

日本ボイラ協会 「ボイラー・圧力容器等研究助成」

2019 年度, 2020 年度助成課題 成果報告会

2021 年 7 月 28 日

一般社団法人日本ボイラ協会

日本ボイラ協会 ボイラー・圧力容器等研究助成 2019, 2020 年度助成課題 成果報告会

日 時 2021 年 7 月 28 日(水) 13:30~16:30

場 所 日本ボイラ協会第1会議室(3F) 一般参加者(現地参加)15名程度* 申込み順とし、現地定員を超える場合は ZOOM によるオンラインでの参加*になります。

○ 開会の挨拶 13:30 ~ 13:35 日本ボイラ協会会長 刑部 真弘

○ 研究助成成果報告 (I) 13:35 ~ 14:35 座長 辻 裕一 (東京電機大学)

- 1) 結晶組織学的損傷発達挙動解析 機械学習システムの構築とそれによる余寿命予測^{注1}
山崎 泰広 (千葉大学)
- 2) 炭素鋼の長時間クリープによる黒鉛化に関する研究^{注2} 澤田 浩太 (物質・材料研究機構)
- 3) 高温水素中のクリープ強度データの蓄積と水素による強度低下メカニズムの解明^{注2}
久保田 祐信 (九州大学)

○ 研究助成成果報告 (II) 14:40 ~ 15:20 座長 川口 修 (慶応義塾大学名誉教授)

- 4) 燃焼ガス高速モニタリングを実現する光ファイバプローブ式レーザ分光ガスセンサの開発^{注1}
西田 耕介 (京都工芸繊維大学)
- 5) 複雑ネットワークと機械学習を組み合わせた燃焼振動の検知技術の開発^{注1}
後藤田 浩 (東京理科大学)

○ 研究助成成果報告 (III) 15:25 ~ 16:25 座長 蓮沼 将太 (青山学院大学)

- 6) 広帯域電磁波を用いた熱交換器内金属配管の欠陥検出法^{注1} 本島 邦行 (群馬大学)
- 7) 多重化可能な光ファイバ超音波センシング技術を用いた高温実環境における損傷可視化技術の構築^{注2}
于 豊銘 (東京大学生産技術研究所)
- 8) ニードルピーニングによる打痕形状のバラツキが疲労強度に及ぼす影響の解明^{注2}
笛木 隆太郎 (海上・港湾・航空技術研究所)

○ 閉会の挨拶 16:25 ~ 16:30 日本ボイラ協会副会長 寺岡 忠嗣

各報告とも、報告15分、質疑5分 注1：2019年度助成課題 注2：2020年度助成課題

* 参加登録 当協会HPの問い合わせフォーム(研究助成)に「成果報告会参加登録」(現地参加ご希望の場合は、その旨を付記してください。)と明記して申込みください。

結晶組織学的損傷発達挙動解析機械学習システムの構築と それによる余寿命予測

千葉大学

山崎 泰広, 石川 朔朗, 植木 峻平

Development of Machine Learning System for an Analysis
of Crystallographic Damage Behavior and Remaining Life Prediction

by Yasuhiro Yamazaki, Sakuro Ishikawa, Ryouhei Ueki

本研究の目的は、次世代型超々臨界圧火力発電プラント耐熱材料の余寿命評価の高度化に資するため、実機部材から採取した微小サンプルの損傷状態から余寿命を予測するための機械学習システムを構築することである。本研究では、ニッケル基合金IN617を対象としてクリープ試験、クリープ疲労試験および高温疲労試験を実施し、その損傷状態を電子線後方散乱回折 (EBSD) 法で解析した。得られたEBSDデータに対して畳み込みニューラルネットワークによる機械学習を実施し、その予測精度向上に向けた各種解析因子の影響を検討した。

キーワード：機械学習, 損傷評価, 余寿命診断, ニッケル基合金, 次世代型超々臨界圧火力発電

1. 緒言

CO₂排出抑制と省エネルギーの要求から蒸気温度・蒸気圧を700℃・35MPaまで向上させる次世代型超々臨界圧(A-USC)火力発電プラントの開発が進められている¹⁾。A-USCの主蒸気管などには高温強度や耐酸化性の問題から従来使用されてきた高Crフェライト鋼の適用が困難となるため、ニッケル基合金の適用が検討されている^{1), 2)}。しかし、ニッケル基合金はフェライト鋼に比べて熱膨張率が高く、熱伝導率が低い。そのため、熱応力増加によるクリープ損傷に加え、システムの起動停止の熱サイクルに伴う疲労負荷と稼働時高温保持中のクリープ負荷が重畳したクリープ疲労負荷による損傷が懸念される^{3), 4)}。従って、稼働中の部材の損傷状態と余寿命を適切・正確に評価できる準非破壊的な検査技術の開発が急務となっている。

本研究では、A-USC用耐熱材料のクリープおよびクリープ疲労に対する余寿命評価の高度化に

資するため、負荷形態および寿命比をパラメータとした損傷材を準備し、微視組織学的損傷状態を評価するとともに、機械学習を活用した解析を行い、余寿命予測技術の基礎検討を実施した。

2. 供試材と実験方法

供試材はニッケル基耐熱合金IN617である。IN617は比較的大きい結晶粒径を持ち、700℃前後で析出する強化析出相 γ' 相により高い耐クリープ性を有し、また、高温耐酸化性にも優れることから、A-USC候補材料として評価実績もある。本研究では γ' 相の析出処理として、供試材には予め700℃で2hの時効熱処理を施して実験に供した。なお、平均結晶粒径は65 μm であった。

本研究では、実機使用時の主要な損傷要因と考えられるクリープおよびクリープ疲労負荷による損傷に加え、高温疲労負荷による損傷を対象とし、クリープ、クリープ疲労および高温疲労試験を実施した。なお、全ての試験は、蒸気温度を想定し

て試験温度700℃とし、大気中にて実施した。クリープ試験は負荷応力250MPaの条件で実施した。高温疲労試験は、軸荷重制御、三角波、応力振幅350MPa、応力比 $R=-1$ 、周波数0.05Hzで実施した。クリープ疲労試験も軸荷重制御下で、負荷・除荷速度が60MPa/s、最大引張時に10minの保持を持たせた台形波とし、応力振幅300MPa、応力比 $R=-1$ の条件で実施した。ここで、クリープおよびクリープ疲労に対しては中途止め材を準備し、後述のEBSD (Electron Back Scattered Diffraction Pattern) 分析を実施した。一方、高温疲労に対しては破断材を準備し、EBSD分析に供した。

3. 結晶組織学的損傷分析と機械学習法

各試験後の評点部断面に対してEBSD分析を実施した。EBSD分析条件は、測定間隔を $1.0\mu\text{m}$ 、測定格子を六方格子、結晶粒界の定義は 5° とし、 $1\mu\text{m}$ を1ピクセルと設定した上で、 $300\times 300\mu\text{m}$ 、 $200\times 200\mu\text{m}$ 、 $150\times 150\mu\text{m}$ の各サイズで解析画像を採取した。本研究では、負荷軸方向と垂直な結晶面の逆極点 (Inverse Pole Figure, IPF) マップと、局所方位差 (Kernel Average Misorientation, KAM) マップを取得した。

本研究では、EBSD画像から主損傷モードと余寿命を予測することを試みる。実験により任意の損傷モードおよび寿命比の負荷を受けた試験片のEBSD画像を学習データとして用意できることから、教師あり学習のアルゴリズムが本目的には適している。中でも、画像分類に優れる畳み込みニューラルネットワーク (CNN: Convolutional Neural Network) を選択した。ただし、CNNは連続値の出力を行うことができないため、複数の寿命比のデータ群を学習データとすることで余寿命予測を行うことを想定している。

本研究では、CNN codeとしてPythonを用い、実行環境はGoogle Colaboratoryとして、機械学習のライブラリにTensorflowを、ニューラルネットワークのライブラリにはKerasを用いた。学習モデルの構造は表1および表2に示すModel 1とModel 2の2種を準備した。両モデルとも、入力層はいずれも画像サイズに応じたノード数を持つ

表1 Model 1の構造

| Layer (type) | Output Shape | Param # |
|--------------------------------|----------------------|----------|
| conv2d_1 (Conv2D) | (None, 198, 198, 32) | 896 |
| conv2d_2 (Conv2D) | (None, 196, 196, 32) | 3248 |
| max_pooling2d_1 (MaxPooling2D) | (None, 98, 98, 32) | 0 |
| dropout_1 (Dropout) | (None, 98, 98, 32) | 0 |
| conv2d_3 (Conv2D) | (None, 96, 96, 64) | 18496 |
| conv2d_4 (Conv2D) | (None, 94, 94, 64) | 36928 |
| max_pooling2d_2 (MaxPooling2D) | (None, 47, 47, 64) | 0 |
| dropout_2 (Dropout) | (None, 47, 47, 64) | 0 |
| flatten_1 (Flatten) | (None, 141376) | 0 |
| dense_1 (Dense) | (None, 256) | 36192512 |
| dropout_3 (Dropout) | (None, 256) | 0 |
| dense_2 (Dense) | (None, 4) | 1028 |
| Total params: 36,259,108 | | |
| Trainable params: 36,259,108 | | |
| Non-trainable params: 0 | | |

表2 Model 2の構造

| Layer (type) | Output Shape | Param # |
|-------------------------------|--------------------|-----------|
| inception_v3 (Model) | (None, 8, 8, 2048) | 21802784 |
| flatten_10 (Flatten) | (None, 131072) | 0 |
| dense1 (Dense) | (None, 1000) | 131073000 |
| activation_1335 (Activation) | (None, 1000) | 0 |
| dropout_10 (Dropout) | (None, 1000) | 0 |
| dense2 (Dense) | (None, 100) | 100100 |
| activation_1336 (Activation) | (None, 100) | 0 |
| dense_1 (Dense) | (None, 4) | 404 |
| Total params: 152,976,288 | | |
| Trainable params: 152,941,856 | | |
| Non-trainable params: 34,432 | | |

共通の構造であり、Output Shapeは各層の出力形態を、Param#は重み付けパラメータの数を示している。また、最終的な出力層の出力数は分類数としている。

Model 1は(畳み込み層+プーリング層) $\times 2$ +結合層からなるモデル構造である。一方、Model 2は事前学習済モデルの構造で、一般的な画像を学習させたモデルを用いて特定の用途に流用(転移学習)し、比較的少ない計算コストで高い正答率が期待できるモデルである。各モデルの詳細は割愛するが、Model 1とModel 2の主たる相違点は転移学習の有無である。

4. 実験結果

本研究で実施したクリープ、クリープ疲労、および、高温疲労試験の負荷条件を総括して表3に示す。

クリープ中のクリープ曲線の代表例を図1 (P.17) に示す。また、参考として疲労試験のストローク位置から算出したクリープ疲労試験中の試験片の伸びを図2 (P.17) に示す。図1より、破断材と中途止め材のクリープ曲線は良好に一致している。一方、クリープ疲労試験においては疲労試験装置のストローク位置から試験片伸びを算出したため、CF-47は他に比べて初期変形が大きい。また、同一サイクルで比較した場合、中途止め材と破断材の変形量の差が大きい。クリープ疲労試験中の変形挙動をより高精度に計測するため、今後、高温伸び計による計測を予定している。

表3のサンプルのうち、C-08 (クリープ)、CF-07とCF-47 (クリープ疲労)、F-100 (高温疲労) についてEBSD分析を実施した。ここで、3種類の寸法の画像を表4に示す枚数で取得した。表4には各寸法の画像が含む平均結晶粒数も併記した。150×150 μm の画像は約5個、200×200 μm の画像は約9個、300×300 μm の画像は約20個の結晶粒を含んでいる。なお、観察領域の制限のため、画像は一部重複する部分を有している。その他のサンプルについてもEBSD分析を準備しており、随時、追加していく予定である。

各試験片のIPFマップおよびKAMマップの代表例 (150 μm ×150 μm) を図3から図6 (P.17) に示す。クリープ条件のC-08では、粒界近傍でKAM値が高い傾向が認められる。また、寿命比が小さい条件であることから、他の条件に比べてKAM値は総じて小さい。一方、クリープ疲労条件のCF-07とCF-47を比較すると、CF-47が粒界近傍のKAM値が比較的高く、損傷が蓄積している様子がうかがえる。また、これらとC-08を比較すると、クリープ疲労条件では双晶境界近傍でもKAM値が高くなっている。高温疲労条件のF-100でも粒界と双晶境界でKAM値が高い傾向が認められる。しかし、CF-47とF-100を比較すると、破断材であるにもかかわらずF-100が粒界におけるKAM値が低い傾向が認められる。クリー

表3 負荷条件

| 試験片 | 負荷形態 | 負荷時間 負荷サイクル | 寿命比 |
|--------|--------|----------------|-------|
| C-08 | クリープ | 267h | 8.5% |
| C-53 | | 1680h | 53% |
| C-100 | | 3150h | 100% |
| CF-07 | クリープ疲労 | 149cycle | 7.2% |
| CF-30 | | 612cycle | 29.9% |
| CF-47 | | 961cycle | 47% |
| CF-100 | | 2 045cycle | 100% |
| F-100 | 高温疲労 | 2 568cycle | 100% |

表4 取得したEBSD画像の数

| 画像寸法 [μm] | 取得画像数 | 結晶粒数 |
|------------------------|-------|------|
| 150×150 | 360 | 4.9 |
| 200×200 | 144 | 8.8 |
| 300×300 | 48 | 19.8 |

プおよびクリープ疲労損傷を受けた耐熱鋼に対して、KAM値等の結晶方位差は損傷量と関連付けられること、KAM値の分析領域平均に代表される結晶方位差の変化と寿命比との間に相関関係が認められることが報告されている^(6), 7)。本研究で得られた上述の損傷形態と負荷形態の関係、損傷度と寿命比の関係はそれらの報告と一致している。

5. 機械学習による予測結果

図3から図6より、KAMマップは結晶方位差に焦点を絞っていて、その変化が容易に理解できる。一方、IPFマップでは結晶粒内の結晶方位に加え、粒内での変化がグラデーションとして表現されている。本研究では、最初に画像情報が豊富なIPFマップを用いて機械学習条件を検討した。

EBSD分析で取得した画像から予測評価に用いる画像を任意に抽出し、残りの画像群を機械学習に用いた。機械学習に用いた画像数を表5に示す。予測評価には、150×150ピクセルの条件で36枚、200×200ピクセルの条件で16枚とし、300×300ピクセルの条件では4枚の画像を抽出して、それ

表5 機械学習に用いた画像数

| 画像寸法 [μm] | 総取得数 [枚] | 学習用 [枚] | 評価用 [枚] |
|---------------------------|-------------|------------|------------|
| 150×150 | 360 | 324 | 36 |
| 200×200 | 144 | 128 | 16 |
| 300×300 | 48 | 44 | 4×3=12 |

表6 Model 1による機械学習による予測結果

| 画像寸法 [μm] | 学習数 [枚] | 学習精度 | 予測精度 |
|---------------------------|------------|-------|-------|
| 150×150 | 324 | 100% | 27.8% |
| 200×200 | 128 | 99.2% | 6.25% |
| 300×300 | 44 | 100% | 33.3% |

それを90°および180°回転させ12枚準備し、評価に供した。

表5に示す数のIPFマップ群に対して、Model 1とModel 2によって機械学習を行い、その学習データを用いて評価用画像に対する予測を行った。結果を表6と表7に示す。ここで評価画像に対する分類結果は、それぞれの負荷条件（4つの分類）のどれに相当するか確率で与えられる。そこで、最も高い確率で分類された条件を分類結果とし、その分類結果が正答だった割合を求め、正答率とした。以下で示す結果は全ての試験条件の平均であり、学習精度は学習終了時に学習データを用いて予測した場合の正答率を、予測精度は学習に用いていない画像で予測を行った場合の正答率である。一般的に学習回数が多いほど訓練精度は高くなるが過学習に陥る恐れが高くなるため、過学習を起こさない範囲で学習回数を増やすことで高い予測精度を得ることができる。そこで、本研究ではKerasで提供されているearly stoppingを用いて学習精度の監視を行い、正答率の上昇が0.01未満の状態が5回継続した場合に学習を終了するよう設定した。

表6に示すようにModel 1による学習では、学習時の正答率は良好であるが予測時の正答率が低いのにに対し、表7に示すようにModel 2による学習では予測時正答率が比較的高い。ただし、最高でも正答率が6割に満たず、現状では予測手法としての適用は難しい。

表7 Model 2による機械学習による予測結果

| 画像寸法 [μm] | 学習数 [枚] | 学習精度 | 予測精度 |
|---------------------------|------------|-------|-------|
| 150×150 | 324 | 99.0% | 55.6% |
| 200×200 | 128 | 100% | 50.0% |
| 300×300 | 44 | 97.1% | 31.0% |

表8 予測精度に及ぼす画像寸法の影響：Model 2

| 画像寸法 [μm] | 学習数 [枚] | 学習精度 | 予測精度 |
|---------------------------|------------|-------|-------|
| 150×150 | 44 | 100% | 41.6% |
| 200×200 | 44 | 98.5% | 47.2% |
| 300×300 | 44 | 97.1% | 31.0% |

Model 2を用いて、学習画像数を同一として、画像寸法の影響を調査した。結果を表8に示す。学習画像数が同一である場合、画像寸法の違いによる予測精度に有意な差は見られない。画像寸法によって画像一枚あたりに含まれる結晶粒の数は異なるが、この結果は、画像一枚あたり平均5個程度の結晶粒が存在すれば予測には十分であることを示唆している。

6. 考察と予測精度向上に向けた検討

Model 1に比べModel 2の予測精度が高かった。これはModel 2では転移学習を行っていること、また簡素な構造であるModel 1に比べModel 2は大規模・複雑構造のモデルであることから、より特徴を捉えることができたものと考えられる。

Mode 1における機械学習時に、どの領域に注目して解析を行ったかをヒートマップにより調査した。代表的な結果を図7（P.18）に示す。図7のヒートマップでは注目した領域が暖色で示されている。全体的に、特定の結晶粒に注目して解析している傾向がうかがえ、結晶粒内の損傷分布というよりは特定の方位の結晶粒に注目して評価している可能性がぬぐえない。

既述のとおり、KAM値は疲労損傷などの損傷量を代表するパラメータとして注目されており、極最近、KAM値を用いた機械学習についても検討されている⁸⁾。本研究でも、KAM値の分布状態を示すKAMマップを用いて解析精度の向上を検

討した。その際、図8 (P.18) に示す(畳み込み層+プーリング層) × 5 + 結合層 × 3 からなるモデル構造を用いた(以下、Model 3 と呼ぶ)。Model 3 の実行環境はNeural Network Consoleで、ライブラリはNeural Network Librariesである。また、用いたKAMマップの画像は5節の結果を踏まえ、そのサイズを150 μm × 150 μm とし、学習データには各条件99画像(全396画像、内、訓練データ264画像、検証データ132画像)を使用した。評価用データには各条件9画像(全36画像)を用いた。

KAMマップを用いた機械学習で予測した結果を表9に示す。表9では全条件の平均正答率に加え、各条件の画像の分類状況も示している。KAMマップを用いることにより全条件の平均正答率が6割程度まで上昇した。ただし、各条件の分類状況には差がある。

各画像データの分類結果の詳細について図9 (P.19) に示す。C-08の評価データについては全ての画像が高い分類率でC-08に分類されているのに対して(図9(a))、F-100では他の条件で高い分類率となっている画像が多い(図9(d))。一方、図9(b)および(c)に示すようにCF-07、CF-47ではほとんどの画像がクリープ疲労条件に高い分類率で分類されており、特にCF-47はほとんどの画像がクリープ疲労と分類されている。この要因はヒートマップから理解できる。KAMマップを用いた場合のヒートマップの例を図10 (P.19) に示す。図10より、粒界近傍のKAM値が高い領域に注目して学習している傾向が認められる。前述のとおり、クリープ疲労条件では結晶粒界近傍でKAM値が高い傾向がうかがえるのに対して、疲労条件やクリープ条件では粒界近傍のKAM値が比較的小さく、この違いが図9の結果に反映されたものと考えられる。なお、一般的に粒界損傷が発達するであろうクリープ条件のC-08で、粒界近傍のKAM値が比較的小さかったのは寿命消費率が小さかったことが関連しているものと思われ、今後、寿命消費率の影響についても検討を追加する予定である。

一方、現状では正答率が最高でも6割弱と十分とは言えず、正答率の向上が必須である。正答率

表9 KAMマップを用いた学習による予測結果

| 全条件の平均正答率 | | | 58.3% | |
|-----------|-------|-------|-------|-------|
| 負荷条件 | C-08 | CF-07 | CF-47 | F-100 |
| C-08 | 100% | 0% | 0% | 0% |
| CF-07 | 33.3% | 33.3% | 11.1% | 22.2% |
| CF-47 | 0% | 22.2% | 77.8% | 0% |
| F-100 | 44.4% | 22.2% | 11.1% | 22.2% |

向上には、学習数の増加が求められ、まずは解析画像の拡充を図っていききたい。しかし、EBSD解析の時間的負荷を考えると、単独の機関では画像拡充には限界がある。システム公開により複数の機関と協同しながらデータの拡充が必要である。

学習システムにおいても、例えばK分割交差検証の適用など、さらなる検討を予定している。K分割交差検証は少ないデータによる機械学習に対して精度向上が期待でき、早急に組み込みの検討を行う予定である。また、対象とするEBSDデータについても粒内方位差(Grain Reference Orientation Deviation, GROD)などの他のパラメータを用いた検討や、他の手法、例えば、局所方位差平均値を用いた余寿命推定手法^{6), 7)}と組み合わせた検討も行っていく予定である。

本研究では4種類の試料のみを用いて学習を行ったが、実用化に向けて負荷応力や保持時間、試験温度の影響を含めて、様々な寿命比のサンプルに対して適用検討する必要がある。

7. まとめ

本研究ではクリープ、クリープ疲労、高温疲労により損傷を受けた試料のEBSD解析を行い、EBSD解析結果から損傷形態と寿命比を予測する機械学習システムの基盤を構築した。EBSD解析において学習データ画像には約5個の結晶粒が存在すれば機械学習に適用可能であった。また、画像当たりの結晶粒数に比して学習に用いる画像数が予測精度に強い影響を与えた。一方、機械学習にあたり結晶方位差分布を示すKAMマップを用いることにより損傷状況と関連付けて分類が可能であり、その場合の正答率が高かった。しかし、正答率は十分ではなく、精度向上に向けたさらな

る改良が必要である。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、日本ボイラ協会・平成31年度ボイラー・圧力容器等研究助成の援助を受けた。記して感謝の意を表する。

参考文献

- 1) 福田雅文, スマートプロセス学会誌, 第3巻 (2014) pp.78-85.
- 2) 張聖徳, 高橋由起夫, 電力中央研究所報告, Q14011 (2014)
- 3) 久布白圭司, 野村恭兵, 松岡孝昭, 中川博勝, 室木克之, IHI技報, Vol.5 (2015) pp.81-91.
- 4) 張聖徳, 高橋由起夫, 平成26年度火力原子力発電大会論文集 (2014) pp.52-56.
- 5) 麻生英樹, 安田宗樹, 前田新一, 岡野原大輔, 岡谷貴之, 深層学習 Deep Learning, 近代科学社 (2015).
- 6) 藤山一成, 水谷芳樹, 谷口嘉規, 來海博央, 材料, 第62巻 (2013) pp. 305-310.
- 7) M. Kamaya, K. Kbushiro, Y. Sakakibara, S. Suzuki, H. Morita, R. Yoda, D. Kobayashi, K. Yamagiwa, T. Nishioka, Y. Yamazaki, Y. Kamada, T. Hanada, T. Ohtani, Mechanical Engineering Journal, Vol.3 (2016) 16-00077.
- 8) 藏重湧, 藤山一成, 第57回高温強度シンポジウム前刷集, Vol.57 (2019) pp.118-122.

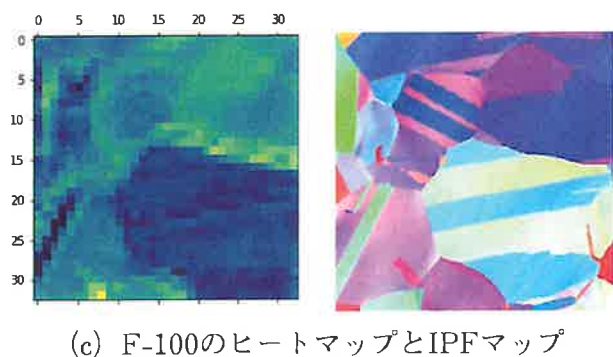
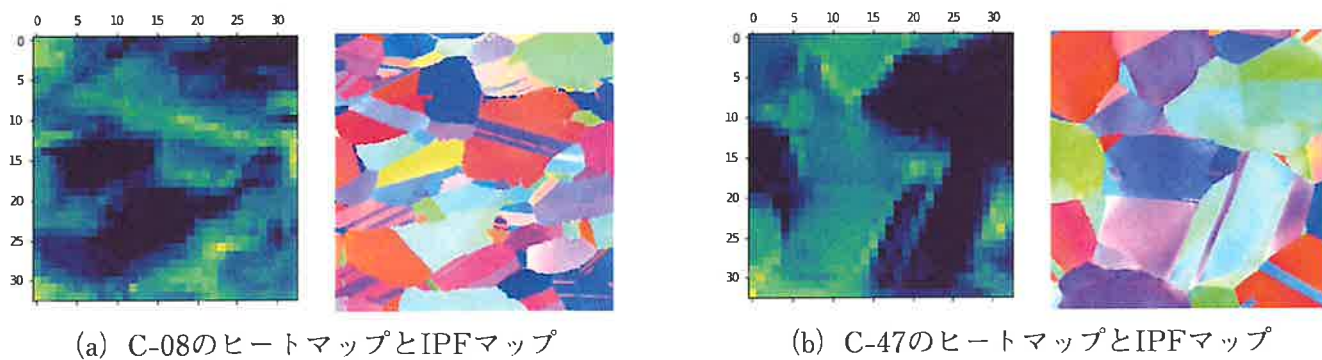


図7 ヒートマップの例

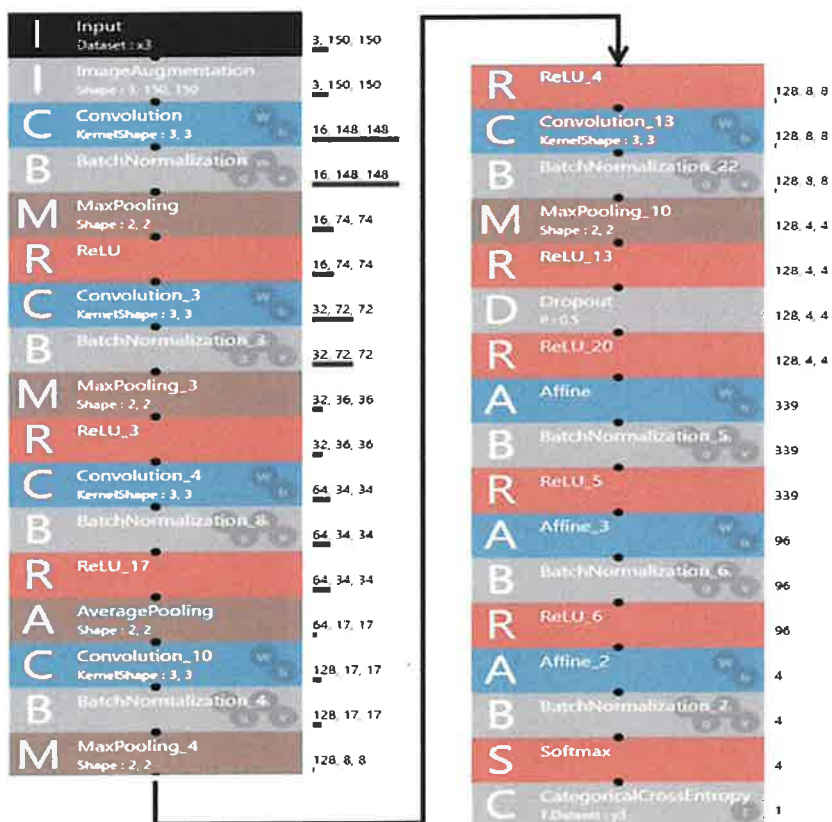


図8 Model 3の構造

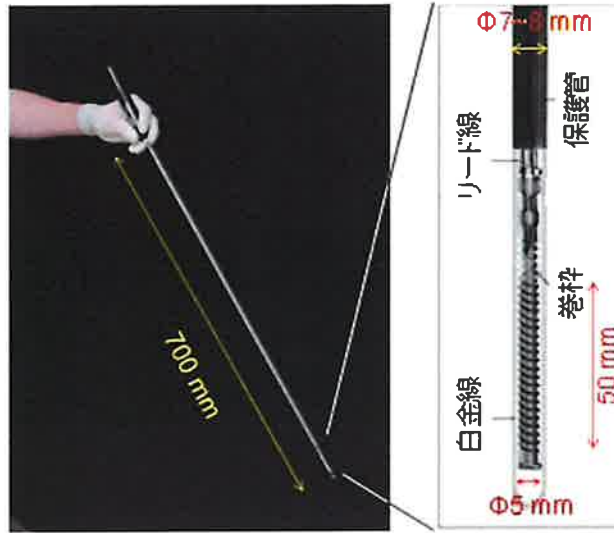


図7 1000℃で使用できる高精度白金抵抗温度計の外観(左)と先端のセンサ部(右)

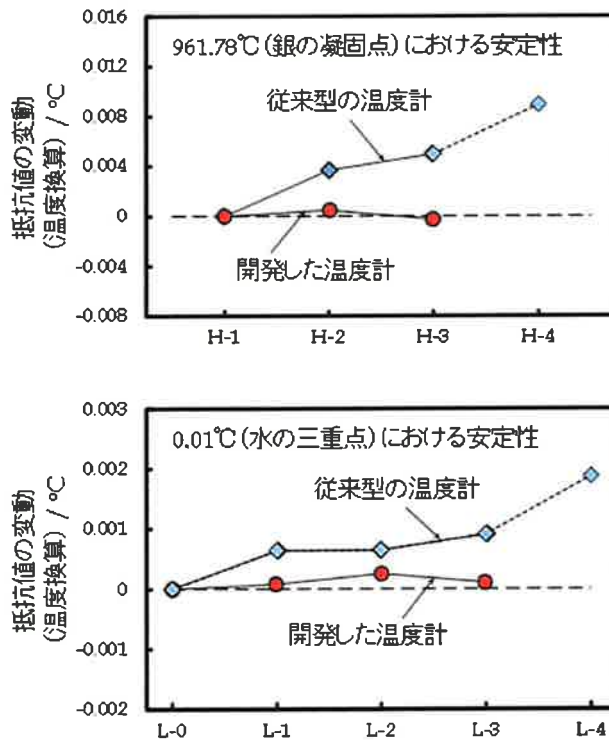


図8 銀の凝固点と水の三重点での白金抵抗温度計の評価結果

炭素鋼の長時間クリープによる黒鉛化に関する研究

澤田浩太、畠山友孝、関戸薫子、木村一弘

物質・材料研究機構

Graphitization during long-term creep in carbon steels
Kota Sawada, Tomotaka Hatakeyama, Kaoru Sekido, Kazuhiro Kimura

概要

炭素鋼(STB410)の長時間クリープ試験片のねじ部および平行部における黒鉛化の有無およびその程度を組織観察により調査した。ASME 規格、JIS 規格では 425°C以上で黒鉛化について注意喚起されているが、本研究では、400°C・約 25 万時間でクリープ破断した試験片の平行部において黒鉛化が確認された。一方、同破断試験片のねじ部では黒鉛化の程度は小さかったことから、クリープ中の負荷応力あるいは変形が黒鉛化を促進していることが分かった。

キーワード：炭素鋼、長時間クリープ、黒鉛化、応力、時効

1 緒言

炭素鋼は、フェライト-パーライトの二相組織であるが、パーライトを構成するセメンタイトは準安定相であるため、高温・長時間の時効により、セメンタイトは分解し、平衡相である黒鉛が生成する。実機では、溶接熱影響部に生成した黒鉛が起点となる破壊事例が報告されている^{1,2)}。ASME 規格や JIS 規格では、425°C以上において黒鉛化について注意喚起されている^{3,4)}。しかし、黒鉛は平衡相であるため、425°Cより低い温度においても、極めて長時間では黒鉛化が生じる可能性もある。さらに、溶接熱影響部と母材の化学成分に違いはないため、平衡相である黒鉛は母材においても生成する可能性があるが、母材についての報告例は少ない。

物質・材料研究機構では、火力発電プラントや石油化学プラントで使用される国産の規格材について、10 万時間クリープ特性を取得することを目的としたクリープデータシート事業を実施している⁵⁾。そこで、本研究では、10 万時間クリープ特性を取得済の炭素鋼(STB410)⁶⁾の長時間クリープ試験片を用いて、母材の黒鉛化の有無やその程度について系統的な調査を行うことを目的とした。なお、炭素鋼(SB480)における黒鉛化についても調査したが、詳細は文献 7)を参照されたい。

2 実験方法

供試鋼は STB410 で、2 ヒート(CAB ヒート、CAG ヒート)を調査した。両ヒートの化学成分、フェライト粒度番号、パーライト面積率を表 1⁶⁾に示す。平行部直径 6mm、標点間距離 30mm の丸棒試験片を用いてクリープ試験を実施した。クリープ試験の温度・応力は 400°C~500°C・69~373MPa で、破断時間は 61.0~250,005.9h であった⁶⁾。クリープ破断材のねじ部および平行部を、光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察した。

表 1 供試鋼の化学成分 (mass%)

| | C | Si | Mn | P | S |
|--------------|---------------------------|-------|-----------|-------------------|--------|
| Requirement* | ≤0.32 | ≤0.35 | 0.30-0.80 | ≤0.035 | ≤0.035 |
| CAB | 0.20 | 0.28 | 0.60 | 0.018 | 0.008 |
| CAG | 0.21 | 0.21 | 0.62 | 0.014 | 0.014 |
| | Cr | Mo | Cu | Al | N |
| Requirement* | | | | | |
| CAB | 0.045 | 0.010 | 0.05 | 0.005 | 0.0066 |
| CAG | 0.046 | 0.019 | 0.05 | 0.008 | 0.003 |
| | Ferrite grain size number | | | Pearlite area (%) | |
| Requirement* | | | | | |
| CAB | 7.9 | | | 17.0 | |
| CAG | 8.5 | | | 18.2 | |

*STB410, JIS G 3461-1988

3 結果および考察

図 1 に、応力-破断時間線図⁶⁾を示す。CAG ヒートでは、高応力-短時間領域から低応力-長時

間領域にかけて強度のトレンドは類似しているのに対して、CAB ヒートでは、特に 400°C の長時間域の強度トレンドが短時間域の強度トレンドと異なる傾向を示している。また、短時間域では、CAG ヒートと CAB ヒートの間にクリープ強度の差は認められないが、長時間域では CAG ヒートのクリープ強度は CAB ヒートのそれに比べて高いことが分かる。木村らは、炭素鋼の長時間クリープ強度と Mo 量の間が良い相関があることを報告しており⁸⁾、図 1 におけるクリープ強度のヒート間差は Mo 量の違いによるものである。

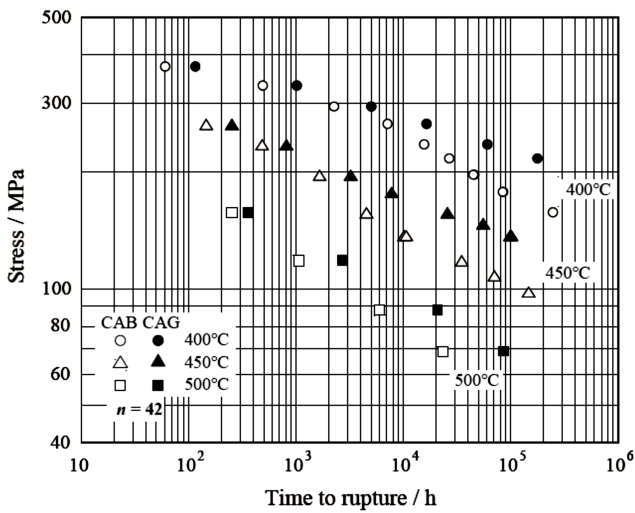


図 1 炭素鋼の応力-破断時間線図

図 2 に、両ヒートの初期の光学顕微鏡組織を示す。いずれのヒートもフェライト-パーライト組織であり、ボイラチューブ材の長手方向(紙面の上下方向)にパーライトが並んで分布している。両ヒートの組織に大きな違いは認められない。

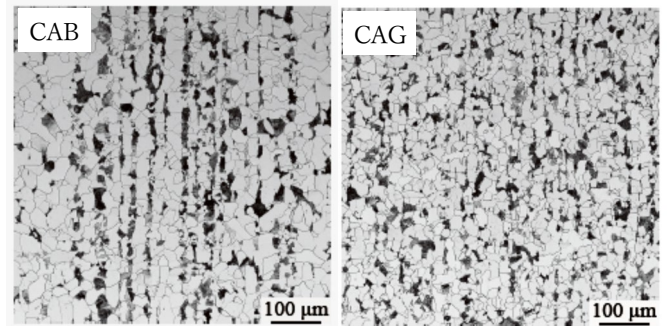


図 2 炭素鋼の初期組織

↑ ↓ : チューブ長手方向

図 3 に、CAB ヒートのクリープ破断材の平行部における光学顕微鏡組織を示す。いずれの温度においても短時間破断材では、初期組織と大きな違いは認められない。一方、高温・長時間破断材になるほどパーライト組織が崩れていることが分かる。同様の傾向は CAG ヒートでも確認された。しかし、図 3 において黒鉛と推察されるような箇所は確認できなかった。そこで、黒鉛化を確認しやすくすることを目的として、化学腐食せずに組

| Heat CAB | | Gauge portion (High magnification) | | | | | | | |
|----------|-------|------------------------------------|----------------------|-----------------------|----------------------|--------------------|---------------------|---------------------|----------------------|
| | | 100 h level | 1 000 h level | 5 000 h level | 20 000 h level | 70 000 h level | 100 000 h level | | |
| 500°C | | 251.7 h (157 MPa) | | 1 052.8 h (118 MPa) | | 5 997.2 h (88 MPa) | | 23 159.8 h (69 MPa) | |
| | 450°C | | 145.6 h (265 MPa) | | 1 653.8 h (196 MPa) | | 4 522.9 h (157 MPa) | | 35 037.2 h (118 MPa) |
| | | | 70 357.0 h (108 MPa) | | 146 974.4 h (98 MPa) | 25 μm | Stress ↑ | | |
| 400°C | | 61.0 h (373 MPa) | | 2 284.2 h (294 MPa) | | | | 7 176.4 h (265 MPa) | |
| | | 85 363.1 h (177 MPa) | | 250 005.9 h (157 MPa) | | | | | |

図 3 CAB ヒートのクリープ破断材平行部の組織

織観察を実施した。図4に、CAB ヒートのクリーブ破断材(500°C、23,159.8h)および CAG ヒートのクリーブ破断材(500°C、86,162.2h)平行部の光学顕微鏡組織を示す。黒鉛の同定については後で述べ

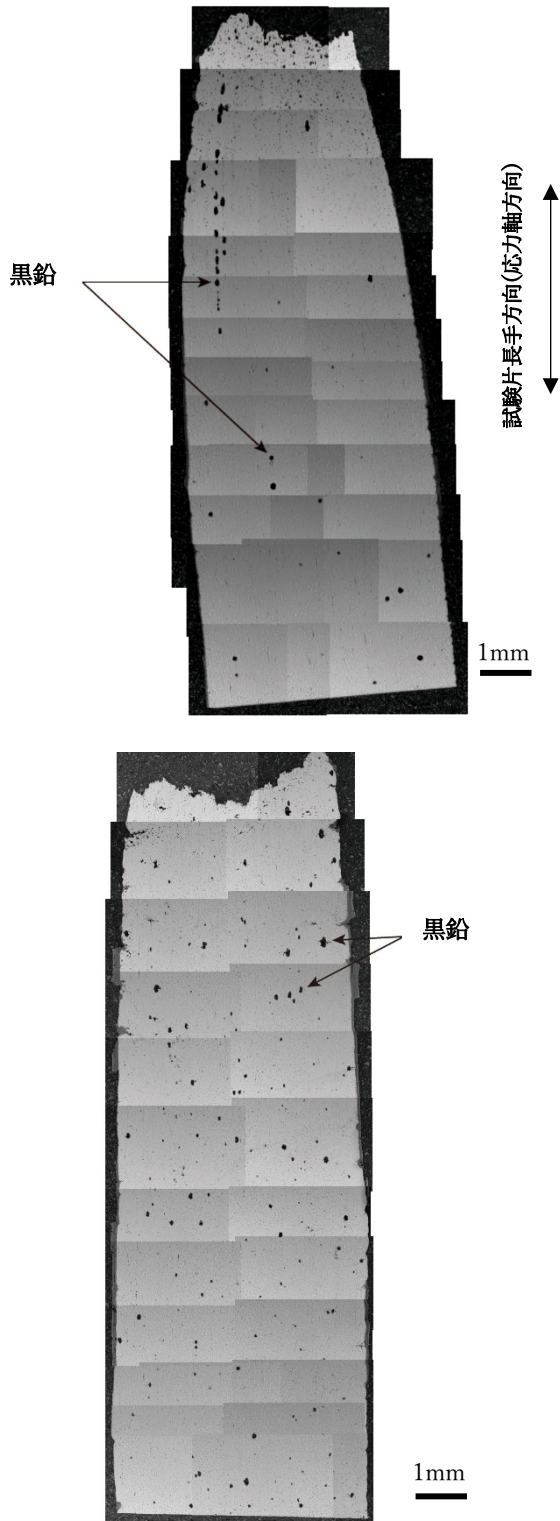


図4 CAB ヒートの 500°C、69MPa、23,159.8h 破断材(上)および CAG ヒートの 500°C、69MPa、86,162.2h 破断材(下)平行部の光学顕微鏡組織(化学腐食なし)

るが、特に CAB ヒートでは、矢印で示す黒鉛が試験片長手方向(チューブ長手方向)に沿って分布していることが分かる。黒鉛化にはパーライトの分解が必要であるが、図2に示すようにパーライトはチューブ長手方向に沿って分布しており、図4の黒鉛の分布は初期のパーライトの分布を反映しているものと考えられる。図5に、CAG ヒートの 500°C、86,162.2h でクリーブ破断した試験片平行部の SEM 観察結果を示す。二次電子像(SE image)において 50~60 μ m 程度の大きさの黒い粒子が認められた。SEM-EDS による元素マップおよび点分析の結果から、炭素が濃化していることが確認され、黒鉛化が生じていると判断した。なお、若干の Si および O が黒鉛内部に確認されたが、これらの存在と黒鉛生成との関連は現時点では不明である。

図6に、CAB ヒートの 400°C、250,005.9h 破断材平行部の SEM 観察結果を示す。紙面水平方向に沿って分布している Si-O-Al 系介在物近傍に、20~30 μ m 程度の大きさの黒鉛が確認された。これまで ASME 規格や JIS 規格では、425°C以上において黒鉛化の注意喚起が記載されていたが、本

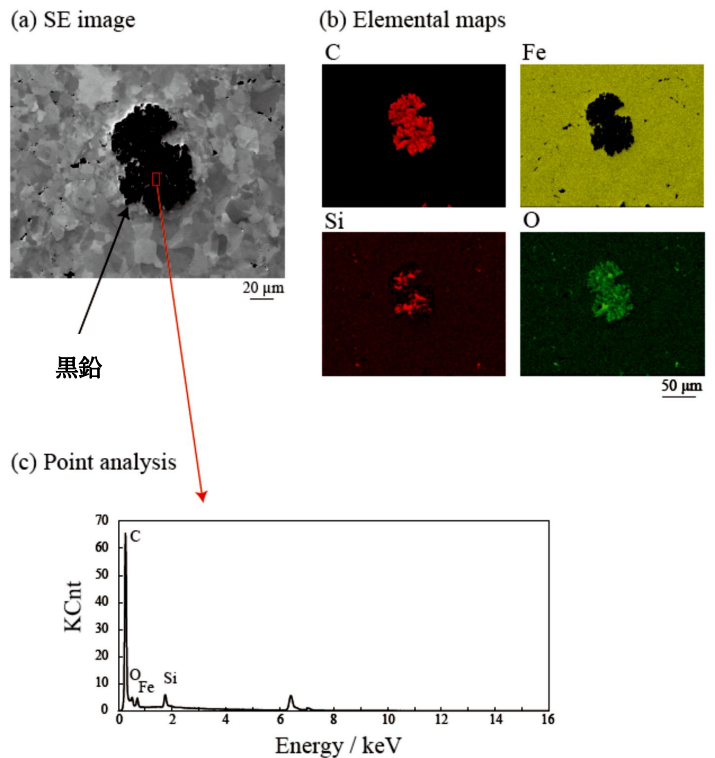


図5 CAG ヒートの 500°C、69MPa、86,162.2h 破断材平行部の SEM 組織

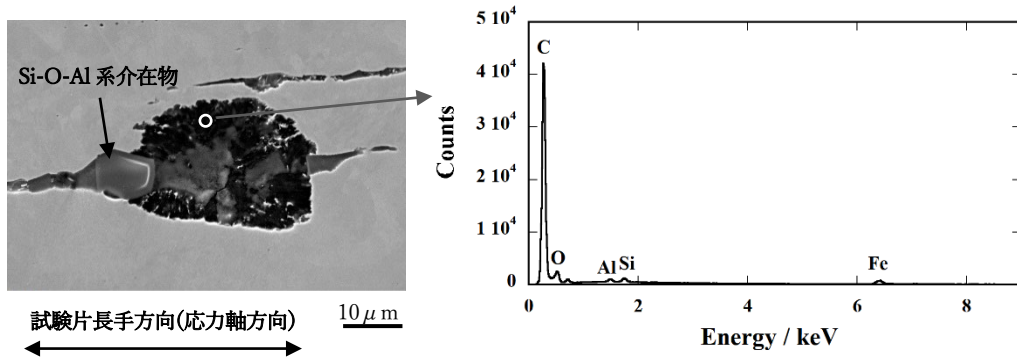


図6 CAB ヒートの 400°C, 157MPa, 250,005.9h 破断材平行部の SEM 組織および EDS 分析結果

研究の結果は、炭素鋼の使用時間によっては、400°Cにおいても黒鉛化に注意する必要があることを示唆している。図7に、図4と同様のクリープ破断材ねじ部の光学顕微鏡組織を示す。紙面の上下方向が試験片長手方向(チューブ長手方向)であるが、同方向に沿って若干の黒鉛が分布していることが確認された。しかし、図4と比べると、黒鉛化は進んでいないことが分かる。このことは、クリープ中の応力あるいは変形が黒鉛化を促進していることを示唆している。なお、炭素量が若干多い SB480(0.3mass%C)⁹⁾においても黒鉛化の状況を調査した⁷⁾。この場合、図8に示すように400°Cのクリープ破断材において、紙面水平方向の応力軸に対して高角度の粒界に沿って伸長した黒鉛が確認された。また、図9に示すように黒鉛の中に割れが認められたことから、黒鉛が割れの起点になることが示唆された。SB480のクリープ強度は、STB410より高いため、類似した温度・破断時間を示す負荷応力は、SB480で294MPa(図8)であり、STB410の157MPa(図6)より大きい。つまり、応力レベルの違いが、黒鉛の形状の違いに関係している可能性がある。実際、SB480で、500°C、88MPa、85,699.2hでクリープ破断した試験片平行部において、図8とは異なり、塊状の黒鉛が確認されている⁷⁾。これは、負荷応力が低いためであると考えられる。なお、SB480においても400°Cにおいて黒鉛化が確認されたことから⁷⁾、STB410と同様に使用時間によっては400°Cにおいても黒鉛化に注意する必要がある。

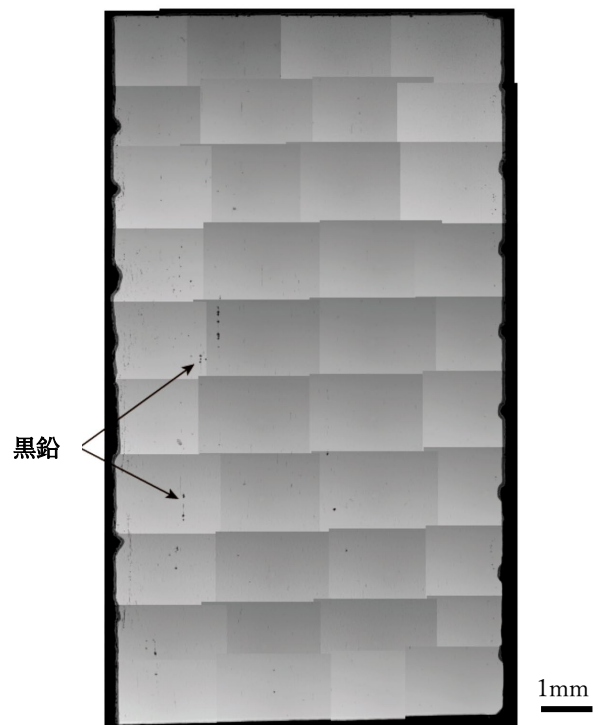


図7 CAB ヒートの 500°C, 69MPa, 23,159.8h 破断材ねじ部の光学顕微鏡組織(化学腐食なし)

表2に、STB410(CAB ヒート)のクリープ破断材平行部において黒鉛が観察された条件を示す。SB480のクリープ破断材平行部において黒鉛が観察された条件⁷⁾に比べると、STB410では、黒鉛が生成する時間が遅い。これは両鋼の炭素添加量の違いや先述した応力レベルの違いが関連していると思われる。

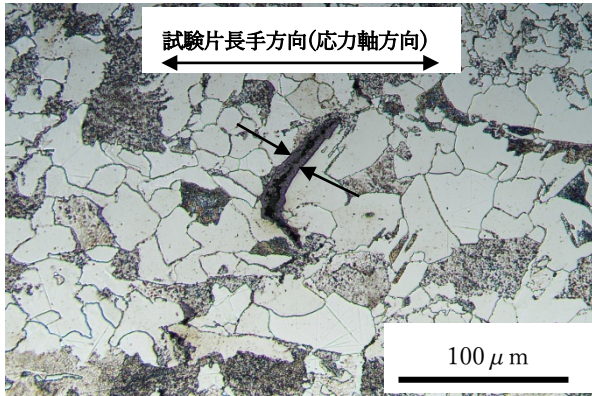


図 8 SB480(0.3C)の 400°C, 294MPa, 232,983.5h
破断材平行部の光学顕微鏡組織(黒色矢印：黒鉛)

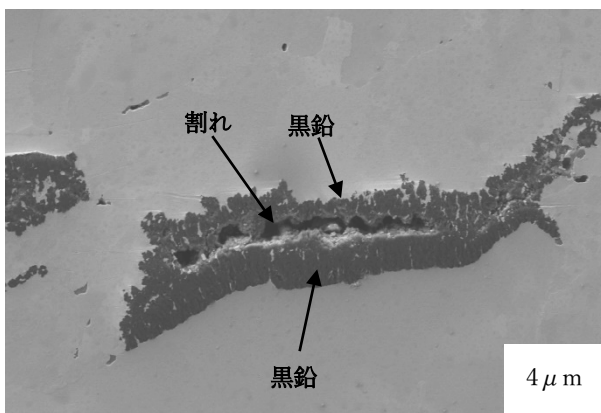


図 9 SB480(0.3C)の 400°C, 294MPa, 232,983.5h
破断材平行部の SEM 組織

表 2 STB410(CAB ヒート)の黒鉛が確認され
た試験条件(平行部観察結果)

| | | | |
|-------|------------|-----------|------------|
| 400°C | 250,005.9h | | |
| 450°C | 35,037.2h | 70,357.0h | 146,974.4h |
| 500°C | 5,997.2h | 23,159.8h | |

4 結言

炭素鋼(STB410)の長時間クリープ破断材のねじ部および平行部の組織観察の結果、下記のことが分かった。

400°C～500°Cのクリープ破断材平行部において、黒鉛の生成が確認された。また、500°Cのクリープ破断材ねじ部においても黒鉛化が認められたが、平行部に比べて黒鉛化の程度は小さかった。このことは、クリープ中の負荷応力や変形が黒鉛化を促進していることを示している。また、STB410 において黒鉛が生成する時間は、炭素鋼

(SB480)に比べて遅かった。ASME 規格や JIS 規格で黒鉛化の注意喚起がなされている温度(425°C以上)より低い温度(400°C)であっても、負荷応力が高く、長時間域では、黒鉛化に注意する必要がある。

5 参考文献

- 1) J. R. Foulds and J. P. Shingledecker, J. Mater. Eng. Perform., 24 (2015), 586.
- 2) H. C. Furtado and I. Le May, Mater. Charact., 49 (2003), 431.
- 3) ASME Boiler and Pressure Vessel Code, Section II, Part D, (2019).
- 4) JIS B 8265: 2020, Construction of pressure vessel- General principles
- 5) K. Sawada et al., Sci. Technol. Adv. Mater., 20 (2019), 1131.
- 6) NIRM Creep Data Sheet, No.7B (1992)
- 7) T. Hatakeyama, K. Sawada, K. Sekido, T. Hara, K. Kimura, ISIJ Int. 61 (2021), 993.
- 8) 木村一弘, 九島秀昭, 八木晃一, 田中千秋, 鉄と鋼 81 (1995), 757.
- 9) NIRM Creep Data Sheet, No.17B (1994)

高温水素中のクリープ強度データの蓄積と水素による 強度低下メカニズムの解明

久保田 祐信 (九州大学カーボンカーボンニュートラル・エネルギー国際研究所)

1. 緒言

カーボンニュートラルに伴うグリーン成長戦略の目標である経済と環境の好循環を実現するための核となる技術の一つは、高温型燃料電池(SOFC)、高温水電解(SOEC)、水素ボイラ等の高温で水素を利用する機器である。文献によると 600°Cにおいて、水素中ではアルゴン中と比較してクリープ寿命が顕著に低下しているが [1]、データは少なく、また、メカニズムは十分に解明されていない。

本研究の目的は、水素ボイラ等の高温水素機器について、材料選定、許容応力の決定、寿命推定などの基礎資料とするために、水素中クリープに関するデータと科学的知見を蓄積することである。具体的には、600°Cの高温水素中でクリープ試験を行い、各種金属材料のクリープ強度に及ぼす水素の影響を明らかにし、また水素中クリープ強度低下のメカニズム解明に取り組む。

2. 水素中クリープ試験方法

2.1 供試材

本研究の供試材は、市販の工業用純鉄 JIS SUY-1 とオーステナイト系ステンレス鋼 JIS SUS310S である。供試材の化学成分を表 1、表 2 に示す。

SUY-1 はフェライト系の材料で、成分も微視組織もシンプルな BCC 結晶格子のモデル材料として実験に使用した。SUS310S は、高温酸化性に優れるオーステナイト系

ステンレス鋼であり、耐熱ステンレス鋼として用途が広い構造材料である。

SUY-1 については受け入れたままで実験に使用した。SUS310S は、1323K 保持からの水冷による溶体化処理を施した。

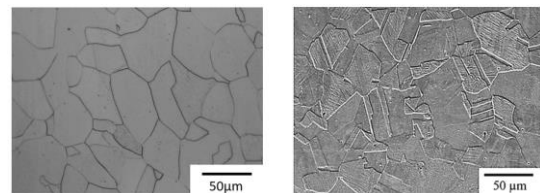
表 1 SUY-1 の化学成分 (mass%)

| C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr |
|------|-------|------|-------|-------|------|------|
| 0.02 | Trace | 0.24 | 0.005 | 0.004 | 0.01 | 0.02 |

表 2 SUS310S の化学成分 (mass%)

| C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr |
|------|------|------|-------|-------|-------|-------|
| 0.02 | 0.27 | 1.10 | 0.029 | 0.001 | 19.13 | 24.08 |

図 1 に供試材の微視組織を示す。SUY-1 はフェライト単相の微視組織であり、平均結晶粒径は 52 μm である。SUS310S はオーステナイト単相の微視組織であり、双晶が多数見られる。平均結晶粒径は 26 μm である。



(a) SUY-1

(b) SUS310S

図 1 供試材の微視組織

2.2 水素中クリープ試験機・試験片・試験条件

図2に水素ガス容器付きクリープ試験機を示す。水素のシール材料に対する熱の影響と摺動に伴う摩擦力の影響を取り除くため、銅ガasketによる固定式シールとベローズによる試験片の伸びの吸収を採用した。水素ガスの純度の維持を最優先として、容器の外側から加熱する方式を採用した。

ガスの温度は、容器内で試験片の標点間中央に接触させたシーサー熱電対で測定した。荷重はガス容器の外側の負荷軸の下端に取り付けたロードセルで行った。

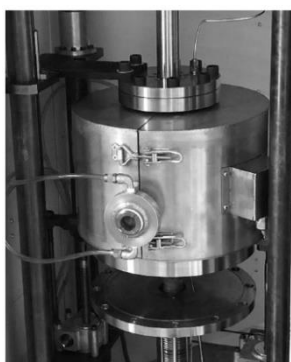


図2 水素ガス容器付きクリープ試験機

ガス容器外側に取り付けた変位計で負荷軸の移動量を測定し、この変位をクロスヘッド変位とした。

図3にクリープ試験片の形状・寸法を示す。標線部直径4mm、平行部長さ30mmの中実丸棒試験片である。クリープ試験後に表面の観察を行うことを考えて、試験片表面はアルミナ粒子によるバフ研磨で鏡面仕上げを行った。

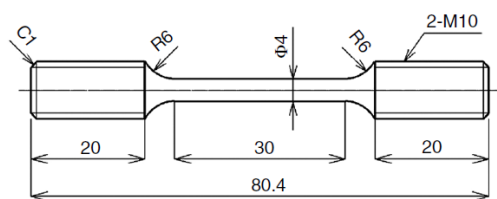


図3 クリープ試験片 (mm)

クリープ試験は、アルゴン中と水素中で行った。ガスの温度は600°C、ガスの圧力は0.12 MPa (絶対圧力) とした。水素ガスとアルゴンガスの純度 (ポンベのガスの分析値) は、いずれも99.9999%である。この温度と圧力でSUS304鋼に侵入し飽和する水素量は、San Marchiらの論文[2]を参考にして、5.3 mass ppmと推定される。クリープ試験中、ガスの純度を維持する配慮として、一定流量(40 ml/min)でガスを流したまま実験を行った。

水素ガスを容器に注入してガスの温度が600°Cに達した後、試験片の断面全体に均一に水素が分布するまで無負荷で保持し、それからクリープ試験を開始した。アルゴン中のクリープ試験の場合も、水素の場合と試験片の受ける熱履歴を同じにするため、600°Cのアルゴン中に試験片を3時間無負荷で曝露した後にクリープ試験を開始した。

3. 実験結果と考察

3.1 600°Cにおける引張試験

クリープ試験に先立って、クリープ試験温度における供試材の機械的性質を得るため、600°Cのアルゴン中で引張試験を実施した。引張試験にはクリープ試験片と同一の形状・寸法の試験片を使用した。ひずみ速度は常温と600°Cのいずれの温度でも 10^{-3} /sとした。

表3、表4に、20°Cと600°Cで測定した供試材の機械的性質を示す。また、図4と図5に、それぞれSUY-1とSUS310Sの20°C、600°Cの応力-ひずみ線図を示す。SUY-1について、600°Cの降伏強度は20°Cの約64%となった。応力-ひずみ線図によると、600°Cでは加工硬化による材料強度増

加がまったく見られず、降伏後は伸びと共に応力が低下して、結果として降伏強度と引張強さが同じ値となった。600°Cでは破断伸びも顕著に減少した。

SUS310S について、600°Cの降伏強度は20°Cの約 54%となった。600°Cではセレーションを伴いながら加工硬化が生じた。降伏強度と引張強さの比は、20°Cでは 0.56、600°Cでは 0.48 であるので、高温では回復が強くなっている傾向がうかがわれる。破断伸びは 600°Cでは 20°Cに比べて顕著に減少した。

表 3 SUY-1 の機械的性質

| 試験温度 度 (°C) | 降伏強度 度 (MPa) | 引張強度 さ (MPa) | 伸び (%) | 絞り (%) |
|-------------------|--------------------|--------------------|-----------|-----------|
| 20 | 188 | 297 | 43 | 92 |
| 600 | 121 | 122 | 18 | 99 |

表 4 SUS310S の機械的性質

| 試験温度 度 (°C) | 降伏強度 度 (MPa) | 引張強度 さ (MPa) | 伸び (%) | 絞り (%) |
|-------------------|--------------------|--------------------|-----------|-----------|
| 20 | 328 | 581 | 48 | 87 |
| 600 | 179 | 370 | 27 | 76 |

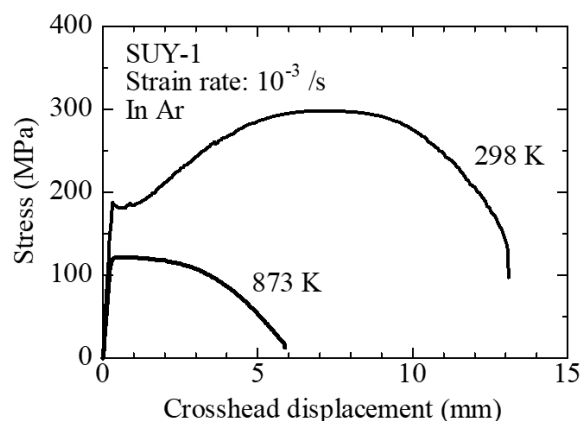


図 4 SUY-1 の引張試験の
応力-ひずみ線図

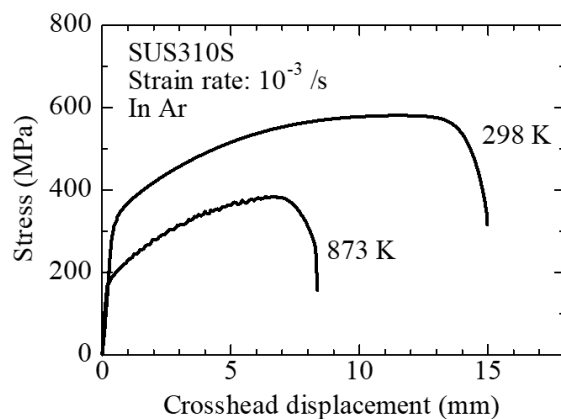


図 5 SUS310S の引張試験の
応力-ひずみ線図

3.2 SUY-1 の水素中クリープ試験

図 6 に SUY-1 のクリープ曲線を示す。図には応力 $\sigma = 60$ MPa と 40 MPa の結果を示したが、いずれの応力でも、水素中でクリープ寿命が大きく低下した。

600°Cでの SUY-1 の降伏強度は 121 MPa であるため、これらのクリープ試験応力は、降伏強度よりもかなり低いですが、クリープ寿命はかなり短い。図 3 の引張試験結果によると、600°Cでは加工硬化と回復のバランスにおいて回復が大幅に勝っている状態であ

り、このことは 600°Cでは変形に対する抵抗が非常に小さいことを意味する。従って、降伏強度よりもかなり低い応力であってもクリープ変形が顕著に生じたものと考えられる。

純鉄のクリープに対する水素の影響は、横川らの結果 [3] と同様である。横川らは SUY のクリープ寿命が水素中ではアルゴン中と比べて顕著に低下するメカニズムについて、水素侵食による脱炭としている [3] が、本研究ではこの点については未確認である。

図 7、図 8 に、SUY-1 のクリープ試験で破断した試験片の外観と破面を示す。チゼルポイント型の破壊を呈した。低合金鋼の常温の引張試験中の水素脆化では、応力ひずみ線図の頂点付近で発生した微小な表面き裂が、水素中では進展して試験片を破

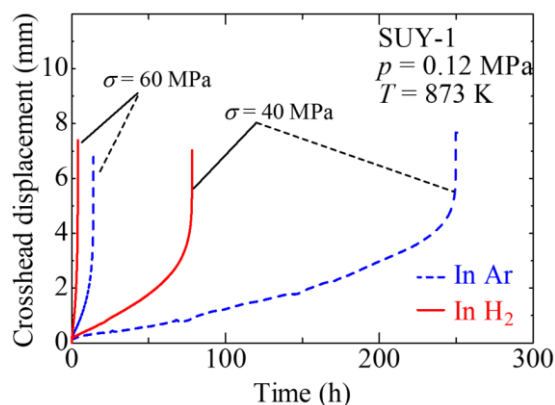
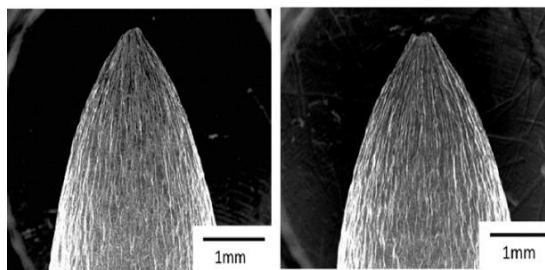


図 6 SUY-1 の水素中クリープ試験結果

断させ、一方、窒素ガス中では同じように発生したき裂が成長せずに試験片がくびれて内部から破壊が生じるために、水素中で破断伸びが減少する [4]。一方、クリープ試験においては、水素中とアルゴン中では試験片表面の様相に顕著な違いは認められず、水素がクリープ破壊に影響する機構が常温

の水素脆化とは異なることを示唆している。

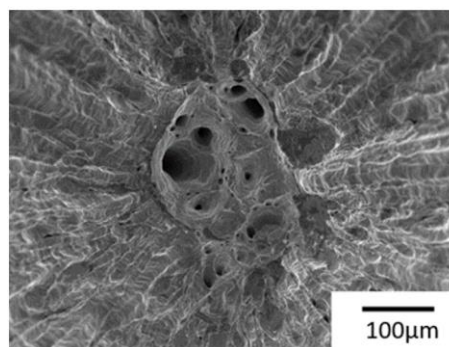


(a) アルゴン中 (b) 水素中

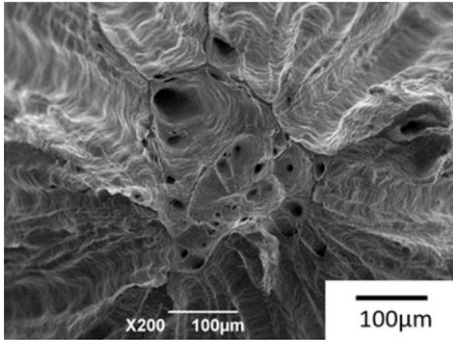
図 7 SUY-1 のクリープ破断の様相 ($\sigma = 60 \text{ MPa}$)

3.3 SUS310S の水素中クリープ試験

図 9 に SUS310S のクリープ曲線を示す。SUS310S においても、SUY-1 と同様に、定常クリープ域のひずみ速度が、水素中ではアルゴン中と比べて加速しており、結果としてクリープ破断寿命の低下が生じている。



(a) アルゴン中



(b) 水素中

図8 SUY-1のクリープ破面
($\sigma = 60 \text{ MPa}$)

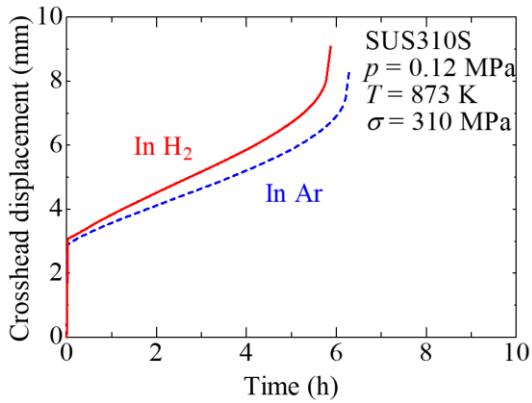


図9 SUS310Sの水素中クリープ試験結果

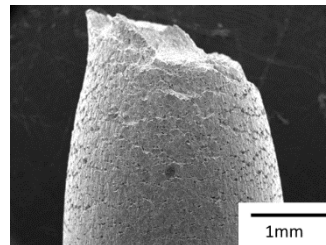
本実験の範囲では、SUS310Sの水素によるクリープ寿命の低下の度合いは、SUS304の結果 [1] と比較して少ないが、さらに広い応力の範囲でデータを取得する必要がある。

表5にSUS310Sのクリープ試験を $\sigma = 310 \text{ MPa}$ で行った時の伸びと絞りを示す。水素中の方がアルゴン中と比較して伸びと絞りの値が大きく、水素がクリープ試験の延性を増加させている傾向がうかがわれる。この傾向は、SUS304と同様 [1] であり、水素中のクリープ変形に関してSUS310SとSUS304の類似性が認められる。

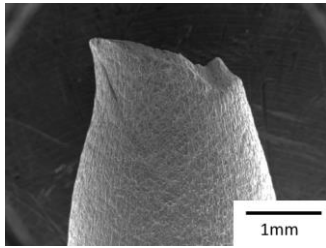
表5 SUS310Sのクリープ試験の伸びと絞りの値 ($\sigma = 310 \text{ MPa}$)

| 試験環境 | 伸び (%) | 絞り (%) |
|----------------------|--------|--------|
| 600°C Ar | 26.3 | 69.7 |
| 600°C H ₂ | 28.5 | 75.9 |

図10と図11に、SUS310Sのクリープ試験で破断した試験片の様相を示す。SUY-1との違いは、アルゴン中の表面に多数の微小き裂が観察されることである。反対に、水素中では変形量が大いのにき裂が発生していない。破壊の形態はカップアンドコーン型を呈していることから、表面き裂がこの破壊を支配しているようには考えられないが、水素にはき裂の発生を遅らせる作用があることが考えられる。この点に関しては、SUS304に関する論文 [1] の中で、水素は転位上昇を促進させるため、変形が促進する、そのため粒界三重点のひずみのミスマッチが緩和されて粒界のき裂の発生が遅らせられているとの考察が見られる。図9の水素中では定常クリープ領域の変形が加速されていること、伸び・絞りの増加と併せて、水素の作用はクリープ変形の促進であることが示唆されている。

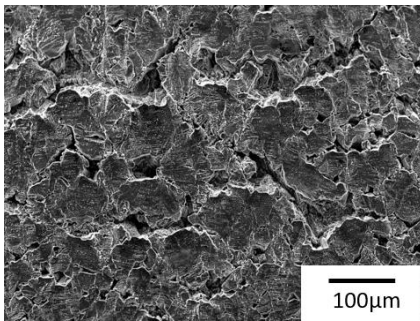


(a) アルゴン中

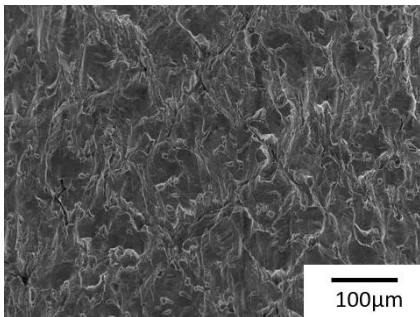


(b) 水素中

図 10 SUS310S のクリープ破断の様相
($\sigma = 310 \text{ MPa}$)



(a) アルゴン中

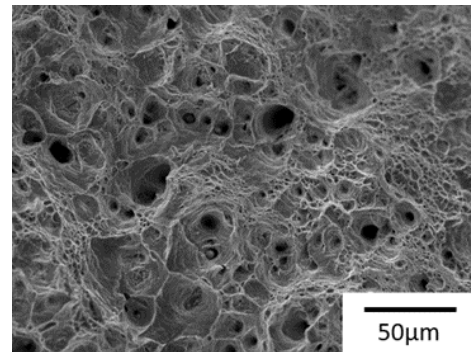


(b) 水素中

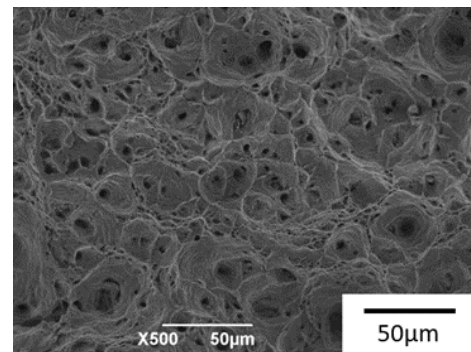
図 11 SUS310S のクリープ破断した
試験片表面
(破断面から 7 mm, $\sigma = 310 \text{ MPa}$)

図 12 に SUS310S のクリープ試験で破断した試験片の破面を示す。アルゴン中と水素中のいずれも、ディンプル破面を呈した。ディンプルの性状(形状, 直径, 深さなど)について, 水素による明瞭な違いは見られなかった。SUS304 については, アルゴン中

では短寿命域ではディンプル破面, 長寿命域では粒界破面となることが報告されている [5-7]。水素中でも同様の破面形態の遷移は生じるが, 長寿命側に移動することが報告されている [1]。SUS310S についても, より長寿命のクリープ試験を実施する必要がある。



(a) アルゴン中



(b) 水素中

図 12 SUS310S のクリープ破面
($\sigma = 310 \text{ MPa}$)

3.4 水素の影響機構に関する検討

SUS304 の水素中クリープに関する研究 [1] によると, 転位クリープにより変形が生じる範囲では, 水素が空孔の拡散を促進し, その結果, 転位の上昇が促進され, クリープ変形が加速すると考えられている。この機構は, 水素中では粒界破面の生成が抑制されていること, 水素中では定常クリー

ブ速度が増加していること、転位クリープの変形を現す構成式を基に空孔生成の活性化エネルギーに対する水素の影響を議論することなどから傍証がなされている。

しかし、空孔に水素がトラップされると空孔はほぼ移動しなくなるという計算結果 [8] は、上の機構には反対の作用がある現象と考えられる。これとはまた反対に、水素は空孔濃度を著しく増加させ、その結果として原子の拡散を増加させるという研究結果 [9] もある。つまり、SUS304 に対して提案されているメカニズムは、さらに深い検討を要するのが実情である。したがって、本研究では、水素の存在下の原子の拡散について実験的な検討を試みた。

水素により原子の拡散が促進されるかどうかに関する検討方法は、Pd をトレーサーとして、試験片を水素中、アルゴン中で 600°C で同じ時間保持して、オージェ電子分光法により表面から深さ方向への Pd 分布を測定するというものである。

供試材は SUS304 で、試験片は図 3 のクリープ試験片に平行平面部を設けたものと円盤状の 2 種類を用意した。表面をバフ研磨で鏡面とした後、PVD 装置で Pd 被膜を膜厚 25 nm で形成した。

クリープ試験片について、600°C 水素中とアルゴン中でクリープ試験を行った ($\sigma = 270$ MPa)。試験時間は 44880 s として、破断が起こる前に試験を終了した。円盤状試験片は、クリープ試験中にガス容器内のクリープ試験片の傍に、荷重がかからない状態で置いた。

上の実験によって準備した試験片について、オージェ電子分光分析を実施した。電子線の加速電圧は 10 kV、スパッタイオン種

は Ar を用い、加速電圧 1 keV で 5 nm/min のエッチング速度を得た。分析径は約 $\phi 50$ nm である。

図 13 に、600°C 水素中でクリープ試験を行った試験片に対する Pd の深さ方向分布を示す。Pd の拡散量は多いところで 200 nm 程度であった。Pd の検出量は測定点ごとに

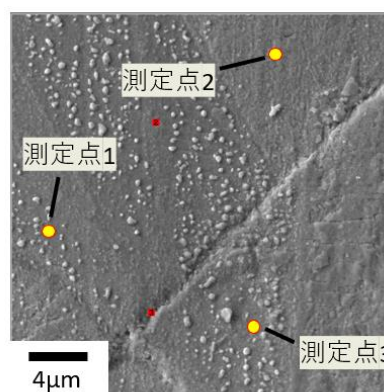
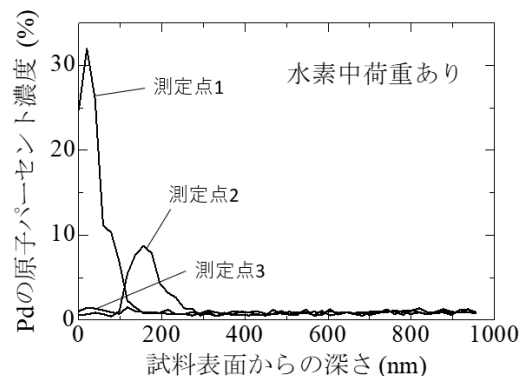


図 13 Pd コーティング試験片の 600°C 水素中クリープ試験後の Pd の深さ方向分布と、SEM 像

大きく異なっており、同図の SEM 像に示すように、高温で生じた Pd の凝集によるものと考えられる。結果として、Pd の拡散量が非常に小さく、測定場所によるばらつきを考慮した上で、水素中とアルゴン中で Pd の拡散に違いがあることの定量的な議論は困難であった。今後は、より高温で拡散させたり、トレーサーの元素を変えたり、拡散対に

よる測定を行ったり、測定方法の改良を加えていく予定である。

別の検討として、空孔増加は電気抵抗の変化をもたらすため [10]，電気抵抗の測定による空孔濃度の測定の可能性について検討を行った。電気抵抗の測定は液体窒素中で行ったために、600°Cから冷却する過程で空孔の状態を変化させないように、試験片を急冷して空孔を凍結する必要がある。凍結の方法は、図 14 に示す中に水素ガスないしアルゴンガスと試験片を封入したガラス管を、加熱・保持後に水中でガラス管を粉碎することによって行った。供試材は 3.1 と同じ SUS304 である。試験片は直径 3 mm、長さ 81 mm の丸棒である。

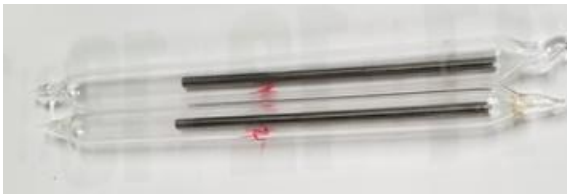


図 14 電気抵抗測定用
ガラス管封入試験片

実験結果を表 6 に示す。Dexter の計算 [10] によれば、Au, Ag, Cu で比抵抗に及ぼす空孔の影響は $4.0 \times 10^{-3} \text{ m}\Omega\text{mm/at}\%$ である。仮に SUS304 でも空孔の影響が同程度だと考えると、表 6 の結果は、水素中の試料の方がアルゴン中の資料に比べて 0.9 at% 程度空孔濃度が高いことになる。

しかしながら、試験片の比抵抗に影響を及ぼす因子は空孔濃度だけではないことに注意が必要である。今回の測定では水素に曝露した試験片に比抵抗の増加がみられたが、材料内の水素の影響も考えられる。

表 6 電気抵抗の測定結果

| 加熱・保持条件 | 比抵抗 ($\text{m}\Omega\text{mm}$) |
|--------------------------------|--------------------------------------|
| アルゴン中, 大気 圧, 600°C, 150 min | 0.4939 |
| 水素中, 大気圧, 600°C, 150 min | 0.4973 |

4. 結言

水素ボイラ、高温燃料電池、高温水電解セル等の先進高温水素利用機器の安全性を支える基礎的な研究として、SUY-1 工業用純鉄と SUS310S オーステナイト系ステンレス鋼を供試材として、600°C水素中とアルゴン中で短寿命の範囲でクリープ試験を行った。さらに、水素がクリープ寿命を低下させる機構として提案されている水素による転位上昇の促進を検証する実験を、SUS304 を供試材として試みた。

- (1) SUY-1 のクリープ寿命は、水素中の方がアルゴン中よりも顕著に短くなった。
- (2) SUS310S のクリープ寿命は、水素中でアルゴン中に比べて短くなった。水素中のクリープ変形挙動には、SUS304 と類似する点があり、水素がクリープ寿命を低下させる機構として、SUS304 と同様の水素による転位上昇が検討の有力な候補である。

5. 謝辞

本研究は、2020 年度「ボイラー・圧力容器等研究助成」により実施されました。ここに感謝の意を表します。

参考文献

- [1] D. Takazaki, T. Tsuchiyama, R. Komoda,

- M. Dadfarnia, B.P. Somerday, P. Sofronis, M. Kubota, Effect of hydrogen on creep properties of sus304 austenitic stainless steel, *Corrosion*, 77-3 (2021) 256-265.
- [2] C. San Marchi, B.P. Somerday, S.L. Robinson, Hydrogen permeability, solubility and diffusivity of hydrogen isotopes in stainless steels at high gas pressures, *Hydrogen Energy*, 32 (2007) 10-116.
- [3] 横川, 福山, 工藤, 極低炭素鋼の水素侵食に及ぼす応力の影響, *日本金属学会誌*, 46-10 (1982) 1009-1017
- [4] H. Matsunaga, M. Yoshikawa, R. Kondo, J. Yamabe, S. Matsuoka, Slow strain rate tensile and fatigue properties of Cr-Mo and carbon steels in a 115 MPa hydrogen gas atmosphere, *Hydrogen Energy*, 40 (2015) 5739-5748.
- [5] 新谷, 京野, 田中, 村田, 横井, SUS304 ステンレス鋼の長時間クリープ破断性質とクリープ破壊機構領域図, *鉄と鋼*, 69-14 (1983) 1668-1675.
- [6] 中久喜, 丸山, 及川, 八木, オーステナイトステンレス鋼のクリープ破断時間の温度・応力依存性に関する総合的評価, 81-3 (1995) 220-224.
- [7] M.F. Ashby, C. Gnanadhi, D.M.R. Taplin, Fracture-mechanism maps and their construction for F.C.C. metals and alloys, *Acta Metall.* 27 (1979) 699-729.
- [8] 西口, 松本, 武富, 宮崎, 水素が α -Fe 中の空孔濃度に及ぼす影響に関する原子モデル解析, *日本機械学会, No. 09-21, 第 22 回計算力学講演会 論文集*, 2009.10.10-12, 金沢市.
- [9] 深井, 田中, 内田, 水素と金属 次世代の材料学, 内田老鶴圃, 1998.
- [10] D. L. Dexter, Scattering of electrons from point singularities in metals, *Physical Review*, 87-5 (1952) 768-777.

燃焼ガス高速モニタリングを実現する光ファイバプローブ式 レーザ分光ガスセンサの開発

京都工芸繊維大学

西田 耕 介

(株)プラムテック

梅川 豊 文

総合地球環境学研究所

川崎 昌 博

Development of a Laser Spectroscopic Gas Sensor using Fiber-Optic Probe
for High-Speed Combustion Gas Monitoring

by Kosuke Nishida, Toyofumi Umekawa, Masahiro Kawasaki

燃焼室内のガス成分（水分等）の濃度を高速・高精度でモニタリングする計測技術として、高感度なレーザ吸収分光法を応用した「光ファイバプローブ式レーザ分光ガスセンサ」の開発を進めた。較正試験を行った結果、燃焼ガスの主成分である水分濃度を広い濃度範囲で定量化することができ、測定精度は ± 0.5 mol%以内を実現した。また、電気炉を用いて高耐熱光ファイバプローブの耐熱試験を実施したところ、 800°C の高温環境下でもプローブの破損は見られず大気中水分の検出に成功した。本ガスセンサは燃焼器内のガス濃度測定に十分適用できることが示唆された。
キーワード：燃焼ガスセンシング，光ファイバプローブ，波長可変半導体レーザ吸収分光法，水分濃度測定

1. 緒言

環境と調和したエネルギー利用社会の構築が要求される今日において、クリーンで燃焼効率の高い天然ガスを用いた省エネ低公害型の都市ガスボイラーは、給湯用、暖房用、工業用など多種多様なニーズを有している。このような状況の中、ボイラーのエネルギー効率のさらなる向上や CO_2 排出量の低減を図るためには、燃焼制御技術の改善・高度化が不可欠であり、そのためには燃焼器内のガス流動や反応プロセスを「その場 (in-situ)」かつ「リアルタイム」でモニタリングできる精緻なガスセンシング技術の開発が必要となる。

従来の研究開発において、エンジンやボイラー等から排出された燃焼排ガスの成分分析は、ガスクロマトグラフィー法や赤外線吸収法により数多

く実施されているが^{1)~4)}、過酷な高温状態である燃焼室内部のガス成分をレーザ等を用いて直接測定した事例^{5), 6)}は数少ない。稼働中の燃焼室内における物質挙動や反応メカニズムを局所的に捉えることができれば、最適かつ安定な燃焼制御技術の確立に大きく貢献し得る。

そこで本研究では、送受一体型光ファイバプローブを導入することにより、燃焼室内のガス成分（水分等）の濃度を高速・高精度かつin-situ（その場）で定量測定できる、従来にない「光ファイバプローブ式レーザ分光ガスセンサ」を開発することを目的とした。本計測システムでは、高感度なレーザ吸収分光法である「波長可変半導体レーザ吸収分光法 (Tunable Diode Laser Absorption Spectroscopy, TDLAS法)」を採用することによ

り、100msの高時間分解能で数百ppmの微量ガス成分を検出可能にする。

2. 計測原理

TDLAS法とは、レーザ吸収分光法の一つであり、半導体レーザを用いて特定波長の光を測定対象ガスに照射し、透過光の吸収度からガスの成分濃度を定量化することができる。この吸光理論は以下のLambert-Beerの法則に従う。

$$I(\lambda) = I_0(\lambda) \exp(-\alpha(\lambda)L) \quad (1)$$

λ はレーザの発振波長、 $I_0(\lambda)$ は入射光強度、 $I(\lambda)$ は透過光強度、 $\alpha(\lambda)$ は吸収係数、 L は光路長である。本研究では、レーザへの注入電流を制御し、測定ガスの吸収線を挟むようにレーザの発振波長を三角波状（周波数：10Hz）に繰り返し掃引させることによって、ガスの吸収スペクトルを検出する。さらに、微量ガス成分を検出する際は、直接吸収スペクトル波形の検出が困難となるため、三角波掃引上に高周波数（ $f=10\text{kHz}$ ）の波長変調を重畳させ、出力信号から位相敏感検波により第 n 高調波信号（ nf 信号）を抽出する「波長変調分光法（Wavelength Modulation Spectroscopy, WMS法）」を採用する。WMS法は高感度なレーザ吸収分光法であり、その測定原理を図1に示す。

ここで、レーザの発振波長 λ を $\lambda = \lambda_0 + a \cos \omega t$ のように変調させた場合の第 n 高調波（ nf ）スペクトルについて考える⁷⁾。 λ_0 は中心波長、 a は変調振幅、 ω は変調角周波数である。変調後の吸収スペクトルは次式のフーリエ級数展開で示される。

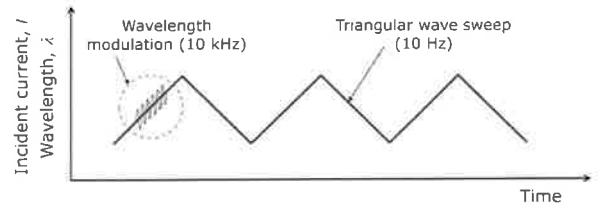
$$\alpha(\lambda_0 + a \cos \omega t) = \sum_{n=0}^{\infty} H_n(\lambda_0) \cos n\omega t \quad (2)$$

ただし、 $H_n(\lambda_0) = \frac{2^{1-n}}{n!} a^n \left. \frac{d^n \alpha(\lambda)}{d\lambda^n} \right|_{\lambda=\lambda_0}$ である。

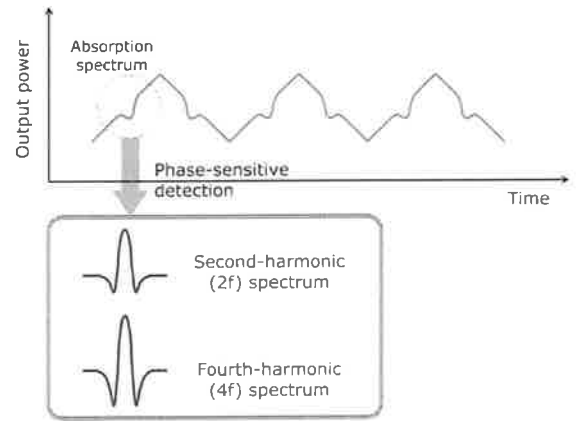
ガスによる光吸収が小さいとき、 $\alpha(\lambda)L \ll 1$ となるため、透過光強度 $I(\lambda)$ はマクローリン展開により以下のように近似できる。

$$I(\lambda) = I_0(\lambda) (1 - \alpha(\lambda)L) \quad (3)$$

式(2)を式(3)に代入し、透過光強度を $n\omega$ で検波して得られる信号は、



(a) レーザ発振波長の三角波掃引と高周波変調



(b) 位相敏感検波による高調波信号の検出

図1 WMS法の原理

$$S(\lambda_0) = -\frac{2^{1-n}}{n!} I_0 a^n L \left. \frac{d^n \alpha(\lambda)}{d\lambda^n} \right|_{\lambda=\lambda_0} \quad (4)$$

となる。WMS法の採用により、光吸収が微弱な場合でも他ガスの影響を受けることなく高感度な計測を行うことができる。なお、 nf スペクトル信号は直接吸収波形を λ で n 階微分した形状となる。

3. 計測システムの概要

3. 1 レーザ発振波長の検討

TDLAS法により燃焼室内のガス成分濃度（ H_2O 、 CH_4 、 CO_2 等）を測定するためには、各ガス成分に対して吸収を持つ特定波長の光を半導体レーザから発振させる必要がある。本研究では、SpectraPlot⁸⁾を用いることにより、HITRAN2012データベース⁹⁾の H_2O 、 CH_4 、 CO_2 の吸収線を調査し、半導体レーザの発振波長について検討を行った。HITRANデータベースとは、主に赤外線波長域のガス分子の吸収線データが収録されたデータベースであり、SpercetraPlotと呼ばれるWebアプリを用いれば、任意の波長帯における化学種の吸収線データの探索や吸収スペクトルの解析が容易に行える。図2 (P.11)に、(a) 1.38～1.42 μm 、(b) 1.63～1.67 μm 、(c) 1.98～2.02 μm

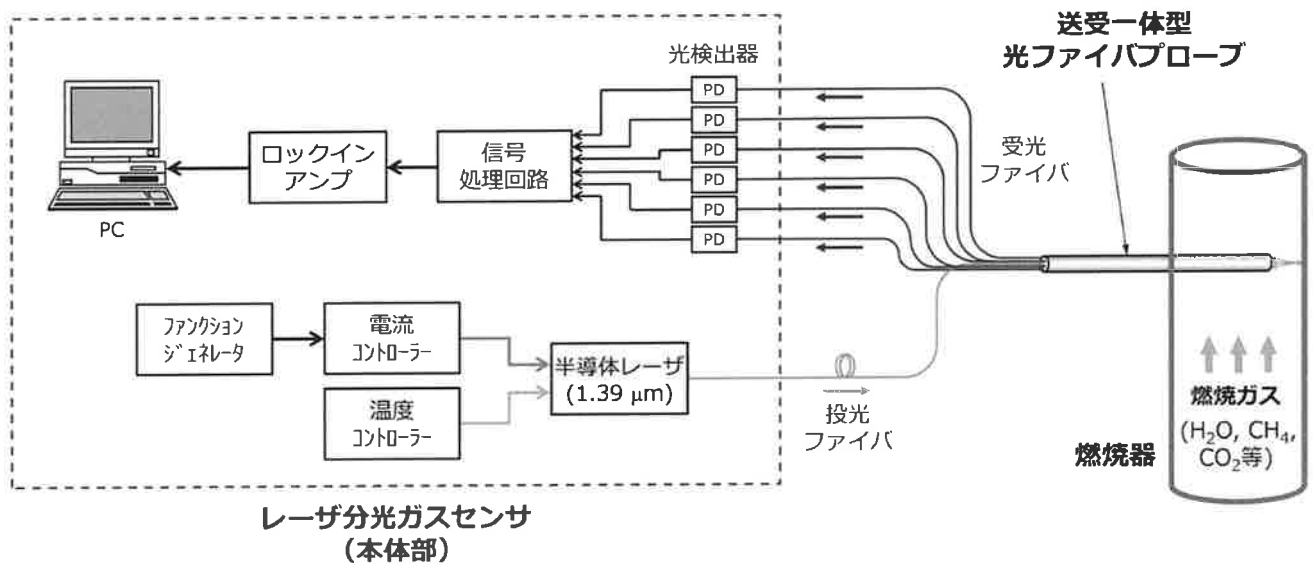


図3 TDLAS法を応用した「光ファイバプローブ式レーザー分光ガスセンサ」の概要図

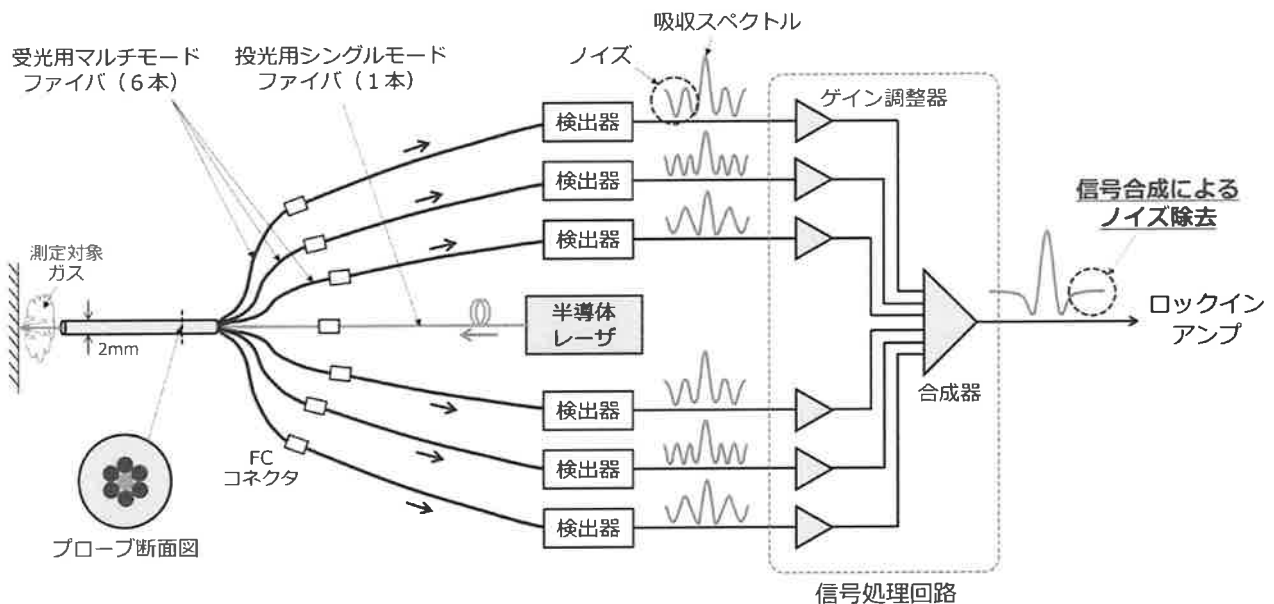


図4 送受一体型光ファイバプローブの構造と信号合成によるノイズ低減

の各波長帯における H_2O (青), CH_4 (黄), CO_2 (紫)の吸収線強度を示す。(a)の波長帯では H_2O , (b)では CH_4 , (c)では CO_2 の吸収線が多く分布し, 他ガスとの干渉はほとんど見られない。これらの結果から, H_2O , CH_4 , CO_2 の濃度測定を行う際には, 発振波長がそれぞれ1.39, 1.65, 2.00 μm 帯の通信用半導体レーザーを使用することが可能であるといえる。

3. 2 計測システムの構成

本研究で開発を進めた「光ファイバプローブ式

レーザー分光ガスセンサ」の概要図を図3に示す。本計測システムでは, 高感度なレーザー吸収分光法であるTDLAS法を採用することにより, 微量ガス成分でも十分検出可能にする。具体的には, 投光および受光ファイバが一体型となった「送受一体型光ファイバプローブ」を燃焼器内に挿入し, 半導体レーザーから発振させた各ガス種に吸収のあるレーザー光を燃焼ガスに直接照射させる。燃焼室壁またはプローブ先端に取り付けた反射板で拡散反射した光の一部は, プローブ内の受光ファイバを経由して光検出器 (フォトダイオード, PD)

で受光し、その後、受光した光を電気信号に変換・合成してロックインアンプに入力する。位相敏感検波法に基づいて、高調波スペクトル信号 (n フ信号) を高感度で検波しその振幅を解析することによって、燃焼室内のガス成分濃度を局所的にリアルタイムで定量測定できるようにする。吸収スペクトルには温度依存性があるため、測定場のガスの温度変動や分布が著しい場合は、熱電対等を用いて別途ガス温度をモニターしておく必要がある。また、測定対象ガスの種類によって吸収線の波長が異なるため、発振波長の異なるレーザ、プローブ、検出器を複数搭載すれば、多成分の同時測定が可能である。

図4に、送受一体型光ファイバプローブの構造を示す。プローブの基本構成は、1本の投光ファイバ(シングルモードファイバ)と6本の受光ファイバ(マルチモードファイバ)を同軸上に配置させた構造である。光源には回折格子によるブラッグ反射を利用して単一波長光を発振する分布帰還型(Distributed Feedback, DFB)半導体レーザを用い、レーザより発振された三角波変調光は、プローブ中央に設けられた投光ファイバから測定場へ照射される。測定場からの反射光は、投光ファイバの周囲に配置された6本の受光ファイバで受光し、検出器(PD)で電気信号に変換された後に、6つの信号は合成されロックインアンプへ送信される。6本の受光ファイバで取得した各信号には、特定波長でピークを有する吸収スペクトルと、その両側に様々な波形の光干渉ノイズ(フリッジノイズ)が混在している。6つの出力信号を合成することによって、特定波長の吸収スペクトル同士が強め合い、また波形の異なるノイズ同士が打ち消し合うため、スペクトル信号のS/N比は大幅に改善される。本プローブは反射型光学系を採用しているため、プローブ先端には反射板を設置する必要がある。反射板の素材について、高反射率材料を使用すると十分な光量を受光できる利点はあるが、プローブ先端での多重反射によりフリッジノイズが発生しやすく、吸収スペクトル信号のS/N比は悪化する。ノイズの発生を抑制するためには、反射板表面を微細な凹凸形状にしたり、多孔質材料を用いたりするのが望ましい。光ファイ

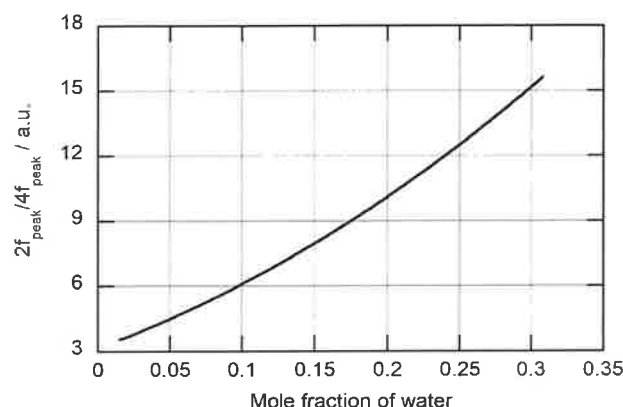


図6 水分濃度と $2f_{\text{peak}}/4f_{\text{peak}}$ 値の関係
 (HITRAN2004データベースによる解析)

バの先端と反射板の距離は、反射板の反射率にもよるが、最大で4~5 mm程度まで離すことが可能である。また、高温場での測定の際は、反射板からの熱放射が受光信号に影響を及ぼすことに注意する必要がある。

3. 3 ガス成分濃度の定量化法 (2f/4f法)

TDLAS法に基づいて燃焼ガスの成分濃度を定量的に評価するには、測定される各ガス成分の吸収スペクトル形状と濃度値との相関性を調査しておく必要がある。ここで、燃焼ガスの主成分である水分について、モル分率 x_w が第2高調波(2f)スペクトルに及ぼす影響を図5(P.11)に示す。図中の吸収スペクトルはHITRAN2004データベース¹⁰⁾を用いて解析したものであり、温度は70°C、圧力は0.1MPaとした。水分のモル分率が(a)0.003~0.092(低濃度)の場合、水分濃度の上昇とともに2fスペクトルのpeak-valley高さ(スペクトル波形の山頂と谷底の高低差)は大きくなるが、一方、(b)0.092~0.277(高濃度)の場合、水分濃度の上昇とともにpeak-valley高さは逆に減少する。(b)の場合に2fスペクトルのpeak-valley高さが減少するのは、水蒸気分圧の増加により直接吸収スペクトルの線幅が広がったためである。従って、水分濃度と2fスペクトル信号のpeak-valley高さの関係性は単調にはならず、2f信号のpeak-valley高さのみの測定データから水分濃度を同定することは不可能である。そこで本研究では、2fおよび4fスペクトルのpeak-valley高さの比

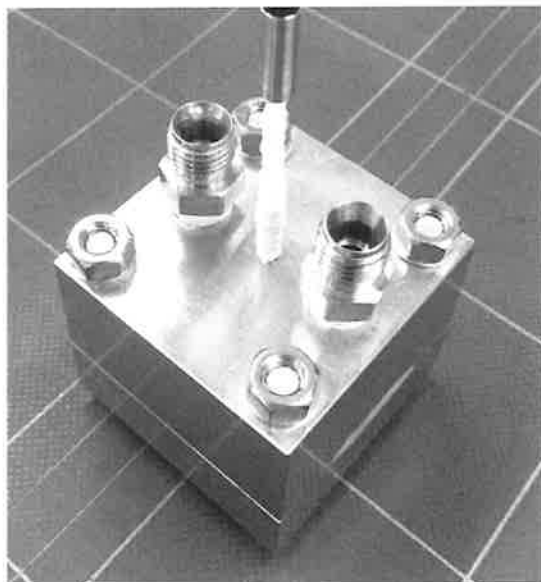


図7 較正試験用ガス流路セルの外観写真

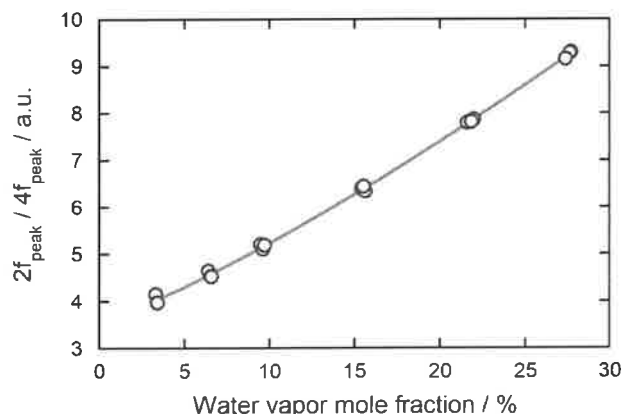
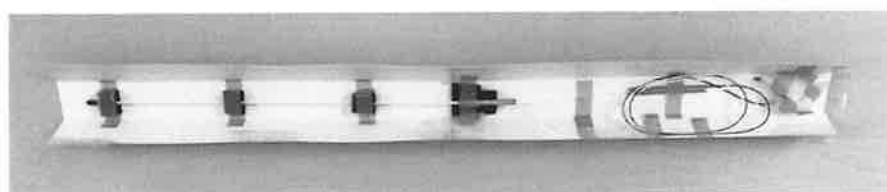
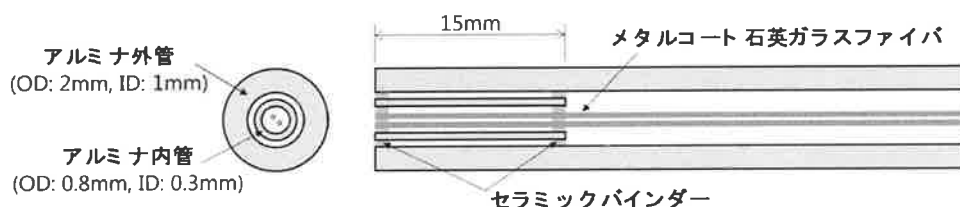


図9 水分濃度と $2f_{\text{peak}}/4f_{\text{peak}}$ 値の関係 (実測データ)



(a) 外観写真



(b) プローブ構造

図10 高耐熱光ファイバプローブ ((a) 外観写真, (b) プローブ構造)

($2f_{\text{peak}}/4f_{\text{peak}}$) を用いて水分濃度を算出する「 $2f/4f$ 法」を用いる¹¹⁾。図6に、水分のモル分率と $2f_{\text{peak}}/4f_{\text{peak}}$ 値の関係を示す。モル分率の上昇とともに $2f_{\text{peak}}/4f_{\text{peak}}$ 値が単調増加していることが確認できており、3次関数近似で較正曲線が作成できる。水分のモル分率を0.092以上に増加させた場合、 $2f_{\text{peak}}$ 値が減少するにもかかわらず、 $2f_{\text{peak}}/4f_{\text{peak}}$ 値が減少せずに増加するのは、 $4f$ 信号で除することにより吸収スペクトル線幅の圧力広がりの影響を打ち消しているためである。 $2f/4f$ 法を採用することにより、広い濃度範囲で水分濃度を定量化することが可能である。また、 $2f$ 信号を $4f$ 信号で除することは、出力信号のNormalization (正規化) を行うことを意味して

おり、プローブのファイバ曲げによる光損失や反射面での受光効率の変動の影響を相殺する点で優位性がある。この定量化法は、水分以外の CH_4 や CO_2 等の成分にも同様に適用できる。

4. 試験結果および考察

4. 1 ガス流路セルを用いたガスセンサの較正試験

3.2節で開発した「光ファイバプローブ式レーザー分光ガスセンサ」(図3)の較正試験を行うため、図7に示されるようなガス流路セルに燃焼ガスの主成分である水分と酸素の混合気(圧力:0.1MPa, 温度:70℃, 流量:200mL/min)を供給し、0.3~27.7mol%の範囲で濃度を制御しながら水分の



図11 電気炉内でのプローブを用いたレーザ分光計測

吸収スペクトル測定を実施した。ガスセル内には1本のストレート流路(幅:1.5mm, 深さ:1.5mm, 全長:30mm)が設けられており, 流路中央部に設けられたプローブ挿入口から送受一体型光ファイバプローブが差し込まれている。レーザ光は流路の深さ方向に照射されるため, 測定光路長は $1.5\text{mm} \times 2 = 3.0\text{mm}$ となる。レーザ光の反射面には束レ製カーボンペーパー(炭素繊維から成る多孔質材料)を使用している。供給ガスの温度及び水分濃度については静電容量式露点計(VAISALA製, HMI41)を用いて同時にモニタリングを行っている。図8(P.12)に, 供給ガスの水分濃度を变化させた際の水分の吸収スペクトル(2fスペクトル)を示す。フリンジノイズの少ない明瞭な吸収スペクトルが検出できていることが確認できる。また, 吸収スペクトル形状の濃度依存性については, 図5に示される解析結果とよく一致しているのがわかる。図9に, 水分濃度と $2f_{\text{peak}}/4f_{\text{peak}}$ 値の関係を示す。モル分率の上昇とともに $2f_{\text{peak}}/4f_{\text{peak}}$ 値は単調に増加しており, 精度の高い校正曲線(3次関数近似)が作成できる。測定データのばらつき具合から本ガスセンサの測定精度を算出すると $\pm 0.5\text{mol}\%$ となり, 従来の露点センサーと比較しても高精度な水分濃度測定が実現できている。

4.2 高耐熱光ファイバプローブを用いた水分のTDLAS測定

さらに本研究では, 燃焼室内でレーザ分光計測を直接行えるようにするため, 1000°C の高温環境下でも使用可能な「高耐熱光ファイバプローブ」の設計・製作を進めた。プローブの構造は送受一体型とし, 光ファイバ素材にはメタライズコート

の石英ガラス系ファイバ(耐熱温度: 1000°C), プローブ保護管には熱膨張率が低いアルミナ(セラミック)チューブ(耐熱温度: 1900°C)をそれぞれ採用している。これにより, 過酷な高温状態となる燃焼室内でも高精度なレーザ分光分析が実現可能となる。図10に, 高耐熱光ファイバプローブ(第1次試作機)の外観写真ならびに構造を示す。試作機のため, プローブの構成は1本の投光ファイバと1本の受光ファイバ(ともにマルチモードファイバ)を同軸上に配置した構造としている。

本研究で試作した高耐熱光ファイバプローブ(図10)の耐熱性を評価するため, 高温大気雰囲気下において水分のTDLAS測定を実施した。図11に電気炉内でのプローブを用いたレーザ分光計測の様子, 図12(P.12)に高温大気雰囲気($500\sim 800^\circ\text{C}$)下での水分の吸収スペクトル(2fスペクトル)測定の結果を示す。図12の青線はレーザから発振させた三角波変調光の波形, 赤線は2fスペクトル信号である。電気炉内の温度を 800°C まで上昇させてもファイバ素線の断線やプローブの変形, 破損等は見られず, 大気中水分の光吸収による明瞭なスペクトル信号が検出できている。光ファイバプローブを用いた高温環境下での水分の光センシングに成功した。今後は, プローブの受光用ファイバの本数を1本から6本に増加させることで測定精度のさらなる改善を図り, %オーダーで水分濃度を定量化できるようにする。また, レーザの発振波長を変更することにより, CH_4 や CO_2 の濃度も容易に測定が可能である。以上より, 本研究で開発を進めている高耐熱光ファイバプローブは燃焼器内のガス濃度計測に十分適用できる見通しが得られた。

5. 結言

燃焼室内のガス成分(水分等)の濃度を高速・高精度かつin-situ(その場)でモニタリングできるガスセンシング技術として, 本研究では, 送受一体型光ファイバプローブを導入した「光ファイバプローブ式レーザ分光ガスセンサ」の開発を進めた。本計測システムは, 高感度なレーザ吸収分光法であるTDLAS法を採用することにより, 微

量ガス成分でも十分検知できる点に特徴がある。ガス流路セルを用いた較正試験を行った結果、燃焼ガスの主成分である水分濃度を広い濃度範囲で定量化することができ、その測定精度は±0.5mol%以内に達する。また、高耐熱光ファイバプローブの耐熱性を評価したところ、800℃の高温環境下においてもファイバ素線の断線やプローブの変形、破損等は見られず、水分の吸収スペクトルを観測することに成功した。以上から、本研究で開発を進めたガスセンサはボイラやエンジン等の燃焼器内のガス濃度測定に十分応用できると考えられる。

謝辞

本研究は、(一社)日本ボイラ協会「平成31年度ボイラー・圧力容器等研究助成」を受けて実施したものである。関係各位に謝意を表す。

参考文献

- 1) B. Bazooyar, et al., "Combustion Performance and Emissions of Petrodiesel and Biodiesels Based on Various Vegetable Oils in a Semi Industrial Boiler," *Fuel*, Vol.90 (2011), 3078-3092.
- 2) B.K. Gullett, et al., "Near-Real-Time Combustion Monitoring for PCDD/PCDF Indicators by GC-REMPI-TOFMS", *Environ. Sci. Technol.*, Vol.46 (2012), 923-928.
- 3) J. Li, et al., "Study on Using Hydrogen and Ammonia as Fuels: Combustion Characteristics and NO_x Formation," *Int. J. Energy Res.*, Vol.38 (2014), 1214-1223.
- 4) W. Yanju, et al., "Effects of Methanol/Gasoline Blends on a Spark Ignition Engine Performance and Emissions," *Energy & Fuels*, Vol.22 (2008), 1254-1259.
- 5) C.S. Goldenstein, et al., "Fiber-Coupled Diode-Laser Sensors for Calibration-Free Stand-Off Measurements of Gas Temperature, Pressure, and Composition," *Appl. Opt.*, Vol.55, No.3 (2016), 479-484.
- 6) Y. Zhou, et al., "Compact, Fiber-Coupled, Single-Ended Laser-Absorption-Spectroscopy Sensors for High-Temperature Environments," *Appl. Opt.*, Vol.57, No.25 (2018), 7117-7126.
- 7) J. Reid and D. Labrie, "Second-Harmonic Detection with Tunable Diode Lasers - Comparison of Experiment and Theory," *Appl. Phys. B*, Vol.26 (1981), 203-210.
- 8) C.S. Goldenstein, et al., "SpectraPlot.com: Integrated Spectroscopic Modeling of Atomic and Molecular Gases," *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer*, Vol.200 (2017), 249-257.
- 9) L.S. Rothman, et al., "The HITRAN2012 Molecular Spectroscopic Database," *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer*, Vol.130 (2013), 4-50.
- 10) L.S. Rothman, et al., "The HITRAN2004 Molecular Spectroscopic Database," *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer*, Vol.96 (2005), 139-204.
- 11) K. Nishida, et al., "Measurement of Water Vapor Concentration in Narrow Channel of PEFC Using Fiber-Optic Sensor Based on Laser Absorption Spectroscopy," *ECS Trans.*, Vol.80, No.8 (2017), 527-534.

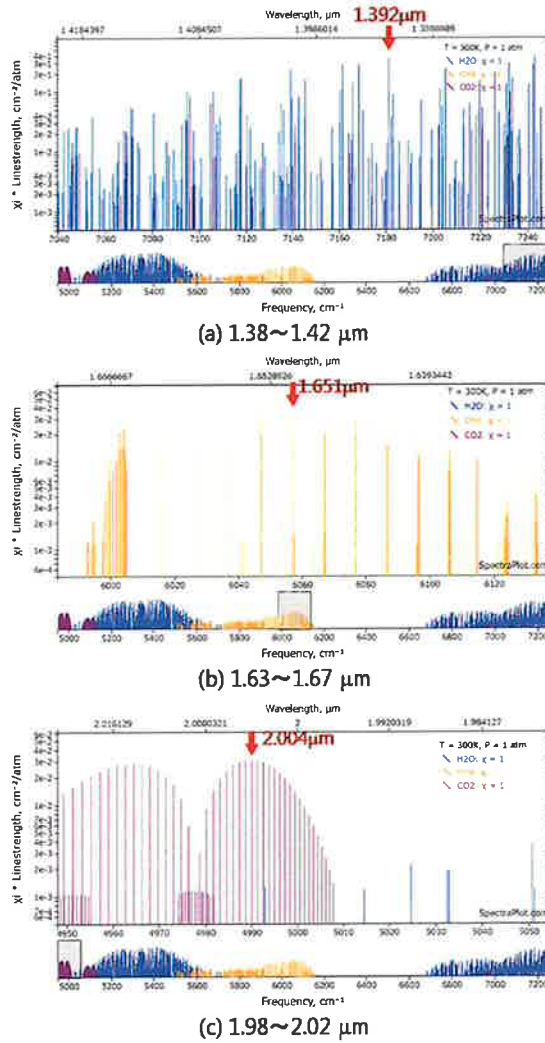


図2 H₂O(青), CH₄(黄), CO₂(紫)の吸収線強度
(温度: 300K, 圧力: 0.1MPa, 波長: (a) 1.38~1.42 μm , (b) 1.63~1.67 μm , (c) 1.98~2.02 μm)

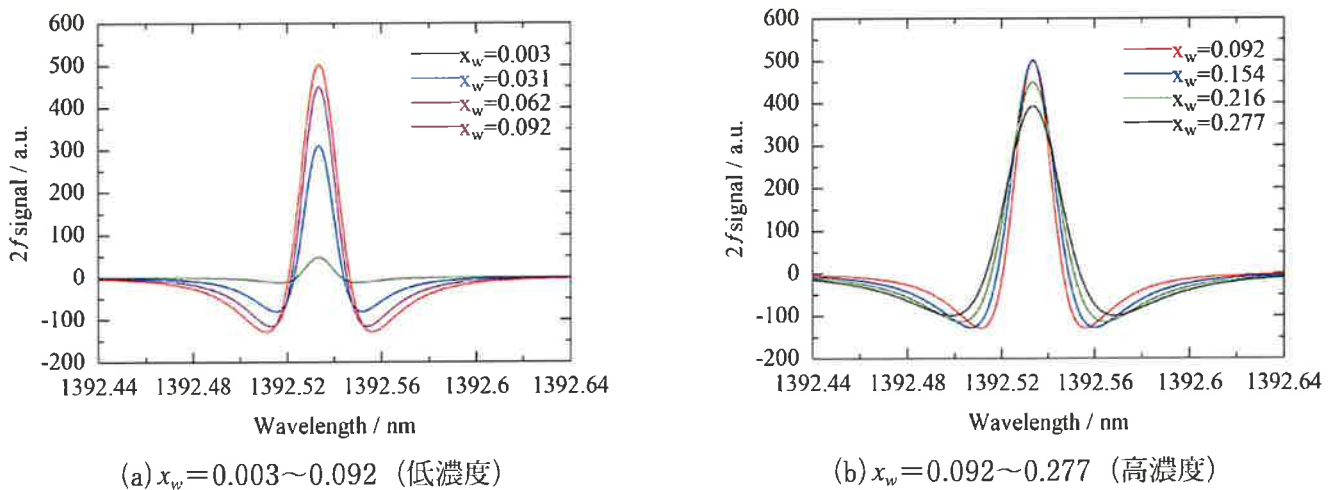


図5 水分吸収スペクトル(2fスペクトル)の濃度依存性
(HITRAN2004データベースによる解析, 温度: 70 $^{\circ}\text{C}$, 圧力: 0.1MPa, 水分モル分率: $x_w=0.003\sim 0.277$)

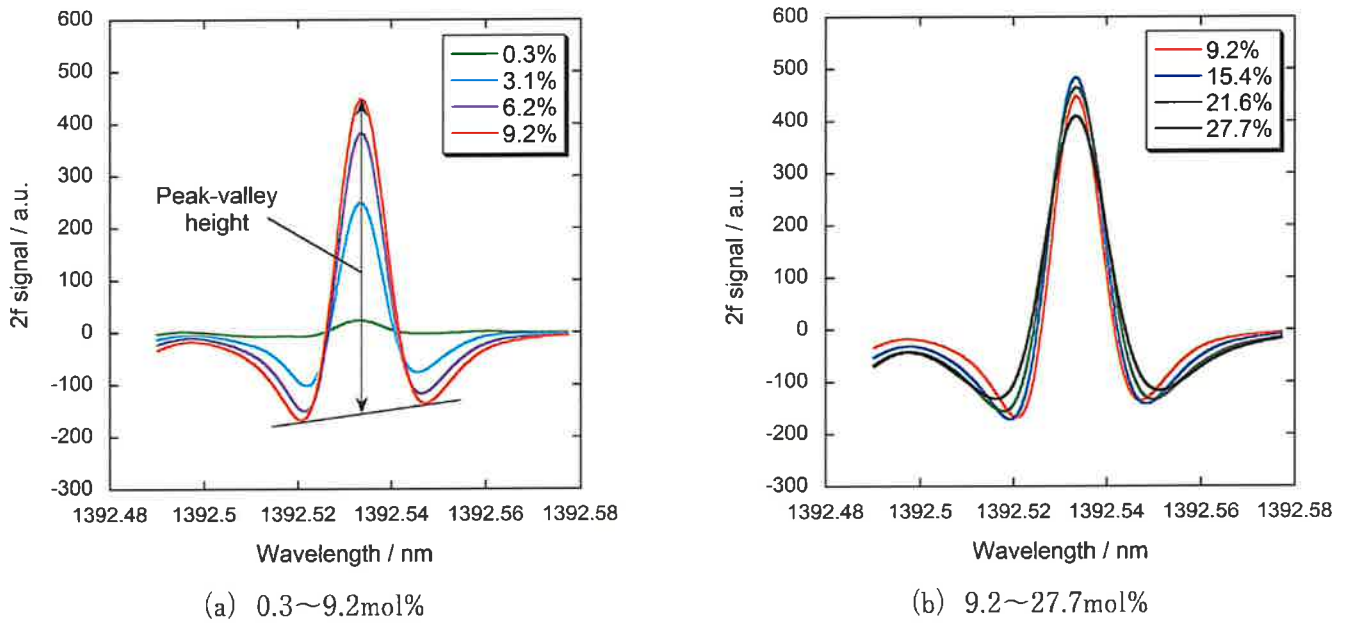


図8 水分吸収スペクトル (2fスペクトル) の濃度依存性
(実測データ, 温度: 70°C, 圧力: 0.1MPa, 水分濃度: 0.3~27.7mol%)

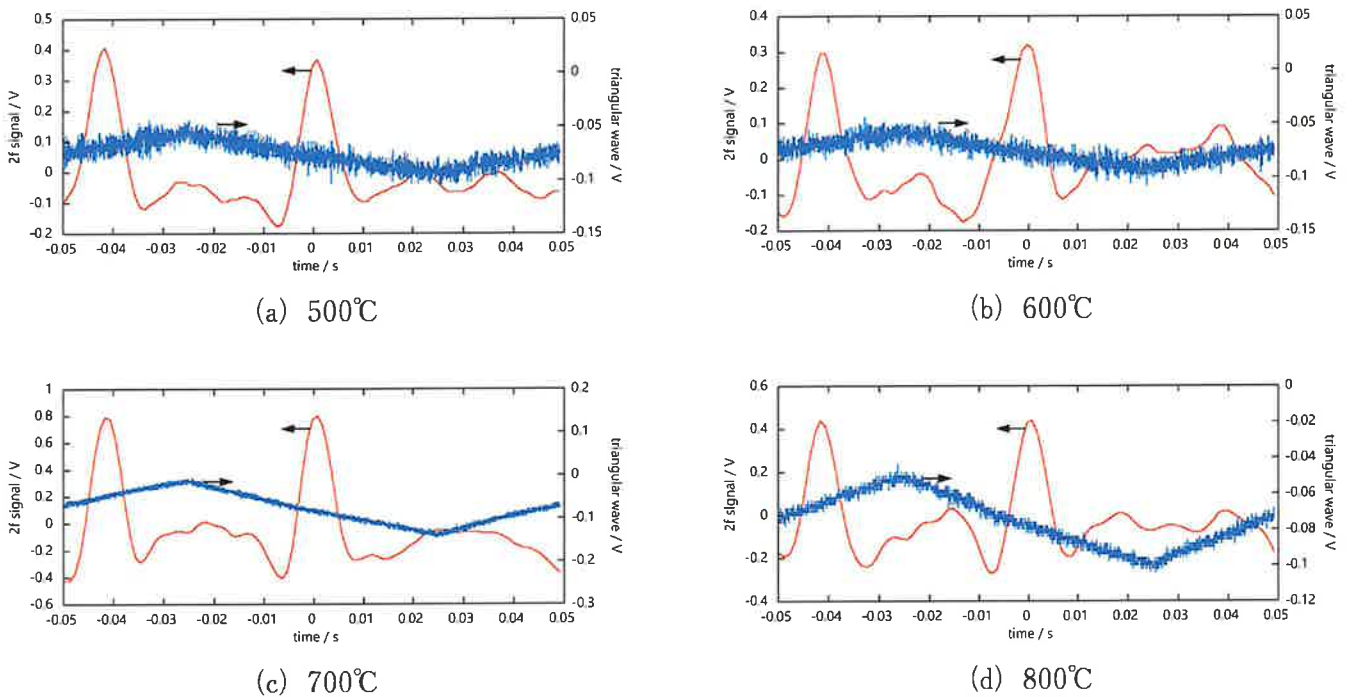


図12 高温大気雰囲気 (500~800°C) 下での水分吸収スペクトル (2fスペクトル)

複雑ネットワークと機械学習を組み合わせた燃焼振動の検知技術の開発

東京理科大学

後藤田 浩, 浅見 憲輝, 増田 晋河

Development of Detection Technology on Combustion Oscillations using a Methodology
Combining Complex Network and Machine Learning

by Hiroshi Gotoda, Kazuki Asami, Shinga Masuda

学習理論に基づく機械学習の体系化が著しく進展し、機械学習の熱工学分野への積極的な導入が切望されている。本研究では、記号力学を考慮した一般化エントロピー平面、推移ネットワークを考慮に入れたcomplexity-entropy causality planeに、機械学習の一つであるサポートベクトルマシンを適用し、乱流予混合燃焼器内に形成される燃焼振動の事前検知を行った。本手法は当量比の過渡的な増加に伴う安定燃焼から燃焼振動への遷移を的確に捉えることが可能である。また、本手法によって燃焼振動の前兆を検知し、二次空気を火炎基部に噴射させることで燃焼振動のオンライン回避が可能である。

キーワード：燃焼振動, 機械学習, 記号力学, 推移ネットワーク

1. 緒言

燃焼は現代のエネルギー供給システムの重要な役割を担っているが、地球温暖化や大気環境問題に関連して、先進的な燃焼制御技術が望まれている。燃焼状態の最適な運転条件を効率的かつ安全に行う上で、燃焼器の致命的な破損やライフサイクルの低下の主要因となる燃焼振動の事前検知技術の開発は工学的・工業的に重要な課題である。研究代表者らの研究グループは、力学系理論や複雑ネットワークに基づく時系列解析を用いて、希薄吹き消えと燃焼振動の予兆検知・回避に関する一連の研究を行ってきた^{1)~5)}。並進誤差, 順列エントロピー, 可視グラフの平均次数などの特性量が希薄吹き消えと燃焼振動の検知に有用であることが示されている。

近年の人工知能技術やデータサイエンス分野の著しい進展に伴い、機械学習の燃焼研究への利用が強く望まれている。本研究では、記号力学を考慮した一般化エントロピー平面、推移ネットワークを考慮に入れたcomplexity-entropy causality

planeと機械学習の一つであるサポートベクトルマシンを組み合わせた独自の方法論を導入し、燃焼振動の予兆検知と回避を行う。

2. 実験装置と方法

図1に示すように、本研究で使用する乱流予混合燃焼器は燃料供給系, 予混合室, 主空気供給系, 二次空気供給系, 燃焼室, 冷却部により構成される。燃焼室の入口には、直径0.6mmの8つのイン

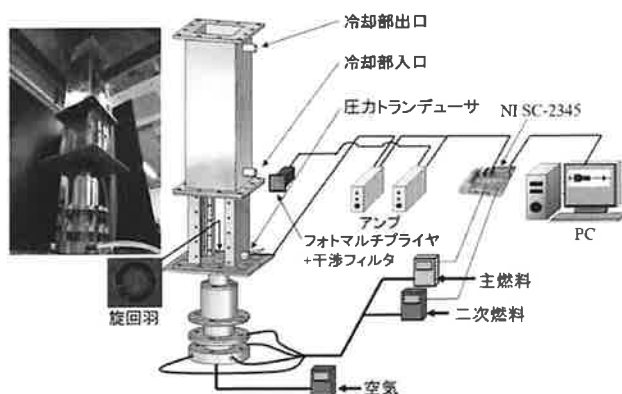


図1 実験システム

ジェクターを備えたスワローが挿入されている。燃料としてメタンを用いる。燃焼振動の予兆検知後に、インジェクターから二次空気が噴射され、燃焼振動の回避がオンラインで行われる。メタンと空気の予混合気を断面平均流速 $U=5.0\text{m/s}$ もしくは $U=5.5\text{m/s}$ で燃焼室に供給する。燃焼器内の圧力変動 p' は圧力トランスデューサ (JTEKT製 PD104K-10kPa) を用いて測定される。また、 OH^* 自発光強度変動 I_{OH^*} はバンドパスフィルタ (ASAHI SPECTRA Co. UZ0310) が取り付けられたフォトマルチプライヤ (Hamamatsu Photonics K. K. H10722-210) によって測定される。 p' と I_{OH^*} のサンプリング周波数を 6kHz とする。安定燃焼から発達した燃焼振動までの燃焼状態を取り扱うことから、予混合気の当量比 ϕ を 0.63 から 0.83 まで変化させる。本研究では、 ϕ を過渡的に変化させ、安定燃焼から燃焼振動へ遷移させる。安定燃焼から遷移状態への移行を検知する指標として、 $R_i(=L_i/L_{\text{all}})^{6),7)}$ を用いる。ただし、 L_i を遷移状態と判定されたラベルデータ数、 L_{all} をラベルデータの総点数とする。本研究では 100ms の圧力変動から状態空間内のラベルデータを算出し、 1.0s のラベルデータ点数を考慮する。 $R_i \geq 0.5$ となると、二次空気を噴射^{6),7)}を行い、燃焼振動を回避させる。

3. 解析手法

3. 1 一般化エントロピー平面

本研究では、安定燃焼から燃焼振動への乱雑さの変化を捉えるために、レニーエントロピーとサリスエントロピーから構成される一般化エントロピー平面を導入する。まず、圧力変動 p' から D 次元位相空間内に $\mathbf{P}=(p'(t_i), p'(t_i+\tau), \dots, p'(t_i+(D-1)\tau))$ を構築する。ただし、 τ を遅れ時間とする。ここで、 \mathbf{P} のランクオーダーに対応する順列パターン π_i を考え、 π_i の相対度数分布 $\mathbf{P}=(P(\pi_1), P(\pi_2), \dots, P(\pi_{D!}))$ を求める。 \mathbf{P} を最大エントロピーで正規化されたレニーエントロピー H_α とサリスエントロピー H_q の定義式に適用し、式(1)と(2)を得る。 H_α と H_q は、それぞれ $0 \leq H_\alpha \leq 1$ 、 $0 \leq H_q \leq 1$ をとり、 1 に近いほど圧力変動の乱雑さが増加する。ただし、 $\alpha=2.0$ 、 $q=0.1$ 、 $D=5$ 、 $\tau=0.167\text{ms}$

とする。

$$H_\alpha = \begin{cases} \frac{1}{1-\alpha} \frac{\log \sum_{i=1}^{D!} P(\pi_i)^\alpha}{\log D!} & (\alpha \neq 1) \\ -\frac{\sum_{i=1}^{D!} P(\pi_i) \log P(\pi_i)}{\log D!} & (\alpha = 1) \end{cases} \quad (1)$$

$$H_q = \begin{cases} \frac{\sum_{i=1}^{D!} P(\pi_i)(P(\pi_i)^{q-1} - 1)}{1-q} & (q \neq 1) \\ -\frac{\sum_{i=1}^{D!} P(\pi_i) \log P(\pi_i)}{\log D!} & (q = 1) \end{cases} \quad (2)$$

3. 2 Complexity-entropy causality plane

記号力学に基づくcomplexity-entropy causality plane (CECP) は時系列の複雑さを定量化するJensen-Shannon複雑度 C_{JS} を縦軸、順列エントロピー H_p を横軸とした二次元平面のことである⁸⁾。CECPでは、式(1)を用いる。式(4)で示されるように、 C_{JS} は H_p と Q_{JS} の積として表され、 Q_{JS} を \mathbf{P} とランダム過程に対応する相対度数分布 $\mathbf{P}_e=(1/D!, 1/D!, \dots, 1/D!)$ との差として見積る。ただし、 $\alpha=1.0$ 、 $D=5$ 、 $\tau=0.167\text{ms}$ とする。

$$C_{JS} = H_p Q_{JS}[\mathbf{P}, \mathbf{P}_e] \quad (3)$$

$$Q_{JS}[\mathbf{P}, \mathbf{P}_e] = \frac{\log_2 D!}{Q_{JS, \max}} \left\{ H_p \left[\frac{\mathbf{P} + \mathbf{P}_e}{2} \right] - \frac{H_p[\mathbf{P}]}{2} - \frac{H_p[\mathbf{P}_e]}{2} \right\} \quad (4)$$

3. 3 推移ネットワーク

推移ネットワークは、順列パターン π_i をノード、順列パターン間の推移をリンクで表現したネットワークであり、マルコフ過程に基づいている。順列パターン π_i が π_j に推移する確率 $w_{ij}(=P(\pi_i \rightarrow \pi_j))$ を見積り、式(5)で示される推移ネットワークエントロピー H_t を算出する。最近、ロケットエンジンモデル燃焼器で発生する燃焼振動を対象に、圧力変動の推移ネットワークエントロピーが調べられている⁹⁾。本研究では、 C_{JS} を縦軸、 H_t を横軸とした二次元平面に着目する。ただし、 $\alpha=1.0$ 、 $D=3$ 、 $\tau=0.167\text{ms}$ とする。

$$H_i = \frac{-\sum_{i=1}^{D!} \sum_{j=1}^{D!} w_{ij} \log_2 w_{ij}}{\log_2 (D!)^2} \quad (5)$$

3. 4 サポートベクトルマシーン

サポートベクトルマシーン (Support vector machine : SVM) は、学習理論に基づく学習システムである¹⁰⁾。SVMでは、まず N 個の教師データの集合 $\{x_i, y_i\}$ ($i = 1, 2, \dots, N$) を作る。ここで、 x_i は教師データのベクトル、 y_i は教師データのラベルであり、 $+1$ または -1 の値をとる。状態空間内の分類境界を決定するために決定関数 $f(x)$ の最適化問題を考える。最適化問題から得られるラグランジュ関数を式 (6) に示す。ただし、 $\mathbf{a} (= (a_1, a_2, \dots, a_N)^T)$ 、 $\boldsymbol{\mu} (= (\mu_1, \mu_2, \dots, \mu_N)^T)$ をラグランジュ乗数とする。また、KKT条件下において、式 (7) で示されるラグランジュ関数 $\tilde{L}(\mathbf{a})$ が得られる。式 (7) においてカーネル関数にはガウスクーネルを用いる。式 (7) を最大化することによって、式 (8) で示される $f(x)$ を得ることができる。本研究では、データと各クラスターの重心間の距離を最小化する k 平均法¹⁰⁾ を用いる。教師データを CECP 平面上で 3 つにクラスタリングし、ラベルを分類することで、SVM を用いて状態空間内の燃焼状態の境界を決定する。

$$L(\boldsymbol{\omega}, b, \boldsymbol{\xi}, \mathbf{a}, \boldsymbol{\mu}) = \frac{1}{2} \|\boldsymbol{\omega}\|^2 + \gamma \sum_{i \in [n]} \xi_i - \sum_{i \in [n]} a_i (y_i f(\mathbf{x}_i) - 1 + \xi_i) - \sum_{i \in [n]} \mu_i \xi_i \quad (6)$$

$$\tilde{L}(\mathbf{a}) = \sum_{i=1}^N a_i - \frac{1}{2} \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N a_i a_j y_i y_j K(\mathbf{x}_i, \mathbf{x}_j)$$

s.t. $0 \leq a_i \leq \gamma, \sum_{i=1}^N a_i y_i = 0$ (7)

$$f(x) = \sum_{i=1}^N a_i y_i K(\mathbf{x}_i, \mathbf{x}) + b \quad (8)$$

4. 結果と考察

図 2 (P.13) に一般化エントロピー平面を示す。 ϕ が増加するにつれて、 (H_α, H_q) は右上側から左

下側へ移動し、曲線が描かれる。一般化エントロピー平面は当量比の増加に伴う安定燃焼から燃焼振動への状態変化を捉えることができる。一般化エントロピー平面に描かれた軌道を 3 つの領域にクラスタリングし、SVM によって燃焼状態を分類した結果を図 3 (P.13) に示す。青色は安定燃焼、赤色は燃焼振動、黄色は安定燃焼から燃焼振動への遷移状態を表す。図 3 (B) で示されるように、本実験では ϕ を徐々に増加させることにより燃焼振動が発生する。図 3 (A) における黒点は時間が経過するとともに移動し、 $18.0\text{s} \leq t \leq 30.0\text{s}$ で遷移状態となり、 $t = 31.0\text{s}$ で燃焼振動へ至ることがわかる。

この結果に基づいて、燃焼振動の予兆検知を行い、二次空気噴射による燃焼振動のオンライン回避を行う。強い慣性力を持つ二次空気噴流を火炎基部付近に与えることで、せん断層領域の渦構造が大きく変化し、圧力変動と発熱率変動の空間位相同期が抑制される^(6), 7)。この点に着目して、本研究では、二次空気流量を予混合気流量の 8.0% の流量に設定する。図 4 (P.13) に ϕ を過渡的に増加させたときの p' と一般化エントロピー平面を示す。 $t = 18.6\text{s}$ のとき、 R_f が 0.5 を超え、二次空気噴射が火炎基部に与えられると、 ϕ が増加しているにも関わらず、 p' の振幅は抑制されている。

図 5 (P.14) に推移ネットワークエントロピー H_i を用いた CECP を示す。 ϕ が増加するにつれて放物線が描かれている。このことは、 H_i を用いた CECP が ϕ の増加に伴う安定燃焼から燃焼振動への状態変化を捉えていることを示している。SVM によって燃焼状態を分類した結果を図 6 (P.14) に示す。図 3 と同様に、図 6 (A) における黒点は時間が経過するとともに移動し、安定燃焼は遷移状態を経て燃焼振動へ至る。

図 6 の結果に基づくと、燃焼振動の予兆を検知すると同時に二次空気噴射システムを作動させると、当量比を過渡的に増加させても燃焼振動の発生を回避することが可能であると考えられる。これらの結果から、順列パターンに着目した一般化エントロピー平面、CECP と SVM を組み合わせた方法論は燃焼振動の予兆検知とオンライン回避を可能にすると言える。本研究では、圧力変動の

みならず、圧力変動とOH*自発光強度変動から構築した推移ネットワークにも着目している。今後、従来の研究⁶⁾と比較し、本手法の有用性にさらなる検討を加える必要がある。

5. まとめ

本研究では、記号力学を考慮に入れた一般化エントロピー平面、推移ネットワークを考慮に入れたcomplexity-entropy causality planeと機械学習の一つであるサポートベクトルマシーンを用いて、乱流予混合燃焼器内に形成される燃焼振動の予兆検知を行った。本研究で提案する方法論は当量比の過渡的な増加に伴う安定燃焼から燃焼振動への遷移を捉えることが可能である。また、本手法によって燃焼振動の前兆を検知し、二次空気を火炎基部に噴射させることで燃焼振動のオンライン回避が可能である。

謝辞

本研究は平成31年度ボイラー・圧力容器等研究助成を受けた。ここに謝意を表す。

参考文献

- 1) H. Gotoda, Y. Shinoda, M. Kobayashi, Y. Okuno, and S. Tachibana, *Physical Review E*, vol.89, 022910 (2014).
- 2) S. Domen, H. Gotoda, T. Kuriyama, Y. Okuno, and S. Tachibana, *Proceedings of the Combustion Institute*, vol.35, 3245 (2015).
- 3) H. Gotoda, H. Kinugawa, R. Tsujimoto, S. Domen, and Y. Okuno, *Physical Review Applied*, vol.7, 044027 (2017).
- 4) H. Kobayashi, H. Gotoda, S. Tachibana, and S. Yoshida, *Journal of Applied Physics*, vol.122, 224904, 2017.
- 5) S. Murayama, H. Kinugawa, I. Tokuda, and H. Gotoda, *Physical Review E*, vol.97, 022223 (2018).
- 6) T. Kobayashi, S. Murayama, T. Hachijo, and H. Gotoda, *Physical Review Applied*, vol.11, 064034 (2019).
- 7) S. Murayama and H. Gotoda, *Physical Review E*, vol.99, 052222 (2019).
- 8) O. A. Rosso, H. A. Larrondo, M. T. Martin, A. Plastino, and M. A. Fuentes, *Physical Review Letters*, vol.99, 154102 (2007).
- 9) C. Aoki, H. Gotoda, S. Yoshida, and H. Gotoda, *Journal of Applied Physics*, vol.27, 224903 (2020).
- 10) C. M. Bishop, *Pattern Recognition and Machine Learning* (Springer-Verlag, Berlin, 2006).

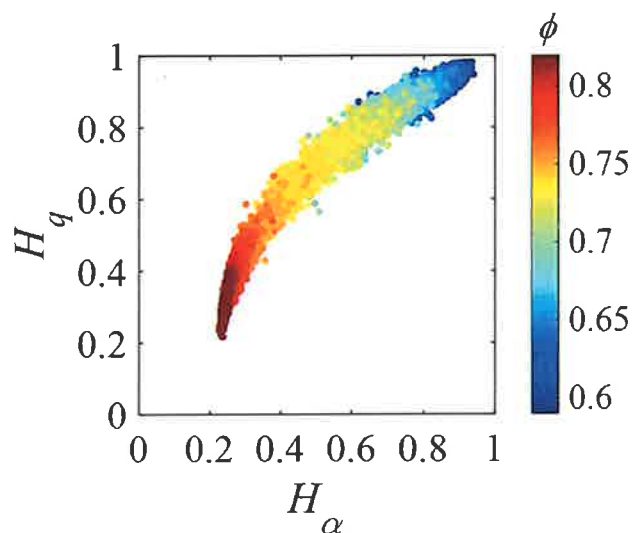


図2 レニーエントロピー H_α とサリスエントロピー H_q から構成される一般化エントロピー平面

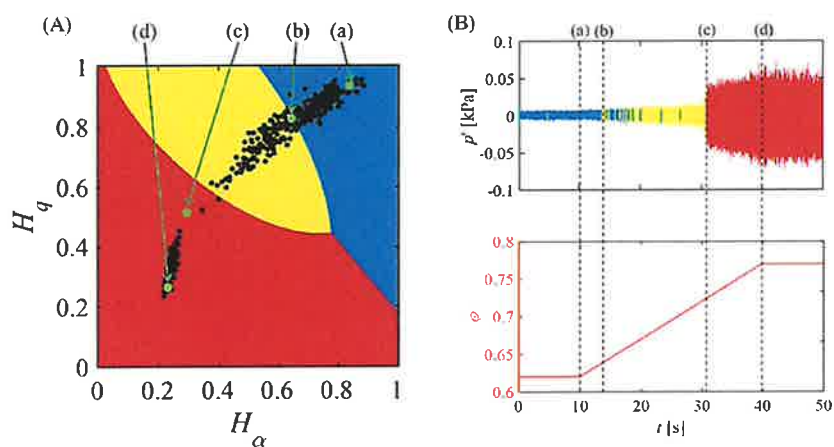


図3 (A)サポートベクトルマシンによって得られる一般化エントロピー平面の特徴空間
(B)当量比 ϕ を過渡的に増加させたときの圧力変動 p' の時間変化

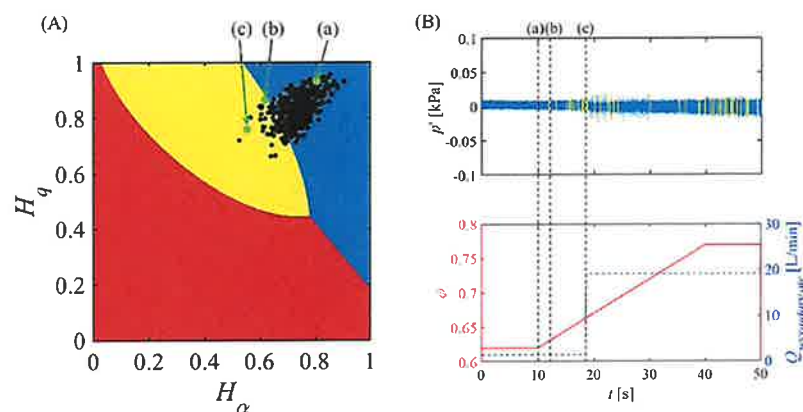


図4 (A)サポートベクトルマシンによって得られる一般化エントロピー平面の特徴空間
(B)当量比 ϕ を過渡的に増加させたときの圧力変動 p' の時間変化。ただし、二次空気噴射を行った場合とする

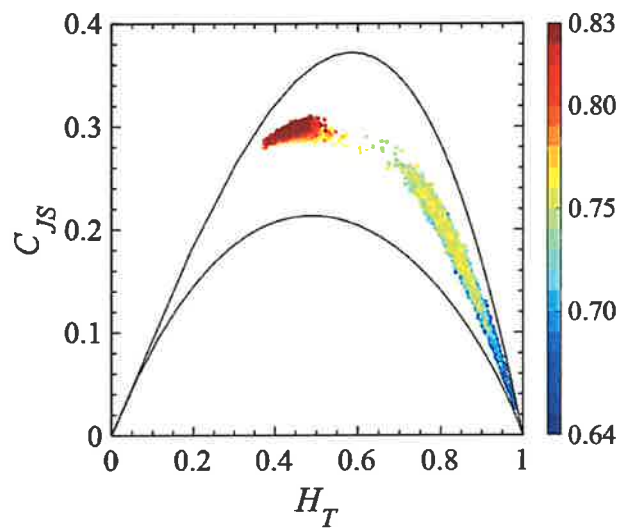


図5 推移ネットワークエントロピー H_T とJensen-Shannon C_{JS} から構成される二次元平面 (CECP)

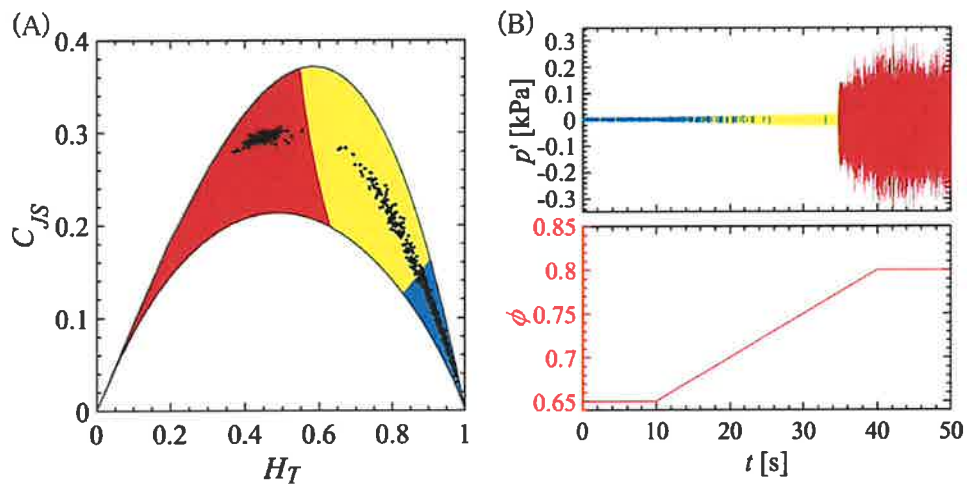


図6 (A)サポートベクトルマシーンによって得られるCECPの特徴空間
(B)当量比 ϕ を過渡的に増加させたときの圧力変動 p' の時間変化

広帯域電磁波を用いた熱交換器内金属配管の欠陥検出法

群馬大学

本島 邦行

Defect Detection Method in Metal Tubes using Group Delay Characteristics
in Wide Band Electromagnetic Waves

by Kuniyuki Motojima

ボイラーの熱交換部は、多数の湾曲部を持つ金属配管によって構成されているが、配管に生じた欠陥（変形、詰まり）は重大事故の原因となる。本研究テーマでは、金属管内における広帯域電磁波の伝搬特性を用いて、配管の両端部に計測器を接続するだけで金属配管全体の欠陥検査を可能とする新たな計測方法を提案し、実証実験を行った。その結果、湾曲部が複数存在する金属配管や複数の分岐を持つ金属配管において、配管内部の異物等の検出が可能であることが明らかになった。

キーワード：金属配管、電磁波伝搬、欠陥検出、非破壊検査、熱交換器

1. はじめに

ボイラーの熱交換部では、効率的な熱交換を行うため多数の湾曲部を持つ金属配管が用いられている。この金属配管部に生じた変形や内壁に付着した析出物による詰まりなどの欠陥は重大事故の原因となる。そのため、ボイラーを安全に運転するために熱交換器部分の保守管理は欠かせない重要事項である。しかし、湾曲部を多数持つ金属配管の欠陥探査は、その複雑な構造により欠陥検出が難しく、また手間のかかる作業である^{1), 2)}。さらにボイラーの構造によっては、容易に熱交換器部に立ち入れない場合もある。

そこで本研究テーマでは、①多数の湾曲部を有する金属配管に存在する管の変形や詰まり具合を一度の計測で容易に検出可能とする検査技術の開発、②被検査対象の金属配管に近づけない場合でも金属配管両端部に計測器を接続することで検査可能となる遠隔計測技術、③分岐金属配管内の欠陥位置を特定する技術、の3点を可能とする広帯域電磁波を用いた計測方法の確立を目的とした。これによって、ボイラー保守管理のための新たな

計測方法を確立することが本研究テーマの目標である。

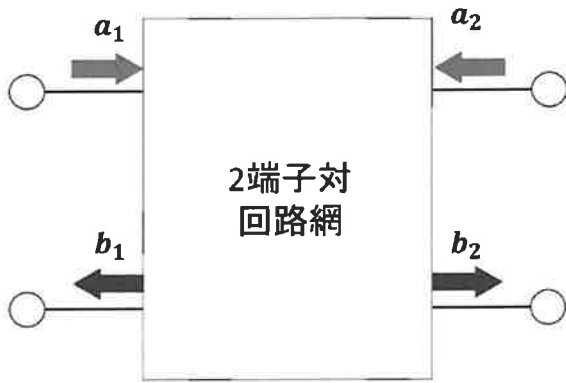
2 基礎計測理論

2. 1 Sパラメータ (S-parameter)

本計測手法では、高周波回路の設計開発で利用されているSパラメータを利用する。Sパラメータとは図1で示す2端子対回路網の両端（ポート1,2）から高周波信号を入射し（各々を a_1, a_2 とする）、両端から出力される反射波（各々を b_1, b_2 とする）を用いて次式で示すマトリクスで高周波回路網の特性を表すものである。

$$\begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_1 \\ a_2 \end{bmatrix} \quad (1)$$

ここで、 S_{11}, S_{22} は回路の反射係数を表し、 S_{12}, S_{21} は回路の伝送（透過）係数を表している。このSパラメータを測定するための計測機器としてベクトルネットワークアナライザ（Vector Network Analyzer：以下 VNA）が用いられる。本計測器は2つのポート（ポート1,2）を持ち、両方から送出される高周波信号を回路に入力し、双方の反



a_1, a_2 : 入射波、 b_1, b_2 : 反射波

図1 Sパラメータ

射波を計測することでSパラメータを算出する。本計測手法では、被測定対象である金属配管を高周波回路網に見立て、VNAから送出された高周波信号を電磁波に変換して金属管の両端から入射させ、金属管内を伝搬する電磁波伝搬特性をSパラメータとして計測することで金属配管に存在する変形や詰まりの有無を検査する。

2. 2 遮断周波数 (Cutoff frequency)

金属管内を伝搬する電磁波は、金属管内径によって決まる遮断周波数以下の周波数成分は伝搬できないという特性を持つ。遮断周波数は、金属管内径、電磁波の伝搬モード (TMモード、TEモード) で異なり、次式で表される。

$$f_{c_TM} = \frac{j'_{mn}}{2\pi r \sqrt{\omega \mu}} \quad (2)$$

$$f_{c_TE} = \frac{j'_{mn}}{2\pi r \sqrt{\omega \mu}} \quad (3)$$

ここで、 j_{mn} は m 次のベッセル関数において n 番目の根、 j'_{mn} は一階微分した m 次のベッセル関数において n 番目の根、 r は円形導波管の半径、 ϵ と μ は各々管内の誘電率、透磁率である。

2. 3 群遅延 (Group delay)

本計測手法では、VNAにより計測された伝送特性 (S_{12} または S_{21}) より群遅延特性を求めて利用する。群遅延 $T_{gd}(f)$ は、計測された伝搬位相特性を周波数で微分することで得られ、次式で表される。

$$T_{gd}(f) = -\frac{d\phi(f)}{df} \quad (4)$$

$$\phi(f) = \tan^{-1} \left[\frac{\text{Im} \{S_{21}(f)\}}{\text{Re} \{S_{21}(f)\}} \right] \quad (5)$$

ここで、 $\phi(f)$ は伝搬位相特性、 f は周波数である。位相特性 $\phi(f)$ は金属管内を伝搬する電磁波の周波数と2ポート間の伝搬距離で決まるが、金属管の分岐や湾曲によって生じる反射波の影響を受けづらい性質があるため、本計測法ではこの位相特性から得られる群遅延特性を利用した。金属管内の群遅延は、理論的には次式で求めることができる。

$$T_{gd_mode}(f) = \frac{l}{v_{mode}(f)} \quad (6)$$

$$v_{mode}(f) = c \sqrt{1 - \left(\frac{f_{c_mode}}{f} \right)^2} \quad (7)$$

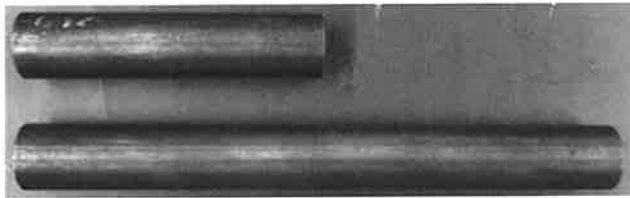
ここで、 l は金属管内における電磁波の伝搬距離、 $v_{mode}(f)$ は各モードの群速度、 c は光速、 f_{c_mode} は各モードの遮断周波数である。

また、遮断周波数以上の金属管内を伝搬できる周波数成分であっても、遮断周波数近傍においては群速度が低下する。そのため、金属管の内面に何らかの異物が存在することによって遮断周波数が変化した場合、群遅延特性は大きく影響を受ける。本計測法は、金属管の変形や詰まり具合によって引き起こされる遮断周波数変化を、群速度特性を計測することによって求め、その変化を金属管内の異常検出に用いる独創的な計測方法である。

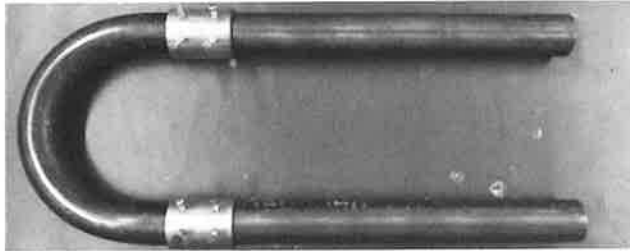
ところで、本計測法の原理は金属管内径の絶対長に依存しない。内径によって決まる遮断周波数に応じて計測周波数を適切に選択すれば良い。本報告における実験では、図2に示す内径28mm、外形34mmのスチール製の円形金属管を使用している。電磁波の各伝搬モードにおける遮断周波数を表1に示す。

3. 湾曲部を有する金属配管内伝搬実験

本研究テーマでは、ボイラーの熱交換部など多数の湾曲部を有する金属配管の欠陥を容易に検出する計測方法の確立を目的としている。そこで本報告の実験では、図3に示すように複数の直線管



(a) 直線型金属管



(b) U字型金属管

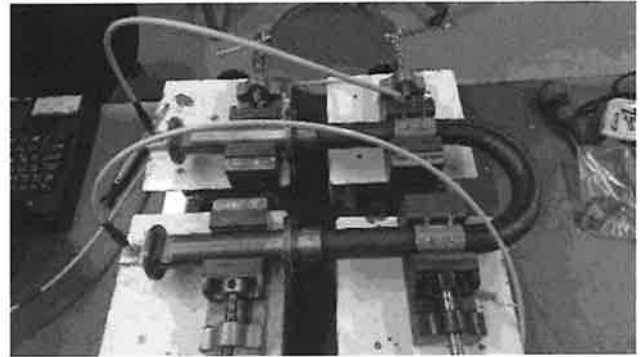
図2 実験に用いた金属管

表1 金属管の遮断周波数 (内径28mm、単位はGHz)

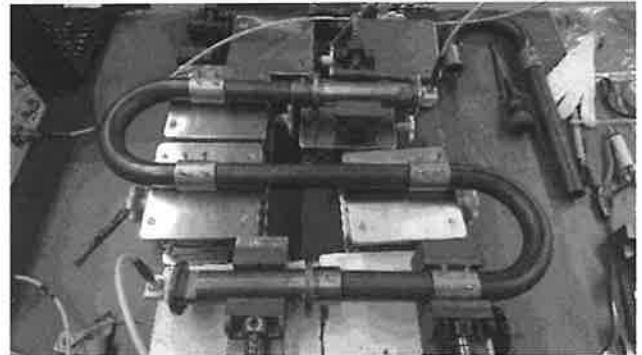
| | | | | |
|-------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| TMモード | TM ₀₁ | TM ₁₁ | TM ₂₁ | TM ₀₂ |
| 遮断周波数 | 8.196 | 13.06 | 17.50 | 18.81 |
| TEモード | TE ₁₁ | TE ₀₁ | TE ₃₁ | TE ₄₁ |
| 遮断周波数 | 6.274 | 10.41 | 14.32 | 18.17 |

とU字型湾曲管 (湾曲部半径75mm) を組み合わせた3種類の被計測管 (各管の全長は, (a) 987mm, (b) 1623mm, (c) 2259mm) を構成し, 各々の金属管内を伝搬する電磁波の群遅延特性を計測した。Sパラメータの計測に使用したVNAは, Hewlett Packard社 (現 Keysight社) 製のHP8700D (周波数範囲:50MHz~20GHz) である。VNAによって送受し計測されるのは高周波信号であるが, 図4に示すような同軸導波管変換器 (サンケン製 STW-100: 周波数範囲8.2GHz~12.4GHz) によって矩形導波管内の電磁波に変換 (電磁波放射) し, 金属加工業者への特注品である矩形-円形導波管変換器によって円形金属管に形状的に整合させることで金属配管内への電磁波伝搬を可能にした。

本実験では, 同軸導波管変換器の使用可能周波数範囲で, かつ表1に示す金属管遮断周波数以上で高次モードが生じない周波数範囲である8.2GHz~10GHzの広帯域電磁波を用いて計測を行った。このため本実験における電磁波の伝搬モードは, TM₀₁, TE₁₁の各基本モードのみである。



(a) 金属管 (湾曲部1ヶ所、全長:987mm)

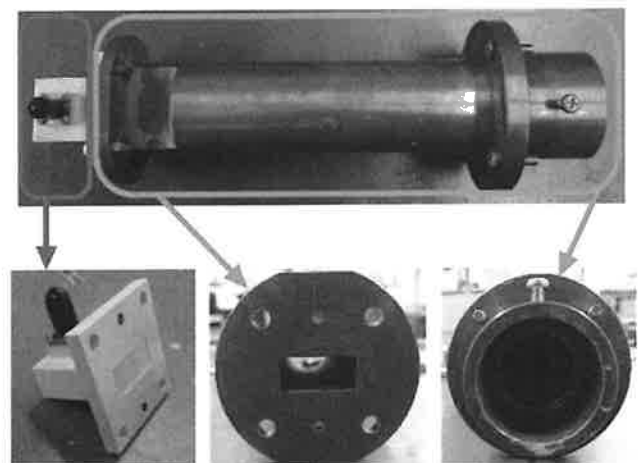


(b) 金属管 (湾曲部2ヶ所、全長:1623mm)



(c) 金属管 (湾曲部3ヶ所、全長:2259mm)

図3 3種類の実験外観図



同軸導波管変換器

矩形円形変換器 (特注品)

図4 同軸導波管変換器、矩形円形変換器

そして計測によって得られたSパラメータ S_{21} から群速度遅延を求め、実験値と理論値の差(次式)を算出することで金属管内の異物検出をおこなった。

$$T_{gd_difference}(f) = |T_{gd_ex}(f) - T_{gd_th}(f)| \quad (8)$$

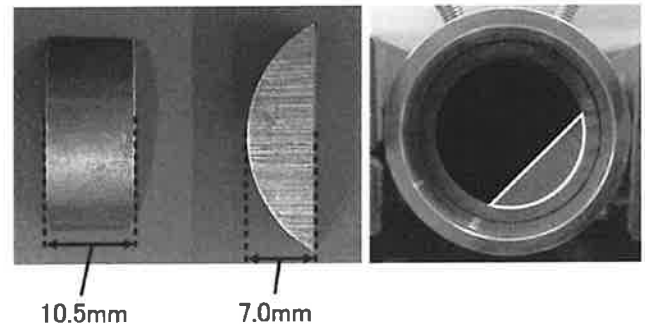
ただし、 $T_{gd_ex}(f)$ は実験によって得られた S_{21} から式(4),(5)によって求めた群速度遅延値、 $T_{gd_th}(f)$ は式(6),(7)から求められる理論値である。

図3に示した3種類の金属管内を伝搬する電磁波の群遅延特性を計測した。金属管内には異物として図5に示す真ちゅう製の金属片を挿入し、本手法で提案する群遅延特性計測によって異物の存在が検出可能であるかを評価した。この場合の群遅延差分(式(8))計測結果を図6(P.15)に示す。この結果から、金属管内に異物が存在する場合(オレンジ色)には、群遅延特性の計測値と理論値の差分が大きくなり、異物が存在しない場合には差分値が小さくなっていることがわかる。この結果では、群遅延差分値のしきい値を50nSとすることで、金属管内の異物の有無を判定することができる。この結果の差異は、金属管内の金属製異物の位置によらず異物の有無のみによるため、本計測法によって、金属管の長短・異物位置に関わりなく異物の存在を検出することが可能である。

一方、図7(P.15)は図3に示す3種類の金属管内を伝搬する電磁波“強度”の減衰特性である。この計測結果からわかるように、電磁波の“強度”は金属管の長短や湾曲部の個数によって大きく変化するため、異物の有無は“電磁波強度”の計測結果からは判断できない。一方、図6では本計測法の特徴である位相特性から得られる群遅延特性を用いて、異物有無の判定が可能となっている。これは、電磁波の“強度”に依存しない位相特性を活用していることで可能となった。

4. 分岐部を有する金属配管伝搬実験

本研究テーマでは、分岐部を有する金属配管内に存在する異物検出についても実証実験を行った。以前からある“電磁波強度”を用いた計測法³⁾では、金属配管に分岐部が存在する場合、そこからの反射波が大きいため異物の検出が困難となる。しかし、本研究テーマで用いている群速度遅



異物金属片サイズ

金属管内配置

図5 金属管内に配置した金属異物

延計測では位相計測を用いているため、分岐部からの反射波の影響を受けづらい特長がある。そこで、図8に示すような複数の分岐部を有する金属配管内に異物を挿入し、金属管の各端点間の電磁波伝搬特性を計測するだけで異物の存在有無と異物の位置を特定可能であることを実験により実証した。

図8に示す金属配管の各端点に図4に示した同軸導波管変換器と矩形円形変換器を接続し、金属配管の各端点間のSパラメータ(S_{21})を計測して群速度遅延差分を求めた。実際のボイラー管内にも析出する模擬異物として、図9に示す主成分がタルクで構成されている石粉粘土を使用した。この擬似異物は、水に含まれるシリカが熱や圧力によりケイ酸マグネシウムなどのケイ酸塩として管の内壁に析出して配管を詰まらせた場合を想定している⁴⁾。複数の湾曲部を有する金属配管の実験と同様に、金属配管の各端点間の群速度遅延差分を計測した結果が図10(P.16)である。この結果からわかるように、配管内に異物が存在しない場合((b))は群速度遅延差分が小さくなっているのに対して、配管内に異物が存在する場合((c))は経路a→b,a→c,a→dのすべての経路上である位置Aに、(d)は経路a→bの経路上である位置Bに、(e)は経路a→dの経路上である位置Dに、各々異物が存在)には、計測端点間の経路中に異物が存在する場合には群速度遅延差分が非常に大きくなっていることがわかる。一方、異物が存在しない経路端点間の群速度遅延差分は小さいままである。これらの結果から、各端点間の群速度遅延差分を計測することで、分岐した配管内のどの位置

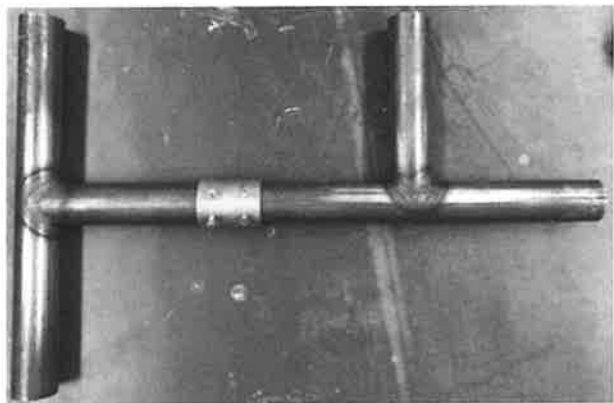


図8 複数分岐部を有する金属配管

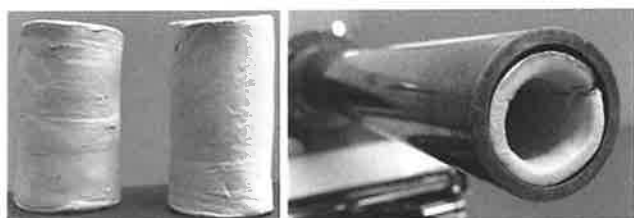


図9 金属管内に配置した石粉粘土（模擬異物）

に異物が存在しているかが予測可能であることが実証できた。

5. 結言

熱交換器等で使用される金属配管内に生じる異物の検出方法として、広帯域電磁波の伝搬特性を用いた新たな計測方法を提案し、その有効性について実証した。本研究テーマで実証した計測方法では、金属配管の端点のみに計測器を接続することで、金属配管全体に渡った計測が可能となる。また、金属配管が分岐していることで、そこからの反射波が生じている場合にも適用でき、各端点間の計測結果から、異物の存在する配管経路が予測可能である。

従来方法で行っていたファイバースコープによる管内目視や超音波による診断では、金属配管全体を対象とした異常検査には非常に手間がかかっ

ていたが、本研究テーマの電磁波を用いた計測方法によって容易に金属配管全体の異常検出が可能となる。さらに、本計測方法は、配管の端点のみに計測器を接続すればよいため、容易に人が近づけないような場所を通る金属配管の遠隔検査も可能である。

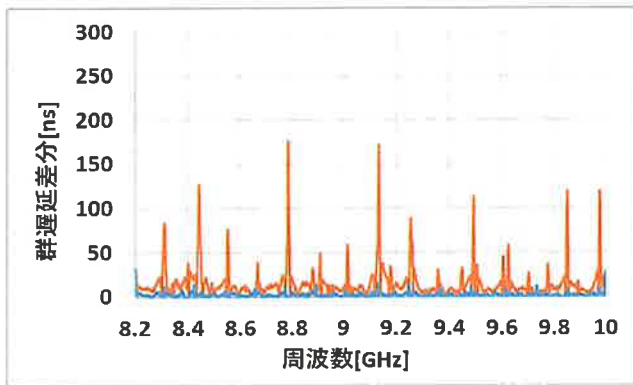
本研究テーマの計測法は、まだ発明・提案・検証した段階であり、実用化のためには計測精度の向上、計測機器の低価格化・可搬化などが必要であるが、新たな計測手法の可能性を実証できたといえる。

謝辞

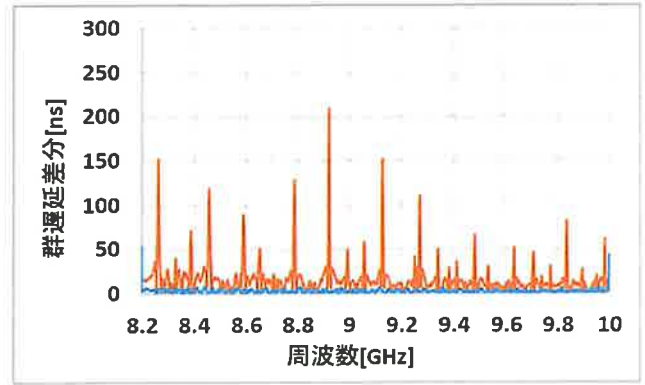
本研究を遂行するにあたり日本ボイラ協会・平成31年度ボイラー・圧力容器等研究助成の援助を受けた。記して感謝の意を表する。

〈参考文献〉

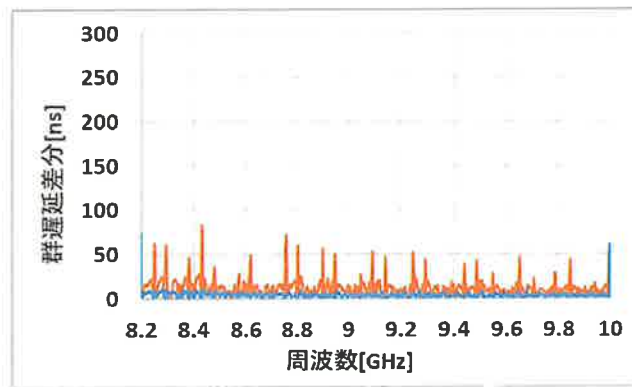
- 1) 片桐拓也・佐々木幸太・遊佐訓孝・橋爪秀利：「配管内管軸方向割れ検出のためのTEモードのマイクロ波を用いた配管広域一括検査技術の開発」, 日本機械学会論文集, 84巻, 859号, p.17-00375, (2018-3).
- 2) K. Abbasi, S. Ito, and H. Hashizume : “Microwave Detection of Longitudinal Crack and Identification of Its Location in straight Pipe” , Journal of Power and Energy Systems, Vol.2, No.2, pp.538-544 (2008).
- 3) 鶴淵健太・廣木星也・本島邦行・羽賀望：「電磁波伝搬特性解析による金属管内欠陥検出法」, 電気学会論文誌D, 137巻, 10号, pp.786-790, (2017-10).
- 4) 細井学・今井秀喜：「地熱熱水からのシリカスケール付着防止のための基礎研究」, 日本地熱学会誌, 4巻, 3号, pp.127-142 (1982).



(a) 群遅延差分特性 (湾曲部1ヶ所(図3(a)))



(b) 群遅延差分特性 (湾曲部2ヶ所(図3(b)))



(c) 群遅延差分特性 (湾曲部3ヶ所(図3(c)))

図6 群遅延差分特性 (オレンジ色: 異物あり、水色: 異物なし)

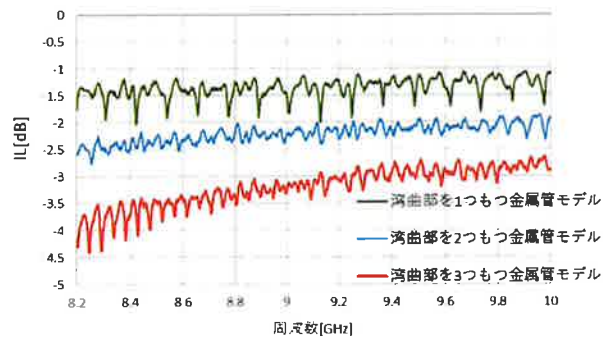
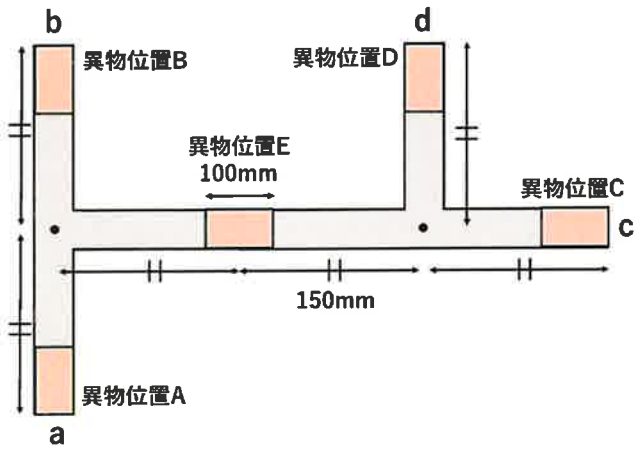
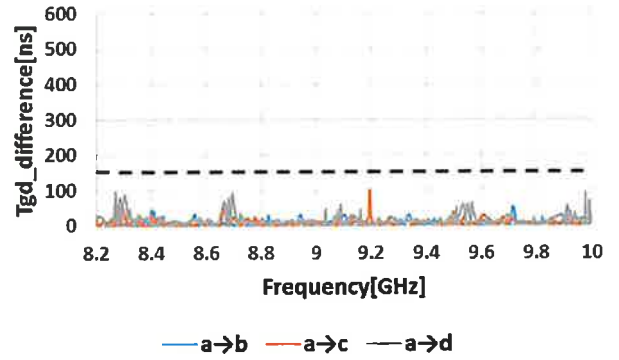


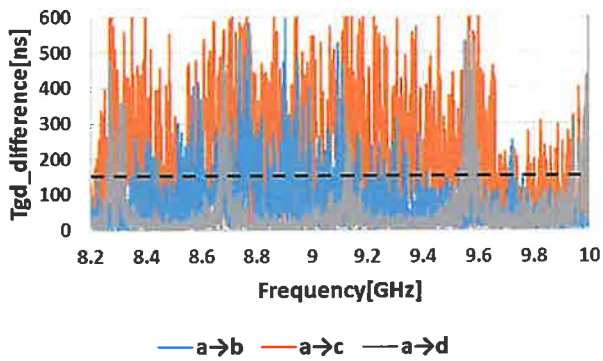
図7 金属管内の電磁波伝搬減衰特性



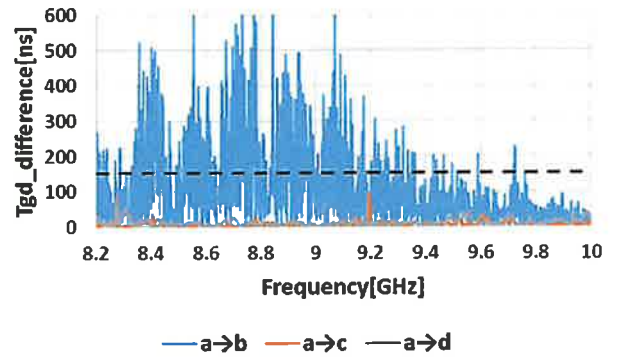
(a) 金属配管中の異物位置



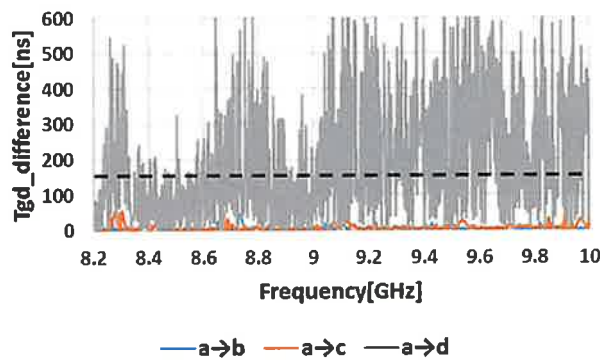
(b) 各端点間の群速度遅延差分 (異物なし)



(c) 各端点間の群速度遅延差分 (異物位置 A)



(d) 各端点間の群速度遅延差分 (異物位置 B)



(e) 各端点間の群速度遅延差分 (異物位置 D)

図10 各端点間の群速度遅延差分

多重化可能な光ファイバ超音波センシング技術を用いた 高温実環境における損傷可視化技術の構築

于 豊銘・東京大学生産技術研究所

A high-temperature damage visualization technique
based on a multiplexing optical fiber ultrasonic sensing system
Fengming Yu · Institute of Industrial Science, The University of Tokyo

概要 : 750°Cレベルで運用されるボイラ等のような構造物を、高温のまま診断することが可能な、光ファイバ超音波センサによる検査システムの構築を目指した。はじめに、1000°Cまでの耐熱性を有する光ファイバセンサとレーザ超音波可視化検査装置を組み合わせることで、750°Cの高温のまま損傷状態を評価できた。さらには、複数のセンシング部を形成した光ファイバを用い、多点での超音波検査にも成功した。これにより、高温で運用したまま、大型の構造物の健全状態を高効率超音波検査で監視する、新たな予知保全技術の創出に貢献することが期待できる。

和文キーワード : 高温環境、光ファイバセンサ、再生ファイバブラッググレーティング、超音波可視化検査

1. 緒言

750°Cレベルの高温環境で運用される構造物を、高温のまま診断することが可能な高効率検査技術は、火力発電所で稼働するボイラなどのような高温構造のメンテナンスコストの削減に貢献することが期待されている。超音波計測による損傷検知は、それらの技術の1つとして注目されている。しかし現在、圧電セラミックス PZT 製超音波センサは耐熱温度が 200°Cであるため、高温環境下での適用が困難である。

一方で、ガラス製の光ファイバは 1000 °C 以上の耐熱性を有し、光ファイバセンサは高温環境で適用可能なセンシング技術の構築に用いられることが期待されている。代表的な光ファイバセンサである FBG (fiber Bragg grating) センサは、高精度なひずみ計測が可能である (参考図表 1)。申請者らは、その FBG センサの回折格子の中央に 180°の位相ズレを形成した位相シフト FBG (PSFBG) を導入することで、微弱で高速なひずみ変動である超音波を計測可能にした [1] (参考図表 2)。

しかし、光ファイバは耐熱性に優れるものの、400°C以上になると、FBG や PSFBG は消失し始める。その一方で、FBG や PSFBG にアニーリング

処理を施すと、一度消失した回折格子が復活し、耐熱性に優れた再生グレーティングセンサを得ることができた。先行研究[2]では、900°Cまでの耐熱性を有する再生 PSFBG (RPSFBG) センサを高温環境に直接設置し、超音波を受信することに成功した (参考図表 3)。

さらに、RPSFBG センサの研究と並行し、レーザ超音波可視化検査装置 (参考図表 4) に PSFBG センサを組み込むことで、1000°Cレベルの高温状態にある構造部材に対しても、非接触で超音波を励起させ、その伝播挙動を可視化することにも成功している [3]。しかし、上記の高温計測を行う際、PSFBG が高温に晒されないように、我々は光ファイバ自体を超音波のウェーブガイドとしても活用した遠隔超音波計測法を構築してきた (参考図表 5)。この方法では、センシング部は高温環境から常温環境に引き出さなければならないという使用上の制限があり、センサを高温環境に直接設置することが要求される場合には適用が困難である。

一方で、RPSFBG は高温環境に直接設置できるため、光ファイバセンサとしての取り回しが容易になる。そこで、本助成研究では、遠隔計測法の代わりに、RPSFBG 超音波センシングシステムを

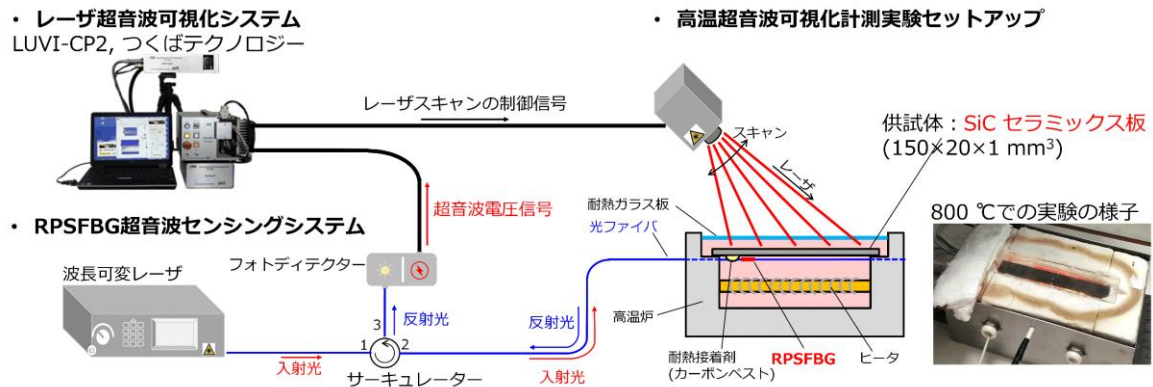


図 1 高温環境下での RPSFBG センサを用いたレーザー超音波可視化検査

レーザー超音波可視化検査装置に融合することにより、レーザー超音波可視化検査の高温構造物への組み込み易さを各段に向上させることを目指す。

さらに、RPSFBG センサは耐熱性に加えて、FBG 系センサとしての多重化も可能である（参考図表 6）。つまり、1 本の光ファイバに複数のセンシングポイントを付与できる。そのため、1 つの超音波発信源に対して、多点での計測が可能なセンシングシステムを構築できる。この多重化の特徴を利用し、多点の RPSFBG を形成した光ファイバを大型の高温構造物を網羅するように常時設置しておけば、複数の超音波検査用センシングポイントを構造全体に高密度で分散して配置することが可能となる。そこで、検査したい場所やスキャン領域の大きさに応じて、超音波発振用レーザーの高さと位置を制御するだけで、検査を容易に実施できる。そうすることで、1 セットのセンシングシステムの計測可能な範囲は大幅に拡大されることになる。これにより、高温環境で運用される大型の構造物や、長距離にわたって設置された高温ガス配管などにおけるレーザー超音波可視化検査の効率が劇的に向上される。

2. 方法

2.1 高温環境でのレーザー超音波可視化検査

提案技術の実現を目指し、はじめに、RPSFBG センサをレーザー超音波可視化検査装置に組み込むことで、高温環境においても、超音波ガイド波の伝播挙動を可視化することを試みる。

図 1 の左上に示すように、ここで超音波伝播の動画を取得するためには、つくばテクノロジー社製のレーザー超音波可視化検査装置 (LUVI-CP2) を用いる。この装置は、超音波励起用のレーザー照射位置を制御しながら、RPSFBG センサで受信した

超音波波形を記録し、そして伝播画像を形成する。ただし、PSFBG センサと比べ、アニーリング処理で得られた RPSFBG センサは反射スペクトルにおけるピークが緩やかになるため、感度が大幅に低下する（参考図表 3）。そこで、つくばテクノロジー社と連携し、RPSFBG センサを用いても超音波を的確に計測できるように、より強い信号強度の超音波を励起可能にするハイパワー YAG レーザを組み込めるように LUVI システムを改造した。

RPSFBG に対して、超音波を計測するためのセンシングシステムを、エッジ・フィルター法に基づいて構築する。つまり、図 1 の右下側に示すように、システムの光源には波長可変レーザーを用い、RPSFBG のスペクトルの傾斜部にレーザー光の波長を合わせることで、ひずみ変化により生じる反射スペクトルの波長シフト量を、光パワーの変化としてとらえる。

高温環境下での検証実験では、図 1 の右側に示すような、850°C レベルまで加熱可能な高温炉を実際に作製し、その中に、耐熱性に優れた SiC セラミックスの板を設置して、その板における超音波伝播の様子を可視化する。特に、レーザー超音波の伝播動画による、き裂損傷検出の可能性を検証するために、そのセラミックス板の中央側面からノッチを入れ、切り欠き損傷を作っておいた。

超音波可視化検査の際、RPSFBG センサはセラミックス板の裏面に耐熱カーボンペストで接着し、上面側からレーザーを照射した。ただし、温度の変化に伴う材料の伸び縮みが RPSFBG の反射スペクトルに及ぼす影響を避けるために、接着点から約 10 mm 離れた近傍の位置に RPSFBG センサを設置した。従来の研究では、回折格子は接着点から離れて設置されても、受信波形は接着点における超

音波の挙動を的確に反映することが分かっており、この接着構成は可視化検査の結果に悪影響を与えないと考えられる。そして、熱が炉から外に散逸することを防ぐとともに炉内にレーザを通すのに、高温炉の上に透明の耐熱ガラス板を敷いてある。

2. 2 多点でのレーザ超音波可視化計測

上記の高温実験には1点のセンサが用いられたが、複数のRPSFBGを形成した光ファイバを図1の左下に示すシステムに接続すれば、多点での計測も可能となる。ただし、その構成による多点計測を実現するためには、波長分割方式、すなわち複数のRPSFBGのブラッグ波長が重ならないように、光ファイバにおける反射光のスペクトルを設計しなければならない。そこで、アニーリング処理で形成した複数RPSFBGのスペクトルがお互いに干渉しないように、光ファイバセンサメーカー（株式会社フジクラ）と連携し、中心波長が十分離れた複数のシード PSFBG を試作した。本研究では、反射スペクトルの中心波長が 1538 nm(PSFBG1, 図 2(a)), 1544 nm(PSFBG2, 図 2(b)), 1550 nm(PSFBG3)にある、3種類のものを選んだ。

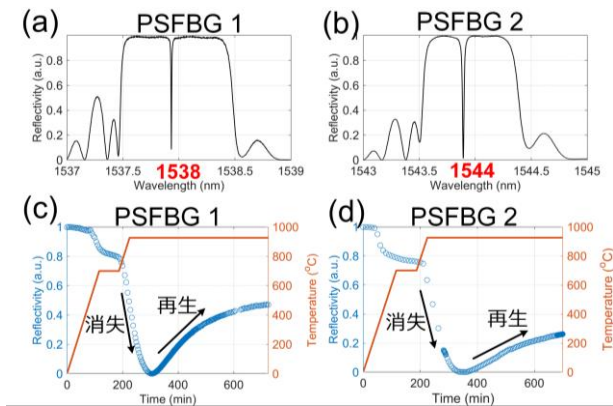


図 2 (a)と(b)RPSFBG 形成に用いられたシード PSFBG の反射光スペクトル; (c)と(d)は、アニーリング処理過程

次に、研究室で構築した超小型高温炉を用い、3つのPSFBGに対してそれぞれアニーリング処理を行ってRPSFBGを形成した。1550 nmにあるPSFBGの再生現象は、先行研究と上記の実験で繰り返し検証できているが(参考図表3)、中心波長が1538 nmと1544 nmのPSFBGからRPSFBGを形成するのは初めてであるため、アニーリング処理プロセス中に、後者の2つの反射スペクトルのピーク値を計測した結果を、図2(c)と(d)に示す。

これらの結果から、400°C以上の温度になると反射率が低下し始める2つのPSFBGは、920°Cで一度消失した後、その回折格子が復活してくる様子が見られた。つまり、アニーリング処理による再生グレーティングの形成は1538 nmと1544 nmのPSFBGにおいても確かめられた。形成後のスペクトルに関する評価は第3章で詳しく述べる。

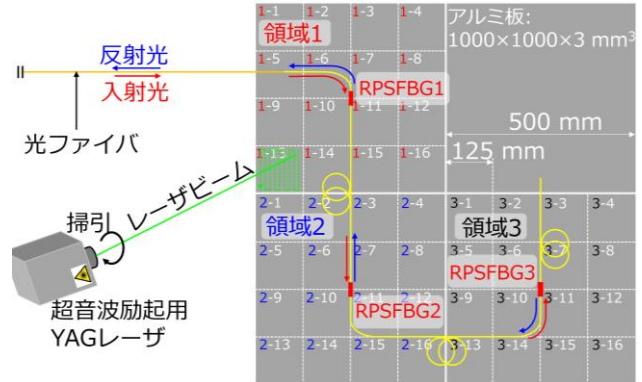


図 3 多点でのレーザ超音波可視化検査

その後、形成した3点のRPSFBGを一定の空間間隔において1本の光ファイバに融着する。その光ファイバをセンシングシステムに接続し、図3に示すような実験構成で、面積が1000×1000 mm²である1枚の正方形アルミ板において、多点でのレーザ超音波可視化計測を検証する。板の上面は、均等な4つの領域(1領域=500×500 mm²)に区分され、そのうち3つ、すなわち領域1と2と3における重心近傍にそれぞれ、反射光の中心波長が1538 nm、1554 nm、1550 nm付近に現れるRPSFBG1、RPSFBG2、RPSFBG3を分散して設置しておく。超音波計測の際、3つの領域間を移動するレーザ照射点の位置に応じ、センシング用光源から光ファイバへの入射光の波長も、該当領域の中心に設置したRPSFBGに対応するスペクトルの傾斜部に合うように切り替える。そうすることで、3点のセンサを用いてそれぞれの領域における超音波可視化計測を実施可能にする。

ただし、1つの領域の占める面積は500×500 mm²であり、その領域における超音波伝播画像を高解像度で取得しようとする、1回の計測で得られる波形データは容量がとても膨大になるため、実際には、図3に示すように、3つの大きな計測領域の中でさらに16コマ(1コマ=125×125 mm²)に分けて可視化計測を実施する。各コマにおいて波励起用のレーザは2.5 mmの間隔で走査する。

3. 結果と考察

3. 1 高温レーザ超音波可視化計測の結果

図1の実験構成において、室温から800℃までの高温環境でレーザ走査を行い、超音波伝播の動画を取得した。一例として、図4に、800℃に加熱したセラミックス板における超音波の伝播挙動を可視化した結果を示す。このように、800℃までの高温環境においても、RPSFBG センサにより、レーザ超音波を的確に可視化することができた。

具体的に、図4(a)は、板において超音波はまだ伝わっていない状態を表している。XとY軸はそれぞれセラミックス板の幅方向と長手方向を指す。セラミックス板に入れた人工欠陥の位置を白色の線で表記する。図4(b)から(d)までの時間歴で並べた画像より、超音波が長手方向に沿って、セラミックス板の左辺から右辺まで伝播する様子を明確に観察することができた。

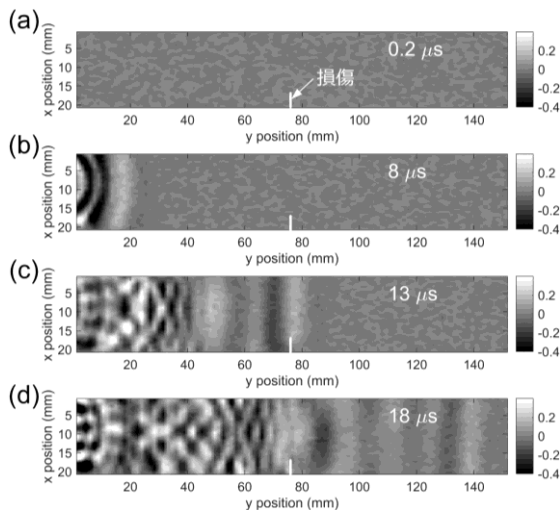


図4 800℃の高温環境下のセラミックス板における超音波伝播の可視化結果

なお、それらの可視化結果から、き裂などの欠陥に起因した、伝播挙動の変化を捉えることにより、損傷検知も可能となる。しかし、上記のレーザ超音波可視化技術で観察した超音波の伝播挙動から、欠陥を検出する際、その条件によっては熟練者の判断が必要となる。その理由は、可視化した超音波ガイド波に、分散性が異なる複数のモードが混在しており、それらのモードはお互いに干渉しながら進行方向に進むためであり、その複雑な伝播挙動から、き裂により生じた変化を見分けるのにガイド波に関する高度な専門知識が必要となる。より明確かつ簡便な損傷検知法を構築する

ために、図4に示すような動画に対して三次元フーリエ変換[3]を施すことで、進行波を除去し、反射波を抽出することを試みた。図5に示す、実際にデータ処理した後の結果例では、欠陥からの反射波が明瞭に表れていた。さらに、損傷の有無だけではなく、反射波の源にたどり着くことで、損傷の位置も特定することができる。以上のように、欠陥からの反射を的確に観察でき、800℃での高温のまま、欠陥検出ができた。

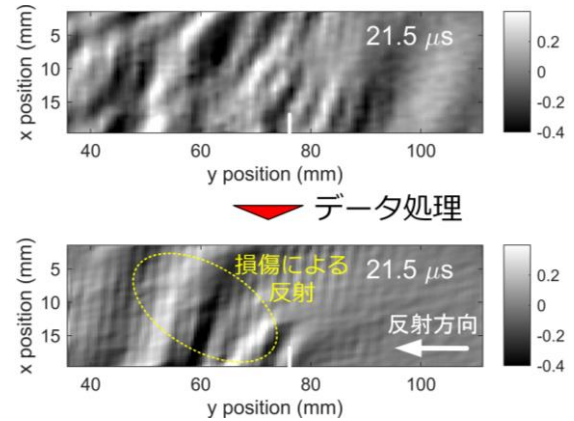


図5 上：800℃での超音波の伝播を可視化。下：データ処理により人工欠陥からの反射波を抽出

3. 2 多点での超音波可視化計測結果

次に、3点のRPSFBGを形成した光ファイバをセンシングシステムに接続した状態で、1536.5 nmから1550.5 nmまでの波長範囲にわたり波長可変レーザを掃引させて取得した、反射光スペクトル(図6)を観察した。これにより、アニーリング処理で形成した3つのRPSFBGは、使用したシードPSFBGの中心波長付近に現れることが確認できた。ここで、RPSFBGらの波長間隔はおよそ6 nmであり、スペクトルは干渉せずに十分に分離できている。超音波検査を行う際、センシングシステムの光源から光ファイバに入射した光の波長を、それぞれ3つのスペクトルにおける傾斜部に合わせれば、各RPSFBGは独立したセンサとして用いることができる。

続いて、図3に示す構成において、RPSFBG1、2、3を用い、それぞれ領域1、2、3における超音波伝播の動画を取得した。その際に、各領域内でさらに細かく区分されたコマごとに検査を施した。それらの画像データを、各コマが対応する空間位置に並べることで、1領域全体における超音波の伝播動画を形成可能にする。

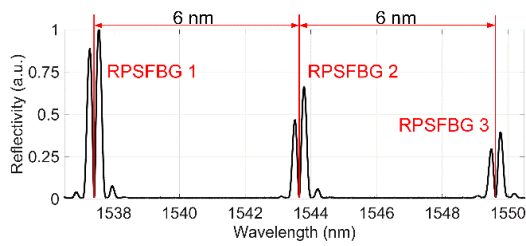
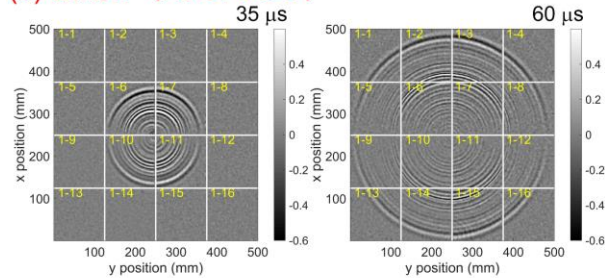


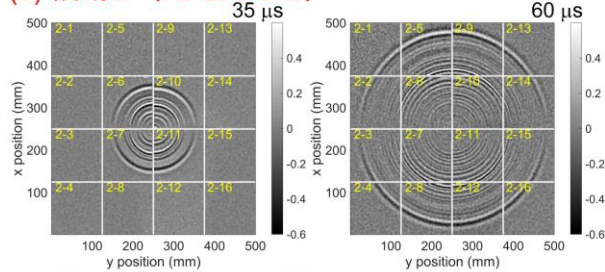
図6 3つのRPSFBGを形成した光ファイバへの波長可変レーザ掃引による反射光スペクトル測定

図7(a)に、領域1における計測が開始してから35 μ sと60 μ s経過した際の検査結果例を示す。これにより、超音波は、RPSFBG1が貼り付けられた中心位置から、領域全体にわたり広がっていく様子が確認できる。センサRPSFBG2とRPSFBG3で取得した図7(b)と(c)においても同じ現象が現れた。したがって、異なる複数点での超音波も本システムを用いて可視化可能であることが確認できた。

(a) 領域1 (RPSFBG 1)



(b) 領域2 (RPSFBG 2)



(c) 領域3 (RPSFBG 3)

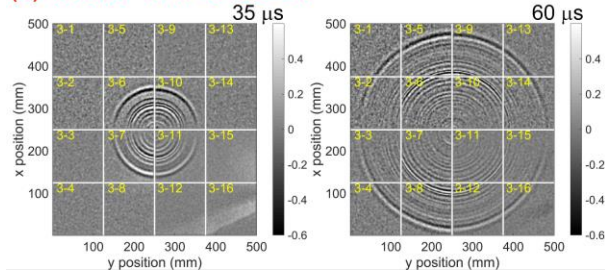


図7 多点での計測に基づく各領域における超音波可視化検査の結果

前に述べた通り、今のシステム構成による多点計測の実現には、光ファイバにおけるそれぞれのRPSFBGの反射スペクトルを十分に分離しなければならない。しかし、構造物に装着したRPSFBG

の中心波長は、構造物の静的なひずみと、周囲温度の影響も受ける。そのため、複数のRPSFBGのスペクトルは常温環境で分離されたとしても、実際に高温構造物に実装されると、お互いに干渉してしまう恐れがある。それらの実用上の問題に対する対策として、まず、図1の右側に示す実験構成のようにRPSFBGセンサを接着点から少し離れたところに設置することにより、構造物におけるひずみがグレーティングに及ぼす影響を除去できる。さらに、運用中の対象構造物における設計温度に基づいて、複数のRPSFBGの中心波長の間隔を大きく設定すれば、温度変化による影響も避けられる。例えば、温度が1 $^{\circ}$ C変化することでRPSFBGの中心波長は約0.012 nmシフトする。一方で、図6に示すように、各RPSFBG間には、6 nmの波長間隔がある。この場合、スペクトル上で隣接する2個のRPSFBGの間の温度差が400 $^{\circ}$ C程度であれば、その2個のRPSFBGのスペクトルは干渉せずに的確に超音波を計測できる。そして、波長間隔を広げれば広げるほど、光ファイバに付与できるセンサの数が減るが、温度変動に強い多点での超音波検査システムを構築することができる。

4. 結言

本研究では、高温環境に直接設置できる光ファイバ超音波センシングシステムを、レーザ超音波可視化検査装置に組み込むことで、高温のままでも適用可能な、高効率超音波検査システムを構築した。さらに、その多点での計測にも成功している。

本提案は、高温環境で運用される構造物のメンテナンスコストを大幅に削減するとともに、それら構造物の信頼性向上にも貢献しうる、これまで存在しなかった予兆保全技術の創出に貢献し、それら構造物の運用に大きなインパクトを与えられると考えている。

参考文献:

[1] Q. Wu and Y. Okabe, *Optics Express*, 20(27), 28353-28362 (2012)
 [2] F. Yu and Y. Okabe, *Journal of Nondestructive Evaluation, Diagnostics and Prognostics of Engineering Systems*, 2(1), 011006 (2019)
 [3] F. Yu, O. Saito, Y. Okabe, *Mechanical Systems and Signal Processing*, 147(15), 107140 (2021)

ニードルピーニング施工による打痕形状のばらつきが疲労強度に及ぼす影響の解明

笛木 隆太郎 国立研究開発法人 海上・港湾・航空技術研究所 海上技術安全研究所

Effect of Variation of Dent Caused by Needle Peening on Fatigue Strength

Ryutaro Fueki National Maritime Research Institute, Japan

概要 ニードルピーニング (NP) は、鋼製のニードルピンを溶接止端部に打撃することで、溶接部の疲労強度を向上させる手法である。NP の施工は、ツールを手で動かすことにより行う。そのため、NP により形成される打痕の形状、特に、打痕深さにばらつきが生じることが想定される。本研究では、NP 施工方法と打痕深さのばらつきの大きさの関係性および打痕深さと導入される圧縮残留応力の定量的関係を調査した。さらに、打痕深さが異なる複数の溶接試験片を用いて疲労試験を行い、打痕深さの差が疲労強度に及ぼす影響について検討した。

キーワード ピーニング, 溶接, 残留応力, 疲労強度

1 諸言

圧力容器は内圧の変動により、容器の膨張と収縮が繰り返され、疲労強度が低い溶接部において、き裂等の疲労損傷が生じやすい。近年、種々の材質および形状の溶接継手について、溶接止端部にニードルピーニング (以下、NP) を施工し、圧縮残留応力を導入することにより、継手の疲労強度を向上させることが可能であることが報告されている⁽¹⁻³⁾。NP は圧縮空気や超音波で振動する鋼製のニードルピンを溶接部の疲労強度上の最弱部である溶接止端部に打撃することで、溶接部の疲労強度を向上させる手法である。可搬性に優れた装置も市販されており、圧力容器等の実構造物への現場施工も可能である。

NP 施工による疲労強度向上因子としては、圧縮残留応力の導入のほか、溶接止端部の応力集中の緩和、組織の微細化、硬さの増加が挙げられるが、著者らの過去の研究により、ピーニングによる溶接部の疲労強度向上には圧縮残留応力の導入が寄与するところが大きいことがわかっている^(2,4)。したがって、NP の施工に際しては、施工箇所全体に十分な圧縮残留応力が導入されるように施工することが必要である。

NP の施工は、ツール (ピーニングヘッド) を手で動かし、溶接止端部の止端線が完全に消失し、ピンの形状が転写されたことが確認できるまでピンの打撃を繰り返すことにより行う。そのため、NP により形成される打痕の形状、特に、打痕深さ

にばらつきが生じることが想定されるが、施工方法の違いが打痕深さのばらつきの程度や疲労強度に及ぼす影響について、定量的に検討した研究は見当たらない。この点を明らかにすることにより、NP 施工条件の最適化や品質管理方法の改善に資する知見が得られるものと期待される。

そこで、本研究では、NP 施工方法と打痕深さのばらつきの大きさの関係性および打痕深さと導入される圧縮残留応力の定量的関係を調査した。さらに、打痕深さが異なる複数の溶接試験片を用いて疲労試験を行い、打痕深さの差が疲労強度に及ぼす影響について検討した。

2 実験方法

2.1 供試材

供試材には溶接構造用圧延鋼 SM490A を使用した。SM490A の化学成分を表 1、機械的性質を表 2 に示す。

表 1 化学成分 (質量%)

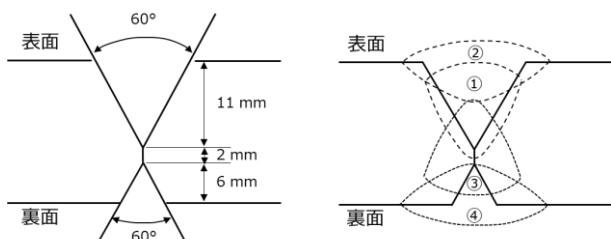
| C | Si | Mn | P | S | Nb | V |
|------|------|------|-------|-------|-------|-------|
| 0.11 | 0.24 | 1.35 | 0.015 | 0.005 | 0.013 | 0.003 |

表 2 機械的性質

| 降伏応力 [MPa] | 引張強さ [MPa] | 伸び [%] |
|------------|------------|--------|
| 386 | 520 | 26 |

2. 2 溶接継手の製作方法

板厚 19 mm の供試材に対して図 1 (a)のような X 型開先を加工し、図 1 (b)に示す順序で 4 層 4 パスのサブマージアーク溶接を施工して、図 2 に示す形状・寸法の突合せ溶接継手を製作した。溶接板は、溶接施工方向を基準に上下左右の方向を定め、計測やデータ整理の際、継手の方向が管理できるようにした。溶接条件は表 3 の通りである。溶接施工後、裏面の余盛は除去し、研磨仕上げした。



(a) 開先形状・寸法 (b) 溶接順序

図 1 開先の形状および溶接順序

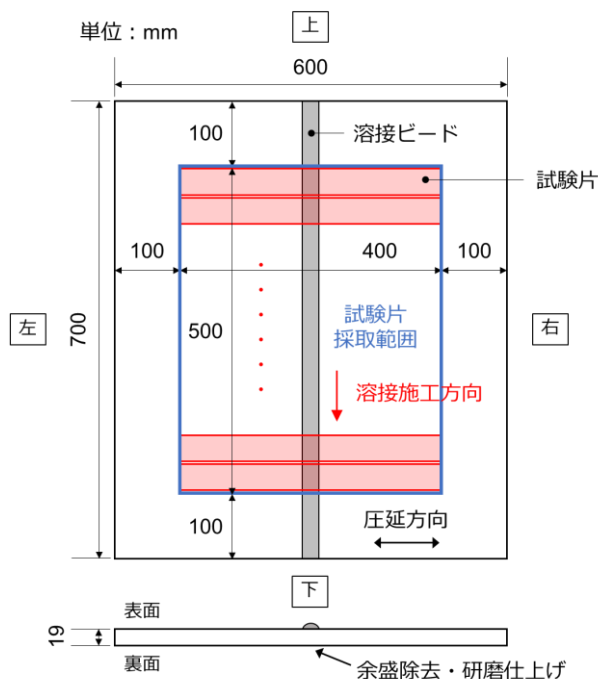


図 2 溶接継手の形状および試験片採取範囲

2. 3 ピーニング方法

図 2 に示した突合せ溶接継手の溶接止端部 2 箇所 (左側および右側) に対し、東洋精鋼(株)製の可搬型エアースキッドピーニング装置を使用して

NP を施工した。NP 条件は表 4 に示す 2 種類とした。条件 1 は NP の打撃力およびパス数 (施工回数) を可能な限り小さくし、打痕深さが極力小さくなるように設定した施工条件である。一方、条件 2 は、NP の打撃力およびパス数を可能な限り大きくし、打痕深さができる限り大きくなるように設定した施工条件である。NP の施工は、溶接継手 1 枚につき、1 種類の NP 施工条件とし、左右両側の溶接止端部に同じ条件で施工した。施工中の様子を図 3 に示す。

表 3 溶接条件

| パス No. | 溶加材線径 [mm] | 電流 [A] | 電圧 [V] | 溶接速度 [cm/min] | 入熱量 [kJ] |
|--------|------------|--------|--------|---------------|----------|
| 1 | Φ2.4 | 320 | 32 | 28 | 22 |
| 2 | Φ2.4 | 380 | 34 | 24 | 32 |
| 3 | Φ2.4 | 320 | 32 | 25 | 25 |
| 4 | Φ2.4 | 380 | 34 | 34 | 32 |

表 4 NP 条件

| No. | ピン先端径 [mm] | エアースキッド圧力 [MPa] | 平均施工速度 [cm/min] | パス数 |
|-----|------------|-----------------|-----------------|-----|
| 1 | 1.5 | 0.3 | 50 | 2 |
| 2 | 1.5 | 0.5 | 50 | 3 |

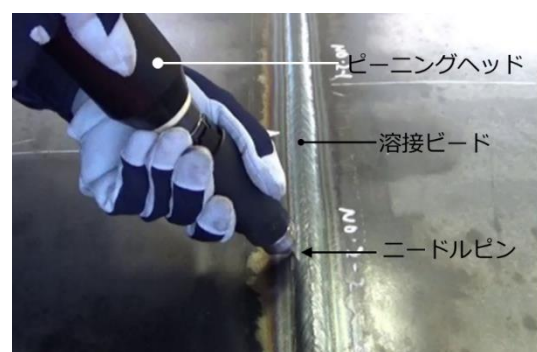


図 3 溶接止端部への NP 施工の様子

2. 4 試験片形状・寸法

溶接ままおよび NP 施工した溶接継手について、図 2 の試験片採取範囲より、短冊状に試験片を切り出した。試験片の形状および寸法を図 4 に示す。

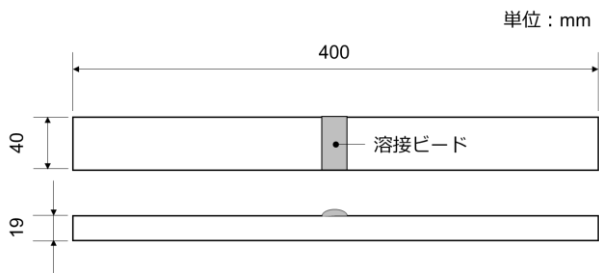


図 4 試験片形状・寸法

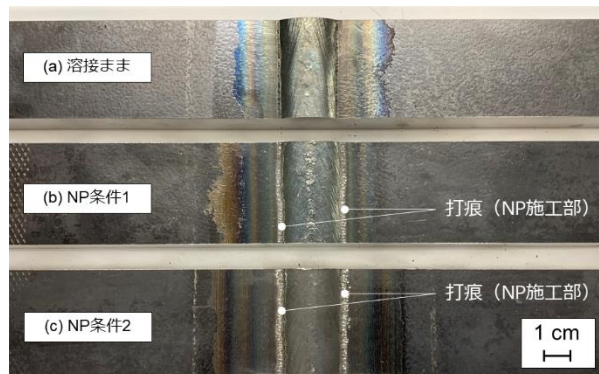


図 5 試験片外観

2.5 NP 施工により生じた打痕深さの測定方法

溶接部周囲の形状をレーザー変位計により計測した。図 6 に示すように、溶接ビードを含む試験片長手方向に 40 mm の範囲の変位を計測した。この計測を試験片短軸方向に 1 mm ずつずらしながら行い、1 つの試験片につき、39 個の形状プロファイルを取得した。

打痕の深さ d は、形状プロファイルより、図 7 のように、打痕の最深点と母材平滑部のデータより評価した回帰直線の距離として評価した。

2.6 残留応力測定方法

X 線回折応力測定装置を使用し、 $\cos \alpha$ 法により打痕底部の表面残留応力を測定した。特性 X 線には $\text{CrK}\alpha$ 線を使用し、残留応力の計算には 211 面の回折 X 線の測定データを使用した。コリメータは $\phi 0.5 \text{ mm}$ (X 線照射範囲: $\phi 1.2 \text{ mm}$) のものを使用した。測定箇所は、図 8 に示す通り、片側 7 点ずつとした。

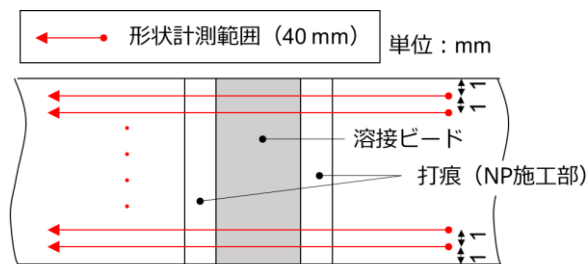


図 6 形状計測位置・範囲

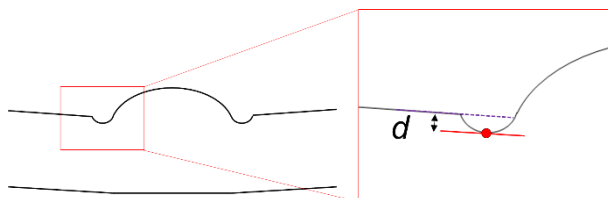


図 7 打痕深さ d の評価方法

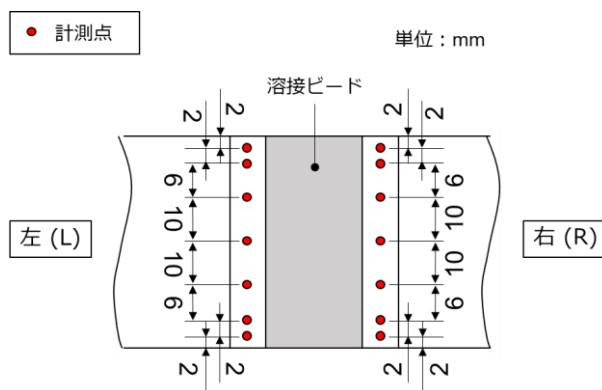


図 8 残留応力計測箇所

2.7 疲労試験方法

20 トンおよび 30 トンの油圧サーボ式疲労試験機を使用し、正弦波の荷重制御にて、試験片長手方向に対する単軸引張疲労試験を実施した。応力比 R は 0.05、繰返し周波数 f は 5 Hz である。疲労試験は 2×10^6 回の繰返しをもって打ち切った。

3 実験結果・考察

3.1 打痕深さ

条件各試験片の打痕深さの平均値を棒グラフで示したグラフを図 9 に示す。エラーバーは標準偏差である。図 9 より、NP 条件 1 では、打痕深さの平均値が左右の施工部で同等なのに対し、NP 条件 2 は左右の施工部の平均値の差が大きく、標準偏差も NP 条件 1 に比べて大きい。NP 条件ごとにすべての打痕深さのデータより平均値および標準

偏差を求めた結果が表 5 である。表 5 より、NP 条件 2 では、NP 条件 1 に比べて、打痕深さが約 1.5 倍、ばらつきが約 1.7 倍大きいことがわかる。NP 条件 2 の方が、打痕深さが大きくなったのは、エア圧力および施工パス数が NP 条件 1 よりも大きいためであり、意図した結果が得られている。ただし、ばらつきも NP 条件 2 の方が大きいのは、NP 条件 2 の方が施工の安定性が悪くなるためであると思われる。NP 条件 1 では、ピーニング時のエア圧力が低いため、施工時に施工者がピーニングヘッド（図 3）から受ける反動が少なく、施工速度の制御がしやすいが、エア圧力が高い NP 条件 2 では、ピーニングヘッドからの反動が大きくなるため、ピーニングヘッドを一定の速度で保持することが難しくなる。したがって、ピーニングの打撃力が強い施工条件での施工は、施工時の安定性が悪くなるため、打痕深さのばらつきが大きくなる可能性があることに注意が必要である。

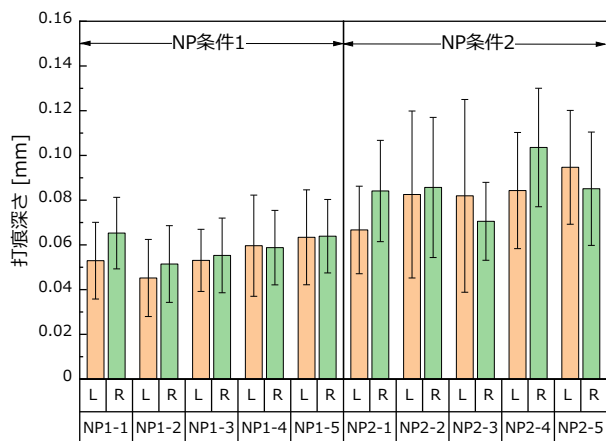


図 9 各試験片の打痕深さの平均・標準偏差

表 5 NP 条件ごとの打痕深さ平均・標準偏差

| NP 条件 | 打痕深さ平均値 [mm] | 標準偏差 [mm] |
|-------|--------------|-----------|
| 1 | 0.057 | 0.018 |
| 2 | 0.084 | 0.030 |

3. 2 打痕深さと残留応力の関係

NP 条件 1 および NP 条件 2 の各試験片から得られた打痕深さおよび残留応力測定結果を打痕深さと残留応力の関係としてプロットしたグラフを図

10 に示す。各残留応力測定箇所における打痕深さは、残留応力の計測位置および隣接する計測位置 ±1 mm の 3 箇所の打痕深さを平均して用いた。

図 10 より、NP 施工後の打痕底部における残留応力は圧縮となっていることがわかる。打痕深さと残留応力の間には弱い負の相関がみられる（相関係数: -0.28）が、残留応力のばらつきの範囲は、およそ 400 MPa 程度と大きい。また、打痕深さ 0.1 mm 以下の範囲では、圧縮残留応力が 0 MPa 付近のデータも見られる。打痕深さが同一であっても、圧縮残留応力が著しく低いデータが存在する原因として、NP 施工により打痕底部に生じた鱗片上の剥離部を計測した可能性が挙げられる。既往の研究⁽⁵⁾において、溶接止端部をピンで打撃する際、打痕表面に鱗片状の剥離が生じる場合があることが確認されており、剥離部の残留応力は解放されるため、圧縮残留応力が他の結果にくらべて著しく小さくなる場合があることが報告されている。本研究では、測定部における剥離の有無を確認できていないが、NP 施工時に剥離部が生じる可能性は十分に考えられる。

図 10 より、打痕深さが 0.1 mm 以上では、-500 MPa から -200 MPa 程度の圧縮残留応力が導入されていることがわかる。圧縮残留応力が大きいほど、疲労強度は向上することから、圧縮残留応力を十分に導入するという観点では、打痕深さが 0.1 mm 以上になるような施工条件にて施工することが望ましいと考えられる。しかし、1 章で述べた通り、NP 施工後の溶接部の疲労強度は、溶接止端部の応力集中、硬さ、組織の変化も副次的に寄与するため、打痕深さの違いがこれらの因子に及ぼす影響については、別途調査が必要である。

3. 3 疲労試験結果

疲労試験により得られた S-N 線図を図 11 に示す。図 11 でアスタリスク (*) を付したプロットは母材（チャック部）より破断したことを示している。アスタリスクのないプロットは、溶接まま材の場合、溶接止端部、NP 施工材の場合は打痕部を起点に破断したものである。

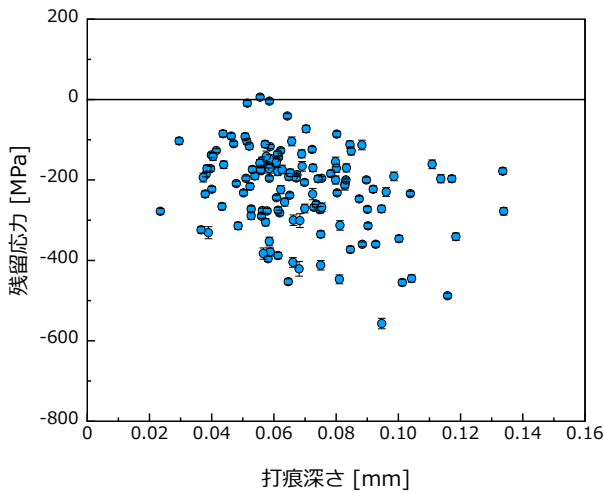


図 10 打痕深さと残留応力の関係

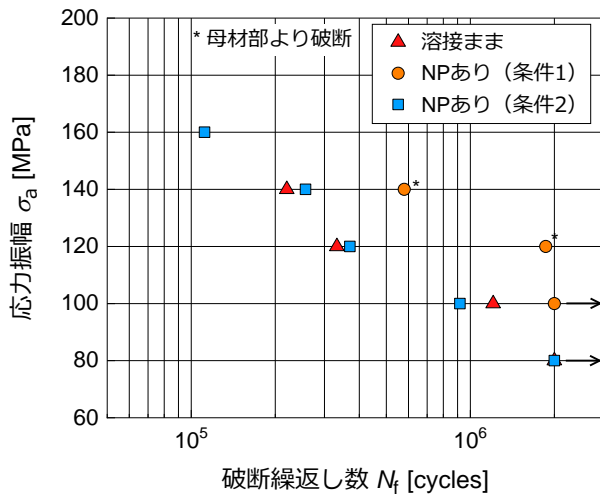


図 11 疲労試験結果 (S-N 線図)

疲労試験結果の比較にあたり、試験片を試験機に固定（チャック）する際に、試験片の角変形が矯正されることで生じる二次的な応力の大きさを調査した。表 6 は、試験機への取り付け時に試験片表面（溶接余盛および NP 施工面側）に生じるひずみをひずみゲージにより計測し、応力に換算した結果である。溶接による角変形は図 12 (a) のような形態が一般的であるが、図 12 (b) のような形状の試験片が存在していた。これは、溶接施工の際に角変形低減のため、逆ひずみ法にて溶接を実施したが、想定よりも角変形量が小さく、結果として図 12 (b) のような形状になったものと考えられる。

表 6 に示した結果より、角変形の方法と大きさにより、チャック時に表面側に生じる応力の方向

および大きさに大きな違いがあることから、試験片の種類により、実質的な応力比が異なっているため、図 11 の S-N 線図で直接疲労強度を比較するのは適切でない。また、図 11 からわかるように、NP 条件 1 については、破断した試験片のすべてが母材から破断しており、必ずしも NP 施工部の疲労強度が反映されたデータとなっていないため、疲労寿命の直接的な比較はできない。

そこで、 2×10^6 回疲労強度を疲労限度とみなし、修正グッドマン線図の考え方にに基づき、疲労限度を試験応力比相当の値に補正することで、疲労限度の大きさを比較検討する。修正グッドマン線図は両振り ($R=-1$) 疲労限度 $\sigma_{w,R=-1}$ と引張強さ σ_B を結び、任意の応力比における疲労限度を評価するものである。ここでは、疲労試験で得られた疲労限度を、試験応力比に表 6 の平均応力を考慮した実質応力比 R_e における疲労限度 $\sigma_{w,R=R_e}$ とみなし、 $\sigma_{w,R=R_e}$ と引張強さ σ_B を結んで修正グッドマン線図に準ずる線図を求め、試験応力比 $R = 0.05$ 相当の疲労限度 $\sigma_{w,R=0.05}$ を評価した。

疲労限度の試験結果および評価結果を表 7 に示す。 $\sigma_{w,R=0.05}$ ベースで試験結果を比較すると、NP 施工した試験片の $\sigma_{w,R=0.05}$ は、溶接まま材に比べて 19%~23% 向上していることがわかる。また、NP 条件 1 と NP 条件 2 の $\sigma_{w,R=0.05}$ は、ほぼ同値となっており、NP 条件の違い、すなわち、打痕の深さの違いによる疲労限度の差は小さいと考えられる。ただし、NP 条件 1 については、破断した試験片のすべてが母材から破断しており、必ずしも NP 施工部の疲労強度が反映されたデータとなっていないため、NP 条件 1 の真の疲労限度は表 7 の $\sigma_{w,R=0.05}$ よりも大きい可能性も考えられる。NP 条件の違いによる疲労強度の差の大きさについては、今後、より多くのデータから検証することが必要である。

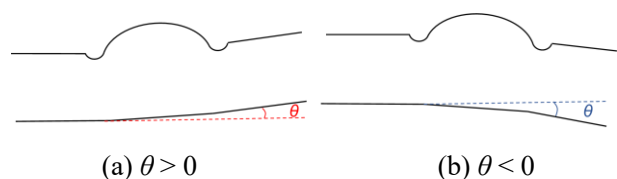


図 12 角変形の方法

表 6 角変形・チャック時の表面側の応力

| 試験片種別 | 角変形 [°] | チャック時の 表面側の応力 [MPa] |
|-------------------|---------|---------------------------|
| 溶接まま | -0.3 | -11 |
| NP 施工あり (条件 1) | -0.5 | -44 |
| NP 施工あり (条件 2) | 0.7 | 97 |

表 7 疲労限度の試験結果・評価結果

| 試験片種別 | R_c [-] | $\sigma_{w,R=Re}$ [MPa] | $\sigma_{w,R=0.05}$ [MPa] |
|-------------------|--------------|----------------------------|------------------------------|
| 溶接まま | -0.02 | 80 | 78 |
| NP 施工あり (条件 1) | -0.19 | 100 | 93 |
| NP 施工あり (条件 2) | 0.37 | 80 | 96 |

4 結言

本研究では、NP 施工方法と打痕深さのばらつき
の大きさの関係性および打痕深さと導入される圧縮
残留応力の定量的関係を調査した。さらに、打
痕深さが異なる複数の溶接試験片を用いて疲労試
験を行い、打痕深さの差が疲労強度に及ぼす影響
について検討した。本研究で得られた知見を以下
に述べる。

- (1) エアー圧力が大きく、重ね打ち回数が大きい
ほど、NP 施工による打痕の深さは大きくな
り、打痕深さのばらつきも大きくなる。これ
は、エアー圧力が高い条件では、ピーニング
ヘッドから施工者の手に伝わる反動が大き
くなるため、ピーニングヘッドを一定の速度
で送ることが難しくなり、施工の安定性が悪
くなるためであると考えられる。よって、ピ
ーニングの打撃力が強い施工条件での施工
は、打痕深さのばらつきが大きくなる可能性
があることに注意が必要である。
- (2) 打痕深さが大きいほど、圧縮残留応力は大き
くなる傾向がみられた。

- (3) 打痕深さが 0.1 mm 以上では、-500 MPa から
-200 MPa 程度の圧縮残留応力が導入されてい
た。圧縮残留応力を十分に導入するという観
点では、打痕深さが 0.1 mm 以上になるよう
な施工条件にて施工することが望ましいと
考えられる。
- (4) NP 施工した突合せ溶接試験片の疲労限度は、
溶接まま材に比べて 19%~23% 向上した。
- (5) 打痕の深さの違いによる疲労限度の差は小
さい。

5 謝辞

本研究を遂行するにあたり、海上技術安全研究
所 安藤孝弘氏、津村秀一氏にご協力いただきま
した。ここに記して感謝申し上げます。

参考文献

- (1) 木下 幸治, 今村 明登, 渡邊 吉弘, 半田 充.
先端曲率半径が小さい Ultrasonic Needle
Peening を施した面外ガセットの疲労強度.
鋼構造論文集. 2014, Vol. 21, No. 83, p. 11-18.
- (2) 笛木 隆太郎, 安部 央矩, 高橋 宏治, 安藤
柱, 北條 恵司, 半田 充. 溶接止端部にき裂
を有するステンレス鋼のピーニングによる
疲労限度向上とき裂の無害化. 圧力技術.
2015, Vol. 53, No. 3, p. 140-148.
- (3) 八木 信暁, 木村 陵介, 長崎 俊徳, 下野 大
地. 船用ディーゼル機関 架構へのピーニン
グ処理の適用. 三井造船技報. 2017, No. 219,
p. 25-31.
- (4) Fueki Ryutaro, Takahashi Koji. Improving the
fatigue limit and rendering a defect harmless by
laser peening for a high strength steel welded
joint. Optics & Laser Technology. 2021, Vol. 134,
p. 106605.
- (5) 米澤 隆行, 島貫 広志, 森 猛. UIT により導
入した圧縮残留応力の繰返し負荷による緩
和挙動. 溶接学会論文集. 2019, Vol. 37, No. 1,
p. 44-51.