2019年度NEDO次世代電池・水素成果報告会

発表No.H1-13

超高圧水素インフラ本格普及技術研究開発事業／国内規制適正化に関わる技術開発／中空試験片高圧水素中材料試験法規格化のための研究開発

西川 嗣彬
国立研究開発法人物質・材料研究機構
2019年7月18日

連絡先 NIMS（緒形）
E-mail: OGATA.Toshio@nims.go.jp
TEL: 029-859-2341

事業概要

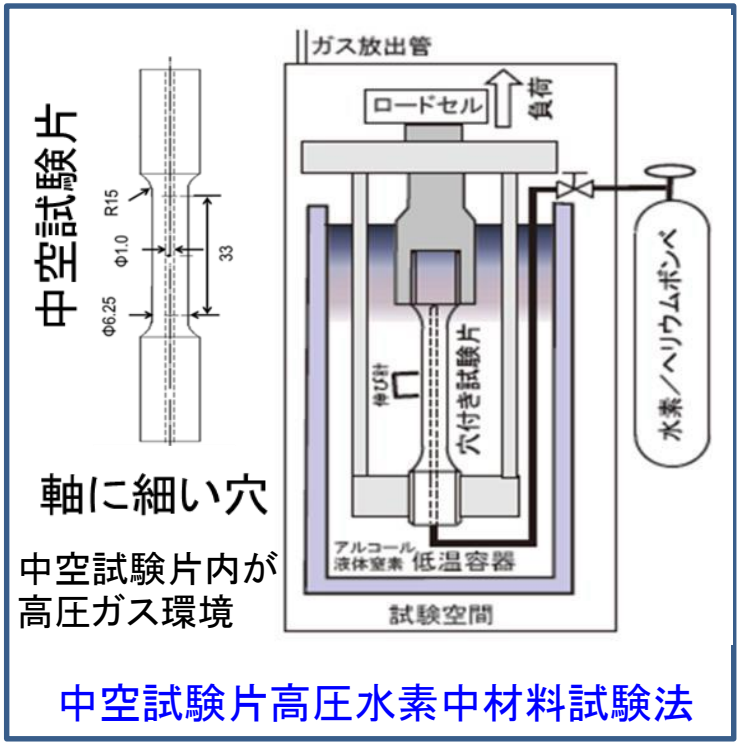
高圧水素中材料試験費用の低減及び試験期間の短縮のために標準的な試験方法として中空試験片高圧水素中材料試験法を確立する。

1. 期間

開始　　:2018年6月
終了(予定):2020年3月
(単年度契約で継続評価)

2. 最終目標

中空式高圧水素中材料試験法の規格案作成・提案
Ⅰ. 低歪み速度引張試験:2020年度末(参考)
Ⅱ. 中空試験片疲労試験:2022年度末(参考)



中空試験片高圧水素中材料試験法

3.成果・進捗概要

- 計画通りに、
  低歪み速度引張試験(SSRT)の中空試験片形状の、内面仕上げ条件を確定し、
  内径／外径寸法の許容範囲の検証に着手。
- 当初計画より前倒しで、
  中空試験片の高圧水素中疲労試験への適応可能性の検討に着手。

背　景

- 水素は、爆発や材料を脆化させる危険性があるため、高圧水素関連施設に用いられる材料の認可のために、使用する圧力や温度での水素ガス環境中での材料特性が求められている。
- 水素スタンド用材料の水素適合性の評価は、数10年前から大気中或は高圧容器内の不活性ガス及び水素中での、中実試験片による機械的特性の比較によりなされている。
- しかし、多くの中実試験片方式の試験は、

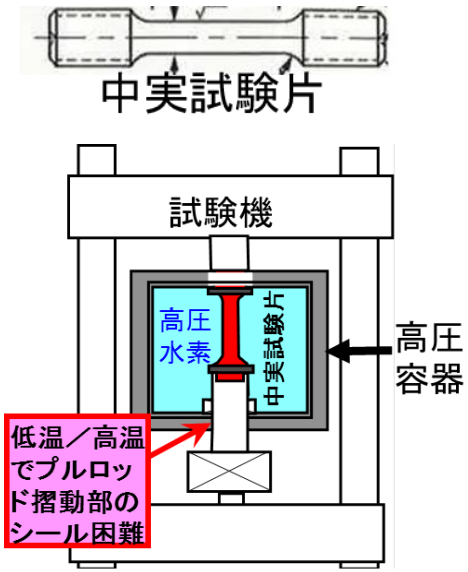
(1) 装置の初期費用及び試験実施費用が高い、

(2) 高圧容器とその付帯高圧設備の維持管理、

(3) 荷重軸のシール構造の摩擦による誤差、

(4) 低温や高温試験及び疲労試験が難しい、

など多くの課題があり、試験実施が容易ではなく、疲労特性を含めた十分なデータを得るのに費用も時間も掛かる状況が続いている。



従来法の中実試験片方式

中空試験片高圧水素中材料試験法の利点

- 試験片内の細い穴に高圧水素環境を作るので高圧容器が不要。
- 中実試験片方式のSSRTや疲労試験と同様の結果が得られる。
- 試験片温度は、試験片周囲の冷媒やヒーターで-253℃～500℃を、疲労試験を含めて、容易かつ短時間で設定できる。
- 伸び計が使える→ヤング率測定や低サイクル疲労試験も可能。
- 既存の試験機も使え試験費用が安い。
- 1MPaでも水素の影響の評価が可能。
- 100MPaでもガス量は配管内の少量。
- 内圧がかかる状況は実機に近い。

図　高圧水素を封入した中空疲労試験片

高圧容器を用いた1.1MPa水素中で得られた相対絞り（水素ガス中の絞り／ヘリウムガス中の絞り）と中空式の13 MPa水素中で得た相対絞りは殆ど同じ

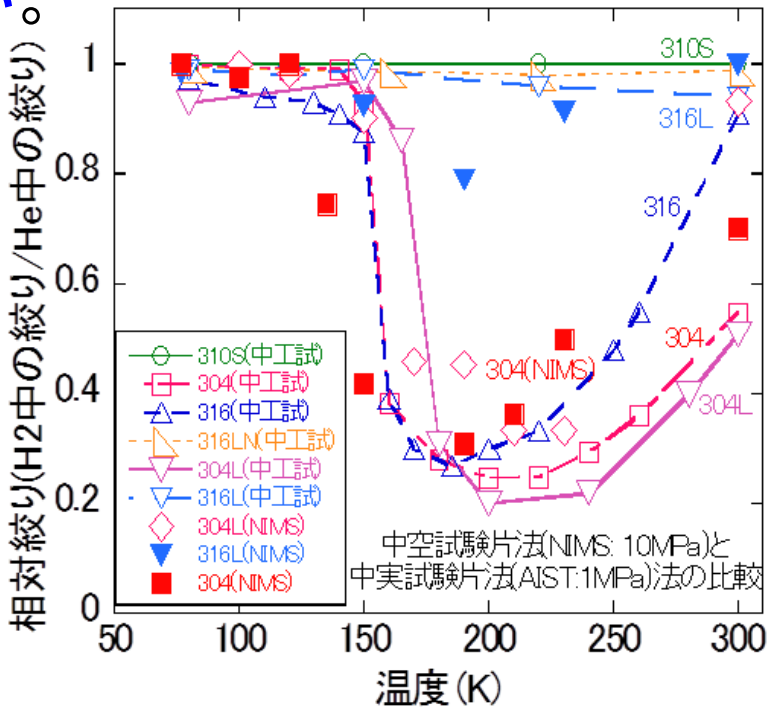


図　中実試験片法と中空試験片法の比較

中空試験片高圧水素中材料試験法の開発項目と実施内容

中空試験片の

- 内面仕上げの影響
  - ✓ 内面の加工・変質層の研磨法？
  - ⇒ 内面仕上げを変えた試験片による比較
- 内径と外径の最適化
  - ✓ 内圧やフープ力の影響？
  - ⇒ 内径／外径を変えた試験片による比較と適用サイズの確認
  - ⇒ FEM解析による検証
- 中実試験片方式との相関
  - ✓ 中空と中実の定量的な比較？
  - ⇒ 過去のデータと連携する課題で得られたデータとの比較
  - ⇒ FEM解析による検証
- 試験条件・測定条件の最適化
  - ✓ 歪み速度／伸び測長法？
  - ⇒ 中実式の試験条件と共有準拠

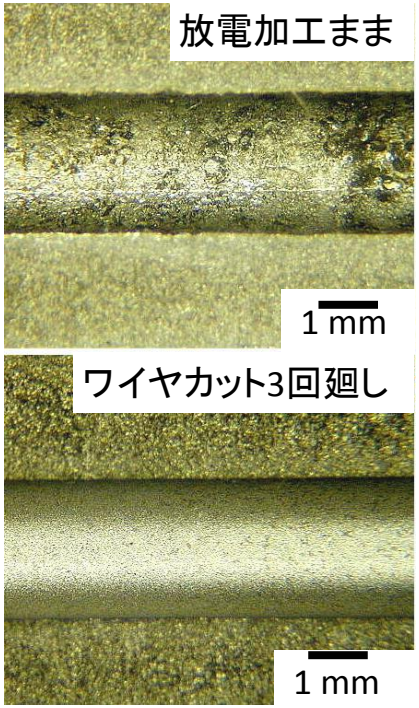
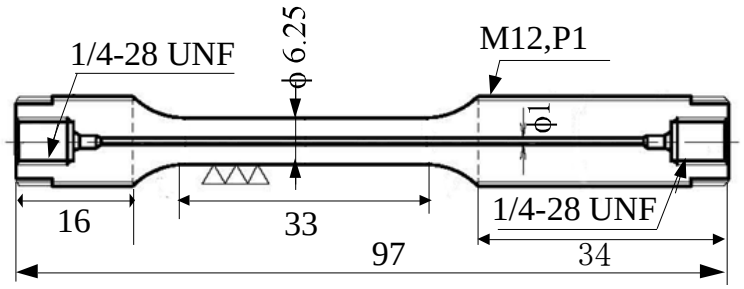


図　中空試験片内面性状

・放電加工後の内面は焼け跡があることから、これまでステンレス鋼の試験では、表面粗さ約8μmのワイヤカット3回廻しで仕上げていた。

↓

高強度鋼を含めた様々な材料に適用できる試験法とするため、内面仕上げについて規定する検証を行う。



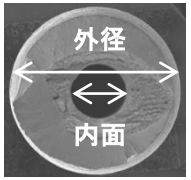


図　中空試験片と寸法(単位：mm)

中空試験片高圧水素中材料試験法規格化のスケジュール

事業項目	2018年度	2019年度	2020年度 (参考)	2021年度 (参考)	2022年度 (参考)
①試験片及び試験条件の標準化 ・中空SSRT試験片形状の最適化 -中空試験片内面仕上げ方法 -中空試験片の内径と外径 ・標準試験方法／試験条件決定 -絞りと伸びの測定方法 -歪み速度の最適化 ・中空試験片疲労試験法標準化 -中空疲労試験片の内面仕上げ	内面仕上げ方法の決定 済	内径の決定 外径の決定	中空試験ラウンドロビンテスト 試験条件/標準試験方法の決定 中空試験片疲労試験法内面仕上げ方法と試験条件の検討と決定	規格原案審議対応	
②中空と中実試験片の相関		中空、中実SSRT試験間の相関関係把握			
③規格化に向けた調査研究 ・既存研究の調査 ・FEM応力解析 ・委員会(タスクフォース)の設置 ・中空SSRT試験規格原案の作成 ・中空疲労試験規格原案作成		委員会(拡大タスクフォース) 規格原案骨子作成 済 試験結果の盛込み	規格原案を作成 HPIとISO提案 中空試験片疲労試験規格案作成	規格原案審議	HPIS最終規格案の完成

2018年度の目標と実施内容

2018年度目標

- 中空試験片高圧水素中材料試験法の規格案作成に必要な技術課題の抽出を行う。
- 中空試験片の試験片形状の内、内面処理条件を確定する。

実施内容

① 規格化検討委員会を組織し、規格案骨子を作成

② 中空内面仕上げ状態を変えて、高圧水素中SSRTを実施

③ FEMによる応力解析のため、中実試験片によるSSRT試験を実施

④ FEMによる中空試験片と中実試験片の応力分布解析

⑤ 中空試験片の内面処理条件を確定する

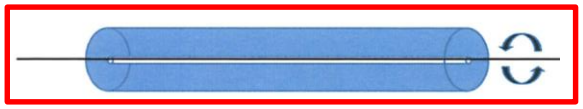
実施内容②中空内面仕上げ状態

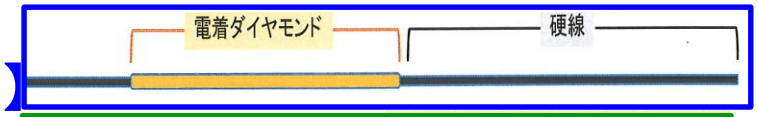
- 中空内面処理 3条件：

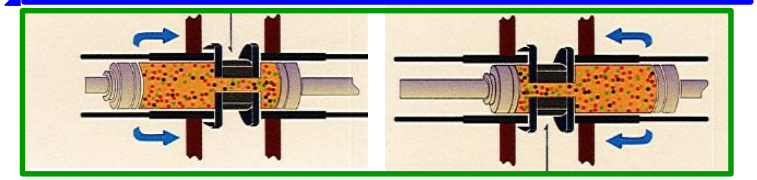
A）ワイヤカット3回廻し【ワイヤカット】

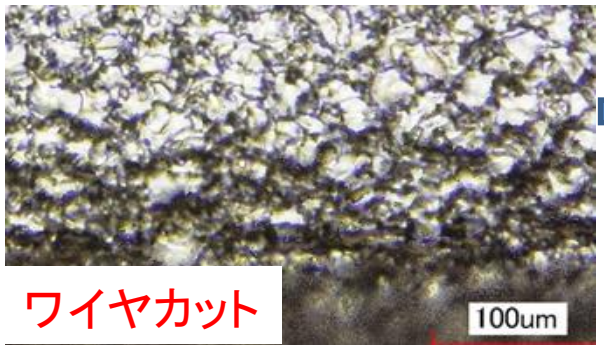
B）電着ダイヤモンドワイヤ縦研磨【電着縦研磨】

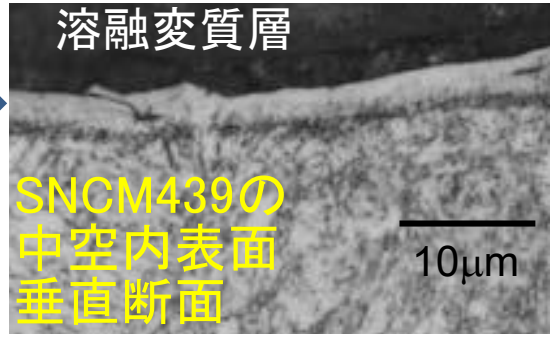
C）砥粒流動研磨【流動研磨】

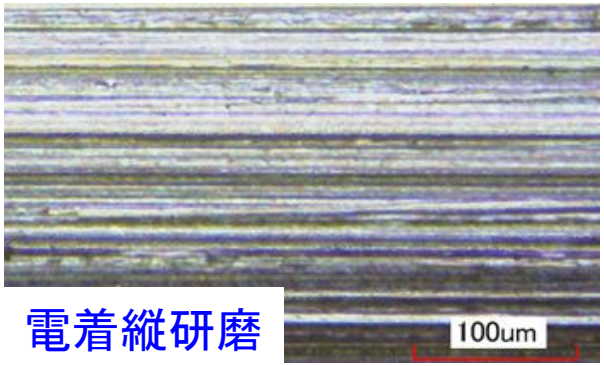


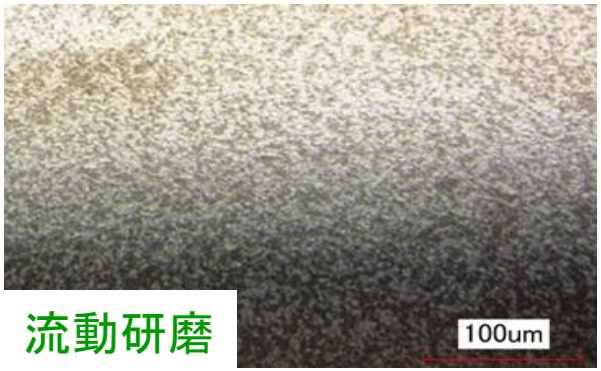








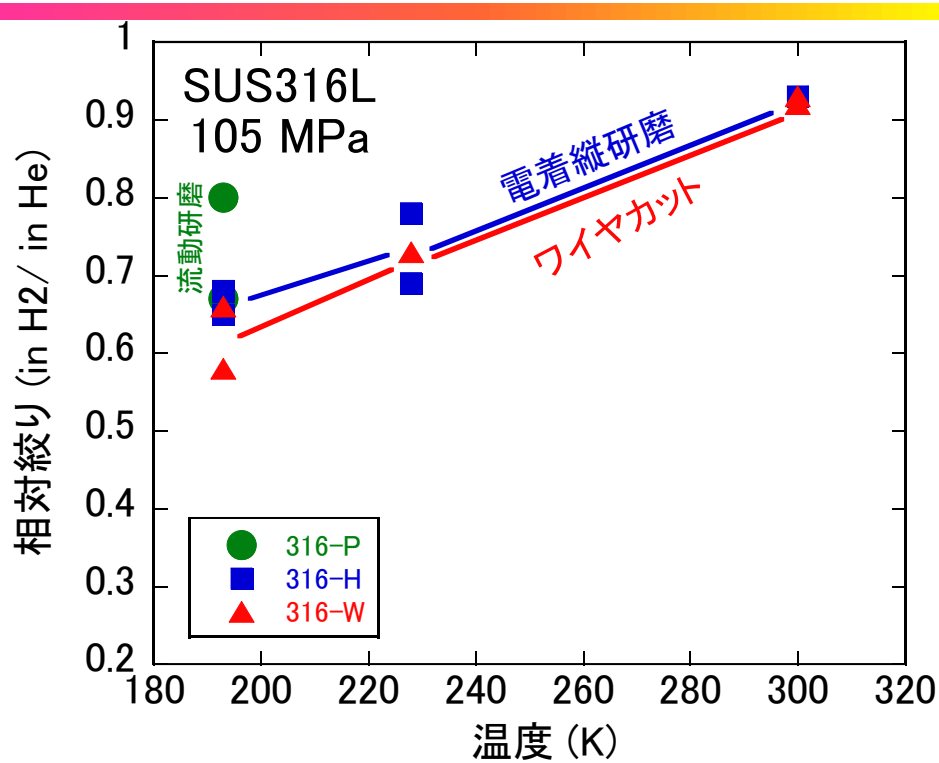




- ワイヤカットの内表面には溶融の跡がある。
- SNCM439の内表面には厚さ約4μmの溶融変質層が出来ていた。
- 電着縦研磨では、溶融変質層がほぼ除去され縦筋はあるが表面粗さが小さくなる。
- 流動研磨では、縦筋も見られない。

図　中空内表面の仕上げ状態

②中空内面仕上げ状態を変えた高圧水素中SSRT相対絞りへの内面仕上げの影響の結果



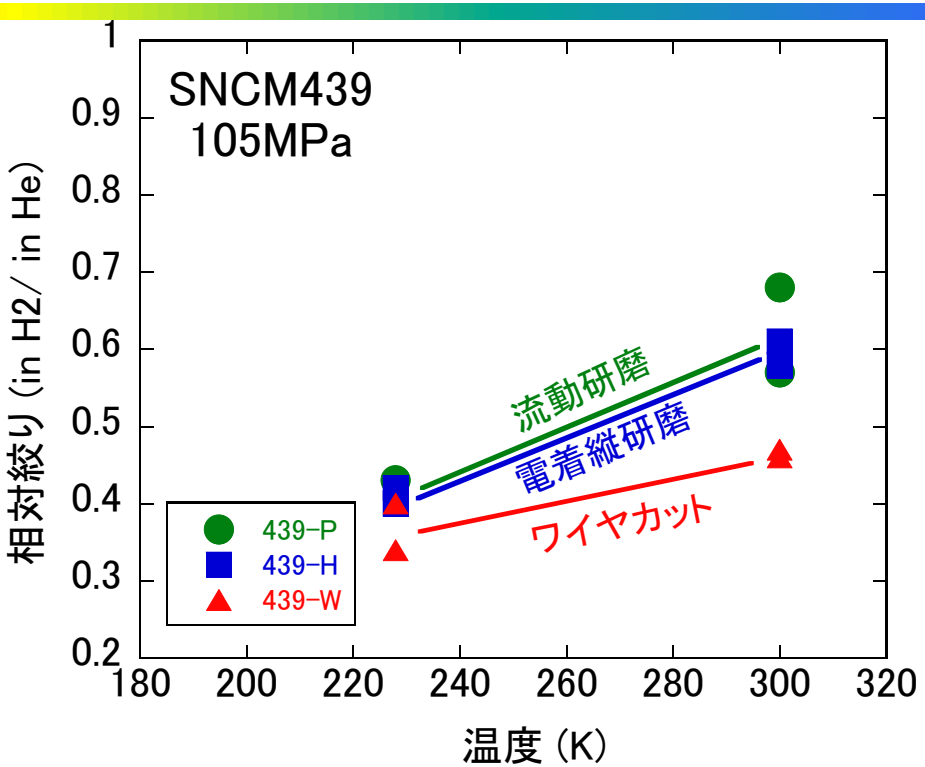
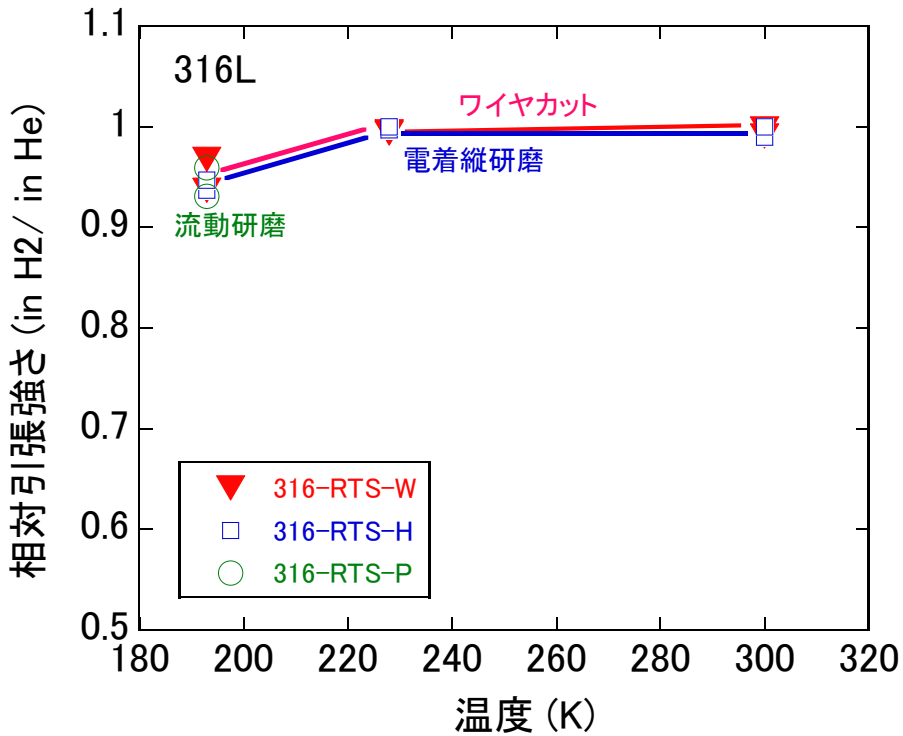


図 SUS316LとSNCM439の相対絞りに及ぼす内面仕上げと温度による影響

SUS316Lの相対絞りでは、ワイヤカットより電着研磨や流動研磨の方が僅かに高い値が得られている

SNCM439の相対絞りでは、ワイヤカットより電着研磨や流動研磨の方が少し高い値が得られる
←変質層の除去

②中空内面仕上げ状態を変えた高圧水素中SSRT相対引張強さへの内面仕上げの影響の結果



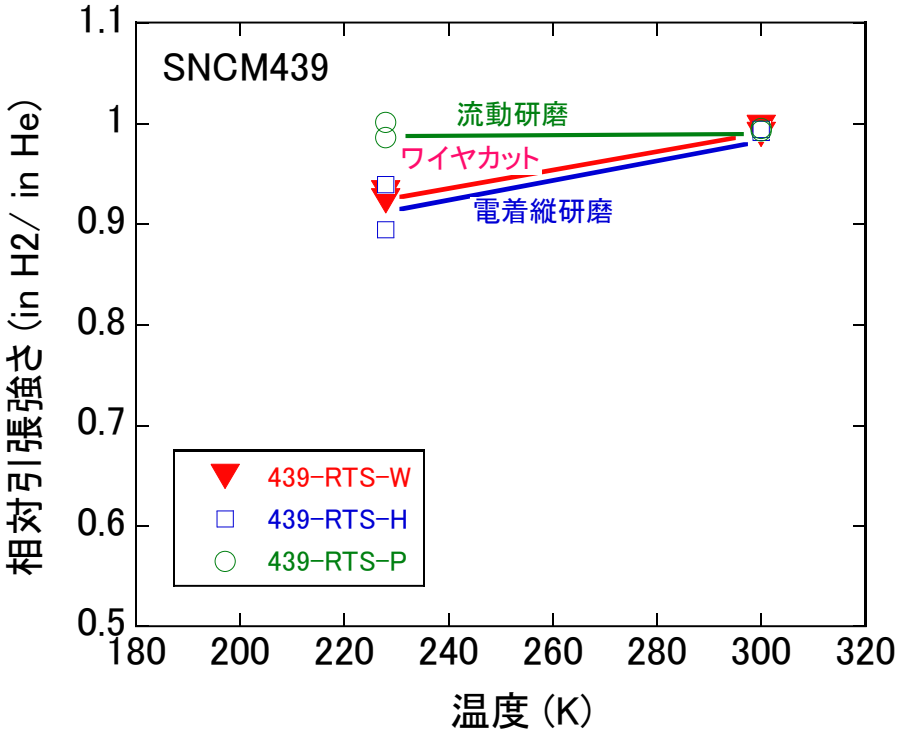
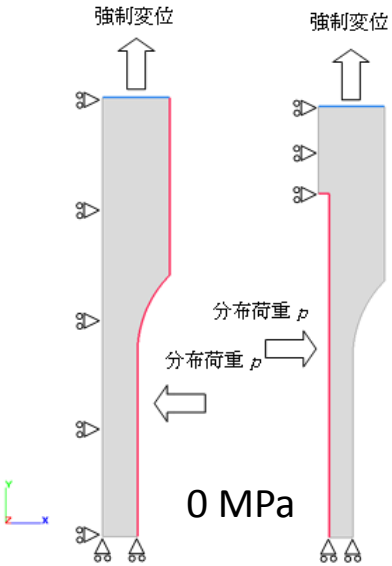


図 SUS316LとSNCM439の相対引張強さに及ぼす内面仕上げと温度による影響

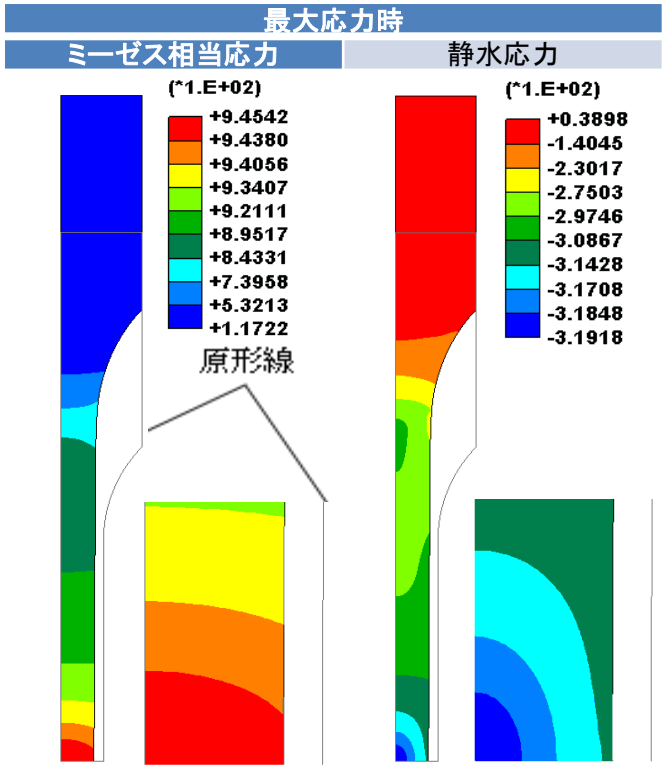
SUS316Lの相対引張強さでは、ワイヤカット、電着研磨や流動研磨の差は無い

SNCM439の相対引張強さでは、ワイヤカットと電着研磨との差は無いが、流動研磨との差が-45℃で見られた

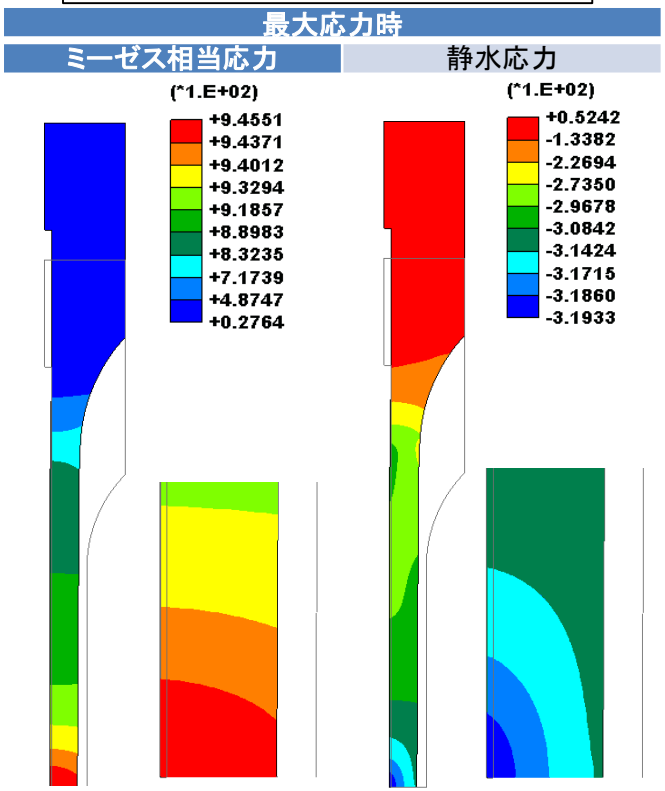
中実／中空引張試験の大変形弾塑性有限要素法解析結果①
―SUS316L，室温，ガス圧 0MPa　<u>最大応力時</u>



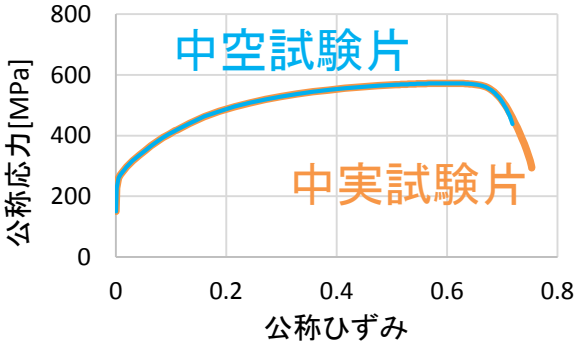
中実試験片



中空試験片(内径1mm)

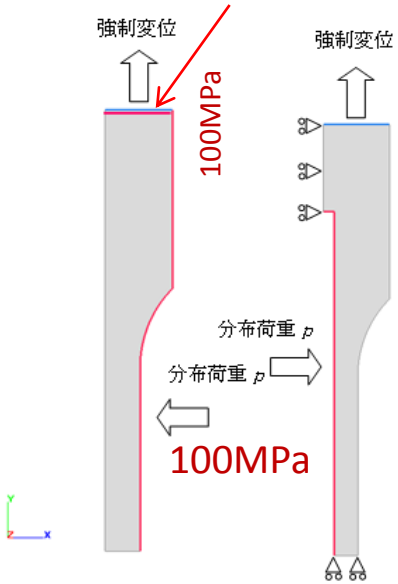


内圧／外圧がない時は、
中空，中実試験片の応力
ひずみ曲線は殆ど同じ
➡中空の影響は小さい

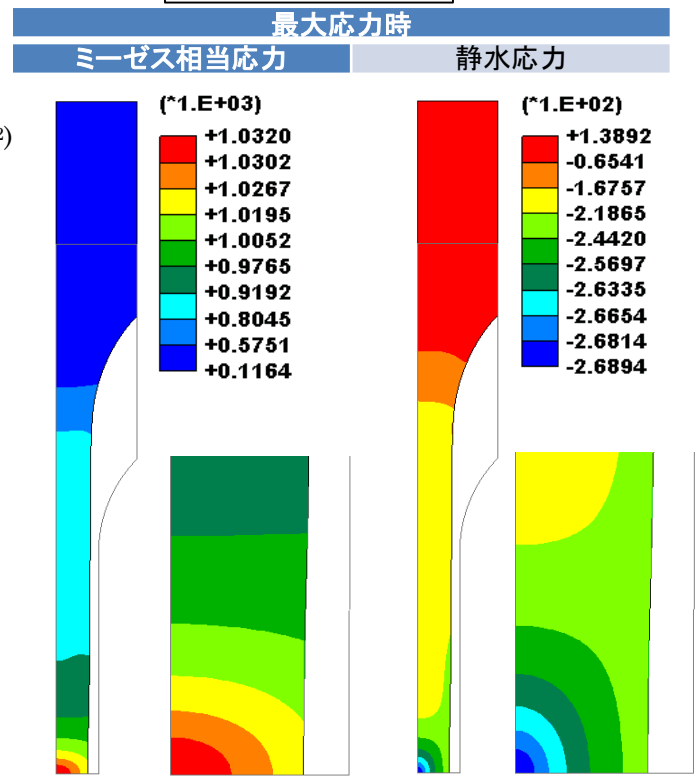


中実／中空引張試験の大変形弾塑性有限要素法解析結果②
—SUS316L，室温，ガス圧 100MPa　最大応力時

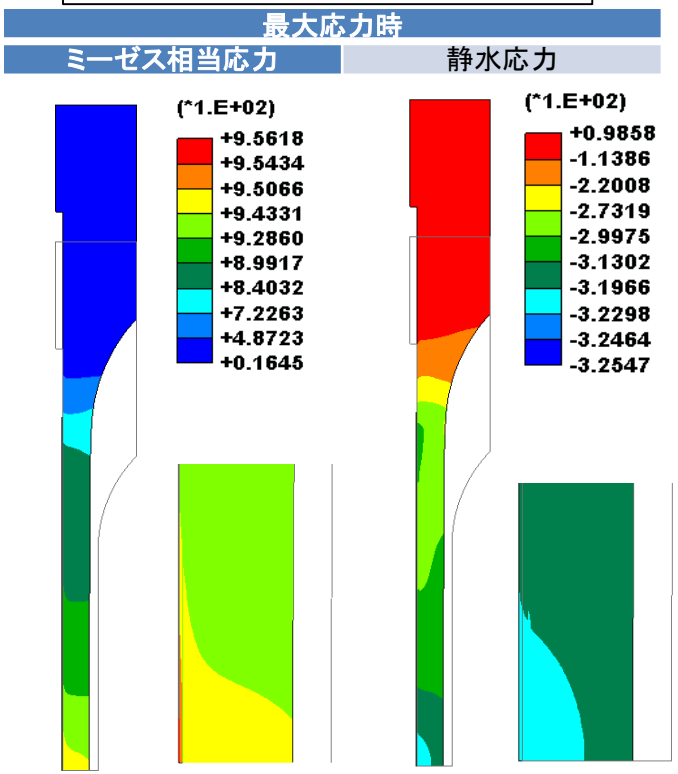
青ライン：
Y方向一様変位
Y方向強制変位
（内外圧負荷時はY方向拘束なし）
赤ライン：
内外圧負荷範囲　$p = 0, 100(\mathrm{N/mm^2})$
※強制変位面にも外圧を負荷



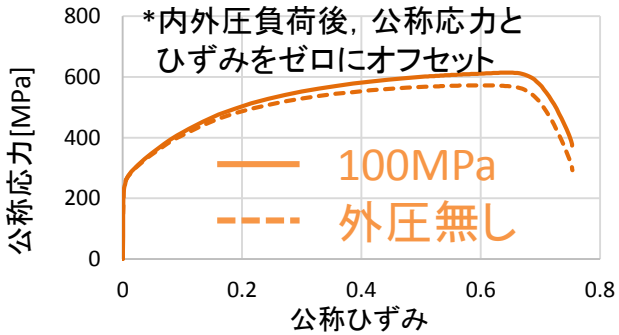
中実試験片

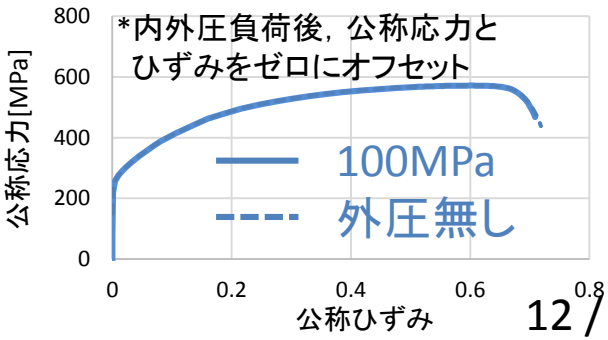


中空試験片(内径1mm)



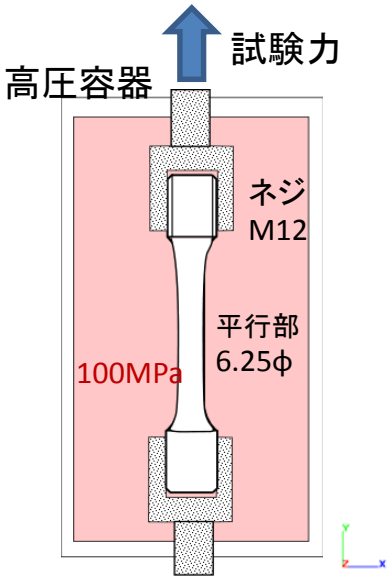
中空，中実試験片ともガス圧による応力ひずみ曲線の変化は小さい

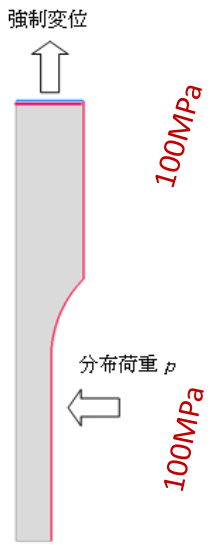




FEM解析のまとめ①

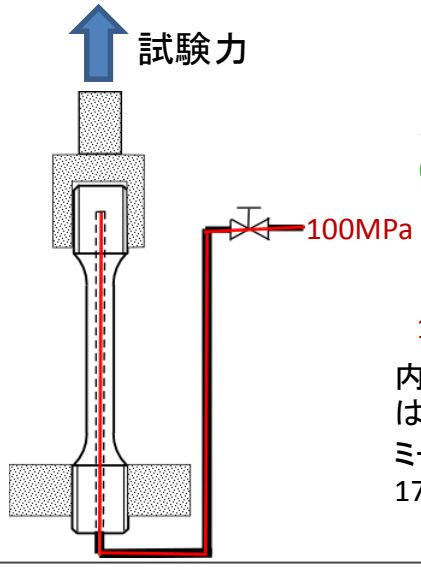
中実試験片
高圧容器内

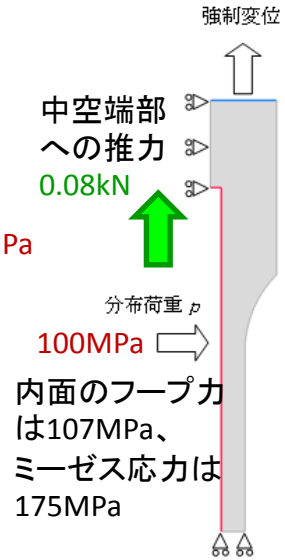




高圧容器内の
中実試験片が
高圧ガスから
の軸方向の力

1mmϕ中空試験片
中空内100MPa





- 中実試験片を100MPaの高圧ガス容器内に入れると端面からの圧縮と肩部への推力の差の約100MPaの圧縮力が軸方向にもかかる。(周囲の圧力と同じ)
- 圧縮力は試験片端部の密封度や治具構造で異なり、高圧容器の昇圧のどの時点で試験力0を取るかで得られる荷重ー変位曲線が異なる可能性がある。

- 内径1mmの中空試験片内に100MPaの高圧ガスを入れると中空封じ面を押す力は0.08kN(3MPa)で、軸方向の強度特性評価には無視できる。
- 中空試験片では、軸方向の応力は試験片の形状や掴み方や治具構造に因らず内径で単純に計算できるし無視できる。

➡ 内圧がかかる中空試験片は、実環境に近く、高圧容器材料の評価に適している。

FEM解析のまとめ②

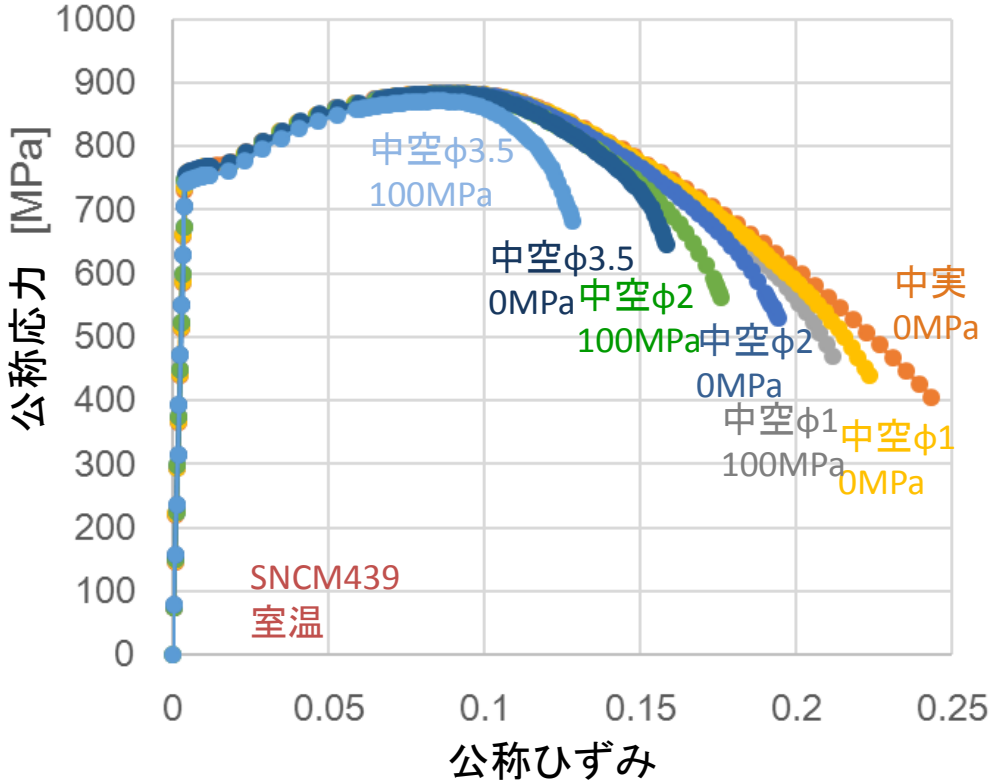


図　応力ー歪み曲線に及ぼす中空形状と内圧の影響

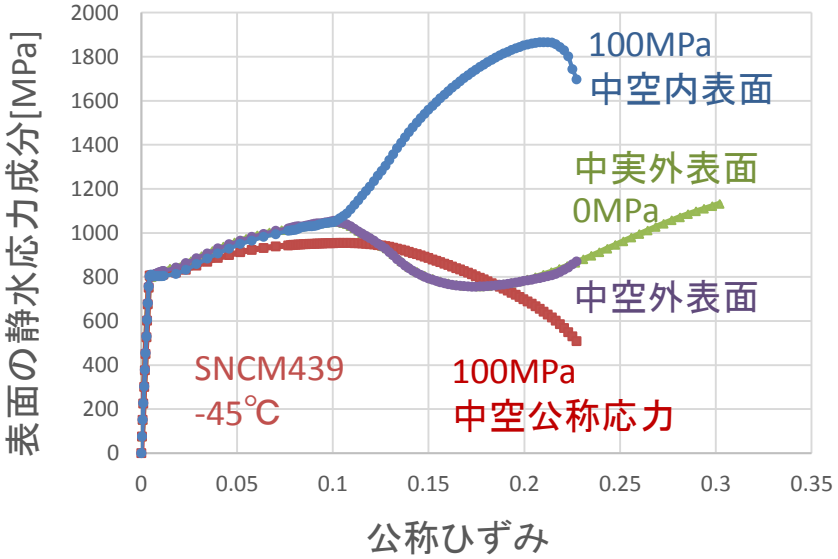


図　最高荷重後の表面応力の計算結果

穴，内圧の影響で引張り強さ以降の塑性変形挙動が変化する（ボイド形成、破壊は考慮されていない）。中空試験片では、伸びは小さめに出る。
⇒試験結果と合う

最高荷重後は、中実試験片の外表面静水応力成分は歪みの増加とともに下がるが、中空試験片の内表面の応力成分は歪みの増加とともに上昇する。
⇒水素中で最高荷重点後に破断する材料では、中空試験片の方が高圧中の中実試験片より厳しい結果（安全側）になる

成果のまとめ

1. 中空SSRT試験片の内面仕上げ条件
   - 中空SSRT試験片の内面は、ワイヤカット加工による溶融変質層の影響の有無に関わらず、電着縦研磨仕上げや流動研磨により除去する。
   - 約5μmのワイヤカット変質層を除去することを規格に記述する。
   - SUS316LとSNCM439の相対絞りと相対引張強さの評価において、電着研磨、流動研磨仕上げによる差は無く従来法と同等の結果が得られる。
2. 中空形状の影響
   - FEM解析により、中空の穴の内径が小さければ中実試験片とほぼ同じ特性が得られることを確認した。
3. 規格骨子案を作成した。

今後の進め方

2019年度実施計画

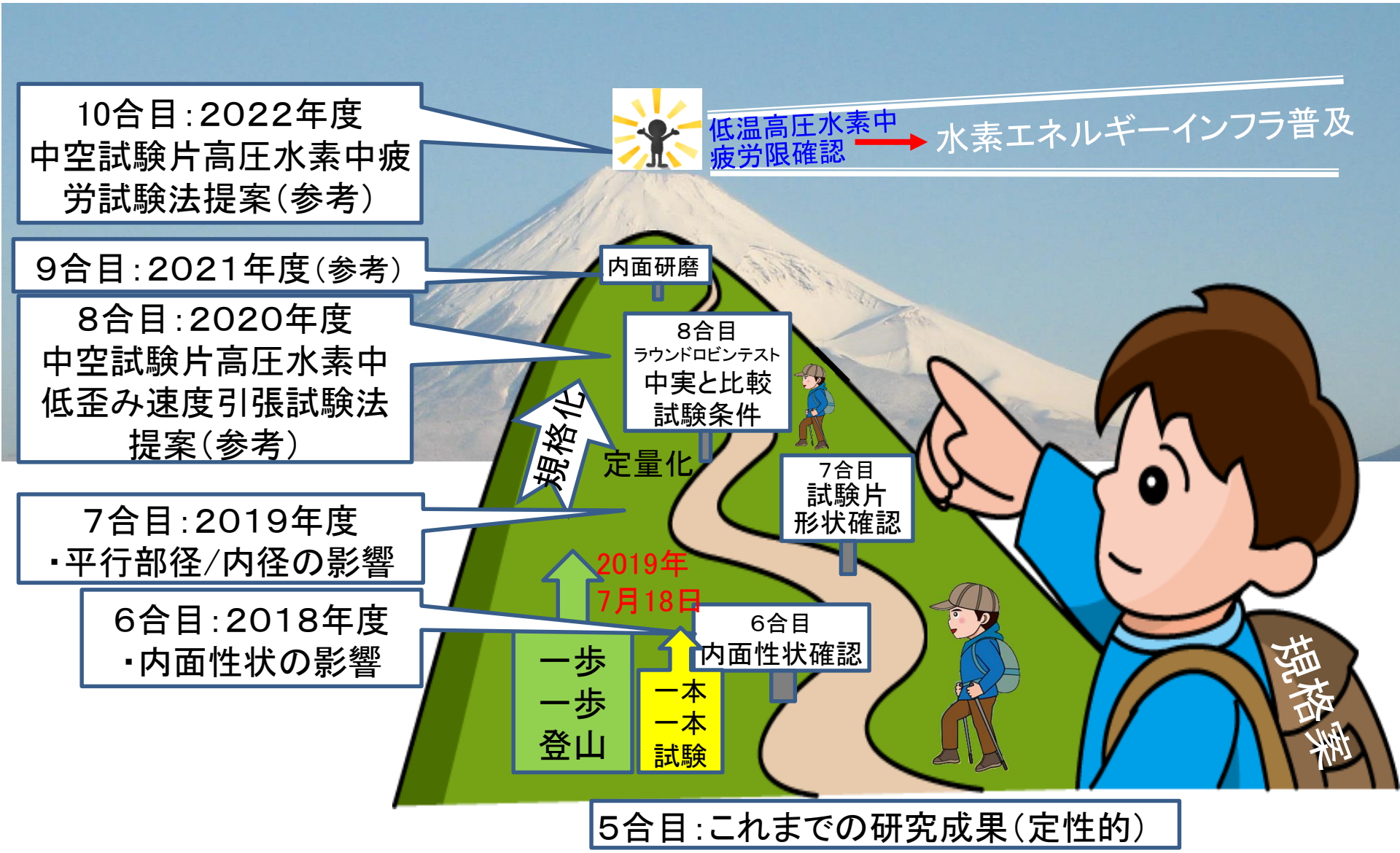
- 中空SSRT試験片の試験片形状の内、内径／外径条件を確定し、試験片形状を確定する。
- 中空試験片の高圧水素中疲労試験への適応可能性について検討する。
- 規格案原案（和文･英文）を作成する。

中空試験片高圧水素中材料試験法への期待

- 従来の高圧容器法に比べて
  - 試験費用と試験時間が数分の1、
  - 低温から高温まで可能、
  - 20Hzでの疲労試験やひずみ制御疲労試験も可能

などから、規格制定への期待は大きい。

中空試験片高圧水素中材料試験法規格化の道のり



ご清聴ありがとうございます