

© 1983 ISIJ

液体ヘリウム温度における簡便なシャルピー 衝撃試験法

技術報告

緒形 俊夫*・平賀啓二郎*・長井 寿**・石川 圭介**

A Simple Method for Charpy Impact Test at Liquid Helium Temperature

Toshio OGATA, Keijiro HIRAGA, Kotobu NAGAI, and Keisuke ISHIKAWA

Synopsis :

A simple and reliable method for Charpy impact test at liquid helium temperature has been established.

An impact specimen has been inserted into the capsule which is composed of grooved polystyrene foam plate. Liquid helium has been transferred to the capsule during testing. The experimental results are as follows :

- (1) The specimen temperature drops to 4.2 K in about 60 seconds and the temperature gradient in the specimen is negligible.
- (2) Liquid helium consumption is less than one litter per each test.
- (3) The error in the absorbed energy due to the capsule is negligible.

1. 緒 言

極低温用構造材料¹⁾の靱性を評価するため、液体ヘリウム温度における簡便かつ信頼性の高いシャルピー衝撃試験法を確立した。

構造材料を極低温[†]で用いるにあたっては、靱性の評価が重要な問題となつている。しかし極低温用構造材料の靱性に関するデータは、極低温におけるその評価が難しいため、強度等のデータ²⁾に比較すると非常に少ない。シャルピー衝撃試験は、経済的かつ簡便に材料の靱性の評価ができ、材料選択の有効な方法である。また鋼種によつてはシャルピー吸収エネルギーと破壊靱性値 K_{IC} とは相関があるとされている³⁾。これらのことから極低温における衝撃試験データの蓄積が求められている。

極低温での衝撃試験において問題となる点は、試験片の温度を、ハンマーによつて打撃を加えるまで、極低温に維持することである。これまでに行われている衝撃試験法は以下のように大別できる。

- (1) 試験片を液体ヘリウム中で冷却後、引き上げて

試験機に設置する。

- (2) 試験片をカプセルに入れ、液体ヘリウムを流しながら試験をする。

(1)の方法は最も簡単な方法であり経済的である。吉村ら⁴⁾の方法によると、試験片を保温しても引き上げてから試験機に設置し打撃を加えるまでに、少なくとも15K以上の温度上昇があり、打撃時の試験片温度を一定の極低温に保つことが難しい。(2)は、JINら⁵⁾によつて行われた方法があり、試験片を断熱材で包みアクリルケースに入れ液体ヘリウムを流しながら打撃を加えるため、試験片温度を極低温に保つことができる。その反面、試験片を断熱するカプセルの製作が繁雑であり、カプセルのシャルピー吸収エネルギーに及ぼす影響を考慮する必要がある。

著者らは、試験片温度を液体ヘリウム温度に維持したシャルピー衝撃試験を行うため、(2)の方法の改良を試み、カプセルの製作がより簡単で液体ヘリウムの消費量の少ない、発泡スチロールとアクリルケースからなるカプセル(以下I型カプセルと呼ぶ)の実用化に成功した。このカプセルを使つた衝撃試験を行つていく過程で、試験片に発泡スチロール板を巻くだけという最も簡単で安価なカプセル(以下II型カプセルと呼ぶ)を考案

† 一般には -250°C 以下を極低温というが、本稿においては、液体ヘリウム温度 -269°C (4.2 K) 付近を指す。

昭和 56 年 11 月本会講演大会にて発表 昭和 57 年 3 月 1 日受付 (Received Mar. 1, 1982)

* 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 305)

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

した。Ⅱ型カプセルでは、製作の繁雑さが著しく軽減し、試験片の冷却性能が向上し、カプセルのシャルピー吸収エネルギーに及ぼす誤差がほとんどなくなった。

以下に極低温におけるシャルピー衝撃試験の実用化に成功したⅠ型カプセルと、最も簡便なⅡ型カプセルを紹介する。

2. 試験方法

2.1 装置構成

本システムは、30 kgf-m シャルピー衝撃試験機、250 l 液体ヘリウムタンク、2本の真空断熱トランスファーチューブおよび液体ヘリウムタンク内の圧力を0.3~0.4 kgf/cm² に維持するためのヘリウムガスボンベから成り、全景を Photo. 1 に示す。2本のトランスファーチューブはニードル弁(円内に示す)で連結されている。ニードル弁は液体ヘリウムの流量をコントロールし、試験片破断後ただちにその供給を止め、液体ヘリウムの消費量を節減する重要な働きをする。

2.2 Ⅰ型カプセル

カプセルは、試験片(JIS 4号2mmVノッチシャルピー衝撃試験片 10×10×55 mm)を入れるアクリルケースの内側に断熱材として発泡スチロールを張り、熱侵入を防いだものである。JIN⁵⁾の方法と異なる点は、液体ヘリウムの流路を直線的にしカプセルの形状を単純化したことおよび断熱を発泡スチロールでほとんど行っていることである。アクリル板は発泡スチロールの冷却による変形とガス圧による破裂を防止するために用いており、ケースは冷却により収縮することはなかつ

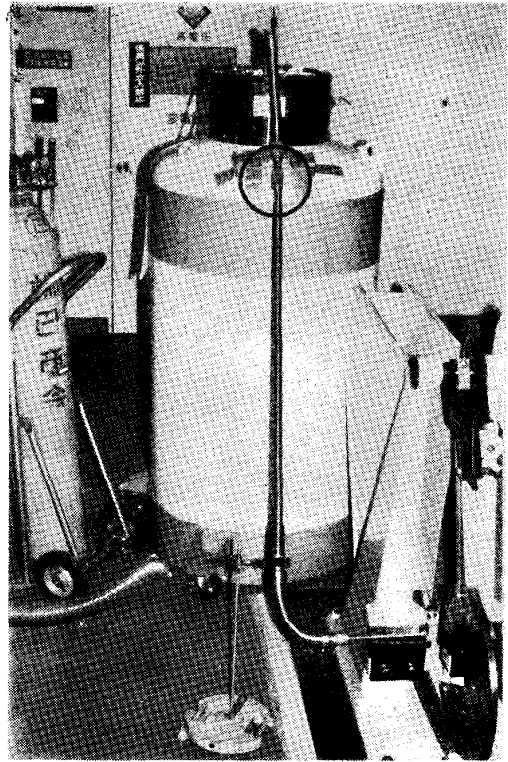
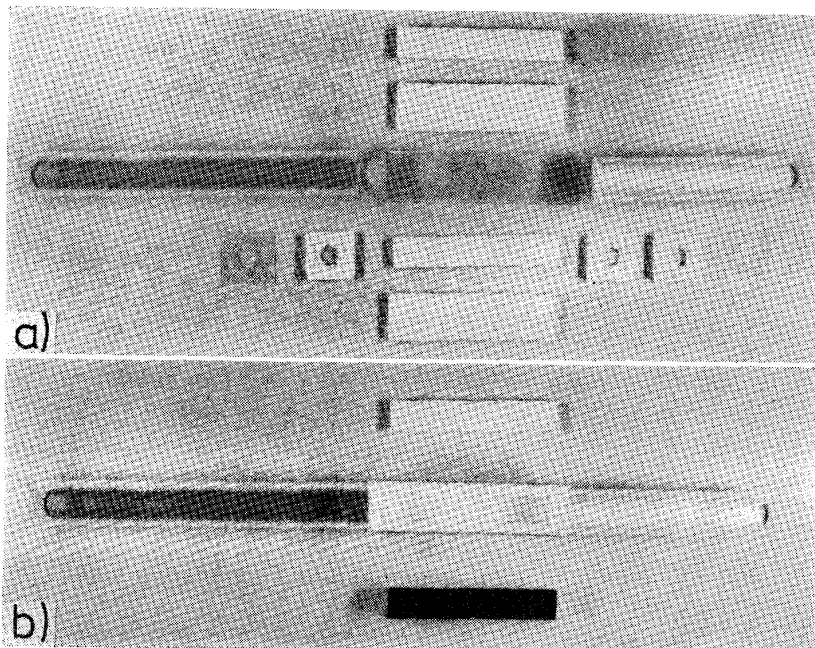


Photo. 1. Whole view of Charpy impact test system at liquid helium temperature.

た。

Photo. 2 a) にカプセルの構成部品を示す。カプセルは、中央部のアクリル板によるケース、発泡スチロール板、そしてトランスファーチューブ受入れパイプと液体ヘリウム出口パイプ(発泡スチロール内張り)で構成される。パイプの外径は15.8 mm、内径は11.8 mmで



a) Constituents of capsule.
b) Capsule and Charpy impact specimen.
Photo. 2. Type I capsule.

ある。アクリル板のケースは 16 mm 角, 長さ 63 mm, 板厚は 0.5 mm である。板厚 1 mm のアクリル板を用いると, ケースのみの破壊に約 0.3 kgf-m のエネルギーを要し好ましくない。そこでケースの強度およびアクリル板の加工性を考慮し 0.5 mm 厚とした。

断熱用の発泡スチロールは板厚 3 mm, 長さ 55 mm, 幅 10 mm と 16 mm である。この発泡スチロール板には, 試験片と接する面に, 深さ 1~1.5 mm の溝を長手方向に設けた。溝の間隔は幅 10 mm あたり 5~6 本で, 先の細いハンダごての先をステンレス製の定規にあて, 発泡スチロール上で線を引くように移動させ溶かすことにより溝を作った。この溝は試験片の冷却に大きく影響する。すなわち溝が浅いと液体ヘリウムの通りが悪くなり, 試験片温度が極低温に達しないか, あるいは液体ヘリウムが脈流となり温度が変動する。以上のものを組み立て, 上部を開いたカプセルを Photo. 2b) に示す。

衝撃試験は, 試験機のアンビル上にカプセルをノッチ位置を合わせるスペーサに接しさせて置き, トランスファーチューブをアクリル管に挿入する。トランスファーチューブとアクリル管の間隙はグリースで埋め, 冷却中にグリースが凍結することによつて, 入口側からの液体ヘリウムの漏出を防止した。ニードル弁を開け液体ヘリウムをカプセルに流入し, 試験片を冷却する。冷却は打撃を加えるまで続け, 衝撃試験終了後, ニードル弁を閉じる。

2.3 II 型カプセル

前述のカプセルでも十分簡便に極低温における衝撃試験が可能になったが, さらに試験片温度を下げカプセルの製作を簡略化するため, カプセルの改良を行った。極低温を得るためには, カプセルの断熱性と液体ヘリウムの流通性の良さが必要である。断熱性は発泡スチロール板のみで十分であるので, 流通性を良くするためカプセルの形状をより単純にし, アクリル板およびアクリル管を除き, それらの加工の過程を省略する II 型カプセルを考案した。

Photo. 3a) に示すように, カプセルの材料は発泡ス

チロール板のみとし, これが断熱材として働くとともにケースとなり, トランスファーチューブ受け入れパイプおよび液体ヘリウム出口パイプとなる。この発泡スチロール板は厚さ 3 mm, 長さ 200 mm, 幅 46 mm で, I 型のときと同様に試験片と接する面全体に溝をつけた。また発泡スチロール板を折り曲げやすくするため, 裏面に 1 mm 程度の浅い切り込みを, 長手方向の端面(縁)から 10, 21, 32 mm の位置に入れた。

液体ヘリウムを流したとき, ガスの圧力により試験片が移動しないように, 試験片の 1 つの面を接着材で固定し, 発泡スチロールを巻き, 縁を止め合わせた。完成したカプセルの外観を Photo. 3b) に示す。トランスファーチューブを挿入する際, 折り目から破れることを防止するため, トランスファーチューブがはいる部分の折り目をセロテープによつて補強した。このように補強したカプセルはヘリウムガス圧等によつて破壊することはなかつた。

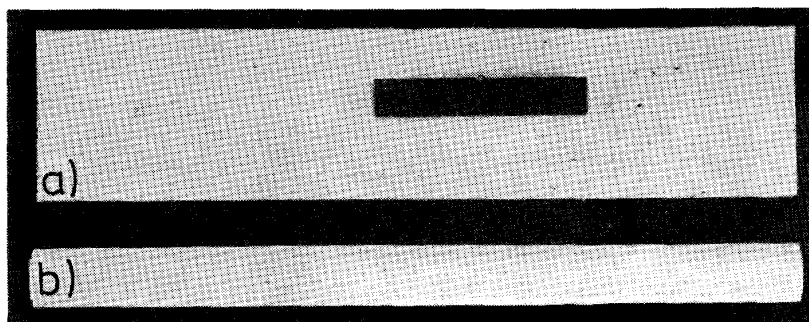
カプセルにトランスファーチューブを挿入した後, セロテープを用いてチューブとカプセルを固定するとともに間隙を封じ液体ヘリウムの漏出を防止した。カプセル上にあらかじめつけておいた線を衝撃試験機のアンビルの角に一致させ, 試験片の位置を定めた。カプセルを試験機に設置した後は, I 型と同様にして衝撃試験を行った。

なお発泡スチロール板は 3 mm 厚に製造したものと, 厚い板から 3 mm 厚にスライスしたものの 2 種類用いたが, 後者は脆く加工が難しかった。

3. カプセルの性能試験結果

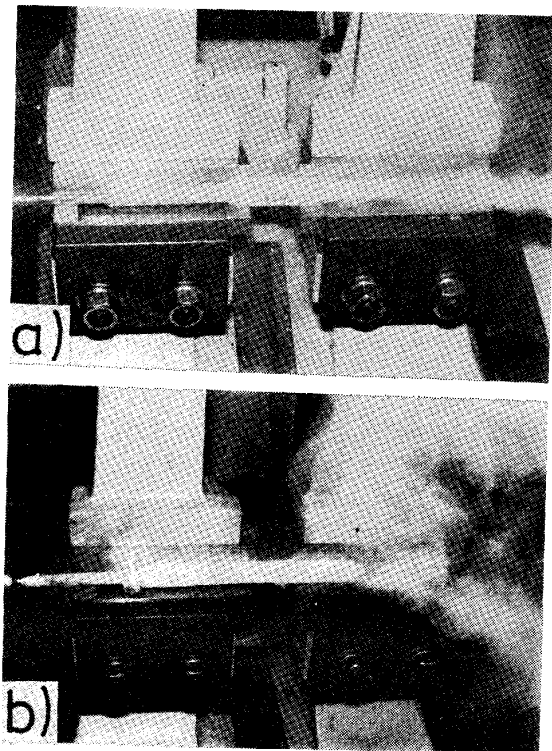
Photo. 4a), b) は I 型および II 型カプセルを試験機に取り付け, 冷却している様子を示す。

著者らは I 型, II 型カプセルを用いて, それぞれ 100 本前後の極低温におけるシャルピー衝撃試験を行ったが, これに先立つて各カプセルの冷却時間および吸収エネルギーに及ぼす誤差などの性能試験をした。これらの予備試験の結果を以下に示す。



a) Charpy impact specimen and grooved polystyrene foam plate.
b) Appearance of capsule.

Photo. 3. Type II capsule.



a) Type I capsule. b) Type II capsule.

Photo. 4. Setups of the Charpy impact test at liquid helium temperature.

3.1 冷却時間と到達温度

(1) I型カプセル

I型カプセルにおいては、試験片の到達温度を測定するため、試験片の出口側の端面からノッチ直下まで、直径2mm、深さ27.5mmの穴をあけ、熱電対(Au-0.07%Fe, Chromel:線径0.2mm)を挿入した。熱電対先端は機械的接触の状態とし、穴にGE-7031ワニスで充てんし、熱電対を固定するとともに液体ヘリウムが直接熱電対先端に触れることを防いだ。

Fig. 1に冷却曲線を示す。この測定に先立ちトランスファチューブを、液体ヘリウムが流出するまで予冷した。横軸(時間)が0の時点でニードル弁を開けた。液体ヘリウムが流れ出すとともに試験片(材質はSUS316L)の温度が下がり始め110sで5.8Kに達し、その後は一定の温度を保っている。試験片温度は極低温に到達後、長い場合で5min程度測定を続けたが、ほとんど変化がなかった。またこれまでの温度測定から、液体ヘリウムで冷却中、約100K以下に温度が下がった所で白い冷気の噴出が盛んになり、急激に温度が下がり、6K以下になると液体ヘリウムの噴出が認められる。これらの目安から連続して衝撃試験を行うときの冷却時間を求めると、80s前後であった。試験温度が極低温到達後、変化しないことから、液体ヘリウムの噴出を

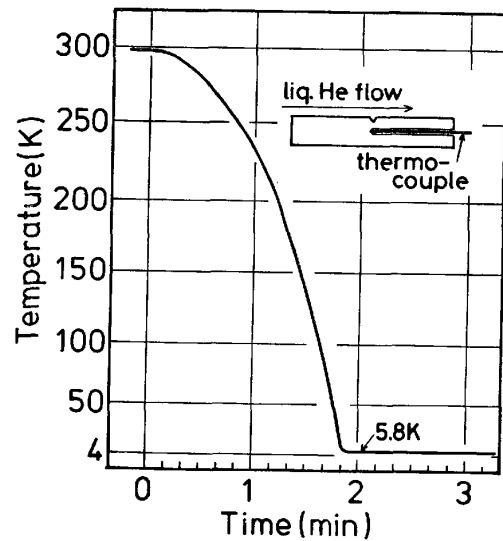


Fig. 1. Specimen temperature in Type I capsule as a function of cooling time.

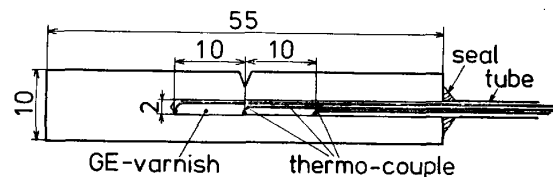


Fig. 2. Location of thermo-couples in specimen.

認めてから約20s後に衝撃試験を行った。

(2) II型カプセル

II型においてもI型と同様の温度測定を行ったが、厳密な温度測定を行うためFig. 2に示すように熱電対を設置した。すなわち測定用の穴の深さを37.5mmとし、ノッチ直下および前後10mmの位置の計3点測定した。熱電対先端は3点ともノッチと反対側の穴の内壁に接しており、電気的導通により試験片との十分な接触を確認した。熱電対設置後、穴にGEワニスを充てんし熱電対を固定した。試験片外の熱電対線には、液体ヘリウムが直接触れないように、熱収縮チューブを被覆した。チューブと試験片は真空用密封材(Torr Seal)によって固定した。熱電対の検定は液体ヘリウムで行った。

Fig. 3に測定結果を示す。常温から冷却を始めて、約60sで3点とも液体ヘリウム温度に達した。測定された試験片温度が液体ヘリウムの流れ来る方向から順次下がっていることから、熱電対が試験片より先に冷却されているのではなく、得られた温度は試験片の温度そのものである。極低温到達時の温度はNo. 1とNo. 3が4.2K, No. 2が4.4Kで、測定を続けた200sまで、3点とも約±0.1Kのふらつきがあるだけで一定であった。このことから、試験片内の温度勾配は無視できると思わ

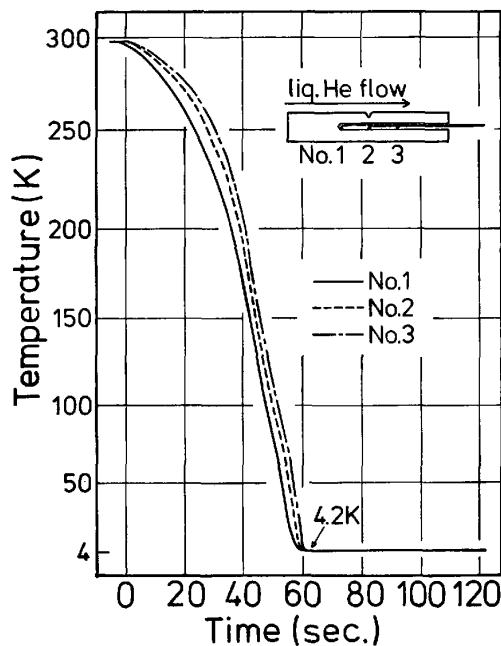


Fig. 3. Specimen temperature in Type II capsule as a function of cooling time.

れる。衝撃試験は、I型と同様に極低温到達後、10~20 s 後に行つた。

3.2 カプセルによる吸収エネルギーの誤差

断熱カプセルを使用することにより、試験片はアンビルから 3 mm 浮く。よつて試験片はハンマーに打たれた後アンビルにあたるため、得られるシャルピー吸収エネルギーが異なつてくると思われる。空のカプセルを割るのに必要な吸収エネルギーを求めたところ、I型で 0.15 kgf-m、II型では 0.01 kgf-m 以下であつた。

実際に試験片をカプセルに入れたときの誤差を液体窒素温度 (77K) で測定した。I型においては、一連の試験を行つたステンレス鋼 (SUS 304L, 310S, 316L の冷間圧延材) のうち、吸収エネルギーのばらつきが小さかつた鋼種から 10 本選び出し、カプセルに入れて求めたシャルピー吸収エネルギーと標準の試験法による吸収エネルギーとの差を調べた。その結果の平均は +0.29 kgf-m で、偏差も試験片固有のばらつきの範囲内にあつた。

II型では、カプセル自体の吸収エネルギーは 0.01 kgf-m 以下と極めて低いので、77 K においてほとんど吸収エネルギーを示さない炭素鋼 (SM50) を供試材として、カプセルに起因する吸収エネルギーの誤差を求めた。その結果を Table 1 に示す。吸収エネルギーの誤差は +0.15 kgf-m と極めて小さく、吸収エネルギーの小さい材料を試験するとき以外は、この誤差の補正をする必要はない。

Table 1. Error in absorbed energy due to Type II capsule.

Sample Test temperature	Carbon steel (SM50) 77K	
Test condition	ASTM standard method (E23)	Type II capsule method
Number of specimens tested	10	10
Average absorbed energy	0.124 kgf-m	0.276 kgf-m
Standard deviation	0.025 kgf-m	0.088 kgf-m
Error		+0.15 kgf-m

Table 2. Characteristics of Type I and Type II capsule.

Capsule	Type I	Type II
1. Specimen temperature	5.8-6 K	4.2 K
2. Cooling time	1-2 min	1 min
3. Consumption of liq. He	0.6 l	<1 l
4. Error in the energy	+0.29 kgf-m	+0.15 kgf-m

II型カプセルにおける誤差 0.15 kgf-m の原因を調べるため、試験片をアンビルから 3, 6, 10 mm 離れたとき、および数枚の発泡スチロールの間にはさんだときの吸収エネルギーを求めた。その結果、試験片がアンビルより上に 3 mm 浮いていることはシャルピー吸収エネルギーにほとんど関係なく、この誤差は主に試験片およびハンマーによる発泡スチロールの圧縮に起因することがわかつた。

Table 2 は以上の結果をまとめたもので、試験片到達温度はI型で 5.8~6 K、II型では 4.2 K であり、常温から極低温までの冷却に要する時間は、I型ではカプセル内の液体ヘリウムの流れ易さのばらつきから 1~2 min、II型は約 1 min であつた。I型、II型それぞれ連続した 30 本の試験における試験片 1 本あたりの液体ヘリウムの消費量は、タンクの液面計より概算して、I型で約 0.6 l、II型では 1 l 以下であつた。試験片の交換時間を含めた 1 本あたりの試験所要時間は約 5 min であつた。カプセルの破片は、I型においても柔らかく、危険性はなかつた。

4. 考 察

4.1 発泡スチロールの断熱性について

I型、特にII型カプセルの成果は、主に発泡スチロールの断熱性の良さによる。非定常状態ながら、厚さ 3 mm で約 300 K の温度勾配を有することになる。発泡スチロールの熱伝導率を 0.04 kcal/mh°C (常温)、液体ヘリウムの蒸発潜熱を 21 J/g⁷⁾、液体密度を 0.125 g/cm³⁷⁾ として概算すると、発泡スチロールを通しての熱入量は試験片全面で約 2.2 cal/s で、それに伴う液体へ

リウムの蒸発量は毎分約 0.2 l となる。極低温における熱伝導率は一般に常温のその 10 分の 1 程度になるので、この蒸発量は 0.2 l/min よりはるかに小さいと考えられる。

発泡スチロールは、液体ヘリウムによる冷却中も、その外壁面は常温とほとんど変わらず、弾力性も十分残っており、カプセルの材料として適している。

4.2 液体ヘリウム消費量について

I型およびII型の液体ヘリウム消費量は、トランスファーチューブの冷却および熱流入に消費される量を含めて、試験片1本あたりそれぞれ 0.6 l と 1 l である。これは JIN ら⁵⁾による方法の3分の1以下である。この違いは、断熱材が異なること、ニードル弁による液体ヘリウム流量の制御そして液体ヘリウム流路の直線化による冷却効率の上昇などによると考えられる。

ステンレス鋼の JIS 4号試験片1本を 300 K から液体ヘリウム温度まで冷却するのに必要な液体ヘリウムの量は、蒸発潜熱のみを使った場合約 1.5 l、蒸発潜熱とガスのエンタルピを使った場合約 0.03 l と計算される⁶⁾。これと比較すると、I型、II型カプセル内での試験片の冷却は一部ガスのエンタルピを利用し、大部分は蒸発潜熱によると考えられる。I型の方がII型より液体ヘリウムの消費量が少ないのは、主にI型では単位時間あたりの流量が小さく (I型 0.4~0.5 l/min, II型 0.8 l/min)、極低温到達後の保持時間 (約 20 s) における消費量が小さいことによると思われる。

ヘリウムガスの回収は今回は行っていないが、負圧のガスバックへの回収は可能である。試験片をカプセルごと液体窒素中で予冷することは、カプセルの外壁まで冷却され変形および収縮が生じ、トランスファーチューブの挿入に手間がかかるため適当でない。変形を防止する処置をとれば予冷することによつて、蒸発潜熱のみを使った場合、液体ヘリウムの消費量は約 20 分の1になる⁸⁾ので、消費量の大幅な節約が期待できる。

4.3 冷却時間および到達温度について

I型とII型の冷却時間の差は、液体ヘリウムの流れ易さの差による。I型ではニードル弁を開けて液体ヘリウムを流したとき、トランスファーチューブを冷却して生じたガスの抜けが悪く、液体ヘリウムが試験片に達するまでの時間が多少かかっている。

II型における冷却時間の 60 s という値は、同じ試験片の液体窒素中で常温から冷却するのに要する時間 (約 70 s) よりやや短い値であるが、77 K から 4 K までの冷却時間が全体の約 10 分の1であること、およびガスによる冷却と粘性の小さい液体ヘリウム流による冷却であることから妥当な値である。

I型とII型カプセルの到達温度の違いは、単位時間あたりの液体ヘリウム流量の差であり、外部からの熱入量と液体ヘリウムによる冷却量の熱収支の合う温度の違いである。

5. 結 言

発泡スチロールカプセルの使用により、非常に簡便に液体ヘリウム温度におけるシャルピー衝撃試験が可能となつた。

(1) 打撃時まで冷却を継続するため、試験片の温度上昇がない。

(2) カプセルのコストは極めて低い。

(3) 液体ヘリウム消費量は、試験片1本あたり、1 l 以下と少ない。

(4) カプセルの破片が柔らかく安全性が高い。

(5) I型カプセルは液体ヘリウム消費量に関して長所を持つが、簡便さ、到達温度、吸収エネルギーの誤差から、発泡スチロール単体のII型カプセルが優れている。

文 献

- 1) 石川圭介, 平賀啓二郎: 日本金属学会会報, 20 (1981), p. 692
- 2) 例えば, Handbook On Materials For Superconducting Machinery (N.B.S.) (1977) [Metals and Ceramics Information Center]
- 3) S. T. ROLFE, J. M. BARSON: Fracture and Fatigue Control in Structures Applications of Fracture Mechanics, (1977), p. 167 [Prentice-Hall]
- 4) 吉村博文, 清水高治, 矢田 浩, 北島一徳: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 681
- 5) S. JIN, W. A. HORWOOD, J. W. MORRIS, Jr., and V. F. ZACKAY: Advances in Cryogenic Engineering, 19 (1974), p. 373
- 6) 福井伸二: 高分子材料便覧 (高分子学会編) (1973), p. 1263 [コロナ社]
- 7) 小林俊一: 低温技術 (1977), p. 24 [東京大学出版会]
- 8) 小林俊一: 低温技術 (1977), p. 44 [東京大学出版会]