

【公開版】

平成29年度
戦略的基盤技術高度化・連携支援事業
戦略的基盤技術高度化支援事業

「7000系アルミ合金製ライナーによる複合蓄圧器の
充填効率とサイクル性能の向上」

研究開発成果等報告書

平成30年5月

担当局 近畿経済産業局
補助事業者 一般財団法人 大阪科学技術センター

目 次

第1章 研究開発の概要	3
1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標	3
1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）	4
1-3 成果概要	6
1-4 当該研究開発の連絡窓口	7
第2章 本論	7
2-1 難加工性アルミ合金におけるスピニング加工条件の最適化	7
2-2 7000系アルミ合金の組成および熱処理条件の調整	10
2-3 複合蓄圧器の性能評価	12
第3章 全体総括	15
3-1 補助事業の成果	15
3-2 研究開発後の課題	15
3-3 事業化展開	15

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

(1) 研究開発の背景

燃料電池自動車に水素を供給する水素ステーション用の複合蓄圧器（水素を高圧で貯蔵する容器）において、川下製造業者から

- ① 現在の常用圧力（82MPa）では、燃料電池自動車の充填圧力70MPaに対し有効水素が12MPaしかなく充填効率が悪いので、常用圧力を上げて欲しい
- ② 現在のサイクル回数（充填回数：2.2万回）では、将来の燃料電池自動車の普及に対し不十分なため、サイクル回数を上げて欲しいとの要請がある。

しかし、現在ライナーに使用されているアルミ合金6061では、充填効率を決める引張強度、およびサイクル回数を決める疲労強度が不十分であり、加工性や耐食性に課題があるものの引張強度と疲労強度が高い7000系アルミ合金を用いた複合蓄圧器を開発する必要がある。

(2) 研究目的及び目標

上記要請を受け今後の燃料電池自動車の普及に備えるために、アルミライナー製複合蓄圧器の性能目標を、

- ① 複合蓄圧器の充填効率を2.5倍に向上可能な、常用圧力100MPa
- ② サイクル性能を4.5倍の約10万回とした。

これを満足するため、アルミライナー用材料の目標を下記のようにした。

- ③ 引張強度を現行6061材から40%向上
- ④ 耐食性は6061材と同等以上

また、高強度アルミ合金は難加工が予想されるため、

- ⑤ 複合蓄圧器のアルミライナー加工に必要なシステムを開発する。つまり、中間加熱装置（Intermediate heating）と温度モニタリング（Temperature Monitoring）を備えたスピニング加工装置（ITMシステム）を開発し、難加工材料を最適加工温度に維持し加工を実現することとした。

1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）

本事業は、図1に示す体制で研究開発を実施した。また、研究実施機関、及び研究内容に関する識者、および事業管理機関で構成する研究開発推進委員会を設置し、本事業の推進を行った。

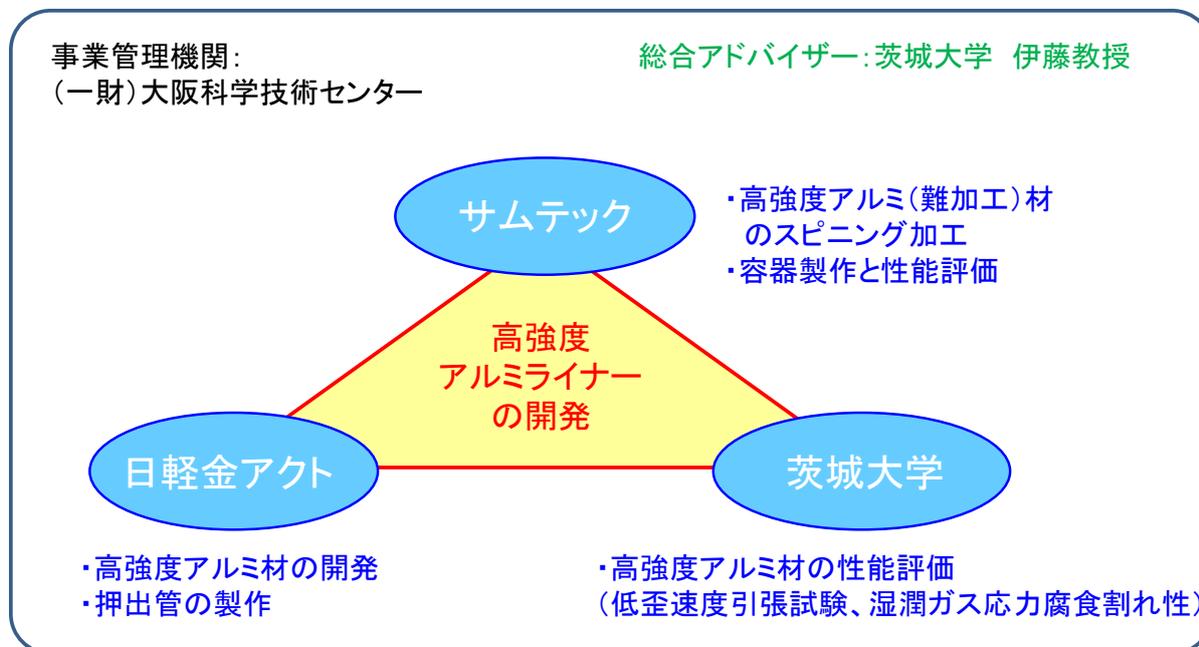


図1. 本事業の実施体制

① 事業管理機関

名称：	一般財団法人 大阪科学技術センター
代表者名及び役職名：	土井 義宏 会長
本社所在地：	〒550-0004 大阪市西区靱本町1丁目8番4号
主な事業所所在地：	〒550-0004 大阪市西区靱本町1丁目8番4号
電話番号：	06-6443-5322 (直通)
FAX番号：	06-6443-5319
担当者名及び役職名：	川口 満 技術振興部副部長

② 研究等実施機関

名称：	サムテック株式会社
代表者名及び役職名：	阪口 善樹 代表取締役社長
本社所在地：	〒582-0027 大阪府柏原市円明町1000番18
主な事業所所在地：	住 所：〒582-0027 大阪府柏原市円明町1000番18 事業所名：サムテック株式会社 本社工場
電話番号：	072-977-8851
FAX番号：	072-977-8854
担当者名及び役職名：	阪口 竜弥 常務取締役

【公開版】

名 称：	日軽金アクト株式会社
代表者名及び役職名：	安達 章 代表取締役社長
本社所在地：	〒140-0002 東京都品川区東品川2丁目2番20号
主な事業所所在地：	住 所：〒421-3297 静岡県静岡市清水区蒲原161番地 事業所名：日軽蒲原株式会社
電話番号：	03-5461-8203
FAX番号：	03-5461-8315
担当者名及び役職名：	今枝 大輔 産業機器ビジネスユニット 大阪支店

名 称：	国立大学法人 茨城大学
代表者名及び役職名：	三村 信男 学長
本社所在地：	〒310-8512 茨城県水戸市文京2-1-1
主な事業所所在地：	住 所：〒316-8512 茨城県日立市中成沢町4-12-1 事業所名：茨城大学日立事業所
電話番号：	0294-38-5038
FAX番号：	0294-38-5047
担当者名及び役職名：	車田 亮 准教授

アドバイザー

機関名又は氏名	伊藤 吾朗
所在地又は住所	〒316-8511 茨城県日立市中成沢町4-12-1 茨城大学工学部機械工学科
代表者等	三村 信男 学長
具体的な協力内容	長年アルミニウム関連の研究に関わってきた経験から7000系アルミ合金の加工性を向上させる方法や強度、耐食性を向上させる方法を材料面から助言する。

③ 研究開発推進委員会

委員長：東條千太（サムテック）

副委員長：谷津倉政仁（日軽金アクト）

委員：車田亮（茨城大学）、村井宏行（サムテック）、鈴木純三（サムテック）、
田中慎一（サムテック）、岸田卓也（サムテック）

アドバイザー：伊藤吾朗（茨城大学）

アドバイザー：阿部健（近畿経済産業局・中小機構）、川崎由紀（近畿経済産業局）、
阪口善樹（サムテック）、山崎全彦（サムテック）、藤井誠（サムテック）、
松阪直博（サムテック）、今枝大輔（日軽金アクト）、岡島勇斗（日軽蒲原）

事務局（大阪科学技術センター）：加賀城俊正、川口満、森山昌己、若野茂、長田圭子

1-3 成果概要

研究開発実施内容	目標	成果概要
【1】難加工性アルミ合金におけるスピニング加工条件の最適化	実チューブにてスピニング加工条件を決定する	1) 開発した温度監視と加熱装置を具備したITMシステムにより難加工性の高強度7000系開発候補材を最適温度域にて大径ライナー形状に安定してスピニング加工できることを確認した。 2) 加工後のアルミライナーを評価した結果、外径、壁厚とも寸法公差を満足していることを確認した。
【2】7000系アルミ合金の組成および熱処理条件の調整	強度、耐水素脆化特性、加工性を満足する実チューブを作製する	強度を満足し化学組成及び熱処理（冷却速度）が異なる6種類の高強度7000系アルミニウム合金について、湿潤ガス応力腐食割れ試験を実施し、材料の水素脆化耐性を評価した。その結果、2種類の高強度7000系アルミニウム合金材が耐水素脆化特性に優れていることが明らかとなった。上記組成材にて実物大の大径チューブを製作し、製作可能であることを確認した。
【3】複合蓄圧器の性能評価	実チューブで作製した大型容器で性能を評価する	上記7000系開発候補材をライナーとする大型複合蓄圧器を作製し、破裂圧力およびサイクル性能が目標を満足していることを確認した。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

サムテック株式会社 高圧ガス容器部技術課

〒582-0027 大阪府柏原市円明町1000番18

Tel : 072-977-8801

Fax : 072-977-8802

E-mail : vessel@samtech.co.jp

HP : <http://www.samtech.co.jp/>

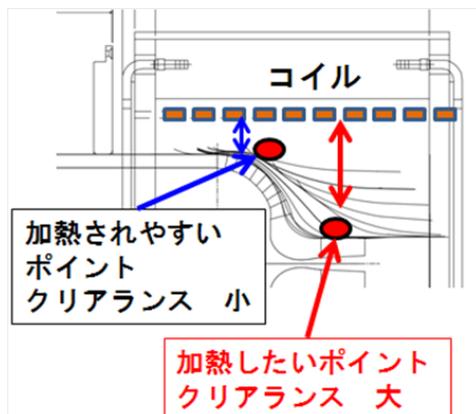
第2章 本論

2-1 難加工性アルミ合金におけるスピニング加工条件の最適化

(1) I T Mシステムの構築 ～大径チューブ用インダクションヒーターの開発～

本案件で使用する7000系アルミ合金は、加工可能な温度範囲が狭い上に、材質も硬い難加工材料である。よって、狭い加工温度範囲を維持して加工可能にする高精度な温度監視と加熱装置が必要である。そこで、加工可能な下限温度近くになった時に、加工中のライナーを再加熱する「中間加熱装置」と、加工可能な温度範囲内に制御するための「温度監視システム」を備えたスピニング加工装置（I T Mシステム）を開発する。

インダクションヒーターは、加熱対象とコイルのクリアランスが近いほど、加熱しやすく、コイルとのクリアランスが大きくなるほど、加熱しにくい。図2にコイルと加熱対象のクリアランスの関係を示す。



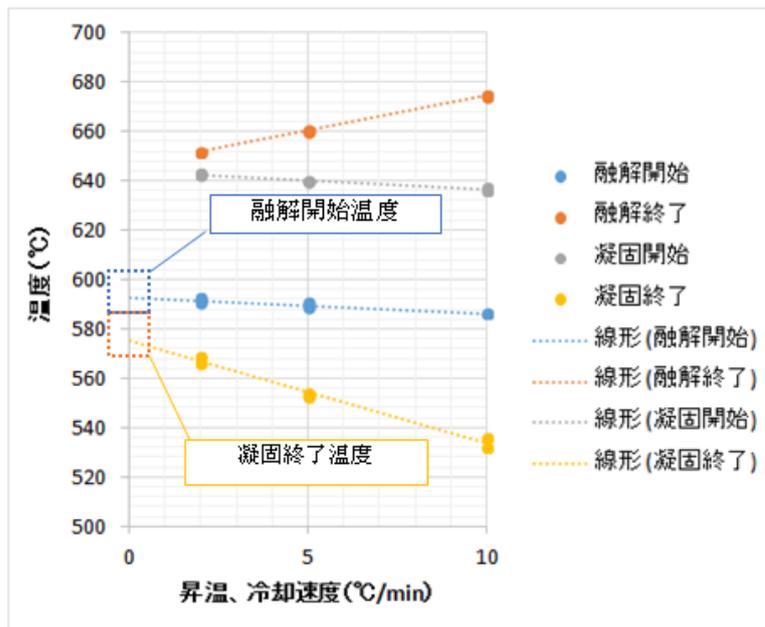
本研究では、スピニング加工中に刻々と形状が変化する加熱対象を温度ムラなく加熱するために、スピニング加工パスとコイル形状を検討し、コイルと加熱対象のクリアランスが一定になるように加工部の形状傾きとコイル傾きを同じ角度のテーパーとした。

図2. コイルと加熱対象の関係図

その結果、初期加熱と中間加熱のコイルを一連のスピニング加工で使用できるようになり、加工可能な狭い温度範囲内でスピニング加工を行うI T Mシステムを完成した。

(2) スピニング加工条件の調整

7000系開発材の加工上限温度が6061材(従来材)よりどの程度低下するかを把握するために、示差熱分析装置(DSC)を用いて融解開始温度と凝固終了温度を測定する。6061材(従来材)と7000系開発材の温度差をスピニング初期加熱温度に反映させて加工をスタートさせる。その後、後述のスピニング加工部評価結果をフィードバックし、加工条件を微調整する。



示差熱分析装置(DSC)を用いて融解開始点と凝固終了点を測定した。図3のように昇温、降温速度と融点開始点、凝固終了点の関係を求め、近似式より昇温、降温速度がゼロの時の温度を算出し、融解開始温度および凝固終了温度とした。

図3. 昇温、降温速度と融点開始点、凝固終了点

融解開始温度に対して低く算出された凝固終了温度で比較すると、開発材は従来材に対して10°C~20°C低いことが確認できた。この温度差をスピニング加工の上限温度に反映し、大径チューブの加工トライを実施する。

(3) スピニング加工部評価

スピニング加工評価で最も重要な項目は、しぼり率と壁厚の増加具合(壁厚増加比)の関係を把握することで、しぼり率とは加工前後の外径の比、壁厚増加比は加工前後の壁厚の比である〔図4参照〕。

【公開版】

この指標により、7000系開発材が6061材(従来材)と同等以上の加工ができていることを確認する。また、各寸法が図面公差内に入っていることも確認する。

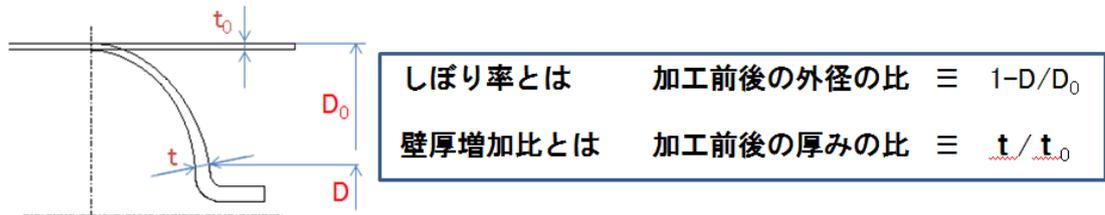


図4. しぼり率と壁厚増加比の定義

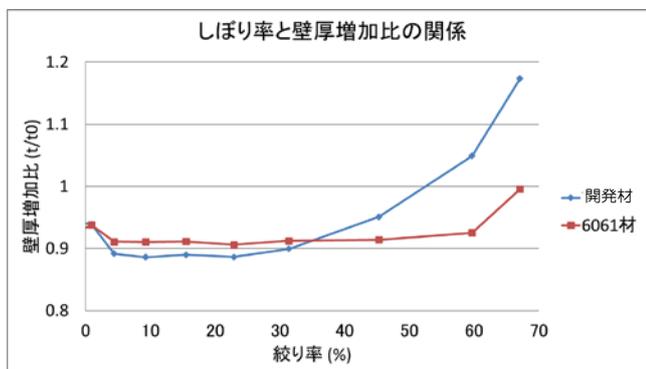


図5. しぼり率と壁厚増加比の関係

(2)の加工条件にてスピニング加工をした。加工後のライナーの壁厚を評価した結果、6061材よりも壁厚が厚くなっていることを確認した〔図5参照〕。

項目	SAM仕様		SAM実力値ave N=7	判定
	寸法	公差		
① ドーム外径	φ350	±2.0	φ349.71	○
② ボート外径	φ70	±1.5	φ69.72	○
③ ドーム2番壁厚	18.6MIN	***	18.96	○
④ ドーム3番壁厚	17.7MIN	***	18.37	○
⑤ ネック部壁厚	23.0MIN	***	23.61	○
⑥ ボート部壁厚 ネック付側	19.0MIN	***	22.97	○
⑦ ボート部壁厚 口金端面側	17.5MIN	***	19.28	○
⑧ ドーム輪郭度	輪郭度2.5		OK	○

図6. ライナー寸法測定結果

また、各部の寸法も設計公差を満足することを確認した〔図6参照〕。

以上より、7000系開発材が6061材(従来材)と同等以上の加工ができていることを確認した。

(4) スピニング加工条件の管理値の決定

アルミ合金の加工可能温度範囲は絞り率と加工品質から決定される。開発材の加工可能温度範囲は従来材の6061材より狭いが、実際のスピニング加工により可能温度範囲を明確にし、加工時の温度管理範囲を決定する。このことは、量産において安定した

品質を得る上で重要となる。

大径のアルミチューブを用いて、スピニングプログラムを一定にし、初期加熱温度を変えてスピニング加工を実施し、加工後の形状、寸法、品質（加工部組織、欠陥）の評価を行った。

その結果、加工温度の上限は材料の融点測定結果の温度よりも低い温度で加工を行うことでオーバーヒートすることなく成形が可能、また形状、壁厚を満足することも確認した。さらに、ワーク温度が加工温度下限以下になった場合には、本事業で取り入れたITM システムによる中間加熱を実施し、再度ワークを加工温度範囲に加熱してから加工することで、安定な品質が得られることも確認した。

2-2 7000系アルミ合金の組成および熱処理条件の調整

(1) 高強度化に対する組成および熱処理条件の調整

アルミ合金製ライナーの目標値である高強度と高耐食性を達成するために、合金組成を設計し、アルミ合金製ライナーの素材製造技術の確立に向けて、①大径中空ビレットの casting 技術、②大径押出材の製造技術、③大径中空押出材で目標特性を得るための熱処理技術を検討した。

① 大径中空ビレット casting 技術

大径中空ビレットの casting 性を調査した。合金は Mg、Zn の高濃度化に伴い、 casting 難度が高まることが確認された。また、実機評価において、Mg、Zn の濃度別の中空ビレット casting 可否を把握した。

② 大径押出材の製造技術

高強度7000系合金は流動応力が上昇し、押出加工の難度が高まるため、押出条件の設定に際して、流動応力を数値化した。その流動応力および固相線温度から押出条件が設定可能であると判断し、押出加工を実施した。

【公開版】



アルミ合金製ライナー用素材として、大径中空押出材を実機押出機で押出成形した。図7に示すように外観および内面品質に問題なく大径中空押出成形が可能であることを確認した。また、得られた押出材の外径および肉厚寸法はJIS H 4080 特殊級を満たすものであった。

図7. 7000系大径押出管の外観

③ 大径中空押出材の熱処理技術

合金の組成範囲の下限值および上限値における押出 T6 調質材の冷却速度と引張強さの関係を調査し、冷却速度を所定値以上にすることで、目標の引張強さ435MPa 以上を満足することを確認した。

(2) 長期負荷割れ耐性、水素脆化耐性に対する組成および熱処理条件の調整

高強度 7000 系アルミニウム合金候補材料に対して、湿潤ガス応力腐食割れ試験 (HG-SCC ; HPIS E 103(2018)) を実施した。

表1に開発A材の熱処理条件と機械的特性を示す。

候補材の1つであるA材は、HG-SCC 長さが合格 (0.16 mm以下) であった (図8、表2参照)。これは、冷却速度を最適化することにより、強度、耐食性及び耐水素脆化特性を満足できたためであった。よって、A材は、耐水素脆化特性に優れていることが明らかとなった。

表1. 開発A材の熱処理条件と機械的特性

供試試料	引張強さ (MPa) LT 方向	0.2%耐力 (MPa) LT 方向	破断伸び (%)
A1	466	418	18.6
A2	439	384	22.2

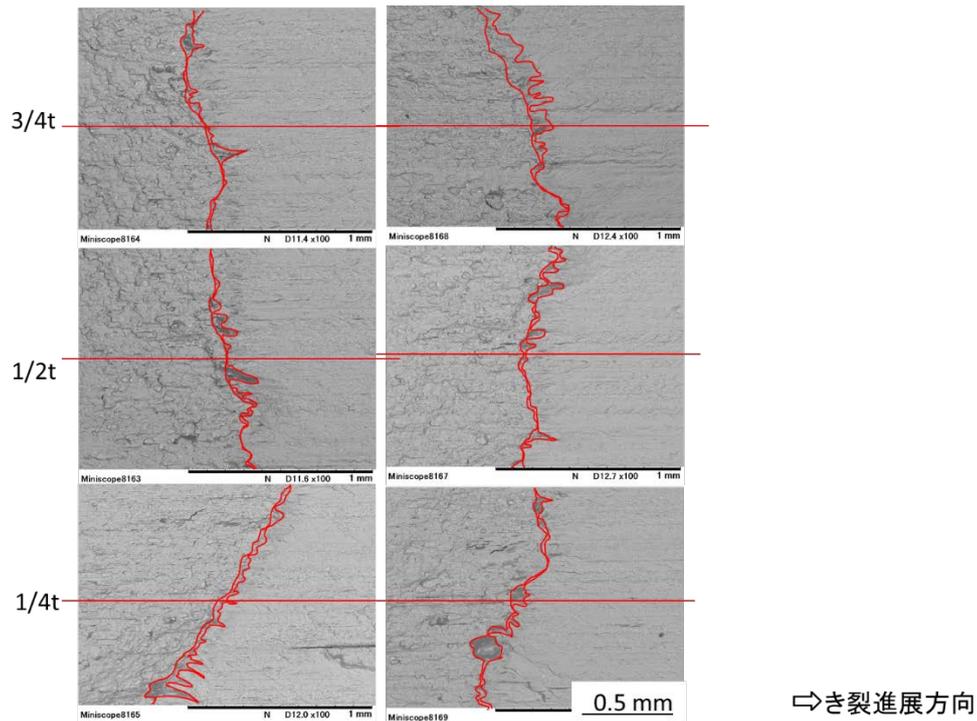


図8. A材の試験片厚さ25%、50%、75%の位置でのHG-SCC長さ Δa

表2. 破面上のHG-SCC長さの平均 Δa

供試材料	HG-SCC 平均 Δa (mm)	合否判定
A1	0.030	○
A2	0.055	○

以上の結果から、水素貯蔵用の複合蓄圧器のライナー材料として、化学組成や熱処理条件を変化させて、強度、耐食性及び耐水素脆化特性を満足する高強度7000系アルミニウム合金材料を導き出すことができた。

2-3 複合蓄圧器の性能評価

(1) 破裂試験

開発A材を用いた複合蓄圧器の適用性評価として、大径アルミライナーを用いて保証寿命10万回を満足する実寸外径の蓄圧器を製作し、破裂試験によりCFRP部の強度が設計通りであるかの確認を行った。図9に製作した蓄圧器、表3に蓄圧器仕様を示す。



図9. 製作した開発A材を用いた TYPE3 複合蓄圧器

表3. 蓄圧器仕様

全長 [1955±8]	1956mm
外径 [441.4±5]	442.5mm
重量 [226±20]	230.1kg

開発A材を用いた複合蓄圧器の破裂試験を実施した。試験条件を表4に、破裂試験後の蓄圧器を図10に、試験結果を表5に示す。

試験の結果、破裂圧力は307.8MPa（シリンダー部破壊）で、保証破裂圧が223MPa 以上であり、狙い破裂圧 280 ± 42 MPa の範囲内となり、要求破裂性能を満足することを確認した。

表4. 試験条件

使用装置	水加圧試験設備 (株)スギノマシン
加圧媒体	水道水
加圧速度	0.35MPa/s 以下



図10. 破裂試験後の容器

表5. 試験結果

破裂圧力	307.8MPa>保証破裂圧 223MPa
破裂位置	シリンダー部

(2) サイクル試験

開発A材を用いた複合蓄圧器の適用性評価として、大径アルミライナーを用いて保証寿命10万回を満足する実寸外径の蓄圧器を製作し、蓄圧器のサイクル試験を行い、設計通りの疲労性能を有するかを確認した。試験容器寸法を表6、試験容器外観を図11に、試験条件を表7に示す。

表6. 容器寸法

全長 [1955±8]	1957mm
外径 [443.2±5]	444.0mm
重量 [241±20]	243kg

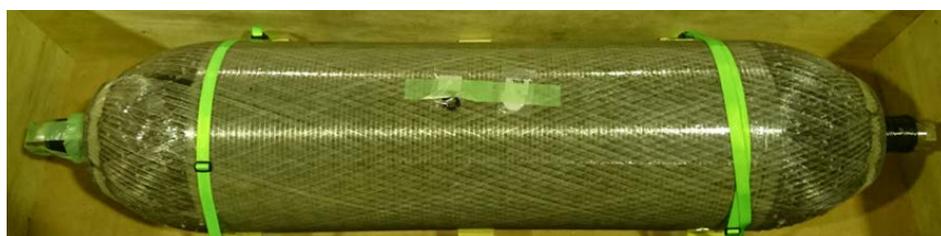


図11. サイクル試験用蓄圧器

表7. 試験条件

加圧媒体	50%エチレングリコール水溶液 (イオン交換水により希釈)
試験圧力	39.6MPa 以下⇔99MPa 以上
サイクル速度	10回以下/分

試験の結果、目標サイクル回数10万回以上を達成し、要求サイクル性能を満足することを確認した。

第3章 全体総括

3-1 補助事業の成果

3年間を振り返ると、ITMシステムの構築と最適組成の見極め（平成27年度）→小型容器の製作と性能確認（平成28年度）→大型容器の製作と性能確認（平成29年度）と効率良くステップアップでき、最終目標である大型複合蓄圧器での充填効率とサイクル性能の向上に結びつけることができた。第1章1-1の研究開発の目標を達成することができた。詳細は第2章参照。

3-2 研究開発後の課題

サポイン事業終了後、実際に事業化するまでに、量産技術開発を推進する必要がある。また7000系アルミ合金製複合蓄圧器の認可を取得する必要もある。

前者においては、7000系アルミ合金製ライナーの量産熱処理技術の開発が極めて重要である。平成30年度の戦略的基盤技術高度化支援事業（サポイン）に応募し、2021年に上市できるよう開発を推進していく。

後者においては、認可を取得するために7000系アルミ合金の妥当性を証明する必要がある。そのための実証試験や性能試験などで数年かかるものと考えている。この期間においても、更なる研究開発が必要であり、その開発費の捻出が課題で国プロの活用及び自己資金の投入を検討している。

3-3 事業化展開

事業化の目標は、2020年開催の東京オリンピック後の燃料電池自動車普及時に本研究開発の複合蓄圧器を上市すべく2023年とする。

水素・燃料電池戦略ロードマップにおける、2030年までの水素ステーションおよびFCVの普及目標を下記に示す。

2020年 水素ステーション：160箇所、FCV：40,000台

2025年 水素ステーション：320箇所、FCV：200,000台

2030年 水素ステーション：700箇所、FCV：800,000台

売上の目標は、水素ステーション用蓄圧器のシェア6～7割を前提として、2025年に30～35億円とする（移動体を除く）。