極低温用破壊じん性試験装置の開発

嶋田雅生, 小川陸郎, 森山 隆*, 堀内健文*

(株)神戸製鋼所材料研究所 神戸市中央区脇浜町1-3-18

*(株)神戸製鋼所浅田研究所 神戸市灘区五毛53-3

(1986年4月7日受理)

Development of a Cryogenic Fracture Toughness Test System

Masao SHIMADA, Rikuo OGAWA, Takashi MORIYAMA* and Takefumi HORIUCHI*

Materials Research Laboratories, Kobe Steel, Ltd., 1-3-18 Wakinocho, Chuo-ku, Kobe

*Asada Research Laboratory, Kobe Steel, Ltd., 53-3 Gomo, Nada-ku, Kobe

(Received April 7, 1986)

Synopsis :

A fracture toughness test system of a turret disc type at cryogenic temperatures was designed and constructed in order to save the testing time and liquid helium consumption for measurement. It includes a computer system for data acquisition and real time analysis using the single specimen unloading method. It enabled us to carry out successive five J_{IC} tests within eight hours including the time for setting and precooling. A necessary amount of liquid helium was about forty liters for five tests.

A 22Mn-13Cr-5Ni steel was tested at liquid helium temperature on trial and the obtained data were studied and compared with those reported and those obtained from an ordinary multi-specimen method. These results showed a good performance of the new test system.

1. 緒 言

近年、極低温技術の発展には著しいものがある。超電導発電機、磁気浮上列車、磁気推進船、そして核融合炉等の超電導マグネットは、大形化して科学的レベルから工学的レベルへと移行している。これらの極低温技術を支える基盤としての構造材料には、厳しい特性が要求され、その信頼性が重要視されている。なかでも、最大の課題は、極低温下でのじん性に対する信頼性であろう。

じん性を評価する方法としては、シャルピー試験のような衝撃試験の吸収エネルギーまたは延性脆性遷移温度による経験的な手法と、破壊力学に基づく破壊じん性値 (K_{IC}) による方法が知られている。最近では、後者が、設計に利用できるため重要視され、液体ヘリウム温度 (以下 LHe 温度と略す) での K_{IC} が、問題とされることが多くなってきた。しかし、その測定方法には、まだ解決すべき課題がある。極低温用材料は一般に、高じん性を有するために、 K_{IC} を直接に測定できない¹⁾。小形試験片による J_{IC} 試験結果からの換

算による $K_{IC}(J)$ を、破壊じん性値とするのが現状である²⁾³⁾。

K_{IC} 試験が単一試験片法であるのに対し¹⁾、 J_{IC} 試験は数個の試験片により、 J 積分-抵抗曲線を測定して、 J_{IC} を求める²⁾。この J_{IC} 試験を、LHe 温度で適用すれば、多くの試料と液体ヘリウム (以下 LHe と略す) を必要とし、さらに、実験時間の多くが、冷却・昇温に費やされるため長時間を要し、試験が高価になるという欠点がある。

筆者らは、効率的な J_{IC} 試験が極低温 (特に LHe 温度) で、実施可能な試験システムを開発・試作したのでその結果について報告する。

2. 設 計

LHe 温度での J_{IC} 試験を効率的に行なうために、次の3点を考慮した。

- ① 単一試験片法を採用すること。
- ② LHe 温度での試験片交換を行なうこと。
- ③ 測定データの収集・解析に、コンピューターを利用すること。

上記の3点を、単独ではなく組み合わせて、 J_{IC} 試験システムの効率化を計ることを、設計方針とした。

2.1 単一試験片法を選択

J_{IC} 試験における単一試験片法として、除荷コンプライアンス法³⁾、超音波法³⁾、AE 法³⁾、電位差法³⁾ およびキークラブ法⁴⁾ が知られている。除荷コンプライアンス法は、ASTM E813 にて条件つきで認められているものである。日本機械学会の JSME001 では、電位差法、AE 法および超音波法が認められている³⁾。キークラブ法は、高橋らによって提案されているものである⁴⁾。極低温での試験基準は未確立のため、これらのなかから選ぶこととした。

実用的な面から、試験方法は簡単で、信頼性を有するものが望ましい。前述の方法のうち、計測系が最も単純なものは、荷重(P)と荷重線変位(V)の測定だけで十分な、除荷コンプライアンス法とキークラブ法である。キークラブ法は、き裂寸法を破面観察によって測定するため、効率という点で難点がある。これに対し、除荷コンプライアンスは、破面観察を直接的には必要としないことと、米国標準局 (NBS) 等で実績があるため⁵⁾、これを採用することとした。

試験片は、Fig. 1 に示すコンパクト試験片とした。除荷コンプライアンス法の特長は、Fig. 2 に示すように V - P 線図を測定中に部分除荷を施し、除荷直線の傾き (コンプライアンスの逆数) から、き裂寸法を求める点にある。コンプライアンスと無次元化したき裂寸法 (a/W) との間には、次の関係がある⁶⁾。

$$\frac{a}{W} = 1.0002 - 4.0632x + 11.242x^2 - 106.04x^3 + 464.33x^4 - 650.68x^5 \quad (1)$$

ただし、

$$x \equiv \frac{1}{\sqrt{BE(V/P) + 1}}$$

ここで、 a はき裂の長さ、 W は試験片の幅、 B は試験片の厚さ、 E はヤング率、 (V/P) はコンプライアンスである。

コンプライアンスは、引張りによる試験片の回転の影響を受けるが、Clarke らにしたがって補正をしている⁷⁾。式 (1) を基本式として、除荷ごとにき裂寸法を測定することとした。

2.2 LHe 温度での試験片交換

筆者たちは、LHe 温度での試験片交換を可能としたターレットディスク形の引張試験装置を開発している。その詳細は、すでに報告済である⁸⁾。この方法を、

Fig. 1 A compact-tension specimen

Fig. 2 A representative 4-K load-displacement curve with partial unloading

破壊じん性試験装置へ応用する設計を行なった。

試験片は、Fig. 1 において、 $B \leq 25.4\text{mm}$ とし、 $B=25.4\text{mm}$ 、 $a/W=0.6$ の標準試験片を、ターレットディスク上の円周上に5個装着できる設計とした。試験片数を5個としたのは、装置寸法が過大とならないこと、および、1冷却サイクルで複数試験片法による J_{IC} 試験も可能とすることを考慮したためである。ターレットディスクは、直径が280mmで、試験片は直径が180mmの円の周上に、支持具によって垂直に装着されている。Fig. 3 に、その原理図を示す。各試験片には、上部にノブを有するクレヴィスを取り付けてある。このノブをグリッブによって引き上げて、試験片に変位を与える。試験片の交換は、ターレット

Fig. 3 Details of multi-specimen device using a turret disc

ディスクを一定の角度だけ回転することによって行なう。

試験機の容量は、10トンとした。これは、1CT試験片で、 a/W を0.6以上とすれば、殆んどの場合に最大試験荷重が10トン以下であった経験によるものである。負荷円筒は、最大荷重と熱伝導を考慮して、肉厚を5mmとした。熱侵入によるLHeの蒸発量は、蒸発ガスの顕熱の利用効率に強く依存するため、計算で求めることは容易ではない。しかし、主な熱侵入機構の伝導、対流、放射のうち、伝導（特に固体熱伝導）による熱侵入が最も大きいと考えられる。したがって、装置（クライオスタットも含む）の断面積 S と、常温部のフランジからLHe液面までの距離 L に対し、 S/L に比例した熱侵入が主であると仮定した。筆者たちの同形引張試験装置（容量2.5トン）の実績が、0.35 l/hであるので、本試験装置のLHe蒸発量を4倍の1.4 l/hと予測した。 J_{IC} 試験に要する時間を、1試験片あたり1時間まで許容すれば、計5時間の測定中に7 lのLHeの蒸発が予想される。LHe用のクライオスタットの内径を、360mmとし、試験片の最上端部をLHe槽の底から180mmと設計したので、最小限必要なLHeの貯液量は25 lである。LHeを注入した直後の蒸発を含めて、輸送効率を経験から60%と仮定すると、42 lのLHeが必要となる。すなわち、1試験片あたりの必要LHe量は、8.4 lと予測した。

2.3 データ収集・解析システム

除荷コンプライアンス法においては、部分除荷ごとのコンプライアンスの測定と式(1)によるき裂寸法の計算をリアルタイムに実施することが、 J_{IC} 試験の測定効率向上に結びつく。したがって、計測と解析の両方にコンピューターを利用した。

Fig. 4に、計測系のブロック図を示す。測定すべき荷重(P)と荷重線変位(V)の信号は、A-D変換器を経てコンピューターに取り込む。試験片に負荷または除荷を与える信号は、コンピューターからリレーを経て試験機に伝える。部分除荷のタイミングは自動化してあるが、キーボードからの割り込みを可能とした。これは、材料間の変形・破壊の挙動の差を考慮して、測定者の状況判断を優先させたためである。

Fig. 5にコンピューター動作の流れ図を示す。測定開始とともに、負荷状態に入り、(V , P)のデータ収集と荷重-荷重線変位線図の面積 (Fig. 1のAに相当する。破線で示した包絡線下の面積とする場合もあるが、ここでは安全側評価のほうを採用した。)を台形則によって計算する。部分除荷中は、(V , P)のデータを400組まで収集する。ついで再負荷中に最小二乗法によりコンプライアンスを計算し、き裂進展量（以下 Δa と略す）を求め、さらに J 積分を面積 A から求めて、(Δa , J)のプロットを行なう。部分除荷開始点まで荷重または荷重線変位が復帰すると、再び(V , P)のデータ収集、面積計算を始めて、以下同様の繰り返しとなる。測定終了後は、 J - Δa 線図の鈍化直線と抵抗直線の交点から J_{IC} を計算する。

荷重はロードセルにより、荷重線変位はクリップゲ

Fig. 4 A block diagram of the measuring and controlling system

ージにより検出した。クリップゲージは、ストレインゲージがアクティブフルブリッジを構成し、温度補償されていないので、 $RT \sim LHe$ 温度での校正を、専用の治具を用いて実施した。クリップゲージの変位—電圧特性は、最小二乗法により直線近似を用いたが、測定値と近似式との差は、 $3\text{ mm} \sim 8\text{ mm}$ の測定範囲において、 $\pm 3\mu\text{ m}$ 以下であった。

3. 試運転結果と考察

試作した J_{IC} 試験装置を Fig. 6 に示す。試験片を装着したターレットディスクを Fig. 7 に示す。本試験システムの性能を確認するために、 LHe 温度での試運転を行なったが、要した時間は準備も含めて、5 試験片に対し、8 時間弱であった。用いた材料は、A286 ($Fe-0.05C-15.2\text{ Cr}-25.2\text{ Ni}-1.3\text{ Mo}-2.3\text{ Ti}-0.27\text{ V}-0.27\text{ Al}-0.008B$) と 22 Mn 鋼 ($Fe-0.04\text{ C}-21.8\text{ Mn}-12.9\text{ Cr}-5.0\text{ Ni}-0.21\text{ N}$) であった。常温での耐力・引張強さ・伸びは、A286 で 775 MPa, 1042 MPa, 25% であり、22 Mn 鋼で 358 MPa, 678 MPa, 61% であった。

3.1 LHe 量

測定開始前に、 LHe の貯液量を超電導液面計により確認したところ、 $42 \sim 43\text{ l}$ の LHe 注液に対し、平

Fig. 5 A flow chart of the data processing

Fig. 6 A straining assembly installed in a testing machine

Fig. 7 Compact-tension specimens installed on the turret disc

均貯液量は 30 l であった。設計時の予想量 25 l より良好な結果が得られ、輸送効率率は 70% であった。

測定中の LHe 蒸発量は、液位が底面から $20 \sim 30\text{ cm}$ の範囲にあれば、平均 1.1 l/h であった。設計時の予想蒸発量の 1.4 l/h よりも少なく、 LHe 蒸発による測定時間の制約が無いことが確認できた。

設計値が、厳密な解析値ではなく、経験による推定値であったことを考慮すると、実績値と設計値は近いと言えよう。結果として、必要な LHe 量は、 40 l と考えれば充分といえよう。

3.2 J-Δa 線図

LHe 温度での J_{Ic} 試験法の規格は制定されていないため、ASTM E813 に従って測定することを原則とした。クロスヘッド速度は、0.5~1.0mm/minを採用したが、セレーションが発生し始めると、変形発熱の影響を小さくするために、0.5mm/minとした。A286の LHe 温度での荷重-荷重線変位線図の例を、Fig. 8 に示す。荷重の低い弾性限内での除荷開始点を矢印で示すが、ヒステリシスは生じていない。したがって、引張り軸と荷重線が一致していると考えられる。Fig. 8 をもとに計算され、得られた J - Δa 線図を Fig. 9 に示す。自動的に J_{Ic} の値は計算されている。得られた J_{Ic} は文献値⁹⁾と比べてやや高いものの、製造条件の異なる材料であるので、定量的な比較はできなかった。Fig. 9 にみられるように、引張り開始直後に、 Δa がわずかに減少し、それから増加に転じる傾向が観察された。この理由は、充分には明確にされていないが、荷重点におけるくぼみによるものと推定し、試験片材料に依存するとの報告がある¹⁰⁾。以上から、本試験システムは、正常に働いていると考えられた。

3.3 測定結果の比較

測定された J_{Ic} または $K_{Ic}(J)$ を定量的に調べるために、同一材料を用いて、他研究機関の測定値との比較および、通常の複数試験片法の測定結果との比較を行なった。用いた材料は、22Mn 鋼であった。

LHe 温度での破壊じん性試験を依頼した先は、NBS とカリフォルニア大学ローレンス・バークレー研究所 (LBL) であり、両者とも除荷コンプライアンス法を採用している。Table 1 に、三者で別々に測定された耐力と $K_{Ic}(J)$ の結果を示すが、非常に良好な

Fig. 8 A measured 4-K load-displacement curve for an alloy A286

Fig. 9 A measured 4-K J -resistance curve for an alloy A286. Arrows indicate the starting points of unloading.

Table 1 A comparison of the 22 Mn-13 Cr-5 Ni steel's K_{Ic} value measured at different laboratories at 4.2K

	Authors	NBS	LBL
Yield strength [MPa]	1,248 1,258	1,249 1,257	1,253 1,247
$K_{Ic}(J)$ [MPa/m]	189 195	185 191	181 191

一致が得られた¹¹⁾¹²⁾。

除荷コンプライアンス法では、 J_{Ic} が正確に求まるが、抵抗曲線の傾きが、複数試験片法と比較して大きいと Reed らは報告している⁵⁾。この点を調べるために、両方の方法から得られる J - Δa 線図を比較・検討した。用いた 22Mn 鋼は、前述の場合と製造条件は異っている¹³⁾。複数試験片法における Δa の測定は、ASTM E813 に従って実施した。両者の結果を示したのが、Fig. 10 である。図中、白丸は複数試験片法の結果を、黒丸は除荷コンプライアンス法の結果を示す。両者から得られた抵抗曲線は一致している。Fig. 10 の四角の記号は、除荷コンプライアンス法において回転補正⁷⁾を施さなかった場合の結果である。この場合は、 Δa を過小評価して、傾きの大きい抵抗曲線を与える。正確な J - Δa 線図を得るには、回転補正が必要であるが、Reed らは回転補正を省略したものと考えられる。

除荷コンプライアンス法が、極低温試験法のひとつとして確立するには、セレーションの取扱い等につき、今後の研究にまつ必要があるが、現在の ASTM

Fig. 10 A comparison of 4-K J -resistance curves for a 22 Mn-13 Cr-5 Ni steel

規格に基づく測定結果の定量的な比較検討の結果、試作した J_{Ic} 試験システムは、正常に機能し、信頼すべき結果を与えるといえる。

4. 結 論

コンピューターを組み込んだ、極低温用のターレットディスク形破壊じん性試験システムを試作し、試験効率の向上を計った。LHe 温度での J_{Ic} 試験を実施して、特性評価を行ない以下の結果を得た。

- (1) 試作システムにより、5回の J_{Ic} 試験が LHe 温度で、消費 LHe 量が40 l、必要総時間が8時間以内で実施することができた。
- (2) 採用した除荷コンプライアンス法は、回転補正により、複数試験片法と同等な結果が得られる。
- (3) 試作システムで得られた 22 Mn 鋼の LHe 温度での $K_{Ic}(J)$ は、NBS と LBL で得られたものと一致した。
- (4) 以上から、信頼できる、高効率な極低温用の破

壊じん性試験システムが開発されたとと言える。

参 考 文 献

- 1) ASTM Standard, E399-78, (1978)
- 2) ASTM Standard, E813-81 (1981)
- 3) 日本機械学会：弾塑性破壊靱性 J_{Ic} 試験方法 (JSME S001-1981) (1981)
- 4) H. Takahashi, M. A. Khan and M. Suzuki: J. Test. and Eval. 8 (1980) 63
- 5) D. T. Reed and R. L. Tobler: Adv. Cryo. Eng. 28 (1982) 17
- 6) A. Saxena and S. J. Hudak: Int. J. Fract. 14 (1978) 453
- 7) G. A. Clarke and J. D. Landes: "Toughness Testing and Materials by J-Integral Techniques" *Toughness Characterization and specifications for HSLA and Structural Steels*, P. L. Magonon, Jr. Ed., Met. Soc. AIME (1979)
- 8) T. Horiuchi, M. Shimada, T. Fukutsuka and S. Tokuda: Proc. 5th Int. Cryo. Eng. Conf. (1974) 465
- 9) E. N. C. Dalder and M. Greenlee: Adv. Cryo. Eng. 28 (1982) 883
- 10) B. K. Neale and R. H. Priest: Eng. Fract. Mech. 19 (1984) 441
- 11) J. W. Morris, Jr. and R. Ogawa: 私信
- 12) R. P. Reed: 私信
- 13) 梶 晴男, 廣松陸生, 登根正二, 嶋田雅生, 島本 進: R & D 神戸製鋼技報 34 (1984) 57