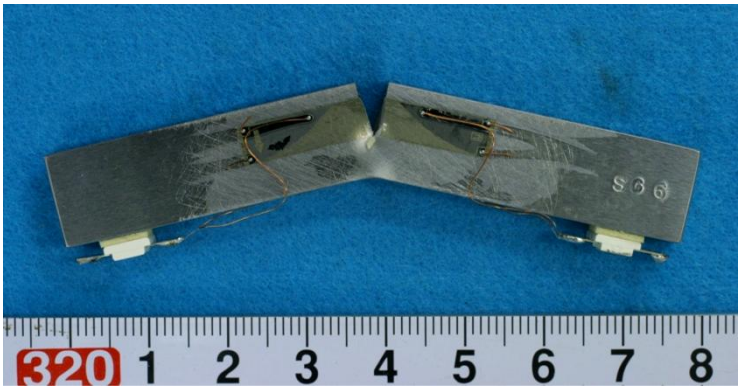
試験の結果、平成１９年度までに行われた水素中疲労き裂進展試験で進展速度の加速がみられたき裂進展速度10^{-7}m/cycle以上の速度域での進展速度データが得られた。

da/dN-ΔKの関係については、バラつきが大きく、次節でデータの補正を行うことにした。

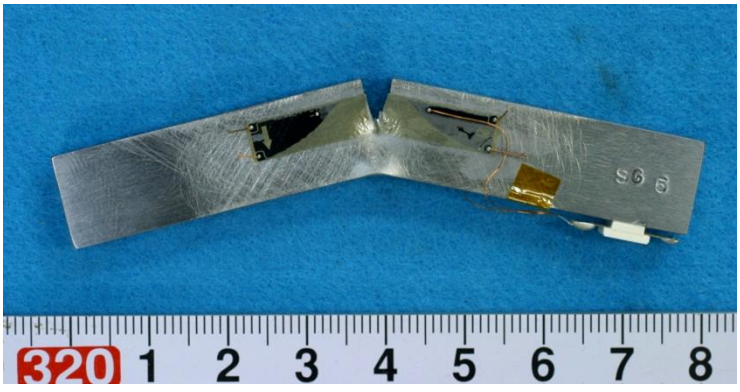
また、試験後の試験片に異常な伝播経路及び破面は認められなかったが、初期ΔKが37.2MPa√m以外のものにおいて、ノッチ直下のき裂の初期段階では疲労破面が認められ、終局段階ではき裂伝播によってΔKが大きくなりき裂先端の塑性変形が大きくなるため延性破面と思われる破面が認められた。

初期ΔKが37.2MPa√mと高いものでは、ノッチ直下のき裂の初期段階から延性破面と思われる破面が認められた。

記号SG7（初期ΔK=16.2MPa√m）



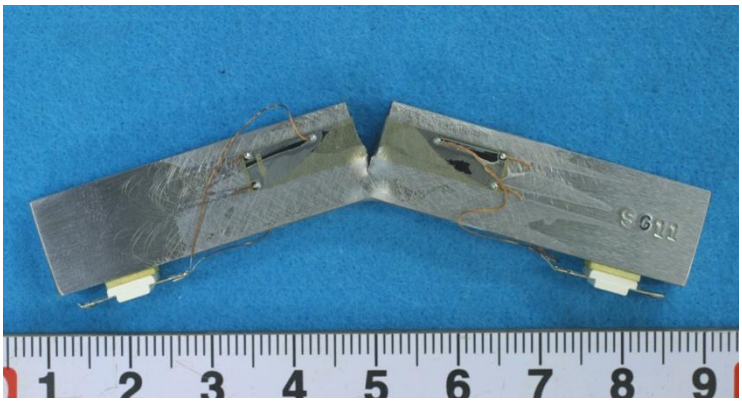
記号SG6（初期ΔK=19.4MPa√m）



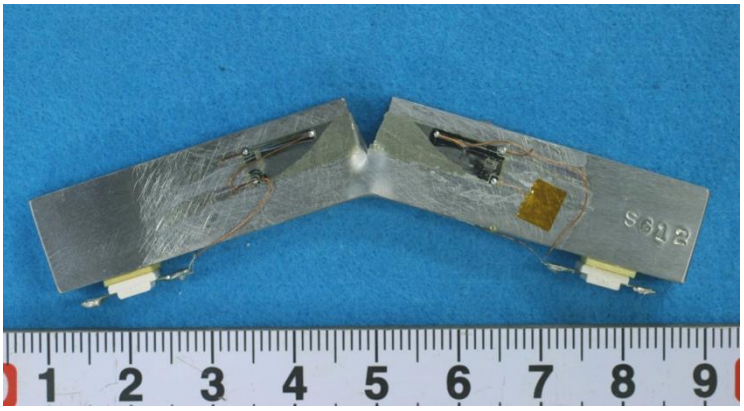
記号SG5（初期ΔK=28.0MPa√m）

図５．１－４　疲労き裂伝播試験後の試験片伝播経路-1

（試験条件：H_2、1MPa、50℃）

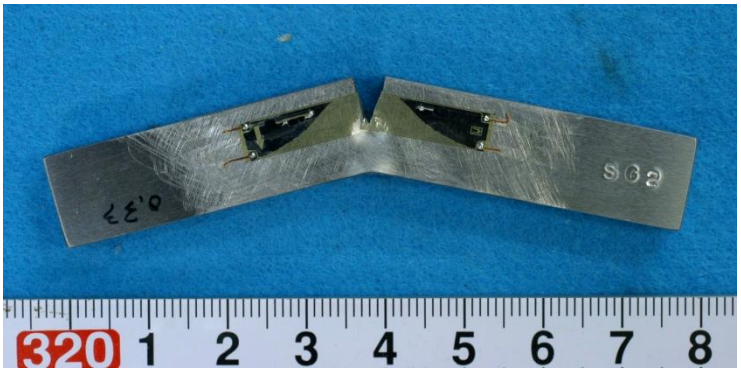


記号SG11（初期ΔK=16.2MPa√m）

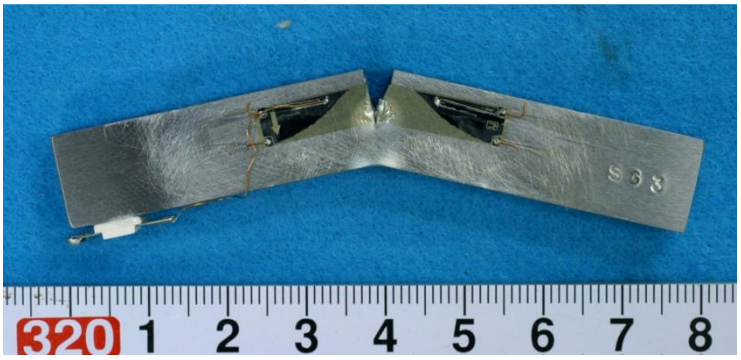


記号SG12（初期ΔK=16.2MPa√m）

図５．１－５　疲労き裂伝播試験後の試験片伝播経路-2
（試験条件：H_2＋2ヘキシン、1MPa、50℃）



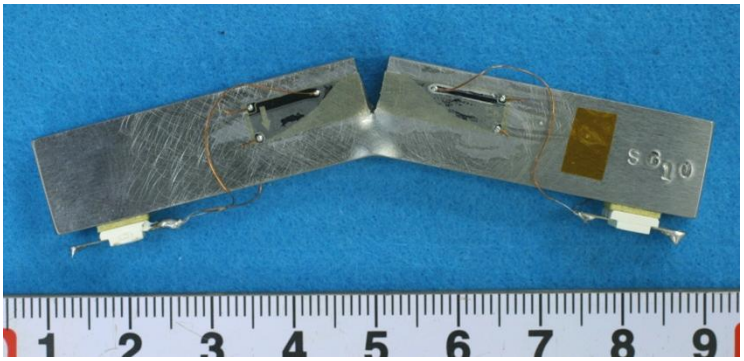
記号SG2（初期ΔK=19.4MPa√m）



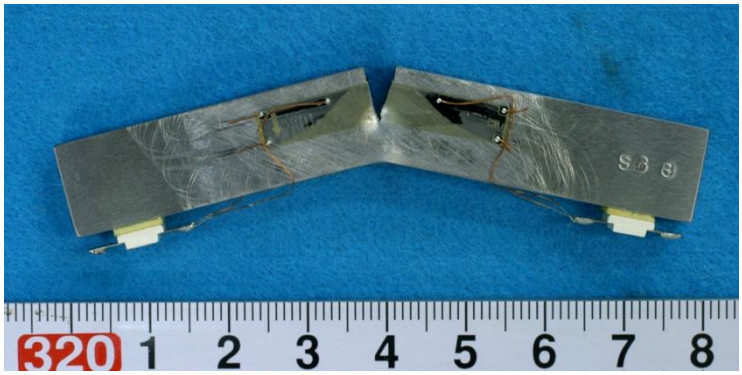
記号SG3（初期ΔK=28.0MPa√m）

記号SG4（初期ΔK=37.2MPa√m）

図５．１－６　疲労き裂伝播試験後の試験片伝播経路-3
（試験条件：H_2＋2ヘキシン、1MPa、50℃）



記号SG10（初期ΔK=16.2MPa√m）

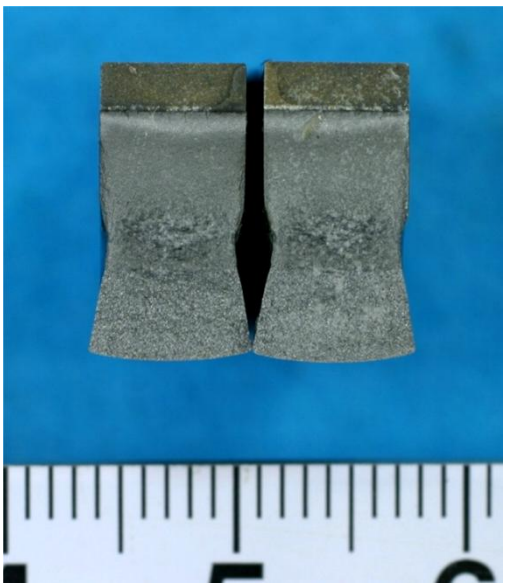


記号SG8（初期ΔK=19.4MPa√m）

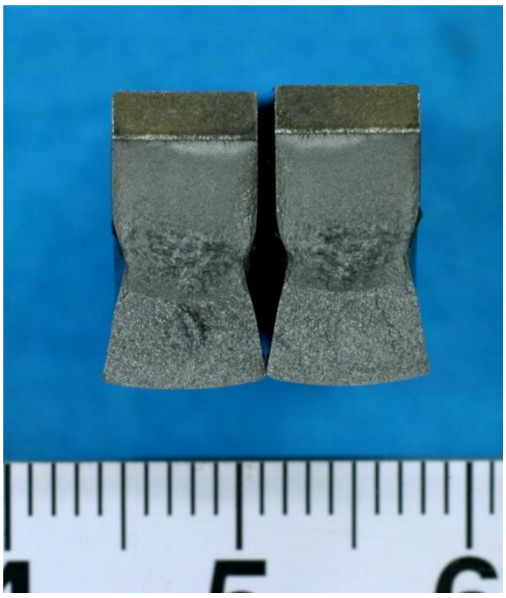
記号SG9（初期ΔK=28.0MPa√m）

図５．１－７　疲労き裂伝播試験後の試験片伝播経路-4

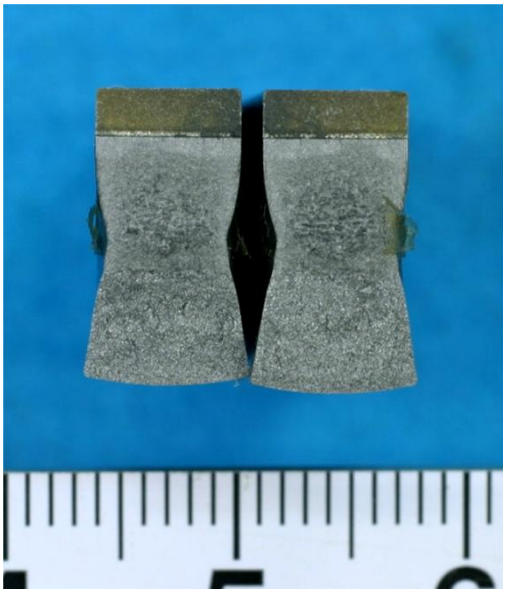
（試験条件：H_2＋シクロヘキセン、1MPa、50℃）



記号SG7（初期ΔK=16.2MPa√m）



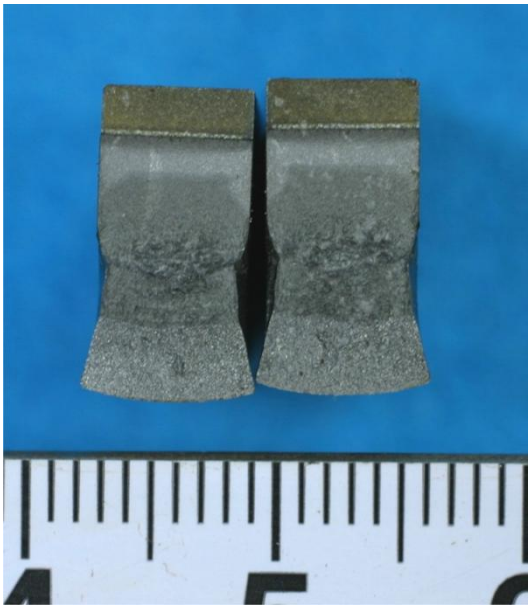
記号SG6（初期ΔK=19.4MPa√m）



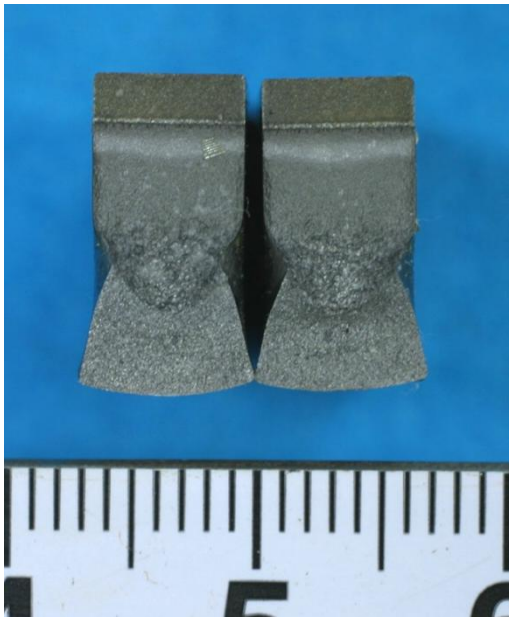
記号SG5（初期ΔK=28.0MPa√m）

図５．１－８　疲労き裂伝播試験後の試験片破面-1

（試験条件：H_2、1MPa、50℃）



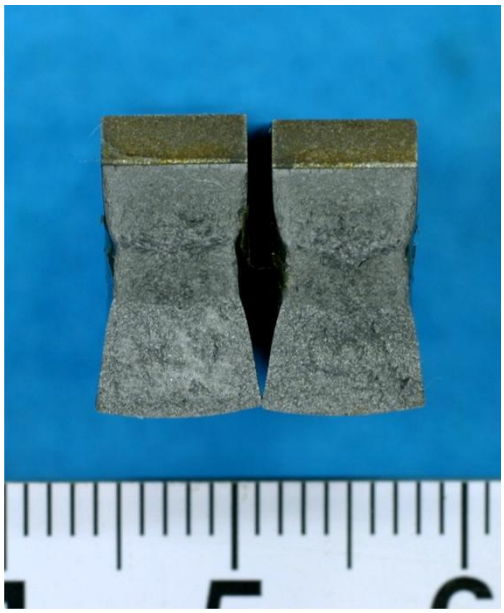
記号SG11（初期ΔK=16.2MPa√m）



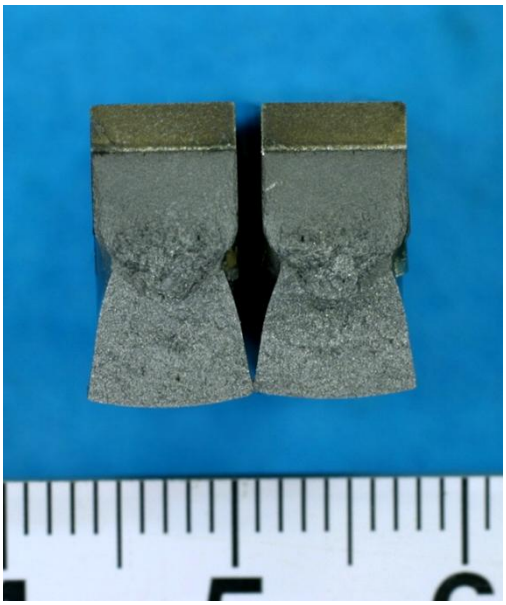
記号SG12（初期ΔK=16.2MPa√m）

図５．１－９　疲労き裂伝播試験後の試験片破面-2

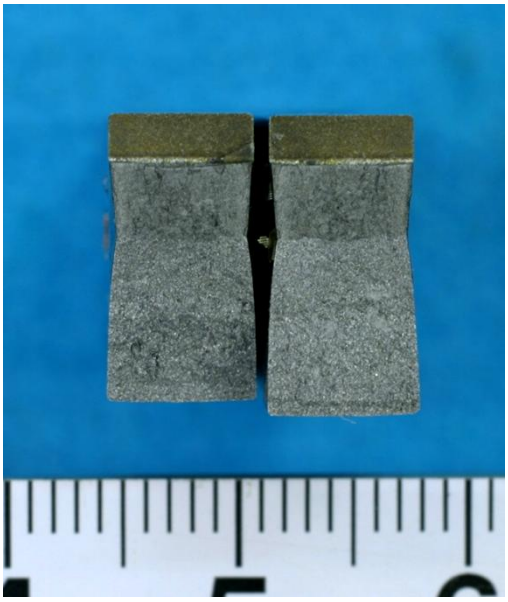
（試験条件：H_2＋2ヘキシン、1MPa、50℃）



記号SG2（初期ΔK=19.4MPa√m）

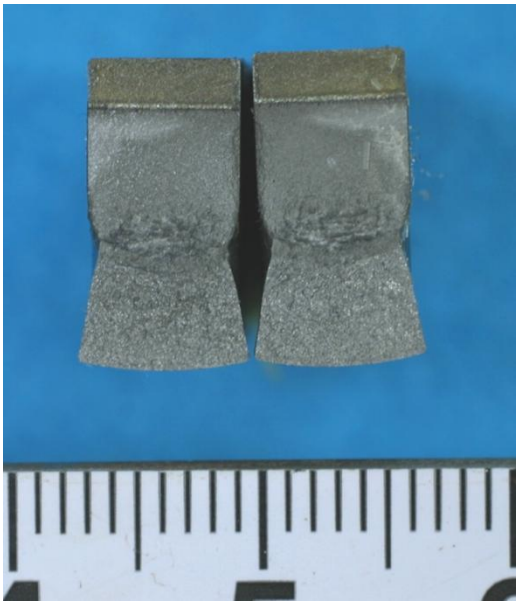


記号SG3（初期ΔK=28.0MPa√m）

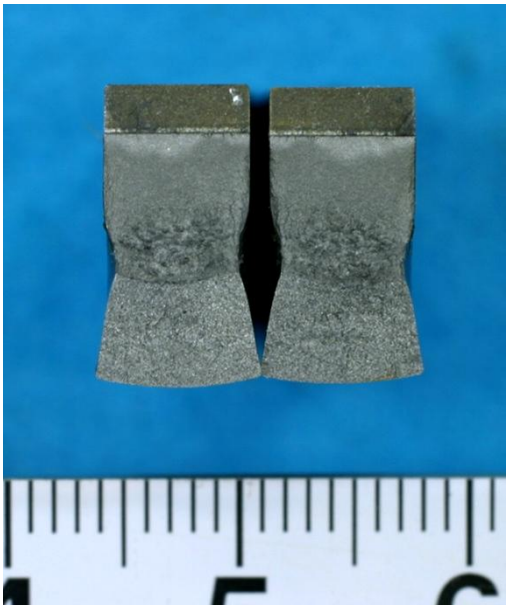


記号SG4（初期ΔK=37.2MPa√m）

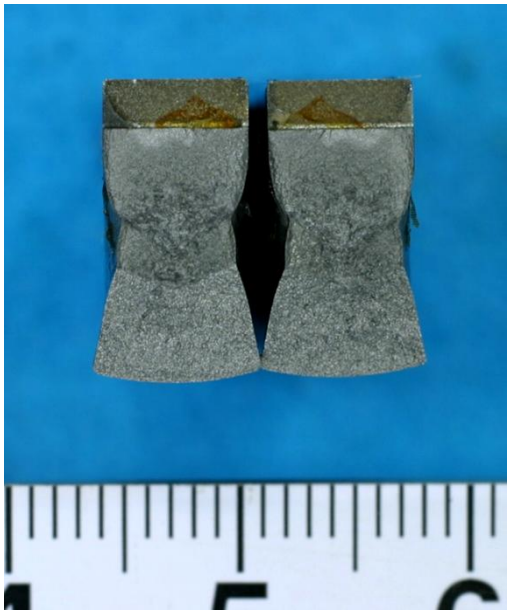
図５．１－１０　疲労き裂伝播試験後の試験片破面-3
（試験条件：H_2＋2ヘキシン、1MPa、50℃）



記号SG10（初期ΔK=16.2MPa√m）



記号SG8（初期ΔK=19.4MPa√m）



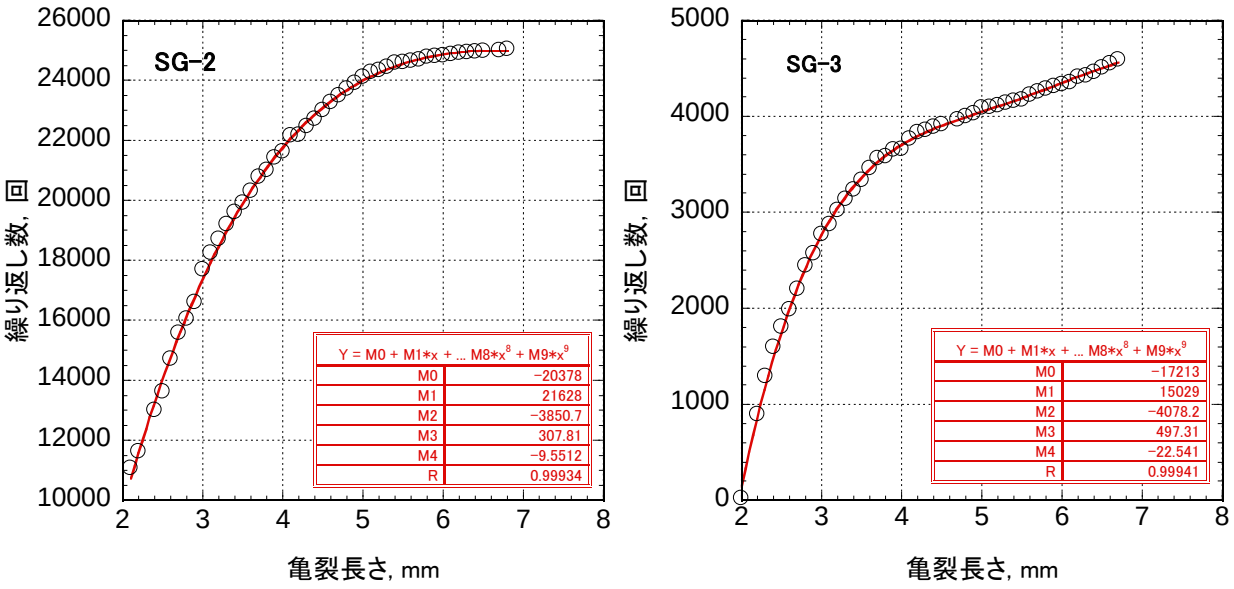
記号SG9（初期ΔK=28.0MPa√m）

図５．１－１１　疲労き裂伝播試験後の試験片破面-4

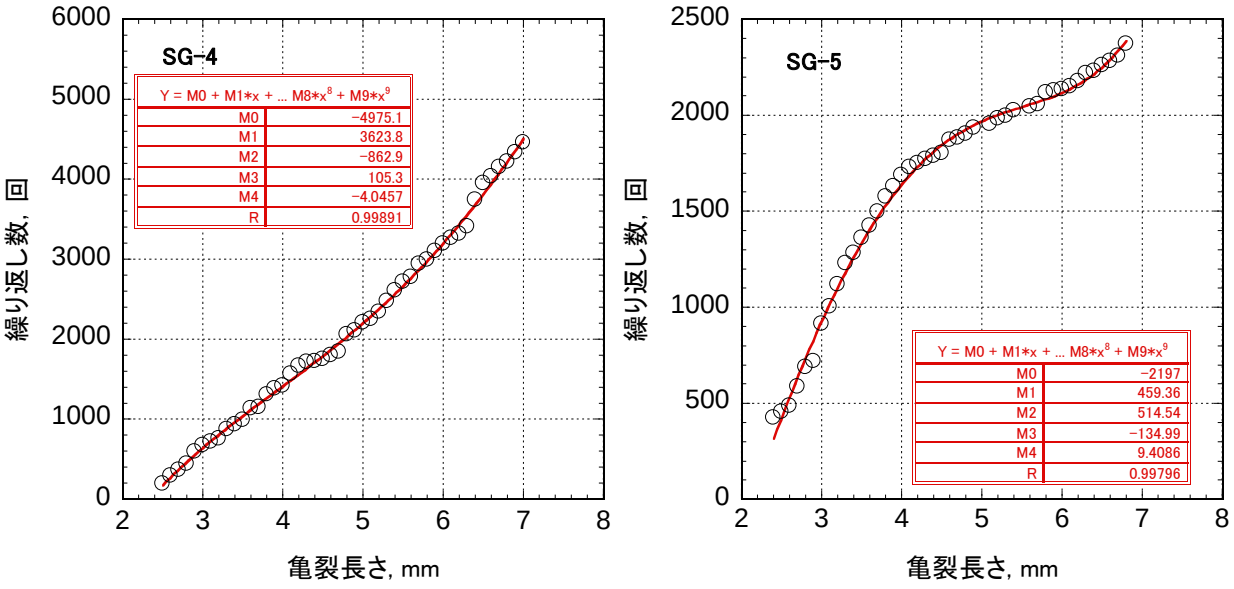
（試験条件：H_2＋シクロヘキセン、1MPa、50℃）

５．２　疲労き裂進展速度の補正と試験結果の考察

Da/dN-ΔKの関係についてばらつきの原因は、試験片のき裂長さの測定結果の挙動が滑らかでないことに起因することがデータ調査によって明らかになった。これは、本来連続的に変化するき裂長さがクラックゲージにより階段状のデータとなっているためである。そこで、測定されたき裂寸法に対して４次関数を用いてフィッティングカーブを作成し、この関数でき裂寸法を読み取ることでスムージング処理し、結果を再整理した。図５．２－１a)～k)にそれぞれの試験片のフィッティングカーブを示す。

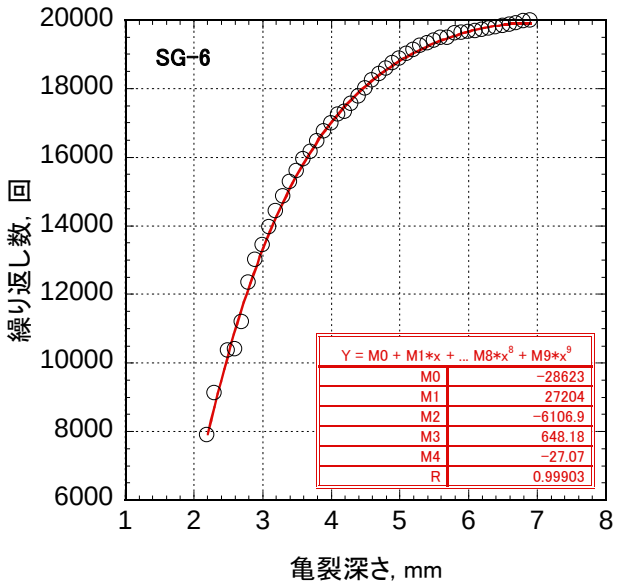


a)　試験片 SG-2 のき裂長さ補正曲線　　b)　試験片 SG-3 のき裂長さ補正曲線

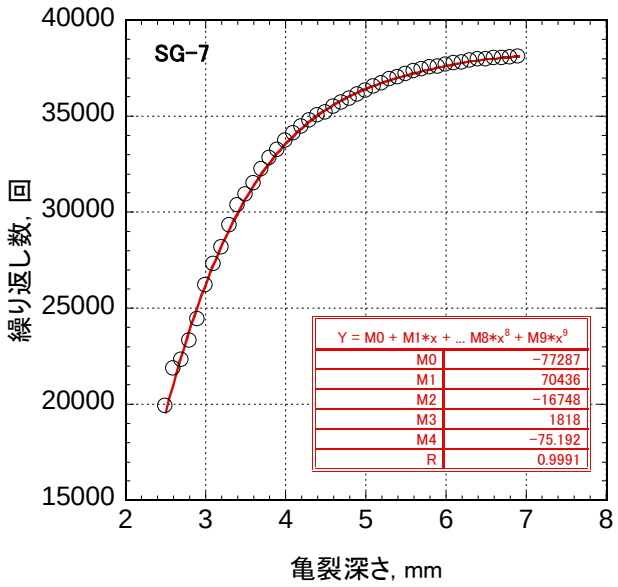


c)　試験片 SG-4 のき裂長さ補正曲線　　d)　試験片 SG-5 のき裂長さ補正曲線

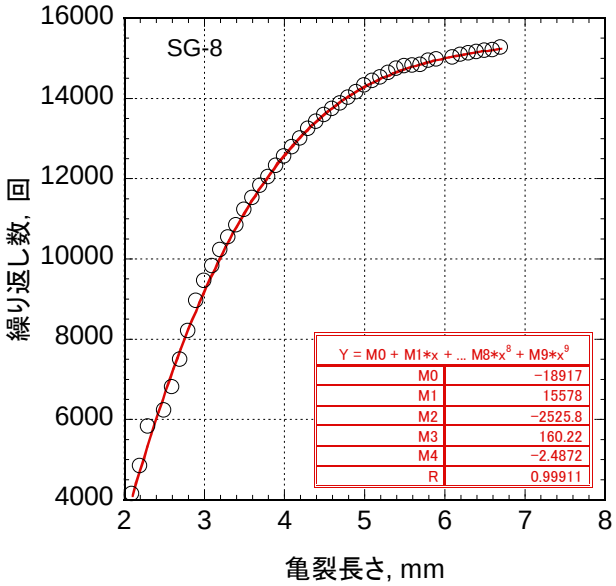
図５．２－１　各試験片のき裂長さ校正曲線（４次式によるフィッティングカーブ）その１



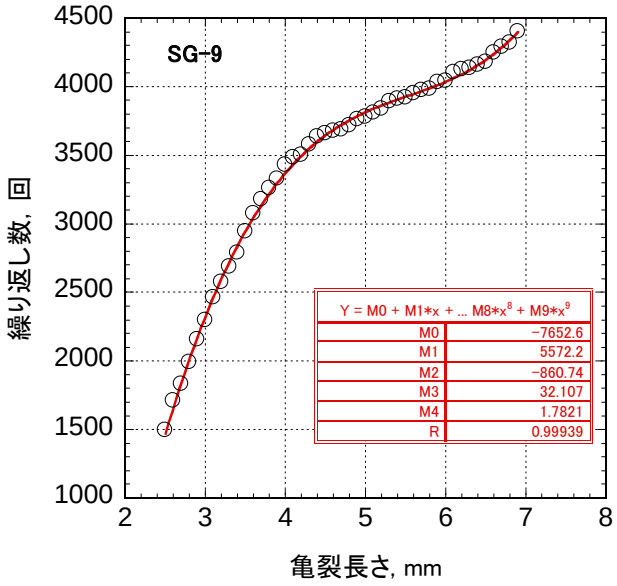
e) 試験片 SG-6 のき裂長さ補正曲線



f) 試験片 SG-7 のき裂長さ補正曲線

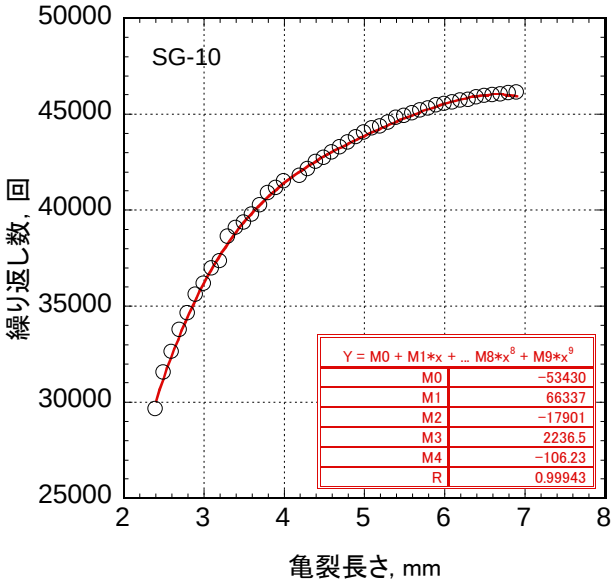


g) 試験片 SG-8 のき裂長さ補正曲線

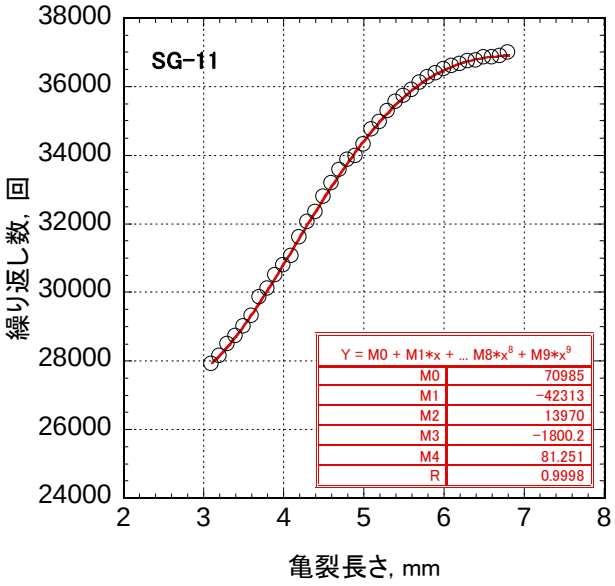


h) 試験片 SG-9 のき裂長さ補正曲線

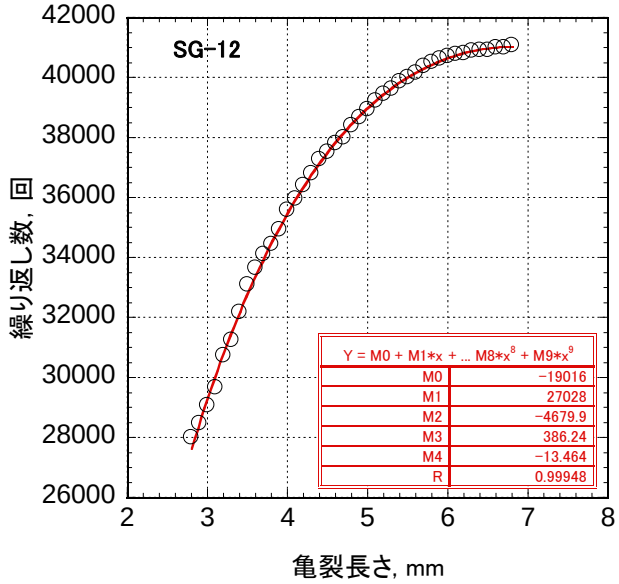
図５．２－１　各試験片のき裂長さ校正曲線（４次式によるフィッティングカーブ）その２



i） 試験片 SG-102 のき裂長さ補正曲線



j） 試験片 SG-11 のき裂長さ補正曲線



k） 試験片 SG-12 のき裂長さ補正曲線

図５．２－１　各試験片のき裂長さ校正曲線（４次式によるフィッティングカーブ）その３

・水素中のda/dN－ΔKの関係に及ぼす付臭剤の影響

上記フィッティングカーブを用いて補正したda/dN－ΔKの関係を図５．２－２～５．２－４に示した。付臭剤の影響を比較するため、図５．２－２～５．２－４に純水素で得られたda/dN－ΔKの関係の平均的な速度を赤線で示す。

試験結果に見られる高ΔK域での進展速度の減少は図５．１－８～５．１－１１に示した試験片破面に見られるように、試験片中央部のみ疲労き裂が進展している場合に顕著になっており、クラックゲージが試験片の表面でのき裂寸法のみを測定していることによるものである。

このデータ整理の結果、シクロヘキセンと２ヘキシンを添加した水素中での疲労き裂進展特性は純水素中での結果と同等であると言える。

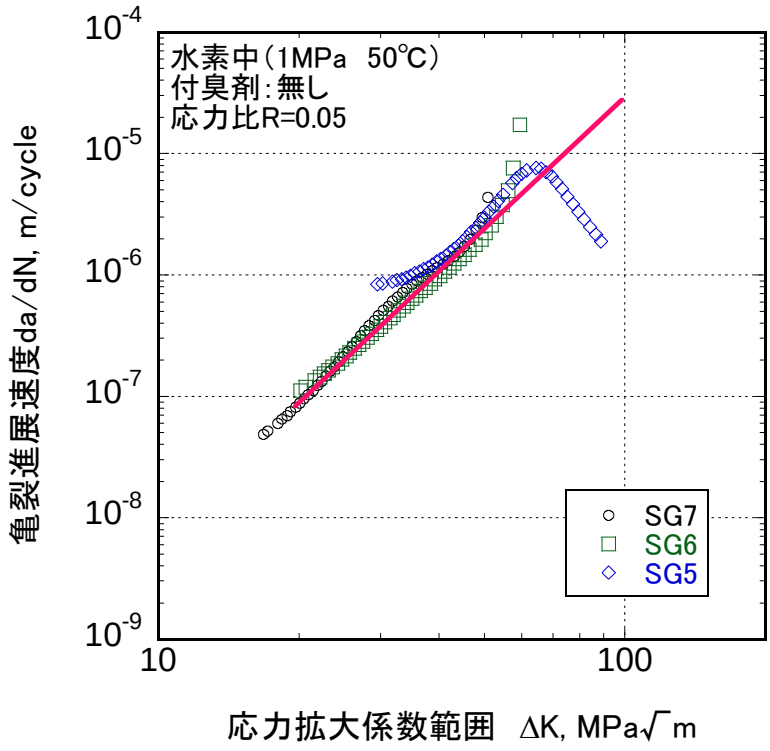


図５．２－２　水素ガス中での疲労き裂進展速度

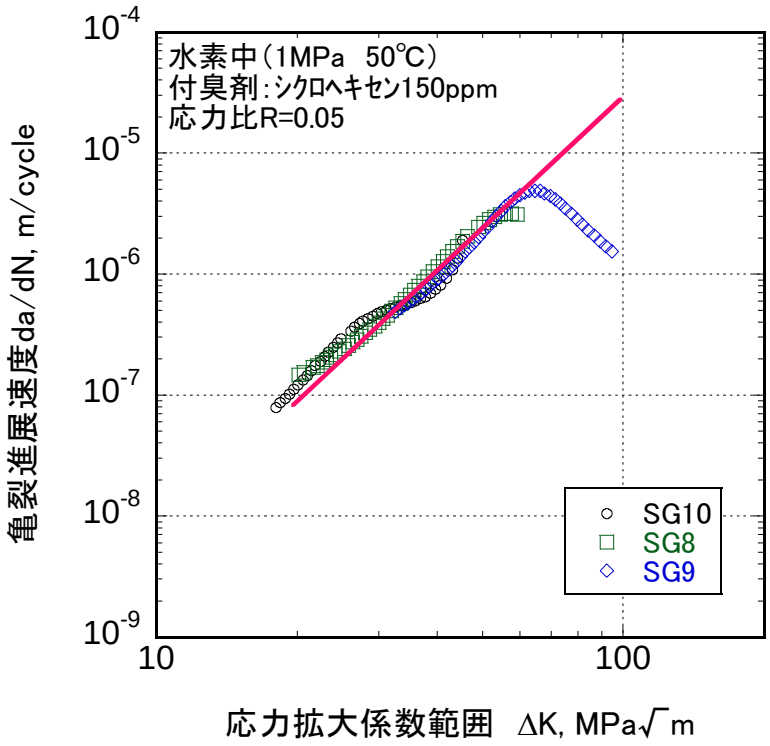


図５．２－３　シクロヘキセン添加水素中での疲労き裂進展速度

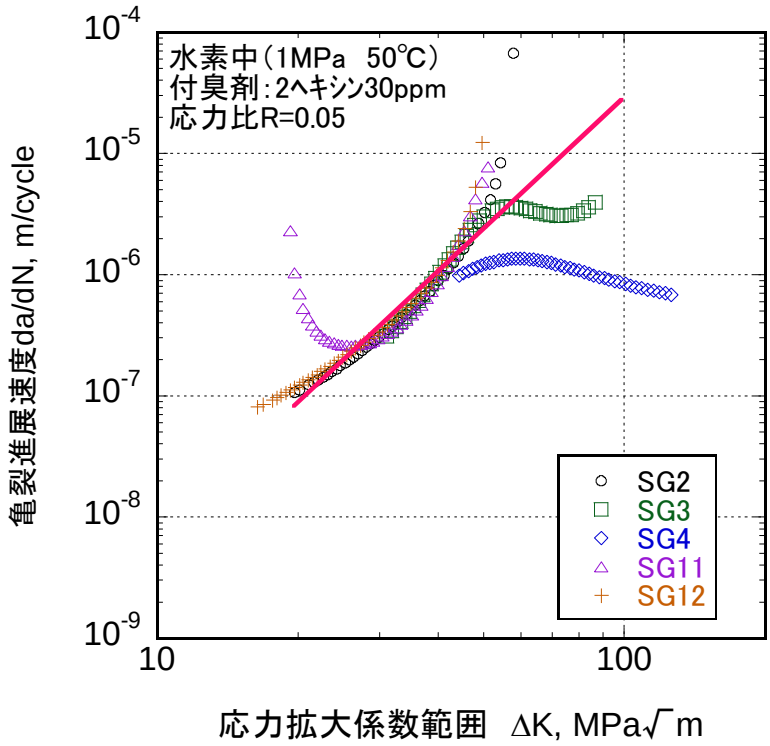


図５．２－４　２ヘキシン添加水素中での疲労き裂進展速度

・大気中のda/dN－ΔK関係と水素中のda/dN－ΔK関係の比較

平成２３年度得られた大気中の疲労き裂進展特性を今年度得られた水素中で得られた結果と比較した。この結果を図５．２－５に示す。

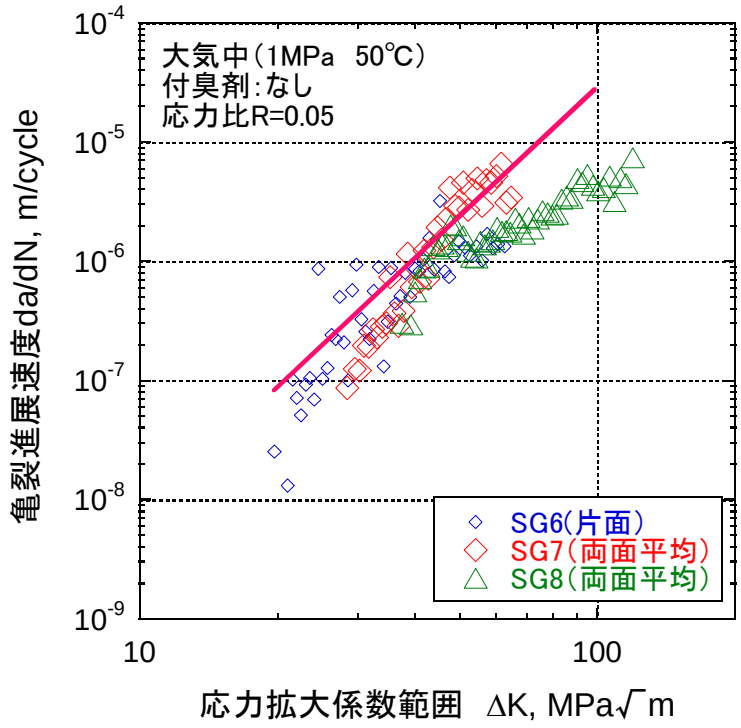


図５．２－５　大気中の疲労き裂進展速度（平成２３年度結果より）

大気中の進展特性の結果は試験片毎の差が水素中での結果に比べて大きく、明確ではないものの大気中の進展速度の方が下側にプロットされており、進展速度が遅い傾向が見られた。ただし、有意な差ともいいがたい。平成２３年度のデータは電位差法で測定された結果であるため、今回と同様、より、測定精度の高いクラックゲージ法で再測定することが望ましいと考えられる。

６．まとめ

・水素中のda/dN－ΔKの関係に及ぼす付臭剤の影響

今回の水素条件（ガス圧1MPa(ゲージ圧)、温度50℃）ではシクロヘキセンと２ヘキシンを添加した水素中での疲労き裂進展特性は純水素中での結果と同等で、差は見られない。

・大気中のda/dN－ΔK関係と水素中のda/dN－ΔK関係の比較

平成１９年度までの事業で水素中疲労き裂進展速度の加速がみられた、き裂進展速度10^{-7}m/cycle以上の速度域での進展速度データが得られている。これに対し、今回の結果では大気中の進展特性の結果は試験片毎の差が水素中での結果に比べて大きく、明確ではないものの大気中の進展速度の方が下側にプロットされており、以前のデータに比べ差は小さいものの進展速度が遅い傾向が見られた。しかし、バラつきがあるため有意な差ともいいがたい。

平成２３年度のデータは電位差法で測定された結果であるため、今回と同様、より測定精度の高いクラックゲージ法で再測定することが望ましいと考えられる。

Ⅲ. 参考資料

参考資料１　水素チャンバー製作仕様

１．装置構成

本装置の構成を下記に示します。

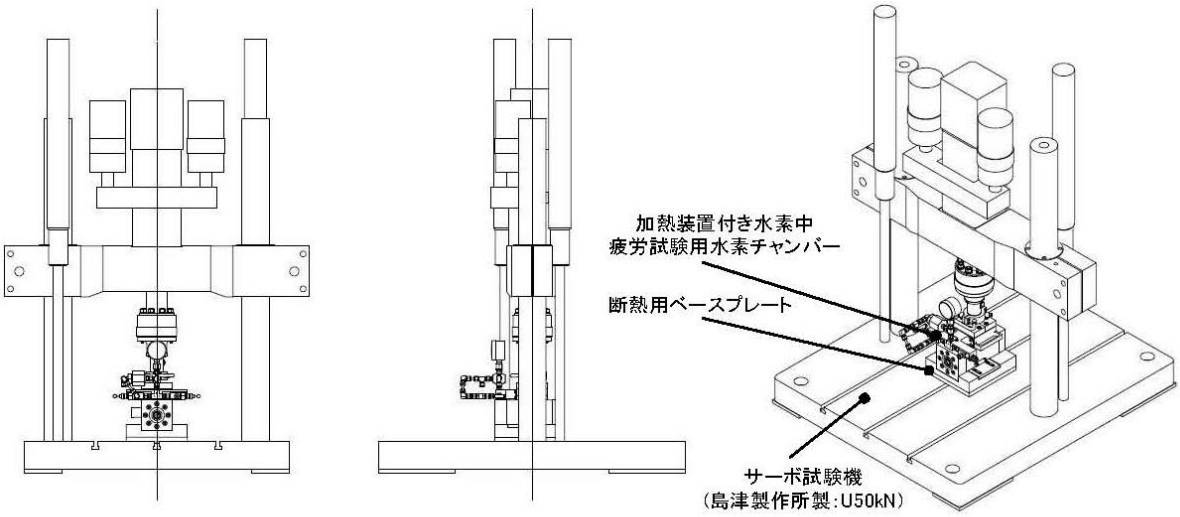


図1. 加熱装置付き水素中疲労試験用水素チャンバー(試験機取付時)

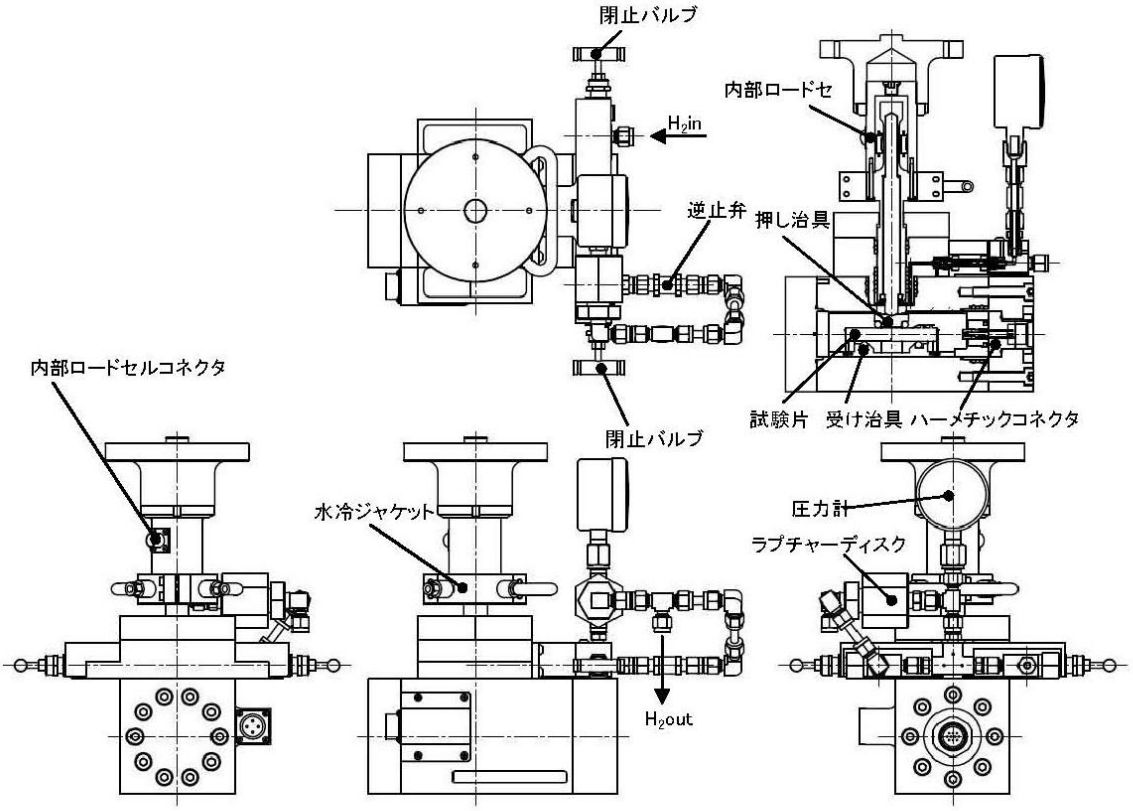


図2. 加熱装置付き水素中疲労試験用水素チャンバー(チャンバー部詳細)

2. 試験項目基本仕様

1) 試　験　項　目 ：４点曲げ疲労き裂伝播試験
2) 試 験 片 サ イ ズ ：12mm×7mm×80mm
3) 受け治具支持点距離 ：48mm
4) 押し治具支持点距離 ：24mm
5) き 裂 寸 法 測 定 方 法 ：微弱電流電位差法

3. チャンバー基本仕様

1) 設　計　圧　力 ：14.5MPa
2) 常　温　圧　力 ：9.1MPa
3) 設　計　温　度 ：100℃
4) 常　用　温　度 ：75℃
5) 高 圧 ガ ス の 種 類 ：H_2ガス
6) 容　器　容　量 ：約60000mm^3
7) 接 ガ ス 部 材 質 ：SUS316, SUS316L, SUH660
8) 内 部 配 線 取 り 出 し ：10pinハーメチックコネクタ
9) 対　応　試　験　機 ：㈱島津製作所製　EHF-u5

4. 温度調整機構基本仕様

1) 電　　源 ：100V(50/60Hz)
2) 温 度 設 定 範 囲 ：0（室温)～999℃
3) 制　御　方　法 ：PID制御
4) 温 度 表 示 精 度 ：±3℃（使用環境条件下において）
5) 室 温 表 示 精 度 ：±1℃（使用環境条件下において）
6) 使　用　環　境 ：5～40℃（湿度85%）但し結露なきこと
7) 昇　温　時　間 ：≦1時間（設定温度75℃、室温20℃の環境において）
8) セ　ン　サ　ー ：K熱電対
9) ヒ ー タ ー 容 量 ：1.5kW(max)

5. 圧縮型内部ロードセル基本仕様

1) 定　格　容　量 ：20kN
2) 非　直　線　性 ：±1%RO以内
3) 温 度 保 証 範 囲 ：0～50℃（但し結露なきこと）
4) 零 点 の 温 度 影 響 ：±0.01%RO/℃以内
5) 許 容 印 可 電 圧 ：5V　ACまたはDC
6) 推 奨 印 可 電 圧 ：1～2V　ACまたはDC
7) 推奨動ひずみアンプ ：㈱共和電業　DPM-900シリーズ

6. 製作図面

水素チャンバー構成部品を参考表に示す。

水素チャンバー系統図を図面番号F01とF02に、水素チャンバー製作組立図を図面番号A01～A03に示す。

参考表　　水素チャンバー構成部品一覧(1/3)

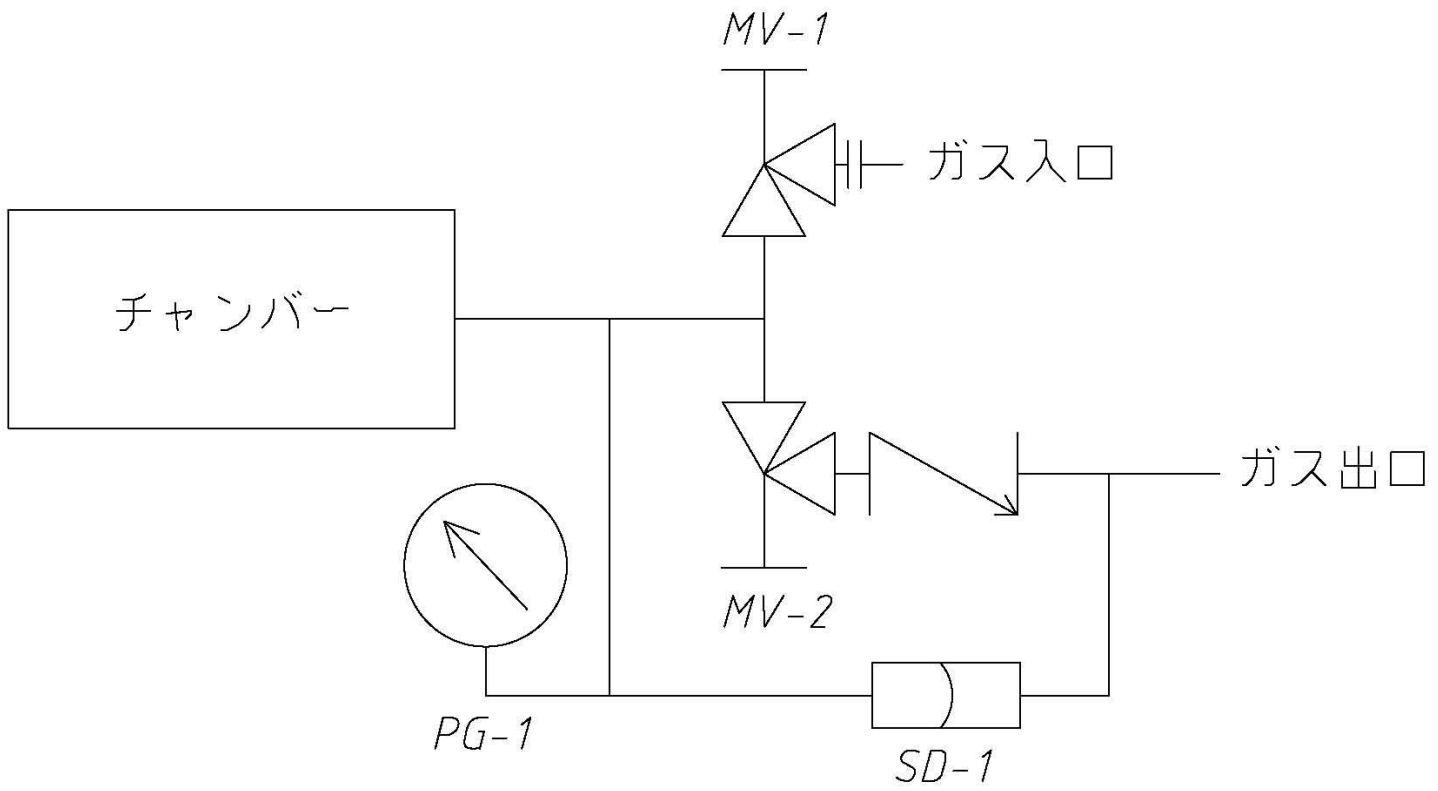
番号	品名	数量	材質	仕様、規格等	備考
①	胴	1	SUS316		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
②	側面ﾌﾗﾝｼﾞ（ﾊｰﾒ側）	1	SUS316		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
③	側面ﾌﾗﾝｼﾞ（閉止側）	1	SUS316		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
④	上部ﾌﾗﾝｼﾞ	1	SUS316		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑤	配管ｽﾃｰ	1	SUS304		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑥	ｽﾄｯﾊﾟｰ	2	SUS304		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑦	内部ｽﾍﾟｰｻｰ	1	SUH660		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑧	押し治具	1	SUH660	支点間距離24	㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑨	支点	4	SUH660		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑩	試験片固定用ｽﾌﾟﾘﾝｸﾞ	6	SUS304SP		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑪	ｷｬﾘﾌﾞﾚｰｼｮﾝ治具	1	SUH660		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑫	受け治具	1	SUH660	支点間距離48	㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑬	ｽﾍﾟｰｻｰ	12	SUS316		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑭	支点受け	8	SUS304SP		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑮	内部ﾛｰﾄﾞｾﾙ	1	SUH660		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑯	押し棒	1	SUH660		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑰	ﾊｳｼﾞﾝｸﾞ	1	SUS630	熱処理H900	㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑱	ｸﾛｽｴﾙﾎﾞｰ	1	SUS316		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑲	中間配管(1)	1	SUS316	外径6.35-肉厚1.65	㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
⑳	中間配管(2)	2	SUS316	外径6.35-肉厚1.65	㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
㉑	中間配管(3)	1	SUS316	外径6.35-肉厚1.65	㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
㉒	押し棒ナット	1	SUS316		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
㉓	ﾊﾞｯｸｱｯﾌﾟﾘﾝｸﾞ(P45)	2	PK450		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
㉔	ﾊﾞｯｸｱｯﾌﾟﾘﾝｸﾞ(P40)	2	PK450		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
㉕	ﾊﾞｯｸｱｯﾌﾟﾘﾝｸﾞ(P25-U)	5	PK450		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
㉖	ﾊﾞｯｸｱｯﾌﾟﾘﾝｸﾞ(P25-L)	1	PK450		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
㉗	ｺﾈｸﾀﾌﾗﾝｼﾞ	1	SUS304		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
㉘	押し棒ナット締付工具	1	SUS420J2	熱処理HQ,HA	㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製

参考表　　水素チャンバー構成部品一覧(2/3)

番号	品名	数量	材質	仕様、規格等	備考
㉙	ﾛｰﾄﾞｾﾙﾌﾗﾝｼﾞ(L)	1	SUS304		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
㉚	ﾛｰﾄﾞｾﾙﾌﾗﾝｼﾞ(U)	1	SUS304		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
㉛	ﾁｬﾝﾊﾞｰ固定治具	2	SUS304		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
㉜	ﾍﾞｰｽﾌﾟﾚｰﾄ	1	SUS304		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
㉝	断熱ﾍﾞｰｽﾌﾟﾚｰﾄ	1	PK450		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
㉞	セット治具	1	MC801		㈱神戸工業試験場ｸﾞﾙｰﾌﾟ製
㉟	ﾊｰﾒﾁｯｸｺﾈｸﾀ(ﾚｾｸﾀﾌﾟﾙ)	1	SUS316		ﾀﾞｲﾄﾝﾃｸﾉﾛｼﾞｰ㈱製
㊱	ﾊｰﾒﾁｯｸｺﾈｸﾀ(高圧側ﾌﾟﾗｸﾞ)	1	PK450		ﾀﾞｲﾄﾝﾃｸﾉﾛｼﾞｰ㈱製
㊲	ﾊｰﾒﾁｯｸｺﾈｸﾀ(高圧側ﾛｯｸﾅｯﾄ)	1	C3604		ﾀﾞｲﾄﾝﾃｸﾉﾛｼﾞｰ㈱製
㊳	ﾊｰﾒﾁｯｸｺﾈｸﾀ(低圧側ﾛｯｸﾅｯﾄ)	1	C3604		ﾀﾞｲﾄﾝﾃｸﾉﾛｼﾞｰ㈱製
㊴	水冷ｼﾞｬｹｯﾄ	1	銅合金		㈱高木製作所製
㊵	Oﾘﾝｸﾞ	4	HNBR	P25(25F9-70)	三菱電線工業㈱製
㊶	Oﾘﾝｸﾞ	2	HNBR	P40(25F9-70)	三菱電線工業㈱製
㊷	Oﾘﾝｸﾞ	2	HNBR	P45(25F9-70)	三菱電線工業㈱製
㊸	Oﾘﾝｸﾞ	1	NBR	29.6-0.7	
㊹	ﾒﾀﾙ中空Oﾘﾝｸﾞ	1	SUS316(金ﾒｯｷ)	KA32(外径32-φ1.6-+0.25)	
㊺	ﾒﾀﾙ中空Oﾘﾝｸﾞ	1	SUS316(金ﾒｯｷ)	KA50(外径50-φ1.6-+0.25)	
㊻	六角穴付きﾎﾞﾙﾄ	8	SCM	JIS B1176　M8-45-1.0	
㊼	六角穴付きﾎﾞﾙﾄ	10	SCM	JIS B1176　M8-35-1.0	
㊽	六角穴付きﾎﾞﾙﾄ	8	SCM	JIS B1176　M8-60-1.0	
㊾	六角穴付きﾎﾞﾙﾄ	8	SUS	JIS B1176　M6-30	
㊿	六角穴付きﾎﾞﾙﾄ	6	SCM	JIS B1176　M12-40	
(51)	六角穴付きﾎﾞﾙﾄ	4	SUS	JIS B1176　M4-30	
(52)	六角穴付きﾎﾞﾙﾄ	8	SUS	JIS B1176　M3-30	
(53)	六角穴付きﾎﾞﾙﾄ	8	SCM	JIS B1176　M12-80	
(54)	六角穴付きﾎﾞﾀﾝﾎﾞﾙﾄ	4	SUS	JIS B1174　M6-10	
(55)	六角穴付きﾎﾞﾀﾝﾎﾞﾙﾄ	2	SUS	JIS B1174　M5-25	
(56)	十字穴付きなべ頭小ねじ	6	SUS	JIS B1111　M2-3	
(57)	十字穴付きなべ頭小ねじ	8	SUS	JIS B1111　M1.6-3	
(58)	十字穴付きなべ頭小ねじ	4	SUS	JIS B1111　M2.5-5	
(59)	十字穴付きなべ頭小ねじ	4	SUS	JIS B1111　M3-4.5	

参考表　　水素チャンバー構成部品一覧(3/3)

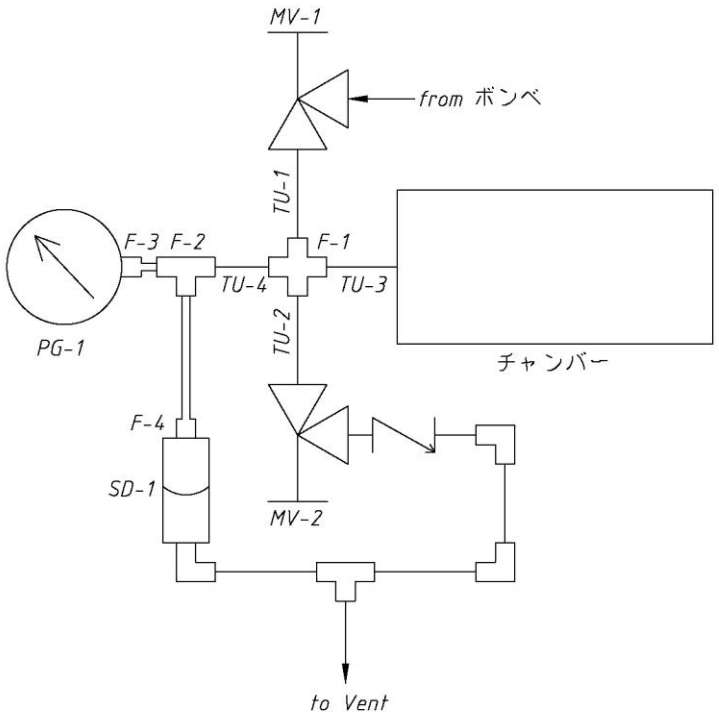
番号	品名	数量	材質	仕様、規格等	備考
⑯	十字穴付き皿頭小ねじ	4	SUS	JIS B1111　M3-5	
⑰	平座金	8	SUS	JIS B1256　M12	
⑱	平座金	4	SUS	JIS B1256　M4	
⑲	ばね座金	8	SUS	JIS B1251　M12	
⑳	ばね座金	4	SUS	JIS B1251　M4	
㉑	六角ﾅｯﾄ	8	SUS	JIS B1181　M12	
㉒	ﾛｯｸﾅｯﾄ		SUS	AN9	
㉓	ﾊｰﾒﾁｯｸｺﾈｸﾀｰ	1	―	DPT02-8-4P21	ﾀﾞｲﾄﾝﾃｸﾉﾛｼﾞｰ㈱製
㉔	ｺﾈｸﾀｰ	1	―	MB10G14-4P	ｱﾝﾌｪﾉｰﾙｼﾞｬﾊﾟﾝ㈱製
㉕	圧力計	1	―	PGI-63S-MG25-LAOX PGI-63S-MG6.0-LAOX	Swagelok社製
㉖	欠番	―	―	―	―
㉗	ﾆｰﾄﾞﾙﾊﾞﾙﾌﾞ	2	ASTM A276 TYPE 316他	SS-3NBS4-A	Swagelok社製
㉘	ﾌﾟﾗｸﾞ	1	ASTM A276 TYPE 316	SS-4-HPST	Swagelok社製
㉙	ﾎﾟｰﾄｺﾈｸﾀｰ	3	ASTM A276 TYPE 316	SS-401-PC	Swagelok社製
㉚	逆支弁	1	ASTM A276 TYPE 316	SS-4C-1/3	Swagelok社製
㉛	ｶﾗｰ	5	ASTM A276 TYPE 316	CCLX40	Autoclave社製
㉜	ｸﾞﾗﾝﾄﾞ	5	ASTM A276 TYPE 316	CGLX40	Autoclave社製
㉝	ｶｰﾄﾘｯｼﾞﾋｰﾀｰ	4	―	SLC1304	㈱八光製
㉞	ﾊｰﾒﾁｯｸｺﾈｸﾀ固定用ﾋﾟﾝ	1	SUS440C	MRSS2.0-17.0	㈱ﾐｽﾐ製
㉟	ｾﾝﾀｰｼｬﾌﾄ	1	SUS304	RDOS50-41	㈱ﾐｽﾐ製
㊱	試験片	1	―	H12.0×t7.0×ℓ80	―
㊲	試験機	1	―	EHF-U5	㈱島津製作所製
㊳	ﾃｨｰ	2	ASTM A182 TYPE F316	SS-400-S	Swagelok社製
㊴	めすｱﾀﾞﾌﾟﾀ	1	ASTM A276 TYPE 316	SS-4-TA-7-4	Swagelok社製
㊵	おすｱﾀﾞﾌﾟﾀ	1	ASTM A276 TYPE 316	SS-4-TA-1-4RT	Swagelok社製
㊶	おすｴﾙﾎﾞｰ	1	ASTM A276 TYPE 316	SS-400-2-4RT	Swagelok社製
㊷	ｴﾙﾎﾞｰ	2	ASTM A276 TYPE 316	SS-400-9	Swagelok社製
㊸	中間配管	2	SUS316TP	現物あわせ	
㊹	ﾗﾌﾟﾁｬｰﾃﾞｨｽｸ	1	SUS316他		㈱ﾌﾞｲﾃｯｸｽ製



名　称	
平成２４年度水素ネットワーク構築導管保安技術調査 （付臭剤添加による金属系材料の水素脆化影響調査） 疲労き裂進展試験用水素チャンバー製作図面 系統図	
作　成　日	図　番
2012.10.23	F01

高圧ガスライン圧力温度区分

ライン	設計圧力	設計温度	常用圧力	常用温度
	MPa	℃	MPa	℃
——	14.5	100	9.1	75



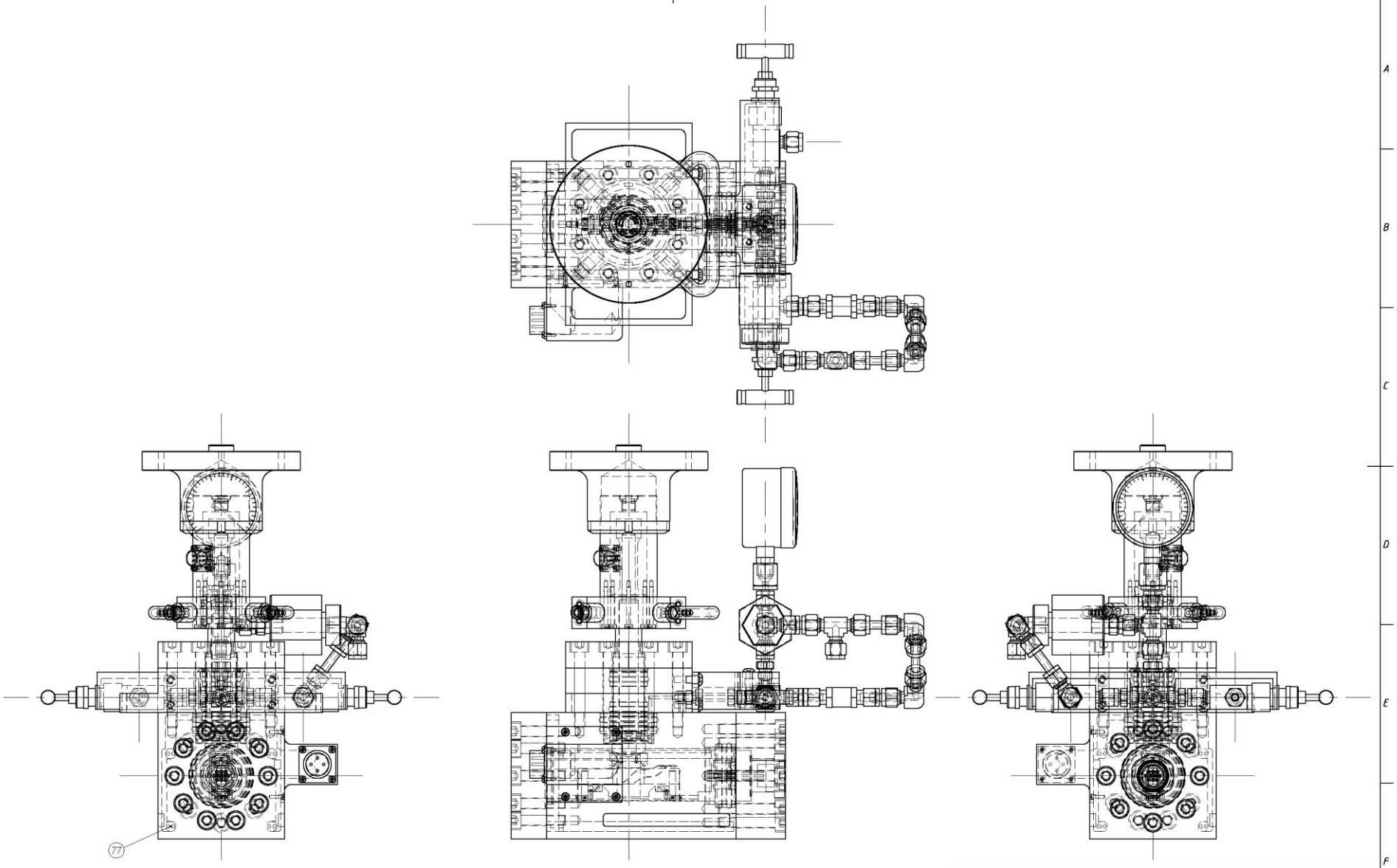
Part No. 部番	Description 品名	Quantity 数量	Material 材質	Heat Treatment 熱処理	Remarks 備考
PG-1	圧力計	1 1	ASTM A276 TYPE 316		PGI-63S-MG25-LAOX(Swagelok) PGI-63S-MG6.0-LAOX(Swagelok)
TU-4	中間配管	1	SUS316TP		φ6.35-t1.65
TU-3	中間配管	1	SUS316TP		φ6.35-t1.65
TU-2	中間配管	1	SUS316TP		φ6.35-t1.65
TU-1	中間配管	1	SUS316TP		φ6.35-t1.65
SD-1	ラプチャーディスク	1	SUS316		U型(V-TEX)
F-4	おすアダプター	1	ASTM A276 TYPE 316		SS-4-TA-1-4RT(Swagelok)
F-3	めすアダプター	1	ASTM A276 TYPE 316		SS-4-TA-7-4(Swagelok)
F-2	ティー	1	ASTM A182 TYPE F316		SS-400-3(Swagelok)
F-1	カラー、グランド	4	ASTM A276 TYPE 316		CCLX40/CGLX40(AutoclaveEngineers)
	クロスエルボー	1	SUS316		
MV-2	ニードルバルブ	1	ASTM A276 TYPE 316		SS-3NBS4-A-MI(Swagelok)
MV-1	ニードルバルブ	1	ASTM A276 TYPE 316		SS-3NBS4-A-MI(Swagelok)

名称

平成２４年度水素ネットワーク構築導管保安技術調査
（付臭剤添加による金属系材料の水素脆化影響調査）
疲労き裂進展試験用水素チャンバー製作図面

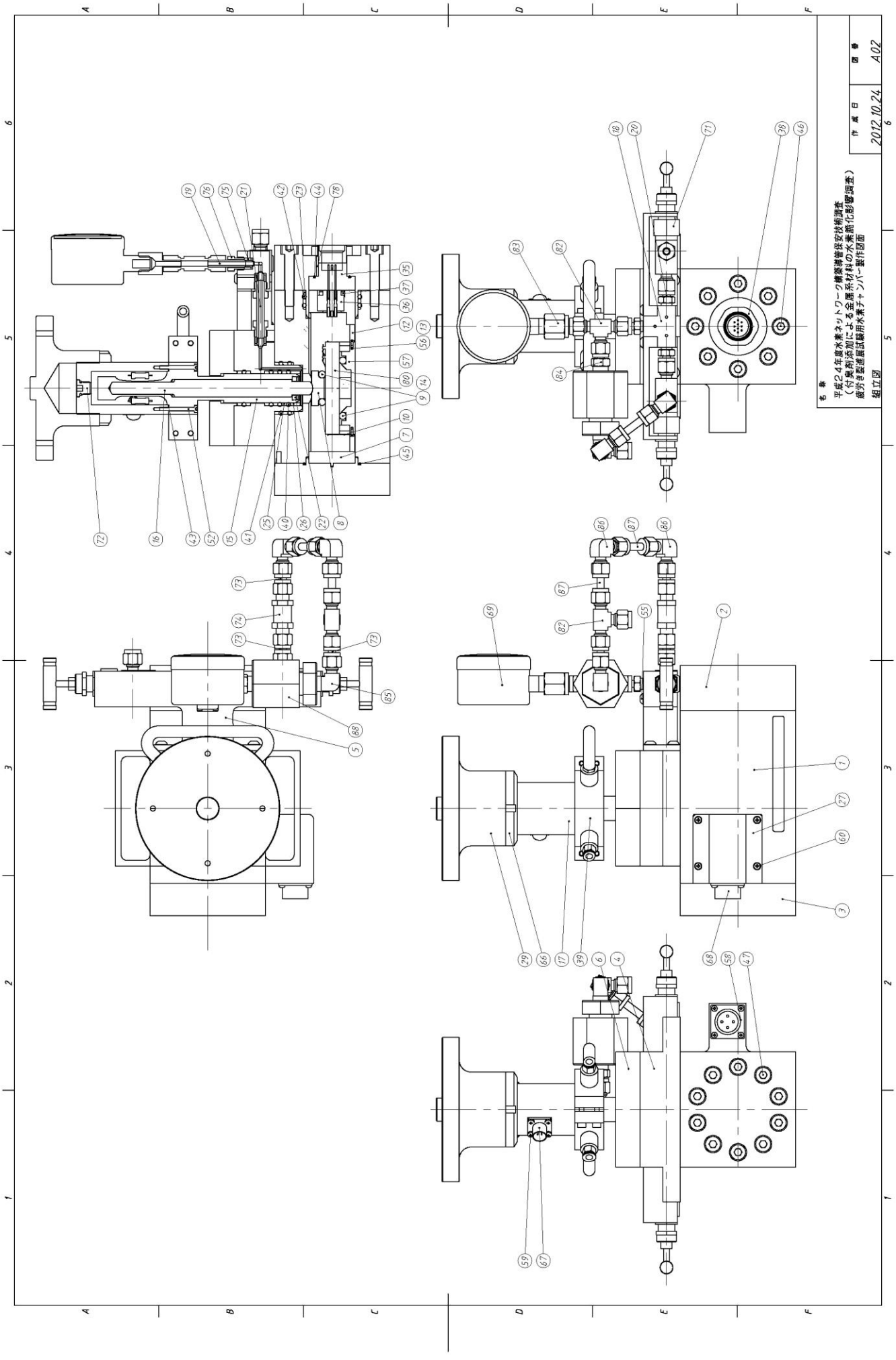
系統図

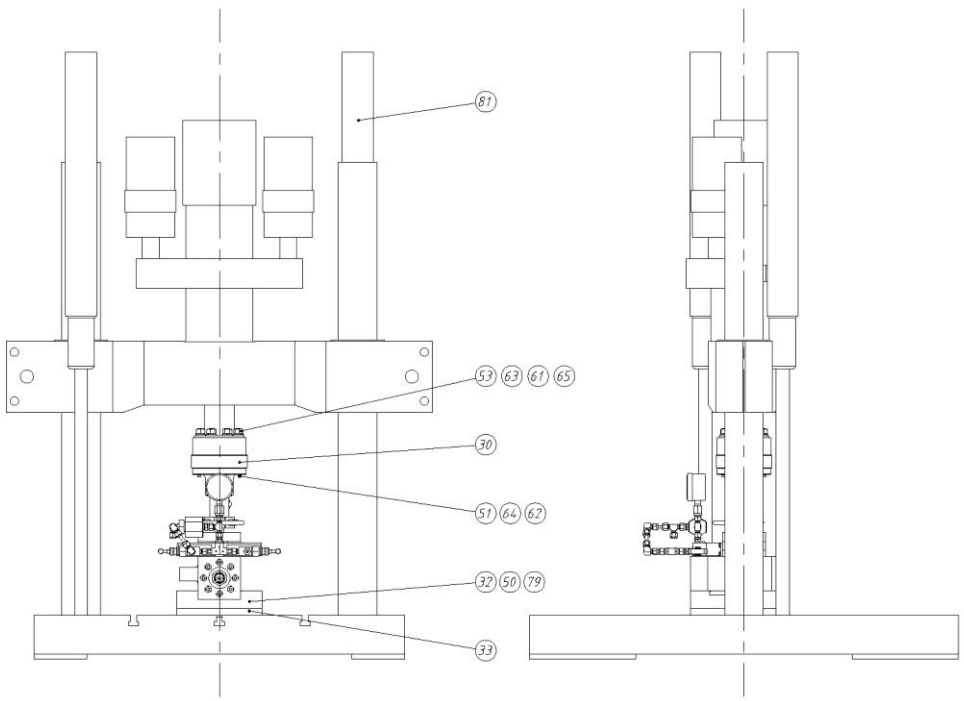
作成日	図番
2012.10.26	F02

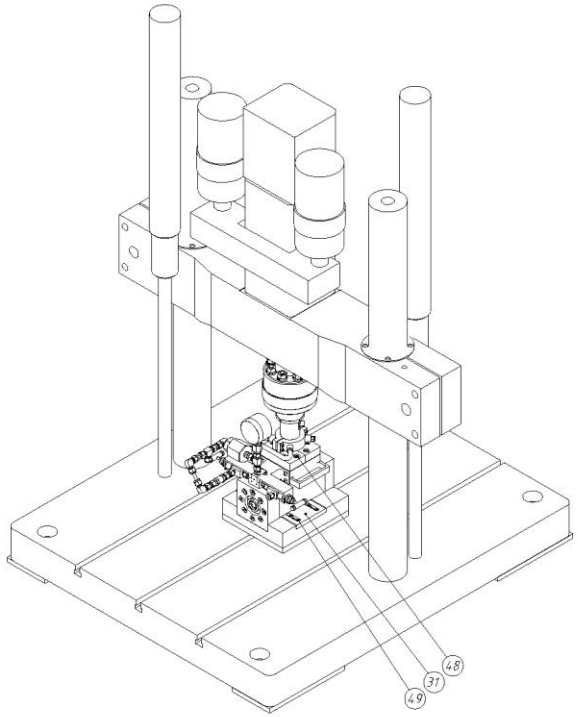


名 称
平成２４年度水素ネットワーク構築導管保安技術調査
（付臭剤添加による金属系材料の水素脆化影響調査）
疲労き裂進展試験用水素チャンバー製作図面
組立図

作成日	図番
2012.10.24	A01


名 称
平成24年度水素ネットワーク構築維持保安技術調査
（付臭剤添加による金属系材料の水素脆化影響調査）
疲労き裂進展試験用水素チャンバー製作図面
組立図
作成日
2012.10.24
図番
A02





名称	平成２４年度水素ネットワーク構築溝管保安技術調査 （付臭剤添加による金属系材料の水素脆化影響調査） 疲労き裂進展試験用水素チャンバー製作図面 組立図
作成日	2012.10.24
図番	A03

参考資料２　供試鋼材ミルシート

JIS G 3452 配管用炭素鋼鋼管 SGP

鋼管検査証明書
INSPECTION CERTIFICATE

新日本製鐵株式會社
Nippon Steel Corporation

本社 HEAD OFFICE：〒100-8071 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 2-6-1, MARUNOUCHI, CHIYODA-KU, TOKYO, 100-8071, JAPAN

名古屋製鐵所 NAGOYA WORKS：〒476-8686 愛知県東海市東海町五丁目3番地 5-3, TOKAI-MACHI, TOKAI-CITY, AICHI-PREF, 476-8686, JAPAN

注文者 SHIPPER: ITOCHU MARUBENI

注文者照合番号 REFERENCE No.: JG2 -1622F6

契約番号 CONTRACT No.: 1-740-N3-1-8-8D02

商品名 COMMODITY: PIPE FOR PIPING

規格 SPECIFICATION: JIS G3452 SGP-E-G
JIS G3452(2010)

特記 NOTE:

需要家 CUSTOMER: NIKKO/TOKYO

需要家管理番号 CUSTOMER'S CONTROL No.: SUPER SEAM

証明書番号 CERTIFICATE No.: 10825090

頁 PAGE: 2E

発行年月日 DATE OF ISSUE: 2011-08-25

W04

寸法 SIZE	員数 QUANTITY PIECES	質量 MASS NET KG	製鋼番号 HEAT No.		C ×100	Si ×100	Mn ×100	P ×1000	S ×1000	CU ×100	×100	TI ×1000	管理番号 CONTROL No.		耐力 YS 0.2% N/MM2	引張強さ TS	伸び EL %	曲げ・偏平等	備考 REMARKS
300AX5500																			06
	20	5,840	NF3672	H	8	1	35	11	3	14		29	F77210801	LB	368	442	35	G	
400AX5500																			07
	○ 9	3,843	NB4087	H	8	1	33	13	5	15		31	F73940151	LB	360	424	39	G	

TENSILE TEST (GL: 50MM); 硬さ試験 HARDNESS TEST; 衝撃試験 IMPACT TEST SIZE, TEST TEMP., VALUE, SF CF %; 落重試験 DWTT SF CF %

その他試験 DESCRIPTION OF TEST	外観・寸法 VISUAL & DIMENSIONS	水圧試験 HYDROSTATIC TEST	非破壊検査 NON-DESTRUCTIVE INSPECTION	ドリフト試験 DRIFT TEST	メッキ試験 ZINC COATING TEST	塗覆装試験 COATING & LINING TEST	コラプス試験 COLLAPSE TEST	バースト試験 HYDROSTATIC DESTRUCTIVE TEST
	GOOD	GOOD						

注釈1 NOTES 1: GL:標点距離 Gage Length (D:$4\sqrt{So}$, E:$5.65\sqrt{So}$), RA:Reduction of Area, YR:Yield Ratio, SF:延性破面率 Shear Fracture, CF:脆性破面率 Crystallinity Fracture, G:合格 Good (Acceptable) ※1 H:溶鋼分析 Heat Analysis, C:ミルコントロール分析 Control Analysis, P:製品分析 Product Analysis ※2 L:母材縦方向 Base Metal Longitudinal, T:母材横方向 Base Metal Transverse, Y:溶接部縦方向 Weld Longitudinal, W:溶接部横方向 Weld Transverse, H:熱影響部 HAZ, S:母材表面 Base Metal Surface ※3 JIS (4:No4, 5:No5, 1:No11, A:No12A, B:No12B, C:No12C), Strip (G:1/2in, H:3/4in, J:1in, K:1-1/2in), F:Full Section ※4 V:2mmV, U:2mmU ※5 E:個々の値 Each, A:平均値 Average ※6 UT:超音波探傷試験 Ultrasonic test, RT:放射線透過試験 Radiographic Test, MT:磁粉探傷試験 Magnetic Particle Test, ET:渦流探傷試験 Eddy-Current Test, FT:漏洩磁束探傷試験 Flux Leakage Test

注釈2 NOTES 2:

上記注文品は、御指定の規定または仕様に従って製造され、その要求事項を満足していることを証明します。
WE HEREBY CERTIFY THAT THE MATERIAL DESCRIBED HEREIN HAS BEEN MADE IN ACCORDANCE WITH THE RULES OF THE CONTRACT.

名古屋製鐵所 鋼管管理グループリーダー
HEAD OF QUALITY CONTROL DEPT.
NAGOYA WORKS

参考資料３　供試水素ガス分析試験成績書

1. 水素ガス

ガス分析試験成績書

2012年12月25日

No.12110009401

御注文先

高千穂化學工業株式會社
町田事業所　計測ガス工場
〒194-0004
東京都町田市鶴間1557
TEL.042-796-5501 FAX.042-795-7168

日鉄住金パイプライン＆エンジニアリング株式会社 殿

ガス名	容器番号
水素 - Research	1J 83299

試験方法	GAS CHROMATOGRAPHY METHOD, etc		
容器種類、材質	10L(マンガン)		
充填量	3MPa		
充填日	2012/10/ 5		
分析日	2012/10/10		
室内温度	20℃		
貯蔵温度	0℃ ～ 35℃		
出荷条件	貸1ヶ年(2013/12迄)		
備考	JIS K0114に準拠		

	ガス名	分析値		仕様	
試験結果	Hydrogen	99.9995	%以上	99.9995	%以上
	Oxygen	0.1	ppm以下	0.1	ppm以下
	Nitrogen	3	ppm以下	3	ppm以下
	Carbon monoxide	0.1	ppm以下	0.1	ppm以下
	Carbon dioxide	0.1	ppm以下	0.1	ppm以下
	Total Hydrocarbon	0.1	ppmC以下	0.1	ppmC以下
	Water	4	ppm以下	4	ppm以下

検査課 課長	総合判定	合格
検		

ガス分析試験成績書

2012年12月25日　　No.12110009402

御注文先

高千穂化學工業株式會社
町田事業所　計測ガス工場
〒194-0004
東京都町田市鶴間1557
TEL.042-796-5501 FAX.042-795-7168

日鉄住金パイプライン＆エンジニアリング株式会社 殿

ガス名	容器番号
水素 - Research	2BIS 79636

試験方法	GAS CHROMATOGRAPHY METHOD, etc

容器種類、材質	10L(マンガン)		
充填量	3MPa		
充填日	2012/10/ 5		
分析日	2012/10/10		
室内温度	20℃		
貯蔵温度	0℃ ～ 35℃		
出荷条件	貸1ヶ年(2013/12迄)		
備考	JIS K0114に準拠		

試験結果

ガス名	分析値		仕様	
Hydrogen	99.9995	%以上	99.9995	%以上
Oxygen	0.1	ppm以下	0.1	ppm以下
Nitrogen	3	ppm以下	3	ppm以下
Carbon monoxide	0.1	ppm以下	0.1	ppm以下
Carbon dioxide	0.1	ppm以下	0.1	ppm以下
Total Hydrocarbon	0.1	ppmC以下	0.1	ppmC以下
Water	4	ppm以下	4	ppm以下

検査課 課長	総合判定	合格
高		

2. シクロヘキセン添加水素ガス

ガス分析試験成績書

2012年12月25日

No.12111003201

御注文先

高千穂化學工業株式會社
町田事業所 計測ガス工場
〒194-0004
東京都町田市鶴間1557
TEL.042-796-5501 FAX.042-795-7168

日鉄住金パイプライン＆エンジニアリング株式会社 殿

ガス名	容器番号
GAS MIXTURE	CPC 03086

試験方法	GAS CHROMATOGRAPHY METHOD

容器種類、材質	10 L (アルミ)(アルミニウム)		
充填量	2.98MPa		
充填日	2012/11/ 8		
分析日	2012/11/14		
室内温度	20℃		
貯蔵温度	0℃ ～ 35℃		
出荷条件	容器賃貸(2013/12迄)		
保証分析精度	±2%		
保証検出限界	0.1ppm		
検出試験方法	GAS CHROMATOGRAPHY METHOD		
備考	バランスガス用水素はリサーチ(99.9995)を使用 検出試験方法は JIS K 0114に準拠		

	ガス名	分析値	仕様
試験結果	Cyclohexene	151 ppm	150 ppm
	Hydrogen	Balance	

検査課 課長	総合判定	合格
武 印		

ガス分析試験成績書

2012年12月25日

No.12111003202

御注文先

高千穂化學工業株式會社
町田事業所　計測ガス工場
〒194-0004
東京都町田市鶴間1557
TEL.042-796-5501 FAX.042-795-7168

日鉄住金パイプライン＆エンジニアリング株式会社　殿

ガス名	容器番号
GAS MIXTURE	CPB 28228

試験方法	GAS CHROMATOGRAPHY METHOD

容器種類、材質	10 L (アルミ)(アルミニウム)		
充填量	2.98MPa		
充填日	2012/11/ 8		
分析日	2012/11/14		
室内温度	20℃		
貯蔵温度	0℃ ～ 35℃		
出荷条件	容器賃貸(2013/12迄)		
保証分析精度	±2%		
保証検出限界	0.1ppm		
検出試験方法	GAS CHROMATOGRAPHY METHOD		
備考	バランスガス用水素はリサーチ(99.9995)を使用 検出試験方法は　JIS K 0114に準拠		

	ガス名	分析値	仕様
試験結果	Cyclohexene	152 ppm	150 ppm
	Hydrogen	Balance	

検査課 課長	総合判定	合格
印		

3. 2ヘキシン添加水素ガス

ガス分析試験成績書

2012年12月27日

No.12111006002

御注文先

日鉄住友パイプライン＆エンジニアリング株式会社

殿

高千穂化學工業株式會社
町田事業所　計測ガス工場
〒194-0004
東京都町田市鶴間1557
TEL.042-796-5501 FAX.042-795-7168

ガス名	容器番号
GAS MIXTURE	CPB 25729

試験方法	GRAVIMETRIC BLENDING METHOD

容器種類、材質	10 L (アルミ)(アルミニウム)		
充填量	2MPa		
充填日	2012/12/ 7		
分析日	2012/12/18		
室内温度	20℃		
貯蔵温度	0℃ ～ 35℃		
出荷条件	容器賃貸(2013/12迄)		
備考	バランスガス用水素はリサーチ(99.9995)を使用 検出試験方法は　JIS K 0114に準拠		

	ガス名	分析値	仕様
試験結果	2-Hexyne Hydrogen	30.58 ppm Balance	30 ppm

検査課 課長	総合判定	合格
成瀬		

ガス分析試験成績書

2012年12月27日

No.12111006001

御注文先

日鉄住友パイプライン＆エンジニアリング株式会社

殿

高千穂化學工業株式會社
町田事業所　計測ガス工場
〒194-0004
東京都町田市鶴間1557
TEL.042-796-5501 FAX.042-795-7168

ガス名	容器番号
GAS MIXTURE	CPC 02494

試験方法	GRAVIMETRIC BLENDING METHOD

容器種類、材質	10 L (アルミ)(アルミニウム)		
充填量	2MPa		
充填日	2012/12/ 7		
分析日	2012/12/18		
室内温度	20℃		
貯蔵温度	0℃ ～ 35℃		
出荷条件	容器賃貸(2013/12迄)		
備考	バランスガス用水素はリサーチ(99.9995)を使用 検出試験方法は　JIS K 0114に準拠		

	ガス名	分析値	仕様
試験結果	2-Hexyne Hydrogen	30.12 ppm Balance	30 ppm

検査課 課長	総合判定	合格
高千穂		