

技術資料

UDC 539.41.5 : 620.17-973 : 669.018.41

極低温における金属、合金の機械的性質*

福島 英 二**

Mechanical Properties of Metals and Alloys at Cryogenic Temperatures

Eiji FUKUSHIMA

1. ま え が き

近年極低温機器の開発やそれに関連した研究が盛んになるにつれ、液体ヘリウム温度付近での金属、合金の機械的挙動に強い関心が払われるようになった。それは極低温機器が断熱をよくするため多くの場合弱い構造をとらざるをえないにもかかわらず、つねに 100% の安全性、信頼性を要求されるなどの事情によつてゐる。しかば極低温機器にはどんな強度上の問題があるのだろうか。磁気浮上超高速車両についてこの点を概観すると表 1 のとおりである。磁気浮上超高速車両、とくにその低温システムについては種々の方式が検討されているが¹⁾、ここでは熱効率のすぐれたクロードサイクル冷凍機を各車両にひとつずつ配備する方式を例示した。極低温機器にはこのように強度上多くの問題があるが、それらを整理すると静的な負荷による変形や破壊の問題と疲れによる破壊の問題に大別される。そこで本報ではとくに代表的な静的性質である引張性質と動的な疲れ性質を中心に極低温での機械試験方法²⁾³⁾、極低温での各種金属、合金の機械的挙動に関する興味ある事例^{4)~23)}を紹介するとともにそれらの実際への応用についても触れることとしたい。

2. 極低温での機械試験

2.1 概要と問題点

通常低温を得るには室温に近い範囲は寒剤、それ以下は液体窒素、さらにそれ以下はたとえば液体ヘリウムを用いるのが一般的であるが²⁴⁾、著者の経験では機械試験については液体窒素温度をさかいにわけて考えるのが便利のようである。液体窒素温度までの機械試験はいわば室温の延長と考えることができるが、それ以下では試験片の冷却がむずかしくなると同時に冷媒が高価になるため装置の構成や試験の実施にあたってそれらの点への配慮が必要になる。そのため極低温用機械試験装置には所定の極低温が精度よく得られると同時に冷媒の使用量が

少なく能率的であることが要求される。

極低温での機械試験に用いられる装置は一般に試験機、クライオスタット、温調器、冷媒の供給系、回収系などからなる。それらの中で技術的に最も問題にされるのはクライオスタットでそれはデュワ、試験片を装着してデュワに装入される中子、デュワに冷媒を注入するトランスファ管などからなる。液体窒素温度までの機械試験に用いられるデュワは短時間使用のものであれば単純な金属製容器を断熱材で覆う程度のもので済むが、液体窒素温度以下では超断熱層や予冷層を有する多層構造でないと機能を発揮できない。中子も液体窒素温度以下で用いられるものは試験片を効果的に冷却するための細かな工夫が必要である²⁾³⁾。試験片の冷却方法には冷媒に浸漬する方法、細孔より冷媒を噴射する方法、デュワの底と試験片周囲にヒータを設け蒸発する冷媒ガスによる冷却と試験片周囲のヒータによる加熱を組合わせて所定の温度を得る方法などがある。それらにはそれぞれ長短があり浸漬法は確実な試験温度が得られる半面それが冷媒の沸点に限られる。噴射法やヒータ法は比較的容易に任意の温度が得られる半面試験片の温度分布を若干犠牲にしなければならない。また噴射法は比較的多量の冷媒を要するが冷却部の構造は簡単であり、ヒータ法はヒータの容量決定などに経験を要するが冷媒の使用量が少ないなどの特長があり、結局それらは目的に応じ特長を生かして使いわけるのがよいようである。また冷媒の使用量を節減するためにクライオスタットの上部を予冷する方法はしばしば採られるところであるが、それについては後述の実施例に示すように予冷箇所を適切に選ばばかなりの効果を期待することができる。

2.2 引張および疲れ試験用クライオスタット

まず引張試験用クライオスタットであるが、それについては著者ら²⁾³⁾が試作した内部を減圧することにより -271°C までの温度で使用できるヒータ法によるものを紹介しよう。クライオスタットの構造を示す縦断面図を図 1 に示す。上方のわくはプル・ロッドの中心と試験機

* 昭和 50 年 4 月 7 日受付 (Received April 7, 1975) (依頼技術資料)

** 東京芝浦電気(株)総合研究所 金属セラミック材料研究所 (Metals and Ceramics Laboratory, Toshiba Research and Development Center, 1 Toshiba-machi Komukai Saiwai-ku, Kawasaki)

表 1 磁気浮上超高速車両の構成、要求性能および強度上の問題点

	構 成	要 求 性 能	強 度 上 の 問 題 点
クライオスタット	超電導電磁石	超電導安定性	変形による他のコンポーネントとの接触
	強度支持メンバー	信頼性, 軽量	変形による他のコンポーネントとの接触, 疲労破壊
	内 槽	小型軽量	熱応力, 事故時を考慮した耐圧設計の必要性
	外 槽		熱応力, 事故時を考慮した耐圧設計の必要性
	シールド		
	細 管		継部の疲労破壊
圧 縮 機	圧 縮 機	可動部の信頼性・気密性, オイルフリー, 小型軽量	
	電 動 機	小型軽量	
	冷 却 器		
冷 凍 液 化 機	膨 張 機	可動部の信頼性, 小型軽量, 保守の容易さ	
	熱 交 換 器		疲労破壊
	低温弁, JT弁	弁端より洩れがないこと, つまりを生じないこと	
	付 属 機 器 (安全弁, チェック弁, レリーフ弁等)		
低 温 分 配 系	リ ザ ー バ		熱応力, 事故時を考慮した耐圧設計の必要性
	トランスファチューブ		熱応力, 気液2相不安定流による疲労破壊
	低温分配弁, 継手	熱浸入が小さいこと	継部の疲労破壊
そ の 他	液 面 制 御 器	信 頼 性	
	温 度 計	信 頼 性	

の荷重軸を一致させようよう可動の構造であり中子は試験片の標点間の伸びを差動トランスに伝える機構を有している。試験片はプル・ロッドの下端と円筒の底板の間に装着され、周囲には均一な試験温度を保持するための銅くずの詰めものが施されている。プル・ロッドは何本も装入して試験能率の向上をはかりたいところであるが、本数を増やすと熱の流入も増えるので試作したクライオスタットでは3本を装入するにとどめた。熱電対は温調用と試験片の温度を直接測定するものが装入されている。クライオスタットはこのように限られたスペースに多くのものを収納した構造になるが、熱の流入防止の

工夫を施し予冷を完全に行なえばヘリウムの自然蒸発速度を 1 l/hr 以下に抑えることは比較的容易で、上述のクライオスタットではヘリウム自然蒸発速度は予冷を行なわない場合 1.15 l/hr であったのに対して予冷を行なった場合は 0.94 l/hr であった。

次に疲れ試験用クライオスタットについては、図2に著者ら⁶⁾が試作した引張・圧縮繰り返し式の疲れ試験用クライオスタットを示す。これは高サイクル疲れ試験機に付属させて使用するもので、構造は試験時の試験片の温度上昇を防ぐため冷媒に浸漬する方法を採っているほかはさきの引張試験用のものと大体同様である。これの

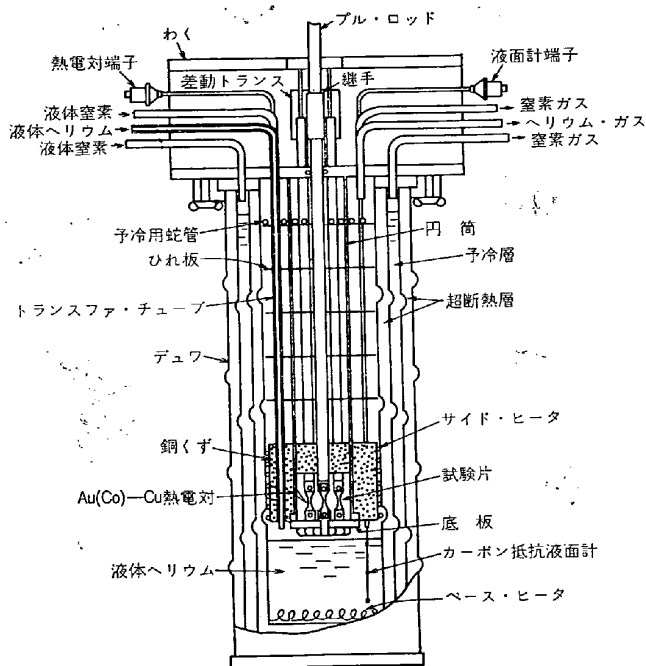


図 1 引張試験用クライオスタット

ひとつの特長は繁雑を避けるため図示しなかつたが、液面計の指示にしたがいタンクからくみあげた冷たい冷媒ガスを加熱して再びタンクに送り内圧をあげて冷媒をクライオスタットに自動補給する装置を付属させた点である。試作したクライオスタットの性能はロッドの上方をくり抜いて予冷するなどの工夫によりかなりよく、液体ヘリウムの自然蒸発速度は 0.55 l/hr であった。このほかに SCHWARTZBERG ら²⁵⁾はデュフの上下からロッドを装入する形式の疲れ試験用クライオスタットを試作し液体水素温度で使用している。SCHWARTZBERG らのクライオスタットではデュフは下のロッドとともに試験機の板にマウントされ、デュフと下のロッドの間にはベローズが入れている。彼らは中心をくり抜いたロッドを用いているが、著者の経験では一般には上下からロッドを装入する形式はロッドと円筒を上方のみから装入する形式にくらべて冷媒の使用量がやや多いようである。

3. 極低温での各種金属、合金の引張性質

3.1 引張試験結果と歪硬化

極低温での各種金属、合金の引張試験結果についてはすでに種々のことが明らかにされているが^{4)10)~13)23)}ここではとくに極低温で擬脆性破壊を示す 13Cr 鋼と温度の降下に伴い伸びの増大のみられる銅について引張強さ、降伏応力、伸び、絞りをもとめて図 3 に示す。図 4 はそれらの各温度での真応力-真歪曲線である。ここで破断点での真応力は破断部のくびれの曲率半径を測定し DAVIDEUKOV ら²⁷⁾²⁸⁾の式を用いて求めたものである。図にみられるように fcc, cph 金属、合金の歪硬化は歪と

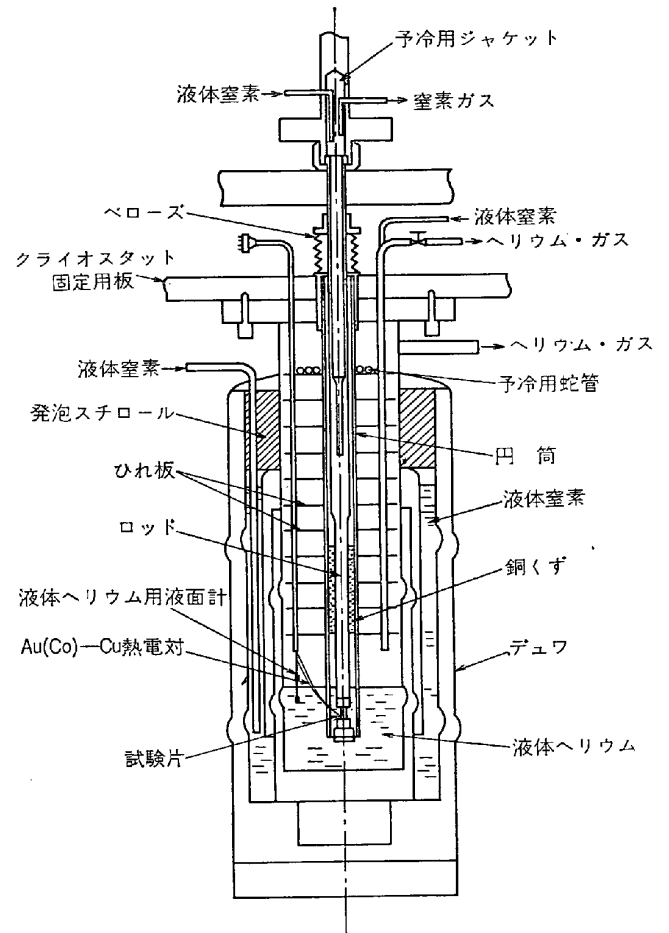


図 2 疲労試験用クライオスタット

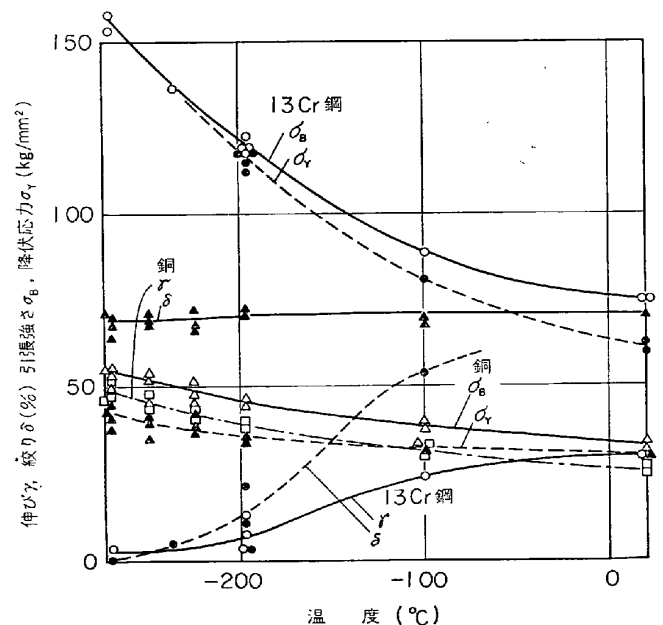


図 3 極低温での 13Cr 鋼、銅の引張強さ、降伏応力、伸びおよび絞り

ともに曲線的にかわるが bcc 金属、合金では極低温で歪硬化が直線的で、その勾配すなわち歪硬化率が非常に小さい。図 5 は極低温での軟鋼、13Cr 鋼、銅、チタン(比較的純度の高いチタン¹²⁾、以下 T-1 という)の歪

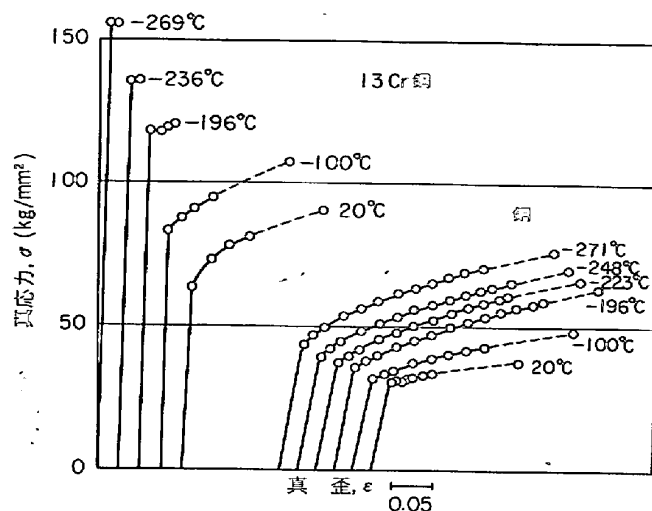


図 4 極低温での 13 Cr 鋼と銅の真応力-真歪曲線

表 2 極低温での各種金属, 合金の歪硬化指数

金属, 合金	温度 (°C)	塑性歪範囲	歪硬化指数
アルミニウム (A1100B E-F)	20	$\varepsilon \leq 0.041$	0.86
		$0.041 \leq \varepsilon$	0.06
	-196	$\varepsilon \leq 0.050$	0.81
		$0.050 \leq \varepsilon \leq 0.140$ $0.140 \leq \varepsilon$	0.41 0.15
	-269	$\varepsilon \leq 0.040$	0.99
		$0.040 \leq \varepsilon \leq 0.155$ $0.155 \leq \varepsilon$	0.82 0.35
銅 (TCuBD2-H)	20	$\varepsilon \leq 0.017$	0.59
		$0.017 \leq \varepsilon$	0.32
	-196	$\varepsilon \leq 0.025$	0.92
		$0.025 \leq \varepsilon \leq 0.120$ $0.120 \leq \varepsilon$	0.71 0.30
	-271	$\varepsilon \leq 0.025$	0.77
		$0.025 \leq \varepsilon \leq 0.095$ $0.095 \leq \varepsilon$	0.67 0.43
18-8ステンレス鋼 (SUS304)	20	$\varepsilon \leq 0.123$	0.78
		$0.123 \leq \varepsilon \leq 0.345$ $0.345 \leq \varepsilon$	0.97 0.14
	-196	$\varepsilon \leq 0.180$	1.75
		$0.180 \leq \varepsilon \leq 0.300$ $0.300 \leq \varepsilon$	1.09 0.25
	-271	$\varepsilon \leq 0.060$	2.85
		$0.060 \leq \varepsilon$	1.33
チタン (T-1)	20	$\varepsilon \leq 0.014$	0.60
		$0.014 \leq \varepsilon \leq 0.040$ $0.040 \leq \varepsilon$	0.77 0.30
	-196	$\varepsilon \leq 0.029$	0.85
		$0.029 \leq \varepsilon \leq 0.290$ $0.290 \leq \varepsilon$	1.08 0.24
	-269	$\varepsilon \leq 0.050$	0.69
		$0.050 \leq \varepsilon \leq 0.260$ $0.260 \leq \varepsilon$	1.01 0.40

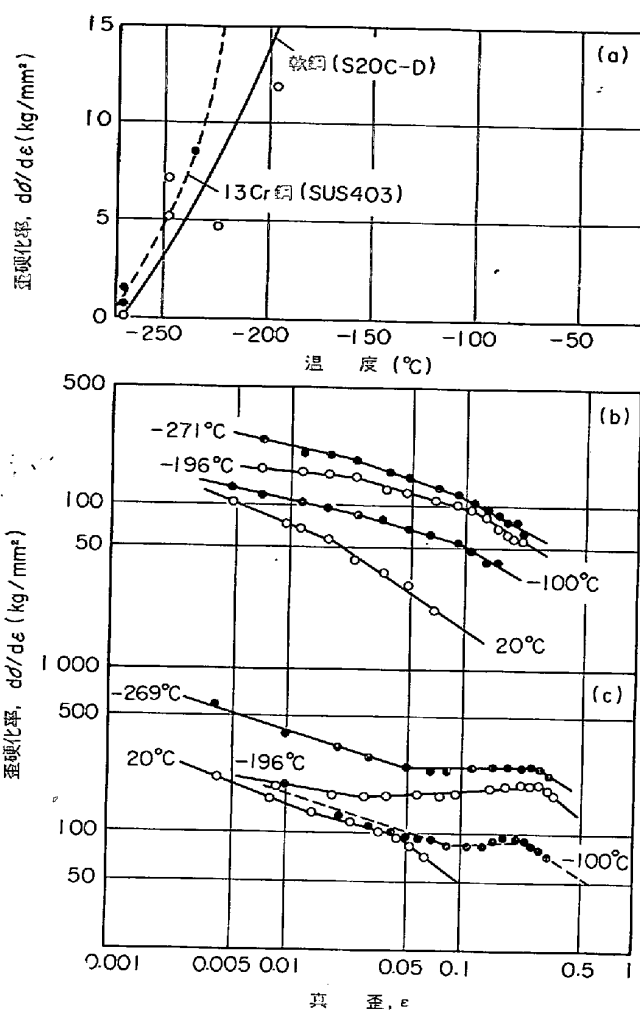


図 5 極低温での軟鋼, 13Cr 鋼, 銅, チタン(T-1)の歪硬化率

(a) 軟鋼(S20C-D), 13Cr 鋼(SUS403),
(b) 銅(TCuBD2-H), (c) チタン(T-1)

硬化率である。軟鋼, 13 Cr 鋼では図 5 (a)にみられるように温度とともに歪硬化率が減少し, 0°K (-273°C)ではその値がほとんどゼロに等しくなる。また fcc, cph 金属, 合金の歪硬化は図 5 (b), (c)にみられるように歪硬化率の変化の傾向の異なる 2, 3 段階を経て進行する。他の金属, 合金の場合もほぼ同様な結果である。これらの曲線の勾配から各種金属, 合金の各塑性歪領域での歪硬化指数を求めた結果をまとめて表 2 に示す。表で歪硬化指数の小さい歪硬化の最後の段階は, 不安定変形に移る前の放物線状硬化領域である。アルミニウムと銅では歪硬化指数は歪とともに減少するがチタン(T-1)ではとくに低温で歪硬化指数がほぼ 1 に等しい直線状硬化領域の存在が明りようにみられる。また 18-8 ステンレス鋼では変形誘発のマルテンサイト変態に関連して低温での変形初期における歪硬化指数が大きく, とくに -269°C, -271°C では不安定変形に移る前の放物線状硬化領域を経ることなく直線状硬化領域から直接不安定変形に移行する⁴⁾。

3.2 降伏応力の熱、非熱成分と降伏の活性化エネルギー・活性化体積

低温での金属、合金の降伏応力は転位の運動に対する短範囲の障害に関連する熱成分 σ^* 、転位の運動に対する長範囲の障害に関連し剛性率に比例する非熱成分 σ_μ および結晶粒サイズの影響をあらわす項の和として一般に次式で表わすことができる²⁶⁾。

$$\sigma = \sigma^* + \sigma_\mu + Kd^{-1/2} \quad (K: \text{定数}, d: \text{結晶粒径}) \quad (1)$$

ここで結晶粒サイズの影響は窮極的には一定の歪を生ずるのに必要な転位密度の相違の問題に帰結し σ^* および σ_μ に組み入れて考えることができる²⁶⁾。いま著者らの研究¹⁴⁾により得られた各種金属、合金の降伏応力を剛性率で除した値を相対温度 T/T_m (ともに $^\circ\text{K}$, T_m は融点) に対して示すと図6にみられるような曲線になる。ここで剛性率 μ には極低温での実測値がほとんど知られていないためヤング率 E の外挿値^{29)~33)}に $\mu = 3/8 \cdot E$ ³⁴⁾なる関係を適用して得た値を用いた。図6の高温側では曲線が横軸に平行になり、この部分を低温側に延長して求まる σ_y は各金属、合金の降伏応力の非熱成分 $\sigma_{y,\mu}$ であり、降伏応力のそれからの増分は熱成分 σ_y^* と考えることができる。図6にみられるようにチタンを除いて他の金属、合金では $T/T_m = 0.2 \sim 0.3$ で曲線が横軸に平行になる。また bcc 合金の軟鋼、13Cr 鋼では $T/T_m = 0.2$ 以下で曲線が急上昇し降伏応力 σ_y に占める熱成分の比率が急増する。図6からこのようにして得られる各種金属、合金の 0°K での降伏応力の熱成分 σ_y^* 、非熱成分 $\sigma_{y,\mu}$ はたとえば 13Cr 鋼では $\sigma_y^* = 91.6 \text{ kg/mm}^2$, $\sigma_{y,\mu} = 64.9 \text{ kg/mm}^2$, 銅では $\sigma_y^* =$

10.5 kg/mm^2 , $\sigma_{y,\mu} = 32.0 \text{ kg/mm}^2$, チタン(T-1)では $\sigma_y^* = 54.6 \text{ kg/mm}^2$, $\sigma_{y,\mu} = 10.4 \text{ kg/mm}^2$, 酸素を 0.29 wt% 固溶しているチタン¹²⁾ (以下 T-2 という) では $\sigma_y^* = 113.9 \text{ kg/mm}^2$, $\sigma_{y,\mu} = 11.6 \text{ kg/mm}^2$ である。極低温で bcc 金属、合金の降伏応力の熱成分が大きいことは、よく知られているように変形がパイエルス機構に支配されることに関連している。また cph のチタンでは酸素を多量に固溶している T-2 の熱成分が T-1 にくらべて著しく大きい、これは侵入型の不純物原子が転位の運動に対し短範囲の障害として有効に作用することを示している。

次に極低温での金属、合金の降伏が転位の熱活性化による障害のりこえの機構に律速されると仮定し次式²⁶⁾より各金属、合金の極低温での降伏の活性化エネルギー H および活性化体積 V^* を求める¹⁴⁾。

$$H = -kT^2 \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \sigma_y} \right)_T \left(\frac{\partial \sigma_y^*}{\partial T} \right) \dot{\epsilon} \quad (2)$$

$$V^* = 2kT \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \sigma_y} \right)_T \quad (3)$$

ここで k はボルツマン定数, T は絶対温度, $\dot{\epsilon}$ は歪速度である。 $(\partial \sigma_y^* / \partial T) \dot{\epsilon}$ には図6から得られる降伏応力の熱成分と温度の関係の曲線の勾配を用い, $(\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \sigma_y)_T$ には変形の途中で歪速度を変えそのときの変形応力の変化分を用いて $\Delta \ln \dot{\epsilon} / \Delta \sigma$ を求め、それを $(\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \sigma_y)_T$ の代りに用いる¹⁴⁾。このようにして得られた各金属、合金の降伏の活性化エネルギー、活性化体積を図7(a), (b)に示す。活性化エネルギーはいずれの金属合金でも温度とともにほぼ直線的に増大するがその勾配は各金属、合金でまちまちである、活性化体積については、fcc 金属のアルミニウム、銅の値は 0°K でも $30b^3$ 以上と大きい、bcc 合金の軟鋼、13Cr 鋼の値は変形がパイエルス機構に支配されることに関連して $5b^3$ 以下と非常に小さい。また cph 金属のチタンでは 0°K での活性化体積は $9b^3 \sim 15b^3$ で bcc と fcc の中間であるが、他の結晶系の金属、合金と異なり温度の上昇に伴う活性化体積の増大がゆるやかでかつ直線的である。

3.3 軟鋼、13Cr 鋼の擬脆性破壊と銅の伸びの増大

次に極低温での特長的な現象である bcc 金属、合金の擬脆性破壊と銅の伸びの増大について述べる。

図3にみられるように極低温で破壊した 13Cr 鋼には 7% 以下の伸びと 14% 以下の絞りが見られ、その破壊は瞬間的に生ずるものの、厳密な意味での脆性破壊ではない。図8はそれに関連して極低温で破壊した代表的な試験片(軟鋼、13Cr 鋼)の破面付近のプロフィールを観察した結果である¹⁴⁾。平行部には均一伸びによる半径の減少はほとんどみられないにもかかわらず、破断部付近には明らかにくびれの形成がみられる。これは破壊のとき少なくとも破断部付近は降伏点に達していることを意味しており、図3に示したように極低温では破壊応力

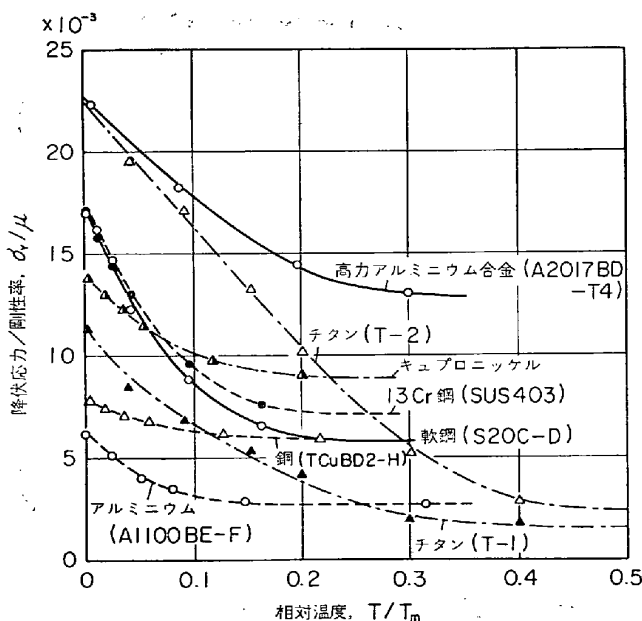


図6 極低温での種々の金属、合金の降伏応力/剛性率と相対温度の関係

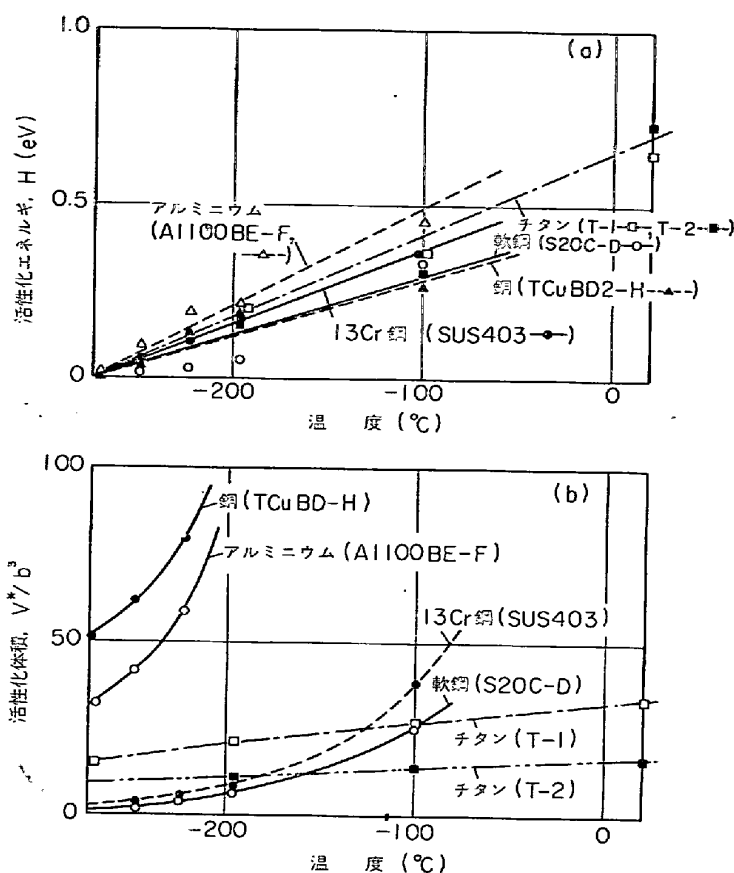


図7 極低温での種々の金属、合金の降伏の活性化エネルギー、活性化体積
(a) 活性化エネルギー、(b) 活性化体積

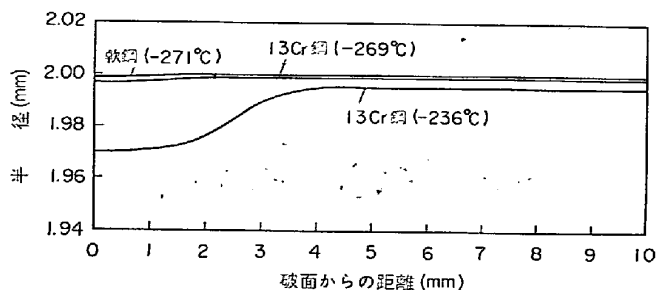


図8 極低温で破壊した軟鋼、13Cr鋼試験片の破面付近のプロファイル

と降伏応力を一致させて考えるべきことを示すと考えられる。また何故このような破壊形式をとるかについては、さきに図5で示したように極低温での軟鋼、13Cr鋼の歪硬化率が非常に小さいことから、脆性破壊は変形が平行部全体に伝播することなく、はじめに変形した部分のみ変形を続行しそこで破断する現象と考えることができる。

次に極低温での銅の伸びの増大については、極低温では銅の歪硬化率の増大が顕著であるため¹⁴⁾まずその影響があげられる。また伸びを均一伸びと不安定伸びにわけ

ると、不安定伸びが温度によらずほぼ一定しているのに対して、均一伸びは温度の降下に伴い顕著に増大することが知られている¹¹⁾。したがって極低温での銅の伸びの増大は歪硬化率の増大に伴う均一伸びの増大によるといえるが、いまひとつ極低温では銅は変形双晶を生じやすくなるのでその影響が考えられる¹¹⁾¹⁴⁾。すなわち極低温での銅の伸びの増大には歪硬化率の増大とからみ合せて変形双晶の形成が顕著になることの影響があると考えられる¹⁴⁾。

3.4 セレクション変形

極低温では多くの金属、合金にセレクション変形がみられることが知られており¹⁵⁾¹⁸⁾²¹⁾³⁵⁾³⁶⁾、BLEWITTら¹⁵⁾や COLLINSら³⁶⁾はその機構を双晶やマルテンサイトの生成から説明しようとしている。しかしアルミニウムやアルミニウム合金など双晶やマルテンサイトを生じない金属、合金にもセレクションがみられるため彼らの説明は完全なものではない。この不備を解消するため BASINSKI¹⁸⁾は転位の熱運動が起りにくい極低温では変形による断熱的な発熱が原因となり、局所的、瞬間的にセレクション変形を生ずると説明している。たしかにセレクションの際の変形と発熱はほとんど同時であるが、この説明には少し無理があるように思われ、発熱はセレクションの原因というより結果として荷重降下に伴って生ずると考える方が自然のように思われる。このようにみると極低温でのセレクション変形をよりよく理解するにはその原因をあるひとつの機構に求めるよりも、観察されるセレクションの特長と形態を整理し、事実に基づいて解釈を与える方がよいように思われる⁷⁾。このような観点から極低温でのセレクション変形をみると、それは(1)マルテンサイト変態を伴うもの、(2)変形双晶の形成を伴うものおよび(3)粗大すべりを伴うものに分類される⁷⁾。これらの中で(1)の型の18-8ステンレス鋼にみられるセレクションについてはすでに著者ら⁹⁾によりそれが局所的なもので、変形に伴う発熱の大部分がマルテンサイト変態の潜熱放出によることから荷重降下の主要な部分をマルテンサイト変態が担うことが結論されている。また変形双晶の形成を伴う(2)の型のセレクションは、極低温に限らずしばしばみられるが³⁷⁾、極低温では銅、チタンなどの線図に観察される⁷⁾。この場合も1回のセレクションで双晶を生ずる領域は局所的で、それにより多結晶では非常に数多くの双晶の形成がみられる⁷⁾。次に粗大すべりを伴う(3)型のセレクションについては、アルミニウムにみられる例⁷⁾を写真1に示す。アルミニウムでは -269°C 、 -270°C 付近がセレクションを生ずる臨界点のようで、この辺ではセレクションを検出しにくいのであるが、写真1は結晶粒を粗大化させたアルミニウムにたまたまみられたセレクションである。写真1には幅広い粗いすべりの他

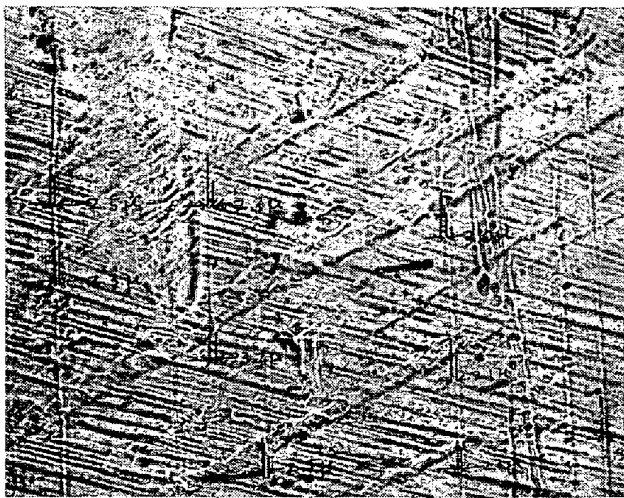
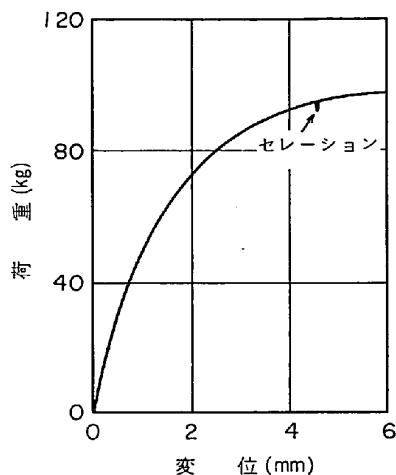


写真 1 セレーションに伴いアルミニウム (A1100 B F-F) 表面に形成された粗いすべり

にも多くのすべり線がみられるが、それらは平行部全面に生じており、あらかじめ引張方向に直角にひいておいた細線のずれが小さいことからその1本の形成に伴う伸びは小さく、それはセレーション以外の変形で生じたものとするのが妥当である。それに対して幅広い粗いすべりは数本が束になり、うち5本は試験片を横断して平行部の1個所に局所的に生じている。さらにこの場合は、引張方向に直角な細線のずれから求められる粗いすべり形成による伸びと、荷重-伸び線図上のセレーションによる伸びが大体一致することから、アルミニウム、アルミニウム合金にみられるセレーションは粗いすべりの形成によるもので、それがセレーションの荷重降下を担うことが知られる。さらにこのような粗いすべりを生ずる理由は、極低温では転位の運動性が低下し、アルミニウムでも一定の応力を加えたとき動ける転位の数はクロスすべりを生じにくくなることを含めて少ない。しかも写真の上の図にみられるように、セレーションを生ずるのはアルミニウムとしてはかなり変形応力が

高くなつてからである。このような状態で転位がいつたん運動を始めると、クロスすべり機構などにより隣接したごく限られた部分のみきわめて大きな変形を生ずることが可能になるものと考えられる。

以上極低温でみられるセレーションには3つの型があることを述べたが、それらをまとめて表3に示す。銅やチタン (T-1, T-2) にみられる双晶の形成を伴うセレーションでは、とくに銅で応力振幅が小さく1%伸びあたりに生ずるセレーションの数が多い点が目につく。銅の応力振幅が小さいことについては、試料が多結晶体であるためはつきりしたことは言えないが、銅では1セレーションあたり生ずる双晶の数がチタン (T-1, T-2) にくらべて少ない⁷⁾ ことなどが影響しているのかもしれない。また粗大すべりを伴うアルミニウム、高力アルミニウム合金にみられるセレーションでは、セレーションを生ずる領域で歪硬化率が小さい点に特長がみられる。吉岡ら³⁸⁾は Al-Zn 合金について、中村ら³⁹⁾は Al_3Li を含む Al-Li 合金単結晶について、それぞれ粗いすべりを伴うセレーションを見出しており、中村らはそのようなセレーションを Johnston 型の降伏⁴⁰⁾の繰り返しと考え、その条件として荷重降下を生ずる前に運動できる転位密度が低くなること、およびセレーションを生ずる領域で歪硬化率が小さいことをあげている。上述のアルミニウム、高力アルミニウム合金の場合はまさにこの条件に適合し、それらにみられるセレーションは Johnston 型の降伏の繰り返しとみることができる。

4. 極低温での各種合金の疲れ性質

4.1 アルミニウム合金、チタン合金の疲れ性質

磁気浮上超高速車輛の強度支持メンバーをはじめ極低温で疲れが問題になる箇所にはしばしば用いられる材料には、18-8 ステンレス鋼のほかにアルミニウム合金(たとえば A2014*)、チタン合金(たとえば Ti-5Al-2.5Sn, ELI)があげられる。これらについてはすでに SCHWARTZBERG ら²⁵⁾が液体水素温度までの疲れ性質をしらべている。彼らはアルミニウム合金については両振り、チタン合金については引張り片振りで実験しており、耐久限度比をアルミニウム合金 (A2014-T6) については -196°C で 0.29、 -253°C で 0.46 と、またチタン合金 (Ti-5Al-2.5Sn, ELI, 焼なまし) については -196°C で 0.65、 -253°C で 0.55 と求めている。ここでアルミニウム合金の耐久限度には便宜上 S-N 曲線の外挿値を用いている。彼らは A2219** や Ti-6Al-4V など他のアルミニウム合金、チタン合金についても疲れ性質をしらべているが、A2219 についてはとくに低温での疲れ強さのばらつきが大きく、また Ti-6Al-4V では混在

* アルミニウム合金 A2014 の主要化学成分 Si 0.8%, Cu 4.4%, Mn 0.8%, Mg 0.5%, 残り Al。

** アルミニウム合金 A2219 の主要化学成分 Cu 6.1%, Mn 0.3%, Zr 0.15%, V 0.1%, Ti 0.05%, 残り Al。

表 3 極低温でみられるセレーシヨンの種類と特長

試料および塑性変形の領域	変形部の形態	応力振幅 $\Delta\sigma$ (kg/mm ²)	振動数 f (回/1%伸び)	歪硬化率 $d\sigma/d\varepsilon$ (kg/mm ²)	荷重-伸び線図の特長
18-8ステンレス鋼 (-269°C, -271°C) 降伏伸びの領域	マルテンサイト	5.6~13.3(11.0)*	1~2(0.8)*	-290~180	線図の勾配が歪とともに増大
均一伸びの領域	マルテンサイト	4.1~10.3(7.2)	1~2(0.9)	180~700	
不安定変形の領域	マルテンサイト	7.9~15.2(11.3)	1~2(0.8)	700	
高力アルミニウム合金(-269°C)	粗大すべり	5.3~10.7(7.5)	1~2(1.8)	105~265	105
均一伸びの領域	粗大すべり	9.2~9.6(9.3)	1~2(1.2)	105	
不安定変形の領域					
銅(-271°C)	変形双晶	0.2~1.1(0.6)	13~20(16.3)	78~255	78
均一伸びの領域	変形双晶	1.3~2.1(1.8)	6~10(7.7)	78	
不安定変形の領域					
チタンT-1(-269°C)	変形双晶	0.6~6.83(4.6)	1~4(2.5)	200~590	200
均一伸びの領域	変形双晶	1.0~17.6(8.2)	1~2(1.5)	200	
不安定変形の領域					
チタンT-2(-269°C)	変形双晶	2.0~41.3(13.0)	1~2(1.1)		線図の形状が不規則

* () 内の数字は平均値

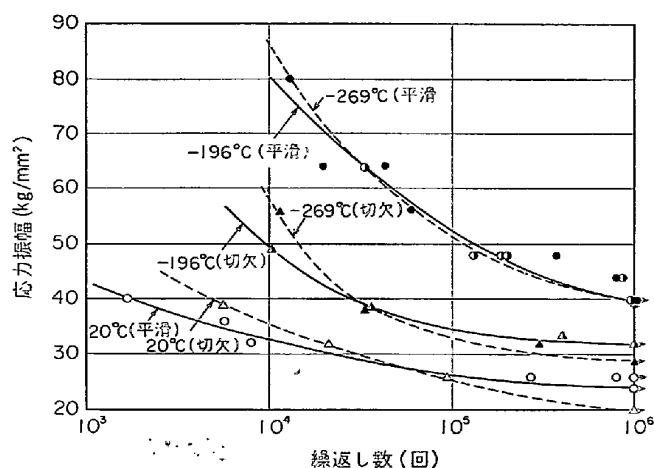


図 9 20°C, -196°C および -269°C における 18-8 ステンレス鋼の平滑および切欠試験片の S-N 曲線

する少量の bcc 相 (β) のため -196°C 以下で靱性が低下することを指摘している。

4.2 ステンレス鋼の疲れ性質

18-8 ステンレス鋼は疲れが問題になる箇所にも広く用いられており、その極低温での疲れ性質を知るとは超高速車輛の強度支持メンバーの信頼性保証にも関連して重要である¹⁾。図 9 は著者ら⁶⁾⁸⁾⁹⁾が得た 18-8 ステンレス鋼平滑材、切欠材の室温から -269°C での S-N 曲線である。切欠試験片には環状 60°V みぞつき、切欠先端の半径 0.12 mm、切欠の形状係数 3.55 のものを用いている。切欠材の疲れ強さは室温の高応力、低繰返し数側を除き一般に平滑材の疲れ強さより低く、平滑材の -196°C の曲線と -269°C の曲線は大体一致している。繰返し数 10^6 回での疲れ強さを用いて得た切欠係数、切欠感度係数はいずれも温度の降下に伴い増大しており⁸⁾、また平滑材の疲れ強さ/引張強さ比は -196°C で

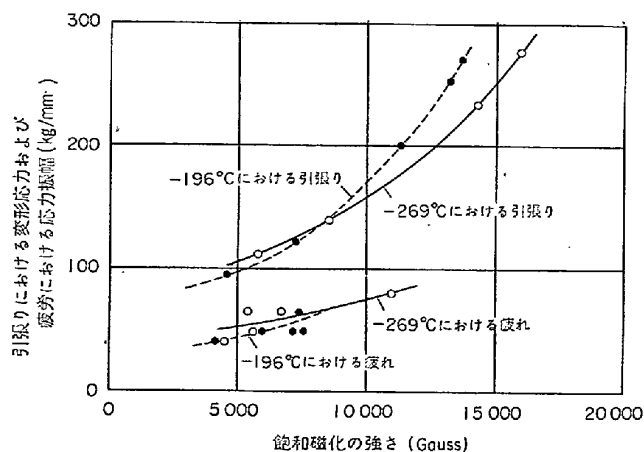


図 10 変形応力および応力振幅と飽和磁化の強さの関係

0.26, -269°C で 0.24 で、炭素鋼、構造用合金鋼の耐久限度比(0.40~0.50)⁴¹⁾⁴²⁾にくらべてかなり小さい。しかしこれには破断点でのマルテンサイト生成量が引張りとは疲れで異なることが影響していると考えられ⁸⁾、図 10 に示すように同一マルテンサイト(α')生成量で引張りの変形応力と疲れの応力振幅をくらべると -196°C, -269°C とともに応力振幅は変形応力の約 1/2 になっている。ここで引張りは変形応力を飽和磁化の強さで表わした α' 生成量に対して示したものであり、疲れは $10^3 \sim 10^6$ 回の繰返しで破壊した試験片の応力振幅を破面付近での α' 生成量に対してプロットしたものである。

次に破面でのマルテンサイト生成の様子を X 線分析および磁性測定によりしらべた結果⁶⁾⁸⁾では、平滑材、切欠材ともに -196°C, -269°C では破面付近にかなり多量の α' と少量の ϵ' の存在が認められている。 α' 生成量はいずれの温度でも応力振幅とともに増大するが、平滑材と切欠材では切欠材の方が多量である⁸⁾。また平

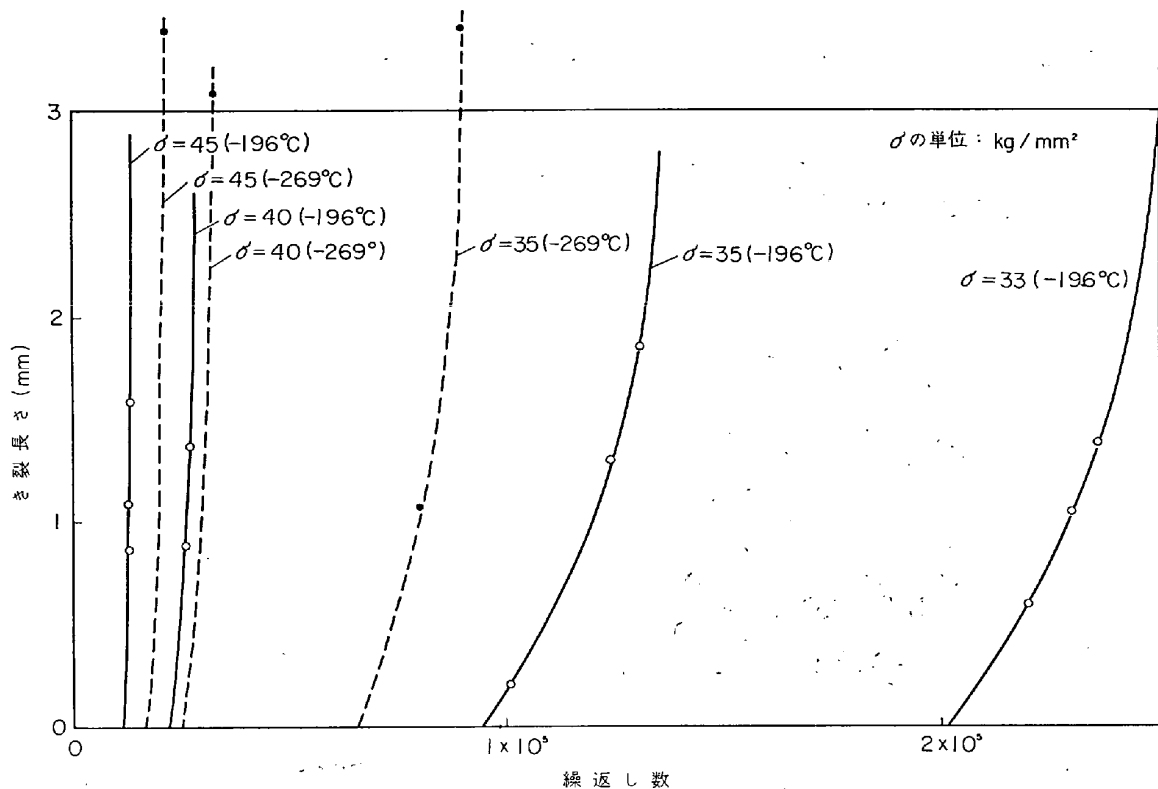


図 11 極低温における 18-8 ステンレス鋼の疲れき裂の進展

滑材の -196°C と -269°C での α' 生成量は大体同程度であるが⁶⁾、これはさきの図 9 で平滑材の -196°C と -269°C の S-N 曲線がほぼ一致していることを裏づけるものと理解することができる。

4.3 18-8 ステンレス鋼の疲れき裂の発生、進展とマルテンサイト変態

次に疲れき裂の発生、進展について、図 11 に -196°C および -269°C で応力集中係数 4.2 の片側切欠付き試験片を用いて応力振幅 33~45 kg/mm^2 の範囲で著者ら⁹⁾ が得た疲れき裂進展曲線を示す。室温では疲れき裂は寿命の初期に発生してゆつくり進展し遷移段階、定常段階、加速段階が明瞭に区別されるが³⁸⁾⁴³⁾ 極低温では疲れき裂は寿命の末期に発生し、ひとたび発生すると単調かつ加速度的に進展する。極低温で疲れき裂の発生が遅れる理由のひとつに、応力集中部でのマルテンサイトの生成により応力集中が緩和されることがあげられる。写真 2 は図 11 の -196°C 、応力振幅 35 kg/mm^2 の曲線に対応して得られた電解研磨した試験片表面での Surface relief (マルテンサイト) 生成の状況である⁹⁾。写真にみられるように繰返し数の増大に伴い、はじめ切欠底付近で応力の方向に 45° をなす最大せん断応力の方向に選択的に Surface relief の形成がみられ、(写真 2 (a))、次いで繰返し数が増大すると切欠底の結晶粒が剝離するような形に複数個のき裂が発生し (図 13 (b))、さらにそれらが集合し応力の方向に直角に幹となるき裂が形成され、それが先端および周囲に顕著な

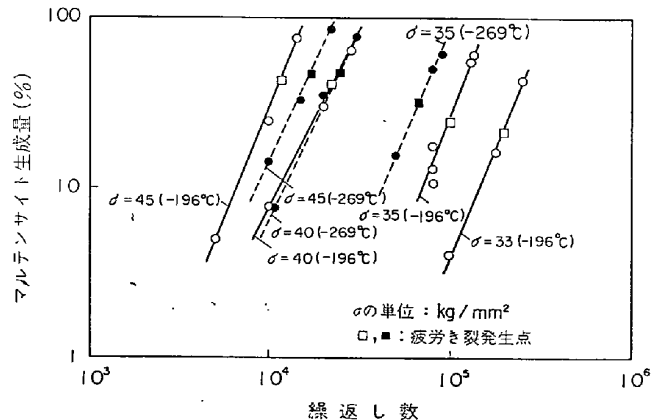


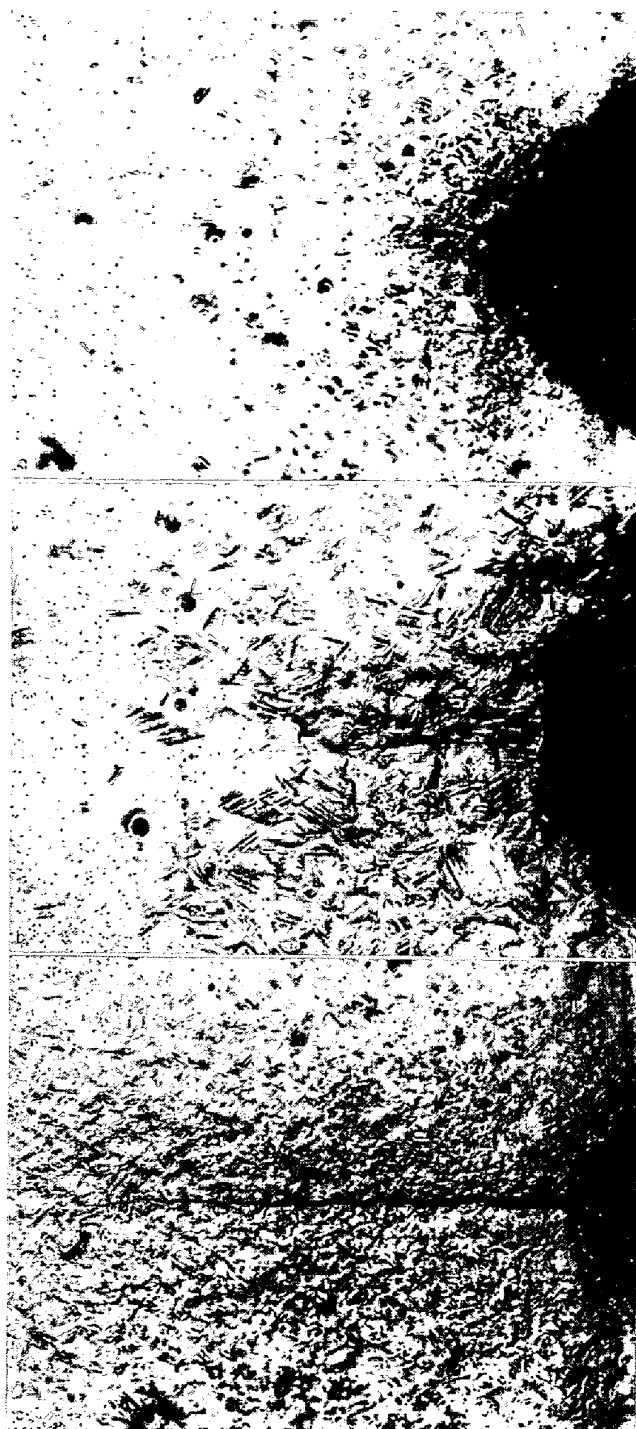
図 12 極低温における 18-8 ステンレス鋼の繰返し数とマルテンサイト生成量の関係

Surface relief を形成しながら加速度的に進展する (写真 2 (c))。

図 12 は図 11 の疲れき裂進展曲線に対応して切欠底直下 $1.5 \times 1.5 \text{ mm}$ の領域での α' 生成量をフェライト・スコープを用いて測定した結果である⁹⁾。マルテンサイト変態の自触媒作用などのため α' 生成量は繰返し数の増大に伴い加速度的に増大し、両者の関係は両対数で表わすと直線となり、 α' 生成量を m 、繰返し数を N とすると

$$m = \alpha \cdot N^{\beta} \dots\dots\dots (1)$$

で表わされる。上式で α は素材の化学組成、切欠部の形



(a) 繰返し数 0.8×10^5 回 $\times 27.7$
 (b) 繰返し数 1.0×10^5 回 $\times 69.3$
 (c) 繰返し数 1.3×10^5 回 $\times 27.7$

写真 2 -196°C における疲れき裂の進展
 (応力振幅 35 kg/mm^2)

状、応力振幅などの影響を表わす定数で、最初の1回の応力サイクルにより生ずる α' 量に相当し、図 12 から $10^{-10} \sim 10^{-14}$ 程度の値でおおむね応力振幅に伴い増大する。 β は図 12 の直線の勾配から $2.1 \sim 2.8$ である。ここで(1)式の右辺は厳密には冷却のみにより生ずる α' 量 m_0 を加え $\alpha N^\beta + m_0$ とすべきであるが、 m_0 は応力

を加えることにより生ずる α' 量に比べて小さいため⁽⁴⁵⁾ここでは省略する。

次に切欠先端の半径を種々変えて切欠底直下での α' 生成量をしらべた結果⁽⁹⁾によると、切欠先端の半径が小さくなり応力集中係数が増大するにつれ、当然切欠底付近にせん断で生ずる α' 量も増大するが、切欠底直下 $1.5 \times 1.5 \text{ mm}$ の範囲でみればその増大はそれほど顕著ではなく、とくに応力集中係数 4 以上では増大が小さいようである。

以上、繰返し数の増大に伴う α' 生成量の増大とそれに及ぼす切欠形状の影響をみたが、さらに図 11 のき裂進展曲線のき裂発生点に対応する繰返し数のところでの α' 生成量 (以下き裂発生点での α' 生成量という。図に□印(-196°C), ■印(-269°C)で示した) をみると、それは応力振幅の増大に伴い増大の傾向を示し、き裂発生点での α' 生成量 m_c と応力振幅 σ の関係は $m_c = A(\sigma - \sigma_0)^n$ (A, σ_0, n : 定数) なる式で近似できるようなのである⁽⁹⁾。18-8 ステンレス鋼では極低温での疲れき裂の発生が寿命の末期であること、切欠底直下での α' 生成量が磁氣的に容易に定量測定できることを考え合わせると、このようにして求められるき裂発生点での α' 生成量は 18-8 ステンレス鋼製の極低温機器部品の疲れ寿命の推定、管理に有効な補助手段として利用できると思われる。

5. 極低温機器用材料の選択

5.1 極低温機器用材料の選択および使用上の注意

実際に極低温機器用材料を選ぶ場合には種々の点に配慮し総合的に選択するのが普通であるが、ここでは機械的性質のみを対象とし、これまで述べてきたことをふまえて極低温機器用材料の選択について一般的に言える原則のうち主なものを列挙する。

(1) 極低温機器用材料には原則として fcc 金属、合金および軸比が 1.6 付近の cph 金属、合金 (マグネシウム、ジルコニウム、チタンおよびそれらの合金) を用いるべきである。

(2) 極低温機器用材料に cph 金属、合金を用いる場合にはとくに侵入型固溶の不純物元素量に注意が必要でありとくにチタンおよびその合金では酸素の含有量が 0.12% を越えないよう注意しなければならない⁽¹²⁾⁽⁴⁶⁾。

(3) 大きな熱応力が発生する部分 (たとえばトランスファ管、クライオスタット、リザーバなど) にはとくに極低温での伸びが 25% 以上、または伸びが 20~25% で降伏応力/引張強さ比が 0.9 以下の金属、合金を用いるべきである。

またこれらの選択基準にもとづいて選んだ各金属、合金を極低温機器用材料として用いる場合の主な留意点を挙げると次のとおりである。

(1) 極低温機器用金属、合金の常温での強さを基準

に許容応力をきめる場合には、極低温での強さの改善を見込んで安全率を小さくすることができる。

(2) 極低温での伸びが 20% 以下、または伸びが 20~25% で降伏応力/引張強さ比が 0.9 以上の金属、合金を用いる場合には、事故時に変形による歪硬化でもちこたえることがあまり期待されないため、安全率を大きくとらなければならない。

(3) 疲れが問題にされる箇所に 18-8 ステンレス鋼を用いる場合にはマルテンサイトの生成に注意が必要であり、とくに応力集中の考えられる部分の α' 生成量が 20% を越えないことを目安に寿命管理を行なうと実際上便利である。

(4) 溶接継手効率はアルミニウム合金 (A2014-T6) では 50%^{(47)~(51)}、チタン、チタン合金 (Ti-5Al-2.5Sn, ELI) では溶接部の酸素濃度が 0.12% を越えないことを条件に 80%⁽⁴⁶⁾、18-8 ステンレス鋼では TIG 法によることを条件に 80%⁽⁵²⁾ を目安とすることができるが、溶接継手効率は溶接の技能、施工法など複雑な因子の影響を反映するため、使用に先立つて慎重な評価が必要なることはもちろんである。

5.2 おもな極低温機器用材料の試容応力上限値

次におもな極低温機器用材料については許容応力の上限値を設定しておくことと便利であるが、はじめに述べたように極低温機器の強度問題が静的負荷条件のもとでのものと繰り返し負荷条件のもとでのものに分けられるため許容応力上限値も静的強さと疲れ強さに分けてきめておくことと便利である。しかしその前にまず引張強さや降伏応力、疲れ強さのばらつきをしらべなければならない。図 13 は著者が 18-8 ステンレス鋼のロットの異なる 4 種類の棒材と 3 種類の薄板材 (厚さ 1.0 mm) の引張強さと降伏応力のばらつきをしらべたものに文献⁽⁵³⁾のデータを加えたものであり、図 14 は同じく著者が 18-8 ステンレス鋼のロットの異なる 4 種類の棒材について -196°C で疲れ強さのばらつきをしらべた結果である。図 13 にみられるように、引張強さではデータのばらつきはその上限値に対して最大で 38%、降伏応力ではとくに常温付近でばらつきが大きく最大で 53% である。疲れ強さの場合はデータのばらつきはその上限値に対して 10^4 回で 25%、 10^5 回で 20%、また 10^6 回では 12% である。さらに CAMPBELL⁽⁴⁷⁾ がアルミニウム合金 (A 2014-T6) について、また著者が Cryogenic Materials Data Handbook⁽³⁰⁾ についでいるチタン合金 (Ti-5Al-2.5 Sn ELI, 焼なまし) のデータについて、ばらつきをしらべたところでは、ばらつきはその上限値に対してアルミニウム合金では引張強さが最大 18%、降伏応力が最大 16%、チタン合金では引張強さが最大 27%、降伏応力が最大 28% であった。アルミニウム合金、チタン合金にくらべさきの 18-8 ステンレス鋼のばらつきが大きいそれは 18-8 ステンレス鋼では低温の変形でマルテンサ

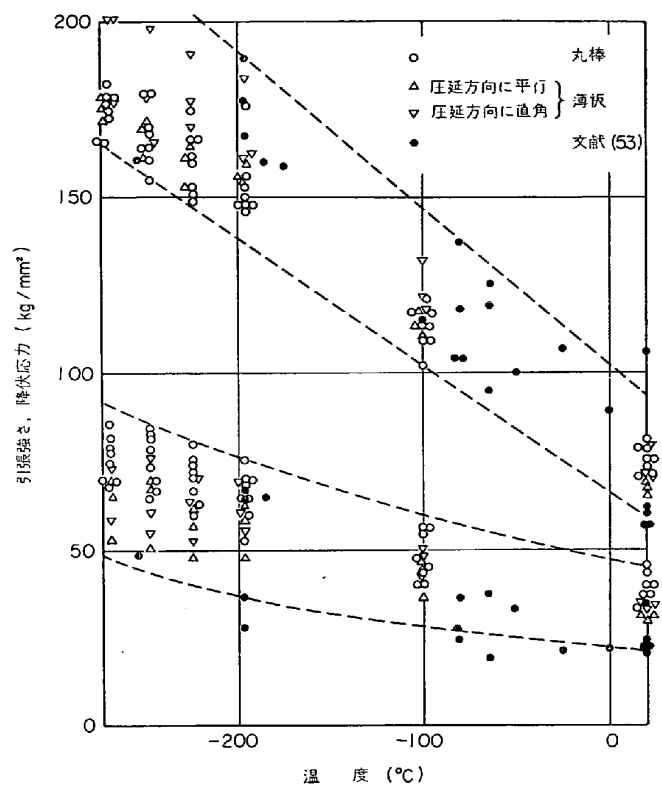


図 13 極低温における 18-8 ステンレス鋼 (SUS304) の引張強さ、降伏応力のばらつき

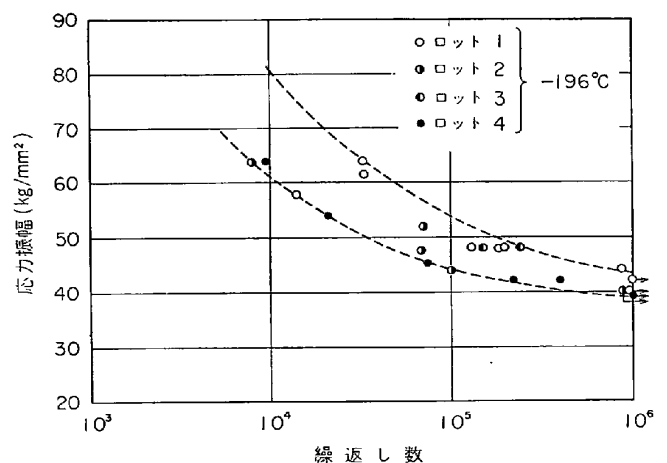


図 14 極低温における 18-8 ステンレス鋼 (SUS304) の疲れ強さのばらつき

イトを生ずることなどのためと考えられる。また疲れ強さの場合には常温での炭素鋼 (S45C, 焼ならし材) の回転曲げ疲れ強さのばらつきをしらべた例⁽⁵⁴⁾があるが、この場合にはばらつきはその上限値に対して 10^4 回で 24%、 10^5 回で 28%、 10^6 回で 34%、 10^7 回で 30% である。このようにみると許容応力上限値はたとえば静的負荷に対しては降伏応力のばらつきの下限値の 0.6~0.7 倍、動的負荷に対してはたとえば S-N 曲線から得られる各時間強度の 0.5~0.6 倍とするくらいが妥当ではないかと考えられる。そのようにして得られた許容応力上

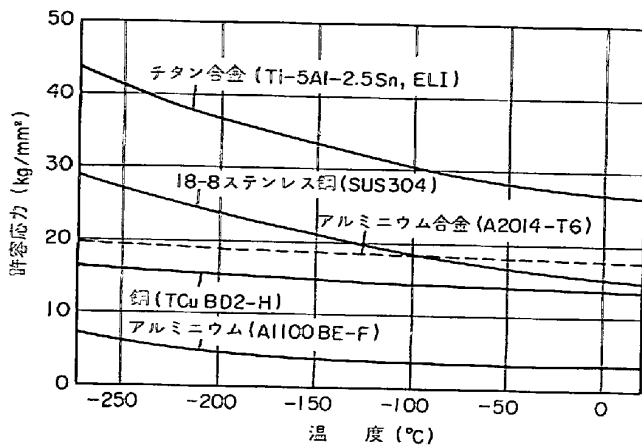


図 15 主な極低温機器用材料の静的負荷条件下での許容応力上限値

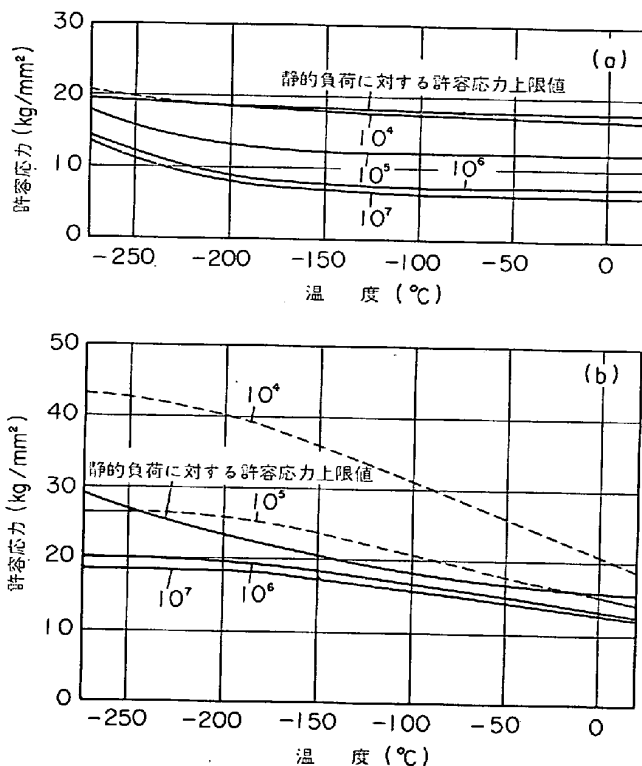


図 16 極低温機器用材料の動的負荷条件下での許容応力上限値
(a) アルミニウム合金(A2014-T6),
(b) 18-8 ステンレス鋼(SUS304)

限値の代表例を図 15, 16 に示す。ここで伸びが20%以下または伸びが 20~25% でも降伏応力/引張強さ比が 0.9 以上の金属, 合金 (アルミニウム合金(A2014-T6) チタン合金 (Ti-5Al-2.5Sn, ELI) など) については, さきに述べたように事故時に変形による歪硬化でもちこたえることが期待されないため, 安全率を大きくとり, 引張強さの 0.3~0.4 倍を許容応力上限値としている。また動的負荷に対する許容応力上限値が静的負荷に対するそれを越える場合には後者をその場合の許容応力上限

値とするのが妥当と考えられる。

6. む す び

最近の極低温機器開発の興隆に関連して, 本報ではまず極低温でとくに問題とされる引張りと疲れについて機械試験方法を述べ, ついで各種金属, 合金の極低温での引張性質と疲れ性質, とくに bcc 金属, 合金の擬脆性破壊, セレージョン変形, 18-8ステンレス鋼の極低温での疲れなど興味ある問題を概説し, さらにそれらをふまえて極低温機器用材料選択の基準を明らかにするとともに, 代表的な極低温機器用材料について許容応力上限値の設定を試みた。不備な点, 十分説明のつくせなかつた点も多々あるが, 読者諸賢の御指摘をいただければ幸いであり, また極低温機器開発に従事しておられる方々に多少とも益するところがあれば著者の望外の幸いである。

文 献

- 1) 日本鉄道技術協会: 超高速鉄道の車体支持の研究報告書 (昭和 49 年 3 月)
- 2) 福島, 岡本, 米満, 伏見: 金属学会誌, 35 (1971), p. 257
- 3) 福島: 機械学会誌, 77(1974), p. 799
- 4) 福島, 後藤, 伏見: 金属学会誌, 36(1972), p. 195
- 5) 福島, 後藤, 伏見: 金属学会誌, 37(1973), p. 186
- 6) 福島, 後藤, 伊藤, 伏見: 金属学会誌, 36 (1972), p. 605
- 7) 福島, 後藤: 金属学会誌, 39(1975), p. 182
- 8) 福島, 後藤, 石井: 材料強度学会誌, 8 (1973), p. 26
- 9) 福島: 材料強度学会誌, 10(1975), No 1 掲載予定
- 10) 福島, 後藤: 材料科学, 9(1972), p. 99
- 11) 福島, 後藤: 材料科学, 9(1972), p. 317
- 12) 福島, 後藤: 材料科学, 9(1972), p. 255
- 13) E. FUSHIMI, H. YONEMITSU, H. OKAMOTO, and E. FUKUSHIMA: Advances in Cryogenic Engineering, 15(1970), p. 102
- 14) E. FUKUSHIMA and A. GOTO: Trans. ISIJ 投稿中
- 15) T. H. BLEWITT, R. R. COLTMAN, and J. K. REDMAN: J. Appl. Phys., 28(1957), p. 651
- 16) Z. S. BASINSKI and S. J. BASINSKI: Phil. Mag., 9(1964), p. 51
- 17) G. W. POWELL, E. R. MARSHALL, and W. A. BACKOFEN: Trans. ASM, 50(1958), p. 478
- 18) Z. S. BASINSKI: Proc. Roy. Soc. London, Series A, 240(1957), p. 229
- 19) R. P. CARREKER, Jr. and W. R. HIBBARD, Jr.: Acta. Met., 1(1953), p. 654
- 20) V. RAMACHANDRAN, D. H. BALDWIN, and R. E. REED-HILL: Met. Trans., 1(1970), p. 3011

- 21) G. Y. CHIN, W. F. HOSFORD Jr., and W. A. BACKOFEN: Trans. Met. Soc. AIME, 230 (1964), p. 1043
- 22) R. P. REED and C. J. GUNTNER: Trans. Met. Soc. AIME, 230(1964), p. 1713
- 23) E. T. WESSEL: Trans. ASM, 49(1957), p. 149
- 24) 岡本, 福島: 低温工学, 3(1968), p. 9
- 25) F. R. SCHWARTZBERG, T. F. KIEFER, and R. D. KEYS: Advances in Cryogenic Engineering, 10(1965), p. 1
- 26) H. CONRAD: "The Cryogenic Properties of Materials", Ed. by Zackey, p. 436
- 27) B. JAOU, 幸田監修, 諸住, 舟久保訳: 金属の塑性, (昭和 44 年), 丸善
- 28) W. W. DAVIDENKOV and I. N. SPIRIDONOVA: Proc. ASTM, (1946), p. 1147
- 29) 機械学会編: 金属材料の弾性係数に関する資料調査分科会報告書
- 30) F. R. SCHWARTZBERG: Cryogenic Materials Data Handbook, Technical Documentary Report of U.S. Air Force Materials Lab. Ohio (Feb. 1965)
- 31) 強度設計データ・ブック編集委員会: 強度設計データ・ブック, (1962), [裳華房]
- 32) R. P. REED and R. P. MIKESELL: J. Mat., 2 (1967), p. 370
- 33) チタニウム懇話会編: チタン, ハフニウム, ジルコニウム, (1965), アグネ
- 34) C. ZWIKKER: Physical Properties of Solid Materials, (1954), p. 90 [Interscience Publishers, London]
- 35) E. B. KULA and T. S. DESISTO: ASTM Spec. Tech. Publ. No 387(1966), p. 3
- 36) S. C. COLLINS, F. D. EZEKIEL, O. W. SEPP, and J. W. RIZIKA: Proc. ASTM, 59(1956), p. 687
- 37) C. S. BARRETT: Structure of Metals(1952), p. 378 [McGraw-Hill]
- 38) 吉岡, 中山: Al-Zn 合金の鋸刃状降伏現象, アルミニウム高温塑性研究グループ・シンポジウム・テキスト, 軽金属協会アルミニウム科学技術振興委員会, 高温塑性研究グループ編, (1969), p. 51
- 39) 中村, 森, 田村: Al-Li 合金単結晶のセレーション変形, アルミニウム高温塑性研究グループ・シンポジウム・テキスト, 軽金属協会アルミニウム科学技術振興委員会, 高温塑性研究グループ編, (1969), p. 64
- 40) W. G. JOHNSTON: J. Appl. Phys., 33(1962), p. 2716
- 41) 横堀: 材料強度学, (1955), [技報堂]
- 42) 機械学会編: 機械工学便覧, p. 4~29
- 43) 幡中, 川辺, 田中, 山田: 材料, 20(1971), p. 1278
- 44) 田村: 鉄と鋼, 56(1970), p. 429
- 45) R. P. REED: Acta Met., 10(1962), p. 865
- 46) R. G. BROADWELL and R. A. WOOD: Mat. Res. and Stand., 4(1964), p. 549
- 47) J. E. CAMPBELL: Mat. Res. Stand. 4(1964), p. 540
- 48) P. MARKOVICH and F. R. SCHWARTZBERG: ASTM Spec. Tech. Publ. No 302, (1962), p. 123~128
- 49) M. P. HANSON, G. W. STICKLEY, and M. T. RICHARDS: ASTM Spec. Tech. Publ. No 287, (1961), p. 3~15
- 50) J. H. BELTON, L. L. GODBY, and B. L. TAET: ASTM Spec. Tech. Publ. No 287, (1961), p. 108~121
- 51) C. E. HICKEY, Jr: Proc. ASTM, 62(1962), p. 765
- 52) 東芝中央研究所: 工技院委託研究「高磁場極低温領域に用いられる構造材料の研究」成果報告書, (昭和 43 年 5 月)
- 53) R. H. KROPSCHOT, R. M. MCCLINTOCK and D. A. VAN GUNDY: Advances in Cryogenic Engineering, 2(1960), p. 93
- 54) 機械学会: 金属材料疲れ強さの設計資料 (I) (昭和 44 年)