

平成 29 年度石油精製等に係る保安対策調査等事業
「高圧ガス容器の再検査に関する調査研究」報告書

平成 30 年 3 月 23 日

一般社団法人 日本非破壊検査協会

序文

この文書は、一般社団法人日本非破壊検査協会が平成 29 年 5 月 30 日付で経済産業省商務流通保安グループ高圧ガス保安室から受託した平成 29 年度石油精製等に係る保安対策調査等事業「高圧ガス容器の再検査に関する調査研究」(調査研究期間:平成 29 年 5 月 30 日～平成 30 年 3 月 23 日)の報告書である。

1. はじめに

1.1 背景と経緯

半導体製造に用いられる超高純度ガス容器は、高圧ガス保安法において一般継目なし容器に分類され、外観検査や耐圧試験等からなる容器再検査を 5 年毎に実施することが定められている。しかし、高圧ガス保安法に規定された容器再検査方法では、耐圧試験（水を用いた膨張測定試験）等を実施することによって容器内部の清浄度が著しく低下するため、再使用にあたっては容器内部の洗浄等が必要となり、金銭的にも時間的にも多大なコストを要する等の課題がある。

一方、米国をはじめとする諸外国では、耐圧試験に代えて非破壊試験を採用することによって容器内部の清浄度の低下を防止し、容器再検査後の容器内部の洗浄等を不要として、コストを大幅に低減している場合がある。そこで、日本の半導体産業の産業競争力を強化するために、耐圧試験に代えて非破壊試験を採用することが期待されている。

以上の背景の下で、半導体製造に用いる超高純度ガス容器の再検査に要するコストの低減を目的として、産業競争力強化法に基づく企業実証特例制度を利用した特例措置が平成 26 年 4 月に創設された。次いで、この特例措置を適用して、株式会社東芝、カンサン株式会社、エーテック株式会社及び日本フィジカルアコースティクス株式会社（以下、「実証事業者」という。）による新事業活動計画「半導体製造に用いるガス容器の先進的検査手法の導入」が平成 26 年 5 月に認定され、約 2 年間の実証事業を経て、平成 28 年 5 月に結果が報告された[\[文献 1\]](#)。この報告書では、半導体製造用ガス容器を中・小型容器と大型容器に分類し、それぞれについて次の非破壊検査を適用する方法が実証されている。

- ・ 中・小型容器に対する非破壊検査

超音波自動探傷装置を用いて、超音波探傷試験を適用する。

- ・ 大型容器に対する非破壊検査

アコースティックエミッション（AE）試験を適用し、一定基準を超える AE 信号が検出された箇所に対して超音波探傷試験を適用する。

企業実証特例制度では、特例措置の創設と活用に引き続いて、特例措置の一般化や全国展開が目的とされている。このことに鑑み、一般社団法人日本非破壊検査協会では、平成 28 年度石油精製業保安対策事業「高圧ガス容器の再検査に関する調査研究」を受託し、上記実証試験結果を踏まえて高圧ガス保安法の容器再検査において非破壊検査を導入することが適当であるかの検討を行い、平成 29 年 3 月に結果を報告した[\[文献 2\]](#)。その主要な結論は、次のとおりである。

(1) 容器及び充填ガス

実証事業では適用範囲の容器及び充填ガスの種類が限定されており、容器再検査への非破壊試験の適用は国内で初めての試みであるので、一般化に当たって安全性を十分に確保するために、適用範囲は実証事業において対象としている容器及び充填ガスに限定する。また、腐食性ガスを充填する場合には容器の内面研磨、水素を充填する場合にはき裂進展速度のデータに基づく充填回数の制限を要件とする。

(2) 中・小型容器の再検査

実証事業における中・小型容器の再検査に適用する非破壊試験（超音波探傷試験）の方法は、容器及び充填ガスについて十分に慎重で安全側の要件を規定してあれば、十分に安全かつ合理的であり、今後直ちに規格の制定に着手することが可能である。

(3) 大型容器の再検査

実証事業における大型容器の再検査に適用する非破壊試験のうち超音波探傷試験の方法

は、中・小型容器の場合と同様に十分に安全かつ合理的であると判断できる。しかしながら、AE 試験については、理論的・技術的な観点からの懸念事項が十分に解消されなければ、直ちに適用可能とすることは難しい。

一般社団法人日本非破壊検査協会では、上記の実証事業及び平成 28 年度調査研究の結果を踏まえ、引続き高圧ガス保安法の容器再検査において非破壊検査を導入することが適当であるかの検討と提言を行うことを目的として、平成 29 年 5 月 30 日に平成 29 年度石油精製等に係る保安対策調査等事業「高圧ガス容器の再検査に関する調査研究」を受託した。

1.2 目的及び方針

平成 29 年度石油精製等に係る保安対策調査等事業「高圧ガス容器の再検査に関する調査研究」では、前述の実証事業及び平成 28 年度調査研究の結果を踏まえ、特例措置の一般化のための検討及び提言を行うために次の 3 項目を具体的な目標とし、それらを達成するために 3 つの委員会を設置して活動する方針とした。

(1) 中・小型容器の容器再検査方法の検討

平成 28 年度調査研究の検討結果を踏まえ、非破壊検査による中・小型容器の容器再検査方法の規格の制定を検討する。そのために「高圧ガス容器の再検査方法規格(中・小型容器)原案作成委員会」を設置し、日本非破壊検査協会規格(NDIS)の原案作成を行う。ただし、特例措置の一般化の動向に鑑みて、平成 29 年 11 月末までに規格を制定する。

なお、規格の制定にあたっては、日本非破壊検査協会の標準化に関する諸規則に従うこととし、原案作成委員会で作成された規格原案は、上部委員会である標準化委員会で審議され、さらに理事会に報告される。

(2) 大型容器の容器再検査方法の検討

非破壊検査による大型容器の容器再検査方法について、平成 28 年度調査研究にて提言された AE 試験に関する課題について検討する。そのために「大型容器の容器再検査方法(AE 法)の検討委員会」を設置し、AE 試験に関する現状把握と課題整理を行う。

(3) 水素の影響を踏まえた容器再検査方法の検討

平成 28 年度調査研究にて提言された課題である水素が容器に及ぼす影響等について検討する。そのために「水素の影響を踏まえた容器再検査方法の検討委員会」を設置し、水素の充填回数に伴うき裂進展挙動を理論的に調査して、容器の安全性を検討する。

1.3 報告書の構成

この報告書は、「1.2 目的及び方針」に掲げた 3 つの目的別に取りまとめている。すなわち、第 2 章では「中・小型容器の容器再検査方法の検討」、第 3 章では「大型容器の容器再検査方法の検討」、第 4 章では「水素の影響を踏まえた容器再検査方法の検討」について記載している。

2. 中・小型容器の容器再検査方法の検討

2.1 委員構成

「高圧ガス容器の再検査方法規格(中・小型容器)原案作成委員会」の委員等の構成を次に示す。

	氏名	所属
委員長	井上 裕嗣	東京工業大学
幹事	三原 毅	東北大学
委員(50 音順)	石坂 英一	カンサン株式会社
	伊藤 知佳子	一般社団法人全国ガス容器検査協会
	高野 俊夫	JFE コンテナ株式会社
	田中 秀秋	元 日鋼検査サービス株式会社
	徳富 栄一郎	一般社団法人日本産業・医療ガス協会
	成宮 俊則	高圧ガス保安協会
	浜田 敏郎	東芝メモリ株式会社
	原野 俊彦	ソニーセミコンダクタマニュファクチャリング株式会社
	牧原 善次	一般財団法人発電設備技術検査協会
	吉川 暢宏	東京大学
オブザーバ(50 音順)	近藤 充	経済産業省
	杉本 綾美	経済産業省
	鈴木 良和	一般社団法人全国ガス容器検査協会
	瀬川 雅也	経済産業省
	武部 芳弘	経済産業省
	中西 拓也	経済産業省(平成 29 年 6 月まで)
	林 直希	経済産業省
	原 智明	経済産業省(平成 29 年 7 月から)
	三牧 義也	経済産業省
	村尾 梢	経済産業省
	山田 真由葉	経済産業省
事務局(50 音順)	小林 弘明	一般社団法人日本非破壊検査協会
	畠山 賢	一般社団法人日本非破壊検査協会
	峯岸 秀治	一般社団法人日本非破壊検査協会
	山口 光輝	一般社団法人日本非破壊検査協会

2.2 開催実績

「高圧ガス容器の再検査方法規格(中・小型容器)原案作成委員会」の開催実績を次に示す。

	日程	会場
第 1 回	平成 29 年 6 月 2 日	一般社団法人日本非破壊検査協会
第 2 回	平成 29 年 6 月 30 日	一般社団法人日本非破壊検査協会
第 3 回	平成 29 年 7 月 21 日	一般社団法人日本非破壊検査協会
第 4 回	平成 29 年 8 月 25 日	一般社団法人日本非破壊検査協会
第 5 回	平成 29 年 10 月 24 日	一般社団法人日本非破壊検査協会
第 6 回	平成 29 年 11 月 24 日	一般社団法人日本非破壊検査協会
第 7 回	平成 30 年 3 月 9 日	一般社団法人日本非破壊検査協会

また、この委員会の開催準備等のために実施したワーキンググループ等の開催実績を次に示す。

	日程	会場
第 1 回	平成 29 年 8 月 16 日	一般社団法人日本非破壊検査協会
第 2 回	平成 29 年 8 月 22 日	経済産業省
第 3 回	平成 29 年 9 月 1 日	一般社団法人日本非破壊検査協会
第 4 回	平成 29 年 9 月 5 日	経済産業省
第 5 回	平成 29 年 11 月 9 日	一般社団法人日本非破壊検査協会

さらに、規格原案に関する審議が行われた標準化委員会の開催実績を次に示す。

日程	会場
平成 29 年 9 月 12 日	一般社団法人日本非破壊検査協会
平成 29 年 11 月 28 日	一般社団法人日本非破壊検査協会

2.3 原案作成における主要な検討項目

この委員会の目標である規格制定については、既に平成 29 年 11 月 28 日の日本非破壊検査協会標準化委員会において最終原案が承認され、日本非破壊検査協会規格「NDIS 2430:2017 半導体製造用高圧ガス容器の超音波探傷検査による再検査方法」として制定・発刊されている。よって、規格の詳細については、発刊された規格及びその解説を参照されたい[文献 3]。

この報告書では NDIS 2430 の原案作成に際して、特に議論となった点を列挙する。

(1) 規格の適用範囲

- ・ 特例措置の早期の一般化が要望されていることに配慮し、この委員会の実質的な発足に備えて標準化委員会に原案作成を提案した平成 29 年 2 月 3 日の時点では、半導体製造用高圧ガス容器の再検査のための超音波探傷検査方法のみを規定する予定であった。しかし、超音波探傷検査は再検査の中の 1 項目であって、その他の項目である書類検査、外観検査及び附属品検査等についても通常の再検査とは異なる部分が生じることから、再検査全体を規定することとした。
- ・ 規格名称における“半導体製造用”が示す範囲は明確でなく、ひいてはこの規格の適用範囲が不明確になる可能性が議論された。狭義には集積回路の製造を意味すると考えられるが、

類似の製造工程はフラットパネルディスプレイや太陽電池を初めとして極めて多くの製品にも適用されるためである。しかしながら、この規格はあくまでも検査方法を規定するものであること、またこの規格の適用に際しては高圧ガス保安法及び関連法令等の規定に従うことが必須であることから、“半導体製造用”が示す範囲については法令に委ねることとした。

(2) 適用対象の容器

- ・規格原案作成の提案の時点では、実証事業及び平成 28 年度調査研究に従って、中・小型容器を想定していた。しかし、規格の検討過程において、この規格に従った再検査を行う上で、特に小さな容器でない限り、容器の大きさは問題にならないとの結論に至った。そこで、容器の内容積は、2 L 以上と規定し、上限は設けないこととした。
- ・半導体製造に用いられる超高純度ガス容器は、法令上は一般継目なし容器としての性能を有していればよい。しかし、実態としては、実証事業及び平成 28 年度調査研究において明らかにされているように、内面が鏡面状に仕上げられていること、使用条件が高度に管理されていること、容器の所有者と使用者(ガス供給事業者、運搬事業者、ガス使用者)において慎重な取扱いがなされることなどの観点から特別な容器である。そのため、この規格による再検査の対象とする容器について、過剰に限定的とならないように配慮つつ、可能な限り詳細に規定した。

(3) 容器に充填するガス

- ・充填するガスの種類、圧力、露点等によっては、容器の強度や耐久性などの面で懸念があることは十分に知られている。一方で、超音波探傷検査による容器再検査は、少なくとも国内では新しい取り組みである。そこで、特に慎重を期すために、容器に充填するガスの種類については、実証事業の報告書に記載されているガス(ただし、これらのガスと不活性ガスとの混合ガスは追加した。)に限定することとした。それでもなお、特に水素及び水素混合ガスについては、既に長年にわたる使用実績はあるものの、平成 28 年度調査研究における提言を考慮して、安全性がさらに詳細に検証されるまでは除外することとした。

(4) 容器及び附属品の再検査の手順

- ・容器の塗装は、再検査における外面検査や超音波探傷検査の内容や手順に様々な影響を及ぼす。一時は再検査の前に塗装を一旦除去することを要件とすることも検討されたが、これは本来の目的である再検査のコスト低減とは矛盾する。そこで、上記(2)項で説明したように特別な容器であることを前提として、一定条件を満たせば塗膜は除去しないこととした。
- ・通常の容器再検査では、容器から附属品を取り外す。しかし、附属品を取り外すことは、水を用いた膨張測定試験ほどではないものの容器内部の清浄度を低下させることから、この規格の本来の目的を損なう。そこで、平成 28 年度調査研究において提案された考え方を採用して、この規格に基づく最初の再検査では附属品を装置したままでよいとし、その次の再検査では必ず附属品を取り外すこととした。
- ・前項のように附属品を装置したままの場合と取外す場合があること、また条件によっては塗膜を除去する場合もあることから、容器の再検査と附属品の再検査の順序は規定せず、作業の安全性などに十分配慮して、適切な順序で実施することとした。

(5) 書類検査

- ・上記(2)項で述べたとおり、この規格では様々な観点から特別な容器を対象としているため、再検査においてはそのことを確認するための書類検査を規定した。

(6) 超音波探傷検査

- ・超音波探傷検査の方法は、自動探傷装置を使用する方法と、手動で探傷を行う方法の二つ

を規定したが、事実上は自動探傷装置を使用する方法が多く適用されることを想定している。

- ・ 容器の肩部と底部は、胴部に比べて肉厚が大きく半径が小さいために作用する応力が低いこと、また上記(2)項のような特別な容器を前提としていることから、超音波探傷検査は胴部のみを対象とすることとした。
- ・ 超音波探傷検査の判定基準は、容器則細目告示はもとより国内外の類似の規格等における規定を参考にして定めた。すなわち、基本的には、容器肉厚の 6 %又は 0.5 mm のいずれか大きい方の瑕に相当する検出レベルを超える瑕エコーが検出された場合、また最小設計肉厚の 5 %を超える減肉が認められた場合は異常ありとした。ただし、詳細な判定基準は、規格の規定のとおりである。また、これらの検出レベルを調整するための対比試験片については、附属書 B に規定した。

(7) 附属品の再検査

- ・ 附属品を取外す場合は通常の附属品再検査の方法に従えばよいが、附属品を装置したままの場合については、詳細に規定した。特に、通常の容器再検査の 1 項目である容器バルブ取付け部ねじの外観検査については、附属品を装置したままの場合は、ねじの気密性を試験することで十分であるとした。

(8) 容器及び附属品の刻印

- ・ 特に附属品を装置したまま附属品再検査を行った場合について、附属品の刻印の方法が議論となったが、具体的な刻印の方法は法令に委ねることとした。

2.4 規格制定後の状況

前述のとおり、NDIS 2430 は平成 29 年 11 月 28 日付で制定された。これを受けて、経済産業省産業保安グループ高圧ガス保安室においてさらに検討が進められ、

- ・ 容器保安規則等の一部を改正する省令等について(案件番号:595118006, 意見受付期間:平成 30 年 2 月 9 日～3 月 10 日)
- ・ 高圧ガス保安法及び関係政省令等の運用及び解釈について(内規)の一部を改正する規程等について(案件番号:595218005, 意見受付期間:平成 30 年 2 月 21 日～3 月 22 日)

の意見募集が行われた。これらの改正案では、容器及び附属品の再検査について NDIS 2430 が引用されており、上記「2.3 原案作成における主要な検討項目」に示した課題、すなわち

- ・ 半導体製造用継目なし容器の規定
- ・ 半導体製造用継目なし容器等の再検査合格時の刻印等

が明確にされている。

2.5 結論

「高圧ガス容器の再検査方法規格(中・小型容器)原案作成委員会」の結論は NDIS 2430:2017 そのものであるが、今後近い時期に省令等が改正されて特例措置の一般化が実現されることが大いに期待される。

なお、この委員会及び関係各位の活動によって特例措置の一般化の枠組みは成立するものの、今後は運用上の課題を順次解決することが望まれるとともに、さらに検討と実績を積むことによって NDIS 2430 の見直しも必要となると考えられる。

3. 大型容器の容器再検査方法の検討

3.1 委員構成

「大型容器の容器再検査方法(AE 法)の検討委員会」の委員等の構成を次に示す。

	氏名	所属
委員長	長 秀雄	青山学院大学
委員 (50 音順)	伊藤 吉樹	岩谷産業株式会社
	井上 裕嗣	東京工業大学
	中村 英之	株式会社 IHI 検査計測
	浜田 敏郎	東芝メモリ株式会社
事務局 (50 音順)	湯山 茂徳	日本フィジカルアコースティクス株式会社
	小林 弘明	一般社団法人日本非破壊検査協会
	畠山 賢	一般社団法人日本非破壊検査協会
	峯岸 秀治	一般社団法人日本非破壊検査協会
	山口 光輝	一般社団法人日本非破壊検査協会

3.2 開催実績

「大型容器の容器再検査方法(AE 法)の検討委員会」の開催実績を次に示す。

	日程	会場
第 1 回	平成 30 年 3 月 2 日	一般社団法人日本非破壊検査協会
第 2 回	平成 30 年 3 月 9 日	一般社団法人日本非破壊検査協会

3.3 目的及び方針

「大型容器の容器再検査方法(AE 法)の検討委員会」は、非破壊検査による大型容器の容器再検査方法について、平成 28 年度調査研究にて提言された課題、特に AE 試験に関する課題について検討することを目的とした。ただし、この委員会であらためて実証試験等を実施することは期間面からも予算面からも不可能であるため、実証事業及び平成 28 年度調査研究の結果を踏まえつつ、AE 試験の課題に対する現状把握及び課題整理を行うこととした。

なお、平成 28 年度調査研究では、AE 試験について、次の課題が指摘されていた。

(1) AE 音源

AE 試験において検出の対象としている AE の音源についてさらなる検討が望まれる。

(2) 瑕の検出と位置標定

き裂面の擦れによる AE を確実に検出・位置標定できるか否かは現時点では必ずしも明確ではなく、判断基準(AE 振幅閾値及び AE イベント数)の根拠を明確にすることが望まれる。

(3) 結束バンドの影響

結束バンドがある場合とない場合の両方の実験を行って検証することが望まれる。また、持続時間の閾値は実績に基づく結果であるものの、技術的な根拠は必ずしも明確ではないため、今後のさらなる検討が望まれる。さらに、ノイズと有意信号との分別を可能とすること、又は両者の重畳があっても有意信号の見逃しが起きないことを実証することが望まれる。

3.4 現状把握

平成 28 年 5 月の実証事業の結果報告の後、実証事業者において引き続き技術的検討や実証試験が行われて実績が積み重ねられるとともに、特別認可に向けた取り組みも行われていることを確認した。以下では、これらのそれぞれについて現状の調査結果を示す。

なお、これらはいずれも結束バンドのないネックマウント方式の ISO 規格の大型容器(トレーラー等)を対象とするものであるため、平成 28 年度調査研究で指摘された課題(上記「3.3 目的及び方針」参照)のうち「(3) 結束バンドの影響」は考慮する必要がない。

3.4.1 ISO 規格容器に対する実証試験

実証事業の報告書では、経済産業省令第二十四号第三条に定める規制の特例措置の適用を受けて、先進的検査方法により実際に容器再検査を実施し、合格した容器に対しては安全・保安の上から問題なく充填・使用が運用できることが確認されている。すなわち、特例措置の適用を受けて先進的検査方法による再検査に合格した容器へのガス充填、消費工場への輸送および保管、半導体プロセスでのガスの消費、ガス会社への容器返却という運用を繰り返し実施し、その過程において安全・保安上の問題が発生しないことが確認されている。

これに加えて、平成 28 年度末に 8 本組の ISO 規格の大型容器(三フッ化窒素, 1 台, 番号 IICU201501-7)に対しても実証試験が行なわれ、AE 法を利用した容器再検査によって合格となった。その後、随時運用を開始して充填と消費のサイクルが繰り返されているが、運用上の異常は見られず、安全・保安の上から問題なく充填・使用されている。今後、AE 法による容器再検査で合格となった 8 本組 ISO 規格の大型容器の運用上の異常の確認も、次回の容器再検査の期限まで続けられる予定となっている。

3.4.2 容器再検査の特別認可に向けた取り組み

実証事業者は、平成 28 年度調査研究で示された提言を踏まえて、経済産業大臣へ特別認可の申請を行っている。この申請が認可された場合、認定を受けた者に限られるものの、AE 法を利用した容器再検査の実施が可能となる。すなわち、我が国において AE 法を用いた容器再検査のデータ収集が行われ、今後も取得データが蓄積されるため、これらの実績を積み重ねたデータを活用した検討が進むことが期待できる。

3.5 課題整理

平成 28 年度調査研究で指摘された課題(上記「3.3 目的及び方針」参照)のそれぞれについて現状を調査し、あらためて課題を整理した。その結果を次に示す。

3.5.1 AE 音源

平成 28 年度調査研究では、AE 試験における音源はき裂面の擦れである可能性が指摘されている。その場合、AE 試験ではき裂の有無のみが評価対象となる上、き裂面の擦れによる AE の特徴(振幅や周波数など)はき裂面の形状やき裂の開閉口量によって依存すると予想されると指摘されており、そのため検出対象になる AE の音源について検討が望まれるとしている。

調査の結果、平成 28 年度調査研究の報告書提出以降において、学会等においてき裂面の擦れによる AE の特徴に関する報告などが見当たらないことから、対象となる AE の音源については引き続き検討する必要がある。

3.5.2 瑕の検出と位置標定

平成 28 年度調査研究では、「き裂面の擦れによる AE の特性」及び「大型容器中の AE 波の伝搬特性」が十分に把握できていないことから、これら 2 点を踏まえて AE 試験における判断基準の根拠をさらに検討することが望まれるとしている。

調査の結果、平成 28 年度調査研究の報告書提出以降において、学会等においてその検討に資する報告が見当たらないことから、引き続き検討する必要がある。

なお、平成 28 年度調査研究の報告書にも記載されているように、この判断基準を用いている米国においては過去 30 年以上に問題が指摘されていないことから、我が国においても技術的な検討とともに実際のデータを収集することによって実績を積み重ねることは重要である。

3.5.3 結束バンドの影響

JIS 規格では、大型容器(トレーラ等)は緊結することが規定されており、現状では容器の緊結に結束バンドを使用している。平成 28 年度調査研究では、結束バンドと容器の擦れによって発生する信号(ノイズ)によって結束バンド近傍にき裂が存在した場合、そのき裂面の擦れによって発生する有意な AE を分別できない可能性を指摘し、現状行われている AE 波形の持続時間によるノイズと有意な AE の弁別の技術的な根拠について検討することが望まれるとしている。

一方で、緊結を行わない ISO 規格の大型容器(トレーラ等)では、結束バンドによる信号(ノイズ)は発生しない。したがって、結束バンドによる信号(ノイズ)を抑制することが重要な課題であり、その対応として次の 3 項目が考えられる。

- (1) 緊結に用いられている結束バンドを取り外した後の容器 1 本ずつの AE 試験
- (2) 結束バンドと容器の擦れによって発生する信号の特徴を十分把握し、それに見合う信号処理を行うことで結束バンドと容器の擦れによって発生する信号とき裂面の擦れによって発生する有意な信号を弁別する技術の開発
- (3) 擦れによる信号が低減される緊結方法(緊結に用いられる素材や形状など)の検討

これらのいずれの方法においても結束バンドによる信号(ノイズ)の低減が期待できるので、今後も引き続き実験による検証を含めて検討することが望まれる。一方で、緊結を必要としない ISO 規格の大型容器(トレーラ等)は問題となる信号(ノイズ)が発生せず、き裂面の擦れによる AE 波形を的確に検出できることが期待でき、すでに米国をはじめとする先進国では AE 試験が適用されている。したがって、我が国においても適切な体制のもとに実証データを蓄積し、技術の進展を図ることが重要であると考えられる。

なお、AE 試験において判断基準以上の AE 信号を検出した場合に行われる超音波探傷検査については、すでに平成 28 年度報告書において提言された課題はなく、別途制定された日本非破壊検査協会規格 NDIS 2430:2017 に従って検査が実施されれば問題はないと考えられる。

3.6 結論

「大型容器の容器再検査方法(AE 法)の検討委員会」の主要な結論は次のとおりである。

- (1) 諸外国において十分な実績があることは認められるものの、AE 音源と瑕の検出と位置標定、及びそれらに伴う判断基準(AE 振幅閾値及び AE イベント数)については、今後さらなる検討が望まれる。
- (2) 結束バンドによるノイズについては、これを抑制するための複数の対応が考えられ、今後の検討が望まれる。一方で、ネックマウント方式の ISO 規格容器については、そもそも結束バンドによるノイズは発生しないため、今後の AE 試験の適用が期待される。
- (3) 現状で行われている特別認可申請等の取り組みは、実証事業及び平成 28 年度調査研究の結果を踏まえた適切な条件の下で実施されており、今後は実績を積み重ねて技術の発展に資することが期待される。

4. 水素の影響を踏まえた容器再検査方法の検討

4.1 委員構成

「水素の影響を踏まえた容器再検査方法の検討委員会」の委員等の構成を次に示す。

	氏名	所属
委員長	吉川 暢宏	東京大学
委員 (50 音順)	井上 裕嗣	東京工業大学
	高野 俊夫	JFE コンテナ株式会社
	水谷 義弘	東京工業大学
	和田 洋流	株式会社日本製鋼所
オブザーバ	林 直希	経済産業省
事務局 (50 音順)	小林 弘明	一般社団法人日本非破壊検査協会
	畠山 賢	一般社団法人日本非破壊検査協会
	峯岸 秀治	一般社団法人日本非破壊検査協会
	山口 光輝	一般社団法人日本非破壊検査協会

4.2 開催実績

「水素の影響を踏まえた容器再検査方法の検討委員会」の開催実績を次に示す。

	日程	会場
第 1 回	平成 29 年 10 月 26 日	一般社団法人日本非破壊検査協会
第 2 回	平成 30 年 1 月 11 日	一般社団法人日本非破壊検査協会
第 3 回	平成 30 年 3 月 9 日	一般社団法人日本非破壊検査協会

4.3 目的

「水素の影響を踏まえた容器再検査方法の検討委員会」は、平成 28 年度調査研究にて提言された課題である水素が容器に及ぼす影響等について検討することを目的とした。

半導体製造には水素及び水素を含む混合ガスも使用されるが、水素は疲労き裂の進展を加速することが知られている。そのため、別途同時並行的に検討されていた「NDIS 2430:2017 半導体製造用高圧ガス容器の超音波探傷検査による再検査方法」においては、検査の対象とする容器に充填されるガスの種類として、水素及び水素を含む混合ガスは除外されている。この委員会における検討結果によっては、NDIS 2430 においても水素及び水素混合ガスを除外しないことが期待されたが、特例措置の一般化の動向に鑑みて規格制定が急がれた一方で、対象容器において水素が疲労き裂進展に及ぼす影響は慎重に検討する必要がある。そこでこの委員会では、将来的に水素及び水素混合ガスを対象容器に充填することが可能であるか否かを検討することを目的とした。

なお、非破壊試験の分野では試験体中の不連続部を“瑕”，瑕のうち有害なものを“欠陥”と定義しているが、ここでは“欠陥”に統一する。

4.4 方針

まず、次の 2 項目を前提とした。

(1) 容器の破壊形態

容器は高圧ガス保安法に基づいて製作されたものであり、破断前漏洩 (LBB: Leak Before

Break)が成立する。

(2) 損傷モード

容器は、腐食環境に晒されることがないように管理される。また、充填されるガスについても腐食を大幅に促進するものはない。したがって、発生する損傷モードとして疲労のみを想定し、水素の影響による疲労き裂進展速度の上昇を考慮する。

これらの前提の下で、超音波探傷試験による検出が要求されている最小の欠陥が容器内面に存在すると仮定し、その初期欠陥を起点として水素環境下で疲労き裂が進展した場合に、再検査の周期である 5 年間に容器の肉厚を貫通するか否かを検討することとした。

なお、以上の方針の下では容器の寸法によって検討方法が変わることはないが、今回は実証事業及び平成 28 年度調査研究に従って、中・小型容器と大型容器に分けて検討を行った。

4.5 中・小型容器の検討

4.5.1 解析対象の容器

解析対象の中・小型容器の諸元を表 4.1 に示す。これらの容器の最大充填圧力は、14.7 MPa である。

表 4.1 解析対象の中・小型容器の諸元

番号	容積(L)	規格	材質	外径(mm)	肉厚(mm)
容器 1	47	JIS B 8241	マンガン鋼(JIS G 3429)	232	5.1
容器 2	40	JIS B 8241	マンガン鋼(JIS G 3429)	232	5.0
容器 3	10	JIS B 8241	マンガン鋼(JIS G 3429)	140	3.1
容器 4	3.4	JIS B 8241	マンガン鋼(JIS G 3429)	140	3.5
容器 5	1.0	JIS B 8241	マンガン鋼(JIS G 3429)	76.3	3.2

4.5.2 負荷条件

実証事業の実績を参考にして、容器は 1 年間当たり 200 回の充填が行われ、1 回当たりの充填時間は 2 時間であるとした。この場合、容器再検査までの繰返し回数は 200 回/年×5 年の 1000 回、繰返し速度は 1/2 時間の 0.00014 Hz となる。容器に作用する最大内圧は、最大充填圧力の 14.7 MPa とした。

4.5.3 初期欠陥

初期欠陥は、容器内面の表面き裂とした。初期欠陥の位置は、容器の肩部の肉厚が十分厚いことに鑑みて胴部とし、方向は安全側である(評価が厳しくなる)軸方向とした。

疲労き裂進展解析には応力拡大係数の計算式が必要となるため、その計算式が利用可能なき裂形状を検討した。円筒内表面に存在する軸方向半楕円き裂については Fett らの解、白鳥の解及び Zahoor の解が知られているが、それらの適用範囲は $R_i/t \leq 10$ (R_i : 内半径, t : 肉厚) であり、表 4.1 に示した容器はいずれもこの適用範囲を満たさない。また、軸方向一定深さ矩形き裂については ASME Section XI の Appendix C が知られているが、その適用範囲は $R/t \leq 20$ (R : 平均半径, t : 肉厚) であり、表 4.1 に示した容器の一部しかこの適用範囲を満たさない。結果的に、表 4.1 に示した容器はいずれも肉厚に比べて直径が十分に大きいことから、初期欠陥は平板表面の半楕円き裂であるとし、応力拡大係数の計算式には後述する Raju-Newman の解を利用することとした。

NDIS 2430 では、肉厚の 6 % 又は 0.5 mm のいずれか大きい方の欠陥を検出することが要求され

ている。これに従って、初期き裂高さは、肉厚の 6 %又は 0.5mm のいずれか大きい方とした。また、初期き裂長さは、初期き裂高さの 3 倍とした。このとき、表 4.1 に示した容器のそれぞれについて、初期欠陥寸法は表 4.2 に示すようになる。結果的には、全ての容器について初期き裂高さは 0.50 mm、初期き裂長さは 1.5 mm で同一である。

表 4.2 初期欠陥寸法及び膜応力

番号	初期き裂高さ (mm)	初期き裂長さ (mm)	内圧による膜応力 (MPa)	内圧+膜応力 (MPa)
容器 1	0.50	1.5	327	342
容器 2	0.50	1.5	334	348
容器 3	0.50	1.5	325	339
容器 4	0.50	1.5	287	301
容器 5	0.50	1.5	168	183

4.5.4 応力拡大係数範囲

応力拡大係数範囲は、Raju-Newman の解を利用して計算した。Raju-Newman の解のモデルを図 4.1 に示す。

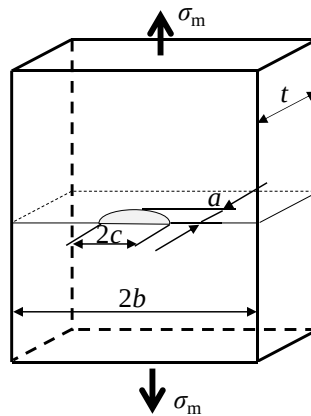


図 4.1 Raju-Newman の解のモデル

曲げ応力が作用しない場合、膜応力及びき裂の最深点と表面点における応力拡大係数は、それぞれ次のとおりである[文献 4]。

(1) 膜応力

$$\sigma_m = \frac{R_o^2 + R_i^2}{R_o^2 - R_i^2} p$$

(2) 最深点における応力拡大係数

$$K^A = F^A \sigma_m \sqrt{\frac{\pi a}{Q}}$$

(3) 表面点における応力拡大係数

$$K^B = F^B \sigma_m \sqrt{\frac{\pi a}{Q}}$$

これらの式において、 R_o は容器の外半径、 R_i は容器の内半径、 p は容器の内圧であり、

$$Q = 1 + 1.464 \left(\frac{a}{c}\right)^{1.65}$$

である。また、 $a/c \leq 1$ の場合は、

$$F^A = \left[1.13 - 0.09 \frac{a}{c} + \left\{ -0.54 + \frac{0.89}{0.2 + \frac{a}{c}} \right\} \left(\frac{a}{t}\right)^2 + \left\{ 0.5 - \frac{1}{0.65 + \frac{a}{c}} + 14 \left(1 - \frac{a}{c}\right)^{24} \right\} \left(\frac{a}{t}\right)^4 \right] \left\{ \sec \left(\frac{\pi c}{2b} \sqrt{\frac{a}{t}} \right) \right\}^{1/2}$$

$$F^B = \left[1.13 - 0.09 \frac{a}{c} + \left\{ -0.54 + \frac{0.89}{0.2 + \frac{a}{c}} \right\} \left(\frac{a}{t}\right)^2 + \left\{ 0.5 - \frac{1}{0.65 + \frac{a}{c}} + 14 \left(1 - \frac{a}{c}\right)^{24} \right\} \left(\frac{a}{t}\right)^4 \right] \left\{ 1.1 + 0.35 \left(\frac{a}{t}\right)^2 \right\} \sqrt{\frac{a}{c}} \left\{ \sec \left(\frac{\pi c}{2b} \sqrt{\frac{a}{t}} \right) \right\}^{1/2}$$

であり、 $a/c > 1$ の場合は、

$$F^A = \left[\sqrt{\frac{c}{a}} \left(1 + 0.04 \frac{a}{c} \right) + 0.2 \left(\frac{c}{a}\right)^4 \left(\frac{a}{t}\right)^2 - 0.11 \left(\frac{c}{a}\right)^4 \left(\frac{a}{t}\right)^4 \right] \sqrt{\frac{c}{a}} \left\{ \sec \left(\frac{\pi c}{2b} \sqrt{\frac{a}{t}} \right) \right\}^{1/2}$$

$$F^B = \left[\sqrt{\frac{c}{a}} \left(1 + 0.04 \frac{a}{c} \right) + 0.2 \left(\frac{c}{a}\right)^4 \left(\frac{a}{t}\right)^2 - 0.11 \left(\frac{c}{a}\right)^4 \left(\frac{a}{t}\right)^4 \right] \left\{ 1.1 + 0.35 \frac{c}{a} \left(\frac{a}{t}\right)^2 \right\} \left\{ \sec \left(\frac{\pi c}{2b} \sqrt{\frac{a}{t}} \right) \right\}^{1/2}$$

である。ただし、適用範囲は、

$$0 < \frac{a}{t} \leq 0.8, \quad 0 < \frac{a}{c} \leq 2, \quad 0 < \frac{b}{c} \leq 0.5$$

である。

図中の $2b$ は板幅であるが無限大とした。このとき表 4.1 に示した容器に作用する膜応力は、表 4.2 に示すように求められる。さらに、疲労き裂進展解析に用いる応力拡大係数範囲 ΔK は、上記の式中の σ_m に表 4.2 中の「内圧+膜応力」の値を代入して求めた応力拡大係数 $K_{\max}$ から、 $\Delta K = K_{\max}$ として求めた。

4.5.5 疲労き裂進展速度

半導体製造用の高圧ガス容器には、一般継目なし容器として JIS G 3429:1988(高圧ガス容器用継目無鋼管)に規定された STH 11, STH 12, STH 21, STH 22, STH 31 又はそれと同等な材料が使用される。しかし、これらの材料については、水素環境中での疲労き裂進展速度のデータが見当たらない。一方、同種の材料である SCM435 鋼については、水素環境中の疲労き裂進展速度が文献 5 に報告されている。文献 5 に報告されている 2 種類の SCM435 鋼(Steel A 及び Steel B)の降伏応力と引張強さを、JIS G 3429 の STH 22 と併せて表 4.3 に示す。表 4.3 に示すようにこれらの材料の引

張強さは同等である。同種の材料において水素が疲労き裂進展速度に及ぼす影響は引張強さに依存するため、文献 5 に示された疲労き裂進展速度を参照することとした。

表 4.3 検討した材料の機械的特性

材料	降伏点 (MPa)	引張強さ (MPa)
SCM435 (Steel A)	700	828
SCM435 (Steel B)	782	947
JIS G 3429 (STH22)	720 以上	850–950

文献 5 では、水素環境中での疲労き裂進展速度が次のように報告されている。

(1) Steel A

Steel A では、疲労き裂進展速度は水素ガス圧力と繰返し速度によって変化すると報告されている。水素環境中での疲労き裂進展速度の上限は、空気中での疲労き裂進展速度をベースにして、次式で示されている。

$$\frac{da}{dN} = \beta(3.48 \times 10^{-12})(\Delta K)^{3.07}$$

$$\beta = 7.12p^{0.343}$$

ここで、疲労き裂進展速度 da/dN の単位は m/cycle、応力拡大係数範囲 ΔK の単位は MPa $m^{1/2}$ 、水素ガス圧力 p の単位は MPa である。

(2) Steel B

Steel B では、繰返し速度の低下とともに疲労き裂進展速度が上昇し、明確な上限値は観測できなかったと報告されている。そして、繰返し速度が最も低い 0.006 Hz では、水素環境中における疲労き裂進展速度は、Steel A の 2 倍になると報告されている。

文献 5 によれば、Steel B は結晶粒が大きく、Steel A と比較してき裂進展速度が大きい。これは主に熱処理条件の違いによると考えられる。今回の検討の対象容器の材料組織は Steel A と類似しており、Steel A と同様に疲労き裂進展速度には上限があると考えられる。ただし、今回の検討では 4.5.2 に示したように繰返し速度が 0.00014 Hz であるが、文献 5 に報告されている最も低い繰返し速度は 0.006 Hz であって、直接当てはまるデータはない。

以上のことから、文献 5 に基づいて可能な限り安全側の評価が行えるように、繰返し速度 0.006 Hz における Steel B の疲労き裂進展速度を参照することとした。すなわち、疲労き裂進展速度は、水素ガス圧力が 14.7 MPa であることから、次の式で与えられるとした。

$$\frac{da}{dN} = 2\beta(3.48 \times 10^{-12})(\Delta K)^{3.07} = 1.25 \times 10^{-10}(\Delta K)^{3.07}$$

ここで、 $2\beta = 35.8$ であり、疲労き裂進展速度は空気環境中における Steel A に比べて 35.8 倍となっている。

4.5.6 検討結果

以上の設定の下で、容器内表面の半楕円き裂がアスペクト比を保って進展すると仮定し、き裂高さのみについて進展解析を行った。解析結果を図 4.2 に示す。図の横軸は繰返し回数(充填回数)で、その最大値は 1000 回である。図の縦軸はき裂高さを肉厚で除して正規化したもので、1 になるとき裂が貫通したことになる。図中の容器 1～5 は、表 4.1 の容器 1～5 に対応している。

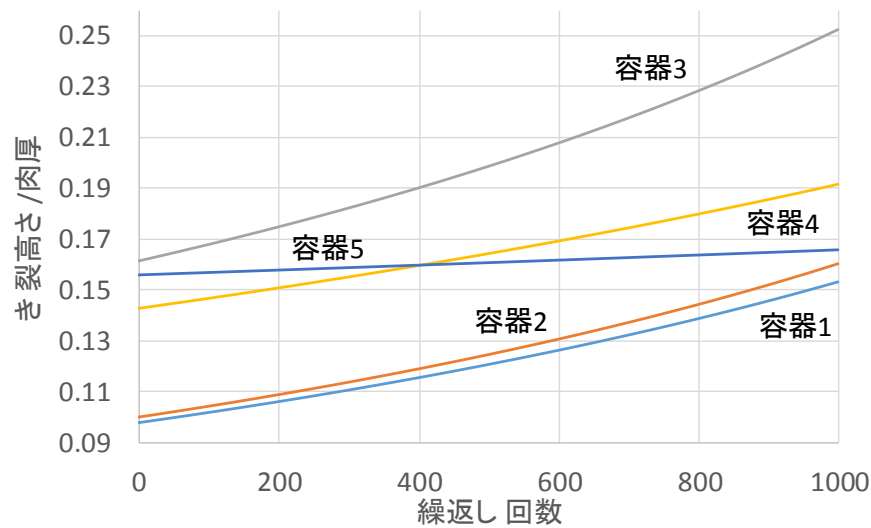


図 4.2 中・小型容器の疲労き裂進展解析結果

図 4.2 によれば、容器 3 のき裂が最も速く進展するものの、繰返し回数 1000 回においても肉厚の 25 %程度までしか進展しない。すなわち、今回対象とした中・小型容器では、再検査における超音波探傷試験によって高さ 0.5 mm 以上の大きさの欠陥がないことを保証しておけば、次回の再検査までに疲労き裂が進展して容器を貫通する可能性は十分に低いと判断できる。

なお、図 4.2 において最も深くまでき裂が進展した容器 3 と、表 4.2 において膜応力が最も高かった容器 2 について、最深点と表面点における応力拡大係数(範囲)の変化を図 4.3 に示す。応力拡大係数(範囲)は、最深点(K^A)において表面点(K^B)よりも高く、オーダとしては $15 \text{ MPa m}^{1/2}$ 以下である。

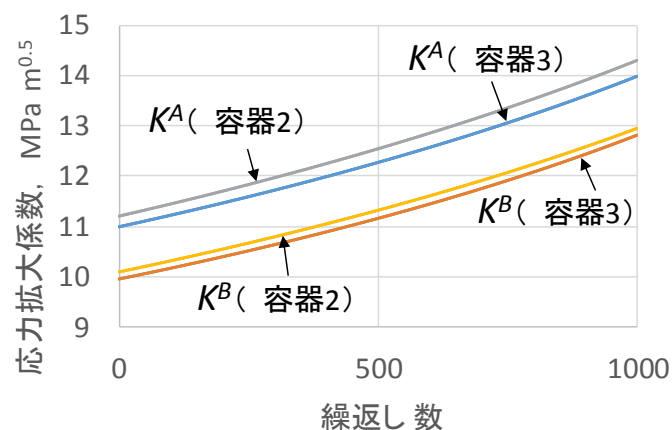


図 4.3 容器 2 と 3 におけるき裂進展中の応力拡大係数(範囲)の変化

4.6 大型容器の検討

大型容器についても中・小型容器と同様の検討を行った。解析方法等は中・小型容器の場合と同一であるので、以下ではその概要のみを示す。

4.6.1 検討の条件と方法

解析対象の大型容器の諸元を表 4.4 に示す。これらの容器の最大充填圧力は、19.6 MPa である。

表 4.4 解析対象の大型容器の諸元

番号	容積(L)	規格	材質	外径(mm)	肉厚(mm)
容器 1	2,330	DOT-3AAX	Cr-Mo AISI4130	558.8	13.7
容器 2	2,330	DOT-3T	Cr-Mo AISI4130	558.8	10.8
容器 3	1,100	DOT-3AAX	Cr-Mo AISI4130	558.8	13.7
容器 4	1,100	DOT-3T	Cr-Mo AISI4130	558.8	10.8
容器 5	710	JIS B 8241	Cr-Mo JIS G 3429	355.6	8.3
容器 6	470	DOT-3AAX	Cr-Mo AISI4130	609.6	14.9
容器 7	470	JIS B 8241	Cr-Mo JIS G 3429	609.6	14.8
容器 8	440	DOT-3AA	Cr-Mo AISI4130	609.6	14.9
容器 9	440	JIS B 8241	Cr-Mo JIS G 3429	609.6	14.8
容器 10	360	DOT-3AA	Cr-Mo AISI4130	609.6	14.9

負荷条件は、容器に作用する最大内圧を最大充填圧力の 19.6 MPa とした以外は、中・小型容器の場合と同一である。初期欠陥は中・小型容器の場合と同一の考え方で設定し、応力拡大係数範囲も同一の方法で計算した。初期欠陥寸法及び膜応力を表 4.5 に示す。いずれの容器についても初期き裂高さは肉厚の 0.6 % である。

なお、容器 2 と 4 に発生する応力は他の容器と比較して大きい。容器 2 と 4 は表 4.4 に示すとおり、米国の DOT-3T を基準にしたものであって、水素の充填が許可されていない容器である。したがって、容器 2 と 4 に関する情報はあくまでも参考である。

表 4.5 初期欠陥寸法及び膜応力

番号	初期き裂高さ (mm)	初期き裂長さ (mm)	内圧による膜応力 (MPa)	内圧+膜応力 (MPa)
容器 1, 3	0.82	2.5	390	410
容器 2, 4	0.65	1.9	497	517
容器 5	0.50	1.5	410	430
容器 6, 8, 10	0.89	2.7	391	411
容器 7, 9	0.89	2.7	394	413

疲労き裂進展速度についても、中・小型容器の場合と同一の考え方で想定した。文献 5 に報告されている 2 種類(Steel A 及び Steel B)の SCM435 鋼の降伏応力と引張強さを、表 4.4 に示した容器材料と併せて表 4.6 に示す。疲労き裂進展速度は、水素ガス圧力が 19.6 MPa であることから、次の式で与えられるとした。

$$\frac{da}{dN} = 2\beta(3.48 \times 10^{-12})(\Delta K)^{3.07} = 1.38 \times 10^{-10}(\Delta K)^{3.07}$$

ここで、 $2\beta = 39.6$ である。

表 4.6 検討した材料の機械的特性

材料	引張強さ(MPa)	降伏点(MPa)
SCM435 (Steel A)	828	700
SCM435 (Steel B)	947	782
JIS G 3429 (STH22)	850-950	720 以上
DOT (3AAX-4130)	720-869	590 以上
DOT (3T-4140)	931-1068	850 以上

4.6.2 検討結果

疲労き裂進展解析結果を図 4.4 に示す。水素の充填が許可されていない容器 2 と 4 では、繰返し回数 757 回でき裂が貫通する結果となった。一方、その他の容器では、繰返し回数 1000 回においても最大で肉厚の 30 % までしか進展せず、貫通までに 3 倍以上の尤度がある。すなわち、今回対象とした大型容器で、再検査における超音波探傷試験によって容器肉厚の 6 % 以上の大きさの欠陥がないことを保証しておけば、次回の再試験までに疲労き裂が進展して容器を貫通する可能性は十分に低いと判断できる。

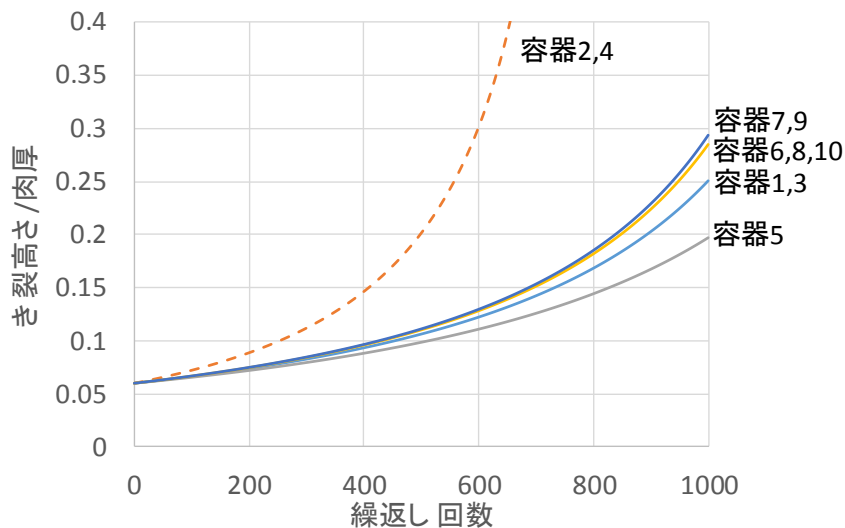


図 4.4 大型容器の疲労き裂進展解析結果（容器 2 と 4 は、水素充填不可の容器）

4.7 結論

容器に使用される材料と同種の材料の水素環境中における疲労き裂進展速度（空気環境中と比較して中・小型容器では 35.8 倍、大型容器では 39.6 倍加速）を適用して疲労き裂進展解析を行った結果、中・小型容器では最大で肉厚の 25 % 程度、大型容器では最大で 30 % 程度までしか進展しないことが示された。したがって、再検査における超音波探傷試験によって肉厚の 6 % 又は 0.5 mm のいずれか大きい方の欠陥がないことを保証しておけば、次回の再試験までに疲労き裂が進展して容器を貫通する可能性は十分に低いと判断できる。

なお、今後場合によってこの結論の検証が求められる可能性は否定できないが、将来的には NDIS 2430 において水素及び水素混合ガスを除外しないように見直しを図ることが期待される。

5. おわりに

平成 29 年度石油精製等に係る保安対策調査等事業「高圧ガス容器の再検査に関する調査研究」では、半導体製造用高圧ガス容器の再検査に関する特例措置の一般化を図るための検討及び提言を目的として、次の 3 項目を実施した。

- (1) 中・小型容器の容器再検査方法の検討
- (2) 大型容器の容器再検査方法の検討
- (3) 水素の影響を踏まえた容器再検査方法の検討

その結果、(1)については、半導体製造用高圧ガス容器の超音波探傷検査による再検査方法が NDIS 2430:2017 として制定され、今後近い時期に省令等が改正されれば、特例措置の一般化が実現される見通しとなった。また、(3)については、NDIS 2430:2017 に従って再検査を実施すれば、水素及び水素混合ガスを充填した場合も安全性が確保できるとの判断を得た。

一方、(2)については、特例措置の一般化のためには特に AE 試験について引き続き解決すべき課題が残されているものの、一部の限定された容器については特別認可申請が行われており、これが承認されれば今後実績を積み重ねることが期待される。

6. 文献

- [1] 株式会社東芝, カンサン株式会社, エーテック株式会社, 日本フィジカルアコースティクス株式会社, 「半導体製造に用いるガス容器の先進的検査方法の導入」に係る実証試験報告書(平成 28 年 5 月)
- [2] 一般社団法人日本非破壊検査協会, 平成 28 年度石油精製業保安対策事業「高圧ガス容器の再検査に関する調査研究」報告書(平成 29 年 3 月 24 日)
http://www.meti.go.jp/meti_lib/report/H28FY/000424.pdf
- [3] 日本非破壊検査協会規格 NDIS 2430:2017 半導体製造用高圧ガス容器の超音波探傷検査による再試験方法, 一般社団法人日本非破壊検査協会(2018)
- [4] 構造健全性評価ハンドブック編集委員会(代表 小林英男), 構造健全性評価ハンドブック, 共立出版(2005)
- [5] Junichiro Yamabe, Hisatake Itoga, Tohru Awane, Takashi Matsuo, Hisao Matsunaga and Saburo Matsuoka, Pressure cycle testing of Cr-Mo steel pressure vessels subjected to gaseous hydrogen, Transactions of the ASME, Journal of Pressure Vessel Technology, Vol.138, 011401 (2016)