

論 文

極低温くり返し応力下での金属材料の
温度上昇と変形挙動緒形俊夫*・石川圭介*²・長井 寿*²・由利哲美*Temperature Rise and Deformation Behaviors of Materials during
Fatigue Tests at Cryogenic Temperatures

Toshio OGATA, Keisuke ISHIKAWA, Kotobu NAGAI and Tetsumi YURI

Synopsis:

Measurements and discussions were made on the temperature rise of specimen during fatigue tests at 4 K. In SUS310S stainless steels and tension-tension ($R=0.01$) tests, temperature rise was negligible under the stress of the proof stress even at 10 Hz. In tension-compression ($R=-1$) tests, however, a hundred times of the temperature rise occurred compared with those at $R=0.01$. In SUS304L steel, which has low proof stress but the work hardening accompanied by the stress-induced martensitic transformation occurs in low temperatures, the temperature rise was rather small compared with SUS310S steels. The difference in the magnitude of the temperature rise especially between at $R=0.01$ and at $R=-1$ depended on the magnitude of the plastic deformation. The upper limit of the fatigue frequency (temperature rise < 1 K) was, which also varied with the applied stress and materials, 5 Hz at $R=0.01$ and 0.1 Hz at $R=-1$.

1. 緒 言

材料試験を行うにあたって、試験片温度を所定の温度に保つことは極めて重要なことである。しかし、極低温用構造材料の機械的性質試験を液体ヘリウム温度 (-269°C) において行うと、材料の比熱および熱伝導率が極めて小さくなる⁶⁾ ため塑性変形によるわずかの発熱によっても試験片の温度が上昇し、試験片温度が不定になる恐れがある。試験片の発熱の問題について著者らはこれまでに極低温引張試験における歪み速度の影響について調べ、歪み速度と発熱の限界および温度上昇の大きさとの関係を明らかにしてきた¹⁾。引き続き液体ヘリウム温度でのくり返し応力下における試験片の温度上昇の研究を行った。

極低温における疲れ試験でも常温と同様に 10^6 回以上のくり返し試験を行うが、試験終了まで液体ヘリウム液面を常時一定に保つことは非常に難しく、また労力を必要とする²⁾。一方、周波数を高くして時間を短縮しようとする単位時間当たりの試験片の発熱量が増加し試験片の温度上昇が生じ、試験温度が不定となりやすいため、試験周波数の上限を定めることは極低温疲れ試験を行うには極めて重要なことである。これまでも試験片表面の温度を測定した報告は 2, 3 見られるが³⁾⁴⁾、試験

片内部の温度を測定した例は極めて少ない。そこで今回は、極低温でのオーステナイト系ステンレス鋼および熱伝導率のとくに異なる比較材料として、無酸素銅の引張り-引張りおよび引張り-圧縮のくり返し応力試験における試験片内部の温度上昇を測定しその挙動を調べるとともに、それぞれの試験周波数の上限の目安を定めたので報告する。

2. 実 験 方 法

2.1 供試材

供試材はオーステナイト系ステンレス鋼の SUS 304L と SUS 310S の熱間圧延固溶化熱処理材および無酸素銅 (OFHC Cu) の冷間加工材である。SUS 310S および SUS 304L の引張試験 (初期歪み速度 3×10^{-4} s) における応力-変位曲線⁷⁾を Fig. 1 に示すが SUS 310S (以後、310S と略す) は液体ヘリウム温度 (4 K) においてもオーステナイト相は安定であり、SUS 304L (以後 304L と略す) は低温において加工誘起マルテンサイト変態が生じやすく加工硬化が大きい。無酸素銅 (以後 Cu と略す) は 4 K での熱伝導率がステンレス鋼より 1000 倍程度大きい材料⁶⁾である。4 K における 310S, 304L, Cu それぞれの 0.2% 耐力 ($\sigma_{0.2}$) は、784, 294, 320 MPa であった。

昭和 60 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 61 年 1 月 9 日受付 (Received Jan. 6, 1986)

* 金属材料技術研究所筑波支所 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen Sakura-mura Niihari-gun Ibaraki pref. 305)

*² 金属材料技術研究所筑波支所 工博 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals)

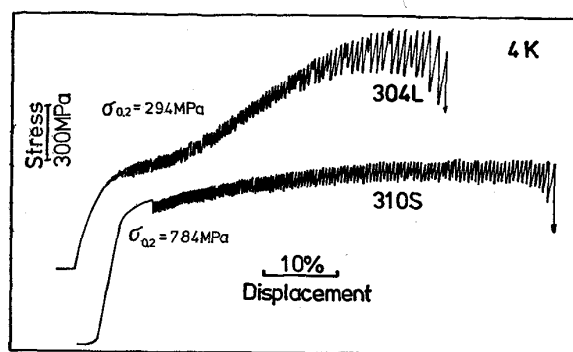


Fig. 1. Stress-displacement curves for SUS304L and 310S stainless steels in tensile tests at 4K.

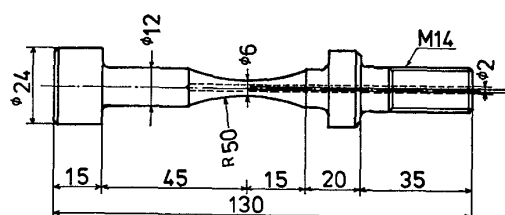


Fig. 2. Dimensions of tests specimen and locations of thermocouples. (unit : mm)

なお、Fig. 1 から求めた真応力-真歪み曲線から得られたセレーション発生応力付近の加工硬化指数(n)は、310S で約 0.1、304L で 0.3 から 0.2 であった。

2.2 試験片および熱電対

試験片の寸法を Fig. 2 に示す。試験片は全長 130 mm で、座屈を防ぐため最小直径 6 mm の砂時計型である。試験片内部の温度を測定するため、試験片の端から直径 2 mm、深さ 89 mm の穴をあけた。試験片中央部まで、熱電対 (Au-0.07%Fe, Chromel, 線径 0.2 mm) を 2 対挿入し、GE ワニスを穴に充填して熱電対を固定した。熱電対と試験片内部との接触は電気抵抗を測定することによって確認した。試験片に穴をあけることにより変形の様相および熱伝達の状態が多少変化することが懸念されるが、試験片の表面状態を変えることなく実際の温度を測定する本方法が現時点では最良の方法であり得られた結果は実際の試験にも適応できると考える。Fig. 3 に

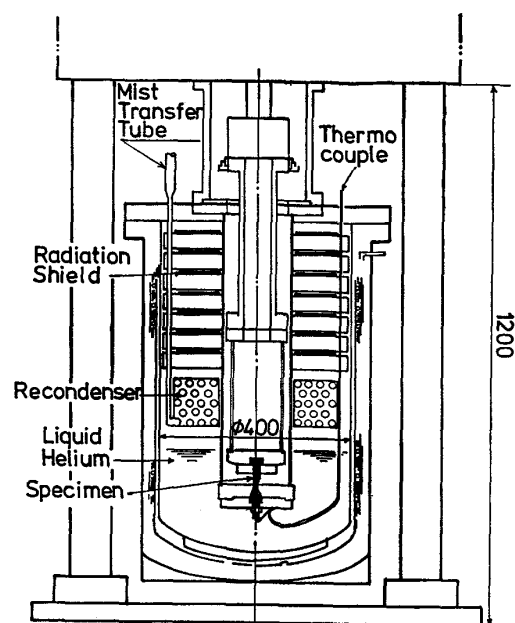


Fig. 3. Cryostat for fatigue testing apparatus.

クライオスタット内部および治具に取りつけた試験片の状態を示す。熱電対の零接点は治具下部に位置し、試験片の温度上昇を周囲の液体ヘリウムとの温度差として測定した。

2.3 試験条件

サーボパルサー型油圧試験器 (容量動的 ± 5 t) を用いて、荷重制御により液体ヘリウム中での以下の試験を行った。

温度測定は片振り (引張り-引張り) と両振り試験 (引張り-圧縮) について、それぞれ試験片を変えて行った。応力比 (くり返し最小応力/くり返し最大応力、以下 R と略す) は片振りで 0.01、両振りで -1 である。くり返し最大応力 (以下、試験応力と略す) を σ とし Table 1 に示すように試験を行った。試験の手順は各応力比について試験応力ごとに周波数を低い方から高い方へ変化させて測定したのち、次の試験応力へ応力を上げた。試験時の応力波形は三角波であるが、 $R=0.01$ では正弦波についても測定を行った。

Table 1. Testing conditions.

Material	R	$\sigma/\sigma_{0.2}$
304L	0.01	0.5, 0.75, 1, 1.25, 1.5, 1.75, 2, 2.5, 3, 3.5, 4
	-1	0.5, 0.75, 1, 1.5, 2, 2.5, 3
310S	0.01	0.5, 0.75, 1, 1.125, 1.2, 1.3, 1.4
	-1	0.5, 0.75, 1, 1.1, 1.2
Cu	-1	0.5, 0.75, 1, 1.1, 1.2, 1.3, 1.5

Frequency $R=0.01$: 0.05, 0.1, 0.5, 1, 5, 10
 $R=-1$: 0.05, 0.1, 0.5, 1, (5)

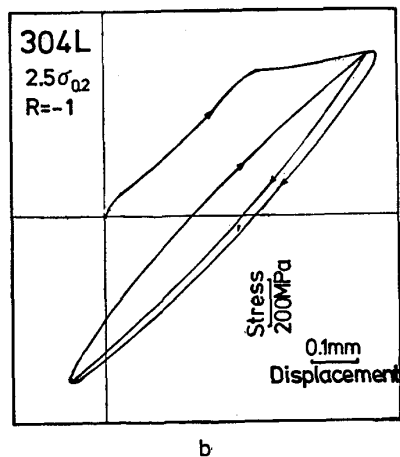
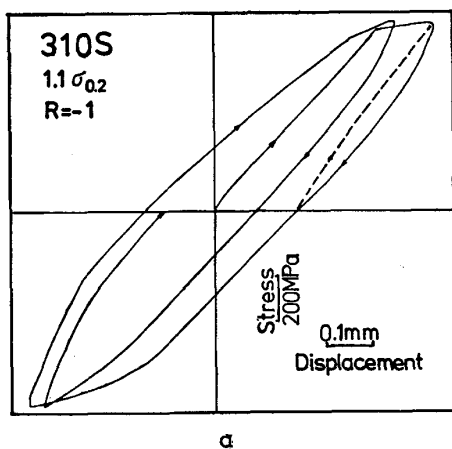
試験機ロッドの変位をダイヤルゲージ式歪みゲージにより測定し、1 Hz までの荷重-変位曲線を求めた。試験片温度は高感度の記録計で測定し、温度を読みとつた。

3. 実験結果

3.1 応力-変位曲線

Fig. 4 a) は 310S の $R=-1$ での試験応力 $1.1\sigma_{0.2}$ 、試験周波数 0.05 Hz における応力-変位曲線であるが、耐力を越えているため 1 サイクル目の最大応力付近で不連続変形 (広義のセレーション) が生じ 0.2 mm ほど伸びている。次に圧縮方向の最大応力付近でも、セレーションといえるものが生じ、ヒステリシスを描いているが、2 サイクル目ではセレーションは生じない。また $R=0.01$ における応力-変位曲線を点線で示した。この場合は 1 サイクル目の塑性変形により試験片が伸びた状態で、試験応力が変化した。

Fig. 4 b) は 304L の $R=-1$ での試験応力 $2.5\sigma_{0.2}$ 、試験周波数 0.05 Hz における応力-変位曲線である。この 304L では、試験応力が直前の試験応力 ($\sigma =$



a: for 310S at $1.1\sigma_{0.2}$ b: for 304L at $2.5\sigma_{0.2}$
Fig. 4. Stress-displacement curves obtained in tension-compression fatigue tests.

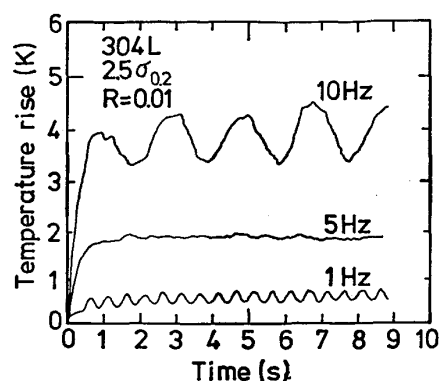


Fig. 5. Temperature rise curves in tension-tension tests as a function of time for 304L steels at $2.5\sigma_{0.2}$.

$2\sigma_{0.2}$) を越える付近からセレーションによる塑性変形が始まり、約 0.3 mm 伸びる。Fig. 4 a) で見られた 310S の場合と異なり、圧縮側でセレーションが生じる事はなく、 $R=0.01$ での試験と同様に試験片が伸びた状態でヒステリシスを描いている。

Cu は 304L と同様の応力-変位曲線であつた。

3.2 $R=0.01$ における温度上昇

$R=0.01$ での試験においては、試験応力が耐力までは試験片の温度上昇は非常に小さい。Fig. 5 に 304L の試験応力が $2.5\sigma_{0.2}$ での結果を示す。試験周波数が 1 Hz まではくり返し応力の 1 周期ごとの最大応力値および最小応力値において小さな温度上昇が見られた。すなわち 1 Hz では 1 s に 2 回温度上昇がある。5 Hz 以上では温度がくり返し応力の変動に寄らず連続的に上昇している。10 Hz ではくり返し応力とは別に 1.5~2 s 周期で温度が変動している。これは他の試験条件でも同じであつた。また三角波と正弦波による温度上昇の違いはほとんどないため、三角波の結果のみ取り上げる。

3.3 $R=-1$ における温度上昇

$R=-1$ での試験では $R=0.01$ の場合と比べて数 10 倍から 100 倍の温度上昇がある。Fig. 6 に 304L の試験応力が $2.0\sigma_{0.2}$ での例を示す。くり返し応力との対応をみるため、図中央部に応力の波形を示す。0.5 Hz と 0.05 Hz とでは時間スケールを 10 倍変え、同じ応力波形に対応させてある。

試験周波数が 1 Hz まではくり返し応力の引張側および圧縮側の最大応力値で温度上昇があるが、5 Hz では連続的な温度上昇となつた。1 Hz 以下の周波数での圧縮時の温度上昇は、引張時とほぼ同じか約 1 割小さいものであつた。0.05 Hz の 1 サイクル目の引張りと圧縮時の温度上昇は、セレーションによるものである。段階的に周波数を上げて試験を行つたので、0.05 Hz 以外で

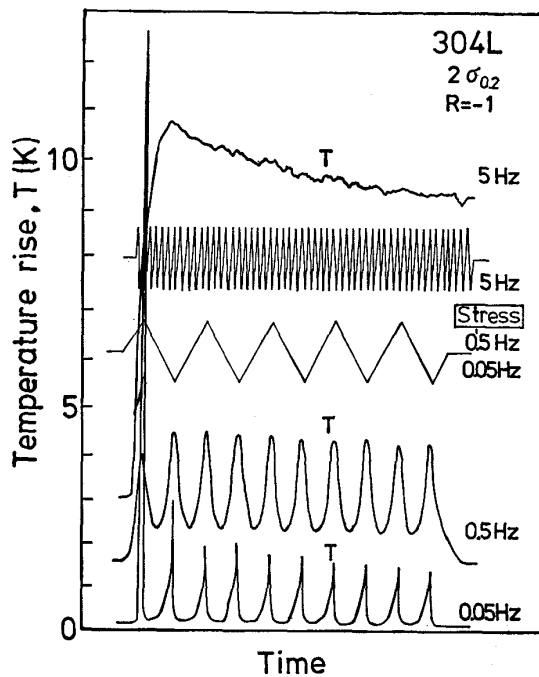


Fig. 6. Temperature rise curves in tension-compression tests as a function of time for 304L steels at $2.5\sigma_{0.2}$.

はセレーションを生じなかつた。

温度上昇の値は、 $R=0.01$ でも同じであるが温度が周期的に変動する場合はピークの値を温度上昇とした。また温度上昇の値が時間とともに減少あるいはくり返しごとに減少する場合は、10 s 程度経過しほぼ安定した時の値を温度上昇とした。

3.4 310S における試験周波数と温度上昇

Fig. 7 に 310S の $R=0.01$ と $R=-1$ での試験結

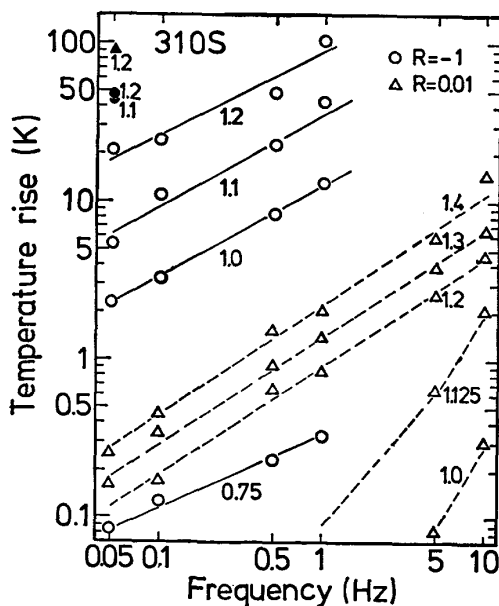


Fig. 7. Temperature rise of specimen for 310S steels as a function of frequency and applied stress.

果をまとめて示す。図中の 0.75 から 1.4 までの数字は、試験応力と材料の 4 K における $\sigma_{0.2}$ との比である。また図中の左上にある黒塗りのマークは、セレーションによる温度上昇である。このセレーションによる温度上昇は 50 K から 90 K 程度であり、応力および伸びの量によつて変化する。 $R=0.01$ では試験応力が耐力までは温度上昇が小さく 10 Hz で 0.3 K 程度であり、 $1.2\sigma_{0.2}$ の試験応力の 1 Hz で約 1 K の温度上昇であつた。これに対して $R=-1$ では、310S の場合 $R=0.01$ のときの約 100 倍の温度上昇があり、 $0.75\sigma_{0.2}$ での 1 Hz で約 0.3 K、試験応力が $\sigma_{0.2}$ で約 10 K の温度上昇があつた。これらの結果を整理すると本実験の試験条件で得られた温度上昇 (ΔT) と試験応力 (σ) および周波数 (f) との関係は

・ $R=-1$ では

$$\Delta T = 10 (\sigma / \sigma_{0.2})^{12} f^{0.5} \quad (3-1)$$

・ $R=0.01$ では $\sigma > 1.1\sigma_{0.2}$ で

$$\Delta T = 0.27 (\sigma / \sigma_{0.2})^6 f^{0.66} \quad (3-2)$$

となつた。

3.5 304L における試験周波数と温度上昇

Fig. 8 に 304L の結果を示す。304L では 310S と比べて試験応力と $\sigma_{0.2}$ の比が 1 から 3 と大きい。これは 304L では、 $\sigma_{0.2}$ が小さいが耐力を超えた後の加工硬化が大きく、引張強さと $\sigma_{0.2}$ との比が約 5 に達するためである。また試験応力と $\sigma_{0.2}$ との比が大きい割には、温度上昇は比較的小さい。310S と異なり、温度上昇と試験応力および周波数との関係は多少錯綜しているため求め難いが、 $R=0.01$ では $2\sigma_{0.2}$ が、 $R=-1$ で

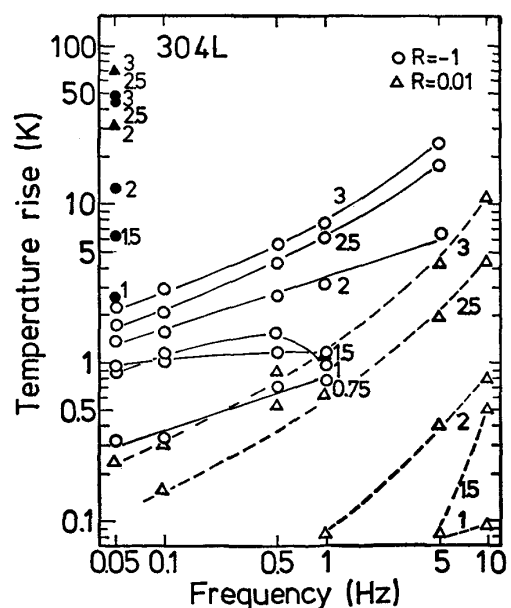


Fig. 8. Temperature rise of specimen for 304L steels as a function of frequency and applied stress.

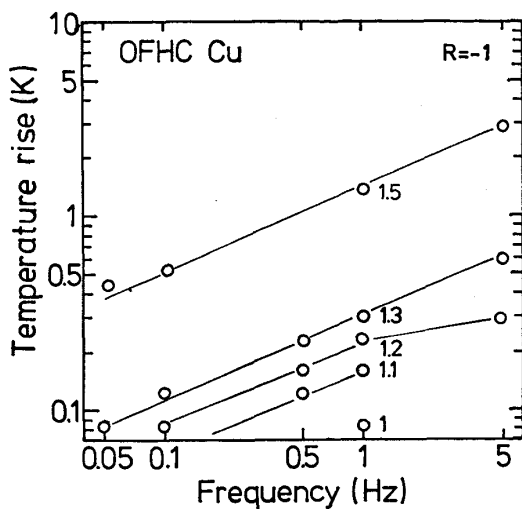


Fig. 9. Temperature rise of specimen for OFHC Cu steels at a function of frequency and applied stress.

は $3\sigma_{0.2}$ が実際の $\sigma_{0.2}$ と見なすと 310S の $\sigma_{0.2}$ でのそれぞれの結果と対応する。

3.6 OFHC Cu における試験周波数と温度上昇

Fig. 9 に OFHC Cu の結果を示す。温度上昇の大きさは、310S の約 1/800 であり、温度上昇と試験応力および周波数との関係は

$$\Delta T = 0.1 (\sigma / \sigma_{0.2})^6 f^{0.44} \dots (3-3)$$

である。

4. 考 察

4.1 温度上昇と応力および周波数の関係

疲れ試験の際の発熱に関してはこれまでも試算されている⁴⁾。ここでは試験周波数および試験応力と温度上昇との関連についての予測を行つた。応力-歪み曲線は、 n 乗硬化特性 (Hollomon's eq.) に従い

$$\sigma = \sigma_{0.2} (\varepsilon / 0.002)^n \dots (4-1)$$

とすると、金属材料において加工硬化指数 n は 0.1 ~ 0.3 である。 $n=0.2$ とすると、 $R=-1$ すなわち両振り試験 (応力振幅 $2\sigma_a$, 平均応力 0) での塑性変形による発熱量 q は

$$\begin{aligned} q &= 2f \int_0^{\sigma_a} \sigma d\varepsilon = 2f \int_0^{\sigma_a} \sigma_{0.2} (\varepsilon / 0.002)^n d\varepsilon \\ &= Cf \sigma_{0.2} (\sigma_a / \sigma_{0.2})^6 = Q1 + Q2 \dots (4-2) \end{aligned}$$

と近似される。ただし、 C は定数、 f は周波数、 $Q1$ は温度上昇に要する熱量、 $Q2$ は放熱量である。材料の比熱および熱伝導率は温度に大きく依存するが、仮りに一定として考えると、 $Q1$ と $Q2$ は温度上昇 ΔT に比例するので、(4-2) 式は

$$\Delta T \propto Cf \sigma_{0.2} (\sigma_a / \sigma_{0.2})^6 \dots (4-3)$$

となり、温度上昇は発熱量 q に比例すなわち試験周波数に比例し試験応力と $\sigma_{0.2}$ の比の 6 乗に比例することになる。

しかし本実験で得られた実験式は(3-1)から(3-3)式で示されるように、周波数の 0.44 から 0.66 乗に比例し、試験応力と $\sigma_{0.2}$ の比 (試験応力化) の 6 乗に 310S の $R=-1$ では 12 乗に比例している。また試験応力比との関係については 310S は加工硬化指数が 0.1 程度と小さいことから、(4-1)、(4-2) 式において例えば $n=0.09$ として計算し直すと、試験応力比の 12 乗に比例し実験式と対応する。このことから 310S のように加工硬化指数の小さい材料では、 $\sigma_{0.2}$ 以上での温度上昇が急増すると考えられる。実験式と(4-3)式との相違は主として比熱と熱伝導率の温度依存性を示すものと考えられる。

4.2 くり返し応力に対応する温度の変化

Fig. 10 に 304L の試験応力が $3\sigma_{0.2}$ の時の 0.05 Hz での、 $R=-1$ と $R=0.01$ におけるくり返し応力に対応して鋸波状に変化する試験片温度をくり返し応力に対応させて示す。 $R=-1$ の時は、引張りあるいは圧縮の応力が加わり始めたときから温度が上がり始め、引張りあるいは圧縮の最大応力に達した直後に温度もピークに達し、その後温度は急速に降下し、応力の方向の異なる次の引張りまたは圧縮応力が加わるまで 0 を保つ。この $R=-1$ における温度上昇は、引張りまたは圧縮の塑

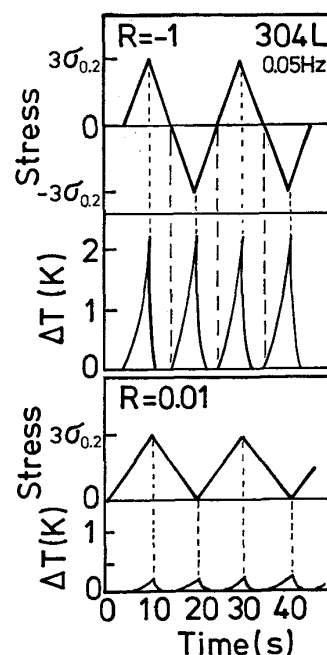


Fig. 10. Temperature rise behaviors correspond to stress change for 304L steel in tension-compression and tension-tension tests at $3\sigma_{0.2}$.

性変形による発熱のためといえる。

一方、 $R=0.01$ においては $R=-1$ より微小であるが、くり返し応力が引張りの最大応力に達したときと最小の応力に達したときの両方で同程度の温度上昇が生じている。この理由については断言できないが、Fig. 11 のようにマックスウェル模型による試験片の弾塑性的な変形機構を想定する。 E は弾性率、 η は粘性率を示す。ここで試験片の温度上昇は応力の向きが変わった時に蓄えられた弾性エネルギーが開放され、リラクゼーションによる塑性変形が生じると推察される。すなわち、Fig. 12 に $R=-1$ と $R=0.01$ の応力-変位曲線を模式的に示すが、 $R=0.01$ でも応力-変位曲線は ABCDA とヒステリシスカーブを描く。そして $R=-1$ および $R=0.01$ とも応力-変位 ヒステリシス上の BC および DA

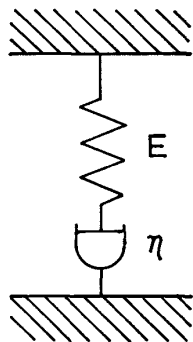


Fig. 11. Specimen deformation model in tension-tension test. (η : Viscosity coefficient, E : Young's modulus)

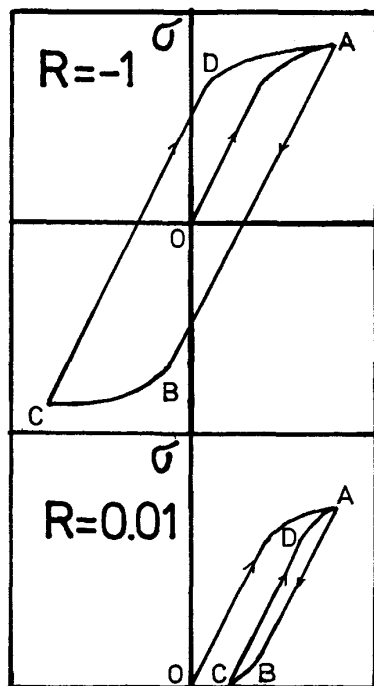


Fig. 12. Plastic deformation in hysteresis loops.

での塑性変形に対応して、温度上昇が生じる。実際との厳密な対応についてはこれからの検討課題であり、材料による差、試験条件による差についての結果を得たのち改めて考察を深めたい。また平均的な温度上昇は後に述べるように、ヒステリシスの面積によると考えられる。

$R=0.01$ の 10 Hz では温度がくり返し応力に関係なく、1.5 から 2s の周期で変動する。この理由については明らかではないで、5 Hz で不規則に生じていたものが 10 Hz で顕著になつたと見られ、試験片表面における発熱による気泡の発生およびその難脱による試験片表面から液体ヘリウムへの熱伝達の周期的な変化ということが一つの理由として考えられる。

4.3 セレーション時の温度上昇と仕事量

試験応力が $\sigma_{0.2}$ 以上では段階的に応力を上げた直後の 0.05 Hz での試験の 1 サイクル目にセレーションが生じ、50 から 80 K 程度の温度上昇を伴う。これらの温度上昇は著者らがこれまで求めてきた引張試験時のセレーションによる温度上昇¹⁾ とほぼ一致するが、本実験では試験片の形状が砂時計型であることから、セレーションの発生場所が限定され熱電対に十分近いところで生じていると見られる。そこでセレーション時の温度上昇と塑性変形による仕事量 (セレーション時の荷重 (F) と伸び (Δl) との積) の関係を求めその結果を Fig. 13 に示す。ここで得られた Δl はロッドの変位であるが、荷重制御であるため試験片の変位に十分対応していると考えられる。比熱および熱伝導率の温度依存性を無視して考えると発熱量は仕事量に比例し温度上昇は発熱量に比例するが、図より求められる実際の温度上昇は、仕事量のほぼ 0.55 乗に比例している。これらの相違も主として比熱および熱伝導率の温度依存性の結果を示すものと考えられる。

セレーションが生じる試験応力条件でかつ試験周波数

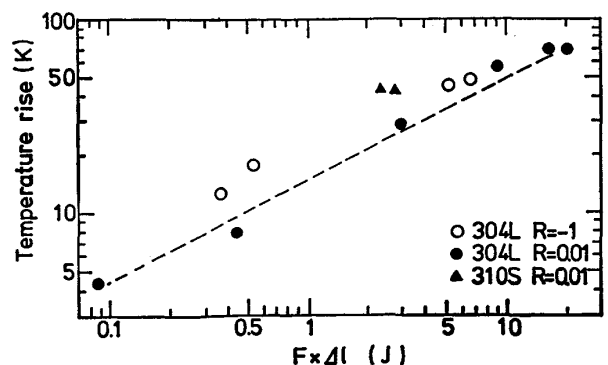


Fig. 13. Temperature rise in discontinuous deformation as a function of deformation energy. (F : Load, Δl : Elongation at a discontinuous deformation)

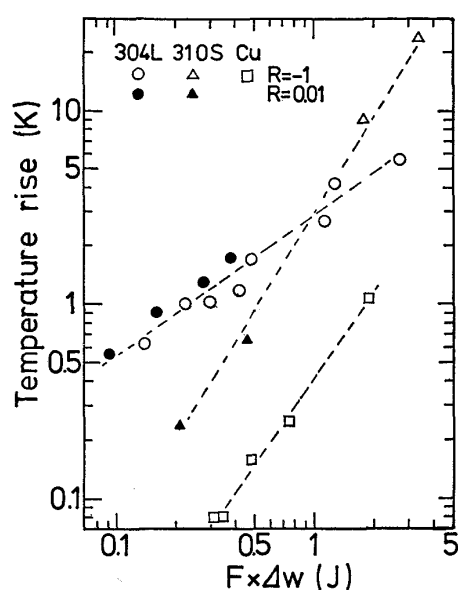


Fig. 14. Temperature rise of specimen during fatigue tests as a function of hysteresis area. (F : Load amplitude, Δw : Hysteresis loop width)

が高いと、1サイクル目で破断に至りやすい。これは歪み速度の早い塑性変形がセレーションとともに起き、引張試験での測定結果¹⁾で示されたように、100 K 以上の温度上昇が生じその温度での破断強度を越えるためである。

4.4 ヒステリシスの大きさと温度上昇

Fig. 14 は荷重の振幅 (F) とヒステリシスの幅 (Δw) との積による仕事量と温度上昇の関係である。温度上昇とヒステリシス面積とは強い相関があり、 $R=0.01$ の結果が $R=-1$ の延長線にあることなど、これらの結果は疲れ試験における試験片の温度上昇がヒステリシスの面積からある程度推定できることを意味する。

また材料によつて温度上昇の挙動の差がみられ、Cu は熱電導率の良いため温度上昇が小さい。304L は $\sigma_{0.2}$ が低い低温で加工誘起マルテンサイト変態を生じ、塑性変形後の加工硬化が著しく結果的に高耐力材料となるため、 $\sigma_{0.2}$ との応力比で比較した場合、温度上昇が小さいと考えられる。このことは極低温クリープ挙動とも対応し⁵⁾、本実験に用いた 304L および 310S のようなステンレス鋼の低温での塑性変形挙動は、試験応力と $\sigma_{0.2}$ との比よりはむしろ応力の絶対値に支配されることを示唆するものである。

5. 結 言

- 1) 本実験において得られたくり返し応力下での試験

片の温度上昇の大きさは、

310S において

・ $R=-1$ では

$$\Delta T = 10 (\sigma / \sigma_{0.2})^{12} f^{0.5}$$

・ $R=0.01$ では $\sigma > 1.1 \sigma_{0.2}$ で

$$\Delta T = 0.27 (\sigma / \sigma_{0.2})^6 f^{0.66}$$

OFHC Cu においては

$$\Delta T = 0.1 (\sigma / \sigma_{0.2})^6 f^{0.44}$$

であつた。

2) 304L においては、 $\sigma_{0.2}$ が小さいが変形後の加工硬化が著しく見かけ上、高耐力材料となるため $\sigma_{0.2}$ との応力比を一定にして比較した場合、温度上昇が 310S より小さい。

3) 試験周波数の上限は材料および試験応力によつて異なるが、実際に行われる試験応力の範囲内で試験片の温度上昇が 1 K 以下である試験周波数の目安は、 $R=0.01$ で 5 Hz 以下である $\sigma_{0.2}$ を越える試験応力ではセレーションによる温度上昇があるため、1 サイクル目に注意が必要である。 $R=-1$ における試験周波数の目安は 1 Hz 以下であるが、材料によつて $\sigma_{0.2}$ を越えるときは 0.1 Hz 以下である。

4) 試験片の温度上昇と仕事量による発熱量とは強い相関がみられた。

本研究を遂行するにあたり実験に協力あるいは御援助をいただいた極低温機器材料研究グループの方々に感謝の意を表します。

文 献

- 1) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井 寿: 鉄と鋼, 71 (1985), p. 1390
- 2) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井 寿, 平賀啓二郎, 中曽根祐司, 由利哲美: 鉄と鋼, 71 (1985), p. 236
- 3) T. OHTANI, Y. OHTSU, N. SHIKI, Y. TOMOSAKA, Y. KAWATE, Y. MONJU and T. HORIUCHI: Proc. ICEC-9 (1982), p. 604 [Butterworths]
- 4) 極低温における材料疲労に関する総合研究報告書 (1983), p. 44 [科学技術庁研究調整局]
- 5) 緒形俊夫, 石川圭介: 低温工学, 21 (1986), p. 93
- 6) Handbook on Materials for Superconducting Machinery (1977) 8.1.8. [Metals and Ceramic Information Center]
- 7) 緒形俊夫, 石川圭介: 鉄と鋼, 71 (1985), p. 1647