極低温引張試験装置の試作

福島 英二* 岡本 晴道*
米満 博夫* 伏見 光造**

Eiji Fukushima, Harumichi Okamoto, Hiroo Yonemitsu and Mitsuzo Fushimi :
Construction of an Apparatus for Testing Materials at Cryogenic Temperatures. With the development of cryogenic equipments such as superconducting magnets in recent years, there has been an increased requirement for knowledge of mechanical properties of structural materials at cryogenic temperatures. Taking these circumstances into consideration, the authors designed and constructed an apparatus for tensile tests to perform in the temperature range from room temperature to -271°C . The apparatus consists of a universal testing machine, a cryostat, an automatic temperature controller, a supply system for the coolant (liquid helium), a recovery system for the helium gas and a vacuum system. Temperatures down to -269°C can be controlled by the power inputs both to the heater in the coolant and the heater wound around specimens. Temperatures below -269°C can be obtained by pumping the cryostat with a mechanical pump. The cryostat, the most important part of the apparatus, consists of a dewar and a testing device inserted into the dewar. Specimens are fastened between the lower ends of pull rods and the bottom plate of a cylinder. Padding of copper scraps was provided around the specimens to keep uniform temperature distribution in the specimen. After measuring the natural evaporation rate of liquid helium in the cryostat and examining uniformity of the temperature distribution in the specimens, actual tensile tests were performed at cryogenic temperatures with 18-8 stainless steel and copper specimens. Then the reproducibility of test results were studied. The variation in the values of ultimate tensile strength and yield strength were within $\pm 6 \text{ kg/mm}^2$ and those of elongation were within $\pm 5\%$.

The work was performed as part of a national project and supported by the Agency of Industrial Science and Technology.

(Received November 4, 1970)

I. 緒 言

近年超電導マグネットなどの極低温機器の開発が進むにつれ、その構成材料の極低温における機械的性質に関する知識を求める声がつよくなり、それをうる手段としての極低温材料試験への関心も次第に高まってきている。なかでも引張試験は、それにより材料の機械的性質に関する多くの重要な資料がえられるので、極低温においても広く関心を寄せられており、米国などではすでにかなり以前から行なわれている⁽¹⁾⁽²⁾。しかしその多くはたかだか -253°C (20°K) までの試験であり、それ以下の温度における例は非常に少ない⁽²⁾。筆者らはこれらの事情を考慮し、これまでに報告された装置に検討を加え、室温から -271°C (2°K) までの任意の温度において試験できる極低温引張試験装置を構成した。装置は万能試験機、クライオスタット、温度調節器などから構成し、冷媒に液体ヘリウムを用いることにより室温から -271°C までの任意の温度を自由にえられるようにした。すなわち室温から -269°C (4°K) までは冷媒

中に設けられたヒータと試験片の周囲に巻かれたヒータの電流を調節することによってえ、それ以下の温度はクライオスタットを減圧してえられるようにした。構成した装置はクライオスタットのヘリウム自然蒸発速度を測定し、試験温度の均一性を検討したのち試運転を行ない、そのうち実際の極低温引張試験に使用した。

II. 極低温引張試験装置の構成

1. 装置構成の概要

極低温引張試験装置の構成に際してまず問題になるのは、冷媒に何をいかに方法で試験片を冷却するかということである。室温から液体窒素温度 (-196°C) までの試験は、冷媒に液体窒素を用いることにより比較的容易に行なうことができる⁽³⁾。しかしそれ以下の温度における試験は、液体窒素を用いる場合とは比較にならないほどやっかいになり、クライオスタットも全然別形式に構成しなければならない。文献に報告されている極低温引張試験装置、なかんずくクライオスタットを子細に検討すると、その多くは試験片を液体窒素あるいは液体水素といった冷媒に浸

* 東京芝浦電気株式会社総合研究所 (Research and Development Center, Tokyo-Shibaura Electric Co., Ltd., Kawasaki)

** 電子技術総合研究所田無分室 (Tanashi Branch of Electro-Technical Laboratory, Tanashi)

(1) K. D. Timmerhaus (ed.): *Advances in Cryogenic Engineering*, Vol. 1~15, Plenum Press, New York.

(2) F. R. Schwartzberg: *Cryogenic Materials Data Handbook*, Technical Documentary Report of U. S. Air Force Materials Lab., Ohio (Feb. 1965).

(3) 岡本, 福島: 低温工学, 3(1968), 9.

し、それらの沸点において試験する形式である^{(4)~(13)}。しかしこれには均一な試験温度をえられる長所のある半面比較的少量の冷媒を必要とし、かつ試験温度が冷媒の沸点に限られる欠点がある。そこで筆者らは、これらの欠点を除きさらにもっと低い温度における試験もできるように冷媒に液体ヘリウムを用い、その蒸発潜熱による冷却と試験片周囲のヒータによる加熱を組み合わせる室温から -269°C までの任意の温度がえられ、さらにクライオスタットを減圧して -269°C 以下の試験も行なえるように極低温引張試験装置を構成した。

筆者らが構成した極低温引張試験装置の概要を Fig. 1 に示した。図にみられるように装置は万能試験機、クライオスタット、温度調節器、液体ヘリウムの供給系、蒸発ガスの回収系などから成る。万能試験機には通常の油圧式のものを用いたが、デュワの着脱に必要な空間をクロスヘッドの下に確保すべくねじごおのみ標準品より約 600 mm 長くした。次にクライオスタットは、試験片をとりつけた中子をデュワに装入する形式とし、これをわくを介して試験機のクロスヘッドにとりつけた。クライオスタットの構造の詳細については後述する。また液体ヘリウムのクライオスタットへの供給は、貯蔵容器から接続された 2 個のトランスファ・チューブをとおして行なう形式にした。さらに蒸発ガスの回収系は気球に集められたヘリウム・ガスをコンプレッサによりポンペに充てんする形式にした。排気系に

Fig. 1 Schematic diagram of the apparatus for tensile tests at cryogenic temperatures

は、ヘリウム・ガスの蒸発に打ち勝ってクライオスタットを減圧し、試験片を -269°C 以下の所定の温度に冷却できるように排気量の大きな真空ポンプを用い、内径の大きな配管を使用した。次に温度調節器には、熱電対が示す温度の設定値からのずれに応じて、液体ヘリウム中に浸したヒータ(ベース・ヒータ)および試験片周囲のヒータ(サイド・ヒータ)に流れる電流を PID 制御する形式のものを用いた。熱電対には極低温用としてすぐれている Au(2.11 at% Co)-Cu を用いた。また -269°C 以下の試験の場合には温度の制御は真空ポンプのバルブの操作によることとし、その測定はマノメータによりクライオスタットの内圧をはかって行なうことにした⁽¹⁴⁾。

2. クライオスタットの構造

クライオスタットは通常デュワとそれに装入される中子より構成される。デュワは Watson らが超断熱層と予冷層を有する多層の構造のものを用いて以来液体ヘリウム用にはもっぱらそれが用いられている⁽¹²⁾。また中子には pull rod を上下より装入するものと、pull rod とその引張力に対する反力をうける円筒を上方のみから装入するものがあるが、前者には冷媒の使用量が多く、また pull rod をデュワの底をとおして装入しなければならぬ欠点があるので、本装置には後者を用いた。

本装置に用いたクライオスタットの断面図を Fig. 2 に示した。図にはわくをも示した。わくは pull rod の中心線と試験機の荷重軸を一致させるようにクロスヘッドの下の面に沿って可動の構造とし、その中には冷媒の注入管、蒸発ガスの排出管などをおさめた。デュワには 18-8 ステンレス鋼製の工業用のものを用いた。次に中子には図にみられるように pull rod、円筒、液体窒素を流す予冷用の蛇管などより構成した。試験片は pull rod の下端と円筒の底板の間に装着する構造とし、その周囲には均一な試験温度を保持するため銅くずの詰め物を施した。また中子には蒸発ガスの対流を抑制しそれとの熱交換を効果的ならしむためひれ板をつけた。pull rod や円筒は低温における機械的性質にすぐれかつ熱伝導率の小さな 18-8 ステンレス鋼製とした⁽²⁾。また pull rod は何本も装入して試験能率の向上をはかることが望ましいが、装入本数を増加すると熱の流入

- (4) R. H. Kropschot : *Advances in Cryogenic Engineering*, Ed. by K. D. Timmerhaus, Plenum Press, New York, 1 (1960), 235.
- (5) E. T. Wessel : *Advances in Cryogenic Engineering*, Ed. by K. D. Timmerhaus, Plenum Press, New York, 1 (1960), 242.
- (6) A. Everest : *Advances in Cryogenic Engineering*, Ed. by K. D. Timmerhaus, Plenum Press, New York, 5 (1960), 385.
- (7) T. S. DeSisto and L. C. Carr : *Advances in Cryogenic Engineering*, Ed. by K. D. Timmerhaus, Plenum Press, New York, 6 (1961), 577.
- (8) R. P. Reed : *Advances in Cryogenic Engineering*, Ed. by K. D. Timmerhaus, Plenum Press, New York, 7 (1962), 448.

- (9) L. P. Rice, J. E. Campbell and W. F. Simmons : *Advances in Cryogenic Engineering*, Ed. by K. D. Timmerhaus, Plenum Press, New York, 8 (1963), 671.
- (10) S. W. McClaren and C. R. Foreman : *Advances in Cryogenic Engineering*, Ed. by K. D. Timmerhaus, Plenum Press, New York, 11 (1966), 453.
- (11) E. T. Wessel and R. D. Olleman : *ASTM Bulletin*, No. 187 (1953), 56.
- (12) J. F. Watson and J. L. Christian : *Materials Research and Standards*, 1, No. 2 (1961), 87.
- (13) R. M. McClintock and K. A. Warren : *Materials Research and Standards*, 1, No. 2 (1961), 95.
- (14) F. E. Hoare, L. C. Jackson and N. Kurti : *Experimental Cryogenics*, Butterworth & Co. Ltd., (1961).

も大になるので、両者のかね合いから3本を装入することにした。次に熱電対は、温度調節用のものと試験片の温度を直接測定するものを装入した。極低温においては一般に物質の熱容量が小さく、温度調節用の熱電対には温度変化に対するすみやかな応答が望まれるので⁽¹⁵⁾、これは特に試験片周囲の銅くず中に装入した。さらにデュウには液体ヘリウムの液面計をも装入した。液面計の感温素子にはカーボン抵抗を用いた。

Fig.2 Cross-sectional view of the cryostat

III. 装置構成上の問題点および試験結果の精度の検討

1. 装置構成上の技術的問題点の検討

極低温引張試験装置構成上の技術的な問題点としてはクライオスタットへの熱の流入とそれに関連した予冷の問題および試験温度の均一性保持の問題があげられる。

まず熱の流入についてはその主なもののひとつに pull rod や円筒を通しての熱伝導が考えられる。いまクライオスタットに装入された pull rod や円筒の断面積を A 、長さを L とすると、それらと熱の流入 Q の間には

$$Q = \frac{A}{L} \int_{T_0}^{T_L} \lambda dT \quad (1)$$

なる関係が成り立つ⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾。ただし λ は熱伝導率、 T は絶対温度である。これを用いて筆者らの構成したクライオスタットへの熱の流入を計算すると、予冷を行わない場合にそれは 9.13 watt とかなり大なる値になる。しかし上方の蛇管に液体窒素を流して予冷を行なう場合には、それは

0.97 watt と計算され、予冷しない場合より大幅に減少する。実際には熱伝導のほかに対流やふく射が存在し、またひれ板による対流の抑制や熱交換の効率の向上などもあり熱の流入は非常に複雑と考えられるが、とにかく上述の結果から予冷の効果を期待してよいことは知られる。実際にクライオスタットのヘリウム自然蒸発速度を測定したところ Fig.3 のごとき結果がえられ、上述の計算ほどではないが予冷の効果をみとめることができた。すなわち図から知られるように定常状態に達したのちの液体ヘリウムの蒸発速度は予冷を行わない場合に 1.03 L/hr、予冷を行なった場合に 0.84 L/hr である。

Fig.3 Natural evaporation rate of liquid helium in the dewar and the cryostat

次にサイド・ヒータおよびベース・ヒータの構成と試験温度の均一性について、まずサイド・ヒータは蒸発するヘリウム・ガスに打ち勝って試験片を所定の温度に加熱できるものでなければならず、またベース・ヒータは試験片を所定の温度に冷却するのに十分なヘリウムを蒸発させるものでなければならない。しかし実際には極低温におけるニクロム線の比抵抗をはじめ知られざる因子が多く、ヒータの径や長さをあらかじめ計算することはむずかしく、試行錯誤的に検討する以外によい方法はないようである。筆者らの構成したクライオスタットにおいては、種々検討の結果サイド・ヒータには銅くずの外周に径 0.7 mm、長さ 2.2 m のニクロム線を下方をやや密に巻き、ベース・ヒータには径 0.7 mm、長さ 0.9 m のものをループに巻いて用いることにより目的を達することができた。また試験片の温度分布については、厚さ 1.0 mm、平行部の長さ 14 mm、全長 52 mm の 18-8 ステンレス鋼薄板材の試験片を用い、温度調節器の設定温度を -247°C (25°K) および -223°C (50°K) として Fig.4 のごとき結果をえた。図から明らかなように温度分布は概ね良好であるが、試験片の下部に比べて中央部および上部がやや高く、銅くず中に装入した温度調節用の熱電対の示す温度からのずれもあって、結局設定

(15) G. K. White : *Experimental Techniques in Low-Temperature Physics*, Oxford Univ. Press, (1959).

(16) R.B.Stewart and V.J.Johnson : WADD Technical Report 60-56 Part IV (1961), 89.

値に対して $\pm 2^\circ$ 程度の誤差は避けられないように思われた。なお温度調節器自体の制御の精度は比較的良好で、設定値に対して $\pm 0.5^\circ$ 以内であった。また -269°C 以下の温度制御は手動によりバルブを操作して行なったが、この場合にはクライオスタットの内圧を $\pm 5\text{ mm Hg}$ 以内に制御できたので、温度制御の精度は上述の場合よりかなりよく、 $\pm 0.1^\circ$ 以内程度と思われる。

Fig.4 Temperature distribution in the specimen

2. 本装置による試験結果の精度の検討

本装置は構成後試運転を行ない、そのうち 18-8 ステンレス鋼、銅その他二、三の金属、合金の試験片を用いて -196° 、 -223° 、 -248° および -269°C において引張試験を行ない、結果の再現性を検討した。用いた試験片は厚さ 1.0 mm の薄板材から採取した標点距離 $10.0 \pm 0.1\text{ mm}$ 、平行部の幅 $4.00 \pm 0.05\text{ mm}$ 、平行部の長さ 14 mm として全長 52 mm のもので、試験は各条件とも 2 回ないし 5 回行なった。その結果引張強さおよび降伏点には $\pm 6\text{ kg/mm}^2$ 以内、伸びには $\pm 5\%$ 以内そして絞りには $\pm 7\%$ 以内のばらつきがみられた。これらのばらつきの原因としては歪速度の変動、クライオスタットの入口において pull rod の真空シール部分に働く摩擦力、試料の化学組成や製造履歴、試験温度の変動などが考えられ、さらに伸び、絞りにおいては測定精度の影響が考えられる。これらの中で歪速度については、応力の速度を ASTM に規定されている $70\text{ kg/mm}^2/\text{min}$ 以下になるべく一定に保ったので⁽¹⁷⁾、影響は大きくないと思われる。また pull rod の真空シール部分に働く摩擦力は、試験に先立って各温度においてブランク・テストにより求め、結果から差し引いたのでこの影響も小

なるものと思われる。次に試料の化学組成および製造履歴については、同一ロットより試験片を採取したのでこの影響も大ならざるものと思われる。次に試験温度は、先に述べたように温度調節器の制御の誤差を含めて $\pm 2.5^\circ$ の変動が考えられる。これは 18-8 ステンレス鋼 (焼鈍材) のように温度の降下に伴う引張強さの増大および伸びや絞りの減少の著しいものでは、 $\pm 3\text{ kg/mm}^2$ 以内程度および $\pm 1.5\%$ 以内程度の誤差に相当し、全体のばらつきのかんがりの部分を占めるようである。次に伸びおよび絞りの測定誤差は測定器の精度より $\pm 1\%$ 以内および $\pm 3\%$ 以内であることが知られる。これらを合計してもなおはじめに述べたばらつきに達しないようであるが、それは他の影響すなわち 18-8 ステンレス鋼などにおいては、マルテンサイト変態のわずかな相違の影響、破断箇所の変動、破断面の形状が長方形からずれることの影響などがあるためと考えられる。

IV. 総 括

超電導マグネットをはじめ種々の極低温機器の開発が盛んになるにつれ、極低温における材料の機械的性質に関する知識を求める声が高まっている。このような情勢を考慮して筆者らは極低温引張試験装置を構成した。試験機には市販の油圧式万能試験機を用い、これにクライオスタット、温度調節器、冷媒の供給系、蒸発ガスの回収系などを付属させて全体を構成した。装置の主要な部分であるクライオスタットはデュワおよび中子より構成し、中子は上方より pull rod と円筒を装入し、pull rod の下の端と円筒の底板の間に試験片を装着する構造にした。また試験片の周囲には銅くずを詰めて試験温度の均一性を保ち、その周囲に巻かれたヒータとデュワの底に設けられたヒータの電流を制御して所定の温度をうる仕組みにした。またクライオスタットは排気系を用いて減圧することもでき、それにより -269°C 以下の温度もえられるようにした。構成した装置はクライオスタットのヘリウム自然蒸発速度を測定し、試験温度の均一性を検討したのち 18-8 ステンレス鋼、銅などの試験片を用いて引張試験を行ない、えられた結果について再現性を検討した。その結果引張強さおよび降伏点のばらつきは $\pm 6\text{ kg/mm}^2$ 以内、伸びのそれは $\pm 5\%$ 以内そして絞りのそれは $\pm 7\%$ 以内であることが知られた。

おわりに本研究は工業技術院の大型プロジェクトの一環として行なわれたものであることを付記し、論文の発表をおゆるし下さった工業技術院太田暢人院長をはじめ関係各位に感謝の意を表する次第である。

(17) ASTM Standard (Part 30), (1966), 153.