

極低温における材料強度試験

最近発展のめざましい水素利用技術、超電導応用技術において、それらに用いられる液体水素、液体ヘリウムを収納する容器や支持材料などの構造材料には、厳しい低温特性が要求されている。

神戸製鋼所は各種の極低温用材料や極低温用機器の開発を行っており、当社も、4.2K(ケルビン)にいたる極低温における、各種のデータの蓄積のための試験分野で一翼を担ってきた。

以下に、極低温における材料の力学的特性の評価方法として一般的な、引張試験、シャルピー衝撃試験、破壊じん性試験および疲労試験について紹介する。

極低温用構造材料の用途と必要な特性

極低温用材料はリニアモーターカー(磁気浮上列車)、ロケット、核融合炉、超電導発電機などの支持材料や、液体水素、液体ヘリウムをいれる容器材料として利用または研究されている。

これらの利用分野では、ステンレス鋼、高マンガ鋼、超合金、チタン合金、銅合金、アルミニウム合金、高マンガ鋼合金、FRPなどが対象材

料になっている。

これらの材料の機械的性質として引張強さ、延性、じん性のほかに疲労強さ、耐摩耗性などが問題にされる。さらに物理的性質として熱伝導率、透磁率、弾性率、熱膨張係数、電気伝導率などが必要な特性であるが、用途に応じて材料や評価すべき特性が異なる。

極低温における試験の特殊性

極低温用構造材料の特性評価試験は通常液体ヘリウムを用いて行われる。液体ヘリウムは、液体窒素などに比較して高価で、扱いも厄介である。すなわち構造用材料にとって極低温は特異な環境で、金属材料の場合、その比熱は極低温領域において非常に小さくなる。このため材料内部でのほ

んのわずかの発熱や、外部からの熱の流入によって材料の温度が容易に上昇する。したがって、特性評価試験を行う場合に最も注意しなければならないのは、極低温領域の温度変化をいかに小さくするかであり、クライオスタットを使用するなど特別な配慮が必要となる。

引張試験

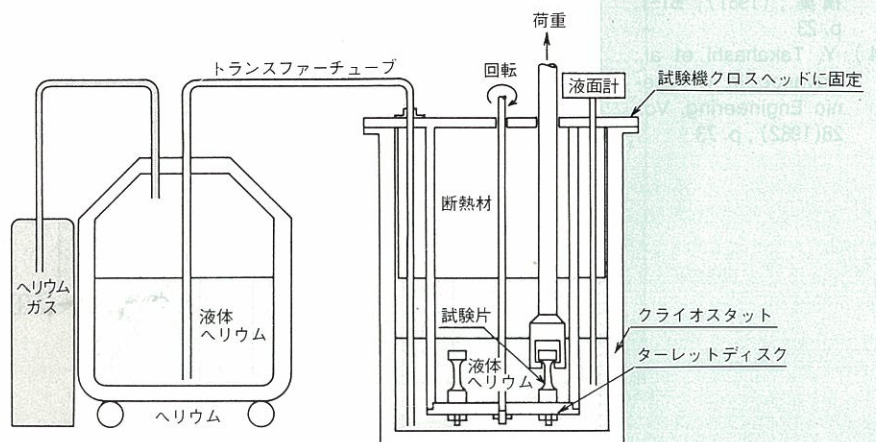
JIS Z 2277には液体ヘリウム中における金属材料の引張試験方法の規格があり、これに基づいて引張試験を行い、強さ、延性の評価を行う。この規格で用いる液体ヘリウム中での極低温とは、液体ヘリウムの大気圧における沸点[およそ4 K(−269℃)]をいい、とくにことわらないかぎり、これを極低温といっている。

極低温での引張試験を行うにあたり、このJIS規格でも、特別な配慮を必要とするものとして、不安定塑性流動(不連続な降伏)による応力-ひずみ曲線におけるセレーションの発生(第2図のように、引張試験の経過中に、試験片の塑性変形領域での応力-ひずみ曲線がのこ歯状になる現象)、試験片の変形にともなう発熱による試験片温度の上昇、材料特性に対するひずみ速度の影響などをあげており、さらに試験片、試験装置、試験方法などに関して規定している。

以下に当社における実施例を紹介する。

装置構成

装置は100 kN オートグラフ引張試験機、200~500 l ヘリウム容器、真空断熱トランスファー



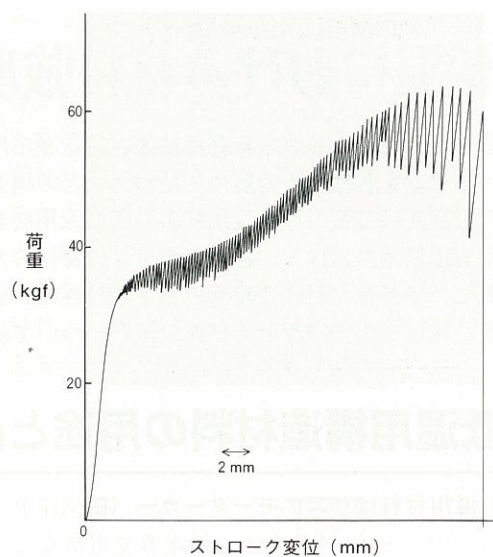
第1図 引張試験装置構成図

チューブ、クライオスタット、ターレットディスク、液面計およびヘリウムガスボンベからなる。その系統図を第1図に示す。クライオスタットは液体窒素と真空層で断熱された冷却槽であり、ターレットディスクは1度に10本の試験片を冷却し、引張試験に供することができる。

試験結果の例

試験の実施例を第2図に示す。この図において、応力—ひずみ曲線の比例限を超えたあたりから曲線がのこ歯状になっている。これがセレーションであり、降伏による発熱と再冷却の繰返しにより生じる。

材料の引張強さは一般に常温の場合の1.5～2倍にも達し、強度が非常に高くなるのが極低温における引張試験の特徴である。



第2図 引張試験の実施例

C - 4

シャルピー衝撃試験

極低温用構造材料の重要な特性の1つに、じん性がある。それは、常温で使用されている構造材料の多くが、低温脆性を示すため、低温での急激な延性の低下が最も問題となる。

構造材料では、一般に低温になると延性が低下し、強度が高いほどじん性は低い。

低温じん性の評価には、試験法が簡便なところからシャルピー試験が最も広く利用されている。しかし、77K以下の温度の試験では、冷却に使用する液体水素や、液体ヘリウムからの試験片の取出しが困難なところから簡単ではなく、いくつかの方法が提案^{1)～4)}されている。

以下に当社のシャルピー試験方法を紹介する。

装置の構成

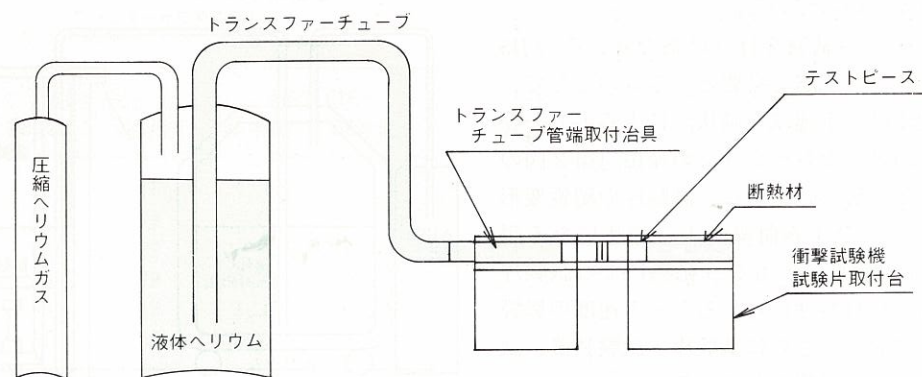
試験装置は30kgfm シャルピー衝撃試験機、50

～100 l 液体ヘリウムタンク、真空断熱トランスファーチューブおよび液体ヘリウムタンク内の圧力を制御するためのヘリウムガスボンベからなる。その構成図を第3図に示す。

試験片断熱のカプセルと冷却手順

試験片を液体ヘリウム温度に保持し、シャルピー試験を行うため、試験片に発砲スチロール板を巻く(カプセル)。そして試験片のノッチの位置を発砲スチロールにマークし、ノッチ位置に衝撃試験機のハンマーエッジがあたるように試験片をセットする。

ヘリウムボンベにより液体ヘリウムタンク内を加圧後、液体ヘリウムを発砲スチロールカプセル内に導入し、試験片を冷却する。所定の時間冷却後、試験を行う。



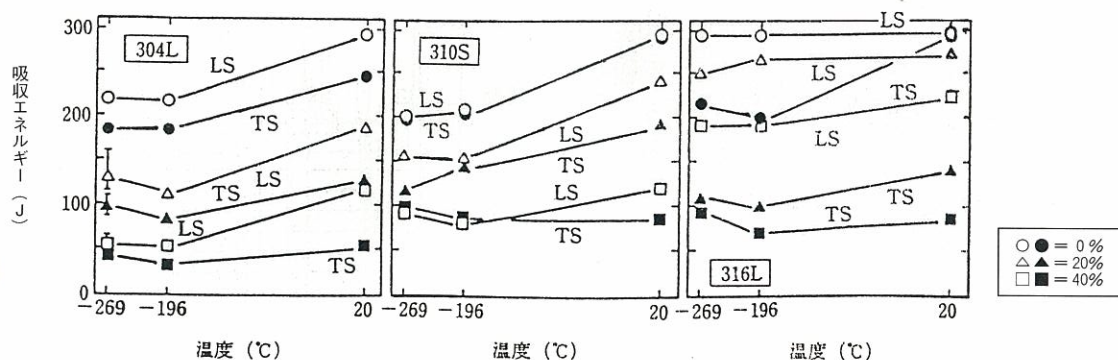
第3図 シャルピー衝撃試験装置構成図

- 1) S.Jin et al.: Advance in Cryogenic Engineering, Vol. 19 (1974), p. 379
- 2) 緒形俊夫ほか: 鉄と鋼, Vol. 69(1983), p. 641
- 3) 嶋田雅生ほか; 第27回低温工学研究発表会予稿集, (1981), B1-1, p. 23
- 4) Y. Takahashi et al.: Advance in Cryogenic Engineering, Vol. 28(1982), p. 73

衝撃試験の実施例

オーステナイト・ステンレス鋼は冷間加工性が良好で、極低温用には低炭素系のL材を使うが、強度は低い。それを補うために、冷間加工を積極的に利用して強度を上げることがある。第4図は冷間加工を施した代表的なオーステナイト・ステンレス鋼に冷間加工を施した際の衝撃吸収エネルギーを示す。図中の比率は冷間加工率を示す。冷

間加工によって吸収エネルギー値の低下はみられるが、脆化することはない。冷間加工による吸収エネルギーの低下は加工硬化とマルテンサイト相の出現による。そのほかオーステナイト・ステンレス鋼の衝撃吸収エネルギーの低下をもたらす要因として、700℃付近の温度にさらされる際の鋭敏化がある。これはクロム炭化物の粒界析出によるものである。粒界炭化物の析出防止のためにニオブ、モリブデンを添加したものもある。



第4図 オーステナイト・ステンレス鋼の低温域での吸収エネルギー
(LS: 圧延方向に平行、TS: 圧延方向に直角)

破壊じん性試験

C - 5

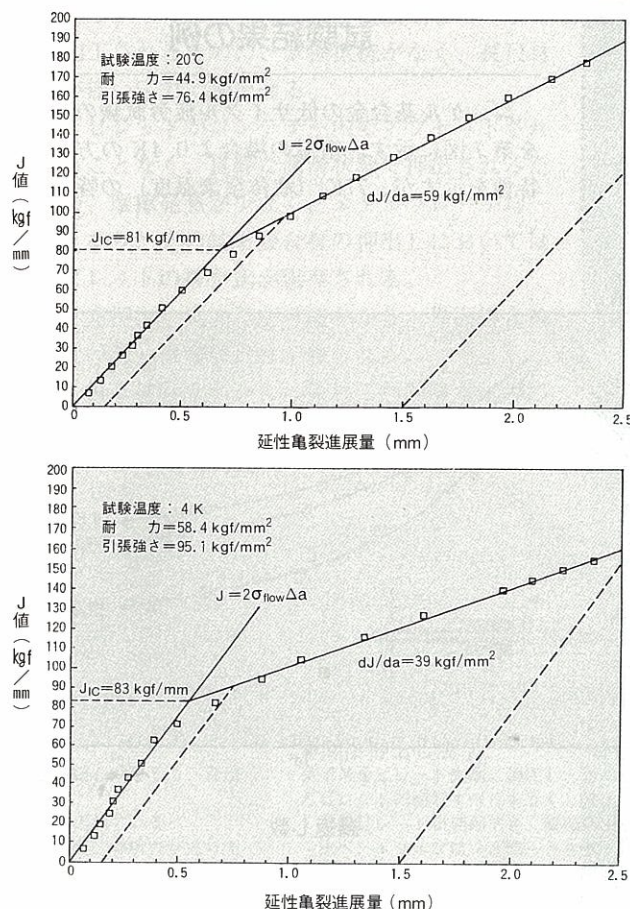
破壊じん性試験には、大別して ASTM E-399 で規定している K_{IC} 試験と、ASTM E-813 で規定している J_{IC} 試験がある。 K_{IC} 試験は低応力破壊領域の評価法であるため、極低温で実施することは少なく、通常は塑性領域も評価可能な J_{IC} 試験を行うことが多い。また、 J_{IC} 試験には1個の材料特性値を求めるために約5~6個の試験片を用いる複数試験片法と、試験片1個で材料特性値が得られる単一試験片法がある。複数試験片法は簡単な機器で行うことができるが、材料および費用の面から除荷コンプライアンス法(単一試験片法)が採用されることが多い。とくに、極低温では冷媒の液体ヘリウムが高価なことから除荷コンプライアンス法が多用される。

装置構成と試験手順

装置の構成および試験手順は、引張試験の場合とほぼ同様であり、ターレットディスクには一度に5本の試験片がセットできる。

試験結果の例

除荷コンプライアンス法を用いて、オーステナイト系鉄基合金の J_{IC} 試験を行った例を第5図に



第5図 破壊じん性試験の実施例

示す。一般に脆性材料は非常に低いじん性値となるが、オーステナイト系鉄基合金では、図のように延性亀裂の進展に対する抵抗値 (dJ/da) が、

4 K では室温の約 $\frac{1}{4}$ 程度になっているものの、破壊じん性値 (J_{IC}) はほとんど変わらない。

C - 6

疲労試験

疲労試験には弾性域で行う高サイクル疲労試験と、塑性域で行う低サイクル疲労試験および疲労亀裂伝播試験がある。極低温における低サイクル疲労試験については、現在 JIS 原案が作られており、これに準じて試験を実施している。そのほかの試験に関しては常温の場合の規格に準じて実施している。

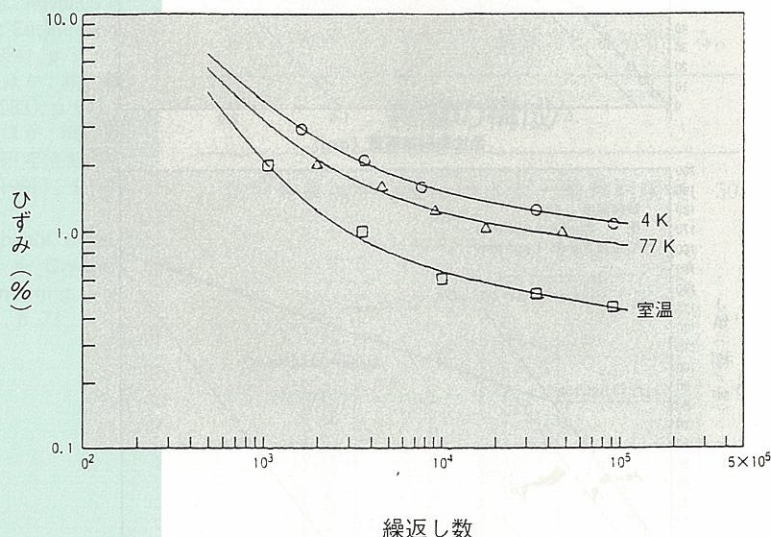
装置の構成

装置は5tfおよび10tfの電気油圧サーボ型疲労試験機にクライオスタットを取付けたもので、概要を第6図に示す。

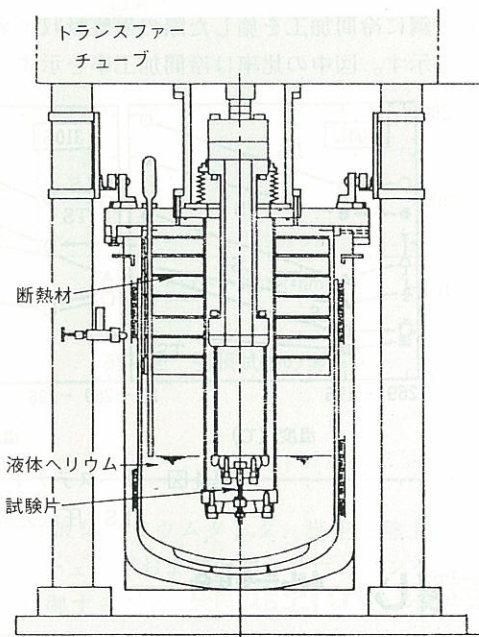
疲労試験の場合、試験時間が極めて長くなるため蒸発したヘリウムを補給する方法か、蒸発したヘリウムガスを回収し液化機で再液化する方法がとられる。

試験結果の例

ニッケル基合金の低サイクル疲労試験の実施例を第7図に示す。室温の場合より4 Kの方が高い特性を示すが、77 K (液体窒素温度) の特性に近い。



第7図 疲労試験実施例



第6図 疲労試験装置図

高サイクル疲労試験の場合、試験規格がまだないが、負荷速度の影響をうけることは低サイクル疲労の場合と同様であり、応力が高い場合には注意を要する。

疲労亀裂の伝播特性は、まだ試験例が少ないが、 $da/dN = C\Delta K^m$ で示される一般式の材料定数である C と m の値、および ΔK_{th} の値は室温の場合とほとんど変わらない。

最近、高温で超電導を示す材料がいろいろ開発され、研究室レベルでは4 Kという極低温を利用しなくてもよい時代になりつつある。しかし、工業的に高温超電導材料が供給されるようになるには、まだかなりの時間がかかると見込まれる。それまでの間、極低温技術は重要な役割を果たすものと思われる。

(神戸事業所 材料試験室 宮城 正雄)
(尼崎事業所 強度技術室 柳井 博)