

최종보고서(일반과제용)										보안등급	
										일반[✓], 보안[]	
중앙행정기관명	국토교통부				사업명		사업명		교통물류연구(일반)		
전문기관명	국토교통과학기술진흥원				내역사업명						
공고번호	공고-제12호				총괄연구개발 식별번호		-				
					연구개발과제번호		19TLRP-C152334-01				
국가과학기술 표준분류	EB0109		50%		EF0609		30%		EA9010		20%
연구개발과제명	국문	수소연료전지자동차용 내압용기 및 부품의 금속/비금속 소재 안전사용 적합성 평가기술 개발									
	영문	Development of hydrogen material compatibility evaluation technologies for the pressure vessel & parts of FCEV									
주관연구기관	기관명	한국표준과학연구원				사업자등록번호		314-82-00680			
	주소	(우)34113 대전 유성구 가정로 267				법인등록번호		160122-0000158			
주관연구책임자	성명		백 운 봉		직위		책임연구원				
	연락처	직장전화	042-868-5009		휴대전화		010-5426-5384				
		전자우편	ubbaek@kriss.re.kr		국가연구자번호		10103704				
연구개발기간	전체	2019. 04. 30 - 2021. 12. 31 (2년 9개월)									
	1년차	2019. 04. 30 - 2019. 12. 31 (9개월)									
	2년차	2020. 01. 01 - 2020. 12. 31 (1년)									
	3년차	2021. 01. 01 - 2021. 12. 31 (1년)									
연구개발비 (단위 : 천원)	정부지원 연구개발비	기관부담 연구개발비		그 외 기관 등의 지원금				합계			연구개발비 외 지원금
	현금	현금	현물	현금	현물	현금	현물	현금	현물	합계	
총계	4,303,000	-	-	-	-	-	-	4,303,000	-	4,303,000	-
1년차	1,956,000	-	-	-	-	-	-	1,956,000	-	1,956,000	-
2년차	1,600,000	-	-	-	-	-	-	1,600,000	-	1,600,000	-
3년차	747,000	-	-	-	-	-	-	747,000	-	747,000	-
공동연구기관 등	기관명		책임자	직위	휴대전화		전자우편		비고		
									역할	기관유형	
공동연구기관	한국가스안전공사 가스안전연구원		조성민	차장	043-750-1472		cho225@kgs.or.kr		공동	공기업	
	한국신발피혁연구원		배종우	단장	051-605-3310		jwbae@kiflt.re.kr		공동	국립연	
위탁연구기관	안동대학교 산학협력단		신형섭	교수	054-820-5675		hsshin@anu.ac.kr		위탁	대학	
	경희대학교 산학협력단		장윤석	교수	031-201-3323		yschang@khu.ac.kr		위탁	대학	
연구개발담당자 실무담당자	성명		정낙관			직위					
	연락처	직장전화	042-868-5952			휴대전화		010-2419-9864			
		전자우편	nk.chung@kriss.re.kr			국가연구자번호		10491708			

이 최종보고서에 기재된 내용이 사실임을 확인하며, 만약 사실이 아닌 경우 관련 법령 및 규정에 따라 제재처분 등의 불이익도 감수하겠습니다.

2022 년 2 월 3 일

주관연구책임자 : 백 운 봉 (직인)

주관연구기관의 장 : 한국표준과학연구원 박현민 (직인)

국토교통과학기술진흥원장 귀하

최종보고서(일반과제용)										보안등급	
										일반[✓], 보안[]	
중앙행정기관명	국토교통부				사업명	사업명				교통물류연구(일반)	
전문기관명	국토교통과학기술진흥원					내역사업명					
공고번호	공고-제12호				총괄연구개발 식별번호				-		
					연구개발과제번호				19TLRP-C152334-01		
국가과학기술 표준분류	EB0109		50%		EF0609		30%		EA9010		20%
연구개발과제명	국문	수소연료전지자동차용 내압용기 및 부품의 금속/비금속 소재 안전사용 적합성 평가기술 개발									
	영문	Development of hydrogen material compatibility evaluation technologies for the pressure vessel & parts of FCEV									
주관연구기관	기관명	한국표준과학연구원				사업자등록번호		314-82-00680			
	주소	(우)34113 대전 유성구 가정로 267				법인등록번호		160122-0000158			
주관연구책임자	성명		백 운 봉		직위		책임연구원				
	연락처	직장전화	042-868-5009		휴대전화		010-5426-5384				
		전자우편	ubbaek@kriss.re.kr		국가연구자번호		10103704				
연구개발기간	전체	2019. 04. 30 - 2021. 12. 31 (2년 9개월)									
	1년차	2019. 04. 30 - 2019. 12. 31 (9개월)									
	2년차	2020. 01. 01 - 2020. 12. 31 (1년)									
	3년차	2021. 01. 01 - 2021. 12. 31 (1년)									
연구개발비 (단위 : 천원)	정부지원 연구개발비	기관부담 연구개발비		그 외 기관 등의 지원금				합계			연구개발비 외 지원금
				지방자치단체 기타()							
	현금	현금	현물	현금	현물	현금	현물	현금	현물	합계	
총계	4,303,000	-	-	-	-	-	-	4,303,000	-	4,303,000	-
1년차	1,956,000	-	-	-	-	-	-	1,956,000	-	1,956,000	-
2년차	1,600,000	-	-	-	-	-	-	1,600,000	-	1,600,000	-
3년차	747,000	-	-	-	-	-	-	747,000	-	747,000	-
공동연구기관 등	기관명		책임자		직위		휴대전화		전자우편		비고 역할 기관유형
공동연구기관	한국가스안전공사 가스안전연구원		조성민		차장		043-750-1472		cho225@kgs.or.kr		공동 공기업
	한국신발피혁연구원		배종우		단장		051-605-3310		jwbae@kiflt.re.kr		공동 국립연
위탁연구기관	안동대학교 산학협력단		신형섭		교수		054-820-5675		hsshin@anu.ac.kr		위탁 대학
	경희대학교 산학협력단		장윤석		교수		031-201-3323		yschang@khu.ac.kr		위탁 대학
연구개발담당자 실무담당자	성명		정낙관				직위				
	연락처	직장전화	042-868-5952				휴대전화		010-2419-9864		
		전자우편	nk.chung@kriss.re.kr				국가연구자번호		10491708		

이 최종보고서에 기재된 내용이 사실임을 확인하며, 만약 사실이 아닌 경우 관련 법령 및 규정에 따라 제재처분 등의 불이익도 감수하겠습니다.

2022 년 2 월 3 일

주관연구책임자 :

백 운 봉

주관연구기관의 장 :

한국표준과학연구원

박현민

국토교통과학기술진흥원장 귀하

본 서식은 「국가연구개발혁신법」 시행('21.01.01) 이전에 최종 협약하여 '21.01.01 이후에 최종평가를 시행하는 일반과제용 입니다.

< 요약 문 >

사업명		교통물류연구(일반)			총괄연구개발 식별번호		-	
내역사업명					연구개발과제번호		19TLRP-C152334-01	
국가과학기술 표준분류		EB0109	50%	EF0609	30%	EA9010		20%
총괄연구개발명		-						
연구개발과제명		수소연료전지자동차용 내압용기 및 부품의 금속/비금속 소재 안전사용 적합성 평가기술 개발						
전체 연구개발기간		2019. 04. 30 - 2021. 12. 31 (2년 9개월)						
총 연구개발비		총 4,303,000 천원 (정부지원연구개발비 : 4,303,000 천원, 기관부담연구개발비 : - 천원, 지방자치단체 : - 천원, 그 외 지원금 : - 천원)						
연구개발단계		기초[] 응용[✓] 개발[] 기타(위 3가지에 해당되지 않는 경우)[]			기술성숙도		착수시점 기준(TRL3) 종료시점 목표(TRL6)	
연구개발과제 유형		지정공모 [✓] 자유공모 []						
연구개발과제 특성		실용화						
연구 개발 목표 및 내용	최종 목표		수소연료전지자동차의 안전한 민간보급을 위하여 On-Board 고압수소연료탱크 및 모듈에 적용되는 수소가스 대면 금속/비금속 소재의 사용 적합성을 평가하기 위한 기술 개발					
	전체 내용		- 수소 전기자동차용 내압 용기 및 부품 모듈부에 사용되는 금속/비금속 소재의 안전 사용 적합성을 평가하는 기술 및 시험절차 개발 - 고압 수소 저장용 금속/비금속 소재에 대한 사용적합성 평가를 위한 국내 기준/코드 개발 및 국제 코드 제안					
	1년차	목표	- 한국표준과학연구원: 수소전기차용 금속/비금속 소재의 시험 평가 절차서 개발 및 비교 숙련도 시험 - 한국가스안전공사: 비금속 소재 시험평가 관련 해외 사례 조사 및 실증시험 항목 설정 - 한국신발피혁연구원: 안전사용 적합성 평가를 위한 비금속 소재별 표준 시험편 개발 - 안동대학교: 고압 수소환경하 금속소재의 스크리닝을 위한 간편 시험법 확립 - 경희대학교: 금속재료의 수소취성을 고려한 파손모델 선정					
		내용	주관	표준연	• 금속 소재에 대한 사용 적합성 평가 시스템 및 기술 개발 - 금속 소재에 대한 역학 물성 평가 시스템 및 평가 기술 개발 - SUS316L 시료에 대한 인장 및 피로 특성 측정 • 비금속 소재에 대한 사용 적합성 평가 기술 개발 - 비금속 소재의 물성평가(기계적 물성, 수소투과도, 물리적 특성 등) 시험 절차서 개발 - 내부기관 간 비교 숙련도 평가			
					공동	KGS	• 수소용기 라이너 시험 측정 비교숙련도 평가 - KOLAS 및 표준연과 비교 숙련도 • 해외 비금속 소재 평가 정보 조사 - 비금속 소재 시험 관련 해외 기준 및 연구 조사 - 비금속 소재 시험 평가 절차서에 따른 장비 구축	
			KIFLT	• 상용화된 고무 실링제와 라이너 소재 분석 - 고무 실링제 4종과 라이너 소재 1종의 화학 구조, 조성 및 열적 특성 분석 • EPDM 및 FKM 고무의 물성 측정을 위한 표준 시험편 배합 개발 - 가교구조, 충전제의 종류와 함량별 노출에 따른 기계적, 물리적 특성 연구 - 수소 정합성 시험을 위한 표준 배합 선정				
				위탁	경희대	• 인시츄 SP법을 사용한 수소취화 간편시험법 개발 및 스크리닝 적합성 평가기술 개발 • 수소취화 메커니즘 및 손상역학 기반의 해석기법 분석 - 선행연구 분석을 통한 수소취화 메커니즘 분석 - 손상역학 기반의 해석기법 및 파손모델 분석 • 시험편 예비해석 및 최적 파손모델 선정 - 시험편의 유한요소 모델링 및 요소망 최적화 - 선행연구 분석 및 예비해석을 통한 최적 파손모델 선정		
		2년차	목표			- 한국표준과학연구원: 수소연료전지자동차용 금속/비금속 소재의 물성 평가 및 DB 구축 - 한국가스안전공사: 수소용기라이너의 안전적합성 평가 기준 개발을 위한 성능 평가		

3년차	내용	주관	표준연	- 한국신발피혁연구원: 안전 사용 적합성 평가를 위한 비금속 소재별 표준 시험편 개발 - 안동대학교: 고압 수소환경하 금속소재의 취화 스크리닝 간편시험법 적용을 위한 평가기술 검증 - 경희대학교: 수소환경 금속재료의 수치해석 기반 물성변화 예측기술 개발(1)
				- 고압수소 환경 하 금속 소재의 물성 평가 및 DB 구축 - 금속 소재 사용 적합성 평가 기준 개발을 위한 역학 물성 평가 기술 개발 - 저온(-40 ℃), 고압(100 MPa) 수소가스 환경에서 금속 소재 인장 및 피로 특성 평가 - 미국, 독일, 일본, 중국 등과 금속 소재 물성 평가 RRT 수행 - 비금속 소재에 대한 사용 적합성 평가 시스템 개발 - 비금속 소재 사용 적합성 판단을 위한 재료 오염도, Cyclic 평가 장치, in situ 마모 특성 측정 시스템 개발 - 고압수소 환경 하 비금속 실링 소재의 물성 평가 및 DB 구축 - EPDM 소재의 기계적 물성, 수소 투과도, 물리적 안정성 평가 및 DB 구축
		공동	KGS	- 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 확산투과성능평가 - 비금속소재에 대한 수소투과성장비 구축 및 평가 기술 개발 - 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 물리적 안정성 성능평가 - 비금속소재에 대한 수소 물리적 안정성 평가 기술 개발 - 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 재료성질 변화 성능평가 - 비금속소재에 대한 재료성질 변화에 대한 평가 기술 개발 - 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 재료불순물 분석 성능평가 - 비금속소재에 대한 불순물 분석장비 구축 및 성능 평가 기술 개발 - 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 반복폭로성능평가 - 비금속소재에 대한 수소반복장비 구축 및 평가 기술 개발 - 고압수소환경에 따른 PA6,11 열중량 변화 분석 - 비금속소재에 대한 열중량 평가 기술 개발
			KIFLT	- TPU 실링 소재의 수소정합성 시험용 배합 표준화 개발 - HS/SS 함량, 화학구조, 가공 방법, 충전제 첨가량별에 따른 수소 누출에 따른 물리적, 기계적 특성 분석 - TPU 소재의 수소정합성 시험용 표준 시편 제조 공정 표준화 제안 - PA 라이너 소재의 수소정합성 시험용 배합 표준화 개발 - PA의 화학 구조, 분자량 분포, Glass fiber 함량별 물리적, 기계적 특성 분석 - PA 소재의 수소정합성 시험용 표준 시편 제조 공정 표준화 제안
		위탁	안동대	고압, 저온 수소환경하에서 수소연료전지차용 금속소재의 취화 특성 데이터 분석: 수치해석 및 신뢰성 평가
			경희대	- 수소환경 시험 데이터 수집 및 분석 - 수소환경 조건에 따른 물성 시험 데이터 수집 (P-δ 곡선 등) - 수소환경에 따른 주요 물성변화 분석 (σ-ε 곡선 등) - 수소취성 주요인자 도출 및 물성변화 예측기법 개발 - 최적 파손모델 대상 수소취성 주요인자 도출 - 수소취성 주요인자 별 민감도 분석을 통한 물성변화 예측기법 개발
		목표	- 한국표준과학연구원: 수소연료전지자동차에 적용되는 금속/비금속 실링 소재의 사용 적합성 평가 기술 개발 및 국제 코드 제안 - 한국가스안전공사: 수소용기 라이너의 안전적합성 평가 및 평가 기준 개발 - 한국신발피혁연구원: 비금속 재료 분류 체계별 CHMC2에서 제안한 물성 측정 표준 시험 방법 개발 - 안동대학교: 고압수소환경 하 금속소재의 수소취화 스크리닝을 위한 간편시험법 기준안 개발 - 경희대학교: 수소환경 금속재료의 수치해석 기반 물성변화 예측기술 개발 (2)	
	내용	주관	표준연	- 고압수소 환경 하 금속 소재의 물성 평가 및 DB 구축 - 저온(-40 ℃), 고압(100 MPa) 수소가스 환경에서 금속 소재 SSRT, Fatigue 평가 - 고압수소 환경 하 비금속 실링 소재의 물성 평가 및 DB 구축 - FKM, TPU 소재의 기계적 물성, 수소 투과도, 물리적 안정성 평가 및 DB 구축 - 고압 수소 환경 하 금속/비금속 소재 사용 적합성 기준/코드 개발 - 고압 수소 환경에서의 금속/비금속 실링 소재에 대한 사용 적합성 평가 코드 개발 - 국토부 자동차용 내압용기 안전에 관한 규정 개정안 제안
				공동

					- 실링 소재 3종 및 라이너 소재 2종에 대한 상온의 87.5 MPa 고압 수소 노출에 의한 부피 변화율 및 인장 물성 측정 및 안전 적합성 시험조건 설정을 위한 등급 분류 체계 구축 • 수소 노출 후의 고신뢰성 특성 변화 시험 방법 개발 - 실링 소재 3종과 라이너 소재 2종에 대한 고신뢰도 구간의 취출 시간 표준화 - 신뢰성과 변별력이 높은 수소 노출에 의한 각 소재별 인장 물성 및 부피 변화율 측정 시험 방법 제시									
			위탁	안동대	• 고압, 저온 수소환경하에서 수소차용 금속소재의 취화 특성 데이터 분석 • 간편시험법 적용 수소취화(HE)민감도 등급 분류 기준안									
				경희대	• 시험편의 수소환경 변화를 고려한 균열 해석 및 정량화 - 다양한 수소환경에 따른 시험편의 균열 진전 해석 (J-R 곡선 도출) - 수소취성 주요인자 및 물성변화 예측기법의 실험 검증 및 정량화 • 수소취성을 반영한 금속기기 사용적합성 평가 방안 수립 - 금속기기 대상 물성변화 예측기법 예비 적용 및 평가 - 수소취성을 반영한 금속기기의 물성변화 예측기법 적합성 평가 방안 수립									
연구개발성과					• 고압 수소 환경 하 금속 소재의 물성 평가 및 DB 구축 - 금속 소재에 대한 역학 물성 평가 시스템 및 평가 기술 개발 - STS, AI 소재의 고압 수소 환경 물성 평가 및 DB 구축 - UN-GTR 13 주관 금속 소재 RRT 수행 및 결과 보고 • 금속 소재의 수소사용 적합성 스크리닝 간편 시험법 개발 - in situ SP 시험법을 이용한 수소취화 간편 시험법 개발 • 금속 소재의 물성변화 예측 기술 개발 - 수소취성 소재의 파손 모델 및 물성 예측식 개발 • 금속 소재의 사용 적합성 평가 코드 개발 및 국내 기준 제안 - 금속 소재의 수소 적합성 평가 코드 개발 및 국토부 고시 개정안 제안 • 고압 수소 환경 하 비금속 소재의 물성 평가 및 DB 구축 - 고압 수소 환경 평가를 위한 시제품 3종 개발 - 비금속 실링 소재 및 라이너 소재에 대한 고압 수소 환경 물성 평가 및 DB 구축 - KOLAS 및 내부 기관간 비교 숙련도 평가 • 비금속 소재의 사용 적합성 평가 코드 개발 및 국내 기준 제안 - 비금속 실링 소재의 수소 적합성 평가 코드 개발 및 국토부 고시 개정안 제안 - 비금속 라이너 소재의 수소 적합성 평가 코드 개발 및 국토부 고시 개정안 제안 • 안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 및 시험 프로세스 개발 - 비금속 실링, 라이너 소재의 수소 적합성 평가를 위한 표준 배합 선정 - 소재 등급별 CHMC 2 시험 프로세스 개발									
연구개발성과 활용방안 및 기대효과					- 고압수소저장용 부품, 소재에 대한 안전성 측정 및 평가 기술을 통해 부품, 소재들의 파손 및 수명 예측 - 표준화된 물성평가기술 보급으로 평가결과의 신뢰도 제고 및 이를 활용한 국제코드제안, 고성능 소재 및 부품 개발 - 수소경제의 보급을 위해 고압수소환경하 부품, 소재의 정확한 영향에 대해 물성 DB 정보 제공을 통해 수소 전기차 설계에 활용 가능 - 수소경제의 보급을 위해 고압수소환경하 부품, 소재의 정확한 영향에 대해 물성 DB 정보 제공을 통해 수소 전기차 설계에 활용 가능 - 고압수소용 재료의 사용 적합성 평가 기술 개발 및 표준화된 시험 절차를 개발하여 관련 업체에 측정 서비스를 제공함으로써 국내 기업의 고압수소용 부품 및 재료 개발과 품질 향상에 기여 - 국내기준과 국제기준과의 조화로 국내 제조사의 제품개발 비용절감 및 시간 단축 - UN-GTR 2단계 개정 활동에의 주도적 참여를 통해 수소연료전지자동차에 적합한 국제안전기준 개발에 활용 - 국토부의 「수소연료전지자동차 수소내압용기 안전 기준」 개정(안)에 활용 - 고압수소저장용 가스켓 및 라이너 소재의 안정성 평가를 위한 표준 시험편을 이용한 표준시험 방법 제정									
연구개발성과의 비공개여부 및 사유					해당없음									
연구개발성과의 등록·기탁 건수		논문	특허	보고서 원문	연구시설·장비	기술 요약 정보	소프트웨어	표준	생명자원		화학물	신품종		
									생명정보	생물자원		정보	실물	
		27	2	4	3		4							

연구시설·장비 종합정보시스템 등록 현황	구입 기관	연구시설·장비명		규격 (모델명)	수 량	구입 연월일	구입가격 (천원)	구입 처 (전화)	비고 (설치 장소)	ZEUS 등록번 호		
	표준연	수소 가스 환경 하 in-situ 표면물성 측정장비		TE 60	1	2021-05-26	431,732	영국	표준연	NFEC-20 21-06 -2711 55		
	표준연	수소가스 환경 하 O-ring 내구성 측정 시스템		O-ring 내구성 평가 시제품	1	2020-07-03	431,643	일본	표준연	NFEC-20 20-07 -2636 13		
	표준연	GC를 이용한 O-ring의 고압 수소 투과도 측정 시스템		고압 수소 투과 측정 시제품	1	2020-12-31	66,000	자체 개발	표준연	NFEC-20 21-02 -2679 93		
	표준연	재료 오염도 측정 시스템		7890B	1	2019-11-26	199,980	미국	표준연	NFEC-20 19-12 -2596 31		
국문핵심어 (5개 이내)	수소연료전지자동차		수소 재료 적합성		고장 유형		재료 특성 평가		누설률			
영문핵심어 (5개 이내)	Hydrogen fuel cell vehicle		Hydrogen material compatibility		Failure mode		Material characterization test		Leakage rate			

〈 목 차 〉

1. 연구 개발과제의 개요	1
1) 연구개발과제의 최종 목표	1
2) 연구개발과제의 년차별 목표	1
2. 연구개발과제의 수행 과정 및 수행내용	4
1) 고압 수소 환경 금속 소재 사용 적합성 평가	5
2) 고압 수소 환경 비금속 실링 소재 사용 적합성 평가 및 D/B 구축	42
3) 고압 수소 환경 금속/비금속 실링 소재 사용 적합성 코드 개발 및 국내 기준 제안	93
4) 수소용기 라이너의 안전 적합성 평가 및 평가 기준 개발	109
5) 안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	124
6) 소재 등급별 CHMC2 시험 프로세스 개발	149
7) 금속소재의 수소사용 적합성 스크리닝 간편시험법 및 기준안 개발	155
8) 금속재료의 물성변화 예측기술	168
3. 연구개발과제의 수행 결과 및 목표 달성 정도	185
1) 연구수행 결과	185
2) 최종목표 달성 수준	209
4. 목표 미달 시 원인분석(해당 시 작성)	212
1) 목표 미달 원인(사유) 자체분석 내용	212
2) 자체 보안활동	212
3) 연구개발 과정의 성실성	212
5. 연구개발성과 및 관련 분야에 대한 기여 정도	212
6. 연구개발성과의 관리 및 활용 계획	216
별첨자료(참고문헌 등)	217

1. 연구개발과제의 개요

1) 연구개발과제의 최종 목표

- 수소연료전지자동차의 안전한 민간보급을 위하여 On-Board 고압수소연료탱크 및 모듈에 적용되는 수소 가스 대면 금속/비금속 소재의 사용 적합성을 평가하기 위한 기술 개발
 - 수소 전기자동차용 내압 용기 및 부품 모듈부에 사용되는 금속/비금속 소재의 안전사용 적합성을 평가하는 기술 및 시험절차 개발
 - 고압 수소 저장용 금속/비금속 소재에 대한 사용적합성 평가를 위한 국내 기준/코드 개발 및 국제 코드 제안

2) 연구개발과제의 년차별 목표

(1) 연차별 연구개발 목표

개발 연차	참여 유형	기관명	개발 목표
1년차 (2019)	주관	표준연	- 수소연료전지자동차용 금속 소재의 저온, 고압 수소 환경 평가 기술 개발 - 비금속 실링 소재에 대한 물성 평가 절차서 개발
	공동	KGS	- 수소용기라이너의 시험 측정 비교 숙련도 평가 - 비금속 소재 시험 관련 해외 기준 및 연구 조사
		KIFLT	- 안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발 - EPDM/FKM 고무의 수소 정합성 시험을 위한 표준 배합 선정
	위탁	안동대	in-situ SP법을 이용한 금속 소재 수소취화 스크리닝 간편시험법 개발
		경희대	금속재료의 물성변화 예측 기술
2년차 (2020)	주관	표준연	- 수소연료전지자동차용 금속/비금속 소재의 물성 평가 및 DB 구축 - 비금속 소재에 대한 사용 적합성 평가 시스템 개발
	공동	KGS	수소용기 라이너의 안전적합성 평가 기준 개발을 위한 성능 평가 및 DB 구축
		KIFLT	- 안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발 - 라이너 소재의 수소 정합성 평가를 위한 표준 배합 선정
	위탁	안동대	고압 수소환경하 금속소재의 취화 스크리닝 간편시험법 적용을 위한 평가기술 검증
		경희대	수소환경 금속재료의 수치해석 기반 물성변화 예측기술 개발 (1)
3년차 (2021)	주관	표준연	수소전기차용 금속/비금속 소재의 사용 적합성 평가 기준 및 코드 개발
	공동	KGS	수소용기 라이너의 안전적합성 평가 및 평가 기준 개발
		KIFLT	- 안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발 - 소재 등급별 CHMC 2 시험 프로세스 개발
	위탁	안동대	고압 수소 환경하 금속소재의 취화 스크리닝 간편시험법 기준안 개발
		경희대	수소환경 금속재료의 수치해석 기반 물성변화 예측기술 개발 (2)

(2) 연차별 연구개발 성과 요약

구분	연구개발목표	핵심 연구개발성과 (연구개발성과물)	현재 국내·외 기술수준	연구개발 목표치	목표치 설정 근거	가중 치 (%)
1년차 (2019)	•금속 소재의 저온, 고압 수소 환경 평가 기술 개발	•금속 소재에 대한 역학 물성 평가 시스템 및 평가 기술 개발 •SUS316L 시료에 대한 인장 및 피로 특성 측정	•-40 ℃, 100 MPa 수소 환경 (미국) •상온, 질소 환경 평가 (국내)	•-40 ℃, 100 MPa 수소 환경 •저온, 수소 환경	•선진국 기술 수준 •선진국 기술 수준	
	•비금속 실링 소재에 대한 물성 평가 절차서 개발	•비금속 소재의 기계적 물성 시험 절차서 개발 •비금속 소재의 수소 투과도 측정 시험 절차서 개발 •비금속 소재의 물리적 특성 및 인장물성 시험 절차서 개발	•5 kN 이하 (미국) • 5×10^{-10} cm ² /Torr·s 이하 (일본) •5 kN 이하 (일본)	•5 kN 이하 • 5×10^{-10} cm ² /Torr·s 이하 •5 kN 이하	•선진국 기술 수준 •선진국 기술 수준 •선진국 기술 수준	
	•내부기관 간 비교 숙련도 평가	•내부기관 간 비교 숙련도 평가	-	•비금속 소재 1종	-	
	•수소용기 라이너 시험측정 비교숙련도	•KOLAS 비교 숙련도 시험 •내부기관 간 비교 숙련도 평가	- -	•비금속 소재 1종 •비금속 소재 1종	- -	
	•해외 기준 및 연구 조사	연구사례 및 해외 규격 비교	•질소 환경 평가	•해외 기준 및 연구 2건 이상	•미국, 일본 등 선진국 사례	
	•안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	•상업화된 Sealing 및 liner 소재의 물성 분석 •실링 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	•70MPa급 고압수소용 실링 소재 (일본) •70MPa급 고압수소용 실링 소재 (일본)	•비금속 소재 2종 •EPDM, FKM	•선진국 기술 수준 •수소전기차용 소재	
	•고압 수소환경 하 금속소재의 스크리닝을 위한 간편 시험법 확립	•인시츄 SP법을 사용한 수소취화 간편시험법 개발 및 스크리닝 적합성 평가기술 개발	•고압수소환경 하 취화거동의 간편 측정법 개발 : 국내외 니즈는 동등 수준	•고 압 수 소 하 취화 민감도 평가용 간편 시험법 확립:	•간편시험법의 확립을 적용 환경하 시험실시	
	•금속재료의 수소취성을 고려한 파손 모델 선정	•수소취성 소재의 파손 모델 및 물성 예측식	•해석 정밀도 5%	•해석 정밀도 20%	•초기 기술 확립	
	•금속소재 물성평가 및 DB 구축	•금속소재 사용적합성 평가를 위한 시험 절차서 개발 •금속 소재에 대한 UN-GTR13 주관 비교 숙련도 시험	•90 MPa H ₂ 이하 (미국) •SSRT, 피로시험	•90 MPa H ₂ 이하 •SSRT, 피로시험	•선진국 기술 수준 •선진국 기술 수준	
	•비금속소재 물성평가 및 DB 구축	•비금속소재 사용적합성 평가를 위한 측정시스템 개발 •비금속 실링소재 물성 평가 DB 구축	•90 MPa H ₂ 이하 (미국) •90 MPa H ₂ 이하 (미국)	•재료오염도, 내구성 평가, 동적 마모 장치 •EPDM	•선진국 기술 수준 •수소전기차용 소재	
2년차 (2020)	•수소용기 라이너소재의 물성 평가 및 DB 구축	•수소용기 라이너소재의 물성 평가 및 DB 구축	•90 MPa H ₂ 이하 (미국)	•PA6, PA11	•수소전기차용 소재	
	• 안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	•TPU 실링 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정 •PA6 라이너 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	•70MPa급 고압수소용 실링 소재 (일본) •70MPa급 고압수소용 라이너 소재 (일본)	•실링 소재 1종 (TPU) •라이너 소재 1종 (PA6)	•수소전기차용 소재 •수소전기차용 소재	
	• 고압 수소환경하	•고압, 저온 수소환경하	• 수소취화의 간	•수소취성민감	•간편시험법의 적용성	

	금속 소재의 취화 스크리닝 편시험법 적용을 위한 평가 기술 검증	에서 수소연료전지차용 금속소재의 취화 특성 데이터 분석: 수치해석 및 신뢰성 평가	편측정법:국내외 동등 수준	도 평가지수 (RRT)의 신뢰성 확보:	확보를 위한 수치해석, 다양한 적용 환경 하 시험실시	
	•수소환경 금속재료의 수치해석 기법 물성변화 예측기술 개발(1)	•수소취성 소재의 파손 모델 및 물성 예측식	•해석 정밀도 5%	•해석 정밀도 10%	•예측 기술 향상	
3년차 (2021)	•수소전기차용 금속 소재의 사용 적합성 평가 기준 및 코드 개발	•금속 소재 물성 평가 DB 구축 •금속소재 사용적합성 평가 기준안 개발	•90 MPa H ₂ 이하 (미국) -	•90 MPa H ₂ 이하 •국토부 고시 제안	•선진국 기술 수준 •수소전기차용 국내 기준	
	•수소전기차용 비금속 실링소재의 사용 적합성 평가 기준 및 코드 개발	•비금속 실링소재 물성 평가 DB 구축 •비금속 실링소재 사용적합성 평가 기준안 개발	•90 MPa H ₂ 이하 (미국) -	•FKM, TPU •국토부 고시 제안	•수소전기차용 소재 •수소전기차용 국내 기준	
	•수소용기 라이너의 안전적합성 평가 및 평가기준 개발	•수소용기 라이너소재의 수소환경 물성 변화 평가 •수소용기 라이너 소재 평가 기준안 개발	•90 MPa H ₂ 이하 (미국) -	•70MPa H ₂ •국토부 고시 제안	•고압 수소 환경 •수소전기차용 국내 기준	
	•안전사용 적합성 평가를 위한 소재 별 표준 시험편 개발	•PA11 라이너 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	•70MPa급 고압수소용 라이너 소재(일본)	•비금속 소재	•수소전기차용 소재	
	•소재 등급별 CHMC2 시험 프로세스 개발	•소재별 등급 분류 체계 구축 •수소 노출 후 고신뢰성 특성 변화 시험 방법 제시	•10 ppm 이하 •70 MPa H ₂ 이하	•10 ppm 이하 •70 MPa H ₂ 이하	•선진국 수준 •선진국 수준	
	•고압 수소 환경하 금속소재의 취화 스크리닝 간편시험법 기준안 개발	•고압, 저온 수소환경하에서 수소차용 금속소재의 취화 특성 데이터 분석 •간편시험법 적용 수소 취화(HE)민감도 등급 분류 기준안	•수소취화의 간편측정법:국내외 동등 수준	•수소취성민감도 신뢰성 평가 및 확보 : R R T (S P) vs. RRA(SSRT) 의 비교	•수소취성민감도 신뢰성 평가의 기준:RRA(SSRT)에 비교 검증	
	•수소환경 금속재료의 수치해석 기법 물성변화 예측기술 개발(2)	•수소취성 소재의 파손 모델 및 물성 예측식	•해석 정밀도 5%	•해석 정밀도 5%	•선진국 수준	

2. 연구개발과제의 수행 과정 및 수행 내용

연번	개발목표	주요 개발 내용	개발 연차
1	고압 수소 환경 금속 소재 사용 적합성 평가 및 D/B 구축	• 금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 시스템 개발	(1차년도)
		• 금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 노치 피로시험	(1차년도)
		• 금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 시험 절차서 개발	(2차년도)
		• UN-GTR 13 주관 국제 비교 숙련도 시험	(2차년도)
		• 금속 소재(STS)의 물성 평가 및 D/B 구축	(2차년도)
		• 금속 소재(AI)의 물성 평가 및 D/B 구축	(3차년도)
2	고압 수소 환경 비금속 실링 소재 사용 적합성 평가 및 D/B 구축	• 비금속 실링 소재 인장 물성 평가 및 D/B 구축	(1~3차년도)
		• 비금속 실링 소재 경도 물성 평가 및 D/B 구축	(1~3차년도)
		• 비금속 실링 소재 물리적 안정성 평가 및 D/B 구축	(1~3차년도)
		• 비금속 실링 소재 수소 투과도 평가 및 D/B 구축	(1~3차년도)
		• 비금속 소재 사용 적합성 평가 시스템 개발	(2차년도)
3	고압 수소 환경 금속/비금속 실링 소재 사용 적합성 코드 개발 및 국내 기준 제안	• 수소전기차 안전 기준 관련 국제 대응 활동	(1~3차년도)
		• 금속/비금속 소재 수소 사용 적합성 평가 코드 개발 및 국토부 고시 개정안 제안	(3차년도)
4	수소용기 라이너의 안전 적합성 평가 및 평가 기준 개발	• 비금속 소재 시험평가 관련 해외 사례 조사 및 실증시험 항목 설정	(1차년도)
		• 수소용기라이너의 안전적합성 평가 기준 개발을 위한 성능 평가	(2차년도)
		• 수소용기라이너의 안전적합성 평가 및 평가 기준 개발	(3차년도)
5	안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	• 상업화된 Sealing 및 liner 소재의 물성 분석	(1차년도)
		• EPDM 실링 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	(1차년도)
		• FKM 실링 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	(1차년도)
		• TPU 실링 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	(2차년도)
		• PA6 라이너 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	(2차년도)
		• PA11 라이너 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	(3차년도)
6	소재 등급별 CHMC2 시험 프로세스 개발	• 시험조건 설정을 위한 소재별 등급 분류 체계 구축	(3차년도)
		• 수소 노출 후의 고신뢰성 특성 변화 시험 방법 개발	(3차년도)
7	금속소재의 수소사용 적합성 스크리닝 간편시험법 및 기준안 개발	• 고압 수소환경하 금속소재의 스크리닝을 위한 간편 시험법 확립	(1차년도)
		• 고압 수소환경하 금속소재의 취화 스크리닝 간편시험법 적용을 위한 평가기술 검증	(2~3차년도)
8	금속재료의 물성변화 예측 기술	• 금속재료의 수소취성을 고려한 파손모델 선정	(1차년도)
		• 수소환경 금속재료의 수치해석 기반 물성변화 예측기술 개발 (1)	(2차년도)
		• 수소환경 금속재료의 수치해석 기반 물성변화 예측기술 개발 (2)	(3차년도)

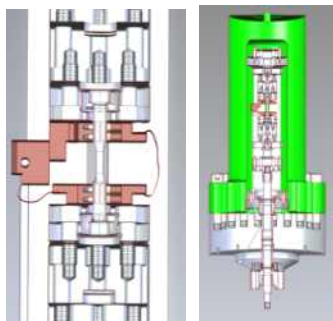
1) 고압 수소 환경 금속 소재 사용 적합성 평가

(1) 금속소재 사용 적합성 평가를 위한 시스템 개발

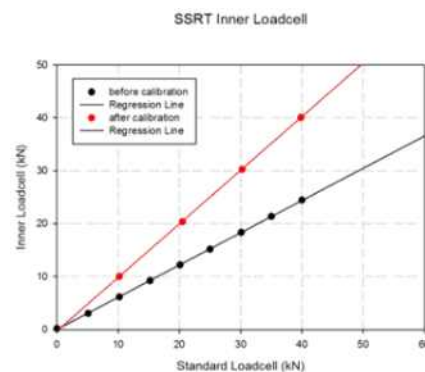
- 저온 고압 Autoclave 개발
- 저온 고압 Autoclave 개선
- 저온 고압 수소가스용 시험 시스템 개발

가. 저온 고압 Autoclave 개발 (2019년)

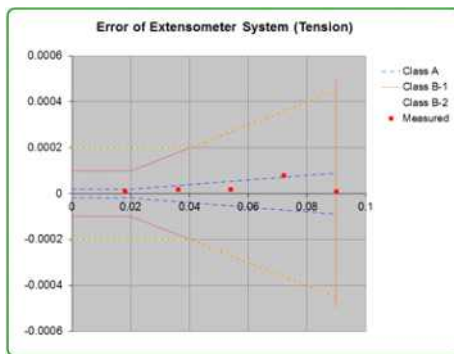
- UN GTR-13의 금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 SSRT 시험용 저온 고압 Autoclave 설계
 - 설계 최저 온도 : - 50 °C
 - 설계 최고 압력 : 100 MPa
 - 내부 하중계 : 50 kN
 - 외부 하중계 : 100 kN



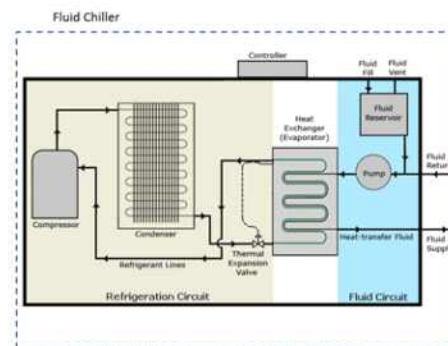
Autoclave



Inner loadcell calibration



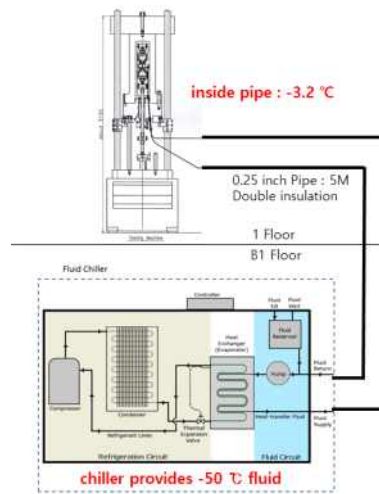
Extensometer calibration



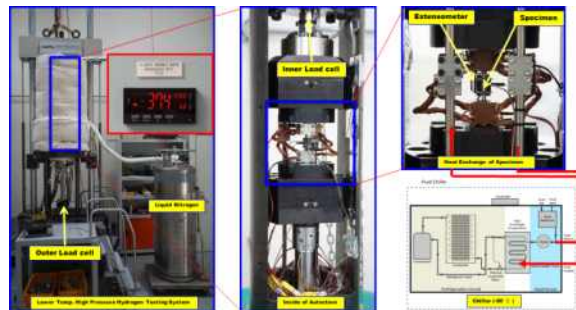
Chiller

[금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 SSRT 시험용 시스템]

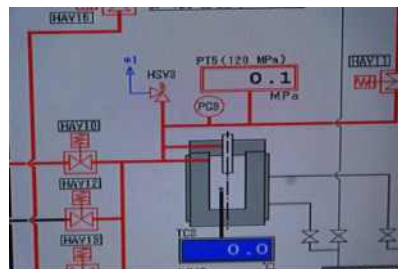
- 금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 SSRT 시험용 시스템 시운전
 - Chiller 설계 온도 : - 80 °C
 - Chiller 온도 - 50 °C로 SSRT 시험을 시도 하였으나 Autoclave 내부온도 -3.2 °C로 원하는 온도에 도달하지 못함.
 - Autoclave를 보온재로 열전달을 차단함.
 - Chiller 온도 - 80 °C로 SSRT 시험을 시도 하였으나 Autoclave 내부 최저온도 -37.4 °C로 원하는 온도에 도달하지 못함.
 - Autoclave 내부 온도 -37.4 °C에서 Autoclave의 실링 부위에서 수소가스의 누출로 87.5 MPa 수소압력이 0.5 MPa로 낮아짐.
 - Autoclave 내부 온도 -37.4 °C 수소압력 0.5 MPa에서 SSRT 시험 실시.
 - SUS 316 L 시험편에 대한 -37 °C 수소가스 환경하에서의 SSRT 시험 결과
- 참고문헌*에서의 RRA-시험온도 그래프상에 투영한 결과 유사한 결과를 구할 수 있음.
- * (참고문헌 : Fukuyama et al, J. Japan Inst. Met. 67 (2003) 456-459)
- Autoclave 내부 온도 -37.4 °C에서 Autoclave의 실링 부위에서 수소가스의 누출로 실링 보완이 필요함.



[금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 SSRT 시험용 시스템 시운전]



[금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 SSRT 시험용 시스템 시운전]

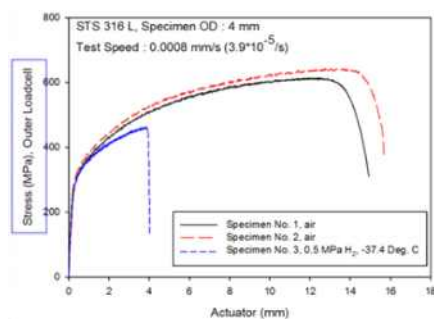


수소가스누출로 압력 저하



누출 수소가스 탐지

[SSRT 시험 시스템의 수소가스 누출 탐지]



저온 수소가스 환경하 SSRT 시험

Specimen OD : 4 mm

Specimen No.	Test condition	Test speed mm/s	Elongation	RA
01	Air, RT	0.004	56.6	88.3
02	Air, RT	0.004	60.1	82.4
03	0.1 MPa, H ₂ gas -37.4 °C (236 K)	0.0008 (5x10 ⁻⁵ /s)	16.2	29.5

RRA : 0.34 (236 K) ●

Specimen OD : 6 mm

RRA : 0.62 (300 K) ●

*RRA = RA_{H2} / RA_{air}

저온 SSRT 시험결과와 검증

[금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 저온 SSRT 시험 결과]

나. 저온 고압 Autoclave 개선 (2020년)

- UN GTR-13의 금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 SSRT 시험용 저온 고압 Autoclave 변경
 - 설계 최저 온도 : - 50 °C
 - 설계 최고 압력 : 100 MPa
 - 내부 하중계 : 50 kN
 - 외부 하중계 : 100 kN
- 기존 고압 수소가스용 Autoclave를 개조하고 액체 질소를 이용하여 온도 제어를 하고 저온 실링소재로 수소가스 누출 차단
 - 수소 환경에서 인장 강도가 감소하는 것을 확인함.
 - 저온용 O-ring 교체 후 고압 수소 가스 환경을 구현
 - 1세대 시험장비를 활용하기로 결정하고 Autoclave를 모두 교체하고 액체 질소로 전체 시스템을 냉각하기로 결정함. 1세대 시험기의 O-ring을 저온용 O-ring을 교체하고 시스템을 점검함.
 - 액화 질소를 이용하여 - 40 °C 환경을 구현하기 위하여 솔 밸브를 이용한 온도 자동 제어 시스템을 개발하여 부착함.
 - 온도를 교정하기 위하여 Autoclave에서 직접 측정한 온도와 컨트롤 룸에서 측정한 온도 차이를 확인한 결과(케이블 길이에 따른 온도 낙하) 2 °C 차이가 났음. (Autoclave에서 직접 측정한 온도 : 컨트롤 룸 제어장치 온도 = -39.2 °C vs -37.1 °C)



[SSRT 시험 시스템의 저온용 O-ring 교체]



[SSRT 시험 시스템 개조]

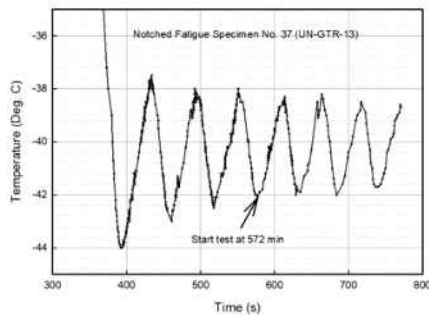


✓ 실험기측 온도 : - 39.1 ℃

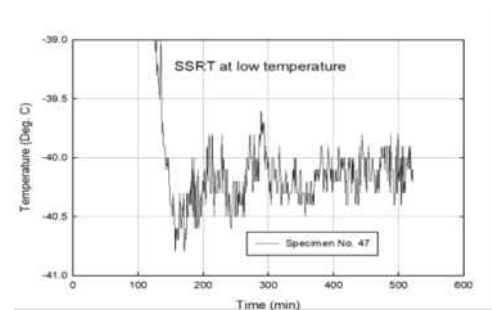
✓ 제어기측 온도 : - 37.1 ℃

[SSRT 시험 온도 교정을 위한 비교 측정 결과]

- 온도 제어를 위한 PID 값 조정
- 수소실험온도 -40 ℃를 위하여 제어기의 온도를 -38 ℃로 설정.
- 온도 제어 시스템의 PID 제어를 확인하기 위해 온도 제어 파형을 분석한 결과 실험 규격 범위($\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$) 이내 인 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 로 제어 되는 것을 확인함.
- 온도 제어 시스템의 PID 값을 자동으로 설정후 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 로 제어 되는 것을 확인함.
- 시험편 47번의 시험온도가 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 로 제어 되는 것을 확인함.

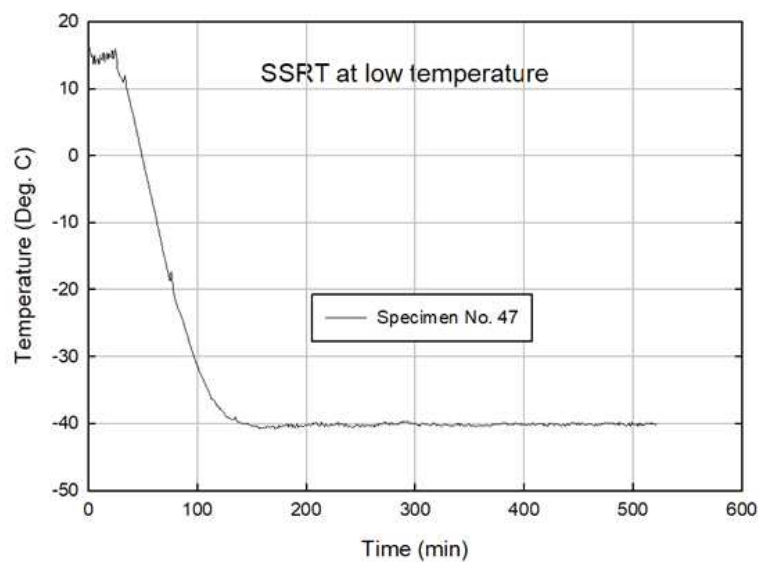


(PID 제어 전, $\pm 2^{\circ}\text{C}$)



(PID 제어 후, $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$)

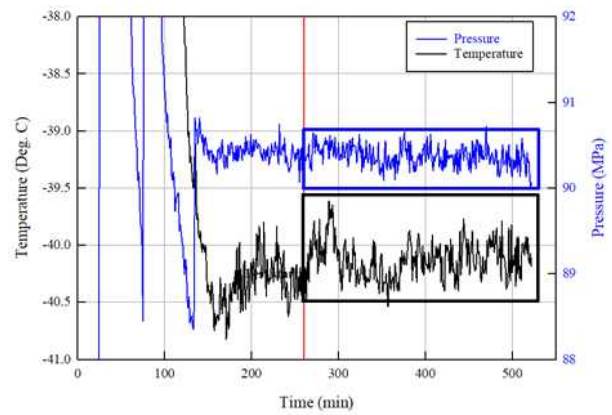
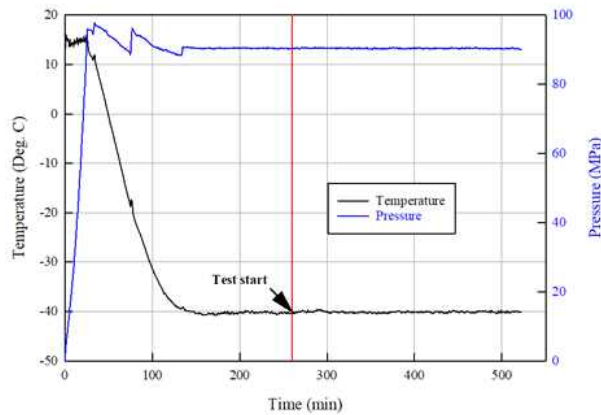
[SSRT 시스템의 Autoclave 내부 온도 제어]



[시험편 47번 Autoclave 내부 온도 제어]

다. 저온 고압 수소가스용 시험 시스템 개발 (2019년)

- 기존 고압 수소가스용 Autoclave의 저온 환경에서의 가스 누출 여부 확인
- 저온용 O-ring 교체로 실험온도 90 MPa 유지하는 것을 확인함.
- Autoclave 내부 - 40 °C 온도에서 수소가스 압력 90 MPa 유지 확인



[Autoclave 내부 - 40 °C 온도에서 수소가스 압력 87.5 MPa 유지 확인]

(2) 금속소재 사용 적합성 평가를 위한 노치 피로시험 시스템

- 고압 수소가스 환경하에서의 노치 피로시험
- 저온 고압 수소가스 환경하에서의 노치 피로시험

가. 고압 수소가스 환경하에서의 노치 피로시험(2019년)

- 시험기 강성에 따른 노치피로시험 데이터 검증
- 대기 환경하에서 표준시험기와 수소시험기를 이용하고 하중비 $R=0.1$, 최대하중/최소하중 4.53/0.453 kN, 노치피로시험실시 결과 파단 반복수가 유사함을 알 수 있다.

[하중비 $R=0.1$, 최대하중/최소하중 4.53/0.453 kN 대기환경하에서 노치 피로시험 결과]

시험편 번호	실험 환경(RT)	Force	파단 사이클	시험기 종류
6	air	4.53/0.453	16,296	표준 시험기
2	air	4.53/0.453	14,464	수소 시험기

- 대기 환경하에서 표준시험기와 수소시험기를 이용하고 하중비 $R=0.1$, 최대하중/최소하중 5.58/0.558 kN, 노치피로시험실시 결과 파단 반복수가 유사함을 알 수 있다.

[하중비 $R=0.1$, 최대하중/최소하중 5.58/0.558 kN 대기환경하에서 노치 피로시험 결과]

시험편 번호	실험 환경(RT)	Force	파단 사이클	시험기 종류
3	air	5.58/0.558	6,878	표준 시험기
4	air	5.58/0.558	6,426	표준 시험기
5	air	5.58/0.558	6,934	수소 시험기

- 수소가스 환경하에서 10 MPa, 87.5 MPa 압력과 같이 다른압력하에서 하중비 $R=0.1$, 최대하중/최소하중 4.53/0.453 kN, 노치피로시험실시 결과 파단 반복수가 유사함을 알 수 있다.

[하중비 $R=0.1$, 최대하중/최소하중 4.53/0.453 kN 수소가스 환경하에서 노치 피로시험 결과]

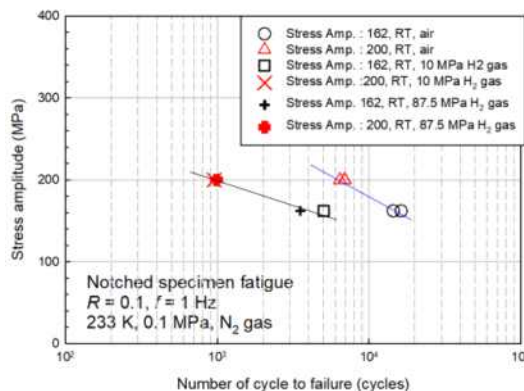
시험편 번호	실험 환경(RT)	Force	파단 사이클	시험기 종류
7	10 MPa H ₂ gas	4.53/0.453	5,010	수소 시험기
8	87.5 MPa H ₂ gas	4.53/0.453	3,528	수소 시험기

- 수소가스 환경하에서 10 MPa, 87.5 MPa 압력과 같이 다른압력하에서 하중비 $R=0.1$, 최대하중/최소하중 5.58/0.558 kN, 노치피로시험실시 결과 파단 반복수가 유사함을 알 수 있다.

[하중비 $R=0.1$, 대기환경하에서 노치 피로시험 결과]

시험편 번호	실험 환경(RT)	Force	파단 사이클	시험기 종류
10	10 MPa H ₂ gas	5.58/0.558	951	수소 시험기
9	87.5 MPa H ₂ gas	5.58/0.558	988	수소 시험기

- 상온 고압 수소가스 환경용 시험기의 피로시험 성능을 확인한 결과 그림과 같이 잘 일치함을 알 수 있었다.



[노치피로시험 성능 비교 측정 결과]

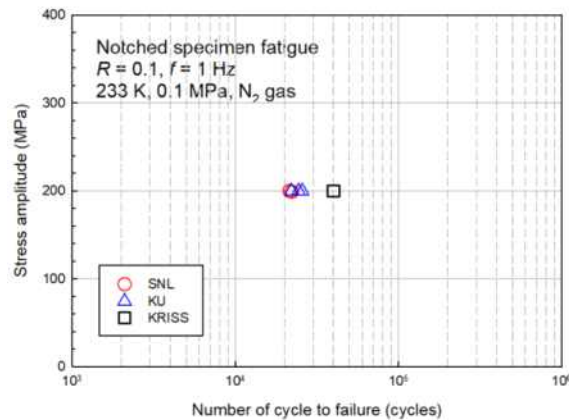
나. 저온 고압 수소가스 환경하에서의 노치 피로시험

- 저온 환경에서의 시험 결과 신뢰성 검증을 위한 비교 시험
- 저온 고압 환경하에서 피로시험의 성능을 확인하기 위해 RRT 시험편을 이용하여 - 40 ℃, 1 MPa N₂ 가스 환경하에서 비교 실험을 실시하였다.
- 수소가스 환경하에서 10 MPa, 87.5 MPa 압력과 같이 다른압력하에서 하중비 R=0.1, 최대하중/최소하중 5.58/0.558 kN, 노치피로시험실시 결과 파단 반복수가 유사함을 알 수 있다.

[저온 환경하 피로시험기 성능 비교 측정 결과]

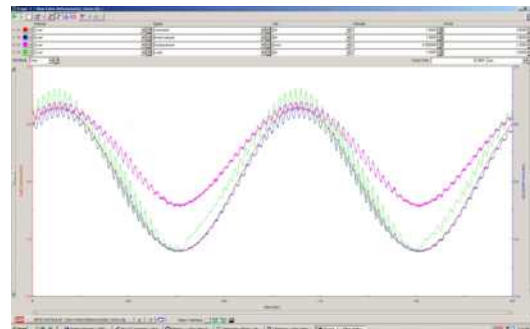
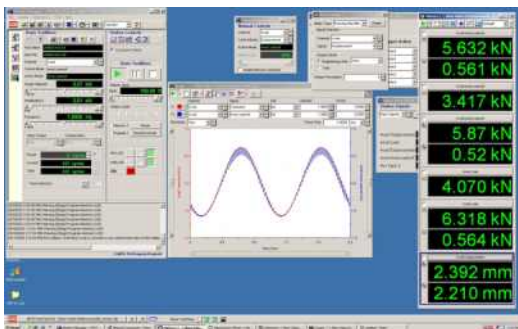
시험기관	실험 환경	Stress Amp. (MPa)	파단 사이클
SNL	233 K, 0.1 MPa N ₂	200	21,829
KU	233 K, 0.1 MPa N ₂	200	24,033
KRISS	233 K, 1.0 MPa N ₂	200	39,979

- SNL, 큐슈 대학 실험 결과와 큰 차이를 보였다.



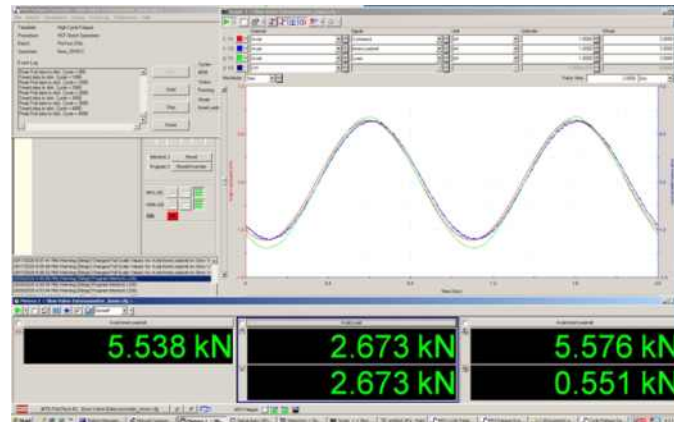
[저온 환경하 노치피로시험 성능 비교 측정 결과]

- 원인분석결과 저온 환경하에서 시험기의 특성 변화로 아래 그림과 같이 제어에 문제가 발생하였다. 즉 명령하는 파형을 피드백하여 찾아 가는 과정에서 과도한 제어로 오히려 이상 파형으로 하중을 전달하고 있었다.



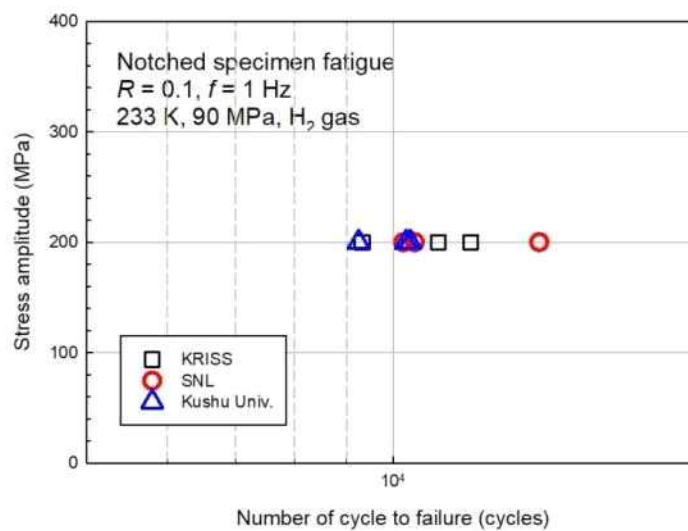
[저온 수소환경하에서의 피로시험 제어화면(PID 제어 튜닝 전)]

- 저온 고압 환경하에서 시험기의 이상 파형으로 교정하기 위하여 PID 제어값을 변경하는 튜닝 작업을 통해서 정상 파형으로 장비를 교정하였다. 아래 그림은 조정 후 90 MPa, -40 °C 수소 가스 환경 하에서의 피로시험 제어 화면이다.



[저온 수소환경하에서의 피로시험 제어화면(PID 제어 튜닝 후)]

- PID 튜닝후 시험결과 표준연의 노치피로시험 결과가 타 기관의 결과와 잘 일치함을 확인하였다.



[저온 수소환경하에서의 피로시험 제어화면(PID 제어 튜닝 후)]

(3) 금속소재 사용 적합성 평가를 위한 시험 절차서 개발

- 고압 수소가스 환경하에서 금속의 저속 변형을 인장 특성 시험 절차서
- 시험가스 순도를 유지하기 위한 시험가스 분석 및 퍼지 순서 개발
- 시험속도
- 고압 수소가스 환경하에서 금속의 저속 변형을 인장 특성 시험 절차서 개발

가. 고압 수소가스 환경하에서 금속의 저속 변형을 인장 특성 시험 절차서

- 적용범위
 - 본 시험 절차서는 고압 수소가스 환경하에서 금속의 저속 변형을 인장 특성 시험에 적용한다. 측정량은 인장강도(tensile strength), 단면수축율(reduction in area), 연신율(elongation) 등이다.
- 인용표준
 - ISO/IEC 17025, 2017, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (KS Q ISO/IEC 17025, 2017, 시험 및 교정 기관의 적격성에 대한 일반 요구사항).
 - KRISS/SP-2010-105, KRISS Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (KRISS 측정불확도 표현 지침), 2011.
 - ISO/IEC Guide 98-3, Guide to the expression of uncertainty in measurement (측정불확도 표현 지침), 2008.
 - KRISS-SP-2008-022, International Vocabulary of Metrology - Basic and General Concepts and Associated Terms (국제 측정학 용어집 - 기본 및 일반 개념과 관련 용어), 2008.
 - ISO 6892-1:2009 Metallic materials - Tensile testing - Part 1: Method of test at room temperature.
 - ASTM E8/E8M-09 Standard test methods for tension testing of metallic materials.
 - ASTM G142-98 Standard test method for determination of susceptibility of metals to embrittlement in hydrogen containing environments at high pressure, high temperature, or both.
 - ASTM E1012-12e1 Standard Practice for Verification of Test Frame and Specimen Alignment Under Tensile and Compressive Axial Force Application.
 - CWA 15261-2:2005 Measurement uncertainties in mechanical tests on metallic materials - Part 2: The evaluation of uncertainties in tensile testing.
 - CGA G-5.3:2011 Commodity Specification for Hydrogen, Fifth Edition.
 - CSA CHMC1:2014 Test method for evaluating material compatibility for compressed hydrogen applications-Metals.
 - T-01-054-2011 상온 인장 특성 측정 표준 절차.
 - ISO 7500-1:2018 Metallic materials - Calibration and verification of static uniaxial testing machines - Part 1: Tension/compression testing machines - Calibration and verification of the force-measuring system.
 - ISO 377:2017 Steel and steel products - Location and preparation of samples and test pieces for mechanical testing.
- 수소가스 순도
 - ISO/IEC 1 시험기의 챔버를 채우기 위해 사용된 수소가스의 순도는 99.999 % 이상이어야 하며, 나머지 불순물의 함량은 Table 1 또는 그보다 낮아야 한다.
 - 수소 가스 혼합물의 경우, 시험에 사용된 가스의 조성은 산소와 수분이 최소 규정 값에 가깝거나 낮아야 한다는 것을 제외하고는 사용 환경의 가스와 동일한 규격을 만족해야 한다. 산소 함량을 명시하지 않은 가스 혼합물은 산소가 2 ppm 미만이어야 한다.

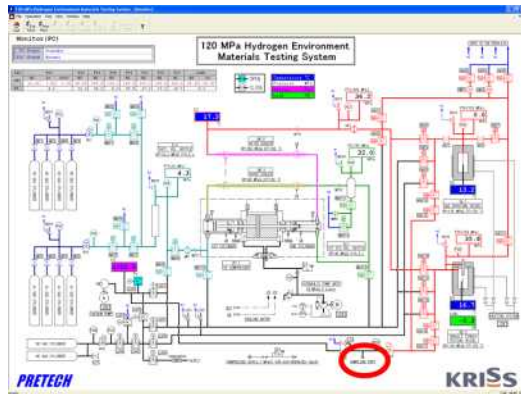
[Purity requirements for CGA G-5.3 grade L.(ppm v/v)]

Gas species	CO ₂ +CO	N ₂	O ₂	Total hydrocarbon content(as methane)	Water
Limiting value	2	2	1	1	3.5

- 퍼지 절차
- 수소 공급과 시험 챔버 사이의 모든 가스 분배 매니폴드는 잔류 공기 또는 잔류 가스를 기계적 시험을 수행하기 전에 제거되어야 한다.
- 퍼지 절차는 시험 시스템에 따라 다르지만, 기계적 시험 시 수소가스의 순도는 원료 가스의 순도와 동일하다고 가정해서는 안되며 반드시 시험 전 또는 시험 후 챔버 내부의 가스를 분석하여 결정한다. 분석된 샘플 가스는 최대 2 ppm 이하 O_2 와 10 ppm 이하 H_2O 함유를 허용한다.

나. 시험가스 순도를 유지하기 위한 시험가스 분석 및 퍼지 순서 개발

- 시험 가스 분석
- 시험 가스의 분석을 위해서 아래 그림에서 보는 바와 같이 시험 시스템에 on line 분석기를 장착하였다.
- 산소, 수분 분석기
- 가스 분석기
- 표준 가스를 이용한 가스 분석기 교정



[저온 수소환경하에서의 피로시험 제어화면(PID 제어 튜닝 후)]



(O_2 분석 장치, DF-370 E)



(H_2O 분석장치, HALO 3)

[시험가스내 불순물 분석 장치]



[가스 성분 분석기(AGC Series 100 DID GC)]

표준물질 인증서 CERTIFICATE OF REFERENCE MATERIAL

- 표준물질 품명_CRM Description: CO, CH₄, CO₂, H₂, O₂, N₂ in He · 규격_Specification: 10 L, 7.0 MPa
- 표준물질 고유번호_CRM No.: 112-01-018 · 일련번호_Serial No.: D-253987
- 생산기관_Producer: 한국표준과학연구원, 대전시 유성구 가성로 267번지
- (외뢰기관 Applicant): KRISS 박은봉
- 인증내용_Description of Certification:
 - 용도_Intended Use: 공정관리용
 - 사용방법 및 주의사항_Instructions and Notices:
 - 인증방법_Methods of Certification: R-112-001-2002 일차 교정용 혼합가스의 인증일자 - 종량법
 - 일차 교정용 혼합가스 실린더는 D-253987 (CO 5.130, CH₄ 5.075, CO₂ 5.096, H₂ 5.180, O₂ 5.012, N₂ 4.963 μmol/mol in He)을 사용했고, 비교분석은 GC/TCD 를 이용함.
 - 인증값 및 측정불확도_Certified Values and Measurement Uncertainty:

Component	Value (μmol/mol)
CO	5.21
CH ₄	5.16
CO ₂	5.18
H ₂	5.27
O ₂	5.10
N ₂	5.05
He	Balance

상대확장불확도 5 % (신뢰의 수준 : 약 95 %, k = 2)

- 측정소급성_Metrological Traceability: 종량법으로 제조한 실린더와 비교분석하였음.
- 안정성_Stability: 유효기간 동안 안정함
- 균질도_Homogeneity: 균질하게 혼합하였음.
- 인증되지 않은 참고용 값 및 기타정보_Additional Information:
 - 안전정보_Safety Information: 고압가스 취급주의 및 밀봉에 주의를 주는 농도 범위이므로 관련 MSDS를 확인하고 사용하길 바람.

인증일자_Date of Certification: 2015. 7. 22

유효기간_Valid until: 2016. 7. 21

담당자_Certified by: 김광섭
042-868-5359
hmkim@kriiss.re.kr

책임자_Approved by: 이경숙
042-868-5706
leejs@kriiss.re.kr

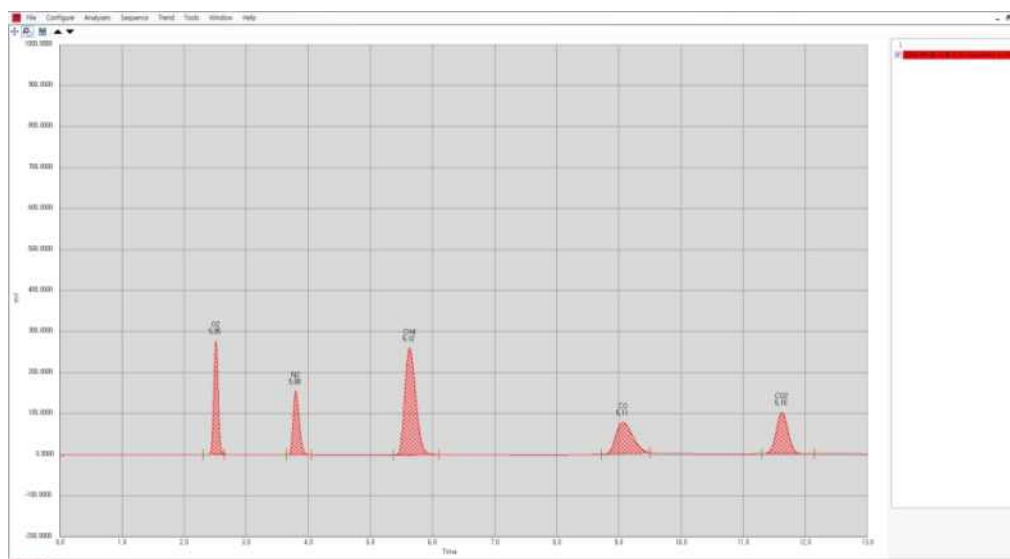
위 표준물질은 국가표준법 제 13조 규정에 따라 국가측정표준에 소급성이 확보된 인증표준물질임을 확인 합니다.
(We acknowledge that the above CRM is certified such that it is traceable to the national measurement standards being held and operated by the Korea Research Institute of Standards and Science in accordance with the provision of Article 13 of the Framework Act on the National Standards.)

2015년 7월 22일

국가측정표준대표기관 National Metrology Institute
한국표준과학연구원장

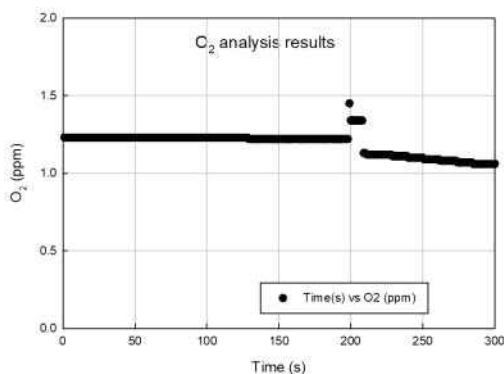
이 인증서는 한국표준과학연구원 승인 없이 수정 또는 부분 재발행하여 사용될 수 없음. (This certificate shall not be reproduced except in full without the written approval of KRISS.)

[가스 성분 분석기 교정용 표준가스 성적서]

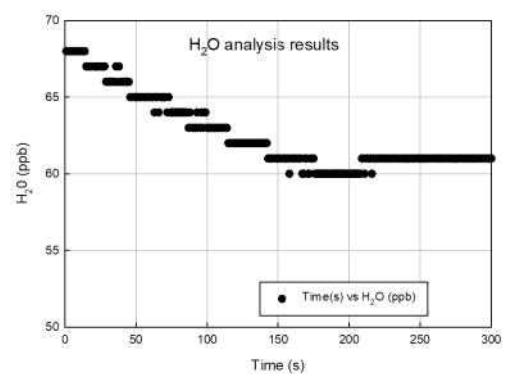


[표준가스를 이용한 가스 성분 분석기 교정]

- 시험용 Autoclave 내부에 고압가스 퍼지 절차
 - 1) Autoclave 내에 시험편을 장착한다.
 - 2) Autoclave 커버 닫음
 - 3) 진공 펌프 이용 Autoclave 내부를 0.5 torr 이하로 진공 유지
 - 4) Ar 가스 10 MPa 압축
 - 5) Ar 가스 배출
 - 6) 3번에서 5번을 3회 반복
 - 7) 진공 펌프 이용 Autoclave 내부를 0.5 torr 이하로 진공 유지
 - 8) He 가스 10 MPa 압축
 - 9) He 가스 배출
 - 10) 7번에서 9번을 3회 반복
 - 11) 진공 펌프 이용 Autoclave 내부를 0.5 torr 이하로 진공 유지
 - 12) 시험용 수소 가스 10 MPa 압축
 - 13) 시험용 수소 가스 배출
 - 14) 11번에서 13번을 3회 반복
 - 15) 수소 가스를 원하는 압력(87.5 MPa)으로 압축
 - 16) 실험 가스에 포함된 수분(H₂O), 산소 농도를 분석하여 실험 요구 순도를 확인한다.
 - 17) 압력 상태를 관찰하면서 30분 이상 유지
 - 18) 재료 시험기를 이용하여 규격에 따라 역학 특성 측정 수행
 - 19) 시험이 끝나면 시험용 가스 방출
 - 20) 진공 펌프 이용 Autoclave 내부를 0.5 torr 이하로 진공 유지
 - 21) 질소 가스로 Autoclave 내부를 채운다.
 - 22) 질소 가스 외부로 방출
 - 23) Autoclave 열고 시험편 수거
- 고압가스 퍼지 절차후 수분, 산소 분석 결과
 - 퍼지 후 산소 분석 결과 1.5 ppm 이하로서 2 ppm 이하인 조건을 만족함
 - 퍼지 후 수분 분석 결과 0.7 ppm 이하로서 10 ppm 이하인 조건을 만족함



(O₂ 분석 장치, DF-370 E)

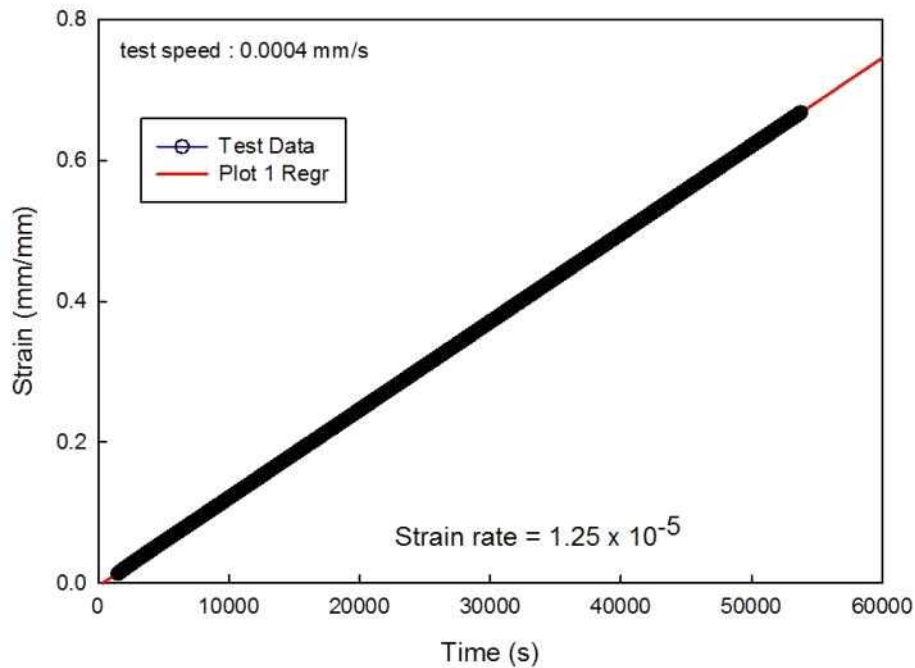


(H₂O 분석장치, HALO 3)

[시험가스내 불순물 분석 결과]

다. 시험속도

- SSRT는 수소의 영향으로 인한 수소취성을 측정하기 위한 시험 방법으로 시험 속도를 제한 하고 있다.
- 시험 속도란 시험편 평행부에서의 변형률 속도이며, 시험 중간에 속도 변화가 없는 단일 속도로 한다. 시험은 변위 제어로 실시하되, 항복 강도와 최대 인장강도 사이에서 공칭 변형률이 1×10^{-5} mm/mm/s의 속도로 시험하며, 이 공칭 변형률의 2 배까지 허용한다.
- 응력-변형을 곡선에서 소성부분의 변형률 속도가 1×10^{-5} mm/mm/s 되도록 0.0004 mm/s 변위제어 속도를 확인함.



[변형률 속도가 기준을 만족하는 변위제어 속도 확인]

라. 고압 수소가스 환경하에서 금속의 저속 변형률 인장 특성 시험 절차서 개발

T-01-072

고압 수소가스 환경하에서
금속의 저속 변형률 인장 특성 시험 절차서
- Test procedure for slow strain rate tensile properties of
metallic materials under high-pressure hydrogen gas
environments -

KRISS 한국표준과학연구원
Korea Research Institute of Standards and Science

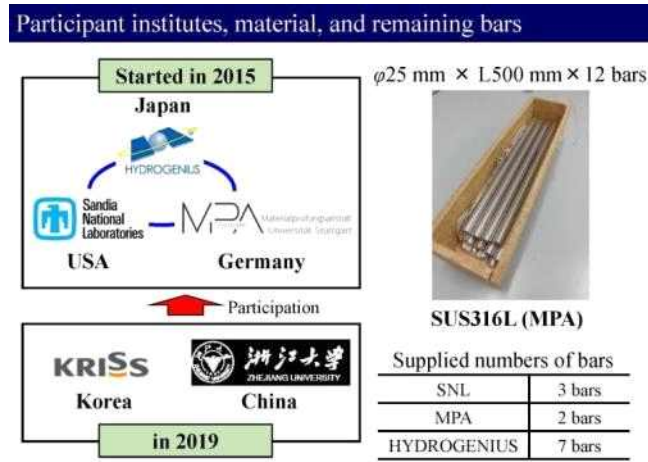
[고압 수소가스 환경하에서 금속의 저속 변형률 인장 특성 시험 절차서 표지]

(4) 금속 소재에 대한 UN-GTR 13 주관 비교 숙련도 시험

- 인장 특성 RRT 시험 개요
- 한국표준과학연구원 RRT 참가 결과

가. RRT 시험 개요

- RRT 참가 기관
- RRT에 참가한 기관은 미국 SNL, 일본 큐슈대학교, 독일 MPA Stuttgart(2015년 시작), 한국 KRISS, 중국 Zhejiang대학교



[RRT에 참가한 기관]

- RRT 시험에 사용된 시료
- RRT 시험편에 사용된 시료는 아래 그림과 같다.

Chemical composition and mechanical properties

Chemical composition (mass%)

Heat	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N
MPA	0.019	0.49	1.41	0.029	0.024	12.19	17.13	2.05	—
Requirement ¹⁾	≤0.03	≤1.00	≤2.00	≤0.045	≤0.030	12.00~15.00	16.00~18.00	2.00~3.00	—

1) JIS G 4303 (1981), "Stainless steel bars"

$$Ni_{eq} = Ni + 12.6C + 0.35Si + 1.05Mn + 0.65Cr + 0.98Mo = 27.2 \text{ mass\%}$$

Mechanical properties

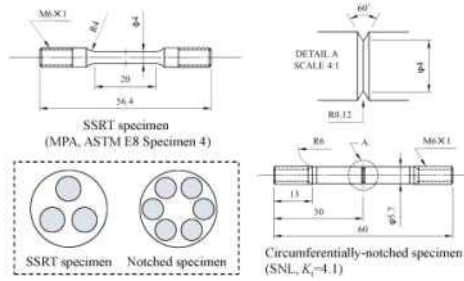
Heat	$\sigma_{0.2}$ [MPa]	σ_B [MPa]	Elongation [%]	RA [%]	HBW
MPA	245	551	60	78	141
Requirement ¹⁾	≥175	≥480	≥40	≥60	≤167

1) JIS G 4303 (1981), "Stainless steel bars"

[RRT에 참가한 기관]

- RRT 시험편
- SSRT 시험편 및 Notched fatigue 시험편의 도면은 아래 그림과 같다.

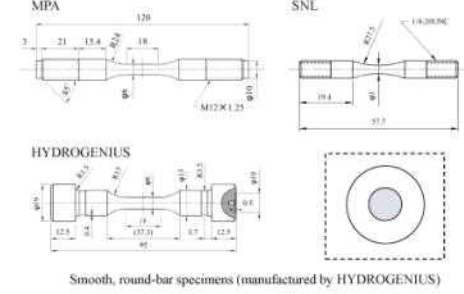
Specimen geometries (SSRT and notched specimens)



(SSRT, Notched fatigue 시험편 도면)

[RRT 시험편 도면]

Specimen geometries (smooth, round-bar specimens)



Smooth, round-bar specimens (manufactured by HYDROGENIUS)

(Smooth fatigue 시험편의 도면)

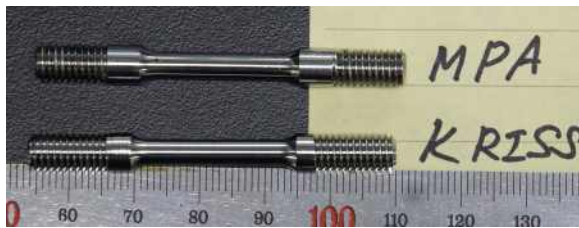
- SSRT 시험편 및 Notched fatigue 시험편의 사진은 아래 그림과 같다.



(SSRT 시험편 사진)



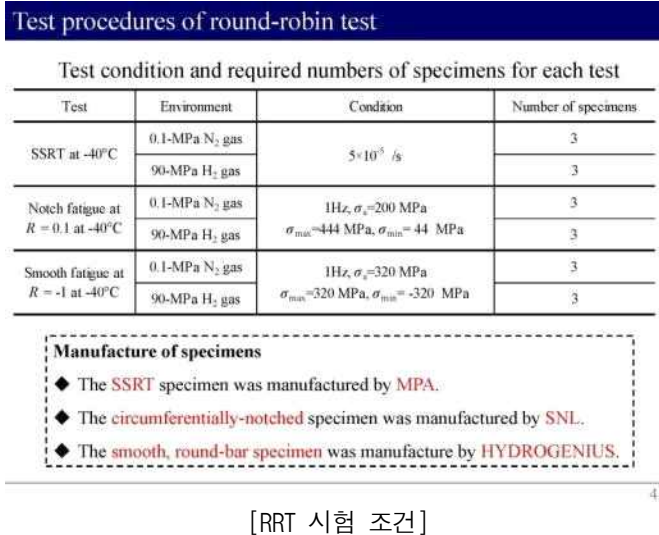
(Smooth fatigue 시험편 사진)



[RRT 시험편 사진]

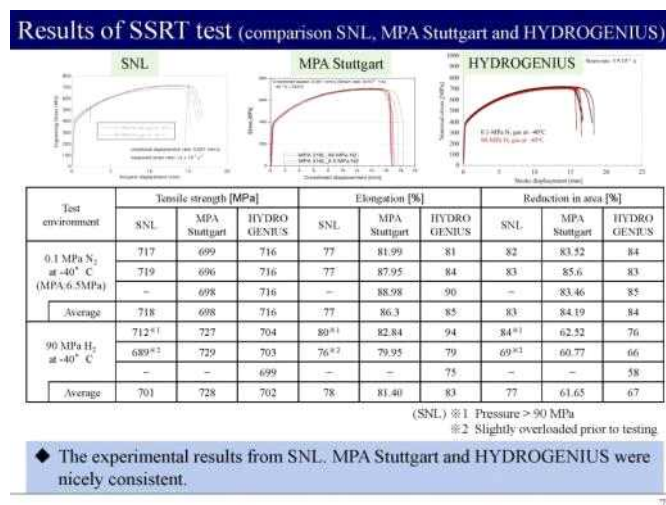


- RRT 시험 조건
- RRT 시험을 위한 프로토콜은 아래 그림과 같다.



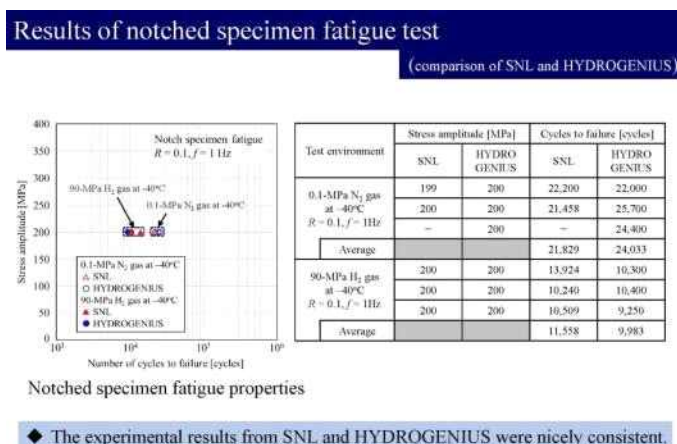
[RRT 시험 조건]

- 2015년 시작한 3개 기관의 RRT 시험 결과
- 미국 SNL, 일본 큐슈대학교, 독일 MPA Stuttgart의 SSRT 시험 결과는 아래 그림과 같다.



[미국 SNL, 일본 큐슈대학교, 독일 MPA Stuttgart의 SSRT 시험 결과]

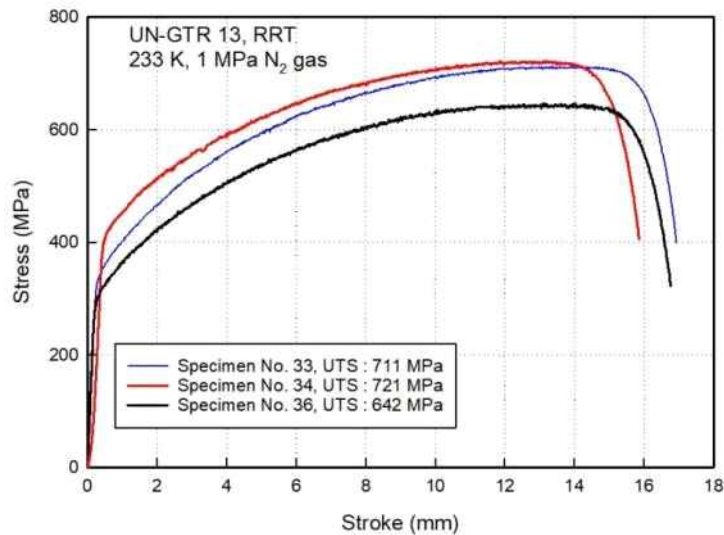
- 미국 SNL, 일본 큐슈대학교, 독일 MPA Stuttgart의 Notched fatigue 시험 결과는 아래 그림과 같다.



[미국 SNL, 일본 큐슈대학교, 독일 MPA Stuttgart의 Notched fatigue 시험 결과]

나. 한국표준과학연구원 RRT 참가 결과

- SSRT 시험
- MPA Stuttgart 에서 제공 받은 시험편을 이용한 SSRT 시험 결과
- -40 °C SSRT 시험 결과 인장강도 값이 큰 차이를 보임.
- MPA Stuttgart로부터 시험편 가공 경위를 확인한 결과 2015년도에 가공한 시험편과 다르다는 사실을 확인함
- 큐슈대학으로부터 제공 받은 원소재를 이용해서 국내에서 시험편을 가공함.



[독일 MPA Stuttgart 제공 시험편을 이용한 -40 °C SSRT 시험 결과]

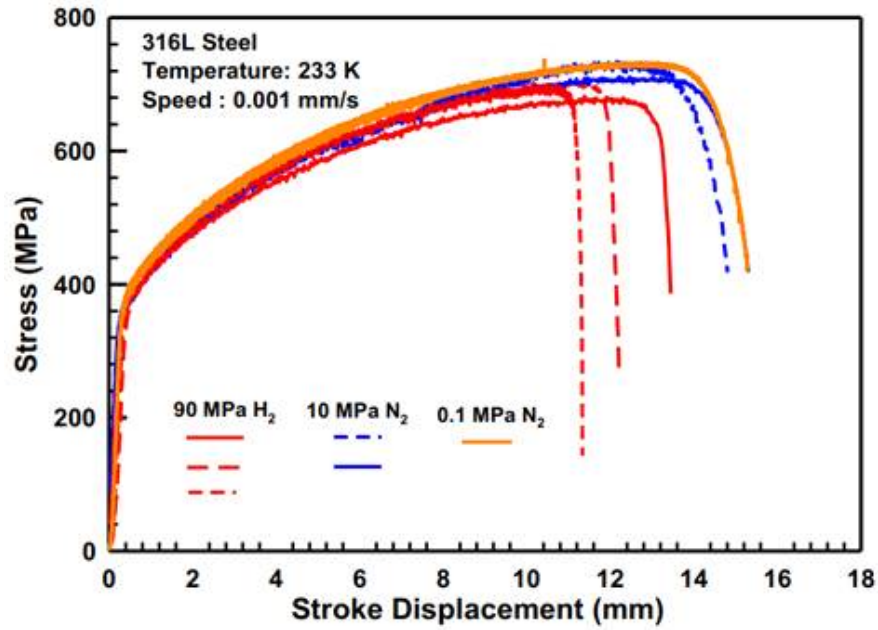
- KRISS에서 가공한 시험편의 SSRT 시험을 정리하면 아래 표에 정리하였다.

Test Cond.		Tensile strength (MPa)	EL (%)	RA (%)
0.1 MPa, N ₂ , - 40° C	1*	730	65.3	80.2
	2*	711	69.4	81.7
	3	730	68.9	81.3
	Aver.	721 ± 13	67.4 ± 2.9	81.0 ± 1.1
90 MPa, H ₂ , - 40° C	1	702	55.5	50.2
	2	698	46.4	49.1
	3	680	61.2	54.4
	Aver.	693 ± 12	54.0 ± 7	51.0 ± 3

The results from other laboratories : SNL (Lab-1), HYDROGENEOUS (Lab-2), MPA (Lab-3)

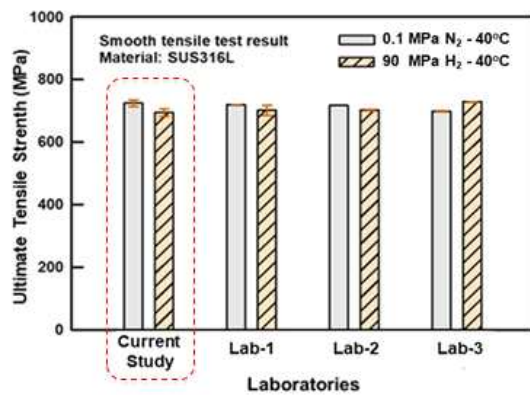
[KRISS에서 가공한 시험편의 SSRT 시험 결과]

- KRISS에서 가공한 시험편의 SSRT 시험 결과

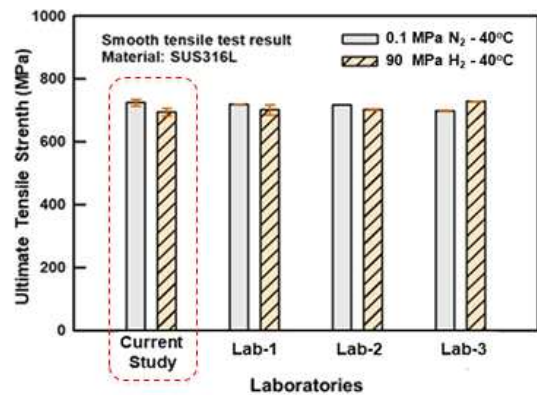


[KRISS에서 가공한 시험편을 이용한 -40 °C SSRT 시험 결과]

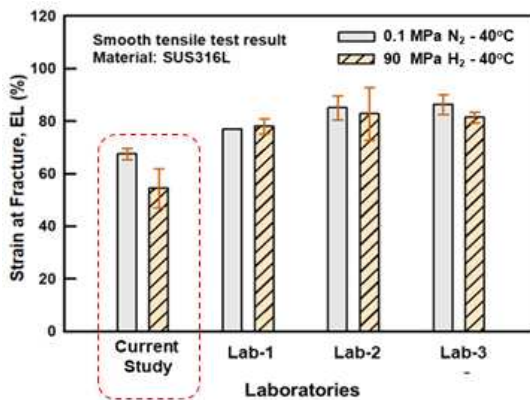
- 4개 실험실에서 SSRT 시험한 결과를 비교하였다.



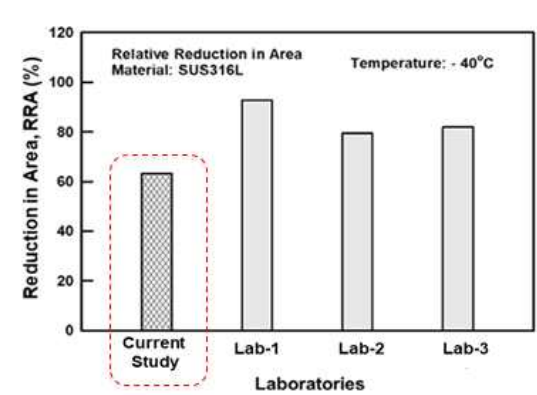
<Tensile strength comparison>



<RA comparison>



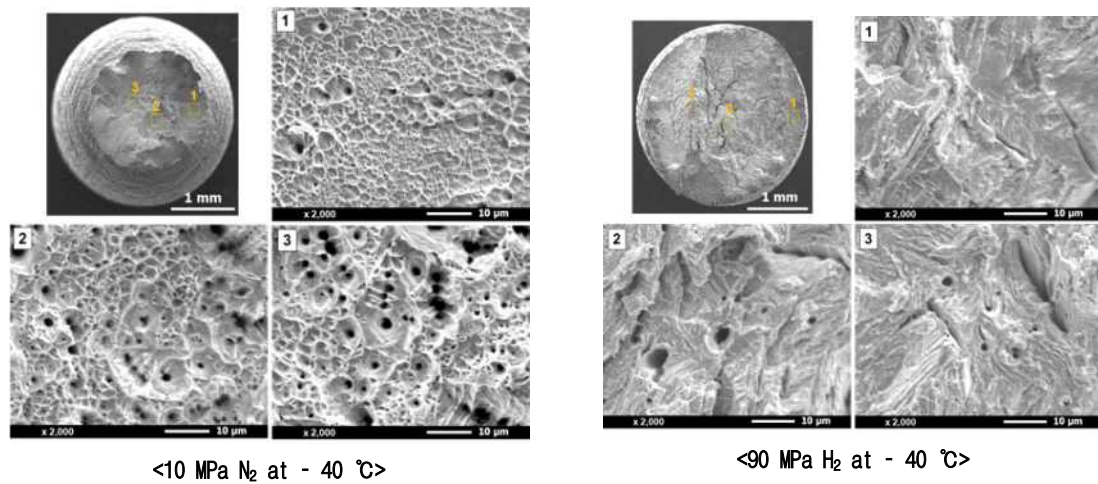
<EL comparison>



<RRA comparison>

[4개 실험실에서 SSRT 시험한 결과비교]

- SSRT 시험 시편에 대한 파단면을 전자현미경을 사용하여 관찰 비교 하였다.
- Typical cup-cone fracture can be observed in the nitrogen-exposed specimen
- The 90 MPa hydrogen-exposed specimens exhibited a mixture of quasi-cleavage, intergranular fractures, and fine dimples.



[SSRT 시험 시편에 대한 파단면을 전자현미경 사진]

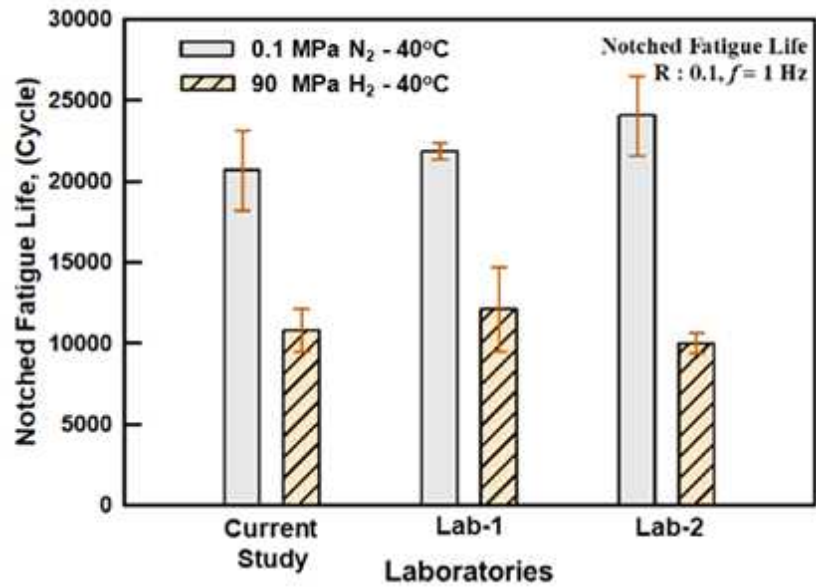
- Notched fatigue 시험
- SNL에서 제공 받은 시험편을 이용한 Notched fatigue 시험 실시.
- Notched fatigue 시험을 아래 표에 정리하였다.

Laboratory		0.1 MPa, N ₂ , -40 ° C	90 MPa, H ₂ , -40 ° C
Current Study	1	21645	9327
	2	22455	11081
	3*	17866	11921
	Aver.	20655 ± 2449	10776 ± 1323
Lab-1	Aver.	21829	11558
Lab-2	Aver.	24033	9983

The results from other laboratories : SNL (Lab-1), HYDROGENEOUS (Lab-2)

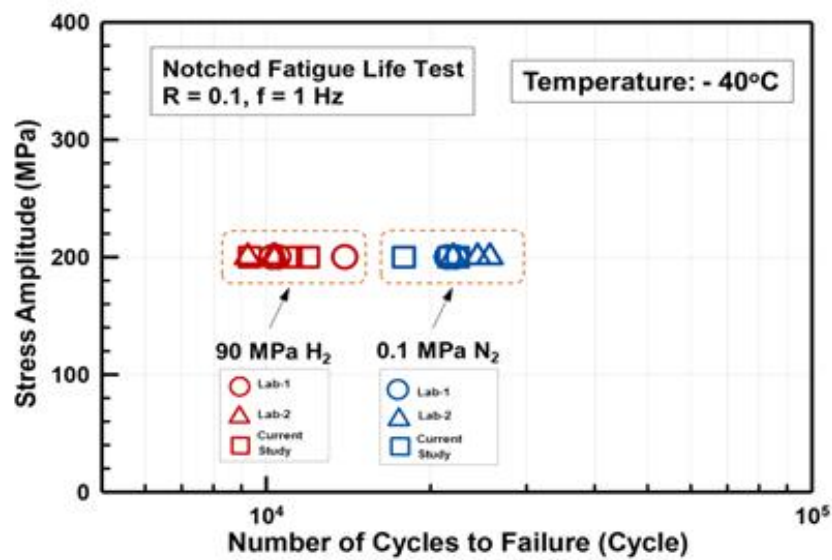
[SNL에서 제공 받은 시험편을 이용한 Notched fatigue 시험 결과]

- 3개 실험실에서 Notched fatigue 시험한 결과를 비교하였다.



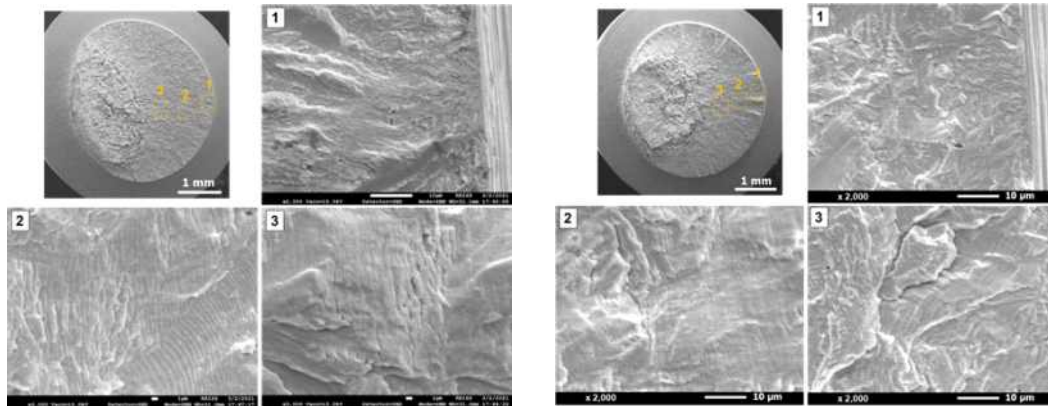
[3개 실험실에서 Notched fatigue 시험한 결과 비교]

- SNL에서 제공 받은 시험편을 이용한 Notched fatigue 시험 결과
- The average fatigue life in 90 MPa H₂ at - 40 °C is reduced 50% compared to that tested in N₂ environment
- The notched fatigue life is comparable among the three laboratories, in both 0.1 MPa N₂ and 90 MPa H₂ environments.



[SNL에서 제공 받은 시험편을 이용한 Notched fatigue 시험 결과]

- Notched fatigue 시험 시편에 대한 파단면을 전자현미경을 사용하여 관찰 비교하였다.
- Striation forms were clearly observed on the fracture surface of the nitrogen-exposed specimen
- The micro-fracture surface of the hydrogen-exposed specimen was decorated with a mixture of quasi-cleavage fracture and striation marks



<10 MPa N₂ at - 40 °C>

<90 MPa H₂ at - 40 °C>

[SSRT 시험 시편에 대한 파단면을 전자현미경 사진]

- RRT 시험 결과를 2021년 PVP Conference에 발표
- 2021년 PVP Conference에 발표 자료



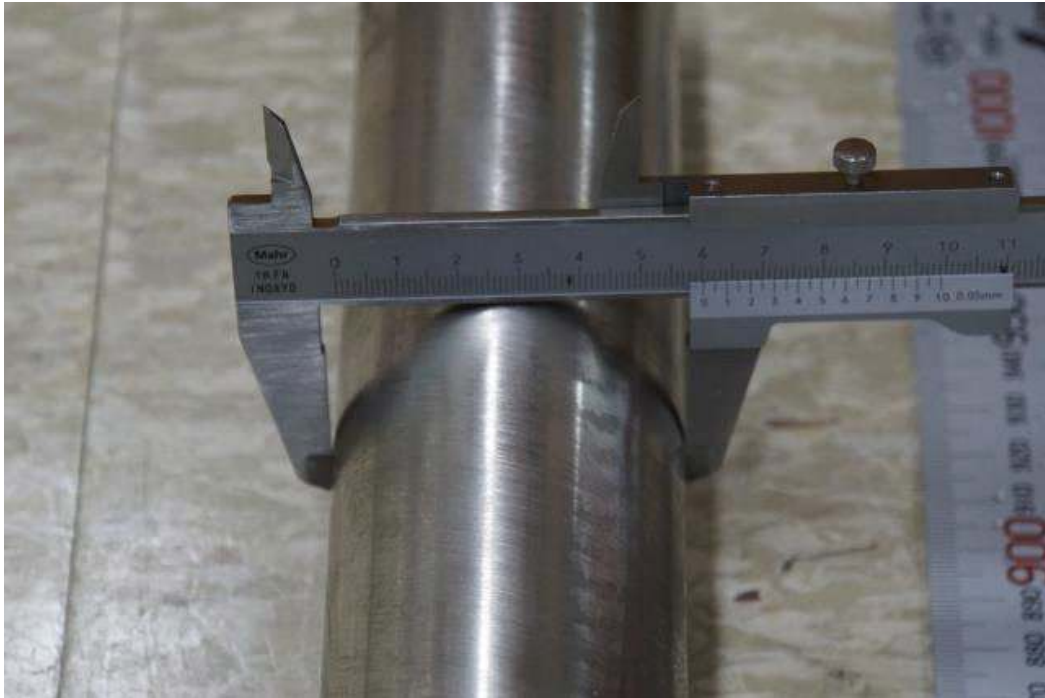
[2021년 PVP Conference에 발표 자료 커버]

(5) 금속 소재(STS)의 물성평가 및 D/B 구축

- 대상소재
- 시험방법 및 결과
- 결론

가. 대상소재

- STS 316 L
- 시험에 사용된 소재는 국내 A사에서 제작한 STS 316 L 본재로 아래 그림에서 보는 바와 같다.



[시험에 사용된 소재(STS 316 L)]

- 제공 받은 환봉 시료로부터 SSRT 시험편 및 노치피로 시험편 가공이 용이하도록 아래 그림에서 보는 바와 같이 길이 방향으로 와이어 커터를 이용하여 채취하였다.



[시험편 채취방향]

나. 시험방법 및 결과

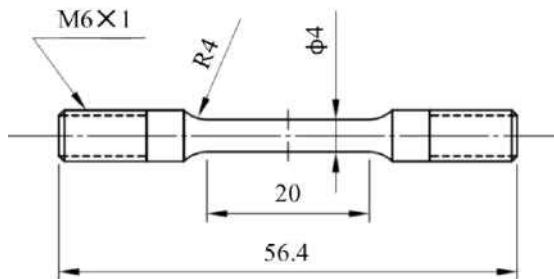
- SAE J 2579의 시험 방법
- UN GTR 13에서 차용하기로 한 SAE J 2579에서 규정하는 아래 표와 같다.

Test and Requirements		Proposal (GTR13-9-13)	
		Notched Method	Smooth Method
Fatigue Life Test	Test Cond.	Pressure : $1.25 \times \text{NWP}$ Temp : $293 \pm 5\text{K}$ Net section stress $\geq 1/3 \text{ S}$ Frequency = 1 Hz	Pressure : $1.25 \times \text{NWP}$ Temp : $293 \pm 5\text{K}$ Net section stress $\geq 1/3 \text{ S}$ Frequency = 1 Hz
	# of tests	3	3
	RQMT	$N > 10^5$	$N > 2 \times 10^5$
SSRT	Test Cond.	Not required	Pressure : $1.25 \times \text{NWP}$ Temp : $228 \pm 5\text{K}^*$ Displacement $\leq 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$
	# of tests		3
	RQMT		$\text{YS(HT)} > 0.80 \text{ YS(NT)}$

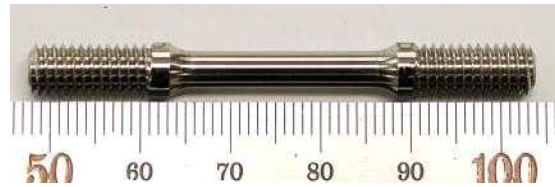
※ YS(HT) : yield strength measured in hydrogen environment
YS(NT) : yield strength measured in air

[수소전기차용 금속소재 수소 사용 적합성 평가 기준]

- 저속 변형을 인장 시험(SSRT)
- 시험편은 아래 그림과 같이 중실형 시험편으로 표점부 직경 4 mm를 갖는 인장 시험편으로 가공 하였다.

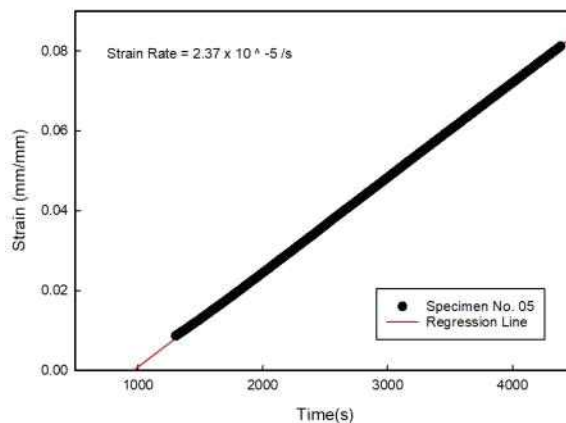


SSRT specimen



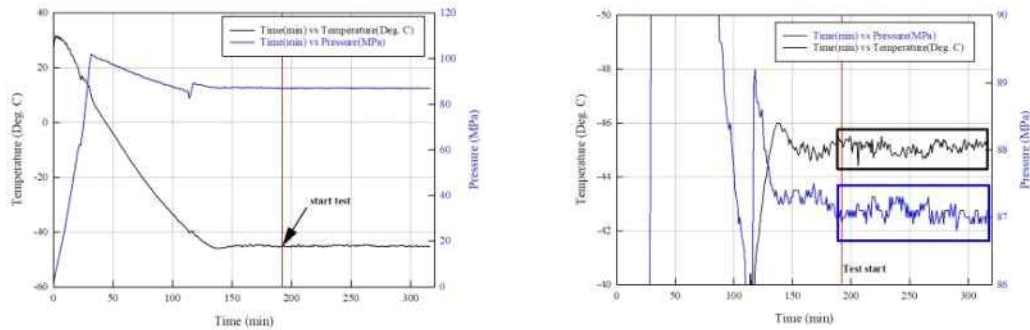
[저속 변형을 인장 시험편 도면 및 가공된 시험편]

- SSRT 시험에 사용된 시험 속도는 CSA CHMC 1에서 규정하는 속도(항복 하중과 최대 인장 하중 구간에서 변형률 속도를 $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 로 2배까지 허용)로 선정하였다. 시험기에서 변형률 속도로 시험하기 어려운 점이 있어 변형 속도 0.0004 mm/s 로 시험하였다. 시험 결과 CSA CHMC 1을 만족하는지 확인하기 위하여 시험 데이터를 분석한 결과 Fig. IV-1-1.에서 보는 바와 같이 $2.37 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 였다.



[Test rate calculate from test speed measurement.]

- 온도 -45 ℃, 압력 87.5 MPa 수소가스 환경에서 SSRT 시험은 정확한 온도와 정확한 압력 또한 중요한 영향 인자이다. 따라서 실험 시 온도와 압력을 모니터링하였다. 아래 그림에서 보는 바와 같이 실험 온도는 $45 \pm 1^\circ\text{C}$, 실험 압력은 87.5 MPa을 유지함으로써 영향 인자를 최소화하였다.



[Test rate calculate from test speed measurement.]

- CSA CHMC-1 및 SAE J 2579에서는 아래 첫 번째 표에서 보는 바와 같이 시험 가스의 요구 순도를 규정하고 있다. 따라서 본 실험에서 시행하는 퍼징 절차에 따라 퍼징 후 실험 가스의 순도를 분석한 결과 아래 두 번째 표에서 보는 바와 같이 요구 순도 조건을 만족함을 알 수 있다. 아래 그림은 가스크로마토그래피를 이용한 실험 가스 분석 결과이다.

Gas species	CO ₂ +CO	N ₂	O ₂	Total hydrocarbon content(as methane)	H ₂ O
Limiting value	2	2	1	1	3.5

[Purity requirements for CGA G-5.3 grade L.(ppm v/v)]

분석 일자	성 분						
	O ₂ +Ar (ppm)	N ₂ (ppm)	CH ₄ (ppm)	CO (ppm)	CO ₂ (ppm)	H ₂ O (ppm)	O ₂ (ppm)
2021년07월06일	0.12	1.6	0.03	0.03	0.02	0.228	0.03

[Purity of test gas.]



[Analysis of test gas using GC.]

- SSRT 시험시 시험편의 표면상태는 파단 연신을 및 단면 수축율에 영향을 미치는 것으로 잘 알려져 있다. 따라서 시험편의 기계 가공시 표면의 잔류응력을 최소화하는 절차를 따라서 가공한 후 표면을 연마지를 이용하여 잘 연마하여 표면거칠기를 일정 수준으로 유지해야 한다. 실험에 사용된 SSRT 시험편은 기계가공 후 No. 600부터 No. 1000까지 사포를 이용하여 연마하였다. 연마 후 최종 표면거칠기는 아래 표에 수록하였으며 아래 그림에 기록지를 수록하였다.

Specimen ID	STS316L-01	STS316L-02	STS316L-03	STS316L-05	STS316L-06	STS316L-07
Surface roughness Ra, (μm)	0.038	0.029	0.030	0.025	0.032	0.030

[Surface roughness test data of SSRT specimen]



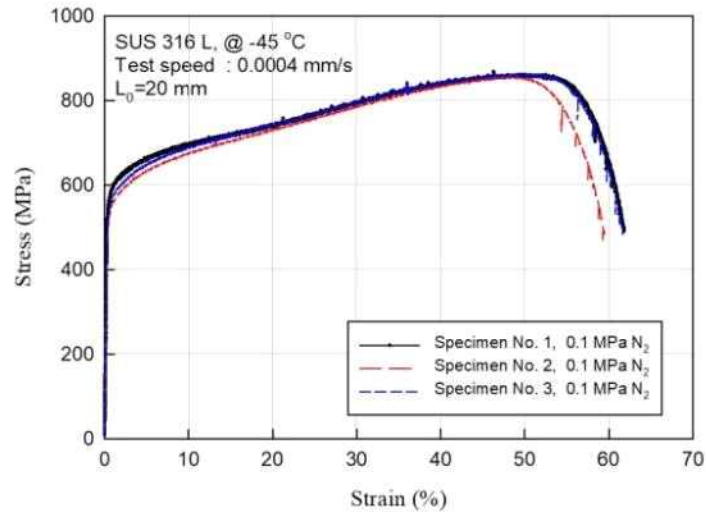
[Surface roughness test results of SSRT specimen]

- 저속 변형을 인장 시험(SSRT) 결과
- 0.1 MPa, -45 °C 질소가스 환경하에서 0.0004 mm/s 변위 제어 시험 결과는 아래 표와 같다.

Sample ID	Test environment	0.2 % off set Yield strength (MPa)	UTS (MPa)	Elongation (L0=20) (%)	Reduction in area (%)
STS 316L-01	0.1 MPa, N ₂ gas	558	868	61.5	79.6
STS 316L-02	0.1 MPa, N ₂ gas	517	863	59.5	80.9
STS 316L-03	0.1 MPa, N ₂ gas	529	862	61.5	80.1
Average		535	864	60.8	80.2
SD		21.1	3.2	1.1	0.6

[SSRT test results at 0.1 MPa N2 gas environment.]

- 0.1 MPa, -45 °C 질소 가스 환경하에서 SSRT 시험 결과 응력-변형을 선도는 아래 그림에서 보는 바와 같다.



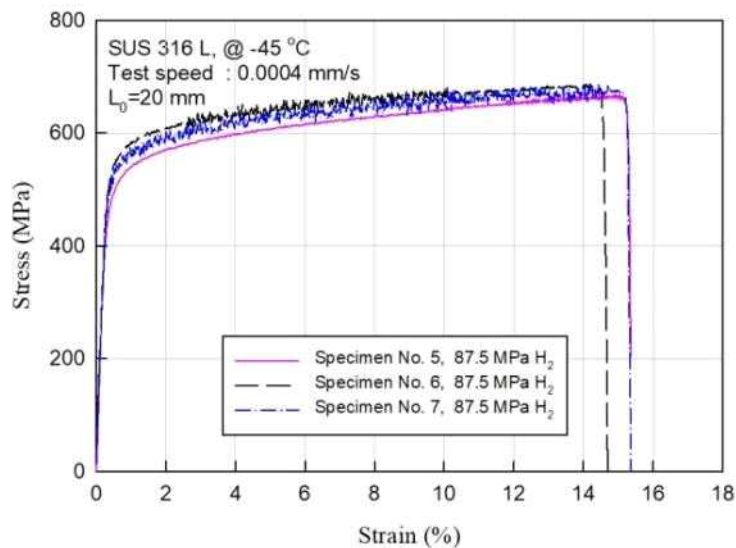
[SSRT test results in -45 °C, 0.1 MPa nitrogen gas environment.]

- 87.5 MPa, -45 °C 수소가스 환경하에서 0.0004 mm/s 변위 제어 시험 결과는 아래 표와 같다.

Sample ID	Test environment	0.2 % off set Yield strength (MPa)	UTS (MPa)	Elongation (L ₀ =20) (%)	Reduction in area (%)
STS 316L-05	87.5 MPa H ₂ gas	490	661	13.9	22.0
STS 316L-06	87.5 MPa H ₂ gas	545	681	14.4	17.5
STS 316L-07	87.5 MPa H ₂ gas	522	675	15.0	17.5
Average		519	672	14.4	19.0
SD		28	10	0.5	2.0

[SSRT test results at -45 °C, 87.5 MPa H₂ gas environment.]

- 87.5 MPa, -45 °C 질소 가스 환경하에서 SSRT 시험 결과 응력-변형을 선도는 아래 그림에서 보는 바와 같다.



[SSRT test results in -45 °C, 87.5 MPa H₂ gas environment.]

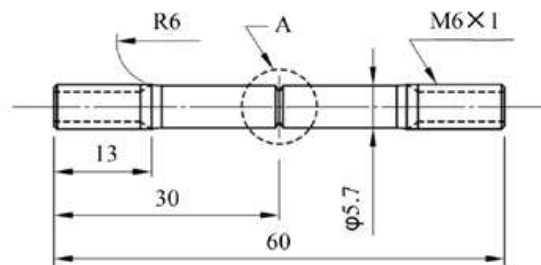
◦ 노치 피로시험

- SAE J 2579 코드에 따라서 수소 환경에서의 피로 내구성을 평가하고자 하였다. SAE J 2579 코드에 따르면 수소 가스 환경에서 금속 소재의 사용성능평가 방법은 아래 표와 같다.

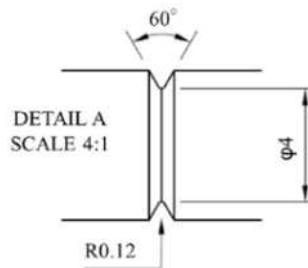
Specimen type	Smooth specimen	Notched specimen
Stress Ratio(R)	1	0.1
Test Frequency	1 or lower	1 or lower
Test Pressure	1.25 NMP	1.25 NMP
Peak Stress	1/3 S_{uts}^*	1/3 S_{uts}^*
Test Temperature	293 ± 5 K	293 ± 5 K
Number of Tests	3	3
Required Cycles	$N > 2 \times 10^5$	$N > 1 \times 10^5$
S_{uts}^* : the average tensile strength measured at room temperature in air		

[Notched fatigue test condition.]

- 시험편은 아래 그림과 같이 곡률 반경, $R=0.12$ 의 노치가 있는 시험편의 노치 인장 시험편으로 가공하였다.

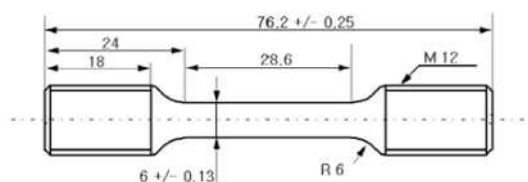


Circumferentially-notched specimen



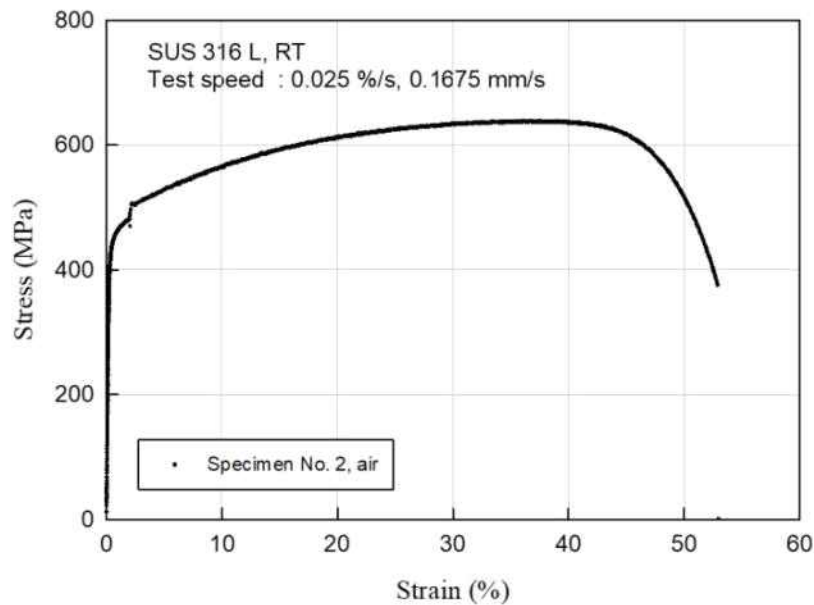
[노치 피로 시험편 도면 및 가공된 시험편]

- 시험 조건을 결정하기 위해 먼저 시료의 인장강도가 필요하다. 따라서 아래 그림에서 보는 바와 같이 ASTM E8 에 따라 직경 6 mm인 인장 시험편을 가공하여 인장 실험을 실시하였다.



[인장 시험편 도면 및 가공된 시험편]

- 인장 시험은 ASTM E8에 따라 연신율계를 부착하여 실시하였으며, 시험속도는 항복강도를 구하기 위한 전 반부는 변형을 속도 0.00025 mm/s로 변형을 제어 시험하고 인장강도를 측정하기 위한 후반부는 변위 속도 0.1675 mm/s로 변위제어 실험하였다. 인장 시험 결과 응력 변형을 곡선은 아래 그림에 수록하였다. 시험 결과로부터 인장강도는 637 MPa, 0.2 % off-set 항복강도는 435 MPa로 측정되었다.



[인장 시험편 도면 및 가공된 시험편]

- 노치피로시험에 사용된 최고응력(Maximum Stress or Peak stress)은 측정된 인장강도 637 MPa의 1/3인 응력(213 MPa)을 선택하고 응력비(R)를 0.1로 하였을 때 최소응력(Minimum Stress)은 21.3 MPa로 선정하였다. 노치시험편의 노치부 직경이 4 mm이므로 시험편의 노치부 단면적을 곱하여 실험의 최대하중(2.67 kN)과 최소하중(0.267 kN)을 계산하였다.
- 상온, 87.5 MPa 수소가스 환경하에서 응력비, R=0.1, 주파수 1 Hz, 하중제어로 피로 시험 결과는 아래 표와 같다.

Specimen No.	Force range (kN)	frequency (Hz)	Test condition	Number of cycles	비고
STS 316 L, F-03	0.267~2.67	1	87.5 MPa H ₂ gas, RT	120,281	not failure
STS 316 L, F-04	0.267~2.67	1	87.5 MPa H ₂ gas, RT	151,302	not failure
STS 316 L, F-05	0.267~2.67	1	87.5 MPa H ₂ gas, RT	144,104	not failure

[Notched fatigue test result.]

- 상온, 87.5 MPa 수소가스 환경하에서 노치피로 시험결과 3개 시험편 모두 1×10^5 cycle을 지나도록 파단되지 않았다. SAE-J2579를 만족함을 알 수 있다.

다. 결론

- SSRT 시험 결과 YS(HT)/YS(NT)는 0.97로서 SAE J 2579에서 제안하는 0.8보다 크다.
- 노치 인장 시험편을 이용한 노치피로시험 결과 SAE J2579 코드에서 요구하는 1×10^5 cycles 이상까지 파단되지 않았다.

(6) 알루미늄 소재의 물성평가 및 D/B 구축

- 대상소재
- 시험방법 및 결과
- 결과분석
- 결론

가. 대상소재

- AL 6063
- 시험에 사용된 소재는 국내 A사에서 제작한 AL 6063 합금으로 아래 그림에서 보는 바와 같다.



[시험에 사용된 소재(AL 6063)]

- 제공 받은 환봉 시료로부터 SSRT 시험편 및 노치피로 시험편을 가공하였다.

나. 시험방법 및 결과

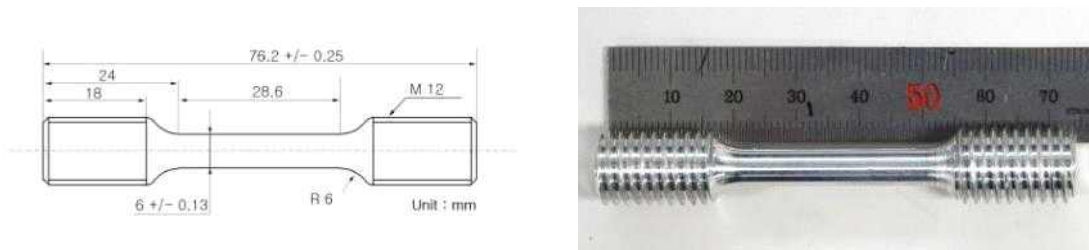
- SAE J 2579의 시험 방법
- UN GTR 13에서 차용하기로 한 SAE J 2579에서 규정하는 아래 표와 같다.

Test and Requirements		Proposal (GTR13-9-13)	
		Notched Method	Smooth Method
Fatigue Life Test	Test Cond.	Pressure : 1.25 × NWP Temp : 293 ± 5K Net section stress ≥ 1/3 S Frequency = 1 Hz	Pressure : 1.25 × NWP Temp : 293 ± 5K Net section stress ≥ 1/3 S Frequency = 1 Hz
	# of tests	3	3
	RQMT	N > 10 ⁵	N > 2x10 ⁵
SSRT	Test Cond.	Not required	Pressure : 1.25 × NWP Temp : 228 ± 5K * Displacement ≤ 5x10 ⁻⁵ s ⁻¹
	# of tests		3
	RQMT		YS(HT) > 0.80 YS(NT)

※ YS(HT) : yield strength measured in hydrogen environment
YS(NT) : yield strength measured in air

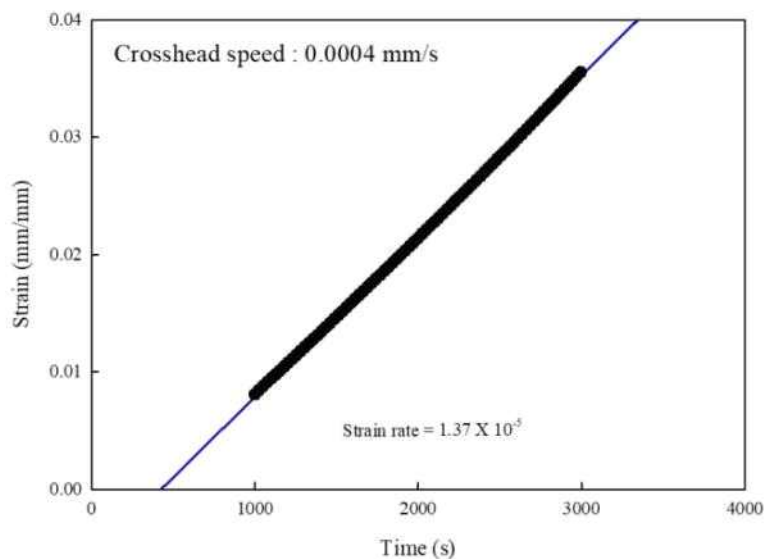
[수소전기차용 금속소재 수소 사용 적합성 평가 기준]

- 저속 변형을 인장 시험(SSRT)
- 시험편은 아래 그림과 같이 중실형 시험편으로 표점부 직경 6 mm를 갖는 인장 시험편으로 가공하였다.



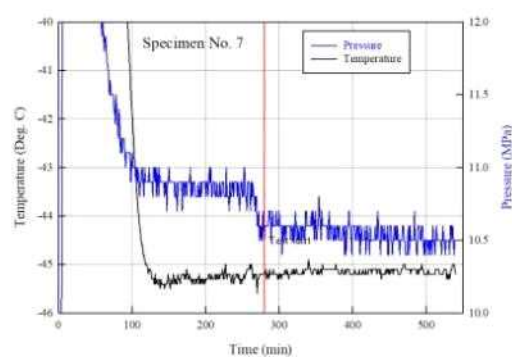
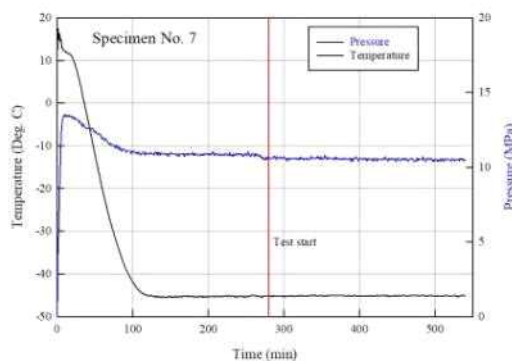
[저속 변형을 인장 시험편 도면 및 가공된 시험편]

- SSRT 시험에 사용된 시험 속도는 CSA CHMC 1에서 규정하는 속도(항복 하중과 최대 인장 하중 구간에서 변형률 속도를 $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 로 2배까지 허용)로 선정하였다. 시험기에서 변형률 속도로 시험하기 어려운 점이 있어 변형 속도 0.0004 mm/s 로 시험하였다. 시험 결과 CSA CHMC 1을 만족하는지 확인하기 위하여 시험 데이터를 분석한 결과 아래 그림에서 보는 바와 같이 $1.37 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 였다.



[Test rate calculate from test speed measurement.]

- 온도 -45°C , 압력 10 MPa 수소가스 환경에서 SSRT 시험은 정확한 온도와 정확한 압력 또한 중요한 영향 인자이다. 따라서 시험시 온도와 압력을 모니터링하였다. 아래 그림에서 보는 바와 같이 실험 온도는 $45 \pm 1^\circ\text{C}$, 실험 압력은 10 MPa를 유지함으로써 영향 인자를 최소화하였다.



[Test rate calculate from test speed measurement.]

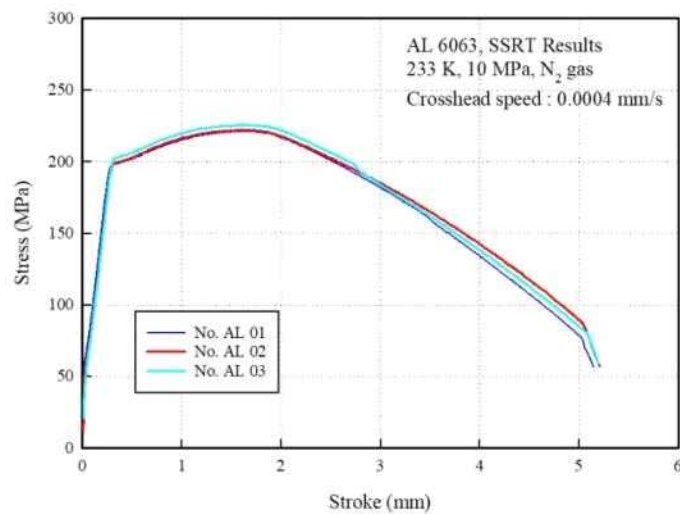
◦ 저속 변형을 인장 시험(SSRT) 결과

- 0.1 MPa, -45 °C 질소 가스 환경하에서 0.0004 mm/s 변위 제어 시험 결과는 아래 표와 같다.

Sample ID	Test environment	Elongation (L0=20) (%)	Reduction in area (%)
AL 6063-01	0.1 MPa, N ₂ gas	20.7	87.4
AL 6063-02	0.1 MPa, N ₂ gas	21.1	87.5
AL 6063-03	0.1 MPa, N ₂ gas	21.4	87.2
Average		21.0	87.4
SD		0.3	0.1

[SSRT test results at 0.1 MPa N₂ gas environment.]

- 0.1 MPa, -45 °C 질소 가스 환경하에서 SSRT 시험 결과 응력-변형을 선도는 아래 그림에서 보는 바와 같다.



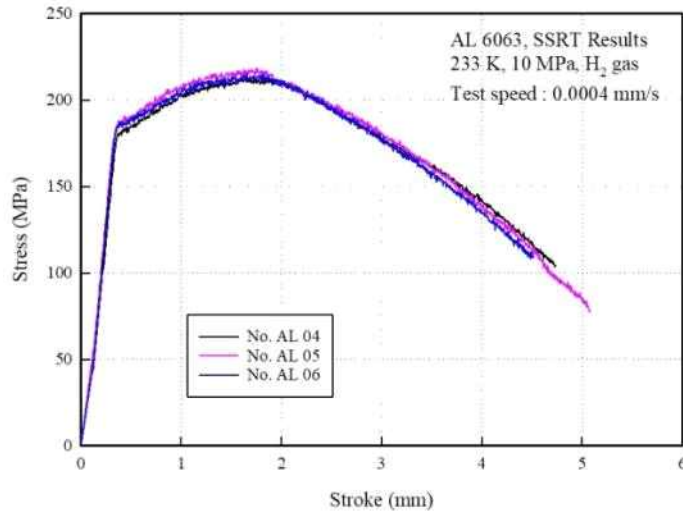
[SSRT test results in -45 °C, 0.1 MPa nitrogen gas environment.]

- 10 MPa, -45 °C 수소 가스 환경하에서 0.0004 mm/s 변위 제어 시험 결과는 아래 표와 같다.

Sample ID	Test environment	Elongation (L0=20) (%)	Reduction in area (%)
AL 6063-04	10 MPa H ₂ gas	21.2	86.1
AL 6063-05	10 MPa H ₂ gas	21.3	86.7
AL 6063-06	10 MPa H ₂ gas	21.2	86.8
Average		21.2	86.5
SD		0.1	0.4

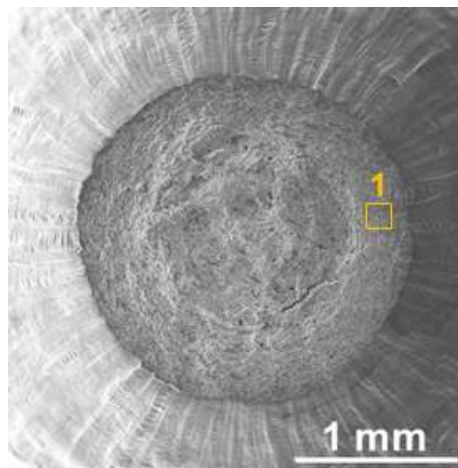
[SSRT test results at -45 °C, 10 MPa H₂ gas environment.]

- 10 MPa, -45 °C 수소가스 환경하에서 SSRT 시험결과 응력-변형을 선도는 아래 그림에서 보는 바와 같다.

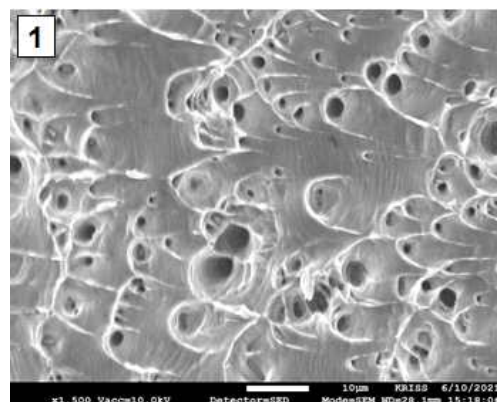


[SSRT test results in -45 °C, 10 MPa H₂ gas environment.]

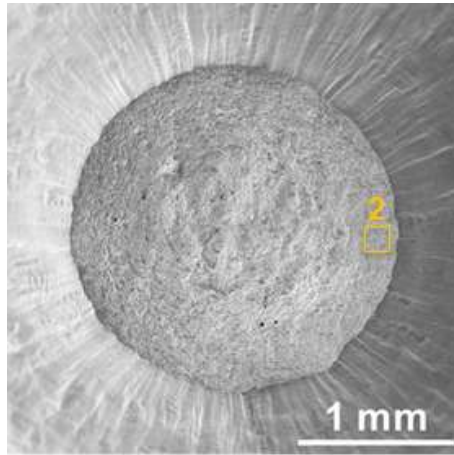
- 저속변형율인장시험편 파면 주사전자현미경(SEM) 관찰 결과
- 질소가스 환경과 수소가스 환경에서의 SSRT시험결과 상단단면수축율의 차이가 크지 않아 파단면을 주사 전자 현미경을 이용하여 관찰 하였다. 아래 첫 번째 그림은 질소 가스 환경하에서의 SSRT 시험편 파단면이다. 여기에서 1번 위치를 확대하여 관찰 한 것이 아래 두 번째 그림이다. 아래 세 번째 그림은 수소 가스 환경하에서의 SSRT 시험편 파단면이다. 여기에서 2번 위치를 확대하여 관찰 한 것이 아래 네 번째 그림이다. 주사 전자현미경 관찰 결과 수소 가스 환경에서의 수소취화로 인한 취성 파면은 관찰되지 않았고 연성파괴에서 전형적으로 관찰되는 딴플(dimple)파면을 보였다. 따라서 AL 6063-T5 소재의 경우 수소취화는 발생하지 않음을 알 수 있다.



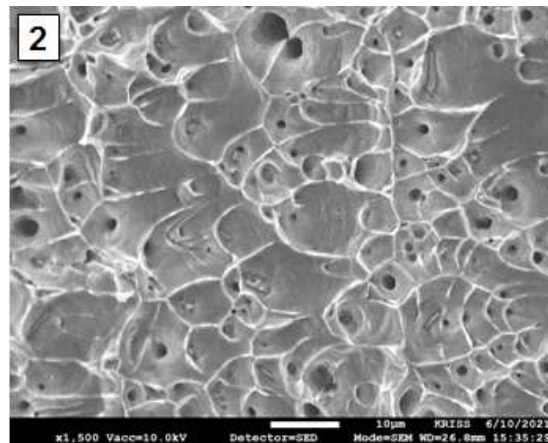
[Fracture morphology of AL 6063-T5 alloy SSRT in nitrogen gas 10 MPa environment.]



[Fracture morphology at location 1]



[Fracture morphology of AL 6063-T5 alloy SSRT in 10 MPa hydrogen gas environment.]



[Fracture morphology at location 2]

◦ 노치 피로시험

- SAE J 2579 코드에 따라서 수소 환경에서의 피로 내구성능을 평가하고자 하였다. SAE J 2579 코드에 따르면 수소가 스 환경에서 금속 소재의 사용성능평가 방법은 아래 표와 같다.

Specimen type	Smooth specimen	Notched specimen
Stress Ratio(R)	1	0.1
Test Frequency	1 or lower	1 or lower
Test Pressure	1.25 NMP	1.25 NMP
Peak Stress	$1/3 S_{uts}^*$	$1/3 S_{uts}^*$
Test Temperature	293 ± 5 K	293 ± 5 K
Number of Tests	3	3
Required Cycles	$N > 2 \times 10^5$	$N > 1 \times 10^5$
S_{uts}^* : the average tensile strength measured at room temperature in air		

[Notched fatigue test condition.]

- 본 연구에서는 노치 시험편을 이용한 피로내구성능을 평가법을 선택 하였다. 실험 압력은 10 MPa 수소 가스 압력을 선정하였다. 최고응력(Peak stress)는 mill sheet의 인장강도 203.6 MPa의 1/3인 응력(67.9 MPa)을 선택하고 응력비(R)를 0.1로 하였을 때 최대응력(Maximum Stress or Peak stress)은 67.9 MPa이고 최소응력(Minimum Stress)는 6.79 MPa 이다. 이 경우 최대하중(Maximum Force)이 0.85 kN으로 지나치게 낮아 KRISS가 보유 하고 있는 실험기의 용량(50 kN)으로 시험 할 경우 신뢰성을 담보하기 어렵다고 판단하였다. 따라서 응력진폭(stress amplitude)이 67.9 MPa 이 되도록 실험 조건을 선정 하였다. 이 경우 최대응력은 151 MPa이고 최소응력은 15.1 MPa 이다. 이 경우에도 최대 하중이 1.98 kN으로 낮은 면이 있다. 따라서 표준시험기를 이용하여 시험결과를 검증한 후 시험 조건을 판단하기로 하였다. 이상의 검증을 위해 실시한 실험 결과는 아래 첫 번째 표에 수록 하였다. 아래 첫 번째 표에서 보는 바와 같이 표준시험기를 이용한 노치피로시험의 평균 파단 반복수는 16,578 cycles이다. 그리고 대기 중에서의 수소 시험기를 이용한 노치피로시험의 평균 파단 반복수는 30,937 cycles이다. 마지막으로 10 MPa압력 수소(H₂)가스에서의 수소 시험기를 이용한 노치피로시험의 평균 파단 반복수는 55,484 cycles이다. 따라서 수소 시험 장비의 시험기 용량이 크기 때문에 본 실험이 적합하지 않음을 알 수 있었다. 그리고 고압 수소 가스 환경에서 내부 하중계의 하중 변화(drift)가 발생함을 알 수 있었다. 이러한 결과를 바탕으로 (주)한일튜브와 협의하여 내부 하중계를 교체하고 시험 하중을 상향 조정 하기로 하였다.(2021년 3월 24일) 또한 동일한 압력(10 MPa)의 불활성 가스(N₂ gas)에서 실험을 실시하여 그 결과와 상호 비교하기로 하였다.
- 최종 시험에 사용된 Peak stress는 170 MPa 이고 이때 Maximum Force는 2.14 kN 이다. 이 실험을 위해 구입한 내부 하중계의 최대 용량은 10 kN 이다.
- 본 실험을 위해 추가로 시험편을 가공하였다. 시험 결과는 아래 두 번째 표에 수록 하였다. 아래 두 번째 표에서 보는 바와 같이 시험 결과의 신뢰성을 위해 표준 시험기로 1개의 시험편(specimen no. AL-17)을 사용하여 피로 시험을 하였다. 시험 결과 파단 반복수(11,399 cycles)가 1차 가공한 시험편의 표준 시험기의 시험 결과(16,578 cycles)보다 다소 낮게 나타났다. 이는 최대 하중의 상승에 기인한다고 볼 수 있다. 10 MPa 불활성 가스(N₂)에서 시험결과 평균 파단 반복수는 10,379 cycles로서 표준 시험 장비와 크게 차이를 보이지 않았다. 10 MPa 수소가스(H₂)에서 시험결과 평균 파단 반복수는 13,519 cycles로서 수소가스로 인한 하중변화(Load drift)로 보인다.

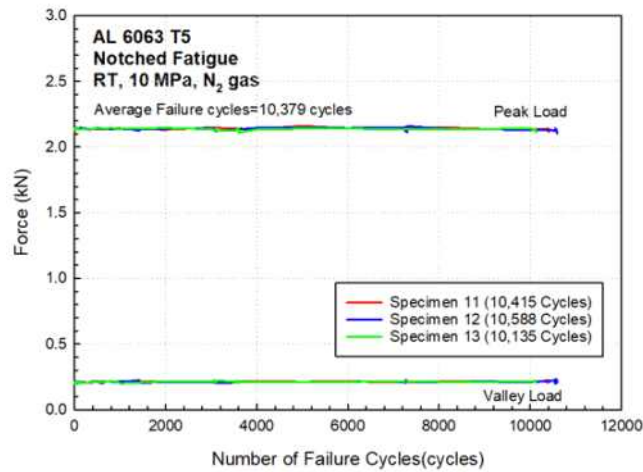
Specimen No.	Force range (kN)	Test condition	Number of failure cycles	비고
AL-01	0.2 ~ 1.9	10 MPa, H ₂	1013	실험실패
AL-02	0.2 ~ 1.9	Air	31,635	수소시험기
AL-03	0.2 ~ 1.9	Air	15,422	표준시험기
AL-04	0.2 ~ 1.9	Air	30,255	수소시험기
AL-05	0.2 ~ 1.9	Air	17,734	표준시험기
AL-06	0.2 ~ 1.9	Air	30,922	수소시험기
AL-07	0.2 ~ 1.9	10 MPa, H ₂	57,288	수소시험기
AL-08	0.2 ~ 1.9	10 MPa, H ₂	57,399	수소시험기
AL-09	0.2 ~ 1.9	10 MPa, H ₂	51,764	수소시험기

[Notched fatigue test result for a decision of test condition.]

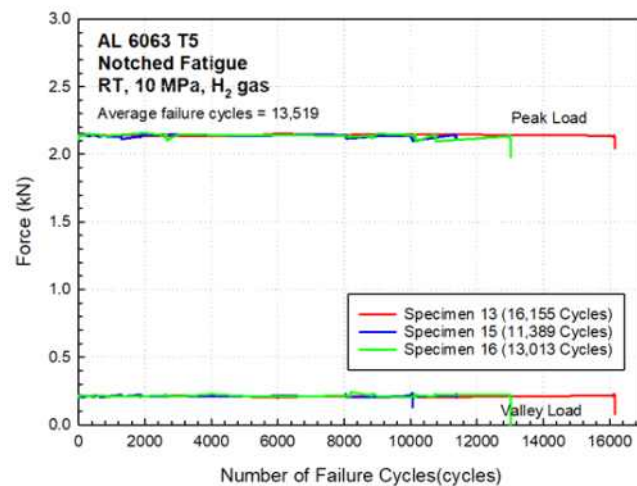
Specimen No.	Force (kN)	Test condition	Number of failure cycles	비고
AL-11	0.21 / 2.14	10 MPa, N ₂	10,415	수소시험기
AL-12	0.21 / 2.14	10 MPa, N ₂	10,588	수소시험기
AL-14	0.21 / 2.14	10 MPa, N ₂	10,135	수소시험기
AL-13	0.21 / 2.14	10 MPa, H ₂	16,155	수소시험기
AL-15	0.21 / 2.14	10 MPa, H ₂	11,389	수소시험기
AL-16	0.21 / 2.14	10 MPa, H ₂	13,012	수소시험기
AL-17	0.21 / 2.14	Air	11,399	표준시험기

[Notched fatigue test result.]

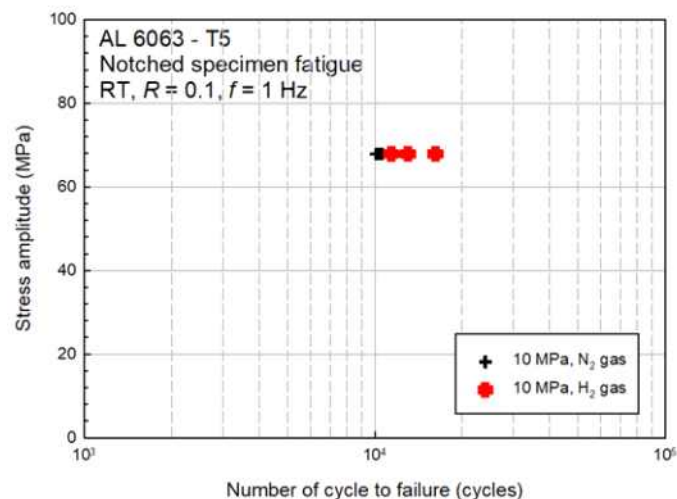
- 피로시험 동안 노치부의 최대/최소 하중과 반복수(cycles)를 기록하였다. 아래 첫 번째 그림은 10 MPa 질소(N_2)가스 환경하에서의 피로시험 결과를 하중-반복수 그래프로 나타낸 것이다. 아래 두 번째 그림은 10 MPa 수소(H_2)가스 환경하에서의 피로시험 결과를 하중-반복수 그래프로 나타낸 것이다. 아래 세 번째 그림은 AL 6063-T5 재료의 모든 시험편에 대해 피로 파단 반복수를 응력진폭으로 나타낸 그래프이다. 이 그래프로부터 수소가스 환경하에서의 피로수명이 질소 가스 환경하에서보다 크게 됨을 알 수 있다. 이는 일반적으로 수소가스 환경에서의 피로 파단수명이 불활성 가스 환경에서 보다 짧은 경우와 상반됨을 알 수 있다. 따라서 AL 6063-T5 재료는 수소로 인한 피로수명의 단축이 없음을 알 수 있다.



[Number of failure cycles vs force curve for AL 6063-T5 alloy in 10 MPa nitrogen gas environment.]

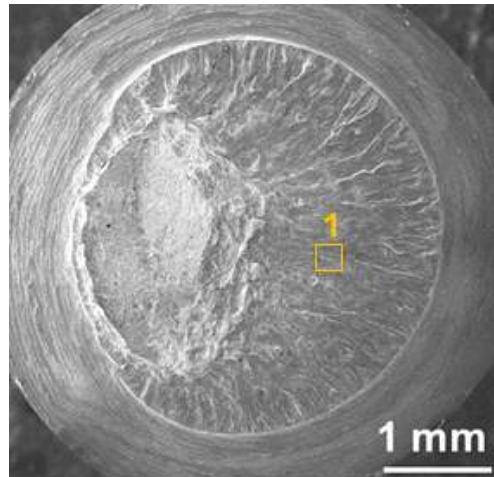


[Number of failure cycles vs force curve for AL 6063-T5 alloy in 10 MPa hydrogen gas environment.]

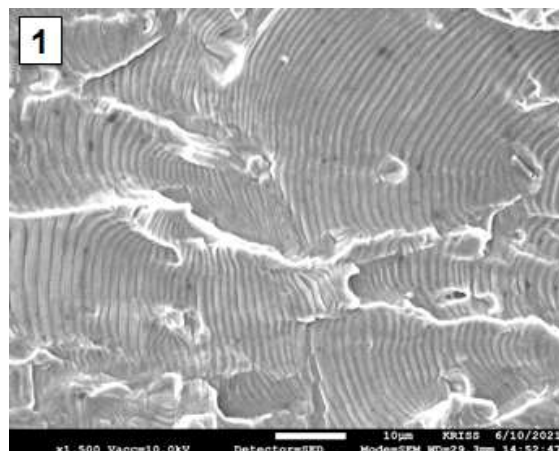


[Number of failure cycles vs stress amplitude curve for AL 6063-T5 alloy notched fatigue.]

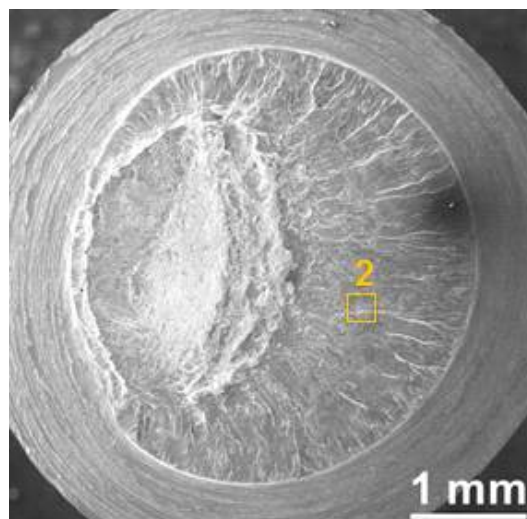
- 노치 피로시험 파단면 주사전자현미경(SEM) 관찰 결과
- 피로시험 결과 질소가스 환경과 수소가스 환경에서의 피로수명의 차이가 크지 않아 파단면을 주사 전자현미경을 이용하여 관찰하였다. 아래 첫 번째 그림은 질소 가스 환경하에서의 노치 피로시험편 파단면이다. 여기에서 1번 위치를 확대하여 관찰 한 것이 아래 두 번째 그림이다. 아래 세 번째 그림은 수소 가스 환경하에서의 노치피로 시험편 파단면이다. 여기에서 2번 위치를 확대하여 관찰한 것이 아래 네 번째 그림이다. 주사전자현미경 관찰 결과 수소 가스 환경에서의 수소취화로 인한 균열성장률 상승은 관찰되지 않았다. 따라서 AL 6063-T5 소재의 경우 수소 가스가 피로균열의 발생과 성장에 추가적인 영향을 미치지 않음을 알 수 있다.



[Fracture morphology of AL 6063-T5 alloy notched fatigue in 10 MPa nitrogen gas environment.]



[Fracture morphology at location 1]



[Fracture morphology of AL 6063-T5 alloy notched fatigue in 10 MPa hydrogen gas environment.]

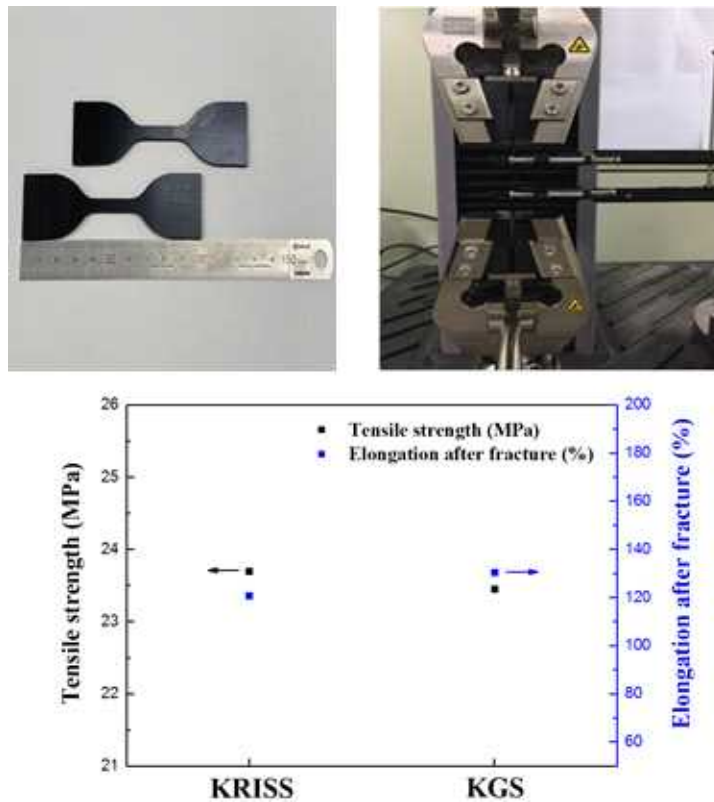
2) 고압 수소 환경 비금속 실링 소재 사용 적합성 평가 및 D/B 구축

(1) 비금속 소재 인장물성 평가 및 D/B 구축

-
- 고압수소 환경 비금속 실링 소재에 대한 인장 물성 평가 기술 개발
 - 고압수소의 반복적 노출에 따른 비금속 소재의 인장 물성 평가 및 D/B 구축
-

가. 고압수소 환경 비금속 실링 소재에 대한 인장 물성 평가 기술 개발(2019년)

- 고무소재의 인장물성에 대한 숙련도 평가
- 측정된 인장물성의 신뢰성을 향상시키기 위해, 한국가스안전공사(참여기관)과 상용화된 EPDM 고무소재에 대해 인장 시험을 수행하고 그 결과를 상호 비교하였다.
- 한국표준과학연구원에서 측정된 EPDM의 인장강도 및 파단연신율은 23.7 MPa와 120.88 %로 측정이 되었고, 가스안전공사에서 측정된 인장강도 및 파단연신율은 23.45 MPa와 130.53 %로 측정되었다.
- 가스안전공사와 한국표준과학연구원에서 측정된 인장물성은 거의 유사한 인장물성을 얻었기에, 두 기관의 평가기술과 평가된 물성들은 충분한 신뢰성을 확보할 수 있다고 판단된다.



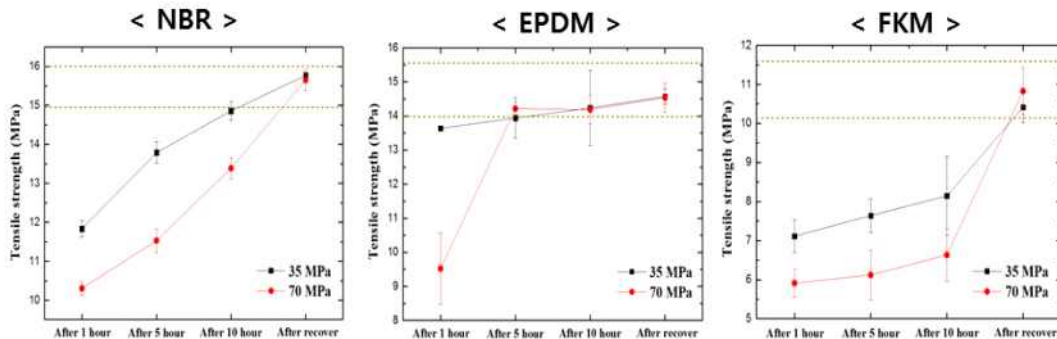
[내구기관 숙련도 시험 및 결과.]

- 고압수소에 노출된 고무소재 인장 절차 개발
- 고무소재에 고압수소를 노출시키기 위해 아래 그림과 같이 고압수소저장용기에 인장시험편을 넣고 일정한 시간동안 고압수소에 노출시킨 후, 고압수소를 배기하고 고압용기에서 인장시험시험편을 꺼내었다.



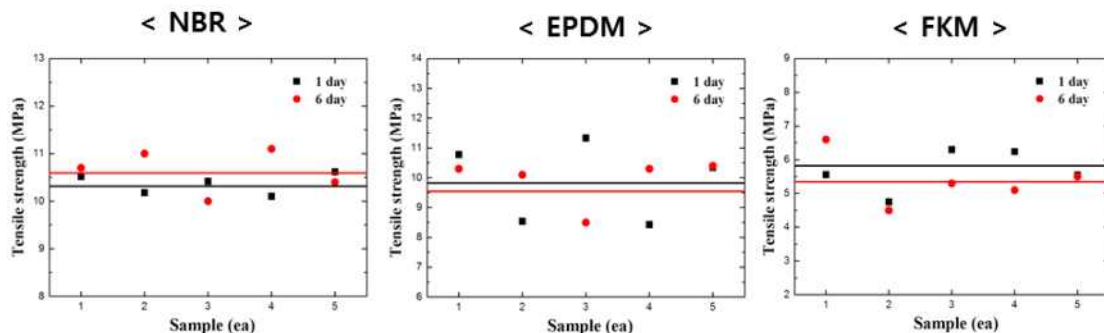
[고압수소 충전 절차.]

- 고압수소에서 꺼낸 인장시험편을 이용하여 인장시험을 수행하고, 고압수소 노출 전, 후의 인장물성을 비교하였으며, 그림 3과 같이 감압 후 1시간이 경과되었을 때, 인장물성이 가장 낮게 나타내었으며, 감압 후 시간이 경과될수록 인장물성을 고압수소 노출 전의 인장강도(점선)로 회복하였다. 또한 압력이 높을수록 인장강도의 감소는 크게 발생하였고 소재의 종류에 따라 인장강도가 회복되는 시간 및 경향이 다르게 나타났다.



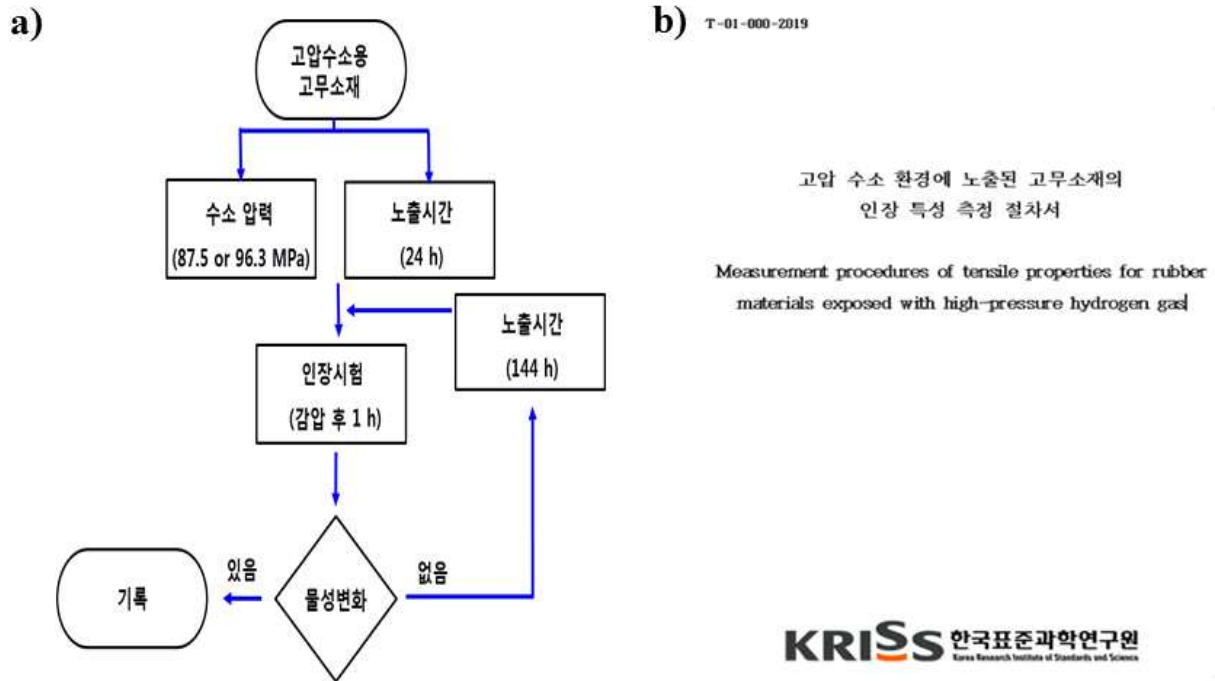
[고압수소에 노출된 고무소재의 인장물성 평가 결과.]

- 고무소재들은 종류에 따라서 고압수소에 대한 확산 및 투과성능이 다르기 때문에 고압수소 노출시간에 대한 영향을 평가하였고 아래 그림에서 보듯이, 고압수소에 1일 동안 노출된 NBR, EPDM, FKM의 평균 인장강도와 6일 노출된 고무소재들의 평균 인장강도는 거의 유사하게 나타났기 때문에 1일 동안 고압수소에 노출되어도 충분히 고무소재 내부에 충전된다고 판단된다.



[고압수소 노출시간에 따른 인장강도 비교.]

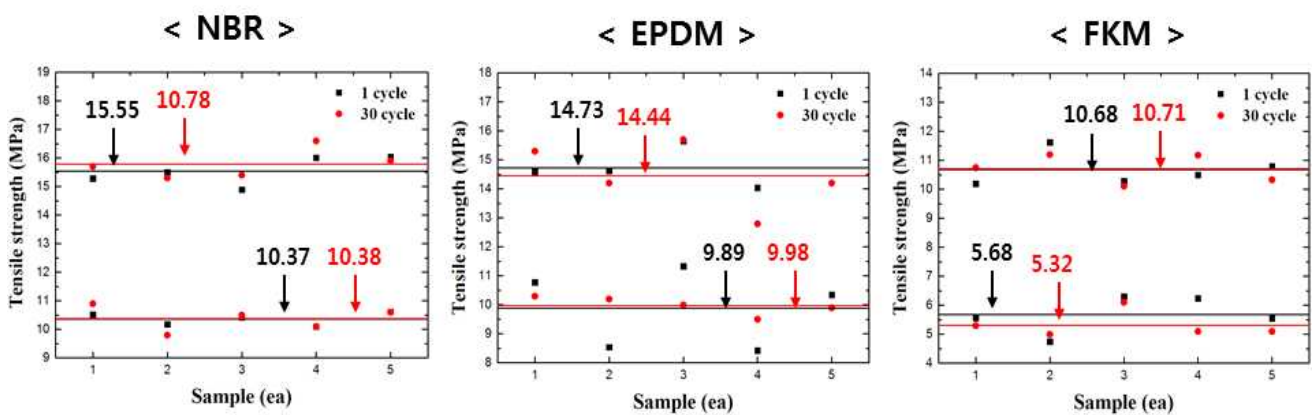
- 고압수소환경에 노출된 고무소재의 인장물성을 평가하기 위한 절차는 아래 그림(a)와 같이 요구되는 수소압력에서 고무소재를 1일 동안 노출시키고 감압 후 1시간이 경과될 때 인장시험을 수행하여 결과를 얻도록 하였으며, 인장강도가 고압수소노출 전의 인장강도와 유사하다면, 다시 노출시간을 7일 동안 고무소재를 고압수소에 노출시킨 후 인장강도를 평가하는 절차를 제정하였으며, 아래 그림(b)와 같이 내부 절차서를 등록하였다.



[고압수소환경에 노출된 고무소재의 인장특성 측정 절차.]

나. 고압수소의 반복적 노출에 따른 비금속 소재의 물성 평가 및 D/B 구축(2020,2021년)

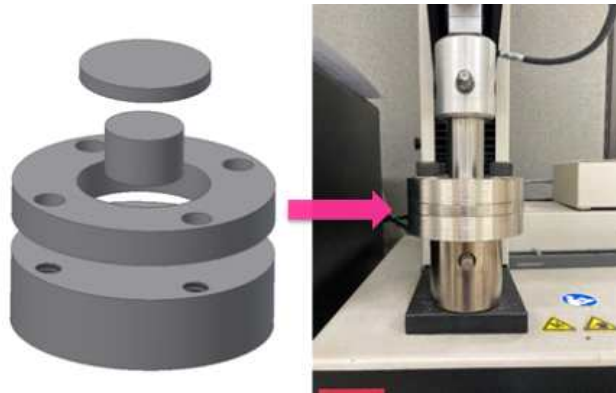
- 반복적 고압수소 노출에 따른 인장강도 비교
- 70 MPa의 고압수소에 반복적 노출된 NBR, EPDM, FKM 3종의 고무소재에 24시간 동안 1회 노출된 인장시험편과 30회 노출된 인장시험편의 인장강도를 비교하였고, 아래 그림에 그 결과를 나타내었다.



[반복적 고압수소 노출에 따른 고무소재의 인장물성 비교.]

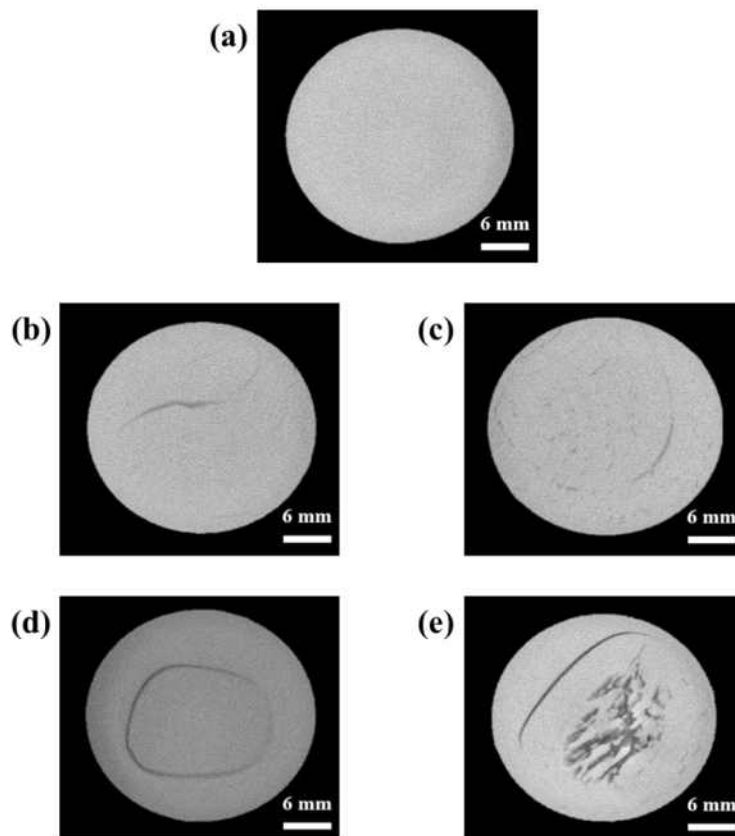
- 1회 노출된 인장시험편과 30회 노출된 인장시험편에 대해 감압 후 1시간과 인장시험편의 부피가 회복되었을 때 각각 측정하였고, 그림 6의 그래프에서 아래의 결과는 감압 후 1시간 경과 했을 때, 측정된 인장강도를 나타내고, 그래프에서 위의 결과는 부피가 회복된 후, 측정된 인장강도 결과를 나타내었다.
- NBR, EPDM, FKM 모두 1회 노출과 30회 노출된 인장강도는 거의 유사하게 나타났고, 부피가 회복된 인장강도도 유사하게 나타났으므로 고압수소의 반복적 노출에 따른 인장강도의 변화는 나타나지 않았고 인장시험으로는 반복적 노출에 따른 손상을 평가하기에는 적합하지 않다.

- 간헐적 압축응력완화 시험을 이용한 고압수소의 반복노출 평가 기술 개발
- 상용 NBR의 실린더 시험편(직경 30 mm, 두께 13 mm)을 25 % 압축할 수 있는 압축 지그를 제작하고, 압축하중을 인가하여, 하중-변위 선도에서 처음에는 급격하게 증가하다가 하중이 서서히 감소하는 부분이 나타날 때의 교차점을 측정하는 방법인 간헐적 압축응력완화 시험을 아래 그림과 같이 수행하였다.



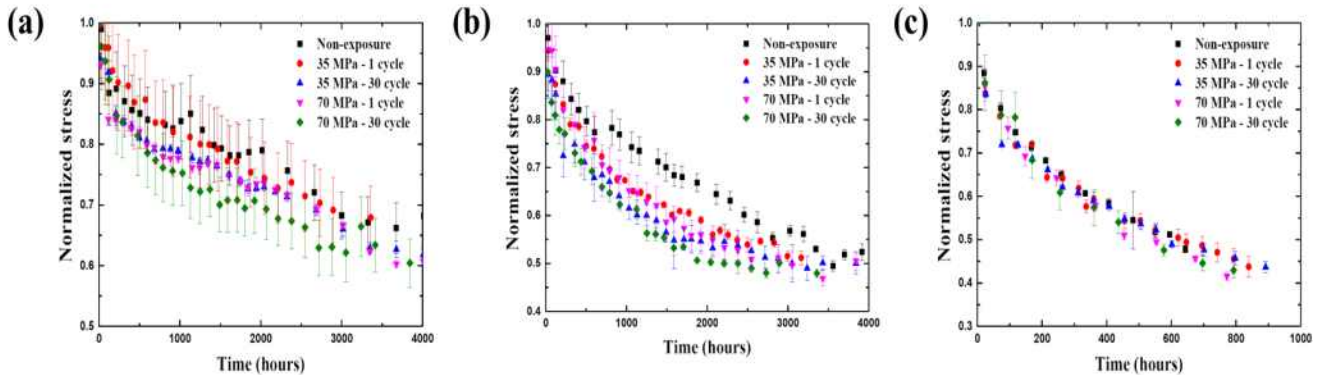
[간헐적 압축응력완화 시험.]

- 고압수소의 반복적 노출에 의해 실린더 시험편의 손상정도를 확인하기 위해 3D-x-ray CT를 측정하였으며, 35 MPa보다 70 MPa의 수소압력에 노출된 실린더 내부에 선명한 내부균열이 발생한 것을 확인할 수 있으며, 30회 노출된 실린더 시험편 내부에는 1회 노출된 경우보다 더 많은 내부 균열이 발생한 것을 확인하였고 노출횟수와 고압수소의 압력에 따라 손상정도가 다르게 나타났다.



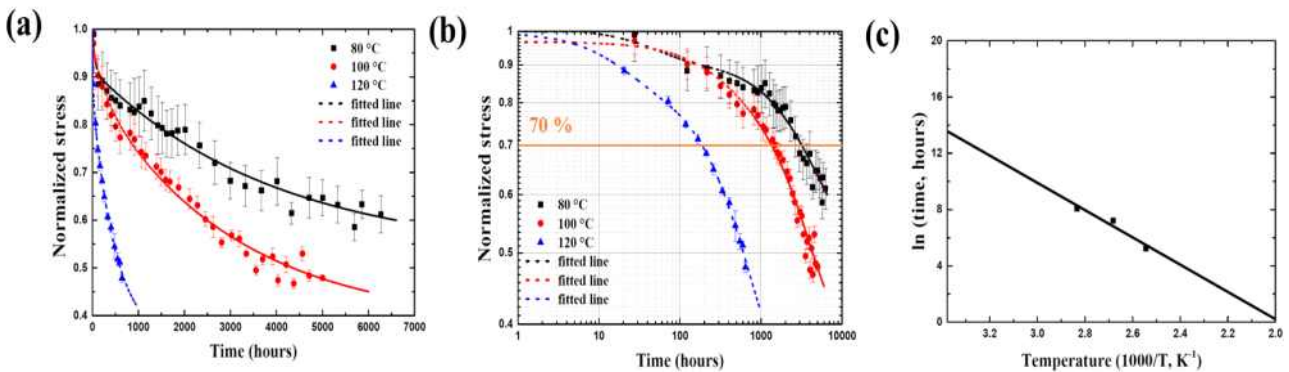
[고압수소에 노출된 실린더 시험편의 CT 이미지. (a) non-exposure, (b) 35 MPa - 1 cycle, (c) 35 MPa - 30 cycle, (d) 70 MPa - 1 cycle, (e) 70 MPa - 30 cycle]

- 각각의 압력과 반복횟수에 노출된 NBR 실린더 시험편에 대해 80, 100, 120 °C에서 노출된 시간에 따른 간헐적 압축응력완화 결과를 아래 그림에 나타내었으며, 수소의 압력이 높을수록, 노출횟수가 증가할수록 압축응력완화가 크게 발생하였고, 상대적으로 고온에서는 내부 균열의 영향보다는 온도에 영향이 더 크게 나타났다.



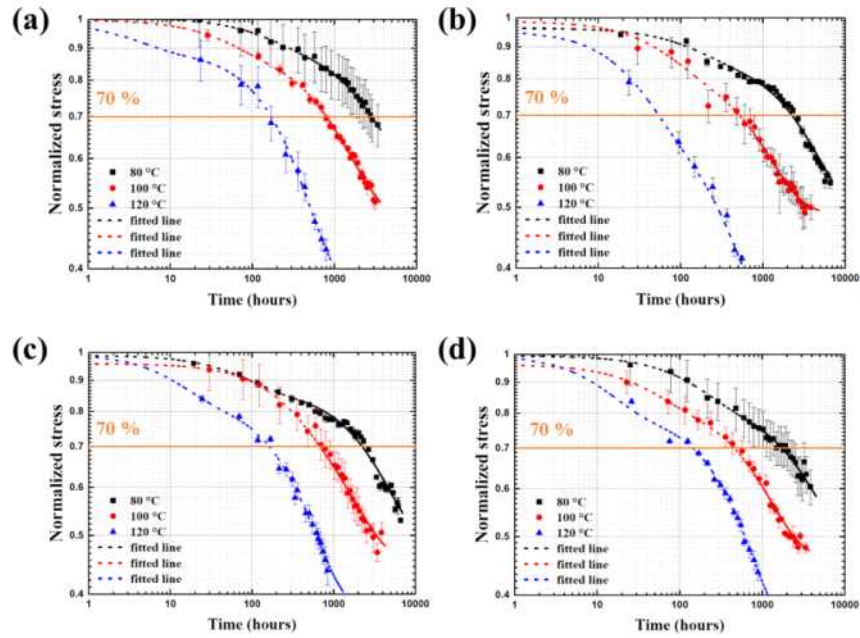
[다양한 압력과 반복적 고압수소에 노출된 실린더 시험편에 대한 고온에서의 압축응력완화 결과.
(a) 80 °C, (b) 100 °C, (c) 120 °C]

- 고압수소에 노출되지 않은 NBR 실린더 시험편에 대해서 측정된 간헐적 압축응력완화 결과를 바탕으로 가속수명평가를 이용해서 각각의 온도에서 기존 압축응력의 70 %에 도달하는 시간을 구하여 아레니우스식을 사용하여 상온에서의 수명을 예측한 결과를 아래 그림에 나타냈다.

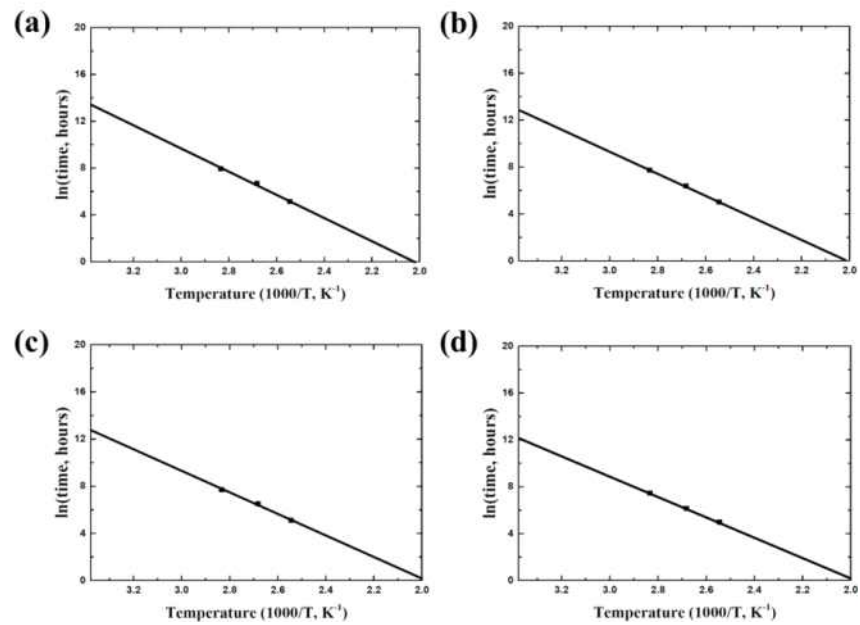


[고압수소에 노출되지 않은 NBR의 가속수명평가 결과.]

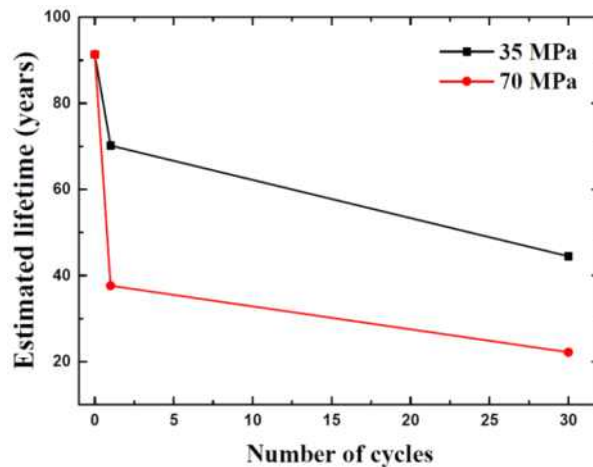
- 각각의 압력과 반복 노출된 NBR 시험편에 대해 간헐적 압축응력시험을 수행하였고, 아래 첫 번째 그림과 같이 시간에 따른 압축응력완화 결과를 로그-로그 함수로 나타내었으며, 각 조건에서 압축응력의 70 %에 도달하는 시간을 구하였다.
- 이렇게 구해진 시간을 온도-시간의 그래프로 피팅하여 아래 두 번째 그림과 같이 나타내었고, 피팅된 선을 바탕으로 상온(23 °C)에서의 시간을 예측하였다.
- 고압수소에 노출되지 않은 NBR의 수명은 226년으로 예측되었고 35 MPa와 70 MPa의 고압수소에 1회 노출된 NBR의 수명은 155년과 82년으로 예측되어, 압력이 증가할수록 예측된 수명이 감소함을 알 수 있었다.
- 또한 각각의 압력에서 30회 노출된 NBR의 수명은 35 MPa에서는 90년, 70 MPa에서는 15년으로 감소하여, 노출횟수가 증가함에 따라 예측된 수명이 감소하였다.
- 따라서 간헐적 압축응력 시험과 아레니우스식을 이용하여 예측된 수명은 압력이 증가할수록, 노출횟수가 증가할수록 수명이 감소하는 경향이 아래 세 번째 그림과 같이 나타났으며, 35 MPa의 고압수소에서는 고압수소에 노출되지 않은 NBR에 비하여 수명이 31 %와 60 % 감소하였고, 70 MPa의 고압수소에서는 63 %와 93 %의 수명 감소율이 나타났다.



[각각의 노출조건에서 온도별 간헐적 압축응력 완화 결과. (a) 35 MPa - 1 cycle, (b) 35 MPa - 30 cycle, (c) 70 MPa - 1 cycle, (d) 70 MPa - 30 cycle]

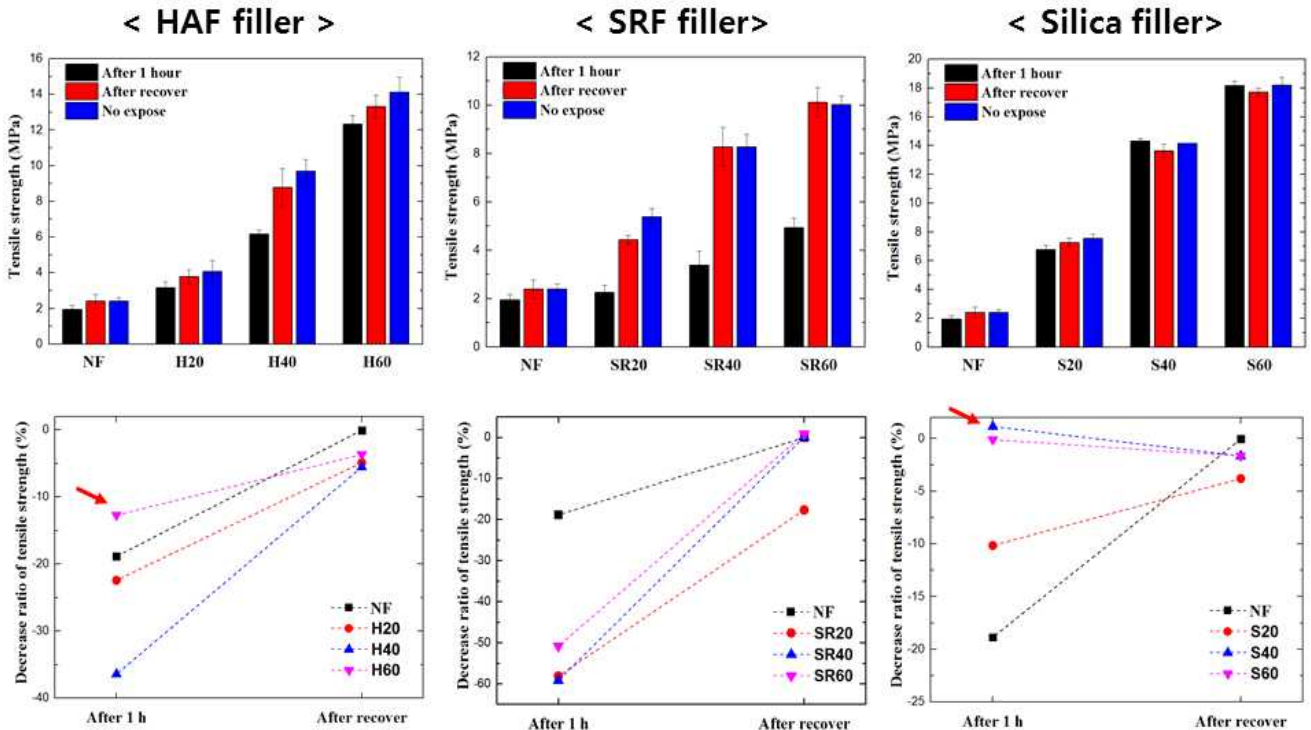


[각각의 노출조건에서 평가된 가속수명 결과. (a) 35 MPa - 1 cycle, (b) 35 MPa - 30 cycle, (c) 70 MPa - 1 cycle, (d) 35 MPa - 30 cycle]



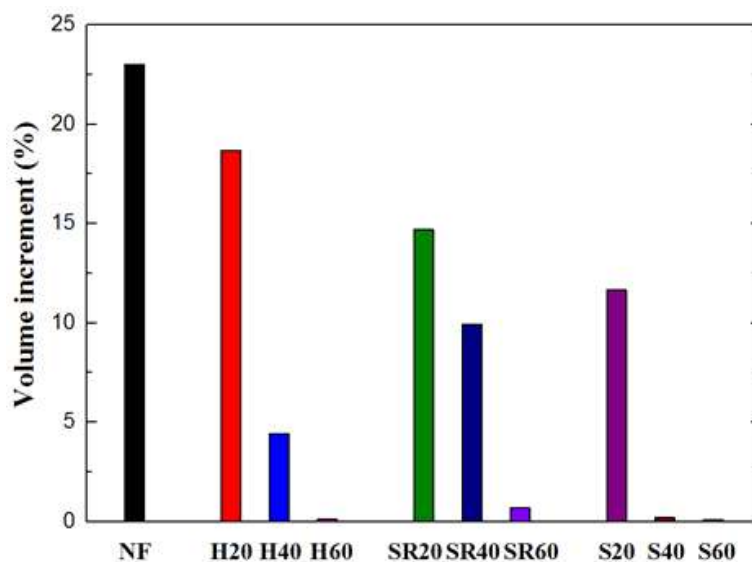
[고압수소의 압력과 노출횟수와 예측된 수명의 관계.]

- 고압수소에 노출된 20종의 EPDM D/B 확보
- EPDM을 가교방법과 필러의 종류, 필러의 함량을 다르게 하여 총 20 종을 배합하여 제조하였고, 87.5 MPa 고압수소에 노출 후 인장시험을 수행하였다.



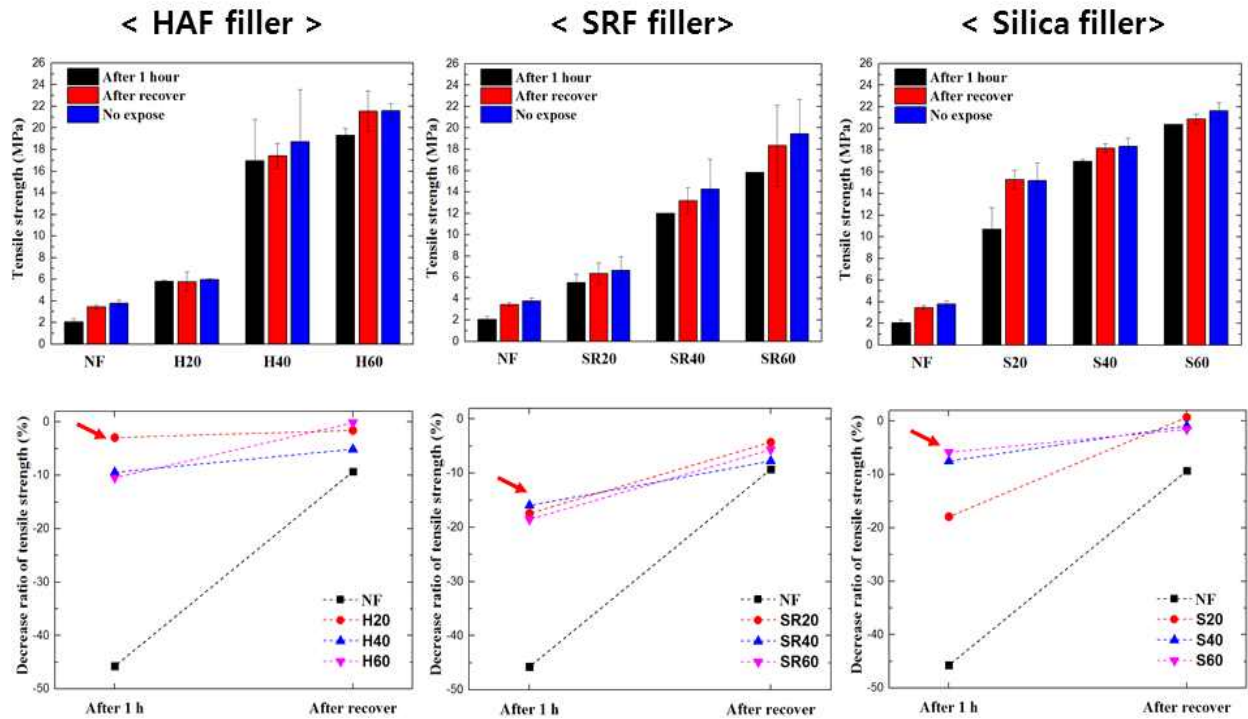
[황 가교된 EPDM에 대한 고압수소에 의한 인장물성의 변화.]

- HAF 카본블랙, SRF 카본블랙, 실리카 필러를 20, 40, 60 phr를 넣고 EPDM을 배합하였고, 황 가교시스템을 이용하여 EPDM을 10종 제조하였다.
- 필러의 종류에 상관없이 필러의 함량이 적을수록, 고압수소에 의해 인장강도가 감소하였으며, SRF 필러가 첨가된 EPDM은 크게 감소하였고 실리카 필러가 첨가된 EPDM은 카본블랙이 첨가된 EPDM보다 상대적으로 인장강도 감소가 작게 나타났다.



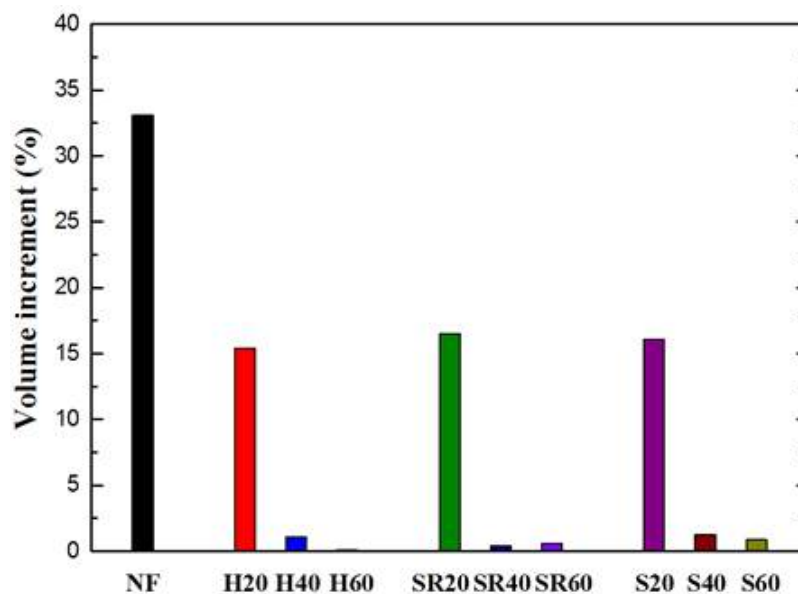
[황 가교된 EPDM에 대한 부피변화율.]

- 위의 그림에서 보여주듯이, 고압수소에 의해 시험편의 부피는 증가하며 필러가 없는 EPDM의 부피가 가장 크게 팽창하였고 필러가 첨가된 EPDM은 필러의 함량이 작을수록 부피팽창율이 크고 필러의 함량이 작을수록 부피팽창율은 작으며, SRF가 첨가된 EPDM의 부피가 다른 필러가 첨가된 EPDM보다 크게 팽창하였다.



[과산화물 가교된 EPDM에 대한 고압수소에 의한 인장물성의 변화.]

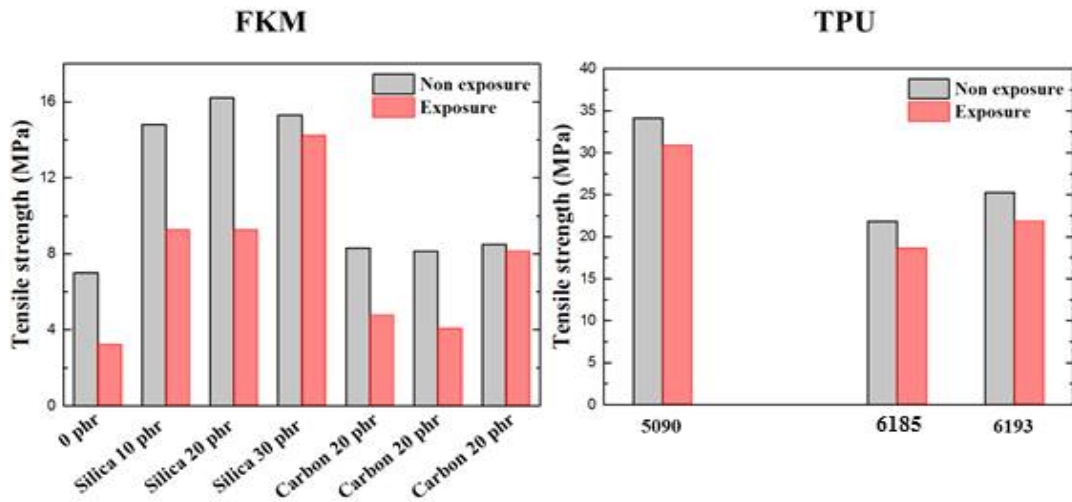
- 황 가교된 EPDM과 유사한 경향으로, 필러의 함량이 낮을수록 고압수소에 의해 인장강도가 감소하는 경향을 나타내었고 SRF가 첨가된 EPDM이 고압수소에 의해 인장강도가 크게 감소함을 알 수 있었다.
- 황 가교와 과산화물 가교된 EPDM을 비교하였을 때, 전반적으로 황 가교된 EPDM이 고압수소에 의해 인장강도가 크게 영향을 받음을 알 수 있었다.



[과산화물 가교된 EPDM에 대한 부피변화율.]

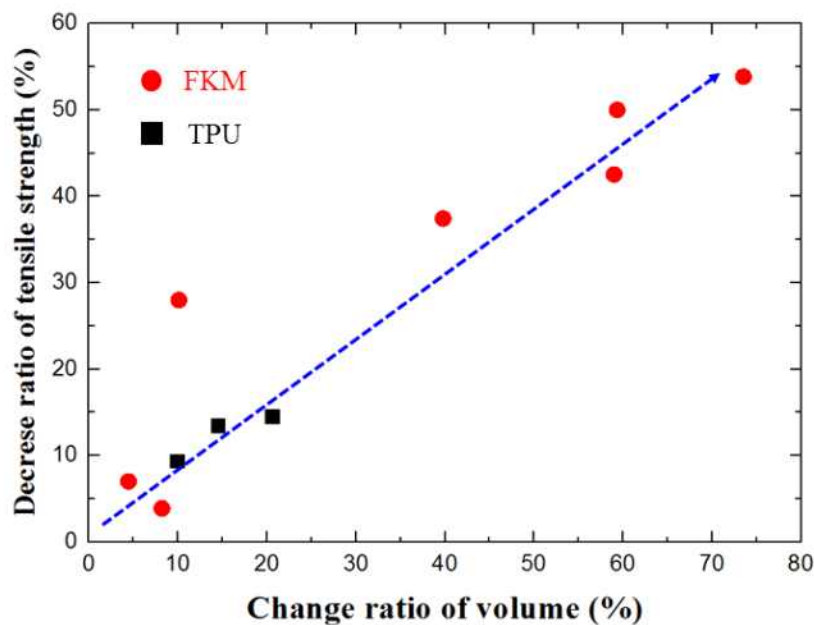
- 위의 그림에서 알 수 있듯이, 과산화물 가교된 EPDM 역시 필러가 없는 EPDM의 부피가 가장 크게 팽창하였고 필러의 종류와 상관없이 필러의 종류가 적게 함유된 EPDM의 인장강도가 크게 감소하였으며, 황 가교된 EPDM과 달리, 40 phr 이상 첨가된 EPDM에서 부피의 팽창은 거의 발생하지 않았다.

- 고압수소에 노출된 FKM과 TPU의 D/B 확보
- MT카본과 실리카 필러를 10, 20, 30 phr를 첨가해서 만든 FKM과 soft segment와 hard segment비율이 다르고 soft segment의 화학 구조가 다른 TPU를 제조하였고, 87.5 MPa 고압수소에 노출 후 인장시험을 수행하였다.
- 아래 그림에 FKM과 TPU에 대하여 고압수소 노출 전과 후의 인장강도를 비교하였고, FKM은 필러의 종류와 상관없이 10, 20 phr 첨가된 FKM의 인장강도는 감소하였지만, 카본블랙과 실리카 30 phr 첨가된 FKM의 인장강도는 큰 차이가 발생하지 않았다.



[고압수소 노출 전, 후의 FKM과 TPU의 인장강도.]

- TPU는 전반적으로 soft segment와 hard segment 비율과 상관없이 고압수소에 대한 영향은 나타나지 않았지만 soft segment의 구조가 ether인 TPU의 인장강도가 크게 나뉘고, soft segment의 구조가 ester이고 함량비가 38 %인 TPU는 고연신율로 인하여 파단까지 측정하지 못 하였음에도 불구하고, soft segment의 함량비가 클수록 인장강도는 감소하는 경향을 나타내었다.



[FKM과 TPU에 대해 부피변화율과 인장강도 감소율의 상관관계.]

- 필러가 없는 FKM은 인장강도 감소율은 53 %인 반면에 실리카와 카본블랙이 30 phr 첨가된 FKM의 인장강도 감소율은 7 %와 4 %로 나타났고 TPU는 전체적으로 10~15 %의 인장강도 감소율이 나타났다.
- 인장강도 감소율과 부피변화율의 상관성을 그림 19와 같이 나타내었고, 고압수소에 의해 부피가 크게 발생하는 고무 소재일수록 인장강도의 감소가 크게 발생하였다.

(2) 비금속 실링 소재 경도 물성 평가 및 D/B 구축

- 비금속 소재의 경도 평가 절차 개발 및 비교 숙련도 시험 평가
- 비금속 실링 소재 경도 물성 평가 및 D/B 구축

가. 비금속 소재의 경도 평가 절차 개발 및 비교 숙련도 시험 평가(2019년)

- 2종의 PE 후보 소재에 대하여 국제적 기준의 로크웰 경도물성 평가
 - KS M ISO 2039-2(ISO 부합화 완료 규격), 플라스틱-경도의 측정- 제 2부: 로크웰 경도'에 명시되어 있는 세부절차에 따라서 로크웰(Rockwell) HRRW 스케일 경도 시험법에 의거하여 경도물성 평가하였다.
 - 평가 결과, 시료명 1과 2의 경도는 62.2 HRRW 및 62.7 HRRW 으로 나타났으며, 경도측정 결과의 측정불확도는 최대 2.1 HRRW(신뢰수준 약 95 %, k=2)으로 평가되었다.



[경도 특성 평가]

KRİSS											
시험결과											
TEST RESULTS											
1. 측정장비_Test Instrument: 로크웰 경도 시험기 HRRW 스케일											
2. 시험방법_Test Method: KS M ISO 2039-2 플라스틱-경도의 측정-제 2부: 로크웰 경도											
3. 시험조건_Test Conditions:											
3.1 재시험률 주력 시간: 4초											
3.2 부가하중 주력 시간을 포함한 시험하중 유지시간: 15초											
3.3 부가하중 제거시간을 포함한 경도측정 유지시간: 15초											
3.4 시험체 크기(폭×높이): 75×75×17mm											
4. 결과: 시험결과 및 측정불확도(1회측) (HRRW)											
시료명	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	평균값
경도	62.2	62.7	62.3	62.5	62.6	62.4	62.8	62.9	62.7	62.5	62.5
불확도	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1	2.1

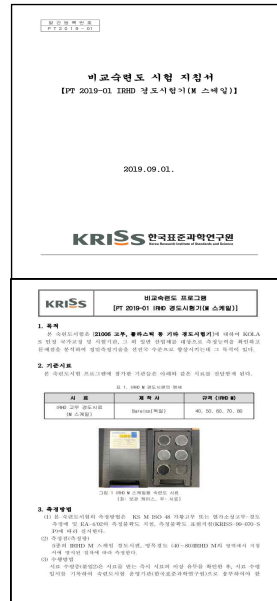
[연구 개발 PE 후보 소재의 경도 특성 평가 결과]

- 내부자 간 비금속 고분자 소재 5종에 대한 경도 비교 숙련도 시험 수행
 - 한국표준과학연구원 및 본 과제에 참여 중인 신발피혁 연구원 간 고분자 소재 5종에 대하여 비교숙련도 시험을 수행하였다.
 - 시험결과의 적합성은 En 값을 통하여 수행도를 평가하였고 적합성 평가 기준은 En값의 절댓값이 1 미만이다. En 값은 아래 식(1)로 계산하였다. 숙련도 시험 결과, 5종의 모든 시료에서 En 값이 평가 기준인 1 이하로 나타나 수행도는 적합한 것으로 나타났다. 아래 그림에 숙련도 시험 결과를 정리하였다.

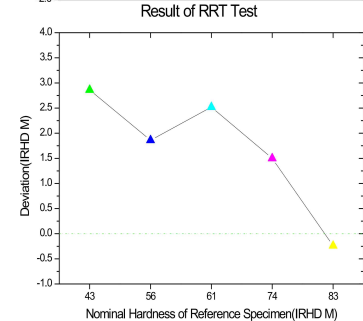
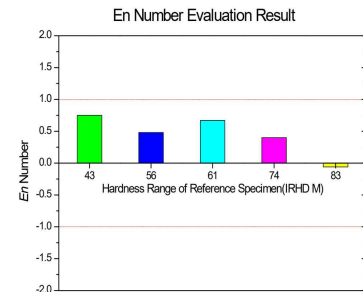
$$En = \frac{\bar{X}_{KIFLT} - \bar{X}_{KRİSS}}{\sqrt{(U_{KRİSS}^2 - U_{KIFLT}^2)}} \dots\dots\dots (1)$$



[시료의 경도 특성값 측정 및 불확도 평가]



[비교속련도 시험 지침서]



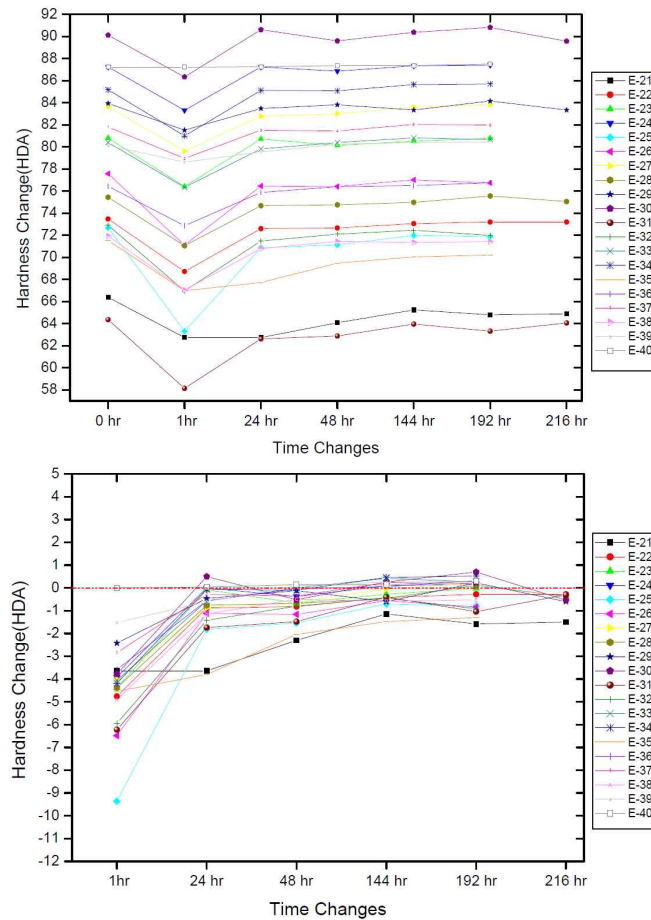
[비교속련도 시험 결과]

나. 비금속 실링 소재 경도 물성 평가 및 D/B 구축 (2020, 2021년)

- EPDM 계열의 비금속 후보 소재의 고압 수소에 대한 경도물성 평가
- 고압 수소 후보용 EPDM 실링(이하 쉘) 고분자 20종 소재에 대하여 고압 수소 노출(주입) 전과 후의 경도특성 및 시간 경과에 따른 경도회복특성을 평가하였다.
- 시료의 고압 수소 주입조건은 압력 96 Mpa, 압력 유지시간 24시간이며, 시료의 크기는 지름 35 mm, 두께는 3 mm 이 내이다.
- 시료의 최초 경도 측정은 시료를 공기 중으로 꺼낸 뒤 1시간 안에 이루어졌으며, 그 후로 24시간, 48시간, 144시간 192시간에 걸쳐 공기 중에 보관한 뒤 시간별로 경도 물성 변화를 평가하였다. 192시간 후에는 통계분석을 통하여 경도물성의 변화가 계속되고 있는 것으로 판정되는 6종의 시료에 대해서는 시간을 연장하여 216시간 경과 후의 경도 물성을 측정하였다.
- 시험결과, 그래프를 통해 나타난 바와 같이 수소가 주입된 시료는 주입 전 시료 대비 경도가 최대 10 HDA 낮아지는 것으로 나타났으며 24시간 이후에는 증가하기 시작하여 192시간 경과 시점으로부터는 거의 대부분의 시료가 주입 전 시료의 경도 대비 (1~3)HDA 낮아지기는 했으나 경도의 변화가 없이 일정해지는 것으로 나타났다. 그러나 시료기호 E-21을 포함한 6종의 시료는 216시간에 되어서야 경도 물성이 안정화되는 것으로 나타나 수소에 대한 경도 특성이 다른 것으로 밝혀졌다. 다음의 사진과 그래프에 연구 결과를 정리하였다.

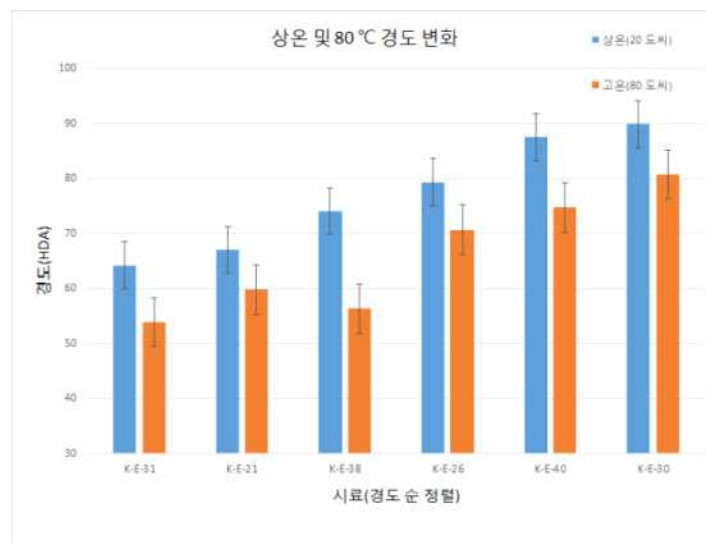


[EPDM 수소용 쉘 후보 소재 수소 주입 모습(전용 장비 포함)과 수소가 주입되어 표면이 부풀어 오른 모습(시료 기호: K-E-3)]



[EPDM 후보용 씰 소재에 대한 수소 주입 전과 후의 경도 특성 평가 결과]

- 비금속 후보용 EPDM 소재의 상온 및 고온에서의 경도 물성 평가
- 수소용 씰 소재는 고압 환경뿐만 아니라 가스를 충전하는 과정에서 저온 및 고온에 노출된다. 통상 노출 온도의 범위는 -40 ~ 80 °C이다. 시편의 냉각을 위해서는 별도의 시스템이 필요하므로 저온에서의 경도 특성은 차기년도(2021년)도에 수행하기로 하였다. 고온 80 °C 에서 후보용 씰 소재를 가열하기 위한 가열장치를 제작하였고, 명목 경도가 65 ~ 90 HRA에 해당하는 5종의 시료에 대하여 시료 온도가 80 °C일 때 고온 경도 특성을 평가하였다.
- 고온 경도 특성 평가 결과 최소 10 %, 최대 24 %의 경도가 하락하는 것으로 나타났으며, 특히 시료 기호 K-E-38 소재가 고온에서 가장 경도 특성의 변화가 심하였다.

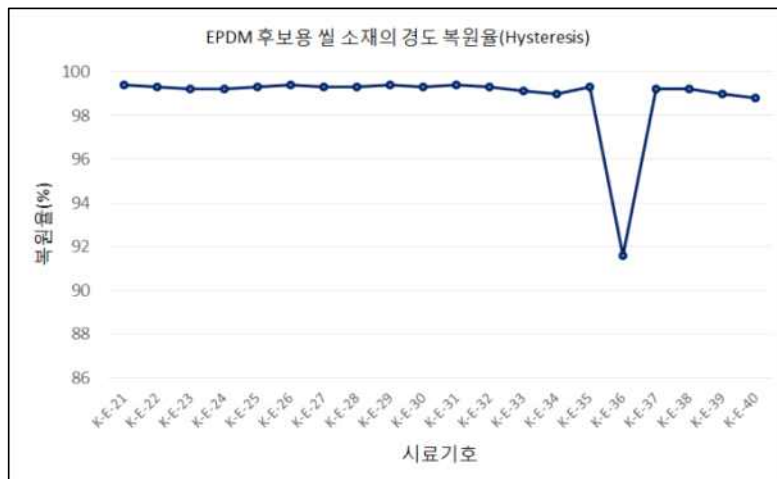


[수소용 EPDM 후보 소재의 고온 경도 특성]

온도	시료명(경도순 정렬)					경도단위: HDA
	K-E-31	K-E-21	K-E-38	K-E-26	K-E-40	K-E-30
상온(20 ℃)	64.2	67.1	74.1	79.4	87.5	89.9
80 ℃	53.9	59.8	56.4	70.7	74.7	80.7
변화량(HDA)	-10.3	-7.3	-17.7	-8.6	-12.8	-9.2
변화율(%)	-16.1	-10.9	-23.9	-10.9	-14.6	-10.2

[수소용 씰 후보 소재의 고온 경도 특성 평가 결과]

- 고분자 히스테리시스(경도 복원율) 측정 시스템 구축 및 경도 복원 특성 평가
- 고분자 소재의 히스테리시스(hysteresis, 경도 복원율)를 측정하기 위하여 측정 시스템을 구축하였다. 경도 복원율은 ISO 815, ASTM D395, ASTM D3574 등에 명시되어 있는 고분자 소재의 영구압축줄임율(compression set(%))에 연계되는 물성으로서 고분자 소재 성능평가의 지표로 산업계에서 널리 활용되고 있다.
- 경도 복원율은 IRHD N타입 시험기를 사용하였으며 시험하중 유지시간 및 되돌림 시간은 99초로 설정하였다.
- 경도 복원율은 아래 그림에서와 같이 대부분의 시료에서 98% 내외로 나타났으나, K-E-36 시료는 91.6 %로 매우 불량한 것으로 나타났다. 이러한 소재는 복원력이 나쁘므로 수소용 씰 소재로는 적합하지 않으리라고 예상된다. 일반적인 시료는 시간의 차이는 있으나 시간이 경과하면 그 모양이나 변형된 부분이 원래의 형태로 회복이 되기 마련인데 사진에서와 같이 총 48시간이 지났음에도 불구하고 외형이 회복되지 않았다. 다음에 연구 결과를 정리하였다.



[히스테리 시험으로 나타난 소재별 경도복원 특성]



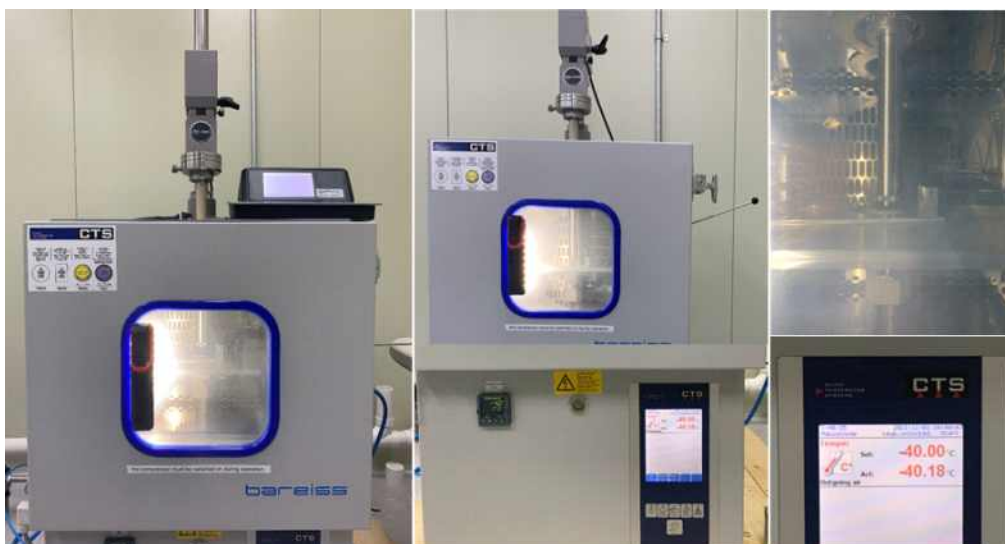
[고온경도 측정 시스템(좌) 및 히스테리시스(hysteresis, 경도 복원율) 측정 시스템(우)]



(a) 실험 직후 (b) 24시간 경과 (c) 48시간 경과

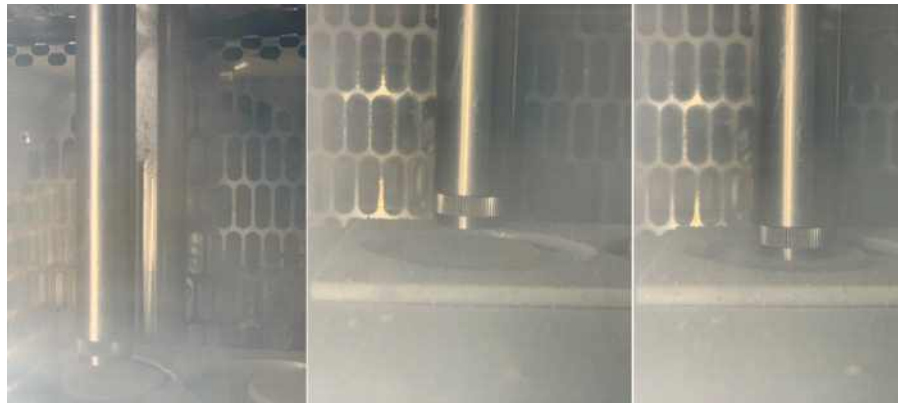
[히스테리 시험에 의하여 영구변형이 일어난 시료의 모습]

- 비금속 소재의 저온/고온 경도측정 시스템 구축 및 후보 소재(FKM 계열)의 온도에 대한 경도특성 평가 (2022년)
- 수소용 씰 소재는 고압 환경뿐만 아니라 가스를 충전하는 과정에서 저온 및 고온에 노출되는 것을 피할 수 없다. 통상 노출 온도의 범위는 $-40 \sim 80$ °C이다. 따라서 이번 연도에는 상온(room temperature)을 포함하여 저온 -40 °C, 고온 최대 180 °C로 시료의 온도를 설정할 수 있는 특수 경도 측정 시스템을 국내 최초로 구축하였고, FKM 계열 후보용 소재 15종에 대하여 상온을 포함하여 실제 사용온도에 대응하는 -40 °C 및 80 °C에서 경도특성(변화율)을 평가하였다.
- 고온 경도특성 평가결과, 최소 -3.3 %, 최대 -15.6 %에 해당하는 경도가 하락하는 것으로 나타났으며, 특히 K-T-4-1 소재는 상온 경도가 89.3 HDA로 비교 대상 중 가장 높았으나, 고온에서의 경도 변화율이 -15.6 %로 컸고 경도 또한 가장 낮아진 것으로 나타났다. 이는 고분자 소재의 제조방식에 따라서 고온 경도의 변화율이 상온 경도에 비례하지 않을 수 있다는 것을 의미한다. 그러므로 기존의 상온 경도만을 기준으로 하는 고분자 소재 및 부품의 적합성 평가 방식은 보완되어야 한다.
- 저온 경도 평가결과, 경도 변화율은 최소 $+8.3$ %, 최대 $+20.4$ %로 상온(23 °C) 경도보다 최대 16.3 HDA 높아지는 것으로 나타났다. 따라서 고온 경도의 경우와 마찬가지로 상온을 기준으로 했을 때 적합한 고분자 소재 또는 부품이라 할지라도 노출되는 온도에 따라서 사양을 벗어나 부적합한 경우가 발생할 소지가 있으므로 CHMC 2 등에 명시하고 있는 고분자 소재의 적합성 평가등급(material compatibility qualification rating)은 온도 등이 고려된 좀 더 세부적인 기술적 요건이 추가되어야 한다.
- 고분자 소재, 특히 고무 소재의 경우에는 제조된 후에 시간이 지남에 따라서 경도가 달라지며 부품의 성능에도 영향을 미치게 된다. 따라서 연구개발 중인 후보용 소재에 대하여 제조 후 5개월이 지난 시점에서 경도를 측정하여 변화율을 평가하였다. 결과에 나타내듯이 경도는 높게 나타났으며 변화율은 최소 2.8 %(시료 기호: K-F-4)에서 최대 5.3 %(시료 기호: K-F-6)로 나타났다.



[비금속 소재의 저온/상온/고온 환경 경도 측정 시스템]

- FKM 계열 후보용 비금속 소재의 히스테리시스(경도 복원률) 및 경도 경년변화 특성 평가
- 고압 수소 후보용 불소계 고분자 소재 15종에 대하여 상온 경도특성 및 히스테리시스(변형률)와 소재가 제조된 이후 시간이 경과 되는 데에 따른 경도의 경년변화를 평가하였다.
- 경도는 이번 연도에 개발이 완료된 표준 쇼어경도 시험절차서에 의거하여 평가하였다.
- 고분자 소재의 경도 복원율은 ISO 815, ASTM D395, ASTM D3574 등에 명시되어 있는 고분자 소재의 영구압축줄임율 (compression set(%))에 연계되는 물성으로서 고분자 소재 성능평가의 지표로 산업계에서 널리 활용되고 있다.
- 경도 복원율은 IRHD N타입 시험기를 사용하였으며 시험하중 유지시간 및 되돌림 시간은 99초로 설정하였다. 또한 소재가 부품으로 사용될 경우, 압축과 풀림이 반복된다는 것을 고려하여 소재의 동일한 구역을 3회 반복하여 복원율의 추이를 비교하였다.

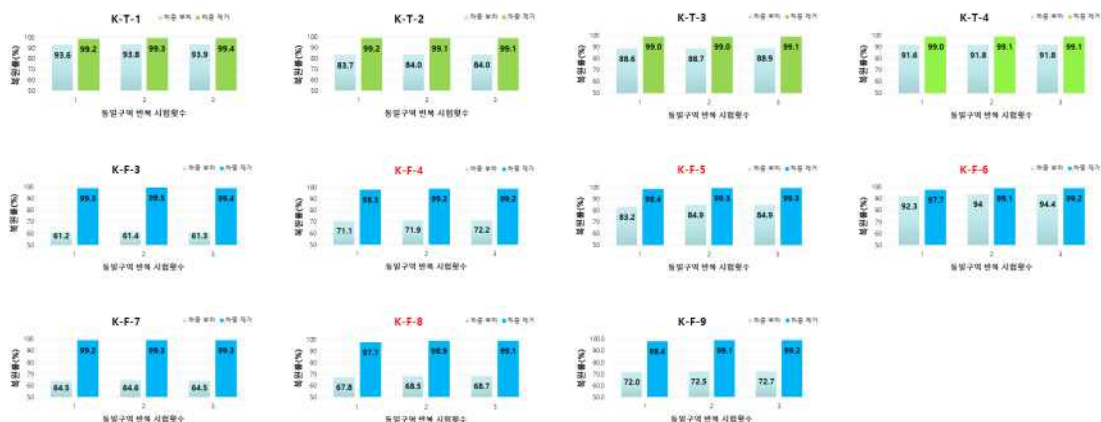


[비금속 소재의 저온(-40 °C) 환경에서의 경도측정 시스템의 순차 기동모습]

- 경도 복원율은 그림에서와 같이 대부분의 시료에서 99 % 내외로 나타났으나, 시료기호 K-F-4, K-F-5, K-F-6, K-F-8 는 98 %로 나타나 근소하게 낮게 나타났다. 또한 상온 경도가 70 HDA 이하로 80 HDA에 비해 상대적으로 낮은 시료 군에서 복원율 또한 낮을 것으로 예측하였으나, 이번 실험에서는 상관성이 없는 것으로 나타났다.



[히스테리시스(hysteresis, 경도 복원율)을 측정 시스템]



[FKM 계열 비금속 고분자 후보 소재별 히스테리시스(경도 복원률) 평가결과]



[시료 기호 K-F-# 고분자 후보 소재의 경도 경년변화 평가결과]

시료	시료 기호							단위: HDA
	K-F-3	K-F-4	K-F-5	K-F-6	K-F-7	K-F-8	K-F-9	
원소재	55.36	68.24	80.12	87.58	60.98	64.96	70.96	
5개월 후	57.28	70.16	84.28	92.24	64	67.82	73.28	
편차(HDA)	1.92	1.92	4.16	4.66	3.02	2.86	2.32	
변화율(%)	3.5	2.8	5.2	5.3	5.0	4.4	3.3	

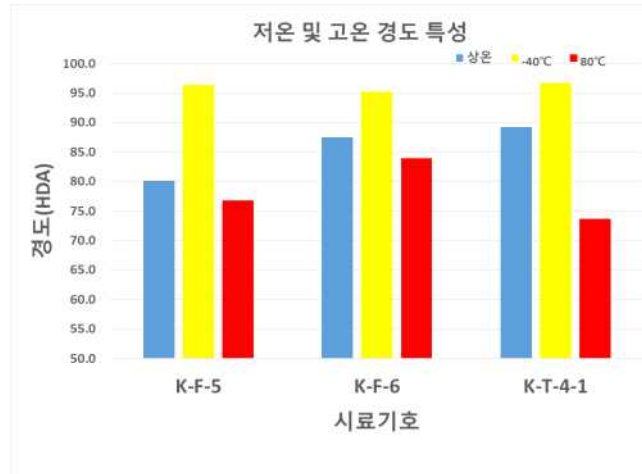
[시료 기호 K-F-# 수소용 고분자 후보 소재의 경도 경년변화 특성 평가 데이터]



[시료 기호 K-T-#-# 고분자 후보 소재의 경도 경년변화 평가결과]

시료	시료의 기호				단위:
	HDA				
	K-T-1-1	K-T-2-1	K-T-3-1	K-T-4-1	
원소재	89.38	78.78	84.54	89.3	
5개월 후	93.58	81.98	88.86	92.5	
편차	4.2	3.2	4.3	3.2	
변화율(%)	4.7	4.1	5.1	3.6	

[시료 기호 K-T-#-# 수소용 고분자 후보 소재의 경도 경년변화 특성 평가 데이터]

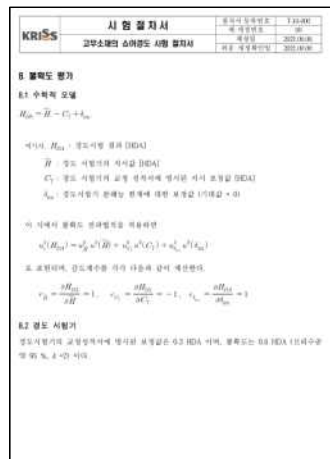
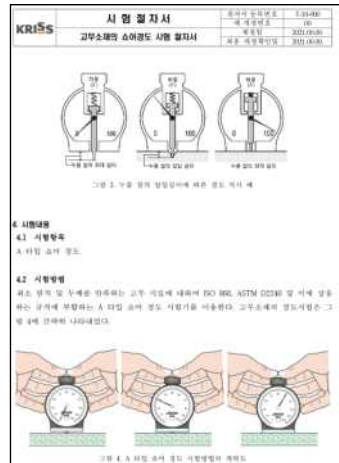
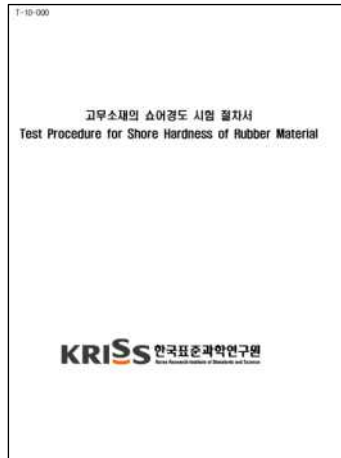


[시료 기호 K-F-#, 상온 경도 80 HDA 이상의 고분자 후보 소재의 저온/고온 경도 평가결과]

- 비금속(고분자 고무) 소재의 표준 경도 시험절차서 개발 및 FKM 소재의 종합 경도물성표
- 소재의 경도물성은 금속, 비금속과 관계없이 측정결과가 측정절차에 따라지는 절차 의존성이 매우 강한 특징이 있다. 특히 비금속 소재의 경우에는 경도 시험 시 시험사이클에 종속되는 요소, 즉 시험 하중의 부하 시간, 속도, 유지시간 등에 따라서 측정자 또는 시험소 간 측정결과에 상당한 차이가 발생할 수 있다. 이러한 이유로 경도 시험 결과의 신뢰도 및 호환성, 비교성, 동등성 확보를 위해서는 표준 시험절차서가 필수적이다. 그러나 본 과제에서 연구 중인 비금속 소재(고무)에 대한 표준 시험절차서는 현재까지 개발되어 있지 않다. 향후 수소 또는 이와 유사한 에너지 자원의 이용도는 크게 증가할 것이 확실하고, 이에 따라서 이를 뒷받침할 소재 및 부품의 개발과 아울러 적합성 평가의 중요도는 높아질 수밖에 없다. 경도는 비금속 소재의 개발 및 유통에 있어서 중요한 상용물성이기 때문에 표준화된 시험절차에 의한 데이터의 생산 및 이용을 위해 표준시험 절차서를 본 과제를 통하여 개발하였다. 다음에 개발을 완료한 절차서의 표지를 나타내었고 개발을 완료한 절차서에 따라서 비금속 FKM 소재에 대하여 경도와 관련된 물성을 평가하여 표와 같이 정리하였다.

평가 항목	시료의 온도	K-F-5	K-F-6	K-T-4-1
경도(HDA)	23°C(상온)	80.1	87.6	89.3
상온 경도와 편차(HDA)	-40°C(저온)	+16.3	+7.7	+7.4
경도 변화율(%)		+20.4	+8.8	+8.3
상온 경도와 편차(HDA)	80°C(고온)	-4.1	-4.1	-17.5
경도 변화율(%)		-3.3	-3.6	-15.6

[시료 기호 K-F-#, 수소용 고분자 후보 소재의 상온 경도 80 HDA 이상의 고분자 후보 소재의 저온/고온 경도평가 데이터]



[표준 쇼어경도 시험절차서 및 주요 내용]

시료기호	경도(HDA)							경도복원률 (%)
	상온 (23℃)	저온(-40 ℃)		고온(80 ℃)		경년변화 (시료 제조 5개월 후)		
		경도	변화율 (%)	경도	변화율 (%)	경도	변화율 (%)	
K-F-3	55.4	•	•	•	•	57.3	3.5	99.4
K-F-4	68.2	•	•	•	•	70.2	2.8	99.2
K-F-5	80.1	96.4	20.4	76.3	-4.1	84.3	5.2	99.3
K-F-6	87.6	95.3	8.8	84.0	-4.1	92.2	5.3	99.2
K-F-7	61.0	•	•	•	•	64.0	5.0	99.3
K-F-8	65.0	•	•	•	•	67.8	4.4	99.1
K-F-9	71.0					73.2	3.3	99.2
K-T-1-1	89.4	•	•	•	•	93.6	4.7	99.4
K-T-1-2	90.5	•	•	•	•	•	•	•
K-T-2-1	78.8	•	•	•	•	82.0	4.1	99.1
K-T-2-2	78.9					•	•	•
K-T-3-1	84.5	•	•	•	•	88.9	5.1	99.1
K-T-3-2	84.9	•	•	•	•	•	•	•
K-T-4-1	89.3	96.7	8.3	73.7	-17.5	92.5	5.6	99.1
K-T-4-2	88.5	•	•	•	•	•	•	•

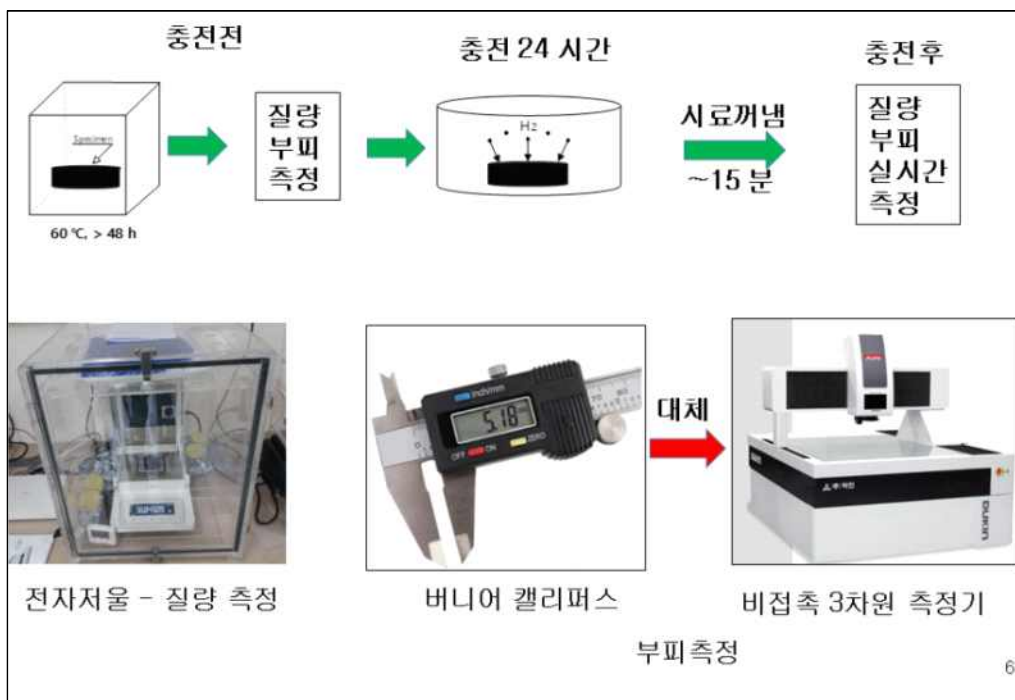
[FKM 계열 소재의 종합 경도물성표]

(3) 비금속 실링 소재 물리적 안정성 평가 및 D/B 구축

- 비금속 소재의 질량과 부피 실시간 측정 시스템 구축
- 비금속 소재의 수소 침투량과 확산도 분석 프로그램 개발 및 적용
- 비금속 소재 물리적 안정성 평가 및 D/B 구축

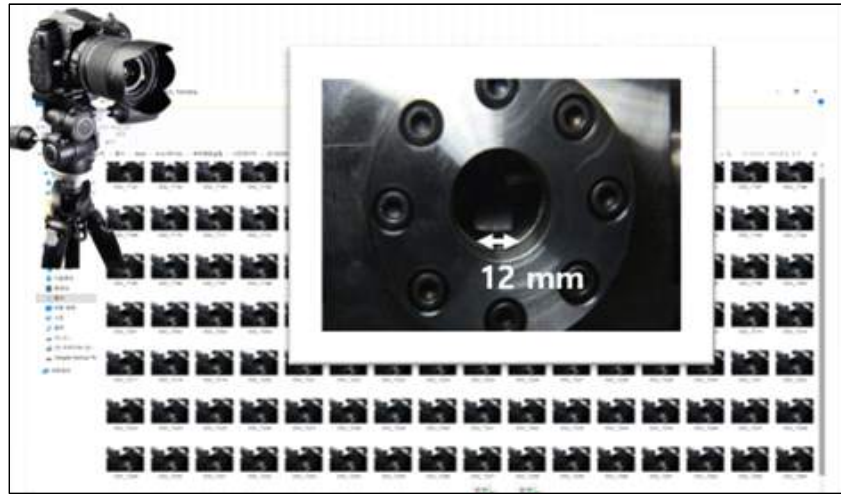
가. 비금속 소재의 질량과 부피 실시간 측정 시스템 구축 (2019년)

- 물리적 안정성 측정 기술 개발 및 시스템 구축
- 고무는 가압과정 중에는 약간의 느린 팽윤 현상을 보이다가, 감압하는 순간 압력이 제거되면서 부피가 급속히 팽창하고, 장입된 수소가 빠르게 공기중으로 빠져나가면서 질량의 감소가 일어난다.
- 이러한 기본적인 물성변화 즉 부피와 질량 변화를 측정 할 수 있는 절차와 장비를 아래 그림과 같이 전자저울과 버니어 캘리퍼스(비접촉 3차원 측정로 대체)를 이용하여 시료의 질량과 부피를 실시간으로 측정할 수 있는 시스템을 구축하였다.

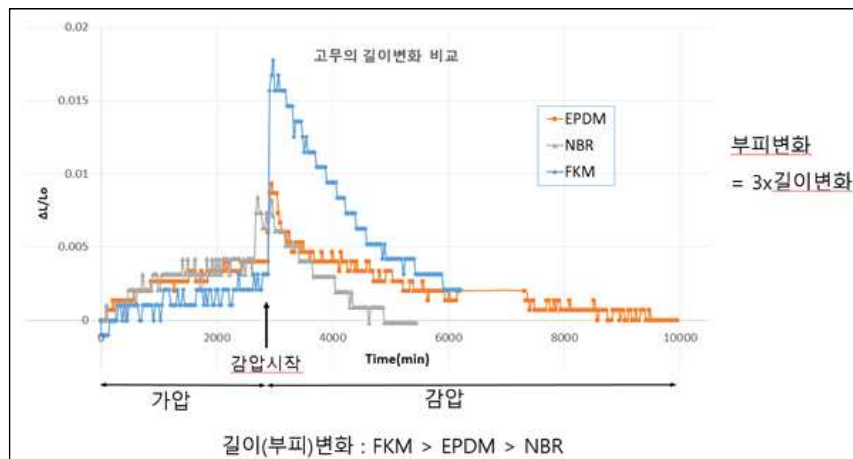


[고무의 부피와 질량 측정 절차와 측정 시스템]

- 고압수소 영양하에서 실시간으로 고분자고무의 부피 변화 측정은 아래와 같이 고압용기 안에 사파이어로 제작한 윈도우를 넣어서 고압용기 내부의 고무의 부피변화를 디지털 카메라를 이용하여 실시간 관측하였다.

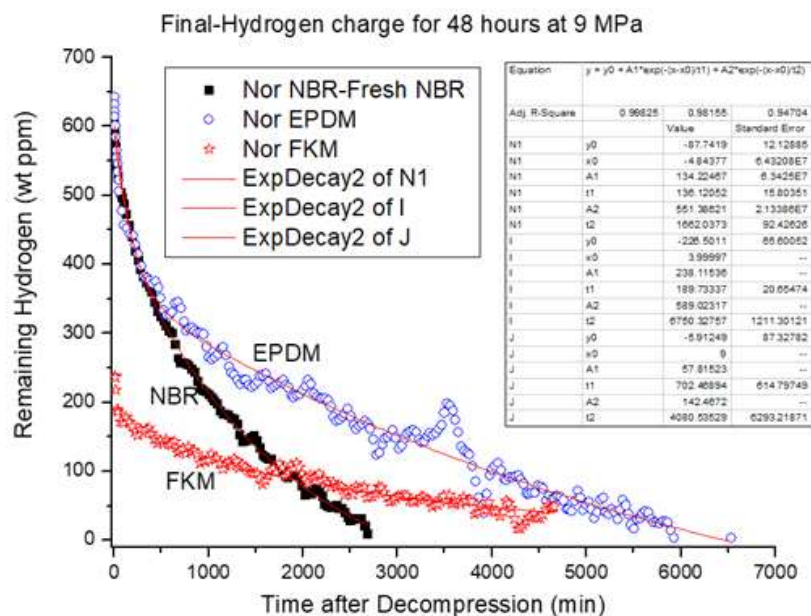


[가압중 사파이어 윈도우 내부의 고무의 면적 변화 실시간 측정]



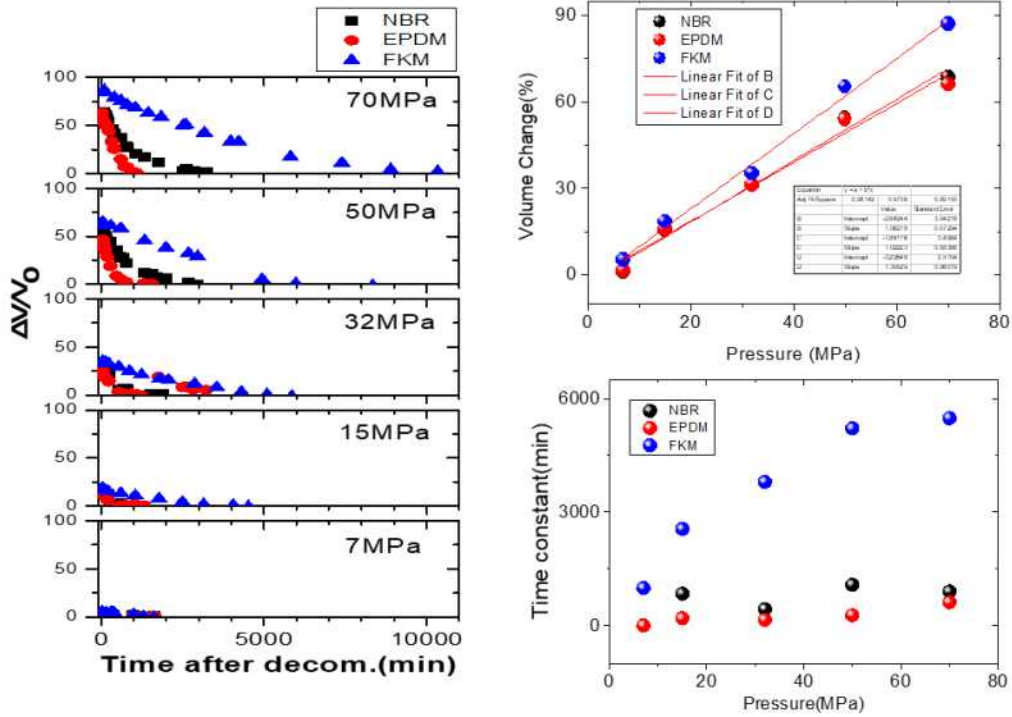
[가압과 감압과정에서 In-situ 방법으로 고무의 부피 변화 실시간 측정]

- 세 종류의 고무 시료에 대한 부피 측정 결과는 위 그림과 같다. 9 MPa 수소 가압에 이은 감압 후 FKM 시료가 감압 직후에 부피의 상대변화율이 1.7 %이고, NBR과 EPDM은 유사하게 0.8 % 정도로 작음을 알 수 있다.
- 세 종류의 고무 시료에 대한 9 MPa 24시간 가압 후, 감압 후의 측정 결과는 아래 그림과 같다. 측정 결과로부터 수소 장입량은 NBR과 EPDM이 650 wtppm 이고, FKM 경우는 200 wtppm으로 측정되었다.



[고무 시료에 대해 전자저울을 이용하여 감압 후 질량의 변화]

- 3종 시료에 대해 최대 70 MPa 까지의 압력에서 부피 및 질량 변화 측정하였으며, 결과는 다음과 같다.
- 감압 후 압력에 따른 부피 변화 실시간 측정
- 부피 팽창율 : FKM > NBR > EPDM
- 시상수 압력 의존성 : FKM > NBR > EPDM



[충전 압력에 따른 감압 후 부피 팽창율과 시상수]

나. 비금속 소재의 수소 침투량과 확산도 분석 프로그램 개발 및 적용

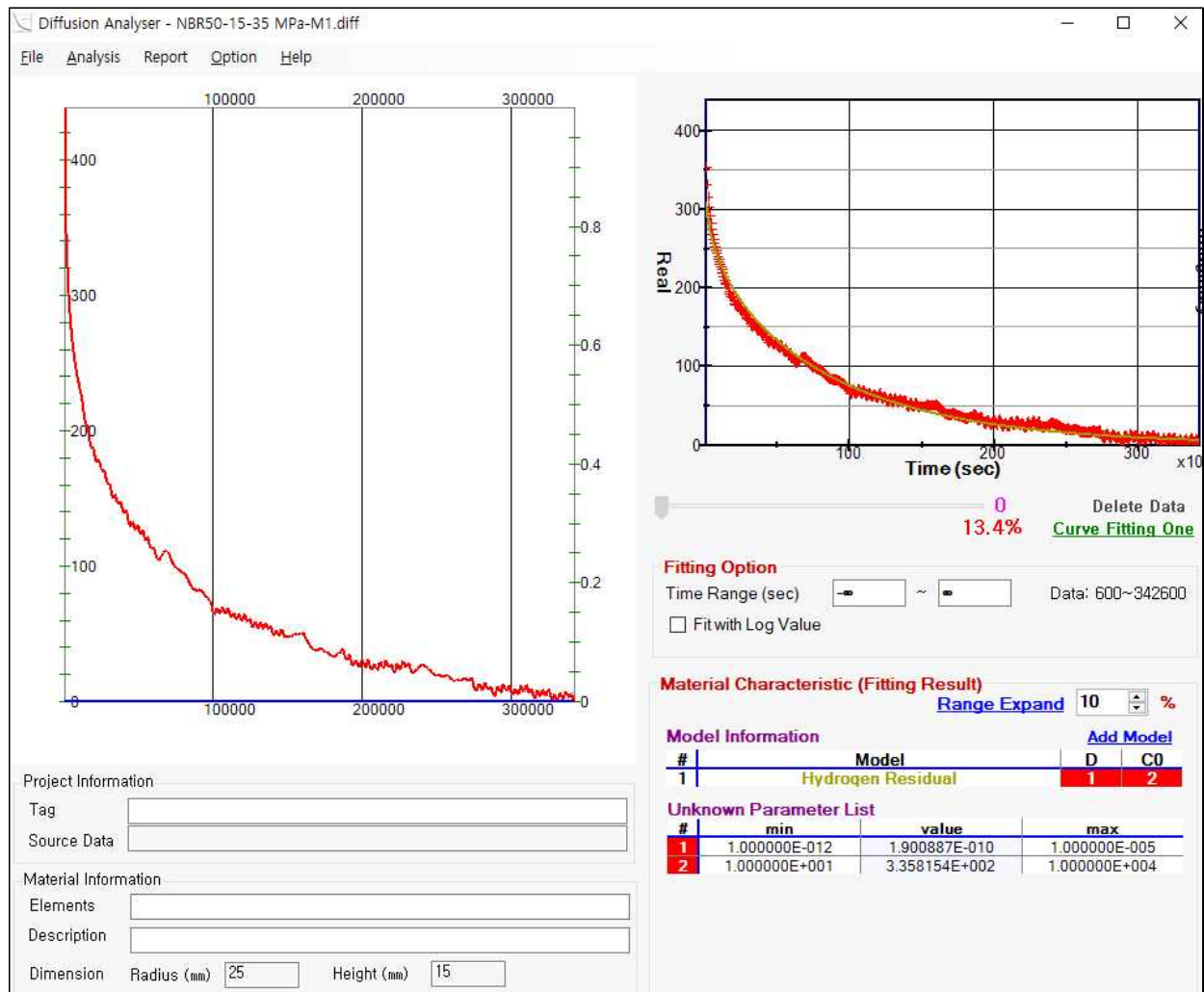
- 수소 침투량 및 확산도 분석 프로그램 개발
- 24 시간 충전후 감압 후 시료를 꺼내어 컴퓨터와 GPIB 인터페이스 된 전자저울을 이용하여 고무의 질량변화를 실시간으로 측정한다.
- 고무의 질량변화로부터 시간에 따른 수소의 잔류량은 아래와 같이 얻어진다.

$$C(t) [wtppm] = \frac{M(t) - M_0}{M_0} \times 10^6 \dots\dots\dots (1)$$

- 여기서 $M(t)$ 는 감압 한 시간 t 초 후의 고무의 질량이고, M_0 는 수소 충전전의 고무의 질량이다.
- 수소 잔류량의 측정결과를 그림 2의 전용 Diffusion Analysis 프로그램을 이용하여 분석하는데, 수소의 장입량(C)과 확산도(D)를 아래의 식을 이용하여 구한다.

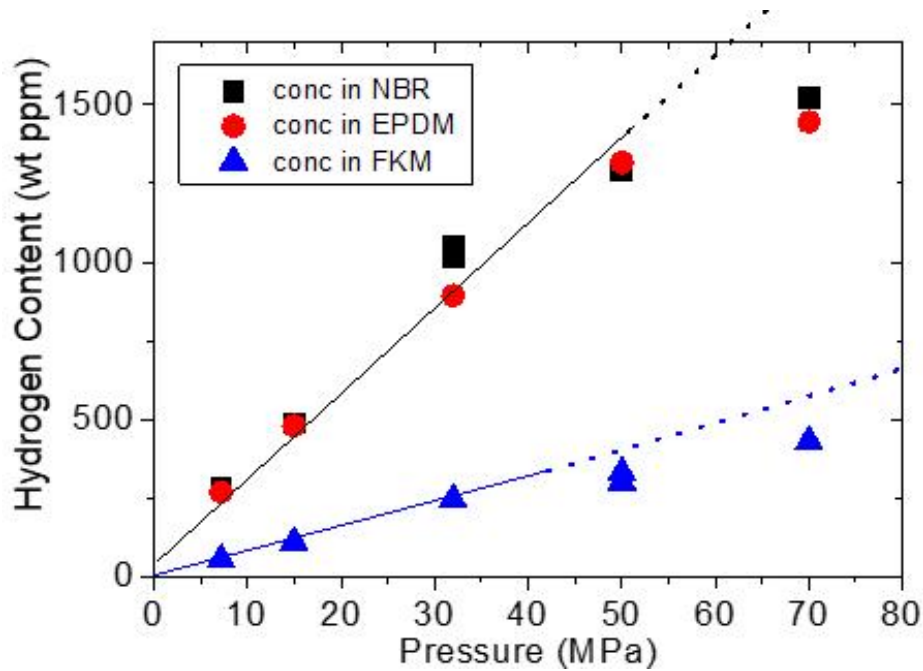
$$C_{H,R}(t) = \frac{32}{\pi^2} \times C_{H0} \times \left[\sum_{n=0}^{\infty} \frac{\exp\{-(2n+1)^2 \pi^2 D t / l^2\}}{(2n+1)^2} \right] \times \left[\sum_{n=1}^{\infty} \frac{\exp\{-D \beta_n^2 t / \rho^2\}}{\beta_n^2} \right] \dots\dots\dots (2)$$

- 아래 그림의 왼쪽 밑에 실린더형 시료의 반경(Radius)과 높이(Height)를 입력하고, 식 (2)를 이용하여 분석한 결과를 아래 그림의 오른쪽에 나타내었다. 이론적인 결과가 실험값과의 일치도를 감도지수 (figure of merit, FOM)를 사용하여 나타내었는데, 그 값이 5 % 이내이면 비교적 잘 일치하는 것이다. 피팅한 결과 확산도(D)와 장입량(CH0)이 각각 $1.9 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ 와 336 wtppm 임을 보인다.

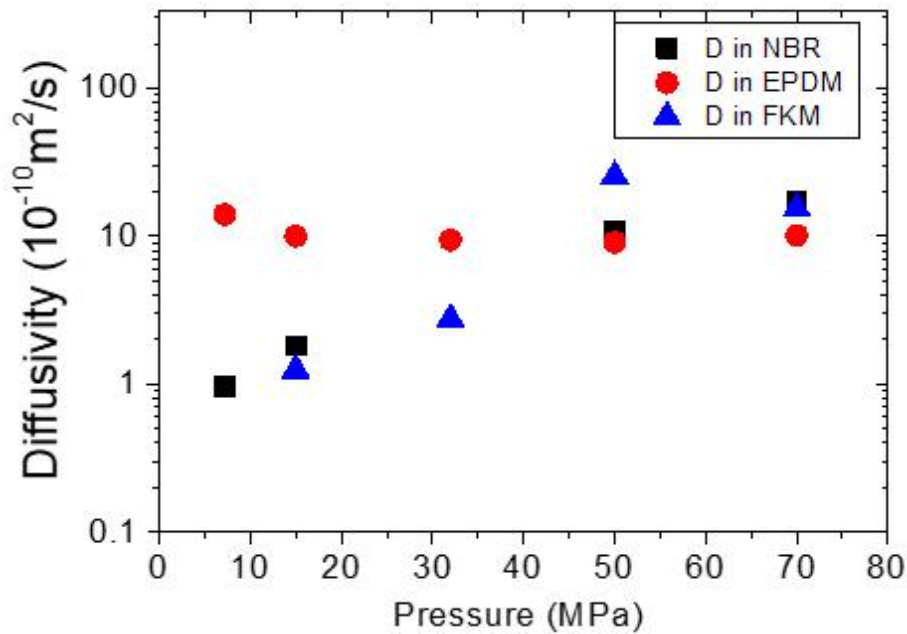


[침투량 및 확산도 분석 프로그램]

- 3종 시료에 대해 수소 침투량 및 확산 계수 측정하였는데 그 결과는 아래 그림과 같다. 결과는 다음과 같이 요약할 수 있다.
- 감압 후 압력에 따른 침투량 : NBR $\approx$ EPDM > FKM
- 수소 확산도의 압력 의존성이 관측 되지 않는다. 이는 보다 더 추가적인 연구가 필요하다

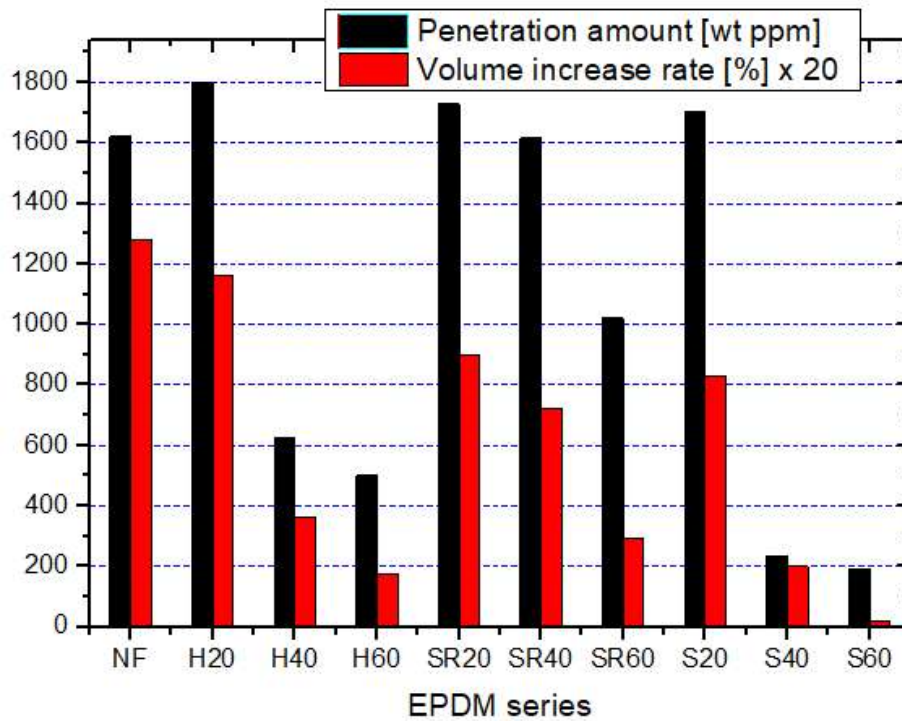


[3종의 시료에서 압력에 따른 수소 침투량]



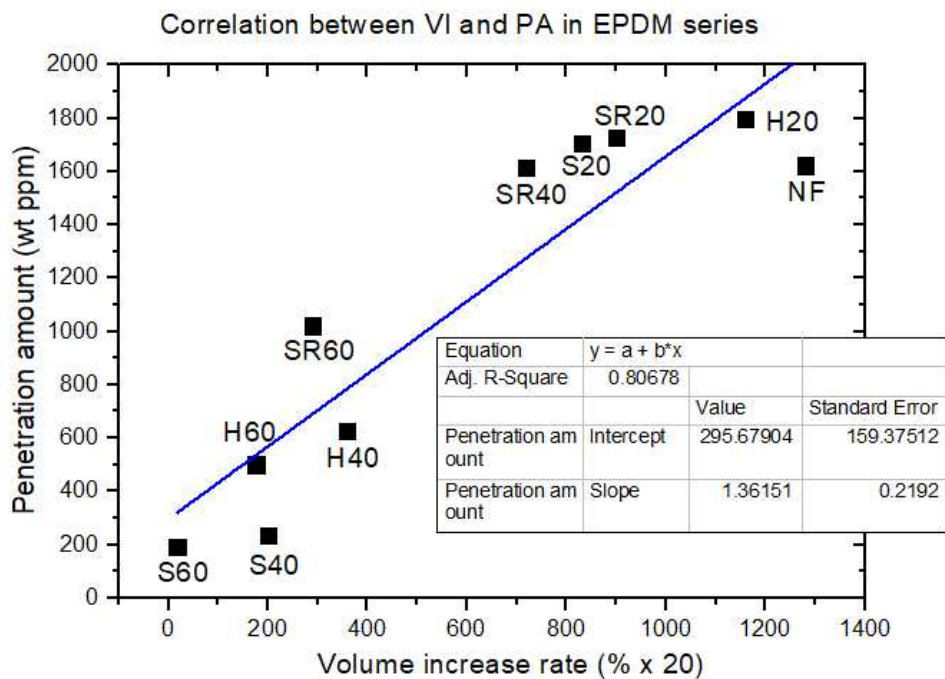
[3종의 시료에서 압력에 따른 수소 확산도]

- 충전제의 종류와 함량에 따른 10종 EPDM 고무의 수소 침투량 및 부피 팽윤량 측정
- EPDM 10종의 고무에 대한 수소 침투량과 감압직후 시간이 영이되게 외삽하여 얻은 부피 팽윤량 측정 결과는 아래 그림과 같다.
- S60 > S40 > H60 > H40 > SR60 > SR40 > S20 > SR20 > H20 > NF 의 순으로 수소침투량과 부피 팽윤이 작게 측정되어 수소에 적합한 소재라는 것을 판명할 수 있었다.



[10종 EPDM 고무의 수소 침투량 및 부피 팽윤량]

- 아래 그림과 같이 부피 팽윤량과 수소 침투량의 상관관계 도출하였으며 서로 비례관계가 얻어졌다. (상관계수 $R^2:0.81$)



[10종 EPDM 고무의 부피 팽윤량과 수소 침투량의 상관관계]

- EPDM 고무의 물리적 안정성 시험 성적서 발행
- EPDM 고무 10종에 대해 질량, 부피, 밀도 등의 물리적 안정성을 수행하여 시험성적서를 발행하였다. 성적서의 표지 외 본장은 각각 아래 그림과 같다.

시험 성적서 TEST REPORT

의뢰기관_Applicant : 한국신발과학연구원
주소_Address : 부산광역시 부산진구 당감서로 152 (당감동)
시험대상_Test Item : EPDM
제조사 및 형식_Manufacturer & Model : NONE
기기번호_Serial No : NONE
접수일자_Date of Receipt : 2019. 11. 08
시험일자_Date of Test : 2019. 11. 28

시험내용_Description of Test

- 시험명_Test Name : 비금속 소재의 물리적 안정성 시험평가
- 시험장소_Test Site : ☒ KRISS표준실_KRISS Lab ☐ 이동시험실_Mobile Lab ☐ 현장_On-site
- 시험환경_Environmental Conditions
 - 온도_Temperature : (23.0 ± 1.0) °C
 - 상대습도_Relative Humidity : (50 ± 3) %
- 시험방법_Test Method :
 - 분통의 표준 교정절차서 (C-04-2-1-0051)
 - 바니어 캘리퍼스를 이용한 부피측정
 - 밀도는 질량과 부피 측정값으로부터 계산
- 시험결과_Test Results :
 - 다음 쪽 *시험결과* 참조
- 측정불확도_Measurement Uncertainty :
 - 다음 쪽 *시험결과* 참조

• 담당자_Tested by : 정재갑

정재갑

• 책임자_Approved by : 백운봉

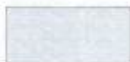
백운봉

2019년 11월 28일

국가측정표준대표기관 National Metrology Institute
한국표준과학연구원장 (인)



이 성적서를 한국표준과학연구원장 승인 없이 수정 또는 부분 복제하여 사용하거나 광고 및 제품 홍보 등에 사용할 경우 법적 조치를 받을 수 있습니다.
위 시험 결과는 의뢰자가 제공한 시험물에 한하여 유효하며, 시험명은 의뢰자가 제공한 것입니다.
(This report shall not be modified, partially reproduced or used in an advertisement or product promotion without the written approval of KRISS.
Otherwise the legal action may be taken against violation. The above results are valid only for the sample provided by the applicant, and the name of the sample is provided by the applicant.)



※ 표준정보관리대표(http://eshop.kriess.re.kr)에서 본 성적서 원본의 원본확인번호 또는 QR마크드 소리를 통해 원본 여부 확인 가능
※ 성적서용인 하단원칙의 복사금지마크는 복사시에 적색으로 처리됩니다.

[EPDM 고무 10종에 대한 시험성적서 표지]

시험결과 TEST RESULTS

검입 후 시간에 따른 비금속 소재(EPDM)의 물리적 안정성 시험

1. EPDM - NF

검입 후 시간(min)	질량(g)	부피(mm ³)	밀도(g/mm ³ , 10 ⁻³)
13	5.791	10169	5.694
43	5.788	9753	5.934
73	5.787	9383	6.167
100	5.786	9053	6.391
400	5.784	7187	8.048
700	5.784	6586	8.783
1000	5.784	6392	9.048
1400	5.784	6319	9.153

2. EPDM - H20

검입 후 시간(min)	질량(g)	부피(mm ³)	밀도(g/mm ³ , 10 ⁻³)
20	7.341	11160	6.575
50	7.338	10890	6.740
80	7.336	10630	6.901
110	7.335	10390	7.058
410	7.331	8783	8.347
710	7.331	8019	9.142
1010	7.331	7657	9.574
1430	7.331	7445	9.846



본 시험 결과의 유효성 및 신뢰성은 KRISS에서 발행된 시험 결과의 유효성 및 신뢰성을 보증하는 KRISS의 품질관리 시스템을 통해 확보 가능합니다.
본 시험 결과의 유효성 및 신뢰성을 확인하기 위해서는 본 시험에 대해서도 확인 부탁드립니다.

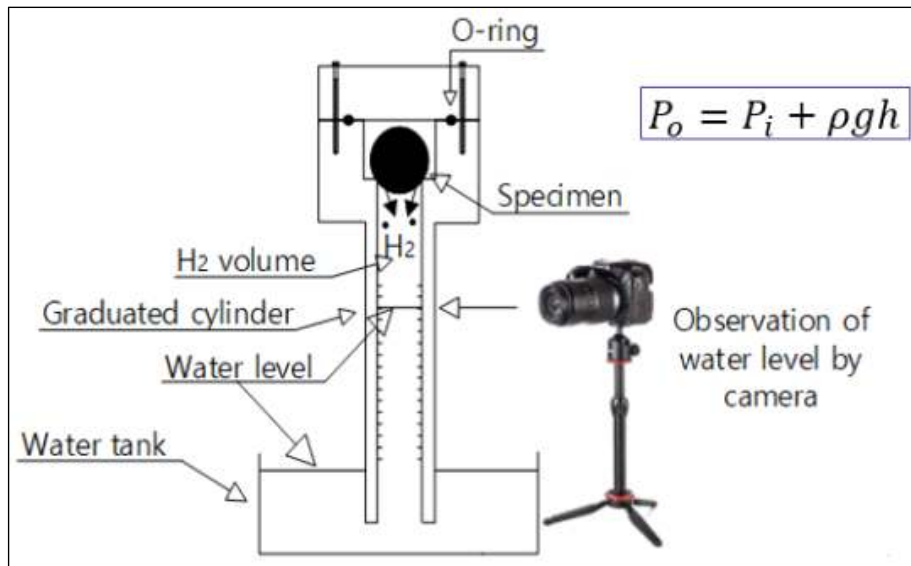
[EPDM 고무 10종에 대한 시험성적서 본장]

다. 비금속 소재 물리적 안정성 평가 및 D/B 구축 (2020, 2021년)

- 수상 포집법을 이용한 수소 장입량 실시간 측정 기술 개발
- 고압 수소 가스에 노출 후 압력을 대기압으로 낮춘 후 고무에서 방출되는 수소 부피 정량화가 가능하다.
- 매스 실린더와 카메라를 이용한 수상 수소 포집방법을 적용하여 감압 후 고무에서 방출되는 수소 가스의 부피 실시간으로 측정하였다. (아래 그림 참조)
- 고무에서 방출되는 수소 가스에 의해 수위가 내려가고, 실험실 압력과 온도가 각각 1 기압, 295 K 일때 이상기체 상태 방정식($PV=nRT$)을 이용하면 고무 속에 녹아 있는 수소 가스의 상대적인 질량은 다음과 같다.

$$\text{수소량}(wt \cdot ppm) = [\text{수위 변화 부피}(cc) \times 4.131 \times 10^{-5} \text{ mol} \times (2.018 \text{ g/mol})] / \text{시료질량}(g) \dots\dots\dots (3)$$

(여기서 2.018 g/mol 은 수소 가스의 몰 질량)



[수상 수소 포집 장치]



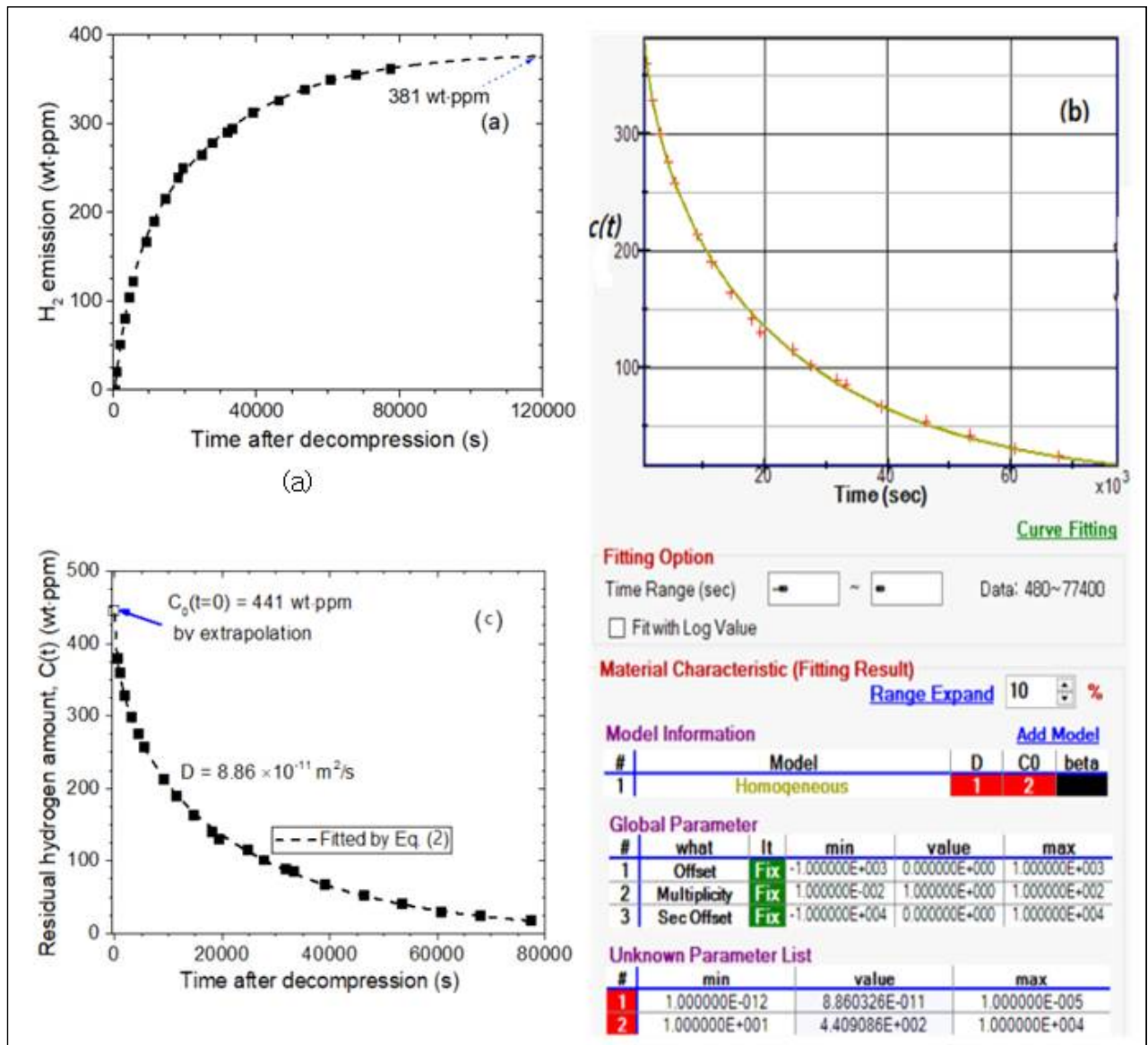
[수소 기체 부피 측정을 위해 자체 제작한 눈금 실린더]

- 고압 하에서 고무에 침투하여 용해되어있는 수소가 감압되면 압력차이 때문에 고무로부터 방출되며 이때 잔류 수소량 $C_{H,R}(t)$ 의 시간에 따른 변화는 아래의 식과 같다.

$$C_{H,R}(t) = \frac{32}{\pi^2} \times C_0 \times \left[\sum_{n=0}^{\infty} \frac{\exp\{-(2n+1)^2 \pi^2 D t / l^2\}}{(2n+1)^2} \right] \times \left[\sum_{n=1}^{\infty} \frac{\exp\{-D \beta_n^2 t / \rho^2\}}{\beta_n^2} \right] \dots\dots\dots (4)$$

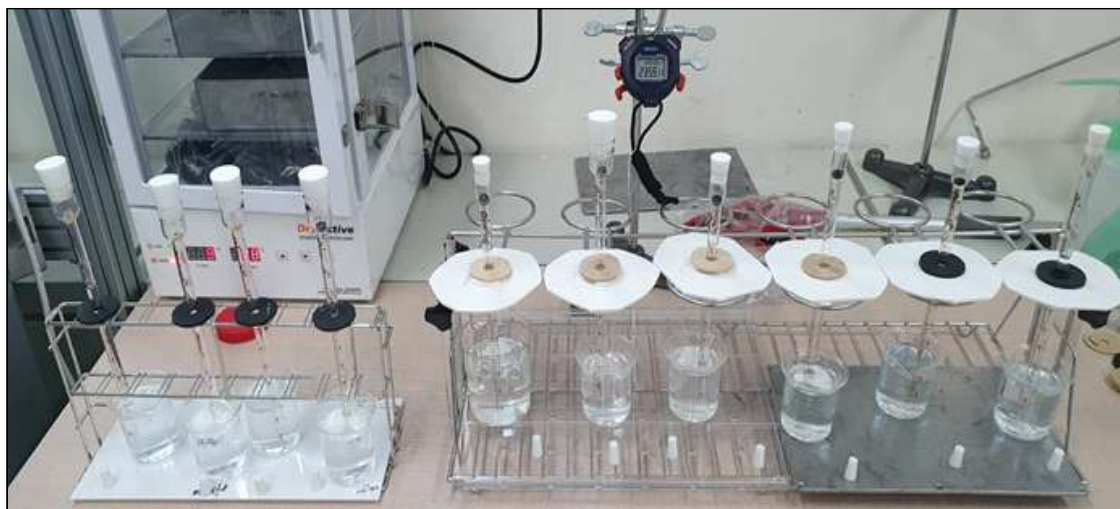
(식 (4)는 원통형 시료인 경우 Fick's 제 2법칙의 해이다.)

- l 은 원통형 고무 시료의 두께이며, ρ 는 반지름, β_n 는 영차의 베셀함수의 근이고 C_0 와 D 는 수소의 장입량과 확산도. 측정결과로부터 C_0 와 D 를 구하기 위해 확산분석 (Diffusion Analysis) 프로그램을 개발하였다.
- 아래 그림에 보인 각 시간에서의 얻은 수소 방출량을 잔류 수소량으로 변환하고 식 (4)에 대입하여 최소자승법으로 각 매개변수를 최적화하여 확산계수와 수소 장입량을 구한다.
- $D = 8.86 \times 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$, $C_0 = 441 \text{ wt} \cdot \text{ppm}$ 의 값을 얻는다. 한편 다음 그림에서 (c)는 (b)의 결과를 다시 그린 것으로 C_0 는 식 (2)에 의한 결과식을 외삽하여 시간이 0이 될 때의 값이다.



[실시간 수위 변화 측정결과로부터 얻어진 수소 장입량 (a)과 수소 장입량을 얻기 위한 분석 프로그램 (b), (c)는 (b)의 결과를 다시 그렸음]

- 수상 수소 포집법을 이용하여 EPDM 20종 시료에 대해 한번에 10개씩 동시에 수소 장입량을 측정하였다.



[10개의 시료를 동시에 측정하기 위한 H₂ 포집장치]

- EPDM 20 중 소재에 대한 충전전후 질량, 부피, 밀도 변화 비교
- 한국 신발피혁연구원에서 받은 EPDM 20 중 소재의 배합비는 다음과 같다.

St/A*:stearicacid, TBBS\$:N-tert-butyl-2-benzothiazole sulfenamide, MBT+:2-mercaptobenzothiazole

Chemical composition	Neat EPDM	EPDM HAF20	EPDM HAF40	EPDM HAF60	EPDM SRF20	EPDM SRF40	EPDM SRF60
EPDM	100	100	100	100	100	100	100
ZnO	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
St/A*	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
HAF N330	-	20	40	60	-	-	-
SRF N774	-	-	-	-	20	40	60
S	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
TBBS\$	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
MBT+	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5

[Composition of the sulfur crosslinked EPDM series with HAF and SRF CB fillers.]

Si-69×: silane coupling agent, PEG#:polyethyleneglycol

Chemical composition	EPDM S20	EPDM S40	EPDM S60
EPDM	100	100	100
ZnO	3.0	3.0	3.0
St/A	1.0	1.0	1.0
Silica S-175	20	40	60
Si-69 ^x	1.6	3.2	4.8
PEG [#]	0.8	1.6	2.4
S	1.5	1.5	1.5
TBBS\$	1.0	1.0	1.0
MBT ⁺	0.5	0.5	0.5

[Composition of the sulfur crosslinked EPDM series with silica fillers]

St/A*:StearicAcid, DCP\$:Dicumylperoxide, TAC+:Triallylcyanurate

Composition	Neat EPDM	EPDM HAF20	EPDM HAF40	EPDM HAF60	EPDM SRF20	EPDM SRF40	EPDM SRF60
EPDM	100	100	100	100	100	100	100
ZnO	3.0	3.0	3.0	5.0	3.0	3.0	3.0
St/A*	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
HAF N330	-	20	40	60	-	-	-
SRF N774	-	-	-	-	20	40	60
DCP\$	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
TAC ⁺	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0

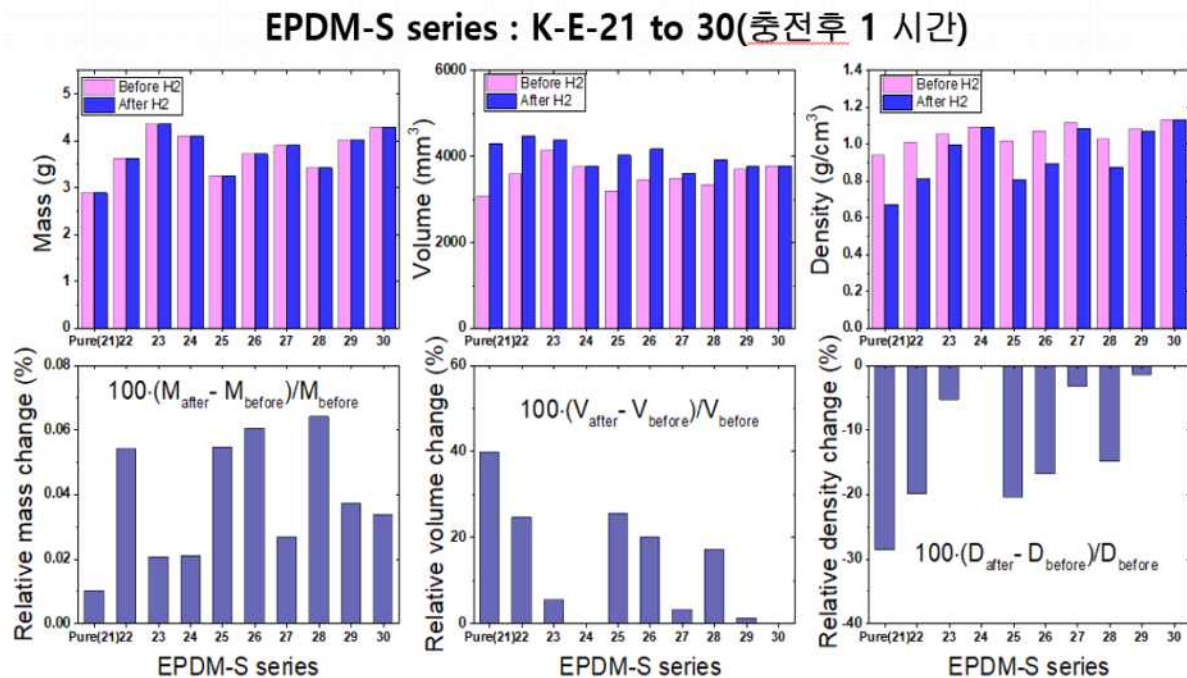
[Composition of the peroxide crosslinked EPDM series with HAF and SRF CB]

Si-69×:Silanecouplingagent, PEG#:Polyethyleneglycol

Composition	EPDM S20	EPDM S40	EPDM S60
EPDM	100	100	100
ZnO	3.0	3.0	3.0
St/A	1.0	1.0	1.0
Silica S-175	20	40	60
Si-69 [×]	1.6	3.2	4.8
PEG [#]	0.8	1.6	2.4
DCP	1.5	1.5	1.5
TAC	1.0	1.0	1.0

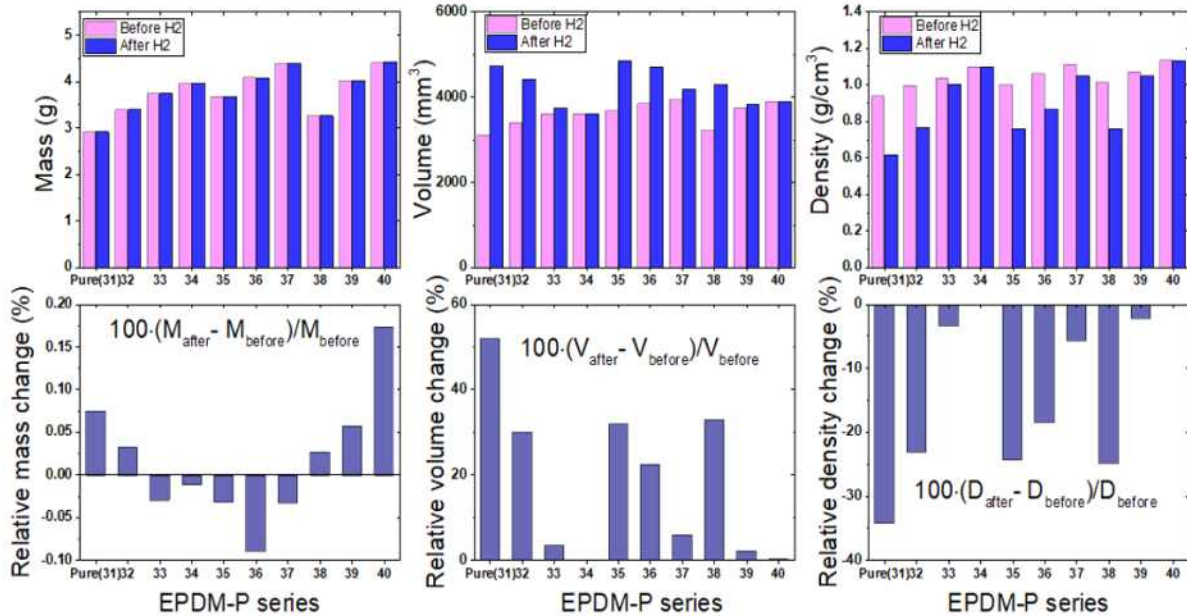
[Composition of the peroxide crosslinked EPDM composites with silica filler.]

- EPDM 소재의 질량은 분해능이 10 μg인 전자저울을 이용하여 측정하였으며, 부피는 디지털 카메라와 분해능이 0.01 mm인 버니어 캘리퍼스를 이용하여 측정하였다.
- 밀도는 질량과 부피 측정으로부터의 계산에 의해 구하였다.
- 86.5 MPa 고압 수소 노출 후 감압 1시간 후에 부피, 질량, 밀도의 충전 전후의 측정 결과는 다음과 같다.



[EPDM 계열(21-30) 시료에 대해 고압 수소 노출전과 86.5 MPa 노출후 감압 1시간 후에 부피, 질량, 밀도의 충전 전후의 측정 결과. before는 충전 전, after는 충전 1 시간 후에 해당된다.]

EPDM-P series : K-E-31 to 40(충전후 1 시간)



[EPDM 계열(31-40) 시료에 대해 고압 수소 노출 전과 86.5 MPa 노출 후 감압 1시간 후에 부피, 질량, 밀도의 충전 전, 후의 측정 결과. before는 충전 전, after는 충전 1시간 후에 해당된다.]

- 충전 전, 후의 질량(M), 부피(V), 밀도(D)의 상대 변화율은 아래와 같다.

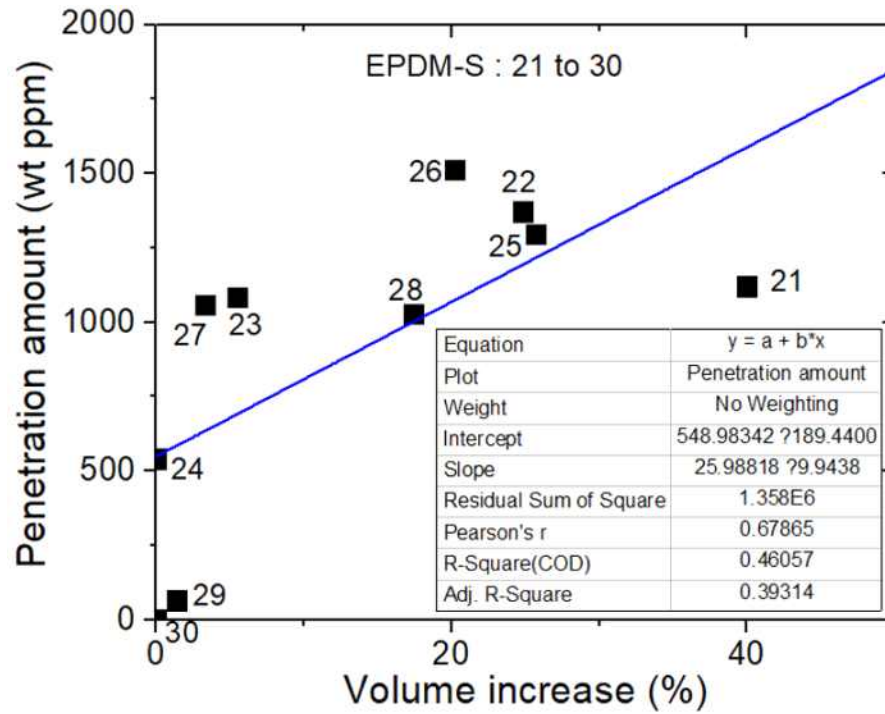
$$\text{Relative mass change (\%)} = 100 \cdot (M_{\text{after}} - M_{\text{before}}) / M_{\text{before}} \quad \text{..... (5)}$$

$$\text{Relative volume change (\%)} = 100 \cdot (V_{\text{after}} - V_{\text{before}}) / V_{\text{before}} \quad \text{..... (6)}$$

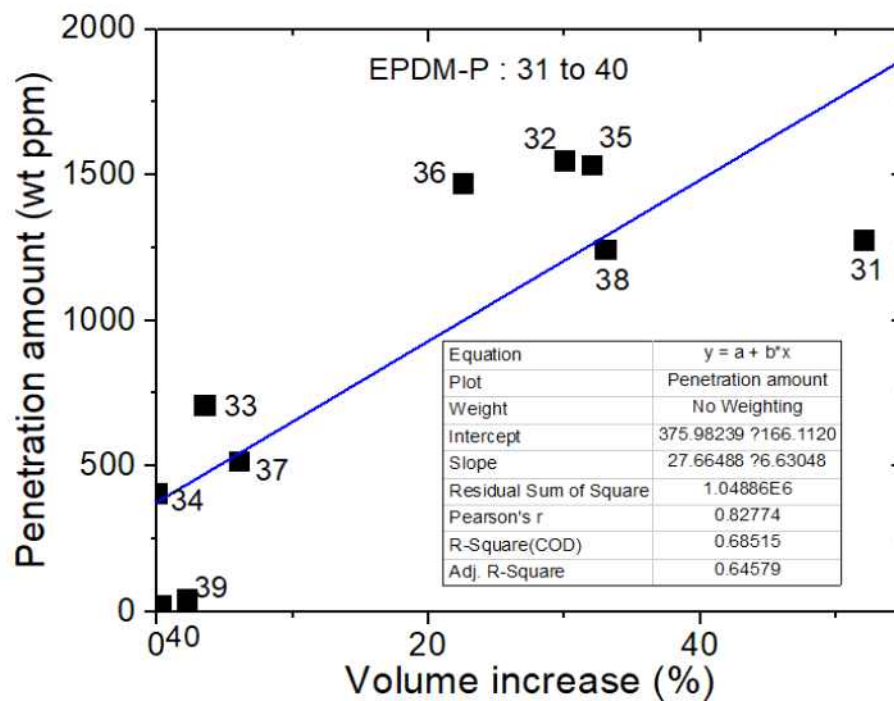
$$\text{Relative density change (\%)} = 100 \cdot (D_{\text{after}} - D_{\text{before}}) / D_{\text{before}} \quad \text{..... (7)}$$

(여기서 before는 충전 전, after는 충전 1시간 후에 해당된다.)

- 측정결과는 수소 충전후에 질량과 부피는 수소 침투로 인해 증가하고 밀도는 감소하나, EPDM P 계열의 경우에는 33 ~ 37 시료의 경우 충전후에 질량의 감소가 관측되었다.
- EPDM 20 종 소재의 충전제의 종류와 함량에 따른 부피 팽윤과 수소 장입량과의 상관관계를 도출한다.
- 부피 팽윤과 수소 장입량과의 상관관계는 아래 그림과 같이 대략 일차적으로 비례하고 S 와 P 계열의 경우 상관인자 R^2 가 각각 0.39 와 0.65 임을 얻었다.



[EPDM 계열(21-30)의 시료에서 부피 팽창과 수소 장입량과의 선형적인 상관관계. R^2 은 상관계수]



[FKM 계열(31-40)의 시료에서 부피 팽창과 수소 장입량과의 선형적인 상관관계. R^2 은 상관계수]

- 비금속 소재의 물리적 안정성 시험 절차서 개발
- 본 과제에서 개발한 기술을 바탕으로 대외 시험서비스를 수행하기 위해 불확도 분석을 추가하여 고분자 소재의 물리적 안정성 (질량, 부피, 밀도, 수소 장입량)에 대한 수소 영향 시험 절차서를 개발, 완료하였다.

T-10-061

고분자 소재의 물리적 안정성에 대한 수소영향 시험절차
Test procedure of hydrogen effect on physical stability for polymer material

KRISS 한국표준과학연구원
Korea Research Institute of Standards and Science

시 험 절 차 서		절차서 등록번호	T-10-061
KRISS	고분자 소재의 물리적 안정성에 대한 수소영향	제 개정번호	00
		제정일	2020.09.10
		최종 개정확인일	2020.09.10

☐ 절차서 담당부서 : 수소에너지 소재연구팀

☐ 절차서 작성자 : 정 세 집

☐ 제 · 개정 이력 내역

구분	제 개정번호	최종 개정 확인일자	제 개정 내용 요약
제정	00	2020. 09. 10	ISO/IEC 17025의 요건에 따라 제정

☐ 절차서 목차

1. 적용범위	2
2. 인용표준	2
3. 용어의 정의	2
4. 시험내용	4
5. 준비사항	6
6. 소요장비 명세	6
7. 시험절차	6
8. 불확도 평가	11
9. 시험성적서 작성방법	24
10. 유효성 검증방법	24
11. 기타	25
[별첨 1] 시험성적서 예시	25

[시험 절차서 표지(좌)와 목차(우)]

- 비금속 실링 소재(FKM, TPU) 의 물리적 안정성 평가
- 수상포집법을 이용한 부피 분석을 통해 수소 방출량을 실시시간으로 측정하였다.
- 일정시간동안 고압용기에서 수소를 장입후 감압하면 고무에 침투하여 용해되어있는 수소가 압력차이 때문에 고무로부터 방출된다.
- 이때의 고무를 아래 그림과 같이 증류수로 채워져 있는 눈금 실린더 안에 넣는다.
- 그러면 고무에서 방출되는 수소 가스에 의해 수위가 내려가고, 이상기체 상태 방정식($PV=nRT$)을 이용하면 고무 속에 녹아 방출되는 수소 가스의 상대적인 질량[$C_{1,2,3}(t)$]은 다음과 같다.

$$C_{1,2,3}(t)[wtppm] = \Delta n_{1,2,3}[mol] \times \frac{m_{H_2}[g/mol]}{m_{specimen}[g]} \times 10^6 \dots\dots\dots (8)$$

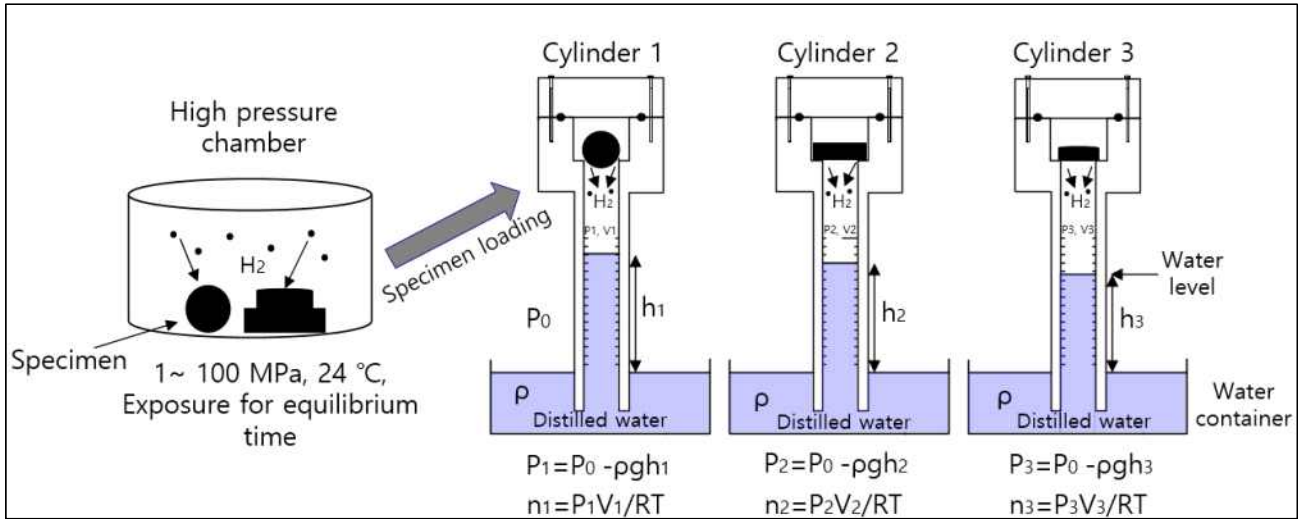
$$\Delta n_{1,2,3} = \frac{(P_0 - \rho g h_{1,2,3}) \Delta V_{1,2,3}}{RT_{1,2,3}} \dots\dots\dots (9)$$

여기서 기체 상수 $R = 8.20544 \times 10^{-5} \text{ m}^3 \cdot \text{atm}/(\text{mol} \cdot \text{K})$.

Δn : 고무에서 방출되는 수소 기체 몰수

m_{H_2} : 수소기체의 물질량, $m_{specimen}$: 시료질량

P, V, T : 눈금 실린더 내부 시료공간의 압력, 부피, 온도



[눈금 실린더와 수소의 부피 측정법을 이용한 세 채널에서 수소 장입량 실시간 측정 시스템]

- 고무의 수소 방출량에 의한 수위 변화를 세 개의 눈금 실린더에서 카메라나 전극을 통해서 동시에 측정
- 시료가 원통형 형상의 경우 수소 방출량 $C(t)$ 의 시간에 따른 변화는 아래와 같다.

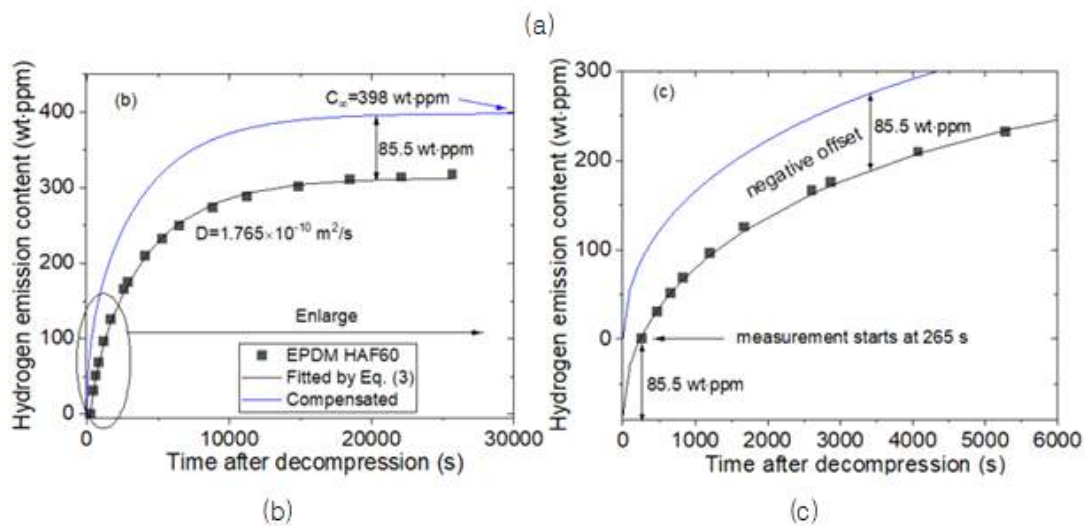
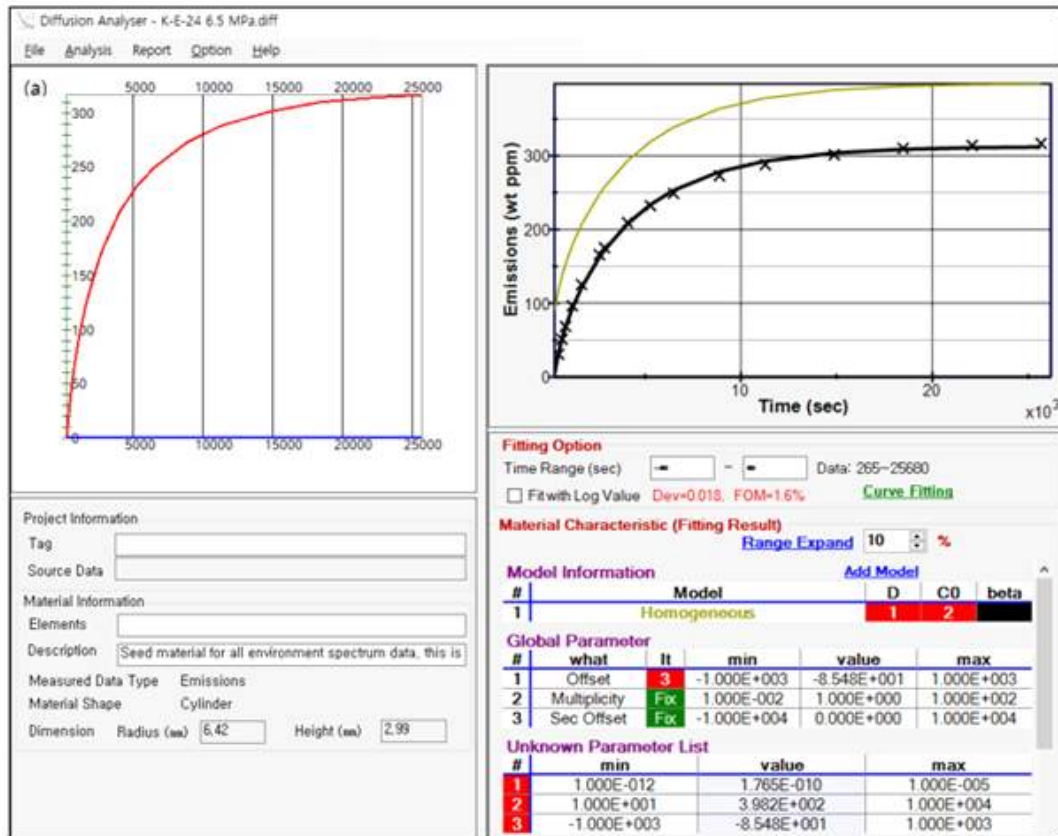
$$\frac{C(t)}{C_{\infty}} = 1 - \frac{32}{\pi^2} \times \left[\sum_{n=0}^{\infty} \frac{\exp\{-(2n+1)^2 \pi^2 D t / l^2\}}{(2n+1)^2} \right] \times \left[\sum_{n=1}^{\infty} \frac{\exp\{-D \beta_n^2 t / \rho^2\}}{\beta_n^2} \right] \dots\dots\dots (10)$$

- l 은 원통형 고무 시료의 두께이며, ρ 는 반지름, β_n 는 영차의 베셀함수의 근이다. C_{∞} 와 D 는 각각 충분히 긴 시간에서의 수소의 총 방출량과 확산도.
- 한편 시료가 구형 형상인 경우 수소 방출량 $C(t)$ 의 시간에 따른 변화는 아래의 식과 같다.

$$\frac{C(t)}{C_{\infty}} = 1 - \frac{6}{\pi^2} \left[\sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n^2} \exp\left(-\frac{D n^2 \pi^2 t}{a^2}\right) \right] \dots\dots\dots (11)$$

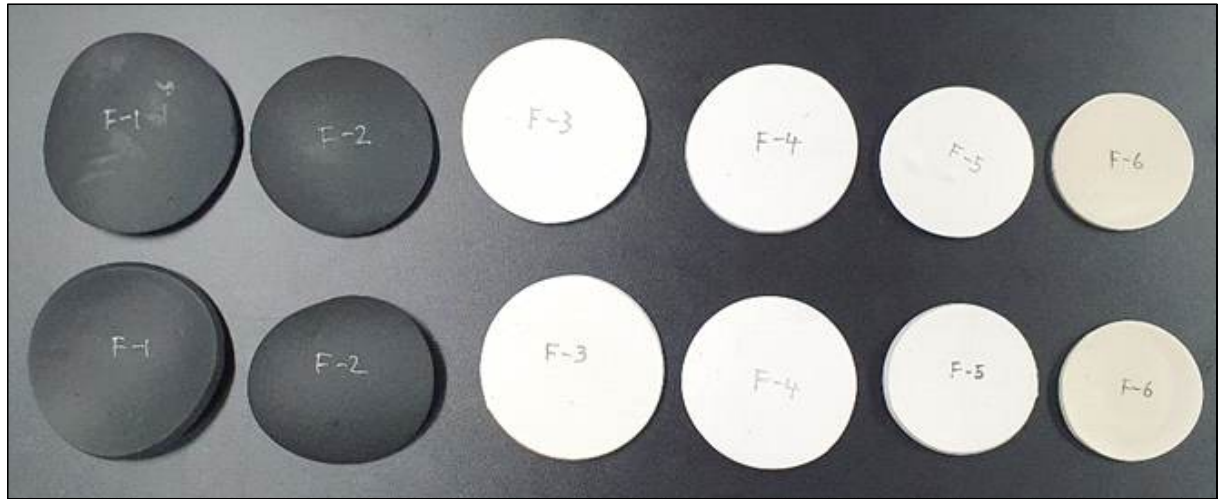
a 는 구형 시료의 반경이다.

- 측정 결과로부터 식 (10) 과 (11)을 이용하여 C_{∞} 와 D 를 구하기 위해 확산분석 (Diffusion Analyser) 프로그램을 개발하였고, 이를 이용하여 최소자승법으로 각 매개변수를 최적화하여 확산계수와 수소 방출량을 구한다.
- 아래 그림 (a)는 확산 분석 프로그램을 이용하여 얻은 수소 방출량과 확산도 결과이다. (b)는 (a)의 결과를 다시 그린 것이고, (c)는 시간 지연에 따른 수소 방출량을 얻기 위한 방법을 보여주기 위해 (b)에서 초기 근처의 시간을 확대해서 그린 것이다.

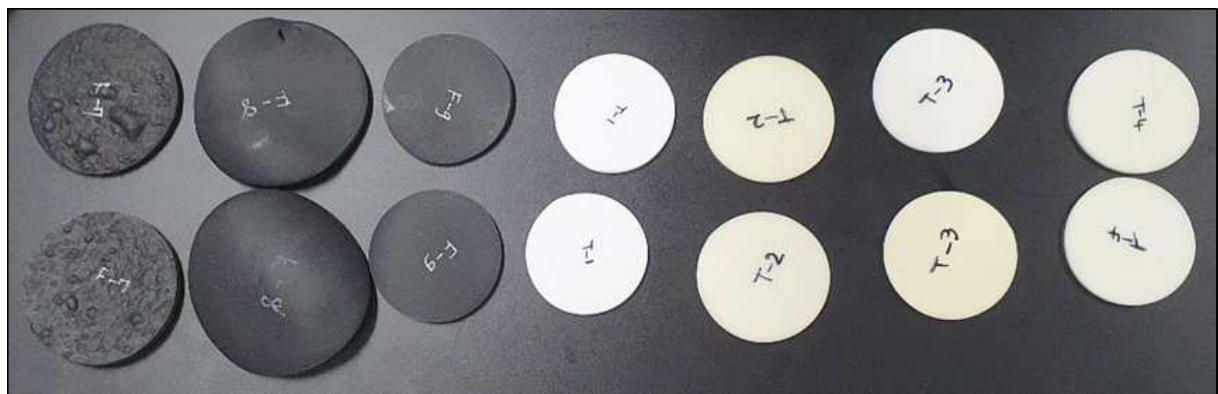


[(a) 눈금실린더의 실시간 수위 변화 측정결과로부터 얻어진 수소 방출량과 확산도를 얻기 위한 분석 프로그램의 적용 결과, (b)는 (a)의 결과를 다시 그린 것이고, (c)는 (b)에서 초기 근처의 시간을 확대]

- 비금속 2종 계열 (FKM, TPU) 대한 87.5 MPa H_2 24시간 충전 전후 질량, 부피, 밀도 변화를 비교하였다.
- 한국신발과학연구원서 받은 FKM 은 필러의 종류와 함량에 따라서 9개의 시료가 준비하였고, TPU는 총 4종의 시료를 준비하였다.
- 86.5 MPa에서의 고압 수소 용기에서 24시간 노출 시켰으며, 감압 1시간 후 시료의 모양은 아래 그림과 같다.
- FKM 계열은 TPU 계열과 비교하여 부피 팽창이 상대적으로 크게 일어났으며, K-F-1과 K-F-8이 부피 팽창이 많이 일어나고, K-F-7은 기포발생 및 블리스트 파괴가 일어남을 알 수 있다.



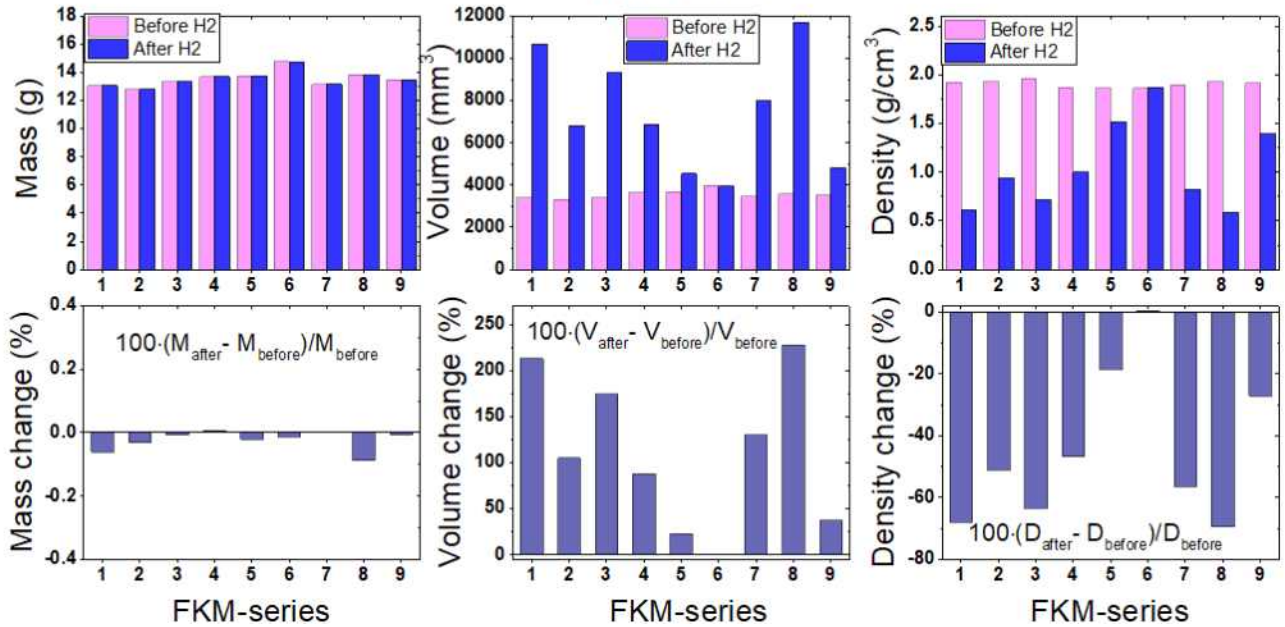
[86.5 MPa 24시간 수소 누출 후 감압 1시간 후의 FKM 계열의 시료의 형상]



[86.5 MPa 24시간 수소 누출 후 감압 1시간 후의 FKM 과 TPU 계열의 시료의 형상]

- 질량은 분해능이 10 μ g인 전자저울을 이용하여 측정하였으며, 부피는 디지털 카메라와 분해능이 0.01 mm인 버니어 캘리퍼스를 이용하여 측정하였다.
- 밀도는 질량과 부피 측정으로부터의 계산에 의해 구하였다.
- FKM 계열의 시료에 대해 86.5 MPa 고압 수소 노출 후 감압 1시간 후에 부피, 질량, 밀도의 충전 전후의 측정결과는 아래 그림과 다음과 같다.
- FKM 의 경우 감압 1시간 후에 감압 전과 비교하여 질량은 변화가 거의 없고, K-F-8의 경우 부피는 최대 230 %까지 증가하고, 밀도는 최대 70 % 감소한다.

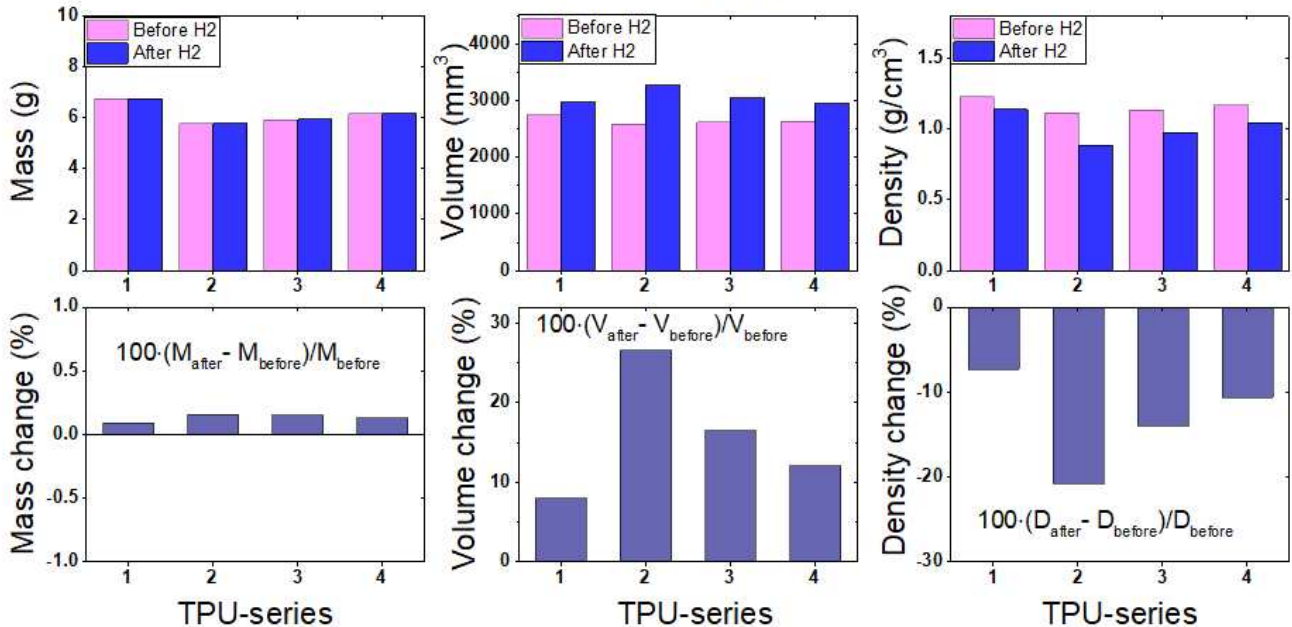
<FKM series>



[FKM 계열 시료에 대해 고압 수소 노출전과 86.5 MPa 노출 후 감압 1시간 후에 부피, 질량, 밀도의 충전 전후의 측정 결과. before는 충전 전, after는 충전 1 시간 후에 해당된다.]

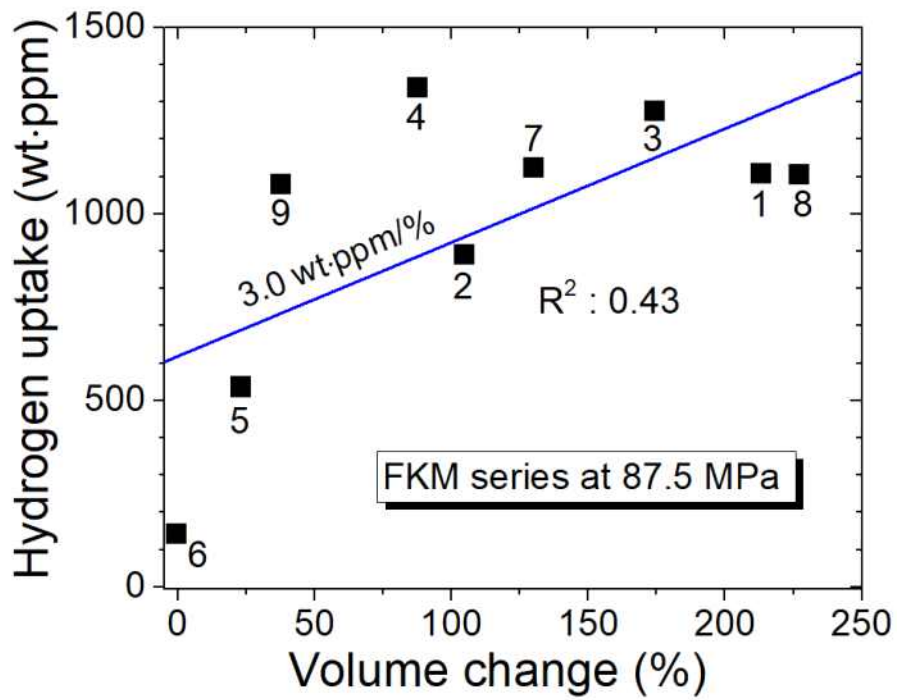
- TPU 의 경우 감압 1시간 후에 감압전과 비교하여 질량은 변화가 거의 없고, K-T-2 의 경우 부피는 최대 26 % 까지 증가하고, 밀도는 최대 20 % 감소하였다.

<TPU series>

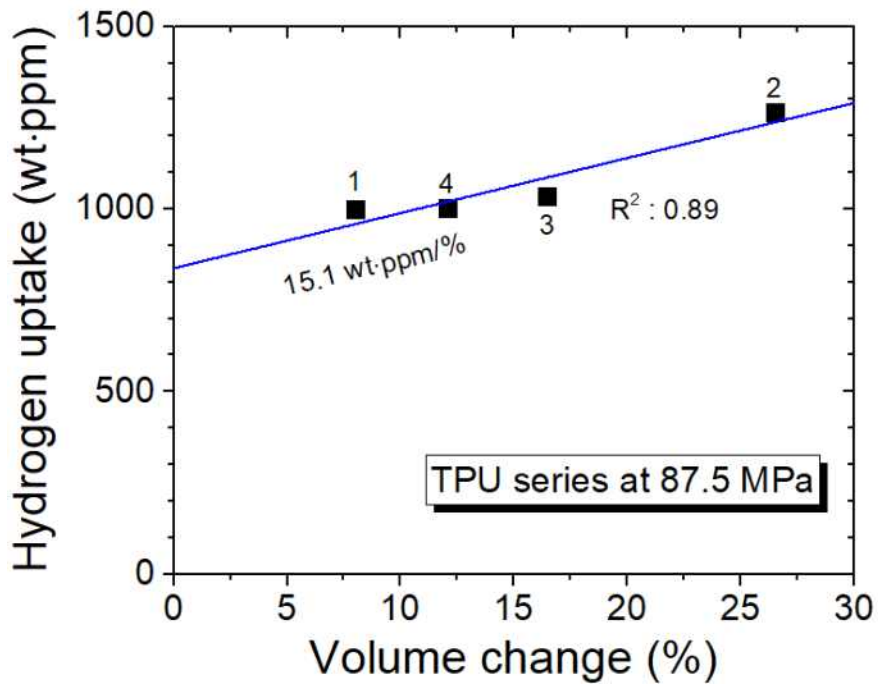


[TPU 계열 시료에 대해 고압 수소 노출 전과 86.5 MPa 고압 수소 노출 후 감압 1시간 후에 부피, 질량, 밀도의 충전 전후의 측정 결과. before는 충전 전, after는 충전 1 시간 후에 해당된다.]

- 물성(수소 장입량)과 부피변화간의 상관관계를 도출하였다.
- FKM 계열과 TPU 계열의 경우 부피 팽윤과 수소 장입량과의 상관관계는 각각 그림 28과 그림 29와 같이 대략 일차적으로 비례하고 FKM 과 TPU 계열의 경우 상관인자 R^2 가 각각 0.43 와 0.89 임을 얻었다. 특히 TPU의 경우 선형의 상관관계를 잘 보여준다.



[FKM 계열의 시료에서 부피 팽창과 수소 장입량과의 선형적인 상관관계. R^2 은 상관계수]



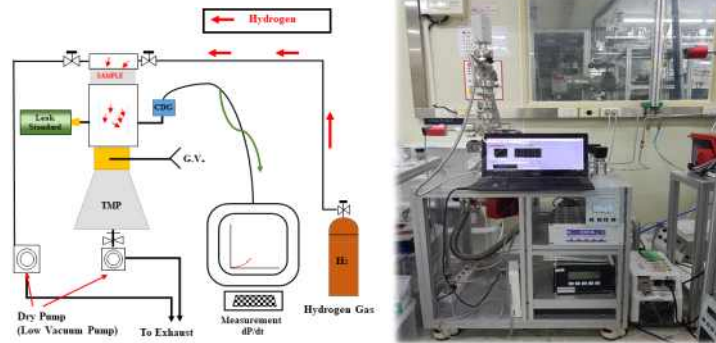
[TPU 계열의 시료에서 부피 팽창과 수소 장입량과의 선형적인 상관관계. R^2 은 상관계수]

(4) 비금속 실링 소재 수소 투과도 평가 및 D/B 구축

- 수소 투과도 측정 시스템 개발 및 시험 절차서 개발
- 비금속 실링 소재 수소 투과도 특성 평가 및 D/B 구축
- 국토부 고시 제안을 위한 수소투과도 관련 규정 검토

가. 수소 투과도 측정 시스템 개발 및 시험 절차서 개발 (2019년)

- 차압법을 이용한 비금속 소재의 수소투과도 측정 시스템 개발
- ISO 15105 -1, ISO 2782-1의 차압 방법에 따라 수소 투과도 측정 시스템을 구축하였다.



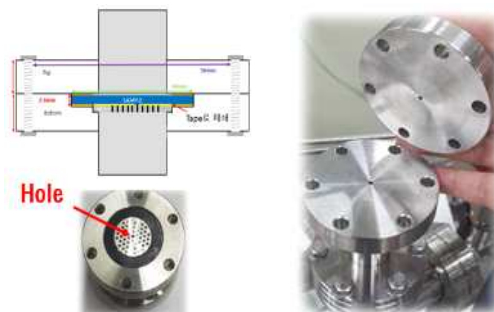
[비금속 소재의 수소투과도 측정시스템]

- 측정 시스템은 수소 가압 용기와 수소 투과 cell, 진공 배기 펌프와 진공 게이지로 구성되어 있다. 수소 투과 측정 방법은 필름 또는 sheet 형태의 실링 소재를 수소 투과 cell에 장착한 다음, 진공 펌프를 이용하여 수소 가압 용기와 투과 cell을 충분히 진공 배기 후, 수소 가압 용기에 0.1 MPa의 수소를 채운 다음, 시료를 투과한 수소에 의해 수소 투과 cell의 압력 증가를 측정한다. 아래 식에 따라 시료 면적, 두께를 알면, 수소 투과 cell의 압력 증가를 통해 수소 투과도를 계산할 수 있다.

$$P = \frac{1}{RTP_{ext}} \times V_c \times \frac{dp}{dt} \times \frac{d}{A}$$

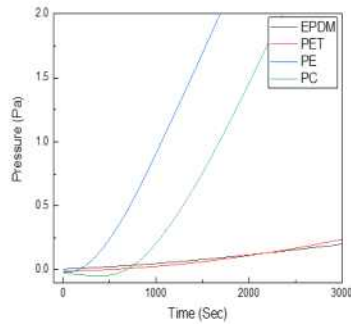
P , R , T , P_{ext} , V_c , $\frac{dp}{dt}$, d , A 는 각각 수소 투과도, 이상기체 상수 [$\text{l} \cdot \text{Pa}/\text{K} \cdot \text{mol}$], 시료 온도 [K], 가압된 수소 압력 [Pa], 수소 투과 cell의 부피 [m^3], 시료 두께 [m], 시료의 투과 면적 [m^2]이다.

- 홀더 개량으로 고무 샘플의 압력차이로 인한 변형을 방지하였으며, 투과면적은 샘플 아래쪽에 Filter pater를 사용하고 샘플 위쪽은 O-ring사용으로 투과면적을 정확히 알 수 있게 하였다.



[투과도 측정용 고분자 샘플 홀더, 1차 개선(좌) & 2차 개선(우)]

- 개발된 수소 투과도 측정장치를 이용하여 상용 고분자 재료에 대해 수소 투과도를 평가해 보았으며, 그 결과는 아래 표와 같았다.



	투과도 $* 10^{-10} [cm^3/cm*s*cmHg]$
PE	11.901
PC	10.401
PET	3.772
EPDM	3.740

[고분자의 수소 투과도 그래프(좌) 및 수소투과계수(우)]

- 기존에 알려진 고분자 재료의 수소 투과도 경향과 유사한 결과를 얻었으며, 재현성 평가 결과 5 % 내외의 불확도를 가지는 것으로 평가 되어 측정 장치의 신뢰성이 우수함을 확인하였다.
- 비금속 소재의 수소투과도 시험 절차서 개발
- 본 과제에서 개발한 수소투과도 측정 시스템과 평가 기술을 바탕으로 대외 시험서비스를 수행하기 위해 불확도분석을 추가하고, 고분자 소재의 수소 투과도 측정 시험 절차서를 개발하였다.

■ 측정 서비스 기술절차서 제개정 절차 [별지 제5표지]
T-10-059

차압법(Differential Pressure Method)에 의한
비금속 소재의 수소 투과도 측정시험
Hydrogen Permeability Measurement of Polymers by the
Differential Pressure Method

KRISS 한국표준과학연구원
Korea Research Institute of Standards and Science

KRISS	시험 절차서		원칙적 등록번호	T-10-059
	제 개정번호	제 개정일자	제 개정일자	제 개정일자
	00	2020. 03. 05	01	2020. 03. 05

□ 절차서 담당 부서 : 산업융합기술본부 소재에너지융합측정센터

□ 절차서 작성자 : 장 낙 관

□ 제 개정 이력 내역

구분	제 개정번호	제 개정-확인 일자	제 개정 내용 요약
제정	00	2020. 03. 05	ISO 17125의 요건에 따라 제정
별첨	00	2020. 03. 05	유도성 검증 자체평가서
별첨	00	2020. 03. 05	시험일자 유효성 검토확인서

□ 절차서 목차

1. 적용 범위	2
2. 인용 규격	2
3. 용어의 정의	3
4. 시험원리	6
5. 시험장치	10
6. 시험절차	13
7. 시험 데이터의 기록	15
8. 불확도 계산 및 결과 보고	17
9. 시험결과서 작성 방법	25
10. 시험결과서 "예"	26
[별첨 1] 유도성 검증 자체평가서	27
[별첨 2] 시험일자 유효성 검토확인서	28

[고분자의 수소 투과도 시험 절차서 표지(좌)와 목차(우)]

- 비금속 소재의 수소투과도 시험 성적서 발행
- 신발피혁연구원에서 개발한 EPDM 시제품 5종에 대해 수소투과도 측정을 수행하여 시험성적서를 발행하였으며, 성적서 표지의 본장과 결과는 다음과 같다.

한국표준과학연구원 KRISS

KRISS

한국표준과학연구원 KRISS
Korea Research Institute of Standards and Technology
150-724, Yuseong, Taejeon 305-380, Korea

시험번호, Report No.: 1501-152001-002

Page 1 / 8 Pages

시험 성적서

TEST REPORT

시험명, Analysis: ...

주요, Address: ...

시험대상, Test Item: ...

제작자 및 명칭, Manufacturer & Model: ...

시험일자, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

한국표준과학연구원 KRISS

KRISS

한국표준과학연구원 KRISS
Korea Research Institute of Standards and Technology
150-724, Yuseong, Taejeon 305-380, Korea

시험번호, Report No.: 1501-152001-002

Page 2 / 8 Pages

※ KRISS 시험에 요구되는 주요 측정 항목

구분	측정값	단위	시험일자	시험인사
1	1.125	cm ³ / (cm ² × s × atm)	2015. 11. 26	김영민
2	1.125	cm ³ / (cm ² × s × atm)	2015. 11. 26	김영민
3	1.125	cm ³ / (cm ² × s × atm)	2015. 11. 26	김영민
4	1.125	cm ³ / (cm ² × s × atm)	2015. 11. 26	김영민
5	1.125	cm ³ / (cm ² × s × atm)	2015. 11. 26	김영민
평균	1.125	cm ³ / (cm ² × s × atm)	2015. 11. 26	김영민

(필드 of the Results)

시험명, Analysis: ...

주요, Address: ...

시험대상, Test Item: ...

제작자 및 명칭, Manufacturer & Model: ...

시험일자, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

시험장소, Date of Test: ...

시험장비, Date of Test: ...

시험인사, Date of Test: ...

이 성적서를 작성한 시험원장은 본 성적서의 내용에 대해 책임이 있으며, 본 성적서의 내용에 대해 어떠한 형태의 불만이나 이의도 제기하지 않습니다. (The test report is issued by the test report officer, who is responsible for the content of the test report. The test report officer does not accept any form of complaint or objection against the content of the test report.)

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

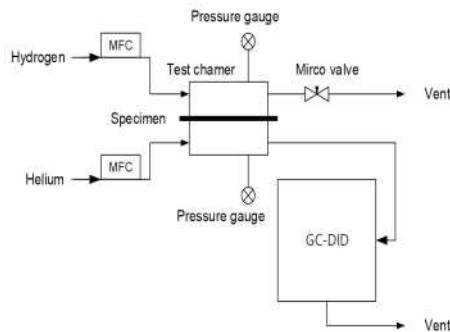
한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

한국표준과학연구원 KRISS

[EPDM 고무 5종에 대한 시험 성적서 표지(좌)와 결과(우)]

- 등압법을 이용한 수소 투과도 측정 장치 개발
- ISO 15105-2, ISO 2782-2의 등압법에 따라 수소 투과도 측정 시스템을 구축하였다.



[수소 투과도 시험 장치의 구성도와 실제 사진]

- 등압법의 경우, 시료를 투과한 수소를 carrier 가스를 이용하여 Gas Chromatography 장비로 이송하여 정량분석함으로써 투과도를 측정하게 된다.
- 상용 고무 5종에 대해 등압법을 이용한 수소투과도를 측정함으로써 시험 장치의 유효성을 검증하였으며, 그 결과는 다음과 같다.

[등압법을 이용한 고무판 소재 시료의 수소 투과도 시험 결과의 계산 예]

시료명	수소농도 (C , ppm, $\mu\text{mol/mol}$)	수소 투과도 (P , $\frac{\text{molH}_2}{\text{msMPa}}$)
BR	0.587	3.91×10^{-9}
SBR	0.259	1.72×10^{-9}
NBR	0.098	6.53×10^{-10}
EPDM	0.400	2.66×10^{-9}
FKM	0.099	6.59×10^{-10}

$F = 1,000 \text{ cc/min}$

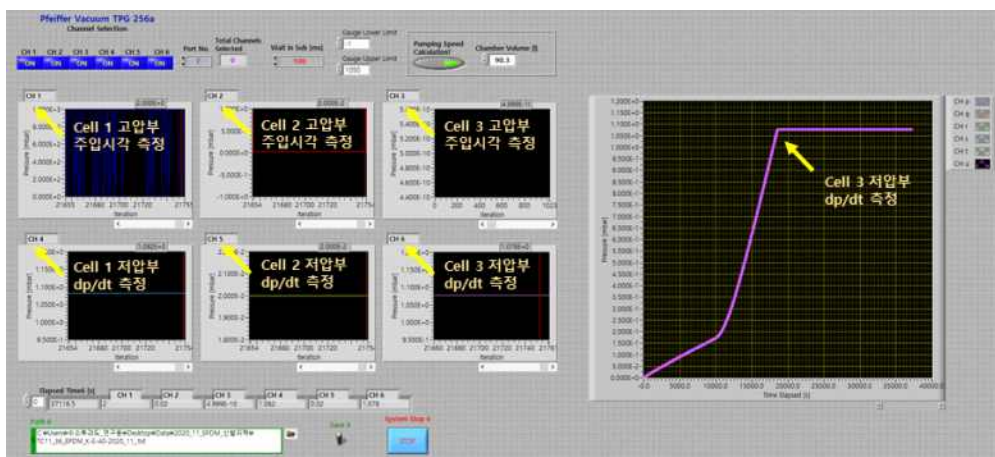
$d = 0.2 \text{ cm}$

$A = 12.56 \text{ cm}^2$

$\Delta P = 163 \text{ kPa}$

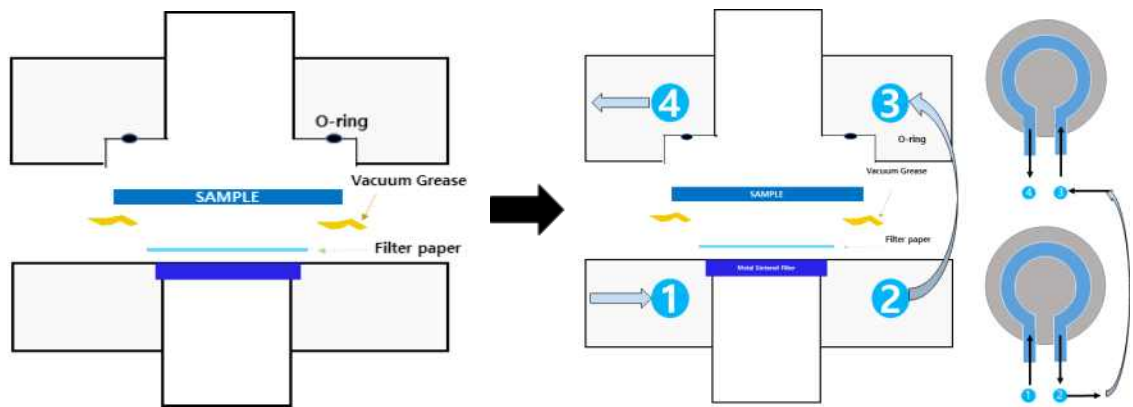
나. 비금속 실링 소재 수소 투과도 특성 평가 및 D/B 구축 (2020 ~ 2021년)

- 수소투과도 측정 프로그램 개발 및 측정 소급성 확립
- 수소 투과도 측정의 편의성을 위해 Labview를 이용하여 수소투과도 측정 시스템의 진공도를 읽어 들여 투과도를 계산해 주는 프로그램을 개발하였다. 아래 사진은 수소 투과도 측정 시스템에서 Cell의 저압부와 고압부의 dp/dt 를 측정하기 위해 개발된 프로그램 화면으로 해당 프로그램은 Cell의 고압부에서 기체 주입 시각, 저압부는 시편을 투과한 dp/dt 를 측정할 수 있도록 설계되었다.



[수소 투과도 측정을 위한 Cell의 고압부 및 저압부 dp/dt 측정 프로그램 화면]

- 수소연료전지자동차에서 고분자/실링재료의 실제 사용 온도는 $-45 \sim 85^{\circ}\text{C}$ 이므로, 저온 및 고온환경에서 수소 투과도 평가를 위해 아래 그림의 (나)와 같이 홀더를 수정하였으며, chiller를 이용하여 시료의 온도를 유지시켰다.

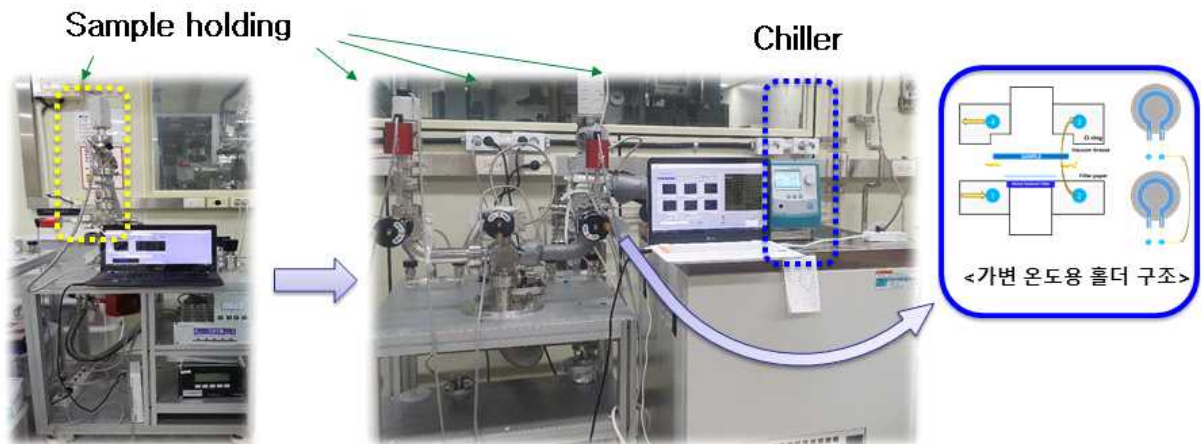


(가) 상온 측정용 수소 투과도 홀더

(나) 온도 가변용 수소 투과도 홀더

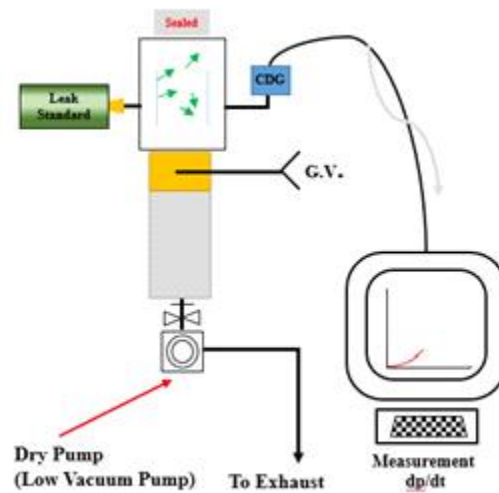
[온도가변을 위한 시편 홀더의 수정 개략도]

- 또한, 한번에 3개의 시료를 측정할 수 있도록 수소 투과 cell을 3개로 증설하여 측정 시간을 단축하였다.



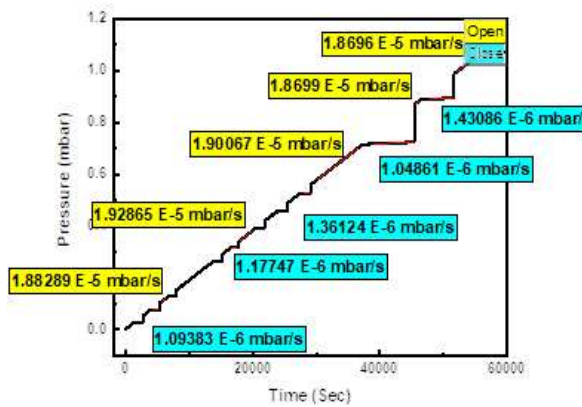
[물성 DB 구축을 위한 Cell 증설 사진]

- 수소 투과도 측정시 V_c 값은 Vernier calipers를 이용하여 측정이 되기 때문에 불확도가 발생한다. 따라서, 측정 소급성을 확립하기 위해 표준연의 진공 그룹에서 교정된 He leak standard를 이용하여 시스템의 부피를 교정하였다.

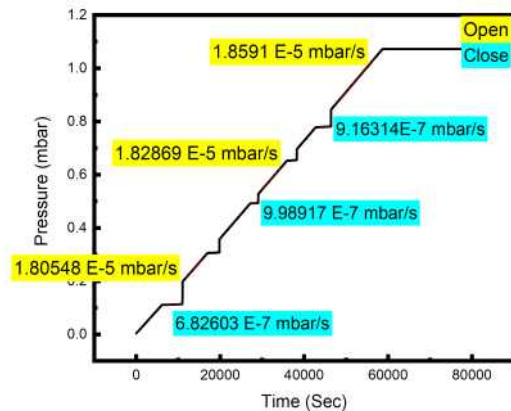


[시스템 저압부에 Helium Leak Standard를 장착한 도면]

- 측정하는 Chamber에서 특정 미세유량을 흘려주는 Helium Leak Standard를 이용하여, 기존홀더와 온도 가변 홀더에서의 dp/dt 를 각각 측정한다. 측정된 dp/dt 와 교정된 Helium Leak Standard의 미세유량 Q 를 아래 식에 대입하여, 시스템의 부피 값을 각각 도출한다.



(가) 기존 시스템의 dp/dt 측정



(나) 온도가변 시스템의 dp/dt 측정

[Helium Leak Standard를 이용한 각 시스템의 dp/dt 측정 결과]

Helium Leak Standard를 이용한 부피는 다음 식으로 정의된다.

$$Q = V \cdot dp/dt \dots\dots\dots (1)$$

$$\rightarrow V = \frac{Q}{(dp/dt)} \dots\dots\dots (2)$$

Q: 시스템에 주입되는 미세유량 [$mbar \cdot \ell/s$]

V: 측정 장치의 저압부 부피 [m^3]

dp/dt : 저압부의 압력 변화 [$mbar/s$]

- Helium Leak Standard는 표준과학연구원 질량힘센터에서 교정된 미세유량 $Q = 5.08 \cdot 10^{-6} [mbar \cdot \ell/s]$ 값으로 확인된 것을 이용하였으며, 기존에 Vernier Calipers를 사용하여 측정한 부피와 식(2)을 이용하여 도출한 부피를 정리하였다.

Vernier calipers 이용하여 교정된 부피	기존 시스템	$2.07 \cdot 10^2 [mL]$
	온도 가변 시스템	$6.02 \cdot 10 [mL]$
Helium Leak Standard 이용하여 교정된 부피	기존 시스템	$2.90 \cdot 10^2 [mL]$
	온도 가변 시스템	$6.22 \cdot 10 [mL]$

[Vernier Calipers, Helium Leak Standard를 이용하여 각 시스템을 측정한 부피 값]

<교정 전 측정값>

	기존 시스템	온도 가변 시스템
EPDM	11.9	16.4
NBR	2.7	3.9
FKM	1.2	1.9



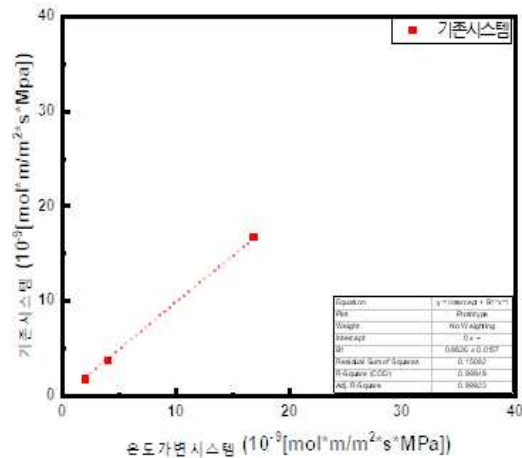
<교정 후 측정값>

	기존 시스템	온도 가변 시스템
EPDM	16.8	16.9
NBR	3.7	4.0
FKM	1.7	2.0

$[10^{-9} mol/(m \cdot s \cdot MPa)]$

[같은 시편을 사용한 수소투과도 측정의 교정 전과 후 비교]

- Helium Leak Standard 를 이용하여 교정된 부피 값으로 수소 투과도를 도출시 위와 같이 정리 되어진다. 교정된 부피값이 다른 시스템에서 측정한 값과 완전히 일치하지는 않으나, 고무 시편 특성상 동일한 시스템에서 재측정시에도 5% 오차 내 값을 나타냄을 고려한다면 매우 정확한 것으로 평가 할 수 있다.



[개전 전, 후 Conversion factor]

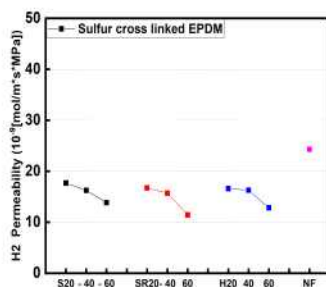
Conversion eq. ; $y = kx$

Conversion Factor $k : 1.01$ [mol·m/m²·s·MPa]

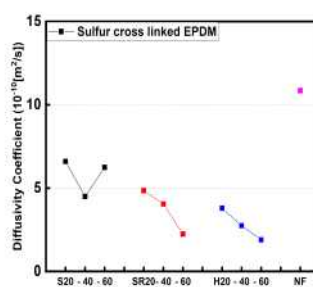
R-square : 0.9995

[시스템 전환에 따른 전환인자(Conversion Factor) 도출]

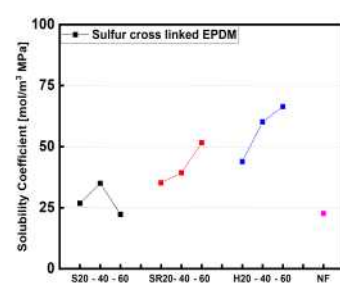
- 기존의 시스템과 온도가변 시스템에서 측정된 수소 투과도 값의 교정에 따라 다른 정성적 분석을 위해 그림 4와 같이 전환인자(Conversion Factor) 및 R - square 값을 도출하였다. 전환인자 값 1.01 그리고 R - square 값이 0.9995 로써 같은 시편에 대해 다른 시스템에서 측정 수행시 정확한 측정이 가능함을 확인할 수 있다.
- EPDM의 수소 투과도 물성 DB 구축 (2020년)
- Sulfur 가교된 EPDM에 silica와 카본블랙 함량에 따른 수소 투과도를 측정하였다. 그 결과 충전제 함량이 증가함에 따라 투과도와 확산도가 감소하였으며, 용해도는 오히려 증가함을 알 수 있었다.



[수소 투과도]



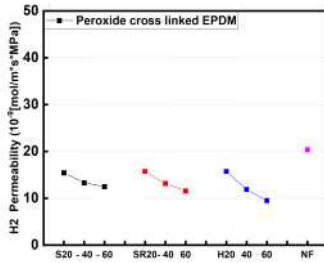
[수소 확산도]



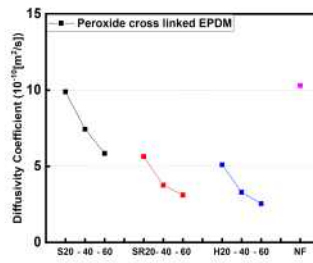
[용해도 계수]

[Sulfur 가교된 EPDM의 수소 투과도 결과]

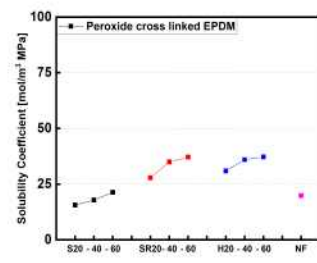
- Peroxide 가교된 EPDM에 대해 충전제 종류와 함량을 바꾸어 가며 수소 투과도를 측정하였다. 그 결과 sulfur 가교보다는 충전제 첨가 효과가 적게 나타나기는 하였으나, sulfur 가교 시스템과 마찬가지로 충전제 함량이 증가할수록 투과도와 확산도가 감소하였으며, 용해도는 증가하였다.



[수소 투과도]



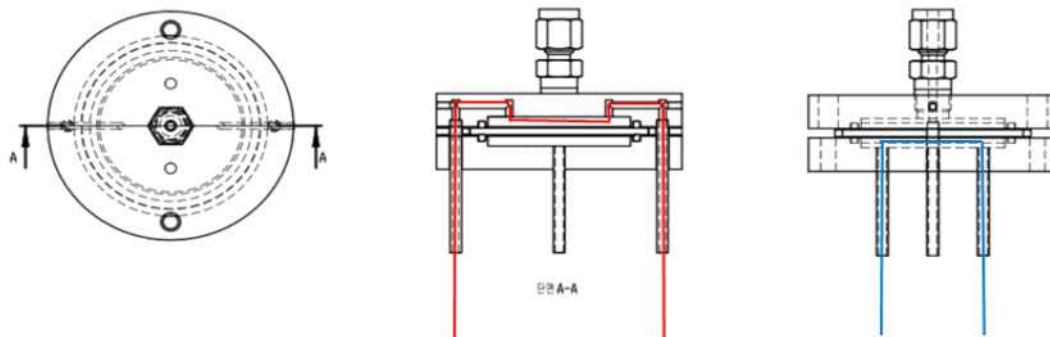
[수소 확산도]



[용해도 계수]

[Peroxide 가교된 EPDM의 수소 투과도 결과]

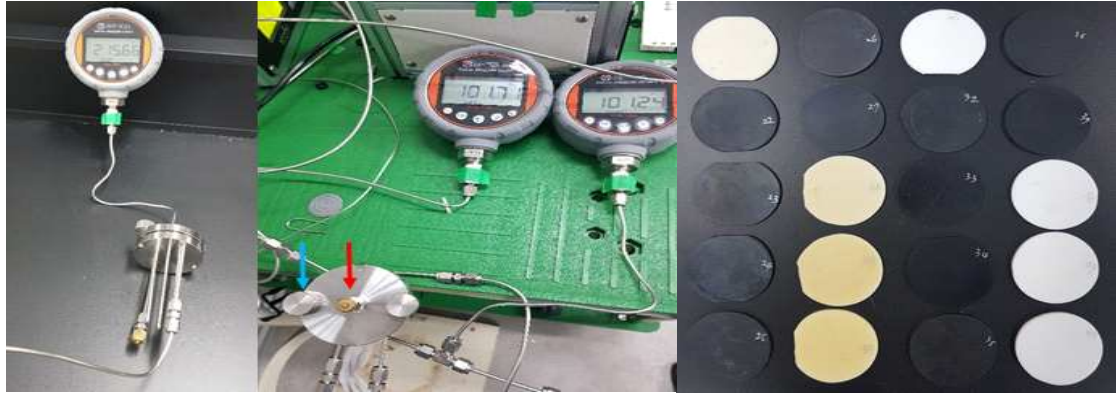
- 등압법을 이용한 EPDM의 수소 투과도 물성 DB 구축 (2020년)
 - 고압 수소 후보용 EPDM 실링(이하 셀) 고분자 20종과 FKM 2종 소재의 등압 수소 투과도를 측정하였다. 등압 수소 투과도 측정에서 시료의 원활한 교체를 위하여 측정 셀을 재설계하여 아래의 그림과 같이 제작하였다. 측정 셀의 상판을 2 개의 손나사를 사용하여 쉽게 개방할 수 있도록 하였으며, 수소와 헬륨의 유로를 하부로 배치하여 시료의 교체성도 개선하였다.
 - 시료의 수소 압력 280 kPa - 280 kPa, 헬륨의 유속은 1,000 ml/min, 시료의 크기는 지름 50 mm, 두께는 2 mm, 그리고 측정실 온도는 25 °C이었다.



[재설계한 등압 수소 투과도 측정 셀의 도면]

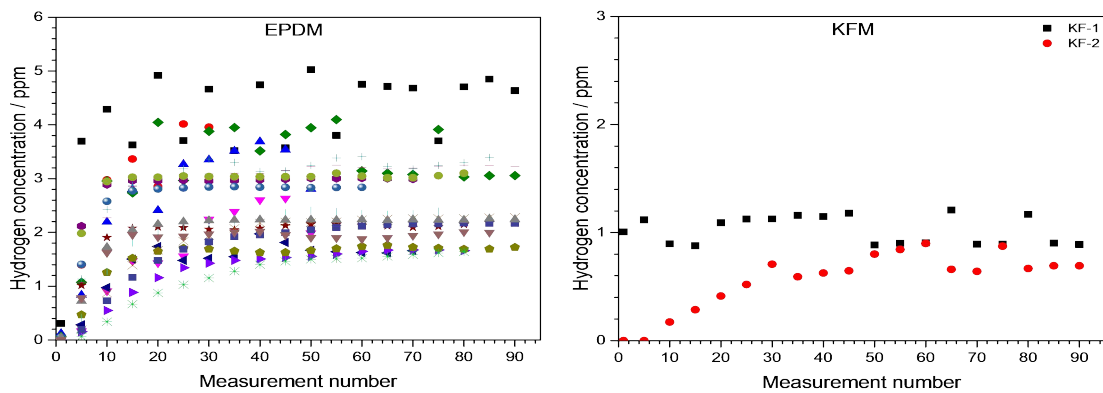


[등압 수소 투과도 셀의 유로 및 누출 방지용 오링 사진]

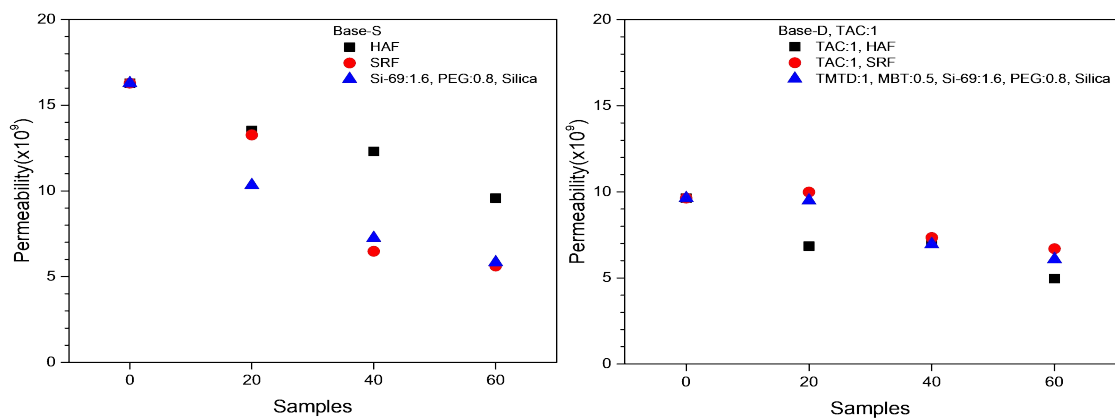


[측정 셀의 누출시험, 시료 측정 및 EPDM 시료의 사진]

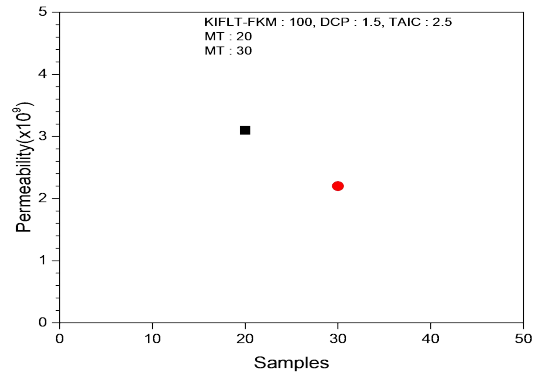
- 등압 수소 투과도 시험에서 수소 농도의 변화는 약 9 시간 동안 측정되었으며 그 결과를 그림에 나타내었다. 대부분의 시료는 약 5 시간이 경과한 후에 일정한 수소 농도가 유지되므로 이때부터 수소가 시료 내부에 균질하게 확산된 것으로 추정할 수 있다.
- EPDM 20종과 FKM 2종 시료에 대한 등압 수소투과도 측정결과를 그림에 나타내었다. 첨가제의 투입량이 증가할수록 수소투과도가 감소하는 것을 확인할 수 있다.
- EPDM 20종과 FKM 2종 시료에 대한 등압 수소투과도 측정결과를 아래의 표에 정리하였다.



[등압 수소투과도 시험에서 측정 한 수소 농도의 변화]



[EPDM 시료의 제조조건에 따른 등압 수소 투과도의 변화]



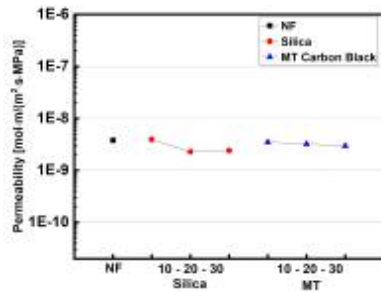
[FKM 시료의 제조조건에 따른 등압 수소 투과도의 변화]

번호	시료명	C(ppm)	$\Delta P(kPa)$	P(x10 ⁹)
1	EPDM-K-E-21	4.20	280	16.3
2	EPDM-K-E-22	3.55	285	13.5
3	EPDM-K-E-23	3.23	285	12.3
4	EPDM-K-E-24	2.47	280	9.6
5	EPDM-K-E-25	3.42	280	13.3
6	EPDM-K-E-26	1.67	280	6.5
7	EPDM-K-E-27	1.63	315	5.6
8	EPDM-K-E-28	3.00	315	10.3
9	EPDM-K-E-29	2.14	320	7.3
10	EPDM-K-E-30	1.72	320	5.8
11	EPDM-K-E-31	2.84	320	9.6
12	EPDM-K-E-32	2.27	360	6.8
13	EPDM-K-E-33	2.26	350	7.0
14	EPDM-K-E-34	1.60	350	5.0
15	EPDM-K-E-35	3.22	350	10.0
16	EPDM-K-E-36	2.37	350	7.3
17	EPDM-K-E-37	2.16	350	6.7
18	EPDM-K-E-38	3.06	350	9.5
19	EPDM-K-E-39	2.24	350	6.9
20	EPDM-K-E-40	1.96	350	6.1
21	K-F-1	0.99	350	3.1
22	K-F-2	0.70	350	2.2

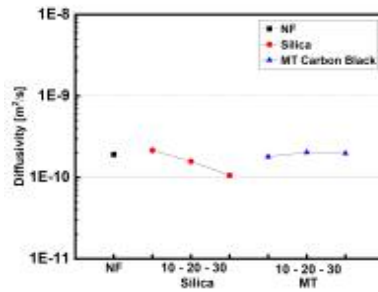
F = 1,000 ml/min, d = 0.2 cm, A = 12.56 cm², t = 25 °C

[EPDM과 FKM 소재의 등압 수소 투과도 측정 결과]

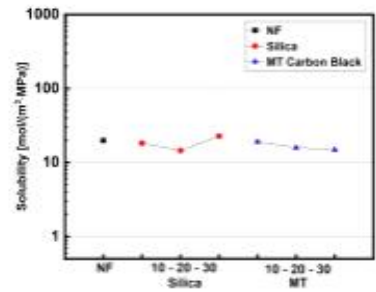
- 실링 소재 (FKM, TPU)의 수소 투과도 물성 DB (2021년)
- FKM의 충전제 종류에 따른 수소 투과도를 측정하였다. 그 결과 Silica 가 배합된 FKM 시편은 충전량 증가에 따라 투과도는 감소함을 보였다. 특히, 확산도는 충전량 증가에 따라 명확히 감소하여 투과도 개선 효과의 요인으로 작용하였으며, 용해도는 감소 후 증가하는 결과를 보였다. Carbon Black(MT)가 배합된 FKM 시편은 충전량 증가에 따라, 투과도는 감소함을 보였다. 특히, 확산도에서는 큰 변화를 보이지 않았으며, 용해도 감소요인으로 인하여 투과도 개선 효과를 보였다.



[투과도 계수]



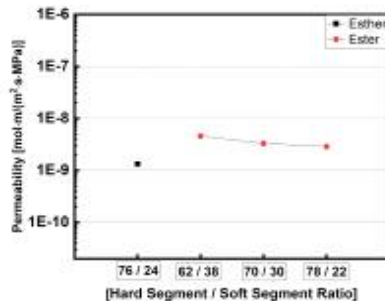
[확산도 계수]



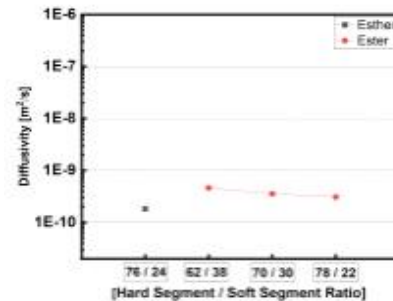
[용해도 계수]

[FKM의 Silica, Carbon black 충전에 따른 수소 투과도 측정 결과]

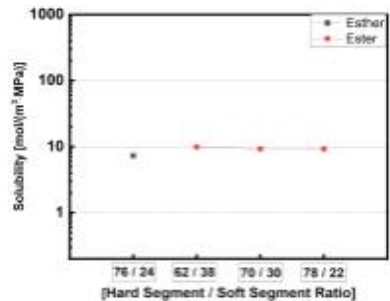
- TPU 소재의 가교 종류에 따른 수소 투과도를 평가하고, D/B를 구축하였다. 그 결과 Soft Segment (SS) 화학 구조가 Esther가 투과도, 확산도, 용해도 계수의 모든면에서 가장 낮은 결과를 보였다. Soft Segment (SS) 의 화학 구조가 Ester 인 TPU 시편은 Soft Segment 비율이 감소 할수록 투과도, 확산도는 감소하며 용해도는 큰 변화를 보이지 않았다.



[투과도 계수]



[확산도 계수]



[용해도 계수]

[TPU의 가교 종류에 따른 수소 투과도 측정 결과]

- 국토부 고시 제안을 위한 수소 투과도 관련 규정 검토 (2021년)
- 유럽연합의 수소전기차 인증 규격인 EC 79에는 수소의 허용 누설율이 6 $[NmL/hr/L]$ 이하가 될 것을 규정하고 있다.

New Or Simulated End Of Life Container	Minimum Testing Temperature (°C)	Presentation Dated 10/03/09 Updated Allowable Permeation Rate (NmL/hr/L water capacity)	Corrigendum 1 Dated 15/06/09 Allowable Permeation Rate
New	10	3.1*	4.2* NmL/hr/L water capacity
	15	4.6*	6.0* NmL/hr/L water capacity
	20	6.0*	8.0* NmL/hr/L water capacity
Simulated End of Life	55+	90	90 NmL/min per standard passenger vehicle

[EC 79 에 명시되어 있는 수소 허용누설률]

- 이를 투과도 값으로 변환하기 위해 아래와 같이 계산하였다.

$$6 [NmL/hr/L] \times 60L = 360 [NmL/hr] \dots\dots\dots (1)$$

- 수소전기차에 사용되는 저장용기의 부피를 60 L라 가정하면, 허용 투과량은 식(1)과 같이 360 $[NmL/hr]$ 이다. 이

것은 저장용기의 표면적 $1.09[m^2]$ 에 대한 허용 누설률로, 수소 투과도 평가시 사용되는 $\Phi 30\text{ mm}$ 의 시료의 면적이 $7.049 \times 10^{-4}mm^2$ 이므로, 투과도 측정 시료에 대한 허용 누설률은 그 면적 비율에 따라 $0.25416[NmL/hr]$ 가 된다. 이를 국제 표준단위(SI)의 기본물리량 단위로 전환시 다음과 같다.

$$3.14 \times 10^{-9} [mol/s] \dots\dots\dots (2)$$

$$Q = P \cdot \frac{A}{d} \cdot P_0 \dots\dots\dots (3)$$

(Q: 누설률, P: 투과도, A:시료 면적, d: 시료 두께, P₀: 사용 압력)

- 식 (3)에 따라 누설률을 투과도 값으로 변환하기 위해서는 수소 사용 압력 (70 MPa), 시료 면적 ($7.049 \times 10^{-4}mm^2$)으로 나누어 준 다음 두께 (1 mm)를 곱해 주어야 한다. 따라서, 허용 최대 투과도는 다음과 같다.

$$6.3 \times 10^{-11} [mol \cdot m / (m^2 \cdot s \cdot MPa)] \dots\dots\dots (4)$$

만약 시료의 두께가 4mm로 두꺼워 진다면,

$$2.5 \times 10^{-10} [mol \cdot m / (m^2 \cdot s \cdot MPa)] \dots\dots\dots (5)$$

로 허용 투과도가 증가하게 된다.

3) 고압 수소 환경 금속/비금속 실링 소재 사용 적합성 코드 개발 및 국내 기준 제 안

(1) 수소전기차 안전 기준 관련 국제 대응 활동

- 수소전기차용 재료의 수소사용 적합성 평가 기술 개발 배경
- UN-GTR 13 제,개정 대응

가. 수소전기차용 재료의 수소사용 적합성 평가 기술 개발 배경 (2018년)

- UN-GTR 13 제,개정 회의 참석
 - 2018년 2월 5~7일 미국 캘리포니아 주의 Toyota Quality Center에서 열린 UN-GTR 13 제2차 제,개정 회의에 국토부 담당 사무관, 한국교통안전공단 등과 함께 국내 전문가로 참여하였다.

국립자·문화·정책·연구·개발·한국

국토교통부

수신: 수신자 참조
(필수)
제목: 세계기술회의의 GTR-13(수소차 안전기준 관련) 참석 요청

1. 귀 기관의 무궁한 발전을 기원합니다.

2. 수소차 안전기준 국제조화를 위한 세계기술회의의 GTR-13 관련입니다.

3. 수소차 및 수소차 내입물기 분야에서 국내 전문가, 제작사대표이사 귀 기관의 관계
자본의 세계기술회의의 참석을 요청드리니 적극 협조해주시기 바랍니다.

— 세계기술회의의 GTR-13 개요 —

가. 일시: '18.2.5(월)~2.7(수)
나. 장소: 미국 캘리포니아 Toyota Quality Center. 문.

국토교통부장인

수신처: 한국교통안전공단 이사장(자율차안전연구팀장), 한국교통연구원 원장(자율차안전연구팀장), 한국교통연구원
한국교통연구원, 일산복합소재(주) 대표이사, 대우자동차 (주) 대표이사, 현대자동차(주) 대표이사

주도관: 장준현 행정사무관 서형우

참조자:

시행: 첨단자동차기술과-144 (2018. 1. 18.) 접수:

주: 30105 세종특별자치시 도문6호 11 6동 / <http://www.mot.go.kr>

전화번호: 044-201-3854 팩스번호: 044-201-0555 / neorend@mot.go.kr / 비공개(5)

문자문과 함께하고 부탁드립니다.

[UN-GTR 13 제,개정 회의 참석 요청 공문]

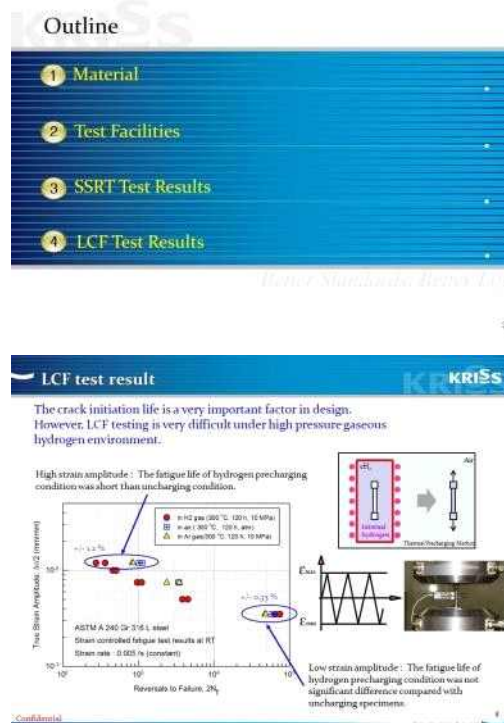
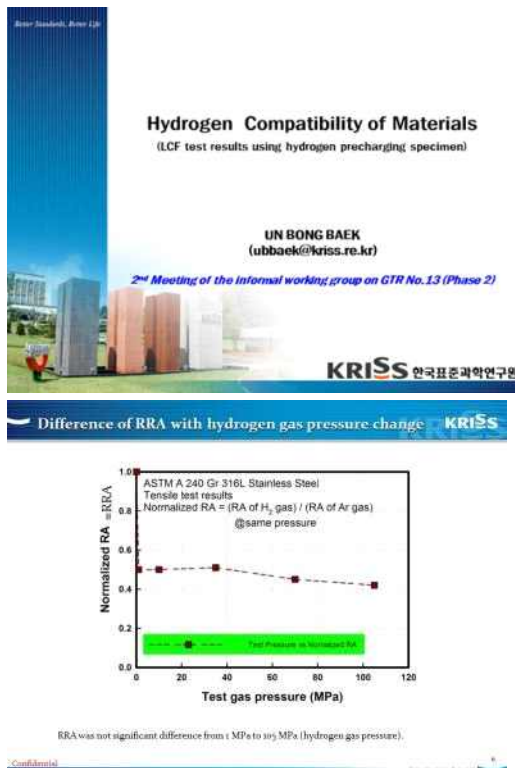
AGENDA (draft)
2nd Meeting of the informal working group on
Hydrogen and Fuel Cell Vehicles
Global Technical Regulation No. 13 (Phase 2)
 Date:
 Mon 5 February 2018 (Day 1): 13:30 - 17:30
 Tue 6 February 2018 (Day 2): 09:00 - 17:30
 Wed 7 February 2018 (Day 3): 09:00 - 17:30
 Location:
 Musaka Hotel
 21181 S. Western Ave.
 Torrance, California 90501, U.S.A.
 Meeting rooms: "Nara" and "Kyoto"
 Contact persons:
 Amy Ryan: 340 291 0965, amy.ryan@toyota.com
 Jackie Dimbleby: 340 523 7432, jackie@toyota.com
 Joana Lamm: 340 778 8140, joana@toyota.com

Agenda Item	Min.	Time	Presenters	Documents
Day 1: Welcome / Administrative & Organizational Updates, Scope of GTR13				
1 Welcome and practical arrangements	2	13:30-13:35	Chairman, 13:15	na
2 Welcome remarks	3	13:35-14:00	Chairman, 13:15	na
3 Approval of the agenda	13	14:00-14:20	Chairman, 13:15	GTR13-2-01
4 Approval of the meeting minutes of the 1st meeting	13	14:20-14:30	Chairman, 13:15	GTR13-2-01
5 Review of Terms of Reference	30	14:30-14:50	N. Nguyen	na
6 Updates of CP Activity	10	14:50-15:00	P. Pongpan	na
6a EU	10	14:50-15:00	P. Pongpan	na
6b Japan	10	14:50-15:00	P. Pongpan	na
6c China	10	14:50-15:00	P. Pongpan	na
6d Korea	10	14:50-15:00	P. Pongpan	na
6e USA	10	14:50-15:00	P. Pongpan	na
7 Break	10	15:00-15:10	na	na
8 Updates of SDO/TC Committees	10	15:10-15:20	na	na
8a SAE J2578	10	15:10-15:20	na	na
8b TC 101	10	15:10-15:20	na	na
8c SAE J2579	10	15:10-15:20	na	na
9 Scope of GTR13	20	15:20-15:30	na	na
9a Vehicle class	10	15:20-15:30	na	na
9b Fuel system safety	10	15:20-15:30	na	na
9c High voltage safety	10	15:20-15:30	na	na
9d Water-relevant	10	15:20-15:30	na	na
10 Wrap-up of Day 1 / Proposal for Day 2	15	17:15-17:30	Chairman	na

11 Scope of GTR13 - Continued	15	09:15-09:30	na	na
11a for Recyclable	15	09:15-09:30	na	na
11b for Long term storage requirement	15	09:15-09:30	na	na
11c for Liquid hydrogen	15	09:15-09:30	na	na
12 Material compatibility test methods	40	09:30-10:10	C. San Jacinto	GTR13-2-02
13 Break	20	10:40-11:00	na	na
14 Material compatibility	30	11:00-11:30	na	GTR13-2-03
15 HIC-SCC test for Aluminium	30	11:30-12:00	na	GTR13-2-04
16 Lunch	35	12:00-12:35	na	na
17 Initial burst pressure requirement	30	13:15-13:45	na	GTR13-2-05
OPEN TIME FOR MORE ITEMS				
18 Wrap-up of Day 2 / Proposal for Day 3	15	17:15-17:30	N. Nguyen/V. Pongpan	na
19 Dinner at the Musaka Hotel	10:00		na	na
Day 3: Technical Proposals (in progress), Editorial and Other Items				
20 Overview of agenda, any items from Day 2	15	09:00-09:15	N. Nguyen/V. Pongpan	na
21 Review updated national regulations / international standards	15	09:15-09:30	V. Pongpan	GTR13-1-18
22 Comments on test procedures amendments	20	09:30-09:50	na	GTR13-1-19
23 Comments on EC amendments (editorial)	20	09:50-10:10	na	GTR13-1-19
24 Break	15	10:10-10:25	na	GTR13-2-10
25 Fueling protocol	15	10:25-10:40	na	GTR13-2-11
26 Confurable tests	30	10:40-11:10	na	na
27 Review of action items	20	11:10-11:30	V. Pongpan	na
28 Other business	20	11:30-11:50	na	na
29 Next meeting	15	11:50-12:05	na	na
30 Lunch	35	12:05-12:40	na	na
OPEN FOR MORE ITEMS				
31 Wrap-up of Day 3	15	17:00-17:15	N. Nguyen/V. Pongpan	na

[UN-GTR 13 제2차 제,개정 회의 주요 의제(좌)와 발표 순서(우)]

- 한국표준과학연구원에서는 고압 수소 환경에서의 STS316 소재의 물성 평가 장비 현황과 SSRT 평가 결과를 발표하였다.



[한국표준과학연구원 발표 자료 발췌]

- 금속 소재 사용적합성 평가 방법의 UN-GTR 13 삽입에 대한 논의가 시작되었으며, 비금속 소재에 대한 수소 사용 적합성 평가 코드인 CHMC 2의 초안이 공개되었다.

Proposed by STC on 13 June 2019

where $\sigma_{\text{max}} = \sigma_{\text{max,0}} + \sigma_{\text{max,1}}$ is the maximum total reaction stress and $\sigma_{\text{max,0}}$ is the maximum reaction stress due to the initial stress.

Requirements for both tests:

Failure is at 10% residual strain

10% Residual strain value must be achieved at a displacement of 10 mm (at least for grade 500 and 550) and 15 mm (at least for grade 600)

For 100% reaction stress being the reaction of applied force (as per the grade) the test must be conducted according to the following table:

Summary of tests and requirements

	Test 1: Specimen of ductility and requirements for full-section ductility of midspan	Test 2: Specimen of ductility and requirements for full-section ductility of midspan
	SGFRP	Fibre
Test condition	+10 temperature +15 MPa - Temperature range 10-25 °C - Displacement rate 1.0-2.0 mm/s	+10 temperature +15 MPa - Temperature range 10-25 °C - Displacement rate 1.0-2.0 mm/s - Strain rate 1-10 mm/s
Number of tests	2	2
Requirements for test bed	- Test bed length 1.5 m - Test bed width 1.0 m - Reaction force 1.0 t	- Test bed length 1.5 m - Test bed width 1.0 m - Reaction force 1.0 t

[금속소재 사용적합성 평가 관련 초안]

CHMC 2 Scope

Title: CHMC 2 – Test Methods for Evaluating Material Compatibility in Compressed Hydrogen Applications – Polymers

SCOPE

This standard provides **uniform test methods** for evaluating material compatibility with compressed hydrogen applications. **The results of these tests are intended to provide a basis comparison of materials performance in applications involving compressed hydrogen.** This standard is **not intended** to replace sound engineering judgment. Additional testing considerations may be necessary to fully qualify the design of a component manufactured for use in certain hydrogen applications.

This standard applies to polymer materials only.

CHMC 2 Content – STEP 2: Develop test methods

Topics of Presentation

- Compatibility Discussion
- CSA CHMC 2 Scope
- CSA CHMC 2 Background
- CSA CHMC 2 Content
- Next Steps

Compressed Hydrogen Material Compatibility – Polymers

Definition of Compatibility

- Materials are considered **compatible** with each other if there are **no harmful interactions** occur between them.

Harmful Interactions

- Physical interactions
- Physicochemical interactions
- Chemical processes that cause reactions
- Changes from interactions can be in morphological structure, cost, and material properties

Recommended feature for design of a hydrogen test system (per GTR no. 13):

- The materials used should be compatible with gaseous or liquid hydrogen, as appropriate.

How is hydrogen compatibility determined for polymer material?

[CHMC 2 (폴리머 소재 사용적합성 평가) 관련 제안]

- 2018년 6월 대한민국 서울에서 UN-GTR 13 제,개정 3차 회의가 개최되었으며, 금속 소재 수소환경 사용 적합성 평가 코드 및 폴리머 소재 수소환경 사용 적합성 평가 코드 수정안이 제안되었다. 특히 금속 소재 수소사용 적합성 평가 관련하여서는 SAE 회의에서 논의, 보고하도록 결정되었다.



[UN-GTR 13 3차 제,개정 회의 참석자 사진]

Ref name	Organization	Chair	Chair	Chair	ECV Director or co
1. Jan Roper	UNEP/WHO				
2. Joon H. Park	UNEP/WHO				
3. Joon H. Park	UNEP/WHO				
4. Joon H. Park	UNEP/WHO				
5. Joon H. Park	UNEP/WHO				
6. Joon H. Park	UNEP/WHO				
7. Joon H. Park	UNEP/WHO				
8. Joon H. Park	UNEP/WHO				
9. Joon H. Park	UNEP/WHO				
10. Joon H. Park	UNEP/WHO				
11. Joon H. Park	UNEP/WHO				
12. Joon H. Park	UNEP/WHO				
13. Joon H. Park	UNEP/WHO				
14. Joon H. Park	UNEP/WHO				
15. Joon H. Park	UNEP/WHO				
16. Joon H. Park	UNEP/WHO				
17. Joon H. Park	UNEP/WHO				
18. Joon H. Park	UNEP/WHO				
19. Joon H. Park	UNEP/WHO				
20. Joon H. Park	UNEP/WHO				

Ref name	Organization	Chair	Chair	Chair	ECV Director or co
21. Joon H. Park	UNEP/WHO				
22. Joon H. Park	UNEP/WHO				
23. Joon H. Park	UNEP/WHO				
24. Joon H. Park	UNEP/WHO				
25. Joon H. Park	UNEP/WHO				
26. Joon H. Park	UNEP/WHO				
27. Joon H. Park	UNEP/WHO				
28. Joon H. Park	UNEP/WHO				
29. Joon H. Park	UNEP/WHO				
30. Joon H. Park	UNEP/WHO				
31. Joon H. Park	UNEP/WHO				
32. Joon H. Park	UNEP/WHO				
33. Joon H. Park	UNEP/WHO				
34. Joon H. Park	UNEP/WHO				
35. Joon H. Park	UNEP/WHO				
36. Joon H. Park	UNEP/WHO				
37. Joon H. Park	UNEP/WHO				
38. Joon H. Park	UNEP/WHO				
39. Joon H. Park	UNEP/WHO				
40. Joon H. Park	UNEP/WHO				

Ref name	Organization	Chair	Chair	Chair	ECV Director or co
41. Joon H. Park	UNEP/WHO				
42. Joon H. Park	UNEP/WHO				
43. Joon H. Park	UNEP/WHO				
44. Joon H. Park	UNEP/WHO				
45. Joon H. Park	UNEP/WHO				
46. Joon H. Park	UNEP/WHO				
47. Joon H. Park	UNEP/WHO				
48. Joon H. Park	UNEP/WHO				
49. Joon H. Park	UNEP/WHO				
50. Joon H. Park	UNEP/WHO				
51. Joon H. Park	UNEP/WHO				
52. Joon H. Park	UNEP/WHO				
53. Joon H. Park	UNEP/WHO				
54. Joon H. Park	UNEP/WHO				
55. Joon H. Park	UNEP/WHO				
56. Joon H. Park	UNEP/WHO				
57. Joon H. Park	UNEP/WHO				
58. Joon H. Park	UNEP/WHO				
59. Joon H. Park	UNEP/WHO				
60. Joon H. Park	UNEP/WHO				

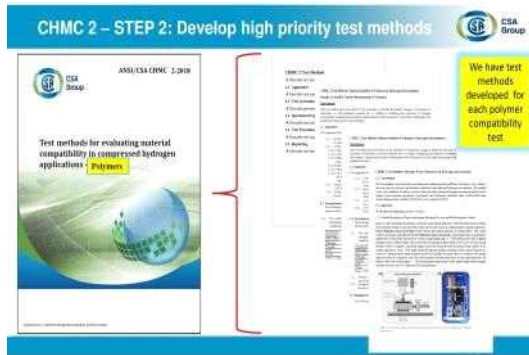
[UN-GTR 13 3차 제,개정 회의 참석자 서명]

Ref name	Organization	Chair	Chair	Chair	ECV Director or co
61. Joon H. Park	UNEP/WHO				
62. Joon H. Park	UNEP/WHO				
63. Joon H. Park	UNEP/WHO				
64. Joon H. Park	UNEP/WHO				
65. Joon H. Park	UNEP/WHO				
66. Joon H. Park	UNEP/WHO				
67. Joon H. Park	UNEP/WHO				
68. Joon H. Park	UNEP/WHO				
69. Joon H. Park	UNEP/WHO				
70. Joon H. Park	UNEP/WHO				
71. Joon H. Park	UNEP/WHO				
72. Joon H. Park	UNEP/WHO				
73. Joon H. Park	UNEP/WHO				
74. Joon H. Park	UNEP/WHO				
75. Joon H. Park	UNEP/WHO				
76. Joon H. Park	UNEP/WHO				
77. Joon H. Park	UNEP/WHO				
78. Joon H. Park	UNEP/WHO				
79. Joon H. Park	UNEP/WHO				
80. Joon H. Park	UNEP/WHO				

Ref name	Organization	Chair	Chair	Chair	ECV Director or co
81. Joon H. Park	UNEP/WHO				
82. Joon H. Park	UNEP/WHO				
83. Joon H. Park	UNEP/WHO				
84. Joon H. Park	UNEP/WHO				
85. Joon H. Park	UNEP/WHO				
86. Joon H. Park	UNEP/WHO				
87. Joon H. Park	UNEP/WHO				
88. Joon H. Park	UNEP/WHO				
89. Joon H. Park	UNEP/WHO				
90. Joon H. Park	UNEP/WHO				
91. Joon H. Park	UNEP/WHO				
92. Joon H. Park	UNEP/WHO				
93. Joon H. Park	UNEP/WHO				
94. Joon H. Park	UNEP/WHO				
95. Joon H. Park	UNEP/WHO				
96. Joon H. Park	UNEP/WHO				
97. Joon H. Park	UNEP/WHO				
98. Joon H. Park	UNEP/WHO				
99. Joon H. Park	UNEP/WHO				
100. Joon H. Park	UNEP/WHO				

Ref name	Organization	Chair	Chair	Chair	ECV Director or co
101. Joon H. Park	UNEP/WHO				
102. Joon H. Park	UNEP/WHO				
103. Joon H. Park	UNEP/WHO				
104. Joon H. Park	UNEP/WHO				
105. Joon H. Park	UNEP/WHO				
106. Joon H. Park	UNEP/WHO				
107. Joon H. Park	UNEP/WHO				
108. Joon H. Park	UNEP/WHO				
109. Joon H. Park	UNEP/WHO				
110. Joon H. Park	UNEP/WHO				
111. Joon H. Park	UNEP/WHO				
112. Joon H. Park	UNEP/WHO				
113. Joon H. Park	UNEP/WHO				
114. Joon H. Park	UNEP/WHO				
115. Joon H. Park	UNEP/WHO				
116. Joon H. Park	UNEP/WHO				
117. Joon H. Park	UNEP/WHO				
118. Joon H. Park	UNEP/WHO				
119. Joon H. Park	UNEP/WHO				
120. Joon H. Park	UNEP/WHO				

[UN-GTR 13 3차 제,개정 회의에서 제시된 금속 소재 사용적합성 평가 수정안]



[수정된 폴리머 소재 사용적합성 평가 코드]

Topics	Discussion	Action	Who?	Due Date
1. Vehicle Class	Items under consideration: - Comparison of vehicle types - Fuel cell tank design and system integrity - Focus of remaining storage capacity - CHMC as identified by T12	T12 leader to provide timeline and scheduled meetings, include comments in correspondence	T12 leader	AUG/13 (2 wks.)
2. Post-crash safety	N/A	N/A	T12	TBD
3. High voltage safety	N/A	N/A	T12	TBD
4. Materials compatibility	Review of SAE J2379 material compatibility test methods Open items: 1. Smooth or notched specimen - JTC smooth only 2. JTC 3. Allow welds 4. JTC, No welds China needs more information Revised	Request for CP to review proposed J2379 to JTC and submit comments to CHMC March	CP	AUG/13
5. Receipts	T12 leader provided proposed test storage and labware	T12 leader to provide timeline and scheduled meetings, include comments in correspondence - T12 to identify critical safety requirements	T12 leader	AUG/13 (2 wks.)
6. Long-term stress rupture	SAE proposed proposed stress rupture test that for hydrogen (GTR, Type 3 and 4)	SAE to provide test plan and cost estimate	SAE	SEP/13
7. Research Items	Preparation only	N/A	N/A	N/A
8. Initial burst pressure	- CH, JTC, CH agree to J2379 test - China, Korea need time to review	- China, Korea to provide feedback on J2379 proposal	China, Korea	Next WG meeting (OCT)
9. Static roll-over test	To be included in T12	See T12 ->	->	->
10. Editorial improvements	Not discussed	N/A	N/A	N/A
11. Recommendations for test procedures	T12 leader reviewed status of proposals during in-person mtg of T12	T12 leader to provide timeline and scheduled meetings, include comments in correspondence	T12 leader	AUG/13 (2 wks.)

12. Liquid hydrogen	Not discussed	T12 to coordinate review of recommendations - Rescheduling in-person mtg at next WG	N/A	N/A
13. H2-SCC (Aluminum)	- Industry and CP requesting data on sustaining flow test method such that it does not test aluminum alloys that could be appropriate	- JTC to provide update plan on future testing (e.g., 1000 MPa conditions)	JTC	Next WG meeting (OCT)
14. Fire test reproducibility	- Goal of T12 is to improve the reproducibility of current test, e.g., add necessary parameters, not change the test itself - JTC test must also be considered - JTC tested batteries as source of fire	T12 leader to provide timeline and scheduled meetings, include comments in correspondence - T12 to meet in person in Sept in Tokyo, MT - Review update	T12 leader	SEP/13
15. International standards and regulations	Not discussed	All members to review and update	All CP	When necessary
16. Recommendations from ISO TC 397	Update from T1	T12 leader to provide timeline and scheduled meetings, include comments in correspondence - Proposed changes to be submitted in "WG Update Format"	T12 leader	Next WG meeting (OCT)
17. Materials compatibility (polymers)	- Update regarding progress of GTR/2. Document open for public comment end of July	- Provide info for public comment on draft WG minutes	A topic on behalf of CH	Before meeting (e.g., minutes)

[UN-GTR 13 3차 제,개정 회의 주요 의제]

- 2018년 9월 미국 디트로이트에서 개최된 SAE 회의에 참석하여 대한민국 서울에서 UN-GTR 13 제,개정 3차 회의가 개최되었으며, 표준안은 UN-GTR 13에서의 금속 소재 사용적합성 평가 코드 삽입과 관련하여 고압 수소 환경에서의 SSRT와 Fatigue 평가 결과에 대해 발표하였다.



[SAE meeting 참석 요청 E-mail]

Day 2 7:30 a.m. Breakfast and Registration 8:00 a.m. Assemble 8:15 a.m. Hydrogen Quality Session Moderator: Mr. Anthony Belvin, U.S. DOE 8:15 a.m. Development of an Optimized Sampling Device for 70 MPa Hydrogen Refueling Stations Christof Gräntz, Hydac / Christian Spitta, The Hydrogen and Fuel Cell Center ZBT 8:30 a.m. Electrochemical Approaches to Hydrogen Contaminant Detection Mukund Mukundan, Los Alamos National Laboratory 8:45 a.m. Hydrogen Distribution Infrastructure R&D Session Moderator: Mr. Jimmy Li, NICE 8:45 a.m. Industry-driven Innovation for Growth of Widescale Hydrogen Infrastructure Olivier Macher, Engie 9:00 a.m. Green H₂ Production and Delivery for Transportation Applications in Wind Regions André Steinau, GP Joule 9:15 a.m. Evaluation of Chemical Carrier Concepts for Hydrogen Delivery Rajesh Athwalwa, Argonne National Laboratory 9:30 a.m. Introduction of Liquid Organic Hydrogen Carrier and the Global Demonstration Project Daisuke Kurotsuki, Oxydo Corporation 9:45 a.m. Potential for Liquid Organic Hydrogen Carriers to be used in Large-Scale Distribution of Hydrogen Jonas Obermeier, Hydrogenious 10:00 a.m. Status and R&D Needs of Hydrogen Distribution Technologies in Scandinavia Kevin Harris, Hexagon Lincoln 10:15 a.m. Break 10:30 a.m. Guided Open Discussion - What R&D activities do you have in contaminant detection? - What are the costs and challenges with current onsite contaminant detection? - What are the costs, turnaround times, and frequency of sampling today? - What methods of large-scale (thousands of tonnes) of storage do you currently utilize, and what are barriers (technological, policy, or investment) to growth? - What other concepts of high-volume storage and distribution are you currently considering? - What concepts are you considering to reduce the costs or increase the efficiency of hydrogen liquefaction?	What research do you currently have ongoing to explore the use of chemical carriers for large-scale hydrogen distribution? 12:00 p.m. Closing Remarks, Boxed Lunch, and Tours of Nearby Facilities <i>Tours will include Fibra Tech vessel manufacturing facility, Air Liquide tube trailer terminal, and Nuvera Fuel Cells.</i> 12:00 p.m. - 1:00 p.m. Lunch 1:00 p.m. - 2:00 p.m. Drive to Fibra Tech/Air Liquide 2:00 p.m. - 3:00 p.m. Tour of Fibra Tech/Air Liquide <i>One bus will depart for Boston Logan International Airport at 3:00, and the other will continue to Nuvera Fuel Cells.</i> 3:00 p.m. - 4:00 p.m. Drive to Boston Logan International Airport or Nuvera Fuel Cells 4:30 p.m. - 5:30 p.m. Second bus drives from Nuvera Fuel Cells to Boston Convention Center 5:30 p.m. Return to Boston Convention Center and Adjourn
--	--

[SAE meeting 주요 안건]



[SAE meeting 회의 모습]

Sep. 10, 2018

Proposal for UN-GTR No.13 on Hydrogen Material Requirement

UN BONG BAEK
(ubbaek@kriss.re.kr)

*Sub-team meeting on materials compatibility testing requirements
proposed for the GTR No.13 (Phase 2)*

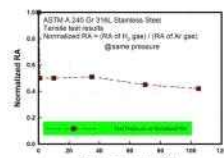
KRISS 한국표준과학연구원

For SSRT testing

● **Proposal**

➢ **Test pressure : 1.25xMWP**

- The SSRT test is a screen test for the hydrogen compatibility.
- Generally, in the case of a hydrogen fuel cell vehicle, the material used austenitic stainless steel.
- In the case of austenitic stainless steels, there is little difference in RRA due to pressure.
- Therefore, the experimental data at a pressure of 1.25 times higher than the MWP will be safe.
- Korean stakeholders do not understand for SSRT test pressure is increased to 1.5 times of MWP due to failure of hydrogen storage that can not occur.



RRA was not significantly different from 1 MPa to 100 MPa (10% error at 1 MPa).

Outline

- 1 For SSRT testing
- 2 For verification of gas quality
- 3 For the weld
- 4 For fatigue life testing

For the weld

● **Proposal**

- **weld** : It is better to decide when the data is secured after proceeding without allowing welding at present.
- Korean stakeholders are advised not to allow welding of pressure vessels for the safety.

[SAE meeting에서의 표준연 발표 자료 발췌]

- 2019년 2월 미국 캘리포니아에서 개최된 SAE 회의에 참석하여 미국 Sandia National Lab, 일본 큐슈대, 독일 MPA와 의 Round Robin Test에 참가 의사를 표하고, RRT 일정에 대해 발표하였으며, 시험편 수급 일정에 관해 협의를 하였다.

DRAFT Agenda

**SAE Fuel Cell Safety Task Force
H2 Compatibility Testing Expert Team**
Monday, February 4
9:00 am to 5:00 pm PT
Torrance CA (Honda Office Building 300)

WebEx:

JOIN WEBEX MEETING
<https://saefuelcell2019.jaguar.co.uk/join?pwd=7e1e145d5c79572435766186208>
Meeting number: 296 589 837
Meeting password: February2020

JOIN BY PHONE:

1-866-469-3279 Call-in toll-free number (US/Canada)
1-650-429-3300 Call-in toll number (US/Canada)
Access code: 296 589 837

Agenda:

1. Introductions (All)
2. Criteria of hydrogen compatibility testing of materials
 - a. Summary of requirements and status
 - b. "Criteria of hydrogen materials compatibility testing" (JARI/JAMA, Japan)
 - c. Discussion of fracture strain requirement (Bosch, Germany)
 - d. Other comments on criteria?
3. Recommendation on requirements for welding in GTR
 - a. Recap general consensus (SNL, US)
 - b. General discussion and proposals?
4. Establish plan for inclusion of documentation in GTR documents
 - a. Summary of status of draft method (SNL, US)
 - b. GTR IWG expectations (US DOT)
 - c. Technical rationale: open discussion (reference rationale from SAE J2579)
5. Status of "round robin" testing
 - a. Current status in Japan
 - b. Current status in US
 - c. Current status in Germany

DRAFT Agenda

- d. Current status in Korea and China
6. Test method for aluminum
 - a. Evaluation of hydrogen compatibility of aluminum alloys (JARI/AIST, Japan)
 - b. HG-SCC testing plan (MPA, Germany)
7. Strategy and methodology for materials lists (SAE Table B2)
 - a. Proposed presentation of data (SNL, US)
 - b. Comments on proposed tables (JARI/JAMA, Japan)
 - c. Open discussion
8. Recommendation on requirements for welding in SAE J2579
 - a. "Comments for SAE J2579 Appendix B General Rationale" (JARI/JAMA, Japan)
 - b. General discussion and proposals?
9. Other topics

[SAE meeting 주요 안건]



DRAFT Agenda

Participants:

Chris San Marchi (SNL/CA)
Glenn Scheffler (SAE Fuel Cell Safety Task Force lead)

Monterey Gardiner (BMW)
Klaus Szussek (BMW)
Mark Leavitt (GM)
Ayumu Ishizuka (Honda)
Ituya Yamashita (Honda)
Anagar Pott (Hyundai)
Livio Gambone (Nikola Motors)
Antonio Ruiz (Nikola Motors)
Yoshio Fujimoto (Toyota)
Amy Ryan (Toyota)

Misuo Kimura (Tokyo University)
Hiroaki Tamura (JARI)
Yosuke Tamura (JARI)
Takashi Iijima (AIST)

Jay Kellier (Consultant, US DOE)
Shashi Kuppa (NHTSA, US DOT)
Nha Nguyen (NHTSA, US DOT)
Karen Quackenbush (FCHEA)

[SAE meeting 회의 모습(좌)와 참석자 명단(우)]

Feb. 04, 2018

Current status for Round Robin Tests in Korea

UN BONG BAEK
(ubbaek@kriss.re.kr)

Sub-team meeting on materials compatibility testing requirements proposed for the GTR No.13 (Phase 2)

KRISS 한국표준과학연구원

Test equipment

- Calibration
 - Extensometer Calibration
 - Inner Loadcell Calibration

Extensometer calibration

Inner Loadcell calibration

Test equipment

- Apparatus for axial alignment

Original apparatus

Modified apparatus

Concentric alignment

Angular alignment

Test Method	ASTM Number	Maximum Allowed RP
Standard Practice for Conducting Tensile Compression Compression Angularity and Fatigue Tests of Metallic Materials	E989-96	±5 % (3)
Standard Test Method for Tensile, Notch Tension Testing with Cylindrical Specimens	E822-91	±10 % (6)
Standard Practice for Stress-Strain Fatigue Testing	E991-02	±5 % (3)

Milestone for RRT

Month	Test method	No. of specimen
May, 2019	SSRT @ -40 °C, N ₂	3
June	SSRT @ -40 °C, 90 MPa H ₂	3
July	Notched fatigue @ -40 °C, N ₂	2
August	Notched fatigue @ -40 °C, 90 MPa H ₂	1+1
September	Notched fatigue @ -40 °C, 90 MPa H ₂	2
October	Smooth fatigue @ -40 °C, N ₂	3
November		
December	Smooth fatigue @ -40 °C, 90 MPa H ₂	3
January, 2020		

[한국표준과학연구원 발표 자료 발췌]

나. UN-GTR 13 제,개정 대응 (2019년 ~ 2021년)

- UN-GTR 13 제2차 제,개정 회의 참석 (2019년 6월 18일, 2020년 10월 23일, 2021년 3월 26일)
- 2019년 6월 18~21일 중국 텐진에서 개최된 UN-GTR 13 제2차 제,개정 회의에 한국교통안전공단, 현대자동차, 일진복합소재 등과 함께 국내 전문가로 참여하였다. 표준연에서는 금속 소재 평가 시스템 구축 현황과 국제비교 숙련도 참가 및 평가 진행 현황, 비금속 소재 물성 평가 결과에 대해 발표 하였다.

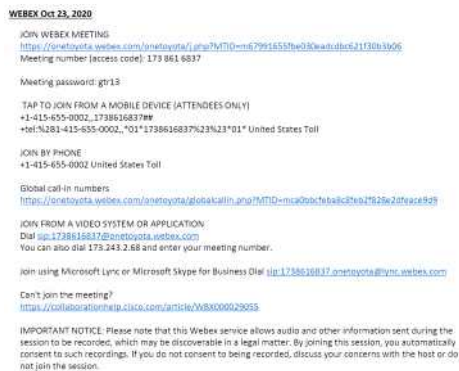


[텐진에서의 UN-GTR 13 회의 참석 기념 사진]



[UN-GTR 13 회의 발표 사진(좌) 발표 자료 표지(우)]

- UN-GTR 13 제,개정 회의는 1년 3번 개최 예정이었으나, 코로나로 인해 거둬 연기되었으며, 2020년 7월부터 온라인 화상미팅으로 개최되었다.



[UN-GTR 13 화상 회의 접속 안내(좌)와 한국측 발표 자료 표지(우)]

- UN-GTR 13 회의 사전 의견 수렴 회의 (2019년 6월, 10월, 2020년 5월, 10월, 2021년 3월)
- UN-GTR 13 제,개정 회의 참석에 앞서 한국 측 대응 방안 마련을 위해 한국교통안전공단 주관으로 UN-GTR 13의 주요 안건들을 공유하고, 현대차, 일진복합소재 등 국내 산업체의 의견 수렴과 표준연 등 유관기관의 연구 결과 공유 및 의견 수렴 회의를 가졌다.



[2019년 6월 열린 UN-GTR 13 회의 대응 사전 의견 수렴 회의 모습]

- 2020년 5월 20일 대전역 인근 회의실에서 GTR 13 개정 회의 안건 검토 및 대응방안 논의를 하였다. 특히 수소재료 적합성 평가에 대해 유럽과 일본 중심으로 GTR 13 도입 시도가 있어 이에 대한 산업체 의견과 국내 대응 방안을 논의하였다. 현대차에서는 시험 비용 증가 등으로 인해 반대 의견을 내었으나, 유럽, 일본 등 수출을 위해서는 결국 재료 시험 평가가 필요하기 때문에 국내 시험 가능 여부확인이 선행되어야 하며, 이를 바탕으로 대응하기로 의견을 모았다.



- 재료적합성 시험 GTR13 도입 관련 의견 수렴
(한국/미국/캐나다 : 반대, 일본/유럽 : 찬성)
- 재료적합성 시험 관련 연구 현황 공유 (표준과학연구원)
- SAE 재료시험법 개정(안)

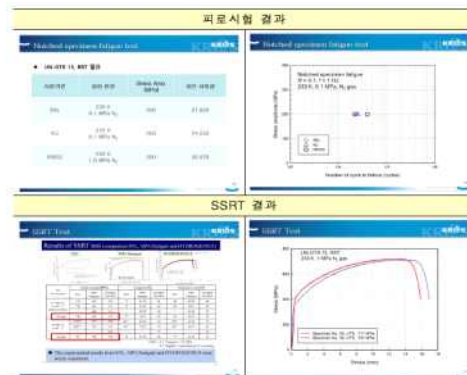
Table 4. Summary of tests and requirements for hydrogen compatibility of materials.

	Standard method	
	Isotemp (1)	Stress method (2)
Fatigue life	Test conditions: • H ₂ pressure = 1.25 MPa • Temperature = 253 ± 5K • Test section stress = 5.52 MPa • Frequency = 1 Hz	• H ₂ pressure = 1.25 MPa • Temperature = 253 ± 5K • Test section stress = 5.52 MPa • Frequency = 1 Hz
	Number of tests: 3	3
	Requirements for each test: N = 10 ⁷	N = 2x10 ⁷
	Test conditions: Not required	• H ₂ pressure = 1.25 MPa • Temperature = 253 ± 5K • Displacement rate = 0.5x10 ⁻³ mm/s
SSRT	Number of tests: Not required	3
	Requirements for each test: Not required	• Yield strength = 0.85 yield strength in air at same temperature

- Op 1, 2 중 선택 적용 가능
- 피로시험 온도조건 변경(40도 → 상온)으로 국내 시험 가능하나 **SSRT(4)**
- SSRT 시험 시 현 국내 장비로 시험 불가 (링크 참조)**
- 장비 개선 후 시험 예정 (장비 최적화 1달 소요 예정)

[2020년 5월 열린 UN-GTR 13 대응 사전 의견 수렴 회의 모습(좌)와 재료적합성 관련 의제(우)]

- 2020년 10월 14일 한국교통안전공단의 양재 회의실에서 자동차안전연구원과 현대차, 표준연 등이 참석하여 GTR 13 사전 회의를 갖고, 의장단 회의 결과를 공유하였으며, 표준연의 백운봉 박사가 수소용기 재료 적합성 관련 연구 강의를 하였다.



[2020년 10월 열린 UN-GTR 13 대응 사전 의견 수렴 회의 모습(좌)와 재료적합성 연구 강의 내용(우)]

- UN-GTR 13 회의 결과 전파 및 향후 대응 방안 논의 회의 (2019년 6월, 10월, 2019년 11월)
- UN-GTR 회의 참석 후 회의 결과에 대해 공유하고 향후 대응방안에 대해 논의를 하였다. 특히 중국의 수소차 관련 중국 기준 제,개정 현황에 대해 발표하고 이에 대한 대응이 필요함에 공감대를 형성하였다. 이 외에 압력 반복 회수와 수소 누출 평가 관련 논의 뿐 아니라 수소 취성 등 재료 적합성 시험 기준 도입의 필요성이 제기되었다.



[UN-GTR 13 회의 결과 전파 및 대응 방안 회의 모습]

- 수소전기차용 재료 시험 및 법규 대응 회의 (2019년 7월)
- 현대자동차 양재 연구소에서 현대차 재료/법규인증팀, 표준연, KGS 등이 참석하여 UN-GTR 13 등 수소전기차용 재료 시험과 법규 대응 회의를 가졌으며, UN-GTR 13 및 CHMC 1,2 등 수소 재료 적합성 평가 방법에 대해 검토하고, 완성차 업체 입장에서의 대응 방안에 대해 논의를 하였다.

회의록

HYUNDAI
MOTOR GROUP

주제	수소차 재료시험 및 법규대응 현황			회의구분	정보전달		
주관팀	외장PT플라스틱재료개발팀	작성자	요정환 책임	여제오정 이제오정 문제결 기타			
장소	회의실	시간	10:00 ~ 12:00				
재료개발동 301회의실	'19. 7/26 (금)						
참석자	HMC 재료/설계/법규인증, 한국표준과학연구원(KRIS), 한국가스안전공사(KGS) (상세명단 참조)						
회의내용							

1. 배경 및 목적

- 배경 : GTR2단계 (수소국제법규) 제정 중이며, 금속/비금속 재료에 대한 수소 평가 및 법규 대응 중
- 목적 : 참석부문별 진행 중인 내용 공유를 통한 업무 효율성 제고 및 향후계획 논의

2. 현황

1) GTR2단계 법규

- 금속 : 일본주관 재료적합성 시험 규격 제안 등 → 자기 IWG협의 후 법규 반영 (→'19년 예상)
- 비금속 : 캐나다주관 재료시험규격(CHMC2) 제정중 → GTR3단계에서 법규 반영 논의 (→'21년 예상)

2) HMC

- 금속 : SSRT(Slow Strain Rate Test) 평가는 진행 중, HG-SCC(Humid Gas-Stress Corrosion Crack) 평가는 진행 X
규격 요구사항(최종부품으로 평가)에 대해, 소재 평가는 完 하였으나 부품으로 평가 결과는 未
- 비금속 : 플라스틱/고무 소재에 대한 CHMC2 요구사항에 대한 평가 진행 결과 未

3) 정부과제 (KRIS, KGS)

- 1차('19년) : 평가시험 및 장비 인프라 확보, 평가결과 교차검증을 통한 평가신뢰성 확보
- 2차('20~'21년) : 하기 소재에 대한 평가 및 DB확보

[수소전기차용 재료 시험 법규 대응 회의록]

- 그 결과 법규 제정이 얼마 남지 않았기 때문에 이에 대한 빠른 대응이 필요하며, 현대의 수소전기차에 사용되는 재료에 대해 규격의 요구사항대로 검증,평가하는 방안에 대해 논의하였다.

(2) 금속/비금속 소재 수소 사용 적합성 평가 코드 개발 및 국토부 고시 개정안 제안

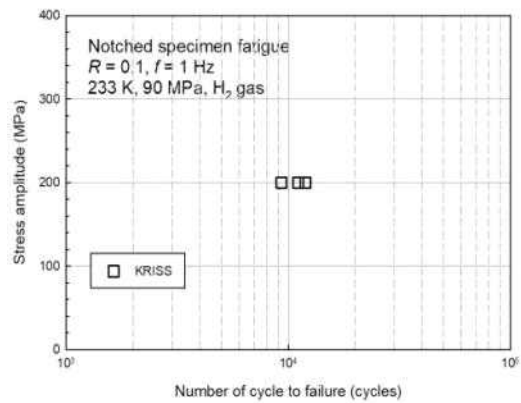
- 금속/비금속 소재 수소 사용 적합성 평가 코드 개발
- 국토부 고시 검토 및 개정안 제안

가. 금속/비금속 소재 수소 사용 적합성 평가 코드 개발 (2021년)

- 금속 소재 사용 적합성 평가 코드 개발
 - 70 MPa 고압 수소 환경에서의 금속 소재에 대한 SSRT, Fatigue 평가 결과를 바탕으로 시험 환경 및 조건을 설정하였다.

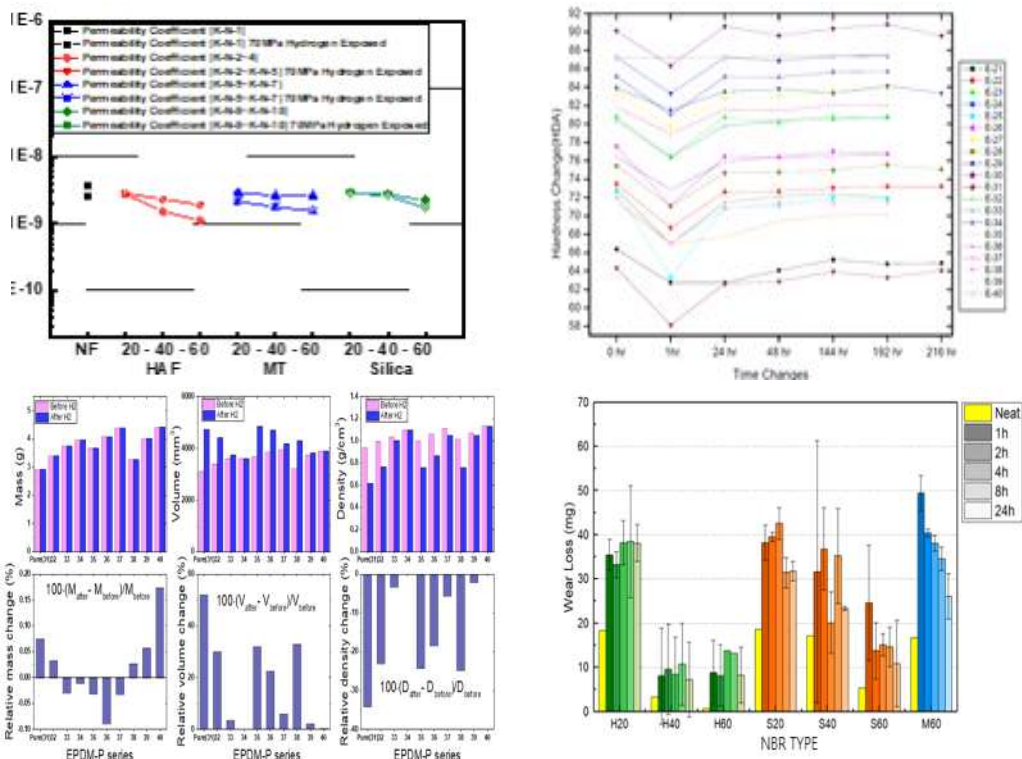
Specimen type	Smooth specimen	Notched specimen
Stress Ratio(R)	1	0.1
Test Frequency	1 or lower	1 or lower
Test Pressure	1.25 NMP	1.25 NMP
Peak Stress	1/3 S_{Ht}^*	1/3 S_{Ht}^*
Test Temperature	293 $\pm$ 5 K	293 $\pm$ 5 K
Number of Tests	3	3
Required Cycles	$N > 2 \times 10^6$	$N > 1 \times 10^6$

S_{Ht}^* : the average tensile strength measured at room temperature in air



[SAE J 2579에서 제시된 금속소재 피로특성 평가 조건(좌)와 표준연 평가 결과(우)]

- 비금속 실링 사용 적합성 평가 코드 개발
 - 70 MPa 고압 수소 환경에서의 비금속 실링 소재에 대한 수소 투과도, 물리적 안정성, 기계적 물성 평가 결과를 바탕으로 비금속 실링 소재에 대한 수소 사용 적합성 평가 항목과 시험 조건을 설정하였다.



[비금속 실링 소재 물성 평가 결과]

- 국토부 자동차용 내압용기 안전에 관한 규정 검토
- 국토부 자동차용 내압용기 안전에 관한 규정 별표 7과 별표 11에는 금속 및 비금속 재료에 대한 수소적합성 시험에 대해 명시하고 있다.
- 금속 재료의 경우, ISO 11114-1 및 ISO 11114-4는 수소충전소용 금속 재료에 대한 사용적합성 평가를 위한 규격으로, 수소전기차용 금속 재료의 적합성 평가에는 적용할 수 없으며, CSA/CHMC 1과 SAE J 2579 규격에 따라 평가하는 것이 적합하다.
- 비금속(고분자) 재료의 경우, 수소 적합성 검증 시험법에 대한 구체적인 방법 및 내용이 명시되어 있지 않다.
- 국토부 고시 개정안 제안
- 금속 및 비금속 실링 소재에 대한 수소 환경 평가 결과를 바탕으로 사용 적합성 평가 코드를 개발하고, 한국교통안전공단에 개정안을 제안하였다.

[국토부 고시 개정안 제출 공문(좌)와 개정안 신규대비표 일부(우)]

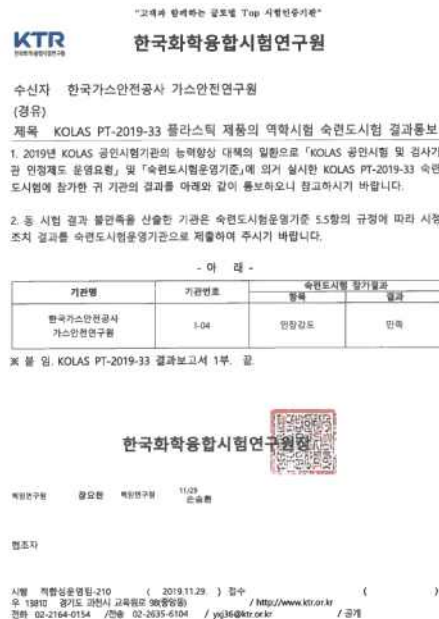
- 107 -

(1) 비금속 소재 시험평가 관련 해외 사례 조사 및 실증시험 항목 설정

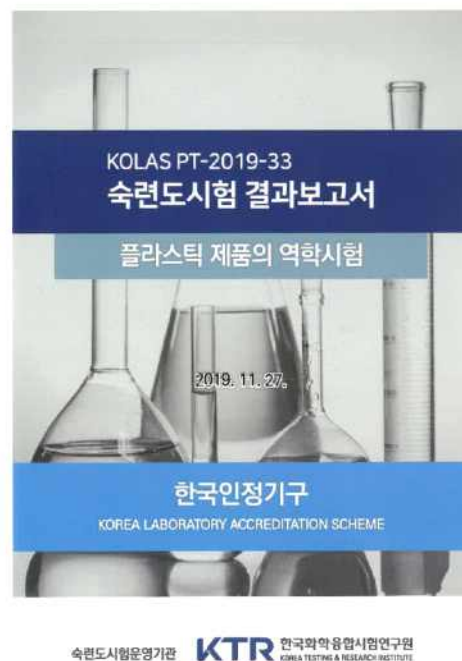
- 수소용기 라이너 시험측정 비교속련도 평가
- 해외 비금속소재 평가정보 조사

가. 수소용기 라이너 시험측정 비교 숙련도 평가 (2019년)

- KOLAS(한국인정기구) 숙련도 시험 실시
- ILAC(국제시험기관 인정협력기구)산하 한국시험인정기구인 KOLAS의 숙련도 시험 참가
- 플라스틱 제품의 역학시험
- 신청 : '19.08.19, 시험수행 : ' 19.09.25 시험
- 최종보고서 제출 완료, 결과 '만족'



[인장시험 결과통보 공문]



[인장시험 결과보고서]

- 플라스틱의 열중량분석에 대한 숙련도
- 신청 : '19.10.28 신청, 시험수행 : ' 19.12.10~12 시험
- '19.12.13 숙련도결과보고서를 제출 완료

[붙임 3]

한국민정기구 숙련도시험 프로그램

[PT 2019-15, 플라스틱의 열중량 분석에 대한 숙련도]

(02.018기차 석유제품)

숙련도시험결과보고서

시험기관 코드(Lab. Code) L-01

1. 참가시험기관의 일반현황

기 관 명	한국가스안전공사 가스안전연구원
담당 부서	수소에너지연구부

2. 숙련도 시험의 시험 결과 및 방법

시험항목	단위	1회	2회	3회	평균값	불합도 (95% % C.L.)
잔류물의 질량	%	42.44	42.46	42.68	42.527	$U = 3.25$ $k = 3.18$
시험방법		KS M ISO 11358-1:2014				

3. 시험기간 : 2019. 12. 10. ~ 2019. 12. 12.

※ 귀 참가기관에서 작성한 숙련도시험 결과 보고서와 모든 참고자료를 제출기한 이내에 KIME 숙련도 운영 홈페이지(www.ktbi.go.kr/ktbi)를 통해 제출하여 주시기 바랍니다.

※ 시험기관 코드(Lab. Code)는 시험 방법, 평가항목 및 평가항목의 KOLAS 등록번호에 기재하여 주시기 바랍니다.

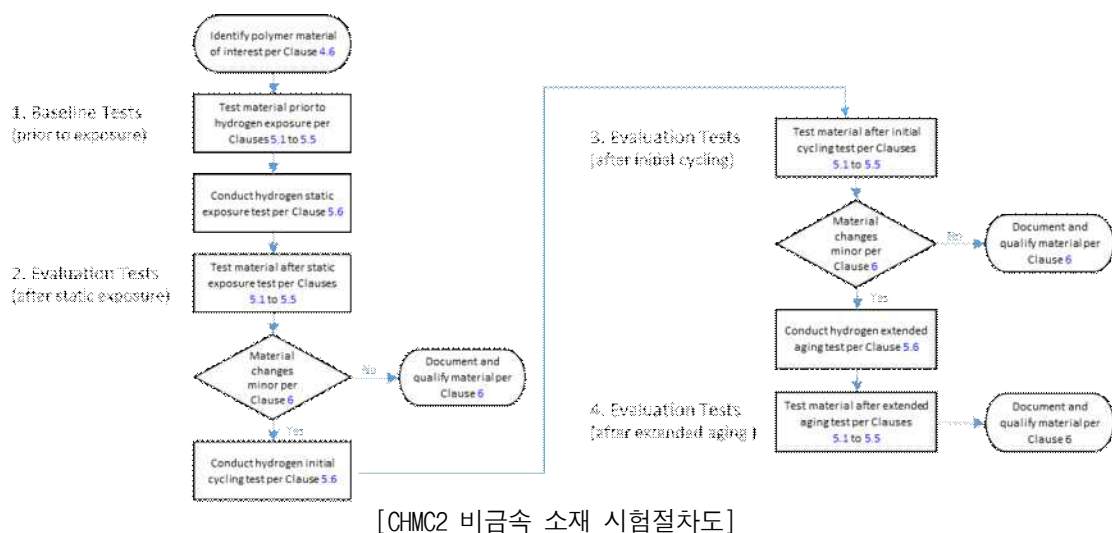
※ 귀 기관을 준수하지 않은 경우 숙련도시험결과에 영향을 미칠 수 있음을 알려드립니다.

시 행 자	김 기 정
기술책임자/승인자	조 성 민
작성 일자	2019. 12. 12.

※ 본 보고서의 숙련도시험결과보고서(00070) 담당자(Tel: 02-2164-0153)에게 문의 바랍니다.

[열중량분석 숙련도시험결과보고서]

- 비금속 재료 평가 관련 해외 규격 조사
- 비금속 재료시험 규격 종류
- 수소 및 비금속재료 시험관련 규격인 CHMC2 분석
- CHMC2에 명시된 시험절차 분석



조항	시험항목	재료	시험용가스	시험압력	시험온도
5.1	Hydrogen Diffusion & Permeability 고압수소에 대한 확산 및 투과	고무 및 수지	시험용 수소가스 (ISO 14687-2)	MOP(X)	85℃
					15℃
				10% NWP	85℃
					15℃
5.2	Physical stability 물리적 안정성	고무 및 수지	시험용 수소가스 (ISO 14687-2)	MOP	15℃
5.3	Material property change 재료 물성 변화	고무 및 수지	시험용 수소가스 (ISO 14687-2)	5.6조건	5.6 조건
5.3	Dynamic wear 동적 마모성	고무 및 수지	시험용 수소가스 (ISO 14687-2)	50% NWP	85℃
					15℃
5.5	Material contamination 재료 오염도 시험	고무 및 수지	시험용 수소가스 (ISO 14687-2)	MOP	70℃
5.6	Hydrogen static exposure 수소 정적 노출	고무 및 수지	시험용 수소가스 (ISO 14687-2)	MOP	15℃
	Hydrogen initial cycling 수소 최초 사이클링	고무 및 수지	시험용 수소가스 (ISO 14687-2)	113% NWP ↔ 2MPa	55℃
	Hydrogen cycling extended aging 수소 추가 노화 사이클링	고무 및 수지	시험용 수소가스 (ISO 14687-2)	113% NWP ↔ 2MPa	55℃
				80% NWP ↔ 2MPa	-40℃
				NWP ↔ 2MPa	15℃

- 수소전기차 비금속 소재에 대한 평가항목 선정
- 수소전기차 비금속소재에 대한 역학 물성, 수소투과도, 동적 마모 등 시험 절차서 개발 및 평가 DB구축하여 관련 규격 조사

시험항목		재료	관련 규격
Hydrogen Diffusion & Permeability		고무 및 수지	ISO 14687 ISO 14687-1 ISO 14687-2 ISO 14687-3 SAE J2719
Material property change	Tensile strength	플라스틱	ASTM D638, ISO 527, ISO3167
		고무	ASTM D412, ISO 37
	Tensile modulus	플라스틱	ASTM D638, ISO 527, ISO3167
	Flexural modulus	플라스틱	ASTM D638, ISO 178
	Ultimate Elongation	고무	ASTM D412, ISO 37
	Nothched Charpy impact, strength or tensile impact	플라스틱	ISO179/eA, ISO8256
	Durometer Hardness	고무	ASTM D2240
Dynamic wear		고무 및 수지	ASTM G133-05
Pre-conditioning (Hydrogen static exposure, Initial cycling, cycling extended aging)		고무 및 수지	ISO 14687 ISO 14687-1 ISO 14687-2 ISO 14687-3 SAE J2719
TGA		플라스틱	ISO 11358-1 ISO 11358-2 ISO 11385-3
		고무	ISO 9924-1 ISO 9924-2 ISO 9924-3

- CSA CHMC2 규격분석에 따른 시험절차서 작성 및 시험장비 구축
- 수소내압용기 라이너 시험장비 구축 현황

시험명	시험장비	구축상태	비고
Hydrogen Diffusion & permeability	Booster for hydrogen	구축완료	2019년 구축 완료 예정
	Hydrogen detector	구축완료	
	Permeability test rig	세부사양 개선중	
	방폭 챔버	구축완료	
Physical stability	booster for hydrogen	구축완료	
	고정밀 저울	구축완료	
	디지털 카메라	구축완료	
Material property changes	Tensile test machine	구축완료	
	Charpy impact tester	구축완료	
	Durometer	구축완료	
	Flexural modulus test machine	구축완료	
Material contamination	GC	구축완료	2020년 구축 완료 예정
	Test rig	구축예정	
Pre-conditioning (Hydrogen static exposure, Initial cycling, extended aging)	Cycling exposure test machine	구축완료	2020년 구축 완료 예정 (고압챔버 세부사양 조율중)
	Booster for hydrogen	구축완료	
	Test rig	구축예정	
	방폭 챔버	구축완료	
Dynamic Wear	Tribometer	구축예정	2020년 구축 완료 예정
Material analysis	TGA	구축완료	

- 구축된 시험장비에 대한 사전 시험을 진행
- 고무와 플라스틱 시험편에 대한 시험 숙련도를 높이고 장비의 개선사항 조율을 위함
- 시험편: EPDM, PEEK
- 시험항목: 수소침적 후 인장강도, 경도, TGA 등 진행
- 비금속재료평가관련 연구사례조사 및 위험성평가 실시
 - 수소 비금속재료 평가방법 및 재료평가 연구사례조사
 - 국내외 연구사례 조사 : 관련 논문등 문헌 조사
 - 비금속재료 평가방법을 검토하여 사전시험 및 본시험, 시험방법서 작성에 반영
- 수소 비금속재료 관련 위험성 평가(FMEA) 실시
 - 최근 5년간 국내에서 발생한 가스사고 중 비금속재료(씰 및 라이너)와 관련된 사고를 분석하여 위험성 평가(FMEA) 실시
 - 위험성평가에 따른 실험연구 학회지 게재 완료
 - 한국에너지학회 포스터발표 1회
 - 평가결과에 따라 시험계획 수립 예정

고압 수소설비용 비금속부품 소재의 FMEA 평가를 통한 실험적 연구

한정진·김광진*·김재현**

서울과학기술대학교 에너지환경대학원 산업안전학과, *한국가스안전공사,

**서울과학기술대학교 에너지환경대학원

(2019년 7월 25일 접수, 2019년 8월 14일 수정, 2019년 8월 16일 채택)

An Experimental Study on the FMEA Evaluation of Non-metallic Materials in High-Pressure Hydrogen Facility

Jongjin Han · Wujun Kim* · Jaehyun Kim**

Department of New Energy Engineering, Graduate School of Energy and Environment,
 Seoul National University of Science and Technology, *Korea Gas Safety Corporation,
 **Graduate School of Energy and Environment, Seoul National University of Science and
 Technology

(Received 25 July 2019; Revised 14 August 2019; Accepted 16 August 2019)

요 약

국내 산업용 수소와 보급 단계에 따라 수소차의 수소충전소 인프라 개발에 대한 관련 업계의 연구는 활발하게 진행 중이다. 하지만 수소차의 수소충전소의 설계 및 1차 설계 시점부터 다양한 수소 시설을 이용한 수소충전소 설계가 나, 또 수소차 설계의 위험성 평가 및 제조에 관한 중요 연구는 부족한 실정이다. 이에 본 연구에서는 FMEA를 활용하여 고압 수소 설비에 사용되는 비금속 부품의 재료와 설계에 대한 위험요소를 추출한 후 압력, 온도, 진동, 응축 등 다양한 환경에서 FMEA를 수행하여 FMEA의 위험도(RPN)를 계산한 후, 평균값 24.7, 최솟값 12.5로 산출되었 으며, 재료와 설계에 대한 추가적인 평가가 필요함을 확인하였다. 아울러 비금속 고온재용에 대한 수소침투와 크랙 발생을 통해 고온 재료의 활용 가능한 물리적 실험을 제시하고자 하였다.

주요어 : 고압수소충전소, 위험우선순위, 수소설비시험, 크랙시험

Abstract - According to South Korea's policy of supplying eco-friendly hydrogen vehicle, related industries are actively conducting research on the development of hydrogen car and hydrogen charging station infrastructure. On the other hand, there is a lack of empirical research and assessment of the risk of non-metallic materials (such as lower, weld, gasket) for chemical materials that directly affect the durability and reliability of hydrogen vehicle and hydrogen charging system. In this study, the risk factor for the inner and seals of non-metallic parts used in high-pressure hydrogen facilities were derived using FMEA, and the RPN value was calculated by converting the severity, frequency of occurrence and degree of detection into scores. The maximum value of the RPN 690, minimum value 63, average value 274.5 was calculated and periodic control of the inner seal and seal was identified as important. In addition, through hydrogen leakage and oxygen aging tests for non-metallic rubber product, physical test values that can be used in basic data were presented.

Key words : FMEA(Failure Mode Effect and Analysis), RPN(Risk Priority Number), Hydrogen Leakage Test, Qualitative Aging Test

*To whom correspondence should be addressed.
 Tel. : +82-2-970-6920 E-mail: kimj@seonju.ac.kr

용에 의한 비금속 손상 등 다양한 실험방법을 통해 비금속 부품의 신뢰성 및 안전성을 확보하기 위한 지속적인 실증 연구가 필요하다. 따라서 수소충전소 의 안전을 위해 인프라 구축뿐만 아니라 제품개발 에 대한 실험을 강화하고, 국내 산업기초 토대가 체계적으로 진행되어야 할 것이다.

6. 감사의 글

본 연구는 서울과학기술대학교 교내연구비(2019 국토 교통부 교통과학기술사업(2019-100-197122P-C152334-01) 연구비 지원으로 수행되었습니다.

References

1. Choi, S. J., 2017, A Study on the Evaluation and Development of Rubber Sealing Materials for High-Pressure Hydrogen Gas, KGS, pp.1
2. Park, J. S., 2016, Failure Mode and Effects Analysis for Risk Management of Energy Storage Systems, Chungbuk University, Master Dissertation, pp.1
3. Oh, D. S., 2008, Study of the Status and Safety Assessment of Domestic and Foreign Hydrogen Station, Hosen University, Master Dissertation, pp.22
4. Lee, D. H., 2007, A Study on Consequence Analysis and Safety of Hydrogen Station, Kwangju University, Master Dissertation, pp.17-18
5. KS, M. 6518-2018, Physical testing method for vulcanized rubber
6. Lee, S. W., 2016, A Study on the Life Prediction of EPDM for High-Pressure Hydrogen by the Accelerated Life Test, Seoul National University of Science and Technology, Ph. D Dissertation, pp.52-57
7. Kim, W. J., 2009, A Study on Reliability Evaluation by Analysis of Demonstration Test and Accelerated Life Test for Gas Product, pp.14-47
8. Yim, S. et al., Failure Behavior of Rubber O-ring under Cyclic Exposure to High-Pressure Hydrogen gas, Engineering Failure Analysis 2013
9. KS, M. 6641-2008 rubber test
10. ASTM D2772 - (AC2013) Standard Test Method for Rubber-Deterioration by Heat and Oxygen, ISO 1431-4:2013(en) Rubber, vulcanized or thermoplastic Resistance to ozone cracking, pp.1-3

(2) 수소용기라이너의 안전적합성 평가 기준 개발을 위한 성능 평가 (2020년)

- 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 확산투과성능평가
- 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 물리적 안정성 성능평가
- 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 재료성질 변화 성능평가
- 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 재료불순물 분석 성능평가
- 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 반복폭로성능평가
- 고압수소환경에 따른 PA6,11 열중량 변화 분석

가. 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 확산투과성능평가

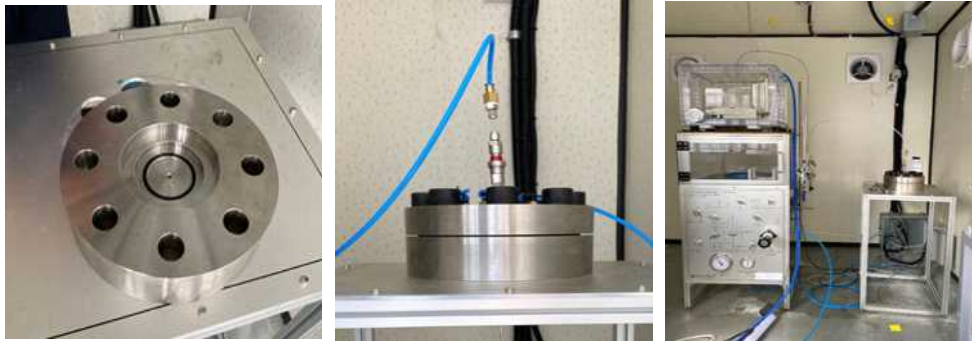
◦ 시험내용

- 시편준비: 두께 3 mm, 지름 78 +/- 1 mm 디스크 형태의 시편

- (1) 장치가 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 범위 내에서 안정 될 때까지 온도를 제어한 후 가압하여 시험 시작
- (2) 저압면의 압력변화 측정, 질량분석법 또는 유량을 직접 측정하여 투과도를 계산 (매1분마다)
- (3) 측정시작 48시간 후 투과도가 평형상태가 되면 steady-state gas transfer rate를 계산 후 실험 종료
- (4) 감압 후 시편을 꺼내 blister와 파열 여부를 확인하고 시편의 무게를 측정 (시험 직후, 48h 후)

◦ 실험결과

- 수소 투과도에서 $1\text{cm}^4/\text{m}^2\cdot 24\text{h}\cdot\text{Pa}$ 이하 여부에 대한 시험성적서 확보



[라이너 투과성 장비]



[수소투과성 시험진행후 시료의 상태]

나. 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 물리적 안정성 성능평가

- 시험내용
 - 수소정적노출 24, 48시간 후 반복 측정하여 기록함
 - 총 3개의 시편의 시험 즉시, 24, 48 시간 후 부피 변화 데이터의 평균값을 계산하여 평균 부피변화량을 계산하였다.
- 실험결과

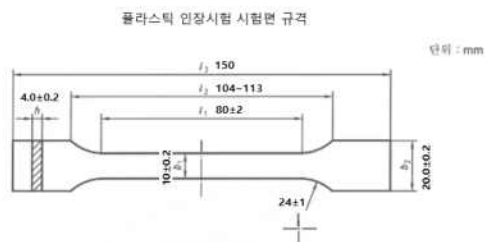
		PA6 (DSM)	PA11
S.E. +0h	질량 (%)	0.02	
	밀도 (%)	-2.10	
	부피 (%)	2.16	
S.E. +24h	질량 (%)	-0.04	
	밀도 (%)	-1.02	
	부피 (%)	0.99	
S.E. +48h	질량 (%)	-0.07	
	밀도 (%)	-0.17	
	부피 (%)	0.09	

[상온 및 168시간 수소노출 후 부피 변화율/중량 변화율 1% 이내 여부에 대한 시험성적서 확보]

다. 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 재료성질 변화 성능평가

- 시험내용
 - 수소 노출이후 물성변화 측정
- 시험항목

property	Standad	Sample type
Tensile strength	ISO 527, ISO 37	Plastic, Elastomer
Tensile modulus	ISO 527	Plastic
Ultimate elongation	ISO 37	Elastomer
Flexural modulus	ISO 178	Plastic
Charpy impact test	ISO 179	Plastic
Durometer Hardness	ASTM D2240	Elastomer



[플라스틱 인장시편 규격]

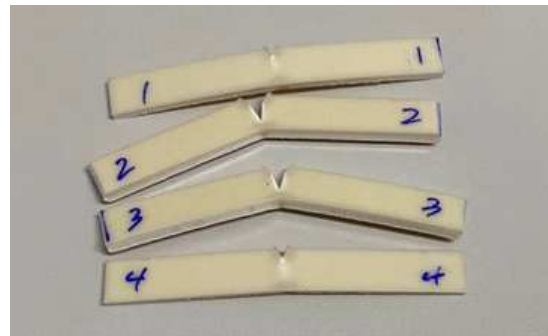
◦ 실험결과

	PA6 (DSM)				PA11			
	$\Delta\sigma(\%)$	$\Delta E(\%)$	$\Delta E_f(\%)$	$\Delta\alpha_N(\%)$	$\Delta\sigma(\%)$	$\Delta E(\%)$	$\Delta E_f(\%)$	$\Delta\alpha_N(\%)$
S.E. +0h	-4.3	-	-	-				
S.E. +48h	-3.59	-1.19	-9.15	-8.02				

- 상온 및 168시간 수소노출 후 최소인장강도 : 1 MPa, 최소연신율: 1 %, 최소충격치: 0.5J 여부에 대한 시험성적서 확보



[물성 인장시험]



[샤르피 충격시험]

라. 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 재료불순물 분석 성능평가

◦ 시험내용

- 재료물 불순물 평가 시험 절차

- (1) 시편을 서로 겹치지 않게 챔버에 장입 후 밀봉하여 낮은 유량(0.34 MPa/s)으로 MOP까지 수소를 채움
- (2) 168시간 후 0.034 MPa/s로 감압한 뒤, 시편을 꺼내 즉시 깨끗한 유리 바이알 (40mL)에 담는다. 바이알을 10분간 진공한 뒤, 초고순도 질소를 1.37 bar로 채워 하룻밤 동안 평형상태에 이르게 둠
- (3) 바이알을 1시간동안 70 °C로 가열한 후, 상온으로 냉각하여, Cryofocusing을 진행.
- (4) GC/MS분석을 위해 headspace gas를 바이알에서 옮긴 후, 바이알을 1.37 bar 헬륨으로 채움
- (5) 시료를 GC 오븐에 장입후 -20 °C에서 1분간 유지한 뒤, 150 °C 까지 10 °C/min으로 가열 후 10분간 유지한다. 그 후 34분간 분석을 진행



[가스 크로마토그래피]

◦ 실험결과

- 비금속 시편에서 발생하는 불순물의 10 ppm 이하 여부에 대한 시험성적서 확보

마. 국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6,11) 반복폭로성능평가

◦ 시험내용

- 반복폭로 성능평가 시험 절차

- (1) 수소를 이용하여 NWP의 1.25배 875 bar 상온에서 가압
- (2) 0.1 시간 동안 NWP의 3%(26.25 bar)로 감압
- (3) (1)~(2)를 10회 반복



[반복용 용기]



[수소반복 가압장비]

◦ 실험결과

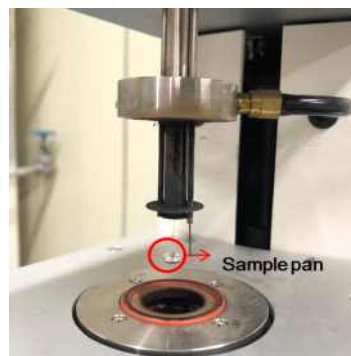
- 수소로 80 MPa로 10회 반복하여 장비성능의 이상여부에 대한 시험성적서 확보

바. 고압수소환경에 따른 PA6,11 열중량 변화 분석

◦ 시험내용

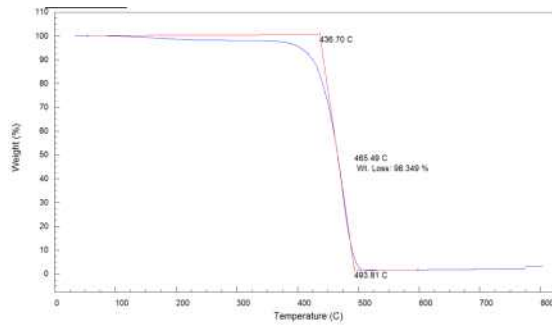
-열중량 변화 분석을 위한 시험 절차

- (1) 전원을 켜기 전, 쿨러를 켜고 N2가스를 흘리며 약 30분간 Purging 및 분위기 조성 ($P < 2 \text{ bar}$, $Q > 20 \text{ cc/min}$)
- (2) Furnace는 위 그림의 스위치를 이용해 위 아래로 움직일 수 있으며, 시편은 Sample pan 안에 위치시켜 Furnace를 올려 시험 준비
- (3) 시편은 Pan 의 1/3이하의 크기이어야 하며, 무게는 10 mg 이하를 권장
- (4) 실험 완료 후에는 Furnace 내부의 온도가 50°C 이하로 냉각될 때까지 기다린다.

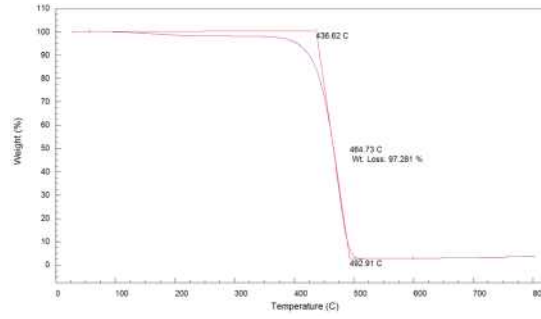


[열중량 분석기]

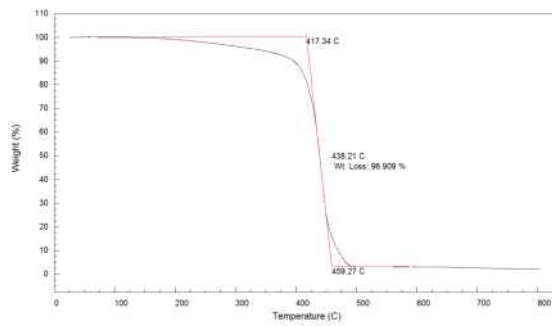
◦ 실험결과



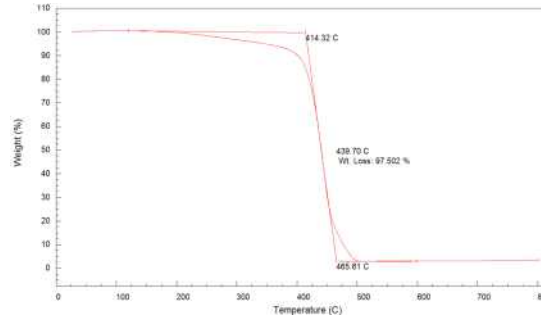
[PA6 노출 전]



[PA6 노출 후]



[PA11 노출 전]



[PA11]

weight loss	PA6 (DSM)	PA11
S.E. +0h	-98.349%	-96.909%
S.E. +48h	-97.281%	-97.502%

- 비금속 시편에 대한 열중량 분석을 통해 0.1 wt.% 이하 여부에 대한 보고서 확보

(3) 수소용기라이너의 안전적합성 평가 및 평가 기준 개발 (2021년)

- 수소용기 라이너소재의 물성 평가 및 DB 구축
- 수소용기 라이너의 평가기준안 개발

가. 수소용기 라이너 소재의 물성 평가 및 D/B 구축

- 고압수소 노출(875bar)후 비금속 폴리머 소재 물성변화 평가 (물리적안전성: 부피변화)
 - 시편준비: 각편의 길이가 4.5 ± 0.4 mm인 정육면체
 - 실험방법:
 - a) 시편의 디지털사진을 저장함
 - b) 침수액(물)의 온도를 측정하여 기록
 - c) 공기중에서 시편의 건조질량을 0.1 mg 단위까지 측정하고 침수시험에 사용된 모든 장치들의 질량도 측정하여 기록
 - d) 시편을 거품이 생기지 않도록 조심스럽게 침수하여 질량을 측정하여 기록하고 밀도를 계산하여 기록
 - e) 수소 정적 노출을 진행(MOP에서 168시간 동안)후 a)-d)를 반복하여 시험 직후, 24시간 후 48시간 후의 데이터 기록



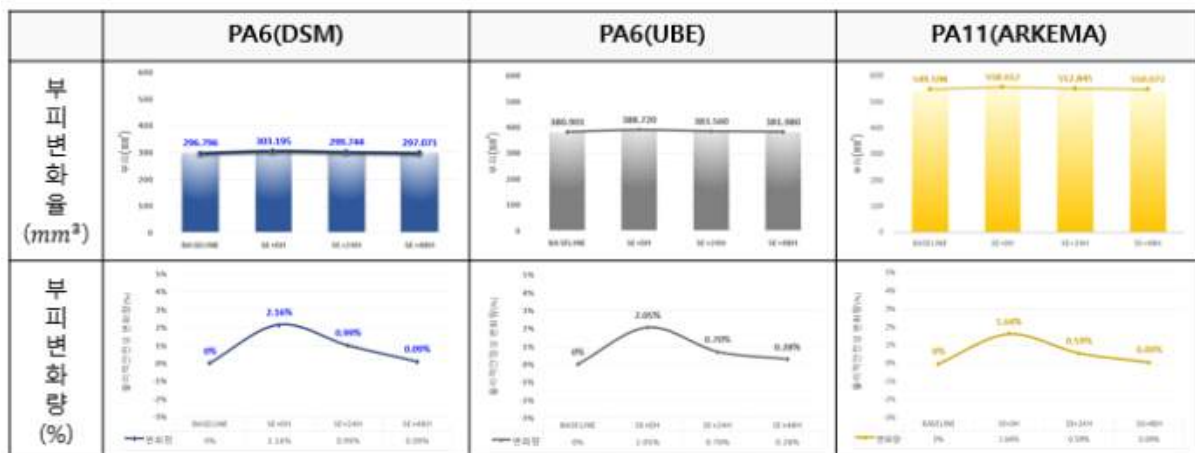
[침지 장비]



[고밀도 측정 저울]

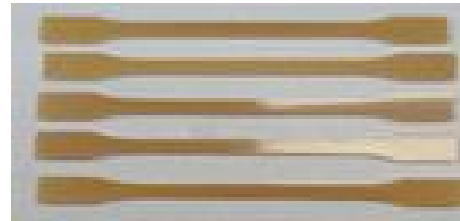
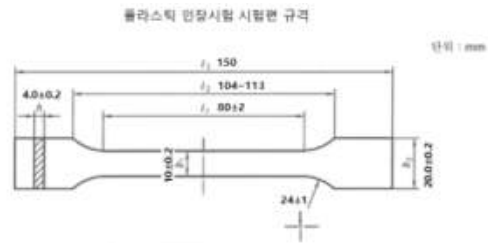
- 시험 결과는 아래와 같다.

Change in Volume [mm ³]	PA6(DSM)		PA6(UBE)		PA11	
	168H	변화율[%]	168H	변화율[%]	168H	변화율[%]
Base line	296.796	-	380.901	-	549.598	-
S.E. +0h	303.195	2.16%	388.720	2.05%	558.612	1.64%
S.E. +24h	299.744	0.99%	383.560	0.70%	552.845	0.59%
S.E. +48h	297.071	0.09%	381.980	0.28%	550.072	0.09%



- (공통) 수소노출 직후 부피변화량 최대
- (공통) 시간이 경과함에 따라 부피변화량 감소 경향 → 48시간 경과 후, 처음(baseline)과 동일한 수준 회복

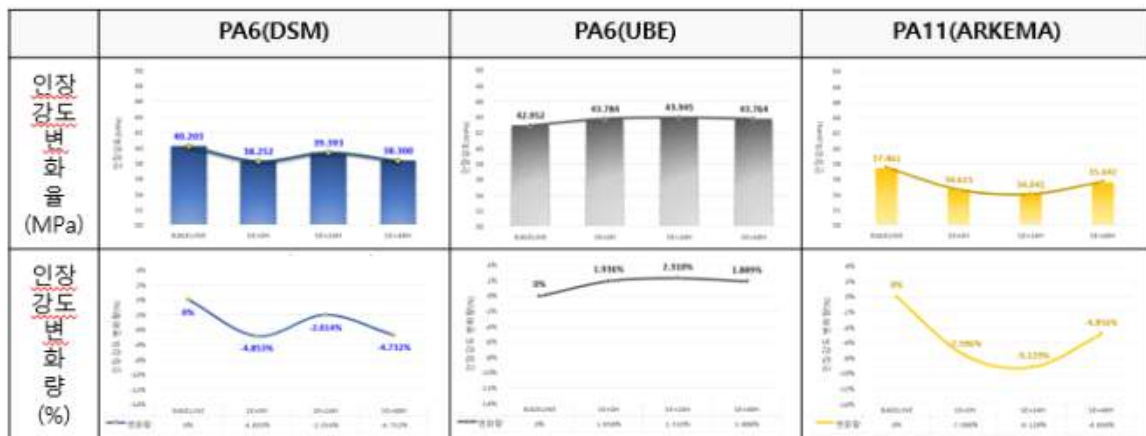
- 고압수소 노출(875bar)후 비금속 폴리머 소재 물성변화 평가 (인장강도)
- 실험방법 : ISO527 준용
- 시험항목



[플라스틱 인장시편 규격]

- 시험 결과는 아래와 같다.

인장강도 [MPa]	PA6(DSM)		PA6(UBE)		PA11	
	168H	변화율[%]	168H	변화율[%]	168H	변화율[%]
Base line	40.203	-	42.952	-	37.461	-
S.E. +0h	38.252	-4.853%	43.784	1.936%	34.615	-7.596%
S.E. +24h	39.393	-6.804%	43.945	2.310%	34.041	-9.129%



- 수소노출 직후 인장강도 변화율 및 변화량 회복수준
- 양산제품인 개발제품(PA6 UBE), 개발제품(PA11 Arkema)는 안정적으로 48시간 경과 후, 처음(baseline)과 동일한 수준 회복
- 단 개발제품(PA6 DSM)은 시편 두께의 불균일로 데이터의 변동이 심하였다.

- 고압수소 노출(875bar)후 비금속 폴리머 소재 물성변화 평가 (투과성)
- 시편준비: 두께 3 mm, 지름 78 +/- 1 mm 디스크 형태의 시편
- (1) 장치가 $\pm 1^{\circ}$ C 범위 내에서 안정 될 때까지 온도를 제어한 후 가압하여 시험 시작
- (2) 저압면의 압력변화 측정, 질량분석법 또는 유량을 직접 측정하여 투과도를 계산 (매1분마다)
- (3) 측정시작 48시간 후 투과도가 평형상태가 되면 steady-state gas transfer rate를 계산 후 실험 종료
- (4) 감압 후 시편을 꺼내 blister와 파열 여부를 확인하고 시편의 무게를 측정 (시험 직후, 48h 후)

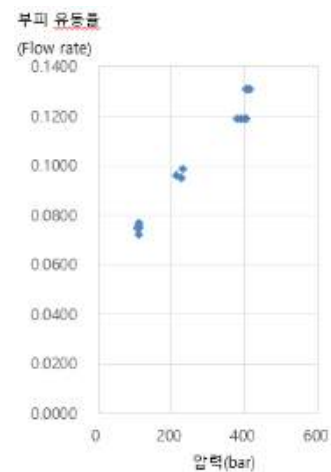


[라이너 투과성 장비]

- 시험 결과는 아래와 같다.
- 소압력 100, 200, 400 bar 투과도에서 투과량에 대한 DB 확보(수소비중: 0.0899 mg/cm³, 투과지름: 53.4 mm)

시험시간	경과시간	시험압력	원본값	측정값	투과수소 질량	투과수소 부피유동률	투과결과
	h	bar	bar	ppm	mg	cm ³ /h	cm ³ mm/m ² hr
2021-11-26 3:48	33.8	109	106.938	61	0.0065	0.0723	96.9
2021-11-26 4:55	34.9	109	107.243	65	0.0069	0.0771	103.3
2021-11-26 6:02	36.0	109	107.213	64	0.0068	0.0759	101.7
2021-11-26 7:09	37.1	109	107.06	63	0.0067	0.0747	100.1
2021-11-26 8:16	38.2	109	106.938	63	0.0067	0.0747	100.1
2021-11-26 9:23	39.4	109	106.847	63	0.0067	0.0747	100.1
2021-11-26 10:30	40.5	108	106.664	63	0.0067	0.0747	100.1
2021-11-26 13:50	43.8	213	190.649	81	0.0087	0.0962	128.9
2021-11-26 18:22	48.3	230	203.894	83	0.0089	0.0986	132.1
2021-11-26 19:26	49.4	228	202.338	80	0.0085	0.0951	127.3
2021-11-27 17:36	71.6	401	340.89	110	0.0118	0.1309	175.4
2021-11-27 18:39	72.6	413	350.198	110	0.0118	0.1309	175.4
2021-11-27 19:43	73.7	409	347.054	110	0.0118	0.1309	175.4
2021-11-27 20:46	74.8	402	341.561	100	0.0107	0.1190	159.4
2021-11-27 21:50	75.9	401	340.432	100	0.0107	0.1190	159.4
2021-11-27 22:53	76.9	399	339.425	100	0.0107	0.1190	159.4
2021-11-27 23:57	78	388	330.086	100	0.0107	0.1190	159.4
2021-11-28 1:00	79	377	321.45	100	0.0107	0.1190	159.4

[투과량 측정 데이터]



[투과량 그래프]

(4) 수소용기 라이너의 평가기준안 개발 (2021년)

- CHMC2기준 및 비금속 평가DB를 통한 평가 기준안 개발 워크시트 작성

코드 목차	국내기준 (국토부고시 별표속)	최종기준(안)	비고								
1. 일반사항 1.1 적용범위	1. 일반사항 1.1 적용범위 법 제2조제4호의2에 따른 내압용기로서 내용적이 450 리터 이하인 연료전지자동차의 연료탱크 자율 내압용기에 대하여 적용하며 내압용기의 제조관련 세부기준, 검사방법 및 시험 절차 등 에 관하여 필요조건 충족 규정한다										
1.2 용기의 형식	1.2 용기의 형식										
1.3 용어의 정의	1.3 용어의 정의										
1.4 다른 기준의 인정	1.4 다른 기준의 인정 1.4.1 규칙 별표 5의3 비교 1에 따라 "국토교통부장관이 인정된 외국의 인정기준 및 공인검사기관"이란 다음표에 따른 "외국용기의 인정기준 및 공인검사기관"을 말한다. 이 경우에도 인정기준은 자동차관리법령 또는 이 고시에서 정한 기준에 적합하여야 한다 <table><tr><th>인정 유역</th><th>공인 검사기관</th></tr><tr><td>미국의 ANSI</td><td>Independent Inspection Agency</td></tr><tr><td>유럽의 EN</td><td>Notified Body</td></tr><tr><td>일본의 JIS</td><td>Notified Body</td></tr></table>	인정 유역	공인 검사기관	미국의 ANSI	Independent Inspection Agency	유럽의 EN	Notified Body	일본의 JIS	Notified Body	1.4 다른 기준의 인정 1.4.1 규칙 별표 5의3 비교 1에 따라 "국토교통부장관이 인정된 외국의 인정기준 및 공인검사기관"이란 다음표에 따른 "외국용기의 인정기준 및 공인검사기관"을 말한다. 이 경우에도 인정기준은 자동차관리법령 또는 이 고시에서 정한 기준에 적합하여야 한다(출처)	현행사항 자동차관리법 시행규칙(2021.10.14.) 별표 5의 순행규격 또는 순형제함구격을 나타내는 표지판 등 시판물의 종류, 만드는 방식, 표시하는 등 설치기준 및 장소 별표 5의 4. 내압용기인정기준
인정 유역	공인 검사기관										
미국의 ANSI	Independent Inspection Agency										
유럽의 EN	Notified Body										
일본의 JIS	Notified Body										

[작성 워크시트](붙임참고)

- 국토부 고시 최종 개정안 작성 및 교통안전공단 송부

항목	개정안
2.2.5 비금속 라이너 재료	2.2.5.4 투과시험은 CSA/ANSI CHMC2에 따라 실시한다. (신규추가) 2.2.5.5 내가스성시험은 CSA/ANSI CHMC2에 따라 실시한다. (신규추가)
3.1.3.4.1.2 라이너 투과시험 (신규추가)	투과시험은 라이너가 플라스틱인 경우에만 실시하며 시험방법은 CSA/ANSI CHMC 2에 따라 실시한다. 원형의 플라스틱 라이너 재료를 최고사용온도조건에서 최고사용압력(MOP)과 상용압력(NWP)의 10%에서 실시하고 ... 이어야 한다.(판정값 삽입)
3.1.3.4.1.3 라이너 내가스성시험 (신규추가)	투과시험은 라이너가 플라스틱인 경우에만 실시하며 시험방법은 CSA/ANSI CHMC 2에 따라 실시한다. 플라스틱 라이너 재료를 상온의 온도조건에서 최고사용압력(MOP)에서 실시한다. 가압된 라이너 재료를 168시간 동안 유지한다. 168시간 지난 후 시험에 기포나 균열이 없어야 한다. 무게변화율은 수소노출전, 수소노출직후, 수소노출 24시간후, 수소노출 48시간후 측정하여 무게변화율과 부피변화율을 측정하고 ... 이어야 한다.(판정값 삽입)

[신규 검사규격 추가안]



서울특별시
Seoul City Government

“ 국민생활 향상은 최고의 가치있는 활동이다 ”

한국가스안전공사



LIFESAVER CHECK

발 원 한국가스안전공사안전지원팀
 계 호 010-9999-9999
 주 소 서울특별시 노원구 상계로 115길 6 (서울특별시 노원구 상계동 115-6) 3층
 대 출 서울특별시 노원구 상계로 115길 6 (서울특별시 노원구 상계동 115-6) 3층 3층(101) 3층

1. 유 기안전 부설금 지원금 신청금 100%

2. 부설 안전, 수시안전관리 교육비용 교육기자식 2시간 사용확정할 때까지 기존 계층 안전 교육비용 내입금하고 안전관리 관련 기존 계층 직원을 10명까지 같이 교육할수있다.

3. 운영 지원 : (노원구 관내에 100명 이상 100명 이상 100명) 안전관리 운영 비용
 나. 계층 내용 : (서울특별시 노원구 상계로 115길 6) 3층 3층 수시안전관리 검사비용
 ※ 비무사실: 100% 지원

붙임 1. 한국가스안전공사 내입금하고 교육비 100% 수시안전관리 관련 3층(101) 1층
 2. CSA-MSD 0102 기준, 100%

참고사항

내선번호 02-1234-5678 (02) 11-1111

주 소 11111

전화번호 02-1234-5678 (02) 11-1111

주소 서울특별시 노원구 상계로 115길 6

주 소 11111

전화번호 02-1234-5678 (02) 11-1111

주 소 11111

전화번호 02-1234-5678 (02) 11-1111

주 소 11111

[한국가스안전공사 규정개정 요청 공문]



한국교통안전공단

국민의 나라 정의로운 대한민국

한국교통안전공단



상하

발행 한국기스안전관리사 사장, 한국표준과학연구원장

출판 조

제목 자동차용 내압용기 안전에 관한 규격 개정(안) 회의 조치일일

1. 한국표준과학연구원 사업관리실-1107(2021.12.23.) "국토교통부 자동차용 내압용기 안전에 관한 규격(고시) 검토 회의 참석 요청"과 관련하여,니다.

2. 자료적합성 시험결과와 관련하여 규격 개정이 필요한 경우 상세검토를 통해 관련 정무부처로 개정 건의 등 조치여절임을 알려 드립니다. 끝

[한국교통안전공단 조치알림 공문]

5) 안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발

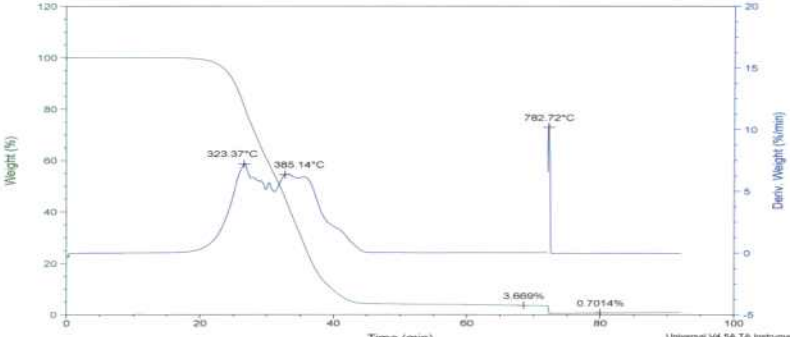
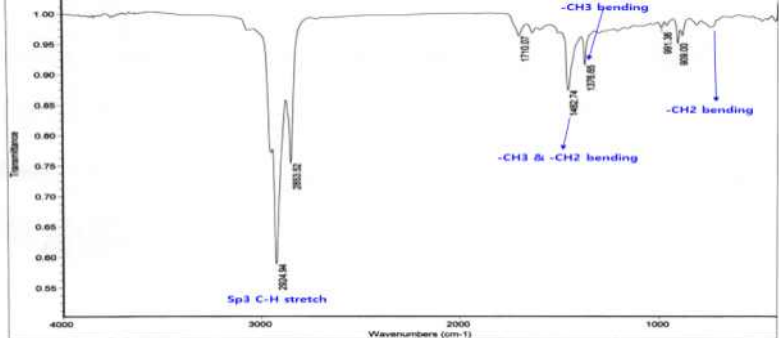
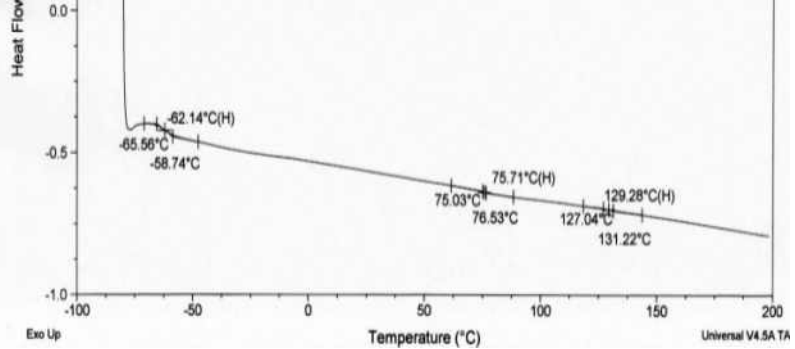
(1) 상업화된 Sealing 및 liner 소재의 물성 분석 (2019년도)

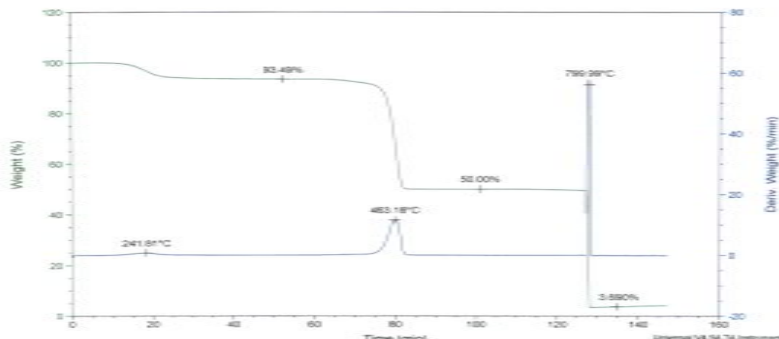
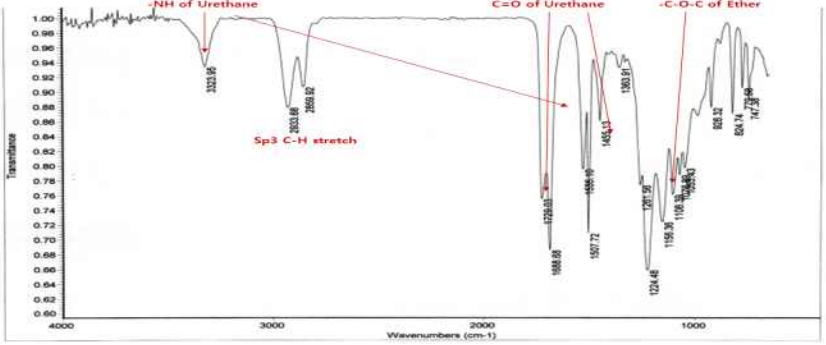
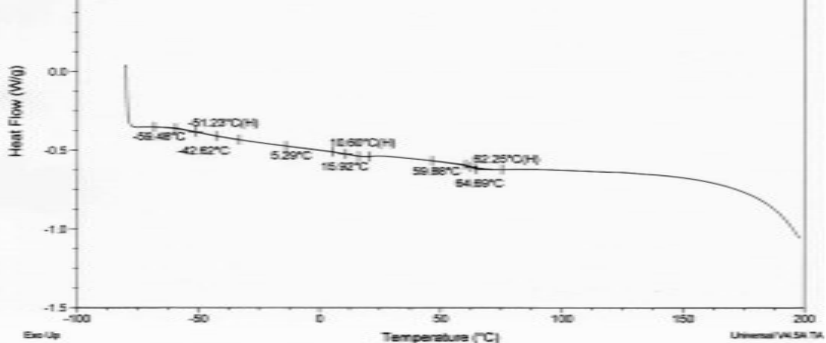
- 상업화된 수소 전기차 적용 고무 실링 소재 분석
- 상업화된 수소 전기차 적용 플라스틱 라이너 소재 분석

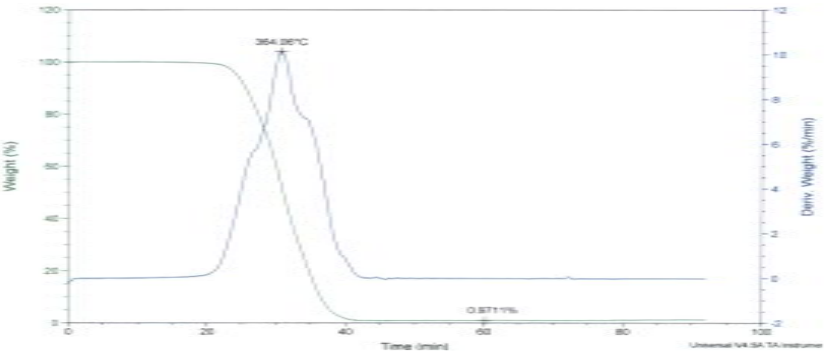
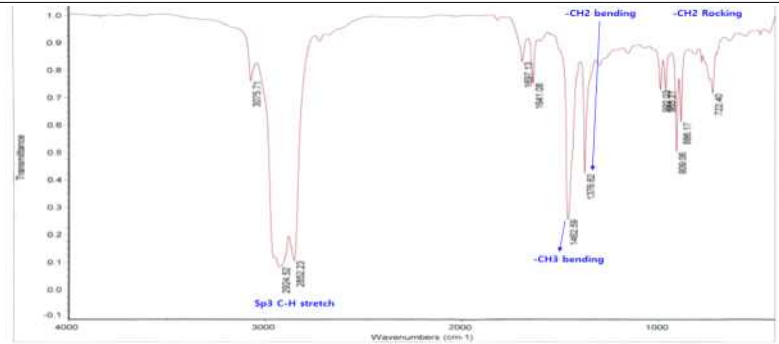
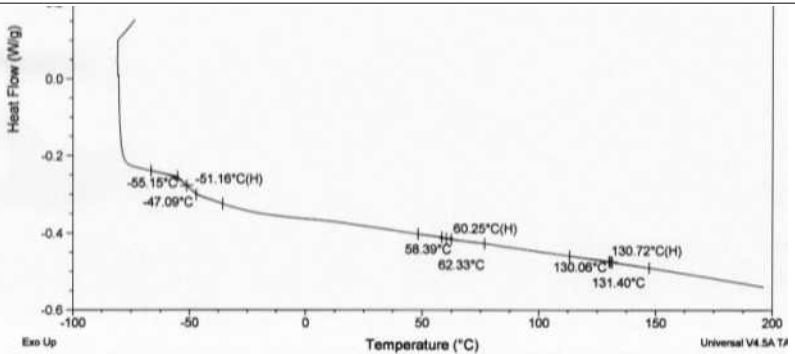
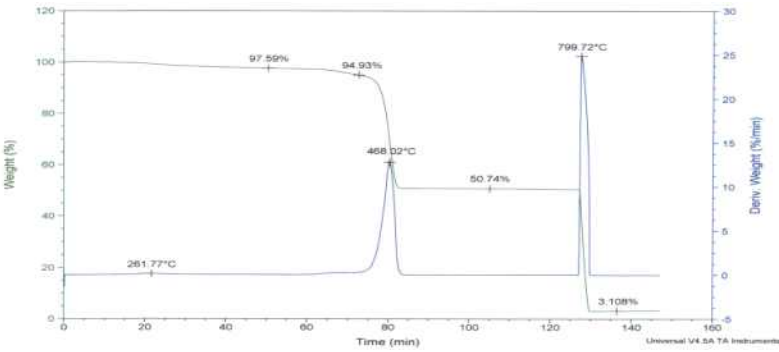
가. 상업화된 수소 전기차 적용 고무 실링제 분석

- 상업화된 실링 소재의 화학적, 물리적 특성 분석
- 평화오일셀로부터 현재 사용되고 있는 수소 전기차용 고무 실링제 4종(SKF社, 아르고, 동성코퍼레이션, POS社)을 입수하였다.
- 화학 구조, 조성 및 열적 특성을 FT-IR, TGA 및 DSC를 이용하여 분석하였다.

제조사	분석장비	분석 결과																					
SKF	FT-IR	<table><thead><tr><th>Peak Location (cm⁻¹)</th><th>Chemical structure</th><th>Motion</th></tr></thead><tbody><tr><td>3317</td><td>N-H of Urethane</td><td>Stretching</td></tr><tr><td>2918 & 2851</td><td>sp³ C-H</td><td>Stretching</td></tr><tr><td>1730</td><td>C=O</td><td>Non-bonded urethane stretching</td></tr><tr><td>1700</td><td>C=O</td><td>Urethane and isocyanate ring stretching</td></tr><tr><td>1508</td><td>H-N-C=O Amide II</td><td>Combined motion</td></tr><tr><td>1086 & 1066</td><td>C-O-C of ether</td><td>Stretching</td></tr></tbody></table> - 특정 peak들은 urethane 결합과 ether 결합에 해당함. - 이로부터 ether계 폴리올로 구성된 urethane 소재임을 확인하였음.	Peak Location (cm ⁻¹)	Chemical structure	Motion	3317	N-H of Urethane	Stretching	2918 & 2851	sp ³ C-H	Stretching	1730	C=O	Non-bonded urethane stretching	1700	C=O	Urethane and isocyanate ring stretching	1508	H-N-C=O Amide II	Combined motion	1086 & 1066	C-O-C of ether	Stretching
	Peak Location (cm ⁻¹)	Chemical structure	Motion																				
3317	N-H of Urethane	Stretching																					
2918 & 2851	sp ³ C-H	Stretching																					
1730	C=O	Non-bonded urethane stretching																					
1700	C=O	Urethane and isocyanate ring stretching																					
1508	H-N-C=O Amide II	Combined motion																					
1086 & 1066	C-O-C of ether	Stretching																					
	DSC	- 유리전이온도는 -50.43℃와 69.32℃이고, 결정용융온도는 137.88℃임. - 2개의 유리전이온도는 soft segment (SS)와 hard segment (HS)에 해당하는 것으로 미세 상분리 구조를 가짐. - HS의 결정용융온도만 관찰되어 HS의 함량이 SS에 비해 상대적으로 높음.																					

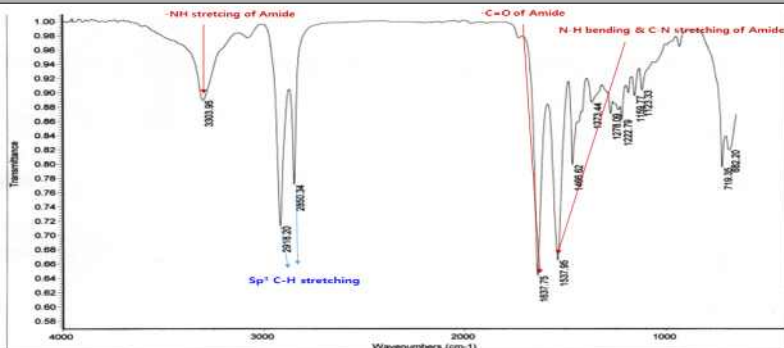
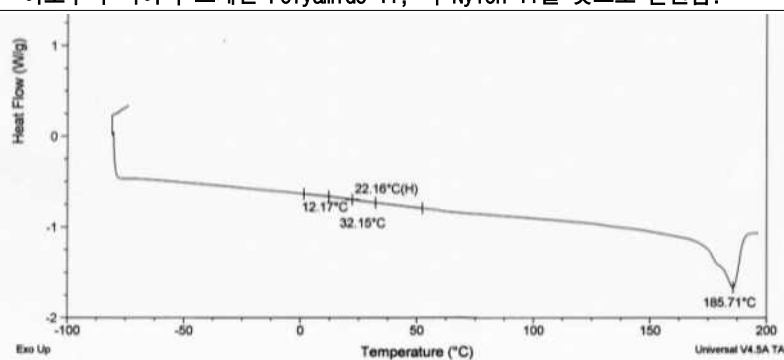
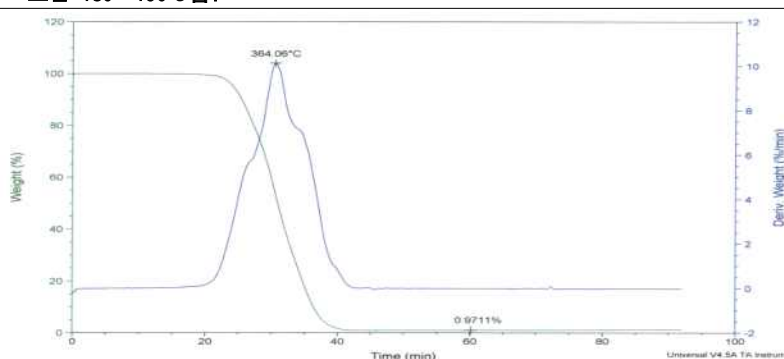
	TGA	 - 측정 분위기를 질소에서 산소로 바꾸면서 질량 감소가 2.9wt% 일어났음. - 최종 탄화되지 않은 무기 첨가제는 0.7wt% 가량이었음. - 첨가된 카본 블랙 함량은 2.9wt% 이며, 무기 첨가제는 0.7wt% 임.															
아르고	FT-IR	 <table border="1" data-bbox="596 949 1378 1151"><thead><tr><th>Peak Location (cm-1)</th><th>Chemical structure</th><th>Motion</th></tr></thead><tbody><tr><td>2924 & 2853</td><td>sp³ C-H</td><td>Stretching</td></tr><tr><td>1462</td><td>-CH₂ & -CH₃</td><td>Bending</td></tr><tr><td>1376</td><td>-CH₃</td><td>Bending</td></tr><tr><td>722</td><td>-CH₂</td><td>Bending</td></tr></tbody></table> - 특정 peak들은 ethylene과 propylene에 해당하고 EPDM 합성 고무에 해당하는 peak 들이 관찰되었음. - Ethylene과 Propylene의 함량비는 -CH₃에 해당하는 peak와 -CH₂에 해당하는 peak 의 면적비를 계산한 후 검량선에 대입하여 구할 수 있음. 이를 이용하여 측정 한 소재 내의 Ethylene의 함량이 34wt% 가량임. - 이로부터 Ethylene 함량이 34wt%인 EPDM임을 확인하였음.	Peak Location (cm-1)	Chemical structure	Motion	2924 & 2853	sp ³ C-H	Stretching	1462	-CH ₂ & -CH ₃	Bending	1376	-CH ₃	Bending	722	-CH ₂	Bending
	Peak Location (cm-1)	Chemical structure	Motion														
2924 & 2853	sp ³ C-H	Stretching															
1462	-CH ₂ & -CH ₃	Bending															
1376	-CH ₃	Bending															
722	-CH ₂	Bending															
	DSC	 - 유리 전이온도는 -62.14°C로 산업용 EPDM 소재에 비해 낮은 값을 나타내었음. - 아르고社의 고무 실링제는 약 -70°C에서도 사용 가능할 것으로 판단됨. - 이로부터 저온 특성이 다른 소재들에 비해 월등히 우수함.															

	TGA	 - 400℃이상에서 6.5wt%가량의 중량 감소를 보였음. - 측정 가스를 질소에서 산소로 바꾸면서 질량 감소가 47wt% 일어났음. - 최종 탄화되지 않은 무기 첨가제는 3.7wt% 가량이었음. - 카본 블랙의 함량은 47wt%이며, 무기 첨가제는 3.7wt% 임.																					
동성코퍼레이션	FT-IR	 <table><thead><tr><th>Peak Location (cm⁻¹)</th><th>Chemical structure</th><th>Motion</th></tr></thead><tbody><tr><td>3317</td><td>N-H of Urethane</td><td>Stretching</td></tr><tr><td>2918 & 2851</td><td>sp³ C-H</td><td>Stretching</td></tr><tr><td>1730</td><td>C=O</td><td>Non-bonded urethane stretching</td></tr><tr><td>1700</td><td>C=O</td><td>Urethane and isocyanate ring stretching</td></tr><tr><td>1508</td><td>H-N-C=O Amide II</td><td>Combined motion</td></tr><tr><td>1086 & 1066</td><td>C-O-C of ether</td><td>Stretching</td></tr></tbody></table> - 특정 peak들은 urethane 결합과 ether 결합에 해당함. - 이로부터 ether계 폴리올로 구성된 urethane 소재임을 확인하였음.	Peak Location (cm ⁻¹)	Chemical structure	Motion	3317	N-H of Urethane	Stretching	2918 & 2851	sp ³ C-H	Stretching	1730	C=O	Non-bonded urethane stretching	1700	C=O	Urethane and isocyanate ring stretching	1508	H-N-C=O Amide II	Combined motion	1086 & 1066	C-O-C of ether	Stretching
	Peak Location (cm ⁻¹)	Chemical structure	Motion																				
3317	N-H of Urethane	Stretching																					
2918 & 2851	sp ³ C-H	Stretching																					
1730	C=O	Non-bonded urethane stretching																					
1700	C=O	Urethane and isocyanate ring stretching																					
1508	H-N-C=O Amide II	Combined motion																					
1086 & 1066	C-O-C of ether	Stretching																					
	DSC	 - HS와 SS의 유리 전이온도에 해당하는 peak가 -51.43℃와 62.32℃에서 관찰되었으나, 결정용융온도는 관찰되지 않았음. - HS와 SS의 미세 상분리 구조를 가지나, 결정용융온도 명확히 관찰되지 않아 HS와 SS의 분자량이 작을 것으로 판단됨.																					

	TGA	 - 최종 탄화되지 않은 무기 첨가제는 0.9wt% 가량이었음.												
	FT-IR	 <table border="1"> <thead> <tr> <th>Peak Location (cm-1)</th><th>Chemical structure</th><th>Motion</th></tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2924 & 2852</td><td>sp³ C-H</td><td>Stretching</td></tr> <tr> <td>1462</td><td>-CH₂ & -CH₃</td><td>Bending</td></tr> <tr> <td>1376</td><td>-CH₃</td><td>Bending</td></tr> </tbody> </table> - 특정 peak들은 ethylene과 propylene에 해당하고 EPDM 합성 고무에 해당하는 peak 들이 관찰되었음. - Ethylene과 Propylene의 함량비는 -CH₃에 해당하는 peak와 -CH₂에 해당하는 peak 의 면적비를 계산한 후 검량선에 대입하여 구할 수 있음. 이를 이용하여 측정한 소재 내의 Ethylene의 함량이 65wt% 가량임. - 이로부터 Ethylene 함량이 65wt%인 EPDM임을 확인하였음.	Peak Location (cm-1)	Chemical structure	Motion	2924 & 2852	sp ³ C-H	Stretching	1462	-CH ₂ & -CH ₃	Bending	1376	-CH ₃	Bending
Peak Location (cm-1)	Chemical structure	Motion												
2924 & 2852	sp ³ C-H	Stretching												
1462	-CH ₂ & -CH ₃	Bending												
1376	-CH ₃	Bending												
POS	DSC	 - 유리전이온도는 -51.16°C로 산업용 EPDM 소재와 유사한 값을 나타내었음.												
	TGA	 - 400°C이상에서 5wt%가량의 중량 감소를 보였음. - 측정 가스를 질소에서 산소로 바꾸면서 질량 감소가 45wt% 일어났음. - 최종 탄화되지 않은 무기 첨가제는 3.1wt% 가량이었음. - 카본 블랙의 함량은 45wt%이며, 무기 첨가제는 3.1wt% 임.												

나. 상업화된 수소 전기차 적용 플라스틱 라이너 소재 분석

- 상업화된 라이너 소재의 화학적, 물리적 특성 분석
- 태광후지킨으로부터 현재 사용되고 있는 수소 전기차용 수소저장 탱크 라이너 소재 1종을 입수하여 화학 구조, 조성 및 열적 특성을 FT-IR, TGA 및 DSC 분석을 이용하여 분석하였다.

제조사	분석장비	분석 결과															
SKF	FT-IR	 <table><thead><tr><th>Peak Location (cm-1)</th><th>Chemical structure</th><th>Motion</th></tr></thead><tbody><tr><td>3303</td><td>-NH of Amide</td><td>Stretching</td></tr><tr><td>2918 & 2850</td><td>sp3 C-H</td><td>Stretching</td></tr><tr><td>1637</td><td>C=O of Amide</td><td>Stretching</td></tr><tr><td>1537 & 1466</td><td>-NH of Amide & C-N of Amide</td><td>Stretching</td></tr></tbody></table> - 특정 peak들의 대부분은 Amide 결합에 해당함. - Amide 결합 내에 존재하는 -NH 결합 stretching에 해당하는 peak의 면적과 sp3 C-H 결합 stretching에 해당하는 peak의 면적비는 1:10.2로, Amide 결합 1개당 CH2또는 CH3 결합이 10개가 존재함. - 이로부터 라이너 소재는 Polyamide 11, 즉 Nylon 11일 것으로 판단됨.	Peak Location (cm-1)	Chemical structure	Motion	3303	-NH of Amide	Stretching	2918 & 2850	sp3 C-H	Stretching	1637	C=O of Amide	Stretching	1537 & 1466	-NH of Amide & C-N of Amide	Stretching
	Peak Location (cm-1)	Chemical structure	Motion														
	3303	-NH of Amide	Stretching														
2918 & 2850	sp3 C-H	Stretching															
1637	C=O of Amide	Stretching															
1537 & 1466	-NH of Amide & C-N of Amide	Stretching															
DSC	 - 유리 전이온도는 32.15℃이며, 결정용융온도는 185.71℃임 - 일반적으로 상용화된 Nylon 11 소재의 유리전이온도는 30~40℃이고, 결정용융온도는 180~190℃임.																
TGA	 - 최종 탄화되지 않은 무기 첨가제는 1.1wt% 가량이었음.																

다. 상업화된 수소 전기차 적용 실링 소재 및 라이너 소재 물성 분석 결과

	고무 실링 소재				라이너 소재
제조사	아르고	SKF	동성코퍼레이션	POS	태광후지킨
화학구조	EPDM (Ethylene 30wt%)	Urethane (Ether계)	Urethane (Ether계)	EPDM (Ethylene 65wt%)	Nylon 11
유리전이온도 (℃)	-62	-50 / 69	-51 / 62	-51	22
결정융융온도 (℃)	-	138	-	-	185
카본블랙 함량 (wt%)	47	2.9	0.9	45	-
무기 첨가제 함량 (wt%)	3.7	0.7	-	3.1	1.0
가소제(Oil) 함량 (wt%)	6.5	-	-	5	-

(2) EPDM 실링 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정 (2019년)

- 충전제의 종류와 함량에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 변화 연구
- 가교 구조에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 변화 연구
- 수소 정합성 평가를 위한 표준 배합 선정

가. 충전제의 종류와 함량에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 연구

- 원료 및 배합
 - EPDM : Dow사의 Nordel® 4760P (Ethylene 함량 69wt%, ENB 함량 4.9wt%)
 - 충전제 : 실리카 - Solvay사의 Zeosil® 175, 카본 블랙 - 오리온엔지니어드카본사 HAF (N330)과 SRF (N770)
 - 가교제 및 가교 시스템 : Sulfur / CV system
 - Formulation

	EPDM	EPDM-H20	EPDM-H40	EPDM-H60	EPDM-SR20	EPDM-SR40	EPDM-SR60		EPDM-S20	EPDM-S40	EPDM-S60
EPDM	100	100	100	100	100	100	100	EPDM	100	100	100
ZnO	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	ZnO	3.0	3.0	3.0
St/A	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	St/A	1.0	1.0	1.0
N330 (HAF)	-	20	40	60	-	-	-	Silica (S-175)	20	40	60
N770 (SRF)	-	-	-	-	20	40	60	Si-69	1.6	3.2	4.8
S	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	PEG	0.8	1.6	2.4
TMTD	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	S	1.5	1.5	1.5
MBT	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	TMTD	1.0	1.0	1.0
								MBT	0.5	0.5	0.5

[Sulfur 가교 EPDM 컴파운드의 배합표]

- 수소 노출 (상온, 93.5 MPa, 24시간 노출) 후 물성 변화
 - 수소 노출 후, 감압하여 상압에서 72시간 경과한 시험편의 인장 물성은 충전제의 종류와 함량에 관계없이 수소 노출 전과 거의 동일한 물성을 나타내었음. 반면, 충전제를 첨가하지 않은 neat EPDM은 72시간 경과 후에도 인장 물성이 10% 가량 감소하는 것을 확인하였다.
 - 수소 노출 후, 감압하여 상압에서 1시간 경과한 시험편의 인장 물성은 충전제를 첨가하지 않은 EPDM은 100% Modulus, Tensile strength, Elongation at break가 수소 노출 전에 비해 50%가량 감소하였음. 반면, 충전제의 종류와 상관없이 충전제의 함량이 증가함에 따라 인장 물성의 변화량이 감소하였음. 또한, 카본 블랙의 함량이 60 phr 이상인 시험편들은 모두 인장 물성이 5% 이내의 변화율을 보였으며, 특히 실리카 함량이 40 phr 이상인 시험편들은 인장 물성의 변화가 거의 없었음. 카본 블랙의 경우, 카본 블랙의 입자 크기가 작을수록 수소 노출에 따른 물성 변화가 적었다.

=

Sample	100% Modulus (MPa)			Tensile strength (MPa)			Elongation at break (%)		
	초기	1시간 경과	72시간 경과	초기	1시간 경과	72시간 경과	초기	1시간 경과	72시간 경과
Neat EPDM	1.4	-50%	-10%	2.4	-50%	-10%	260	-40%	-11%
HAF-20	2.3	-9%	-9%	5.6	-35%	-9%	260	-27%	-4%
HAF-40	3.4	-13%	-7%	7.5	-28%	0%	260	-12%	0%
HAF-60	5.9	0%	0%	11.5	-5%	0%	200	-10%	0%
SRF-20	2.3	-4%	-1%	5.5	-30%	-5%	230	-17%	-13%
SRF-40	2.9	-2%	-2%	9	-30%	-4%	240	-20%	-4%
SRF-60	5.5	-2%	-2%	11.1	-3%	-2%	210	-5%	-5%
Silica-20	2.1	0%	0%	8.5	-2%	0%	310	-2%	0%
Silica-40	4.0	-1%	0%	14.4	0%	0%	340	-8%	0%
Silica-60	6.1	0%	0%	17.4	-3%	0%	300	-5%	0

[Sulfur 가교 EPDM 컴파운드의 수소 노출에 의한 인장 물성 변화율]

나. 가교 구조에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 연구

- 원료 및 배합
 - EPDM : Dow사의 Nordel® 4760P (Ethylene 함량 69wt%, ENB 함량 4.9wt%)
 - 충전제 : 실리카 - Solvay사의 Zeosil® 175, 카본 블랙 - 오리온엔지니어드카본사 HAF (N330)과 SRF (N770)
 - 가교제 : Peroxide
 - Formulation

	EPDM	EPDM-H20	EPDM-H40	EPDM-H60	EPDM-SR20	EPDM-SR40	EPDM-SR60		EPDM-S20	EPDM-S40	EPDM-S60
EPDM	100	100	100	100	100	100	100	EPDM	100	100	100
ZnO	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	ZnO	3.0	3.0	3.0
St/A	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	St/A	1.0	1.0	1.0
N330 (HAF)	-	20	40	60	-	-	-	Silica (S-175)	20	40	60
N770 (SRF)	-	-	-	-	20	40	60	Si-69	1.6	3.2	4.8
DCP	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	PEG	0.8	1.6	2.4
TAC	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	DCP	1.0	1.0	1.0
								TAC	0.5	0.5	0.5

[Peroxide 가교 EPDM 컴파운드의 배합표]

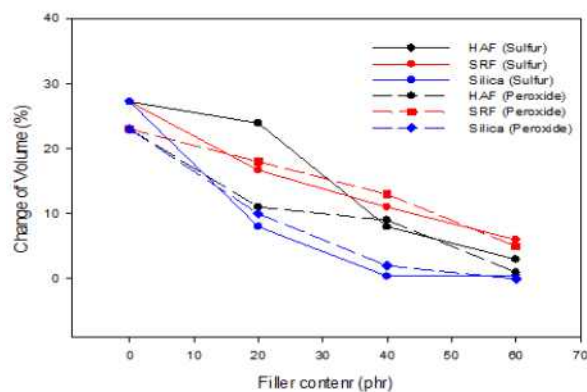
- 수소 노출 (상온, 93.5 MPa, 24시간 노출) 후 기계적 물성 변화
 - 수소 노출 후, 감압하여 상압에서 72시간 경과한 시험편의 인장 물성은 충전제의 종류와 함량에 관계없이 수소 노출 전과 거의 동일한 물성을 나타내었음. 반면, 충전제를 첨가하지 않은 neat EPDM은 72시간 경과 후에도 인장 물성이 5~8% 가량 감소하는 것을 확인하였다.
 - 수소 노출 후, 감압하여 상압에서 1시간 경과한 시험편의 인장 물성은 충전제를 첨가하지 않은 EPDM은 100% Modulus, Tensile strength, Elongation at break가 수소 노출 전에 비해 24~32%가량 감소하여 Sulfur 가교 구조를 갖는 neat EPDM에 비해 인장 물성 변화율이 적음을 알 수 있었음. 반면, 충전제의 종류와 상관없이 충전제의 함량이 증가함에 따라 인장 물성의 변화율이 감소하였음. 또한, 카본 블랙의 함량이 60 phr 이상인 시험편들은 모두 인장 물성이 5% 이내의 변화율을 보였으며, 특히 실리카 함량이 20 phr 이상인 시험편들은 인장 물성의 변화가 거의 없었음. 카본 블랙의 경우, HAF가 SRF에 비해 수소 노출에 따른 물성 변화가 적었다.

Sample	100% Modulus (MPa)			Tensile strength (MPa)			Elongation at break (%)		
	초기	1시간 경과	72시간 경과	초기	1시간 경과	72시간 경과	초기	1시간 경과	72시간 경과
Neat EPDM	1.4	-50%	-10%	2.4	-50%	-10%	260	-40%	-11%
HAF-20	2.3	-9%	-9%	5.6	-35%	-9%	260	-27%	-4%
HAF-40	3.4	-13%	-7%	7.5	-28%	0%	260	-12%	0%
HAF-60	5.9	0%	0%	11.5	-5%	0%	200	-10%	0%
SRF-20	2.3	-4%	-1%	5.5	-30%	-5%	230	-17%	-13%
SRF-40	2.9	-2%	-2%	9	-30%	-4%	240	-20%	-4%
SRF-60	5.5	-2%	-2%	11.1	-3%	-2%	210	-5%	-5%
Silica-20	2.1	0%	0%	8.5	-2%	0%	310	-2%	0%
Silica-40	4.0	-1%	0%	14.4	0%	0%	340	-8%	0%
Silica-60	6.1	0%	0%	17.4	-3%	0%	300	-5%	0

[Peroxide 가교 EPDM 컴파운드의 수소 노출에 의한 인장 물성 변화율]

◦ 부피 변화율

- 수소 노출 후, 감압하여 1시간 경과한 시험편의 부피변화율을 측정하였음.
- 시험편의 부피변화율은 기계적 물성의 변화와 거의 유사한 결과를 나타내었다.
- Peroxide로 가교된 EPDM 소재들이 sulfur로 가교된 EPDM 소재들에 비해 부피변화율이 작은 값을 나타내었음. 또한, 충전제의 종류와 관계없이 충전제의 함량이 증가함에 따라 수소 노출에 의한 부피변화율이 감소하였다.
- 카본 블랙의 경우, 입자 크기가 작을수록 수소 노출에 따른 물성 변화가 적었으며, 카본 블랙에 비해 실리카를 첨가하였을 때, 수소 노출에 따른 변화가 적었음. 반면, 충전제의 함량이 60 phr 이상에서는 수소 노출에 따른 물성 차이가 거의 없었다.



[수소 노출 후, 감압하여 1시간 경과한 EPDM 소재의 부피변화율]

다. 수소 정합성 평가를 위한 EPDM 표준 배합

- 수소 정합성 시험에 적합한 표준 배합 도출
- 가교 구조, 충전제의 함량과 종류를 달리하여 EPDM 소재의 수소 누출에 따른 기계적, 물리적 특성 변화에 대한 연구를 토대로 수소 정합성 시험에 적합한 표준 배합을 도출 할 수 있었다.

Material	Standard Formulation
EPDM 4760P	100
ZnO	3.0
Stearic acid	1.0
Silica Z175	60
Si-69	4.8
PEG	2.4
DCP	1.0
TAC	0.5

[수소 정합성 시험을 위한 EPDM 소재의 표준 배합]

(3) FKM 실링 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정 (2019년)

- 화학 구조, 충전제의 종류와 함량에 따른 수소 누출에 의한 물리적, 기계적 물성 변화 연구
- 가교 구조에 따른 수소 누출에 의한 물리적, 기계적 물성 변화 연구
- 수소 정합성 평가를 위한 표준 배합 선정

가. 화학 구조, 충전제의 종류와 함량에 따른 수소 누출에 의한 물리적, 기계적 물성 연구

- 원료 및 배합
 - FKM : Dupont사 Viton AL-600 (불소함량: 66wt%), B-600 (불소함량: 68.5wt%), GF-600S(불소함량: 70wt%)
 - 충전제 : 실리카 - Solvay사의 Zeosil® 175, 카본 블랙 - 오리온엔지니어드카본사 MT (N990)
 - 가교제 및 가교 시스템 : MgO & Ca(OH)₂ / Ion crosslinking system
 - Formulation

	L-FKM	L-FKM-M10	L-FKM-M20	L-FKM-M30	L-FKM-S10	L-FKM-S20	L-FKM-S30
Viton AL-600	100	100	100	100	100	100	100
N990 (MT)	-	10	20	30	-	-	-
Silica (S-175)	-	-	-	-	10	20	30
MgO	3	3	3	3	3	3	3
Ca(OH) ₂	6	6	6	6	6	6	6

	H-FKM	H-FKM-M10	H-FKM-M20	H-FKM-M30	H-FKM-S10	H-FKM-S20	H-FKM-S30
Viton GF-600S	100	100	100	100	100	100	100
N990 (MT)	-	10	20	30	-	-	-
Silica (S-175)	-	-	-	-	10	20	30
MgO	3	3	3	3	3	3	3
Ca(OH) ₂	6	6	6	6	6	6	6

[Ion 가교 FKM 컴파운드의 배합표]

- 기계적 물성 변화 (수소 누출 환경 : 상온, 93.5 MPa, 24시간 누출)
 - 불소의 함량에 관계없이 충전제의 함량이 증가함에 따라 수소 누출 후의 인장 물성의 변화가 감소하는 경향을 보였다. 충전제의 종류에 따른 수소 누출에 따른 인장 물성의 변화를 살펴 보면, 카본 블랙에 비해 실리카를 첨가한 배합의 인장 물성 변화가 적음을 알 수 있었다.
 - 충전제의 종류와 함량을 동일하게 첨가한 배합을 비교해 보면, 불소의 함량이 높을수록 수소 누출에 따른 인장 물성의 변화가 적게 나타남을 알 수 있었다.

Sample	100% Modulus (MPa)			Tensile strength (MPa)			Elongation at break (%)		
	초기	1시간 경과	72시간 경과	초기	1시간 경과	72시간 경과	초기	1시간 경과	72시간 경과
L-FKM	1.4	-50%	-10%	4.2	-50%	-10%	290	-40%	-11%
L-FKM-M10	1.9	-32%	-8%	5.1	-35%	-9%	270	-27%	-9%
L-FKM-M20	2.3	-22%	-7%	6.3	-28%	-5%	260	-12%	-5%
L-FKM-M30	3.4	-19%	-6%	7.4	-22%	-3%	220	-10%	-8%
L-FKM-S10	2.3	-29%	-7%	6.0	-28%	-5%	270	-20%	-7%
L-FKM-S20	3.6	-17%	-4%	7.2	-20%	-4%	240	-15%	-5%
L-FKM-S30	4.7	-15%	-3%	9.8	-13%	-2%	210	-8%	-4%

[Ion 가교 FKM 컴파운드의 수소 누출에 의한 인장 물성 변화율]

Sample	100% Modulus (MPa)			Tensile strength (MPa)			Elongation at break (%)		
	초기	1시간 경과	72시간 경과	초기	1시간 경과	72시간 경과	초기	1시간 경과	72시간 경과
H-FKM	1.8	-30%	-8%	5.2	-32%	-10%	250	-30%	-8%
H-FKM-M10	2.3	-26%	-5%	6.2	-25%	-8%	270	-23%	-7%
H-FKM-M20	3.0	-17%	-5%	6.8	-20%	-4%	260	-10%	-4%
H-FKM-M30	3.7	-12%	-4%	8.4	-18%	-3%	220	-8%	-4%
H-FKM-S10	2.5	-22%	-7%	6.7	-20%	-4%	270	-18%	-6%
H-FKM-S20	3.8	-14%	-3%	8.4	-13%	-3%	240	-10%	-4%
H-FKM-S30	5.0	-8%	-2%	10.4	-6%	-2%	210	-3%	-2%

나. 가교 구조에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 연구

◦ 원료 및 배합

- FKM : Dupont사 Viton AL-600 (불소함량: 66wt%), B-600 (불소함량: 68.5wt%), GF-600S(불소함량: 70wt%)
- 충전제 : 실리카 - Solvay사의 Zeosil® 175, 카본 블랙 - 오리온엔지니어드카본사 MT (N990)
- 가교제 및 가교 시스템 : Peroxide / peroxide crosslinking system
- Formulation

	H-P-FKM	H-P-FKM-M10	H-P-FKM-M20	H-P-FKM-M30	H-P-FKM-S10	H-P-FKM-S20	H-P-FKM-S30
Viton GF-600S	100	100	100	100	100	100	100
N990 (MT)	-	10	20	30	-	-	-
Silica (S-175)	-	-	-	-	10	20	30
DBPH-50	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
TAIC	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5

[Peroxide 가교 FKM 컴파운드의 배합표]

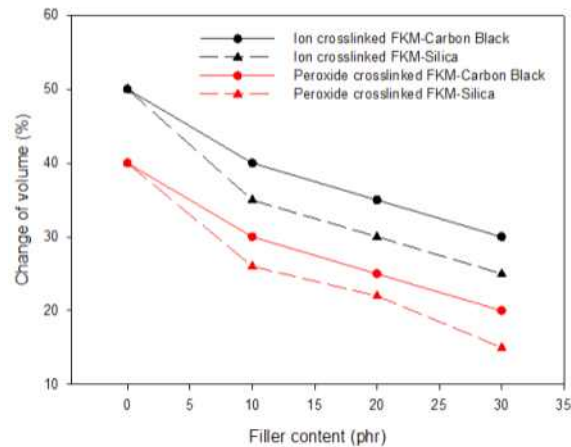
◦ 기계적 물성 변화 (수소 노출 환경 : 상온, 93.5 MPa, 24시간 노출)

- 수소 노출 후, 감압하여 상압에서 1시간 및 72시간 경과한 시험편의 인장 물성의 변화는 이온 가교 구조를 갖는 FKM 소재에 비해 낮은 값을 보였다.
- 수소 노출 후, 감압하여 상압에서 1시간 경과한 시험편의 인장 물성은 충전제를 첨가하지 않은 FKM은 100% Modulus, Tensile strength, Elongation at break가 수소 노출 전에 비해 26~30%가량 감소하여 이온 가교 구조를 갖는 neat FKM에 비해 인장 물성 변화율이 적음을 알 수 있었다.
- 이온 가교 구조를 갖는 FKM 배합과 동일하게, 충전제의 종류와 상관없이 충전제의 함량이 증가함에 따라 인장 물성의 변화량이 감소하였다. 또한, 카본 블랙에 비해 실리카를 첨가한 배합이 인장 물성의 변화가 적게 나타났다. 특히 실리카 함량이 30 phr인 시험편은 인장 물성의 변화가 2~5%로 가장 낮은 값을 나타내었다.

Sample	100% Modulus (MPa)			Tensile strength (MPa)			Elongation at break (%)		
	초기	1시간 경과	72시간 경과	초기	1시간 경과	72시간 경과	초기	1시간 경과	72시간 경과
H-I-FKM	1.9	-26%	-8%	5.2	-30%	-8%	250	-28%	-6%
H-P-FKM-M10	2.4	-23%	-5%	6.7	-21%	-8%	240	-23%	-4%
H-P-FKM-M20	3.2	-15%	-5%	7.1	-18%	-4%	220	-10%	-3%
H-P-FKM-M30	3.8	-10%	-4%	8.6	-12%	-3%	200	-8%	-2%
H-P-FKM-S10	2.6	-20%	-5%	6.8	-15%	-4%	230	-18%	-5%
H-P-FKM-S20	3.9	-12%	-2%	8.9	-10%	-3%	210	-10%	-4%
H-P-FKM-S30	5.2	-6%	-1%	10.9	-5%	-1%	200	-2%	-1%

[Peroxide 가교 FKM 컴파운드의 수소 노출에 의한 인장 물성 변화율]

- 부피 변화율
- Peroxide로 가교된 FKM 배합들이 이온으로 가교된 FKM 배합들에 비해 부피변화율이 작은 값을 나타내었다. 또한, 충전제의 종류와 관계없이 충전제의 함량이 증가함에 따라 수소 노출에 의한 부피변화율이 감소하였다.
- 카본 블랙에 비해 실리카를 첨가하였을 때, 수소 노출에 따른 변화가 적었다.



[Peroxide 가교 FKM 컴파운드의 수소 노출에 의한 부피 변화율]

다. 수소 정합성 평가를 위한 FKM 표준 배합

- 수소 정합성 시험에 적합한 표준 배합 도출
- 불소 함량, 가교 구조, 충전제의 함량과 종류를 달리하여 FKM 소재의 수소 노출에 따른 기계적, 물리적 특성 변화에 대한 연구를 토대로 수소 정합성 시험에 적합한 표준 배합을 도출 할 수 있었다.

Material	Standard Formulation
Viton GF-600S	100
Silica Z175	30
DCP	1.5
TAIC	2.5

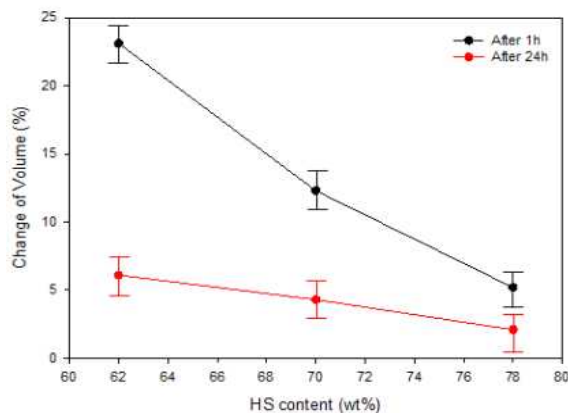
[수소 정합성 평가를 위한 FKM 표준 배합표]

(4) TPU 실링 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정

- HS/SS 함량비에 따른 수소 노출에 따른 물리적, 기계적 특성 변화 연구
- SS의 화학 구조에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 변화 연구
- 가공 조건에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 변화 연구
- 수소 정합성 평가를 위한 표준 배합 선정

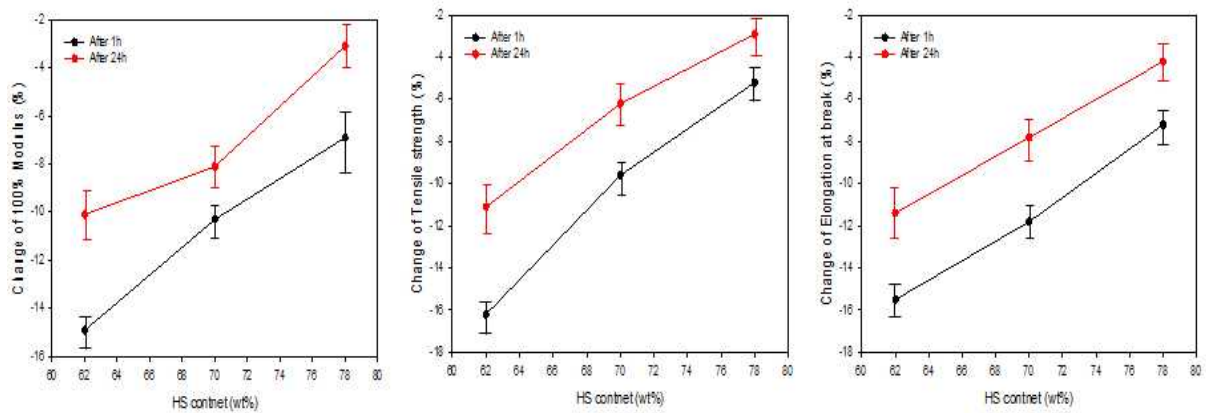
가. HS/SS 함량비에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 연구

- 원료 및 배합
 - TPU : 동성코퍼레이션사 Neothane 6175 AP (HS함량: 62wt%), 6185 AP (HS함량: 70wt%), 6193 AP (HS함량: 78wt%)
 - SS 화학구조 : Ester
 - 가공 방법 : 사출 성형, DSC로부터 얻은 T_m을 기반으로 180 ~ 200℃ 범위에서 온도 제어
- 부피 변화량 (수소 노출 환경 : 상온, 87.5 MPa, 24시간 노출)
 - 수소 노출 후, 상압에서 1시간 및 24시간 경과한 TPU 소재의 부피 변화율은 HS의 함량이 증가함에 따라 감소하였다. 이는 HS의 함량이 증가함에 따라 결정성이 높아 수소 가스의 투과성이 낮아짐과 동시에 Modulus 등의 기계적 물성이 증가하여 수소 가스 침투에 의한 변형이 적게 나타나는 것으로 판단된다.
 - HS의 함량이 78%로 가장 높은 TPU는 감압 후 1시간 경과 시와 24시간 경과 시의 부피 변화율은 각각 5.2%와 2.1%로 EPDM과 FKM 표준 배합과 유사한 값을 나타내었다.



[수소 노출에 따른 HS 함량별 TPU 소재의 부피 변화]

- 기계적 물성 변화
 - 상온에서 87.5 MPa의 수소 압력 노출 후, 상압에서 1시간 및 24시간 경과한 TPU 소재의 100% Modulus 변화량, 인장 강도 변화량 및 파단 신율 변화량은 HS의 함량이 증가함에 따라 감소하였다. 이는 수소 노출에 따른 부피 변화를 측정 결과와 동일한 결과로, HS의 증가함에 따라 결정성이 높아 수소 가스의 투과성이 낮아짐과 동시에 Modulus 등의 기계적 물성이 증가하여 수소 가스 침투에 의한 변형이 적게 나타나는 것으로 판단된다.
 - 수소 노출 후 24시간 경과 후의 TPU 소재의 100% Modulus, 인장 강도 및 파단 신율 변화율은 HS의 함량이 78%로 가장 높은 TPU의 경우, -3.1%, -2.9%, -4.2%이었다.
 - 수소 노출에 따른 부피 변화량 및 인장 물성 변화량 측정 결과로부터, 수소 적합성을 평가하기 위한 TPU 소재로는 HS 함량이 78%이상인 소재가 적합함을 알 수 있었다.



[수소 노출에 따른 HS 함량별 TPU 소재의 인장 물성 변화량]

Sample (HS함량)	100% Modulus 변화량 (%)			Tensile strength 변화량 (%)			Elongation at break 변화량 (%)		
	초기	1시간	24시간	초기	1시간	24시간	초기	1시간	24시간
6175 AP (62wt%)	4.7	-14.9	-10.1	11.3	-16.2	-11.1	560	-15.5	-11.4
6185 AP (70wt%)	5.9	-10.3	-8.1	16.7	-9.6	-6.2	520	-11.8	-7.8
6193 AP (78wt%)	7.9	-6.9	-3.1	21.3	-5.2	-2.9	480	-7.2	-4.2

[수소 노출에 따른 HS/SS 함량별 TPU 소재의 기계적 물성 변화]

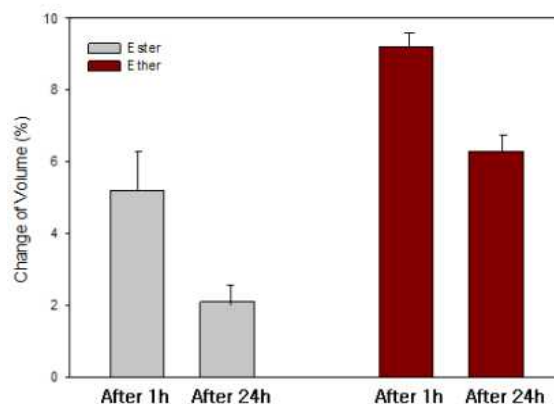
나. SS의 화학 구조에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 변화 연구

◦ 원료 및 배합

- TPU : 동성코퍼레이션사 Neothane 6193 AP (HS함량: 78wt%, SS: ester), 5090 AP (HS함량: 76wt%, SS: ether)
- 가공 방법 : 사출 성형, DSC로부터 얻은 T_m을 기반으로 180 ~ 200°C 범위에서 온도 제어

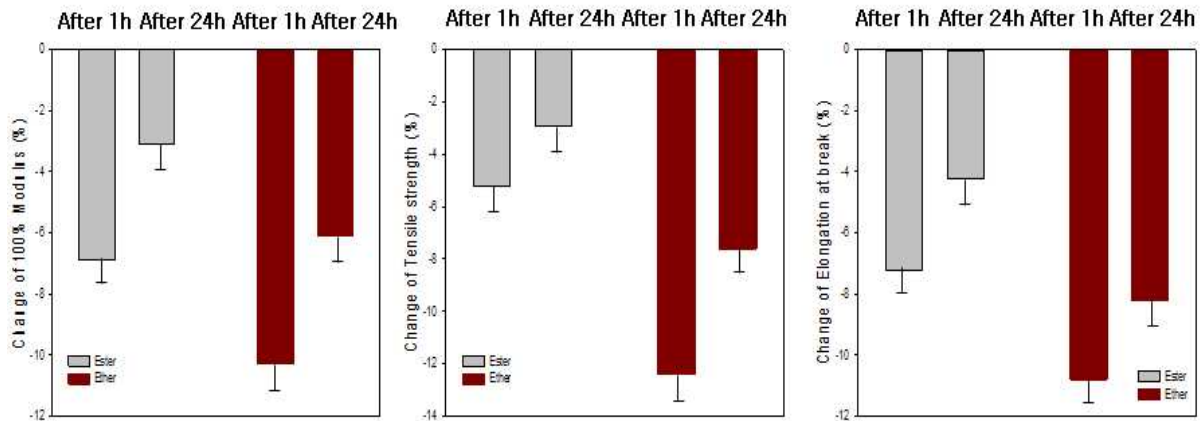
◦ 부피 변화량 (수소 노출 환경 : 상온, 87.5 MPa, 24시간 노출)

- 상온에서 87.5 MPa의 수소 압력 노출 후, 상압에서 1시간 및 24시간 경과한 TPU 소재의 부피 변화율은 Ester계 Polyol을 적용한 TPU가 Ether계 Polyol을 적용한 TPU에 비해 낮은 값을 보였다. 이는 Ester계 Polyol이 Ether계 Polyol에 비해 극성이 높아 수소 가스의 용해도와 상용성이 Ester계 Polyol이 Ether계 Polyol에 비해 낮기 때문으로 판단된다.



[수소 노출에 따른 SS 화학구조별 TPU 소재의 부피 변화]

- 기계적 물성 변화
 - 상온에서 87.5 MPa의 수소 압력 노출 후, 상압에서 1시간 및 24시간 경과한 TPU 소재의 100% Modulus 변화량, 인장 강도 변화량 및 파단 신율 변화량은 Ester계 Polyol을 적용한 TPU가 Ether계 Polyol을 적용한 TPU에 비해 낮은 값을 보였다. 이는 수소 노출에 따른 부피 변화를 측정 결과와 동일한 결과이다.
 - 수소 노출에 따른 부피 변화량 및 인장 물성 변화량 측정 결과로부터, 수소 적합성을 평가하기 위한 TPU 소재로는 Ester계 Polyol을 적용한 TPU가 적합함을 알 수 있었다.



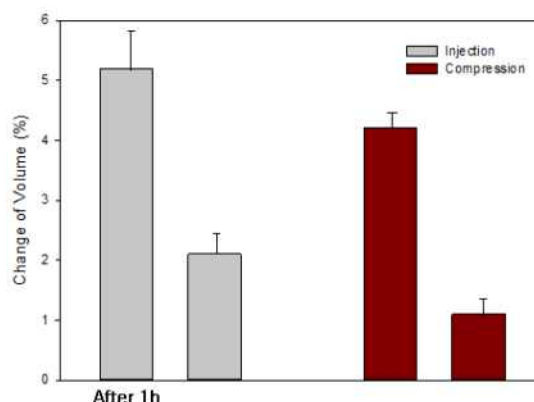
[수소 노출에 따른 SS 화학구조별 TPU 소재의 인장 물성 변화량]

Sample (SS 화학구조)	100% Modulus 변화량 (%)			Tensile strength 변화량 (%)			Elongation at break 변화량 (%)		
	초기	1시간	24시간	초기	1시간	24시간	초기	1시간	24시간
6193 AP (Ester)	7.9	-6.9	-3.1	21.3	-5.2	-2.9	480	-7.2	-4.2
5090 AP (Ether)	8.4	-10.3	-6.1	39.5	-12.4	-7.6	560	-10.8	-8.2

[수소 노출에 따른 SS 화학구조별 TPU 소재의 기계적 물성 변화량]

다. 가공 조건에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 변화 연구

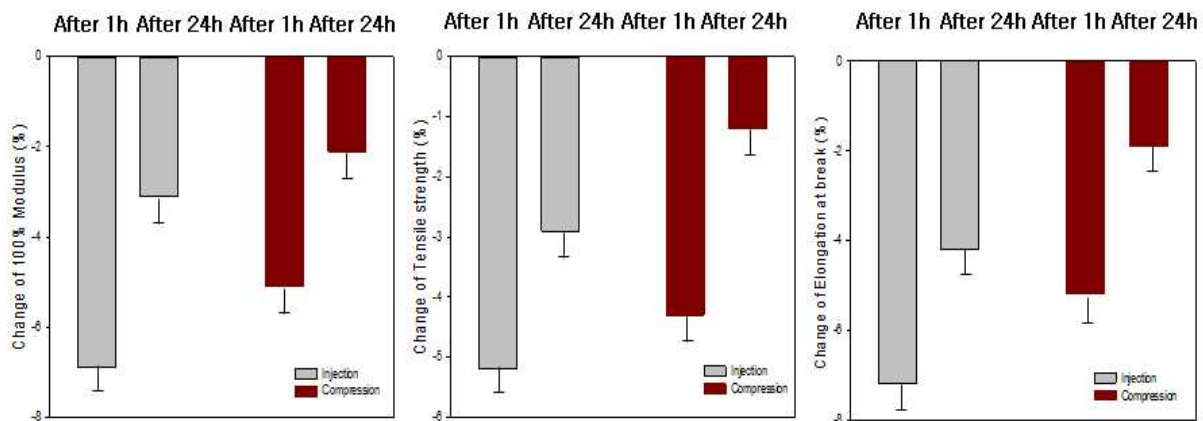
- 원료 및 배합
 - TPU : 동성코퍼레이션사 Neothane 6193 AP (HS함량: 78wt%, SS: ester)
 - 가공 방법 : 사출 성형, 압축 성형 (190℃, 5분, 20MPa)
- 부피 변화량 (수소 노출 환경 : 상온, 87.5 MPa, 24시간 노출)
 - 상온에서 87.5 MPa의 수소 압력 노출 후, 상압에서 1시간 및 24시간 경과한 TPU 소재의 부피 변화율은 Compression Molding법을 이용하여 제조한 TPU가 Injection Molding법을 이용하여 제조한 TPU에 비해 낮은 값을 보였다.



[수소 노출에 따른 가공방법별 TPU 소재의 부피 변화]

◦ 기계적 물성 변화

- Compression Molding법에 의해 제조한 TPU는 Injection Molding법에 의해 제조한 TPU에 비해 기계적 물성이 높은 값을 나타냄. 이는 가공 방법에 따른 시험편의 냉각 속도에 따른 재결정화 거동과 밀접한 연관성이 있다. Compression Molding법으로 제조하게 되면 가열한 시험편을 냉각수를 이용하여 냉각시키는데 시간이 많이 소요되고, 이러한 냉각 과정에서 HS와 SS의 주쇄가 원래의 결정형태로 재결정화가 일어나는 반면, Injection Molding법을 이용하여 제조한 TPU 소재는 가열된 TPU가 낮은 온도의 Molder에 바로 사출되어 충분한 냉각시간을 거치지 못해 원래의 결정형태로 재결정화가 일어나지 못하기 때문이다.
- 상온에서 87.5 MPa의 수소 압력 노출 후, 상압에서 1시간 및 24시간 경과한 TPU 소재의 100% Modulus 변화량, 인장 강도 변화량 및 파단 신율 변화량은 Compression Molding법을 이용하여 제조한 TPU가 Injection Molding법을 이용하여 제조한 TPU에 비해 낮은 값을 보였음. 이는 수소 노출에 따른 부피 변화를 측정 결과와 동일한 결과이다.
- 수소 노출에 따른 부피 변화량 및 인장 물성 변화량 측정 결과로부터, 수소 적합성을 평가하기 위한 TPU는 Ester계 Polyol을 적용한 TPU를 Compression Molding법을 이용하여 제조한 시험편이 적합함을 알 수 있었다.



[수소 노출에 따른 가공방법별 TPU 소재의 물성 변화량]

Sample	100% Modulus 변화량 (%)			Tensile strength 변화량 (%)			Elongation at break 변화량 (%)		
	초기	1시간	24시간	초기	1시간	24시간	초기	1시간	24시간
6193 AP-I	7.9	-6.9	-3.1	21.3	-5.2	-2.9	480	-7.2	-4.2
6193 AP-C	8.1	-5.1	-2.1	23.1	-4.3	-1.2	550	-5.2	-1.9

[가공 방법에 따른 수소 노출에 의한 TPU 소재의 기계적 물성 변화량]

라. 수소 정합성 평가를 위한 TPU 표준 배합

- 수소 정합성 시험에 적합한 표준 배합 도출
- HS/SS 함량비, SS의 화학구조, 가공 방법을 달리하여 TPU 소재의 수소 노출에 따른 기계적, 물리적 특성 변화에 대한 연구를 토대로 수소 정합성 시험에 적합한 표준 배합을 도출 할 수 있었다.

HS/SS 함량비	78/22
SS의 화학구조	Ester
가공 방법	Compression molding

[수소 정합성 평가를 위한 TPU 표준 시편]

(5) PA 6 라이너 소재의 수소정합성 시험용 배합 표준화 개발

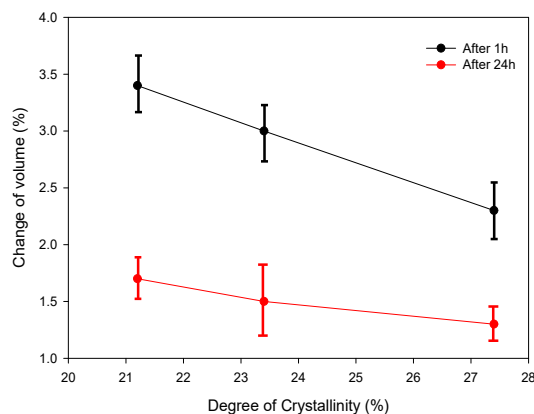
- 결정화도 및 분자량에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 특성 변화 연구
- Glass fiber 함량에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 변화 연구
- 수소 정합성 평가를 위한 표준 배합 선정

가. 결정화도 및 분자량 분포에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 연구

- 원료 및 배합
- PA : 코오롱社 KOPA®-PA6 series
- 가공 방법 : 사출 성형, DSC로부터 얻은 T_m을 기반으로 230 ~ 260℃ 범위에서 온도 제어

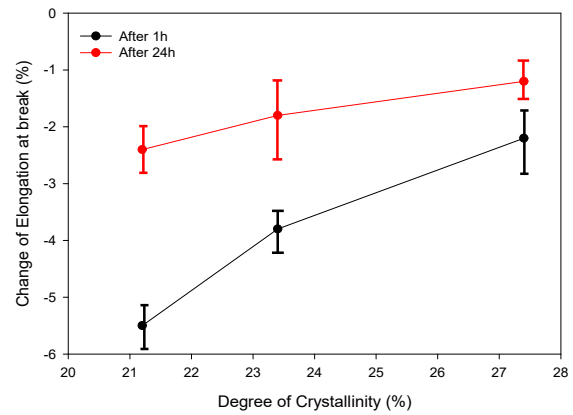
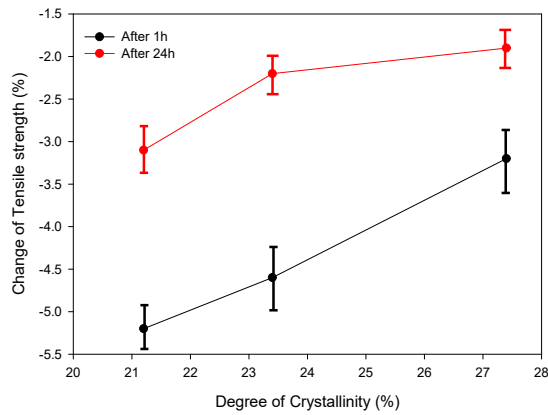
Sample	제조사	MFI (g/10min) [230℃, 2.16kg]	결정화도 (%)
PA 6-1	코오롱	9.5	21.2
PA 6-2	코오롱	7.6	23.4
PA 6-3	코오롱	5.5	27.4

- 부피 변화량 (수소 노출 환경 : 상온, 87.5 MPa, 24시간 노출)
- 상온에서 87.5 MPa의 수소 압력 노출 후, 상압에서 1시간 및 24시간 경과한 PA 6 소재의 부피 변화율은 결정화도가 증가함에 따라 감소하였다. 이는 PA 6의 결정화도가 증가함에 따라 수소 가스의 투과성이 낮아짐과 동시에 Modulus 등의 기계적 물성이 증가하여 수소 가스 침투에 의한 변형이 적게 나타나는 것으로 판단된다.
- PA 6 소재의 수소 노출에 따른 부피변화율이 1.3 ~ 1.7 %로 매우 작은 것을 확인할 수 있었으며, 결정화도가 27.4%인 PA 6 소재는 수소 노출 후 1시간 및 24시간 경과 후의 부피변화율은 각각 2.3%, 1.3%로, 수소 노출에 의한 부피 변화가 거의 발생하지 않는 것을 알 수 있었다.



[수소 노출에 따른 결정화도별 PA 6 소재의 부피 변화]

- 기계적 물성 변화
- 상온에서 87.5 MPa의 수소 압력 노출 후, 상압에서 1시간 및 24시간 경과한 PA 6 소재의 인장 강도 변화량 및 파단 신율 변화량은 결정화도가 증가함에 따라 감소하였다. 이는 수소 노출에 따른 부피 변화를 측정 결과와 동일한 결과로, 결정화도가 높아짐에 따라 수소 가스의 투과성이 낮아짐과 동시에 인장 강도 등의 기계적 물성이 증가하여 수소 가스 침투에 의한 변형이 적게 나타나는 것으로 판단된다.
- 결정화도가 27.4%로 가장 높은 PA 6 소재는 고압 수소 노출에 따른 인장 강도 변화율 및 파단 신율 변화율은 각각 -1.9% ~ -3.2%, -1.2% ~ -2.2%로, 수소 노출에 따른 물성 변화율이 낮은 값을 나타내었으며, 수소 노출 후 상압에서의 방치 시간에 따른 물성 변화가 적음을 알 수 있었다.
- 수소 노출에 따른 부피 변화량 및 인장 물성 변화량 측정 결과로부터, 수소 적합성을 평가하기 위한 PA 6 소재로는 결정화도가 27.4%이상인 소재가 적합함을 알 수 있었다.



[결정화도에 따른 수소 노출에 의한 PA 6 소재의 인장 물성 변화량]

Sample	결정화도 (%)	Tensile strength 변화량 (%)			Elongation at break 변화량 (%)		
		초기	1시간	24시간	초기	1시간	24시간
PA 6-1	21.2	72	-5.2	-3.1	70	-5.5	-2.4
PA 6-2	23.4	75	-4.6	-2.2	50	-3.8	-1.8
PA 6-3	27.4	80	-3.2	-1.9	40	-2.2	-1.2

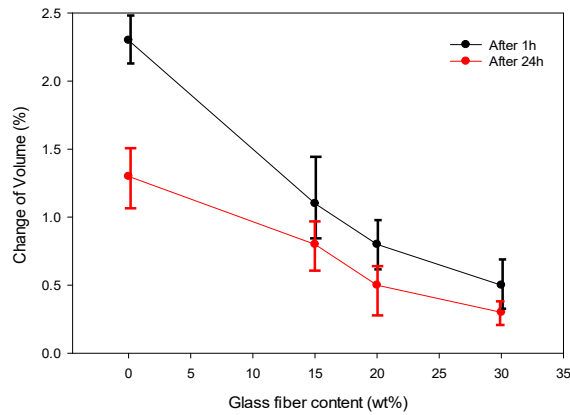
[결정화도에 따른 수소 노출에 의한 PA 6 소재의 기계적 물성 변화량]

나. Glass fiber 함량에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 연구

- 원료 및 배합
 - PA : 코오롱社 KOPA®-PA6 series
 - Glass fiber 함량 : 0, 15, 20, 30 wt%
 - 가공 방법 : 사출 성형, DSC로부터 얻은 T_m을 기반으로 230 ~ 260℃ 범위에서 온도 제어

Sample	제조사	MFI (g/10min) [230℃, 2.16kg]	결정화도 (%)
PA 6-1	코오롱	9.5	21.2
PA 6-2	코오롱	7.6	23.4
PA 6-3	코오롱	5.5	27.4

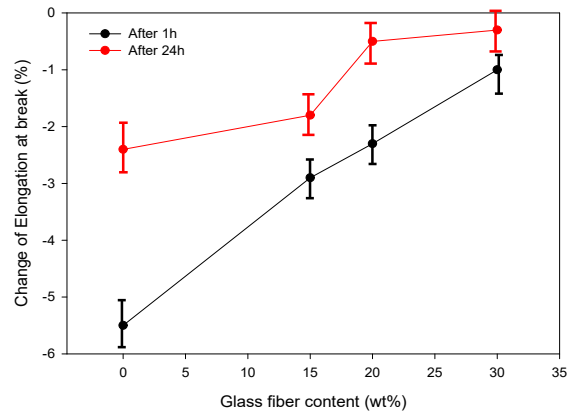
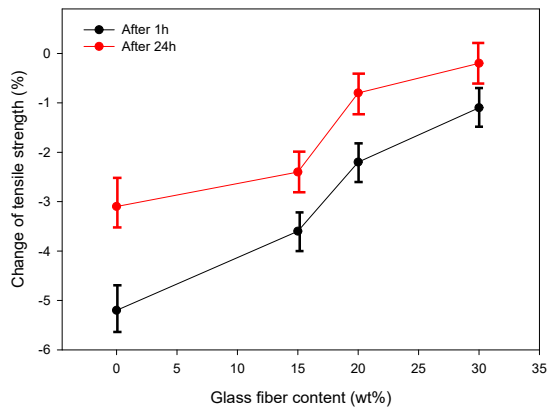
- 수소 노출 환경 : 상온, 87.5 MPa, 24시간 노출
- 부피 변화량
 - 상온에서 87.5 MPa의 수소 압력 노출 후, 상압에서 1시간 및 24시간 경과한 PA 6 소재의 부피 변화율은 Glass fiber 함량이 증가함에 따라 감소하였다. 이는 Glass fiber의 함량이 증가함에 따라 수소 가스의 투과성이 낮아짐과 동시에 Modulus 등의 기계적 물성이 증가하여 수소 가스 침투에 의한 변형이 적게 나타나는 것으로 판단된다.
 - PA 6 소재의 수소 노출에 따른 부피변화율이 0.3 ~ 2.3 %로 매우 작은 것을 확인할 수 있었으며, Glass fiber의 함량이 30%인 PA 6 소재는 수소 노출 후 1시간 및 24시간 경과 후의 부피변화율은 각각 0.5%, 0.3%로, 수소 노출에 의한 부피 변화가 거의 발생하지 않는 것을 알 수 있었다.



[Glass fiber 함량에 따른 수소 노출에 의한 PA 6 소재의 부피 변화율]

◦ 기계적 물성 변화

- 상온에서 87.5 MPa의 수소 압력 노출 후, 상압에서 1시간 및 24시간 경과한 PA 6 소재의 인장 강도 변화량 및 파단 신을 변화량은 glass fiber 함량이 증가함에 따라 감소하였다. 이는 수소 노출에 따른 부피 변화율 측정 결과와 동일한 결과로, glass fiber 함량이 증가함에 따라 수소 가스의 투과성이 낮아짐과 동시에 인장 강도 등의 기계적 물성이 증가하여 수소 가스 침투에 의한 변형이 적게 나타나는 것으로 판단된다.
- Glass fiber 함량이 30%로 가장 높은 PA 6 소재는 고압 수소 노출에 따른 인장 강도 변화율 및 파단 신을 변화율은 각각 -0.2% ~ -1.1%, -0.3% ~ -1.0로, 수소 노출에 따른 물성 변화율이 낮은 값을 나타내었으며, 수소 노출 후 상압에서의 방치 시간에 따른 물성 변화가 적음을 알 수 있었다.
- 수소 노출에 따른 부피 변화량 및 인장 물성 변화량 측정 결과로부터, 수소 적합성을 평가하기 위한 PA 6 소재로는 glass fiber 함량이 30%이상인 소재가 적합함을 알 수 있었다.



[수소 노출에 따른 Glass fiber 함량별 PA 6 소재의 인장 물성 변화량]

Sample	Glass fiber 함량 (%)	Tensile strength 변화량 (%)			Elongation at break 변화량 (%)		
		초기	1시간	24시간	초기	1시간	24시간
Neat PA 6	0	72	-5.2	-3.1	70	-5.5	-2.4
PA 6-15	15	120	-3.6	-2.4	20	-2.9	-1.8
PA 6-20	20	145	-2.2	-0.8	15	-2.3	-0.5
PA 6-30	30	170	-1.1	-0.2	10	-1.0	-0.3

[Glass fiber 함량에 따른 수소 노출에 의한 PA 6 소재의 기계적 물성 변화량]

다. 수소 정합성 평가를 위한 PA 6 표준 배합

- 수소 정합성 시험에 적합한 표준 배합 도출
- HS/SS 함량비, SS의 화학구조, 가공 방법을 달리하여 TPU 소재의 수소 노출에 따른 기계적, 물리적 특성 변화에 대한 연구를 토대로 수소 정합성 시험에 적합한 표준 배합을 도출 할 수 있었다.

결정화도	>27.4%
Glass fiber 함량	>30 wt%
가공 방법	Compression molding

[수소 정합성 평가를 위한 TPU 표준 시편]

(6) PA 6 라이너 소재의 수소정합성 시험용 배합 표준화 개발

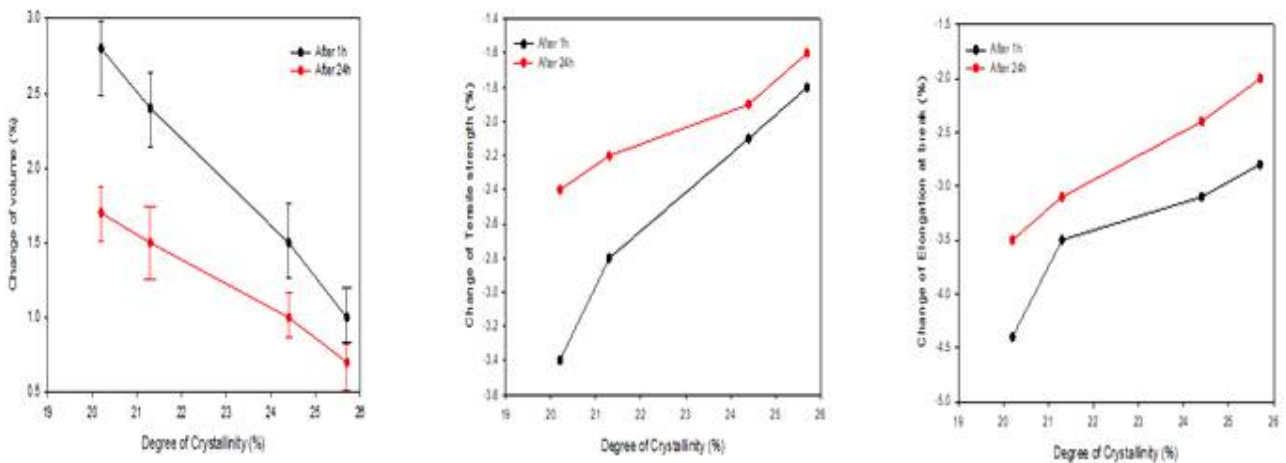
- 결정화도 및 분자량에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 특성 변화 연구
- Glass fiber 함량에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 변화 연구
- 가공 방법에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 변화 연구
- 수소 정합성 평가를 위한 표준 배합 선정

가. 결정화도 및 분자량 분포에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 연구

- 원료 및 배합
 - PA : Arkema 社 Rilsan® series
 - 가공 방법 : 사출 성형, DSC로부터 얻은 T_m을 기반으로 230 ~ 260℃ 범위에서 온도 제어

Sample	Grade	MFI (235℃, 2.16kg) (g/10min)	결정화도 (%)
PA 11-1	Rilsan B EC N O TL	31	20.2
PA 11-2	Rilsan B ES N BIK TL	18	21.3
PA 11-3	Rilsan B ES HV BIK TL	12	24.4
PA 11-4	Rilsan B M N O TL	7	25.7

- 수소 노출 환경 : 상온, 87.5 MPa, 24시간 노출
- 부피 변화량 및 기계적 물성 변화량
 - PA 11 소재들의 수소 노출에 의한 부피 변화율은 감압 후 1시간 경과한 경우, 1.0 ~ 2.8%였으며, 감압 후 24시간 경과한 경우, 0.7 ~ 1.7%였다.
 - PA 11 소재들의 수소 노출에 의한 인장 물성 변화율은 감압 후 1시간 경과한 경우, 인장 강도와 파단 신율의 변화율은 각각 -3.4 ~ -1.8%, -4.4 ~ 2.8%였으며, 감압 후 24시간 경과한 경우, 각각 -2.4 ~ -1.6%, -3.5 ~ 2.0%였다.
 - PA 11 소재들은 수소 노출 시간과 관계없이 결정화도가 증가함에 따라 수소 노출에 의한 부피 변화율과 인장 물성 변화율이 감소하는 경향을 나타내었으며, 수소 노출 후 감압 시간이 증가함에 따라 부피 변화율과 인장 물성 변화율이 감소하는 경향을 나타내었다.
 - 수소 노출에 따른 부피 변화량 및 인장 물성 변화량 측정 결과로부터, 수소 적합성을 평가하기 위한 PA 11 소재로는 결정화도가 25.7%이상인 소재가 적합함을 알 수 있었다.



[결정화도에 따른 수소 노출에 의한 PA 11 소재의 기계적 물성 변화량]

Sample	결정화도(%)	Tensile strength 변화량 (%)			Elongation at break 변화량 (%)		
		초기	1시간	24시간	초기	1시간	24시간
PA 11-1	20.2	48	-3.4	-2.4	80	-4.4	-3.5
PA 11-2	21.3	52	-2.8	-2.2	75	-3.5	-3.1
PA 11-3	24.4	62	-2.1	-1.9	65	-3.1	-2.4
PA 11-4	25.7	72	-1.8	-1.6	55	-2.8	-2.0

[결정화도에 따른 수소 노출에 의한 PA 11 소재의 부피 변화 및 인장 물성 변화량]

나. Glass fiber 함량에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 연구

◦ 원료 및 배합

- PA : Arkema 社 Rilsan® B ES N Blk TL

- 가공 방법 : 사출 성형, DSC로부터 얻은 T_m을 기반으로 230 ~ 260℃ 범위에서 온도 제어

Sample	Glass Fiber 함량 (wt%)	MFI*	T _m (°C)	ΔH _m (J/g)	X _c (%)
PA 11-G0	0	18	182.3	43.8	21.3
PA 11-G8	8	14	182.5	42.8	21.7
PA 11-G30	30	5	182.4	43.5	21.1

MFI* : (235℃, 2.16kg) (g/10min)

◦ 수소 노출 환경 : 상온, 87.5 MPa, 24시간 노출

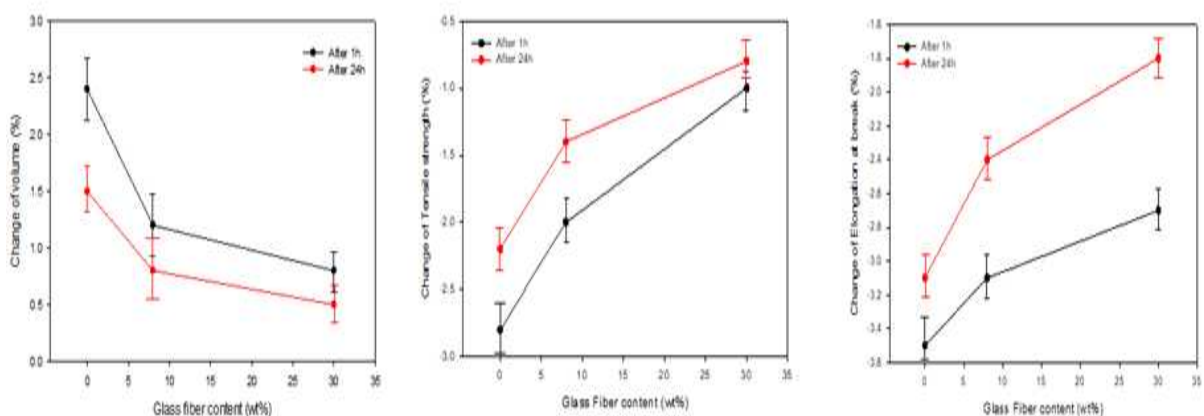
◦ 부피 변화량 및 기계적 물성 변화량

- PA 11 소재들의 수소 노출에 의한 부피 변화율은 감압 후 1시간 경과한 경우, 0.8 ~ 2.4%였으며, 감압 후 24시간 경과한 경우, 0.5 ~ 1.5%였다.

- PA 11 소재들의 수소 노출에 의한 인장 물성 변화율은 감압 후 1시간 경과한 경우, 인장 강도와 파단 신율의 변화율은 각각 -2.8 ~ -1.0%, -3.5 ~ 2.7%였으며, 감압 후 24시간 경과한 경우, 각각 -0.8 ~ -2.2%, -1.8 ~ 3.1%였다.

- PA 11 소재들은 수소 노출 시간과 관계없이 Glass fiber 함량이 증가함에 따라 수소 노출에 의한 부피 변화율과 인장 물성 변화율이 감소하는 경향을 나타내었으며, 수소 노출 후 감압 시간이 증가함에 따라 부피 변화율과 인장 물성 변화율이 감소하는 경향을 나타내었음. 특히, glass fiber의 함량이 30 wt%인 PA 11 소재의 경우, 수소 노출 후 감압 1시간 경과 후와 24시간 경과 후의 부피 변화율이 1% 내외로, 수소 노출에 의한 물리적 변화가 매우 작아 내수 소성이 매우 우수한 것으로 판단된다.

- 수소 노출에 따른 부피 변화량 및 인장 물성 변화량 측정 결과로부터, 수소 적합성을 평가하기 위한 PA 11 소재로는 Glass fiber 함량은 30%이상인 소재가 적합함을 알 수 있었다.



[Glass fiber 함량에 따른 수소 노출에 의한 PA 11 소재의 부피 변화 및 인장 물성 변화량]

Sample	Glass Fiber 함량 (wt%)	Tensile strength 변화량 (%)			Elongation at break 변화량 (%)		
		초기	1시간	24시간	초기	1시간	24시간
PA 11-G0	0	52	-2.8	-2.2	75	-3.5	-3.1
PA 11-G8	8	65	-2	-1.4	70	-3.1	-2.4
PA 11-G30	30	84	-1	-0.8	50	-2.7	-1.8

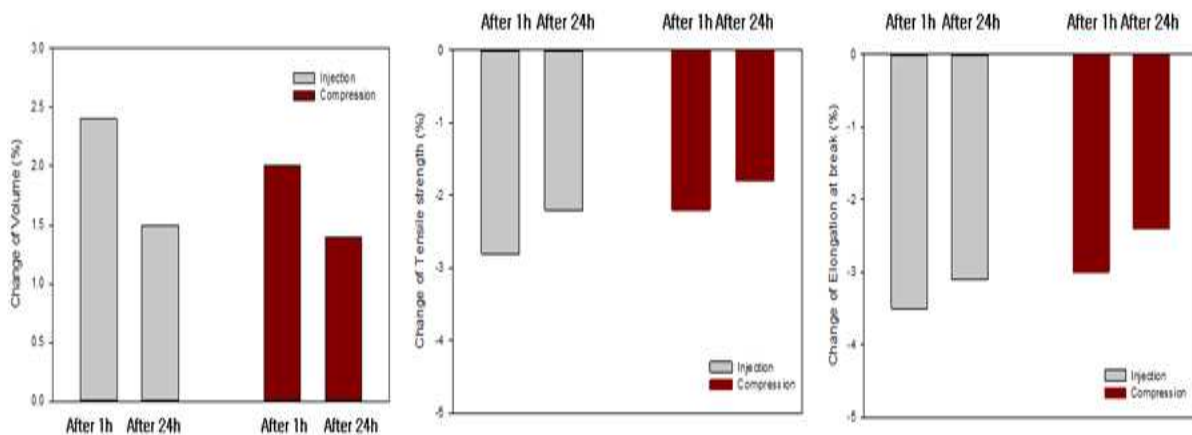
[Glass fiber 함량에 따른 수소 노출에 의한 PA 11 소재의 기계적 물성 변화량]

다. 가공 방법에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 연구

- 원료 및 배합
 - PA : Arkema 社 Rilsan® B ES N Bk TL
 - 가공 방법 : 사출 성형, 압출 성형 (210℃, 5분, 3000 psi)

Sample	성형 방법	T m (℃)	△Hm (J/g)	Xc (%)
PA 11-2-I	사출 성형	182.3	43.8	21.3
PA 11-2-C	압출 성형	182.5	46.7	22.7

- 수소 노출 환경 : 상온, 87.5 MPa, 24시간 노출
- 부피 변화량 및 기계적 물성 변화량
 - PA 11 소재들은 수소 노출 시간과 관계없이 압출 성형으로 제조한 PA 11 소재가 사출 성형으로 제조한 PA 11 소재에 비해 수소 노출에 의한 부피 변화율과 인장 물성 변화율이 작은 값을 나타내었다.
 - 수소 노출에 따른 부피 변화량 및 인장 물성 변화량 측정 결과로부터, 수소 적합성을 평가하기 위한 PA 11 소재의 가공 방법은 압출 성형법이 적합함을 알 수 있었다.



[가공 방법에 따른 수소 노출에 의한 PA 11 소재의 부피 변화 및 인장 물성 변화량]

Sample	가공 방법	Tensile strength 변화량 (%)			Elongation at break 변화량 (%)		
		초기	1시간	24시간	초기	1시간	24시간
PA 11-2-I	사출 성형	52	-1.0	-0.8	75	-2.7	-1.8
PA 11-2-C	압출 성형	65	-2.2	-1.8	70	-3.0	-2.4

[가공 방법에 따른 수소 노출에 의한 PA 11 소재의 기계적 물성 변화량]

라. 수소 정합성 평가를 위한 PA 11 표준 배합

- 수소 정합성 시험에 적합한 표준 배합 도출
- HS/SS 함량비, SS의 화학구조, 가공 방법을 달리하여 TPU 소재의 수소 노출에 따른 기계적, 물리적 특성 변화에 대한 연구를 토대로 수소 정합성 시험에 적합한 표준 배합을 도출 할 수 있었다.

결정화도	>25.4%
Glass fiber 함량	>30 wt%
가공 방법	Compression molding

[수소 정합성 평가를 위한 TPU 표준 시편]

6) 소재 등급별 CHMC2 시험 프로세스 개발

(1) 시험조건 설정을 위한 소재별 등급 분류 체계 구축

- 수소 노출에 따른 표준 시험편의 인장 물성 변화율과 부피 변화율 측정
- 시험 조건 설정을 위한 소재별 등급 분류 체계 구축

가. 결정화도 및 분자량 분포에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 물성 연구

- 시험편 및 수소 노출 조건
 - 시험편 : 실링 소재 3종 - EPDM, FKM, TPU, 라이너 소재 2종 : PA 6, PA 11
 - 수소 노출 조건 : 상온, 87.5 MPa, 24시간
 - 감압 후 1시간 및 24시간 경과 후 인장 물성 변화율 및 부피변화율 측정
- 실링 소재 및 라이너 소재의 인장 물성 변화율과 부피 변화율

가교제	충진제 종류	충진제 함량 (phr)	인장강도 변화율 (%)		파단신율 변화율 (%)		부피변화율 (%)	
			1시간	24시간	1시간	24시간	1시간	24시간
Sulfur	-	0	-50.0	-10.0	-40.0	-11.0	30.0	12.0
		20	-35.0	-9.0	-27.0	-4.0	22.0	5.0
		40	-28.0	0.0	-12.0	0.0	10.0	1.2
		60	-5.0	0.0	-10.0	0.0	3.0	0.6
	SRF	20	-30.0	-5.0	-17.0	-13.0	19.0	8.0
		40	-30.0	-4.0	-20.0	-4.0	14.0	6.0
		60	-3.0	-2.0	-5.0	-5.0	5.0	2.0
	Silica	20	-2.0	0.0	-2.0	0.0	15.0	1.3
		40	0.0	0.0	-8.0	0.0	3.0	0.8
		60	-3.0	0.0	-5.0	0.0	1.0	0.2
Peroxide	-	0	-30.0	-10.0	-32.0	-8.0	23.0	10.0
		20	-7.0	-2.0	-5.0	-2.0	11.0	2.0
		40	-5.0	-2.0	-4.0	-2.0	9.0	0.6
		60	-4.0	0.0	-4.0	0.0	1.0	1.0
	SRF	20	-7.0	-2.0	-5.0	-1.0	18.0	4.0
		40	-6.0	-3.0	-3.0	-1.0	13.0	1.0
		60	-7.5	0.0	-4.0	0.0	5.0	1.0
	Silica	20	-	-	-	-	10.0	1.0
		40	-2.0	0.0	-1.1	0.0	2.0	0.2
		60	-1.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1

[EPDM 실링 소재의 수소 노출에 따른 인장 물성 변화율과 부피 변화율]

HS함량 (wt%)	SS구조	가공 방법	인장강도 변화율 (%)		파단신율 변화율 (%)		부피변화율 (%)	
			1시간	24시간	1시간	24시간	1시간	24시간
62	Ester	사출 성형	-16.2	-11.1	-15.5	-11.4	23.1	6.1
70	Ester	사출 성형	-9.6	-6.2	-11.8	-7.8	12.3	4.3
78	Ester	사출 성형	-5.2	-2.9	-7.2	-4.2	5.2	2.1
76	Ether	사출 성형	-12.4	-7.6	-10.8	-8.2	9.2	6.3
78	Ester	압축 성형	-4.3	-1.2	-5.2	-1.9	4.2	1.1

[TPU 실링 소재의 수소 노출에 따른 인장 물성 변화율과 부피 변화율]

불소 함량	가교제	충진제 종류	충진제 함량 (phr)	인장강도 변화율 (%)		파단신율 변화율 (%)		부피변화율 (%)	
				1시간	24시간	1시간	24시간	1시간	24시간
Low	Ion	-	0	-50	-10	-40	-11	57	12
			10	-35	-9	-27	-9	42	10
			20	-28	-5	-12	-5	35	6
		MT	30	-22	-3	-10	-8	28	5
			10	-28	-5	-20	-7	39	9
			20	-20	-4	-15	-5	30	4
			30	-13	-2	-8	-4	25	2
High	Ion	-	0	-32	-10	-30	-8	50	10
			10	-25	-8	-23	-7	38	8
			20	-20	-4	-10	-4	27	5
		MT	30	-18	-3	-8	-4	24	4
			10	-20	-4	-18	-6	26	6
			20	-13	-3	-10	-4	22	3
			30	-6	-2	-3	-2	12	1
High	Peroxide	-	0	-30	-8	-28	-6	40	8
			10	-21	-8	-23	-4	26	6
			20	-18	-4	-9	-3	18	4
		HAF	30	-12	-3	-6	-2	16	2
			10	-15	-4	-18	-5	19	5
		Silica	20	-10	-3	-8	-4	11	3
			30	-5	-1	-2	-1	6	1

[FKM 실링 소재의 수소 노출에 따른 인장 물성 변화율과 부피 변화율]

결정화도 (%)	충진제 함량 (wt%)	가공 방법	인장강도 변화율 (%)		파단신율 변화율 (%)		부피변화율 (%)	
			1시간	24시간	1시간	24시간	1시간	24시간
21.2	0	사출 성형	-5.2	-3.1	-5.5	-2.4	3.4	1.7
23.4	0	사출 성형	-4.6	-2.2	-3.8	-1.8	3	1.5
27.4	0	사출 성형	-3.2	-1.9	-2.2	-1.2	2.3	1.3
21.2	15	사출 성형	-3.6	-2.4	-2.9	-1.8	1.1	0.8
21.2	20	사출 성형	-2.2	-0.8	-2.3	-0.5	0.8	0.5
21.2	30	사출 성형	-1.1	-0.2	-1.0	-0.3	0.5	0.3

[PA 6 라이너 소재의 수소 노출에 따른 인장 물성 변화율과 부피 변화율]

결정화도 (%)	충진제 함량 (wt%)	가공 방법	인장강도 변화율 (%)		파단신율 변화율 (%)		부피변화율 (%)	
			1시간	24시간	1시간	24시간	1시간	24시간
20.2	0	사출 성형	-3.4	-2.4	-4.4	-3.5	2.8	1.7
21.3	0	사출 성형	-2.8	-2.2	-3.5	-3.1	2.4	1.5
24.4	0	사출 성형	-2.1	-1.9	-3.1	-2.4	1.5	1.0
25.7	0	사출 성형	-1.8	-1.6	-2.8	-2.0	1.0	0.7
21.3	8	사출 성형	-2.0	-1.4	-3.1	-2.4	1.2	0.8
21.3	30	사출 성형	-1.0	-0.8	-2.7	-1.8	0.8	0.5
21.3	0	압축 성형	-2.2	-1.8	-3.0	-2.4	2.0	1.4

[PA 11 라이너 소재의 수소 노출에 따른 인장 물성 변화율과 부피 변화율]

나. 시험 조건 설정을 위한 소재별 등급 분류 체계 구축

- 실링 소재 3종의 안정성 평가를 위한 분류 체계
- 실링 소재 3종은 현재까지 CHMC-2에서 제시한 안정성 평가 분류 체계를 채용하여 인장 강도, 파단 신율 및 부피 변화율의 등급 분류 체계를 구축하였다.

물성	단위	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1
인장강도 잔존율	%	≥97	94 ~ <97	90 ~ <94	85 ~ <90	80 ~ <85	75 ~ <80	70 ~ <75	60 ~ <70	50 ~ <60	0 ~ <50
파단신율 잔존율	%	≥97	94 ~ <97	90 ~ <94	85 ~ <90	80 ~ <85	75 ~ <80	70 ~ <75	60 ~ <70	50 ~ <60	0 ~ <50
부피 변화 율	%	0 ~2.5	>2.5 ~5.0	>5.0 ~10.0	>10.0~ 20.0	>20.0~ 30.0	>30.0~ 40.0	>40.0~ 50.0	>50.0~ 70.0	>70.0~ 90.0	>90.0

[실링 소재 3종의 안전성 평가를 위한 분류 체계]

- 라이너 소재 2종의 안정성 평가를 위한 분류 체계
- 라이너 소재 2종은 현재까지 CHMC-2에서 제시한 안정성 평가 분류 체계 중 밀도 변화 항목을 변형하여 새로운 안정성 평가 분류 체계를 제시하였다.

물성	단위	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1
인장강도 잔존율	%	0 ~0.5	>0.5~ 1.0	>1.0~ 1.5	>1.5~ 2.0	>2.0~ 3.0	>3.0~ 4.0	>4.0~ 6.0	>6.0 ~8.0	>8.0 ~12.0	>12.0
파단신율 잔존율	%	0~0.5	>0.5~ 1.0	>1.0~ 1.5	>1.5~ 2.0	>2.0~ 3.0	>3.0~ 4.0	>4.0~ 6.0	>6.0 ~8.0	>8.0 ~12.0	>12.0
부피 변화 율	%	0~0.5	>0.5~ 1.0	>1.0~ 1.5	>1.5~ 2.0	>2.0~ 3.0	>3.0~ 4.0	>4.0~ 6.0	>6.0 ~8.0	>8.0 ~12.0	>12.0

[라이너 소재 2종의 안전성 평가를 위한 분류 체계]

(2) 수소 노출 후의 고신뢰성 특성 변화 시험 방법 개발

- 분류 체계별 고신뢰도 구간의 취출 시간 표준화
- 수소 노출 후의 고신뢰성 특성 변화 시험 방법 제시

가. 분류 체계별 고신뢰도 구간의 취출 시간 표준화

- 각 소재별 수소 노출 후 감압 시간에 따른 물성 변화율
- 시험편을 고압 수소에 노출 시킨 시험편은 감압 후 24시간 경과 시 물성이 수소 노출 전과 유사한 값을 나타내어 안전 적합성을 평가하는데는 변별력이 부족하다.
- 이에 높은 신뢰성을 갖는 안전 적합성 평가 방법은 감압 후 1시간 경과 시 측정하는 것이 가장 효과적임을 확인하였다.

Material	감압 후 경과시간 (시간)	인장강도 잔존율 (%)	파단신율 잔존율 (%)	부피 변화율 (%)
EPDM	1	50 ~ 100	60 ~ 100	0 ~ 30
FKM	1	50 ~ 95	60 ~ 98	6 ~ 57
TPU	1	89 ~ 99	90 ~ 98	1.1 ~ 6.1
EPDM	24	90 ~ 100	89 ~ 100	0.1 ~ 12
FKM	24	90 ~ 99	89 ~ 98	1 ~ 12
TPU	24	84 ~ 96	84 ~ 95	4.2 ~ 2.3

[실링 소재 3종의 수소 노출 후 경과시간에 따른 물성 변화율]

Material	감압 후 경과시간 (시간)	인장강도 잔존율 (%)	파단신율 잔존율 (%)	부피 변화율 (%)
PA 6	1	95 ~ 99	96 ~ 98	0.5 ~ 3.4
PA 11	1	96 ~ 99	96 ~ 99	0.8 ~ 2.8
PA 6	24	95 ~ 99	97 ~ 100	0.3 ~ 1.7
PA 11	24	97 ~ 99	96 ~ 98	0.5 ~ 1.7

[라이너 소재 2종의 수소 노출 후 경과시간에 따른 물성 변화율]

나. 수소 노출 후의 고신뢰성 특성 변화 시험 방법 제시

- 실링 소재의 안전 적합성 평가 방법
- 실링 소재 3종에 대한 안전 적합성 평가 방법은 상온의 87.5 MPa 고압 수소에 24시간 노출 시킨 후 취출하여 상압에서 1시간 경과 후 ASTM D638 방법에 의해 인장 강도 잔존율, 파단신율 잔존율을 측정하고, 부피 변화율은 치수 측정 방법을 이용하여 시험하는 것이 가장 바람직하다.
- 라이너 소재의 안전 적합성 평가 방법
- 라이너 소재 2종에 대한 안전 적합성 평가 방법은 상온의 87.5 MPa 고압 수소에 24시간 노출 시킨 후 취출하여 상압에서 1시간 경과 후 ASTM D412 방법에 의해 인장 강도 잔존율, 파단신율 잔존율을 측정하고, 부피 변화율은 치수 측정 방법을 이용하여 시험하는 것이 가장 바람직하다.
- 본 연구에서 제시한 안전 적합성 평가 등급을 적용한 실링 소재와 라이너 소재의 안전 적합성 평가 등급표
- 본 연구에서 제시한 안전 적합성 평가 방법과 안전 적합성 평가 등급을 이용하여 본 연구에서 사용한 실링 소재와 라이너 소재의 안전 적합성 평가 등급표를 아래 표에 정리하여 나타내었음. 신규로 제시한 시험 방법과 안전 적합성 평가 기준표를 적용하여 변별력과 신뢰성이 높은 수소 사용 안전 적합성 평가가 가능함을 확인하였다.

가교제	충진제 종류	충진제 함량 (phr)	인장강도 잔존율	파단신율 잔존율	부피변화율
Sulfur	-	0	2	3	5
		20	3	4	6
		40	4	7	7
		60	9	8	9
	SRF	20	4	6	7
		40	4	6	7
		60	10	9	9
		20	10	10	7
	Silica	40	10	8	9
		60	10	9	10
Peroxide	-	0	4	3	6
		20	8	9	7
		40	9	9	8
		60	9	9	10
	SRF	20	8	9	7
		40	9	9	7
		60	8	9	9
		20	10	10	8
	Silica	40	10	10	10
		60	10	10	10

[본 연구에서 제시한 기준에 따른 EPDM 실링 소재의 안전 적합성 평가 등급]

불소 함량	가교제	충진제 종류	충진제 함량 (phr)	인장강도 잔존율	파단신율 잔존율	부피변화율
Low	Ion	-	0	3	4	4
			10	5	5	5
			20	6	8	6
			30	6	8	6
		Silica	10	6	6	6
			20	7	8	6
			30	9	10	7
			30	9	10	7
High	Ion	-	0	2	3	3
			10	3	4	4
			20	4	7	5
			30	5	8	6
		Silica	10	4	6	5
			20	6	7	6
			30	7	8	6
			30	7	8	6
High	Peroxide	-	0	4	4	5
			10	5	5	6
			20	6	8	7
			30	7	9	7
		Silica	10	7	6	7
			20	8	8	7
			30	9	10	8
			30	9	10	8

[본 연구에서 제시한 기준에 따른 EPDM 실링 소재의 안전 적합성 평가 등급]

HS함량 (wt%)	SS구조	가공 방법	인장강도 잔존율	파단신율 잔존율	부피변화율
62	Ester	사출 성형	6	6	6
70	Ester	사출 성형	8	7	7
78	Ester	사출 성형	9	8	8
76	Ether	사출 성형	7	7	8
78	Ester	압축 성형	9	9	9

[본 연구에서 제시한 기준에 따른 EPDM 실링 소재의 안전 적합성 평가 등급]

결정화도 (%)	충진제 함량 (wt%)	가공 방법	인장강도 잔존율	파단신율 잔존율	부피변화율
21.2	0	사출 성형	4	4	5
23.4	0	사출 성형	4	5	6
27.4	0	사출 성형	5	6	6
21.2	15	사출 성형	5	6	8
21.2	20	사출 성형	6	9	9
21.2	30	사출 성형	8	10	10

[본 연구에서 제시한 기준에 따른 PA 6 라이너 소재의 안전 적합성 평가 등급]

결정화도 (%)	충진제 함량 (wt%)	가공 방법	인장강도 잔존율	파단신율 잔존율	부피변화율
20.2	0	사출 성형	5	4	6
21.3	0	사출 성형	6	5	6
24.4	0	사출 성형	6	5	8
25.7	0	사출 성형	7	6	9
21.3	8	사출 성형	7	5	8
21.3	30	사출 성형	9	6	9
21.3	0	압축 성형	7	6	6

[본 연구에서 제시한 기준에 따른 PA 11 라이너 소재의 안전 적합성 평가 등급]

7) 금속소재의 수소사용 적합성 스크리닝 간편시험법 및 기준안 개발

(1) 고압 수소환경하 금속소재의 스크리닝을 위한 간편 시험법 확립(2019년)

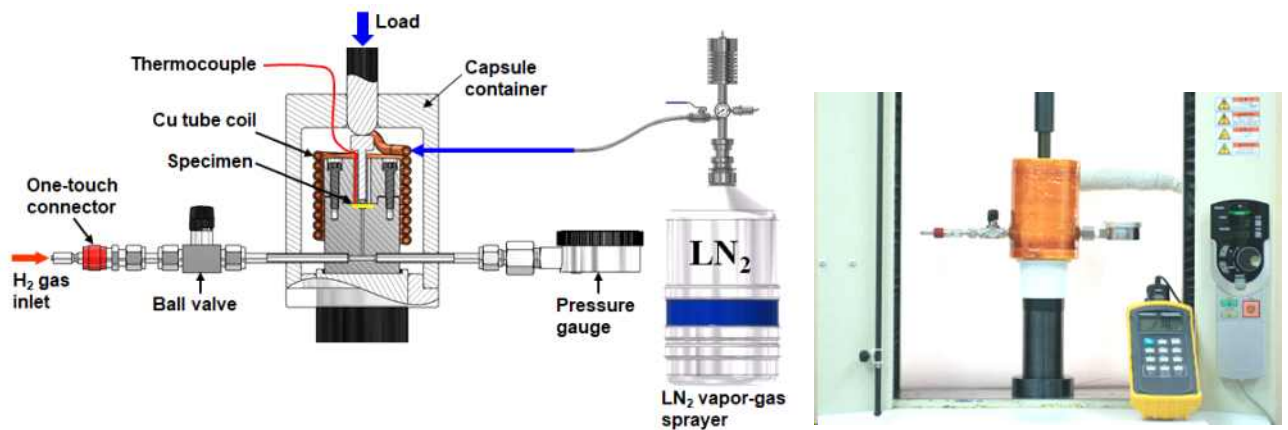
- 고압환경하 금속소재의 수소취화 간편시험법 관련 자료조사 및 분석
- 인시츄 SP법을 사용한 수소취화 스크리닝 간편시험법 개발
- SP시험 기반 금속재료의 수소취화 스크리닝 적합성 평가 기술 개발
- 스크리닝 적합성 평가기술 개발

가. 고압환경하 금속소재의 수소취화 간편시험법 관련 자료조사 및 분석

- 국내외 수소취화 간편시험법 관련 자료 분석 실시
- 사전차지한 시험편(precharged specimen)을 사용한 SP시험 조사: 실제 고압수소 적용 기기 및 환경에서 사용 수소압력과 사전차지 시험편내 수소농도와의 상관관계가 확립되어 있지 않은 문제점이 있다.
- 중공시험편을 SSRT시험법 비교: 기존의 Autoclave를 사용하는 경우에 비하면 취급하는 수소량이 작아서 통상의 실험실에서 인장시험이 가능하다는 장점이 있지만, 국외에서 사용되고 있는 수소공급방식 및 피팅은 저온에서 가스누설의 가능성이 높아서 개선이 필요하다.

나. 인시츄 SP법을 사용한 수소취화 스크리닝 간편시험법 개발

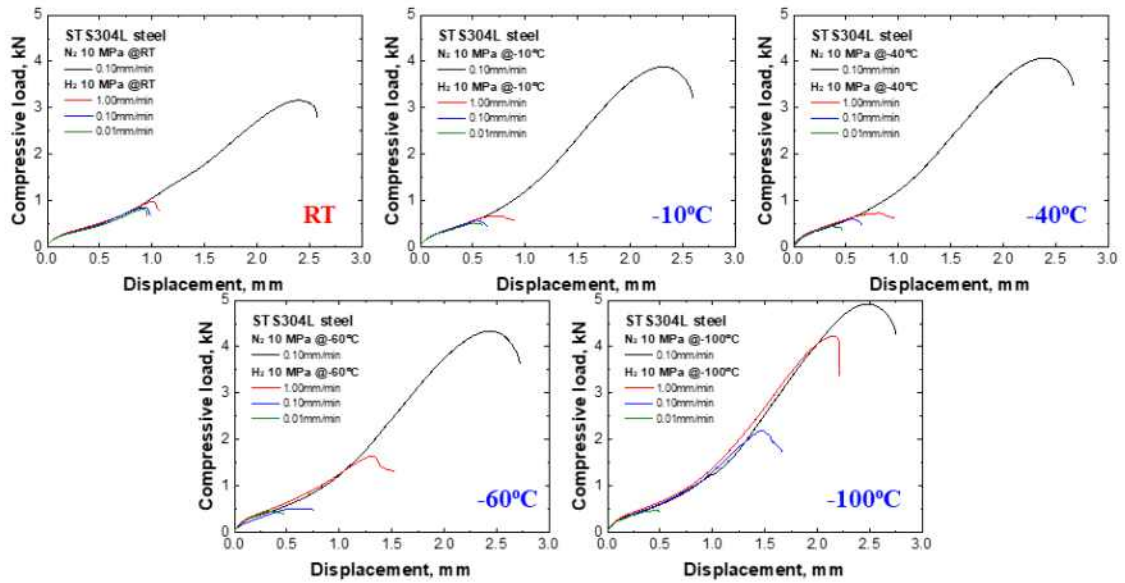
- 고압, 저온 수소환경하 SP시험 기반 금속소재 취화 간편시험법 기술 확립
- 시험 조건
- 재료: STS304L강 & SUS316L강, A6061-T6합금
- 시험 온도: -100 ℃ ~ 80 ℃
- 시험 압력: 10 MPa (1 MPa)
- 펀치 속도: 1.0 , 0.1 및 0.01 mm/min
- SP시험 상/하부 다이-가스배관 피팅구조를 용접부로 개선: SP시험치구는 저온 유지하고, 압력계, 밸브부는 상온으로 유지함으로, 피팅부에서 충전 고압가스 누설방지가 가능하다.



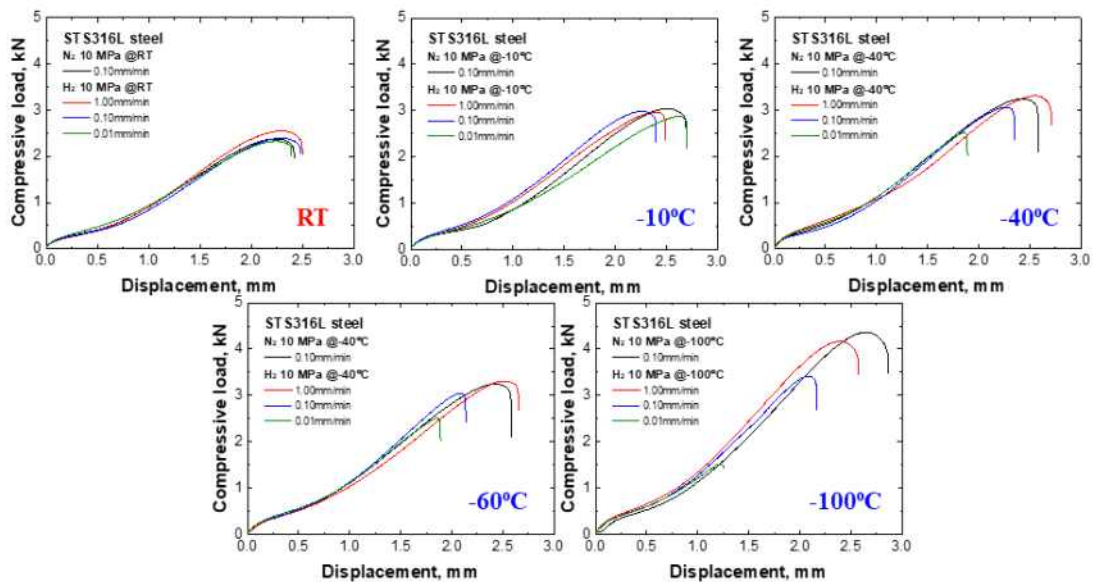
[다양한 시험온도/고압수소환경하 in-situ SP시험 시스템 구축]

다. SP시험 기반 금속재료의 수소취화 스크리닝 적합성 평가 기술 개발

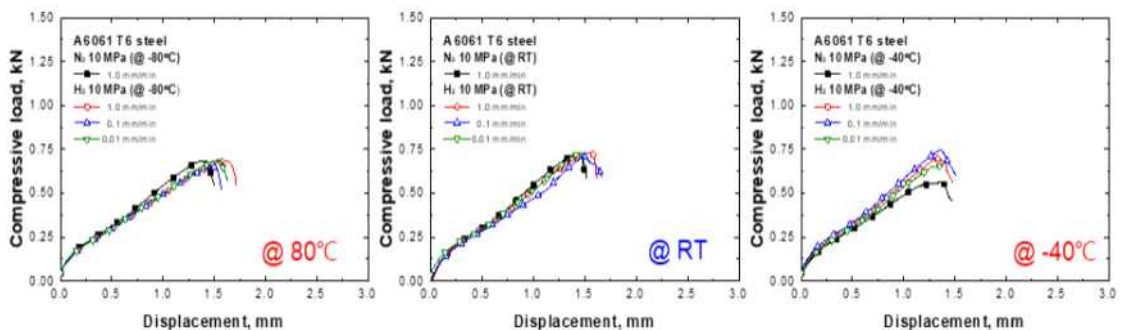
- 금속소재의 취화거동 평가 (저온, 고압, 다양한 펀치속도에서)
- 대상 금속: STS304L강 & STS316L강, A6061-T6합금(저온, 고압, 다양한 펀치속도에서)



[STS304L강의 in-situ SP시험으로 얻은 하중-변위 선도 (시험온도 및 펀치속도의 영향)]

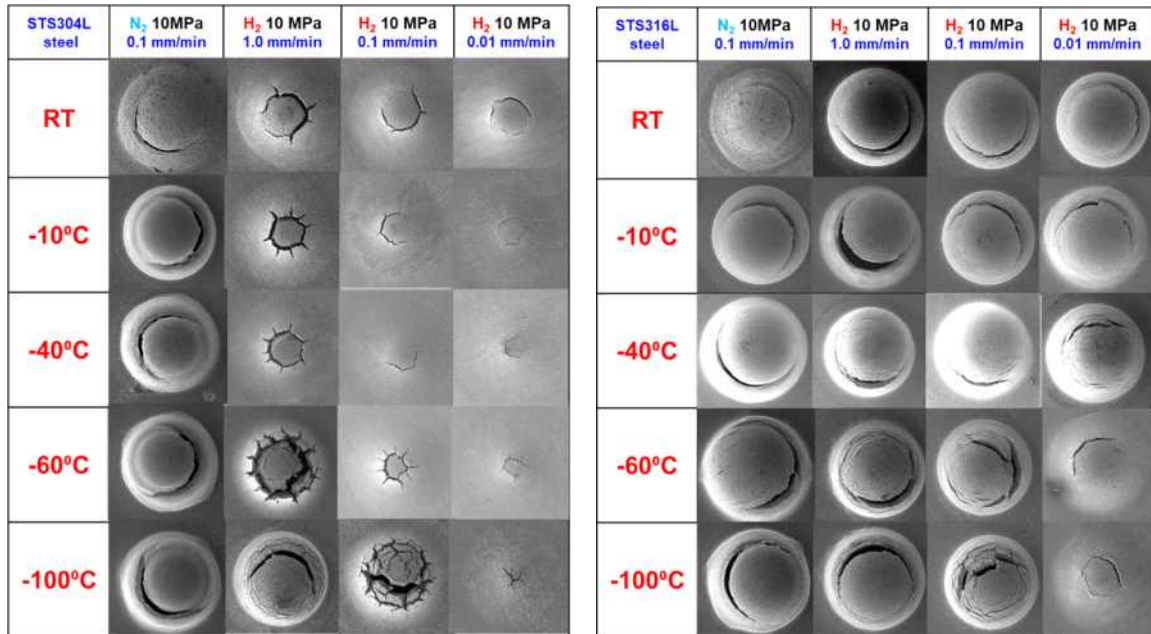


[STS316L강의 in-situ SP시험으로 얻은 하중-변위 선도 (시험온도 및 펀치속도의 영향)]

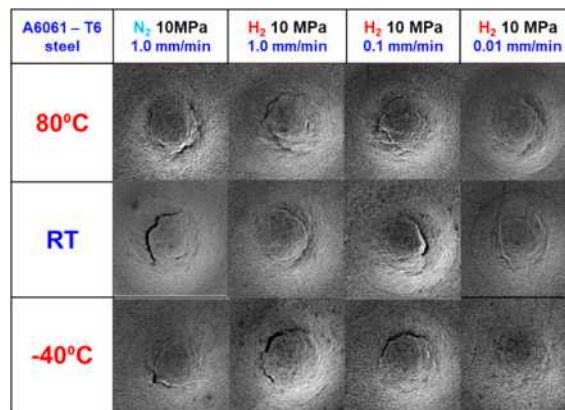


[A6061-T6합금의 in-situ SP시험시 하중-변위 선도 (시험온도 및 펀치속도의 영향)]

- 오스테나이트 스텐레스강의 경우 80 ℃에서부터 실온(RT), 그리고 저온으로 갈수록 저온경화 거동이 현저하게 나타남. -10 MPa H₂에서는, 펀치속도에 따른 HE거동의 차가 나타났지만, RT에서 저온으로 갈수록 펀치속도의 영향이 현저히 나타남. -100 ℃이하에서는 오히려 수소취화가 완화되는 거동을 나타낸다.
- 펀치속도 0.01 mm/min에서, -10 ℃, -40 ℃, -60 ℃와 -80 ℃에서는 소성급힘 변형역 (Region II)에서 취성적 파단이 발생하는 거동. -80℃에서는 수소취화가 맴브레인 신장영역(Region III)에서 발생. 그러나 펀치속도 1.0 mm/min에서는, 저온으로 갈수록 맴브레인 신장영역(Region III)의 후반에서 파단 발생한다.
- Al합금의 경우는 시험온도에 무관하게 하중-변위 선도는 거의 동일하였고, 10 MPa H₂하에서는 펀치속도에 무관하게 수소취화에 의한 하중-변위에 미치는 영향은 나타나지 않았고, N₂하의 경우와 같은 거동을 나타낸다.



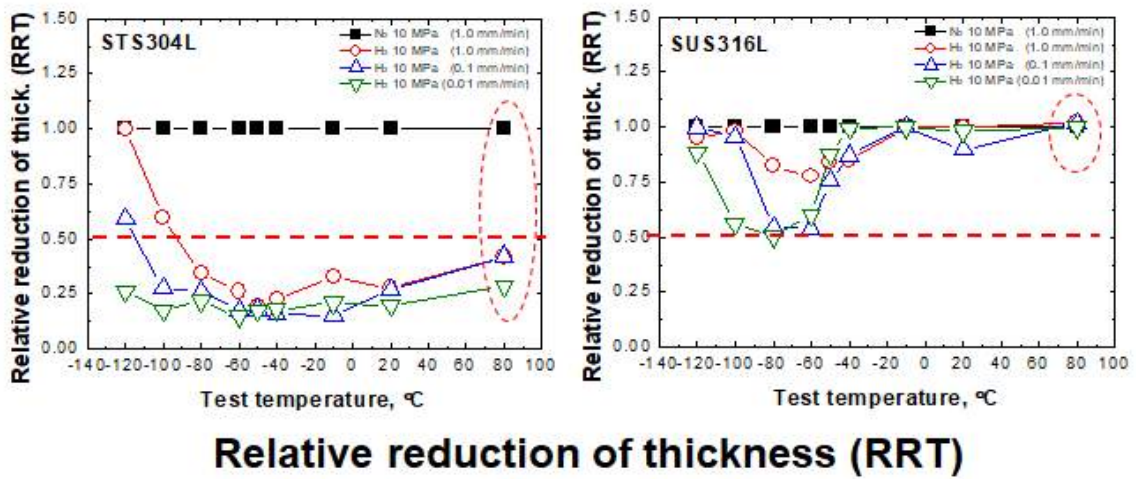
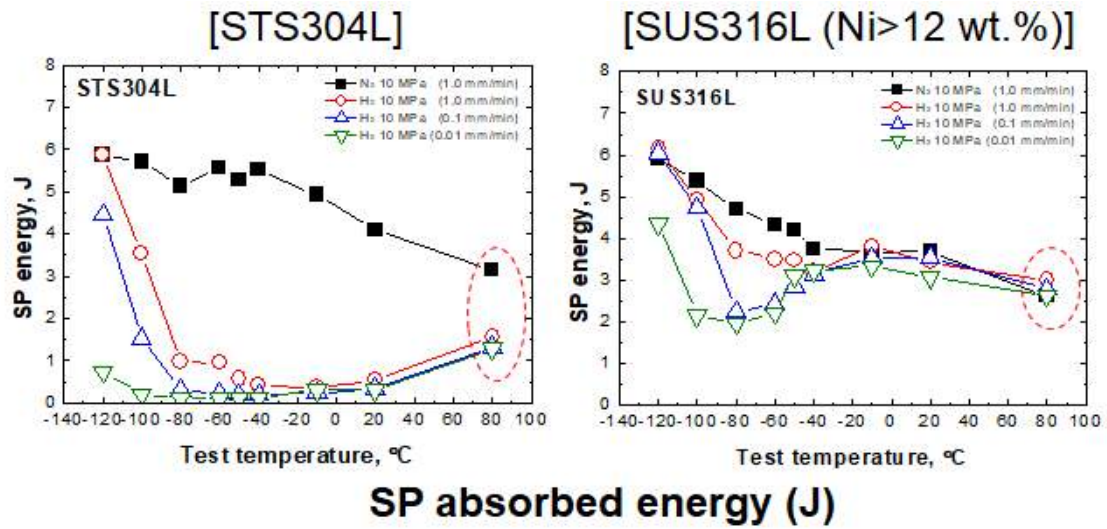
[STS304L강 및 STS316L강의 SP시험후 시험온도 및 펀치 속도에 따른 파면 양상]



[A6061-T6합금의 in-situ SP시험후 시험온도 및 펀치 속도에 따른 파면 양상]

라. 스크리닝 적합성 평가기술 개발

- 수소취화 민감도 정량적 평가인자: RRT와 SP흡수에너지 비교
- in-situ SP시험을 통해 얻은 SP흡수에너지는 사용환경에 따라 변동이 존재하여 그 절대치로 취화 거동을 정량적으로 평가 비교하는 것은 어려움이 있다. 두 스텐레스강 모두 시험온도가 낮을수록 현저한 저온경화를 나타낸다.
- In-situ SP시험을 통한 새로운 영향인자 RRT 는 시험환경 및 조건에 무관하게 재료의 취화거동을 정량적으로 평가할 수 있는 효과적인 인자임. (SSRT시험으로 구한 RRA와 같은 물리적 의미)
- RRT인자는 재료의 내수소취화 저항의 정량적 평가를 가능하게 한다.



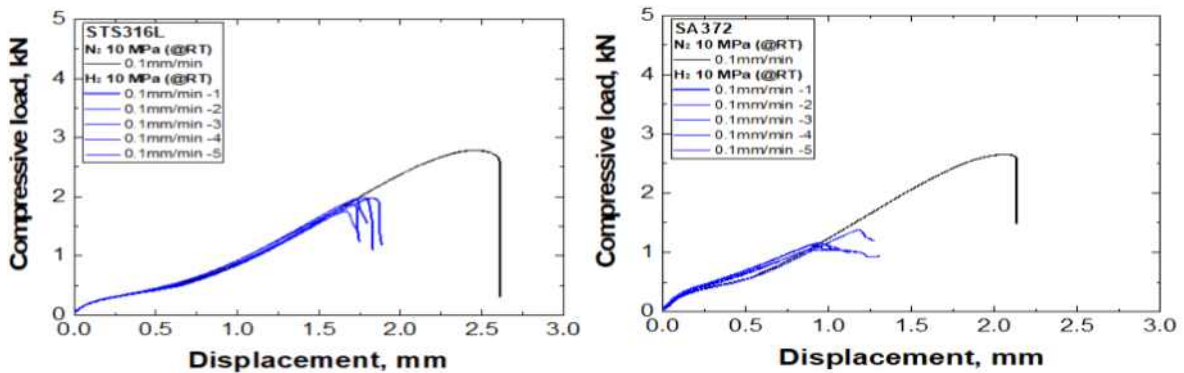
[수소취화 민감도 정량적 평가인자: RRT 확립 및 SP흡수에너지 비교]

(2) 고압 수소환경하 금속소재의 취화 스크리닝 간편시험법 적용을 위한 평가기술 검증 (2020-2021년)

- 고압 저온 수소환경하에서 수소차용 금속소재의 취화 특성 데이터 분석: 수치해석 및 측정 신뢰성 평가
- 간편시험법의 금속소재 수소취화 스크리닝 적합성 평가기술 검증
- 고압/저온 수소환경에서 인시츄 SP시험후 페라이트 성분 분석을 통한 STS강의 수소취화 기구 분석

가. 고압 저온 수소환경하에서 수소차용 금속소재의 취화 특성 데이터 분석: 수치해석 및 측정

- in-situ SP시험 고려 영향인자 'RRT' 의 측정 신뢰성 평가
- [APCFS2020에서 발표, 신형섭 (Plenary Lecture), Proceedings of the APCFS2020, Jeju 2020]
- 시험재질 : STS316L steel (Ni<10%, austenitic 구조), SA372 steel (ferritic 구조)
- 시험조건 : 시험온도: RT, 압력: 10 MPa N₂ and H₂ 가스, 펀치속도 : 0.1 mm/min
- 시험편 표면: 와이어컷 가공후 폴리싱(#400)
- 반복회수 : 5회
- 실험 결과: 하중-변위 선도, 정량적 특성평가 자료 제시



[실온 및 0.1 mm/min에서 재질별 in-situ SP시험 결과: 하중-변위선도]

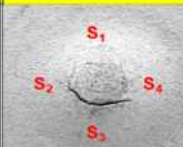
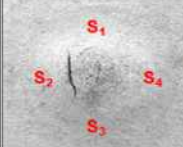
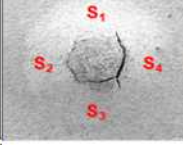
Test No.	Gas used	Pgauge [MPa]	t0 [mm]	tf [mm]	Fm [kN]	δm [mm]	ESP [J]	ROT [%]	RRT
STS316L 20-45	N ₂	10	0.503	0.249	2.786	2.453	3.687	50.5	1.000
STS316L 20-46	H ₂	10	0.506	0.363	1.746	1.673	1.456	28.4	0.562
STS316L 20-47	H ₂	9.5	0.505	0.355	1.976	1.829	1.728	29.7	0.588
STS316L 20-48	H ₂	9.0	0.507	0.362	1.867	1.709	1.542	28.6	0.567
STS316L 20-49	H ₂	10.5	0.509	0.369	1.983	1.782	1.642	27.5	0.544
STS316L 20-50	H ₂	10	0.503	0.349	1.958	1.725	1.636	30.6	0.605
수소하 평균/표준편차 (SD)	-	-	0.506 / 0.002	0.360 / 0.007	1.906 / 0.090	1.744 / 0.055	1.601 / 0.093	28.9 / 1.082	0.573 / 0.021
SA372 20-01	N ₂	10	0.505	0.266	2.655	2.067	3.009	47.3	1.000
SA372 20-02	H ₂	10.5	0.501	0.426	1.150	0.952	0.793	15.0	0.317
SA372 20-03	H ₂	9.5	0.513	0.437	1.131	0.980	0.723	14.8	0.312
SA372 20-04	H ₂	11	0.498	0.427	1.050	1.036	0.946	14.4	0.304
SA372 20-05	H ₂	10.5	0.504	0.432	1.123	0.917	0.830	14.3	0.302
SA372 20-06	H ₂	10	0.507	0.420	1.380	1.184	0.946	17.2	0.364
수소하 평균/표준편차 (SD)	-	-	0.505 / 0.005	0.428 / 0.006	1.167 / 0.112	1.014 / 0.094	0.848 / 0.087	15.118 / 1.076	0.320 / 0.023

[실온에서 5회 반복시험을 통해 구한 각 재질별 평가인자의 측정 데이터]

- STS316L강(Austenitic 구조)에 대한 반복 in-situ SP시험 결과, 10 MPa H₂에서는 수소취화가 발생하였고 하중-변위 선도의 Region IV에 해당하여 내 취화 특성이 큰 재료이다. 이 경우 평가인자별 분산을 살펴보면, SP에너지는 5.8%, 단면수축율(ROT)는 3.7%, 상대단면수축율 (RRT)은 3.7%를 나타낸다.
- SA372강(Ferritic 구조)에 대한 반복 in-situ SP시험 결과, 10 MPa H₂에서 수소취화가 현저하게 발생하였고, 하중-변위선도의 Region III에 해당하여 내취화 특성이 낮은 재료이다. 이 경우 각 데이터의 분산을 살펴보면, SP에너지는 10.2%, 단면수축율(ROT)는 0.7%, 상대단면수축율 (RRT)은 7.2%를 나타내 Austenitic 스텐레스강보다 다소 큰 분산을 나타냄. 두 강재 모두에서 평가인자 RRT는 SP energy보다 작은 양호한 분산을 나타내, in-situ SP시험을 통한 금속소재의 HE적합성 스크리닝용 정량 데이터는 양호한 재현성과 높은 신뢰성을 나타내었고, 특히 RRT는 수소연료전지자동차용 금속재료의 HE 민감도 스크리닝에 적용이 가능하다는 것을 확인하였다.

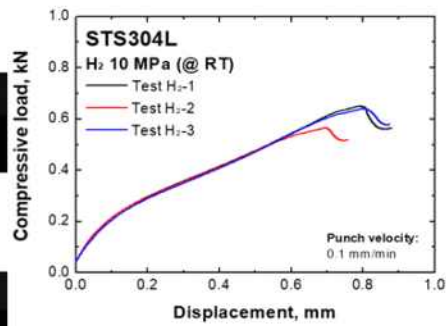
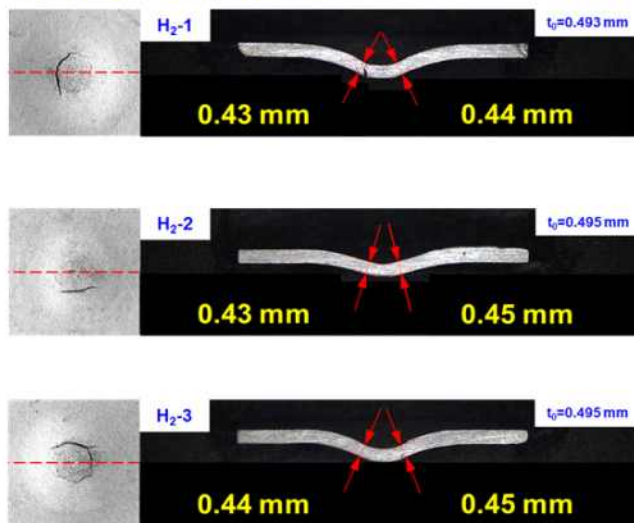
◦ 'RRT'의 측정 신뢰성 확보를 위한 시험편 파단부 두께 측정 결과 (3회 반복실험)

- 시험조건
- 시험재질 : STS304L steel
- 시험조건 : 시험온도: RT, 압력: 10 MPa H₂ 가스, 펀치속도 : 0.1 mm/min
- 표면거칠기: 와이어컷 가공후 폴리싱(#400)
- SP시험후 시험편 파단부 두께 측정방법: 1) Point-Micrometer 사용, 2) 단면 OM관찰
- 반복회수 : 3회 (3명의 Blind측정 참가자에 의한 Mini-round robin test (RRT) 수행)
- 실험 결과: 파단부 두께의 측정 방법간 평균치 비교

SEM images	Test No.	S ₁ [mm]	S ₂ [mm]	S ₃ [mm]	S ₄ [mm]	S _{avg} [mm]	t _{p, avg} [mm]
	H ₂ -1 (t ₀ =0.494 mm)	0.427	0.430	0.422	0.414	0.423	0.424
		0.428	0.433	0.431	0.433	0.431	
		0.412	0.424	0.426	0.407	0.417	
	SD	0.007	0.004	0.004	0.011	0.006	
	H ₂ -2 (t ₀ =0.496 mm)	0.443	0.455	0.448	0.442	0.447	0.444
		0.435	0.448	0.442	0.438	0.441	
		0.436	0.447	0.442	0.448	0.443	
	SD	0.004	0.004	0.003	0.004	0.003	
	H ₂ -3 (t ₀ =0.496 mm)	0.457	0.457	0.440	0.448	0.451	0.443
		0.438	0.442	0.440	0.445	0.441	
		0.432	0.433	0.439	0.439	0.436	
	SD	0.011	0.010	0.000	0.004	0.006	

[포인트 마이크로미터를 사용한 4개소 측정 평균치 및 Mini-RRT결과]

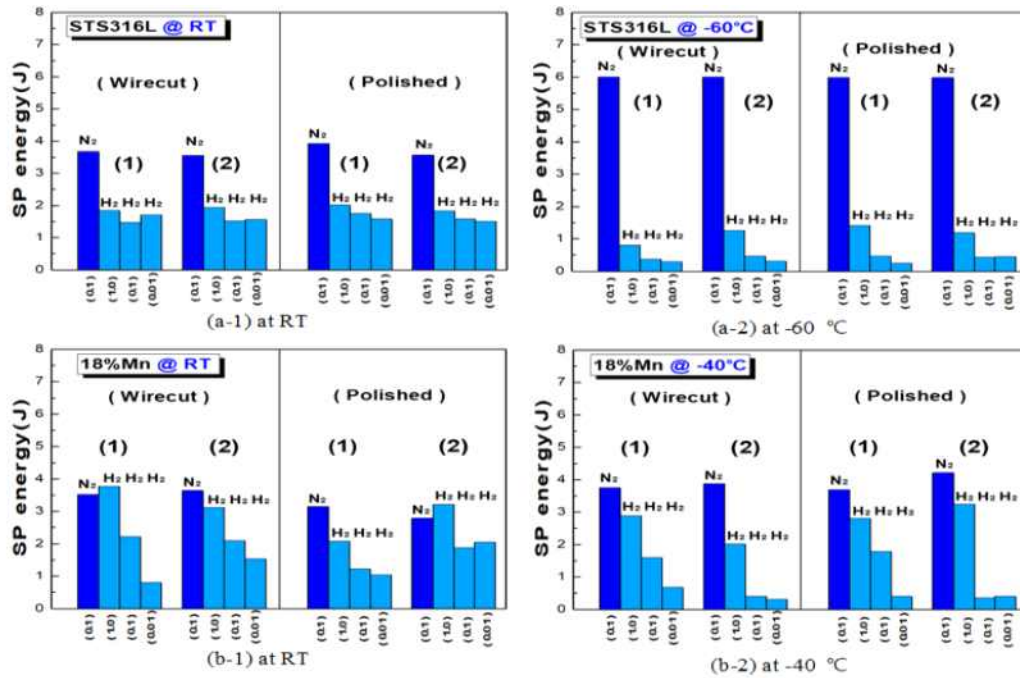
단면관찰 결과 under OM



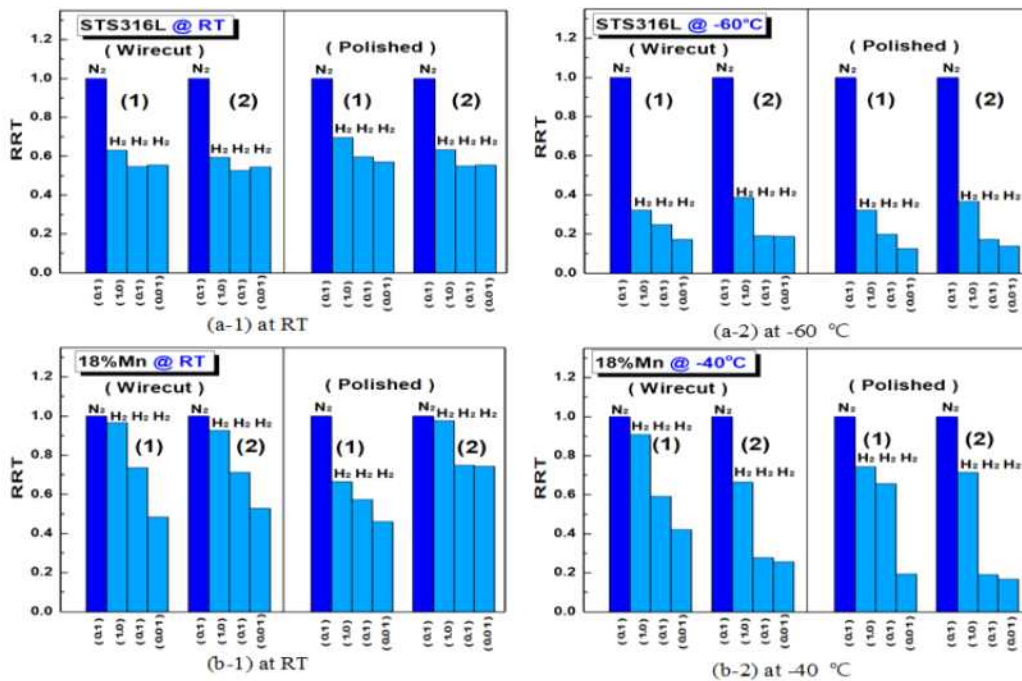
Test No.	$t_{p,avg.}$ [mm]	$t_{l,avg.}$ [mm]	Error [%]
H ₂ -1	0.424	0.435	2.5
H ₂ -2	0.444	0.444	0.9
H ₂ -3	0.443	0.445	0.5

[시험편 단면 관찰을 통한 파단부 두께 측정 및 포인 마이크로미터 측정치와 비교]

- STS304L강에 대해 실온 및 10 MPa H₂하에서 3회 in-situ SP시험을 통해 얻은 파단 시험편에 대해 파단부 두께를 2가지 방식으로 측정 비교한 결과, 채용한 Min-RRT를 통한 마이크로미터 측정 평균치와 단면 관찰 두께 평균치는 3회 모두 2.5%이내의 양호한 오차를 나타내, 본 연구에서 채용한 마이크로미터를 사용한 파단부 두께측정은 신뢰할 수 있는 연성 기반 두께감소율(ROT)을 제공하는 것을 확인하였다.
- 고압수소 환경하 in-situ SP시험에 미치는 시험편 표면거칠기의 영향
- [APCFS2020에서 발표, 여주호 외, Proceedings of the APCFS2020, Jeju 2020 November]
- 표면거칠기 시험조건
- 시험재질 : STS316L steel, 18wt% Mn steel
- 시험온도 : RT, 저온 (-60 °C for STS316L, -40 °C for 18wt% Mn)
- 시험조건 : 압력: 10 MPa N₂ 및 H₂ 가스, 펀치속도 : 1.0, 0.1 및 0.01 mm/min
- 표면거칠기: EDM(Wirecut) vs. 기계가공(polishing) 비교
- 반복회수 : 2회
- 표면거칠기 측정결과: 시험편 가공방법에 따라 표면거칠기는 큰 차이를 나타냄.
- STS316L강: 와이어컷 면: Ra 2.88 연마가공 면: Ra 0.14
- 18%Mn 강: 와이어컷 면: Ra 2.40 연마가공 면: Ra 0.11
- 와이어컷 가공의 경우, 방전가공에 의한 국부적 용융으로 표면이 경화되어 치밀한 조직으로 되어 있어서 고압수소환경하에서 그 영향의 검토가 필요하다.



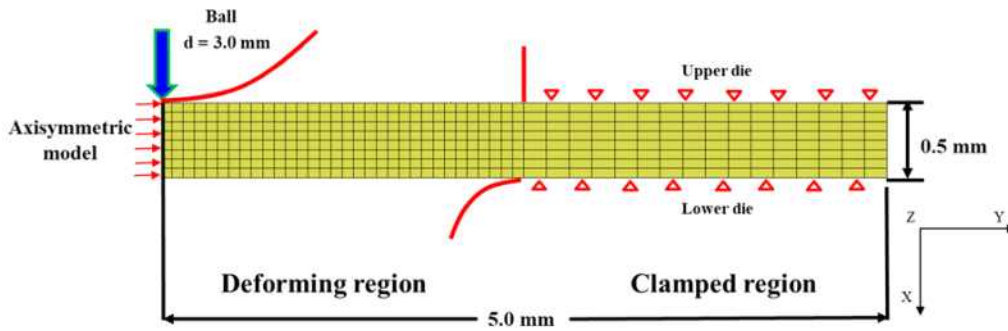
[10 MPa H₂환경하 in-situ SP시험시 각 강재의 표면거칠기가 SP 에너지에 미치는 영향]



[10 MPa H₂환경하 in-situ SP시험시 각 강재의 표면거칠기가 RRT에 미치는 영향]

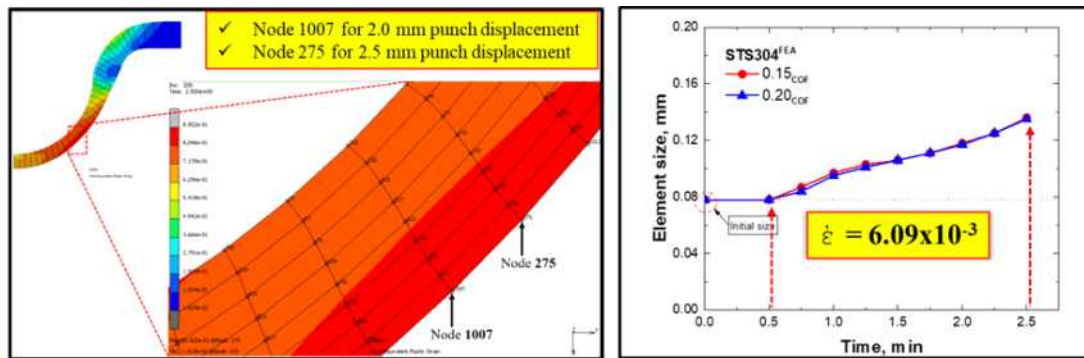
- 이상의 실험 결과, Austenite계 스테인레스강에서는 시험온도와 편치속도에 무관하게 가공방식에 따른 시험편 표면거칠기는 수소취화 민감도의 정량적 특성인자인 SP 에너지와 RRT에 거의 영향을 미치지 않는 인자임을 알 수 있음. 따라서 고압수소하 in-situ SP시험에 사용될 시험편은 다양한 표면 가공법의 적용이 가능하다.

- SP시험 결과 기반 시험편의 접촉 변형거동의 FEA해석 실시
- 해석내용: FEA를 통한 강구/시험편간 마찰계수 추정, SP시험시 부과 펀치속도 상당 변형률속도 및 펀치변위에 따른 응력분포 및 응력피크 위치의 변이 계산
- 시험재질 : STS304L steel
- 해석모델 : 2차원 축대칭 해석, 4-node bilinear, Marc Mentat 2019
- 펀치 볼, 상하부 다이는 강체로 규정
- 요소수: 384EA, 질점수: 441 EA
- 요소 사이즈: 변형영역 0.078125 x 0.0625 mm, 체결영역 0.15625 x 0.0625 mm



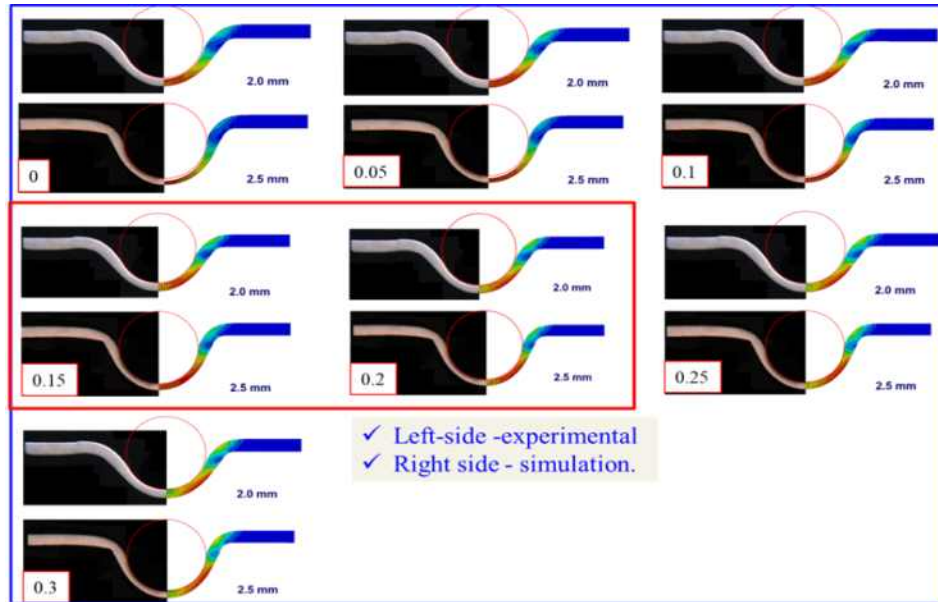
[해석에 사용한 FEA모델]

- SP시험시 펀치속도에 따라 시험편에 부과된 변형률 속도 계산 결과: 수치계산결과 시험편 표면에 발생하는 von Mises 응력과 등가 소성 변형율의 최대치는 동일한 절점에서 발생하였고, 이들 절점간 변위차로부터 시험편에 발생한 최대 변형률속도를 계산하였다.



[소정 펀치속도에서 최대응력 대응 변형부의 변위 계산 결과]

- 해석 결과: 펀치속도 1 mm/min 에서 SP시험편 수소노출 측 표면에 발생한 변형률속도는 $2.0 \sim 6.0 \times 10^{-3}$ /s 범위에 해당함. 한편 펀치속도 0.1 mm/min 와 0.01 mm/min의 경우 발생한 변형률속도가 각각 $2.0 \sim 6.0 \times 10^{-4}$ /s 와 $2.0 \sim 6.0 \times 10^{-5}$ /s 범위에 해당하여, 낮은 값을 나타내었다. in-situ SP시험의 경우, 수소취화가 영향을 미치는 시험편의 소성변형구간에서는 강구와 접촉부 부근에 응력분포의 구배 존재와 더불어 2축응력상태로 천이가 발생하는 관계로 통상 SSRT의 일축인장시험 경우보다 가혹한 하중조건임을 추정할 수 있다.

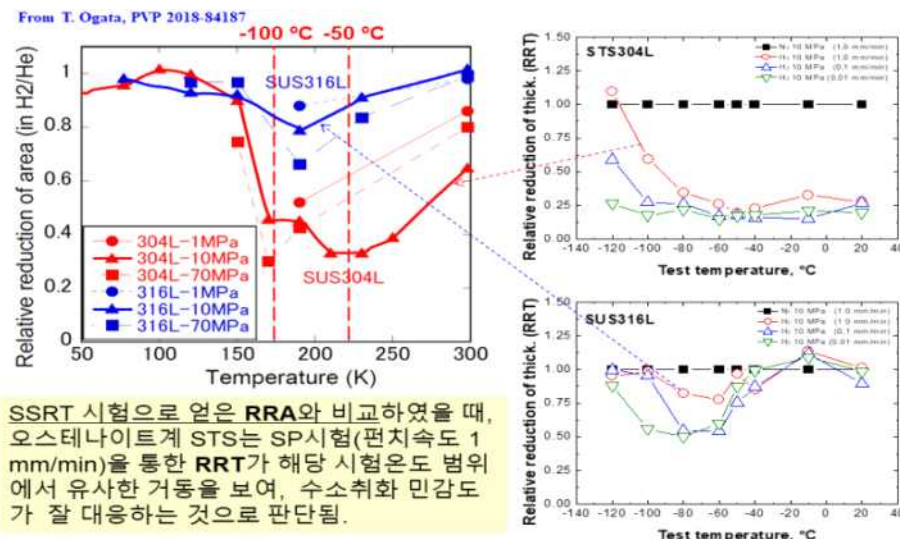


[강구와 시험편 간 마찰계수의 영향 계산 결과 (실온, 공기중)]

- SP시험시 강구와 시험편에 작용하는 마찰계수(μ)를 0~0.3까지 달리하여 수치해석한 결과, 마찰계수 $\mu = 0.15$ 혹은 0.20에서 얻어진 단면형상이 SP시험 결과와 양자간 유사한 변형부 형상과 두께를 나타내는 것을 확인할 수 있다. 따라서 SP시험시 강구 볼과 시험편에 작용하는 마찰계수 $\mu = 0.2$ 로 하여 수치해석을 수행함. 특히 마찰계수는 강구압입시 시험편의 소성변형에 현저하게 영향을 미쳐 수치해석을 추정은 실제적으로 중요하고 의미가 있다.

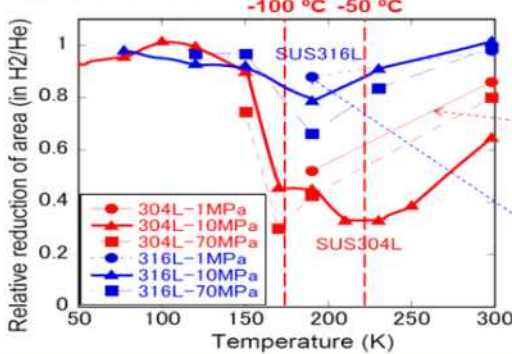
나. 간편시험법의 금속소재 수소취화 스크리닝 적합성 평가기술 검증

- in-situ SSRT (RRA)의 구축을 통한 간편시험법(인시츄 SP)적용 평가인자(RRT) 적합성 검증
- in-situ SP시험을 통해, fcc계 STS강, bcc계 탄소강 및 저합금강에서 Moderate HE거동 ($0.4 < RRT < 0.6$, 하중-변위 선도상 Region III, IV에서 파단)을 나타낸 경우: SP데이터(RRT)의 적용 신뢰성을 확보하기 위해, 중공시험편을 사용한 in-situ SSRT 시험절차(ANU版) 개발하였다.
- SSRT(RRA) vs. SP(RRT) 데이터 비교 실시
- 최근 중공시험편을 사용한 인장시험법(SSRT)이 국제표준안(ISO WD 7039 (2021))으로 제안 되어, ISO/TC164/SC1/WG9에서 현재 IS제정 절차가 진행 중에 있다.
- 오스테나이트계 스텐레스강에 대해 인시츄 SSRT시험결과 (RRA)와 비교를 통한 간편시험법 (인시츄 SP) 평가인자 RRT의 적합성 검증

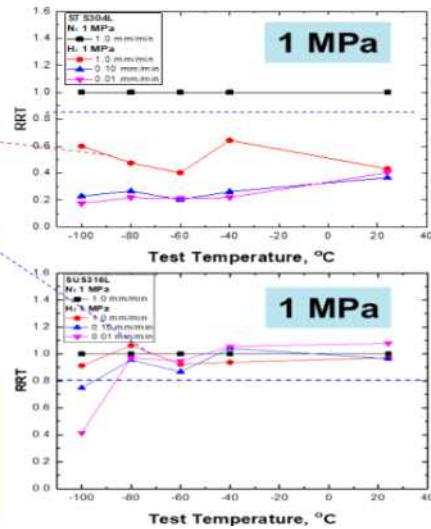


[STS304L강과 SUS316L강에 대해 10 MPa H₂환경에서 인시츄 SP시험결과(RRT)와 중공시험편을 사용한 SSRT(RRA)의 비교]

From T. Ogata, PVP 2018-84187

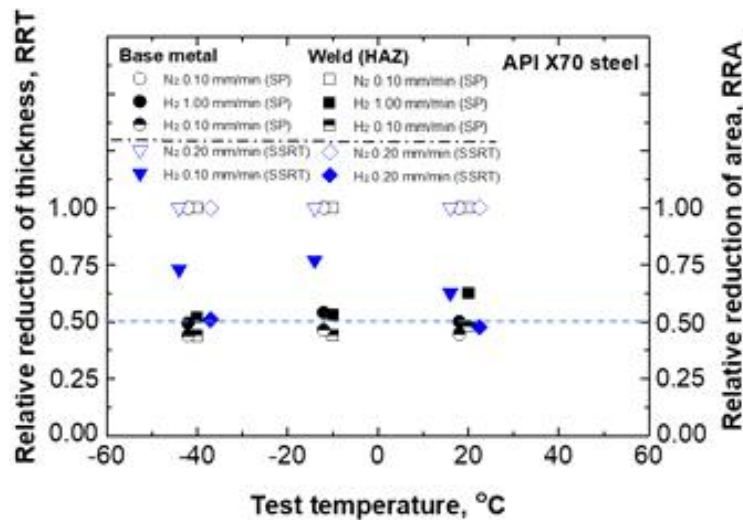


SSRT 시험으로 얻은 RRA (1 MPa 데이터 수 적음)와 비교시, 오스테나이트계 STS는 SP시험(펀치속도 1 mm/min) RRT가 해당 시험온도 범위에서 유사한 거동을 보여, HE 민감도가 어느정도 대응하는 것으로 판단됨.



[STS304L강과 SUS316L강에 대해 1 MPa H₂환경에서 인시츄 SP시험결과(RRT)와 중공시험편을 사용한 SSRT(RRA)의 비교]

- 간편시험법을 사용한 페라이트계 강(API-X70 강) 및 용접재의 HE 민감도의 정량적 평가인자 비교



[API-X70강 모재 및 용접재의 인시츄 시험결과, RRT(SP시험@8 MPa)와 RRA(SSRT @10 MPa)의 비교]

- RT 및 -40°C에서, 개발한 인시츄 SSRT 측정 결과, 용접 영역에 무관하게 RRA=0.47~0.57로, 인시츄 SPT결과 RRT≈0.5와 유사한 값을 나타내 양호한 대응관계를 보인다.
- 페라이트계 강재의 인시츄SPT 결과, Moderate HE(Tpye II, III)에 해당하는 경우, SSRT시험을 통한 비교 결과, 인장강도(UTS) 저하없이, 넥킹부에서 연신율의 저하에 해당하는 Mide HE거동을 확인하였다.
- Bcc구조를 갖는 배관강 및 용접부에 대한 인시츄 SP시험을 통해 얻은 HE 민감도 스크리닝 평가인자, RRT의 적용 유효성을 확인함. 간편시험법의 적용 신뢰성 확보를 위해서는 다양한 금속재료에 대한 데이터 축적을 통한 신뢰성 확보가 필요하다.

다. 고압 수소환경에서 인시츄 SP시험후 페라이트 성분 분석을 통한 STS강의 수소취화 기구 분석

◦ in-situ SP시험후 시험편의 페라이트 분율 측정: Feritscope-FMP30 (Helmut Fischer)



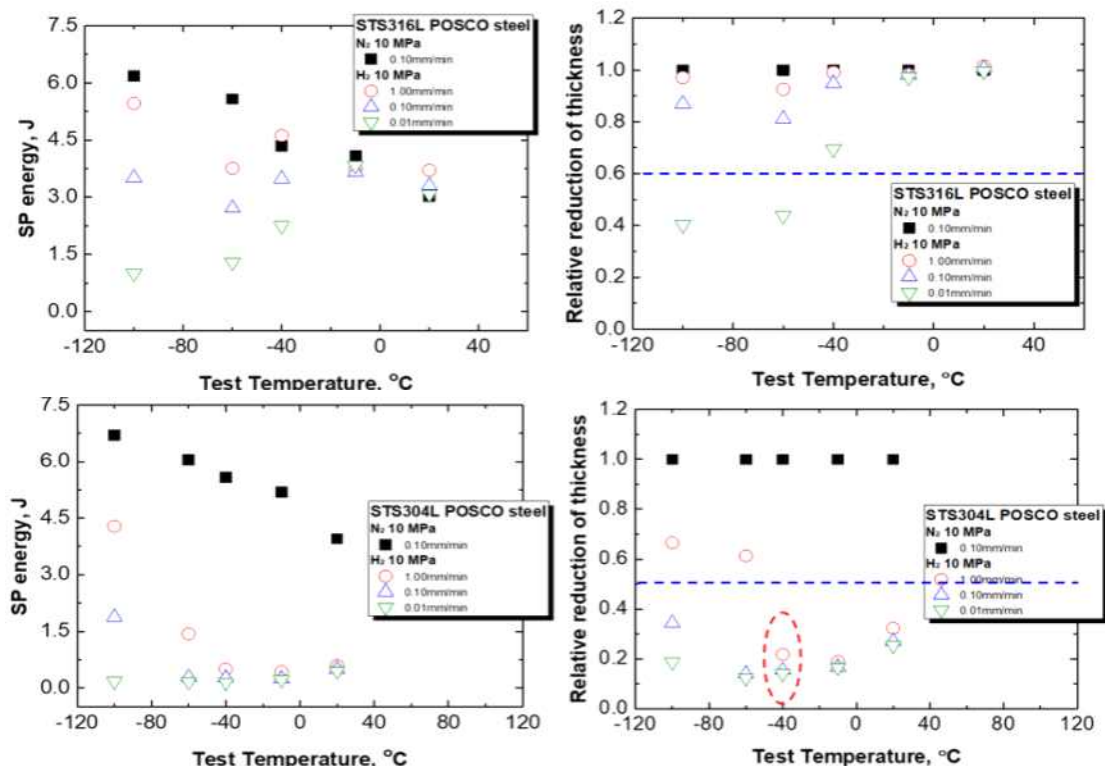
Features

- 자기유도방식을 사용하여 오스테나이트계 강 및 듀플렉스 강의 페라이트 함량을 측정할 수 있음
- 0.1~80 % Fe 또는 0.1~110 FN 범위 내 페라이트 함량의 비파괴식 측정 가능
- (1)측정 범위 별로 5개 표준 시편 구성 (Calibration)
- (2) 제품 특성에 따라 프로브 선택 가능



[페라이트 성분의 비파괴식 측정을 위한 Probe의 Calibration 광경]

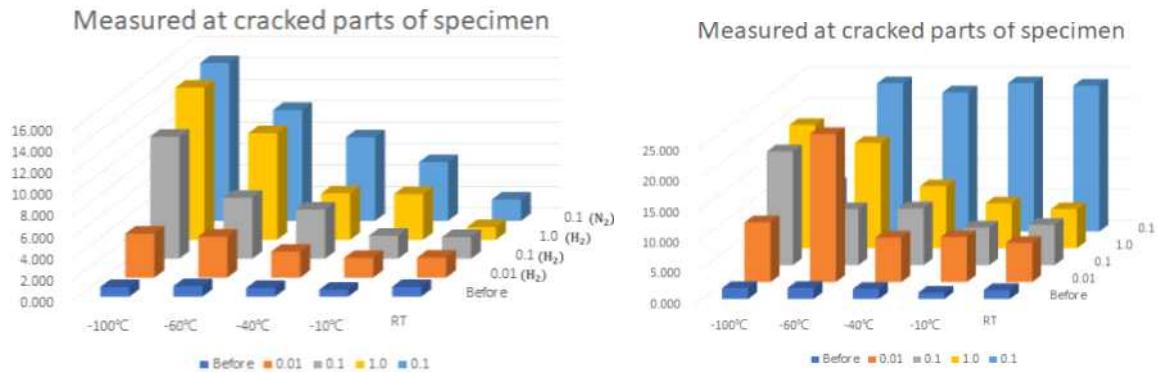
◦ 고압/저온 수소 환경에서 in-situ SP시험을 통한 오스테나이트계 STS316L강/STS304L강의 SP파라미터
- (SP에너지, RRT)를 사용한 수소취화 민감도 정량적 평가 결과)



[in-situ SP시험을 통해 10 MPa H₂환경에서 측정한 (a) STS316L강 및 (b) STS304L강의 수소취화 민감도의 정량적 평가결과: SP파라미터(SP에너지, RRT)의 온도, 펀치속도 의존성]

- STS316L강의 경우, 10 MPa N₂ 환경에서는 저온으로 갈수록 상당한 저온변태로 인한 경화가 발생, 파면은 덩플의 연성 파괴 형태. 10 MPa H₂ 조건에서 STS316L 강은 펀치속도에 관계없이 RT 및 -10°C에서 HE 거동을 나타내지 않았다. 그러나 -40°C에서 HE가 0.01mm/min에서는 발생하기 시작하였고, RRT가 0.7로 감소하여 준벽개 파면. 저온/0.01mm/min에서는 0.5보다 낮은 RRT를, 그 외 다른 펀치속도에서는 시험 온도 범위에서 RRT>0.8을 나타내었다.

- STS304L강의 경우, 10 MPa N₂ 조건에서 상당한 저온경화 발생이 하였고, 파면에는 딥플의 연성 파괴 형태가 관찰됨. 10 MPa H₂ 조건에서 STS304L강은 펀치속도에 관계없이 실온에서부터 상당한 HE거동을 나타냄. 시험온도가 낮아질수록 현저하였고, -40℃에서 가장 심하게 나타난다. 그 후 -100℃에서 약간의 HE가 완화되는 거동을 보여 펀치속도 의존성을 나타냈다.
- 고압/저온에서 인시츄 SP시험후 STS316L강/STS304L강에 대한 페라이트 성분 측정 결과 및 수소취화 기구의 해석



[in-situ SP시험 후 (a) STS316L강과 (b) STS304L강에서 측정한 Ferrite 성분]

- STS316L강의 경우, 10 MPa N₂환경에서 SP시험후 오스테나이트상에서 마르텐사이트상으로 변형유기 변태한 페라이트 성분은 시험온도에 크게 의존하였고, 저온으로 갈수록 현저한 변태에 따른 페라이트 증가를 나타내었고, 이로 인한 SP에너지와 최대하중의 증가와 같은 저온경화 현상을 관찰할 수 있었다.
- 10 MPa H₂환경에서 HE가 발생하지 않은 시험온도(RT, -10℃, -40℃)에서는 잔류 페라이트성분이 약 4% 이하로 낮았기 때문에, 펀치속도에 따른 HE에 미치는 영향이 나타냄. 낮은 펀치속도의 경우, 저온에서는 마르텐사이트 변태가 증가하여 페라이트 성분이 10%이상으로 나타났고, 이로 인한 낮은 펀치속도의 경우, 변형초기부터 마르텐사이트 변태에 기인한 수소취화가 현저하게 발생하는 HE기구를 설명하였다.
- STS304L강의 경우, 10 MPa N₂하에서 SP시험후 변형률유기 마르텐사이트 변태량은 시험온도에 무관하게 20% 전후로 높아서 저온에서 현저한 가공경화를 나타냄. -100℃에서는 페라이트성분이 9% 대로 감소하여, 발생한 HE 완화거동을 뒷받침. 10 MPa H₂하에서 STS304L강은 오스테나이트 상 안정성이 낮아서 RT부터 현저한 마르텐사이트 변태가 발생하였고, 이것이 수소의 확산속도를 높여서 RT에서부터 펀치속도가 높은 경우에도 현저한 HE를 나타낸 이유를 설명하고 있다.

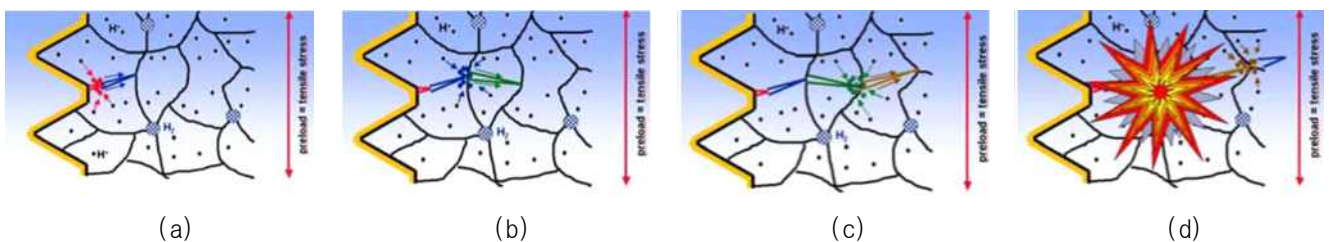
8) 금속재료의 물성변화 예측기술

(1) 금속재료의 수소취성을 고려한 파손모델 선정 (2019년)

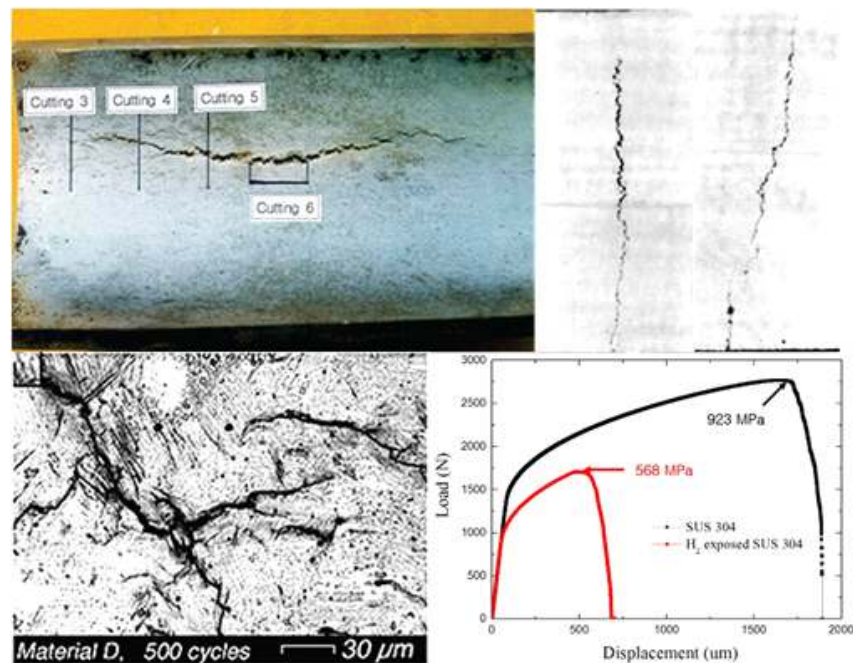
- 수소취화 메커니즘 및 손상역학 기반의 해석기법 분석
- 시험편 예비해석 및 최적 파손모델 선정

가. 수소취화 메커니즘 및 손상역학 기반의 해석기법 분석

- 수소취성 메커니즘 분석
- 수소취성에 대한 원인은 아직 확실히 밝혀지지 않았지만, 크기가 작은 수소원자가 입계를 따라 이동하여 입계간 갈라짐을 유발하기 때문이라는 이론이 지배적이다.
- 수소취화가 일어난 금속은 외력을 받았을 때 입계와 수소 간의 상호작용에 의해 내의 압력이나 전위 슬립현상으로 인해 항복강도, 파단강도, 연신율 등 기계적 물성이 저하된다.



[수소취성 메커니즘 (a) 표면에 수소원자가 모임, (b) 입계를 따라 수소원자가 이동, (c) 입계간 갈라짐 발생, (d) 인장응력을 이기지 못하고 파괴]



[수소취성의 예]

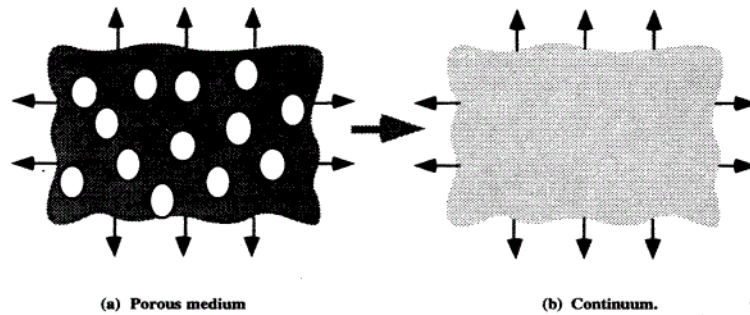
- 손상역학 기반의 해석기법 분석
- 손상역학 기반의 연성파괴 모델은 Rice and Tracy 모델, Gurson 모델, GTN(Gurson-Tvergaard-Needleman) 모델, Rousselier 모델 등이 있다.
- GTN 모델
- (참고문헌* : M.Springmann et al, Computational Materials Science, vol.32, (2005) 544-552)
- Gurson 모델은 재료가 연속체처럼 거동한다는 가정에 따라 다공성 매체 내의 소성 유동을 해석하였음.
- 전체 유동거동에 미치는 공극들의 영향이 간접적으로 모델에 포함되어 있으며, 연속체이고 균질로 가정되는 재료에 대해서는 공극의 효과가 균등화된다.
- 연성파괴는 국부 변형띠를 형성하는 소성 불안정에 기인하는 것으로 판단되며 불안정이 더 쉽게 일어나는 이유는 정수압응력에 의한 변형을 연화 때문이지만 Gurson 모델은 개개의 공극을 고려하지 않기 때문에 공극간의 네킹 불안정을 예측할 수 없다.
- Gurson 모델은 항복 포텐셜을 식 (1)~(3)과 같이 표현한다.

$$\Phi = \frac{3}{2} \frac{S_{ij} S_{ij}}{\sigma_{YS}^2} + 2f \cosh\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_{YS}}\right) - [1 + f^2] = 0 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$S_{ij} = \sigma_{ij} - \sigma_m \delta_{ij} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\delta_{ij} = \begin{cases} 1 & i = j \\ 0 & i \neq j \end{cases} \quad \dots\dots\dots (3)$$

S_{ij} : 편차응력, f : 공극의 부피비, δ_{ij} : Kronecker 델타, σ_m : 정수압 응력(평균 응력)



[다공성 재료에 대한 연속체 모델]

- Tvergaard는 기존의 Gurson 모델에 세 개의 조정 매개변수 를 추가하였으며, Tvergaard와 Needleman은 기존 공극의 부피비인 를 유효 공극체적비 로 변경하여 급격한 파괴를 묘사할 수 있도록 한다.
- 하지만 GTN 모델의 조정 매개변수는 9개로 너무 많은 조정 매개변수를 가진다는 단점을 가짐.

$$\Phi = \frac{3}{2} \frac{S_{ij} S_{ij}}{\sigma_{YS}^2} + 2q_1 f^* \cosh\left(\frac{3}{2} q_2 \frac{\sigma_m}{\sigma_{YS}}\right) - [1 + q_3 f^{*2}] = 0 \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$f^* = \begin{cases} f & f \leq f_c \\ f_c + K(f - f_c) & f > f_c \end{cases} \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$K = \frac{f_u - f_c}{f_f - f_c} \quad \dots\dots\dots (6)$$

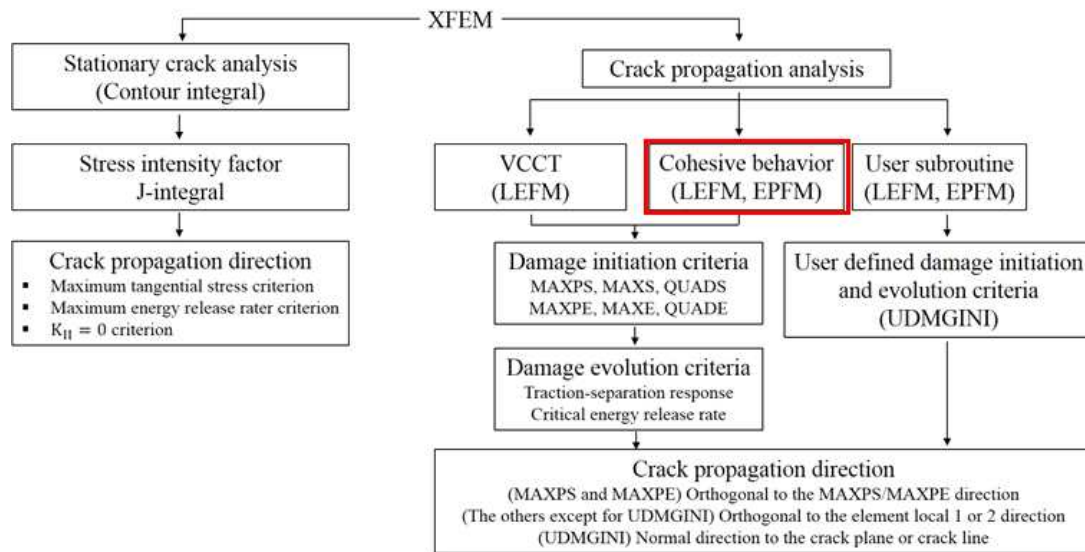
$$\dot{f} = \dot{f}_{growth} + \dot{f}_{vcl.} \quad \dots\dots\dots (7)$$

$$\dot{f}_{growth} = (1 - f) tr(\epsilon^p) \quad \dots\dots\dots (8)$$

$$\dot{f}_{vcl.} = \frac{f_N}{S_N \sqrt{2\pi}} \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\bar{\epsilon}^p - \epsilon_N}{S_N} \right)^2 \right] d\bar{\epsilon} \dots\dots\dots (9)$$

f^* : 유효 공극체적비

- XFEM(eXtended Finite Element Method)
- (참고문헌* : E.Giner et al, Engineering Fracture Mechanics, vol.76, (2009) 347-368, ABAQUS Document 6.14)
- XFEM은 균열에 의해 교차되는 절점에 균열 면의 경우 식 (10), 균열 선단의 경우 식(11)을 이용하여 추가적인 자유도를 부여함으로써 기존 FEM을 개선한 방법으로 식 (10)과 같이 나타남(재료 및 구조 불연속성을 구현하기 위한 유연성과 다양성 제공).
- XFEM을 이용한 균열해석 방법은 정적균열해석과 균열진전해석으로 나뉨.
- 정적균열해석은 contour integral method로 금속재료의 파괴물성인 응력확대계수(SIF, Stress Intensity Factor, K), J-적분 값 등이 도출된다.



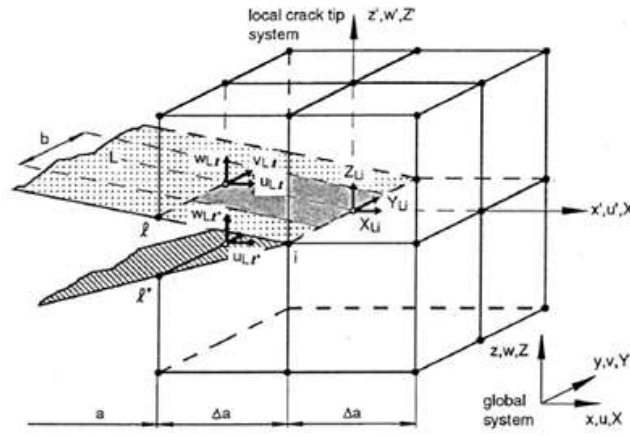
[XFEM 방법 및 기준]

$$H(x) = \begin{cases} 1 & \text{if } (x - x^*), n \geq 0 \\ -1 & \text{otherwise} \end{cases} \dots\dots\dots (10)$$

$$F_\alpha(x) = [\sqrt{r} \sin \frac{\theta}{2}, \sqrt{r} \cos \frac{\theta}{2}, \sqrt{r} \sin \theta \sin \frac{\theta}{2}, \sqrt{r} \sin \theta \cos \frac{\theta}{2}] \dots\dots\dots (11)$$

$$u = \sum_I^N N_I(x) [u_I + H(x) a_I + \sum_{\alpha=1}^4 F_\alpha(x) b_I^\alpha] \dots\dots\dots (12)$$

- XFEM을 이용한 균열진전은 VCCT(Virtual Crack Closure technique), cohesive 거동, user subroutine을 활용하여 해석 가능하다.
- VCCT 기반 수치해석법은 균열 진전 전 후 두 상태에 에너지 보존법칙을 적용한 것으로 균열 선단 부근의 에너지 방출률이 재료의 물성으로 나타나는 특성 값을 넘어서게 되면 재료의 결합력을 이기고 균열이 진전됨. 하지만 복잡한 구조물에 대해서는 적용이 불가능하다는 단점이 있다.



[3차원 VCCT 모델]

$$G_I = -\frac{1}{2\Delta A} Z_{Li} (w_{Li} - w_{Li}^*) \quad (13)$$

$$G_{II} = -\frac{1}{2\Delta A} X_{Li} (u_{Li} - u_{Li}^*) \quad (14)$$

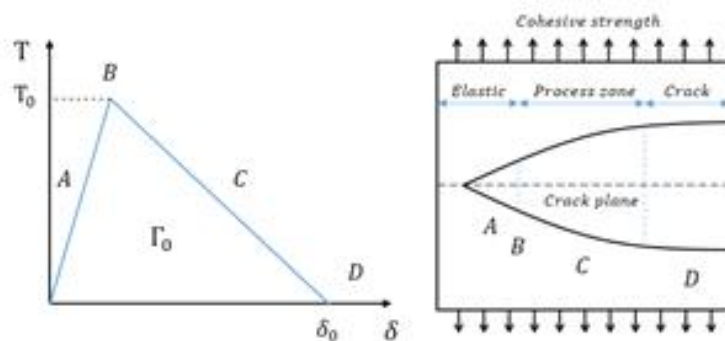
$$G_{III} = -\frac{1}{2\Delta A} Y_{Li} (v_{Li} - v_{Li}^*) \quad (15)$$

$$G_T = G_I + G_{II} + G_{III} \quad (16)$$

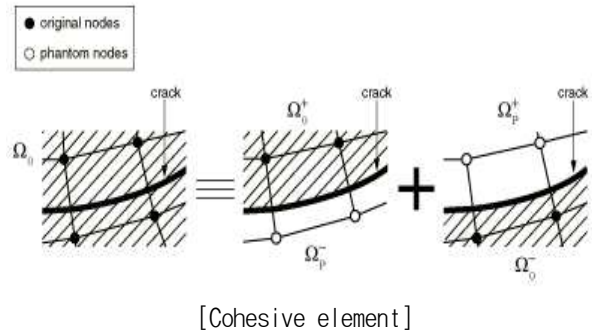
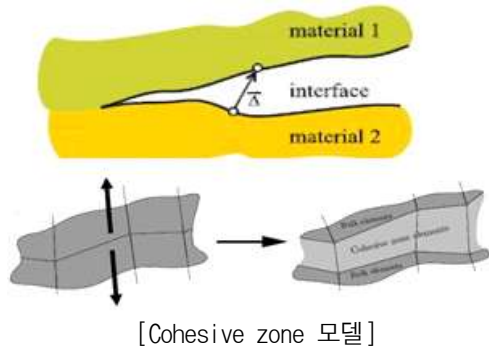
$$f = \frac{G_T}{G_T^C} \quad (17)$$

if $f \geq 1$, fracture occurs

- Cohesive 거동 기반 수치해석법은 traction-separation law에 기초하고 있다.
- 유사한 cohesive zone 모델의 경우 서로 다른 재료를 접합하는 경우에 주로 사용되며, 균열이 요소의 면을 따라 직선으로 진행한다는 점과 균열의 진전 경로를 지정해주어야 한다는 단점이 있음. 하지만 cohesive 요소를 이용한 방법은 아래 그림과 같이 요소 내에 phantom 절점을 생성하여 균열이 진전하므로 경로에 상관없이 균열의 진전을 나타낸다는 장점이 있다.

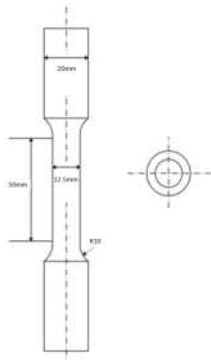


[Traction-separation law, Γ_0 : Cohesive energy, T_0 : Cohesive strength, δ_0 : Critical separation]

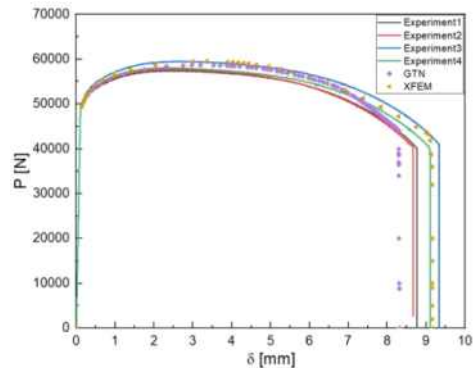


나. 시험편 예비해석 및 최적 파손모델 선정

- 시험편 예비해석
 - GTN 모델을 이용한 SS400 강 예비 인장해석을 통해 손상역학 매개변수 결정
 - 해석은 상용프로그램인 ANSYS MECHANICAL을 사용하였으며, 대칭성을 고려하여 1/2모델로 작성하였음. 하중은 길이방향으로 24mm까지 인장하였으며, 시험편의 그림부에 고르게 하중이 전달된다고 가정하였다.
 - 시험과 수치해석을 비교한 결과 SS400 강의 탄소성 거동과 네킹 현상을 적절히 묘사하였으며, 파손 변형률 기준 최대 11.8%의 정밀도를 보인다.
 - XFEM을 이용한 API X70강 예비 인장해석 수행
 - 해석은 상용프로그램인 ABAQUS Static/General을 사용하였으며, Cohesive 거동 기반의 XFEM을 이용하였다.
 - 예비 인장해석 결과의 타당성은 2차년도 상세해석 및 참조 데이터와의 비교를 통해 입증 예정이다.



[인장시험편 제원 및 형상]



[수치해석 및 시험 결과]

q_1	q_2	q_3	f_c	ε_N	f_f	S_N	f_N	f_0
1.5	1	2.25	0.08	0.1	0.2	0.3	0.01	0.0001

[수치해석을 통해 도출한 GTN 모델의 매개변수]

T_0 (MPa)	δ_0 (mm)	Γ_0 (kN/m)
601.6	0.133	40

[수치해석을 통해 도출한 XFEM 모델의 매개변수]

- 최적 파손모델 선정
 - 손상역학 기반 해석기법 분석 및 시험편 예비 인장해석 결과 GTN 모델에 비해 XFEM을 사용했을 경우 도출하고자 하는 변수가 적고, 경로에 상관없이 균열의 진전을 나타낸다는 장점을 가지므로 최적 파손모델로 선정하였다.

(2) 수소환경 금속재료의 수치해석 기반 물성변화 예측기술 개발 (1) (2020년)

- 수소환경 시험 데이터 수집 및 분석
- 수소취성 주요인자 도출 및 물성변화 예측기법 개발

가. 수소환경 시험 데이터 수집 및 분석

- 수소환경 조건에 따른 물성 시험 데이터 수집 (P-δ 곡선 등)
- 수소환경에 따른 재료 물성의 변화를 분석하기 위해 여러 실험조건 하 금속재료의 실험데이터(화학조성비, 실험조건, 시편종류, 기계적 물성 등)를 수집, 정리하였다.
- 수집한 금속재료를 실험조건에 따라 3개(A-C)로 분류하였으며, 그 중 재료 물성은 분석에 사용할 SUS316, SUS316L, JIS-SCM435, JIS-SM490B에 대해서만 나타내었다.
- A : 동일 온도에서의 실험으로 압력에 따른 수소기체의 영향을 평가할 수 있으며, 그 중 SUS316과 SUS316L에 대한 결과를 그래프로 분석하였다.
- B : 동일 압력에서의 실험으로 온도에 따른 수소기체의 영향을 평가할 수 있다.
- C : 상온 대기압 조건에서의 실험으로 파괴물성 예측기법을 검증하기 위해 사용하였다.
- 수소취성 주요인자 도출을 평가하기 위해 봉형(smooth round bar) 및 봉형노치(notched round bar) 시편에 대한 실험을 수행한 API-X70을 선택하였다.

	(wt %)												
	C	Si	Mn	P	Fe	S	Nb	Ti	Ni	Cu	Cr	Mo	V
SUS304	0.059	0.45	0.85	0.028	-	0.002	-	-	8.15	-	18.16	0.32	-
SUS316	0.046	0.63	0.93	0.031	-	0.001	-	-	10.12	-	16.89	2.06	-
SUS316L	0.021	0.54	0.88	0.021	-	<0.001	-	-	12.22	-	17.64	2.19	-
SUS316 (hi-Ni)	0.048	0.39	1.43	0.024	-	0.002	-	-	12.46	-	17.06	2.33	-
API-X70	0.07	-	1.68	0.012	-	0.01	-	-	0.14	0.1	0.07	-	-
API-X80	0.06	0.27	1.81	0.011	Bal.	0.002	0.07	0.015	0.3	0.28	0.015	0.31	-
JIS-SCM435	0.35	0.2	0.77	-	-	-	-	-	-	-	1.05	0.2	-
JIS-SM490B	0.16	0.44	1.43	0.017	-	0.004	-	-	-	-	-	-	-
SM490A	0.16	0.31	1.35	0.19	Bal.	0.004	-	-	-	-	-	-	0.033

[금속재료의 화학조성비]

	항복강도 (MPa)	인장강도 (MPa)	연신율 (%)	Vickers 경도
SUS316	263	586	61	140
SUS316L	229	528	66	136
JIS-SCM435	671	824	-	256
JIS-SM490B	360	537	-	153

[금속재료의 기계적 물성]

구분	재료	실험조건	시편종류	참고문헌
A	SUS304	0.1 MPa gN ₂ , -24 ℃	봉형	1)
		109 MPa 99.999% gH ₂ , -24 ℃		
		Air, RT		
		83 MPa 99.999% gH ₂ , RT		
	SUS316	0.1 MPa gN ₂ , -40 ℃	봉형	
		102 MPa 99.999% gH ₂ , -40 ℃		
		Air, RT		
		83 MPa 99.999% gH ₂ , RT		
	SUS316L	0.1 MPa gN ₂ , -40 ℃	봉형	

		115 MPa 99.999% gH ₂ , -40 ℃		
		Air, RT		
		78 MPa 99.999% gH ₂ , RT		
	SUS316(hi-Ni)	115 MPa gN ₂ , -40 ℃	봉형	
		115 MPa 99.999% gH ₂ , -40 ℃		
		Air, RT		
		115 MPa 99.999% gH ₂ , RT		
	API-X70	atm, RT	봉형 봉형노치	2)
		10 MPa, 100 % gH ₂		
	API-X80	0.1 MPa gN ₂ , 40 ℃	봉형	3)
		12 MPa 99.999% gH ₂ , 40 ℃		
B	JIS-SCM435	115 MPa 99.999% gN ₂ , -40 ℃	봉형	4)
		115 MPa 99.999% gH ₂ , -40 ℃		
		115 MPa 99.999% gN ₂ , RT		
		115 MPa 99.999% gH ₂ , RT		
		115 MPa 99.999% gN ₂ , 120 ℃		
		115 MPa 99.999% gH ₂ , 120 ℃		
	JIS-SM490B	115 MPa 99.999% gN ₂ , -40 ℃	봉형	
		115 MPa 99.999% gH ₂ , -40 ℃		
		115 MPa 99.999% gN ₂ , RT		
		115 MPa 99.999% gH ₂ , RT		
		115 MPa 99.999% gN ₂ , 120 ℃		
		115 MPa 99.999% gH ₂ , 120 ℃		
C	SM490A	atm, RT	봉형노치	5)

참고문헌

1) S. Matsuoka et al., “Criteria for determining hydrogen compatibility and the mechanisms for hydrogen assisted, surface crack growth in austenitic stainless steels”, Engineering Fracture Mechanics 153 (2016) 103–127.

2) T. T. Nguyen et al., “Effect of low partial hydrogen in a mixture with methane on the mechanical properties of X70 pipeline steel”, International Journal of Hydrogen Energy 45 (2020) 2368–2381.

3) T. Zhang et al., “Effect of microstructure inhomogeneity on hydrogen embrittlement susceptibility of X80 welding HAZ under pressurized gaseous hydrogen”, International Journal of Hydrogen Energy 42 (2017) 25102–25113.

4) H. Matsunaga et al. “Slow strain rate tensile and fatigue properties of Cr–Mo and carbon steels in a 115 MPa hydrogen gas atmosphere”, International Journal of Hydrogen Energy 40 (2015) 5739–5748.

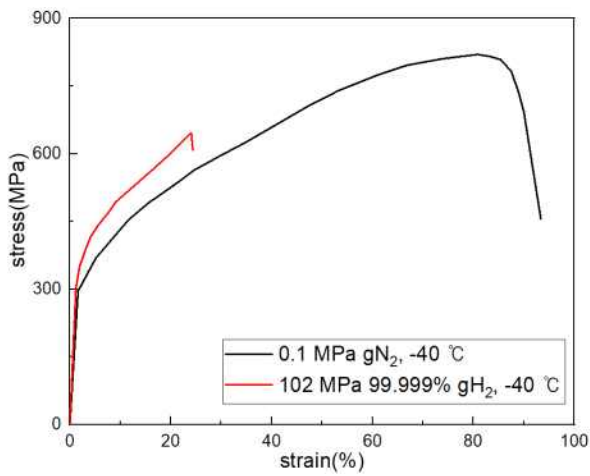
5) G. G. Youn et al, “Numerical prediction of notch bluntness effect on fracture resistance of SM490A carbon steel”, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 43 (4) (2020) 660–671.

참고문헌

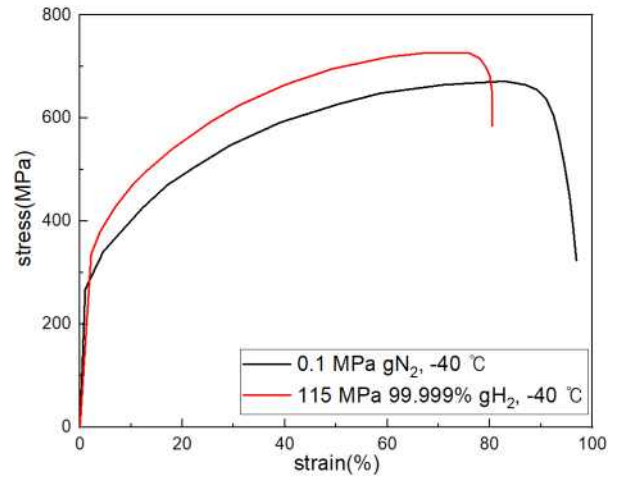
- 1) S. Matsuoka et al., "Criteria for determining hydrogen compatibility and the mechanisms for hydrogen assisted, surface crack growth in austenitic stainless steels", Engineering Fracture Mechanics 153 (2016) 103-127.
- 2) T. T. Nguyen et al., "Effect of low partial hydrogen in a mixture with methane on the mechanical properties of X70 pipeline steel", International Journal of Hydrogen Energy 45 (2020) 2368-2381.
- 3) T. Zhang et al., "Effect of microstructure inhomogeneity on hydrogen embrittlement susceptibility of X80 welding HAZ under pressurized gaseous hydrogen", International Journal of Hydrogen Energy 42 (2017) 25102-25113.
- 4) H. Matsunaga et al. "Slow strain rate tensile and fatigue properties of Cr-Mo and carbon steels in a 115 MPa hydrogen gas atmosphere", International Journal of Hydrogen Energy 40 (2015) 5739-5748.
- 5) G. G. Youn et al, "Numerical prediction of notch bluntness effect on fracture resistance of SM490A carbon steel", Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 43 (4) (2020) 660-671.

[수소환경 하 금속재료의 실험조건 및 시편종류]

- 수소환경에 따른 주요 물성변화 분석 (σ - ϵ 곡선 등)
- 실험온도 및 수소기체의 압력에 따른 물성변화를 그래프로 비교하였다(흑색선은 질소기체 및 공기 하에서의 실험결과, 적색선은 수소기체 하에서의 실험결과를 나타내었다).
- SUS316과 SUS316L의 경우 상온에 비해 저온에서 수소취성이 더 확연하게 나타났다(저온에서 연신율은 각각 73 %, 15 % 감소한 반면 상온에서 연신율의 변화는 0.05 %미만이었다).
- JIS-SCM435의 경우 -40 °C, 상온, 120 °C의 온도에서 연신율이 각각 0.3 %, 0.2 %, 0.24 % 감소하였으며, JIS-SM490B의 경우 -40 °C, 상온, 120 °C의 온도에서 연신율이 각각 0.6 %, 0.42 %, 0.28 % 감소하였다.

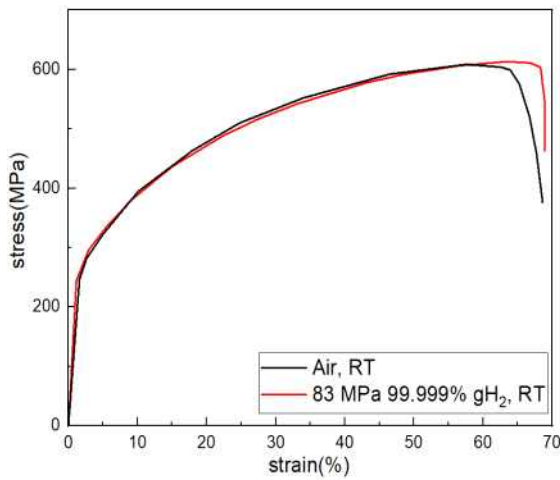


(a) SUS316

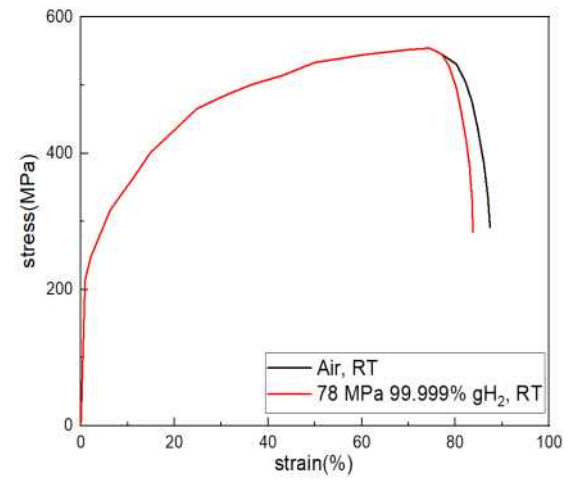


(b) SUS316L

[$-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 수소기체 압력에 따른 물성 변화]

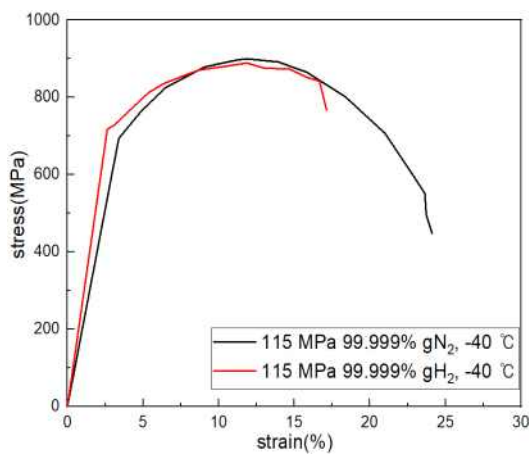


(a) SUS316

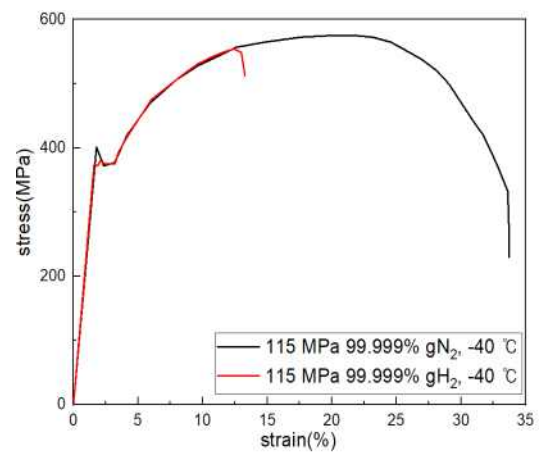


(b) SUS316L

[상온에서 수소기체 압력에 따른 물성 변화]

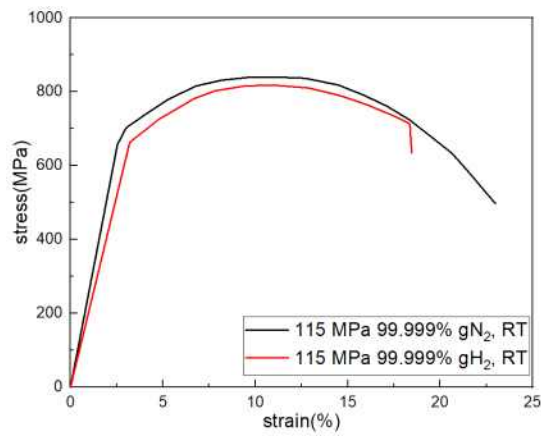


(a) JIS-SCM435

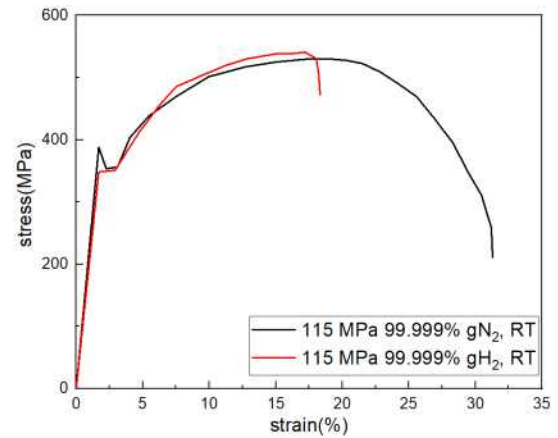


(b) JIS-SM490B

[저온 고압 수소환경 하에서의 물성 변화]

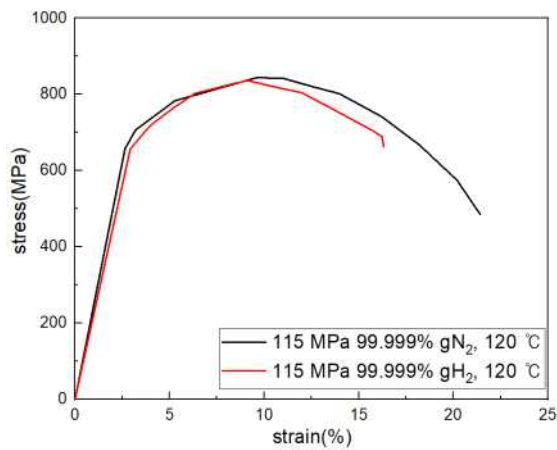


(a) JIS-SCM435

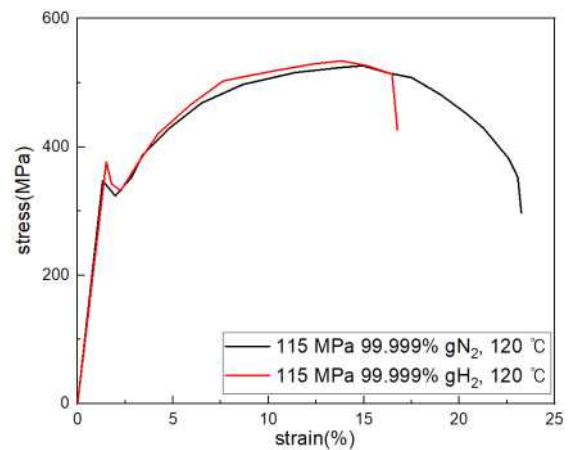


(b) JIS-SM490B

[상온 고압 수소환경 하에서의 물성 변화]



(a) JIS-SCM435



(b) JIS-SM490B

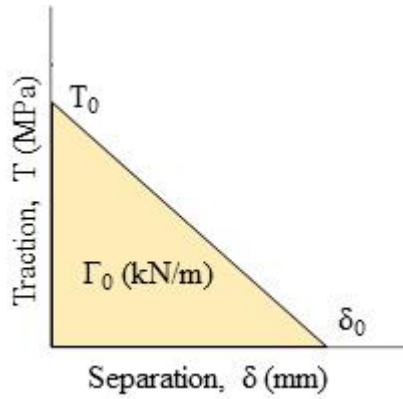
[고온 고압 수소환경 하에서의 물성 변화]

재료	실험조건	인장강도 (MPa)	연신율 (%)	단면감소율 (%)
SUS316	0.1 MPa gN ₂ , -40 °C	820	93.4	83.6
	102 MPa 99.999% gH ₂ , -40 °C	646	24.4	23.8
	Air, RT	613.2	69	84.6
	83 MPa 99.999% gH ₂ , RT	608.5	68.6	51.3
SUS316L	0.1 MPa gN ₂ , -40 °C	672	96.9	82.6
	115 MPa 99.999% gH ₂ , -40 °C	726	80.5	69
	Air, RT	554.5	83.7	87
	78 MPa 99.999% gH ₂ , RT	554.5	87.4	82
JIS-SCM435	115 MPa 99.999% gN ₂ , -40 °C	898	24.1	70
	115 MPa 99.999% gH ₂ , -40 °C	886	17.1	36
	115 MPa 99.999% gN ₂ , RT	843	23	73
	115 MPa 99.999% gH ₂ , RT	820	18.5	47
	115 MPa 99.999% gN ₂ , 120 °C	842	21.4	72
	115 MPa 99.999% gH ₂ , 120 °C	835	16.3	47
JIS-SM490B	115 MPa 99.999% gN ₂ , -40 °C	577	33.7	79
	115 MPa 99.999% gH ₂ , -40 °C	554	13.3	24
	115 MPa 99.999% gN ₂ , RT	529	31.3	81
	115 MPa 99.999% gH ₂ , RT	537	18.3	32
	115 MPa 99.999% gN ₂ , 120 °C	525	23.3	73
	115 MPa 99.999% gH ₂ , 120 °C	530	16.8	31

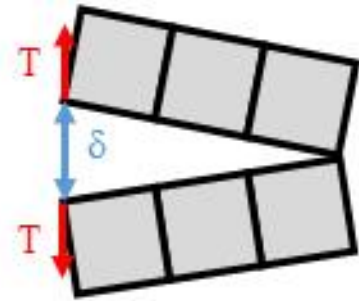
[재료의 실험 조건에 따른 결과 분석]

나. 수소취성 주요인자 도출 및 물성변화 예측기법 개발

- 최적 파손모델 대상 수소취성 주요인자 도출
- 확장유한요소법(XFEM)의 여러 옵션 중 TSL(traction-separation law)에 기반하여 응집 세그먼트(cohesive segment) 거동을 결정하였으며, 3개의 변수(cohesive strength(T_0), cohesive energy(Γ_0), critical separation(δ_0) 중 2개의 변수가 결정되면 불연속성 거동을 모사할 수 있는 간략한 방법을 채택하였다.

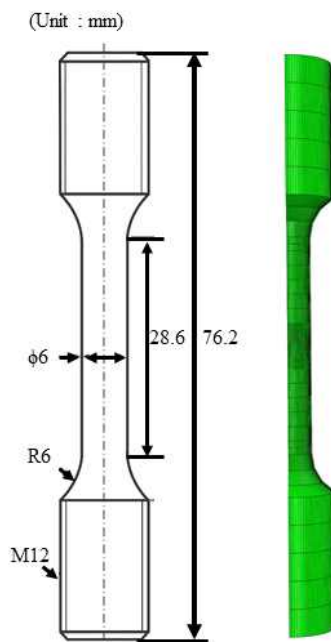


[선형 TSL 변수의 상관관계]

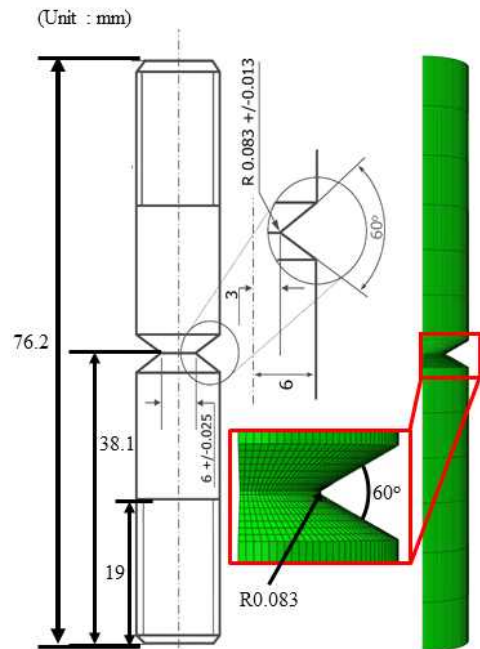


[Cohesive element]

- 해석시간 및 비용을 단축하기 위해 SSRT(slow strain rate test) 시편은 대칭조건을 이용하여 1/4 모델로 구성하였으며, C3D8R(3차원 8절점 감차적분) 요소를 사용하였다.
- 봉형시편은 32,129개의 절점과 28,975개의 요소로, 봉형노치시편은 13,449개의 절점과 15,465개의 요소로 구성하였으며, 두 시편의 하부 체결부를 모든 방향에 대해 고정 후 상부 체결부에 변위제어로 하중을 부여하였다.

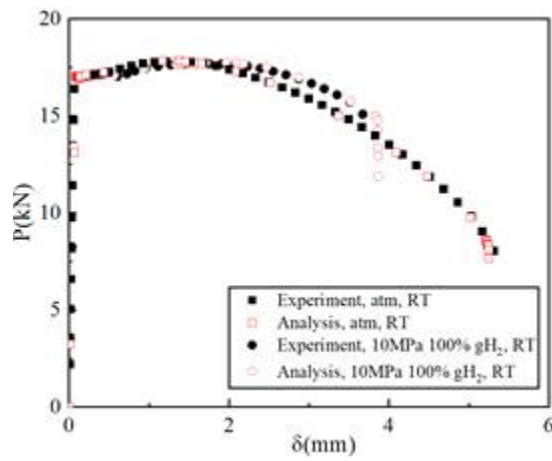


(a) 봉형시편

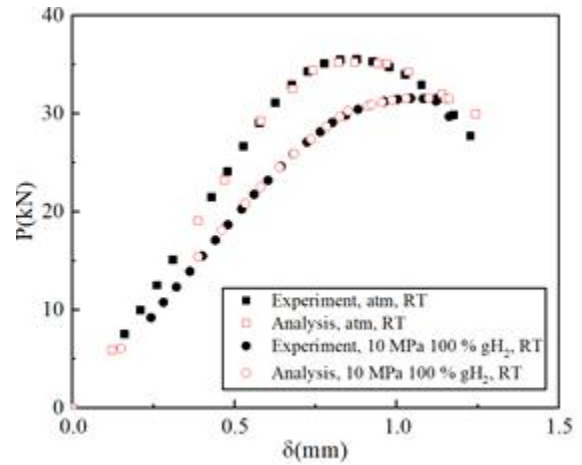


(b) 봉형노치시편

[시편 형상 및 유한요소모델]



(a) 봉형시편



(b) 봉형노치시편

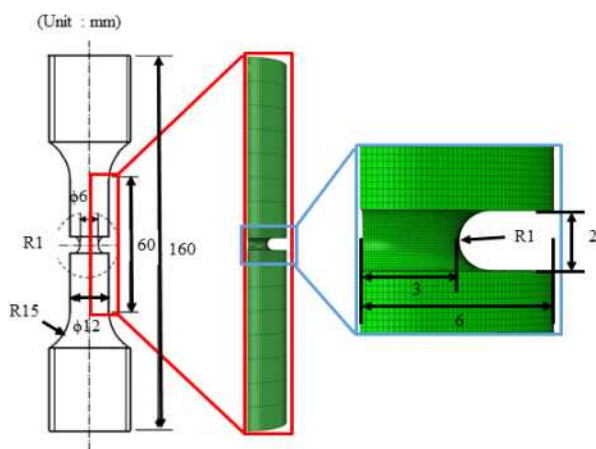
[SSRT 실험 및 해석결과 비교]

- 대기압, 상온 조건 및 10 MPa 100 % 수소기체 조건에서 API-X70의 TSL 변수를 도출하였다(두 조건에서 실험 및 해석 결과를 비교하였을 때 편차는 봉형시편의 경우 각각 4 %와 6 %, 봉형노치시편의 경우 1% 와 1.1%로 크지 않음).
- 10 MPa 100 % 수소기체 조건에서 봉형시편의 경우 T_0 , Γ_0 , δ_0 는 각각 20.8 %, 36.7 %, 19.9 % 감소하였으며, 봉형노치시편의 경우 T_0 , Γ_0 , δ_0 는 각각 28.6 %, 50 %, 30.1 % 감소하였다.

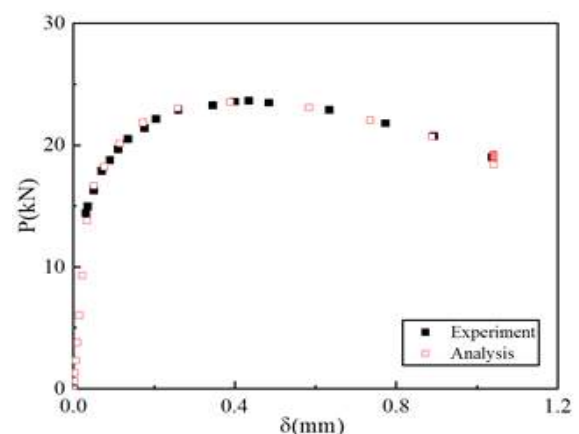
시편	실험조건	T_0 (MPa)	δ_0 (mm)	Γ_0 (kN/m)
봉형	atm, RT	1,250	0.176	110
	10 MPa 100 % gH ₂ , RT	990	0.141	70
봉형노치	atm, RT	1,610	0.186	150
	10 MPa 100 % gH ₂ , RT	1,150	0.13	75

[SSRT 해석을 통해 도출한 API-X70 TSL 매개변수]

- 수소취성 주요인자별 민감도 분석을 통한 물성변화 예측기법 개발
- API-X70의 수소환경 유무에 따른 파괴물성 예측에 앞서 논문 분석을 통해 수집한 SM490A 탄소강 데이터를 이용하여 봉형노치시편에 대한 인장해석 및 CT시편에 대한 균열진전해석을 수행하였다.
- 노치 반경이 1 mm인 봉형노치시편은 대칭조건을 이용하여 1/4로 모델링하였으며, 19,680개의 절점과 17,425개의 C3D8R 요소로 구성하였음. 인장실험 및 해석결과를 비교하여 다음과 같이 TSL 변수를 도출하였다.



[SM490A 탄소강 봉형노치시편 형상 및 유한요소모델]

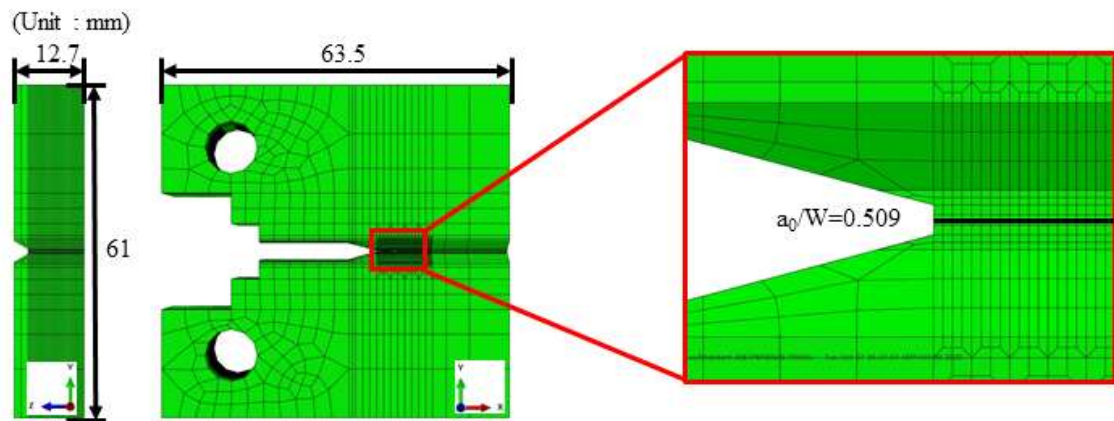


[SM490A 탄소강 인장실험 및 해석결과 비교]

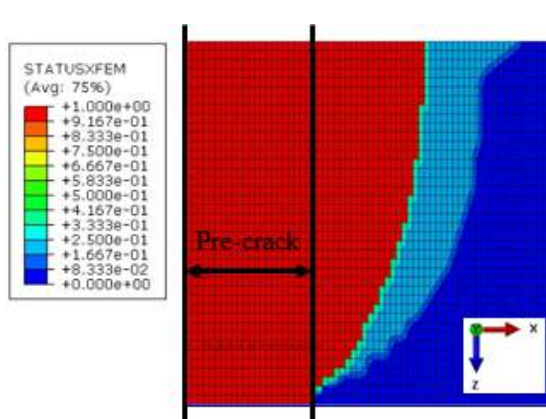
T_0 (MPa)	δ_0 (mm)	Γ_0 (kN/m)
1,500	0.2	150

[인장해석을 통해 도출한 SM490A 탄소강 TSL 매개변수]

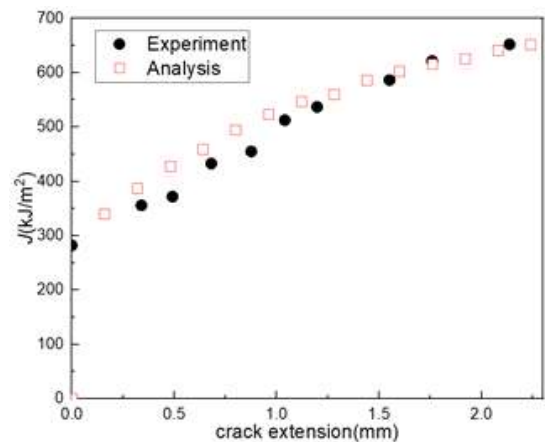
- 10 % side groove의 표준 CT시편은 대칭조건을 이용하여 1/2로 모델링하였으며, 77,158개의 절점과 72,286개의 C3D8R 요소로 구성하였다.
- 아래 홀은 z축 회전을 제외하고 고정하였으며, 윗 홀은 y 방향으로 변위제어를 통해 하중을 부여하였음. 초기 균열은 3.5 mm로 설정하였으며, 확장유한요소법으로 평균 균열진전길이 2.7 mm까지 해석을 진행하였다.
- 실험 및 해석으로 구한 J-R 곡선은 유사하므로, 이를 3차년도 수소환경 유무에 따른 API-X70의 파괴물성을 예측에 활용할 예정이다.



[CT시편 균열진전해석 유한요소모델]



(a) 균열진전 형상



(b) 실험 및 해석 J-R 곡선

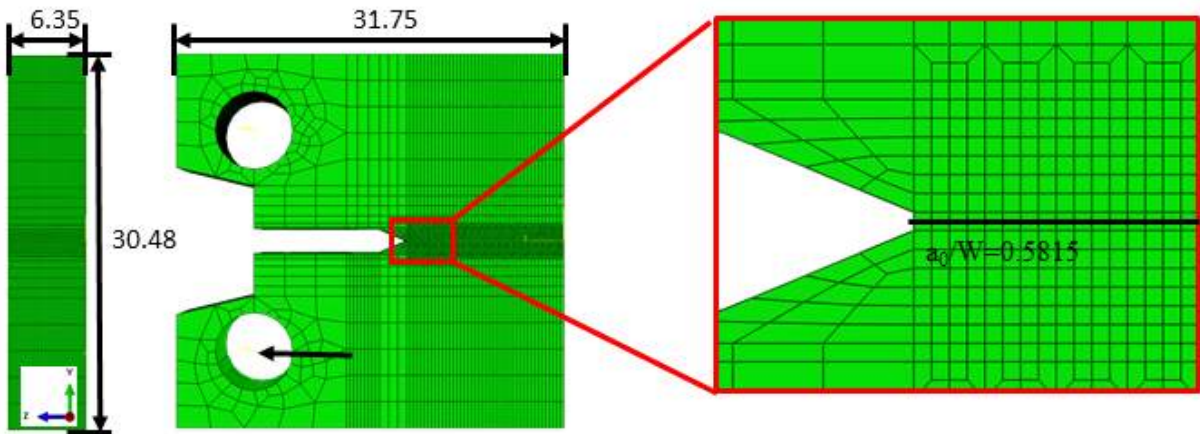
[해석결과]

(3) 수소환경 금속재료의 수치해석 기반 물성변화 예측기술 개발 (2) (2021년)

- 시험편의 수소환경 변화를 고려한 균열 해석 및 정량화
- 수소취성을 반영한 금속기기 사용적합성 평가 방안 수립

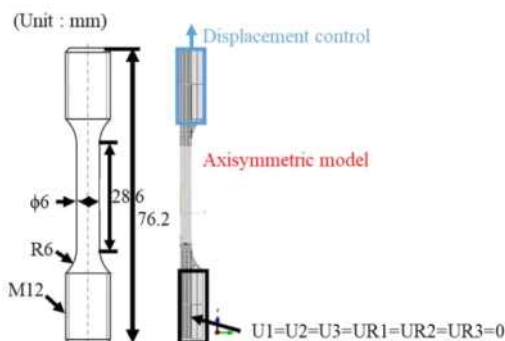
가. 시험편의 수소환경 변화를 고려한 균열 해석 및 정량화

- 다양한 수소환경에 따른 시험편의 균열 진전 해석 (J-R 곡선 도출)
- 2차년도에 수행한 API-X70 강 of SSRT 시험 해석 결과를 이용하여 CT 시험에 적용하였다.
- API-X70 강 of 1/2T-CT 시험은 size effect를 평가하기 위해 대기 조건에 대해서만 수행하였으며, 해석시간 및 비용을 단축하기 위해 대칭조건을 이용하여 1/2 모델로 구성하였다.
- 시험편은 127,065개의 절점과 119,742개의 C3D8R 요소로 구성하였으며, 아래 홀은 z축 회전을 제외하고 고정하였으며, 윗 홀은 y 방향으로 변위제어를 통해 하중을 부여하였다. 초기 균열은 2.34 mm로 설정하였으며, 확장유한요소법으로 평균 균열진전 길이 2.7 mm까지 해석을 수행하였다.

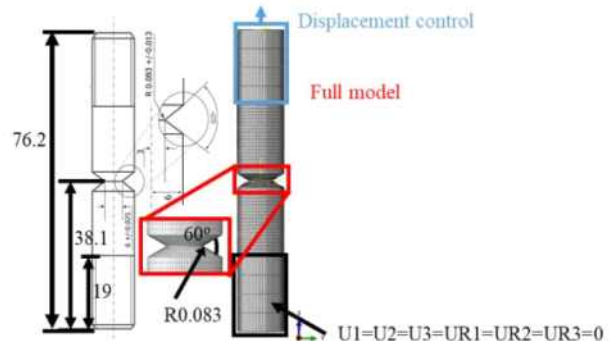


[CT시험 균열진전해석 유한요소모델]

- Al 6061-t6 및 CrMo 강에 대해 API-X70과 유사한 방법으로 해석을 수행하였으나, 해석시간 및 비용을 단축하기 위해 SSRT 시험을 축대칭 모델로 변경하였다.
- 봉형시험편은 32,129개의 절점과 28,975개의 CAX4R(4 절점 감차적분 축대칭) 요소로, 봉형노치시험편은 105,070개의 절점과 100,818개의 C3D8R 요소로 구성하였으며, 두 시험편의 하부 체결부를 모든 방향에 대해 고정 후 상부 체결부에 변위제어로 하중을 부여하였다.



(a) 봉형시험편



(b) 봉형노치시험편

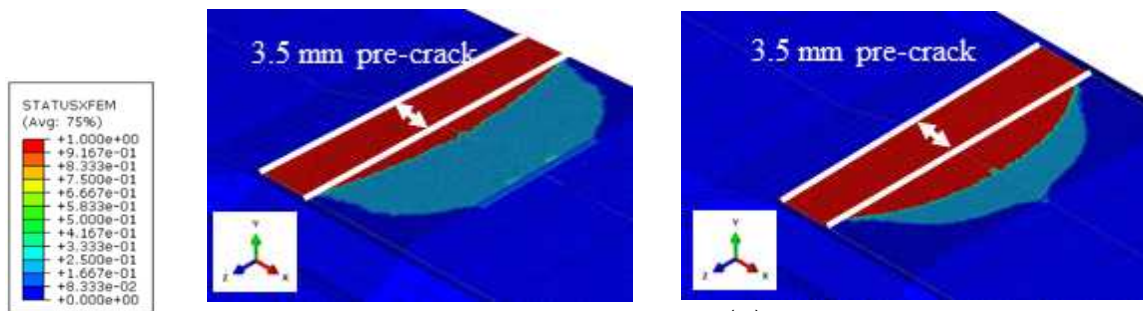
[시험편 형상 및 유한요소모델]

- Isight를 이용하여 최적화를 수행하였으며, 방법론을 비교하여 가장 적합한 Multi-island genetic algorithm을 이용하였다.

최적화 방법	장점	단점
Gradient based	- 해석시간이 짧음	- 초기 설계점에 의존적이므로 국소 최적화가 일어날 수 있음
Pattern based	- 해석시간이 짧음 - 연속/이산형 문제에 적합함	- 초기 설계점에 의존적이므로 국소 최적화가 일어날 수 있음
Exploratory technique	- 초기 설계점의 영향이 없어 전역 최적화가 가능함	- 해석시간이 오래걸림

[최적화 방법론 비교]

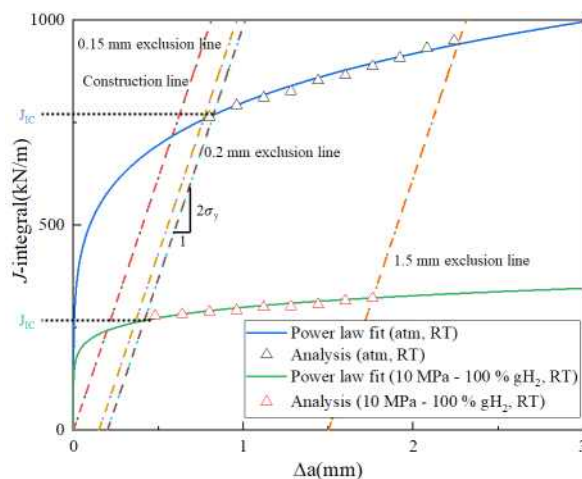
- CT 시편의 규격 및 해석조건은 앞서 API-X70 강에 사용한 것과 동일한 것을 사용하였으며, AI 6061-t6와 CrMo 강 모두 대기 및 수소조건에 대해 해석을 수행하였다.
- 수소취성 주요인자 및 물성변화 예측기법의 실험 검증 및 정량화
- API-X70 강의 1T-CT 시편 해석결과 JIC는 수소조건에서 대기조건에 비해 균열 길이 2.7 mm에서 J-integral은 638.2 kN/m 감소하였다.
- API-X70 강의 1/2T-CT와 1T-CT 시편에 대한 해석결과 JIC의 오차는 대기조건에서 40.2 %로 size effect가 나타났다.



(a) atm, RT condition

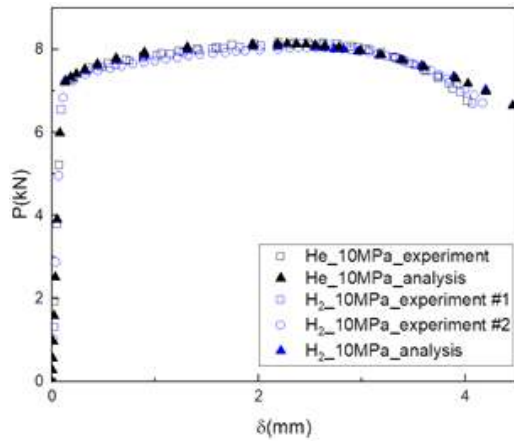
(b) 10 MPa 100 %gH₂, RT condition

[API-X70 강 1T-CT시편 해석결과]

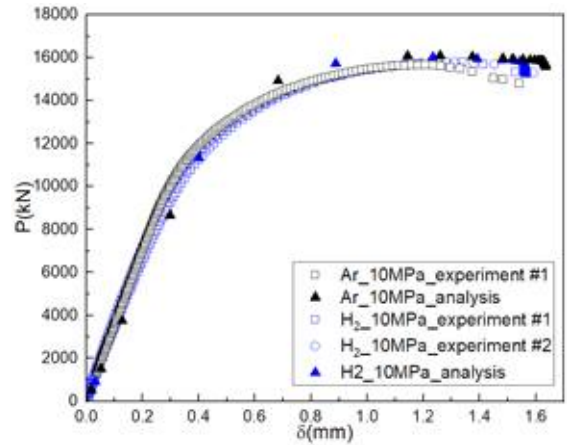


[대기 및 수소조건에 따른 API-X70 강의 J-R 곡선]

- Al 6061-t6 SSRT 시편에 대한 실험과 해석 결과 최대 오차는 5 %이내 이며, 적절한 TSL 변수를 도출하였다.



(a) 봉형시편



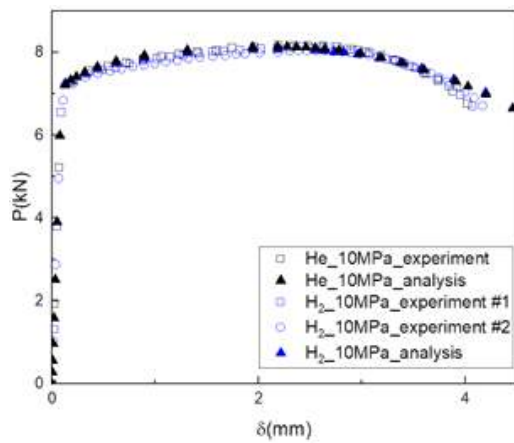
(b) 봉형노치시편

[Al 6061-t6 강 인장 해석결과]

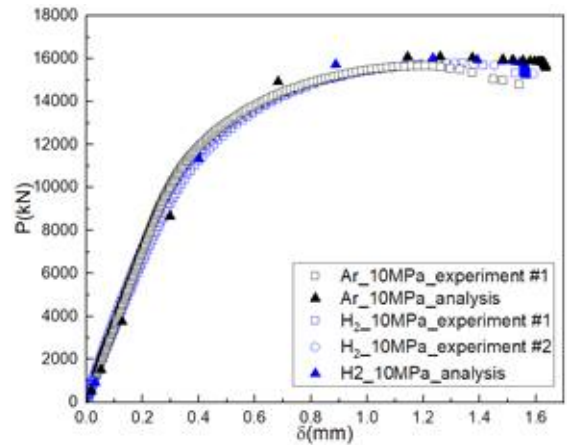
실험조건	T_0 (MPa)	δ_0 (mm)	Γ_0 (kN/m)
10 MPa noble gas, RT	575	0.35	100
10 MPa 100 % gH ₂ , RT	600	0.2	60

[인장해석을 통해 도출한 Al 6061-t6 강의 TSL 매개변수]

- CrMo SSRT 시편에 대한 해석 결과 최대 오차는 5 %이내 이며, 적절한 TSL 변수를 도출하였다.



(a) 봉형시편



(b) 봉형노치시편

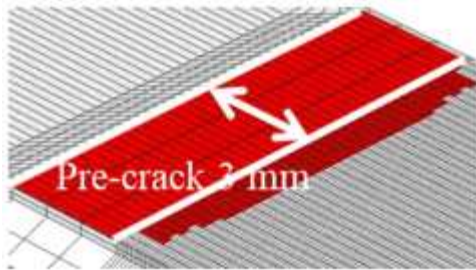
[CrMo 강 인장 해석결과]

실험조건	T_0 (MPa)	δ_0 (mm)	Γ_0 (kN/m)
62.5 MPa noble gas, RT	1,980	0.05	50
62.5 MPa 100 % gH ₂ , RT	1,260	0.28	180

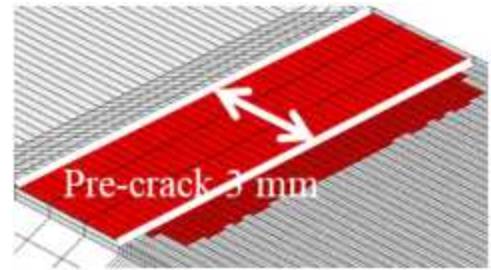
[인장해석을 통해 도출한 CrMo 강의 TSL 매개변수]

나. 수소취성을 반영한 금속기기 사용적합성 평가 방안 수립

- 금속기기 대상 물성변화 예측기법 예비 적용 및 평가
- Al6061-T6강의 대기 및 수소조건에서 JIC 값은 16.17 및 15.55 kN/m로 감소하였다.

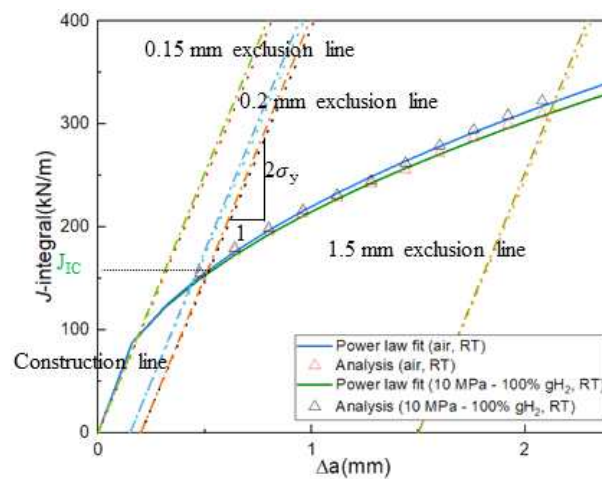


(a) 10 MPa noble gas, RT condition



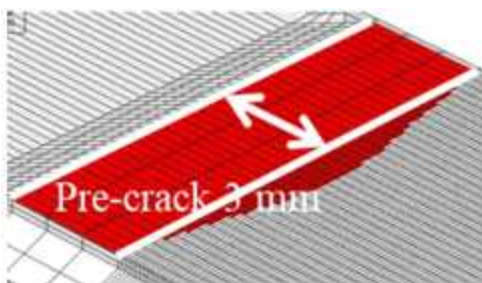
(b) 10 MPa 100 %gH₂, RT condition

[Al 6061-t6 강 1/2T-CT시편 해석결과]

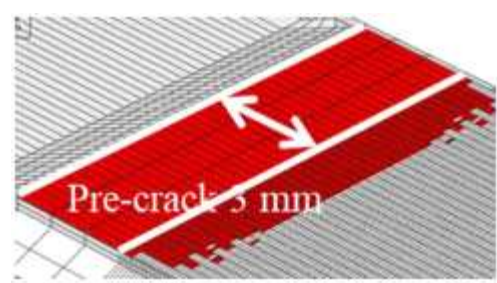


[대기 및 수소조건에 따른 Al 6061-t6 강의 J-R 곡선]

- CrMo강의 대기조건에 비해 수소조건에서 1/2T-CT 시편의 JIC 값은 44.8 % 감소하였다.
- CrMo강의 1/2T-CT 시편에 대한 실험과 해석 결과 대기조건의 JIC 값은 실험 결과 범위 내로 계산이 되었으므로 적절하다고 판단된다.

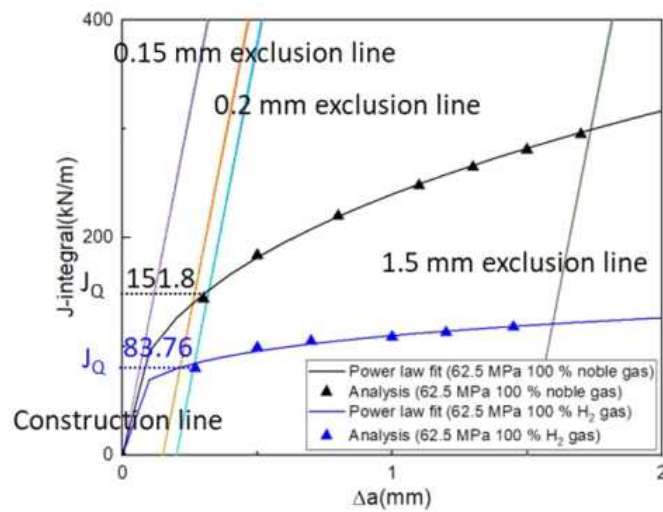


(a) 62.5 MPa noble gas, RT condition



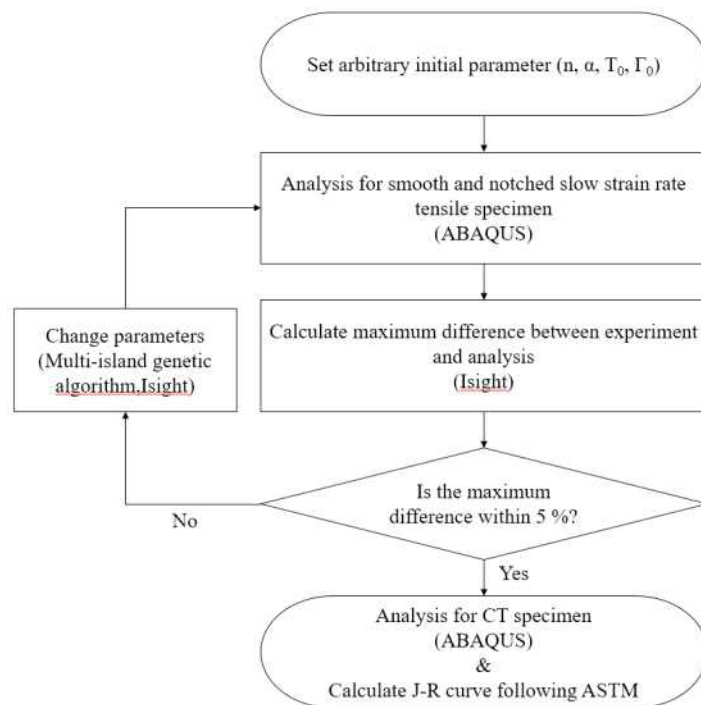
(b) 10 MPa 100 %gH₂, RT condition

[CrMo 강 1/2T-CT시편 해석결과]



[대기 및 수소조건에 따른 CrMo 강의 J-R 곡선]

- 수소취성을 반영한 금속기기의 물성변화 예측기법 적합성 평가 방안 수립
- ABAQUS와 Isight 연계를 통해 SSRT 실험과 해석 결과 오차가 5 % 이내가 되는 TSL 변수를 도출하였다.
- 도출한 최적 TSL 변수를 CT 시편에 적용하여 균열진전해석을 수행하고 이를 통해 J-R 곡선을 계산하였다.



[해석 순서도]

3. 연구개발과제의 수행 결과 및 목표 달성 정도

1) 연구수행 결과

(1) 정성적 연구개발성과

가. 1차년도 연구개발성과 및 자체 평가 수행 결과

1차년도 연구개발 성과품 현황

- 비금속 소재 물성 평가 시험 절차서 (인장, 경도, 수소투과도, 물리적 안정성)
- 비금속 소재 비교 숙련도 시험 보고서
- 안전 사용 적합성 평가를 위한 EPDM, FKM 표준 배합 개발
- 수소취화 간편시험법 개발
- 수소환경하 STS강의 최적 파손 모델 선정
- 비금속 소재 물성 평가 시험 성적서 4건, 논문 1건, 학술발표 14건

○ 1차년도 연구개발성과 및 자체 평가 수행 결과

성과 목표		자체 평가	달성현황
(01) 비금속 소재의 사용적합성 평가 측정 시스템 및 시험 절차서 개발	① 비금속소재의 물성 평가 시험 절차서 개발	• 비금속 소재의 인장 물성 시험절차서 개발 완료 • 비금속 소재의 경도 물성 시험 절차서 개발 완료 • 비금속 소재의 수소 투과도 측정 절차서 개발 완료 • 비금속 소재의 물리적 안정성 시험 절차서 개발 완료	100% 달성
	② 내부기관 간 비교 숙련도 평가	• 표준연과 KGS 비교 숙련도 시험	100% 달성
(02) 비금속 소재에 대한 내부기관간 비교 숙련도 평가 및 관련 해외 기준 조사	① 수소용기라이너 시험 측정 비교숙련도 평가	• KOLAS 비교숙련도 시험 (역학시험, 열중량 분석) • 내부 기관간 비교숙련도 시험	100% 달성
	② 해외 비금속소재 평가정보 조사	• 비금속소재 시험관련 해외 기준 및 연구 조사 • 비금속 소재 시험 평가 절차서에 따른 장비 구축 • 비금속 재료 평가 관련 연구 사례 조사 및 위험성 평가 실시	100% 달성
(03) 안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	① 상업화된 수소전기차 적용 비금속 소재 분석	• 실링 소재 4종 및 라이너 소재 1종에 대한 화학적 구조, 충전제 함량 및 열적 특성 분석 • 상용화 소재들의 예상 배상 및 물질 분석	100% 달성
	② 실링 소재 (EPDM, FKM)의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	• EPDM 소재의 충전제의 종류, 함량, 가교구조에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 특성 분석 완료 • FKM 소재의 화학적 구조, 충전제의 종류, 함량, 가교구조에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 특성 분석 완료 • 실링 소재(EPDM, FKM)의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정 완료	100% 달성
(04) 고압 수소환경하 금속소재 수소취화 스크리닝 간편시험법 개발	① 인시츄 SP법을 사용 한 수소취화 간편시 험법 개발 및 스크리 닝 적합성 평가기술 개발	• 국내외 수소취화 간편시험법 관련 자료(중공시험편, 차지한 SP시험편의 경우) 분석 실시함 • 고압, 저온 수소환경하 SP시험 기반 금속소재 취화 간편시험법 기술 확립	100% 달성
(05) 금속재료의 수소취성을 고려한 파손모델 선정	① 최적 파손모델 선정	• SS400 강 of GTN 모델 XFEM 비교를 통한 최적 파손모델 선정-학회 발표 1건	100% 달성

나. 2차년도 연구개발성과 및 자체 평가 수행 결과

2차년도 연구개발 성과품 현황

- 금속 소재 인장, 피로 특성 시험 절차서
- 비금속 소재 사용 적합성 평가 시스템 3종
- 실링 소재(EPDM) 및 라이너 소재 물성 평가 DB
- 안전 사용 적합성 평가를 위한 TPU 표준 배합 개발
- SP 시험 기반 금속 소재 취화 평가 및 수치 해석
- 수소환경하 API-X70강의 균열 진전 해석
- 금속/비금속 소재 물성 평가 시험 성적서 7건, 논문 9건, 특허출원 5건, 학술발표 15건, SW 개발 2건

○ 2차년도 연구개발성과 및 자체 평가 수행 결과

성과 목표			자체 평가	달성현황
(01) 금속소재의 역학 물성 측정 시험 절차서 개발 및 비교 숙련도 시험	①	금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 시험 절차서 개발	• 70 MPa 수소 환경에서의 인장 특성 시험 절차서 개발 완료 • 70 MPa 수소 환경에서의 피로 특성 시험 절차서 개발 완료 • 고압수소 환경 STS 소재 인장, 피로 물성 평가 및 DB 구축	100% 달성
	②	금속 소재에 대한 UN-GTR 13 주관 비교 숙련도 시험	• UN-GTR 13 주관 SSRT, 피로시험 국제 비교 시험 수행	100% 달성
(02) 비금속 소재의 사용적합성 평가 측정 시스템 및 시험 절차서 개발	①	비금속소재의 사용 적합성 평가 시스템 개발	• 비금속 소재의 재료 오염도 측정 시스템 개발 완료 • 고압 수소 환경 하 오링 내구성 평가 장치 개발 완료 • 고압 수소 환경 하 동적 마모 평가 장치 개발 완료	100% 달성
	②	고압 수소 환경 하 실링 소재 물성 평가 및 DB 구축	• 실링 소재(EPDM) 물성 평가 DB 구축 - KIFLT 선정 표준 배합된 EPDM 소재 20종의 물리적변화, 수소투과도, 인장, 경도 특성에 대한 DB 구축	100% 달성
(03) 수소용기 라이너의 안전적합성 평가 및 평가기준 개발	①	수소용기 라이너소재의 물성 평가 및 DB 구축	• 고압수소용 비금속소재 수소적합성 평가 장비 5종 구축 및 시험 절차서 개발 • 고압수소용 비금속 라이너 소재 수소작합성 평가 DB 확보 • 국제규격(CHMC2)에 따른 장비 성능 평가 및 공인성적서 획득	100% 달성
(04) 안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	①	실링 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	• 실링소재 (TPU) 수소 정합성 평가를 위한 표준 배합 및 제조 방법 제시	100% 달성
	②	라이너 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	• 라이너 소재 (PA6) 수소 정합성 평가를 위한 표준 배합 및 제조 방법 제시	100% 달성
(05) 고압 수소환경하 금속소재 수소취화 스크리닝 간편시험법 개발	①	고압 수소환경하에서 수소연료전지자동차용 금속소재의 취화 특성 데이터 분석: 수치해석 및 신뢰성 평가	• SP시험 기반 고압 및 저온 수소환경하에서 수소연료전지자동차용 금속소재의 취화특성 평가 실시 • 고압, 저온 수소환경하에서 수소연료전지자동차용 금속소재의 취화 특성 데이터 분석: 수치해석 및 신뢰성 평가 • SP시험 결과 기반 시험편의 접촉 변형거동의 FEA해석	100% 달성
(06) 수소환경 금속재료의 수치해석 기반 물성변화 예측기술 개발(1)	①	수소환경하 금속재료 물성 예측	• XFEM을 이용한 수소환경하 API-X70강 균열진전해석 수행-학회발표 1건	100% 달성

다. 3차년도 연구개발성과 및 자체 평가 수행 결과

3차년도 연구개발 성과품 현황

- 금속 소재 인장, 피로 특성 DB 구축
- 실링 소재(FKM, TPU) 및 라이너 소재(PA6, 11) 물성 평가 DB
- 금속, 비금속 소재 수소 적합성 평가 관련 국토부 고시 개정안
- 안전 사용 적합성 평가를 위한 TPU 실링 소재 및 PA 11 라이너 표준 배합 개발 및 물성 측정 표준 시험 방법
- SP 시험 기반 금속 소재 취화 평가 및 수치 해석
- 수소환경하 API-X70강의 균열 진전 해석
- 금속/비금속 소재 수소 환경 평가 관련 논문 16건, 특허등록 2건, 특허출원 2건, 학술발표 21건, SW 개발 2건

○ 3차년도 연구개발성과 및 자체 평가 수행 결과

성과 목표			자체 평가	달성현황
(01) 금속소재 사용 적합성 평가 기준 및 코드 개발	①	고압 수소 환경 금속 소재 물성 평가 및 DB 구축	• 고압수소 환경 AI 소재 인장, 피로 물성 평가 및 DB 구축	100% 달성
	②	고압수소 환경 금속 소재 사용 적합성 코 드 개발 및 국내 기 준 제안	• 국토부 자동차용 내압용기 안전에 관한 규정 개정안 제안	100% 달성
(02) 비금속 소재 사용적합성 평가 및 사용 적합성 기준 개발	①	고압 수소 환경 하 실링 소재 물성 평가 및 DB 구축	• 실링 소재(FKM, TPU) 물성 평가 DB 구축 - KIFLT 선정 표준 배합된 FKM, TPU 소재의 물리적변화, 수소투과도, 인장, 경도 특성에 대한 DB 구축	100% 달성
	②	고압수소 환경 비금 속 소재 사용 적합성 코드 개발 및 국내 기준 제안	• 국토부 자동차용 내압용기 안전에 관한 규정 개정안 제안	100% 달성
(03) 수소용기 라이너의 안전적합성 평가 및 평가기준 개발	①	수소용기 라이너소재 의 물성 평가 및 DB 구축	• 라이너 재료별 성능에 대한 안전성 평가 • 국토부 고시 개정안 제안	100% 달성
(04) 안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	①	Polyamide 11 (PA11) 라이너 소재의 수소 정합성 시험용 배합 표준화 개발	• PA 11 소재의 분자량 및 결정화도, glass fiber 함량 및 가공 방법에 따른 수소 노출에 의한 물리적, 기계적 특성 분석 완료 • PA 11 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정 완료	100% 달성
(05) 비금속 재료 분류 체계별 CHMC2에서 제안한 물성 측정 표준 시험 방법 개발	①	시험조건 설정을 위 한 소재별 등급 분류 체계 구축	• 실링 소재 3종 및 라이너 소재 2종에 대한 상온의 87.5 Pa 고압 수소 노출에 의한 부피 변화율 및 인장 물성 측정 • 부피 변화율 및 인장 물성 변화율 측정 결과를 기반으로 안전 적합성 시험조건 설정을 위한 등급 분류 체계 구축	100% 달성
	②	수소 노출 후의 고신 뢰성 특성 변화 시험 방법 개발	• 실링 소재 3종과 라이너 소재 2종에 대한 고신뢰도 구간의 취출 시간 표준화 • 신뢰성과 변별력이 높은 수소 노출에 의한 각 소재별 인장 물성 및 부피 변화율 측정 시험 방법 제시	100% 달성
(06) 금속소재의 수소사용 적합성 스크리닝 간편 시험법 및	①	고압 수소 환경하 금 속소재의 취화 스크 리닝 간편시험 법 기 준안 개발	• 고압, 저온 수소환경하에서 수소차용 금속소재의 취화 특 성 데이터에 다양한 영향인자의 분석 완료 • 간편시험법의 금속소재 수소취화 스크리닝 적합성 평가기 술 검증 • 간편시험법 적용 수소취화(HE)민감도 등급 분류 기준안 개 발	100% 달성

기준안 개발				
(07) 수소환경 금속재료의 수치해석 기반 물성변화 예측기술 개발(2)	①	수소환경하 금속재료 물성 예측	• API-X70강 균열진전해석 수행 및 J-R 곡선 도출 • 대기조건 및 수소 환경 물성 예측 수행	100% 달성

(2) 정량적 연구개발성과

가. 1차년도 정량적 연구개발성과 및 달성 현황

구분	핵심 성과물 (level1)		단위 성과물 (level2)		당해단계 성과목표				실적목표	달성 여부
					질적목표(측정방법)	목표치	검증방법	가중치		
주관	2	비금속 소재의 사용적합성 평가 측정 시스템 및 시험 절차서 개발	2-2 비금속소재의 물성평가 시험 절차서 개발	①	비금속 소재의 기계적 물성 시험 절차서 개발	5 kN 이하	시험성적서	8	시험성적서 : 3건	시험성적서 : 6건 학술발표 : 4건
				②	비금속 소재의 수소 투과도 측정 시험 절차서 개발	$5 \times 10^{-10} \text{ cm}^2/\text{Torr} \cdot \text{s}$ 이하	시험성적서			
				③	비금속 소재의 물리적 특성 및 인장물성 시험 절차서 개발	5 kN 이하	시험성적서			
		2-3	내부기관 간 비교속련도 평가	①	표준연과 가스안전공사 비교속련도 시험	비금속소재 1종	보고서			
공동	1	수소용기 라이너의 안전적합성 평가 및 평가기준 개발	1-1 수소용기 라이너 시험측정 비교속련도 평가	①	KOLAS 비교속련도 시험	라이너소재 1종	타기관과의 속련도 평가결과: 적합 여부	2	시험성적서 : 1건	시험성적서 : 2건 논문 : 1건
				②	표준연과 가스안전공사 비교속련도 시험	비금속소재 1종	속련도상적서 (전문가검토 3인 이상)			
		1-2	해외 비금속소재 평가정보 조사	①	비금속소재 시험 관련 해외 기준 및 연구 조사	해외 기준 및 연구 2건 이상	전문가검토의 견서 (3인 이상)	2		
공동	1	안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	1-1 상업화된 수소연료전지자동차 적용 비금속 소재 분석	①	상업화된 Sealing 및 liner 소재의 물성 분석	비금속소재 2종	보고서	2		학술발표 : 2건
				1-2 실링 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	①	실링 소재의 화학 조성, 충전제 및 가교 구조에 따른 물성 분석	실링 소재 2종 (EPDM, FKM)	보고서		
		②	실링 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정		실링 소재 2종 (EPDM, FKM)					
위탁	1	금속소재의 수소사용 적합성 스크리닝 간편시험법 및 기준안 개발	1-1 고압 수소환경하 금속소재 수소취화 스크리닝 간편시험법 개발	①	in-situ SP시험법 개발 (논문)	압력범위 : 1~10 MPa, 온도 범위: -120℃ ~ 80℃	전문가검토의 견서 (3인 이상)	1		학술발표 4건
위탁	1	금속재료의 물성변화 예측 기술	1-1 수소취성 소재의 파손 모델 및 물성 예측식	①	해석 정밀도 (파손물성의 측정값과 예측시간 오차율)	20 % 이내	전문가검토의 견서 (3인 이상)	1	학술발표 : 1건	학술발표: 1건
계								20	시험성적서 : 4건 학술발표 : 1건	시험성적서 : 8건 논문 : 1건 학술발표 : 11건

나. 2차년도 정량적 연구개발성과 및 달성 현황

구분	핵심 성과물 (level1)		단위 성과물 (level2)		당해단계 성과목표				실적목표	달성 여부
					질적목표(측정방법)	목표치	검증방법	가중치		
주관	1	금속 소재의 역학 물성 측정 시험 절차서 개발 및 비교 숙련도 시험	1-1	금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 시험 절차서 개발	①	인장 특성 측정 시험 절차서 개발	90 MPa H ₂ 이하, 10 ton 이하	시험성적서	시험성적서 : 2건 SCI급 논문 : 1건	시험성적서 : 2건 SCI급 논문 : 2건 논문 : 1건 학술발표 : 2건
					②	피로특성 측정 시험 절차서 개발	90 MPa H ₂ 이하, 10 ⁶ cycle	시험성적서		
			1-2	금속 소재에 대한 UN-GTR 13 주관 비교 숙련도 시험	①	SSRT, 피로시험 4개국 국제비교시험	90 MPa H ₂ 이하	UN-GTR 13 결과 보고서 채택		
	3	금속소재 물성 평가 및 DB 구축	3-1	고압수소환경 하 금속 소재의 물성 평가 및 DB 구축	①	금속 소재 인장 파로 물성 평가 DB 구축	금속 1종 (STS)	SCI급 논문	6	시제품 : 4건 SW 등록 : 2건 논문 : 1건 학술발표 : 2건 국내특허출원 : 2건
	2	비금속 소재의 사용적합성 평가 측정 시스템 개발	2-1	비금속소재의 사용 적합성 평가 측정 시스템 개발	①	비금속 소재의 재료 오염도 측정 시스템 개발	유기불순물 분석 분해능 10 ppm 이하	시제품시연		
					②	고압수소 환경 하 O-ring의 내구성 평가 장치 개발	70 MPa H ₂ 이하, -45~85℃ 환경 구현	시제품시연		
					③	고압수소 환경 하 동적 마모 평가 장치 개발	H ₂ 환경, -35~80℃, Maximum load 50 N	시제품시연		
	4	비금속 소재의 물성 평가 및 DB 구축	4-1	고압수소환경 하 실링소재의 물성 평가 및 DB 구축	①	실링 소재 물성 평가 DB 구축	비금속 1종 (EPDM)	보고서	4	
공동	1	수소용기 라이너의 안전적합성 평가 및 평가 기준 개발	1-3	수소용기 라이너 소재의 물성 평가 및 DB 구축	①	국제 규격 (CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 확산투과 성능평가	1cm ³ /m ² ·24h·Pa 이하	시험성적서 (전문가검토 3인 이상)	4	시험성적서 : 5건 보고서 : 1건 국내특허출원 : 1건 논문 : 1건 학술발표 : 1건
					②	국제 규격 (CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 물리적 안정성 성능평가	부피 변화율/중량변화율 1% 이내	시험성적서 (전문가검토 3인 이상)		
					③	국제 규격 (CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 재료성질 변화 성능평가	최소인장강도 : 1MPa, 최소연신율 : 1%, 최소충격치 : 0.5J	시험성적서 (전문가검토 3인 이상)		
					④	국제 규격 (CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 재료불순물 분석 성능평가	10 ppm 이하	시험성적서 (전문가검토 3인 이상)		
					⑤	국제 규격 (CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 반복폭로 성능평가	80 MPa H ₂ 이하, 10 ⁴ 회	시험성적서 (전문가검토 3인 이상)		
					⑥	고압수소환경에 따른 PA6, PA11의 열중량변화 분석	0.1 wt% 이하	보고서 (전문가검토 3인 이상)		
공동	1	안전 사용적합성	1-2	실링 소재의 수소 적합성 평가를 위	①	실링 소재의 화학 조성, 충전제, 가교 구조 및	실링 소재 1종	보고서	2	논문 : 1건 국내특허출원 : 1건

		평 가 를 위 한 소 재 별 표 준 시 험 편 개 발	1-3	한 표준 배합 선정	② 후가교에 따른 물성 분석 실링 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	(TPU)				2건 학술발표 : 3건 수상실적 : 1건
				라이너 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	① 라이너 소재의 화학 구조, 결정화도, 첨가제 및 가공 조건에 따른 물성 분석 ② 라이너 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	라이너 소재 1종 (PA6)	보고서	2		
위탁	1	금속소재의 수소사용 적합성 스크리닝 간편시험법 및 기준안 개발	1-1	금속재료 SP 시험 측정 및 DB 구축	① 금속 소재 <i>in-situ</i> SP간편시험법 측정 및 DB 구축	금속 소재 2종 (STS, AI)	전문가 검토 의견서	1	학술발표 : 1 건	논문 : 1건 학술발표 : 4건
위탁	1	금속재료의 물성변화 예측 기술	1-1	수소취성 소재의 파손 모델 및 물성 예측식	① 해석 정밀도 (파손물성의 측정값과 예측시간 오차율)	10 % 이내	전문가 검토 의견서	1	학술발표 : 1 건	학술발표 : 1건
계						9		20	시험성적서 : 7건 국내특허출원 : 5건 시제품 : 4건 SW 등록 : 2건 SCI급 논문 : 2건 논문 : 5건 학술발표 : 15건 수상실적 : 1건 보고서 : 1건	

3차년도(2021)

구분	핵심 성과물 (level1)	단위 성과물 (level2)	당해단계 성과목표				실적목표	달성 여부
			질적목표(측정방법)	목표치	검증방법	기중치		
주관	3	3-1	고압수소환경 하 금속 소재의 물성 평가 및 DB 구축	① 금속소재 인장 파로 물성 평가 DB 구축(논문 발표)	금속 1종 (AI)	보고서	5	국내특허출원 : 2건 국내특허 등록 : 2건 SCI급 논문 : 9건 논문 : 1건 SW 등록 : 2건 학술발표 : 12건
		3-2	고압수소환경 하 금속소재의 사용 적합성 코드 개발 및 국내 기준 제안	① 국토부 고시 제안	70 MPa H ₂ 이하	담당기관 공문		
	4	4-1	고압수소환경 하 실링소재의 물성 평가 및 DB 구축	① 실링 소재 물성 평가 DB 구축 (논문 발표)	비금속 2종 (FKM, TPU)	보고서	5	
		4-2	고압 수소 환경 하 비금속 소재에 대한 사용 적합성 기준/코드 개발	① 국토부 고시 제안	70 MPa H ₂ 이하, -45~85℃	담당기관 공문		
공동	1	1-4	수소용기 라이너 소재의 물성 평가 및 DB 구축	① 라이너재료별 성능에 대한 안전성평가 (SCI급 논문 발표)	PA6, PA11	논문	3	국내특허등록 : 1건 SCI급 논문 : 1건 학술발표 : 1건
		1-5	수소용기 라이너의 평가기준안 개발	① 국토부 고시 제안	70 MPa H ₂ 이하	담당기관 공문	2	
공동	1	1-3	라이너 소재의 수	① 라이너 소재의 화학	라이너	논문	1	미달성

	적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발		소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	구조, 결정화도, 첨가제 및 가공 조건에 따른 물성 분석	소재 1종 (PA11)				
				② 라이너 소재의 수소 정합성 평가를 위한 표준 배합 선정					
	2	소재 등급 별 CHC-2 시험 프로세스 개발	2-1	시험조건 설정을 위한 소재별 등급 분류 체계 구축	10 ppm 이하	논문	1		
				② 시험조건 설정을 위한 소재별 등급 분류 체계 구축					
			2-2	수소 노출 후의 고신뢰성 특성 변화 시험 방법 개발	70 MPa H ₂ 이하		1		
				② 수소 노출 후의 고신뢰성 특성 변화 시험 방법 제시					
위탁	1	금속소재의 수소사용 적합성 스크리닝 간편시험법 및 기준안 개발	1-1	금속재료 수소취화 스크리닝을 위한 간편시험법 국내기준 개발	① <i>in-situ</i> SP간편시험법 국내기준안 개발	압력범위: 1~20 MPa, 온도 범위: -80℃ ~ 80℃	논문	1	SCI급 논문: 3건 학술발표: 1건
위탁	1	금속재료의 물성변화 예측 기술	1-1	수소취성 소재의 파손 모델 및 물성 예측식	① 해석 정밀도 (파손물성의 측정값과 예측시간 오차율)	5 % 이내	논문	1	SCI급 논문: 1건 학술발표: 2건
계						9		20	국내특허출원: 2건 국내특허등록: 2건 SW 등록: 2건 SCI급 논문: 7건 논문: 3건 학술발표: 2건 국내특허출원: 2건 국내특허등록: 2건 SW 등록: 2건 SCI급 논문: 14건 논문: 2건 학술발표: 21건

(3) 세부 정량적 연구개발성과

[과학적 성과]

□ 논문(국내외 전문 학술지) 게재

번호	논문명	학술지명	주저자명	호	국명	발행기관	SCIE 여부 (SCIE/비SCIE)	게재일	등록번호 (ISSN)	기여율
1-1	고압 수소설비용 비금속부품 소재의 FMEA 평가를 통한 실험적 연구	에너지공학 학회	안정진, 김래현	99	대한민국	에너지공학 회	비SCI	2019.09.28	1498-7981	
1-2	Mechanical and Physical properties of Rubber composites after exposure to high pressure hydrogen gas	Elastomer and composites	최명찬	-	대한민국	한국고무학 회	비SCI	-	-	
2-1	Effect of low partial hydrogen in a mixture with methane on the mechanical properties of X70 pipeline steel	Internatio nal Journal of Hydrogen Energy	투안	3	영국	Elsevier	SCI	2020. 01. 01	0360-3199	
2-2	Environment hydrogen embrittlement of pipeline steel X70 under various gas mixture conditions with in situ small punch tests	Materials Science and Engineerin g: A	투안	139114	스위스	Elsevier	SCI	2020. 03. 13	0921-5093	
2-3	Hydrogen-induce d Fracture of X70 Pipeline Steel base/weld under natural/hydroge n gas mixture condition	ASME Pressure Vessels & Piping Division PVP 2020	백운봉	-	미국	American Society of Mechanical Engineers (ASME)	비SCI	2020. 07. 19	0277-027X	
2-4	Measurement of the Hydrogen Permeability of Various Polymers for High Pressure Hydrogen Storage Vessels and Valves	ASME Pressure Vessels & Piping Division PVP 2020	장진섭	1	미국	American Society of Mechanical Engineers (ASME)	비SCI	2020. 07. 19	0277-027X	
2-5	수소연료전지차 동차용 EPDM 고무의 충전재 입자 크기별 고압 수소 환경에서의 거동 연구	한국수소및 신에너지학 회 논문집	김기정	5	대한민국	한국수소및 신에너지학 회	비SCI	2020. 10. 30	1378-7264	

2-6	Long term reliability of fluoroelastomer (FKM) O-ring after exposure to high pressure hydrogen gas	Elastomers and composites	최명찬	4	대한민국	한국 고무학회	비SCI	Accepted (2020. 12 게재 예정)	2288-7725	
2-7	The Study of EPDM compound with excellent resistance to low temperature Under High Pressure Hydrogen Gas	Journal of Applied Polymer Science	최명찬	-	미국	Wiley	SCI	submitted	-	
2-8	Evaluation of Material Compatibility for Hydrogen Applications Using Performance Factors Obtained by In-Situ SP Test	ASME Pressure Vessels & Piping Division PVP 2020	신형섭	6	미국	American Society of Mechanical Engineers (ASME)	비SCI	2020. 07. 19	0277-027X	
2-9	Hydrogen Gaseous Environmental Effects on Fracture Resistance of API-X70 by using XFEM	JMST (Journal of Mechanical Science and Technology)	김동현	-	대한민국	대한기계학회	SCI	submitted	-	
3-1	Temperature-Dependence Study on the Hydrogen Transport Properties of Polymers Used for Hydrogen Infrastructure	ASCT (Applied Science and Convergence Technology)	장진섭	-	대한민국	한국진공학회	비SCI	21.11.23	163-166	
3-2	Evaluation techniques of hydrogen permeation in sealing rubber materials	Polymer Testing	정재갑	-	대한민국	ELSVIER	SCI	21.01.20	0142-9418	
3-3	Evaluation of hydrogen permeation characteristics in rubbery polymers	Current Applied Physics	정재갑	-	대한민국	ELSVIER	SCI	21.01.20	1567-1739	
3-4	Observation of the relaxation process in fluoroelastomers by dielectric relaxation spectroscopy	Physica B: physics of Condensed Matter	문영일	-	대한민국	ELSVIER	SCI	21.05.01	0921-4526	

3-5	Novel volumetric analysis technique for characterizing the solubility and diffusivity of hydrogen in rubbers	Current Applied Physics	정재갑	-	대한민국	ELSEVIER	SCI	21.03.20	1567-1739	
3-6	Volumetric analysis technique for analyzing the transport properties of hydrogen gas in cylindrical-shaped rubbery polymers	Polymer Testing	정재갑	-	대한민국	ELSEVIER	SCI	21.03.04	0142-9418	
3-7	Analyses of permeation characteristics of hydrogen in nitrile butadiene rubber using gas chromatography	Materials Chemistry and Physics	정재갑	-	대한민국	ELSEVIER	SCI	21.05.06	0254-0584	
3-8	Influence of Specimen Surface Roughness on Hydrogen Embrittlement Induced in Austenitic steels during In-Situ Small Punch Testing in High-Pressure Hydrogen Environments	Metals	신형섭	-	대한민국	MDPI	SCI	21.10.04	1110-1579	
3-9	Quantitative evaluation of hydrogen embrittlement susceptibility in various steels for energy use using an in-situ small punch test	Science Direct	배경오	-	대한민국	ELSEVIER	SCI	21.04.15	0360-3199	
3-10	Numerical analysis for Characterizing hydrogen embrittlement behaviors induced in STS316L stainless steel using an in-situ small-punch test	Theoretical and Applied Fracture Mechanics	신형섭	-	대한민국	ELSEVIER	SCI	21.10.29	0167-8442	

3-11	Hydrogen gaseous effects on fracture resistance of API-x70 estimated by XFEM	JMST (journal of Mechanical Science and Technology)	김동현	-	대한민국	Springer	SCI	21.04.16	3829-3835	
3-12	Evaluation of hydrogen Related degradation of APU X42 Pipeline under hydrogen/natural gas mixture conditions using small punch test	Theoretical and Applied Fracture Mechanics	Thannh Tuan Nguyen	-	대한민국	ELSEVIER	SCI	21.03.05	0167-8442	
3-13	An experimental study for qualifying hydrogen compatibility of austenitic stainless steel under low temperature	JMST (journal of Mechanical Science and Technology)	Thannh Tuan Nguyen	-	대한민국	Springer	SCI	21.08.24	157-165	
3-14	EVALUATION OF HYDROGEN EMBRITTLEMENT BEHAVIORS IN PIPELINE STEEL WELDS USING IN-SITU SP TEST IN HIGH-PRESSURE HYDROGEN ENVIRONMENTS	Pressure Vessels & Piping Conference PVP	신형섭	-	대한민국	ASME	비SCI	21.07.14	2021-62195	
3-15	Relationships between properties and rapid gas decompression (RGD) resistance of various filled nitrile butadiene rubber vulcanizates under high-pressure hydrogen	Material Today Communications	전상구	-	대한민국	ELSEVIER	SCI	21.11.27	2352-4928	
3-16	Application of PET as a non-metallic liner for the 6.8L type-4 cylinder based on the hydrogen cycling test	INTERNATIONAL JOURNAL OF HYDROGEN ENERGY	추성민	-	대한민국	ELSEVIER	SCI	21.12.06	0360-3199	

□ 국내 및 국제 학술회의 발표

번호	회의 명칭	발표 내용	발표자	발표 일시	장소	국명
1-1	ASME PVP2019 Conference	Characterization of hydrogen embrittlement sensitivity using in-situ SP test method as a simple screening technique	백운봉	2019.07.17	San Antonio	미국
1-2	한국진공학회 하계학술대회	수소전기차용 내압용기 및 부품의 물성 평가	장진섭	2019.08.14	홍천 비발디파크	대한민국
1-3	IVC 2019	Determination of the hydrogen permeation characteristics of various polymers for hydrogen vehicle systems	정낙관	2019.07.01	말뫼	스웨덴
1-4	대한기계학회	고무에서 수소가스의 투과특성 평가 기술 개발	백운봉	2019.11.14	제주 ICC	대한민국
1-5	대한기계학회	고무에서 수소가스의 투과특성 평가 기술 개발	전상구	2019.11.14	제주 ICC	대한민국
1-6	2019년 한국수소및신에너지학회 추계학술대회	고압 수소용 부품/소재의 수소 투과도 평가	정낙관	2019.11.14	대전컨벤션센터	대한민국
1-7	2019년 한국수소및신에너지학회 추계학술대회	고무에서 수소가스의 투과특성 평가 기술 개발	정재갑	2019.11.14	대전컨벤션센터	대한민국
1-8	2019년 한국고무학회 추계학술대회	초청강연	배종우	2019.11.07	수원대학교	대한민국
1-9	2019년 한국수소및신에너지학회 추계학술대회	특별세션발표	최명찬	2019.11.14	대전컨벤션센터	대한민국
1-10	ASME PVP2019 Conference	Characterization of hydrogen embrittlement sensitivity using in-situ SP test method as a simple screening technique	신형섭	2019.07.17	San Antonio	미국
1-11	대한재료금속학회 2019추계학술대회	In-situ SP 시험 성능인자에 기반한 수소에너지용 강재의 (수소취화) 적합성 평가	신형섭	2019.10.23	대구 EXCO	대한민국

1-12	대한기계학회 2019 추계학술대회 (초청강연)	Evaluation of Hydrogen Embrittlement Behaviors in Different Grade Pipeline Steels using in-situ small punch (SP) Test	신형섭	2019.11.14	제주 ICC	대한민국
1-13	5th Int. Conf.Materials and Reliability(ICMR-2019)	Reliability assessment of a new factor for charactering hydrogen embrittlement (HE) sensitivity using in-situ SP test method	신형섭	2019.11.28	제주, 메종 글래드 호텔	대한민국
1-14	대한기계학회	인장 시편을 이용한 SS400 강재의 GTN 모델 매개변수 결정	김태진	2019.11.14	제주 ICC	대한민국
2-1	APCFS(Asia-Pacific Conference on Fracture and Strength) 2020	Hydrogen Transport Properties of polymers for Hydrogen Infrastructures at low Temperatures	정낙관	2020. 11. 05	제주 부영호텔	대한민국
2-2	APCFS(Asia-Pacific Conference on Fracture and Strength) 2020	Role of Strss Concentration in Hydrogen Environment Assisted Cracking in API X70 Base/ Weld Pipeline Steel	투안	2020. 11. 05	제주 부영호텔	대한민국
2-3	APCFS(Asia-Pacific Conference on Fracture and Strength) 2020	The effect of hydrogen on the sealing material exposed to high pressure hydrogen	전상구	2020. 11. 05	제주 부영호텔	대한민국
2-4	APCFS(Asia-Pacific Conference on Fracture and Strength) 2020	Evalyation of Fatigue Life using the Tensile Test of 316L austenite stainless steel in Gaseous Hydrogen Environment	허형민	2020. 11. 05	제주 부영호텔	대한민국
2-5	한국신재생에너지학회 2020 학술대회	고압수소 환경에서의 비금속 소재 물성변화 연구	염지웅	2020. 08. 24	온라인	대한민국
2-6	한국가스학회 2020년도 통합 학술대회	고압수소 노출 고무소재의 물성변화 연구	조성민	2020. 10. 29	대전	대한민국
2-7	한국가스학회 2020년도 통합 학술대회	EPDM 고무의 카본블랙 충전재 입자크기에 따른 고압수소 적합성 연구	김기정	2020. 10. 29	대전	대한민국
2-8	2020년 한국고무학회 추계학술대회	고압 수소 분위기 하에서 가소제의 종류와 함량에 따른 EPDM/Silica compound의 물리적, 기계적 특성	배종우	2020. 11. 05	온라인	대한민국

2-9	2020년 한국고무학회 추계학술대회	고압 수소 노출에 따른 FKM O-ring의 장기 내구성 연구	최명찬	2020. 11. 05	온라인	대한민국
2-10	2020년 한국고무학회 추계학술대회	고압 저온 수소 내구성이 우수한 EPDM 컴파운드 연구	최명찬	2020. 11. 06	온라인	대한민국
2-11	대한금속재료학회 2020 춘계학술대회	수소에너지 강재의 수소취화 적합성 스크리닝에	신형섭	2020. 07. 17	온라인	대한민국
2-12	대한금속재료학회 2020 춘계학술대회	간편시험법의 적용 In-situ SP 시험법을 사용한 배관강 용접부의 수소취화거동 평가 기술 개발	신형섭	2020. 10. 29	온라인	대한민국
2-13	APCFS(Asia-Pacific Conference on Fracture and Strength) 2020	Simple Screening Technology for Hydrogen Embrittlement of Steel using in-situ Small Punch (SP) Test	신형섭	2020. 11. 04	제주 부영호텔	대한민국
2-14	APCFS(Asia-Pacific Conference on Fracture and Strength) 2020	Numerical Analysis of Small Punch Test for Characterizing Hydrogen Embrittlement Behaviors of Austenite Stainless Steels	닉 안토니	2020. 11. 06	제주 부영호텔	대한민국
2-15	APCFS(Asia-Pacific Conference on Fracture and Strength) 2020	Investigation of Hydrogen Gaseous Environmental Effect on Fracture Resistance of API-X70 by using XFEM	김동현	2020. 11. 05	제주 부영호텔	대한민국
3-1	한국진공학회 2021 동계 학술대회	Hydrogen permeability Measurement of Filler-compounded EPDM for Hydrogen Infrastructure	장진섭	2021. 02. 05	온라인	대한민국
3-2	한국진공학회 2021 동계 학술대회	Hydrogen Permeability Barrier Properties of Al ₂ O ₃ Deposited by Atomic Layer Deposition on Polymer	이혜영	2021. 02. 05	온라인	대한민국
3-3	한국진공학회 2021 동계 학술대회	Atomic Layer Deposition Al ₂ O ₃ Thin Film on Anodic Aluminum Oxide for Fabrication of Standard Leak Element	이동근	2021. 02. 05	온라인	대한민국
3-4	한국수소 및 신에너지학회 2021 춘계학술대회	The Study of the relationship between characteristic and RGD for NBR exposed to high-pressure hydrogen	전상구	2021. 05. 28	대전 유성호텔	대한민국
3-5	한국가스학회 2021 춘계 학술대회	다양한 고분자 소재에 증착된 Al ₂ O ₃ 의 수소 투과 배리어 특성 비교	이혜영	2021. 05. 21	온라인	대한민국

3-6	한국진공학회 2021 하계 학술대회	Fabrication of Leak Element using Atomic Layer Deposited Al ₂ O ₃ on Anodic Aluminum Oxide	이동근	2021. 08. 19	온라인	대한민국
3-7	한국진공학회 2021 하계 학술대회	Feasibility Study on Application of Hydrogen Permeation Barrier Coatings for Hydrogen Storage Containers	이혜영	2021. 08. 19	온라인	대한민국
3-8	한국진공학회 2021 하계 학술대회	Influence of Filler on Hydrogen Permeability of FKM and NBR for Hydrogen Infrastructure	장진섭	2021. 08. 19	온라인	대한민국
3-9	16 th International Conference on Computational Plasticity	Assessment of HYdrogen Gas Effects on Al 6061-T6 by using Extended Finite Element Method	김동현	2021. 09. 08	바르셀로나	스페인
3-10	한국수소 및 신에너지학회 2021 추계 학술대회	고분자 소재 위에 증착된 수소 투과 배리어 필름의 인장 특성 평가	이혜영	2021. 10. 21	제주 소노캄	대한민국
3-11	한국수소 및 신에너지학회 2021 추계 학술대회	Evaluation for the effect of high-pressure hydrogen on O-ring rubber	전상구	2021. 10. 21	제주 소노캄	대한민국
3-12	한국수소 및 신에너지학회 2021 추계 학술대회	양극 산화 알루미늄 위에 Al ₂ O ₃ 박막 증착을 통한 수소 투과 표준물질 개발	이동근	2021. 10. 21	제주 소노캄	대한민국
3-13	한국수소 및 신에너지학회 2021 추계 학술대회	The Influence of Hydrogen Exposure on the Permeation Properties of Polymers	장진섭	2021. 10. 21	제주 소노캄	대한민국
3-14	한국위험물학회 2021 정기 학술대회	고압 수소	조성민	2021. 09. 15	일산 KINTEX	대한민국
3-15	한국수소 및 신에너지학회 2021 추계 학술대회	환경에서의 EPDM 고무의 충전재 입자 크기별 특성 연구	서유림	2021. 10. 21	제주 소노캄	대한민국
3-16	한국수소 및 신에너지학회 2021 추계 학술대회	고압 수소 환경에서 수소자동차용 라이너 소재의 물리적 특성 변화 연구	민은수	2021. 06. 23	제주 부영호텔	대한민국
3-17	대한기계학회 재료 및 파괴부문 2021춘계 학술대회	수소용강의 소형편치 시험동안 노치 시험편의 수치해석 인시츄 SP 시험을 사용한 오스테나이트계 스테인리스 강의 수소취화 거동에 미치는 수소압력의 영향 평가	여주호	2021. 06. 23	제주 부영호텔	대한민국
3-18	대한기계학회 재료 및 파괴부문 2021춘계 학술대회	가스수소환경하에서 소형편치 시험법을 사용한 수소에너지강의 노치민감도 평가 시도	조재원	2021. 06. 23	제주 부영호텔	대한민국

3-19	대한기계학회 2021 학술대회	인시츄 SP 시험을 사용한 노치를 갖는 STS316L강 시험편의 수소취화에 따른 파괴거동 평가	조재원	2021. 11. 03	광주 김대중컨벤션 센터	대한민국
3-20	대한기계학회 2021 학술대회	고압수소환경에서 인시츄 SP시험시 수소용 강의 수소취성에 미치는 표면거칠기의 영향 평가	여주호	2021. 11. 03	광주 김대중컨벤션 센터	대한민국
3-21	대한기계학회 재료 및 파괴부문 2021춘계 학술대회	시험자에 따른 금속 재료의 기계적 물성 평가	김동현	2021. 06. 23	제주 부영호텔	대한민국

☐ 기술 요약 정보

번호	연도	기술명	요약 내용	기술 완성도	등록 번호	활용 여부	미활용사유	연구개발기관 외 활용 여부	허용방식

☐ 보고서 원문

번호	연도	보고서 명	발간일	등록 번호

☐ 생명자원(생물자원, 생명정보)/화합물

번호	생명자원(생물자원, 생명정보)/화합물 명	등록/기탁 번호	등록/기탁 기관	발생 연도

[기술적 성과]

☐ 지식재산권(특허, 실용신안, 의장, 디자인, 상표, 규격, 신품종, 프로그램)

번호	구분	지식재산권 등 명칭 (건별 각각 기재)	국명	출원			등록			기여율	활용 여부
				출원인	출원일	출원번호	등록인	등록일	등록번호		
2-1	특허	수소의 투과 특성 평가 방법	한국	정재갑, 백운봉	2020.06.26	10-2020-0078423					40 %
2-2	특허	수소 장입량 평가 방법 및 수소 장입량 평가 방법을 탑재한 기록 매체	한국	정재갑, 백 운봉, 김인 규	2020.06.26	10-2020-0078422					40 %
2-3	특허	고압 및 저온 수소 가스 분위기 하에서의 내구성이 우수한 EPDM 고무 가스켓 및 이의 제조방법	한국	한국신발 피혁연구 원	2020. 11. 27	20-2020-0162363					80 %
2-4	특허	고압 수소 분위기 하에서의 내구성이 우수한 이온기함유 EPDM 고무 가스켓 및 이의 제조방법	한국	한국신발 피혁연구 원	2020. 11. 27	20-2020-0162356					80 %
3-1	특허	시료의 수소 투과 특성 평가 방법	대한민국	정재갑, 김 인규, 백운 봉	21.03.17	10-2021-0034895					
3-2	특허	가스 투과 측정용 표준 물질	대한민국	정낙관, 이동근	21.10.27	10-2021-0144775					
3-3	특허	수소의 투과 특성 평가 방법	대한민국	정재갑, 백운봉	20.06.26	10-2020-0078423	한국표준 과학연구 원	21.12.12	10-2341461		
3-4	특허	수소 장입량 측정 및 수소 확산도 측정 방법	대한민국	정재갑, 김인규	19.10.01	10-2019-0138863	한국표준 과학연구 원	21.07.06	10-2276418		

○ 지식재산권 활용 유형

번호	제품화	방어	전용실시	통상실시	무상실시	매매/양도	상호실시	담보대출	투자	활용 예정	기타

□ 저작권(소프트웨어, 서적 등)

번호	저작권명	창작일	저작자명	등록일	등록번호	저작권자명	기여율
2-1	수소 장입량 및 확산도 분석 프로그램	2020. 11. 06	정재갑, 백운봉, 정낙관	2020. 11. 16	C-2020-041728	한국표준과학연구 원	50 %
2-2	수소 투과도 측정 프로그램	2020. 10. 20	정낙관	2020. 11. 03	C-2020-039046	한국표준과학연구 원	100 %
2-3	Hydrogen Gas Purity Auto-Analysis System(실험가스 자동 분석 시스템)	2020. 11. 25	백운봉	2020. 12. 03	C-2020-047362	한국표준과학연구 원	100 %
2-4	O-ring Durability Testing System(O-ring 내구성 실험기)	2020. 11. 25	백운봉	2020. 12. 03	C-2020-047363	한국표준과학연구 원	100 %
3-1	가스 장입량 및 확산도 분석 프로그램 ver.2	21.11.30	한국표준과학연구 원	21.12.22	c-2021-057281	한국표준과학연구 원	-
3-2	수소 투과도 동시 측정 프로그램	21.10.01	한국표준과학연구 원	21.12.22	c-2021-057274	한국표준과학연구 원	-

□ 신기술 지정

번호	명칭	고시일	보호기간	지정번호

□ 기술 및 제품 인증

번호	인증 분야	인증기관	인증 내용		인증 획득일	국가명
			인증명	인증번호		

☐ 표준화

○ 국내표준

번호	인증구분	인증여부	표준명	표준인증기구명	제안주체	표준종류	제안/인증일자

○ 국제표준

번호	표준화단계 구분	표준명	표준기구명	표준분과명	의장단 활동여부	표준특허 추진여부	표준개발 방식	제안자	표준화 번호	제안일자

[경제적 성과]

☐ 시제품 제작

번호	시제품명	출시/제작일	제작 업체 명	설치장소	이용분야	사업화 소요 기간	인증기관 (해당 시)	인증일 (해당 시)
2-1	수소가스 환경 하 O-ring 내구성 측정 시스템	2020.07	Pretec	한국표준과학연구원(215동, 수소안전동)	본 장비는 국내 최초로 고압 수소가스용 O-ring과 sealing, 그리고 그루브의 내구 성능을 시험 할 수 있으므로 해서 국내 수소 전기차의 고압용기 누출 사고를 예방 할 수 있는 전기를 마련 할 수 있으리라 생각함. 향후에도 관련 산업체의 부품개발에 대응 가능함. 따라서 수소 사회로의 전환으로 측정 수요는 지속적으로 늘고 있어 이에 대응하여 활용할 예정임.	-	-	-
2-2	수소가스 환경하 in-situ 표면물성 측정 시스템	2021.03	Phoenix Tribology	한국표준과학연구원 (206동)	in situ 수소환경하에서 고무/폴리머 소재의 마모 특성을 측정함으로써 수소환경하에서 사용되는 고무/폴리머 소재 개발에 활용할 예정임.	-	-	-
2-3	GC를 이용한 O-ring의 고압 수소 투과도 측정 시스템	2020.12	주식회사 제이에스솔루션	한국표준과학연구원 (215동, 수소안전동)	고압 수소용 O-ring이 고압 상태에서 수소 투과도를 측정할 수 있는 시스템으로 O-ring 개발시 고압 수소가스 환경하에서 수소 투과로 인한 수소 누출 정도를 측정함으로써 부품 전체를 시험하는 것을 대체하고자 함. 현대 자동차, 평화 오일셀, 영도 밸브 등 수소 전기차 관련 업체 등에서 활용 기대	-	-	-

2-4	재료 오염도 측정 시스템	2020.02	Agile nt Tech nolo gies	한국표준과학연구원 (215동, 수소안전동)	고무/폴리머 소재가 수소가스와 반응하여 연료전지 스택에 유해 성분을 생산하는지 측정함으로써 수소 환경하에서 사용되는 고무/폴리머 소재 개발에 활용할 예정임. 측정 방법은 수소전기차용 비금속 소재를 고압 수소에 노출 시킨 후 꺼내어 소재로부터 방출되는 가스 성분을 농축하여 정성, 정량 분석을 한다. 분석 결과 수소 전기차의 연료전지 스택에 유해한 물질이 합성되어 나오는지에 대한 정확한 평가에 활용한다.	-	-	-
-----	---------------	---------	-------------------------------------	----------------------------	--	---	---	---

☐ 현장적용

번호	적용기술명	적용일	발주기관명	적용 연구개발기관명	적용현장명(장소)

☐ 기술 실시(이전)

번호	기술 이전 유형	기술 실시 계약명	기술 실시 대상 기관	기술 실시 발생일	기술료	
					발생 연도	발생액(천원)

☐ 사업화 투자실적

번호	연도	투자 자금 성격*	추가 연구개발 투자(천원)	설비 투자(천원)	기타 투자(천원)	합계(천원)

☐ 사업화 현황

번호	사업화 방식	사업화 형태	지역	사업화명	내용	업체명	매출액		매출 발생 연도	기술 수명
							국내 (천원)	국외 (달러)		

☐ 매출 실적(누적)

번호	사업화명	발생 연도	매출액		합계	산정 방법
			국내(천원)	국외(달러)		
합계						

☐ 사업화 계획 및 무역 수지 개선 효과

성과					
사업화 계획	사업화 소요기간(년)				
	소요예산(천원)				
	예상 매출규모(천원)		현재까지	3년 후	5년 후
	시장 점유율	단위(%)	현재까지	3년 후	5년 후
		국내			
		국외			
향후 관련기술, 제품을 응용한 타 모델, 제품 개발계획					
무역 수지 개선 효과(천원)	수입대체(내수)	현재	3년 후	5년 후	
	수 출				

☐ 고용 창출

번호	사업화명	사업화 업체명	고용창출 인원(명)		합계(명)
			yyyy년	yyyy년	
합계					

☐ 고용 효과

구분			고용 효과(명)
고용 효과	개발 전	연구인력	
		생산인력	
	개발 후	연구인력	
		생산인력	

☐ 비용 절감(누적)

번호	사업화명	발생 연도	산정방법	비용 절감액(천원)
합계				

☐ 경제적 파급 효과

(단위 : 천원/년)

구분	사업화명	수입 대체	수출 증대	매출 증대	생산성 향상	고용 창출 (인력 양성 수, 명)	기타
해당 연도							
기대 목표							

☐ 산업 지원(기술지도)

번호	내용	기간	참석 대상	장소	인원(명)

☐ 기술 무역

(단위 : 천원)

번호	계약 연월	계약 기술명	계약 업체명	계약업체 국가	총 계약액	기 징수액	해당 연도	징수액	향후 예정액	수출/수입

[사회적 성과]

☐ 법령 반영

번호	구분 (법률/시행령)	활용 구분 (제정/개정)	명 칭	해당 조항	시행일	관리 부처	제정/개정 내용

☐ 정책활용 내용

번호	구분 (제안/채택)	정책명	관련 기관 (담당 부서)	활용 연도	채택 내용

☐ 설계 기준/설명서(시방서)/지침/안내서에 반영

번호	구분 (설계 기준/설명서/지침/안내서)	활용 구분 (신규/개선)	설계 기준/설명서/ 지침/안내서 명칭	반영일	반영 내용

☐ 신진연구자 채용

번호	채용 연구개발기관명	채용일	근로기간	채용인원(명)	채용인원 중 청년인력(명)

☐ 전문 연구 인력 양성

번호	분류	연도	현황(명)										
			학위별				성별		지역별				
			박사	석사	학사	기타	남	여	수도권	충청권	영남권	호남권	기타

☐ 산업 기술 인력 양성

번호	연도	프로그램명	프로그램 내용	교육 기관	교육 개최 횟수	총 교육 시간	총 교육 인원

☐ 다른 국가연구개발사업에의 활용

번호	연도	중앙행정기관명	사업명	연구개발과제명	연구책임자	연구개발비(천원)

☐ 국제화 협력성과

번호	구분 (유치/파견)	기간	국가	학위	전공	내용

☐ 홍보 실적

번호	홍보 유형	매체명	제목	홍보일

☐ 포상 및 수상 실적

번호	종류	포상명	포상 내용	포상 대상	포상일	포상 기관

[인프라 성과]

☐ 연구시설·장비

번호	구축 기관	연구시설/ 연구장비명	규격 (모델명)	개발여부 (○/×)	연구시설·장비 종합정보시스템* 등록여부	연구시설·장비 종합정보시스템* 등록번호	구축일자 (YY.MM.DD)	구축비용 (천원)	비고 (설치 장소)

[그 밖의 성과](해당 시 작성)

○

-

○

-

(4) 계획하지 않은 성과 및 관련 분야 기여사항(해당 시 작성)

○

-

○

-

2) 목표 달성 수준

(1) 최종목표 달성 수준

연구 개발 목표		달 성 내 용	달성도(%)
최종 목표	금속 소재 안전사용 적합성 평가 기술 개발	- 금속 소재 사용 적합성 평가용 시험 절차서 개발 - UN-GTR 13 주관 비교 숙련도 시험 - 금속 소재 물성 평가 DB 구축 - 금속 소재 사용 적합성 평가 코드 개발 및 국토부 고시 개정안 제안	100 %
	비금속 실링 소재 안전사용 적합성 평가 기술 개발	- 비금속 소재 사용 적합성 평가용 시험 절차서 개발 - 비금속 소재 사용적합성 평가 시스템 개발 - 비금속 실링 소재 물성 평가 DB 구축 - 비금속 실링 소재 사용 적합성 평가 코드 개발 및 국토부 고시 개정안 제안	100 %
	비금속 라이너 소재 안전사용 적합성 평가 기술 개발	- 해외 비금속 소재 평가 정보 조사 - 수소용기 라이너 소재 물성 평가 및 DB 구축 - 비금속 라이너 소재 사용 적합성 평가 코드 개발 및 국토부 고시 개정안 제안	100 %
	안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	- 상업화된 수소전기차용 비금속 소재 분석 - 실링/라이너 소재 수소 정합성 평가를 위한 표준 배합 선정 - 소재 등급별 CHMC 2 시험 프로세스 개발	100 %
	금속 소재의 수소사용 적합성 스크리닝 관련 시험법 개발	수소취화 스크리닝 관련 시험법 개발	100 %
	금속 재료의 물성변화 예측 기술 개발	수소 취성 소재의 파손 모델 및 물성 예측식 개발	100 %

(2) 1차년도 달성 수준

연구 개발 목표		달 성 내 용	달성도(%)
1차년도	비금속 소재의 사용적합성 평가 측정 시스템 및 시험 절차서 개발	- 비금속 소재의 인장 물성 시험절차서 개발 완료 - 비금속 소재의 경도 물성 시험 절차서 개발 완료 - 비금속 소재의 수소 투과도 측정 절차서 개발 완료 - 비금속 소재의 물리적 안정성 시험 절차서 개발 완료 - 표준연과 KGS 비교 숙련도 시험	100 %
	비금속 소재에 대한 내부기관간 비교 숙련도 평가 및 관련 해외 기준 조사	- KOLAS 비교숙련도 시험 (역학시험, 열중량 분석) - 내부 기관간 비교숙련도 시험 - 비금속소재 시험관련 해외 기준 및 연구 조사 - 비금속 소재 시험 평가 절차서에 따른 장비 구축 - 비금속 재료 평가 관련 연구 사례 조사 및 위험성 평가 실시	100 %
	안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	- 상업화된 수소전기차 적용 비금속 소재 분석 - 실링 소재 (EPDM, FKM)의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	100 %
	고압 수소환경하 금속소재 수소취화 스크리닝 관련시험법 개발	- 국내외 수소취화 관련시험법 관련 자료(중공시험편, 차지한 SP시험편의 경우) 분석 실시함 - 고압, 저온 수소환경하 SP시험 기반 금속소재 취화 관련 시험법 기술 확립	100 %

	금속재료의 수소취성을 고려한 파손모델 선정	SS400 강의 GTN 모델 XFEM 비교를 통한 최적 파손모델 선정	100 %
--	---	--	-------

(3) 2차년도 달성 수준

연구 개발 목표		달 성 내 용	달성도(%)
2차년도	금속 소재의 역학 물성 측정 기술 개발	- 금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 시험 절차서 개발 - 금속 소재에 대한 UN-GTR 13 주관 비교 숙련도 시험	100 %
	비금속 소재의 사용 적합성 평가 측정 시스템 및 시험 절차서 개발	- 비금속 소재의 재료 오염도 측정 시스템 개발 완료 - 고압 수소 환경 하 오링 내구성 평가 장치 개발 완료 - 고압 수소 환경 하 동적 마모 평가 장치 개발 완료 - 실링 소재(EPDM) 물성 평가 DB 구축	100 %
	수소용기 라이너소재의 물성 평가 및 DB 구축	- 고압수소용 비금속소재 수소적합성 평가 장비 5종 구축 및 시험 절차서 개발 - 고압수소용 비금속 라이너 소재 수소작합성 평가 DB 확보 - 국제규격(CHMC2)에 따른 장비 성능 평가 및 공인성적서 획득	100 %
	안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	- 실링소재 (TPU) 수소 정합성 평가를 위한 표준 배합 및 제조 방법 제시 - 라이너 소재 (PA6) 수소 정합성 평가를 위한 표준 배합 및 제조 방법 제시	100 %
	고압 수소환경하 금속소재 수소취화 스크리닝 간편시험법 개발	- SP시험 기반 고압 및 저온 수소환경하에서 수소연료전지 자동차용 금속소재의 취화특성 평가 실시 - 고압, 저온 수소환경하에서 수소연료전지자동차용 금속소재의 취화 특성 데이터 분석: 수치해석 및 신뢰성 평가 - SP시험 결과 기반 시험편의 접촉 변형거동의 FEA해석	100 %
	수소환경 금속재료의 수치해석 기반 물성변화 예측기술 개발(1)	XFEM을 이용한 수소환경하 API-X70강 균열진전해석 수행	100 %

(4) 3차년도 달성 수준

연구 개발 목표		달 성 내 용	달성도(%)
3차년도	금속소재 사용 적합성 평가 기준 및 코드 개발	- 고압 수소 환경 금속 소재 물성 평가 및 DB 구축 - 고압수소 환경 금속 소재 사용 적합성 코드 개발 및 국내 기준 제안	100 %
	비금속 소재 사용적합성 평가 및 사용 적합성 기준 개발	- 실링 소재(FKM, TPU) 물성 평가 DB 구축 - 국토부 자동차용 내압용기 안전에 관한 규정 개정안 제안	100 %
	수소용기 라이너의 안전적합성 평가 및 평가기준 개발	- 라이너 재료별 성능에 대한 안전성 평가 - 국토부 고시 개정안 제안	100 %

• 안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	• Polyamide 11 (PA11) 라이너 소재의 수소정합성 시험용 배합 표준화 개발 • 비금속 재료 분류 체계별 CHMC2에서 제안한 물성 측정 표준 시험 방법 개발	100 %
• 고압 수소환경하 금속소재 수소취화 스크리닝 간편시험법 개발	• 고압, 저온 수소환경하에서 수소차용 금속소재의 취화 특성 데이터에 다양한 영향인자의 분석 완료 • 간편시험법의 금속소재 수소취화 스크리닝 적합성 평가 기술 검증 • 간편시험법 적용 수소취화(HE)민감도 등급 분류 기준안 개발	100 %
• 수소환경 금속재료의 수치해석 기반 물성변화 예측기술 개발(2)	• API-X70강 균열진전해석 수행 및 J-R 곡선 도출 • 대기조건 및 수소 환경 물성 예측 수행	100 %

4. 목표 미달 시 원인분석(해당 시 작성)

1) 목표 미달 원인(사유) 자체분석 내용

○ 해당 사항 없음

2) 자체 보완활동

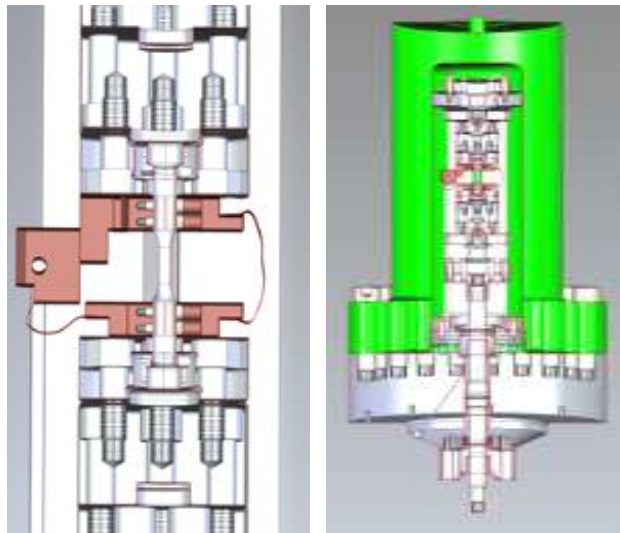
○ 해당 사항 없음

3) 연구개발 과정의 성실성

○ 해당 사항 없음

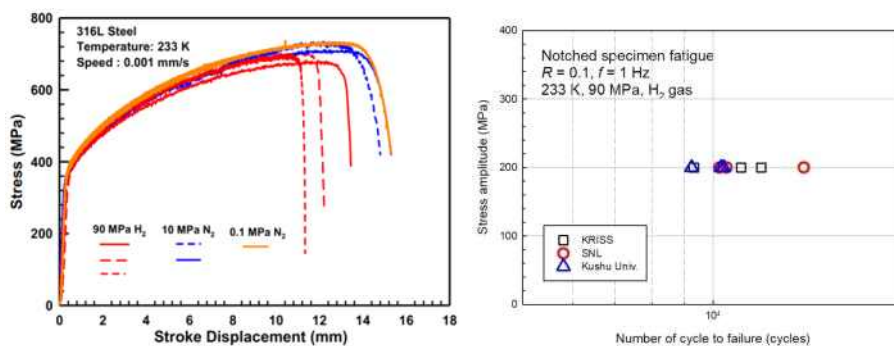
5. 연구개발성과의 관련 분야에 대한 기여 정도 및 우수성

- 고압 수소 환경 금속 소재 사용 적합성 평가 기술 개발
 - 저온, 고압 Autoclave 개발
 - 국내 최초, 세계 5번 째 고압 수소 환경 금속 소재 평가 시스템 개발



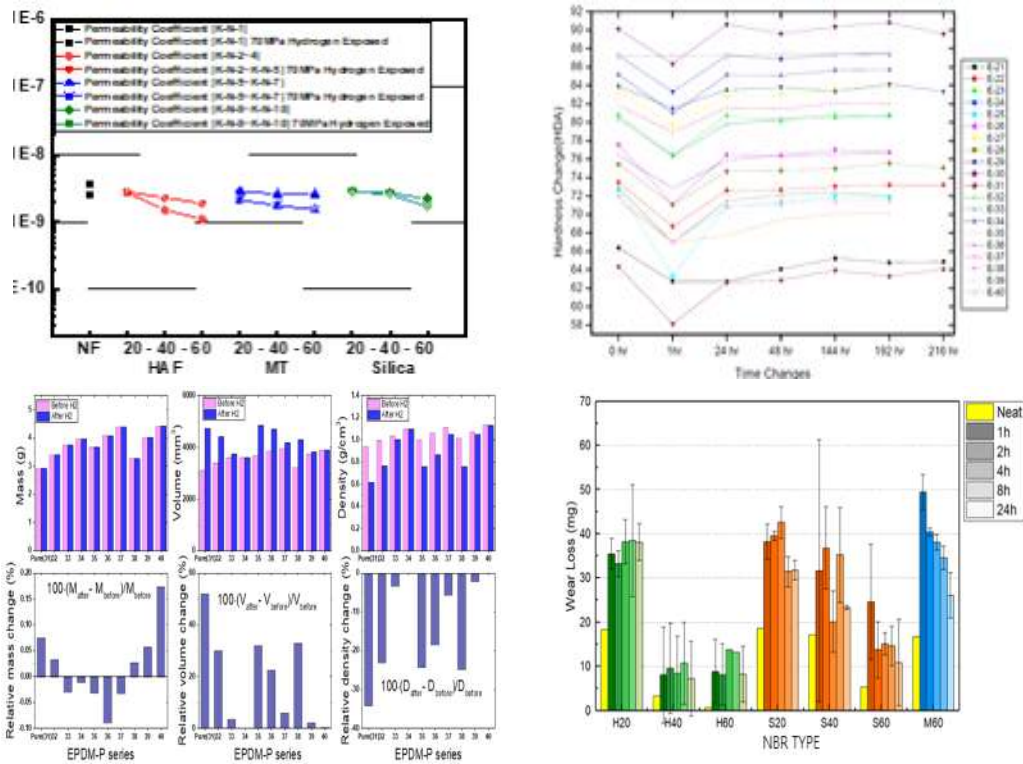
[저온, 고압 Autoclave 시스템]

- 고압 수소 환경 금속 소재 사용 적합성 평가
- 국내 최초 70 MPa 고압 수소 환경 금속 소재 평가 기술 개발 및 사용 적합성 평가



[70 MPa 수소 환경 SSRT, 피로 시험 결과]

- 고압 수소 환경 비금속 소재 사용 적합성 평가 기술 개발
 - 고압 수소 환경 비금속 소재 사용 적합성 평가 시제품 개발
 - 국내 최초 70 MPa 고압 수소 환경 비금속 소재 평가 기술 개발 및 사용 적합성 평가
 - 인장, 경도 물리적 안정성, 수소 투과도 평가 기술 개발



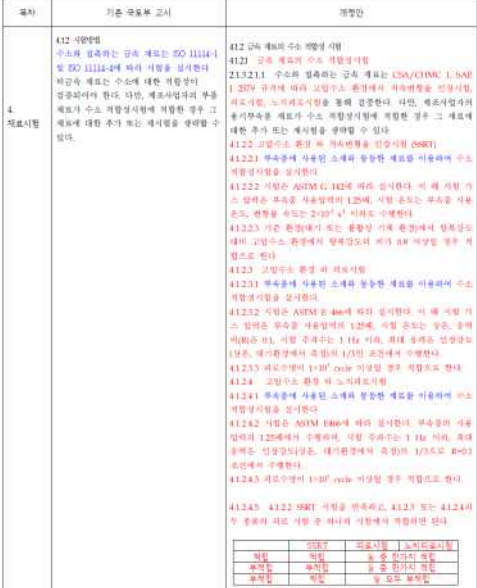
[비금속 실링 소재 물성 평가 결과]

- 고압 수소 환경 금속/비금속 소재 사용 적합성 평가 기준 개발 및 국내 기준안 제안
 - 수소전기차용 금속/비금속 소재 국제 규격 및 기준 제정에 대한 대응 활동



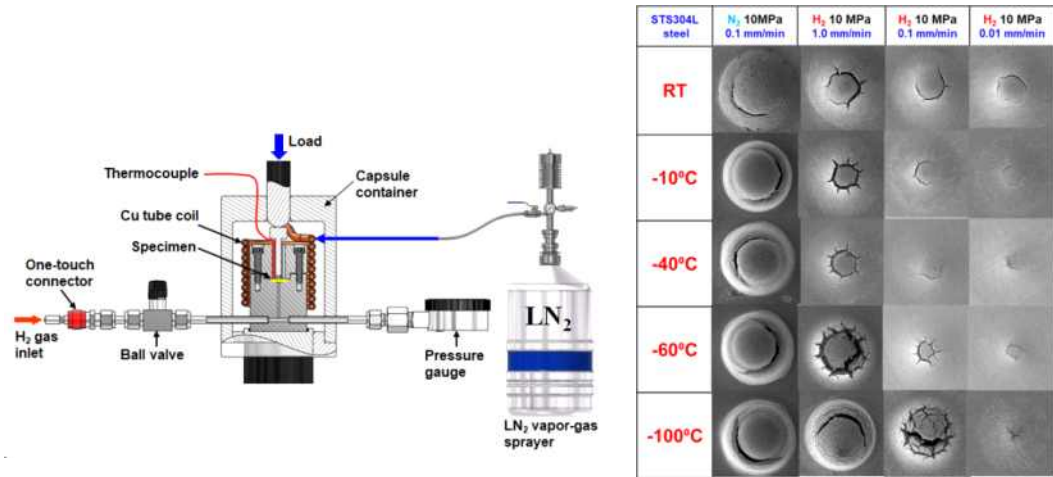
[UN-GTR 13 회의 발표 사진(좌) 발표 자료 표지(우)]

- 고압 수소 환경 금속/비금속 소재 사용 적합성 평가 기준 개발 및 국토부 고시 제안



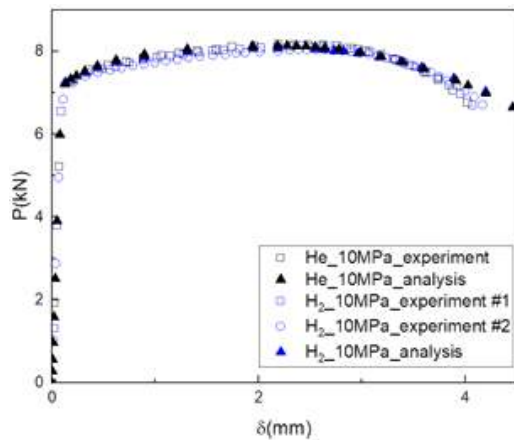
[본 연구에서 제시한 실링 소재의 안전 적합성 평가 등급]

- 인시츄 SP법을 사용한 수소취화 간편 시험법 개발
 - 실험실 수준에서 수소 취화를 평가할 수 있는 기술 및 장비 개발

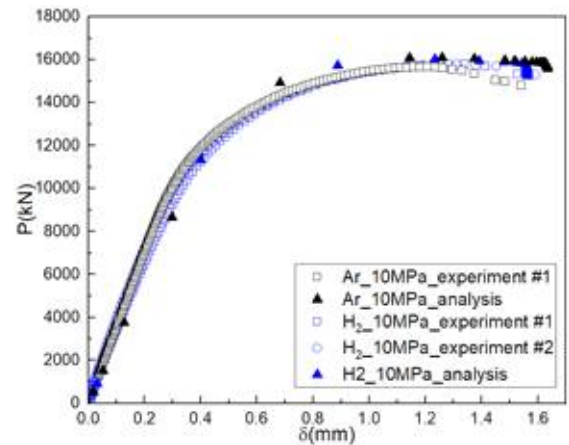


[in-situ SP시험 시스템(좌) 및 평가 결과(우)]

- 금속소재의 물성 변화 예측 기술 개발
 - 금속 소재의 수소취화 메커니즘 분석 및 해석 기법 개발



(a) 봉형시편



(b) 봉형노치시편

[CrMo 강 인장 해석결과]

6. 연구개발성과 관리 및 활용 계획

가. 기술적 측면

- 수소사용의 안전을 위해서는 수소연료전지자동차용 부품,소재에 대한 정확한 수소 영향 평가가 필요하고 이를 바탕으로 수소연료전지자동차 설계에 활용 가능
- 고압 수소 환경 하 금속/비금속 소재 측정 기술은 수소연료전지자동차 및 수소인프라 뿐만 아니라 제조업 기반의 다양한 산업에 적용 가능하여 가스산업, 가스발전, 원자력발전, 국방기술, 항공기술 등 국가 기간산업 전반에 활용 가능
- in-situ SEM을 이용한 역학물성 평가 기술은 SSTT (small specimen test technology) 측정기술로 연계되고, SSTT 측정기술의 표준 시험법에 적용함
- 고압수소용 고무 및 고분자 재료 등 비금속 소재에 대한 특성 평가 기술은 국제적으로 활발히 연구되고 있는 분야이나, 국내의 경우 아직 미흡한 실정으로 본 과제를 통하여 국제적인 소급성 및 신뢰성이 확보된 재료 개발이 가능할 것으로 기대됨

나. 경제·산업적 측면

- 고압 수소 가스에 대한 안전성 측정 및 평가 기술 개발을 통해 안전한 수소 산업 및 수소 사회 기반 조성
- 선진 기술 동등 및 이상의 수소연료전지자동차 소재,부품 개발을 통해 수소연료전지자동차 및 관련 소재,부품 회사들의 도약으로 신규 일자리 창출 과 경제 활성화가 기대되며 해외 경쟁력 확보 및 글로벌 진출의 기반 마련
- 수소연료전지자동차와 수소인프라 부문의 국제 규격 및 표준 선점이 경쟁적으로 가속화되고 있는 현 상황에서 UN-GTR 2단계 개정 활동에 적극 참여함으로써 국내 기술 및 교통환경이 적극 반영 되도록 하여 국내 산업 보호 및 경쟁력 확보에 기여
- UN-GTR 2단계 제안을 주도적으로 추진함으로써 수소연료전지자동차 기술기준 개발에 동참하여 시장선도 및 확대에 기여하고, 제작사의 수소연료전지자동차 원천 안전성 확보 및 보급의 활성화 기대
- (성장동력확보) 고압 수소 가스에 대한 안전성 측정 및 평가기술 개발을 통해 안전한 수소 산업 및 수소 사회 기반 조성하고, 수소연료전지자동차 선도 보급이 가능토록 하여 내수 경제 활성화 및 미래 성장동력 확보
- (국가기간산업 활용) 금속/고분자 소재 측정기술은 고부가가치의 기술집약적 하이엔드급 기술로 향후 제조업 기반의 국가 기간산업* 전반에 활용

* 가스산업, 가스발전, 원자력발전, 국방기술, 항공기술 등

- (수소연료전지자동차 안전성 확보 및 상용화 촉진) GTR 2단계 제안을 주도적으로 추진함으로써 기술기준 개발에 동참하여 시장선도 및 확대를 가속화, 제작사의 수소연료전지자동차 원천 안전성 확보 및 상용화 촉진 기대
- (국제 활동 강화) 수소연료전지자동차 GTR 2단계 개정 활동에 적극 참여하여 국내 기술 및 교통 환경을 반영하는 등 국제 위상제고에 기여

< 별첨 1> 참고 문헌

- [1] KS M ISO 15105-1
 - [2] KS M ISO 15105-2
 - [3] KS M ISO 15906
 - [4] ISO TS 15869
 - [5] ISO 17268
 - [6] KTS 기술 보고서 : 수소기술 국제 표준화 동향 및 대응 방안
 - [7] SAE J 2579
 - [8] CSA CHMC 1&2
 - [9] R. R. Barth, K. L. Simmons, and C. San Marchi, Sandia Report No. SAND2013-8904 (2013).
 - [10] J. Yamabe and S. Nishimura, Int. J. Hydrog. Energy. 34, 1977-1989 (2009).
 - [11] R. M. Barrer, Trans. Faraday Soc. 35, 628-643 (1939).
 - [12] G. J. Van Amerongen, C. Koningsberger, and G. Salomon J. Polym. Sci. 6, 639-652 (1950).
 - [13] G. J. Van Amerongen, J. Appl. Phys. 17, 972-985 (1946).
 - [14] J. Humenoder, Cryogenics. 38, 143-147 (1998).
 - [15] J. Jang and N. Chung, ASME. PVP2020-21210 (2020).
 - [16] S. Hong, J. Kim, and Y. Shin, Meas. Sci. Technol. 19, 015102 (6pp) (2008).
 - [17] Y. Shin, S. Hong, I. Lim, and K. Chung, Key Eng. Mater. 270-273, 1674-1678 (2004).
 - [18] T. Komatsuka and K. Nagai, Polym. J., 41, 455-458 (2009).
 - [19] M. Klopffer and B. Flaconnache, Oil Gas Sci. Technol. 56, 223-244 (2001).
 - [20] H. Yasuda and T. Hirotsu, J. Appl. Polym. Sci. 21, 105-112 (1977).
 - [21] S. George and S. Thomas, Prog. Polym. Sci. 26, 985-1017 (2001).
-

< 별첨 2> 총 연구개발기간 성과점검 기준표 및 증빙자료

전체년도(2019~2021)

구분	핵심 성과물 (level1)		단위 성과물 (level2)		당해단계 성과목표				해당 기관	예산 (백만 원)	실적목표			
					질적목표(측정방법)	목표치	검증방법	가중 치						
주관	1	금속 소재의 역학 물성 측정 시험 절차서 개발 및 비교 숙련도 시험	1-1	금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 시험 절차서 개발	①	인장 특성 측정 시험 절차서 개발	90 MPa H ₂ 이하, 10 ton 이하	시험성적서	3	표준연	150	시험성적서 : 2 건		
					②	피로특성 측정 시험 절차서 개발	90 MPa H ₂ 이하, 10 ⁶ cycle	시험성적서						
			1-2	금속 소재에 대한 UN-GTR 13 주관 비교 숙련도 시험	①	SSRT, 피로시험 4 개국 국제비교시험	90 MPa H ₂ 이하	UN-GTR 13 결과 보고서 채택			50			
	2	비금속 소재의 사용적합성 평가 시스템 및 시험 절차서 개발	2-1	비금속소재의 사용 적합성 평가 시스템 개발	①	비금속 소재의 재료 오염도 측정 시스템 개발	유기 오염물 분해능 10 ppm 이하	시제품시연	2		1010	시제품 : 3 건		
					②	고압수소 환경 하 O-ring의 내구성 평가 장치 개발	70 MPa H ₂ 이하, -45~85℃ 환경 구현	시제품시연						
					③	고압수소 환경 하 동적 마모 평가 장치 개발	H ₂ 환경, -35~80℃, Maximum load 50 N	시제품시연						
			2-2	비금속소재의 물성평가 시험 절차서 개발	①	비금속 소재의 기계적 물성 시험 절차서 개발	5 kN 이하	시험성적서	2		236	시험성적서 : 3 건		
					②	비금속 소재의 수소 투과도 측정 시험 절차서 개발	5x10 ⁻¹⁰ cm ² /Torr·s 이하	시험성적서						
					③	비금속 소재의 물리적 특성 및 인장 물성 시험 절차서 개발	5 kN 이하	시험성적서						
			2-3	내부기관 간 비교 숙련도 평가	①	표준연과 가스안전공사 비교숙련도 시험	비금속 소재 1종	보고서						
			3	금속 소재의 사용 적합성 평가 기준 및 코드 개발	3-1	고압수소환경 하 금속 소재의 물성 평가 및 DB 구축	①	금속 소재 인장 파괴 물성 평가 DB 구축 (논문 발표)	금속 2종 (STS, AI)		SCI급 논문	2	700	SCI급 논문: 1 건 논문: 1 건
					3-2	고압수소환경 하 금속소재의 사용 적합성 코드 개발 및 국내 기준 제안	①	국토부 고시 제안	70 MPa H ₂ 이하		담당기관 공문		50	
			4	비금속 소재의 사용적합성 평가 및 사용 적합성 기준/코드 개발	4-1	고압수소환경 하 실링소재의 물성 평가 및 DB 구축	①	실링 소재 물성 평가 DB 구축 (논문 발표)	비금속 1종 (EPDM,FKM,TPU)		논문	3	540	국내특허출원 : 1 건 논문: 1 건 SW 등록 : 4 건
					4-2	고압 수소 환경 하 비금속 소재에 대한 사용 적합성 기준/코드 개발	①	국토부 고시 제안	70 MPa H ₂ 이하, -45~85℃		담당기관 공문		297	
공동	1	수소용기 라이너의 안전 적합성 평가 및 평가기준 개발	1-1	내부기관 간 비교 숙련도 평가	①	유관기관-센터간 비교숙련도 시험	비금속 소재 1종	숙련도성적서 (전문가검토 3인이상)	2	한국가스안전공사	125	시험성적서 : 1 건		
			1-2	해외 비금속재료 평가정보 조사	①	비금속소재 시험 관련 해외 기준 및 연구 조사	해외 기준 및 연구 2건 이상	전문가검토 의견서 (3인이상)			125			

공통			1-3	수소용기 라이너 소재의 물성 평가 및 DB 구축	①	국제 규격 (CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 확산투과 성능평가	$1\text{cm}^4/\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot \text{Pa}$ 이하	시험성적서 (전문가검토 3인 이상)	2	450	시험성적서 : 5 건 국내특허출원 : 1 건 논문 : 1 건 학술발표 : 1 건				
					②	국제 규격 (CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 물리적 안정성 성능평가	부피 변화율/중량변화율 1% 이내	시험성적서 (전문가검토 3인 이상)							
					③	국제 규격 (CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 재료성질변화 성능평가	최소인장강도 : 1MPa, 최소연신율 : 1%, 최소충격치: 0.5J	시험성적서 (전문가검토 3인 이상)							
					④	국제 규격 (CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 재료불순물 분석 성능평가	10 ppm 이하	시험성적서 (전문가검토 3인 이상)							
					⑤	국제 규격 (CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 반복폭로 성능평가	80 MPa H_2 이하, 10^4 회	시험성적서 (전문가검토 3인 이상)							
					⑥	고압수소환경에 따른 PA6, PA11의 열중량변화 분석	0.1 wt% 이하	보고서 (전문가검토 3인 이상)							
			1-4	수소용기 라이너 소재의 물성 평가 및 DB 구축	①	라이너재료별 성능에 대한 안전성 평가 (SCI급 논문 발표)	PA6, PA11	논문	3	100	국내특허등록 : 1 건 SCI급 논문 : 1 건 학술발표 : 1 건				
			1-5	수소용기 라이너의 평가기준안 개발	①	국토부 고시 제안	70 MPa H_2 이하	담당기관 공문	2	100					
			안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	1		1-1	상업화된 수소연료전지자동차 적용 비금속 소재 분석	①	상업화된 Sealing 및 liner 소재의 물성 분석	비금속 소재 2종	보고서	1	15	SCI급 논문 : 2 건 논문 : 1 건 국내특허출원 : 1 건 국내특허등록 : 1 건	
1-2	실링 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	①				실링 소재의 화학 조성, 충진제 및 가교 구조에 따른 물성 분석	실링 소재 3종 (EPDM, FKM, TPU)	보고서	125						
		②				실링 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정									
1-3	라이너 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	①				라이너 소재의 화학 조성, 충진제, 가교 구조 및 후가교에 따른 물성 분석	라이너 소재 2종 (PA6, PA11)	논문	110						
		②				라이너 소재의 수소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정									
2-1	시험조건 설정을 위한 소재별 등급 분류 체계 구축	①				수소 노출 조건에 따른 표준시험편의 잔존 수소량 및 부피변화율 측정	1건	논문	1	60					
		②				시험조건 설정을 위한 소재별 등급 분류 체계 구축									
		2-2				수소 노출 후의 고신뢰성 측정 변화 시험 방법 개발					①		분류 체계별 고신뢰도 구간의 추출 시간 표준화		60
											②		수소 노출 후의 고		

					신뢰성 특성 변화 시험 방법 제시						
위탁	1	금속소재의 수소사용 적 합성 스크리 닝 간편시험 법 및 기준안 개발	1-1	수소취화 스크리 간편시험법 및 국내 기준 개발	① <i>in-situ</i> SP시험법 및 국내기준안 개 발	압력범위 : 1~20 MPa, 온 도 범 위: -80℃ ~ 80℃, 금속 소재 2종 (STS, Al)	전문가검토 의견서 (3인이상) 및 SCI급 논문	1	안동대 산단	150	SCI급 논문 : 3 건 학술발표 : <u>2 건</u>
위탁	1	금속재료의 물성변화 예 측 기술	1-1	수소취화 소재의 파 손 모델 및 물성 예 측식	① 해석 정밀도 (파손물성의 측정 값과 예측시간 오 차율)	5 % 이내	전문가 검토 의견서 및 논문	1	경희대 산단	150	SCI급 논문 : 1 건 논문 : 1 건 학술발표 : <u>2 건</u>
계								20			시험성적서 : 11 건 국내특허출원 : 3 건 국내특허등록 : <u>2</u> 건 시제품 : <u>3 건</u> SW 등록 : <u>4 건</u> SCI급 논문 : <u>8 건</u> 논문 : <u>5 건</u> 학술발표 : <u>6 건</u>

※ 해당 달성내용에 대한 증빙자료 별도 첨부 예정

1차년도(2019)

구분	핵심 성과물 (level1)	단위 성과물 (level2)	당해단계 성과목표				해당 기관	예산 (백만 원)	실적목표	
			질적목표(측정방법)	목표치	검증방법	가중 치				
주관	비금속 소재 의 사용적합 성 평가 측정 시스템 및 시 험 절차서 개 발	2-2 비금속소재의 물 성평가 시험 절 차서 개발	① 비금속 소재의 기 계적 물성 시험 절 차서 개발	5 kN 이 하	시험성적서	8	표준연	1,636	시험성적서 : 3 건	
			② 비금속 소재의 수 소 투과도 측정 시 험 절차서 개발	5×10^{-10} cm ² /Torr· s 이하	시험성적서					
			③ 비금속 소재의 물 리적 특성 및 인장 물성 시험 절차서 개발	5 kN 이 하	시험성적서					
		2-3 내부기관 간 비교 속련도 평가	① 표준연과 가스안전 공사 비교속련도 시험	비 금 속 소재 1종	보고서					
공동	수소용기 라이 너의 안전적합 성 평가 및 평 가기준 개발	1-1 수소용기라이너 시험측정 비교속 련도 평가	① KOLAS 비교속련도 시험	라 이 너 소재 1종	타기관과의 속련도 평가결과: 적합 여부	2	한국가 스안전 공사	125	시험성적서 : 1 건	
			② 표준연과 가스안전 공사 비교속련도 시험	비 금 속 소재 1종	속련도상적 서 (전문가검토 3인이상)					
		1-2 해외 비금속소재 평가정보 조사	① 비금속소재 시험 관련 해외 기준 및 연구 조사	해외 기 준 및 연 구 2건 이상	전문가검토 의견서 (3인이상)	2	125			
공동	안전사용 적합 성 평가를 위 한 소재별 표 준 시험편 개 발	1-1 상업화된 수소연 료전지자동차 적 용 비금속 소재 분석	① 상업화된 Sealing 및 liner 소재의 물성 분석	비 금 속 소재 2종	보고서	2	한국신 발피혁 연구원	15		
		1-2 실링 소재의 수소 정합성 평가를 위 한 표준 배합 선 정	① 실링 소재의 화학 조성, 충전제 및 가교 구조에 따른 물성 분석	실링 소 재 2종 (EPDM , FKM)	보고서	2		55		
			② 실링 소재의 수소 정합성 평가를 위 한 표준 배합 선정	실링 소 재 2종 (EPDM , FKM)						
위탁	금속소재의 수소사용 적 합성 스크리 닝 간편시험 법 및 표준안 개발	1-1 고압 수소환경하 금속소재 수소취화 스크리닝 간편시험법 개발	① in-situ SP시험법 개발 (논문)	입력범위 : 1~10 MPa, 온 도 범 위: -120℃ ~ 80℃	전문가검토 (3인이상)	1	안동대 산단	50		
위탁	금속재료의 물성변화 예 측 기술	1-1 수소취성 소재의 파손 모델 및 물성 예측식	① 해석 정밀도 (파손물성의 측정 값과 예측시간 오 차율)	20 % 이 내	전문가검토 의견서 (3인이상)	1	경희대 산단	50	학술발표 : 1 건	
계						20		1,966	시험성적서 : 4 건 학술발표 : 1 건	

※ 해당 달성내용에 대한 증빙자료 별도 첨부 예정

2차년도(2020)

구분	핵심 성과물 (level1)	단위 성과물 (level2)	당해단계 성과목표				해당 기관	예산 (백만원)	실적목표
			질적목표(측정방법)	목표치	검증방법	가중 치			
주관	금속소재의 역학 물성 측정 시험 절차서 개발 및	1-1 금속 소재 사용 적합성 평가를 위한 시험 절차서 개발	① 인장 특성 측정 시험 절차서 개발	90 MPa H ₂ 이하, 10 ton 이하	시험성적서	6	표준연	450	시험성적서 : <u>2 건</u> SCI급 논문 : <u>1 건</u>

	비교 숙련도 시험			②	피로특성 측정 시험 절차서 개발	90 MPa H ₂ 이하, 10 ⁶ cycle	시험성적서					
		1-2	금속 소재에 대한 UN-GTR 13 주관 비교 숙련도 시험	①	SSRT, 피로시험 4 개국 국제비교시험	90 MPa H ₂ 이하	UN-GTR 13 결과 보고서 채택					
	금속소재 물성 3성 평가 및 DB 구축	3-1	고압수소환경 하 금속 소재의 물성 평가 및 DB 구축	①	금속 소재 인장 파괴 물성평가 DB 구축	금속 1종 (STS)	SCI급 논문					
	비금속 소재의 사용적합성 평가 측정 시스템 개발	2-1	비금속소재의 사용 적합성 평가 측정 시스템 개발	①	비금속 소재의 재료 오염도 측정 시스템 개발	유기불순물 분석 분해능 10 ppm 이하	시제품시연					
②				고압수소 환경 하 O-ring의 내구성 평가 장치 개발	70 MPa H ₂ 이하, -45~85℃ 환경 구현	시제품시연						
③				고압수소 환경 하 동적 마모 평가 장치 개발	H ₂ 환경, -35~80℃, Maximum load 50 N	시제품시연						
	비금속 소재 4의 물성 평가 및 DB 구축	4-1	고압수소환경 하 실링소재의 물성 평가 및 DB 구축	①	실링 소재 물성 평가 DB 구축	비금속 1종 (EPDM)	보고서	4			500	시제품 : 3 건 SW 등록 : 2 건
공동	1	수소용기 라이너의 안전적합성 평가 및 평가 기준 개발	1-3	수소용기 라이너 소재의 물성 평가 및 DB 구축	①	국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 확산투과 성능평가	1cm ⁴ /m ² ·24h·Pa 이하	시험성적서 (전문가검토 3인이상)	4	한국가 소안전 공사	450	시험성적서 : 5 건 보고서 : 1 건 국내특허출원 : 1 건 논문 : 1 건 학술발표 : 1 건
					②	국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 물리적 안정성 성능평가	부피 변화율/중량변화율 1% 이내	시험성적서 (전문가검토 3인이상)				
					③	국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 재료성질변화 성능평가	최소인장강도 : 1MPa, 최소연신율 : 1%, 최소충격치: 0.5J	시험성적서 (전문가검토 3인이상)				
					④	국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 재료불순물 분석 성능평가	10 ppm 이하	시험성적서 (전문가검토 3인이상)				
					⑤	국제규격(CHMC2)에 따른 국내 라이너 (PA6, PA11) 반복폭로 성능평가	80 MPa H ₂ 이하, 10 ⁴ 회	시험성적서 (전문가검토 3인이상)				
					⑥	고압수소환경에 따른 PA6, PA11의 열 중량변화 분석	0.1 wt% 이하	보고서 (전문가검토 3인이상)				
공동	1	안전사용적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	1-2	실링 소재의 수소 정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	①	실링 소재의 화학 조성, 충전제, 가공 구조 및 후가공에 따른 물성 분석	실링 소재 1종 (TPU)	보고서	2	한국신 발피혁 연구원	100	논문 : 1건 국내특허출원 : 1 건
			1-3		라이너 소재의 수						①	

				소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	②	화학 구조, 결정화도, 첨가제 및 가공 조건에 따른 물성 분석	소재 1종 (PA6)					
위탁	1	금속소재의 수소사용 적합성 스크리닝 간편시험법 및 기준안 개발	1-1	금속재료 SP 시험 측정 및 DB 구축	①	금속 소재 <i>in-situ</i> SP간편시험법 측정 및 DB 구축	금속 소재 2종 (STS, AI)	전문가 검토 의견서	1	안동대 산단	50	학술발표 : 1 건
위탁	1	금속재료의 물성변화 예측 기술	1-1	수소취성 소재의 파손 모델 및 물성 예측식	①	해석 정밀도 (파손물성의 측정 값과 예측시간 오차율)	10 % 이내	전문가 검토 의견서	1	경희대 산단	50	학술발표 : 1 건
계							9		20			시험성적서 : 7 건 국내특허출원 : 2 건 시제품 : 3 건 SW 등록 : 2 건 SCI급 논문 : 1 건 논문 : 2 건 학술발표 : 3 건

※ 해당 달성내용에 대한 증빙자료 별도 첨부 예정

3차년도(2021)

구분	핵심 성과물 (level1)		단위 성과물 (level2)		당해단계 성과목표				해당 기관	예산 (백 만원)	실적목표
					질적목표(측정방법)	목표치	검증방법	가중 치			
주관	3	금속 소재의 사용 적합성 평가 기준 및 코드 개발	3-1	고압수소환경 하 금속 소재의 물성 평가 및 DB 구축	① 금속 소재 인장 파로 물성 평가 DB 구축 (논문 발표)	금속 1종 (Al)	보고서	5	표준연	100	국내특허출원 : 1 건 논문 : 2 건 SW 등록 : 2 건
			3-2	고압수소환경 하 금속소재의 사용 적합성 코드 개발 및 국내 기준 제 안	① 국토부 고시 제안	70 MPa H ₂ 이하	담당기관 공문			100	
	4	비금속 소재 의 사용적합 성 평가 및 사용 적합성 기준/코드 개 발	4-1	고압수소환경 하 실링소재의 물성 평가 및 DB 구축	① 실링 소재 물성 평 가 DB 구축 (논문 발표)	비금속 2종 (FKM, TPU)	보고서	5		200	
			4-2	고압 수소 환경 하 비금속 소재에 대한 사용 적합성 기준/코드 개발	① 국토부 고시 제안	70 MPa H ₂ 이하, -45~85 ℃	담당기관 공문			47	
공동	1	수소용기 라이너의 안전적합성 평가 및 평가기준 개발	1-4	수소용기 라이너 소재의 물성 평가 및 DB 구축	① 라이너재료별 성능 에 대한 안전성평 가 (SCI급 논문 발 표)	PA6, PA11	논문	3	한구가 스안전 공사	100	국내특허등록 : 1 건 SCI급 논문 : 1 건 학술발표 : 1 건
			1-5	수소용기 라이너의 평가기준안 개발	① 국토부 고시 제안	70 MPa H ₂ 이하	담당기관 공문	2		100	
공동	1	안전사용 적합성 평가를 위한 소재별 표준 시험편 개발	1-3	라이너 소재의 수 소정합성 평가를 위한 표준 배합 선정	① 라이너 소재의 화학 구조, 결정 화도, 첨가제 및 가공 조건에 따 른 물성 분석 ② 라이너 소재의 수소정합성 평가 를 위한 표준 배 합 선정	라이너 소재 1종 (PA11)	논문	1	한국신 발피혁 연구원	30	국내특허등록 : 1 건 SCI급 논문 : 2 건
	2	소재 등급	2-1	시험조건 설정을	① 수소 노출 조건에	10 ppm	논문	1		40	

		별 CHC-2 시험 프로 세스 개발	2-2	위험 소재별 등급 분류 체계 구축	② 시험조건 설정을 위한 소재별 등급 분류 체계 구축	이하					
				수소 노출 후의 고신뢰성 특성 변 화 시험 방법 개 발	① 분류 체계별 고신 뢰도 구간의 추출 시간 표준화 ② 수소 노출 후의 고 신뢰성 특성 변화 시험 방법 제시	70 MPa H ₂ 이하	1		40		
위탁	1	금속소재의 수소사용 적 합성 스크리 닝 간편시험 법 및 기준안 개발	1-1	금속재료 수소취화 스크리닝을 위한 간편시험법 국내기준 개발	① <i>in-situ</i> SP간편시험 법 국내기준안 개 발	압력범위 : 1~20 MPa, 온도 범 위: -80℃ ~ 80℃	논문	1	안동대 산단	50	SCI급 논문: 3 건 학술발표: 1 건
위탁	1	금속재료의 물성변화 예 측 기술	1-1	수소취성 소재의 파손 모델 및 물성 예측식	① 해석 정밀도 (파손물성의 측정 값과 예측시간 오 차율)	5 % 이내	논문	1	경희대 산단	50	SCI급 논문: 1 건 논문: 1 건
계						9		20			국내특허출원: 1건 국내특허등록: 2 건 SW 등록: 2 건 SCI급 논문: 7 건 논문: 3 건 학술발표: 2 건

※ 해당 달성내용에 대한 증빙자료 별도 첨부 예정

< 별첨 3> 세부 정량적 연구개발성과 증빙자료

별첨 자료

1. 참고문헌

2. 총 연구개발기간 성과점검기준표 및 증빙자료

3. 세부 정량적 연구개발성과 증빙자료(총 연구개발기간 성과점검기준표 실적 증빙자료에 기 포함되어 있는 증빙자료 제외)

주 의

1. 이 보고서는 국토교통부에서 시행한 국토교통과학기술 연구개발사업 ‘교통물류연구개발사업’ 연구개발과제 최종보고서이다.
2. 이 연구개발내용을 대외적으로 발표할 때에는 반드시 국토교통부(국토교통과학기술진흥원)에서 시행한 국토교통과학기술 연구개발사업의 결과임을 밝혀야 한다.
3. 국가과학기술 기밀 유지에 필요한 내용은 대외적으로 발표 또는 공개하여서는 안 된다.