

高圧水素タンクの充填時検査技術の開発（第3報）

Development of Inspection Technology for Filling High-pressure Hydrogen Tanks (3rd Report)

材料技術部 金属・物性科 工藤弘行 佐藤浩樹

本研究は、高圧水素ガスを水素タンクに充填する時に同時に亀裂の検査を実施する「充填時検査技術」を開発するものである。最終年度となる本年度は、内面に模擬亀裂を有するタンク試験片に対する水圧試験を行い、画像処理による亀裂検知の精度検証を行った。また、水素環境下疲労試験を実施し、疲労破壊の進展を予測するための手法を検討した。

Key words: デジタル画像相関法、疲労破壊、破壊力学、水素脆化

1. 緒言

日本は欧米に比べて水素エネルギー活用が先行しているが、直近数年の水素ステーションや燃料電池車の普及は若干スローダウンしているとも言われており、さらなる利活用拡大に向けて、普及を後押しする技術開発の必要性が一段と高まっている。

水素の運搬・貯蔵技術としては、液化水素、高圧ガスの2つが代表的であるが、高圧水素ガスタンクは、製造時にタンク内面に生じた初期欠陥が疲労亀裂として進展し、最終破壊に至る懸念がある。現在、水素タンクとして多用されている金属材料は水素環境下で強度が低下する「水素脆化」への懸念から高価な材料に使用が限定されている。今後規制緩和により安価な低合金鋼も使用できる可能性があるが、安価な材料であっても安全性を担保する必要がある。

本研究は、高圧水素ガスを水素タンクに充填する時に同時に欠陥の検査を実施する「充填時検査」を開発するもので、昨年度までの2年間で、デジタル画像相関法（以下DIC）により亀裂の位置や長さを検知する技術や、CAE破壊力学により破壊判定や亀裂進展予測する技術など要素技術の開発を行った。図1は、昨年までの研究成果をもとに構築した点検技術の全体像¹⁾であり、各種要素技術の関係を示している。図中四角は要素技術を意味し、赤は本研究グループで、緑は外部機関で保有する技術を示す。色の濃淡は習熟度、完成度を意味する。

点検技術は下記の3つの手順で構成される。

第1段階では、画像処理でタンク内面の亀裂の位置と亀裂長さを特定する。

第2段階では、検知された亀裂の位置と長さを反映したCAEタンクモデルの計算により、破壊力学に基づいた破壊判定を行う。亀裂が大きい場合はこの時点でタンクの使用を停止する。

第3段階では、予めCAE亀裂進展解析により求めた負荷サイクル数と亀裂進展のグラフ(N-da)などを基に寿命診断し、今後の充填回数の予測や点検履歴を加

味して、将来の点検計画の立案をする。

現時点の残された課題は、「水素脆化」の影響を反映した、高圧水素ガス中の亀裂進展特性に関する情報が不足している点である。亀裂進展特性は、亀裂を持つ試験体に対して疲労試験を行い、亀裂進展速度を破壊力学的な手法で評価するものである。一般的には、圧力容器中に試験片を設置し大量の水素ガスを注入し高圧状態として実施されるが、全国的にも試験ができる機関が少ない。そこで当所が採用したのが中空試験法である。中空試験法は、一般的な丸棒試験片の中央に設けた中空部に水素ガスを注入する方法であるため、従来手法に比べて、ガス使用量が桁違いに少なく、安価で簡便な方法と期待されている。現行の評価方法は、あくまで「材料選定」を行う観点の評価であるため、疲労試験や亀裂進展特性の把握に関しては、未だ研究段階で発展途上である。

以上より、本研究の最終年度となる本年度は、内面に亀裂を有するタンク試験体を製作し、水圧試験時のDIC測定を実施し、DIC検知技術の有効性を検証した。また、中空試験法による水素環境下疲労試験を実施するとともに、試験結果から亀裂進展特性を評価する手法を検討した。

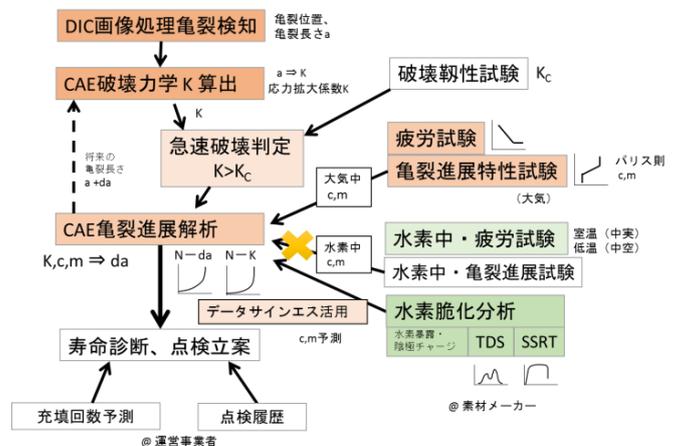


図1 本研究の点検技術の全体像イメージ

なお、当所では、過去の研究において、水素タンク内面の欠陥検知について、コンプライアンス法と DIC 亀裂検知の 2 つの点検技術を提案している²⁾。図 2 は、その概要を示したものである。コンプライアンス法とは、亀裂成長に伴うコンプライアンス（剛性の逆数）の変化を亀裂検知に利用する手法であり、DIC 亀裂検知とは亀裂周辺の不均質なひずみ分布から直接亀裂の場所を特定する手法である。

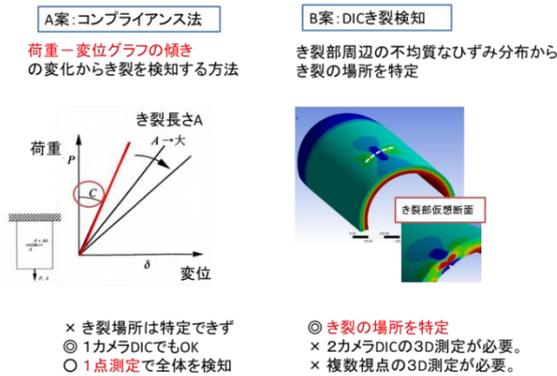


図 2 当所が提案する 2 つの亀裂検知技術

2. 実験及び CAE 解析

2. 1. DIC 測定の原理

本研究では、高圧水素ガスタンクが充填する過程のタンク外表面をカメラで撮影し、DIC 画像処理による亀裂検知を行う。

はじめに、本研究で用いた画像処理手法であるデジタル画像相関法 (DIC) について説明する。本手法は、変位・ひずみを測定するための画像処理手法である。図 3 は DIC の原理を説明したものである。図中、緑枠線は「サブセット」と呼ばれる画像処理のマーカであり、X 方向数十画素×Y 方向横数十画素の大きさである。DIC では、変形前の画像を基準とし、画像の相関性を頼りに、変形後の画像から同一の「サブセット」を追跡することで、サブセット単位の変位測定が可能である。この際、サブセットにおける画素単位のコントラスト情報を XY 二次元関数に補間して、関数同士の照合を行うことで、1 画素より小さい単位の「サブピクセル処理」を行い、1/100 画素レベルの測定精度を持っていることが特徴である。さらに、「サブセット」自体の変形から、ひずみを算出する。1 カメラの測定で 2 次元平面の測定が可能であり、2 カメラ測定ではステレオ法により 3 次元曲面の測定が可能である。

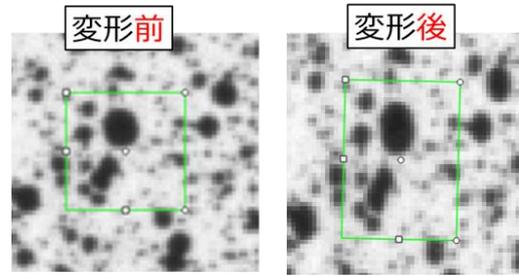


図 3 DIC の原理説明図
(左) 変形前 (右) 変形後

2. 2. 模擬亀裂付きタンク試験片の製作

水圧試験に用いるタンク試験体では、実タンクで想定される内面部の亀裂を模擬する切欠き（以下、模擬亀裂と呼ぶ）が必要である。内面に任意の大きさの亀裂を有する模擬タンク試験体を製作する加工方法として金属積層造形を用いた。一般な金属積層造形機では、タンク内部の中空部に造形したサポート材の除去が困難となるが、本研究では太陽日酸（株）山梨事業所が所有する「サポートレス造形」が可能な造形機を用いて、内部にサポート材のない試験体を製作した。

タンク試験体は、肉厚に対する亀裂長さの比である規格化亀裂長さを 0.25、0.5、0.75、0（亀裂なしを意味する）とした 4 個を作成した。以降、それぞれのサンプルを C25、C50、C75、C00 と呼ぶ。図 4 に C75 タンク試験体の CAD 図を示す。なお、C00、C25 サンプルは肉厚 1[mm]、C50、C75 サンプルは肉厚 2[mm]とした。これは、積層造形機では、残厚は 0.5[mm]以上が望ましいという指針があるためである。材料は、造形機専用のアルミ合金を用いた。

なお、図 5 に示すとおり、破壊力学では亀裂を半楕円形状と仮定し、亀裂が成長し貫通する方向の寸法を「長さ」と呼び、直角方向の寸法を「幅」と呼ぶ。

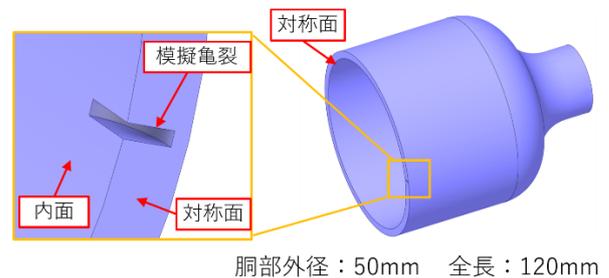


図 4 C75 タンク試験片の CAD 図 (1/2 のみ表示)

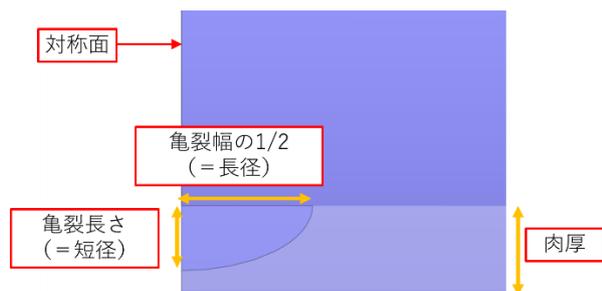


図5 模擬亀裂拡大図

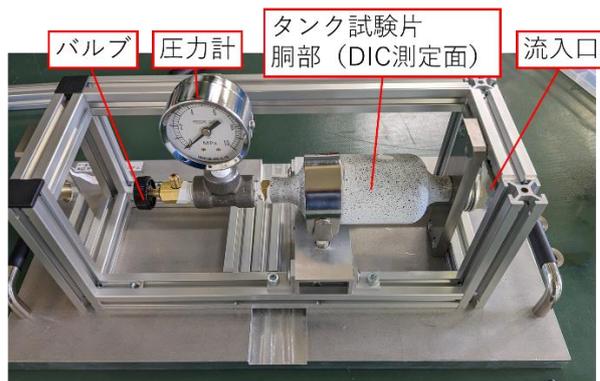


図7 タンク試験片フレームセット

2. 3. 水圧試験およびDIC 撮影試験

本研究では、タンク試験片に変形を与える試験として、水圧試験を用いた。水圧試験は、試験中に破壊が発生した場合、空圧試験に比べて安全である。

図6に水圧試験に用いた手動ポンプとタンク試験片フレームセットを示す。タンク試験片フレームセットは、水圧試験とDIC 観察を効率よく行うため、試験片をアルミフレームに固定したものである。図7に、その構成を示すが、試験体、バルブ、圧力計、継手、固定具からなる。DIC 測定の視野を確保するため、前方上部のフレームを外した構造としている。また、タンク試験片の胴部には、DIC 測定のため、白黒のランダムパターンをスプレーにより塗布している。

図8に DIC 画像撮影の状況を示す。DIC 解析は、コリレイテッド・ソリューションズ社製ソフトウェア VIC-3D を用いて、2 台のカメラを用いた 3次元解析を行った。無負荷の状態から、最大 10[MPa]まで圧力を上昇し、10[sec]程度保持した後、圧力が減少し 1[MPa]となるまでの過程を撮影インターバル 0.2[sec]で連続的に撮影した。なお、亀裂位置の目安となる位置に印を付けて撮影を行った。

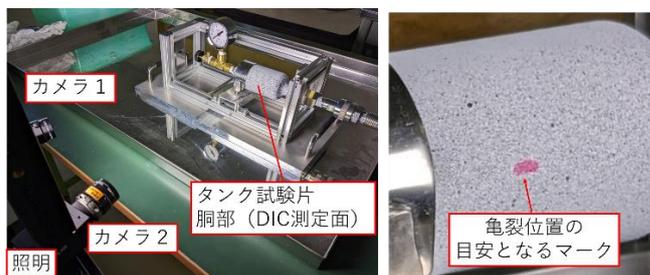


図8 DIC 画像撮影の状況

2. 4. 水圧試験に関する CAE 解析

水圧試験時の DIC 測定結果の妥当性を検証するため、CAE 解析を実施した。

CAE 解析モデルは、図4の造形用 CAD と共通であり、左右対称の変形が生じるため、亀裂の中間で仮想切断面とした、1/2 モデルとしている。

DIC 試験との比較のため、C00 サンプルに 5MPa の圧力を負荷した場合と、C75 サンプルに 10MPa の圧力を負荷した場合の解析を行った。

2. 5. 中空試験法による水素環境下疲労試験

本研究では、中空試験片について、規格案に則った静的強度試験とある程度の整合性の持った疲労試験手法の開発を行った。なお、本試験は仙台高専名取キャンパスへの委託研究として実施した。

図9に使用した試験片形状を示す。中空部の仕上げ加工に関しては、研磨仕上げをすることもあるが、今回はガンドリル加工までとしている。

試験はロードセル容量 100 [kN] の油圧式疲労試験機 (インストロン 8801) を用いて、試験温度は 20[°C] (室温、大気中) で実施した。水素ガス及び不活性ガス (本研究では Ar) は G1 ガスを用い、ターボ分子ポンプで配管内を十分に排気した後、ガスを導入し、試験片中空部が約 105 [MPa] になるように昇圧ポンプ (z プレテック製) を用いて昇圧した。図 10 に疲労試験機および昇圧ラインの外観写真を示す。試験片固定方



図6 手動ポンプとタンク試験片フレームセット

法は図11に示したように試験片の上下両端をねじ式で固定しながら、配管を外に出すような治具を設計・製作して油圧チャックで固定している。試験中のねじのゆるみは起きておらず、破断まで試験片は固定された状態を保っている。

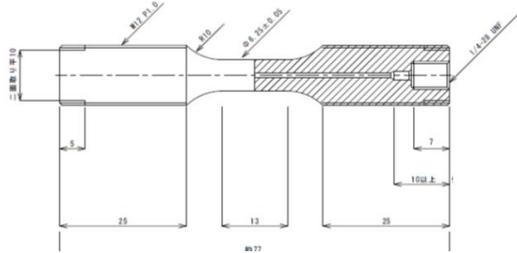


図9 中空疲労試験片の形状寸法



図10 中空試験片式高圧ガス疲労試験機の装置外観



図11 試験片固定部写真

2. 6. 中空試験法に関するCAE解析

中空試験法による水素環境下疲労試験結果から、点検技術に必要な亀裂進展特性を得るため、中空試験片のCAE解析を実施した。

図12に、CAE解析モデルを示す。対称性を考慮し、90度の部分のみモデル化している。長さ1[mm]の周方向内表面全周亀裂を作成し、亀裂進展解析を実施した。境界条件は内径面に圧力105[MPa]、軸方向荷重として応力650[MPa]に相当する4592[N]を与えた。

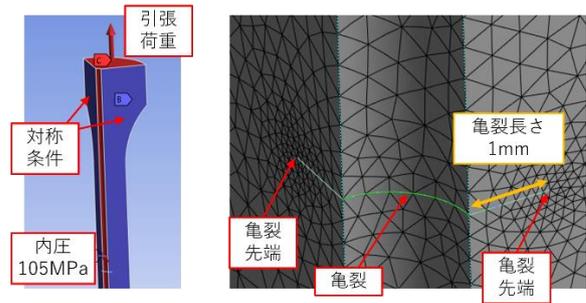


図12 中空試験片モデル
(左) 境界条件 (右) 亀裂近傍の要素分割図

3. 実験及びCAE解析結果

3. 1. 金属積層造形によるタンク試験体製作

図13に造形した試験体の外観写真を示す。試験体の表面は金属積層特有の微細な凹凸があるもの大きな寸法の狂いもなく概ね狙い通りの形状となっている。

図14にC50サンプルのX線CT観察結果を示した。若干のダレがあるが概ね狙い通り亀裂形状である。



図13 金属積層造形したタンク試験体

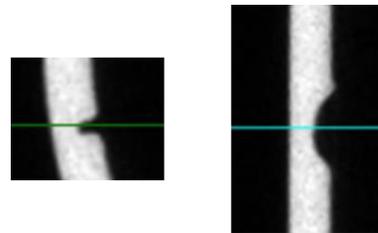


図14 C50サンプル模擬亀裂のX線CT観察結果
(左) 円周断面 (右) 長手断面

3. 2. タンク試験体水圧試験時のDIC測定

本項目では、亀裂がないC00サンプルと、亀裂が大きいC50、C75サンプルの測定結果を示す。亀裂の小さいC25サンプルは評価法を検討中である。

DIC解析では、2台のカメラを結ぶ方向、すなわち測定画像の左右方向をX座標、測定画像の上下方向をY座標、奥行方向をZ座標とする。また、それぞれ右、上、手前を正方向とする。

図15はC00サンプルのZ方向変位を示したもので圧力5[MPa]の時点の結果である。なお、この測定では、解析結果と圧力の関係性を確認するため、圧力計を視野に収めて撮影している。

水圧を受けることにより、胴部中央部では、 $30[\mu\text{m}]$ 程度のほぼ均一の膨らみ変形を測定することができた。この時の $\pm 5[\mu\text{m}]$ 程度のムラが見られるが、これはDIC測定ノイズである。

そこで、測定ノイズの定量評価のため、ボックスカーソルを利用した。ボックスカーソルは、長方形内の結果を平均化して評価する基本的なツールで、主に時系列変化グラフを得るために使用する。

図16は、図15と同じ圧力 $5[\text{MPa}]$ におけるC00サンプルの前後方向変位分布の最大値付近にボックスカーソルを配置し、長方形中のデータに関する統計情報出力を行なったものである。長方形ボックス中の評価点は1102点であり、最大値は $34.99[\mu\text{m}]$ 、最小値は $23.66[\mu\text{m}]$ 、平均値は $29.58[\mu\text{m}]$ 、標準偏差は $1.85[\mu\text{m}]$ であった。このように標準偏差は測定ノイズの指標として利用できると思われる。

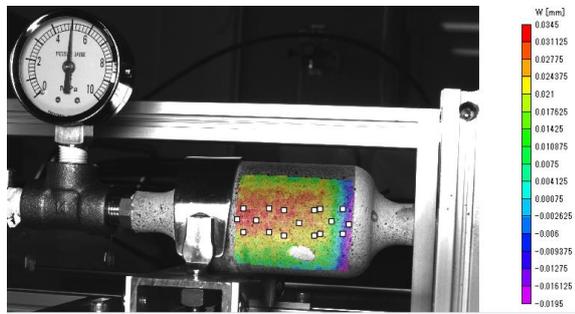


図15 亀裂なしサンプルのDIC測定結果 (前後方向変位 @ 5MPa)

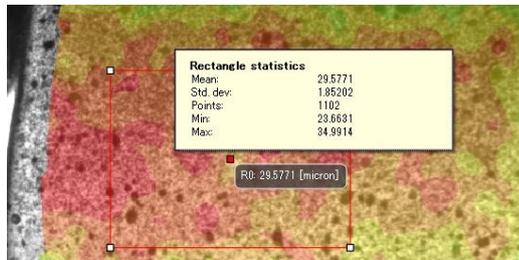


図16 長方形ボックスカーソル内の統計情報

ボックスカーソルを用いた経時変化評価の例として、図17にY方向ひずみ-時間グラフを示す。図上部には、ボックスの配置状況も併せて記す。同じ胴部に配置したR0とR1のグラフはほぼ同一であるのに対し、鏡板部に近い端部のR2のグラフはR0、R1に比べてひずみが10%程度低く、胴部と端部の変形の違いを明確に区別することが可能である。

手動ポンプの操作であるため、圧力変動は一定の増え方ではないが、ひずみの変動は圧力計で読み取った圧力の変動にほぼ追従しており、即応性も良かった。よって、以降の試験では、測定精度を重視し、カメラをより近接し、タンク試験体胴部を画面一杯に収める

撮影条件とした。

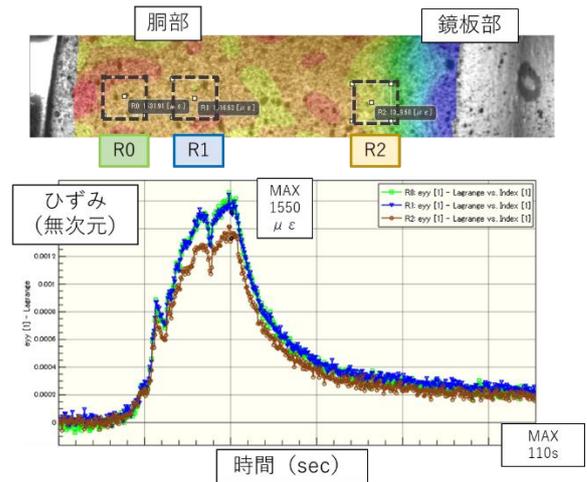


図17 C00サンプルのy方向ひずみの経時変化グラフ (ボックスカーソル3地点の比較)

図18、図19は圧力 10MPa におけるC75サンプルおよびC50サンプルのX方向ひずみ分布結果であるが、亀裂の存在を示す不均一分布が確認できた。なお、欠陥部を視認しやすいようにカラースケールの上限値、下限値を調整している。不均一分布と亀裂の目安マークの位置の整合性を確認するため、図20にカラーマップなしとカラーマップ透過度20%の画像を示す。図中には、コントラストが濃い領域として視認できる目安マークの外周縁を橙色の線で示したが、不均一分布の中心の青い部分がマークと重なっている。

次に、図19中に示したラインカーソルを用いた評価例を示す。ラインカーソルとは、分布図の任意の位置に線を描き、線上の結果を読み取りグラフ表示するものである。

図21はラインカーソルL0を用いて作成したX方向ひずみ-Y座標グラフ、図22はラインカーソルL1を用いて作成したX座標-X方向ひずみグラフである。図中、赤線は圧力 $10[\text{MPa}]$ における分布、灰色の線は、圧力 $0, 2.5, 5, 7.5[\text{MPa}]$ における分布を示すが、圧力増加に応じたひずみ増加が確認できる。また、亀裂の存在に起因するピークを明瞭に視認できる。

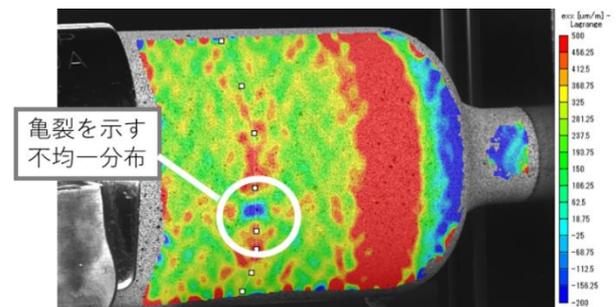


図18 X方向ひずみ分布 (C75@10MPa)

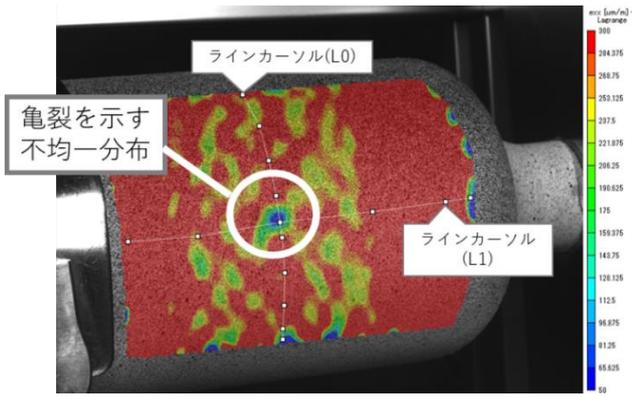


図 19 X 方向ひずみ分布 (C50@10MPa)

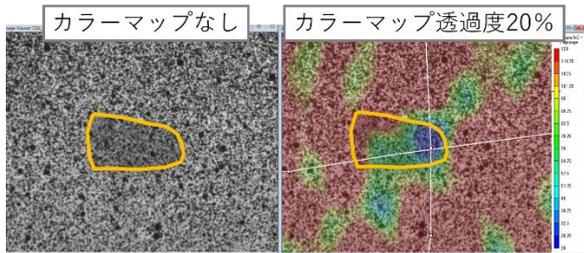


図 20 不均一分布と亀裂の目安マークの位置関係

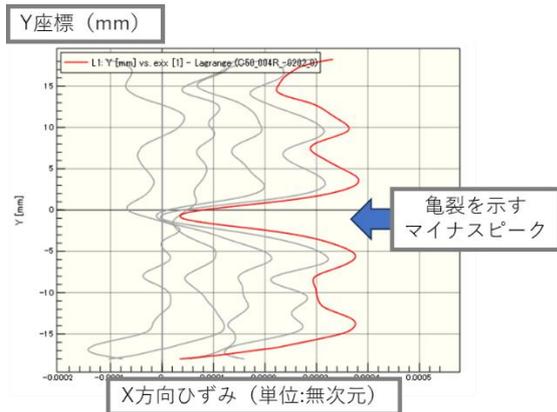


図 21 X 方向ひずみ-Y座標グラフ (ラインL0)

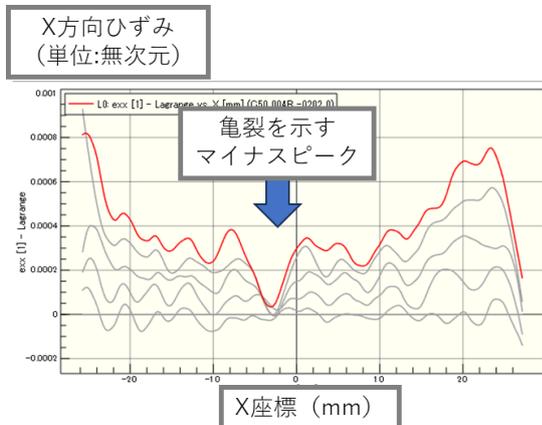


図 22 X 座標-X 方向ひずみグラフ (ラインL1)

3. 3. 水圧試験に関する CAE 解析

図 2 3 に亀裂がない C00 サンプルの変位分布結果を示す。最大変位は 36[μm]であり、分布の様子も図 1 5 に示した DIC 結果とよく一致している。

図 2 4、図 2 5 は C75 および C50 サンプルの X 方向ひずみ分布結果である。DIC との比較のため、DIC 測定面である外表面の結果のみを DIC とカラースケールを合せて表示している。亀裂部は青色-200[$\mu\epsilon$]程度の極小値となる他、その周辺に局所的な極大値や特徴的な分布を示すことを確認した。この分布の特徴は図 1 8、図 1 9 の DIC 測定ととても良く似ている。

以上により、水圧試験及び DIC 撮影の妥当性を確認した。

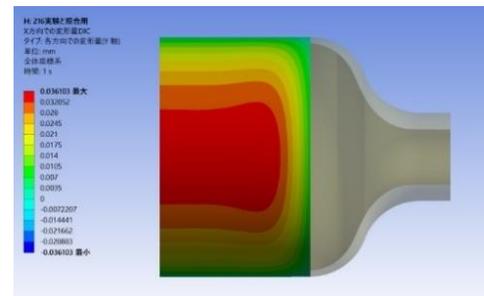


図 2 3 前後方向変位分布 (C00 @5MPa)

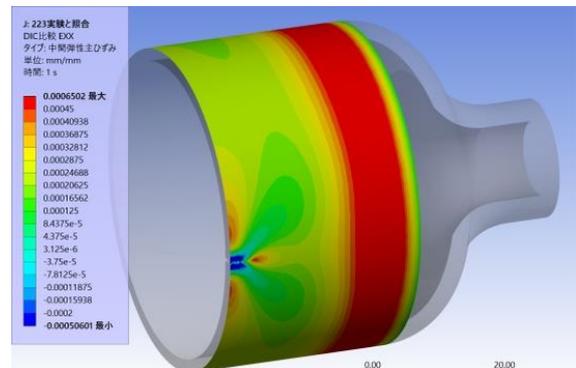


図 2 4 X 方向ひずみ分布 (C75 @10MPa)

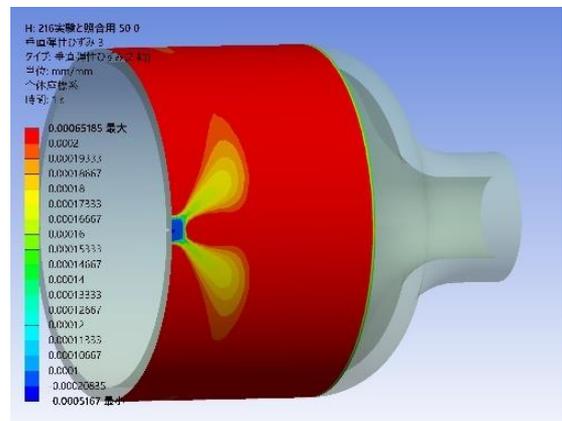


図 2 5 X 方向ひずみ分布 (C50 @10MPa)

3. 4. 中空試験法による疲労試験結果

本試験は水素脆化の影響が出やすいとされる低サイクル領域を狙って試験条件を決定した。表 1 に、SCM435 材の疲労試験結果を示す。

ピーク応力 600[MPa]以下の条件では破断に至らなかったが、ピーク応力 650[MPa]の複数の条件で破断した。図 2 6 は、電子顕微鏡による破断面観察写真であるが、中心部の穴から、周辺に放射状に破壊が進行している様子を確認することができる。また、別途実施した不活性ガス中の試験より破断の回数が早く、破面にも水素脆化の特徴が見られた。

以上のように、中空試験法により水素環境下疲労試験が可能であることを確認した。

表 1 中空試験法結果まとめ

試験片 参照番号	平均応力 MPa	応力振幅 MPa	最小応力 MPa	最大応力 MPa	周波数 Hz	繰り返し数 -	水素脆化 破面
SCM435-1	357.5	292.5	65	650	1	1,134	有
SCM435-2	330	270	60	600	1	101,839*	—
SCM435-3	330	270	60	600	10	105,517*	—
SCM435-4	357.5	242.5	115	600	1	29,696*	—
SCM435-5	292.5	357.5	-65	650	1	218	有
SCM435-6	390	260	130	650	1	3,323	有

※ 繰り返し数の*は、未破断であることを示す。

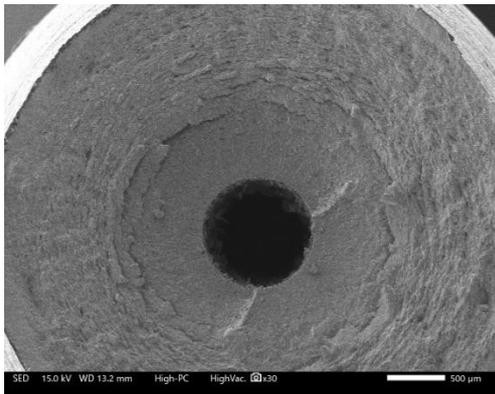


図 2 6 SCM435 の水素ガス疲労破面例 (試験片番号 SCM435-6)

3. 5. 中空試験法に関する CAE 解析結果

本解析では 15 回のステップの計算を行い、トータル 724 回の負荷で、1.31[mm]亀裂が進展する結果を得た。

図 2 7 に計算初期と終期の上下方向ひずみ分布を示す。亀裂前方の応力集中分布が右側に移動し、その影響が外表面に及んでいる。

図 2 8 は計算結果を、横軸に負荷サイクル、縦軸に亀裂進展量のグラフとしてまとめた結果である。

以上のように、中空試験法による疲労試験を再現できる亀裂進展解析を実施できることを確認した。

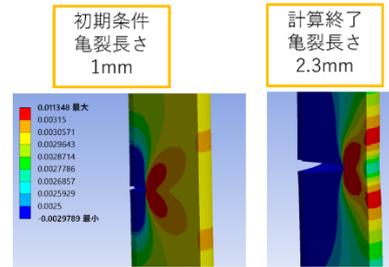


図 2 7 亀裂進展解析結果 (上下方向ひずみ分布)

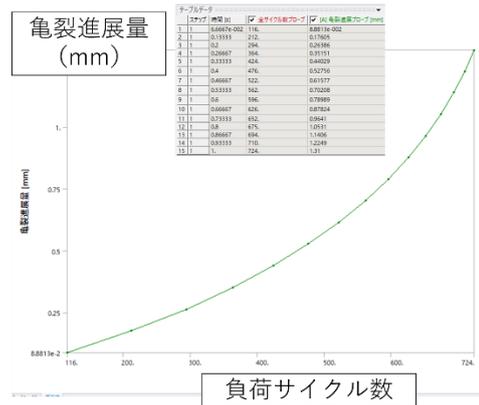


図 2 8 負荷サイクル-亀裂進展量グラフ

4. 考察

図 2 に 2 つの点検技術を紹介したが、本研究の結果から、いずれも有効と考える。

コンプライアンス法では、10%程度のコンプライアンスの変化が検知に必要な目安とされているが、図 1 7 に示すように、ボックスカーソルの経時変グラフは十分な測定精度を持っている。一方、不均一分布による検知も図 1 8、図 1 9 に示した通り、有効である。従って、複数の評価手法を併用した総合的な判断が最適であると考え、図 2 9 に DIC 検知技術の利用イメージとしてまとめた。

画面には、右上にひずみ分布図、左上に Y 方向ラインカーソル評価、右下に X 方向ラインカーソル評価を配置している。ラインカーソルの X 座標、Y 座標を右上の分布図と一致させ、分布図とラインカーソル図の同一点を参照しやすい工夫をしている。左下のグラフは、ボックスカーソルによる経時変化グラフであるが、将来的には、圧力計のデータをリアルタイム測定し、圧力-変位 (あるいは、ひずみ) 表示とすることが望ましいと考える。図 2 9 測定例では、右上の分布図による検知では確認を得るほどではないが、左上の Y 方向ラインカーソルによる評価において明瞭なマイナスピークが表れており、欠陥の存在の可能性が高いと判断できる。

上記ピークの判断には、測定ノイズの影響が大きいため、本研究で実施した測定から代表的な撮影条件のばらつきについて、図16と同様に測定ノイズの定量評価した結果を表2にまとめた。今後、点検技術の実用化に向けて重要になると見込まれるため、使用するレンズや測定距離、被写体の大きさ、画像処理マーカーの状態毎に情報を蓄積したいと考える。

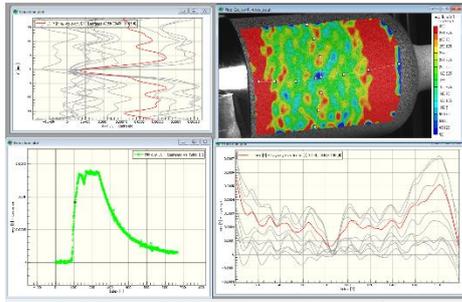


図29 総合的な亀裂判定手法のイメージ
(C50@6MPaの評価画面)

表2 測定ノイズの定量評価

レンズ	焦点距離 17mm レンズ					
	約40cm (図18、19)			約60cm (図15)		
距離	前後方向 変位	X方向 ひずみ	Y方向 ひずみ	前後方向 変位	X方向 ひずみ	Y方向 ひずみ
	[μm]	[$\mu\epsilon$]	[$\mu\epsilon$]	[μm]	[$\mu\epsilon$]	[$\mu\epsilon$]
平均値	34.60	283	1374	408	382	1592
標準偏差	0.47	38.6	48.9	1.85	36.6	52.0
最大値	35.74	202	1471	34.99	478	1775
最小値	33.14	379	1261	23.66	301	1450
変動率	1.36%	13.64%	3.56%	0.45%	9.58%	3.27%

7. 結言

高圧水素タンクに水素ガスを充填する際に、画像処理によりタンクの健全性を診断する充填時検査技術を開発した。最終年度となる本年度は、内面に模擬亀裂を有するタンク試験片の水圧試験、水圧試験中のDIC亀裂検知試験、中空試験法による水素環境下疲労試験などを実施し、以下の知見を得た。

- ① タンク試験片の水圧試験時の変形挙動をDICで解析した結果、圧力計の読み取り値の変動に追従したひずみ、変位変化が生じることを確認した。
- ② ボックスカーソルを用いて評価したひずみ-時間グラフにより、ひずみが10%程度低い部位を明確に区別することが可能であることを確認した。
- ③ 規格化亀裂長さが0.5、0.75のタンク試験片に対するDIC亀裂検知解析により、亀裂の存在を示す不均一分布が確認できた。また、不均一分布の中心と亀裂位置が一致することを確認した。

- ④ 中空試験法による水素環境下疲労試験について、ピーク応力 650[MPa]とすることで破断まで試験可能であることを確認した。
- ⑤ 中空試験法に対応したCAE破壊力学解析を実施し、亀裂進展解析が可能であることを確認した。

参考文献

- 1) 工藤ら. 高圧水素タンクの充填時検査技術の開発 (第2報). 令和4年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告, 2022
- 2) 工藤ら. 水素社会実現のためのプラント運転管理・点検技術の開発. 平成30年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告, 2019, p. 90-96.