高圧力ピストン・シリンダー装置の設計

Designing of High-Pressure Piston-Cylinder Apparatus

網田 富士嗣

Fujitsugu AMITA

Guidelines for constructing piston-cylinder type high-pressure apparatuses are presented. We start with numerical analyses on the strength of the cylinder, followed by a choice of suitable materials and strengthening the cylinder beyond what is indicated by the analyses. Some sophisticated techniques in machining the cylinder as well as operating the apparatus are also described.

[high pressure, piston-cylinder, design]

1. はじめに

円柱にドリルで穴をあけるだけで簡単に作れるピストン・シリンダー装置は約 1.5 GPa までの圧力領域での圧力発生を得意とする。アンビル装置に比べ圧力発生能力は劣るが、大きな体積の試料を加圧できる実験装置として重要な位置を占める。また、その応力分布は形状が軸対称であることから材料力学や弾性力学により解析的に導かれる。このためピストン・シリンダー装置の設計は、そのような応力解析に基づくのが正攻法であるが、もっと簡便な方法もある。

ここでは著者らが用いている方法を紹介する。

2. シリンダーの設計

2.1 高圧力シリンダーの強さと材料の基準強さの関係

決定されるべき諸元は発生圧力(P)、使用(実験)環境に見合う材料と試料体積である。材料は、例えば腐食環境、高温あるいは低温環境、高磁場内での使用、電磁波、X線や中性子線などの使用条件によって決まる。

発生圧力と材料が決まると、次はシリンダーの強度評価である。ここでは最も簡単な単一シリンダー(円柱の中心に穴をあけただけの形)を考える。

高圧力シリンダーの設計を行うときシリンダー壁内に生じる応力について詳しく知る必要はないが、どの様に生じるのかは簡単に知っておくべきことであり、またこの知識は事故を防ぐことにもなるので簡単に述

べる。

シリンダー壁に生じる応力は、半径方向に圧縮応力(S_r)と円周方向に引張応力(S_h)が発生し、半径 r の関数である。シリンダーの軸方向の応力(S_z)は、シリンダーの使用条件により、発生したりしなかったりする(Fig. 1)。これらの応力で最も大きいのは S_h であり、高圧力シリンダーの破壊形態の多くがこの応力の大きさに説明できる。例えば細長いウイナーソーセージを加熱したとき、長さに垂直な面上に割れないで長さ方向に割れるのはこの力のためである。これらのことから高圧力シリンダーの圧力発生能力の大きさ(耐圧強度)は、材料の強さとシリンダー壁の厚さに関係していることが分かる。

まず高圧力シリンダーの大きさ(形状)に対する耐圧強度の関係を述べる。内外半径がそれぞれ a , b の高圧力シリンダーは、その形状を表すパラメータとして

Fig. 1. Stresses in the high-pressure cylinder wall. P :inner pressure, a :inner radius, b :outer radial, S_h :hoop stress, S_r :radius stress, S_z :axial stress.

これらの比をとり、内外径比 K ($K = b/a$) で表す。また発生圧力(P)とシリンダー材料の基準強さ(S_y)の比(P/S_y)をとり、これを高圧力シリンダーの耐圧強度指数と呼ぶことにする。これらの二つの比の間の関係を利用することで設計する高圧力シリンダーの強度評価が簡単になる。

また高圧力シリンダーの耐圧強度は、材料の性質によっても評価され方が異なる。延性的性質を示す材料に関しては、 S_h , S_r , (S_z)の組合せで、脆性的性質を強く示す材料に関しては最大応力(S_h)値で評価されることが多い [1]。

高圧力シリンダーの設計に用いるための耐圧強度指数(P/S_y)と内外径比(b/a)の関係を Fig. 2 に示す。この図は延性的性質を示す材料についてのものである。縦軸(耐圧強度指数)、横軸(内外径比)とも同じ単位をもつ量の比であるから無名数である。そのために、ある特定のシリンダー形状に対して、材料強度と設計圧力の対応を直接見ることができる。例えば曲線 eg を使うとする。高圧力シリンダーの内外径比を 3 にした場合 $P/S_y \cong 0.5$ である。これは基準強さが 1000 MPa の材料を使うと、500 MPa の耐圧強度をもつ高圧力シリンダーが作れることを意味する。

直線 ef は $K < 1.2$ のシリンダーについての関係である。シリンダーが $K < 1.2$ のとき、 S_h の分布は内壁面から外壁面まで一様に分布すると近似され耐圧強度の評価ができる。これは薄肉シリンダーとよばれる。壁内に生じる応力と圧力の関係は次式で表される。

$$\frac{P}{S_y} = K - 1 \quad (K < 1.2) \quad (1)$$

$K \geq 1.2$ では、 S_h が一様分布すると近似できなくなる。これは S_y がシリンダー壁全体で均等に負担されず、内壁近傍の部分だけが大きな S_y を負担するような応力状態になるためである。この結果シリンダー壁を厚くしてもシリンダー外壁の部分は S_h をほとんど負担しないので、厚さの増加に見合った耐圧強度の上昇効果を望めなくなる。このような応力分布を生じるシリンダーは厚肉シリンダーとよばれる。

曲線 eg は内圧(P)によって、シリンダー壁に塑性変形を許さない関係である。この曲線で設計されたシリンダーを弾性シリンダーという。弾性シリンダーは壁を厚く (K を 3 以上) しても、 P が S_y の約半分程度の大きさにしかならないことを示している。

曲線 eji は、塑性変形がシリンダー壁全体に(内壁面から始まりちょうど外壁面に達する)生じる関係である。曲線 ejh は最初の加圧でシリンダー壁の全域或いは一部に塑性変形をおこし、一回目より低い圧力なら、

二回目の加圧からは新たな塑性変形を生じないで弾性円シリンダーとして振る舞う関係である。曲線 eg と eji の範囲で設計された高圧力シリンダーは塑性シリンダー(自緊シリンダー)と呼ばれる。

高圧力シリンダーが加圧と除荷の繰り返しの度に新しい塑性変形を生じると、シリンダー壁は脆くなり破壊しやすくなる(針金を何度も折り返すと簡単に折れてしまう現象: 低疲労破壊)。曲線 ejh は低疲労破壊を起こさないように考慮した塑性シリンダーの関係である。この方法により設計された高圧力シリンダーは材料の基準強さとほぼ同じとみなせる。

以上のことから高圧力シリンダーの壁を厚く (K を 3 以上) しても耐圧強度の上昇効果は悪く、弾性シリンダーでは材料の基準強さの約 1/2、塑性シリンダー(自緊シリンダー)で同程度($S_y \cong P$)であることがわかる。

Fig. 2. P/S_y vs K of monoblock cylinder. eg : elastic cylinder, eji : full plastic cylinder jh : partly plastic cylinder, R : available region for the large residual plastic deformation design.

2.2 材料の基準強さ

先に出した S_y は材料の単軸引張試験の結果を利用する。引張試験による応力-歪み関係を Fig. 3 に示す。

応力が小さいとき材料は弾性的に振る舞い、応力を取り去ると元の長さにもどる。応力をさらに増加して弾性域を越すと降伏する。ここで応力を取り除くと元の長さに戻らず塑性歪み(残留歪み)を残す。さらに応力を増加していくと歪みも大きくなって最終的に破断してしまう。

一般に材料の弾性限界点はわかりにくいので、応力を取り除いたとき、0.2%の残留歪みを残す応力を降伏応力に相当する応力として使用される (Fig. 3 の S_y と

$\varepsilon_{0.2}$)。ここでも高圧力シリンダーの設計における材料の基準強さに降伏強度($S_y = S_{0.2}$)としてこの応力を用いる。

Fig. 3. Stress strain curve. S_y : 0.2% offset yield stress, S_u : tensile stress, $\varepsilon_{0.2}$: 0.2% offset strain, $\times$: breaking point, E : Young modulus.

2.3 材料の選択のポイント

材料の選択は実験目的で変わってくる。ここではクリープや疲労破壊は考えない。高温での実験なら高温での強度に加えて高温酸化、高温腐食やいくつかの鋼種がもつ焼戻し脆性などの現象や性質を知る必要がある。また低温での実験では低温脆性を起こさない材料を選ぶなど、その環境で使用できる適切な材料を選択する必要がある。さらにこれらに加え磁場中での実験では非磁性という条件や電磁波や中性子などによる観測手段のための条件が重ねられるならその都度適切且つ妥協した材料を選ぶ必要がある。

Fig. 2 に基づいて発生圧力が P のとき、 $K > 3$ の条件で、弾性シリンダーなら $S_y \cong 2P$ 、自緊シリンダーなら

Fig. 4. Yield strength vs. hardness of metallic materials.

$S_y \cong P$ の強さの材料を選ぶ必要がある。加圧後多少の残留歪みを残してもかまわないなら Fig. 2 のハッチで示した R の領域での設計が可能で $S_y \cong 0.7 \sim 0.8 P$ の強度の材料を使うことになる。

購入した材料は、例えば熱処理等で、強度を上げて使う。 S_y の値は、焼入れ後の焼き戻しや焼き鈍し或いは時効硬化などの熱処理後の硬度から、見積もることが可能である(Fig. 4) [2][3][4]。材料の S_y の大きな値を知るには、日本工業規格協会から出版されている「JIS ハンドブック」シリーズの「鉄鋼」を参考にするとよい。または製造業者から得られるカタログが参考になる。

多くの鋼は焼入れを行うことで大きな S_y が得られる。この焼き入れ行程には急激な冷却が必要とされる。焼入れでは、材料全体にわたって均一な強度の上昇を図るため、大きさから焼きの入りやすさを考慮する必要がある。また機械加工後に焼き入れを行うと、急激な断面の変化がある部分で、焼き割れを起こすので熱処理後に加工をする。硬度 H_{RC} (ロックウェル C スケール) で 40~43 程度までの材料については素人でも簡単な加工なら可能である。

鉄以外の金属材料 (例えばチタン合金、アルミニウム合金、銅合金など最近多様に使われている) を使うなら同様に日本工業規格協会編の「非鉄」が参考になるであろう。あるいは非鉄金属材料は製造業者から固有の商品が販売されておりそれぞれの材料に付いてのカタログが参考になる。これらには固有の熱処理方法と熱処理によって得られる機械的性質などを詳しく説明したものがあり、高圧力装置を設計する時の材料の重要な情報が得られる。例えば時効硬化処理は T4, T6 などの熱処理記号で示され、それぞれに対して S_y の値を知ることができる。

材料の選択において、選んだ材料の強さだけでなく性質についての知識も必要である。例えばオーステナイト系ステンレス鋼の SUS304 は非磁性材料として知られている。しかしこの材料は、大きな塑性変形を受けるとマルテンサイト変態を起こし、磁性をもつようになるばかりでなく非常に硬くなる。このため高圧力実験装置用材料として強磁場内での使用や大きな変形を被るシール材としての使用には注意が必要である。SUS630 は析出硬化型ステンレス鋼である。この材料は溶体化処理の状態では必ず時効処理を行うことが必要である。溶体化の状態で使用すると延性が比較的小さく、応力腐食割れに対する耐性が低いからである [5]。

また S_y/E の値が大きい材料は小さいものより弾性変形が大ききことを心に留めて置くことが大切である。例

例えば鋼製シリンダーで非鉄金属製シールリングの使用は有効であるが、逆は必ずしも有効に働くとは限らない。

2.4 安全を向上させるための技術

材料は硬度を上げる（硬くする）と強く（ S_y が大きく）なるが、逆に脆く（延性が小さく）なる。シリンダーが大きな耐圧強度を持つためには S_y が大きい必要があるがその反面、安全性は S_y が小さい方が高い。

材料の硬度が高いほど脆性破壊の危険性は大きくなる。脆性破壊は形状の変化をほとんど伴わず突然壊れ、小さな破片となって飛散する恐れがある。このときシリンダー壁に蓄えられていた弾性歪みエネルギーは、破片が飛散するときの運動エネルギーとなって解放されるので非常に危険である。

十分に延性をもった材料で作られた高圧力シリンダーでは、破壊の前に大きな塑性変形を起こし、弾性歪みエネルギーは塑性変形のために使われ、さらに変形してシリンダーの内容積が大きくなった分、圧力も低下するので安全である。硬度 $H_{RC}40 \sim 43$, $S_y = 1200 \text{ MPa}$ （見積もり値）[6]に調整した SUS630 や SNCM439 また SKD 鋼種を機械加工したシリンダーの破壊は経験していない。

高圧力シリンダーの耐圧強度と安全性を高めることは、材料に相反する機械的性質を要求していることになる。我々はこの観点から、耐圧強度の多少の低下を認めても、安全に対する信頼性を上昇させるための妥協点を探す必要がある。

その一つとして提案するのは、高圧力シリンダーの設計強度を構成材料の熱処理後加工可能硬さ程度とすること、また耐圧試験では塑性変形を与え塑性シリンダー（自緊シリンダー）にすることである。

3. 高圧力シリンダーの使用時の工夫

高圧力シリンダーの設計において、定量的に表せないが、耐圧強度や寿命さらには安全性を向上させる方法がいくつか知られている。これらの事項も高圧力シリンダーの設計に取り入れるべき技術と考えられるので紹介する。

・高圧力シリンダーの長さ

高圧力シリンダーの設計式は無限長のシリンダー内壁面上全体に圧力が作用しているという仮定の下で、シリンダー壁内に生じる応力を考慮し、導かれたものである。ピストン・シリンダー装置を Fig. 5 に示されているような構成で使うとき、圧力シール部からシリンダーの端までの部分は圧力を全く受けない。高圧力

Fig. 5. Constructed piston-cylinder apparatus. a:piston, b:sample, c:cylinder, d:high pressure seal, F:Force.

シリンダーの設計理論からこの部分はシリンダーの強さに対しての情報は何も与えられていない。

実際には、内壁の圧力を受けている部分から受けていない部分にわたって、複雑な応力分布が生じていることが想像できる。しかし圧力を受けたときシリンダーの圧力を受けない部分を残しておくことでシリンダーの強度と寿命が僅かであるが伸びる。これは圧力による応力の影響を直接受けない部分が受けている部分を支持する役を担っていると考えられる。これはアンビル装置で良く知られている Bridgman の「マッシュサポートの原理」に似た設計方法の一つである。材料力学ではサンプナンの原理(Principle of Saint-Venant) [7]として説明できる。また内圧で大きく膨らみ破裂しても、この部分があることでシリンダー全体に亀裂が及ぶ可能性は低くなり、破片が飛散する危険も小さくなる。

・試料封入セル

気体や液体の試料または圧力媒体は、シリンダーに直接入れて加圧するより、試料カプセルに封入して加圧すると、シリンダーの耐圧強度は設計値により忠実になる。これは固体の試料封入セルを使うことで、シリンダー内壁面の小さな亀裂内面に圧力媒体が入り込み、亀裂を押し広げる効果が無くなるためである。通常この方法はシリンダー内壁に内張（ライニング：lining）という形で行われている技術である。ライニングは、シリンダー壁が腐食や応力腐食割れなどをおこす恐れのある場合や、或いはシリンダー材料からの試料に対する触媒作用や汚染の可能性が考えられる時に、またシリンダー材料が圧力媒体や試料と直接接触することを避ける役目がある。さらにシリンダーが割れたときに試料が急激に吹き出すのを防ぐのにも役に立つ。

・高圧力シリンダーの K は大きめに作る

高圧力シリンダーを使っているうち、シリンダー内壁の塑性変形が大きくなってきたり、深い傷がついた

りする。このままで使うには実験に不都合であるが、捨ててしまうのはあまりにも生産的である。このような変形や傷を受けたシリンダーを再加工するための「削り代」を残しておくことである。

多少の傷程度ならシリンダーを旋盤で掴み、回転させながら切削油を付けたサンドペーパーでこするとよい[6]。変形が大きい時や深い傷はドリルを使って内径をすこし広げ、上で述べた方法で磨いて仕上げる。

圧力シールは Fig. 5 (d)に示している形のものを用いる。シリンダー内径が多少大きくなったらシリンダー内径に合わせたシールリングを作ればよい。シール材は実験条件に合わせて、上で述べた S_y/E の値に注意して、高圧力シリンダーの材料と同じ考え方で選ぶ。しかしシール材に用いることが出来る材料は、シリンダー材料より硬度が低いことが必要であり、多種多様の材料が使えるようである。例えば真鍮は 1 GPa の高圧力シリンダー用材料には使えないが、1 GPa までの圧力で低温から 100℃の範囲で使った実績がある。しかも非磁性条件でも使える。加工精度は 1/10～2/10 mm の範囲であれば全く不都合はない。

4. ピストン

ピストンは引張強度より圧縮強度が高いことが要求される。

材料には高い圧縮強度が要求されるので、材質は延性的性質よりむしろ脆性的性質が強い材料が望まれ、工具鋼や超硬合金(WC)材料などが用いられる。これは、加压時大きく膨らみ高圧力シリンダーから抜けなくなって圧力が閉じこめられてしまう危険性より、亀裂が生じ圧力が解放される方が安全であるからだ。また加压する時、ピストンの軸とシリンダーの軸は、同一直線上にあるのが理想的である。しかし多くの場合残念ながら、傾きをもった状態でも加压操作が行われる。必要以上に硬い材料はチップングを生じたり、亀裂の発生と同時に小さな破片を生じ飛散する恐れがあるので工夫を要する。我々はアルミナ焼結体製のピストンを使った経験がある。ピストン端部での激しいチップングは面取りを大きく滑らかに仕上げ、またピストンとパッドの間にテフロンシートをバッファに使うことで解決した。

ピストンの直径は、シリンダー内径に摺り合わせるほどの精度にする必要はない。シール材やごみを咬み込んだとき外れなくなるばかりか、シリンダー内壁とピストン側面に深い傷を入れるからである。例えば上で述べたチップングで飛散した破片がシリンダーとピストンの間に挟まると非常にやっかいなことになるの

は容易に想像できる。

大きな温度変化を伴う実験では、シリンダーとピストン材料間の線膨張率の違いに注意を払って設計されるべきである。例えば銅ベリリウム製高圧力シリンダーに WC 製ピストンが辛うじて入る精度で加工されているとき、低温状態での加压や減圧は困難になることが推測できる。

5. 目的にかなう材料選びと設計例

近年、極端に強い光源が使えるようになったり、僅かな信号でも十分な感度が得られる検出器が容易に利用できるなどの実験技術が普及してきたことも手伝い、高圧力下で特殊な条件下あるいは特別の測定方法を用いる実験装置の開発の必要性に迫られることがしばしばある。特定の手段や方法、あるいは特別な目的のための高圧力シリンダーを作る材料として、十分満足できるだけの強さを持った材料が、必ずしも入手できるとは限らない。限られた種類の材料とそれらの材料の強さの範囲で、材料の性質を生かしながら、組み合わせて設計する事が要求される。この例として高圧力分割シリンダーを簡単に紹介する。

限られた材料の中で強いシリンダーを作る要諦は、内圧を受ける高圧シリンダー壁内に発生する引張応力から、シリンダー壁が引き裂かれないように設計することである。この考えに基づき、最初から引っ張り応力が働かない様に、分割したシリンダーを作ると上で述べた困難が回避できると考えられる[8]。

分割シリンダーの断面図を Fig. 6 に示す。上で述べたように、シリンダー壁内に引っ張り応力が発生しないので、シリンダー材料の引張力に対する強さは必要としない。内圧 P は分割片(s)の半径比 $a/b(2\pi aP = 2\pi bP')$ で減衰し、ジャケット(j)は減衰された圧力 P' を支える。

Fig. 6. Segmented cylinder. a:inner radius of segmented cylinder, b:outer radius of segmented cylinder and inner radius of jacket, c:outer cylinder of jacket, s:segment, P:inner pressure, P' :reduced pressure.

この方法の技術的問題は、別々に加工したシリンダー片を高精度で組み合わせることが困難であること。また内圧を受けた時シリンダーを構成している分割片が広がり、隣り合った分割片間に隙間ができて、ここから圧力が漏れていく恐れがあることである。

我々は、以前、この原理に基づき中性子散乱実験用の高圧力シリンダーを開発している[9]。使用できる材料はアルミニウムとその合金や酸化物、或いはチタン合金である。シリンダーの組み上げ時の不具合は、引張力に弱いアルミナシリンダーをそのまま使って加圧による破壊でシリンダー片を形成させて解消できる。シリンダー片間の広がりからの圧力の漏れはアルミニウム合金の試料カプセルを用いることで回避している。この方法でジャケット材料の S_y の2倍以上の圧力発生を確認している。

6. おわりに

本来、高圧力シリンダーの材料の選択と強度設定は、高圧力シリンダーを作る素材から数片切り出した試験片を作り、その都度引張試験を行い、材料強度を確認してから進めるべきことである。ここではそのような手続きを省略した、簡便とはいえ次のようなことは手抜きをすべきでないと考える。

まず全ての工程を自分で行い、繰り返し経験し、そこから得られる know how やテキストに書かれていない知識を蓄積していくことである。そうすることにより業者任せでは得られない、柔軟性のある高圧力実験装置の創造も可能となることを信じる。

謝 辞

本稿の執筆を纏める機会を与えて頂きました東京大学物性研究所の上床美也先生、また高圧技術に関してご指導を頂きました流通科学大学の小野寺昭史先生に深く感謝を致します。

参考文献

- [1] 例えば A. Onodera, F. Amita: in *Organic Synthesis at High Pressure*, eds. K. Matsumoto, R.M. Acheson, (John Wiley & Sons, Inc., 1991), Cha. 3, pp. 77-131. 及びこれに引用されている文献.
- [2] 荒木透編著: 鋼の熱処理技術, (丸善, 1970).
- [3] 日本金属学会編: 金属便覧(改訂 4 版), (丸善, 1982) 等からのデータ.
- [4] 日本碍子データ:
(<http://www.ngk.co.jp/SAN/index.html>).
- [5] S.H. Avner, *Introduction to Physical Metallurgy*, 2nd ed.: (McGraw-Hill, Kogakusha, Ltd.), pp326-377, 1974).
- [6] 網田富士嗣: 高圧力の科学と技術, **9**, 146 (1999).
- [7] 例えば S.P. Timoshenko, J.N. Goodier: *Theory of Elasticity*, 3rd ed. (McGraw-Hill, Kogakusha, Ltd. 1970), p. 39, p. 248.
- [8] V.C.D. Dawson: in *High Pressure Technology*, eds. I.L. Spain, J. Paauwe(Marcel Dekker, New York, 1977), Vol. 1, Chap. 7, p.252,.
- [9] F. Amita, A. Onodera: Rev. Sci. Instrum. **69**, 2738 (1998).

[2002 年 7 月 31 日受理]