技術報告

© 1985 ISIJ

極低温疲れ試験装置の概要と運転状況

緒形 俊夫*・石川 圭介*²・長井 寿*²平賀啓二郎*・中曽根祐司*²・由利 哲美*

Helium Cooling System for Long-term Fatigue Test at Liquid Helium Temperature

Toshio OGATA, Keisuke ISHIKAWA, Kotobu NAGAI,
Keiji HIRAGA, Yuji NAKASONE and Tetsumi YURI

Synopsis :

A Fatigue Testing Machine at Liquid Helium Temperature with new re-condensing type cooling system was installed in National Research Institute for Metals, Tsukuba Laboratories. The machine has been designed for long-term fatigue testing at liquid helium temperature. The machine has a recondenser in the closed test machine cryostat. Helium mist is transferred to the recondenser from the refrigerator and evaporated helium gas is recondensed in the cryostat. The liquid helium level in the cryostat is kept constant without additional supply of liquid helium during the testing. This recondensing type cooling system has achieved long-term continuous operation for more than 460 h.

1. 緒 言

極低温における超電導現象利用技術の進歩に伴い、液体ヘリウム温度 (-269°C) でも十分信頼性の高い構造材料が求められている。強度・靱性のデータとともに構造材料の信頼性を確認しつつ材料開発の目安として、疲れ強度データが不可欠である。昭和 58 年 3 月、「極低温疲れ試験装置」が金属材料技術研究所筑波支所に設置された。以来、本装置は順調に稼動し、各種構造材料の極低温における繰り返し応力による疲れ寿命を予測するための試験を行っている。

液体ヘリウム温度における材料の疲れ試験データの蓄積の必要性にもかかわらず、現在に至るまで十分に行われていない。主な報告として、米国の NBS (National Bureau of Standards) の報告¹⁾が唯一である。これは極低温における疲れ試験が難しいためである。疲れ寿命を予測するには破断繰り返し回数 (N_f) が 10^6 程度の長時間の試験データが必要である。疲れ破壊の特徴として N_f の予測は難しく、途中で試験を中断することはできない。さらに極低温では金属材料の比熱および熱伝導率はそれぞれ常温の 1000 分の 1 および 10 分の 1 程度になり²⁾、わずかな変形によって発熱しやすく試験片の温度が上昇してしまうため、試験周波数を高めて試験時間

を短縮することも不可能である。以上のことから極低温において疲れ試験を行うためには、試験片の内部発熱と外部からの熱侵入を除去する安定した長時間冷却システムが必要となる。

液体ヘリウム温度において疲れ試験を行うための冷却方法として、試験片を液体ヘリウムに浸漬し必要に応じて蒸発した液体ヘリウムを補給する方法と、蒸発したヘリウムガスを回収し液化機により再液化する方法がある。液体ヘリウムをつぎ足す方法は最も簡単であるが長時間にわたって補給し続けることは、高価な液体ヘリウムの消費量が増大するとともに補給のための労力が絶えず必要とされる。次に蒸発したガスを回収し再液化する装置を設ける方法では液体ヘリウム消費量および労力は削減されるが、ガスを回収する際に水分や空気成分等の不純物の混入の可能性が大きく、ガス精製機の運転を伴うヘリウム液化機の長時間連続運転は難しく保守も複雑となる。

本装置では不純物の混入を極力回避しヘリウム冷凍機の長時間連続運転を可能にするため、ヘリウムの閉ループ再凝縮方式を世界で初めて採用し実用化した。現在まで、再凝縮冷凍装置の 1 回の連続運転としては、460 h 以上の実績を得ている。

昭和 59 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 59 年 7 月 30 日受付 (Received July 30, 1984)

* 金属材料技術研究所筑波支所 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen Sakuramura 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. Flow diagram of fatigue testing machine at liquid helium temperature.

HX : heat exchanger,
J.T. : Joule-Thomson valve
E : expander engine,
M.T. : mist transfer tube

Photo. 1. Whole view of fatigue testing machine at liquid helium temperature.

2. ヘリウム冷却システムおよび疲れ試験機

2.1 装置の構成

本装置はヘリウムガスを送り出すための圧縮機、あらかじめガス中の不純物を除去するための機外精製機、精製したガスを蓄え閉ループ内のガス量を調整するガスホルダ、ガスを冷却しヘリウムミストを生成する冷凍機と疲れ試験機から成る。Photo. 1 は本装置の概観である（ただし圧縮機は別室にある）。本装置の冷却システムにおけるヘリウムガスの流れのプロセスを Fig. 1 に示す。図中の数字は疲れ試験を行っている定常状態での、各部の温度の一例である。

本装置の冷却系統は二つに分けられる。一つは冷凍機内のジュール・トムソン（以下 JT と称する）弁によって作られたヘリウムミストを、寒冷として試験機クライオスタット内の再凝縮器に送る閉ループであり、もう一つは密閉されたクライオスタット内での蒸発したヘリウムガスを再凝縮するループである。

2.2 ヘリウム圧縮機

圧縮機により冷凍機の膨張エンジン入口および JT 弁入口までの高圧側のヘリウムガスの圧力は、約 16 atm (1.7 MPa) まで昇圧される。圧縮機の型式は水平対向無潤滑往復動 4 段型で、完全密閉型である。閉ループ内への油や空気成分等の不純物の混入を長時間にわたって極力避けるためである。電動機の容量は 200 V, 50 Hz, 65 kW で、冷却方式は水循環冷却である。ガス処理量は最大 300 N m³/h である。吐出圧は供給ガス量を自動弁により調節することによって変えられる。

2.3 ガスホルダ

ガスホルダは容量 1 m³ で、水分などのガスの逆拡散しない処理を施した鋼製である。閉ループの高圧側と低圧側（圧縮機戻り）に接続された 2 個の自動弁により、圧縮機の吸込み圧が 0.01~0.02 atm になるよう調整される。ガスホルダ内圧力は装置停止時約 7 atm であるが、装置のループ内が十分冷却された定常状態ではループ内のガス量が増えるため約 3 atm に減少する。

2.4 機外精製機

冷凍機を長時間運転してもガスの流路が不純物の凍結等により閉塞されるのを防止するため、あらかじめ閉ループ内のヘリウムガス中の不純物は十分除去されなければならない。精製機は水分除去用のモレキュラーシーブス吸着器と、液体窒素温度で酸素・窒素を吸着させる活性炭吸着器からなる。精製機により閉ループ内の水分は 10 ppm 以下、酸素と窒素の合計濃度も 10 ppm 以下となる。装置の運転前に、系内の一部または全部のガスの精製が行われる。閉ループを開放しない限り、運転ごとに精製を行う必要はない。

2.5 ヘリウム冷凍機

圧縮機から送られてきた高圧のヘリウムガスは冷凍機

にはいり、第1から第6熱交換器とJT熱交換器により約5Kまで冷却される。第8熱交換器は冷凍機の断熱シールドガス配管用の熱交換器で、装置の起動時のみ用いられる。各熱交換器出口の温度等はFig. 1に示されているが、第1熱交換器出口で約130K³⁾、第2熱交換器出口で約60Kである。冷却されていくヘリウムガスの一部は各段の膨張エンジンにはいり、断熱膨張により第1段で約60K、第2段で約30Kそして第3段で約8Kの寒冷を発生し低压ラインに戻る。JT熱交換器を出た高压ヘリウムガスはJT弁で約0.1atmまで自由断熱膨張し、温度降下により約50%の液体を含むミストとなる。ヘリウムミストは真空断熱されたミスト移送管を通り、疲れ試験機クライオスタット内の再凝縮器へ送られる。ミストは再凝縮器で熱交換しガス化して冷凍機に戻り、低压ラインとして各熱交換器を通り圧縮機の吸込み口に戻る。

この冷凍機の特徴は、3段膨張式のクロードサイクルで、液体窒素等の外部寒冷および熱シールドを用いることなく寒冷を発生できる。冷凍能力は4.4Kで約20Wである。膨張エンジンには2気筒往復動型を2台用い、発電方式により動力を回収し、耐久性向上のため150r.p.m.の低速回転としている。5体の主熱交換器にはアルミプレートフィン形熱交換器を採用し、軽量化、熱効率の向上と流路閉塞の低減を図っている。JT熱交換器は無酸素銅の2重管形である。冷凍機コールドボックス内およびミスト移送管は真空断熱方式である。冷凍機内部の様子をPhoto. 2に示す。下部に見えるのがJT熱交換器である。

2.6 疲れ試験機

試験機本体の荷重負荷装置は、油圧駆動、荷重制御方式で、最大荷重動の $\pm 5t$ 、静的 $\pm 7.5t$ の引張圧縮の両振り荷重が負荷できる。試験周波数域は0.01~50Hzである。

Fig. 2に疲れ試験機クライオスタットの断面図を示す。クライオスタットは真空積層断熱方式で、液体窒素の循環冷却方式を併用している。試験中クライオスタットは完全に密閉すなわち封じきられ、再凝縮器の働きにより内圧は約0.15atmに保持される。再凝縮器は液体ヘリウム液面直上に設置され、材質は無酸素銅パイプで、伝熱効率向上のため三角錯列配置している。再凝縮器において冷凍機から供給されたヘリウムミストは、再凝縮器内外の温度差すなわちクライオスタット内のヘリウムの蒸発量に応じて気化する。この潜熱により封じ切られたクライオスタット内で蒸発したヘリウムガスは再液化され、液体ヘリウム液面は一定に保持される。

Photo. 2. Inner appearance of refrigerator.

Fig. 2. Cryostat for fatigue testing apparatus.

試験片の形状をFig. 3に示す。引張圧縮試験の際の座屈を防ぐため、中心部直径6mmの砂時計形を採用している。掴具は二重円筒構造で、固有振動数は試験機との共振を回避するため100Hz以上となっている。Photo. 3は試験片の交換のため試料筒を引き上げたところである。

Fig. 3. Dimension of test specimens. (in mm)

Photo. 3. Cryostat and cylinder for specimen holder.

3. 冷却システムの運転

3.1 冷却時間の短縮

本装置を起動し疲れ試験を開始するまでに、圧縮機の昇圧、冷凍機およびクライオスタットの予冷、膨張エンジンによる冷却、JT 弁開度調節から液体ヘリウム注入などの手順があり、毎々所定の時間を要する。Fig. 4 は本装置が設置された昨年3月の冷却過程における冷凍機各部、第1段膨張エンジン出、第3膨張エンジン出、JT 弁入口および JT 熱交換器低圧側出の温度を時間の経過で示したグラフである。冷凍機内温度が定常状態に達し、クライオスタット内の再凝縮器が有効に働き、クライオスタットを封じ切れるようになるまで約 17h を要していた。これは各熱交換器の熱容量が大きいためにもよるが、当初は急冷による熱応力の発生を極力避けるため 1h に 50° 以上の急冷を行わず、また冷却の手順として各膨張エンジンを十分に働かせ内部を安定に冷却

Fig. 4. Cooling behavior of refrigerator in March 1983.

した後、JT 熱交換器を冷却し十分な定常状態を得る方針であつたことによる。このため第1と第2熱交換器に備わっている予冷用の液体窒素配管にも十分な液体窒素を流さなかつた。よつて温度変化は第3段膨張エンジン出の温度がまず降下した。次に JT 熱交換器の膨張エンジン側までを十分冷却した後、クライオスタットに予冷のための液体窒素を注入し、JT 弁を開き再凝縮器からの寒冷を利用し JT 熱交換器を冷却していた。このためヘリウムミストが生成されるまで時間を要した。

装置の起動から疲れ試験開始まで半日以上を要していたのでは運転時の労力の負担が大きすぎるため、冷却時間の短縮が求められた。現在の操作手順は、装置の起動直前にクライオスタットに予冷用の液体窒素を注入し、第1および第2熱交換器にも予冷用の液体窒素を十分に流しながら冷凍運転にはいる。熱交換器への液体窒素は、第1段膨張エンジン出の温度が液体窒素温度 (77 K) 付近に下がるまで約 1h 流される。一方 JT 弁を開き液体窒素につかっている再凝縮器からの寒冷により、初めから JT 熱交換器を冷却する。JT 熱交換器低圧側出の温度が 77 K 付近に下がった時点で、クライオスタットから液体窒素を完全に抜き液体ヘリウムを注入する。液体ヘリウム液面が約 200 mm に達するまで注入し、冷凍機が定常状態になり液体ヘリウムの蒸発が落ち着いた後、逃がし弁を閉めクライオスタットを封じ切る。このように冷凍機の上部和下部から急冷したときの冷凍機各部の温度変化を Fig. 5 に示す。装置の起動から封じ切りまでの所要時間は約 6h であつた。

封じ切りを行うまでの液体窒素の所要量は約 300 kg であり、液体ヘリウムの所要量は約 50 l である。封じ切り以後、液体窒素はクライオスタットの冷却に 1h 当たり約 15 kg 消費されるが、液体ヘリウムは補給する

Fig. 5. Cooling behavior of refrigerator in May 1984.

必要はない。

3.2 冷凍機連続運転中の試験片交換

試験片が破断した後、試験片を交換し次の試験を行うには、従来は冷凍機を停止しクライオスタット内の液体ヘリウムを蒸発させ、内部を常温に戻す必要があった。これは試料筒をクライオスタットに再び挿入する際の再凝縮器への急激な熱侵入により、冷凍機内の温度バランスを崩してしまう懸念と、水分の氷着などによりクライオスタットの密封が不十分になる心配があったことによる。このため試験片を交換した後、冷凍運転に入りクライオスタットを再び封じ切るまで、初めの起動時と同じ労力と時間を要し、クライオスタットの昇温時間と合わせて非常に試験能率が悪い。

本装置の運転を繰り返し、各部の操作および温度変化を十分把握した上で、冷凍機内の温度と圧力に注意しながら、再凝縮器を大気開放した状態での試験片の交換を試みた。その結果クライオスタット内の再凝縮器に冷凍機からの寒冷が供給されている状態で、試料筒をクライオスタットから引き抜き試験片を交換し再度挿入しても、冷凍機内温度の一部が上昇するが、温度バランスを大きく崩すことはないことがわかった。そして液体ヘリウムを補給し再度封じ切りをするまで、約 2 h で完了した。Fig. 6 はこのときの液体ヘリウム液面の変化と冷凍機内の各膨張エンジン出の温度、JT 弁入口、JT 熱交換器低圧側入（ミスト移送管戻り）および JT 熱交換器低圧側出の温度変化を示したグラフである。

グラフ内にも記されているが試験片交換の手順は、ま

Fig. 6. Liquid helium level and temperature behavior during specimen exchange.

ずクライオスタットの逃がし弁を開き、約 0.15 atm の内圧を開放し、試料筒を油圧により引き上げる。このとき液体ヘリウム液面は減少する。試料筒を引き上げ大気開放状態においても再凝縮器には大きな熱侵入はなく、液面の減少も緩やかであり冷凍機は安定している。液体ヘリウムの蒸発量は大気開放状態でも再凝縮器が働いているため、停止時（自然蒸発状態に対応）の約 3 分の 1 に減少し、1 h あたり 3 mm (約 0.4 l) となっている。試験片の固定に冷しばめを併用していることもあつて、引き上げた試料筒を加熱し常温に戻した後試験片を交換する。試験片交換後、試料筒に液体窒素を吹き付け予冷する。予冷を行わないと試料筒挿入時に液体ヘリウムの蒸発量が多くほとんど蒸発してしまう。またミスト移送管戻りの温度が著しく上昇し 50 K を越え、冷凍機のバランスを崩す恐れがある。予冷後試料筒を液体ヘリウムの気化熱を利用しつつ静かに挿入する。ミスト移送管戻りおよび JT 弁入口温度は約 20 K まで上昇するが、挿入完了とともに正常に戻る。第 2 段膨張エンジン出の温度が逆に下がっているのは、温度上昇の影響を減らす目的で JT 弁を絞つたため、膨張エンジンへの流量が増えて寒冷の発生量が増加したことによる。液体ヘリウム液面は試料筒の挿入に伴い急激に減少するが、約半分は残る。蒸発した液体ヘリウム約 15 l を補給し、各温度が落ち着いた所でクライオスタットを封じ切り、再び疲れ試験を行う。

3.3 マイクロ・コンピュータを使った温度監視システムの導入

本装置には各構成機器ごとに自動警報システムが設け

られ、また圧縮機回りおよび冷凍機回りの温度を記録するための多点温度記録計が備わっている。一方、系内の冷却が完了し各温度が定常状態になるまでの起動時には、冷凍機内およびクライオスタット内の温度変化に応じて、装置各部の弁の開閉や流量調節その他の手順を次々と進行させる。このため前述の冷却時間短縮などの作業の高能率化および確実性の向上を図るには、記録計に依存するシステムでは不十分であり、冷凍機の作動状態および刻々と変化する温度を視覚的に表示するシステムが必要である。この要求を満たすため、マイクロ・コンピュータを使用した温度監視システムを導入した。

マイクロ・コンピュータは日立 MB-6890 レベル 3、多点スキャナには YHP 3497 A を用い、温度センサには白金抵抗温度計とクロメル・アルメル熱電対を使用した。

このシステムの主な機能は以下のとおりである。

1) 冷凍機およびクライオスタット内の各部位の温度 (全 17 点) とヘリウム液面高さ、JT 弁開度等を 15 s 間隔でサンプリングし、測定位置に対応する画面ディスプレイ上に Fig. 1 のように表示する。また温度域によつて、表示の色が変化する。

2) 一定時間ごとまたは必要に応じて、各温度・流量等を印字および磁気ディスクに記録する。

3) 運転状況に応じて系内のヘリウムガスの流れる様子を画面ディスプレイ上に示し、画面の動きを与えるとともに状況を把握しやすくする。

この温度監視システムの導入により、冷却状況の微小変化をも把握しやすくなり、運転効率の向上に役立ち、さらに運転終了後に記録の再現をし冷却条件の十分な検討が可能となつた。

3.4 試験周波数の設定

液体ヘリウム温度では、金属材料の比熱は常温の約 1000 分の 1 になり、熱伝導率も常温の 10 分の 1 程度になる。このため材料のわずかな変形によつても試験片の温度は大きく上昇してしまい、一定の試験温度が保証されない。一定の試験温度を確保するため、試験中の試験片の表面と中心部の温度を測定し試験周波数の上限を求めた。チタン合金において得られた試験片中心部の温度測定の結果を Fig. 7 に示す。熱電対には Au-0.07% Fe, Chromel (線径 0.2 mm) を用い、周囲の液体ヘリウムとの温度差により温度上昇を測定した。測定用の穴の内径は 2 mm、深さ 87 mm で、熱電対は試験片の鞍部の中心に位置させた。図の横軸は試験周波数で、試験応力は 111 kgf/mm² である。この試料の降伏応力は 143 kgf/mm² である。この試験応力では、試験周波数が

Fig. 7. Temperature rise as a function of frequency and stress.

5 Hz 以上になると 1 度以上の温度上昇が生じている。試験応力が小さくなれば試験片内部の温度上昇も減少するが、試験周波数を統一するという点から、チタン合金における試験周波数を 4 Hz とした。なおこの試験応力では、試験片表面の温度上昇はほぼ 0 であつた。

ステンレス鋼では降伏応力が低く、塑性変形領域での疲れ試験も行われるが、このときは発熱量が大きいため、試験周波数の上限は 1 Hz 程度と報告されている⁴⁾。

4. ま と め

極低温疲れ試験装置の導入により、液体ヘリウムの補給を必要とせず、液体ヘリウム温度における材料の長時間疲れ試験が可能になつた。これまでに行つてきた本装置の運転の中で、およそ 1 週間にわたる疲れ破断試験 (2×10^6 サイクル) を行い直ちに試験片を交換し次の試験をし、再凝縮冷凍システムとしては最長 460 h の連続運転も達成している。

終わりに本装置の開発および運転に協力していただいた (株) 神戸製鋼所の佃淳二氏、大谷哲也氏、赤松正明氏、新富正氏、福本昇氏他の方々に謝意を表します。

文 献

- 1) Handbook on Materials for Superconducting Machinery (N. B. S.) sheet No. 8.1.3-4 (11/76) (1977) [Metals and Ceramics Information Center]
- 2) 小林俊一：低温技術 (1977), p. 24 [東京大学出版会]
- 3) 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]
- 4) T. OHTANI, Y. OHTSU, N. SHIKI, Y. TOMISAKA, Y. KAWATE, Y. MONJU and T. HORIUCHI: Proc. ICEC-9 (1982), p. 604 [Butterworths]