

特別研究「極低温利用機器材料の研究開発」

(昭和55年度～平成元年度)

# 極低温疲労に関する研究成果集

金属材料技術研究所筑波支所

第Ⅰ研究グループ第6サブグループ

(旧極低温機器材料研究グループ第5サブグループ)

特別研究「極低温利用機器材料の研究開発」

(昭和55年度～平成元年度)

# 極低温疲労に関する研究成果集

金属材料技術研究所筑波支所

第Ⅰ研究グループ第6サブグループ

(旧極低温機器材料研究グループ第5サブグループ)

## 目次

I はしがき	I
II 研究論文	
<u>試験方法</u>	
1.極低温疲れ試験計画と将来性	1
2.極低温疲れ試験装置の概要と運転状況	7
3.A New Liquid Helium Temperature Fatigue Testing System	13
4.ヘリウム再凝縮冷凍システムを備えた4 Kでの疲れ試験装置と疲れ試験	18
5.Fatigue Testing at 4K with a Helium Recondensation System	24
6.極低温疲労試験装置と運転結果	34
7.極低温疲労試験における試験片の温度上昇と試験条件	40
<u>疲労特性</u>	
8.液体ヘリウム温度におけるTi-5Al-2.5Sn ELI合金の疲れ破壊	47
9.Fatigue Fracture of Ti-5Al-2.5Sn ELI Alloy at Liquid Helium Temperature	55
10.Cryogenic Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Alloys with Three Levels of Oxygen Content	62
11.A286合金溶接材の4 Kおよび300 Kにおける機械的性質と低サイクル疲労強度	70
12.Low Cycle Fatigue and Other Mechanical Properties of Aged 316LN Stainless Steel at Liquid Helium Temperature	78
13.高マンガン鋼の極低温における高サイクル疲労特性	85
14.冷間圧延および鋸敏化処理を施したSUS316LNの極低温における高サイクル疲労特性	86

16.極低温におけるFe-Ni-Mn-Cr系 $\gamma'$ 強化型合金の機械的性質および高サイクル疲労特性	96
17.冷間圧延および鋭敏化処理を施したSUS347の極低温における機械的性質	97
18.極低温構造材料の高サイクル疲労特性	98
 <u>変形および破壊機構</u>	
19.Ti-5Al-2.5Sn ELI合金の極低温高サイクル疲労におけるき裂の内部発生	107
20.Ttransmission Electron Microscopy Study of High Cycle Fatigue Deformation in Ti-5Al-2.5Sn Extra-low Interstitial Alloy at Cryogenic Temperatures	115
21.Subsurface Crack Initiation in High Cycle Fatigue of Ti-5Al-2.5Sn Extra-low Interstitial Alloy at Liquid Helium Temperature	120
22.Ti-6Al-4V合金の極低温高サイクル疲労における内部き裂の発生	125
23.Internal Crack Initiation in High Cycle Fatigue of Ti-6Al-4V Alloys at Cryogenic Temperatures	133
24.Fatigue Properties of Titanium Alloys in Liquid Helium	140
25.Subsurface Crack Initiation in High Cycle Fatigue of 0.1N-32Mn-7Cr Steel at Cryogenic Temperatures	144
26.極低温高サイクル疲労における内部き裂発生	150
27.極低温高サイクル疲労における変形と破壊	159
III 研究発表リスト	167

# Iはしがき

極限科学技術における研究開発に早くから関心を示していた科学技術庁は、昭和50年度に特別研究促進調整費研究として、「極低温用構造材料に関する研究」を取り上げました。これは極低温科学技術においては我が国における初めての産、官、学の総合研究と言えます。この研究では極低温科学技術における基礎的課題が摘出されました。

引き続き材料問題を中心に据え、極低温疲労試験装置の開発を意図した、「極低温における材料疲労に関する総合研究」が昭和52年度から4ヶ年計画で実施されました。この研究の結果、液体ヘリウム中における長時間疲労試験装置が基本的に開発されました。しかも国産技術によっており、この分野での研究開発に国際的な優位性の築く基盤を与えることになりました。折しも超電導技術開発が進み、いっそう研究の重要性が認識されるようになり、昭和55年度から始まる10ヶ年に及ぶ特別研究に引き継がれることになりました。

特別研究「極低温利用機器材料の研究開発」においては、いっそう信頼性の高い極低温冷凍装置を備えた極低温疲労試験機の開発、長時間運転技術の確立、極低温疲労試験条件の明確化を行ないました。また同装置を駆使して、種々の極低温構造材料の疲労特性を評価しました。これは世界的にも貴重なデータとなっています。同時に極低温における疲労破壊現象についても考察し、疲労破壊機構の解明に取り組んでいます。これらの研究成果はその都度、学協会の研究発表会での講演発表あるいは学会誌への投稿によって発表してまいりました。昨年度この10ヶ年プロジェクトが終了し、ほぼ研究成果の公表もできましたので、この機会に極低温疲労に関する主要な研究成果をとりまとめさせていただきました。是非ともご高覧頂きご批判を賜りたく存じます。

なお、本研究が長期にわたって大きな支障もなく終了し、多くの成果をあげることができましたのも多くの方々の温かいご支援の賜物です。以下に順不同ですが列挙させていただき、改めて感謝申し上げます。

科学技術庁 研究開発局（旧研究調整局） 総合研究課、材料開発室、旧振興局、管理課において本研究にご支援頂いた方々、特別研究促進調整研究会の委員として本研究の推進に協力と貴重な助言を頂いた方々、極低温疲労試験装置開発において全社挙げてご協力頂いた（株）神戸製鋼所、旧浅田研究所、機械研究所、材料研究所の方々、本研究を長期にわたって温かく見守って頂いた歴代の所長をはじめとした金属材料技術研究所の方々に改めて感謝申し上げます。

その他数多くご協力頂いた方々にも深く感謝いたします。

なお、本研究の成果発表の機会を与えていただいた、（社）日本鉄鋼協会、（社）低温工学協会、（社）日本金属学会、（社）日本機械学会および International Cryogenic Materials Conference に対してお礼申し上げます。

1991.12

著者一同

## II 研究論文

### 試験方法

# 1990年度秋季低温工学・超電導学会

## E1-12

### 極低温疲れ試験計画と将来性

(極低温疲れ試験に関する研究 第1報)

金属材料技術研究所 石川圭介、緒形俊夫、長井 寿  
筑波支所 由利哲美、梅澤 修

#### § 1. はじめに

1980年代初頭において我が国では極低温領域を使用温度とする構造材料の研究は極めて限られた機関で実施されていたにすぎなかった。しかし、核融合の研究開発進展に伴い超伝導磁石用の容器材としての極低温用の非磁性鋼の開発、材料の評価が実施されてきた<sup>(1)</sup>。その後、幾つかの機関に極低温における評価試験装置が設置されラウンドロビンテストが実施されてきた<sup>(2)</sup>。評価試験のなかでも経費、管理等が容易でない極低温（液体ヘリウム温度）における疲れ試験に関してはここ10年間に試験装置を設置して実験、研究を実施してきた機関が増えつつある。

#### § 2. 極低温疲れ試験の現状

本研究の出発点となった総合研究<sup>(3)</sup>が1977～1980年に行われた当時の調査では、極低温構造材料の評価のための装置は我が国にはなかった。しかし、欧米においては液体ヘリウムの温度での試験を実施している機関が4カ所、液体水素の温度での試験を実施している機関が2カ所あった。今回の発表のため関連する試験研究を実施している機関の担当者に過去および現状についてアンケートをお願いしたところ我が国において11機関において極低温の疲れ試験を実施、計画を有していた。また、10年間のICMCにおける極低温疲れに関する研究発表は19件あり、さらに特別のシンポジウムも開催された<sup>(4)</sup>。

#### § 3. 研究計画の概要

時間と経費がかかる極低温疲れ試験の要望は上記の総合研究に先立って実施されたアンケートに示された。従って、本研究では基本的S-N曲線を取得することを目的とした。そのため先ず液体ヘリウム中で容易に実験が可能となる装置を設置する必要があった。装置の基本システムは先の総合研究において長時間試験を多量の液体ヘリウムを使用する事なく可能とする再凝縮冷凍機を有する装置が開発されているため、これを更に改良した装置を新たに設置した。

#### § 4. 実験の結果

装置の設置後、試験機の運転を行いながら装置の改善、試験条件の検討さらに各種材料の試験および材料評価、解析の研究を行った。主な結果については以下の発表において具体的に報告する。

#### § 5. むすび

極低温疲れ試験は実施例も少なく現状では十分なデータが得られているとはいひ難い。今後、地道に研究を継続しデータを蓄積していくことが必要である。

(1) 中嶋秀夫、吉田清、島本進：低温工学、Vol. 21, No. 4(1986), p. 197. (2) 緒形俊夫、長井寿、石川圭介、柴田浩司、福島英二：42回低温工学・超電導学会予稿集、1989, p. 160. (3) 極低温における材料疲労に関する総合研究報告書、科学技術庁 研究調整局 1983. (4) Fatigue at Low Temperatures, ASTM STP 857, 1985.

[補足試料]

1.1977～1980年に実施されたアンケートの結果

表1 極低温機器の構造材料

表2 極低温機器部材の疲労特性に関する

アンケートの集計

2.1990年に実施されたアンケートの結果

表3 アンケートに協力頂いた方々

表4 1990年における極低温疲れ試験の状況

3.今後の課題

表5 今後の課題

表1 極低温機器の構造材料

応用技術		超電導回転機		核融合用超伝導磁石		超伝導磁気浮上鉄道		高エネルギー物理装置		宇宙関連機器	
特性		回転子	磁気遮蔽	磁石容器	磁石支持材	超伝導磁石容器		加速器・測定器		液水冷却材	観測機器
機械的特性	強さ	○	○	○	○	○		○		○	○
	延性	○	○	○	○	○		○		○	○
	韌性	○	○	○	○	○		○		○	○
	比強度	○		○	○	○		○		○	○
	疲れ	○	○	○	○	○		○		○	
	溶接性	○	○	○	○	○		○		○	
物理的性質	剛性	○		○	○	○		○		○	○
	非磁性	○		○	○	○		○		○	○
	熱伝導				○	○				○	
	熱膨張	○		○	○	○		○		○	○
	電気抵抗	○		○							
	耐錆性	○	○	○		○					
候補材料		S.S. Ti合金 超合金	銅合金 Al合金	S.S. 高Mn鋼 Ti合金 Al合金	S.S. 高Mn鋼 超合金 FRP	S.S. Ti合金 Al合金 FRP	S.S. 高Mn鋼 超合金 Al合金	S.S. Al合金 Ti合金 FRP		Al合金 Ti合金 FRP	
適応例		304L A286 In718 6Al4V 5Al2.5Sn	Cu-Ni	304LN 316LN 2219	316LN 304LN A286 JBK75	304L 純チタン	CF-8M 304L 316L Kromac58	301 2219 2014	6082 FRP C-C comp.		

表2 極低温機器部材の疲労特性に関する調査研究検討会アンケートの集計

極低温機器名	材料 (国産 A 輸入 B)	部材形状 (溶接有り A 母材 B)	温度範囲	疲労条件				
				荷重形式	応力波形	(MPa) 応力範囲	(cycles/min) 周波数	(cycles) 寿命
熱交換器	AZ合金 (3003) (A)	b (A)	c	c	c	10 ~	0.5~1	10 <sup>7</sup>
磁気浮上列車 (クライオスタッフ, 冷凍液化機)	SUS 304 L Ti合金 AZ合金 GFRP CFRP	a, b c (管状) (A)	a	c	a	100~300	100~6000	10 <sup>9</sup> ~10 <sup>10</sup>
航空宇宙機器 (ロケット, エンジン, 機体)	AZ合金 Ti合金 ステンレス (A, B)	b c (パイプ) (A)	a, b	a	b, c	—	各部で異なる	100~10 <sup>6</sup>
超電導回転機 (回転子, ヘリウム 外筒, 卷線取付枠, ダンパーシールド)	SUS 304 SUS 304 L SUS 316 純チタン チタン合金 (5AZ·25Sn ·EL1) (A)	a, b c (薄内円筒) (A)	d(4~20K)	c, d	a, b, c	-150~150 50~300 (Ti合金) 50~180 (SUS304L)	3600 負荷変動によるくり返し, 起動停止のくり返し, 1c/hr	10 <sup>10</sup> 以上
核融合炉 (電磁力補強材, 極 低温容器支持材, 極低温部配管)	SUS 304 SUS 304 L SUS 310 SUS 316 インコネル ハスティロイ CFRP GFRP A1001 (A, B)	b. 薄板 c. パイプ (A)	a	c	c	50 ~300	0.1 c/min, ~ 1c/hr.	10 <sup>6</sup> ~10 <sup>8</sup>
		a. 構造 b. 板状 c. その他	a. 4~300K b. 4~80K c. 80~300K d. その他	a. 引張のみ b. 圧縮のみ c. 引張と圧縮 d. 回転曲げ	a. 正弦波形 b. ランダム c. ノギリ歯状 d. その他			

### 表3 アンケートに協力頂いた方々

井上 彰夫：三菱電機 中央研究所

片桐 一宗：大阪大学 産業科学研究所

前川 一郎：東北大学 工学部

皆川 邦典：NKK 中央研究所

溝口 孝遠：神戸製鋼所 材料研究所

向井 喜彦：大阪大学 工学部

中澤 宗徳：新日鐵 ステンレス・チタン研究センター

中嶋 秀夫：日本原子力研究所

野原 清彦：川崎製鉄 技術研究所

嶋田 雅生：神戸製鋼所 超電導・低温技術センター

柴田 浩司：東京大学 工学部

鈴木 謙一：東芝 京浜事業部

(敬称略；A B C順)

表4 1990年における極低温疲れ試験の状況

材料名 特性	オーステナイト 系ステンレス鋼	非磁性鋼	チタン合金	アルミ合金	超合金
S-N曲線 ( $\sigma - N_f$ )	● (3)	● (1)	● (3)	● (3)	● (2)
き裂伝播 ( $d_a / dN$ )	● (4)	● (3)	● (2)	● (1)	● (2)
低サイクル ( $\varepsilon - N_f$ )	● (2)	● (1)			● (1)
伝播閾値 ( $\Delta K_{th}$ )		● (1)			● (1)

(注: 計画も含む)

表5  
今後の課題

1. 材 料

○長時間データの蓄積

○新材料の評価

○溶接部の特性評価

2. 装 置

○長時間の安定性

○コンパクト化

○メインテナンスの簡便化

## 技術報告

## 極低温疲れ試験装置の概要と運転状況

© 1985 ISIJ

緒形 俊夫<sup>\*</sup>・石川 圭介<sup>\*2</sup>・長井 寿<sup>\*2</sup>平賀啓二郎<sup>\*</sup>・中曾根祐司<sup>\*2</sup>・山利 哲美<sup>\*</sup>

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

Toshio OGATA, Keisuke ISHIKAWA, Kotobu NAGAI,  
Keijiro 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( $-269^{\circ}\text{C}$ )でも十分信頼性の高い構造材料が求められている。強度・韌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<sup>1)</sup>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<sup>2)</sup>、わずかの変形によつ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つ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繁雑となる。

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、460h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)

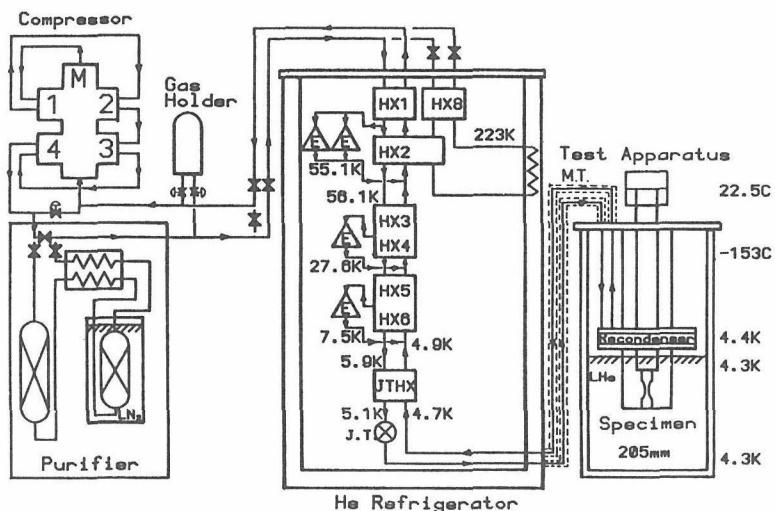


Fig. 1. Flow diagram of fatigue testing machine at liquid helium temperature.  
 HX : heat exchanger,  
 J.T. : Joule-Thomson valve  
 E : expander engine,  
 M.T. : mist transfer tube

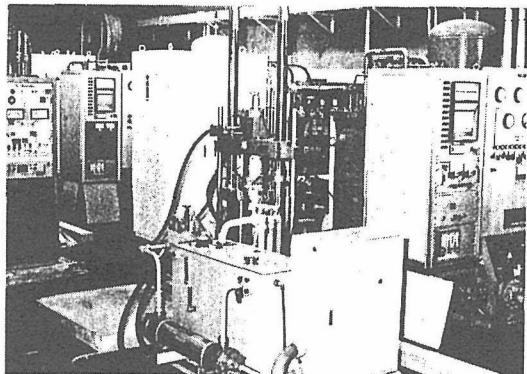


Photo. 1. Whole view of fatigue testing machine at liquid helium temperature.

## 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つてある定常状態での、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)弁によつ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つ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 m<sup>3</sup>/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つて変えられる。

### 2.3 ガスホルダ

ガスホルダは容量 1 m<sup>3</sup> 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、系内的一部分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130K<sup>3)</sup>、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の寒冷を発生し低圧ラインに戻る。JT熱交換器を出した高圧ヘリウムガスは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、低圧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、最大荷重動的±5t、静的±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るわち封じきられ、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。

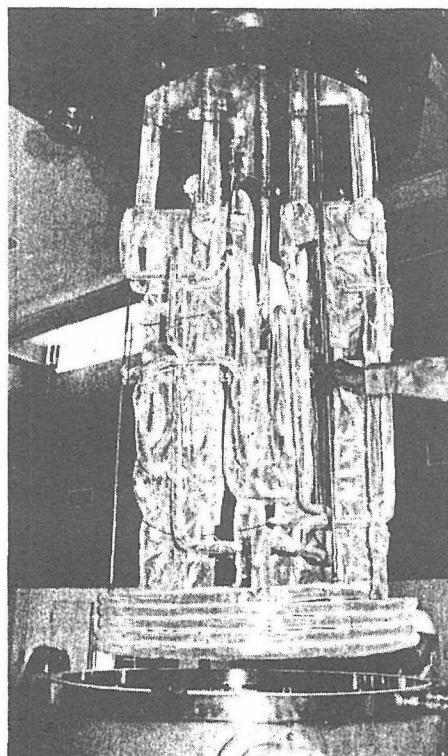


Photo. 2. Inner appearance of refrigerator.

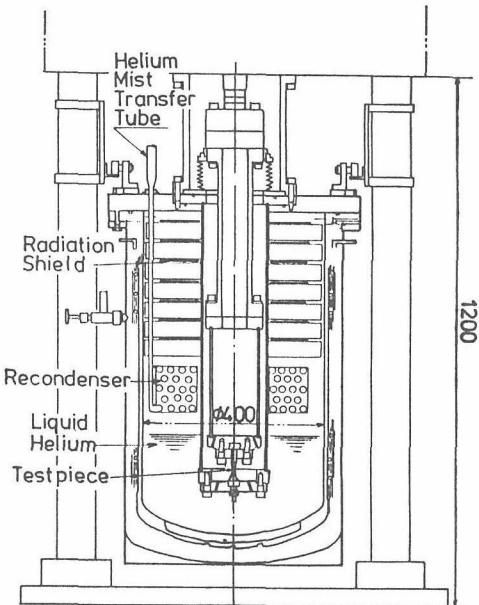


Fig. 2. Cryostat for fatigue testing apparatus.

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。拘束は二重円筒構造で、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。

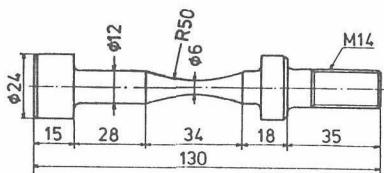


Fig. 3. Dimension of test specimens. (in mm)

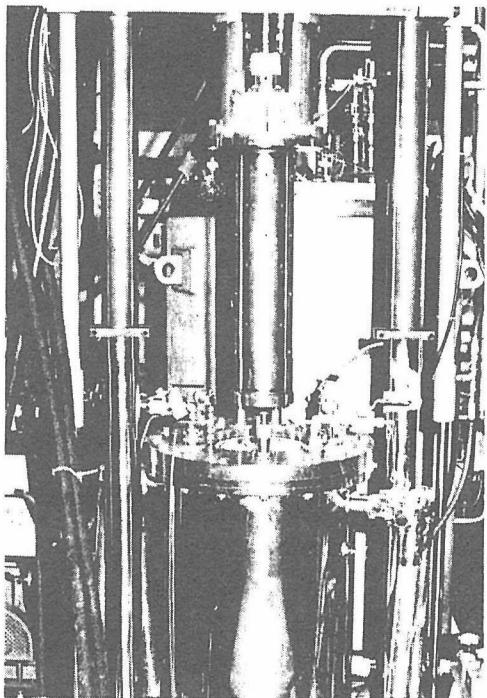


Photo. 3. Cryostat and cylinder for specimen holder.

### 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17 hを要していた。これは各熱交換器の熱容量が大きいことにもよるが、当初は急冷による熱応力の発生を極力避けるため1 h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

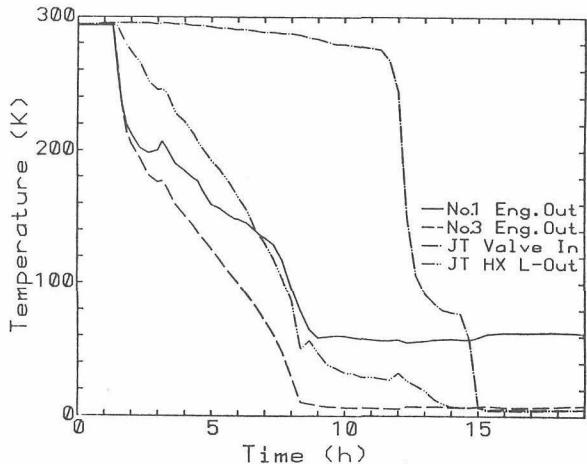


Fig. 4. Cooling behavior of refrigerator in March 1983.

した後、JT熱交換器を冷却し十分な定常状態を得る方針があつたことによる。このため第1と第2熱交換器に備わつてゐ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てJT熱交換器を冷却してゐた。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1 h 流される。一方JT弁を開き液体窒素につかつてゐ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付近に下がつた時点で、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と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6 h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1 h当たり約15 kg消費されるが、液体ヘリウムは補給する

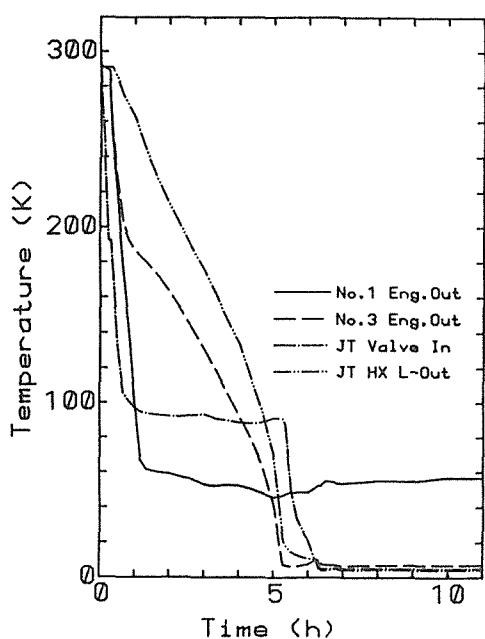


Fig. 5. Cooling behavior of refrigerator in May 1984.

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つた。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つたことによる。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、再凝縮器を大気に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つた。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2h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

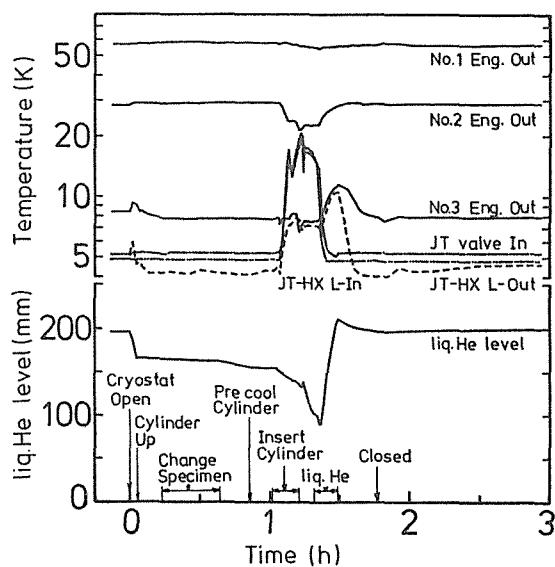


Fig. 6. Liquid helium level and temperature behavior during specimen exchange.

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、1hあたり3mm(約0.4l)となつていて。試験片の固定に冷しづ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50K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20Kまで上昇するが、挿入完了とともに平常に戻る。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15l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おいては、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の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、熱電対は試験片の軸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  $111 \text{ kgf/mm}^2$  である。この試料の降伏応力は  $143 \text{ kgf/mm}^2$  である。この試験応力では、試験周波数が

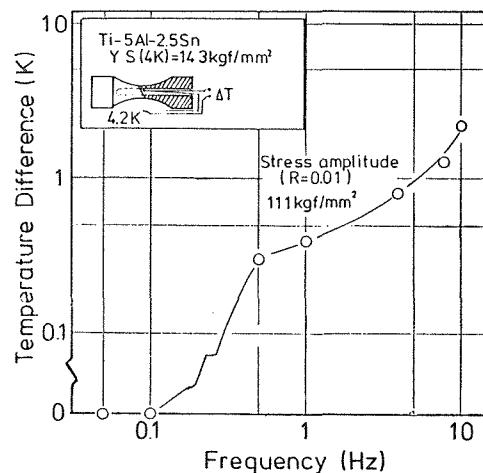


Fig. 7. Temperature rise as a function of frequency and stress.

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<sup>4)</sup>。

## 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に、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( $2 \times 10^6$  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)神戸製鋼所の仙淳二氏、大谷哲也氏、赤松正明氏、新富正氏、福本昇氏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]

# A New Liquid Helium Temperature Fatigue Testing System\*

By Toshio OGATA\*\* and Keisuke ISHIKAWA\*\*

## Synopsis

A liquid helium temperature fatigue testing system was developed at the National Research Institute for Metals, Tsukuba Laboratories. The system is equipped with a recondenser installed in the test machine cryostat, whereby the helium mist is transferred to the recondenser from the refrigerator and the evaporated helium gas is recondensed in the cryostat. Thus, the liquid helium level in the cryostat is kept constant without an additional supply of liquid helium during testing. A continuous operation of more than 460 h has been achieved with this fatigue testing system.

## I. Introduction

The progress of the superconducting technology increasingly demands highly reliable structural materials for liquid helium temperature ( $-269^{\circ}\text{C}$ ) use. The accumulation of fatigue data becomes extremely important in this sense. A system for the fatigue test at liquid helium temperature was developed at the National Research Institute for Metals, Tsukuba Laboratories in March, 1983. Since then, the system has been satisfactorily working to evaluate the fatigue life of structural materials at a cryogenic temperatures.

So far, few data about the fatigue at liquid helium temperature have been accumulated, except for those obtained at NBS (the National Bureau of Standards in USA).<sup>1)</sup> This is mainly ascribed to difficulties in conducting the fatigue test at cryogenic temperatures. For example, a fatigue cycle ( $N_f$ ) of about  $10^6$  is needed to estimate the fatigue life of a certain material. Due to the nature of the fracture by fatigue, it is difficult to predict the fatigue life, so that the fatigue test can not be cut down. Besides, the specific heat and the thermal conductivity may become extremely small at cryogenic temperatures,<sup>2)</sup> and the specimen temperature may be readily raised by small plastic deformation. This also prohibits the testing time from being shortened by increasing the test frequency. Thus, the fatigue test at liquid helium temperature requires the prevention of the internal heating of the specimen in addition to the removal of the heat invading from the outer system.

There are two cooling methods for the fatigue test at liquid helium temperature. One is pouring and replenishing liquid helium into the cryostat according to the evaporation of the helium, and another is re-liquefying of the evaporated helium gas. The first method is the simplest but consumes a large amount of expensive liquid helium during the long-term test, and takes troubles for replenishing the liquid helium. The second method can save the consumption of liquid helium as well as the troubles, but the

possibility of contamination by moisture or air components is increased, instead. It is also not easy to carry out the long-term operation of the liquefier along with the operation of the purifier which requires delicate maintenance work. The present system adopted the closed loop recondensing method for the long-term continuous operation, and has achieved a continuous operation of more than 460 h.

## II. Details of the System

### 1. Composition of the System

The system is composed of a compressor, a purifier, a gas holder, a refrigerator and a fatigue test machine. Photograph 1 shows a whole view of the system: the compressor is installed in the next room. Helium flow process within the system is shown in Fig. 1. Typical temperature values of various parts of the refrigerator and the cryostat at a steady state are also given in the figure. The cooling system has two closed loops. One is for producing helium mist by a Joule-Thomson (JT) valve and transferring the mist to the recondenser in the fatigue test machine cryostat. The other is for recondensing evaporated helium gas in the closed cryostat.

### 2. Helium Compressor

Inlet gas pressure of the expansion engine and the JT valve in the refrigerator is increased to about 16 atm (1.7 MPa) by the compressor, which is operated at high speeds and in a balance-opposed

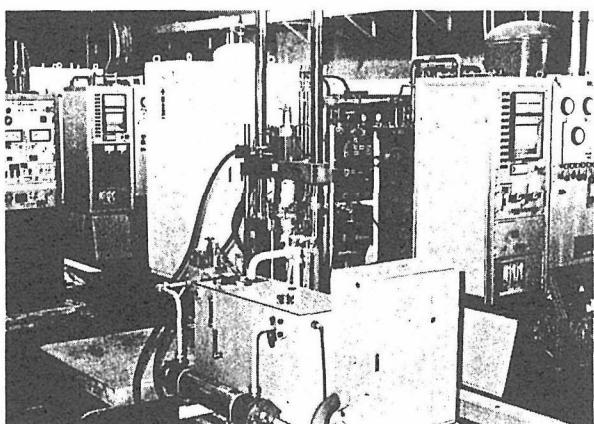


Photo. 1. Whole view of fatigue testing machine for liquid helium temperature.

\* Originally published in *Tetsu-to-Hagané*, 71 (1985), 236, in Japanese. English version received on July 10, 1985; accepted in the final form on September 13, 1985. © 1986 ISIJ

\*\* Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, Sengen Sakura-mura, Niihari-gün, Ibaraki 305.

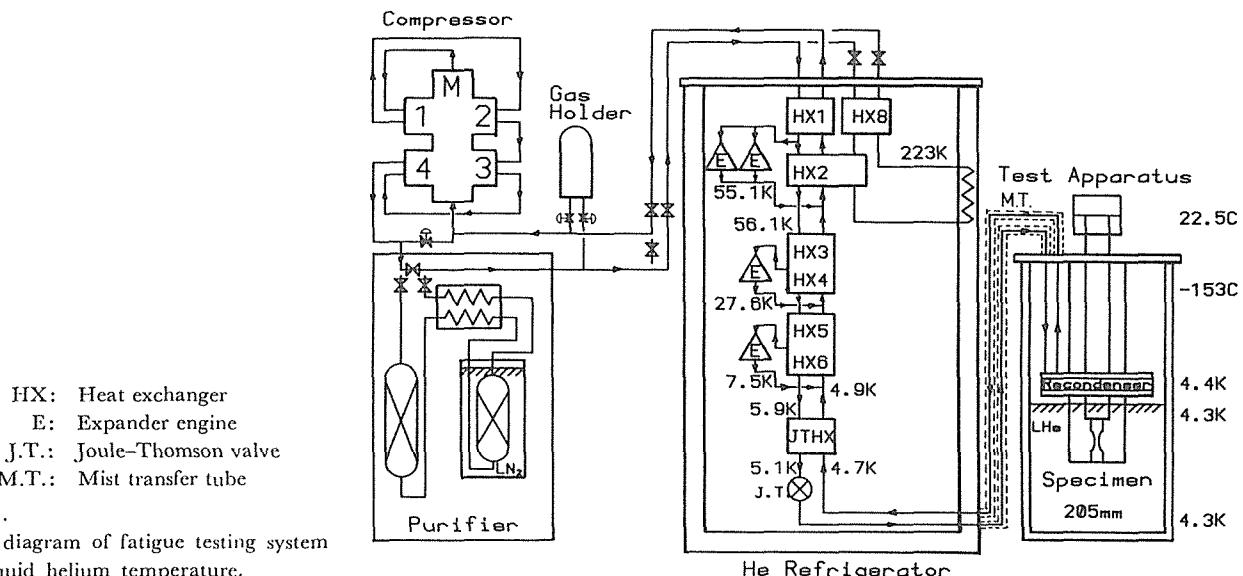


Fig. 1.

Flow diagram of fatigue testing system for liquid helium temperature.

reciprocating manner and fully sealed to avoid the pollution of the helium gas by oil and air components during the long time operation. The motor has a capacity of 65 kW (200 V, 50 Hz), and is cooled with water. The maximum flow rate is 300 Nm<sup>3</sup>/h.

### 3. Gas Holder

The gas holder has a capacity of 1 m<sup>3</sup> and is made of coated steel. This holder is connected to the high and low pressure lines of the loop with automatically controlled valves. The inlet pressure of the compressor is adjusted between 0.01 to 0.02 atm. The gas pressure in the holder is about 7 atm before the operation and reduced to about 3 atm in the fully cooled steady state.

### 4. Gas Purifier

The impurities in the helium gas in the closed loop must be completely removed prior to the operation, in order to prevent the frozen impurities from blocking the gas passage. The purifier contains a molecular sheaves adsorber for the removal of moisture and a charcoal adsorber (cooled to liquid nitrogen temperature) for the elimination of oxygen and nitrogen. The purifier is used to reduce the density of moisture to less than 10 ppm and the density of oxygen and nitrogen to several ppm prior to a long-term operation. The high purity of the helium gas in the loop is kept unless the loop is opened.

### 5. Helium Refrigerator

The high pressure gas is cooled to about 5 K by Nos. 1 to 6 heat exchangers and the JT heat exchanger. No. 8 heat exchanger is used for adiabatic gas shielding at the starting of the system. The outlet gas temperature at each heat exchanger is shown in Fig. 1; about 130 K at No. 1 exchanger and about 60 K at No. 2 exchanger outlet.

This refrigerator has three-stage Claude cycle engines and can provide 20 W at 4.4 K without extra coolant (*e.g.*, liquid nitrogen) or thermal shield. Part of the cooled gas enters into expansion engines, pro-

duces the cold of about 60 K at the first-stage engine, about 30 K at the second-stage engine and about 8 K at the third-stage engine. At the JT valve, helium mist containing about 50 % moisture is generated by adiabatic free expansion of the high pressure gas cooled by the JT heat exchanger to 0.1 atm. This mist is transferred through the vacuum-insulated mist transfer tube to the recondenser in the test machine cryostat. The mist becomes almost gaseous at the recondenser due to heat exchange, returns to the refrigerator and passes through all the heat exchangers to the compressor suction.

Each expansion engine is incorporated with a motor/generator. The motor is operated at a low speed of 150 rpm in order to prolong the lifetime of the engine. The five major heat exchangers are aluminum plate fin types to reduce the weight, improve the heat efficiency and prevent from blocking of the passage. The JT heat exchanger is composed of a dual tube of OFHC copper. The cold box of the refrigerator and the mist transfer tube are vacuum-insulated. Photograph 2 shows the inside of the refrigerator. The JT heat exchanger is seen at the bottom of the figure.

### 6. Fatigue Test Machine

The fatigue test machine is hydraulic servo-pulse type and load-controlled. The dynamic maximum load is  $\pm 5$  t and the static load  $\pm 7.5$  t. The test frequency range covers 0.01 to 50 Hz.

Figure 2 shows a cross sectional view of the test machine cryostat. The cryostat is vacuum-insulated and shielded by forced flow of liquid nitrogen. The helium mist supplied from the refrigerator evaporates depending on the temperature difference between the inside and the outside of the recondenser, or depending on the amount of evaporation of liquid helium in the cryostat. The latent heat of the mist refrigerates the evaporated gas and keeps the liquid helium level constant.

Figure 3 shows dimensions of the specimen. The sandglass shape of the specimen is to prevent buckling.

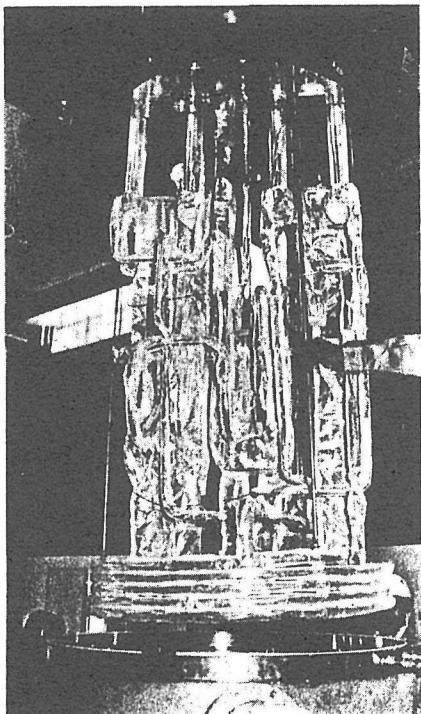


Photo. 2. Inner appearance of refrigerator.

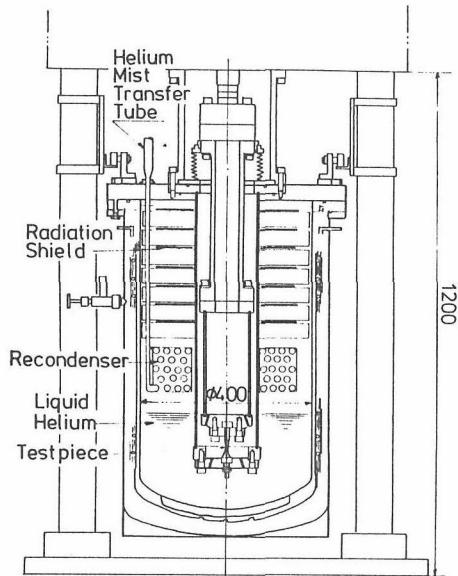


Fig. 2. Cryostat for fatigue testing apparatus.

The specimen is gripped to the dual cylinder whose specific frequency is above 100 Hz in order to avoid the sympathetic vibration with the machine. Photograph 3 shows the cylinder and the cryostat.

### III. Cooling Operation

#### 1. Shortening the Cooldown Time

A rather long time is needed for initiating the fatigue test after starting the cooling of the system, since there are a number of manual operations; increasing the pressure of the compressor, precooling the refrigerator and the cryostat, cooling by the expansion engines, adjusting an opening rate of the JT valve and transferring liquid helium. Figure 4 shows the cooling behavior of each part of the refrigerator; temperatures at Nos. 1 and 3 expansion engine outlets, the JT valve inlet and the low pressure outlet of the JT heat exchanger. The behavior was examined in March, 1983, just after the installation of the system. In this case, it took 17 h to reach a steady state (temperature at each part was settled). This was not only due to large latent heat capacities of the heat exchangers but also due to the intention of avoiding thermal stresses occurring in the heat exchanger. Therefore, only insufficient liquid nitrogen was supplied to the precool lines in Nos. 1 and 2 heat exchangers.

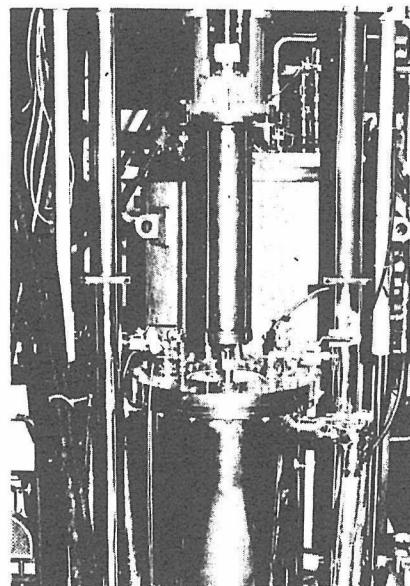


Photo. 3. Cryostat and cylinder for specimen holder.

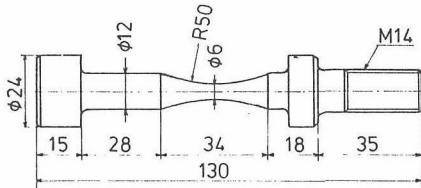


Fig. 3. Dimension of test specimens. (Unit: mm)

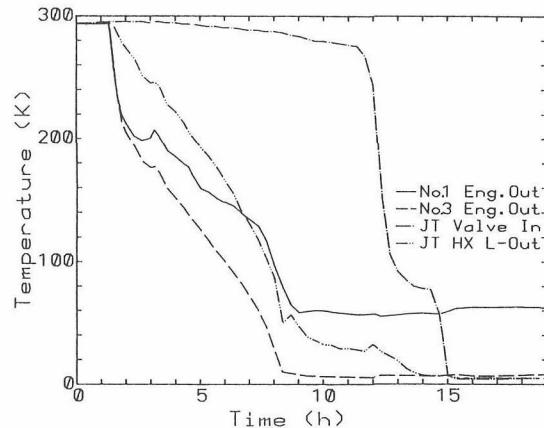


Fig. 4. Cooling behavior of refrigerator in March, 1983.

sion engines, adjusting an opening rate of the JT valve and transferring liquid helium. Figure 4 shows the cooling behavior of each part of the refrigerator; temperatures at Nos. 1 and 3 expansion engine outlets, the JT valve inlet and the low pressure outlet of the JT heat exchanger. The behavior was examined in March, 1983, just after the installation of the system. In this case, it took 17 h to reach a steady state (temperature at each part was settled). This was not only due to large latent heat capacities of the heat exchangers but also due to the intention of avoiding thermal stresses occurring in the heat exchanger. Therefore, only insufficient liquid nitrogen was supplied to the precool lines in Nos. 1 and 2 heat exchangers.

changers. Thus, the temperature of the No. 3 expansion engine outlet dropped first. After the expansion engine and the main heat exchanger had been fully cooled, liquid nitrogen was transferred to the cryostat and the JT valve was opened to cool the JT heat exchanger.

As the time between the start of the cooldown and the beginning of the test was too long, shortening of the cooldown time was intended. In the recent cooldown, liquid nitrogen is transferred to the cryostat and the precool lines of Nos. 1 and 2 heat exchangers just before the start of the cooldown. Liquid nitrogen is transferred to the heat exchanger for about 1 h until the temperature of the No. 1 expansion engine outlet drops to liquid nitrogen temperature (77 K). The JT valve is partially opened at the start and the JT heat exchanger is cooled by the cold from the recondenser in the cryostat. By the time the temperature of the JT heat exchanger drops to 77 K, liquid nitrogen in the cryostat is completely purged, and liquid helium is transferred to the cryostat to a liquid helium level of about 200 mm. After each temperature in the refrigerator has reached a steady state and the evaporation of liquid helium has been settled, the purge valve is shut off and the cryostat is closed. Figure 5 shows the cooling behavior of the refrigerator obtained in May, 1984; the refrigerator was cooled from both the upper and the lower sides, and the cryostat can be closed within only 6 h.

The amounts of liquid nitrogen and liquid helium used before closing the cryostat are about 300 kg and about 50 l, respectively. After the cryostat is closed, about 15 kg/h of liquid nitrogen is required for shielding the cryostat. However, there is no need for additional liquid helium supply.

## 2. Specimen Exchange during a Continuous Operation of the Refrigerator

In order to exchange the specimens, the refrigerator was stopped, liquid helium in the cryostat was evaporated and the temperature inside the cryostat was raised to an ambient temperature. Otherwise

the temperature balance in the refrigerator may be broken by abrupt heat invasion at the reentering of the cylinder to the cryostat and the cryostat can not be closed due to icing. Thus, for exchanging the specimens and starting the next test, it took a long time for warming up and cooling down.

After establishing the temperature behavior at each part of the refrigerator by the repeated operation, the specimen was exchanged with the recondenser open to the air, by carefully monitoring temperature and pressure at each part. It was found that there was no problem in the process of pulling up the cylinder from the cryostat, exchanging the specimen and re-inserting the cylinder to the cryostat. The temperature of the refrigerator was partially raised but the balance of temperature was not disturbed and it took only 2 h to close the cryostat again. Figure 6 shows the change of liquid helium level and temperatures at each expansion engine outlet, the JT valve inlet, the inlet and outlet of the JT heat exchanger.

The procedure for exchanging the specimen is as follows (also described in Fig. 6). First, the purge valve is opened, the pressure of about 0.15 atm is released and the cylinder is pulled up. At this stage the level of liquid helium is reduced. No extra heat invasion to the recondenser was not observed during the procedure. The liquid helium level is lowered very slowly and the refrigerator is not far from the steady state. The amount of evaporation of liquid helium is reduced to about 3 mm/h (0.4 l), one-third of that experienced when the refrigerator is stopped (corresponding to natural evaporation). Since the thermal shrinkage is used to mount the specimen, the cylinder is heated to a room temperature, when the specimen is exchanged. After exchanging the specimen the cylinder is precooled by liquid nitrogen. Without this precooling, the liquid helium in the cryostat evaporates completely and the temperature of the mist transfer tube increases beyond 50 K, and therefore, the temperature balance in the refrigerator may not be maintained. After precooling, the cylinder is slowly inserted again to the cryostat. The temperatures of the mist transfer line and the inlet of the JT valve increase to about 20 K, but return to an

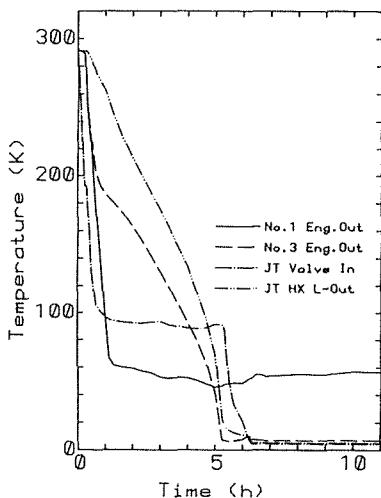


Fig. 5. Cooling behavior of refrigerator in May, 1984.

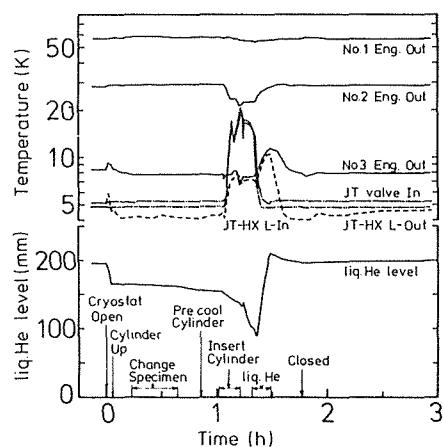


Fig. 6. Liquid helium level and temperature behavior during specimen exchange.

ambient temperature after the insertion. On the contrary, the temperature at No. 2 expansion engine outlet is decreased, which is ascribed to the partial closing of the JT valve and the increase of the flow rate to the engines. Liquid helium level in the cryostat is reduced to half of the initial amount. About 15 l of liquid helium which corresponds to the evaporated liquid helium is added, and the cryostat is closed after confirming the steady temperature at each part, and then the fatigue test is started.

### 3. Introduction of a Monitoring System Using a Microcomputer

The present system has an automatical alarm system and a multi-pen recorder. However, the manual operation was necessary for adjusting valves, controlling flow rate and for other procedures until the temperature in the cryostat reached a steady state. Thus, it was still a system depending on the recorder, and improvements for a highly efficient operation such as shortening the cooldown time was needed. It is desirable that the system could show the real time working condition of the refrigerator and its temperature visibly. The temperature monitoring with a microcomputer was then introduced. The monitoring system is composed of a HITACHI MB-6890 level 3 as a processor, YHP3497A as data acquisition unit, platinum resistance thermometers and chromel-alnac thermocouples. Main specifications of this system are as follows:

(1) Temperatures (17 points) in the refrigerator and the cryostat, the liquid helium level, the opening rate of the JT valve are sampled at an interval of 15 s and displayed on CRT as Fig. 1 with changing colors for each temperature range.

(2) According to a certain interval or demands, each temperature and flow rate are printed out and recorded on the floppy disk.

(3) In order to understand the working condition, the movement of helium gas is also displayed on the CRT.

By introducing this monitoring system, even a minute change in the cooling condition can be easily detected and the sufficient discussion of the cooling condition is now possible on the basis of the recorded data.

### 4. Fatigue Test Frequency at Cryogenic Temperature

At liquid helium temperature, specific heats of metals become about 1/1 000 of those at room temperature and thermal conductivities are also reduced to 1/10.<sup>2)</sup> So, the specimen temperature is raised by even a small deformation and it is difficult to keep the specimen temperature at liquid helium temperature. In order to certify the specimen temperature during the test, the temperature inside the specimen and on its surface was measured and the effect of the test frequency on the temperature was examined. The results of the inside temperature measurement on a titanium alloy is shown in Fig. 7. The temperature was measured as the deviation from the surrounding liquid helium temperature using a thermocouple (Au-

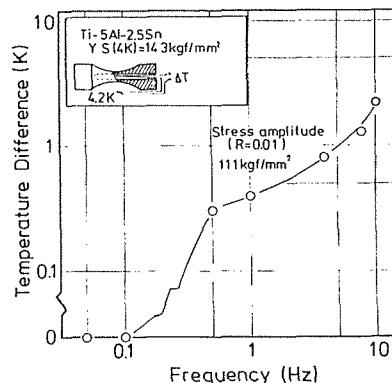


Fig. 7. Temperature rise as a function of frequency and stress.

0.07%Fe, chromel, 0.2 mm $\phi$ ). A hole having a diameter of 2 mm and a depth of 87 mm was drilled in the specimen, and the thermocouple was located at the center of the hole. In this test, the temperature rise of more than 1 K occurred when the frequency exceeded 5 Hz. With decreasing test stress, the temperature rise was also decreased. On the other hand, there was no temperature rise at the surface of the specimen at any frequency.

It has been reported that the frequency must be less than 1 Hz for the stainless steel,<sup>3)</sup> because the stainless steel has a lower proof stress compared to that of the present titanium alloy: otherwise, the fatigue test was then carried out in the plastic deformation region where a large amount of heat was evolved.

The fatigue tests have been carried out at the frequency of 4 Hz for titanium alloys.

### IV. Conclusion

The present fatigue test machine with the closed loop recondensation system enables long-term fatigue tests at liquid helium temperature without an additional supply of liquid helium. A fatigue rupture test of more than a week ( $2 \times 10^6$  cycle) could be carried out, and continued for a longer period by an immediate exchange of specimens. The total continuous operation time of more than 460 h has been achieved.

### Acknowledgements

Authors wish to thank Messrs. J. Tsukuda, T. Otani, M. Akamatsu, T. Shintomi, N. Fukumoto and others of Kobe Steel, Ltd. for collaboration in developing and supporting the operation of this system. They also wish to thank Messrs. K. Nagai, K. Hiraga, Y. Nakasone and T. Yuri, National Research Institute for Metals, for helping these experiments.

### REFERENCE

- 1) Handbook on Materials for Superconducting Machinery (N.B.S.), Metals and Ceramics Information Center, Ohio, (1977), Sheet No. 8.1.3-4 (11/76).
- 2) S. Kobayashi: Teion Gijutsu, The University of Tokyo Press, Tokyo, (1977), 24.
- 3) T. Ohtani, Y. Ohitsu, N. Shiki, Y. Tomisaka, Y. Kawate, Y. Monju and T. Horiuchi: Proc. ICEC-9, Butterworths, London, (1982), 604-607.

# ヘリウム再凝縮冷凍システムを備えた4Kでの疲れ試験装置と疲れ試験

由利 哲美, 緒形 俊夫, 長井 寿, 石川 圭介

金属材料技術研究所筑波支所

茨城県新治郡桜村千現1-2-1

(1986年2月25日受理)

Fatigue Testing System with a Helium Recondenser and Fatigue Tests  
Tetsumi YURI, Toshio OGATA, Kotobu NAGAI and Keisuke ISHIKAWA

National Research Institute for Metals, Tsukuba Laboratories

1-2-1 Sengen, Sakura-mura, Niihari-gun, Ibaraki

(Received February 25, 1986)

## Synopsis :

A liquid helium temperature fatigue testing system was developed at the National Research Institute for Metals, Tsukuba Laboratories. The system is equipped with a recondenser installed in the test machine cryostat. Helium mist is transferred to the recondenser from the refrigerator, and the evaporated helium gas in the cryostat is recondensed into liquid helium. Thus, the liquid helium level in the cryostat is kept constant without the addition of liquid helium during testing. Continuous operation of about 1000 hours has been achieved with this fatigue testing system.

## 1. 緒 言

金属材料技術研究所筑波支所において、液体ヘリウム温度での疲れ試験装置が設置され、極低温での構造材料の疲れ寿命を予測するための試験を行っている。近年、超伝導技術の発展に伴い極低温での信頼性の高い構造材料が求められている。しかしながら、液体ヘリウム温度における材料の疲れ試験データは、現在のところNBS (National Bureau of Standards, USA) の報告が唯一である<sup>1)</sup>。というのは、液体ヘリウム温度において疲れ試験を行うことが難しいことに起因している。たとえば、ある材料の疲れ寿命を予測するには破断繰返し回数 (Nf) が $10^6$ 程度の長時間に及ぶ疲れ試験が必要である。さらに、液体ヘリウム温度での疲れ試験においては数 Hz 以上の高い試験周波数で試験を行うと試験片の温度がかなり上昇するため<sup>2)</sup>、試験周波数を高めて試験時間を短縮することはできない。

液体ヘリウム温度で疲れ試験を行うための冷却方法として従来は次の二通りの方法が考えられていた。一つは蒸発分の液体ヘリウムを絶えずクライオスタットへ補給する方法であり、もう一つは蒸発したヘリウム

ガスを回収し再液化する方法である。第一の方法は最も簡単であるが、長時間にわたる試験中液体ヘリウムを補給し続けることは高価な液体ヘリウムを大量に消費し、補給のための労力が必要でありかつ気化した多量のガスの処理も問題である。第二の方法では液体ヘリウム消費量及び補給の労力は削減されるが、水分や空気成分の混入によるヘリウムガスの汚染の問題がある。そしてヘリウム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にも難点がある。そこで著者らは第三の方法として長時間の極低温疲れ試験に閉ループ再凝縮冷凍方式を新たに採用した。その結果1984年に約500時間の連続運転を達成しこの方法の利点を明らかにした<sup>3)</sup>。さらに今回約1,000時間の連続運転を達成し、寿命を予測することが難しい長時間の疲れ試験を行った。

## 2. 冷却システムの概要

このシステムの仕様を Table 1 に要約する<sup>4)</sup>。Fig. 1 に再凝縮方式の原理を示す。液体ヘリウムの入ったクライオスタットは密閉されている。液体ヘリウムの蒸発は、クライオスタットの周囲からの熱侵入と試験

片の発熱によって生じる。他方、冷媒であるヘリウムミスト（約50%の液体ヘリウムを含むヘリウムガス）が冷凍機中のジュール・トムソン（J-T）弁で発生し、クライオスタット中の液体ヘリウム直上に備えられた再凝縮器へ送られる。クライオスタット中で蒸発したヘリウムガスは、再凝縮器のヘリウムミストの潜熱と熱交換して、再凝縮・再液化されクライオスタットの液体ヘリウムへ戻される。したがって、クライオスタット中の液体ヘリウム液面は常に一定に保たれる。再凝縮器に送られたヘリウムミストは、外部の蒸発ヘリウムガスの熱に応じて気化し冷凍機に戻る。冷媒となっているヘリウムガスは完全な閉ループであるため、冷凍の初期に精製機によって不純物の除去を行っておけば、その後は汚染の問題はない。したがって、この冷凍システムでは連続運転用の大がかりなものを必要としないで長時間の運転が可能である。

### 3. ヘリウムガスの流れ

Fig. 2 はこのシステムのヘリウムガスの流れ図である。このシステムは、圧縮機、精製機、冷凍機及び疲れ試験機から構成されている。圧縮機は4段往復動型で、ヘリウムガスの汚染を防ぐため無潤滑の完全密閉型で最大処理量は300Nm<sup>3</sup>/hである。圧縮機により約1.7MPaまでヘリウムガスを昇圧し冷凍機の膨張

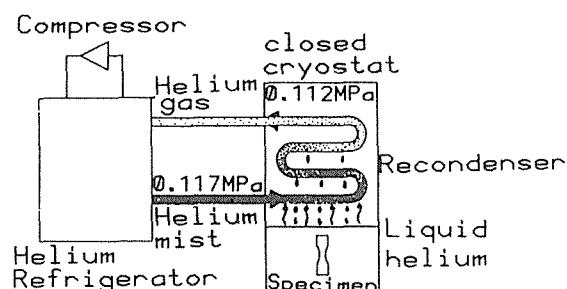


Fig. 1 Illustration of principle of recondensation system.

Table 1 Specifications of apparatus.

Refrigeration system;	
Refrigeration cycle	Claud cycle with recondenser
Refrigeration capacity	minimum 20W
Delivery of coolant	helium mist at 4.4K, 0.11MPa
Compressor outlet condition	300K, 1.7MPa
Fatigue test machine;	
Type of load	5 ton, maximum tensile and compressive loading
Frequency	0.01 to 50Hz

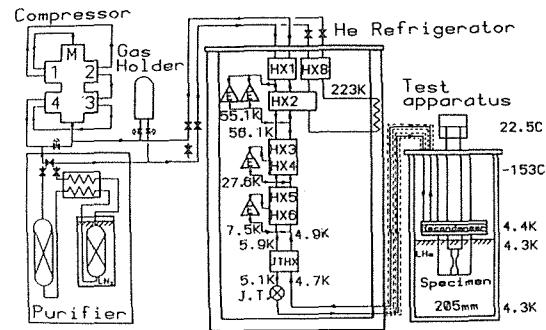


Fig. 2 Helium gas flow diagram of the fatigue test system for liquid helium temperature.

エンジン入口とJ-T弁に供給する。精製機は水分除去用のモレキュラーシーブと、酸素・窒素を吸着させるための活性炭吸着器（77Kに冷却される）を備えている。精製機は系内ヘリウムガスの水分及び酸素+窒素濃度を長時間運転に入るまで、10ppm以下の濃度まで下げるのに使用されている。

装置の起動直前に冷凍機内の第1と第2熱交換器に予冷用の液体窒素を流しながら冷凍運転に入る。冷凍機は3段膨張式のクロードサイクルで4.4Kで20Wの冷凍能力がある。圧縮機で昇圧されたヘリウムガスは膨張エンジンの中へ入り、第1段エンジンで約60K、第2段エンジンで約30K、さらに第3段エンジンで約9Kまで冷却される。高圧のヘリウムガスは第1熱交換器から第6熱交換器、さらにJ-T熱交換器を通り約5Kまで冷却される。冷却されたヘリウムガスはJ-T弁で0.11MPaまで自由断熱膨張しヘリウムミストとなり、真空断熱されたミスト移送管を通り試験機クライオスタット内の再凝縮器へ送られる。ヘリウムミストはクライオスタット内の気化したヘリウムガスと熱交換し、ほとんどはガス成分となり冷凍機へ戻る。冷凍機の主熱交換器はアルミプレートフィン形熱交換器で、軽量化、熱効率向上、流路閉塞の低減が図

られている。J-T熱交換器は無酸素銅の二重管形で作られている。Fig. 2 中に示された温度数値は、定常状態における各部温度の一例である。マイクロ・コンピュータによるリアルタイムでデータを得られるシステムによって、温度監視及び表示が行われている。

疲れ試験機は油圧駆動型のもので、最大荷重は動的  $\pm 5$ ton, 静的  $\pm 7.5$ ton, 試験周波数域は 0.01~50Hz である。Fig. 3 は本装置の概観である。圧縮機は別室に設置されている。

#### 4. 冷却曲線

各熱交換器の熱容量が大きいのでシステム各部温度が定常状態に到達するまで所定の時間を要する。Fig. 4 は冷凍機各部の冷却過程を示す。起動の直前にクライオスタットに予冷用の液体窒素を充填してから冷凍運転に入る。冷凍機内の第1, 第2熱交換器への予冷用のための液体窒素は第1段膨張エンジン出の温度が77K付近に下がるまでの約1h流す。一方、J-T弁を開き液体窒素に浸漬している再凝縮器からの寒冷によりJ-T熱交換器を冷却する。J-T熱交換器低圧側出の温度が77K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去り、液体ヘリウムを液面が約200mmに達するまで充填する。冷凍機各部温度が定常温度になり液体ヘリウムの蒸発が落ちていたところで逃がし弁を開めクライオスタットを封じ切る。このようにして、クライオスタットは約6時間で封じ切り再凝縮冷凍状態となる。封じ切るまでの液体窒素総使用量は約380lであった。また連続運転期間中、クライオスタットは断熱のための液体窒素を1h当たり約20l必要とする。液体ヘリウムの初期充填量は約50lである。

#### 5. クライオスタット封じ切り後の圧力変化

クライオスタット中へ液体ヘリウム注入後、冷凍機の各部温度が十分冷却され再凝縮器が稼動状態になった後、クライオスタットを大気と遮断するため封じ切る。Fig. 5 はクライオスタットが密閉された後のクライオスタット内の液体ヘリウム液面と圧力、さらに再凝縮器内の圧力変化を示す。いったんクライオスタットを封じ切ると、初期蒸発によりクライオスタット内圧力と液体ヘリウム液面は急速に上昇するが、しだいに減少して気化したガスの温度に見合った圧力で安定化する。それに対して再凝縮器内の圧力はほとんど変化が見られない。液体ヘリウム液面及びクライオスタットと再凝縮器の圧力差は、定常状態においては一定に保たれている。

#### 6. 試験片交換

破断した試験片を交換するために冷凍機を停止して

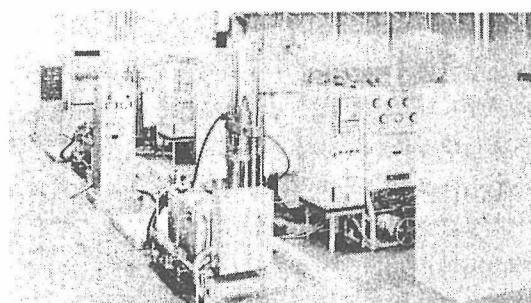


Fig. 3 Whole view of the system installed in NRIM, Tsukuba.

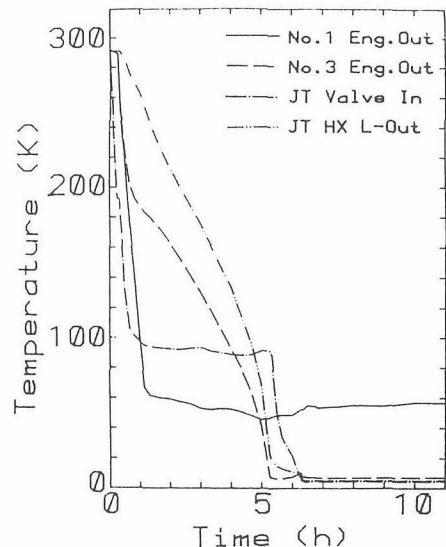


Fig. 4 Cooling curve of the refrigerator of initial operation.

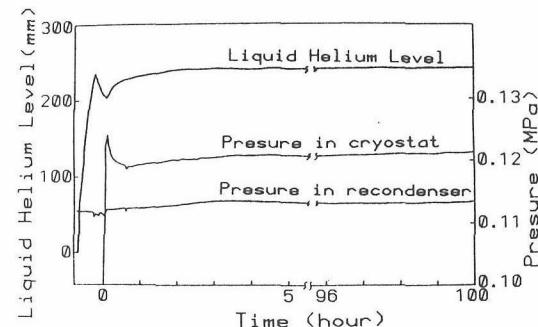


Fig. 5 Pressure of gaseous helium and level of liquid helium in the cryostat after closing.

常温の試験片と交換すると、クライオスタット中の液体ヘリウムは完全に蒸発し、クライオスタット内部温度は室温まで上昇し、再び定常状態まで復帰させるのに長時間要する。そこで、試験片の交換を冷凍機を停止しないで行うことを試みた。

Fig. 6 にその際の冷凍機内部の温度変化の結果を示す。まず、クライオスタットの逃がし弁を開けてクライオスタット内圧を開放してから試料筒を油圧によ

り引き上げる。この時に液体ヘリウム液面は多少減少する。試験片交換の間、クライオスタット内の再凝縮器は大気にさらされた状態でも働いているためヘリウム液面の減少は緩やかであり冷凍機は安定している。

この時の液体ヘリウムの蒸発量は、冷凍機停止時の約  $1/4$  に減少し 1 h 当たり約  $0.4 l$  となっている。試験片の固定に冷やしばめを併用しているために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。試験片交換後液体窒素で試料筒を十分に予冷する。予冷を行わない場合試料筒挿入時にクライオスタット内の液体ヘリウムはほとんど蒸発してしまい、ミスト移送管戻りの温度が 50 K 付近まで上昇し冷凍機各部温度のバランスを崩してしまう。予冷後試料筒を液体ヘリウムの気化熱を利用して静かに挿入する。ミスト移送管戻りと J-T 弁入口温度は最大 20 K まで上昇したが、挿入完了後液体ヘリウムを補給するとまもなく平常に戻った。また第 2 段膨張エンジン出口の温度が下がったのは、J-T 弁を絞ったために膨張エンジンへのヘリウムガスの流量が増えて寒冷の発生量が増加したためである。このようにして冷凍機の各部温度を約 2 時間以内で定常状態に復帰させることができた。クライオスタット中の液体ヘリウムは、試験片交換前の量の約半分までしか減少せず、再補給の液体ヘリウムは約  $10 l$  足らずで疲れ試験を再開することができた。

## 7. 試験結果

この装置で、チタン合金、ステンレス鋼等の材料の疲れ試験を行っている。ここで述べる材料は、Ti-5Al-2.5 Sn ELI 合金である。Table 2 に母材と溶接材の化学組成を示す。それらの引張特性を示したのが Table 3 である<sup>5)</sup>。Fig. 7 は試験機クライオスタットの横断面を描いたものである。拘束は二重円筒構造となっており、固有振動数は試験機との共振を避けるために 100 Hz 以上となっている。

Fig. 8 に試験片の形状を示す。極低温において材料試験を行う際、わずかな変形によっても発熱し試験片温度が上昇するため試験条件について留意しなければならない。そこで疲れ試験中の試験片の内部温度を測定した。Fig. 8(c) に示しているように中心軸に沿

Table 2 Chemical composition of base material and weldment (wt %).

	C	Fe	N	O	H	Al	Sn	Ti
base	0.012	0.19	0.0024	0.057	0.0058	5.15	2.26	bal.
weldment	0.008	0.21	—	0.102	0.0040	5.13	2.64	bal.

Table 3 Tensile properties of Ti-5 Al-2.5 Sn ELI alloys at cryogenic temperatures.

	base material			weldment
testing temperature (K)	293	77	4	4
yield strength (MPa)	705	1,209	1,405	1,368
tensile strength (MPa)	772	1,277	1,483	1,459
fracture strain (%)	14.6	15.3	9.9	6.7

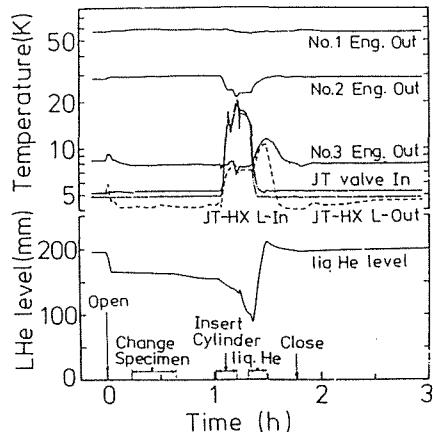


Fig. 6 Temperatures of refrigerator and level of liquid helium during exchanging of specimen.

ってドリル穴を開け、繰返し応力と周波数を変えて試験片内部と試験片表面の温度上昇を調べた。温度測定には Au-0.07% Fe、クロメル熱電対を使用し冷接点を液体ヘリウム中に置き液体ヘリウムとの温度差を測定したものである<sup>6)</sup>。なお、応力波形は正弦波である。

Fig. 9 に示されているように、試験片内部の温度上昇は降伏応力の約半分の応力振幅では 1 K 以下である。降伏応力の 80% の応力振幅では周波数が 5 Hz を越えると温度は 1 K 以上に上昇した。試験片表面の温度上昇はいずれの周波数においてもほとんど認められなかった。したがって、チタン合金の疲れ試験は周波数 4 Hz で行った。Fig. 10 の a) と b) は、平滑材及び切欠材の母材と溶接材の応力振幅と破断繰返し数 (Nf) 曲線の結果である。興味のある点は、平滑材の

き裂起点に特徴的な挙動が見られたことである。き裂の起点は高応力側では試験片の表面で発生していたが低応力側では試験片内部であった。

Fig. 11 に応力振幅と試験片表面からのき裂起点の距離との関係を示す。き裂起点位置は応力が低くなる

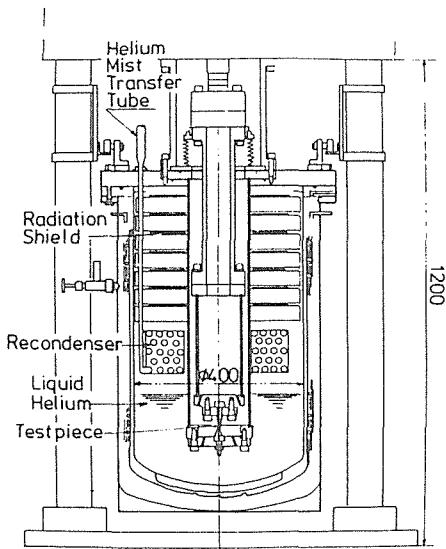


Fig. 7 Cross section view of cryostat for fatigue test apparatus.

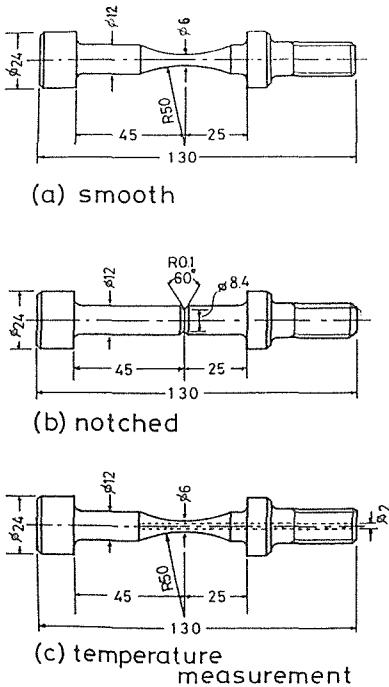


Fig. 8 Dimensions of specimens:  
a) hourglass type specimen,  
b) notched specimen ( $K_t = 5.7$ ),  
c) specimen for temperature measurement.

につれて内部へ移動している。Fig. 12 の写真中の矢印は77Kと4Kで試験した試験片のき裂起点位置を示す。両方の応力振幅はそれぞれの温度における降伏応力との比がほぼ同じものである。77Kでのき裂起点位置は常に表面でみられるが、4Kでは応力振幅が低く

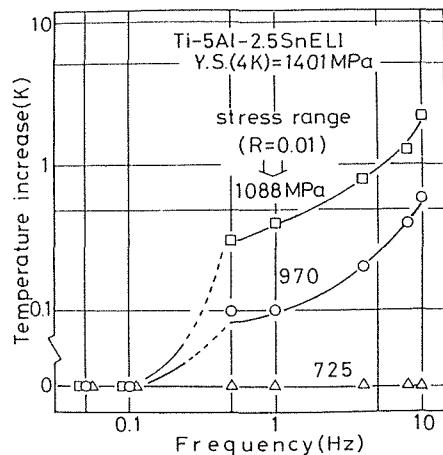


Fig. 9 Temperature increase inside specimen as a function of frequency at various cyclic stress level.

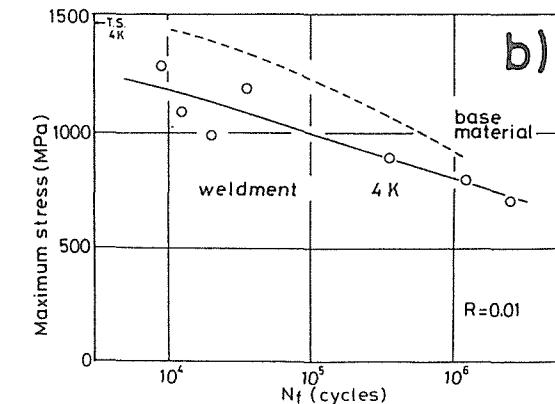
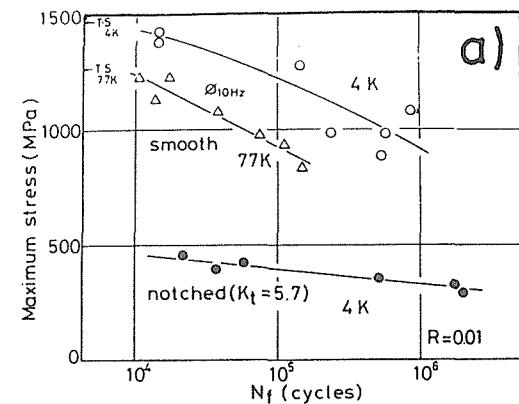


Fig. 10 Stress-Number of cycles to failure curves for Ti-5 Al-2.5 Sn ELI alloy:  
a) base alloy at 77K and 4K,  
b) weldment at 4K.

なるにつれて内部へ移動していた。

## 8. 結 言

閉ループ再凝縮方式による冷凍機を備えた疲れ試験機によって、液体ヘリウムの補給なしに液体ヘリウム温度での長時間疲れ試験を可能にした。一週間以上の疲れ試験 ( $2 \times 10^6$  サイクル) を行い、また試験片の能率的な交換により、より長い期間試験を連続に行うこ

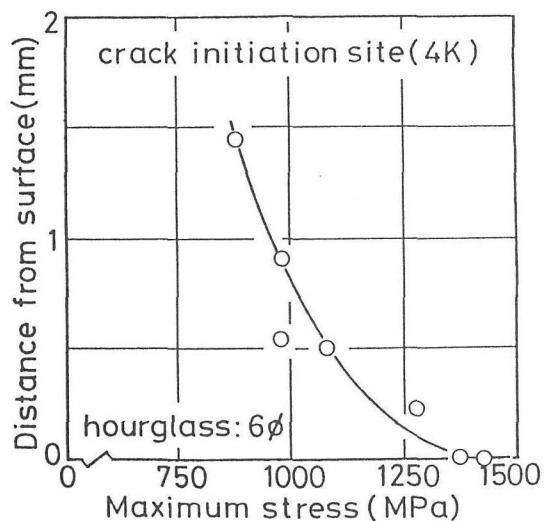


Fig. 11 Distance from surface to crack initiation sites v.s. maximum stress.

とが可能となり約1,000時間の連続運転を達成した。また現在までの総運転時間は3,500時間を越えた。

おわりに、本装置の開発と運転の協力及び試験片を供していただきました（株）神戸製鋼所の共同研究者の方々に謝意を表します。

## 参 考 文 献

- 1) *Handbook on Materials for Superconducting Machinery*, Sheet No. 8. 1. 3-4 (11/76), Metals and Ceramics Information Center, Columbus, Ohio (1977)
- 2) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井 寿, 由利哲美: 鉄と鋼, 投稿中
- 3) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井 寿, 平賀啓二郎, 中曾根祐司, 由利哲美: 鉄と鋼 71 (1985) 236
- 4) T. Ohtani, Y. Ohtsu, N. Shiki, Y. Tomisaka, Y. Kawate Y. Monju and T. Horiouchi: Proc. ICMC-9, Butterworth, London (1982) 604
- 5) K. Nagai, K. Ishikawa, T. Mizoguchi and Y. Ito: Cryogenics 26 (1986) 19
- 6) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井 寿: 鉄と鋼 71 (1985) 1390

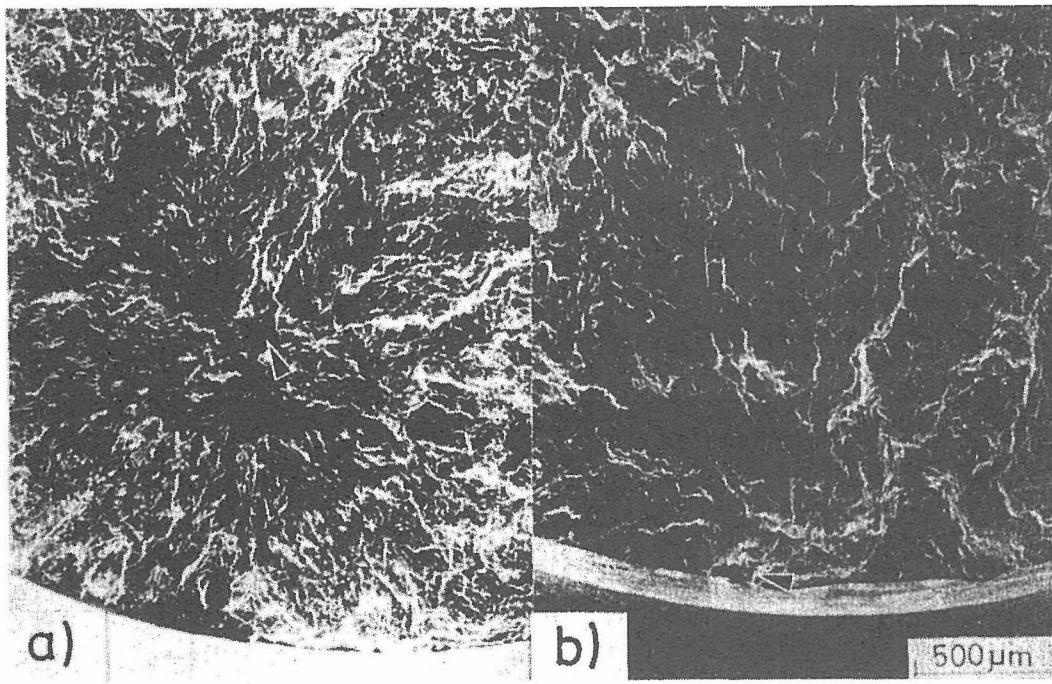


Fig. 12 Scanning electron micrographs of fatigue crack initiation sites in fractured surface:  
a) at 4K, 980MPa,  
b) at 77K, 833MPa.

**From: ADVANCES IN CRYOGENIC ENGINEERING  
MATERIALS, Vol. 32  
Edited by R.P. Reed and A.F. Clark  
(Plenum Publishing Corporation, 1986)**

## FATIGUE TESTING AT 4 K WITH A HELIUM RECONDENSATION SYSTEM

K. Nagai, T. Ogata, T. Yuri, and K. Ishikawa

National Research Institute for Metals  
Tsukuba Laboratories  
Sakura-mura, Niihari-gun, Ibaraki, Japan

### ABSTRACT

A liquid helium temperature fatigue testing system was developed at the National Research Institute for Metals, Tsukuba Laboratories. The system is equipped with a recondenser installed in the test machine cryostat. Helium mist is transferred to the recondenser from the refrigerator, and the evaporated helium gas in the cryostat is recondensed into liquid helium. Thus, the liquid helium level in the cryostat is kept constant without the addition of liquid helium during testing. Continuous operation of about 500 h has been achieved with this fatigue testing system.

### INTRODUCTION

Fatigue testing systems for liquid helium temperature were developed at the National Research Institute for Metals, Tsukuba Laboratories and have been used to evaluate the fatigue life of structural materials at cryogenic temperatures. The progress in superconducting technology increasingly demands highly reliable structural materials. However, few data about fatigue at liquid helium temperature have been accumulated, except for those obtained by NBS (the National Bureau of Standards in the U.S.A.).<sup>1</sup> This is mainly ascribed to difficulties in conducting fatigue tests at liquid helium temperature. For example, fatigue tests take a long time because about  $10^6$  fatigue cycles are needed to estimate the fatigue life of certain materials. Moreover, fatigue tests cannot be accelerated because the specimen temperature is raised considerably at a high frequencies at liquid helium temperature.

There are two cooling methods for fatigue tests at liquid helium temperature. One requires replenishment of the liquid helium evaporated during testing; the other reliquefies the evaporated helium gas. The first method is the simplest, but it consumes a large amount of expensive liquid helium during long-term tests. The second method reduces the consumption of liquid helium and eliminates its troublesome replenishment, but then the contamination by moisture or air components is problematic. It is also not easy to carry out long-term operation of the liquefier accompanied with the purifier. Consequently, we adopted the recondensation closed-loop system for the long-term fatigue tests and have achieved a continuous operation of

Table 1. Specifications of Apparatus

Refrigeration system;	
Refrigeration cycle	Claude cycle with recondenser
Refrigeration capacity	minimum 20 W
Delivery of coolant	helium mist at 4.4 K, 0.117 MPa (0.2 atm)
Compressor outlet condition	300 K, 1.7 MPa (16 atm)
Fatigue test machine;	
Type of load	5 ton, maximum tensile and compressive loading
Frequency	0.01 to 50 Hz

about 500 h.<sup>2</sup> Besides, the system has a great advantage because the duration of a fatigue test cannot be estimated in advance.

#### DETAILS OF THE SYSTEM

The specifications of this system are summarized in Table 1.<sup>3</sup> Figure 1 shows the principle of a recondensation system. A cryostat with liquid helium is completely closed. Evaporation of liquid helium is caused by the heat invading from the surroundings and from the heating of the specimen tested. On the other hand, helium mist is produced at the Joule-Thomson (JT) valve in the refrigerator, and the mist is transferred to the recondenser in the cryostat. The evaporated gas in the cryostat is recondensed and reliquefied using the latent heat of the mist at the recondenser and returned to the liquid helium bath. Accordingly, the liquid helium level in the cryostat is kept constant. The mist in the recondenser is evaporated with the heat flux from the outside of the recondenser. The refrigeration system can work for hundreds of hours, since there is no problem of contamination.

#### Flow Diagram

Figure 2 is a helium gas flow diagram of this system. The system is composed of a compressor, a gas holder, a purifier, a refrigerator, and a fatigue test machine. The compressor is fully sealed to avoid the contamination of the helium gas. The maximum flow rate is 300 N/m<sup>3</sup>, and inlet gas pressure of the expansion engine and the JT valve in the refrigerator is increased to about 1.63 MPa (15 atm). The purifier contains a molecular sheaves adsorber for the removal of moisture and a charcoal adsorber

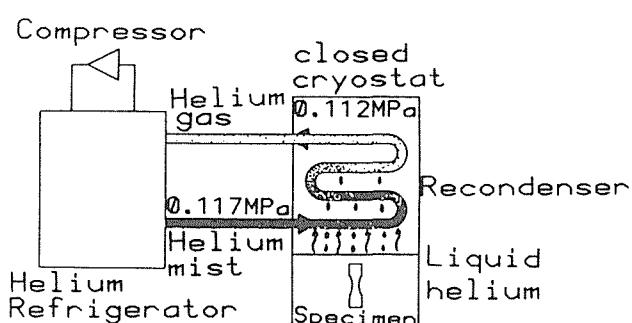


Fig. 1. Illustration of the principle of the recondensation system.

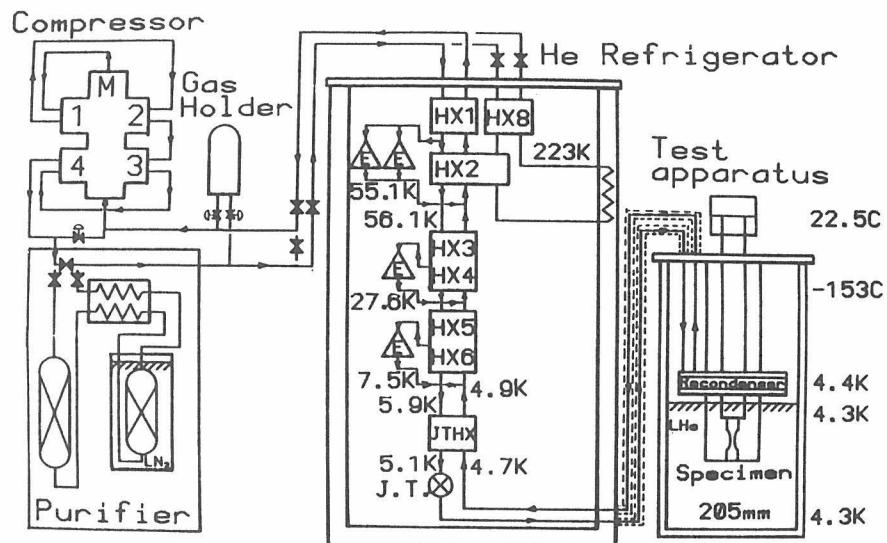


Fig. 2. Helium gas flow diagram of the fatigue test system for liquid helium temperature.

(cooled to 77 K) for the elimination of oxygen and nitrogen. The purifier is used to reduce the density of moisture or oxygen and nitrogen to less than 10 ppm prior to long-term operation.

The refrigerator has three-stage Claude cycle engines and can provide 20 W at 4.4 K. The helium gas that enters into expansion engines is cooled to about 70 K at the first-stage engine, to about 30 K at the second-stage engine, and to about 9 K at the third-stage engine. The high-pressure gas is cooled to about 5 K by heat exchangers Nos. 1 through 6 and the JT heat exchanger. The helium mist is generated at the JT valve by adiabatic free expansion to 0.11 MPa and is transferred through the vacuum-insulated mist transfer tube to the recondenser in the test machine cryostat, where the mist almost becomes gaseous owing to heat exchange. Then it returns to the refrigerator. The five major heat exchangers are the aluminum plate fin type to reduce the weight, improve the heat efficiency, and prevent blocking of the passage. The JT heat exchanger is composed of a dual tube of OFHC copper.

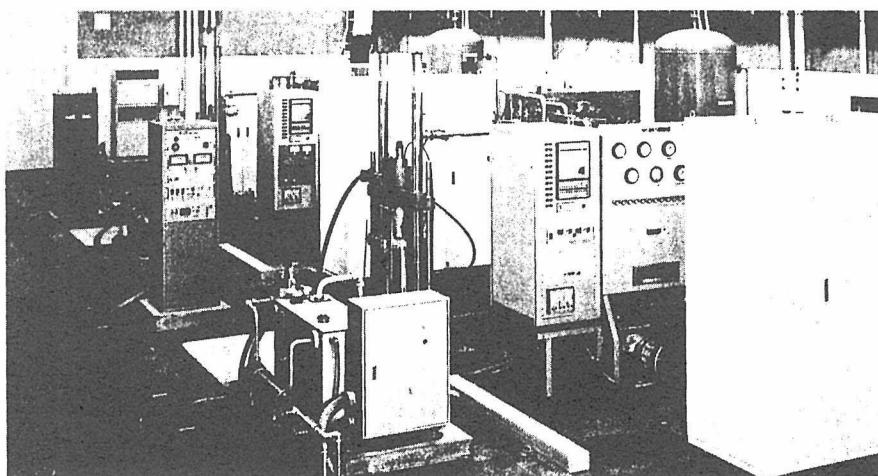


Fig. 3. Overall view of the system installed at NRIM, Tsukuba.

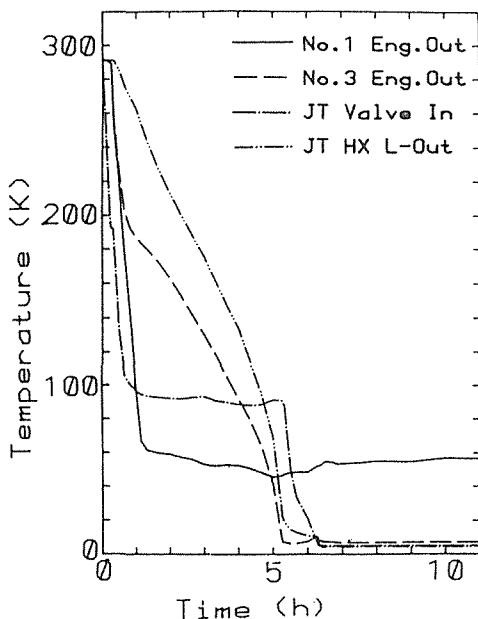


Fig. 4. Cooling curve of the refrigerator for initial operation.

The temperature values in the figure are typical of various parts of the refrigerator in a steady state; they are indicated by a temperature monitoring system assisted by a microcomputer real-time data acquisition system. The fatigue test machine is a hydraulic servo-pulse type. The dynamic maximum load is  $\pm 5$  tons and the static maximum load is  $\pm 7.5$  tons. The test frequency range covers 0.01 to 50 Hz. Figure 3 shows a view of the entire system. Compressors are installed in the next room.

#### Cooling Curve

Since the heat exchangers have large latent heat capacities, it takes several hours for each part of the system to reach a steady-state temperature. Figure 4 shows the cooling behavior of each part of the refrigerator. The cryostat can be closed within only six hours. The amounts of liquid nitrogen for precooling and liquid helium to fill the cryostat are about 300 kg and about 50 liters, respectively.

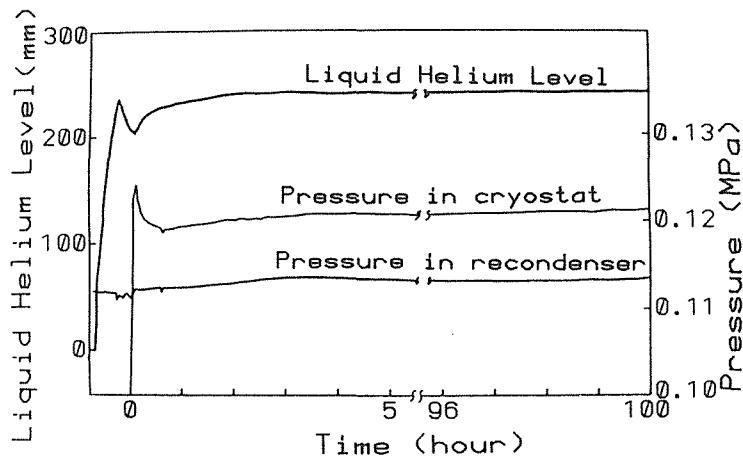


Fig. 5. Pressure of gaseous helium and level of liquid helium in the cryostat after closing.

### Pressure Behavior after Closing

After the refrigerator has been sufficiently cooled by pouring liquid helium into the cryostat, the cryostat is closed. Figure 5 shows the liquid helium levels and the pressures in the cryostat and in the recondenser after the cryostat was completely closed by shutting the blow-off valve. Once the cryostat was closed, the pressure in the cryostat rapidly increased and the liquid helium level, which was reduced due to initial vaporization, began to recover gradually. There was little change in the pressure in the recondenser. The liquid helium level and pressure difference between the cryostat and the recondenser were kept constant in the steady-state condition.

### Specimen Exchange

When the refrigerator is stopped in order to replace the specimen after failure, the liquid helium in the cryostat completely evaporates, and the temperature inside the cryostat raises to room temperature. It takes a lot of time for the system to return to the steady state. So, the specimen replacement was carried out without stopping the refrigeration.

Figure 6 gives the results. The recondenser was exposed to the atmosphere during replacement of the specimens. There was no problem in this procedure. The temperature of each part in the refrigerator was raised somewhat but was not remarkably disturbed, and the system returned to the steady state within about two hours. No extra heat invasion to the recondenser was observed during the procedure. The liquid helium level was lowered very slowly after opening the cryostat. The temperatures of the mist transfer line and the inlet of the JT valve increased to a maximum of 20 K, but returned soon once liquid helium was added. On the contrary, the temperature of the No. 2 expansion engine outlet decreased, which is ascribed to the partial closing of the JT valve and the increase of the flow rate to the engine. Liquid helium in the cryostat finally decreased to half the initial amount.

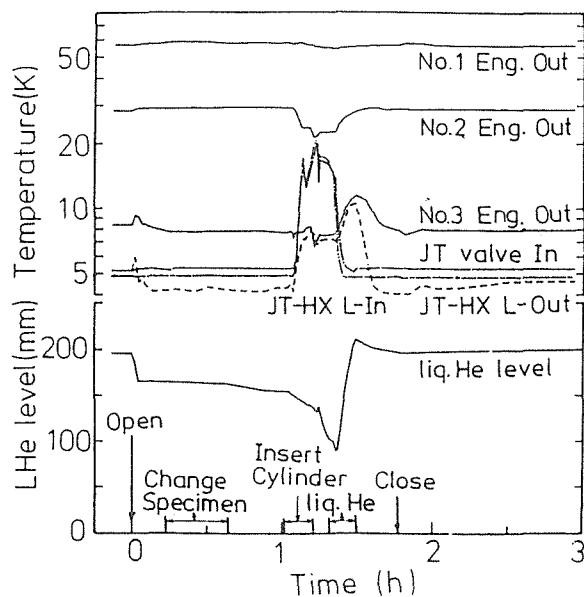


Fig. 6. Temperature of the refrigerator and level of liquid helium during specimen replacement.

Table 2. Chemical Composition of Base Material and Weldment (wt.%).

	C	Fe	N	O	H	Al	Sn	Ti
base	0.012	0.19	0.0024	0.057	0.0058	5.15	2.66	bal.
weldment	0.008	0.21	-	0.102	0.0040	5.13	2.64	bal.

Table 3. Tensile Properties of Ti-5Al-2.5Sn ELI Alloys at Cryogenic Temperatures.

	base material			weldment
testing temperature (K)	293	77	4	4
yield strength (MPa)	705	1209	1405	1368
tensile strength (MPa)	772	1277	1483	1459
fracture strain (%)	14.6	15.3	9.9	6.7

#### TESTING RESULTS

Fatigue tests have been carried out on titanium alloys, stainless steels and other materials with this system. The material used here was a Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy. Table 2 shows the chemical composition of the base material and weldment; their tensile properties are given in Table 3. Figure 7 illustrates a cross-sectional view of the test machine cryostat. The specimen is gripped by the dual cylinder, whose specific frequency is above 100 Hz to avoid sympathetic vibration with the machine.

Figure 8 gives the dimensions of the specimens. The internal temperature of specimens during fatigue tests was measured. A thermocouple was used to measure the difference in the temperature between the surrounding liquid helium and the specimen.<sup>4</sup>

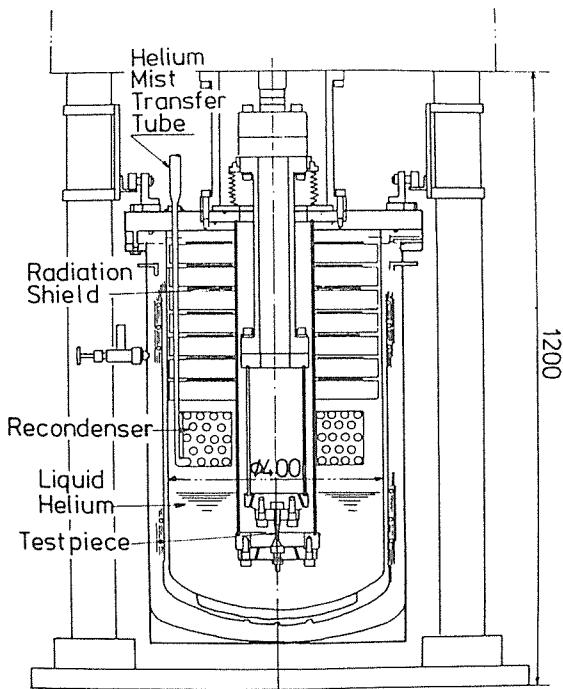


Fig. 7. Cross-sectional view of the cryostat for the fatigue test apparatus.

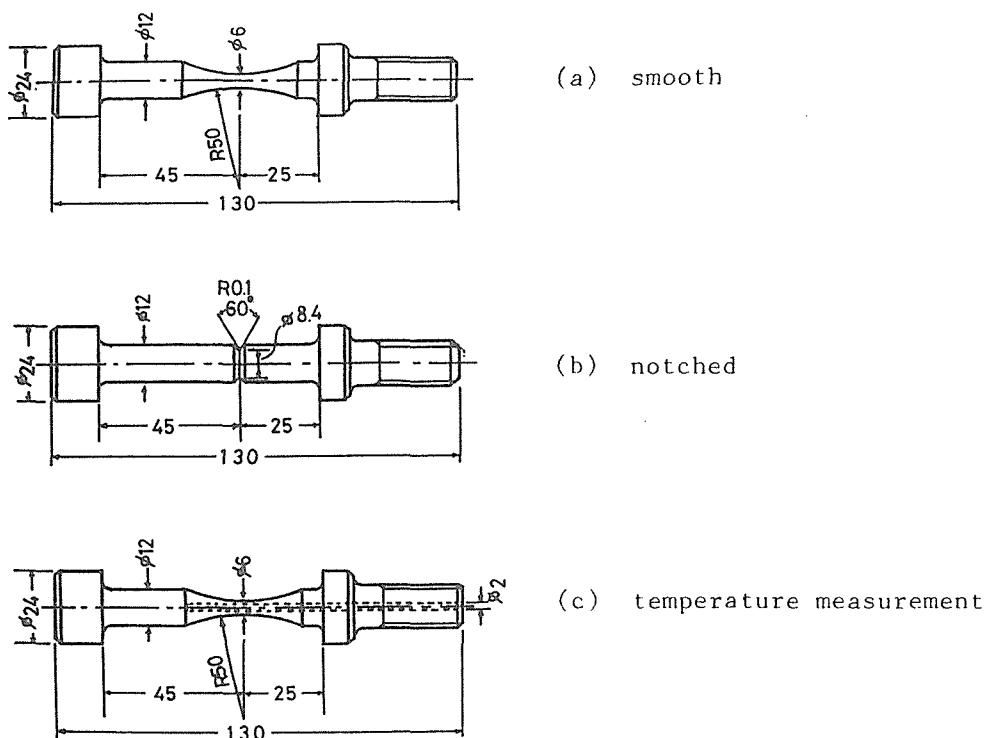


Fig. 8. Dimensions of specimens used.

#### Internal Specimen Heating

As shown in Figure 9, the temperature rise of the specimen was kept at less than 1 K, at a stress of about half the yield stress. At a stress of four-fifths of the yield stress, the temperature rose more than 1 K when the frequency exceeded 5 Hz. However, there was no temperature rise at the surface of the specimen at any frequency. Fatigue tests were carried out at a frequency of 4 Hz for titanium alloys.

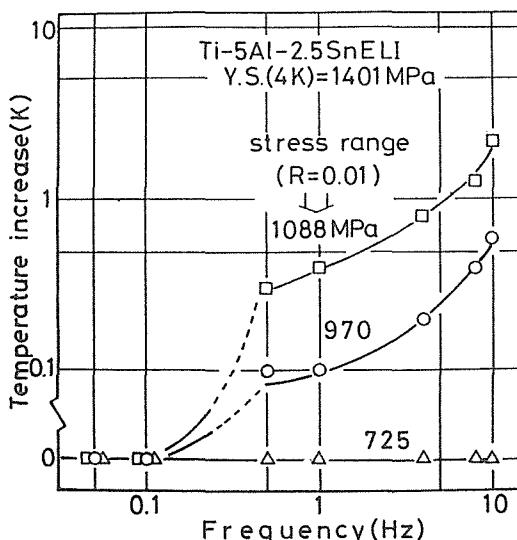


Fig. 9. Dependence of temperature increase on frequency in the fatigue test.

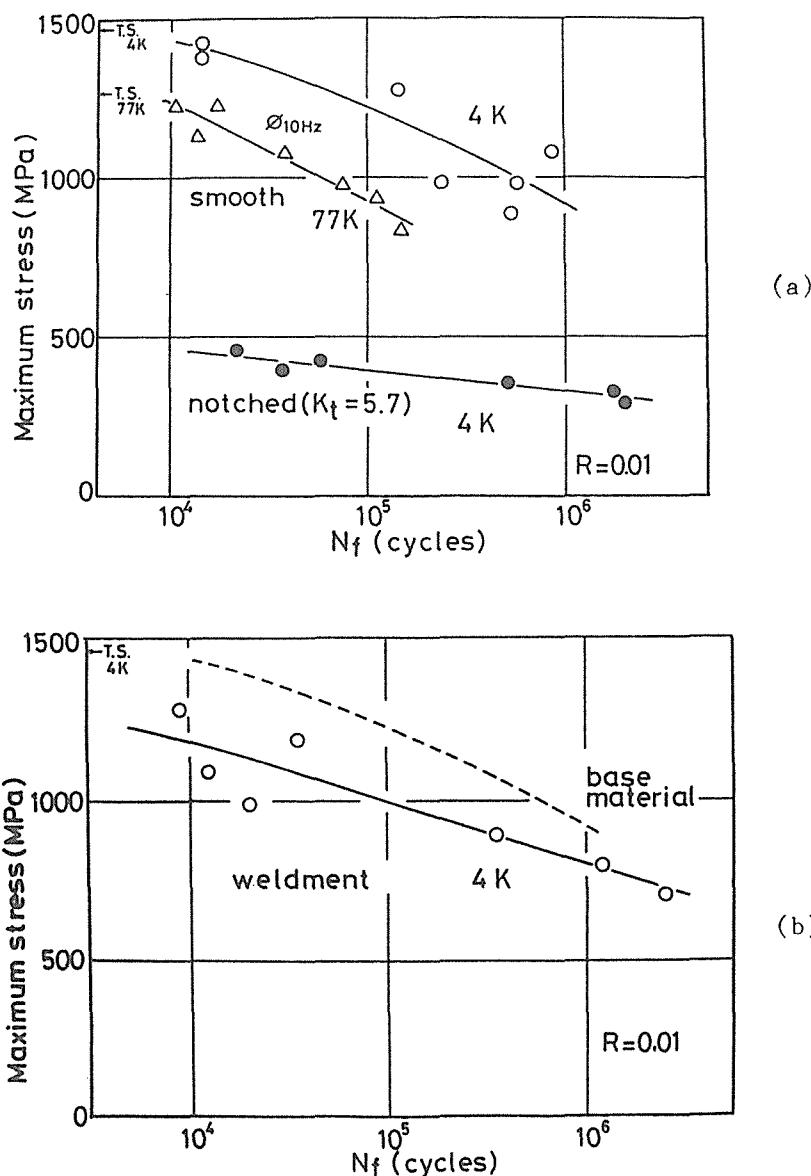


Fig. 10. S-N curves of Ti-5Al-2.5Sn alloy.

#### S-N Curves

In Figure 10 a) and b) are the results of maximum stress vs. the number of cycles to failure ( $N_f$ ) curves for smooth and notched specimens, base material and weldments. An interesting result was found for crack initiation of smooth specimens at 4 K: The crack initiated at the surface of the specimen at higher stress, but at the interior of the specimen at lower stress.

Figure 11 shows the distance of the crack initiation site from the surface as a function of maximum stress. The crack initiation site moves inside as the stress is lowered. The photographs in Figure 12 show the crack initiation site tested at 77 K and 4 K. Both maximum stresses are at a similar ratio to the yield stress of each temperature. The crack initiation site at 77 K is always located at the surface. The site at 4 K moves inside with an increase in the stress.

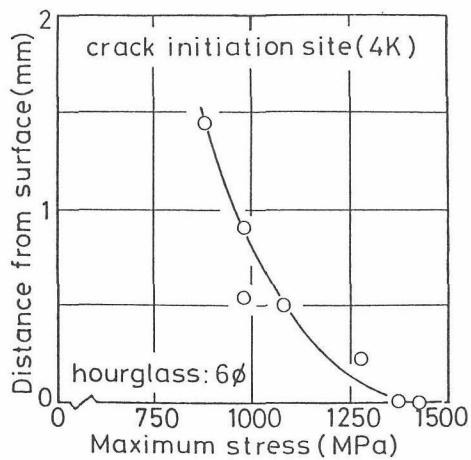


Fig. 11. Crack initiation.

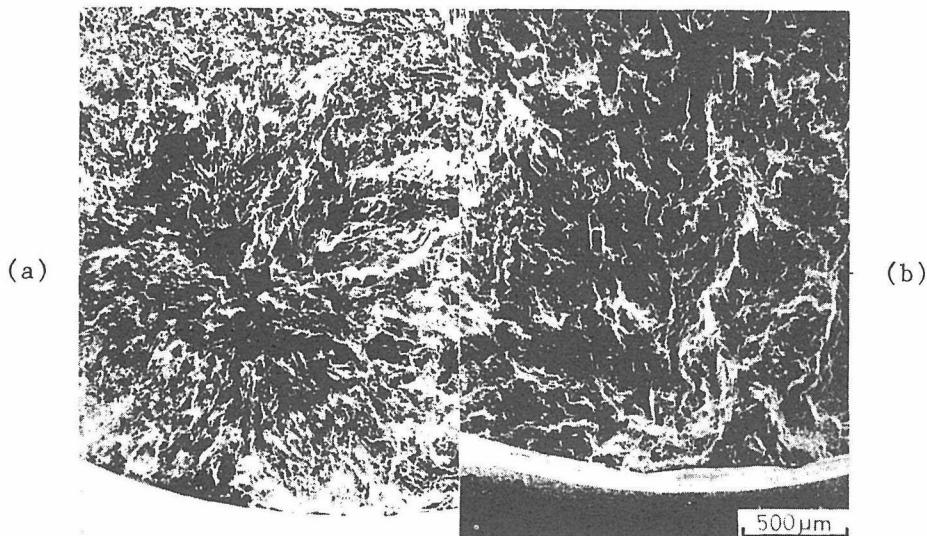


Fig. 12. Crack initiation in fracture surface  
a) at 4 K, 980 MPa;  
b) at 77 K, 833 MPa.

## CONCLUSIONS

The present fatigue test machine with its closed loop recondensation system enables long-term fatigue tests at liquid helium temperature without an additional supply of liquid helium. A fatigue test of more than a week ( $2 \times 10^6$  cycles) could be carried out and continued for a longer period by an efficient exchange of specimens. A total continuous operation time of about 500 h has been achieved.

## ACKNOWLEDGMENT

The authors wish to thank Kobe Steel Company for collaboration in developing and supporting the operation of this system and in supplying the specimens.

## REFERENCES

1. "Handbook on Materials for Superconducting Machinery," Sheet No. 8.1.3-4 (11/76), Metals and Ceramics Information Center, Columbus, Ohio (1977).
2. T. Ogata, K. Ishikawa, K. Nagai, K. Hiraga, Y. Nakasone, and T. Yuri, Helium cooling system for long-term fatigue test at liquid helium temperature, Tetsu-to-Hagane 71:236-241 (1985), in Japanese.
3. T. Ohtani, Y. Ohtsu, N. Shiki, Y. Tomisaka, Y. Kawate, Y. Monju, and T. Horiuchi, Performance test of new recondensing type cooling system designed for fatigue testing machine at liquid helium temperature, in: "Proceedings of the International Cryogenic Engineering Conference - 9," Butterworths, London (1982), pp. 604-607.
4. T. Ogata, K. Ishikawa and K. Nagai, Effects of strain rate on the tensile behavior of stainless steels, copper, and an aluminum alloy at cryogenic temperatures, Tetsu-to-Hagane 71:1390-1397 (1985), in Japanese.

# 極低温疲労試験装置と運転結果

由利 哲美, 長井 寿, 緒形 俊夫  
梅澤 修, 石川 圭介

金属材料技術研究所筑波支所 つくば市千現 1-2-1

(1991年1月21日受理)

## Fatigue Testing System and Result of Long-term Operation

Tetsumi YURI, Kotobu NAGAI, Toshio OGATA,  
Osamu UMEZAWA and Keisuke ISHIKAWA

National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen, Tsukuba 305

(Received January 21, 1991)

### Synopsis:

A new type of cryogenic temperature fatigue testing machine was installed in 1983 at the National Research Institute for Metals, Tukuba Laboratories. This machine is featured by the continuous operation at 4 K without replenishing liquid helium. A closed-loop helium recondensation system enables a long-term fatigue test at 4 K longer than 1,000 h. The total operation time reached 5,500 h in these seven years.

### 1. 緒 言

極低温で使用する機器の信頼性および安全性を保証するには、極低温における疲労データを取得することが不可欠であるが、極低温疲労データの蓄積は著しく少ない<sup>1)</sup>。

液体ヘリウム温度における疲労試験においては、試験片の継続的な冷却を行うために、①ヘリウム液化機等の特別な設備が必要なこと、さらに②液体ヘリウムの消費、試験実施のマンパワー等の多大なランニングコストの負担が不可避となること等の障害がある。

継続的な冷却を行うための方法として、大別すると以下のような2方法が実施もしくは検討された。すなわち、①液体ヘリウム隨時補給法、②蒸発ガス回収再液化法、である。

前者においては、蒸発分の液体ヘリウムを適宜補給するわけだが、④液面監視補給システム（マニュアルもしくは自動）、⑤液体ヘリウムの大容量貯蔵容器が必要で、また高価な液体ヘリウムを多量に消費する。④をマニュアルで行う方法は、経常的に行なうことは論外と考えられる。

後者においては、液体ヘリウムの消費を大幅に減じることができるが、通常のものよりは比較的冷凍能力

の小さいヘリウム液化機が必要となる。しかしこの再液化方法は、水分や空気成分等の不純物の混入によるヘリウムガスの汚染が問題となり、長時間運転には適さないと考えられる。

このように、従来方法では安定かつ経済的な長時間試験を経常的に行なうことは困難であると結論づけられる。科学技術庁では、超電導・極低温技術の実用化を展望した基盤技術の整備のために、極低温長時間疲労試験技術の確立が不可欠と考え、新しい方式の検討を行った<sup>2)</sup>。

すなわち、従来法の問題点を克服したシステムには、(i) 液体ヘリウムの消費量が少ない、(ii) 省力的運転が可能である、(iii) 再液化においてヘリウムガスの汚染がない、等が要求される。その結果、新しい極低温疲労試験機システムの基本構造として、後に詳述するような、低熱侵入構造の疲労試験機クライオスタットシステムと信頼性の高い長時間連続極低温冷凍システムを一体化する方法(再凝縮冷凍方式)が考案された。

その後科学技術庁から委託を受けて、神戸製鋼所で再凝縮冷凍方式の極低温疲労試験装置が開発された。また、本試験装置の総合運転も実施し、再凝縮冷凍システムが長時間にわたり安定に稼動することが確認された。その際、一般的性能試験も行われ、これについ

てはすでに報告されている<sup>3,4)</sup>。現在の極低温疲労試験装置<sup>3)</sup>が金属材料技術研究所筑波支所に1983年3月に設置され、7年以上にわたり極低温（液体ヘリウム温度）での種々の金属材料（オーステナイト系ステンレス鋼、高マンガン非磁性鋼、チタン合金、析出強化型合金等）の疲労試験を行いデータを蓄積してきた<sup>5~9)</sup>。本報では極低温疲労試験機の仕様、運転状況、連続運転の実績等について報告する。

## 2. 再凝縮冷凍方式

極低温における疲労試験では、試験片装着部の極低温環境部は試験片の取り付け・取り外しの際大気に開放せざるを得ない。したがって、ヘリウムガス汚染防止の観点より、本システムでは試験片冷却のための極低温環境部と冷凍機系を分離した再凝縮冷凍方式を採用した。

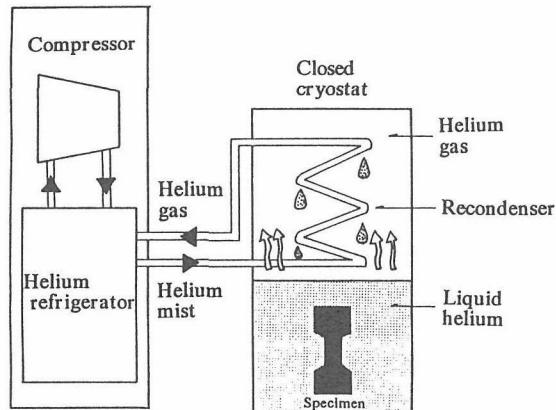


Fig. 1 Illustration of the principle of the recondensation system.

Fig. 1 に再凝縮冷凍方式の原理を示す。冷凍機により発生させたヘリウムミスト（ヘリウムガスと液体ヘリウムが各々 50 % の状態）を試験機 クライオスタット（以下、クライオスタットと記す）内の再凝縮器に送り、そこで主には試験片の発熱<sup>10)</sup>および外部からの熱侵入によって蒸発したヘリウムガスを再凝縮・再液化し再び液体ヘリウム液面に戻す。その結果、液体ヘリウム液面は常に一定に維持されることになり、液体ヘリウムの補給はいっさい必要としない。また、完全閉ループになっているため外部からの水分および空気成分等の不純物の混入は全くなく、従来方法における問題点を解消している<sup>3)</sup>。

## 3. 極低温疲労試験機の仕様

Fig. 2 に本装置の外観写真を示す。また、圧縮機は別室に設置されている。

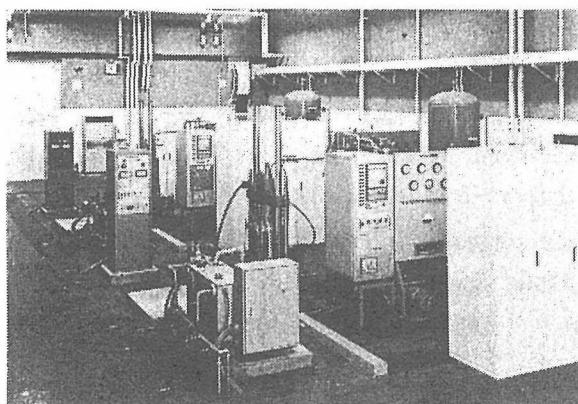


Fig. 2 Whole view of the system installed in NRIM, Tsukuba.

Table 1 Specifications of apparatus.

Compressor	Reciprocation
Type	300 Nm <sup>3</sup> /h
Flow rate	300 K, 1.7 MPa
Outlet condition	
Refrigeration system	
Refrigeration cycle	Claud-cycle with recondenser
Delivery of coolant	Helium-mist of 4.4 K, 0.11 MPa
Refrigeration capacity	Minimum 20 W at 4.4 K
Fatigue test machine	
Maximum load	Dynamic ±50 kN
Type of load	Static ±75 kN
Frequency	Symmetrical reversed load 0.01~50 Hz

主要機器としては精製機、圧縮機、冷凍機、疲労試験機およびクライオスタットに分類され、主な機器の仕様を Table 1 に示す。

精製機は、長時間連続運転に入る直前に系内ヘリウムガスの水分および酸素+窒素濃度を 10 ppm 以下の濃度まで低下させるために用いる。水分除去用のモレキュラーシーブおよび酸素・窒素除去用の活性炭を吸着剤として用いている。吸着温度はモレキュラーシーブが常温、また活性炭は液体窒素温度 (77 K) に冷却され使用される。

圧縮機は水平対向無潤滑往復動 4 段型で、ピストンリングとライダーリングに自己潤滑性特殊樹脂を採用し、冷媒として使用しているヘリウムガスの汚染防止に対処している。さらに、ヘリウムガス汚染防止対策として、電動機とクラシク軸駆動部分の一体化による完全密閉構造を採用している。また、最大ガス処理能力は 300 Nm<sup>3</sup>/h である。

冷凍機は、クロードサイクルの 3 段膨張式で 4.4 K で 20 W の冷凍能力がある。主熱交換器はアルミプレートフィン形熱交換器で、軽量化、熱効率向上、流路閉塞の防止が図られている。また、J-T 热交換器は無酸素銅の二重管で作られている。

疲労試験機は、油圧サーボ式で最大荷重は動的で ± 5 ton、静的で ± 7.5 ton である。制御方式は荷重制御、また試験周波数範囲は 0.01~50 Hz の間で可能である。

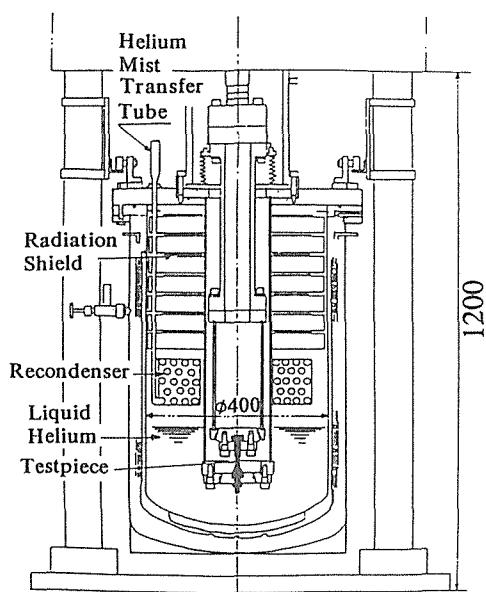


Fig. 3 Cross section view of cryostat for fatigue test apparatus.

クライオスタットの断熱は、積層断熱方式(スーパーインシュレーション)と液体窒素循環冷却方式を併用している。クライオスタットの横断面図を Fig. 3 に示す。

本システムは高圧ガス取締法が適用されており、保安検査が年一度行われている。原則として、保安検査日前の 1 カ月以内に対象機器についての検査を終了させ検査しなければならない。ほかに、定期的な自主検査も必要である。

#### 4. 運転状況

##### 4.1 事前準備

長時間連続運転の主要な準備作業は、冷凍機内、ミスト移送管およびクライオスタット真空断熱槽の真空引きである。真空引きは冷凍運転に入る直前まで行われ (2 週間程度)，それぞれ  $10^{-5}$  Torr 台の真空度を得る。また、液体窒素配管 (液体窒素タンクとの配管) の真空引きも行う (2~3 日間)。冷凍機内は運転中も真空引きを続けるが、その他はその必要はない。膨張エンジンまわりではピストン部にグリスの補給を行う。また、各段弁棒も点検し必要に応じて交換する。圧縮機まわりでは、ピストンリングの摩耗粉が堆積した吐出フィルターのクリーニングを行う。

長時間連続運転を行う当日の直前確認事項としては、冷却水の確認、各バルブ開閉状態の確認、圧縮機および冷凍機各部の温度表示を行うチャート確認等がある。

##### 4.2 ヘリウムガスの流れと冷凍運転

冷凍機各部温度、クライオスタット内各部温度および液体ヘリウム液面等の監視にコンピュータを導入しておりリアルタイムでその変化が把握できるため、定常状態に支障を来たした場合の即時対応が可能である。

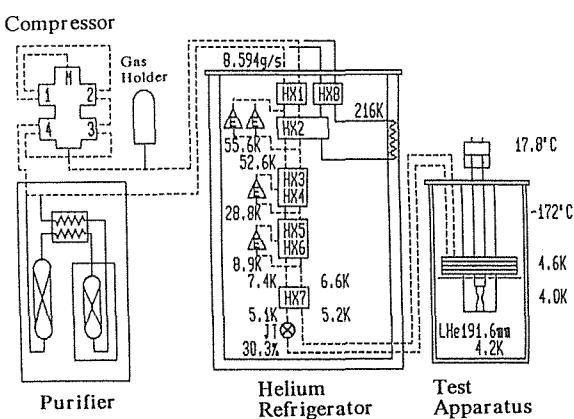


Fig. 4 Helium gas flow diagram of fatigue testing systems.

また、連続運転開始から定時間で、あるいは必要に応じて記憶された運転記録によって、冷凍運転手順の一層の効率化・省力化を図っている。Fig. 4 は、疲労試験実施中(定常状態)のコンピュータ画面の一例である。

本システムのヘリウムガスの流れとしては、圧縮機で昇圧されたヘリウムガスが最初冷凍機内の第1熱交換器に入り、第1膨張エンジンから第3膨張エンジンおよび第2熱交換器から第6熱交換器を通過する過程で徐々に冷却され、J-T 熱交換器を通過した時は約 5 Kまで冷却される。その後ヘリウムガスは J-T 弁で自由断熱膨張しヘリウムミストとなり、真空断熱されたミスト移送管を通りクライオスタット内に取り付けてある再凝縮器へ送られる。そこでヘリウムミストは、蒸発潜熱等によってクライオスタット内のヘリウムガスと熱交換し大部分はガス成分となる。そのガス成分は、冷凍機へ戻り各熱交換器を通る間に加熱され、常温ガスとなって再び圧縮機まで運ばれ上述の行程を繰り返すことになる。

Fig. 5 に、最近(1990年)の冷凍運転に入った時点からの主な冷凍機各部の冷却曲線を示す。作業手順は冷凍運転に入る直前に、クライオスタットに予冷用の液体窒素を注入する。次いで圧縮機、膨張エンジンを起動し、J-T 弁を開いて再凝縮器を通じてヘリウムガスを循環させる。また、冷凍機の第1および第2熱交換器に備わっている予冷用配管にも液体窒素を十分に流す。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付近まで低下する約1時間流す。J-T 熱交換器は、液体窒素中に浸漬しているクライオスタット中の再凝縮器からの寒冷により冷却されている。J-T 熱交換器低圧側出の温度が 77 K付近に低下した時点で、クライオスタットから液体窒素を抜き液体ヘリウムを注入する。封じ切りを行うまでの

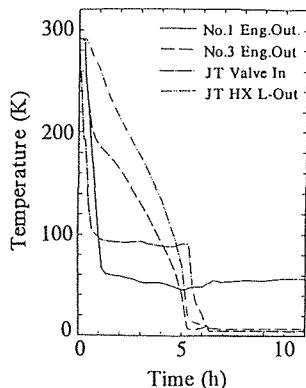


Fig. 5 Cooling curve of the refrigeration of initial operation in 1990.

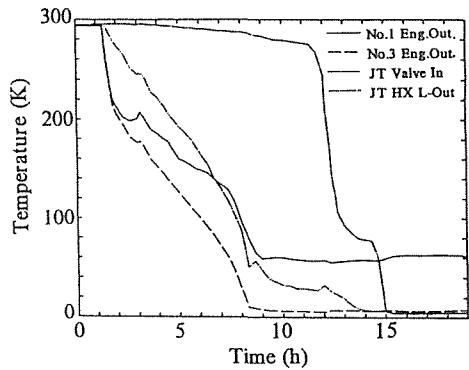


Fig. 6 Cooling curve of the refrigeration of initial operation in 1983.

液体ヘリウム使用量は約 40 l、また液体窒素使用量は約 300 kg である。封じ切り後液体窒素は、クライオスタットの冷却に 1 時間当たり約 15 kg 消費する。

Fig. 6 に本システム設置当初(1983年)の冷却曲線を示す。設置当初は急冷による熱応力の発生を極力避けるため、冷凍機の第1および第2熱交換器に予冷用の液体窒素を流さなかった。したがって、第3段膨張エンジン出の温度がまず低下した。次に、J-T 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用の液体窒素を注入し、J-T 弁を開き再凝縮器からの寒冷を利用して J-T 熱交換器を冷却していた。このため定常状態まで約 15 時間要していた。しかし、現在では前述のような作業手順の改善およびコンピュータの導入等により大幅な時間短縮が可能となった。

#### 4.3 試験の中止(試験片交換)

試験片が破断したら試験片を交換しなくてはならない。当初、マニュアルに従ってそのつど冷凍機を停止すると、再起動し定常状態までに復帰させるには大変な労力と時間を要した。そこで、冷凍機を停止せず試験片交換可能なことが望まれ、著者らが試行を重ねて完成させた試験片交換手順を以下に紹介する。Fig. 7 には、試験片交換時の冷凍機主要各部温度および液体ヘリウム液面の時間変化を示してある。

試験片交換の手順は、まずクライオスタットの逃がし弁を開放しクライオスタット内圧を大気圧まで下げ、その後ゆっくり試料筒を引き上げる。この時点で液体ヘリウム液面は若干減少する(試料筒容積分)。しかし、試験片交換中の大気圧下でも再凝縮器は働くため、液体ヘリウム液面の減少はほとんどない。また、クライオスタットは発泡スチロール板で蓋をしてある

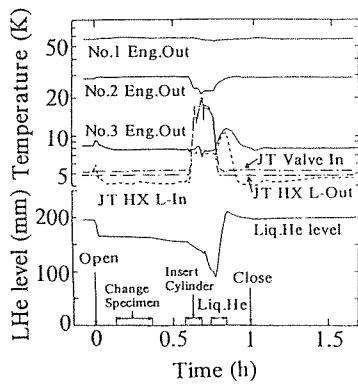


Fig. 7 Temperature of refrigerator and level of liquid helium during specimen replacement.

ので、クライオスタット内環境はヘリウムガス成分で水分付着の心配はない。試験片交換後、試料筒を予冷用容器中の液体窒素に浸漬し予冷を行いクライオスタット内へ挿入するが、予冷を十分に行わないと挿入時液体ヘリウムをほとんど蒸発させてしまう。試料筒挿入時、J-T弁入口およびミスト移送管戻り温度は約20 Kまで上昇するが、挿入完了後液体ヘリウムを補給すると、ほどなく元の定常状態に戻る。試験片交換前、クライオスタット中の液体ヘリウム量は約25 lであるが、この時補給に要する液体ヘリウムは10 l以下である。その後、各部温度が定常状態に復帰したところで逃がし弁を閉じる。

以上の所要時間は約1時間である。したがって約1時間で疲労試験の再開が可能である。引き上げた試料筒を加熱し常温まで戻してから試験片交換を行う手順では、少なくとも2時間必要な上に手順が複雑であったので、器具等に若干の変更を加え上述のような簡便で短縮された手順を完成させた。改善前の作業手順では、試験片装着部のねじ穴等が凍りつくため作業に時間を費やしたが、改善後の作業手順ではそのようなことはない。また、本システムの設置されている室内の湿度は30%前後なので、作業中試料筒にも水分付着の心配はない。

#### 4.4 長時間連続運転中における地震の影響

これまでの運転中に地震を数回経験したが、地震のため本システムの機器に異常が発生し、定常状態が維持できずに停止に至ったことはない。

最近の例としては、1989年2月19日21時40分頃に起きたマグニチュード2程度の地震がある。その時の冷凍機主要各部温度の時間変化をFig. 8に示す。地震発生直後にJ-T弁入口、J-T熱交換器高圧入口およびJ-T熱交換器低圧出口の温度が上昇を始め、

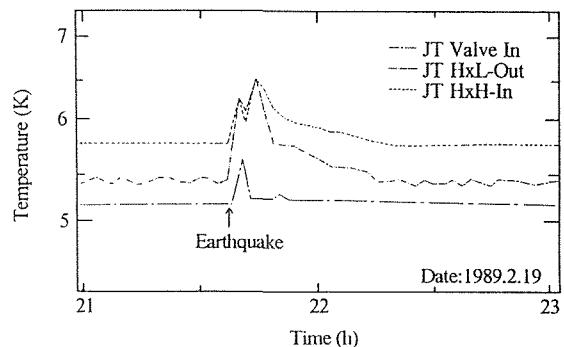


Fig. 8 Minor fluctuation in refrigerator temperatures on the occasion of an earthquake on 1989.2.19.

最も上昇温度の大きかったJ-T熱交換器低圧出口の温度で1K程度上昇した。しかし、その後それぞれ徐々に低下し約40分で自動的に定常状態に復帰したトラブルには至らなかった。また、この間膨張エンジンおよびコンプレッサーの各部温度には全く変化はなかった。したがって、J-Tまわりの温度上昇の原因として、地震により実験中の試験片に過大負荷がかかり発熱量が増加した、あるいは再凝縮器の伝熱性能が劣化した、といったことが考えられる。

#### 4.5 長時間連続運転の実績

現在までの長時間連続運転の実績を、実施期間、連続運転時間、供試材、液体ヘリウム使用量、液体窒素使用量および実施した試験片本数の項目に分類し、まとめたものをTable 2に示す。連続運転を行う時期は、湿気の多い梅雨時と気温の高い夏はできるだけ避けるようにしている。これまでの最長連続運転時間は、1986年1月17日から3月1日までの1,000時間(約42日間)であり、延べ運転時間としては約5,500時間に達した。これによって、4KにおけるS-N曲線を18本評価したことになる。液体ヘリウム総使用量は3,250 lで1時間当たり約0.6 l、試験片1本当りでは約26.4 lである。

また、1回の連続運転における1時間当たりおよび試験片1本当りの液体ヘリウム使用量をFig. 9に示すが、1984年10月16日(図中⑤)以降著しく少なくなっていることがわかる。このことは、この頃より特に試験片交換手順をはじめとした本システムの運転技術が確立され、効率的な運転が可能になったことが大きな要因となっている。

また、長時間連続運転中に大きなトラブルはなく現在まで至っているが、主な定期的メンテナンスとしては高圧ガス取締法による3年に一度の圧縮機開放検査

Table 2 Result of continuous operation of fatigue testing systems.

Period	Testing times(h)	Materials	Consumption of liquid helium(l)	Consumption of liquid nitrogen(kg)	Number of testing specimens
① 1983.10.18-11.1	336	Ti-5 Al-2.5 Sn(ELI)	500	6,360	5
② 1983.12.13-12.19	154	Ti-5 Al-2.5 Sn(ELI)	200	2,000	5
③ 1984.5.7-5.15	202	Ti-5 Al-2.5 Sn(ELI)	150	3,710	5
④ 1984.5.21-5.28	173	Ti-5 Al-2.5 Sn(ELI)	200	3,110	5
⑤ 1984.10.16-11.4	464	A 286	200	7,450	12
⑥ 1985.4.3-4.20	416	A 286	200	8,260	10
⑦ 1986.1.17-3.1	1,000	Ti-6 Al-4 V(ELI)	400	20,800	20
⑧ 1986.10.6-10.28	500	Ti-6 Al-4 V(ELI)	300	13,770	12
⑨ 1987.1.26-2.18	540	Ti-6 Al-4 V(ELI)	300	9,480	12
⑩ 1988.2.4-3.5	700	SUS 316 LN	300	12,370	15
⑪ 1989.2.1-3.2	686	25 Mn. 32 Mn	300	13,000	15
⑫ 1990.2.20-3.5	320	Fe-Ni-Mn-Cr-Ti	200	6,630	7
Total	5,491	—	3,250	106,940	123

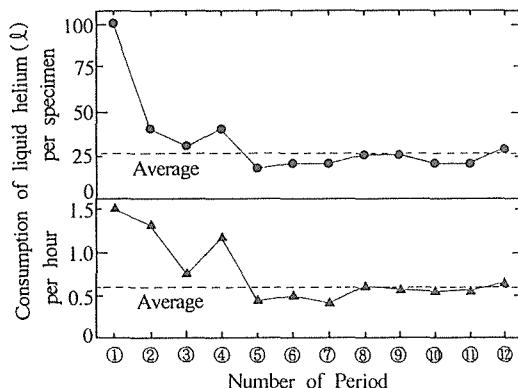


Fig. 9 Change in liquid helium consumption per specimen (top) and per hour (bottom) at every operation.

時に、圧縮機各段ピストンリングの摩耗状況を調べ必要に応じて交換する。

## 5. 結 論

再凝縮冷凍方式の極低温疲労試験機により液体ヘリウムを補給せず、液体ヘリウム温度での長時間の疲労試験が可能になった。本装置は操作手順の改善により、冷凍運転開始後約6時間で定常運転が可能になった。試験片交換時間も短縮され、約1時間で試験が再開できるようになった。その結果、1,000時間以上の連続運転が可能となった。また、延べ運転時間は約5,500時間に達し再凝縮冷凍方式の有効性を実証した。

最後に、極低温疲労試験機の開発と運転にご協力いただきました川神戸製鋼所の方々に謝意を表します。また、本研究を長期にわたって支援していただいた各方面の方々にも謝意を表します。

## 参 考 文 献

- 1) *Handbook on Materials for Superconducting Machinery*, Sheet No. 8. 1. 3-4 (11/76), Metals and Ceramics Information Center, Columbus, Ohio (1977)
- 2) 極低温における材料疲労に関する総合研究報告書, 科学技術庁研究調整局 (1983)
- 3) T. Ohtani, Y. Ohtsu, N. Shiki, Y. Tomisaka, Y. Kawate, Y. Monju and T. Horiuchi: Proc. ICEC-9, Butterworth, London (1982) 604
- 4) 小松博康, 富阪 泰, 大谷哲也, 堀内健文, 川手剛雄, 志岐紀明: 神戸製鋼技報 34 (1984) 91
- 5) K. Nagai, T. Ogata, T. Yuri, K. Ishikawa, T. Nishimura, T. Mizoguchi and Y. Ito: Trans. ISIJ 27 (1987) 377
- 6) 平賀啓二郎, 緒形俊夫, 長井 寿, 由利哲美, 石川圭介, 吉岡純男, 井上彰夫, 高柳貞男: 鉄と鋼 73 (1987) 1770
- 7) 山利哲美, 長井 寿, 石川圭介: CAMP-ISIJ 1 (1988) 1417
- 8) 山利哲美, 長井 寿, 梅澤 修, 緒形俊夫, 石川圭介: CAMP-ISIJ 2 (1989) 1372
- 9) 由利哲美, 長井 寿, 緒形俊夫, 梅澤 修, 石川圭介: CAMP-ISIJ 3 (1990) 1695
- 10) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井 寿, 由利哲美: 鉄と鋼 73 (1987) 160

# 極低温疲労試験における試験片の温度上昇と試験条件

緒形俊夫, 石川圭介, 長井寿  
由利哲美, 梅澤修

金属材料技術研究所 つくば市千現 1-2-1

(1991年1月21日受理)

## Specimen Temperature Rise and Testing Conditions during Fatigue Tests at Cryogenic Temperatures

Toshio OGATA, Keisuke ISHIKAWA, Kotobu NAGAI,  
Tetsumi YURI and Osamu UMEZAWA

National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen, Tsukuba 305

(Received January 21, 1991)

### Synopsis:

Significant temperature rise occurs in specimen during mechanical tests at liquid helium temperature. We carried out measurements and an analysis of specimen temperature rise in order to get appropriate testing conditions during constant amplitude stress and strain cycling tests in liquid helium on typical austenitic stainless steels, titanium alloy and OFHC Cu. The magnitude of temperature rise increased with the increase of the test frequency and the strain range. The obtained testing conditions from specimen temperature measurements are as follows: i) In load-controlled fatigue tests, for tension-tension mode; less than 5 Hz at a stress level of lower than yield strength and less than 1 Hz at a stress level of higher than yield strength. For tension-compression mode; less than 1 Hz at a stress level of lower than yield strength and less than 0.1 Hz at a stress level of higher than yield strength. ii) In strain-controlled fatigue tests, less than  $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  at a higher strain level.

### 1. 緒 言

極低温用構造材料の信頼性評価にあたって、液体ヘリウム温度における疲労特性データを得ることは極めて重要である。しかし、極低温では材料の比熱および熱伝導率が極めて小さくなるため、機械的性質試験においては、塑性変形によるわずかの発熱によって試験片の温度が上昇する。さらに試験片表面での液体ヘリウムへの熱伝達が、核沸騰から膜沸騰に遷移すると、試験片温度が不定になりやすい。疲労試験において材料の疲労寿命曲線を得るには  $10^6$  回以上のデータが必要とされ、液体ヘリウム温度を長時間維持するには多大なコストがかかる。そこで液体ヘリウム等の冷媒を節約するため試験周波数を高め試験時間を短縮しようとすると、単位時間当たりの発熱量が増加し試験片の温度が上昇する。そして前報<sup>1)</sup>に述べられた再凝縮冷凍

方式を採用している場合には、試験片の発熱が冷凍能力を上まり、再凝縮ができなくなる可能性がある。また試験周波数を 4 Hz から 10 Hz に加速すると得られる疲労寿命が短くなるというデータがある<sup>2)</sup>。これらのことから今後極低温疲労試験データの蓄積と評価を進めていく上で、温度上昇を伴う変形挙動を解明し試験周波数の上限を定めることは極めて重要である。

著者らはこれまでに極低温引張試験における発熱と機械的特性に及ぼすひずみ速度の影響について明らかにし、オーステナイト系ステンレス鋼におけるひずみ速度の上限が  $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  であることなどを示した<sup>3)</sup>。そして繰り返し応力下での試験片の温度上昇に関する研究を進めてきた<sup>4)</sup>。本研究では実際の試験に先立ち、液体ヘリウム温度での荷重制御およびひずみ制御疲労試験における試験片の温度上昇の測定を行い、その挙動を明らかにするとともに試験周波数の目安を定め

Table 1 Chemical composition of the steels tested in this study (wt. %).

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N
SUS 304 L	0.016	0.67	1.52	0.027	0.009	10.03	18.24	—	—
SUS 310 S	0.04	0.79	0.93	0.020	0.001	19.20	25.18	—	—
SUS 316 LN	0.019	0.50	0.84	0.025	0.001	11.16	17.88	2.62	0.18

Ti-5 Al-2.5 SnELI 0.012 C, 0.19 Fe, 0.0024 N, 0.057 O, 0.0058 H, 5.15 Al, 2.66 Sn

Table 2 Tensile properties of the steels.

Material	Temperature (K)	0.2% Yield strength (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction in area (%)
SUS 304 L	4	294	1,631	43.6	54.6
SUS 310 S	4	783	1,302	63.4	53.4
SUS 316 LN	4	1,072	1,697	54.7	60.1
Ti-5 Al-2.5 SnELI	4	1,405	1,484	—	20
OFHC Cu	4	374	481	—	—

たので報告する。

## 2. 試料および試験方法

### 2.1 供試材

本研究に用いた供試材は極低温用材料として代表的なオーステナイト系ステンレス鋼の SUS 304 L, 310 S および 316 LN の熱間圧延材、チタン合金 (Ti-5 Al-2.5 SnELI) そして無酸素銅 (OFHC Cu) の冷間加工材である。SUS 310 S は液体ヘリウム温度においてもオーステナイト相は安定であるが、SUS 304 L は低温において加工誘起マルテンサイト変態が生じ易く加工硬化が大きい。無酸素銅は 4 K での熱伝導率が、ステ

ンレス鋼に比べて 1,000 倍程度大きい材料<sup>5)</sup>である。

供試材の化学組成を Table 1 に、液体ヘリウム温度における引張特性を Table 2 に示す。

### 2.2 試験方法

サーボバルサー型油圧試験機（容量動的 ± 5 ton）およびクライオスタット<sup>1)</sup>を用いて、定荷重振幅の荷重制御試験および定ひずみ振幅のひずみ制御試験を行った。Fig. 1 に示すように荷重制御試験では最小直径 6 mm の砂時計型試験片を、ひずみ制御試験では平行部直径 6 mm, 平行部長さ 20 mm の試験片を用いた。試験片内部の温度を測定するため試験片の端から中心軸に沿って直径 2 mm の穴をあけ、試験片中央部まで熱電対 (Au-0.07% Fe, Chromel, 線径 0.2 mm) を挿入した。熱電対と試験片内部との接触は電気抵抗を測定することによって確認した。熱電対の零接点は治具下部に位置し、試験片の温度上昇を周囲の液体ヘリウムとの温度差として測定した<sup>\*1</sup>。荷重制御試験では、SUS 304 L, 310 S, Ti 合金と無酸素銅について測定を行った。荷重振幅を引張 - 引張 ( $R=0.01$ ) と引張 - 圧縮 ( $R=-1$ ) について、それぞれの降伏応力との比が 0.5~1.4 (304 L では 4.0 まで) の範囲で試験応力を変化させ、試験周波数を 0.01 Hz から 10 Hz

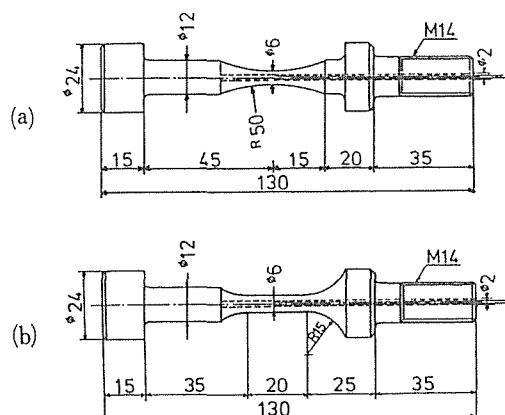


Fig. 1 Specimen size and location of thermocouples: (a) for load-controlled test, (b) for strain-controlled tests.

\*1 温度測定用の穴は断面積にして 1 割程度で、試験片の応力状態や実際の試験条件への若干の影響が考えられるが、温度上昇の目安を得るには問題ないとする。

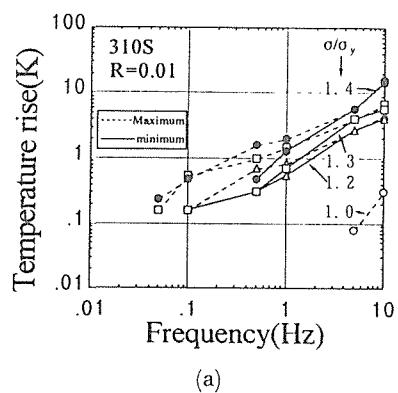
まで段階的に変化させた。波形は三角波と正弦波について行った。ひずみ制御試験では、SUS 304 L, 310 S, 316 LN について測定を行った。試験片平行部にゲージレンジス 10 mm の伸び計をとりつけ、軸ひずみ制御による完全両振りの引張 - 圧縮の三角波を与えた。ひずみ範囲を 0.2 % から 3 % まで段階的に増加し、試験周波数を 0.01 Hz から 5 Hz まで変化させた。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 荷重制御試験

##### 3.1.1 温度上昇

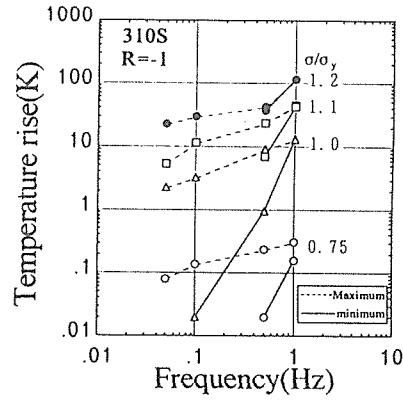
SUS 310 S および 304 L の引張 - 引張と引張 - 圧縮での試験片の温度上昇の測定結果を、Fig. 2 および Fig. 3 にそれぞれまとめて示す。図中の 0.75 から 4.0 までの数字は、試験応力と材料の 4 K における降伏応力  $\sigma_y$  との比である。また試験片温度は荷重の振幅に応じて変化するため、温度上昇の最高値および最低値を求め、それぞれ破線と実線で結んだ。



(a)

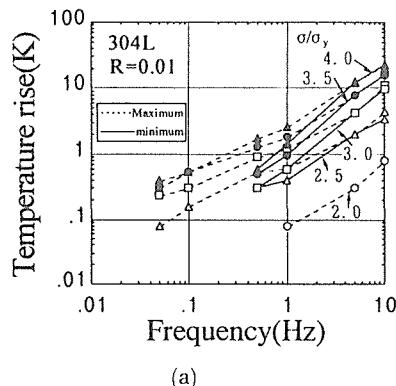
SUS 310 S の引張 - 引張での試験においては、試験応力が降伏応力までは試験片の温度上昇は非常に小さく 10 Hz で 0.3 K 程度であり、 $1.2 \sigma_y$  の試験応力の 1 Hz で約 1 K の温度上昇であった。5 Hz 以上では温度が繰り返し応力の変化に対応せず連続的に上昇している。引張 - 圧縮での試験では引張 - 引張の場合と比べて数 10 倍から 100 倍の温度上昇がある。 $0.75 \sigma_y$  での 1 Hz で約 0.3 K、試験応力が  $\sigma_y$  で約 10 K の温度上昇があった。試験周波数が 1 Hz までは繰り返し応力の引張側および圧縮側の最大応力値で温度上昇があるが、5 Hz では連続的な温度上昇となった。1 Hz 以下の周波数での圧縮時の温度上昇は、引張時とほぼ同じか約 1 割小さいものであった。 $0.05 \text{ Hz}$  の 1 サイクル目ではセレーションによる温度上昇が生じる。段階的に周波数を上げて試験を行ったので、 $0.05 \text{ Hz}$  以外ではセレーションを生じなかった。

SUS 304 L では 310 S と比べて試験応力と  $\sigma_y$  の比が 1 から 3 と大きい。これは 304 L では、 $\sigma_y$  が小さい

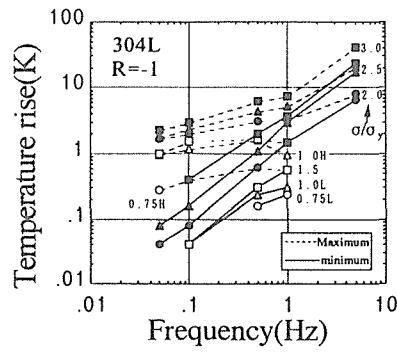


(b)

Fig. 2 Specimen temperature rise for SUS 310 S as a function of frequency and stress ratio during fatigue test: (a) tension-tension, (b) tension-compression.



(a)



(b)

Fig. 3 Specimen temperature rise for SUS 304 L as a function of frequency and stress ratio during fatigue test: (a) tension-tension, (b) tension-compression.

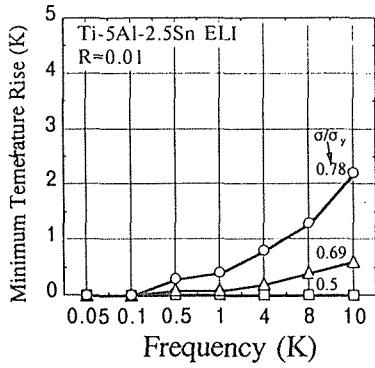


Fig. 4 Specimen temperature rise for Ti-5 Al-2.5 Sn ELI as a function of frequency and stress ratio during tension-tension fatigue test.

が耐力を越えた後の加工硬化が大きく、引張強さと  $\sigma_y$ との比が約 5 に達するためである。また試験応力と  $\sigma_y$ との比が大きい割には、温度上昇は比較的小さい。引張-引張では  $2\sigma_y$  が、引張-圧縮では  $3\sigma_y$  が実際の  $\sigma_y$  と見なすと 310S の  $\sigma_y$  でのそれぞれの結果と対応する。

Fig. 4 に引張-引張試験における Ti-5 Al-2.5 Sn の結果を示す。測定の都合上試験応力と  $\sigma_y$  の比が約 0.8 までしか求められなかったが、温度上昇はステンレス鋼より若干高い。なお、試験片表面における温度上昇は、検討範囲内では最高で 0.6 K であり、内部よりかなり低かった。

Fig. 5 に引張-圧縮試験における OFHC Cu の結果を示す。温度上昇の大きさは破断強度に近い応力比が 1.3 の 5 Hz においても 3 K 程度である。

### 3.1.2 温度上昇と試験応力と周波数の関係

本実験において得られた疲労試験時の温度上昇を試

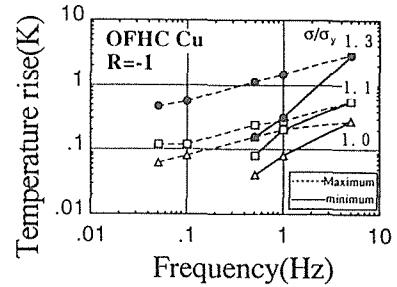


Fig. 5 Specimen temperature rise for OFHC Cu as a function of frequency and stress ratio during fatigue test tension-compression.

験応力と周波数の関数として温度上昇の最大値  $\Delta T$  と試験応力比  $\sigma/\sigma_y$  と周波数  $f$  の関係の概略を最小 2 乗法で求めてみると、SUS 310S においては

$$\Delta T = 0.27(\sigma/\sigma_y)^6 f^{0.66}, \text{ 引張-引張 } \sigma > 1.1 \sigma_y$$

$$\Delta T = 10(\sigma/\sigma_y)^{12} f^{0.5}, \text{ 引張-圧縮}$$

OFHC Cu においては

$$\Delta T = 0.23 (\sigma/\sigma_y)^6 f^{0.44}$$

であった。応力-ひずみ曲線が  $n$  乗硬化特性 (Hollomon's eq.) に従うとすると、試験片の温度上昇は試験周波数に比例し試験応力と  $\sigma_y$  の比の 6 乗に比例することになる<sup>⑥</sup>。実際には比熱が温度とともに大きく変化し熱伝導率も変化するため、温度上昇は発熱量そのものには比例しない。本実験で得られた実験式は周波数の 0.44 から 0.66 乗に比例し、310S の  $R=0.01$  では試験応力と  $\sigma_y$  の比の 6 乗に、310S の  $R=-1$  では 12 乗に比例している。この試験応力比との関係については 310S は加工硬化指数が 0.1 程度と小さいことによると考えられ<sup>④</sup>、 $\sigma_y$  以上での温度上昇が急増

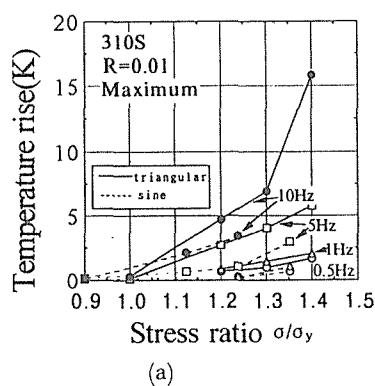
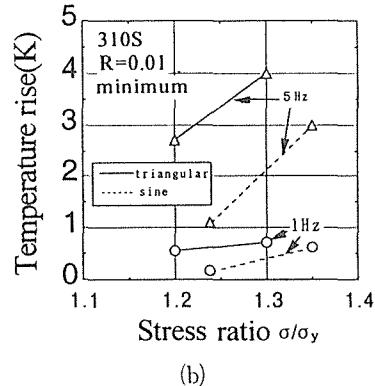


Fig. 6 Specimen temperature rise for SUS 310 S as a function of frequency and stress ratio during tension-tension fatigue test: (a) maximum temperature rise,



(b)

すると見積もられる。

### 3.1.3 試験波形の影響

試験波形による温度上昇の違いを、SUS 310 S の引張・引張試験における温度上昇の最高値と最低値と応力比の関係で Fig. 6 に示す。三角波を実線で正弦波を破線で示す。温度上昇は、正弦波より三角波の方が若干大きい。これは正弦波におけるひずみ速度が最大応力で零になることから、塑性変形領域でのひずみ速度がひずみ速度一定の三角波より遅くなるためである。

### 3.1.4 試験周波数の上限について

試験周波数の上限は、試験片の温度上昇をどの程度まで許容するかによって決定される。数度の温度上昇は疲労特性に大きな影響はないという見方もあるが、温度上昇の許容範囲は 4 K での試験結果ということから、せいぜい 1 K であると考える。本実験で求めた結果を参考にし試験応力ごとに最適な周波数を設定するのも一つの方法である。試験条件を統一する方法をとるとすると、これまでの結果からステンレス鋼やチタン合金等の引張・引張での試験周波数の上限は約 5 Hz である。なお  $\sigma_y$  を越えたセレーションが生じる試験応力条件でかつ試験周波数が高いと、1 サイクル目で破断に至りやすい。これはひずみ速度の大きい塑性変形がセレーションとともに起き、引張試験での測定結果<sup>2)</sup>で示されるように 100 K 以上の温度上昇が生じ、その温度での破断強度を越えるためである。1 サイクル目には周波数を低くしひずみ速度を遅くするなどの注意が必要である。また引張・圧縮では試験周波数の上限はせいぜい 1 Hz であり、材料によって  $\sigma_y$  を越えるときは 0.1 Hz である。温度上昇の大きさは試験片の寸法や形状によっても変化するが、得られる試験データの信頼性から試験片の直径は通常本実験で用いた 6 mm 前後であるので求められた温度上昇の測定結果は十分汎用性があると考える。

また材料によって温度上昇の挙動の差がみられ、Cu は熱伝導率が良いため温度上昇が小さい。304 L は  $\sigma_y$  が小さいが低温で加工誘起マルテンサイト変態を生じ、塑性変形後の加工硬化が著しく結果的に高耐力材料となるため、 $\sigma_y$  との応力比で比較した場合、温度上昇が小さいと考えられる。

以上の結果から実際の試験では、長寿命（低繰り返し応力）側のデータを得る際の温度上昇がなるべく小さくなるように、試験周波数を 4 Hz とした。液体窒素温度 (77K) では試験周波数は応力レベルに応じて

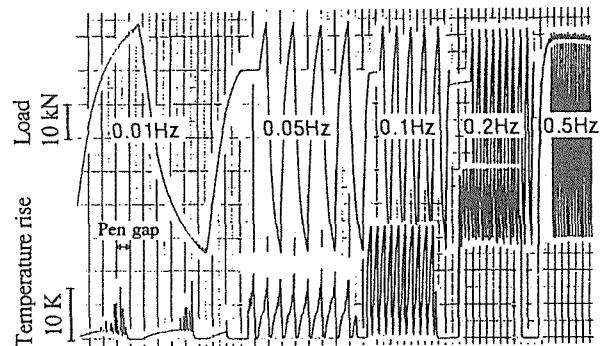


Fig. 7 Load-and temperature rise-time chart for SUS 316 LN at a strain range of 3%.

1 ~ 4 Hz とした。試験片温度の測定結果を参考にし、最適の試験条件で疲労試験を行うほうが効率的である。

## 3.2 ひずみ制御試験

### 3.2.1 温度上昇

ひずみ制御試験において、SUS 316 LN のひずみ範囲 3 % で試験周波数を変化させたときの、荷重 - 時間曲線および試験片の温度 - 時間曲線を Fig. 7 に示す。周波数が 0.01 Hz のとき、試験片温度は塑性変形の進行とともに上昇し引張側および圧縮側の最大値で温度上昇も最大となり、約数度そしてセレーションとともに約 10 度の温度上昇が生じ、弹性変形領域においてほぼ液体ヘリウム温度に戻っている。周波数が 0.1 Hz になると、試験片温度は液体ヘリウム温度に戻らず、最小で 0.4 度、最大で約 20 度の温度上昇が生じる。この場合、温度が上昇している区間が大部分を占め実質的な温度上昇といえ、今後の検討課題である。さらに 0.5 Hz になると、試験片の温度は定常的に約 55 度上昇している。Fig. 8 は各鋼種のヒステリシス曲線から求めた塑性ひずみ量とひずみ範囲の関係である。ひずみ範囲が 0.6 ~ 0.8 % から塑性ひずみが生じている。SUS 304 L, 310 S および SUS 316 LN の試験片の最

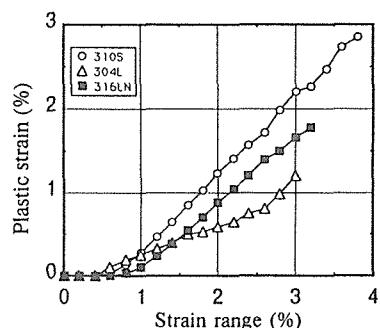


Fig. 8 Relationship between strain range and plastic strain.

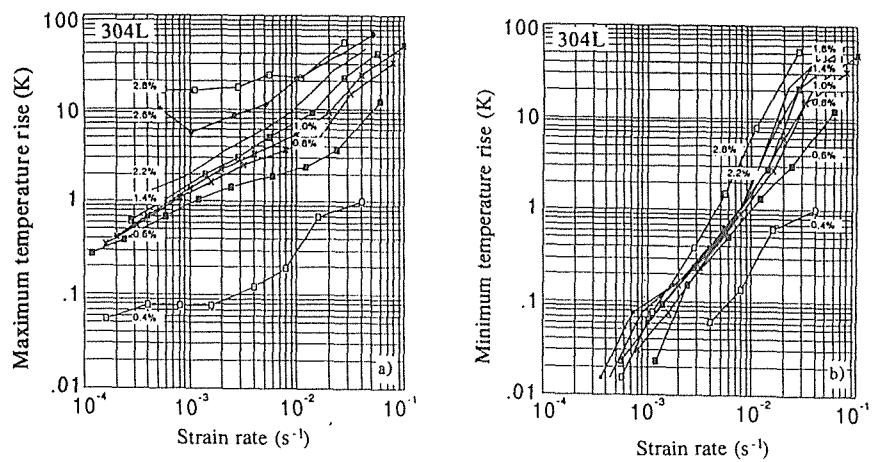


Fig. 9 Specimen temperature rise for SUS 304 L as a function of strain rate and strain range during fatigue test: (a) maximum temperature rise, (b) minimum temperature rise.

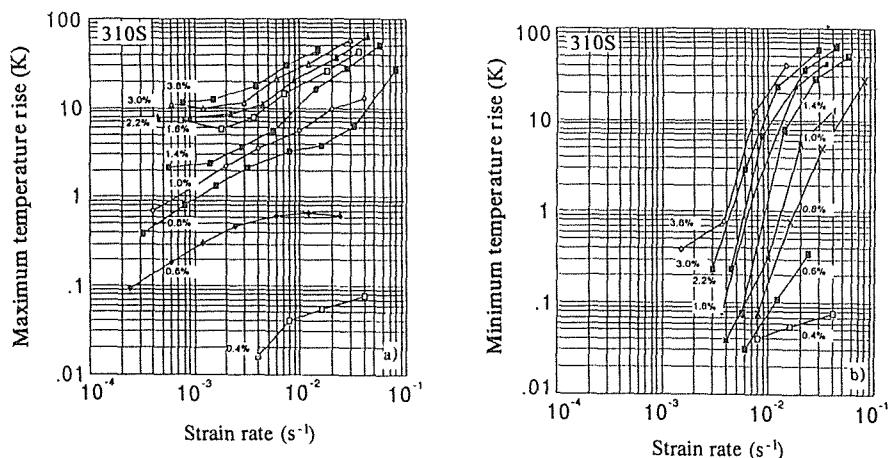


Fig. 10 Specimen temperature rise for SUS 310 S as a function of strain rate and strain range during fatigue test: (a) maximum temperature rise, (b) minimum temperature rise.

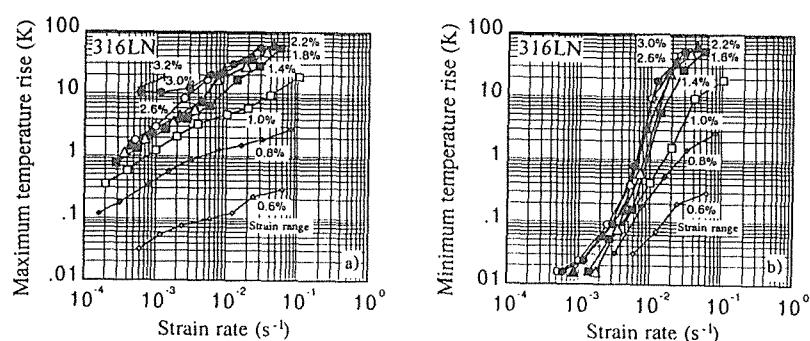


Fig. 11 Specimen temperature rise for SUS 316 LN as a function of strain rate and strain range during fatigue test: (a) maximum temperature rise, (b) minimum temperature rise.

大と最小の温度上昇とひずみ速度の関係をそれぞれ Fig. 9, 10, 11 に示す。ひずみ速度は試験波形が三角波であることから、全ひずみ範囲×周波数×2により算出した。最大および最小の温度とも、ひずみ速度とひずみ範囲の増加とともに上昇している。塑性変形量が小さいときの温度上昇は小さい。温度上昇の最大値において、ひずみ速度が  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  付近でひずみ範囲 3 %以上のもので 10 K 前後の温度上昇がみられるが、これはセレーションによるものである。ひずみ範囲の増加による温度上昇の増加は、塑性変形量の増加とともに変化が小さくなり、収束する傾向がうかがえる。

### 3.2.2 試験周波数の上限について

ひずみ制御試験では、セレーションによる温度上昇が顕著である。また引張試験においては、最低温度が液体ヘリウム温度に戻るひずみ速度を上限値の目安としている<sup>3)</sup>。これらのことから考慮して、SUS 304 L, 310 S および 316 LN における温度測定の結果より、荷重制御試験と同様に、温度上昇の最小値を 1 度以内に抑えるひずみ速度を求めると、高ひずみ範囲のレベルで  $4 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$  である。この値は引張試験におけるひずみ速度の上限値  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  に近いものであり<sup>3, 7)</sup>、疲労試験における塑性変形領域の試験片の温度上昇の挙動が、引張試験における挙動と関連するものであることを示している。SUS 304 L の 4 K における全ひずみ振幅 1.5 % のひずみ制御での試験周波数と疲労寿命の関係を調べ、周波数が 0.1 Hz 以上では試験片が発熱し疲労寿命が増加するので、試験は 0.1 Hz 以下で行うべきだという報告<sup>8)</sup>がある。この結果は本研究の温度上昇の測定結果とも一致する。

## 4. 結 言

液体ヘリウム温度での疲労試験における試験片の温

度上昇を測定した結果は以下のとおりである。

1) 試験周波数の低い繰り返し変形においては、試験片温度は塑性変形の進行とともに上昇し、引張側および圧縮側の最大値で温度上昇も最大となり、弾性変形領域で液体ヘリウム温度に戻る。周波数が高くなるにつれ発熱が冷却を上回り試験片温度は定常的に上昇する。

2) ステンレス鋼、Ti 合金等についての疲労試験条件の目安は次のとおりである。

荷重制御の引張 - 引張試験においては、降伏応力以下では 5 Hz 以下であり、降伏応力以上では 1 Hz 程度である。引張 - 圧縮の降伏応力以下では 1 Hz 以下であり、降伏応力以上では 0.1 Hz 程度である。

ひずみ制御の引張 - 圧縮試験においては、ひずみ速度が  $4 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$  以下である。

実際の試験では、試験片温度の測定結果を参考にし、最適の試験条件で行う方が効率的である。

## 参 考 文 献

- 由利哲美、長井 寿、緒形俊夫、梅澤 修、石川圭介：低温工学 26 (1991) 180
- 長井 寿、ほか：鉄と鋼 72 (1986) 641
- 緒形俊夫、石川圭介、長井 寿：鉄と鋼 71 (1985) 1390
- 緒形俊夫、石川圭介、長井 寿、由利哲美：鉄と鋼 73 (1987) 160
- Handbook on Materials for Superconducting Machinery*, NBS (1977)
- 科学技術庁研究調整局：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
- JIS Z-2277
- Materials Studies for Magnetic Fusion Energy Applications at Low Temperatures I*, NBS (1978)

## 疲劳特性

© 1986 ISIJ

# 液体ヘリウム温度における Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金の疲れ破壊

論文

長井 寿<sup>\*</sup>・緒形俊夫<sup>\*2</sup>・由利哲美<sup>\*2</sup>・石川圭介<sup>\*</sup>西村 孝<sup>\*3</sup>・溝口孝遠<sup>\*4</sup>・伊藤喜昌<sup>\*5</sup>

## Fatigue Fracture of Ti-5Al-2.5Sn ELI Alloy at Liquid Helium Temperature

Kotobu NAGAI, Toshio OGATA, Tetsumi YURI, Keisuke ISHIKAWA,  
Takashi NISHIMURA, Takao MIZOGUCHI and Yoshimasa ITO

## Synopsis :

S-N curves of Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy were determined at liquid helium temperature (4 K) for both the base and the welded materials.

The base material had longer fatigue life at 4 K than at 77 K. Welding deteriorated the fatigue property at 4 K. Internal crack initiation was seen at the lower cyclic stress for both the base and the welded material. For the base material, the internal initiation occurred only at 4 K and there were no defects near the initiation sites. On the other hand, fatigue cracks generally initiated at blow holes for the weldment. Internal crack initiation is considered one of the causes to scatter or shorten the fatigue life.

High frequency brought about large temperature increase inside the specimen and it made the testing temperature uncertain in fatigue tests at cryogenic temperature.

### 1. 緒 言

近年磁気浮上列車、超電導発電機等、超電導利用技術の実用化へ大きな関心が払われるようになり、極低温用構造材料の諸特性評価の必要性が広く認識されるようになった。ここで極低温とは、液体ヘリウム温度（-269 °C、約4 K）付近の温度を言う。現在、極低温用構造材料としては、用途にしたがつて種々の材料が検討されており、チタン合金もそれらのひとつにあげられている<sup>1)2)</sup>。チタン合金は、軽量（比重はオーステナイト系ステンレス鋼の約55%）でかつ高強度であるので、極めて高い比強度が得られる<sup>3)</sup>。また、熱伝導度が低い、透磁率が極めて小さい、電気比抵抗が大きいなどの点でも、超電導利用極低温機器材料としては、オーステナイト系ステンレス鋼よりも優れた性質を有している。

低温用構造材料は一般的に優れた韌性が要求される。チタン合金においては、強度は低温ほど上昇するが、延性、韌性は一般に低下する<sup>4)</sup>。チタン合金の延性・韌性

は、侵入型元素濃度に大きく依存する<sup>5)</sup>とされ、良好な韌性を確保するためには、ELI (extra-low-interstitial) 基準<sup>6)</sup>が不可欠とされている。さらに h.c.p. 単相の  $\alpha$  型合金は低温での延性の低下が少ない<sup>4)</sup>ので、b.c.c. 相を含む  $\alpha + \beta$  型、 $\beta$  型合金より低温用として有利であると考えられている。なかでも、Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金は、高強度高韌性の低温用チタン合金として注目されている。

しかしながら、この合金については従来薄板の 20 K までの機械的性質は、いくつか求められている<sup>5)~9)</sup>が、厚肉材のデータおよび液体ヘリウム温度（4 K）のデータはほとんどない<sup>10)11)</sup>。特に、各機器の安全性、信頼性を保証するために不可欠となる疲れデータについては、4 K におけるデータの蓄積は皆無である。そこで、本研究では Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金の厚肉材において、母材および溶接材について、4 K における疲労寿命特性を求める目的とした。また、この合金の極低温における疲れ破壊については、ほとんど知見がないので、破

昭和 60 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 60 年 7 月 1 日受付 (Received July 1, 1985)

\* 金属材料技術研究所筑波支所 工博 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen Sakura-mura Niihari-gun Ibaraki pref. 305)

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

<sup>\*3</sup> (株)神戸製鋼所材料研究所 工博 (Materials Research Laboratories, Kobe Steel, Ltd.)

<sup>\*4</sup> (株)神戸製鋼所機械研究所 工博 (Mechanical Engineering Research Laboratory, Kobe Steel, Ltd.)

<sup>\*5</sup> (株)神戸製鋼所機械研究所 (Mechanical Engineering Research Laboratory, Kobe Steel, Ltd.)

Table 1. Chemical compositions of base material and weldment in weight percent.

	C	Fe	N	O	H	Al	Sn	Ti
Base	0.012	0.19	0.0024	0.057	0.0058	5.15	2.66	bal.
Weldment	0.008	0.21	—	0.102	0.0040	5.13	2.64	bal.

Table 2. Tensile properties of Ti-5Al-2.5Sn ELI alloys at cryogenic temperatures.

	Base material			Weldment
Testing temperature (K)	293	77	4	4
Yield strength (MPa)	705	1209	1405	1368
Tensile strength (MPa)	772	1277	1483	1459
Fracture strain (%)	14.6	15.3	9.9	6.7

面観察を行い、破壊機構についても調べることとした。

## 2. 実験方法

### 2.1 試験材料および試験片

高純度のスポンジ・チタン等を原料として、神戸製鋼所において1t 鋳塊を溶製した。その後、熱間鍛造及び熱間圧延により、90×90 mm の角棒にし、最終熱処理として973 Kで7.2 ks 烧純し空冷した。これを母材としたが、その化学成分はTable 1に、引張性質<sup>12)</sup>はTable 2に示してある。Fe, O および不純物総量は、すべてAMS規格のELI基準<sup>13)</sup>(No. 4924C; Fe<0.25 wt%, O<0.12 wt%, Fe+O<0.32 wt%)を満たしている。

溶接材は、角棒から切り出した約30 mm厚の板材を、圧延方向に垂直な面どうしが突き合わせになるように、TIG溶接によって接合したものである。開先形状は開先角度60°のV字形で、溶接棒は共金、肉盛は10 パス以上である。Table 1, 2に溶接材の化学成分、引張性質をあわせて示してある。溶接部では、Oの増加が認められるが、前述のAMS規格ELI基準を満足している。

試験片は、Fig. 1に示す砂時計型平滑試験片(母材、溶接材)および円周切欠き(切欠係数 $K_t=5.7$ )を有する切欠試験片(母材のみ)を用いた。試験片の採取方向は、すべてL方向(長手方向が圧延方向に平行)である。

### 2.2 液体ヘリウム温度における疲れ試験

液体ヘリウム温度での疲れ試験には、極低温疲れ試験装置<sup>14)</sup>を用いた。この装置では、冷凍機から寒冷を供給し、再凝縮によつて極低温槽内の液体ヘリウム量を一定に保つようになつており、破断まで液体ヘリウムの補充なしに、4 Kでの長時間試験が可能である。試験機は油圧サーボ型で、容量は動的で±5 tである。荷重波形は応力比 $R=0.01$ の正弦波である。様々な制約から、最高

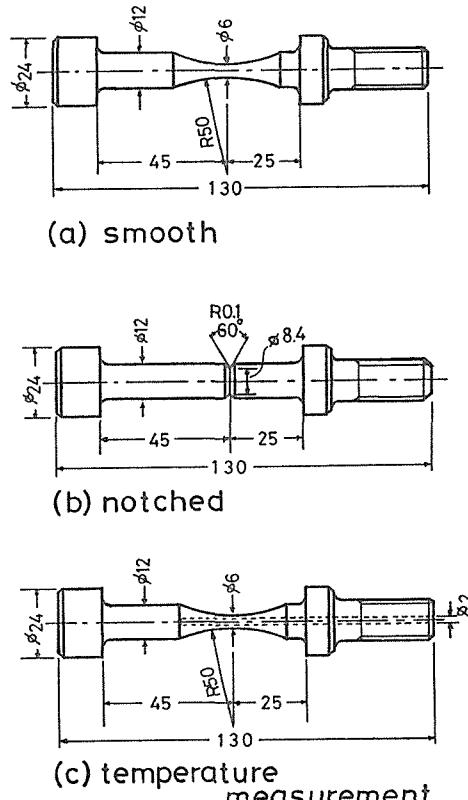


Fig. 1. Configurations of fatigue specimens:  
a) hourglass type smooth specimen, b) notched specimen ( $K_t=5.7$ ), and c) specimen for temperature measurement.

$10^6$ サイクル前後までの疲労寿命が得られる範囲で試験を行つた。なお、比較のために母材平滑試験片について77 Kの疲労寿命も求めた。

ところで、極低温における機械的性質を評価する際には、歪み速度・変形速度に留意する必要がある<sup>15)16)</sup>。なぜならば、極低温においてはわずかな発熱要素が存在しても、局所的にもしくは全域でかなり大きい温度上昇が生じて、試験温度を不確定なものにするからである<sup>15)16)</sup>。疲れ試験においては、試験周波数に留意する必要があると考えられる。よつて、Fig. 1(c)のように中心軸にそつてドリル穴を開けた砂時計型試験片を用い、繰返応力、周波数を変えて、試験片内部と表面の温度上昇を調べた。温度測定にはAu-0.07%Fe、クロメル熱電対を使用し、冷接点を液体ヘリウム中に置いて、液体ヘリウムとの温度差を求めた。Fig. 2は、試験片内部の温度上

昇の定常値を示す。これによると降伏強さの 1/2 程度 (725 MPa) では 10 Hz でも温度上昇は認められない。しかし、応力が高くなつて 2/3 (970 MPa), 3/4 (1088 MPa) レベルとなると、内部における温度上昇が明確に認められる。以上の結果から、長寿命（低繰返応力）側のデータを得る際の温度上昇がなるべく小さくなるよう

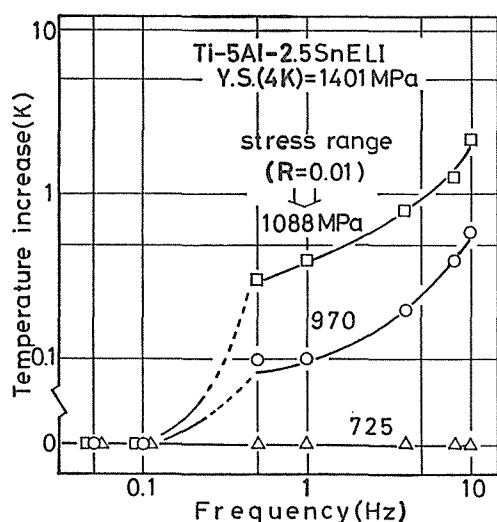


Fig. 2. Temperature increase inside specimen as a function of frequency at various cyclic stress level.

に、試験周波数を 4 Hz とした。なお、試験片表面における温度上昇は、検討範囲内では最高で 0.6 K であり、内部よりかなり低かつた。77 K においては、温度上昇は著しく小さい。しかし長時間試験に制約がないので、周波数は応力レベルに応じて 1~4 Hz とした。

## 2.3 破面観察など

母材、溶接材の光学顕微鏡による組織観察、疲れ破断後の破面の走査電子顕微鏡 (SEM) による観察などもあわせて行つた。

## 3. 実験結果

### 3.1 組織

母材および溶接材の光学顕微鏡写真を Photo. 1 (a), (b) に示す。母材は平均粒径約 30  $\mu\text{m}$  の  $\alpha$  粒組織であり、それ以外の第二相等の組織は明確ではない。しかし、X線マイクロアナライザー (XMA) による分析では、Fe の富化した数ミクロン程度の微粒がかなり観察される (Photo. 1 (d))。XMA による線分析の結果では、Fe はマトリクスの 5 倍以上の濃度になつている。この Fe リッチ粒については、 $\beta$  相であるという報告<sup>7)</sup>があるが、ここでは相同定は行つていない。Fe リッチ粒は主に  $\alpha$  粒の境界付近に観察される。

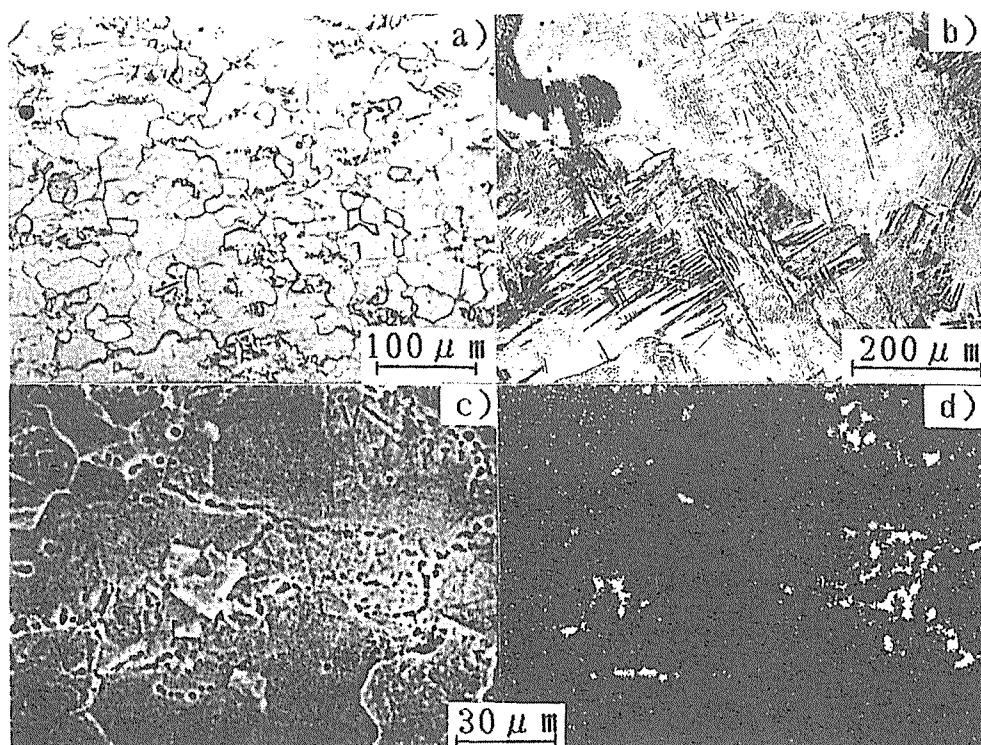


Photo. 1. Optical micrographs of base material (a) and weldment (b). Characteristic X-ray image of Fe (d) for base material and secondary electron image of the same field of view (c).

溶接部は、中心部で粒径が最高 1 mm 程度にまで及ぶ粗大な前  $\beta$  粒からなつておらず、その内部組織はマルテンサイト状(Photo. 1 (b)) もしくはウェーブマンステッテン状の、 $\beta$  域からの急冷組織である。母材近傍では組織は徐々に微細となるが、母材部より細かくなることはない。XMA 観察では、母材で認められた Fe リッチ粒は観察されず、Fe は一様に分布している。

### 3.2 母材の疲れ特性と疲労破面

Fig. 3 は母材の平滑・切欠試験片の S-N 線図をまとめて示したものである。Table 3 には、それらの試験条件を示す。平滑試験片の 77 K では疲労寿命のばらつき

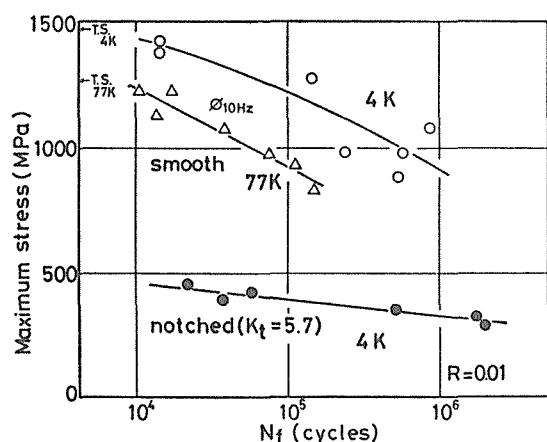


Fig. 3. S-N curves at cryogenic temperatures for Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy.

Table 3. Testing conditions, numbers to failure and crack initiation sites.

	Testing temperature (K)	Maximum stress (MPa)	Frequency (Hz)	Numbers to failure (Cycles)	Crack initiation site
<b>Base material</b>					
1) Smooth	77	833	4	146 140	surface
	77	931	4	109 004	surface
	77	980	1	74 024	surface
	77	1 078	4	38 153	surface
	77	1 127	1	13 910	surface
	77	1 225	1	17 905	surface
	77	1 225	1	10 890	surface
	4	882	4	529 820	internal
	4	980	4	558 060	internal
	4	980	4	232 380	internal
	4	1 078	4	852 630	internal
	4	1 176	10	33 922	internal
	4	1 274	4	146 840	internal
	4	1 372	4	14 098	surface
	4	1 421	4	14 437	surface
2) Notched	4	294	4	1 981 070	surface
	4	323	4	1 723 780	surface
	4	353	4	518 160	surface
	4	392	4	36 990	surface
	4	421	4	57 790	surface
	4	451	4	22 520	surface
<b>Weldment</b>					
	4	686	4	2 530 850	blow hole
	4	784	4	1 250 240	internal
	4	882	4	359 427	blow hole
	4	980	4	20 430	blow hole
	4	1 078	4	12 652	blow hole
	4	1 176	4	37 010	surface
	4	1 274	4	9 302	near surface

は小さいが、4 K においては低繰返応力側でばらつきが大きくなる傾向が認められる。しかし、4 K の疲労寿命はすべての繰返応力レベルで 77 K より長寿命側にあり、低温ほど安全側に移行することがわかる。従来の最低温度までの試験である F. R. SCHWARTZBERG らの 0.1 インチ厚の薄板試験片(室温の引張強さ 796 MPa)によるデータ<sup>17)</sup>では、77 K および 20 K において 1 ~ $2 \times 10^5$  サイクル程度で疲労限(それぞれ約 820, 890 MPa)に至っているが、本研究の範囲では疲労限を求めることはできなかつた。製造履歴等が不明であるので単純に比較はできないが、同じ繰返応力で比較すると、少なくとも 77 K では今回の方が疲労寿命は長く、4 K の寿命も彼らの 20 K の寿命より明らかに長寿命側にある。

切欠試験片の 4 K での疲労寿命のばらつきはかなり小さい。時間強度で比較すると、平滑試験片の 1/3 前後であり、切欠係数  $K_t = 5.7$  からすると比較的切欠感受性が小さいようみえる。

4 K での試験周波数はすべて 4 Hz であるが、1 176 MPa の繰返応力で周波数 10 Hz の際の疲労寿命を求めてみた。疲労寿命は 4 Hz の結果と比較して、かなり短寿命側となつていて(Fig. 3 中の印)。Fig. 2 の結果から推定すると 1 176 MPa, 10 Hz ではかなりの温度上昇が考えられる。短寿命側へ推移することは、試験温度の面からみると高温側へ移行することに対応する。したがつて、10 Hz 試験での短寿命化は、試験片温度の上昇によつてもたらされた可能性があり、極低温における疲れ試験において試験周波数に特別留意することの重要性を示している。

Photo. 2 は、平滑試験片の 4 K における疲労き裂発生点の近傍の SEM 写真である。これからわかるように、4 K では繰返応力 1 274 MPa 以下で破断したものは、いずれも試験片内部に疲労き裂発生点がある。高応力では試験片表面からき裂が発生しており、扇状にき裂が伝播していくのに対して、低応力では一部円状にき裂が伝播する。77 K では繰返応力レベルにかかわらず試験片表面からすべて疲労き裂が発生した。4 K における切欠試験片においても、すべての条件でき裂は切欠底から発生している。すなわち、疲労き裂内部発生は平滑試験片の低繰返応力での破断に特有の現象であることがわかる。Photo. 2 の上段には、き裂発生点近傍の拡大写真を示すが、き裂発生点には介在物や空洞などの欠陥は認められなかつた。また第 2 相の存在、特定元素の偏析などについても特定はできなかつた。起点近傍の破面の特徴に、破断面に対して高角度に傾いたへき開状ファセッ

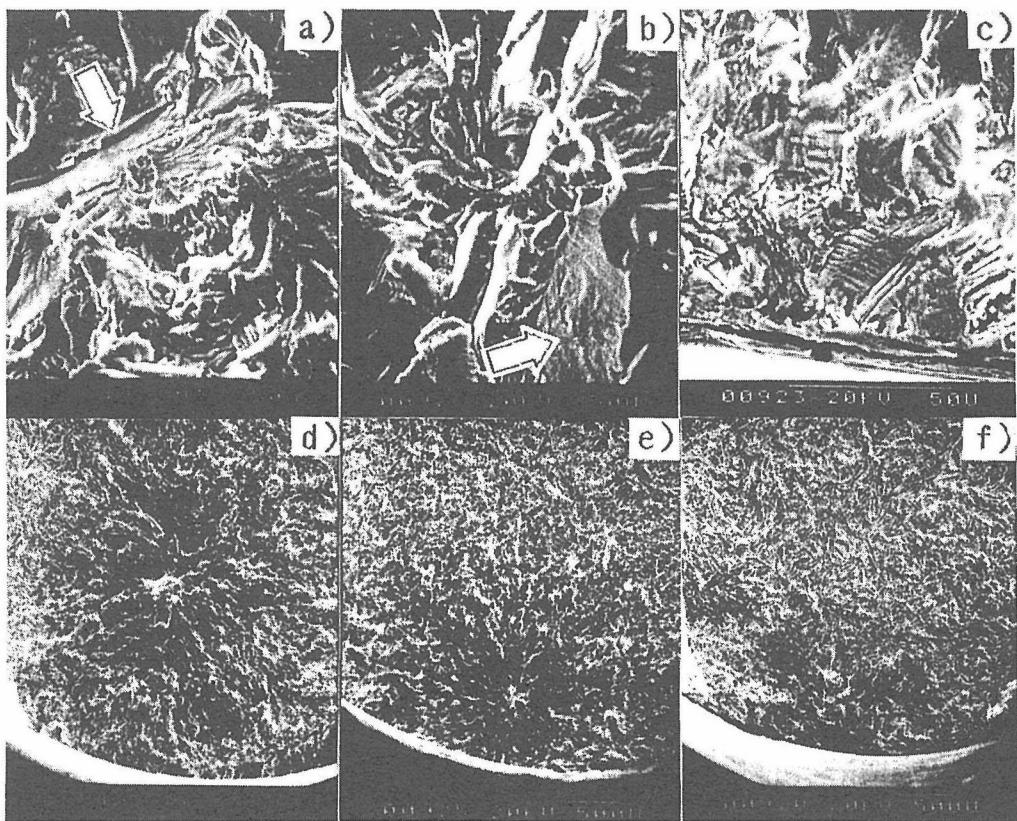


Photo. 2. Scanning electron micrographs of fatigue crack initiation sites at various cyclic stress level for the base material ruptured at 4K: a, d) 882MPa, b, e) 1078MPa, and c, f) 1372MPa.

ト (Photo. 2, 矢印) が共通して観察される。このへき開状ファセットについては、表面き裂発生の場合にも起点近傍に観察された。

発生点の位置にかかわらず、起点近傍の疲労破面は組織依存性が強く、結晶粒の大きさに対応するとみられる平坦なファセットが観察される (Photo. 2 上段)。しかし、起点よりもおよそ 0.4 mm 以上離れた領域では、4K, 77K ともにストライエーション形成機構が支配的なき裂進展となつていて (Photo. 3 (a))。Photo. 3 (b) は、4K での最終破壊の破面を示すが、著者的一部らが溝状破面 (groove) と名付けた破面<sup>18)</sup>が主として観察される。

### 3.3 溶接材の疲れ特性と疲労破面

溶接材平滑試験片の 4K における S-N 線図を Fig. 4 に示す。試験条件については Table 3 にまとめてある。やはり、検討範囲内では疲労限を求めるることはできない。またばらつきもかなり大きい。図中に母材平滑試験片の S-N 線図を比較のために示すが、溶接材の寿命はすべての繰返応力レベルで母材よりも短く、母材の 77K の疲労寿命程度となる。溶接材の引張強さは母

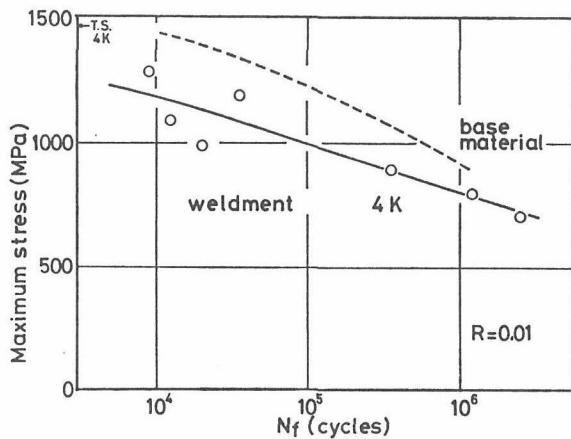


Fig. 4. S-N curves at 4K for weldment. The S-N curve of base material is also given for reference.

材の引張強さの約 99% であるが、時間強度比は約 85% であり、溶接材の疲れ特性は母材よりも劣つていると判断される。

Photo. 4 は溶接材の疲労き裂発生点近傍の SEM 写真である。溶接材においても低繰返応力側で、き裂の内部発生が認められるようになる。しかし、この内部発生

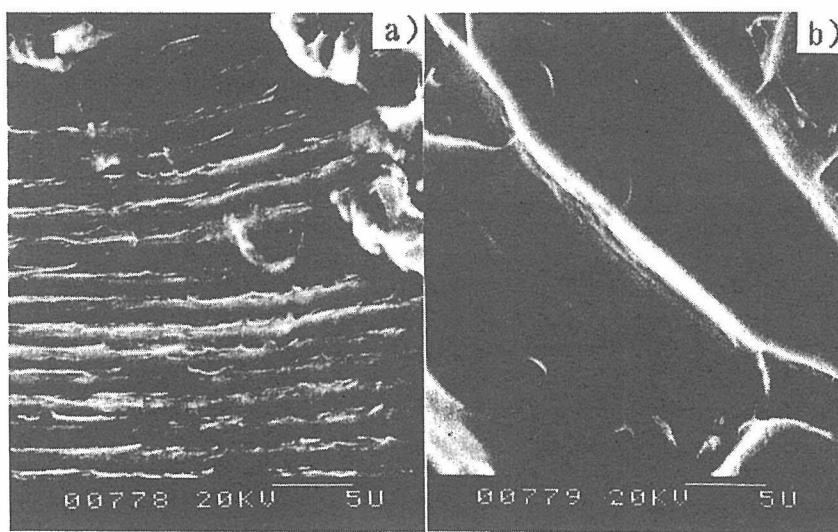


Photo. 3. Scanning electron micrographs of striation zone (a) and final fracture zone (b) for the base material ruptured at 4K (maximum stress = 1 274 MPa).

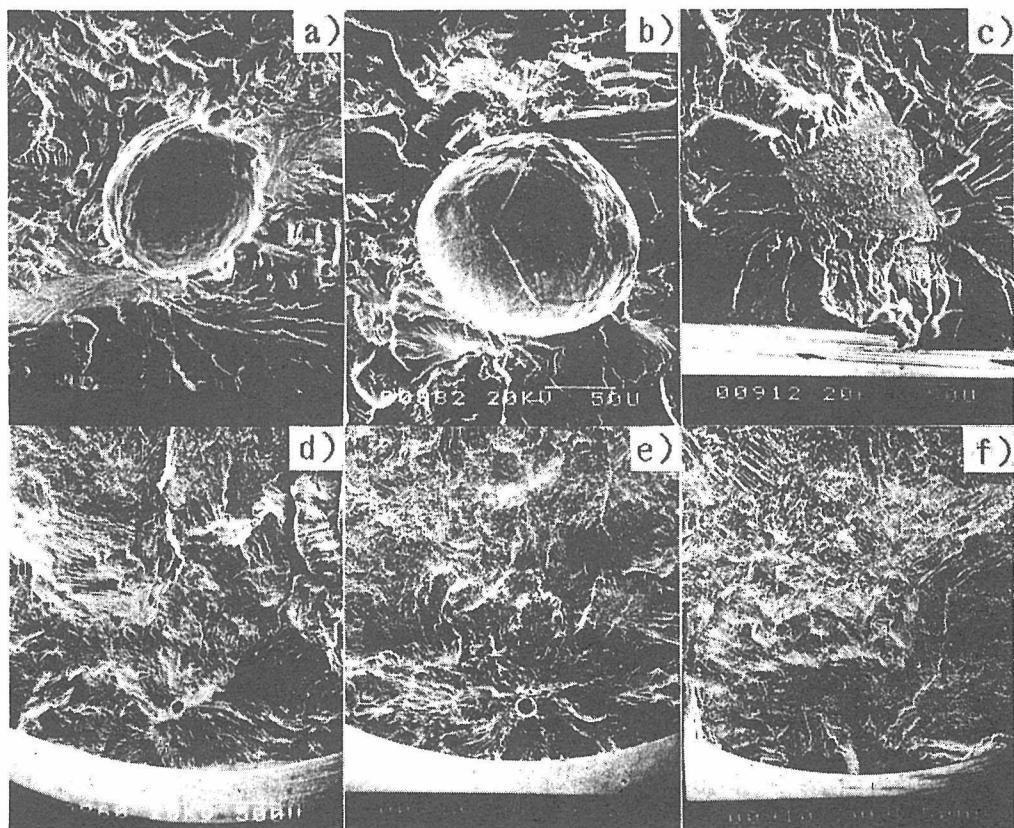


Photo. 4. Scanning electron micrographs of fatigue crack initiation sites for weldment ruptured at 4K: a, d) 686 MPa, b, e) 882 MPa, and c, f) 1 274 MPa.

点は Photo. 4 上段の拡大写真でわかるように大きさが  $100 \mu\text{m}$  程度のミクロボイドである。ミクロボイドの内面には結晶粒界が認められる。母材の同一条件下の試験ではこのようなボイドが観察されなかつたことも考えあわせると、このボイドは溶接の際に生成したプローホールであることがわかる。しかし、このプローホールは事前の深傷、組織観察等では検出されることはなかつた。

また、プローホールが起点となる場合、疲労破断面は必ずしも砂時計型試験片の最小径断面とはならず、極端な場合最小径断面から 5 mm ほど離れた断面で破断した。これは、プローホールの存在確率の小さいことも示しているが、5 mm 離れた断面における応力値は、最小断面での約 85% であるので、プローホールがき裂発生を容易にさせ、疲れ特性を低下させる原因になつてること

を示す結果にもなっている。このような場合、厳密には繰返応力値を破断面によつて補正しなければならないが、その他の破断面は最小径断面から  $\pm 2$  mm 以内にあり、この範囲では応力の低下分はせいぜい 3% である。よつてここでは最小径断面を基準とした応力値のみを示した。

表面近傍からき裂発生が起こる場合でも、Photo. 4(c) に示すように、起点にはなんらかの界面がはく離したようなファセットが観察されることがあつた。これらの結果は、溶接材にはプローホールに限らず破壊しやすい応力集中サイトが含まれていることを示しており、そのことが母材と比べて疲れ特性が劣る要因となつていると考えられる。

き裂近傍の疲労破面はやはり組織依存性が強く、進展に伴つてストライエーション形成機構が支配的になり、最終破断に至る様相は、母材の結果と同じであつた。

#### 4. 考 察

溶接材における疲労き裂内部発生は、応力集中サイトとなるプローホールによるものであることは明らかである。このように内部欠陥が特定できるき裂内部発生については、焼結材等においても報告されている<sup>19)</sup>。また、母材の 4 K におけるき裂内部発生のように、内部欠陥を特定できないものについてもいくつか報告がある<sup>19)~22)</sup>。内部発生き裂起点近傍にへき開状ファセットが観察されたり、低繰返応力側で現れやすいところから、その発生機構については次のように考えられている。すなわち、低応力では支配的なすべり系 (h.c.p.) は、柱面すべりであり、他のすべり系 (錐面、底面すべり) はまれなため、変形の不均一性が生じる。よつて、柱面すべり面となんらの界面で、転位堆積による応力集中が生じ、それによつて  $\alpha$  相もしくは  $\beta$  相中にへき開クラックが発生して、疲労き裂の起点となるといわれている<sup>21)</sup>。

しかし、この仮説では内部でき裂が発生する必然性を説明しきれていない。Fig. 5 はき裂発生点の表面からの距離を各繰返し応力で整理したものだが、繰返応力が低くなるにつれ、発生点が試験片内部に移行するのがわかる。この現象を上記の仮説で説明することは困難である。前に述べたように、き裂発生が表面であつても起点近傍にへき開状ファセットが観察されており、仮説は内部発生の可能性を示しているにすぎない。

本系合金では 4 K で初めてき裂内部発生が現れた。低温では双晶変形が活発<sup>23)</sup>となり、20 K では双晶界面とすべり面交叉点での微視クラック<sup>8)</sup>発生の可能性も指摘されている。このように、双晶が内部発生に深く関わ

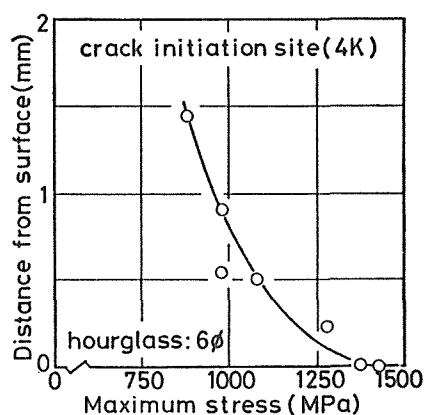


Fig. 5. Variation of distance from surface to crack initiation site by maximum stress for base material ruptured at 4K.

つている可能性はあるが、上記仮説と同様の理由で、内部発生の必然性を説明しきれない。

4 K においては試験片内部と表面に温度差があり、その温度差は繰返応力が高いほど大きいことを、2-2 節で述べた。内部の温度が高いことは、同じ応力を受けた時、強度レベルが相対的に低くなる内部の方が、損傷をより受けやすくなることになる。これは内部発生を促進する要因とはなる。しかし、温度差は繰返応力が高いほど大きいので、単純に考えて Fig. 5 とは全く逆の傾向を説明することになる。ただ疲労損傷は長時間にわたる現象であり、試験片内部の温度分布が、応力分布およびその時間変化に大きく影響を及ぼす可能性も考えられる。

以上のように、本合金の 4 K における疲労き裂内部発生については、その機構を従来の説で説明することはできず、今後、疲労損傷過程について詳しい検討が必要である。

#### 5. 結 言

極低温用構造材料として有力な Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金について、従来求められていなかつた液体ヘリウム温度 (4 K) における S-N 線図を、母材および溶接材で求めた。今回は  $10^6$  サイクル前後までのデータを得、以下に述べるような結果が得られた。

母材の 4 K における疲労寿命は 77 K よりも優れている。しかし、低応力側では、疲労き裂起点が試験片内部に存在するようになると対応して、寿命のはらつきは大きくなる。溶接材の 4 K における疲労寿命は、母材よりも劣り、母材の 77 K 程度となる。これは、溶接金属部にプローホール等の内部欠陥が溶接時に導入され、それらが疲れ特性を低下させるためである。母材、溶接材共に、起点近傍は組織依存性の強い疲労破面であ

るが、き裂の進展と共にストライエーション形成機構が支配的となり、最終破断に至る。最終破断面には、チタン合金の極低温に特有な溝状破面<sup>18)</sup>が観察された。

また、本研究において、高試験周波数が試験片の温度上昇をもたらし、疲れデータにおける試験温度を不確定にする危険性を明らかにした。これは、今後の極低温疲れ試験における重要な留意点となる。

最後に、本研究を遂行するにあたり御指導、御協力いただいた皆様に深く感謝の意を表します。特に金材技研極低温機器材料研究グループ太刀川恭治総合研究官(現筑波支所長)、平賀啓二郎氏、中曾根祐司氏、原子炉材料研究部荒木弘氏、山本孝氏、および神戸製鋼所浅田研究所堀内健文所長、機械要素センター佃淳二氏、大谷哲也氏の諸氏には多くの御指導御助力をいただきました。深く感謝申し上げます。

### 文 献

- 1) 石川圭介、平賀啓二郎: 日本国金属学会会誌, 20 (1981), p. 692
- 2) M. I. McHENRY: Materials at low temperatures, ed. by R. P. REED and A. F. CLARK (1983), p. 371 [American Society For Metals]
- 3) 西村 孝: 金属表面技術, 31 (1980), p. 625
- 4) R. G. BROADWELL and R. A. WOOD: Materials Research & Standards, 4 (1964), p. 549
- 5) J. L. CHRISTIAN, A. HURLICH, J. E. CHAFAY and J. F. WATSON: Proc. ASTM, 63 (1963), p. 578
- 6) J. L. SHANNON, Jr. and W. F. BROWN, Jr.: Proc. ASTM, 63 (1963), p. 809
- 7) R. H. Van STONE, J. R. Low, Jr. and J. L. SHANNON, Jr.: Metall. Trans., 9A (1978), p. 539
- 8) R. H. Van STONE, J. L. SHANNON, Jr., W. S. PIERCE and J. R. Low, Jr.: Toughness and Fracture Behavior of Titanium, ASTM STP 651 (1978), p. 154 [ASTM]
- 9) C. F. FIFTAL, D. A. BOLSTAD and M. S. MISRA: 同上 (1978), p. 3
- 10) T. KAWABATA, S. MORITA and O. IZUMI: TITANIUM '80 Science and Technology, Proc. of 4th International Conference on Titanium, ed. by H. KIMURA and O. IZUMI (1980), p. 1617 [The Metall. Soc. of AIME]
- 11) R. F. TOBLER and R. P. REED: Advances in Cryogenic Engineering, 24 (1978), p. 82 [Plenum]
- 12) K. NAGAI et al.: private communication
- 13) Aerospace Material Specification, 4909C(Sheet, Strip and Plate), 4924C(Bars, forgings and Rings)
- 14) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井 寿, 平賀啓二郎, 中曾根祐司, 由利哲美: 鉄と鋼, 71 (1985), p. 236
- 15) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井 寿: 鉄と鋼, 71 (1985), p. 1390
- 16) W. G. DOBSON and D. L. JOHNSON: Advances in Cryogenic Engineering, 30 (1984), p. 185 [Plenum]
- 17) F. R. SCHWARTZBERG et al.: Cryogenic Materials Data Handbook, AFMLTR-64-280, vol. 1 (1970)
- 18) K. NAGAI, K. HIRAGA, T. OGATA and K. ISHIKAWA: Trans. JIM., 26 (1985) in press
- 19) 例えは D. EYLON and T. A. HALL: Metall. Trans., 8A (1977), p. 981
- 20) J. RUPPEN, P. BHOWAL, D. EYLON and A. J. McEVILY: Fatigue Mechanisms ASTM STP 675 (1975), p. 47 [ASTM]
- 21) R. CHAIT and T. S. DESISTO: Metall. Trans., 8A (1977), p. 1017
- 22) D. F. NEAL and P. A. BLENKINSOP: Acta Metall., 24 (1976), p. 59
- 23) 笹野久興, 木村啓造: 日本国金属学会会誌, 41 (1977), p. 933

# Fatigue Fracture of Ti-5Al-2.5Sn ELI Alloy at Liquid Helium Temperature\*

By Kotobu NAGAI,\*\* Toshio OGATA,\*\* Tetsumi YURI,\*\* Keisuke ISHIKAWA,\*\*  
Takashi NISHIMURA,\*\*\* Takao MIZOGUCHI\*\*\*\* and Yoshimasa ITO\*\*\*\*

## Synopsis

*S-N curves of Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy were determined at liquid helium temperature (4 K) for both the base and welded materials.*

*The base material had a longer fatigue life at 4 K than at 77 K. Welding deteriorated the fatigue properties at 4 K. Internal crack initiation was seen at lower cyclic stress in both the base and the welded materials. For the base material, internal crack initiation occurred at 4 K, and there were no obvious defects near the initiation sites. On the other hand, fatigue cracks generally initiated at porosity in the weldment. Internal crack initiation is considered one of the causes of reduced fatigue life.*

*High cyclic frequency brought about a large temperature increase in the specimen, making the testing temperature uncertain in fatigue tests at cryogenic temperature.*

**Key words:** alpha titanium alloy; liquid helium temperature; fatigue life; welding; fatigue notch factor; crack initiation site; specimen temperature increase.

## I. Introduction

In recent years there has been increasing interest in developing superconducting machines, such as linear motorcars, superconducting generators, etc., for practical use. It is widely recognized that a precise evaluation of the properties of cryogenic structural materials is an important step for the development of this new technology. In the present study, the term "cryogenic" is used to express the temperatures in the vicinity of liquid helium boiling point ( $-269^{\circ}\text{C}$ , about 4 K). A titanium (Ti) alloy is one of the candidates proposed for use as a cryogenic structural material for various applications.<sup>1,2)</sup> The Ti alloy yields an excellent specific strength<sup>3)</sup> because of its high strength and low specific gravity; the specific gravity of Ti is about 55 % that of austenitic stainless steel. Moreover, the alloy shows better properties required for superconducting machine materials than the austenitic stainless steel, that is, it has a low heat conductivity, a very low magnetic permeability, and a high electric resistivity.

Good toughness is generally required for cryogenic structural materials. In the Ti alloy, as the temperature decreases, the strength increases but the ductility or toughness decreases.<sup>4)</sup> Because the ductility or toughness of the Ti alloy is highly dependent on the interstitial content,<sup>5)</sup> an extra-low-interstitials (ELI) level<sup>3)</sup> is indispensable to good toughness. In addition,  $\alpha$  alloys which consist of an h.c.p. single phase are thought to be more advantageous for cryo-

genic use than  $\alpha+\beta$  or  $\beta$  alloys containing a b.c.c. phase, since the  $\alpha$  alloys do not suffer a large decrease in ductility at low temperatures.<sup>4)</sup> Among the  $\alpha$  alloys, Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy is considered the most favorable Ti alloy for cryogenic structural applications requiring high strength and high toughness.

Although the mechanical properties of the sheets of this alloy at temperatures as low as 20 K have been studied,<sup>5-9)</sup> the cryogenic data for plates or heavier sections are not necessarily available.<sup>10,11)</sup> In particular the fatigue properties of this alloy at 4 K have not been studied in spite of the necessity for the assurance of safety and reliability. The purpose of the present study, therefore, was to determine the fatigue life of the base and welded materials at 4 K for the Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy plate. In addition, fractographic observation was carried out to study the previously unknown fracture mechanism in this alloy at cryogenic temperatures.

## II. Experimental Procedure

### 1. Testing Material and Specimen

A 1 t ingot was melted by the Kobe Steel, Ltd. using highly pure sponge Ti, and the ingot was hot-forged and hot-rolled to 90 mm square bars. The bars, which were used as the base material, were mill-annealed for 7.2 ks at 973 K and air-cooled. The chemical compositions and the tensile properties of the base material are given in Tables 1 and 2, respectively. The contents of Fe, O, and impurities meet all the requirements for the ELI grade of the AMS standards<sup>12)</sup> (No. 4924C; Fe<0.25 wt%, O<0.12 wt%, Fe+O<0.32 wt%).

The weldment was made by joining 30 mm thick plates cut from the bars with tungsten-inert-gas (TIG) welding. The planes perpendicular to the rolling direction were joined together. The configuration of the joint groove was V-shaped (60°) and multilayer welding (>10 passes) was conducted using autogenous filler metal. The chemical compositions and the tensile properties of the weldment are also listed in Tables 1 and 2. The weld metal also satisfies the AMS standards for the ELI grade mentioned previously, despite its higher oxygen content.

Test specimen configurations are shown in Fig. 1; the unnotched hourglass type was used for the base

\* Originally published in *Tetsu-to-Hagané*, 72 (1986), 641, in Japanese. English version received on October 20, 1986; accepted in the final form on January 16, 1987. © 1987 ISIJ

\*\* Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, Sengen Sakura-mura, Niihari-gun, Ibaraki 305.

\*\*\* Materials Research Laboratory, Kobe Steel, Ltd., Wakino-hama-cho, Chuo-ku, Kobe 651.

\*\*\*\* Mechanical Engineering Research Laboratory, Wakino-hama-cho, Chuo-ku, Kobe 651.

Table 1. Chemical compositions of base material and weldment in weight percent.

	C	Fe	N	O	H	Al	Sn	Ti
Base	0.012	0.19	0.0024	0.057	0.0058	5.15	2.66	bal.
Weldment	0.008	0.21	—	0.102	0.0040	5.13	2.64	bal.

Table 2. Tensile properties of Ti-5Al-2.5Sn ELI alloys at cryogenic temperatures.

Testing temp. (K)	Base material			Weld- ment
	293	77	4	4
Yield strength (MPa)	705	1 209	1 405	1 368
Tensile strength (MPa)	772	1 277	1 483	1 459
Fracture strain (%)	14.6	15.3	9.9	6.7

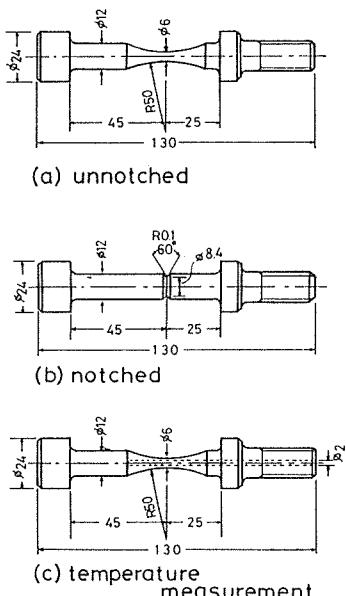


Fig. 1. Configurations of fatigue specimens.

material and the weldment and the circumferentially notched type (stress concentration factor  $K_t=5.7$ ) for the base material. All the longitudinal directions of the specimens are parallel to the rolling direction, designated *L*-direction.

## 2. Fatigue Testing at Liquid Helium Temperature

The cryogenic fatigue testing system<sup>14)</sup> was used for the liquid helium temperature fatigue testing. This system enables us to carry out a long term fatigue test at 4 K until rupture without replenishing liquid helium. The liquid helium level in a cryostat is kept constant by recondensing vaporized helium gas with the aid of a refrigerator. The testing machine is a servohydraulic model with a dynamic load capacity of  $\pm 5$  t. A sinusoidal cyclic load with a stress ratio  $R=0.01$  was applied. The maximum measurable fatigue life in the present work was restricted to around  $10^6$  cycles due to various limitations concerning long term testing. For reference, the 77 K fatigue

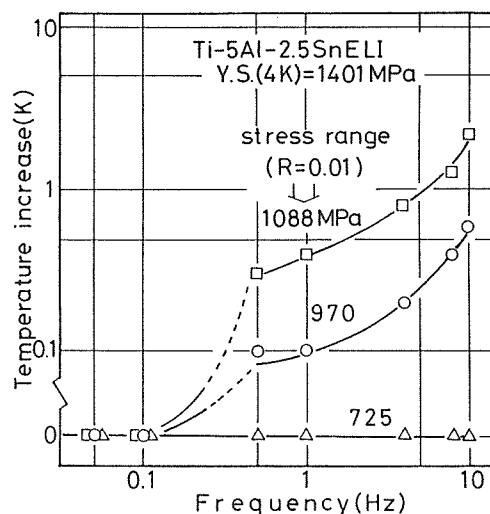


Fig. 2. Temperature increase inside specimen as a function of frequency at various cyclic stress level.

life of the unnotched specimen of the base material was also studied.

Special attention must be paid to strain or deformation rate<sup>15,16)</sup> when mechanical properties are determined at cryogenic temperatures. Otherwise the testing temperature may become uncertain,<sup>15,16)</sup> because even a small quantity of heat generation can bring about a comparatively large temperature increase locally or wholly in the specimen due to very low heat capacity at cryogenic temperatures. In fatigue testing, the frequency is thought to be such an influential parameter. To observe this effect, the temperature increase in the interior and on the surface of the hourglass type specimen was measured as a function of frequency at some cyclic stress levels. An Au-0.07%Fe and Chromel thermocouple, located in a hole drilled along the central axis as shown in Fig. 1(c), was used to measure the temperature discrepancy with respect to liquid helium temperature; the couple tip was set at the minimum specimen diameter position inside the hole, and the cold junction was placed in the liquid helium pool.

The results of the internal temperature increase are shown in Fig. 2. A cyclic stress of half the yield strength (stress range: 725 MPa) does not produce a temperature increase even at 10 Hz. On the other hand, a higher cyclic stress of two thirds (970 MPa) or three quarters (1 088 MPa) of the yield strength causes a significant increase in the internal temperature. Based on these results, a testing frequency of 4 Hz was chosen so that the temperature increase should be as low as possible, especially in longer life or lower cyclic stress tests. The maximum temperature increase at the surface was 0.4 K, a smaller variation than that in the interior. Because there

was no difficulty in a long term test at 77 K, and the temperature increase was negligible, the frequency was chosen as 1 or 4 Hz at 77 K according to the stress level.

The microstructure of the base material and weldment were observed by optical microscopy. The fatigue fracture surfaces were also examined by scanning electron microscopy (SEM).

### III. Experimental Results

#### 1. Microstructures

Optical micrographs of the base material and weld metal are represented in Figs. 3(a) and (b), respectively. The base material has an equiaxed grain structure with an approximately 30  $\mu\text{m}$  mean grain diameter. There is no visual evidence of second phase particles; however, an XMA analysis shows the existence of some fine Fe-rich particles of several micron diameter (Fig. 3(d)). According to linear XMA analysis, Fe was concentrated by a factor of five or more. This Fe-rich phase, believed to be a  $\beta$  phase,<sup>7)</sup> was not actually identified in the present study. The Fe-rich particles are seen mainly in the vicinity of grain boundaries.

The weld metal has coarse prior  $\beta$  grains whose diameter approaches 1 mm in the center of the fusion zone. The prior  $\beta$  grain is composed of the martensitic (Fig. 3(b)) or the Widmanstätten-like structure quenched from the  $\beta$  region. The microstructure is finer near the base material, but still coarser than that of the base material. According to XMA analysis, the Fe-rich particles were not observed, and Fe was distributed uniformly in the weld metal.

#### 2. Fatigue Properties and Fracture Surfaces of the Base Material

The  $S-N$  curves of both the unnotched and notched specimens of the base material are given in Fig. 4. The testing conditions are listed in Table 3. The

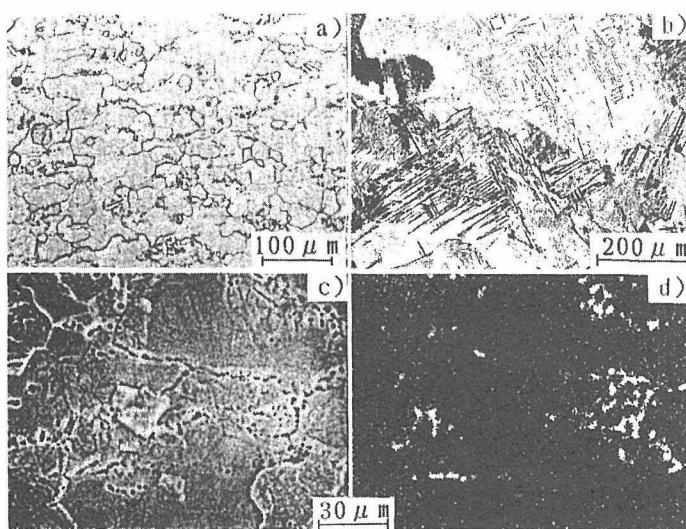


Fig. 3. Optical micrographs of base material (a) and weldment (b). Characteristic X-ray image of Fe (d) for base material and secondary electron image of the same field of view (c).

fatigue life data of the unnotched specimen at 77 K can be fitted to one curve without a large misfit, but those at 4 K have considerable scatter, especially at lower cyclic stress level. Nevertheless, the fatigue life at 4 K is longer than that at 77 K at all cyclic stress levels; in other words, the present alloy has superior fatigue properties at lower temperatures. F. R. Schwartz *et al.*<sup>17)</sup> reported the fatigue properties of 0.1 in. thick sheet of a similar alloy (760 MPa tensile strength at room temperature); they reported fatigue limits: 820 MPa cyclic stress at 77 K and 890 MPa cyclic stress at 20 K (the lowest testing temperature before the present work). In the present alloy, however, the fatigue limits could not be determined within the range studied. Although the comparison is not necessarily valid due to a lack of complete information about the handling history, the fatigue life of the present alloy is longer, at least at 77 K, than that of their alloy, and the 4 K fatigue life of the present alloy is also longer than the 20 K fatigue life of their alloy.

The data for the notched specimen at 4 K fit well to a single curve. For the present alloy the fatigue notch factor  $K_f$  (namely the ratio of the fatigue strength of an unnotched specimen to that of a notched specimen) is about 3 at 4 K with the stress concentration factor  $K_t$  of 5.7. This indicates that the present alloy has a comparatively low notch sensitivity.

Figure 4 shows 10 Hz data (indicated by  $\phi$ ) for 1176 MPa cyclic stress at 4 K. As shown, the fatigue life is obviously shorter for 10 Hz testing than for 4 Hz testing. According to Fig. 2, the temperature increase is expected to be fairly large for 1176 MPa cyclic stress at 10 Hz. The shorter fatigue life at 10 Hz, which might be caused by the temperature increase in the specimen, demonstrates that special attention should be paid to the frequency in fatigue tests at cryogenic temperatures.

Figure 5 represents the SEM photographs of the fatigue crack initiation sites in the unnotched speci-

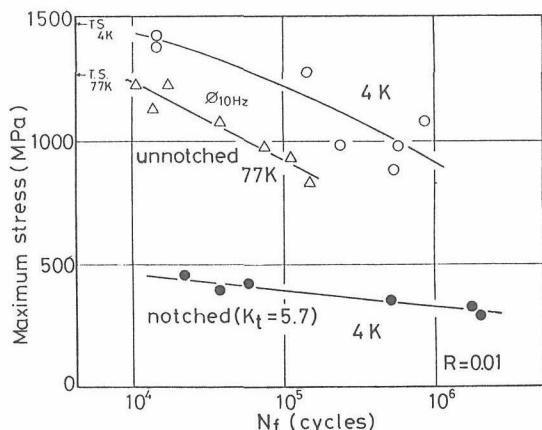


Fig. 4.  $S-N$  curves at cryogenic temperatures for Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy.

mens fractured at 4 K. At cyclic stress lower than 1 274 MPa, the fatigue crack initiates inside the specimen and propagates radially; conversely at

Table 3. Testing conditions, numbers to failure and crack initiation sites.

	Testing temp. (K)	Maxi- mum stress (MPa)	Fre- quency (Hz)	Num- bers to failure (cycles)	Crack initia- tion site
<b>Base material</b>					
(1) Unnotched	77	833	4	146 140	surface
	77	931	4	109 004	surface
	77	980	1	74 024	surface
	77	1 078	4	38 153	surface
	77	1 127	1	13 910	surface
	77	1 225	1	17 905	surface
	77	1 225	1	10 890	surface
	4	882	4	529 820	internal
	4	980	4	558 060	internal
	4	980	4	232 380	internal
	4	1 078	4	852 630	internal
	4	1 176	10	33 922	internal
	4	1 274	4	146 840	internal
	4	1 372	4	14 098	surface
	4	1 421	4	14 437	surface
(2) Notched	4	294	4	1 981 070	surface
	4	323	4	1 723 780	surface
	4	353	4	518 160	surface
	4	392	4	36 990	surface
	4	421	4	57 790	surface
	4	451	4	22 520	surface
<b>Weldment</b>					
	4	686	4	2 530 850	blow hole
	4	784	4	1 250 240	internal
	4	882	4	359 427	blow hole
	4	980	4	20 430	blow hole
	4	1 078	4	12 652	blow hole
	4	1 176	4	37 010	surface
	4	1 274	4	9 302	near surface

a, d) 882 MPa  
b, e) 1 078 MPa  
c, f) 1 372 MPa

Fig. 5.

Scanning electron micrographs of fatigue crack initiation sites at various cyclic stress level for the base material ruptured at 4 K.

higher cyclic stress, the crack initiates at the specimen surface and fans out. The fatigue crack initiated at the specimen surface in the unnotched specimen ruptured at 77 K and at the notch root for the notched specimen at 4 K, regardless of the cyclic stress level. In other words, internal crack initiation was characteristic of the 4 K fatigue rupture of the unnotched specimens at lower cyclic stress. The upper photographs of Fig. 5, which show the magnified vicinity of the initiation sites, indicate no defects such as inclusions or cavities at the initiation sites. In addition, second phase particles or segregation were not observed. The internal initiation sites featured only the cleavage-like facets, arrowed in Fig. 5, with a high angle of inclination to the fracture surface; these facets were also often observed around the surface initiation sites.

Irrespective of the initiation site, the fatigue fracture surface in the immediate vicinity of the initiation site is highly sensitive to microstructure and flat with a size corresponding to the grain size as seen in upper Fig. 5. In the region more than 0.4 mm away from the initiation sites, Fig. 6(a), striations are the main microscopic feature indicating crack propagation. In the final fracture region, the "groove" fracture

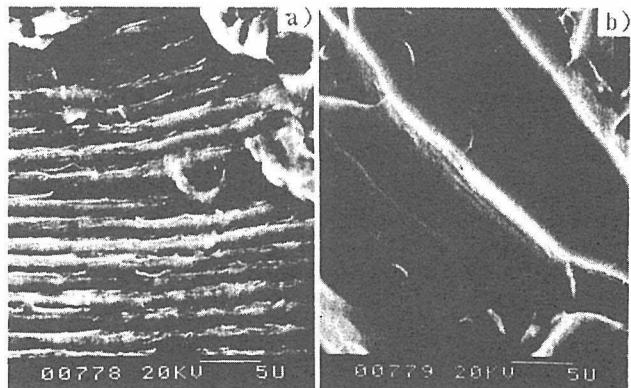
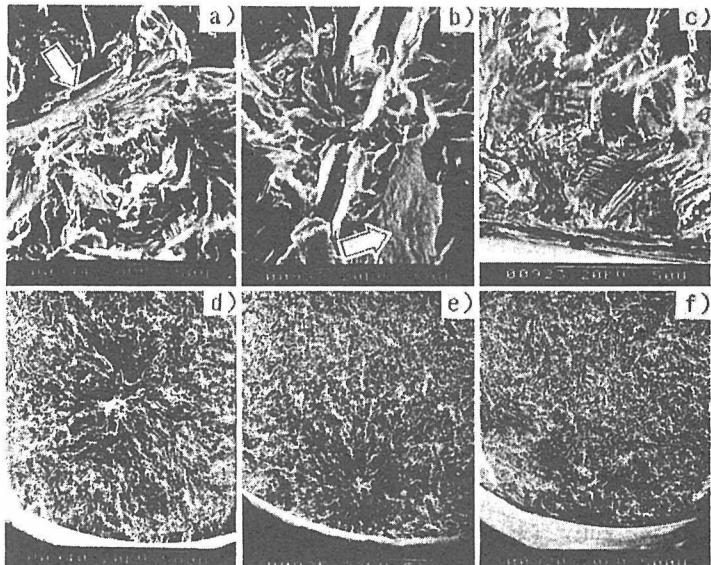


Fig. 6. Scanning electron micrographs of striation zone (a) and final fracture zone (b) for the base material ruptured at 4 K (maximum stress = 1 274 MPa).



surface, which was named by some of the present authors,<sup>18)</sup> is mainly observed at 4 K, as seen in Fig. 6(b).

### 3. Fatigue Properties and Fracture Surfaces of the Weldment

The  $S-N$  curve of the unnotched specimen at 4 K for the weldment is given in Fig. 7. The testing conditions are listed in Table 3. As with the base material, the fatigue limit could not be determined within the range studied. The scatter of the fatigue life data is fairly large. By comparison with a broken curve in Fig. 7 showing the  $S-N$  curve of the base material, the 4 K fatigue life of the weldment is shorter than that of the base material at all cyclic stress levels and almost equal to the 77 K fatigue life of the base material. Judging from the fact that the fatigue strength ratio of the weldment to the base material is about 0.85 with the tensile strength ratio of 0.99, the fatigue behavior of the weldment is concluded to be poorer than that of the base material.

Figure 8 represents the SEM photographs of the vicinity of the fatigue crack initiation sites for the weldment. Internal initiation is also seen at lower cyclic stress. In this case, however, the fatigue cracks initiate at microvoids of approximately 100  $\mu\text{m}$  diameter which are readily visible in the magnified photographs in Fig. 8. Grain boundaries are evident on the internal surfaces of the microvoids. Considering that such voids were not observed in the base material even under the same testing conditions, these voids are regarded as porosity introduced during welding. However, they were not detected prior to fatigue testing through screening tests or microscopy. When initiation occurred at the porosity, the fatigue crack did not necessarily initiate in the minimum diameter section of the hourglass type specimen. In an extreme case the specimen fractured in the section 5 mm away from the minimum section. This indicates that the number of pores is very small since the

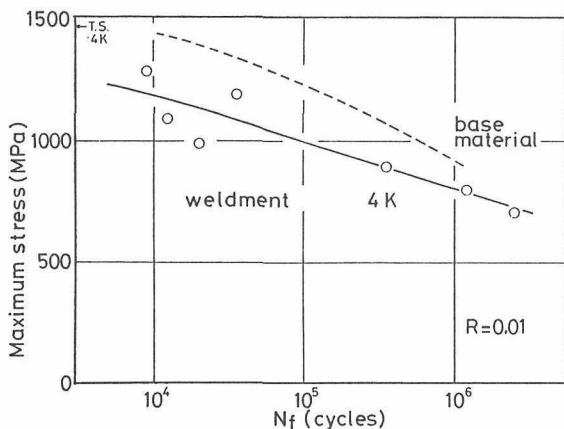


Fig. 7.  $S-N$  curves at 4 K for weldment. The  $S-N$  curve of base material is also given for reference.

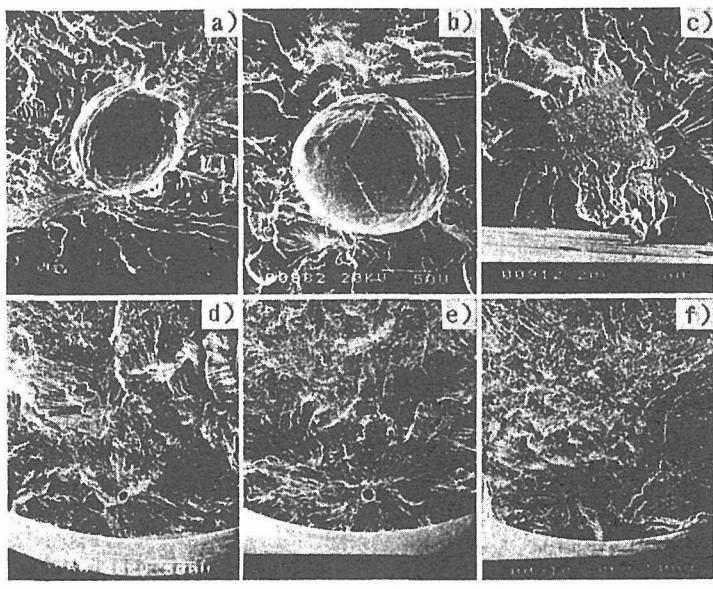
failure occurred in a section where the stress is reduced by approximately 15 %. If pores were present throughout the fusion zone, the crack initiation would probably have occurred in the smaller, more highly stressed section. This result also demonstrates that the porosity facilitates crack initiation and thus reduces fatigue properties. Strictly speaking, in these cases the cyclic stress value must be corrected for the area of the fractured section. However, since the fractured section was ordinarily situated within 2 mm of the minimum section and the stress decrease was at most 3 % within this range, only the stress values calculated from the minimum section area are shown in the present paper.

Figure 8(c) shows facets which seem to intersect some kind of interface at the surface initiation site. This indicates the weldment has some kind of defects like porosity which may act as stress concentration sites and bring about poorer fatigue properties compared with the base material.

The change of the fatigue fracture surface of the weldment from initiation to final failure was similar to that of the base material; that is, the fracture surface in the vicinity of the initiation site had the microstructure-sensitive facets and, as the crack propagated, the striations became more dominant until the final failure.

### IV. Discussion

The internal initiation of the fatigue crack in the weldment is obviously due to porosity which acts as stress concentration sites. There are many instances, especially in sintered Ti alloys,<sup>19)</sup> of internal fatigue initiations in which the specified defects can be recognized as initiation sites. There are also some reports<sup>19-22)</sup> of internal initiation in which no particular defects can be identified as initiation sites, as in the case of the internal crack initiation of the base material reported here. In the latter case, based



a, d) 686 MPa    b, e) 882 MPa    c, f) 1274 MPa  
Fig. 8. Scanning electron micrographs of fatigue crack initiation sites for the weldment ruptured at 4 K.

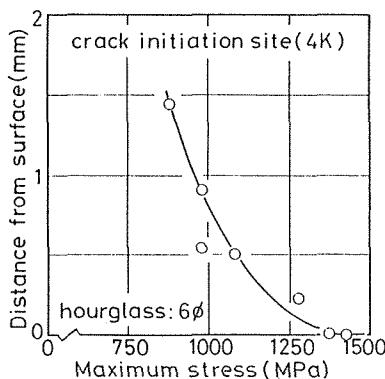


Fig. 9. Variation of distance from surface to crack initiation site by maximum stress for base material ruptured at 4 K.

upon the fact that cleavage-like facets were observed in the vicinity of the internal sites and lower stress promoted the internal initiation, the following is proposed as an initiation mechanism. Because the prismatic slip system is dominant and other systems (pyramidal and basal) are rare at lower stress in h.c.p. phases, the deformation becomes inhomogeneous. Accordingly, the stress concentrates locally at the intersection between the prismatic slip plane and some lattice defect, and this produces a cleavage microcrack<sup>21)</sup> in an  $\alpha$  or  $\beta$  phase which is presumed to be a fatigue crack initiation site.

However, this hypothesis does not fully explain the fact that the fatigue crack initiates inside the specimen. For example, Fig. 9, in which the distance from the initiation site to the nearest surface is plotted as a function of the maximum cyclic stress, indicates that as the cyclic stress is reduced the initiation site moves from the surface toward the center of the specimen. The above-mentioned hypothesis does not account for this phenomenon; the theory only suggests the possibility of internal initiation. In addition, cleavage-like facets were observed even in the case of surface initiation as mentioned previously.

In the present alloy, internal initiation occurred only at 4 K. Since more deformation twins<sup>22)</sup> form at lower temperatures, the microcrack<sup>8)</sup> might initiate at the intersection between the twin interface and the slip plane. Even if the deformation twin is involved in the internal crack initiation, however, the occurrence of internal initiation also can not be explained by this mechanism for the same reasons mentioned above.

As mentioned in Sec. II. 2, a temperature gradient can exist inside the specimen, especially at high cyclic stress. This suggests that the interior can be more damaged at the same stress than the area near the surface because of a comparatively lower strength level due to higher temperature. This phenomenon may facilitate internal crack initiation. However, at first glance this would apparently explain the reverse trend to the result of Fig. 9, since the temperature difference becomes larger at higher cyclic stress. But because the fatigue damage process is a long term phenomenon, the possibility that the temperature

gradient inside the specimen may largely influence the stress distribution and its chronological change might be taken into consideration.

## V. Conclusions

For the Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy, a favorable structural material for cryogenic use, the  $S-N$  curves of both the base material and weldment were studied at 4 K for the first time. In the present paper, the following results were obtained within the cyclic range of approximately  $10^6$ .

In the base material, the fatigue life at 4 K was superior to that at 77 K. At lower cyclic stress, the scatter in the fatigue life data became larger in accordance with the occurrence of internal crack initiation. In the weldment, the fatigue life at 4 K was shorter than that of the base material, and it was nearly equal to the fatigue life at 77 K of the base material. This deterioration is due to the detrimental effect of defects like porosity which were produced in the weld metal on welding.

The fatigue fracture surface in the vicinity of the initiation site was sensitive to microstructure. Striations became more evident as the crack propagated, and then the final failure occurred. In the final failure zone, the groove fracture surface,<sup>18)</sup> which is characteristic in the Ti alloy at cryogenic temperature, was observed.

The present study points out the possibility that a high fatigue frequency may bring about specimen heating and finally make the testing temperature uncertain. This effect must be considered in cryogenic fatigue testing hereafter.

## Acknowledgements

The authors are grateful to Dr. K. Tachikawa, the Director of Tsukuba Labs. of National Research Inst. for Metals (NRIM), and Dr. T. Horiuchi, the Director General of Asada Research Lab. of Kobe Steel, Ltd., for their support and helpful suggestions. Acknowledgement is also extended to all persons who kindly helped the present work: especially Mr. K. Hiraga and Dr. Y. Nakasone, Cryogenic Material Division of NRIM, for their experimental assistance; Messrs. H. Araki and T. Yamamoto, Nuclear Material Division of NRIM, for XMA work; Messrs. J. Tsukuda and T. Ohtani, Mechanical Engineering Research Lab. of Kobe Steel, Ltd., for operation of the cryogenic fatigue testing system.

The authors also thank Ms. Sue Vincent for her patient effort to correct English in this version.

## REFERENCES

- 1) K. Ishikawa and K. Hiraga: *Bull. Japan Inst. Metals*, **20** (1981), 69.
- 2) M. I. McHenry: *Materials at Low Temperatures*, ed. by R. P. Reed and A. F. Clark, ASM, Ohio, (1983), 371.
- 3) T. Nishimura: *Kinzoku-Hyomen-Gijutsu* (*J. Metal Finishing Soc. Japan*), **31** (1980), 625.
- 4) R. G. Broadwell and R. A. Wood: *Mat. Res. Stand.*, **4** (1964), 549.
- 5) J. L. Christian, A. Hurlich, J. E. Chasey and J. F. Watson:

- Proc. ASTM*, **63** (1963), 578.
- 6) J. L. Shannon, Jr. and W. F. Brown, Jr.: *Proc. ASTM*, **63** (1963), 809.
  - 7) R. H. Van Stone, J. R. Low, Jr. and J. L. Shannon, Jr.: *Met. Trans.*, **9** (1978), 539.
  - 8) R. H. Van Stone, J. L. Shannon, Jr., W. S. Pierce and J. R. Low, Jr.: Toughness and Fracture Behavior of Titanium, ASTM Spec. Tech. Publ. No. 651, (1978), 154.
  - 9) C. F. Fistal, D. A. Bolstad and M. S. Misra: Toughness and Fracture Behavior of Titanium, ASTM Spec. Tech. Publ. No. 651, (1978), 3.
  - 10) T. Kawabata, S. Morita and O. Izumi: TITANIUM '80 Science and Technology, Proc. of 4th Int'l Conf. on Titanium, ed. by H. Kimura and O. Izumi, The Metall. Soc. of AIME, New York, (1980), 1617.
  - 11) R. F. Tobler and R. P. Reed: *Advances in Cryogenic Engineering*, **24** (1978), 82.
  - 12) K. Nagai *et al.*: Private communication.
  - 13) Aerospace Material Specification, 4909C (Sheet, Strip and Plate), 4924C (Bars, forgings and Rings).
  - 14) T. Ogata, K. Ishikawa, K. Nagai, K. Hiraga, Y. Nakasone and T. Yuri: *Tetsu-to-Hagané*, **71** (1985), 236.
  - 15) T. Ogata, K. Ishikawa and K. Nagai: *Tetsu-to-Hagané*, **71** (1985), 1390.
  - 16) W. G. Dobson and D. L. Johnson: *Advances in Cryogenic Engineering*, **30** (1984), 185.
  - 17) F. R. Schartberg *et al.*: Cryogenic Materials Data Handbook, AFMLTR-64-280, Vol. 1, (1970)
  - 18) K. Nagai, K. Hiraga, T. Ogata and K. Ishikawa: *Trans. Japan Inst. Metals*, **26** (1985), 405.
  - 19) *e.g.*, D. Eylon and T. A. Hall: *Met. Trans.*, **8A** (1977), 981.
  - 20) J. Ruppen, P. Bhowal, D. Eylon and A. J. McEvily: Fatigue Mechanisms, ASTM Spec. Tech. Publ. No. 675, (1975), 47.
  - 21) R. Chait and T. S. DeSisto: *Met. Trans.*, **8A** (1977), 1017.
  - 22) D. F. Neal and P. A. Blenkinsop: *Acta Met.*, **24** (1976), 59.
  - 23) H. Sasano and H. Kimura: *J. Japan Inst. Metals*, **41** (1977), 933.

# Cryogenic Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Alloys with Three Levels of Oxygen Content

Kotobu NAGAI, Tetsumi YURI, Toshio OGATA, Osamu UMEZAWA, Keisuke ISHIKAWA, Takashi NISHIMURA,<sup>1)</sup> Takao MIZOGUCHI<sup>2)</sup> and Yoshimasa ITO<sup>3)</sup>

Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, Sengen, Tsukuba, Ibaraki-ken, 305 Japan. 1) Titanium Metals Technology Control Department, Kobe Steel, Ltd., Niihama, Arai-cho, Takasago, Hyogo-ken, 676 Japan. 2) Mechanical Engineering Research Laboratory, Kobe Steel, Ltd., Takatsukadai, Nishi-ku, Kobe, Hyogo-ken, 673-02 Japan. 3) Materials Research Laboratory, Kobe Steel, Ltd., Wakinohama-cho, Chuo-ku, Kobe, Hyogo-ken, 651 Japan.

(Received on February 14, 1991; accepted in final form on April 26, 1991)

Tensile, fracture toughness, and high cycle fatigue tests were done at 293, 77, and 4 K for Ti-6Al-4V alloys with three levels of oxygen content. The alloys were investigated both in as-forged condition and in the rolled condition. Rolling did not necessarily make  $\alpha$  grains finer, but changed the shape from plate-like to globular. Strengths depended mainly on the oxygen content; the lower content produced lower strengths. The alloy with lowest oxygen content showed the best ductility at 4 K. The fracture toughness at cryogenic temperature was also enhanced by the reduction of oxygen. In the lowest oxygen alloy, no drop in the fracture toughness was observed between 293 and 4 K. Fatigue properties were influenced by the forming process. The rolled materials had higher fatigue strength than the forged materials. The difference was accentuated at 4 K. This is believed to be due to the difference in the morphology of  $\alpha$  grains. The lowest oxygen alloy showed the highest fatigue strength at 4 K.

**KEY WORDS:** titanium alloy; Ti-6Al-4V alloy; yield strength; elongation; fracture toughness; high cycle fatigue; cryogenic temperature; microstructure; processing; oxygen content.

## 1. Introduction

Recent R & D projects based on superconductivity and cryogenics have a wide range of engineering applications like magnetic levitation car, electromagnetic thruster (ship), and superconducting generator, etc. For cryogenic structural materials, a high fracture toughness as well as a high yield strength has been essentially required.<sup>1)</sup> In addition, a good fatigue strength is also needed for the new technologies,<sup>2)</sup> since the machines experiences stop-run load cycles and they often have "moving" components. And further some other properties are potentially demanded for better heat insulation and more sound operation under high magnetic field (static or alternate).

Titanium (Ti) alloy has many advantages for the cryogenic applications. Its low specific strength, strength-to-gravity ratio, and high yield strength are very favorable for high efficiency of the "moving" machines. And further, the alloy is more blessed with the low thermal conductivity, the extremely low magnetic permeability and the high electric resistivity,<sup>3)</sup> compared with austenitic stainless steels. These should be more appreciated as the merits of Ti alloy for cryogenic structural use.

Some of the present authors previously reported the

tensile properties, fracture toughness, and high cycle fatigue properties of a Ti-5Al-2.5Sn ELI (Extra-Low-Interstitials) alloy.<sup>4)</sup> The reduction of oxygen content yielded the high fracture toughness at 4 K. Accordingly the Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy showed an excellent combination of yield strength and fracture toughness at 4 K and an increased fatigue strength at lower temperature.

Ti-6Al-4V alloy is one of the most popular Ti alloys and used in varieties of applications. The alloy has a higher yield strength than the Ti-5Al-2.5Sn alloy. However, few were studied on the cryogenic mechanical properties.<sup>5)</sup> Therefore, the basic objectives of the present study were to determine the cryogenic mechanical properties of the Ti-6Al-4V alloy in tensile, fracture toughness, and fatigue tests.

It was reported the low temperature fracture toughness was fairly low in the Ti-6Al-4V alloy.<sup>6)</sup> The room temperature fracture toughness alloy depends on metallurgical factors like purity and microstructure.<sup>7,8)</sup> But how the low temperature toughness can be controlled has yet to be made clear. Hence in the present study, the effects of the purity on the cryogenic mechanical properties of the Ti-6Al-4V alloy were mainly focussed and, in addition, the effect of manufacturing process was also studied.

**Table 1.** Chemical compositions of Ti-6Al-4V alloys tested in the present study in mass%.

Alloy	Al	V	Fe	O	N	H	C
Normal	6.34	4.23	0.199	0.135	0.0071	0.0053	0.011
ELI	6.23	4.25	0.200	0.104	0.0035	0.0032	0.011
SpELI	5.97	4.12	0.028	0.054	0.0019	0.0055	0.024

**Table 2.** Process of forging, rolling, and heat treatment for each alloy.

Alloy	Forging	Rolling	Heat treatment
Normal	$\alpha + \beta$ forging (75 × 85) → $\alpha + \beta$ forging (70 × 70)		
ELI	$\alpha + \beta$ forging (115 × 120) → $\alpha + \beta$ forging (70 × 70)	$\alpha + \beta$ rolling (28φ)	973 K, 7.2 ks Air cooled
SpELI	$\beta$ forging (170φ) → $\alpha + \beta$ forging (70 × 70)		

## 2. Experimental Procedure

### 2.1. Test Materials

Three Ti-6Al-4V alloys with different impurity levels were melted; namely a normal-grade one (Normal), an extra-low-interstitial grade one (ELI),<sup>9)</sup> and an extremely-low-interstitial grade one (Special ELI, abbreviated as SpELI here). They had different oxygen contents and the nominal oxygen content was 0.15, 0.10 and 0.05 mass%. In the SpELI alloy, iron was intentionally unadded expecting a better toughness,<sup>6)</sup> although 0.2% iron was conventionally added in other two alloys. The chemical compositions are listed in **Table 1**.

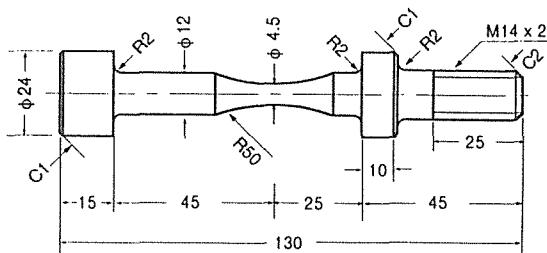
Each ingot was forged finally in  $\alpha + \beta$  region (1173 K) and it is called "forged material" in the present paper. And then a part of the forged material for each alloy was rolled also in  $\alpha + \beta$  region (1173 K); it is called "rolled material". All the materials were finally heat-treated for 7.2 ks at 973 K and air-cooled. Some details of the processing history are shown in **Table 2**.

### 2.2. Tensile Test

Cylindrical test pieces were cut parallel to the longitudinal direction (*L*-direction) for both the forged and the rolled materials. The gage geometry was 3.5 mm in diameter and 20 mm in length. Tests were done at a strain rate of  $8.33 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$  using a screw-driven type tester. The test temperatures were 293, 77, and 4 K. Yield strength (principally 0.2% offset stress), tensile strength, elongation (fracture strain), and reduction of area were determined by duplicate test.

### 2.3. Fracture Toughness Test

Compact tension (CT) specimens with a thickness of 25 mm were machined so that the load axis was parallel to the longitudinal direction of the forged bars and the crack plane parallel to the short transverse. The rolled material did not have the size enough for the CT specimen. The fracture toughness,  $K_{IC}$ (J), was determined by unloading compliance method<sup>10)</sup> in accordance with ASTM E813-81. The fatigue precrack with a length of 60% specimen thickness was introduced at room



**Fig. 1.** Specimen geometry of fatigue test piece. The minimum waist of some specimens was 6 mm.

temperature. A servo-hydraulic test machine was used and the time from zero load to maximum load was between 5 and 10 min.

### 2.4. High Cycle Fatigue Test

Hourglass type unnotched specimens drawn in **Fig. 1** were machined in the *L*-direction for both the forged and the rolled materials. S-N curves at 293, 77, and 4 K were determined using the cryogenic fatigue test machine.<sup>11)</sup> In obtaining the S-N curves, the estimation of a million cycles fatigue strength (MFS) was intended. The test machine was servo-hydraulic and its dynamic capacity was  $\pm 50$  kN. Load control test was done in a sinusoidal wave with a minimum-to-maximum load ratio,  $R = 0.01$  at 4 Hz at 4 K and at 10–20 Hz at 77 and 293 K.

## 3. Results and Discussion

### 3.1. Microstructure

In the rolled material, the reduction ratio in section areas was 7.9 times more than in the forged material. Therefore, a finer and more homogeneous microstructure was expected for the rolled material. **Figure 2** represents the SEM photographs of microstructures for the materials tested here. The forged materials have lamellar microstructure principally composed of elongated or plate-like primary  $\alpha$  grain and  $\beta$  (or transformed  $\beta$ ) platelet. The formation of "colony", namely the region in which  $\alpha$  plates are aligned, is seen especially in ELI and SpELI alloys. The mean width of  $\alpha$  grain was 5.0, 4.0, and 1.9  $\mu\text{m}$  in Normal, ELI, and SpELI, respectively. In the rolled materials, the  $\alpha$  grain and the  $\beta$  particle become globular. The mean diameter of  $\alpha$  grain was 4.0, 4.0, and 2.8  $\mu\text{m}$  in Normal, ELI, and SpELI, respectively.

Rolling process did not always make  $\alpha$  grains fine. The Normal and the ELI alloys had almost the same  $\alpha$  grain size. The SpELI alloy had the finest microstructure, but the reason is not made clear.

### 3.2. Tensile Properties

Tensile properties are listed in **Table 3**. The lower the oxygen content, the lower the yield strength. The rolled

Table 3. Tensile properties and fracture toughness of Ti-6Al-4V alloys.

Alloy	Processing	T (K)	YS (MPa)	TS (MPa)	ELN (%)	RA (%)	$K_{IC}(J)$ (MPa $\sqrt{m}$ )
Normal	Forged	293	971	1007	13.8	46.1	59.9
		77	1482	1573	12.1	35.7	35.1
		4	1753	1764	2.2	27.5	18.3
	Rolled	293	1017	1053	14.6	41.3	—
		77	1590	1634	10.1	26.1	—
		4	1865	1865	0.1	25.1	—
ELI	Forged	293	908	953	11.7	41.5	57.5
		77	1447	1502	13.8	22.0	42.9
		4	1705	1716	2.1	27.2	44.9
	Rolled	293	961	1011	14.1	38.9	—
		77	1527	1576	13.5	27.3	—
		4	1819	1819	0.2	27.4	—
SpELI	Forged	293	856	891	12.9	40.8	61.8
		77	1375	1427	12.2	38.3	59.2
		4	1599	1599	5.3	33.4	62.7
	Rolled	293	887	915	14.2	52.1	—
		77	1402	1438	12.2	37.9	—
		4	1674	1674	2.3	37.3	—

T: Test temperature, YS; Yield strength, TS: Tensile strength, ELN: Elongation, RA: Reduction of area,  $K_{IC}(J)$ : Fracture toughness, —: Not determined due to lack of thickness.

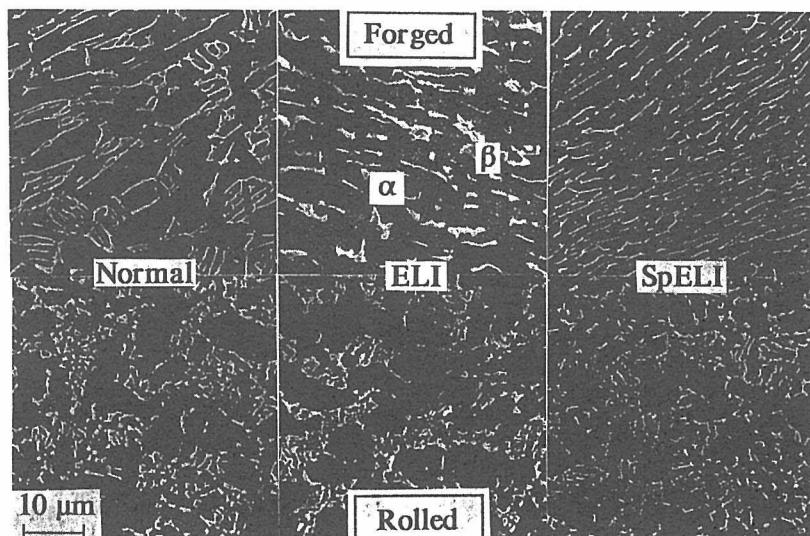


Fig. 2. SEM photographs of microstructure. The print planes are on the transverse section to the longitudinal direction of bars.

material had higher yield strength than the forged one. Yield strength and tensile strength increased with a decrease in temperature as shown in Fig. 3. The room temperature yield strength of Ti-6Al-4V alloy varies by the chemical composition and the heat treatment, and it can be explained in terms of change in volume fraction of  $\alpha$  and  $\alpha'$ , their hardness and  $\alpha$  grain size.<sup>12)</sup> In the present study, however, the yield strength did not show a Hall-Petch type dependence on  $\alpha$  grain size (Fig. 4(a)) except for the Normal alloy. The grain size dependence might appear for the forged ELI and SpELI alloys if the colony size is taken in place of  $\alpha$  grain size. However, the yield strength of the present alloys depended

obviously on the oxygen content as seen in Fig. 4(b).

The ductility at 293 and 77 K did not clearly depend on the oxygen content and the processing. At 4 K, the SpELI alloy had a higher ductility than others (see Fig. 7(a)). The elongation did not largely change from 293 to 77 K, however, it dropped significantly at 4 K. On the other hand, the reduction of area revealed no drop at 4 K although it showed a slight decrease from 293 to 77 K. In Fig. 5, the diameter changes of the gage length at 293, 77 and 4 K are described for the fractured tensile test pieces of the forged SpELI alloy. This demonstrates that the deformation at 4 K was concentrated into a necked region and other part did not deform plastically.

At other temperatures, some amount of plastic deformation covered the gage length. In the stress-strain curves at 4 K, a characteristic phenomenon, so-called "serration", was usually observed. The serration, discontinuous flow or plastic instability, at cryogenic temperature is inherently localized or heterogeneous plastic deformation due to an extreme lowness of heat capacity and heat diffusivity in metals at cryogenic temperature.<sup>13)</sup> The frequency and magnitude of discontinuity depend on materials, strain rate, and so on. Once a serration accompanying a small necking occurs, the flow strength (load) in undeformed region competes with that in the necked region. With an adequate strain hardening, the flow strength in the necked region is higher than that in the undeformed region.

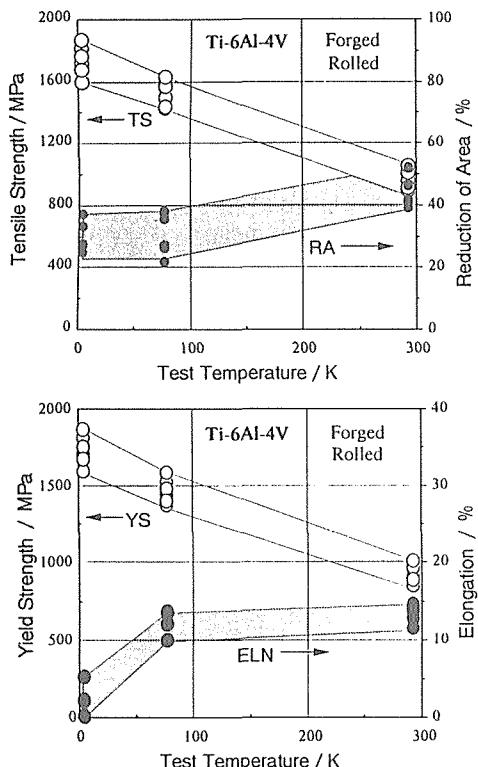


Fig. 3. Temperature dependence of tensile properties.

However when the strain hardening is small, the next serration (necking) occurs in the already necked region one after another. In that case, no plastic deformation takes place in the unnecked region. Thus it can be concluded that, in the Ti-6Al-4V alloy, the deformation localization in a small part of the gage length is ascribed to an apparent drop in elongation at 4 K, since the elongation is determined by the ratio of the extension to the initial value of whole gage length.

### 3.3. Fracture Toughness

Figure 6 shows the temperature dependence of the fracture toughness,  $K_{IC}(J)$  in the forged alloys. In the Normal alloy, the decrease in fracture toughness from 293 K to 4 K is  $40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , however in the SpELI alloy,

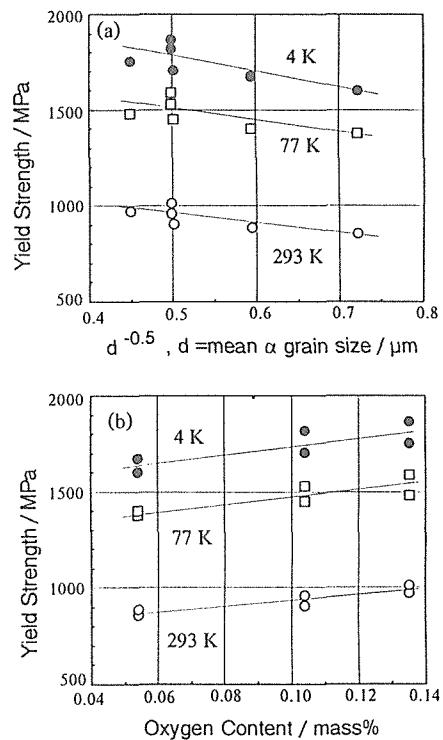


Fig. 4. Relationship between yield strength and (a) mean  $\alpha$  grain size and (b) oxygen content.

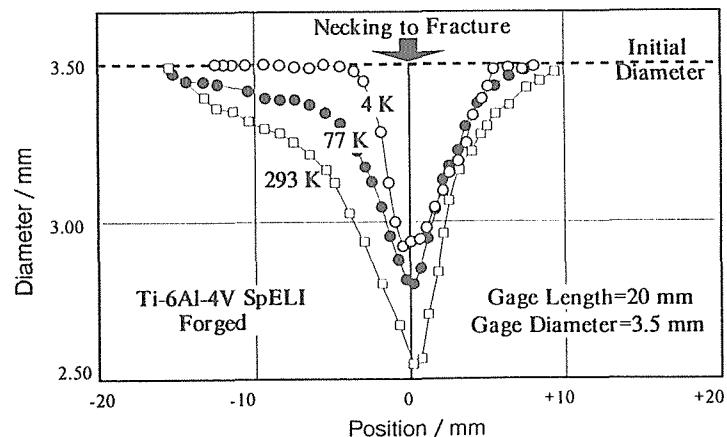


Fig. 5. Gage diameter distribution of the fractured tensile test pieces of forged Ti-6Al-4V SpELI alloy.

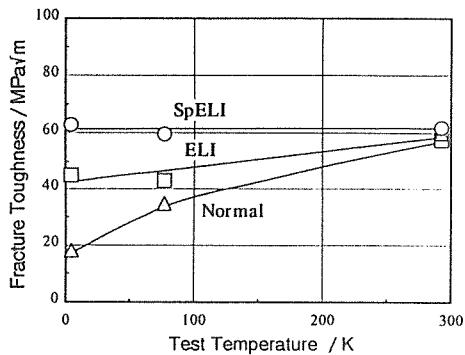
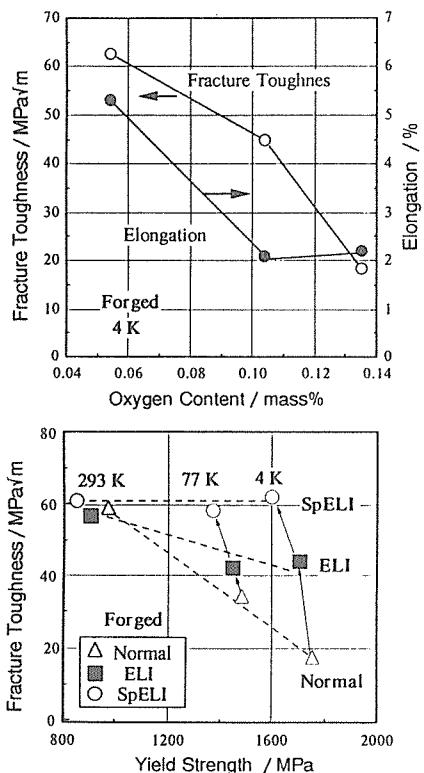
Fig. 6. Temperature dependence of fracture toughness,  $K_{Ic}(J)$ .

Fig. 7. Interrelationship between the fracture toughness of forged materials and other factors: (a) oxygen content and (b) yield strength. Elongation is also plotted in (a).

on the contrary, no drop is seen.

Compared with the Normal alloy, the fracture toughness of the SpELI alloy is only 2 MPa $\sqrt{m}$  (5% improvement) higher at 293 K but 45 MPa $\sqrt{m}$  (240% improvement) higher at 4 K. Thus the reduction of oxygen content brought about a remarkable improvement in the low temperature toughness of the Ti-6Al-4V alloy as demonstrated in Fig. 7(a). The elimination of iron in the SpELI alloy is believed to assist this improvement.<sup>6)</sup> The fracture toughness generally decreases inversely to an increase in the yield strength.<sup>3)</sup> Figure 7(b) shows the interrelationship between yield strength and fracture toughness for all the temperature data of three alloys. Either when the temperature varies in each alloy except the SpELI alloy or when the impurity varies in a given

temperature except 293 K, the fracture toughness decreases almost linearly with an increase in yield strength. In various types of Ti alloy, the slope of linear correlation is about  $-0.2$  at 4 K,<sup>3)</sup> which is also fitting for the present result. In this sense, it might be said that the fracture toughness at 4 K was improved by softening due to the reduction of oxygen content. But the same explanation cannot be made for the 293 K data. One evident conclusion is that the reduction of oxygen content depresses the deterioration of fracture toughness at low temperature. This is quite analogous to the effect of carbon in ferritic iron on the low temperature brittleness. However the fracture surfaces of all the materials were covered principally with small equiaxed dimples (several  $\mu\text{m}$  in diameter) at every temperature and no brittle failure occurred. Only Tobler reported an abrupt transition of fracture toughness at cryogenic temperatures in a Ti-6Al-4V ELI alloy<sup>5)</sup> and he explained it by a ductile-to-brittle transition without any evidence of brittle fracture. However, the fracture mode at cryogenic temperatures is not brittle and the abrupt transition is not a common phenomenon in Ti-6Al-4V alloys<sup>14)</sup> including the present alloys.

One evidence which may explain the effect of oxygen content on the fracture toughness is the increased crack propagation resistance with a decrease in oxygen content even at 293 K. The increment in  $J$ -integral per crack extension,  $\Delta J/\Delta a$ , estimated from  $R$ -curves in fracture toughness tests was 3.4, 10.3, and 17.9 MN/m<sup>2</sup> for the Normal, ELI, and SpELI at 293 K, respectively. The similar trend was also observed at 77 and 4 K. Horiya *et al.* explain the mechanism that an increase in crack extension resistance brings about an improvement in measured fracture toughness.<sup>15)</sup> However, how the crack extension resistance is enhanced by the reduction of oxygen content should be studied more in details.

The present result showed the reduction of oxygen content down to as low as 0.05 mass% brought about the excellent fracture toughness at 4 K as well as at RT. Less oxygen content is considered to be very hard to produce practically. If higher fracture toughness is required, how to increase the room temperature fracture toughness must be first considered. Heat treatments, *i.e.* optimized  $\beta$  treatments, yielded a high fracture toughness at 4 K of the same level at room temperature in Ti-6Al-4V alloys,<sup>14)</sup> however the improved fracture toughness did not depend much on the oxygen content. In Ti alloys, for example, the Charpy absorbed energy of over 100 J was introduced only when large equiaxed dimples (several 10  $\mu\text{m}$  in diameter) were major in the fracture surfaces.<sup>3)</sup> Hence, changing the fracture mode into more ductile one, although it has yet to be elucidated, may be a possible way to enhance the fracture toughness more.

### 3.4. High Cycle Fatigue Property

All the S-N curves obtained in the present study are described in Figs. 8 to 10. In these materials, two kinds of fatigue crack initiation site were observed. One was conventionally at the specimen surface, and the other was in the specimen interior. SEM photographs of the

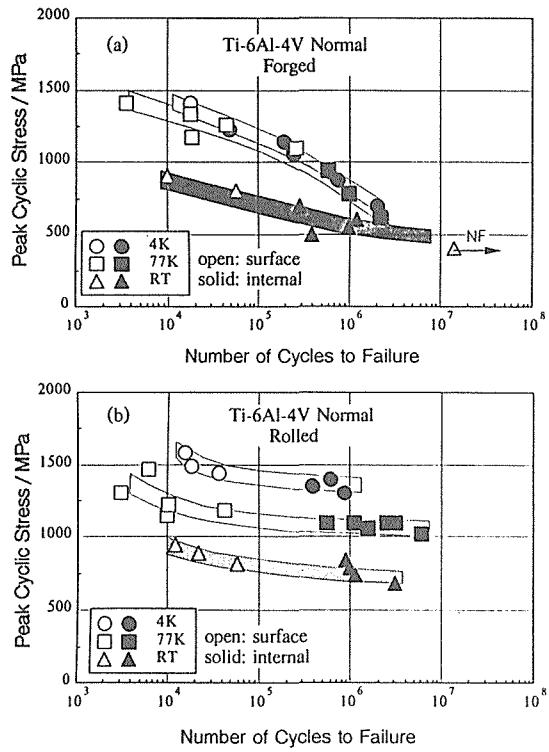


Fig. 8. S-N curves of Ti-6Al-4V normal alloys: (a) forged and (b) rolled.

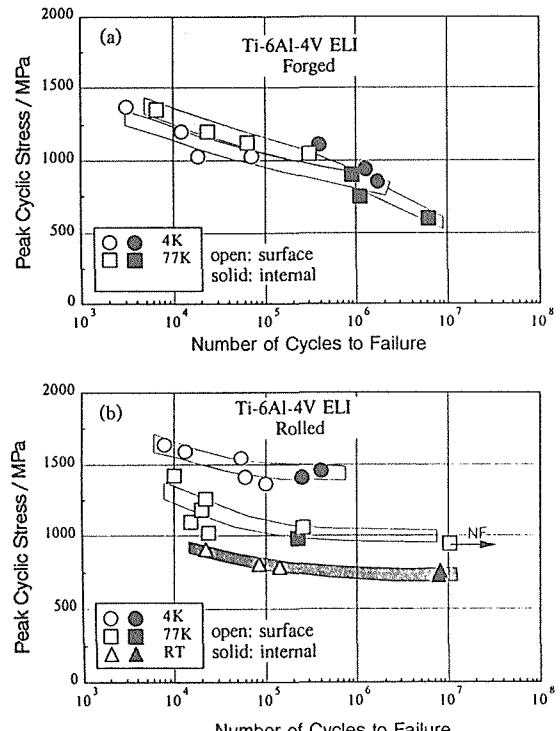


Fig. 9. S-N curves of Ti-6Al-4V ELI alloys: (a) forged and (b) rolled.

latter cases are presented in Fig. 11. In Figs. 8 to 10, therefore, the crack initiation sites are classified into "Surface" or "Internal". The internal fatigue crack initiation in the present alloys is discussed in details

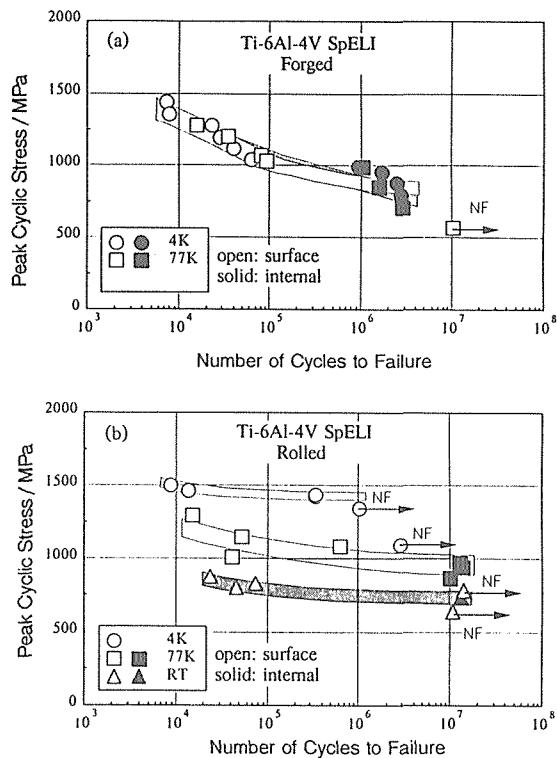


Fig. 10. S-N curves of Ti-6Al-4V SpELI alloys: (a) forged and (b) rolled.

elsewhere.<sup>16)</sup>

### 3.4.1. Effect of Test Temperature

Temperature decrease produced an increase in strength, and generally it is said that the fatigue strength is proportional to the tensile strength. Hence a simple analogy leads to a speculation that the fatigue strength is increased at lower temperature. It is obviously true for the rolled materials irrespective of the oxygen level; the S-N curves shift to higher stress level at lower temperature and they are almost parallel. In the forged materials, on the other hand, there is nearly no gap between the S-N curves at 77 and 4 K. The S-N curve at 293 K was obtained only for the Normal alloy. In the regime of shorter fatigue lives, some gap in the S-N curves is observed between 293 and 77 or 4 K, however the gap becomes narrower as the number of cycles to failure increases and the S-N curves are supposed to overlap at around 5 million cycles.

In Fig. 12, one million cycles fatigue strength (MFS) is plotted as a function of test temperature. As far as the MFS is concerned, the MFS increases with a decrease in temperature and the rolled material is superior to the forged material at all the temperatures. Especially at 4 K, the difference in the MFS between two materials is distinctly large.

### 3.4.2. The Effect of Strength Level

Ratio of yield strength to tensile strength was higher than 95% at all the temperatures for three alloys. Therefore, the interrelation between strength and MFS is described in terms of yield strength vs. MFS as in Fig. 13, since yield strength is one of the most important

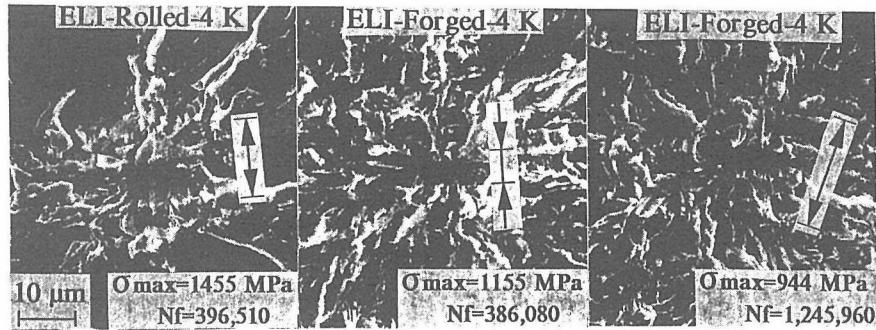


Fig. 11. SEM photographs of "Internal" fatigue crack initiation site for ELI alloy at 4 K.

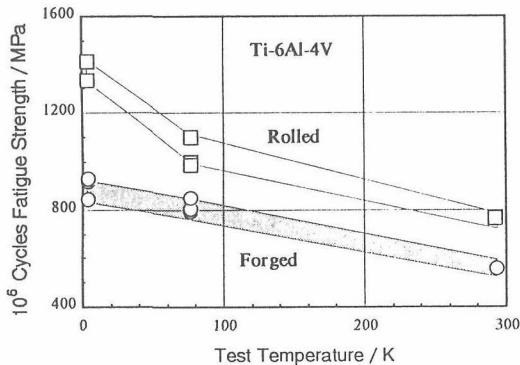


Fig. 12. One million cycles fatigue strength as a function of test temperature in the forged and the rolled materials.

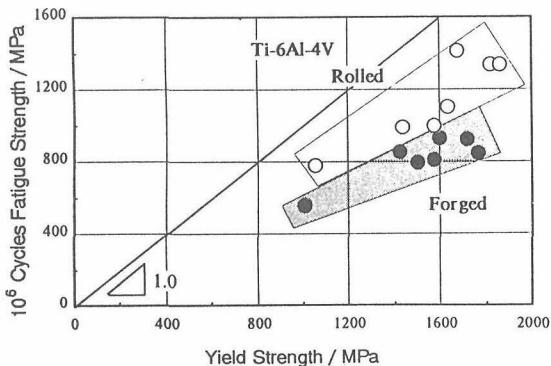
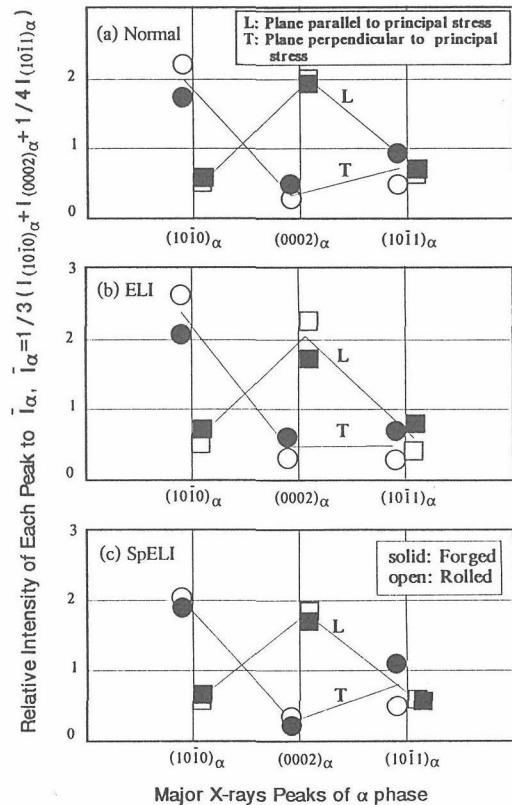


Fig. 13. Relationship between yield strength and one million cycles fatigue strength in the Ti-6Al-4V alloys.

measures in the selection of candidate materials. Anyway almost the same plotting was done when the tensile strength was taken as an X-axis.

As seen in Fig. 13, the plots form two separate groups when the processing is taken as a parameter. In other words, the MFS of the rolled material is higher than that of the forged material at a given yield strength. Roughly speaking, either in the rolled material or in the forged material, the MFS is proportional to the yield strength over the temperature range investigated. And the dependence of MFS on yield strength is less in the forged material than in the rolled material. This corresponds to the above-mentioned result in Fig. 12. Although more detailed comparison leads to a different conclusion that at 4 K the SpELI alloys having the lowest yield strength

Fig. 14. X-rays relative intensities of major peaks of  $\alpha$  phase.

showed the higher MFS than other two alloys, this is considered to be no major concern except the fact that the SpELI alloy had the maximum MFS at 4 K.

### 3.4.3. Microstructural Factors and Fatigue Strength

Sommer *et al.* said that in the textured Ti-6Al-4V alloys the alternating stress parallel to c-axis introduced longer fatigue lives than that perpendicular to c-axis.<sup>17)</sup> The alloys investigated here were also highly textured. Fig. 14 shows the simplified X-rays analysis of texture, namely X-rays intensities of three major peaks from prismatic plane, (1010)<sub>α</sub>, basal plane, (0002)<sub>α</sub>, and pyramidal plane, (1011)<sub>α</sub> are shown in relative ratios to normalized total intensity,

$$I_{\alpha} = \frac{1}{3}(I_{(1010)\alpha} + I_{(0002)\alpha} + \frac{1}{4}I_{(1011)\alpha})$$

This equation is based on the assumption that the ratio of the intensities is equal to 1:1:4 where the calculated

ratio is 23.2:25.0:100 for pure-Ti (Cu-K $\alpha$ ). Therefore the maximum of relative intensity,  $I/I_{\alpha}$ , is 3.0 and the larger  $I/I_{\alpha}$  shows the more preferred orientation. From Fig. 14, it is concluded that all the materials have the similarly textured microstructure in which the prismatic plane is perpendicular and the basal plane is parallel to the principal stress, that is, the  $c$ -axis perpendicular to the principal stress. And the texture is further accentuated in the rolled materials. Hence the difference in fatigue strength between the forged and the rolled materials can not be explained in terms of texture.

As explained earlier, a significant difference between the forged material and the rolled one was observed not in the primary  $\alpha$  grain size itself, but in their morphology of primary  $\alpha$  grains. The internal initiation site in the rolled material was globular and its size was several  $\mu\text{m}$  in diameter (Fig. 11(a)). In the forged material, the site was composed of elongated facets and the width of each facet was also several  $\mu\text{m}$  (Figs. 11(b) and 11(c)). The features of each facet correspond to those of primary  $\alpha$  grain both in the rolled material and the forged one.

The comparison of Figs. 11(a) and 11(b) demonstrates the internal cracking at lower stress level at 4 K in the forged material than in the rolled one with similar numbers of cycles for the ELI alloy. And in the forged one, the internal cracking occurs at further lower stress and the site size becomes larger (Fig. 11(c)). Some reported that finer primary  $\alpha$  grain size produced higher fatigue strength.<sup>18)</sup> In the forged material, the primary  $\alpha$  grains in a colony are believed to be crystallographically aligned and act as a single path for dislocation moving.<sup>19)</sup> In that case, the mean slip length becomes several times of primary  $\alpha$  grain width in the forged material. In the rolled material, on the other hand, the mean slip length is considered to be of an order of single primary  $\alpha$  grain size. Accordingly, the forged material has a longer slip length than the rolled material, which may introduce higher stress localization and easier crack initiation at the same applied stress and this leads to lower fatigue strength.

From these consideration, it is concluded that the significant difference in the fatigue strength was caused by the morphological change in their microstructure. In other words, the globular  $\alpha$  grain microstructure produces a higher fatigue strength than the microstructure in which plate-like or elongated  $\alpha$  grains of the same size form "colonies".

#### 4. Summary

The effects of oxygen level and forming process on cryogenic mechanical properties were investigated for Ti-6Al-4V alloys. The oxygen level was nominally 0.05, 0.10, and 0.15 mass%, and each alloy was called Normal, ELI (abbreviating extra-low-interstitials), and SpELI (special ELI) alloy, respectively. The alloys were prepared both in the as-forged material and in the rolled material.

(1) Mean primary  $\alpha$  grain size of the SpELI alloy

was smallest. Although rolling did not always produce the finer  $\alpha$  grain size, the process changed the morphology of  $\alpha$  grains. Namely the globular grains were obtained in the rolled material in place of plate-like  $\alpha$  grains forming "colony" in the forged one.

(2) Both yield and tensile strengths increased with a decrease in temperature. The oxygen content dependence of yield strength surpassed the grain size dependence. The SpELI alloy had much better ductility at 4 K than other two.

(3) Fracture toughness was also highly dependent on the oxygen content. Reduction of oxygen suppressed the drop of low temperature fracture toughness. In the SpELI alloy, the fracture toughness was in the same level at all the temperatures.

(4) The fatigue strength of the rolled material was superior to that of the forged one especially at 4 K. At a given strength level, the former was higher than the latter over the temperature range investigated. This is believed to be ascribed to the difference in  $\alpha$  grain morphology.

#### RÉFÉRENCES

- 1) K. Yoshida, H. Nakajima, K. Koizumi, M. Shimada, Y. Sanada, Y. Takahashi, E. Tada, H. Tsuji and S. Shimamoto: Austenitic Steels at Low Temperatures, Plenum Press, New York, (1983), 29.
- 2) K. Hirano: New Aspects of Non-magnetic Steels, ISIJ, Tokyo, (1990), 85.
- 3) K. Nagai and K. Ishikawa: *Tetsu-to-Hagané*, 75 (1989), 29.
- 4) K. Nagai, T. Ogata, T. Yuri, K. Ishikawa, T. Nishimura, T. Mizoguchi and Y. Ito: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, 27 (1987), 376.
- 5) R. L. Tobler: Cracks and Fracture, ASTM STP 601, ASTM, (1976), 346.
- 6) R. G. Broadwell and R. A. Wood: *Mat. Res. Standards*, 4 (1964), 549.
- 7) J. C. Christian, A. Hurlich, J. E. Chafey and J. F. Watson: *Proc. ASTM*, 63 (1963), 578.
- 8) J. C. Chesnutt and J. C. Williams: *Metall. Trans.*, 8A (1977), 514.
- 9) ASM Metals Reference Book, ASM, Ohio, (1983), 385.
- 10) K. Nagai, T. Yuri, T. Ogata and K. Ishikawa: Cryogenic Materials '88, Vol. 2, ICMC, Boulder, (1988), 901.
- 11) T. Ogata, K. Ishikawa, K. Nagai, K. Hiraga, Y. Nakasone and T. Yuri: *Tetsu-to-Hagané*, 71 (1985), 236.
- 12) H. Suenaga, Y. Kohsaka and C. Ouchi: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, 26 (1986), 149.
- 13) K. Shibata: *Tetsu-to-Hagané*, 75 (1989), 213.
- 14) K. Nagai, K. Hiraga, T. Ogata and K. Ishikawa: *Trans. Jpn. Inst. Met.*, 26 (1985), 405.
- 15) T. Horiya, H. G. Suzuki and T. Kishi: *Tetsu-to-Hagané*, 75 (1989), 151.
- 16) O. Umezawa, K. Nagai and K. Ishikawa: *Tetsu-to-Hagané*, 76 (1990), 118.
- 17) A. Sommer, M. Creager, S. Fujishiro and D. Eylon: Titanium and Titanium Alloys, Scientific and Technological Aspects, ed. by J. C. Williams and A. F. Belov, Plenum Press, New York and London, (1982), 1863.
- 18) J. J. Lucas and P. P. Konieczny: *Metall. Trans.*, 2 (1971), 911.
- 19) R. Brown: Fracture and Fatigue, Elasto-Plasticity, Thin Sheet and Micromechanisms Problems, Proc. the 3rd Colloquium on Fracture, Ed. by J. C. Radon, Pergamon Press, London, (1980), 371.

## 技術報告

## A286 合金溶接材の4Kおよび300Kにおける機械的性質と低サイクル疲労強度

平賀啓二郎<sup>\*</sup>・緒形俊夫<sup>\*2</sup>・長井 寿<sup>\*2</sup>・由利哲美<sup>\*</sup>  
石川圭介<sup>\*2</sup>・吉岡純夫<sup>\*3</sup>・井上彰夫<sup>\*4</sup>・高柳貞敏<sup>\*5</sup>

Mechanical Properties and Low Cycle Fatigue Strength at 4 and 300 K of Welded Alloy A286

Keijiro HIRAGA, Toshio OGATA, Kotobu NAGAI, Tetsumi URI,  
Keisuke ISHIKAWA, Sumio YOSHIOKA, Akio INOUE and Sadatoshi TAKAYANAGI

## Synopsis:

The tensile, Charpy impact and fatigue properties of TIG welded alloy A286 have been investigated at 4 and 300 K. The base material was forged plates of 35 mm thick of electroslag remelted A286 in which the composition of minor elements such as C, Si and B was tightly controlled. The plates were welded by using A286 filler metal without fusion zone hot cracking and HAZ fissuring except for a small amount of micro-defects dispersed in the weld metal. The yield and tensile strengths, ductility and fatigue strength of the weldment were lower than those of the base material owing to strain localization at the softened weld metal zone. The post-weld heat-treatment which consists of homogenization followed by aging restored the lowered strengths, ductility and the fatigue strength of notched specimen near to those of the base material. The absorbed energy at 4 K of the base material, weldment and heat-treated weldment was almost the same, about 60 J. Though the micro-defects in the weld metal slightly decreased the ductility and absorbed energy, they did not cause any harmful effects on the yield and tensile strengths of the weldment and heat-treated weldment. The fatigue strength of smooth specimens after the post-weld heat-treatment was, however, sensitive to the size or the number of the micro-defects and the S-N data were dispersed among those for the smooth specimens of the base material at 4 and 300 K.

**Key words:** iron-base superalloy; weld; post-weld heat-treatment; mechanical property; low cycle fatigue; liquid helium temperature.

## 1. 緒 言

近年、超電導を利用する極低温機器の開発プロジェクトの進展に伴つて、使用する構造材料の高強度化が強く求められている<sup>1)2)</sup>。このため、従来から多用されてきたSUS304LおよびSUS316Lに代わる高強度合金として、 $\gamma'$ 強化型鉄基合金であるA286および窒素強化型合金が有力視されている<sup>2)~5)</sup>。前者は、後者よりも室温強度の高いことが特徴であり、室温から極低温に至る大きな温度勾配を有す部材、ないしは設計上の要請から室温強度も重視される部材に適しているため、超電導發

電機の回転子や核融合実験炉用マグネットの支持材の有力候補材料と見なされている<sup>2)~5)</sup>。

しかしながら、A286合金は耐熱材料として使用されてきたため、極低温下での使用に際して不可欠な機械的諸性質についてのデータが乏しい。また、極低温機器の大型化とともに各種部材を溶接によって構築することが不可避となる趨勢にあるが、本合金は溶接構造材料としての実績が少なく、特に極低温での溶接材の特性はほとんど明らかにされていない。

したがつて本研究ではA286合金の厚板材を対象として、母材および溶接材の室温と液体ヘリウム温度にお

昭和61年4月本会講演大会にて発表 昭和61年10月3日受付 (Received Oct. 3, 1986)

\* 金属材料技術研究所筑波支所 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen  
Sakura-mura 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)

\*3 三菱電機(株)中央研究所 工博 (Central Research Laboratory, Mitsubishi Electric Corp.)

\*4 三菱電機(株)中央研究所 (Central Research Laboratory, Mitsubishi Electric Corp.)

\*5 三菱電機(株)神戸製作所 (Kobe Works, Mitsubishi Electric Corp.)

ける引張り性質、シャルピー衝撃特性ならびに低サイクル疲労特性を調べ、極低温用高強度材料としての本合金の特性について明らかにすることを目的とした。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

電気炉で 20 t インゴットに大気溶解の後、エレクトロスラグ再溶解 (ESR) を施した A286 合金の鍛造材 (板厚 35 mm、鍛造比 2.7) を供試材とした。Table 1 に供試材の化学分析値を ASTM 規格ならびに文献<sup>5)-9)</sup> 中の市販材のそれと比較して示す。本研究の供試材では、溶接時の溶着金属割れや熱影響部割れを促進するとされる C, Si および B<sup>10),11)</sup> を低減させてあるのが特徴である。

熱処理は ASTM 規格に準拠し、 $50 \text{ Kh}^{-1}$  の速度で 1253 K に昇温して 2 h 保持後水冷した。引き続き先と同様の速度で 998 K に昇温後、16 h 時効して炉冷した。時効した供試材の表面を研削して Fig. 1 に示す開先加

工を施し、2 mmφ 共金溶接棒 (Table 1) を用いて TIG 溶接を行った。溶接条件は、20 V, 100 A, 溶接速度  $1.7 \text{ mm s}^{-1}$  であり、Ar をシールドガスとした。施工に当たっては、表側を板厚の 1/2 まで 22~25 パスで溶接して裏ハツリの後、裏側を 15 パス溶接し、引き続き表側を溶接して表側の合計を 57 パスとした。溶接時の層間温度は 423 K 以下である。溶接終了後、染色浸透探傷、超音波探傷および X 線透過探傷を行つた。

溶接した板材の半数には、溶接部の強度回復を目的として、母材に対するのと同様の溶体化と時効を溶接後熱処理<sup>12)</sup> として施した。したがつて以下で対象とするのは、母材 (B), 溶接材 (W) ならびに溶接・熱処理材 (HW) の 3 種であり、以後 ( ) 中に示した記号で略記する。これらより採取した引張試験片、シャルピー衝撃

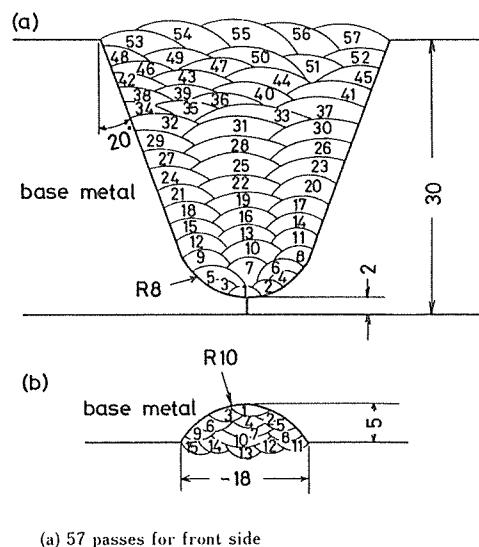
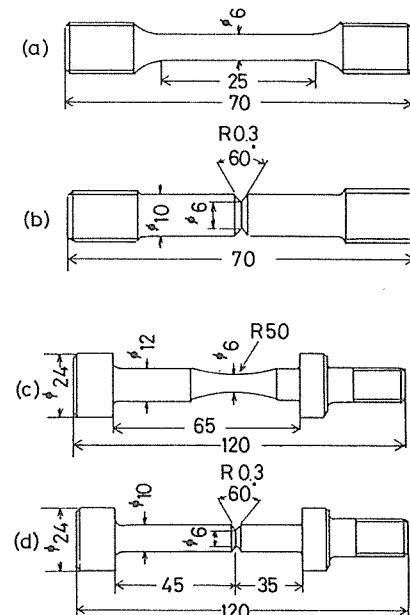


Fig. 1. Edge shape and build-up sequence for TIG welding.  
 (a) 57 passes for front side  
 (b) 15 passes for back weld after back chipping



(a) Smooth tensile specimen  
 (b) Notched tensile specimen  
 (c) Hourglass shaped smooth fatigue specimen  
 (d) Notched fatigue specimen  
 The elastic stress concentration factor  $K_I$  for (b) and (d) is 2.99.

Fig. 2. Specimen configurations (mm).

Table 1. Chemical compositions of base material and filler metal. ASTM designation for A 638 Grade 660 and composition range of A 286 used in previous reports are also shown (wt%).

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Al	Ti	B
Base material	0.016	0.11	1.19	0.005	0.003	25.59	14.37	1.44	0.24	0.26	2.04	0.0003
Filler metal	0.014	0.09	1.19	0.015	0.004	25.67	14.31	1.23	0.25	0.27	2.14	—
Previous reports	0.04 0.06	0.40 0.70	0.01 1.20	0.01 0.018	0.001 0.012	24.9 26.8	14.2 15.1	1.2 1.44	0.22 0.27	0.16 0.34	2.00 2.33	0.005 0.008
ASTM A 638 Grade 660	<0.08	<1.00	<2.00	<0.040	<0.030	24.00 27.00	13.50 16.00	1.00 1.50	0.10 0.50	<0.35 2.35	1.90 0.010	0.0010 0.010

試験片および疲労試験片の形状をFig. 2に示す。切欠試験片の切欠部の応力集中係数は2.99である<sup>13)</sup>。WおよびHW材では、平滑部ないし切欠部の中心を溶接ビードの中心と一致させ、かつ試験片の長軸が溶接方向と垂直になるようにした。

## 2・2 試験方法

引張試験は容量100tの万能試験機を用い、300KではJIS Z 2241に従つて、0.2%耐力までひずみ速度 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 、その後破断まで $(5 \sim 10) \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ にて行つた。4Kでは、変形に伴う発熱の影響<sup>14)</sup>を極力小さくするため、0.2%耐力までは $(3 \sim 6) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 、その後は $(5 \sim 15) \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ とした。シャルピー試験には容量300Jの試験機を用い、4Kでの試験は別報<sup>15)</sup>の方法によつた。

低サイクル疲労試験は、300Kでは容量±10t、または4Kでは閉ループ式極低温疲労試験装置<sup>16)</sup>に付属の容量±5tの油圧サーボ型試験機を使用し、荷重制御完全片振り引張り(応力比=0)のもと、繰返し速度0.5Hzの正弦波形を用いて行つた。

このほか、WおよびHW材のマクロおよびミクロ組織の観察を行い、溶接部(溶着金属と熱影響部)のビッカース硬さ分布を荷重98N、荷重保持時間15sの条件で測定した。また、それぞれの試験片の破断面を走査型電顕とエネルギー分散型X線分析装置(EDAX)によつて観察した。

## 3. 実験結果および考察

### 3・1 組織

非破壊検査とマクロ組織観察の結果、W材とHW材の溶接部に溶着金属割れ、熱影響部割れおよび接後熱処理による再熱割れなどの欠陥は検出されなかつた。ただし光顕観察では、デンドライト状組織を呈す溶着金属

(W材)と溶接後熱処理によって再結晶した同部位(HW材)に、長さないし直径が数10μm程度の微小欠陥が少数散在していることが認められた(Photo. 1)。W材とHW材の母材部は、平均結晶粒径が約70μmの等軸組織であり、TiCを主体とする粗大粒子<sup>17)</sup>が分散しているが、その量は一般の市販材<sup>9)</sup>に比べて少ない。

Fig. 3に溶接部の硬さ分布を示す。W材の溶接部では $\gamma'$ による析出強化が失われるため、母材部との間に70~100HVの硬度差を生ずる。溶接後熱処理はこのような硬度差の解消に有効である。

### 3・2 引張性質およびシャルピー衝撃特性

Table 2にB材、W材およびHW材の引張性質とシャルピー吸収エネルギーを示す。それぞれの特性値は同一条件で試験した3点(引張り)ないし4点(シャルピー)のデータの平均値である。

300KにおけるB材の強度は窒素強化型合金<sup>3)4)18)</sup>の約1.5倍(引張強さ)~2倍(0.2%耐力)高い。また、4Kへの冷却によつて強度が増大しても、伸びは300K

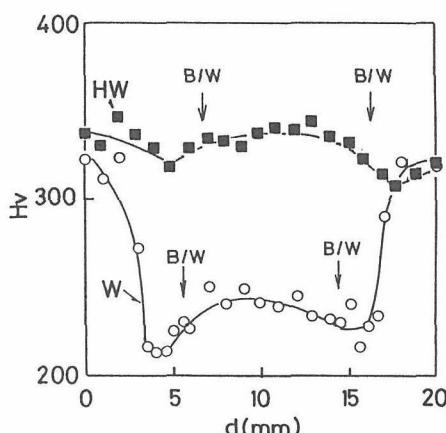


Fig. 3. Vickers hardness profiles for weldment and heat-treated weldment.



(a) Base metal (b) Weld metal (c) Recrystallized weld metal containing micro-defects. The micro-defects in (b) and (c) are arrowed.

Photo. 1. Optical micrographs of base and weld metal regions.

Table 2. Tensile and Charpy impact properties at 4 and 300 K of base material(B), weldment(W) and heat-treated weldment(HW).

Material	<i>T</i> (K)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	$\sigma_B$ (MPa)	$\epsilon$ (%)	$\varphi$ (%)	$\sigma'_B$ (MPa)	$\sigma'_B/\sigma_B$	$vE$ (J)
B	300	708	1 069	29.7	42.9	1 647	1.54	60.2
	4	932	1 548	45.7	37.7	2 000	1.29	58.1
W	300	611	724	15.1	34.5	1 261	1.74	102.0
	4	790	1 184	22.9	34.1	1 862	1.57	58.1
HW	300	665	1 033	31.1	47.8	1 481	1.43	55.2
	4	830	1 424	40.1	46.2	1 947	1.37	62.1

*T*: Temperature  $\sigma_{0.2}$ : 0.2% yield strength  $\sigma_B$ : Tensile strength

$\epsilon$ : Total elongation  $\varphi$ : Reduction of area

$\sigma'_B$ : Notch tensile strength  $\sigma'_B/\sigma_B$ : Notch tensile strength ratio

$vE$ : Absorbed energy

での値を上回り、吸収エネルギーはほとんど変化しない。B 材の強度と吸収エネルギーは A286 合金の既存データ<sup>3)5)6)17)~19)</sup>の中で平均的な位置を、また延性はその上限近傍の位置を占めている。粒内の分散粒子の生成に関与する C や Si<sup>17)20)</sup>の低減と ESR が B 材の延性向上にも寄与すると考えられる。

W 材の強度は B 材の 70~85% 程度の値まで減少し、伸びも低下する。これは、試験片の平行部の全長(25 mm)よりも短い溶接部(約 15 mm)に変形が集中すること<sup>7)21)</sup>によると判断される。ただし W 材の 0.2% 耐力は、焼鈍した SUS316L などの単相オーステナイト合金のそれが約 300 MPa(300 K)~550 MPa(4 K)である<sup>3)18)19)</sup>のに比べ、かなり高い。W 材の溶接部には、 $\gamma'$ による析出強化が消失しても、固溶状態の Ti, Mo および V による強化<sup>22)</sup>の働くことがその原因と考えられる。HW 材では、溶接後熱処理によって溶接部と母材部の強度差がほぼ消失する(Fig. 3)ため、変形が均一化し、強度と伸びは B 材の水準近傍まで回復している。

各試験片の破面はいずれも延性粒内破面を呈していたが、W 材と HW 材の試験片の一部には Photo. 1 の微小欠陥に対応する小ボイドが観察された。欠陥の観察された W 材では、伸びと絞りが数%(4 K, 300 K)ないし吸収エネルギーが 10(4 K)~20 J(300 K)低く、同じく HW 材では伸びが 5%ないし吸収エネルギーが 15 J(300 K)低くなる場合が認められた。しかし、W 材および HW 材の 0.2% 耐力と引張強さ(4 K, 300 K)、ならびに HW 材の伸び(300 K)、絞り(4 K, 300 K)および吸収エネルギー(4 K)には欠陥の有無による相違が認められなかつた。したがつて微小欠陥は、延性と衝撃特性を低下させる場合があつてもその程度は小さく、強度の低下因子にはならないと判断される。

### 3・3 低サイクル疲労特性と破面

疲労試験に当たつては、Table 2 に示した強度を参照

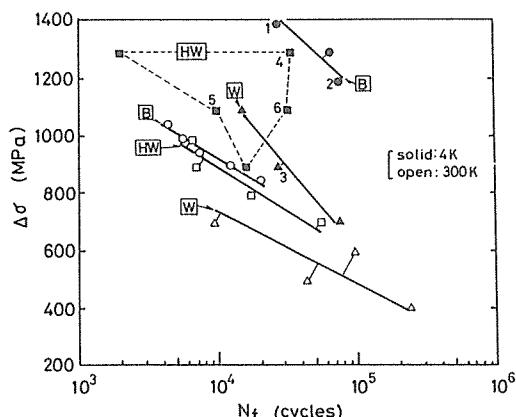


Fig. 4. S-N plots for smooth specimens.

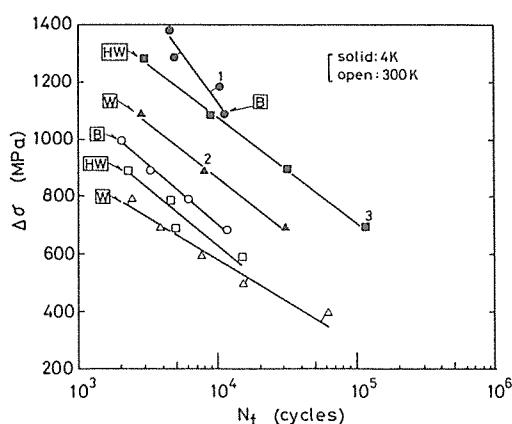


Fig. 5. S-N plots for notched specimen.

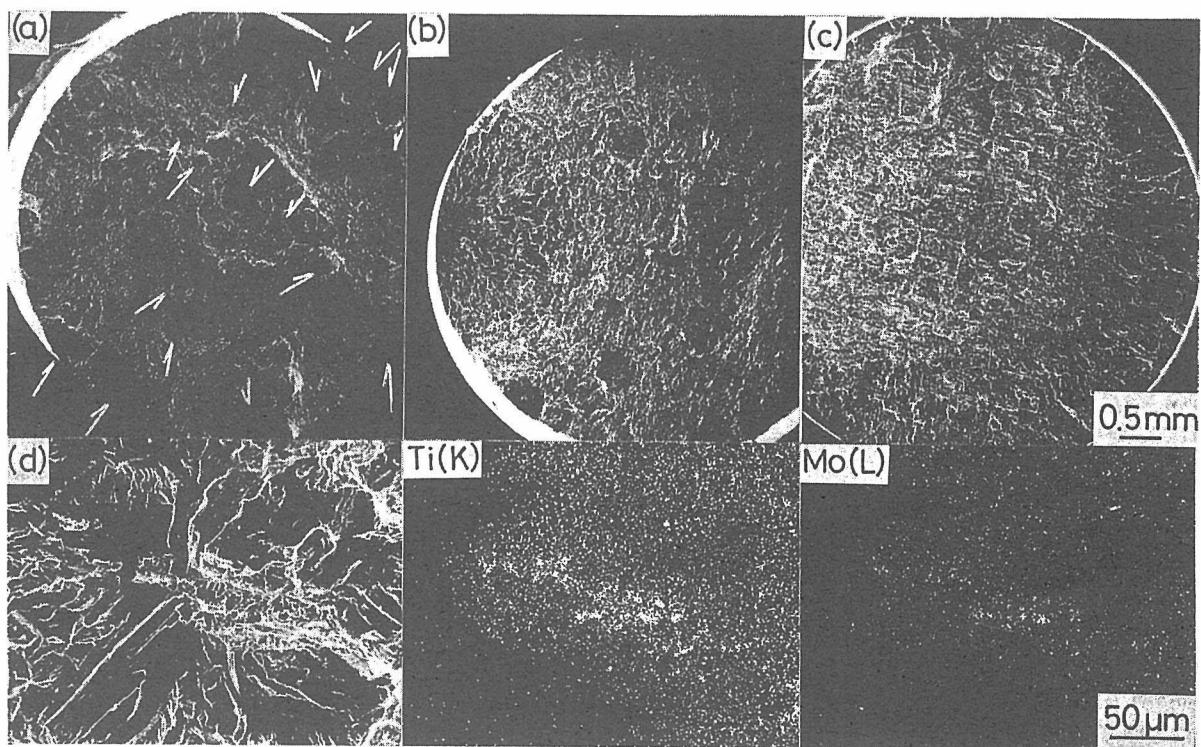
し、破断繰返し数( $N_f$ )が  $10^3$ ~ $10^5$  回領域となるように応力範囲( $\Delta\sigma$ )を設定した。得られた S-N 線図を Fig. 4 と 5 に、またこれらを次式によって直線回帰解析した結果を Table 3 に示す。

$$\log N_f = \alpha + \beta \Delta\sigma$$

ここで  $\alpha$  と  $\beta$  は定数である。

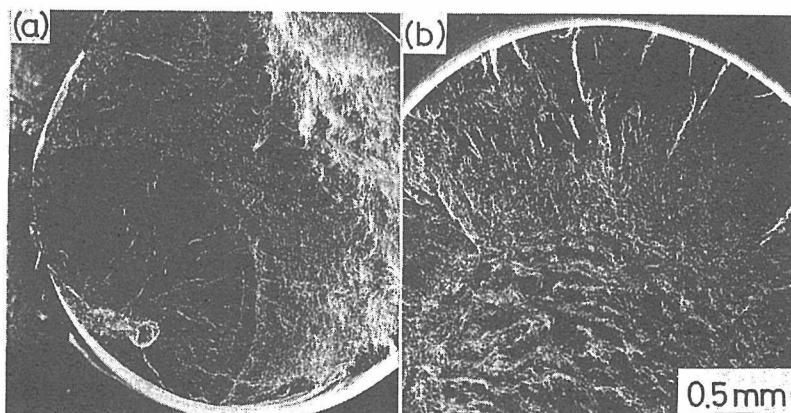
#### 3・3・1 母材(B)

平滑および切欠試験片とも 4 K における S-N 線図は 300 K のそれよりも著しく高応力側に移行する。Photo. 2 は 4 K における破面の典型例である。平滑試験片の場合、 $\Delta\sigma$  が引張強さに近い(a)では疲労き裂の発生点が多数散在している。より低  $\Delta\sigma$  側では、き裂は試料表面に近い部位のほぼ 1箇所に発生し、これが成長して破断に至つている(b)。それぞれのき裂発生点には、矢印で示したような Ti と Mo による粒状の特性 X 線像が散在している。B 材では粒内に分散した粗大な MC ないし  $M_{23}C_6$  型炭化物<sup>20)</sup>がき裂発生サイトになると考えられる。(a)の場合は荷重の設定時にこれらの粒子が破碎して多数のき裂発生サイトを与えたと判断される。一方、



(a) Smooth specimen (#1 in Fig. 4,  $\Delta\sigma=1373$  MPa) Many fatigue cracks were nucleated as shown by arrows.  
 (b) Smooth specimen (#2 in Fig. 4,  $\Delta\sigma=1177$  MPa)  
 (c) Notched specimen (#1 in Fig. 5,  $\Delta\sigma=1177$  MPa)  
 (d) A typical nucleation site of fatigue cracks shown in (a) and characteristic X-ray image taken by using Ti(K) and Mo(L) radiation.

Photo. 2. SEM micrographs for the fatigue specimens of base material tested at 4 K.



(a) Smooth specimen (#3 in Fig. 4,  $\Delta\sigma=883$  MPa), showing a little defect at the fatigue crack  
 (b) Notched specimen (#2 in Fig. 5,  $\Delta\sigma=883$  MPa) No defects

Photo. 3. SEM micrographs for the fatigue specimens of weldment tested at 4 K.

切欠試験片では疲労き裂が切欠底に沿つて円周状に発達しており、切欠底近傍の応力集中部に散在する複数の粗大粒子がほぼ同時にき裂発生サイトとして働いたと考えられる。

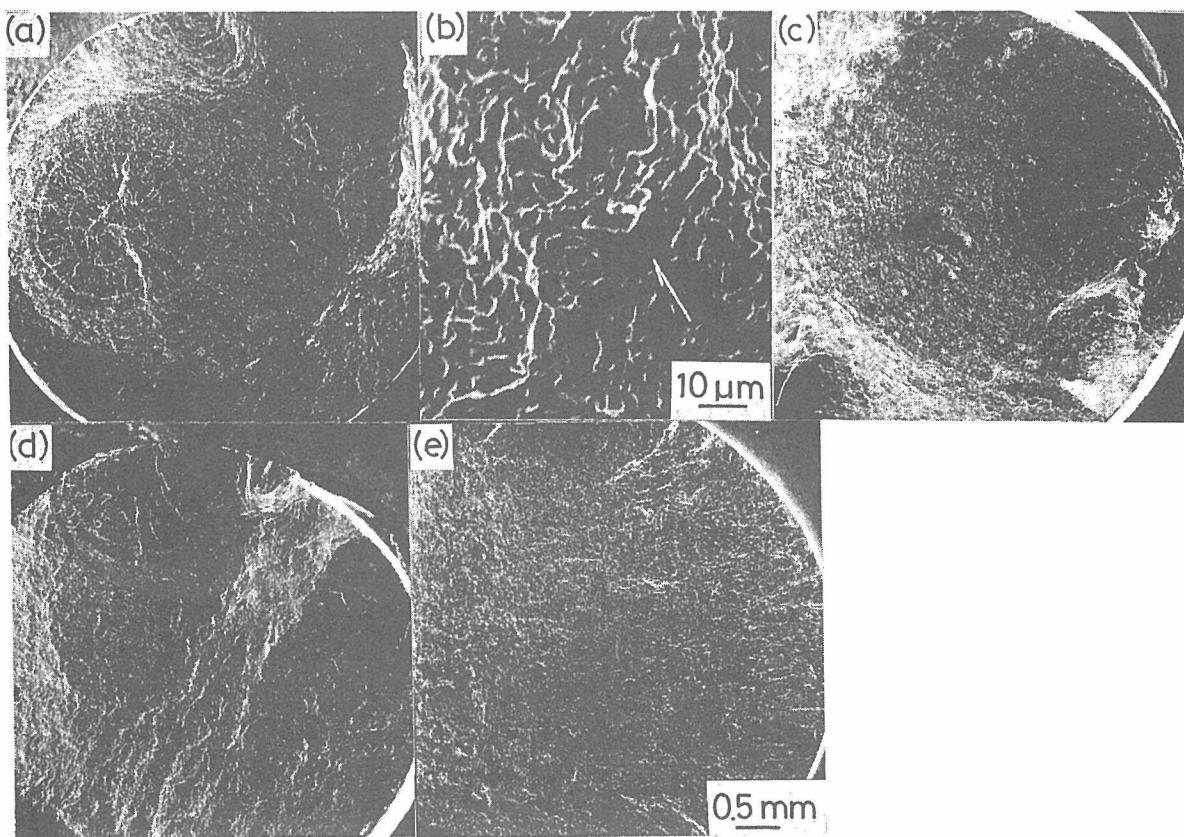
### 3・3・2 溶接材(W)

平滑および切欠試験片の S-N 線図はB材のそれぞれの線図よりも低応力側に位置している。W材の場合も、温度低下による強度の上昇とともに、線図は高応力側に移行する。Photo. 3 に破面の典型例を示す。平滑試験

片の1部では、疲労き裂面内に Photo. 1 と対応する小欠陥が認められ、これらがき裂発生サイトになると判断された。切欠試験片の破面形状はB材と同様で、欠陥はほとんど認められなかつた。

### 3・3・3 溶接・熱処理材(HW)

切欠試験片の S-N 線図は、温度低下によって高応力側に移行し、かつ 4K, 300K の場合とも W材のそれよりも高応力側に位置している。すなわち、切欠試験片では溶接後熱処理と温度低下による強度上昇が疲労特性の



(a) Smooth specimen (#4 in Fig. 4,  $\Delta\sigma = 1275 \text{ MPa}$  and  $N_f = 34828$  cycles)  
 (b) Nucleation site of the crack in (a) A very small void are observed  
 (c) Smooth specimen (#5 in Fig. 4,  $\Delta\sigma = 1079 \text{ MPa}$  and  $N_f = 9845$  cycles)  
 (d) Smooth specimen (#6 in Fig. 4,  $\Delta\sigma = 1079 \text{ MPa}$  and  $N_f = 31907$  cycles)  
 (e) Notched specimen (#3 in Fig. 5,  $\Delta\sigma = 686 \text{ MPa}$ ) No defects

Photo. 4. SEM micrographs for the fatigue specimens of heat-treated weldment tested at 4 K.

向上に反映される。一方、平滑試験片の場合、300KではB材に近い特性を示すが、4Kでは強度上昇に見合った疲労特性の向上が必ずしも得られていない。4Kでの測定期点はB材平滑試験片の4Kと300Kの線図の中間領域に分散し、 $N_f$ と $\Delta\sigma$ は一定の関係を示さない。

Photo. 4 に破面観察結果を示す。B材と同水準の特性を示した平滑試験片(a)では、き裂発生点に直径10 μm程度の微小ボイド(b)が認められるのみで、目立った欠陥は存在しない。これに対し、S-N線図上でB材よりも低 $\Delta\sigma$ -低 $N_f$ 側に位置する平滑試験片では、(c)および(d)のような欠陥が観察され、その数ないし寸法が大きな場合ほど、同一の $\Delta\sigma$ に対して $N_f$ の小さくなる傾向が認められた。

(d)では2箇所の欠陥からき裂が発生しているが、両者の相対位置は試料軸方向に約1.5 mmずれている。この例に限らず、W材とHW材の平滑試験片では、き裂の発生と成長の場が平滑部の最小断面部に限定されず、

最小断面部近傍の欠陥を含んだ長さ2~3 mmの擬円筒状領域がその対象となることが認められた。HW材切欠試験片の破面の様相はBおよびW材と同様である(e)。破面内に欠陥はほとんど観察されず、 $N_f$ が分散しなかつたことと対応している。

### 3・4 疲労特性と引張強さとの相関

B材、W材およびHW材について疲労強度の相互比較を行うため、 $N_f$ が $2 \times 10^4$ 回の場合の、疲労強度( $\Delta\sigma_0$ )と切欠係数( $K_f$ : 平滑試験片の $\Delta\sigma_0$ /切欠試験片の $\Delta\sigma_0$ )をTable 3と(1)式を用いて求めた(Table 4)。ここで対象とした $N_f$ の値は、超電導発電機の回転子の場合に、起動-停止に伴う大きな負荷応力に対する疲労寿命として、 $10^3$ ~ $10^4$ 回が想定されていることを考慮して選んだ。

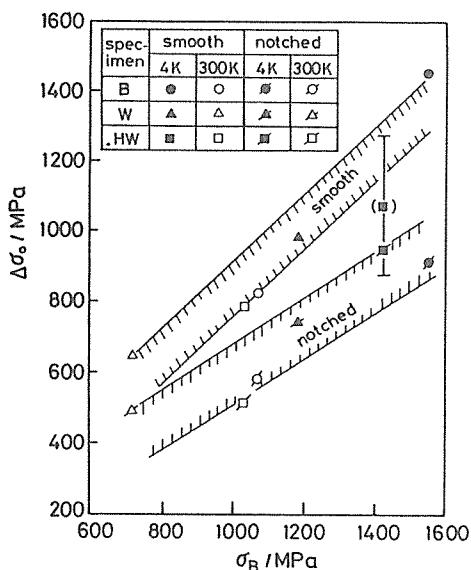
Fig. 6 に、Table 4 の $\Delta\sigma_0$ を引張強さに対してプロットして示す。データの分散したHW材平滑試験片の4Kでの場合を除き、両者の間には強い相関が認めら

Table 3. Linear regression analysis for the S-N curves shown in Fig. 4 and 5.

Material		T(K)	$\alpha$	$\beta$
Smooth	B	300 4	7.09 7.57	$-3.39 \times 10^{-3}$ $-2.25 \times 10^{-3}$
	W	300 4	6.87 6.06	$-3.96 \times 10^{-3}$ $-1.77 \times 10^{-3}$
	HW	300 4	6.85 —	$-3.22 \times 10^{-3}$ —
Notched	B	300 4	5.74 5.64	$-2.48 \times 10^{-3}$ $-1.46 \times 10^{-3}$
	W	300 4	6.01 6.28	$-3.47 \times 10^{-3}$ $-2.65 \times 10^{-3}$
	HW	300 4	5.60 6.90	$-2.56 \times 10^{-3}$ $-2.71 \times 10^{-3}$

Table 4. Fatigue strength  $\Delta\sigma_0$  and notch factor  $K_f$  at  $2 \times 10^4$  cycles.

Material	T (K)	Fatigue strength		Notch factor $K_f$
		Smooth specimen $\Delta\sigma_0$ (MPa)	Notched specimen $\Delta\sigma_0$ (MPa)	
B	300 4	824 1451	581 918	1.42 1.58
W	300 4	649 992	493 746	1.32 1.33
HW	300 4	791 —	508 958	1.56 —

Fig. 6. Fatigue strength at  $2 \times 10^4$  cycles as a function of tensile strength.

れる。すなわち、平滑試験片と切欠試験片の  $\Delta\sigma_0$  は、溶接部と溶接後熱処理の有無および試験温度によらず、引張強さによってそれぞれ狭い分散帯に整理できる。また、各供試材の  $\Delta\sigma_0$  は W 材  $<$  HW 材  $\leq$  B 材の順で大きく、それぞれ温度低下に伴う引張強さの上昇とともに増大することがわかる。

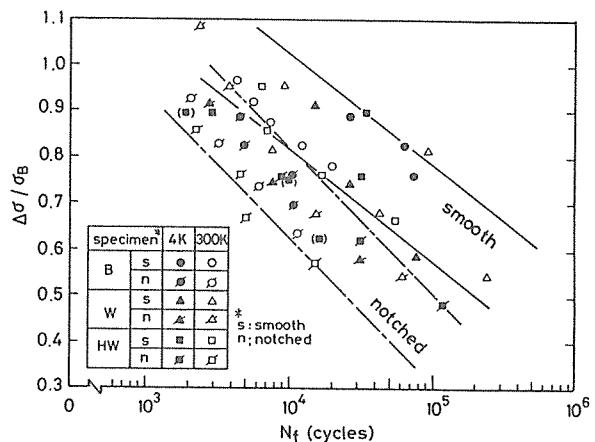


Fig. 7. Replots of the S-N data in Fig. 4 and 5 by using the ratio of stress range to tensile strength.

Table 4 の切欠係数は応力集中係数の 50% ないしそれ以下である。したがつて、対象材の低サイクル領域での切欠感度は低く、かつ溶接やその後の熱処理の有無と試験温度の変化に対しても鈍感といえる。

Fig. 4 と 5 を試験応力範囲と各供試材の引張強さとの比 ( $\Delta\sigma/\sigma_B$ ) によって再プロットし、Fig. 7 に示す。疲労強度と引張強さの間の相関関係は本研究の範囲で共通して認められ、全データは平滑試験片と切欠試験片の二つの分散帯に整理される。Fig. 6 の傾向と同様に、欠陥を含む HW 材平滑試験片の 4K における測定点 (—) を付して示す) は切欠試験片の分散帯に位置している。

### 3・5 疲労特性に及ぼす溶接欠陥の影響

W 材および HW 材の平滑試験片の破面に観察された欠陥の表面は薄く着色しており、酸化被膜で覆われていることが示唆された。したがつて、これらは試験前にすでに開口しているか、あるいは試験応力の負荷によって容易にその上下面が剥離する性格を持ち、き裂としての効果と試験片の有効断面を減少させる効果とによって疲労強度を低減させると考えられる。欠陥による影響は、強度が高く、 $\Delta\sigma$  の設定が大きくなる場合に現れやすいと考えられ、HW 材の 4 K での試験がこれに該当する。

一方、切欠試験片の場合は、き裂の発生と成長の場が切欠底で囲まれた薄円筒状領域に限られる。したがつて、当該部に欠陥の存在する確率は平滑材に比べて極めて低いため、その影響を受けにくかつたものと考えられる。

## 4. 結 言

添加元素の調整と ESR を施した A286 合金鍛造厚板

材の母材 (B), 共金 TIG 溶接材 (W) およびその溶接後熱処理材 (HW) の 4K と 300K における引張性質, シャルピー衝撃特性ならびに低サイクル疲労特性を調べ, 以下の結果を得た.

(1) 対象材は溶着金属割れと熱影響部割れを生ずることなく共金溶接が可能であり, 溶接後熱処理によつても再熱割れを起こさなかつた. ただし W 材と HW 材の溶着金属には, 光顯サイズの微小欠陥が少數散在していた.

(2) W 材の強度は B 材の 70~85% 程度であるが, 再溶体化と時効よりなる溶接後熱処理によつて B 材の水準の近傍まで回復した. 4K におけるシャルピー吸収エネルギーは, B 材, W 材および HW 材の間でほとんど変わらず, いずれも約 60J を示した.

(3) HW 材平滑試験片の 4K でのデータを除き, 各供試材の平滑試験片および切欠試験片の疲労強度は, それぞれ引張強さと強い相関関係を示した.

(4) 溶着金属中の微小欠陥は, W 材と HW 材の延性や吸収エネルギーを低下させる場合があつてもその程度は小さく, 強度にはほとんど影響を与えない. しかしながら, 当該欠陥は HW 材平滑試験片の 4K での疲労特性に大きな影響を及ぼす.

(5) A286 合金をその特徴を生かしつつ極低温用の溶接構造部材に使用するためには, 微小欠陥の分布を的確に検出してその影響を見積もるとともに, 合金組成と溶接方法の最適化について今後さらに検討することが必要であろう.

本研究に際して多大の御尽力をいただいた太刀川恭次博士, 前田弘博士ならびに金材技研極低温グループの各氏に感謝いたします.

## 文 献

1) 石川圭介, 平賀啓二郎: 日本金属学会誌, 20 (1981),

- p. 62
- 2) 堀内健文: 日本金属学会会報, 21 (1982), p. 965
- 3) 堀内健文, 小川陸郎, 鳩田雅生, 利根正二: 神戸製鋼技報, 34 (1984) 3, p. 47
- 4) J. W. MORRIS, Jr. and E. N. C. DALDER: J. Met., 37 (1985) 11, p. 24
- 5) 高野正義, 森山俊哉, 鳩田雅生, 鈴木 章: 鉄と鋼, 71 (1985), p. 1956
- 6) H. SUTO And B. S. CHUN: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 20 (1980), p. 554
- 7) M. STRUM, L. T. SUMMERS and J. W. MORRIS, Jr.: Weld. J., 62 (1983), p. 235-s
- 8) L. T. SUMMERS, M. J. STRUM and J. W. MORRIS, Jr.: Adv. in Cryogenic Eng., 30 (1984), p. 291
- 9) R. P. REED, R. L. TOBLER and R. P. MIKESELL: Adv. in Cryogenic Eng., 22 (1977), p. 68
- 10) J. A. BROOKS and R. W. KREZER: Weld. J., 53 (1974), p. 242-s
- 11) J. A. BROOKS: 同上, p. 517-s
- 12) R. THAMBURJ, W. WALLACE and J. A. GOLDAK: Int. Met. Rev., 28 (1983), p. 1
- 13) 金属材料疲れ便覧 (日本材料学会編) (1968), p. 24 [養賢堂]
- 14) 石川圭介, 緒形俊夫: 日本金属学会誌, 50 (1986), p. 28
- 15) 緒形俊夫, 平賀啓二郎, 長井 寿, 石川圭介: 鉄と鋼, 69 (1983), p. 135
- 16) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井 寿, 平賀啓二郎, 中曾根祐司, 山利哲美: 鉄と鋼, 71 (1985), p. 236
- 17) 平賀啓二郎, 石川圭介, 長井 寿, 緒形俊夫: 日本金属学会誌, 50 (1986), p. 507
- 18) Handbook on Materials for Superconducting Machinery, Battelle Columbus Lab., Ohio (1977)
- 19) Cryogenic Materials Data Handbook, ed. by F. R. SCHUWARTZBERG, AFML-TDR-64-280
- 20) D. R. MUZYKA: The Super Alloys, ed. by C. T. SIMS and W. C. HAGEL, John Wiley and Sons, New York (1972), p. 113
- 21) K. HIRAGA, K. NAGAI, T. OGATA, Y. NAKASONE, T. YURI, and K. ISHIKAWA: Adv. in Cryogenic Eng., 32 (1986), p. 111
- 22) K. J. IRVIN, D. T. LLEWELLYN and F. B. PICKERING: J. Iron Steel Inst., 199 (1961), p. 153

# LOW CYCLE FATIGUE AND OTHER MECHANICAL PROPERTIES OF AGED 316LN STAINLESS STEEL AT LIQUID HELIUM TEMPERATURE

T.Ogata, K.Ishikawa, K.Nagai, O.Umezawa, and T.Yuri

National Research Institute for Metals, Tsukuba Labs.  
Tsukuba Ibaraki 305, JAPAN

## ABSTRACT

We study the effect of Simulated  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  Precipitation heat treatment(SNP) on mechanical properties, especially low cycle fatigue behavior, of SUS 316LN stainless steel at low temperatures. Tensile tests, Charpy impact tests, fracture toughness tests, and low-cycle fatigue tests were carried out at 293 K, 77 K, and 4 K. Previous to the low cycle fatigue tests, internal specimen temperature during the tests at 4 K was measured in detail and determined the upper strain rate limit as 0.4 %/s. For SUS 316LN stainless steel, the heat-treatment slightly increased yield strength at 4 K, decreased tensile strength, Charpy absorbed energy 273 J to 12 J, and fracture toughness  $K_{Ic}$  293 MPa $\sqrt{\text{m}}$  to 67 MPa $\sqrt{\text{m}}$ . And no significant effect on low cycle fatigue properties.

## INTRODUCTION

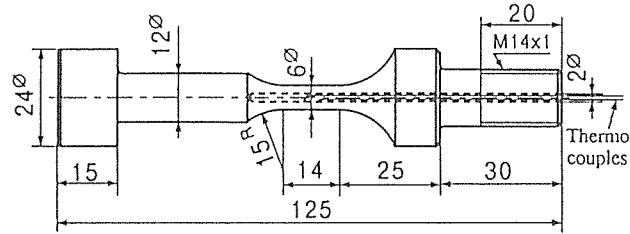
The SUS 316LN steel has an excellent strength and fracture toughness combination at 4 K and is widely used at the temperatures. When it is used as a sheath material for A15 type wired superconductor, the properties of the steel may degrade after the heat treatment (973 K for 50-200 h) for the superconducting materials. Shimada et al.<sup>1</sup> reported that an addition of niobium improved the properties of aged 316LN and 22Mn steel. However, there is not enough data or total discussion of the effect of the SNP heat treatment on the mechanical properties. Especially, fatigue life data at liquid helium temperature is very rare. The axial-strain low cycle fatigue is not so easy because it takes so many hours. Cryogenic fatigue properties of 304L and 316L stainless steels in the axial-strain control was reported by Suzuki et al<sup>2</sup>. In this paper, authors would like to present the upper strain rate limit for constant strain range low cycle fatigue test at 4 K as results of specimen temperature measurements and the effects of the heat-treatment on the mechanical properties for SUS 316LN at 4 K.

## EXPERIMENTS

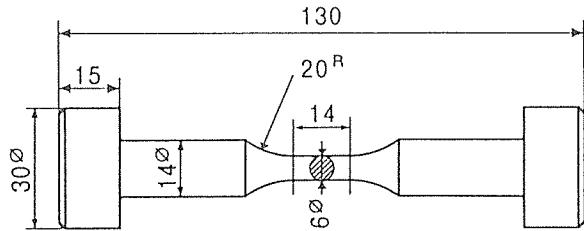
The 316LN stainless steels used in this study were hot-rolled and solution-treated plates (30 mm in thickness) of commercial grade. The chemical composition of the specimens is given in Table 1. Simulated  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  Precipitation (SNP) heat treatment (973 K x 200 h) was

Table 1. Chemical composition of the steel used in this test (wt.%)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N
SUS316LN	0.019	0.50	0.84	0.025	0.001	11.16	17.88	2.62	0.18



a) for temperature measurements



b) for low cycle fatigue test (unit: mm)

Figure 1. Dimensions of fatigue specimen used in this study.

performed in vacuum furnace. We call 'Heated' for SNP heat-treatment material and 'Normal' for as-received material. Tensile, Charpy and fatigue specimens were cut from rolling direction. The notch orientations of fracture toughness test specimens were TL. Round bar type tensile test specimens were 3.5 mm in diameter and 20 mm in gauge length. Charpy impact test specimens were standard V-notch type and its dimension was 10×10×50 mm. Fracture toughness specimens were 1/2 TCT (12.5 mm in thickness). Fatigue test specimens for temperature measurements and low cycle fatigue tests were shown in Figure 1; 6 mm in reduced section diameter and 14 mm in gauge length. For the temperature measurement specimen, a 2 mm diameter hole was drilled along the axis to measure the interior temperature of the specimens. The location of the thermocouples (Au-0.07%Fe, Chromel, 0.2 mm diameter) is also illustrated in Fig. 1. The details of temperature measurement have been presented elsewhere<sup>3</sup>.

#### Testing conditions

The mechanical property tests were conducted at 293, 77, and 4K. Tensile tests were carried out at a strain rate of  $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . The method of Charpy impact test at liquid helium

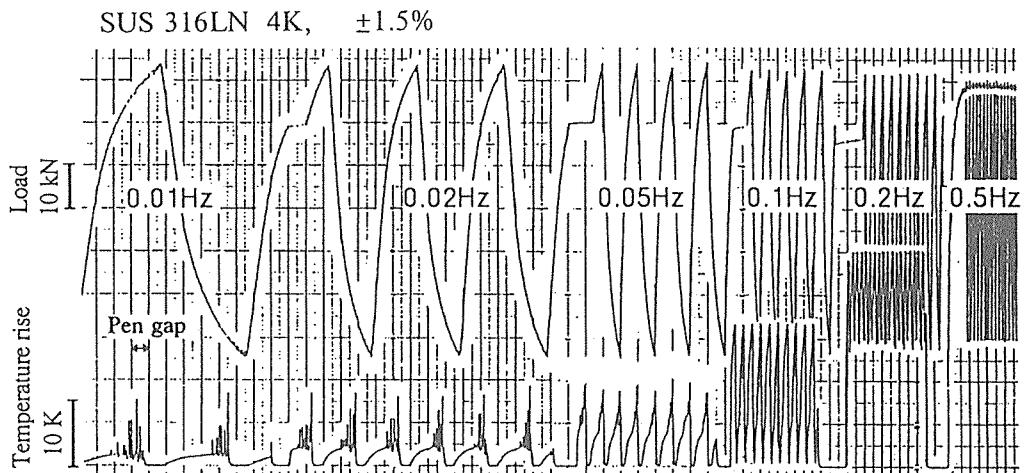


Figure 2. Load and temperature rise curves during the temperature measurements at the strain range of 3 %.

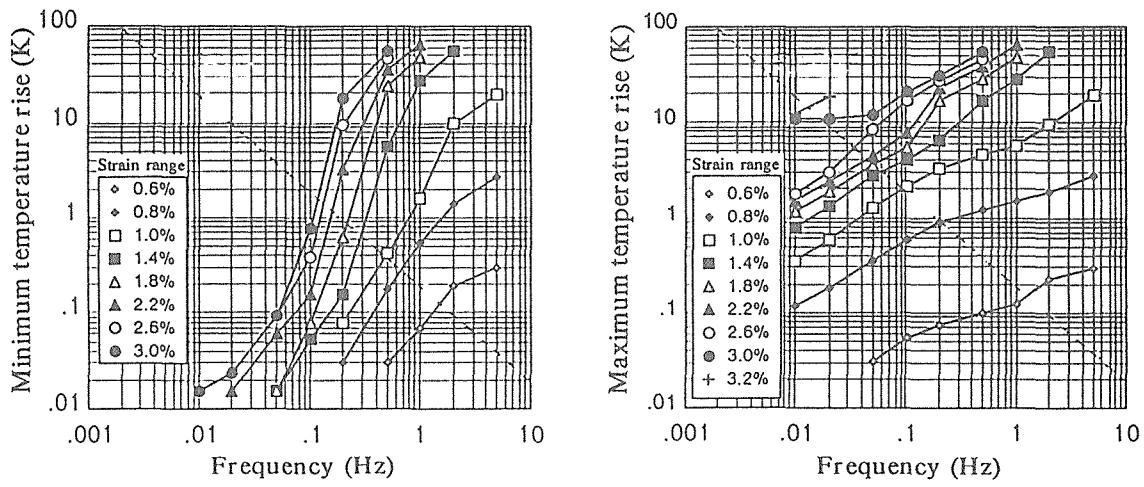


Figure 3. Maximum and minimum temperature rise as a function of the test frequency.

temperature was described elsewhere<sup>4</sup>. Fracture toughness tests were performed with a computer-aided single-specimen unloading compliance technique.

#### Low cycle fatigue

Fully-reversed axial-strain controlled fatigue tests were carried out with a closed-loop electrohydraulic machine of  $\pm 100$  kN loading capacity. The axial-strain was measured by an extensometer mounted on the specimen and controlled to make a triangular waveform of cyclic ramp at the constant strain rate of 0.4 %/s. This strain rate was determined by the temperature measurements, which was performed prior to the fatigue tests. Fatigue test was begun with compressive half-cycle.

Microstructure and precipitates were observed by optical and transmission electron microscopes. Fractured surfaces were observed by a scanning electron microscope.

## RESULTS

#### Specimen temperature measurements

Figure 2 shows the curves for load and temperature rise during the temperature measurements at the strain range of 3 %. At the test frequency of 0.01 Hz, the specimen temperature rise occurs to several degrees and about 10 degree at the serration during the plastic deformation region and specimen temperature is back to almost zero during the elastic region. At the frequency of 0.1 Hz, specimen temperature does not return to zero; minimum temperature rise of 0.4 degree and the maximum temperature rise of about 18 degree. At 0.5 Hz, specimen temperature constantly increased to 40 degrees. The results of specimen temperature measurements were given in Figure 3. We determined the upper strain rate limit as 0.4 %/s to keep the minimum temperature rise within 1 degree; 0.1 Hz for  $\pm 1\%$  total strain.

Table 2. Mechanical properties of the steels

Material	Temperature (K)	0.2% Yield Strength (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction in Area (%)	Charpy Absorbed Energy (J)	Fracture Toughness (MPa/m)
Normal	293	342	716	72	85	292	
	77	803	1517	76	70	276	
	4	1072	1697	55	60	273	239
Heated	293	379	770	58	65	126	
	77	883	1288	27	22	13	87
	4	1135	1493	15	16	12	67

## Mechanical properties

The results of tensile tests, Charpy impact test, and fracture toughness tests were listed in Table 2. For SUS 316LN stainless steel, the heat-treatment slightly increased yield strength, decreased tensile strength, Charpy absorbed energy 273 J to 12 J, and fracture toughness  $K_{Ic}$  293 MPa $\sqrt{m}$  to 67 MPa $\sqrt{m}$ . Figure 4 shows changes of maximum stress with an increased number of cycles at 293, 77, and 4 K. Maximum stress increased initially, then decreased. For Heated and small strain range specimen, maximum stress decreased monotonously. Maximum stress of Heated was larger than that of Normal. Figure 5 a) shows the total strain range vs. fatigue life curves for Normal and Heated material at 293, 77, and 4K. Fatigue life

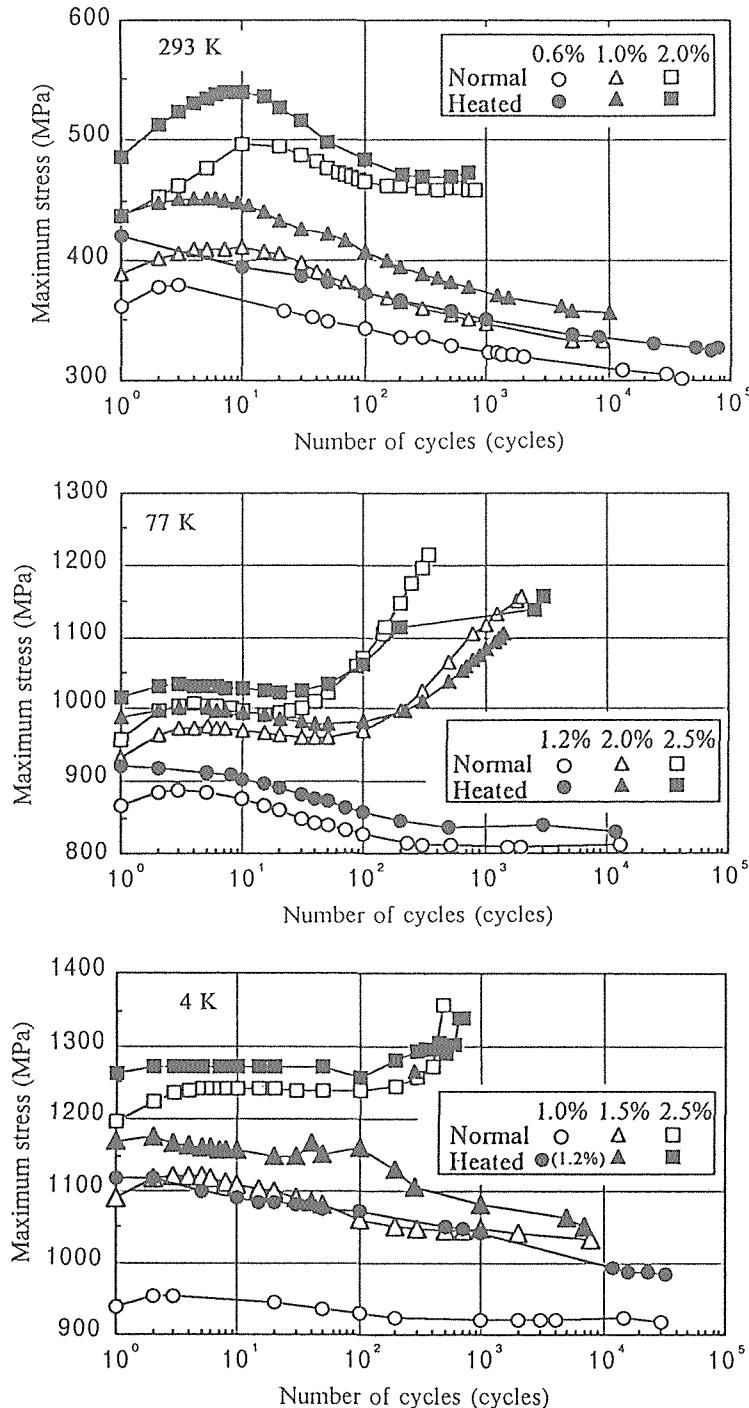


Figure 4. Changes of maximum stress with an increased number of cycles at 293, 77, and 4 K.

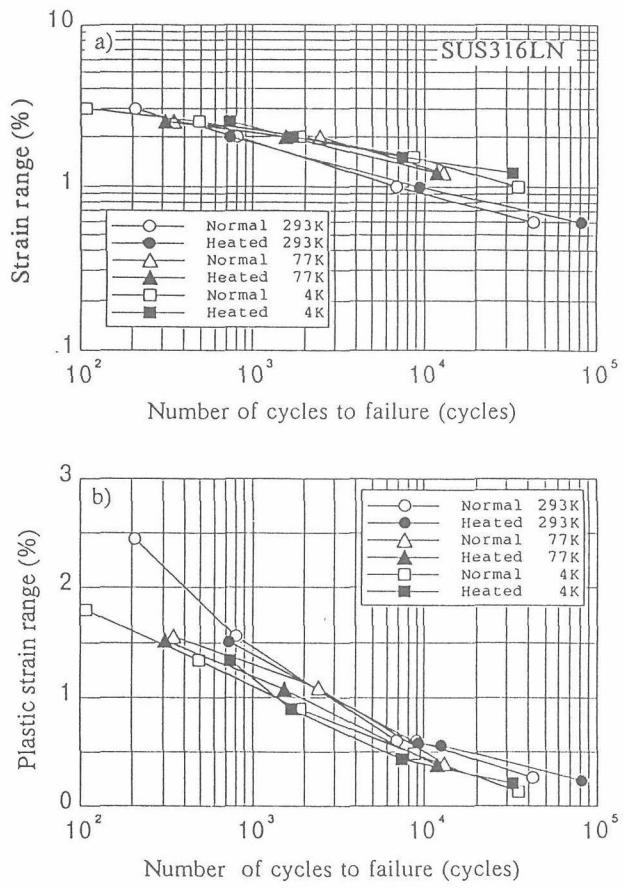


Figure 5. Fatigue life curves for normal and heated material at 293, 77, and 4 K.  
 a) total strain range vs. number of cycles,  
 b) plastic strain range vs. number of cycles.

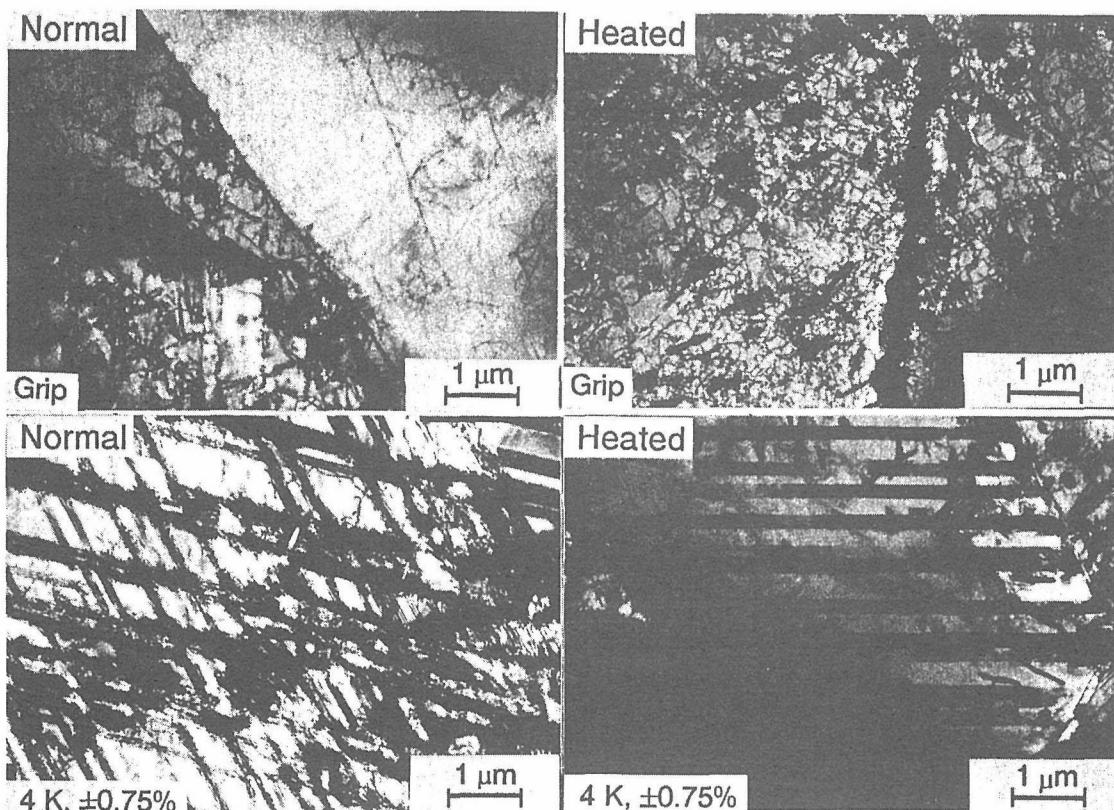


Figure 6. TEM microphotographs for normal and heated material tested at 4 K at  $\pm 0.75\%$ .

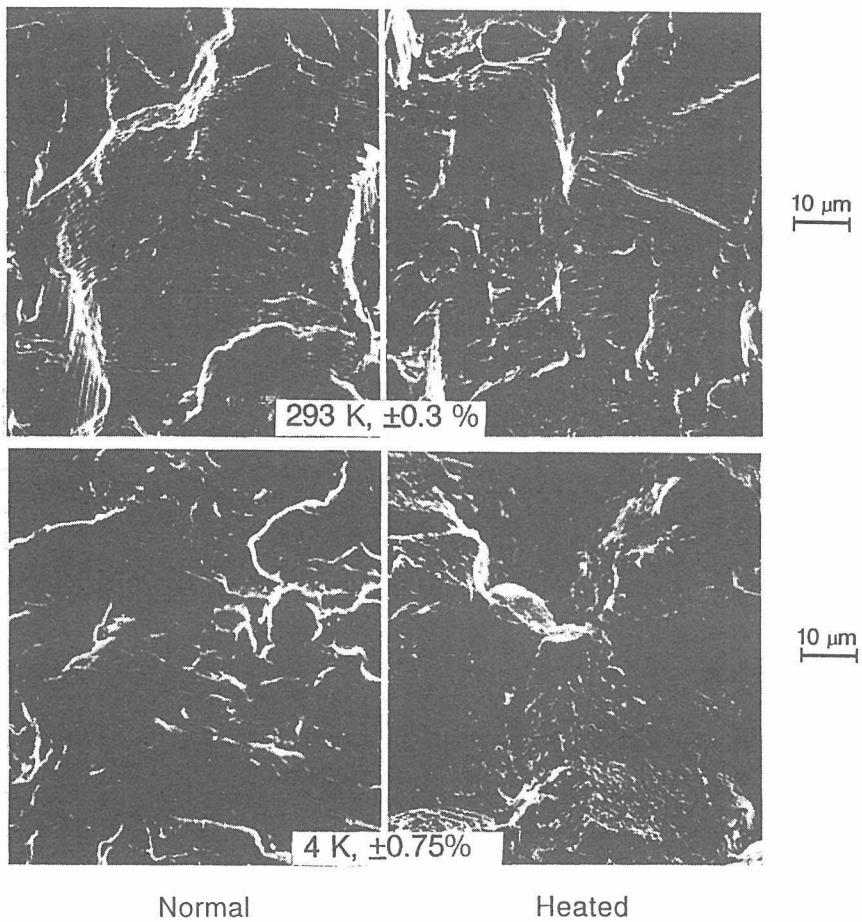


Figure 7. SEM microphotographs of fractured surface for normal and heated material tested at 293 K and 4 K.

increased with a decrease of temperature. No significant effect of heat treatment, longer fatigue life at lower temperature. Figure 5 b) shows the plastic strain range vs. fatigue life curves. Fatigue life increased with an increase of temperature, but the difference among testing temperature is small.

#### Microphtographs

Figure 6 shows the TEM microphotographs for normal and heated material tested at 4 K at  $\pm 0.75\%$ . In heated material, a number of fine carbides precipitated both at grain boundary and in the matrix. Cross slips were observed in deformed region. Figure 7 shows SEM microphotographs of fractured surface. At room temperature, no significant difference was found between Normal and Heated and clear striations were observed in the matrix region. At 4 K and  $\pm 0.75\%$ , specimen was fractured at grain boundaries.

## DISCUSSION

#### Precipitation of carbide

Precipitated carbides were too small to determine by diffraction pattern, however, most of them are considered to be  $M_{23}C_6$ .

#### Change of maximum stress

Maximum stress increases initially with an increase of number of cycles and decreases gradually is a tendency for nitrogen strengthened material and this results agreed with the Shibata's data.<sup>5</sup>

### Fatigue life curve

The increase of fatigue life with the decrease of temperature is considered to be the decrease of plastic strain range due to the increase of yield strength.

### Effect of SNP heat-treatment

Precipitation at the grain boundary degrades the toughness of the material. The precipitation of carbide increased the yield strength and embrittled the material, causing the fatigue life did not change as a result.

## CONCLUSION

1. During low-cycle fatigue test at liquid helium temperature, significant temperature rise occurs.
2. For SUS 316LN stainless steel, the heat treatment slightly increased yield strength at 4 K, decreased tensile strength, Charpy absorbed energy 273 J to 12 J, and fracture toughness  $K_{Ic}$  293 MPa $\sqrt{m}$  to 67 MPa $\sqrt{m}$ .
3. No significant effect of the heat treatment on the low cycle fatigue properties

## ACKNOWLEDGMENTS

The authors wish to thank the members of the 1st Research Group for supplying the liquid helium.

## REFERENCES

1. K. Suzuki, J. Fukakura, and H. Kashiwaya, Cryogenic Fatigue Properties of 304L and 316L Stainless Steels compared to Mechanical Strength and Increasing Magnetic Permeability, *J. Testing and Evaluation*, 16:191-197 (1988)
2. M. Shimada and S. Tone, Effects of Niobium Mechanical Properties of Aged Stainless Steels, *Adv. Cryo. Eng.* 34:131-139 (1988)
3. T. Ogata, K. Ishikawa, K. Nagai, and T. Yuri, Temperature Rise and Deformation Behavior of Materials during Fatigue Tests at Cryogenic Temperatures, *Tetsu-to-Hagane*, 73:160-166 (1987) in Japanese
4. T. Ogata, K. Hiraga, K. Nagai, and K. Ishikawa, A Simplified method for Charpy Impact Testing Near Liquid Helium Temperature, *Cryogenics*, 22:481 (1982)
5. K. Shibata, N. Namura, Y. Kishimoto, and T. Fujita, Low Cycle Fatigue Softening of Austenitic Stainless Steels, *Tetsu-to-Hagane*, 69:2076-2083 (1983), in Japanese

(396)

## 高マンガン鋼の極低温における高サイクル疲労特性

Cryogenic High Cycle Fatigue Properties of High-manganese Steels

金属材料技術研究所 筑波支所 ○由利哲美 長井寿 輔形俊夫  
梅澤修 石川圭介

## 1. 編言

高マンガン鋼は非磁性であり、経済性の面、また強度と韌性のバランスも優れており極低温構造材料として有望であると考えられている。しかし、高マンガン鋼の極低温における高サイクル疲労の報告はほとんど見あたらない。本研究では、25Mn-5Cr鋼および32Mn-7Cr鋼の極低温における高サイクル疲労試験を行ったので報告する。

Table.1 Chemical compositions of high-manganese steels tested.(wt %)

## 2. 試料および実験方法

供試材は新日本製鉄製

25Mn-5Cr鋼の熱延まま材(A.R.)

と溶体化処理材(S.T.)、および

日本製鋼所製32Mn-7Cr鋼の溶

体化処理材(S.T.)を用いた。化

学成分をTable.1に示す。試験

片は砂時計型試験片(T方向)を用いた。それぞれ、4 K, 77 Kおよび293 Kにおいて試験を行った。試験機は油圧サーボ式試験機で、荷重制御下で応力比R=0.01で行った。荷重波形は正弦波を用いた。試験周波数は4 Kでは4 Hz、また77 Kおよび293 Kでは10 Hzにおいて行った。試験終了後、SEMおよびEDAXによる破面観察なども併せて行った。

## 3. 実験結果

①それぞれの4 KにおけるS-N曲線をFig.1に示す。

10<sup>6</sup>回付近の時間強度は32Mn-7Cr鋼S.T材、25Mn-5Cr鋼A.R材、25Mn-5Cr鋼S.T材の順となっている。②25Mn-5Cr鋼S.T材および32Mn-7Cr鋼S.T材の4 K疲労では、き裂発生点は25Mn-5Cr鋼S.T材の最も高い応力のもの(図中の□印)が、試験片の内部であるか表面であるか判定できなかったが、他はすべて内部であった。また、25Mn-5Cr鋼A.R材は実験範囲内では表面近傍からであった。③25Mn-5Cr鋼S.T材の内部発生点には介在物が観察され、EDAXによる化学組成分析の結果、アルミナ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )と推定された。しかし、32Mn-7Cr鋼S.T材の内部発生点には介在物が観察されない。Photo.1にその代表例を示すが、EDAX分析によると化学組成はマトリックスと同じであり、その形態から判断すると粒界割れによるサブクラックであると考えられる。

STEEL	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Al	N	Nb	Fe
25Mn-5Cr	0.22	0.86	25.60	0.024	0.001	0.07	4.67	---	0.009	0.040	0.043	Bal.
32Mn-7Cr	0.14	0.60	31.58	0.022	0.006	0.23	7.04	0.04	0.012	0.133	---	Bal.

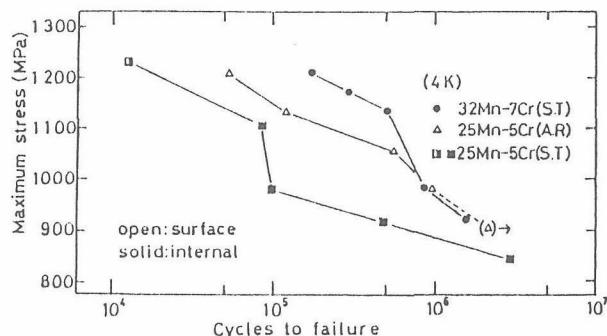


Fig.1 S-N curves of high-manganese steels tested at 4 K.(A.R:As-rolled, S.T:Solution treatment)



Photo.1 SEM fractograph of fatigue crack initiation site for 32Mn-7Cr steel.(4 K)

## (363) 冷間圧延および銳敏化処理を施したSUS316LNの極低温における高サイクル疲労特性

Cryogenic High Cycle Fatigue Properties of Cold-rolled and Sensitized SUS316LN

金属材料技術研究所 筑波支所 ○由利哲美 長井寿 石川圭介

## 1. 誌旨

前報<sup>1)</sup>では、冷間圧延および銳敏化処理(SNP処理)を施した窒素強化型オーステナイト系ステンレス鋼の極低温における強度と韌性について報告したが、その中でも極低温構造材料として有望と考えられているSUS316LNの極低温における疲労のデータはほとんど見当らない。本研究では、前報同様SUS316LNに冷間圧延およびSNP処理を施し極低温における高サイクル疲労試験を行った。

## 2. 試料および実験方法

Table.1 Chemical composition (wt %)

STEEL	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	N	Mo	Fe
SUS316LN	0.022	0.54	0.65	0.026	0.001	10.81	17.76	0.1801	2.56	Bal.

砂時計型試験片(L方向)を用いた。

0%冷間圧延材(まま材)、20%冷間圧延材(熱間圧延方向と同方向に冷間圧延)および、20%SNP材(20%冷間圧延材にNb, Sn析出処理として973K×720ksの時効)の3種類で、0%冷間圧延材は293K, 77K, 4Kにおいて、また、20%冷間圧延材および20%SNP材は77K, 4Kにおいて試験を行った。試験機は油圧サーボ式試験機で、荷重制御下で応力比R=0.01で行った。荷重波形は正弦波を用いた。試験周波数は4Kでは4Hz、また、77Kおよび293Kでは10Hzにおいて行った。試験後、SEM、EDAXおよびEPMAによる破面観察なども併せて行った。

## 3. 実験結果

①Fig.1に各材料の4KにおけるS-N曲線を示すが、20%SNP材の10<sup>6</sup>回時間強度は0%冷間圧延材よりも優れている。②20%冷間圧延材の4K疲労では、き裂発生点は実験範囲内においてはすべて内部に観察された(Photo.1)。また、4Kにおける0%冷間圧延材の低応力側(1点)と77Kにおける20%冷間圧延材の低応力側(2点)でも内部き裂発生が観察された。上記以外では、疲労き裂はすべて表面発生であった。③それぞれの疲労き裂の内部発生点のEPMAおよびEDAXによる組成分析の結果、0%冷間圧延材(4K)における内部発生点は空隙であり、また、20%冷間圧延材(77K)のひとつはAl,Ca,Mg,Si酸化物系の介在物であった。しかし、4Kにおける20%冷間圧延材および77Kにおける20%冷間圧延材の他のひとつの疲労き裂発生点にはMoとCrの富化が認められた。したがって、空隙および介在物等による欠陥ではなく他の微視組織的要因を有することがわかった。

## 参考文献

- 1)由利、長井、石川; CAMP-ISIJ Vol.1(1988)-414

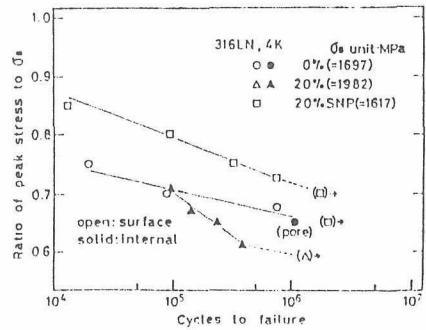


Fig.1 S-N curves of SUS316LN tested at 4 K.(0%:as-received, 20%:20% cold-rolled, 20%SNP:20% cold-rolled and 973Kx720ks.)

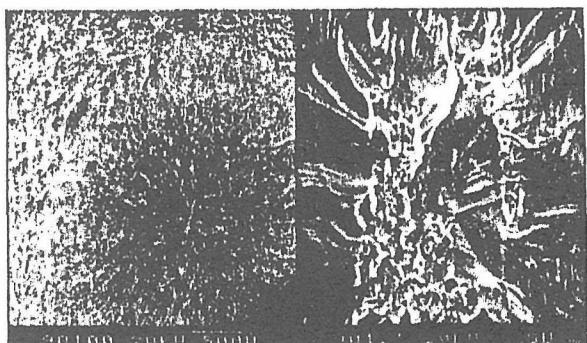
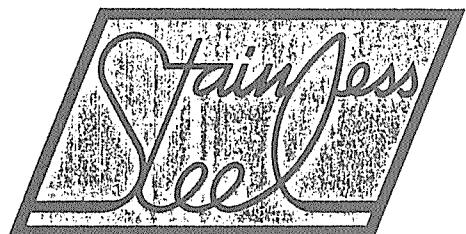


Photo.1 SEM fractographs of fatigue crack initiation sites.(4 K)



# STAINLESS STEELS '91

INTERNATIONAL CONFERENCE ON  
STAINLESS STEELS

*June 10-13, 1991  
Nippon Convention Center  
Chiba, Japan*

THE IRON AND STEEL INSTITUTE OF JAPAN

HIGH CYCLE FATIGUE OF SOME AUSTENITIC STEELS

AT CRYOGENIC TEMPERATURES

K.Nagai, T.Yuri, O.Umezawa, T.Ogata and K.Ishikawa

National Research Institute for Metals, Tsukuba Labs., Ibaraki, Japan

**Synopsis:** High cycle fatigue properties at cryogenic temperatures have been investigated for SUS316LN, 25Mn-5Cr, and 32Mn-7Cr steels at room temperature (293 K, RT), liquid nitrogen temperature (77 K), and liquid helium temperature (4 K). The fatigue strength was higher at lower temperature in all the materials tested. However, increasing yield or tensile strength did not always introduce an expected increase in the 4 K fatigue strength. Some of the materials showed internal crack initiation which was not associated with mechanical defects or inclusions. The internal crack initiation occurred in low peak stress tests and in longer life tests over  $10^5$  cycles, although the surface initiation occurred in high peak stress tests and in short life tests. Most of the internal initiation did not originate from inclusions.

**Key words:** high cycle fatigue, cryogenic temperature, SUS316LN, high manganese steel, fatigue strength, internal crack initiation

## 1. Introduction

Recent development in cryogenics like superconducting engineering demands the reliability data of structural materials at cryogenic temperatures [1]. However, only a few mechanical properties are available mainly because of many difficulties in their evaluation. Presumably the fatigue test at 4 K is the hardest one, since it needs quite a long term operation of test machine with keeping the specimen temperature as low as 4 K. The National Research Institute for Metals, Japan, developed a new system for long term fatigue test at 4 K [2]. Using this machine, the present authors have accumulated high cycle fatigue data at cryogenic temperatures for variuos cryogenic structural materials [3] - [5].

Austenitic steels like nitrogen-strengthened stainless steels and high manganese steels were designed to have high strength and high fracture toughness at very low temperatures; however few fatigue data have been obtained at cryogenic temperatures. In the present study, S-N curves at RT, 77K, 4K were determined for SUS316LN, 25Mn-5Cr, 32Mn-7Cr steels.

## 2. Experimental Procedure

The chemical compositions and manufacturing processes of the test materials are listed in Table 1. Cold rolling with a reduction ratio of 20% was subjected to SUS316LN for strengthening the steel. The rolling direction was parallel to that of the hot rolling. Grain refinement by solution

treatment was attempted for 25Mn-5Cr. Tensile properties and fracture toughness are summarized in Table 2.

Table 1 Chemical compositions and manufacturing processes of test materials.

Materials	Manufacturing process	Chemical compositions in mass%									
		C	Si	Mn	P	Ni	Cr	Nb	Mo	N	Fe
SUS316LN	1) unrolled	0.02	0.50	0.8	0.025	11.16	17.88	-	2.62	0.18	bal
	2) 20% cold-rolled										
25Mn-5Cr	1) hot-rolled	0.22	0.86	25.6	0.024	0.97	4.67	0.043	-	0.040	bal
	2) solution-treated										
32Mn-7Cr	1) solution-treated	0.14	0.60	31.6	0.022	0.23	7.04	-	-	0.133	bal

Table 2 Mechanical properties at liquid helium temperature.

Material	Direction	YS(MPa)	TS(MPa)	EI(%)	RA(%)	Kic(MPa/m)
SUS316LN	L	1072	1697	55	60	240
	L	1560	1982	43	37	156
25Mn-5Cr	T	927	1506	49	48	296
	T	958	1529	42	44	255
32Mn-7Cr	T	1118	1417	47	53	143

Hourglass type fatigue test pieces with the minimum waist diameter of 6 mm were machined from the central part of the plate thickness so that the longitudinal direction was parallel for SUS316LN and perpendicular for 25Mn-5Cr and 32Mn-7Cr to hot rolling direction. Sinusoidal cyclic loading of  $R=0.01$  (minimum load / maximum load) was applied using a servo-hydraulic tester. In 4 K test, a recondensation type refrigerator [2] was operated to keep the specimen temperature constant at 4 K during the test. In 77 K test, specimens were immersed in liquid nitrogen, and in RT test, tests were done in air. In order to avoid specimen heating by cyclic loading [6], 4 K tests were done at a rate of 4 Hz in the range of cycles less than  $10^6$  and at 10 Hz over  $10^6$  cycles. The frequency in 77 K and RT tests was 10-20 Hz. S-N curves were determined basically in the range between about  $10^5$  and  $10^6$  cycles.

Fracture surface of fatigue specimen was observed with scanning electron microscope (SEM). And X-ray energy dispersion spectroscope (EDS) was utilized for the chemical analysis of the fracture surface.

### 3. Result and Discussion

#### 3.1 S-N curves

The S-N curves are shown in Figs. 1 to 5. From these, it is obvious that the fatigue strength is higher at lower temperature for the steels tested in the present study. Namely, S-N curve shifts to higher peak stress side and longer life side as the temperature decreases. Strengths of these steels increased with a decrease in temperature and no brittle fracture appearance was observed at any temperature both in tensile test and in fracture toughness test. Hence, the present study demonstrates the high reliability of these steels at cryogenic temperature from the viewpoint of high cycle fatigue property as well as fracture toughness.

Empirically, fatigue strength at room temperature has a linear relationship with tensile strength (TS) over a wide range of TS unless defects like inclusions play a harmful effect [7]. As seen in Fig. 6, the linear relationship is obtained between the  $10^6$  cycles fatigue strength (FS) and TS at RT and low temperatures. The ratio of FS to TS is approximately 0.6. The present result implies the defects make a minor problem even at cryogenic temperatures in these steels.

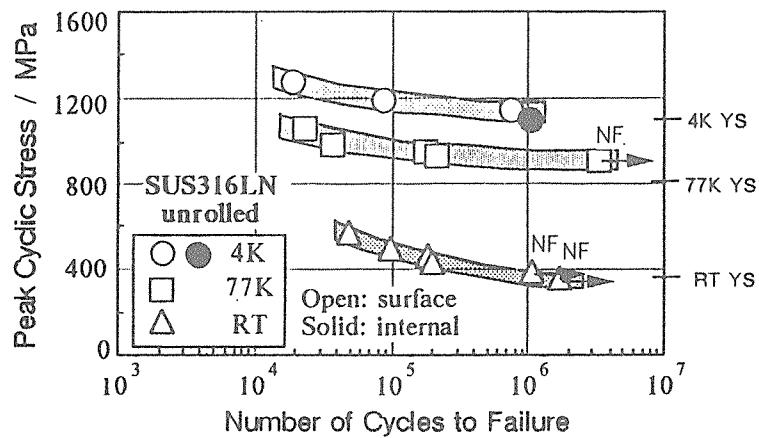


Fig. 1 S-N curves of SUS316LN without cold rolling. NF means "not failed". Yield strength and crack initiation site are indicated.

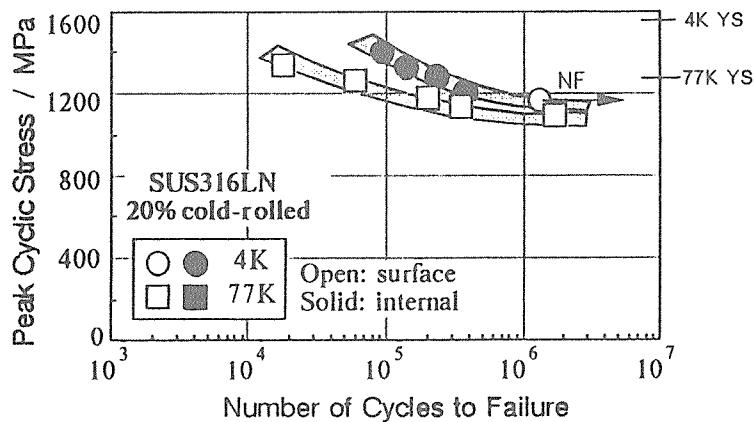


Fig. 2 S-N curves of SUS316LN cold-rolled by 20%. NF means "not failed". Yield strength and crack initiation site are indicated.

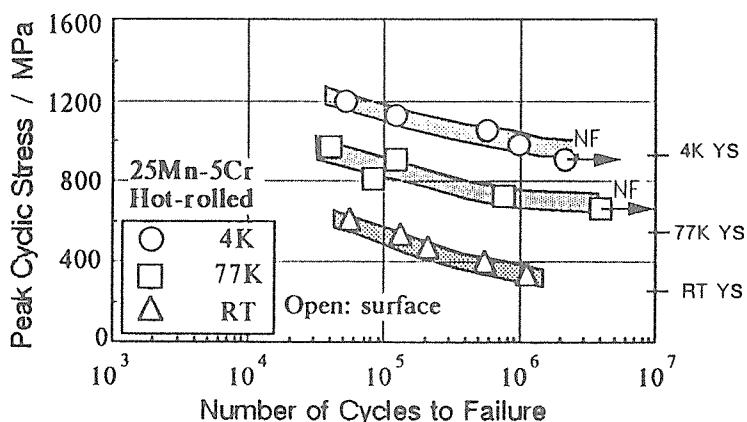


Fig. 3 S-N curves of 25Mn-5Cr(hot-rolled). NF means "not failed". Yield strength and crack initiation site are indicated.

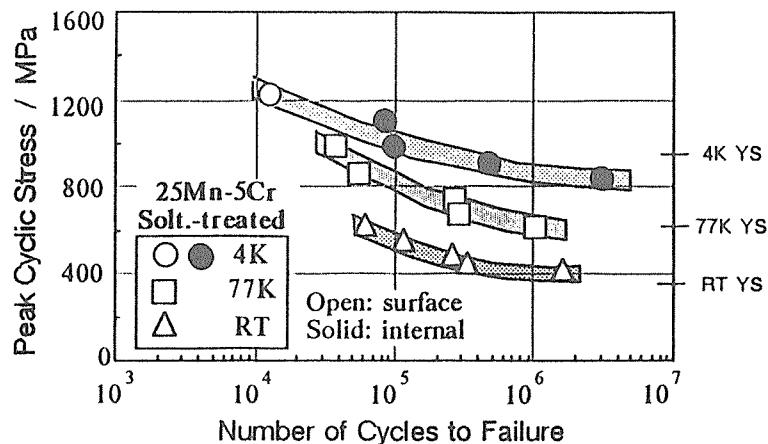


Fig. 4 S-N curves of 25Mn-5Cr (solution-treated). NF means "not failed". Yield strength and crack initiation site are indicated.

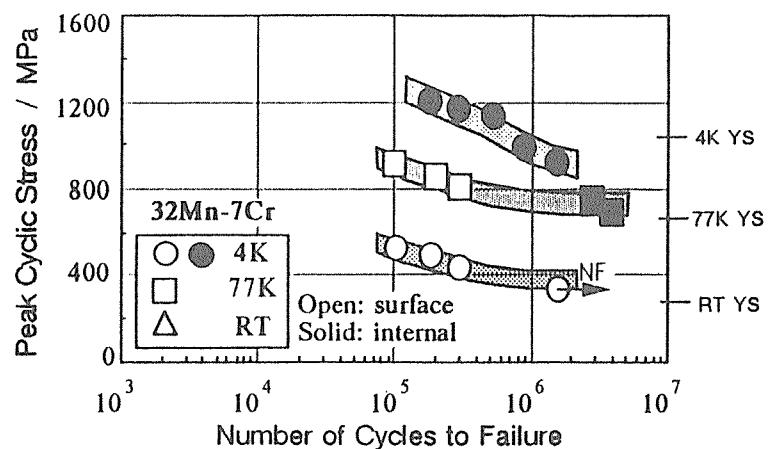


Fig. 5 S-N curves of 32Mn-7Cr. NF means "not failed". Yield strength and crack initiation site are indicated.

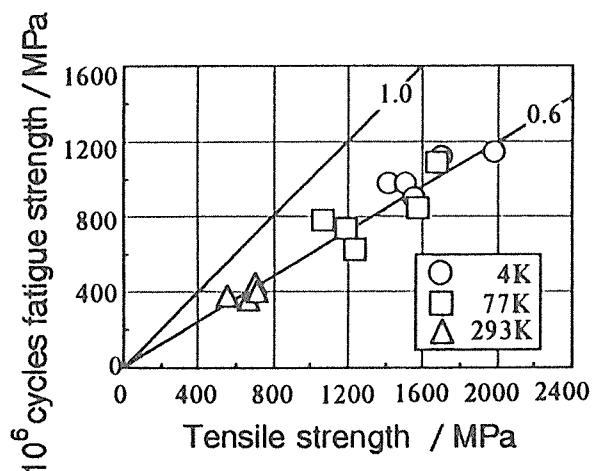


Fig. 6  $10^6$  cycles fatigue strength vs. tensile strength at RT and low temperatures.

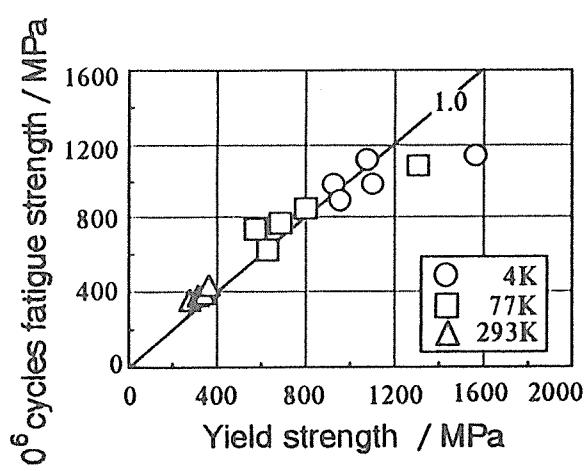


Fig. 7  $10^6$  cycles fatigue strength vs. yield strength.

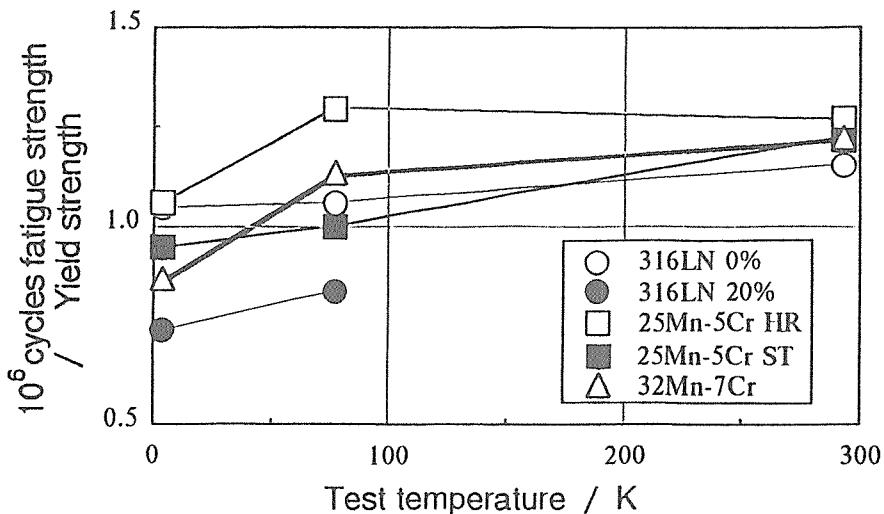


Fig.8 Change in ratio of  $10^6$  cycles fatigue strength to yield strength with test temperature.

A linear relationship between FS and yield strength (YS) is also obtained as shown in Fig. 7. However, the slope, in this case, is nearly 1.0 and the deviation from the line with a slope of 1.0 is evident for the steel with the highest YS at 77 K and at 4 K, namely 20% cold-rolled SUS316LN. In Fig. 8, the ratio of FS to YS for each steel is described as a function of test temperature. At RT, the ratio is around 1.2 in all the materials, but at low temperatures, the ratio generally decreases with temperature. The ratio for 25Mn-5Cr (solution-treated) and 32Mn-7Cr is smaller than 1.0 at 4 K. The 20% cold-rolled SUS316LN has also a fairly low ratio both at 77 K and 4 K, consistent with the deviation in Fig. 7. The ratio smaller than 1.0 means fatigue fracture at peak cyclic stress lower than yield strength ( 0.2% offset stress). In Figs. 1 to 5, YS at RT, 77 K, and 4 K is indicated.

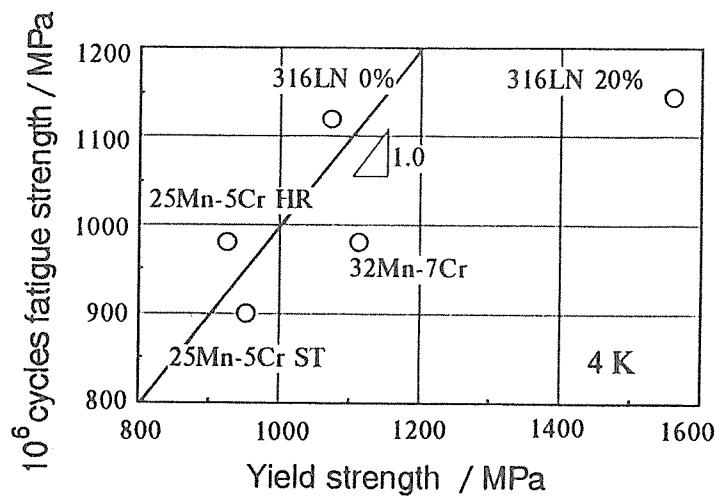


Fig.9 Comparison of  $10^6$  cycles fatigue strength and yield strength at 4 K for steels tested.

Yield strength is an important measure for the selection of structural material. In the present paper, the properties at 4 K are especially interested. Hence, Fig. 9 makes a steel-by-steel comparison in terms of the combination of FS and YS at 4 K.

The 20% cold-rolled SUS316LN has the highest FS among the steels. However, strengthening by cold rolling is not effective in improving FS for

SUS316LN. Cold rolling added about 500MPa in YS, but the increase in FS was only 50 MPa, a tenth of increment in YS.

The 32Mn-7Cr steel has the YS slightly higher than that of SUS316LN, however, the FS is about 150 MPa lower than that of SUS316LN. For 25Mn-7Cr steel, the solution-treated one has a slightly higher YS than the hot-rolled one, but the FS is approximately 80 MPa lower in the former.

Thus, the steel having a higher YS does not necessarily show a higher FS. This means the FS should be determined exactly for the selection of material, though the linear relationship between YS (or TS) and FS may give a rough estimate of FS from YS (or TS).

### 3.2 Fatigue Crack Initiation Site

The test materials but 25Mn-5Cr (hot-rolled) showed internal crack initiation. The specimens with the internal crack initiation are shown by solid symbols in Figs. 1 to 5 ( except for Fig.3 ). From the S-N curves, it is obvious that the internal crack initiation occurred in low peak stress specimens and in longer life specimens over  $10^5$  cycles and, on the other hand, the surface initiation occurred in high peak stress specimens and in short life specimens. And further, the internal initiation prevailed more at lower temperature.

#### 3.2.1 Inclusion origin

##### Unrolled SUS316LN:

Only one 4 K specimen of the unrolled SUS316LN showed the internal initiation. SEM observation clarified the site was a pore with a diameter of 20  $\mu\text{m}$ . The EDS analysis did not show any difference in chemical compositions between the matrix and the pore surface. How this pore formed in the manufacturing process is not made clear.

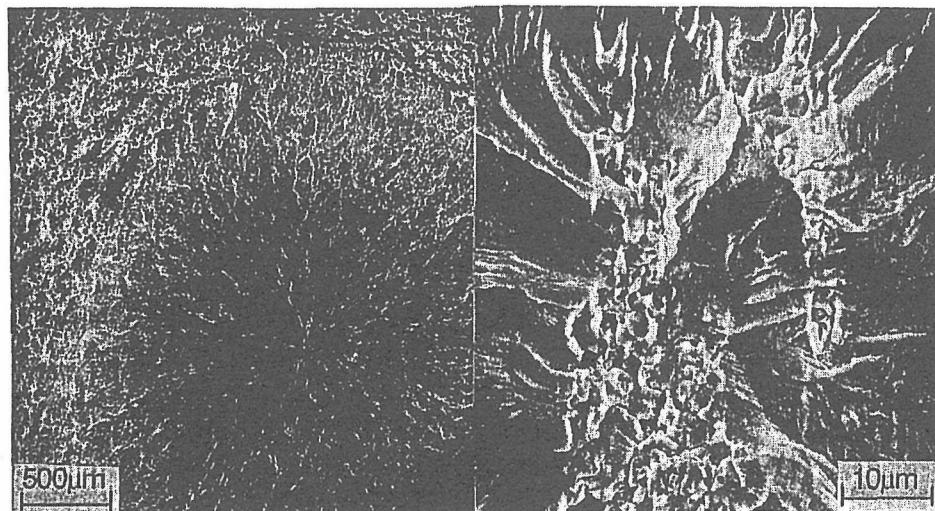
##### 25Mn-5Cr ( solution-treated ):

Four lower peak stress specimens at 4 K in 25Mn-5Cr( solution-treated ) showed the internal initiation at inclusions. The inclusions were smaller than 50  $\mu\text{m}$  in diameter. A typical EDS analysis of the inclusion was Fe:21.9, Mn:13.5, Cr:1.43, and Al:63.1 ( in mass% ). This demonstrates the inclusion is  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Aluminium was added as a deoxidizer of the molten, therefore it is believed the hot-rolled 25Mn-5Cr also has inclusions in its matrix. However, the hot-rolled steel did not show the internal initiation. The solution-treated one has a slightly higher strength than the hot-rolled one, probably because the grain size was refined by heat treatment. They showed an almost equal ductility but the former had a lower fracture toughness than the latter ( Table 2 ). It is considered there is a difference in deformation behavior in micro-yielding region between them.

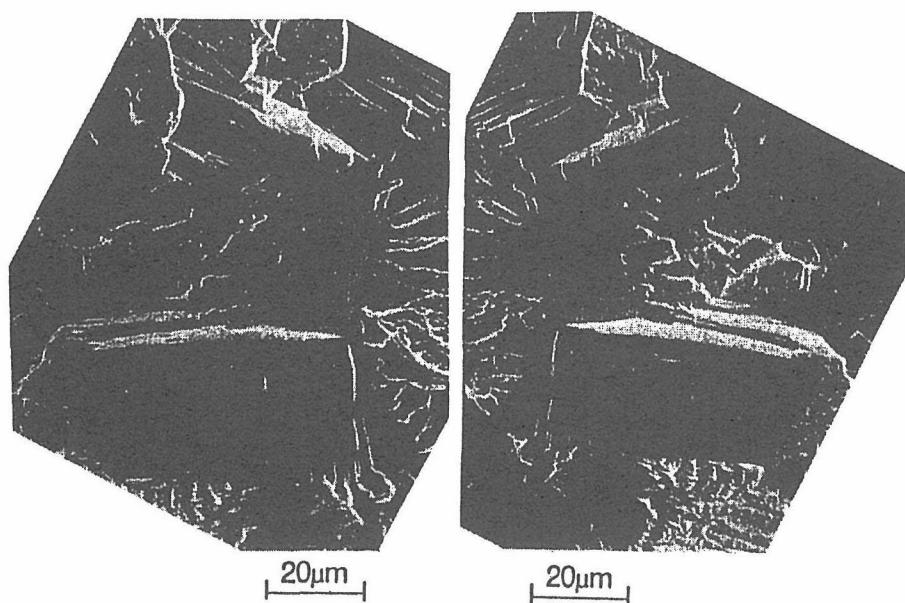
#### 3.2.2 Non-inclusion origin

##### 20% cold-rolled SUS316LN:

The cold-rolled SUS316LN revealed the internal initiation at 4 K ( Fig. 10 ). An EDS study showed that molybdenum rich structure whose size was about 20  $\mu\text{m}$  in width and 100 to 200  $\mu\text{m}$  in length was an initiation site in this case, though very careful examination with optical microscope or X-ray microprobe analyzer was unable to detect this phase. The initiation site had the chemical compositions; Fe:52.6, Cr:27.7, Ni:5.6, and Mo:14.0 ( mass% ). Obviously ferrite former elements like Cr and Mo were enriched in this structure, therefore it is believed that this phase formed as a low melting point phase in the solidification process. Cold rolling at RT could have cracked this phase, but the internal initiation was not observed at 77 K and RT. Accordingly it is concluded a higher cyclic stress at 4 K only could take part in the internal cracking.



**Fig. 10 SEM photographs of internal crack initiation site in 20% cold-rolled SUS316LN.**



**Fig. 11 SEM matching-halves photographs of internal initiation site in 32Mn-7Cr.**

**32Mn-7Cr:**

The solution-treated 32Mn-7Cr steel also showed the internal initiation at 4 K and 77 K, and not at RT. The internal cracks in this steel were intergranularly formed. Grain boundaries with traces of slip line or mechanical twins were clearly seen at the sites. No significant feature in chemical compositions was detected at intergranular cracks, namely the chemical compositions of the crack surface were almost equal to those of the matrix. This steel is fully stable austenitic, since no phase transformation occurs by plastic deformation even at 4 K [8]. However, it had an intergranular facet in a plane parallel to hot rolling plane in the fracture surface after fracture toughness test at 4 K [8].

The mechanism of intergranular fracture in fully stable high manganese steels is still disputable [9]. In 4 K fatigue test, intergranular cracking

occurred even at the stress lower than YS. Transmission electron microscopy of the fatigued specimen showed that, at such the low stress level, only a single slip system was active and the planar dislocations were piled up at grain boundaries [10]. It is believed stress or strain concentration at grain boundary by planar dislocation plays an important role in grain boundary cracking.

### 3.2.3 Internal crack initiation and fatigue strength

The ratio of FS to YS at 4 K was smaller than 1.0 in 20% cold-rolled SUS316LN, 25Mn-5Cr (solution-treated), and 32Mn-7Cr. In these steels, the internal initiation markedly occurred especially in long life specimens or low peak stress specimens. Hence it can be concluded that the internal crack initiation in these steels is deleterious to high cycle fatigue property, but not so serious as the FS/TS ratio decreases significantly.

## 4. Summary

The fatigue strength increased as the temperature decreased. The  $10^6$  cycles fatigue strength at all the temperatures had a linear relationship with either tensile strength or yield strength. The ratio of  $10^6$  cycles fatigue strength to tensile strength and yield strength was approximately 0.6 and 1.0, respectively.

Strengthening by cold rolling or grain refinement did not always improve the fatigue strength effectively. A high manganese steel, 32Mn-7Cr, showed a lower fatigue strength than SUS316LN in spite of its higher yield strength.

The internal crack initiation occurred in some steels. The initiation at pore or inclusion was seen in 32Mn-7Cr and solution-treated 25Mn-5Cr. In the 20% cold-rolled SUS316LN, a Mo-rich structure was attributed to an internal site, and, in 32Mn-7Cr, the initiation crack formed intergranularly. These internal initiation yielded a lower ratio of fatigue strength to yield strength at 4 K.

## References

- [1] H.Nakajima, Y.Yoshida, M.Oshikiri, Y.Takahashi, K.Koizumi, S.Shimamoto, M.Shimada, S.Tone, S.Sakamoto, K.Suemune and K.Nohara: Advances in Cryogenic Engineering Materials, 34(1988), 173
- [2] T.Ogata and K.Ishikawa: Trans. ISIJ, 26(1986), 48
- [3] K.Nagai, T.Ogata, T.Yuri, K.Ishikawa, T.Nishimura, T.Mizoguchi and Y.Ito: Trans. ISIJ, 27(1987), 377
- [4] O.Umezawa, K.Nagai and K.Ishikawa: Materials Science and Engineering, A129(1990), 217
- [5] K.Nagai et al.: ISIJ International, to be submitted
- [6] T.Ogata, K.Ishikawa, K.Nagai and T.Yuri: Tetsu-to-Hagane, 73(1987), 128 (in Japanese)
- [7] F.Borik, W.H.Justusson and V.F.Zackay: Trans. ASM, 56(1963), 327
- [8] T.Yuri, K.Nagai and K.Ishikawa: ISIJ International, 30 (1990), 639
- [9] Y.Tomota and S.Shibuki: ISIJ International, 30 (1990), 683
- [10] O.Umezawa et al: private communication

極低温におけるFe-Ni-Mn-Cr系 $\gamma'$ 強化型合金の機械的性質および高サイクル疲労特性

(628)

Mechanical and High Cycle Fatigue Properties of  $\gamma'$ -Strengthened Fe-Ni-Mn-Cr Alloy at Cryogenic Temperatures

金材技研筑波 ○由利哲美 長井 寿 梅沢 修

緒形俊夫 石川圭介

**1. 緒言** Fe-Ni-Mn-Cr系 $\gamma'$ 強化型合金はSUS304, SUS316系に比較し室温強度が高く、延性および韌性の温度依存性が小さいという特徴がある。また、極低温での磁気特性も優れており超電導発電機のロータ材やシース材等の用途に期待される<sup>1)~3)</sup>。本研究では、極低温におけるFe-Ni-Mn-Cr系 $\gamma'$ 強化型合金の強度と韌性を求めた。また、 $10^6$ 回以上の疲労データを取得することを目的に疲労試験も行なった。

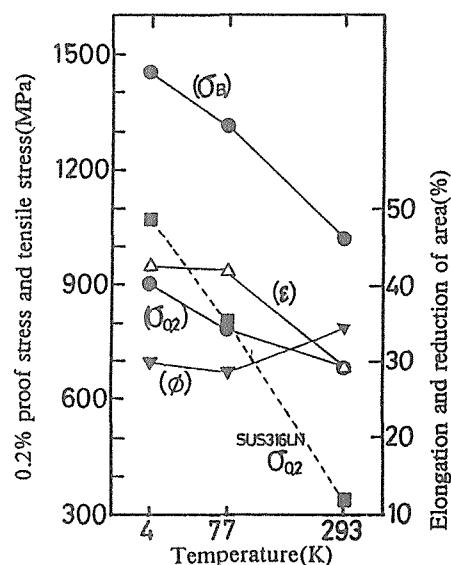
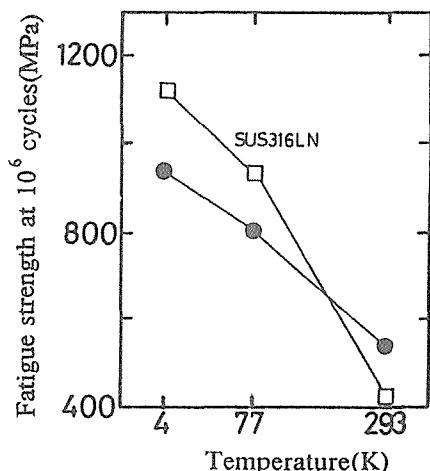
**2. 試料および実験方法** 供試材の化学成分をTable.1に示す。熱間圧延材を各試験片(L方向)に加工し、1050°Cで1hの溶体化処理後700°Cで50hの時効を行なった。引張試験、シャルピー試験および疲労試験をそれぞれ293K、77Kおよび4Kで行なった。破壊韌性試験は4Kでのみ行なった。また、組織観察および試験終了後の破面観察はSEMを用いて行なった。

**3. 実験結果** 比較のためにSUS316LNの各試験温度における0.2%耐力( $\sigma_{0.2}$ )と $10^6$ 回疲労強度をそれぞれFig.1, Fig.2中に示してある<sup>4), 5)</sup>。①Fig.1に引張試験の結果を示す。0.2%耐力と引張強度( $\sigma_B$ )は試験温度の低下とともに上昇している。 $\sigma_{0.2}$ はSUS316LNより室温ではかなり高い値を示しているが、77Kおよび4Kにおいては逆転している。絞り( $\phi$ )は77Kおよび4Kにおいて室温での値より若干低下しているが、伸び( $\epsilon$ )は逆に上昇している。②シャルピー吸収エネルギーの値にはほとんど温度依存性がなく約85Jであった。③Fig.2に各試験温度における $10^6$ 回疲労強度を示す。両鋼種とも試験温度の低下とともに疲労強度は上昇している。室温においては本鋼種の方が高い値を示しているが、77Kおよび4Kにおいては $\sigma_{0.2}$ 同様SUS316LNの方が高い値となっている。

Table 1. Chemical composition (wt %).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Ti	Al	N	B	Fe
0.0060	0.003	7.66	<0.002	0.0027	26.48	14.66	1.54	2.14	0.14	0.0025	0.0037	Bal.

参考文献 (1)~(3) 平賀ら : CAMP-ISIJ Vol.1(1988)-1414~1416  
(4), (5) 由利ら : CAMP-ISIJ Vol.1(1988)-414, -417

Fig.1. Tensile properties of  $\gamma'$ -strengthened Fe-Ni-Mn-Cr alloy.Fig.2. Fatigue strength at  $10^6$ cycles.

## (841) 冷間圧延および鋸敏化処理を施したSUS347の極低温における機械的性質

## Cryogenic Mechanical Properties of Cold-rolled and Sensitized SUS347

金材技研筑波 ○由利哲美 長井 寿 梅澤 修 緒形俊夫 石川圭介

**1.緒言** 一般的にオーステナイト系ステンレス鋼は鋸敏化処理を施すと極低温での靭性が顕著に劣化するが、Nb添加により粒界炭化物生成を抑制し靭性低下がおさえられるという報告がある<sup>(1)</sup>。しかしながら、Nb添加材の極低温における疲労データは見あたらない。本研究では、Nb添加材のSUS347に冷間圧延および鋸敏化処理を施し、極低温における強度、靭性および高サイクル疲労特性を求めた。

**2 試料および実験方法** SUS347の化学成分をTable 1に示す。受け入れまま材(熱間圧延後、1100°C × 6.5 min, W.Q.)を0%冷間圧延材とした。10%の冷間圧延(圧延方向が熱間圧延方向と同じ)を加えたものを10%冷間圧延材とした。試験片はLもしくはL-T方向より採取し、0%および10%冷間圧延材のそれぞれの一部に鋸敏化処理として973K × 720ksの時効を施した。この時効条件はNb<sub>3</sub>Sn生成熟処理を想定したもので、以後SNF(Simulated Nb<sub>3</sub>Sn Formation)処理として示す。引張試験、シャルピー試験、破壊靭性試験および高サイクル疲労試験をそれぞれ293K、77Kおよび4Kで行った。引張試験は236Kおよび181Kでも行った。

**3 実験結果および考察** (1)Fig.1に引張試験の結果を示す。引張強さはそれぞれ試験温度の低下とともに上昇した。しかし、降伏強さの温度依存性は小さく、10%冷間圧延を施したものは室温以下で極小値を示した。これは、冷間圧延によって母相オーステナイトがより不安定化したためであると考えられる。(2)0%冷間圧延材に比べて、10%冷間圧延材のシャルピー吸収エネルギー(CVN)は55~80J低い。0% SNF材についても20~40J低い。10%SNF材は10%冷間圧延材とほぼ同じCVNを示した。(3)Fig.2に各試験温度におけるそれぞれの10<sup>6</sup>回疲労強度と引張強さの関係を示す。293K、77Kおよび4Kにおけるそれぞれの(10<sup>6</sup>回疲労強度/引張強さ)の平均は、それぞれ0.64、0.39、0.45となった。77Kおよび4Kでは各材料の疲労強度には大きな差がなかった。また、SEMによる破面観察の結果、4Kにおける疲労き裂の起点はすべて表面近傍であった。

Table 1 Chemical compositions (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Nb	N	Fe
0.054	0.69	1.63	0.024	0.006	8.98	17.97	0.60	0.0351	bal.

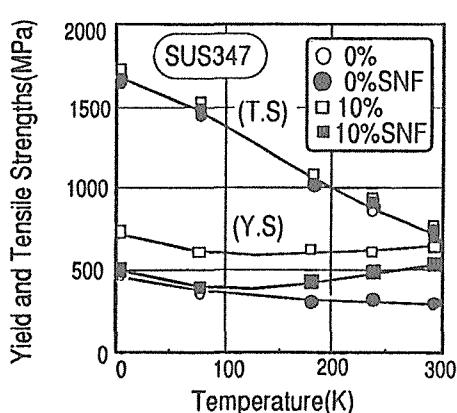
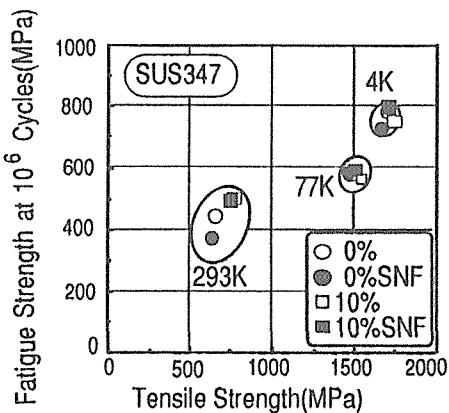


Fig. 1 Temperature dependence of yield and tensile strengths of 347 steels.

Fig. 2 Relation between 10<sup>6</sup> cycles fatigue strength and tensile strength at 293, 77 and 4 K.

参考文献 (1) M.Shimada et al : Adv. Cryog. Eng. Mater., 34(1988)131

Tetsumi Yuri (NRIM, Tsukuba Labs., 1-2-1, Sengen, Tsukuba-Shi, Ibaraki 305)

## 極低温構造材料の高サイクル疲労特性

長井 寿, 由利 哲美, 梅澤 修  
緒形 俊夫, 石川 圭介

金属材料技術研究所筑波支所 つくば市千現 1-2-1

(1991年1月21日受理)

High Cycle Fatigue Properties of Cryogenic Structural Alloys

Kotobu NAGAI, Tetsumi YURI, Osamu UMEZAWA,  
Toshio OGATA and Keisuke ISHIKAWA

Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen, Tsukuba 305

(Received January 21, 1991)

### Synopsis:

High cycle fatigue tests at cryogenic temperatures were performed for titanium alloys and austenitic steels. The S-N curves shifted to higher stress or longer life side with a decrease in test temperature with some exceptions in forged Ti-6 Al-4 V alloys. There was little change in fatigue strength between 77 K and 4 K for the forged Ti-6 Al-4 V alloys. Fatigue strength at  $10^6$  cycles increased in proportion to a gain in strength by temperature decrease. However, a ratio of the fatigue strength to tensile or yield strength depended on material and its processing. From the viewpoint of combination of yield strength and fatigue strength, austenitic steels had a higher fatigue strength than titanium alloys at a given yield strength. Among the titanium alloys, the rolled ones exceeded the forged ones.

### 1. 緒 言

繰返し荷重、変形を受ける稼働条件での構造部材の使用には疲労安全性評価が不可欠である。極低温における疲労データは、歪み振幅制御、荷重振幅制御の破断繰返し数評価試験、およびき裂伝播試験のいずれにおいても広範なデータの蓄積は未達成である。

極低温高サイクル疲労データについては、薄板材(厚さ0.1インチ程度)に一定のデータがある<sup>1)</sup>。これは、液酸液水ロケット用燃料タンクの容器材などを対象とした材料選択、構造設計からの要求に基づいて行われたものであり、比較的広範囲な構造材料についての評価がなされている。しかし、近年超電導技術のエネルギー、輸送手段分野への応用において、厚板材(厚さ1/4インチ以上)の極低温疲労データの取得、蓄積が求められるようになった<sup>2~4)</sup>。

極低温における評価の容易さの点からはなるべく小

型の試験片を用いた方が望ましい。しかし薄板材の結果から厚板材の疲労性質を予測することは避けた方がよい。それは以下の理由による。

(1) 薄板材と厚板材では一般に製造履歴、特に鍛造・圧延工程履歴に大きな違いがある。製造工程における加工度の違いは、同じ化学組成の材料であっても、微視組織、介在物分布などに大きな差をもたらすことが想定される。組織因子の違いは高サイクル疲労に有意な影響を及ぼす。

(2) 試験片形状の違い自体による影響が明確になっていないばかりか、極低温においては試験片の冷却効率が重要な問題となりうる。すなわち試験片の発熱と冷却において薄板材と厚板材とは異なる挙動を示すことが考えられる。発熱体積に対して冷媒と接触する試験片表面積の割合が両者では大きく異なるため、一般には厚板材の方が冷却効率が悪く、発熱しやすいと考えられる。これが温度に敏感な塑性変形挙動に大き

な影響を及ぼすことを考慮する必要がある。

(3) 最近の材料製造技術の長足の進歩を考慮すれば、従来の薄板材のデータは古く、規格材料においても最近の材料を用いて再度評価した方が望ましい。

以上から、極低温では特に厚板材の高サイクル疲労特性を独自に求めることが重要であると考えられる。正確な評価法に基づく十分なデータの蓄積とそれを基礎にした検討によって、疲労をはじめとした極低温機械的性質の支配因子を明らかにすれば、それを基礎により簡便な機械的性質評価法を探求することも可能になる。

著者らはこのような立場で極低温での機械的性質評価法の確立を前提に、極低温用構造材料の候補材料について種々の機械的性質の評価、データ蓄積を行ってきてている。

高サイクル疲労において疲労限は引張強さと深い関係があるとされている<sup>5)</sup>。金属材料の強度は一般には温度低下と共に上昇し、延性、韌性等が低下する。このことが上記の経験則にどのような影響を及ぼすかを再度確かめてみる必要がある。また疲労限（それ以下の繰返し応力では疲労破壊のない上限値）自体もその存在が認められるかどうかは興味のあるところである。ここではまずチタン合金、オーステナイト鋼の極低温高サイクル疲労特性を求めた。さらに他の機械的性質と関連について検討し、極低温高サイクル疲労特性と材質因子の関係の考察を試みた。

## 2. 実験方法

本研究においてまず対象とした材料は、チタン合金である。チタン合金はその優れた比強度から、超低温容器、超電導発電機部材<sup>4)</sup>などの候補材料として検

討された。しかし、歴史の新しい合金で極低温データはほとんど整備されていない<sup>6)</sup>。評価した合金は、Ti-5 Al-2.5 Sn ELI 合金鍛造材、Ti-6 Al-4 V (Normal, ELI, SuPer ELI の 3 種) 合金のそれぞれ鍛造材、圧延材の計 7 試料である。これらは鍛造、圧延加工後 millannealing を施してある。Normal, ELI, SuPer ELI は不純物濃度を示すもので、米国 AMS 規格<sup>7)</sup>に準拠している。ELI は Extra-Low-Interstitials (極低侵入型元素量) の略であり、規格では特に酸素、鉄についての規定が厳しい。SuPer ELI (さらに SPELI と略称する) は酸素、鉄を極力減じた開発合金である。Ti-6 Al-4 V 合金における鍛造材、圧延材の区別は鍛造・圧延による加工度に大きな差があることを考慮したものである。断面減少比の逆数で加工度で比較すると、後者は前者の 8 倍も加工度が高い。両者は同じ熱処理過程を経ているが、加工度の違いを反映して圧延材はより微細で等軸度の高い組織となっている。

オーステナイト鋼についてはまず標準的な極低温用ステンレス鋼となっている SUS 316 LN 鋼をとりあげた。熱間圧延後溶体化処理を施したものを受け入れまま材として、20 % 冷間圧延材、20 % 冷間圧延 + 700°C, 200 h 時効処理材の 3 種類の試料を作製した。これらの特殊な処理は施工段階での冷間加工や Nb<sub>3</sub>Sn 超電導線補強材としての使用を想定したものである。わが国で開発された高マンガン鋼からは、32 Mn-7 Cr 鋼<sup>8)</sup>、25 Mn-5 Cr 鋼 (熱延まま材、溶体化処理材の 2 種)<sup>9)</sup> をとりあえず評価した。さらに強度の温度依存性が小さいという特長を持ち、非磁性化合金設計された  $\gamma'$  時効硬化型 Fe-Ni-Mn-Cr-Ti 合金 (FeNiMnCrTi 合金と略す)<sup>10)</sup> もとりあげた。オーステナイト鋼は計 7 試料で、チタン合金と合わせて 14 種の試料に

Table 1 Chemical compositions of the materials tested in the present study (mass %).

Ti Alloys	Fe	O	N	C	H	Al	Sn	V	Ti
Ti-5 Al-2.5 Sn ELI	0.19	0.057	0.0024	0.012	0.0058	5.15	2.66	—	bal.
Ti-6 Al-4 V	Normal	0.199	0.135	0.0071	0.011	0.0053	6.34	—	4.23 bal.
	ELI	0.200	0.104	0.0035	0.011	0.0032	6.23	—	4.25 bal.
	SPELI	0.028	0.054	0.0019	0.024	0.0055	5.97	—	4.12 bal.
Austenitic Steels	P	S	N	C	Mn	Cr	Ni	Others	
SUS 16 LN	0.026	0.001	0.180	0.022	0.65	17.76	10.81	Mo: 2.56	
32 Mn-7 Cr	0.012	0.006	0.133	0.14	31.58	7.04	0.23	—	
25 Mn-5 Cr	0.009	0.001	0.040	0.22	25.60	4.67	0.97	—	
FeNiMnCrTi	0.002	0.003	—	0.006	7.66	14.66	26.48	Ti: 2.14, Mo: 1.54	

Table 2 Tensile properties and fracture toughness of the materials tested.

	Direction	YS(MPa)	TS(MPa)	El(%)	RA(%)	$K_{Ic}(\text{MPa}\sqrt{\text{m}})$
<b>Ti Alloys</b>						
Ti-5 Al-2.5 Sn ELI	LS	1,405	1,483	10	20	94
Ti-6 Al-4 V Normal						
Forged	L	1,753	1,764	2.2	28	18
Rolled	L	1,865	1,865	0.1	25	—
Ti-6 Al-4 V ELI						
Forged	L	1,705	1,716	2.1	27	45
Rolled	L	1,819	1,819	0.2	27	—
Ti-6 Al-4 V SPELI						
Forged	L	1,599	1,599	5.3	33	63
Rolled	L	1,674	1,674	2.3	37	—
<b>Austenitic Steels</b>						
SUS 316 LN						
Unrolled	L	1,072	1,697	55	60	240
20% CR	L	1,560	1,982	43	37	156
20% CR+HT	L	1,263	1,617	14	15	64
32 Mn-7 Cr	T	1,118	1,417	47	53	143
25 Mn-5 Cr						
Hot-rolled	T	927	1,506	49	48	296
Solution-treated	T	958	1,529	42	44	255
FeNiMnCrTi	L	947	1,478	30	40	267

について S-N 曲線を求めた。これらの試験材料の化学組成を Table 1 に示す。各試料について液体ヘリウム温度 (4 K), 液体窒素 (77 K), 室温 (293 K) における引張性質, 破壊靭性値, 高サイクル疲労特性を求めた。疲労特性以外の性質は Table 2 にまとめて示してある。

疲労試験は、Fig. 1 に示すような最小径 6 mm (チタン合金は一部 4.5 mm) の砂時計型疲労試験片を用い、正弦波 (最小荷重/最大荷重比,  $R=0.01$ ) の荷重制御によって破断まで行った。4 K での周波数は試験片の温度上昇を極力抑える<sup>11)</sup>ことを原則として 4 Hz

を用いた。このような低い周波数はより長時間の極低温運転を求ることとなり、時間的経済的制約を一層厳しいものにする。そのため、特別に  $10^7$  回まで試験を継続したものもあるが、 $2 \times 10^6$  回を通常の打ち切り繰返し数とした。したがって、本疲労試験においては  $10^6$  回疲労強度 (破断繰返し数が  $10^6$  回となる内挿繰返し最大応力) を重視して S-N 線図を求めた。極低温における実用上の要求としては十分な繰返し数といえる。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 S-N 線図

紙幅の都合上すべての S-N 線図を示すことができないので、Ti-6 Al-4 V Normal 合金 (Fig. 2), SUS 316 LN 鋼受け入れまま材 (Fig. 3), 32 Mn-7 Cr 鋼 (Fig. 4) についてのみすべての温度の S-N 線図を示した。他の試料については 4 K における S-N 線図を Fig. 5 (チタン合金), Fig. 6 (オーステナイト鋼) にまとめた。

室温における S-N 線図は長寿命側で傾きが小さくなり、通常見られるような低応力側で飽和する形状を

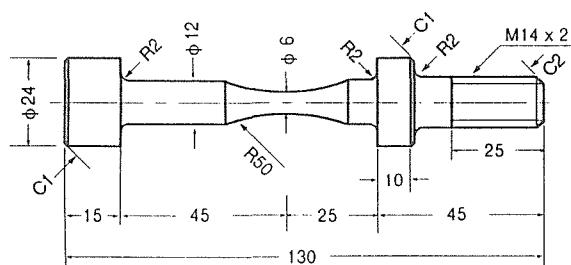


Fig. 1 Specimen geometry for cryogenic fatigue test.

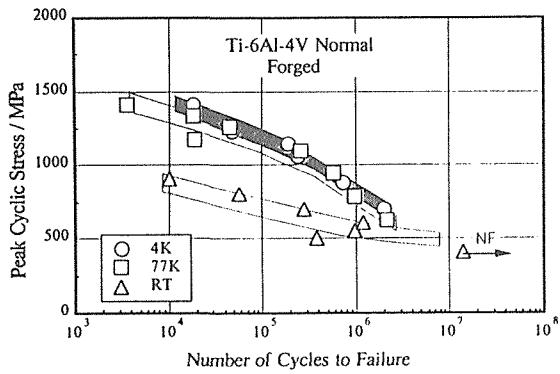


Fig. 2 S-N curves at all the test temperatures for Ti-6 Al-4 V Normal alloy; Top: forged and Bottom: rolled.

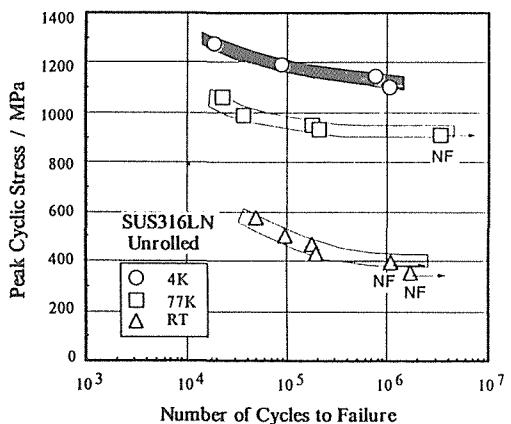


Fig. 3 S-N curves at all the test temperatures for as-received (unrolled) SUS 316 LN steel.

示す。77 K, 4 KにおけるS-N線図も多くは同様の形状を示した。

しかし、Ti合金鍛造材(Ti-5 Al-2.5 Sn ELI合金およびTi-6 Al-4 V各合金の鍛造材)で典型的に見られるように、低温側になると試験範囲内の繰返し数では低応力側での飽和傾向を示さない直線的なS-N線図を呈するものが現れてくる。同様の傾向は32 Mn-7 Cr鋼、FeNiMnCrTi合金でも観察された。

これは見かけ上は疲労限が現れないこととなる。

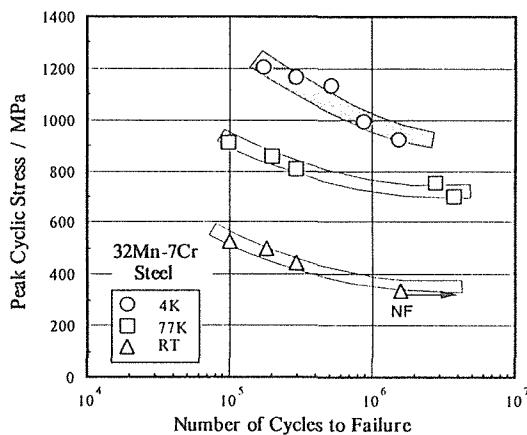


Fig. 4 S-N curves at all the test temperatures for 32 Mn-7 Cr steel.

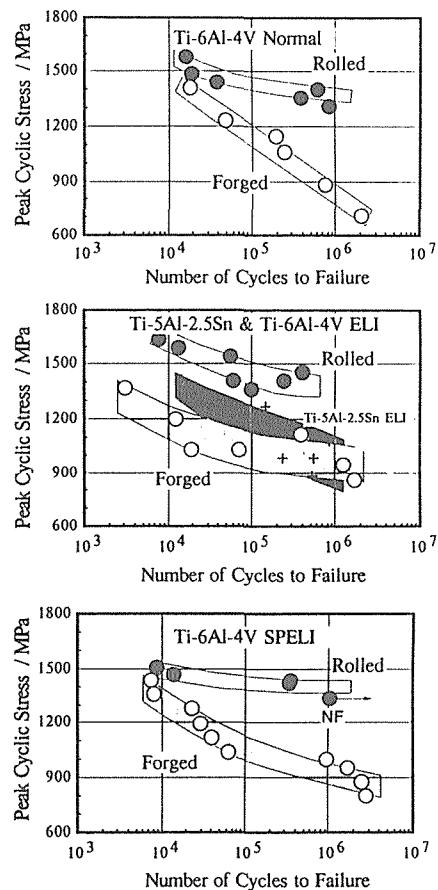


Fig. 5 S-N curves at 4 K for titanium alloys.

Atrensら<sup>12)</sup>はTi-6 Al-4 V合金について室温において10<sup>10</sup>回までのS-N線図( $R=0$ )を求めている。それによると10<sup>6</sup>~10<sup>7</sup>回の範囲で本研究と同様にS-N線図は低応力側で飽和する(応力は約700 MPa)傾向を示すが、さらに繰返し数を増すとより低応力でも破断するようになり直線的な形状にもどり、約5×10<sup>8</sup>回以降で再度低応力側で飽和する(応力は約350 MPa)

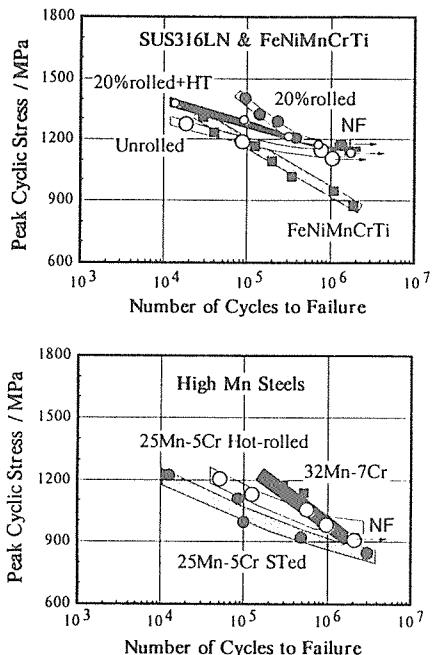


Fig. 6 S-N curves at 4 K for austenitic steels.

ようになる。彼らはこの遷移は破壊機構の変化を伴っており、その際環境因子の影響がないことも明らかにしている。この結果は、 $10^7$ 回程度で真の「疲労限」を評価することの危険性を指摘しているばかりでなく、異なった破壊機構が働けば一般的に S-N 線図の形状が変化することを示唆している。Fig. 2 に再度注目してみると、Ti-6 Al-4 V Normal 合金鍛造材では、長寿命側ではすべての温度の曲線が接近する傾向が見られる。この合金でこの傾向がさらに続くとすると「疲労限」に温度依存性がないことになる。

このように「疲労限」を直接論ずるためには現状では十分なデータがない。また極低温において $10^9 \sim 10^{10}$ 回までの範囲の S-N 線図を求めるることは、実験的に無理なうえに実用上も必ずしも必要とはいえない。したがって本論文では「疲労限」について直接論ずることは避け、前述したように $10^6$ 回疲労強度で高サイクル疲労特性を議論することとする。

### 3.2 温度依存性

Fig. 2～Fig. 4 からわかるように一般的には温度低下に伴い、S-N 曲線は高応力側、長寿命側にシフトする。ただし例外的に Ti-6 Al-4 V 合金各種鍛造材においては、4 K の S-N 曲線には 77 K からの高応力側、長寿命側へのシフトはほとんど見られなかった。

本研究で用いた合金各種では、引張、破壊非性試験における破壊の主様式は延性的で、伸び、絞り、破壊非性値は低温で若干低下するのに対して強度は上昇す

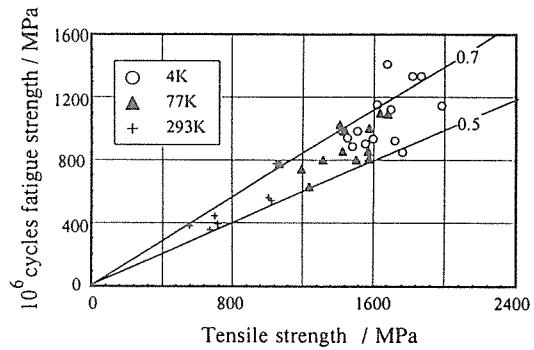


Fig. 7 Relationship between  $10^6$  cycles fatigue strength and tensile strength for all temperature data.

る。Ti-6 Al-4 V 合金の鍛造材と圧延材の引張特性を比較すると、鍛造材は圧延材よりも強度が低いうえに延性もある。Normal 材の伸びの値を比較すると前者が 2.2 %、後者が 0.1 % で、この面からいえばむしろ圧延材のほうが「脆性的」である。したがって、鍛造材において 4 K での高応力側、長寿命側へのシフトが見られない現象は材料の脆化と無関係であると考えられる。

試験温度の低下は強度の上昇を伴うので、強度との相対変化を検討する必要がある。Fig. 7 は $10^6$ 回疲労強度と引張強さの関係を温度をパラメーターにして示したものである。これからわかるように $10^6$ 回疲労強度/引張強さ比（図中では例示された直線の傾きに対応する）が、ほぼ 0.5～0.7 の間にまとまっている。この比の温度変化を試料ごとで整理してみるとほぼ一定か、低温で上昇気味となる。すなわち、試料ごとに比は異なるが、試験温度低下に伴う $10^6$ 回疲労強度の上昇は引張強さの上昇にはほぼ対応している。後述するように同様のことが降伏強さとの関係でもいえる。すなわち、低温での疲労強度の上昇は材料強度の低温での上昇を反映していると結論される。

### 3.3 合金間の比較

Fig. 8 に全温度データを用いて他の機械的性質と $10^6$ 回疲労強度の関係をまとめて示す。ここではデータをチタン合金とオーステナイト鋼に区別して示してある。

これによると $10^6$ 回疲労強度は引張強さ、降伏強さとは前述のように正の相関関係にあり、伸び、絞りについては負の相関関係にある。破壊非性値とは全く相関が認められない。チタン合金はオーステナイト鋼に比して強度は高く、延性、非性は低い。そのため、

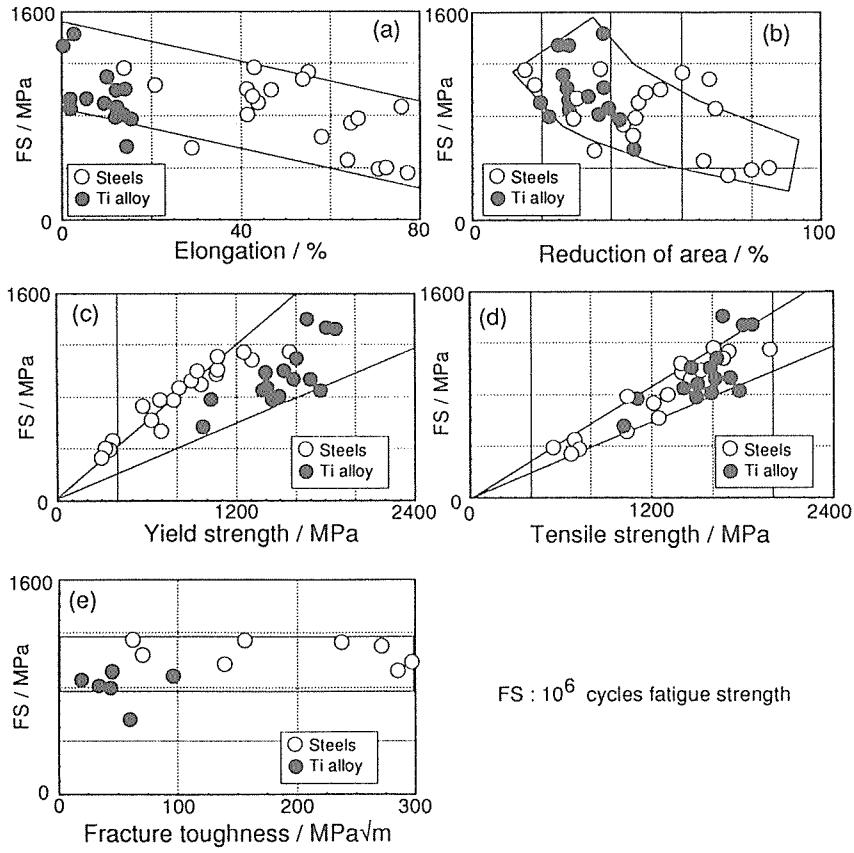


Fig. 8 Fatigue strength and other mechanical property: (a) elongation, (b) reduction of area, (c) yield strength, (d) tensile strength, and (e) fracture toughness. All temperature data are classified according to alloy type; open: austenitic steel and solid: titanium alloy.

伸び、破壊靱性値では両者が図中で個別のグループを作って分布するが、絞り、引張強さでは両合金は分布は重なり合っている。降伏強さとの関係図では以上二者とは異なった分布状態が認められる。すなわち両合金の降伏強さの分布域が重なっているにもかかわらず、 $10^6$ 回疲労強度との関係図では両合金はそれぞれ独自の分布グループを形成している。

合金選択、比較の基準として、降伏強さも重要な因子である。その意味で Fig. 8 における降伏強さ- $10^6$ 回疲労強度関係図は重要な点を示している。それは、同じ降伏強さに対してオーステナイト鋼のほうがチタン合金よりも高い  $10^6$ 回疲労強度を与えるということである。引張強さとの相対比を論じた際に試料によってその比の値が違うことを述べたが、降伏強さとの関係図では高サイクル疲労強度の材質依存性がより明確になっていると考えられる。

そこで降伏強さ- $10^6$ 回疲労強度関係に着目して、より詳細に材質依存性を調べたのが Fig. 9 である。

チタン合金のデータを鍛造材と圧延材に分類するとチタン合金のデータはさらに明確に二分されることがわかる。すなわち、オーステナイト鋼においてはいくつかの例外を除きデータは傾き=1の直線のまわりに分布しており、チタン合金圧延材では傾き=0.75、鍛造材では傾き=0.5の直線のまわりに分布している。換

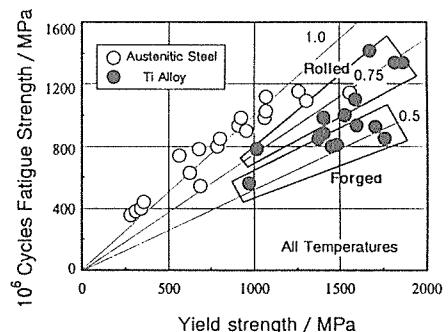


Fig. 9 Relationship between fatigue strength and yield strength for all temperature data. Rolled titanium alloys and forged ones are separately grouped in this arrangement.

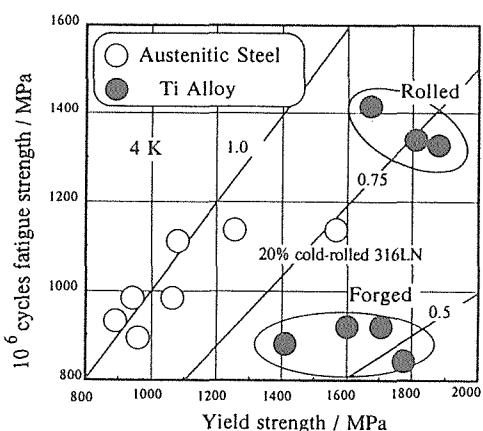


Fig. 10 Fatigue strength and yield strength for 4 K data.

言すれば同じ降伏強さレベルでは  $10^6$  回疲労強度の大小関係はオーステナイト鋼>チタン合金圧延材>チタン合金鍛造材となっている。

Fig. 10 は Fig. 9 のうちの 4 K のデータのみを示したものである。これからオーステナイト鋼において傾き = 1 の直線から大きく離れたものが 20 % 冷間圧延 SUS 316 LN 鋼であることがわかる。すなわち、冷間圧延によって強化してもそれが  $10^6$  回疲労強度の向上にはほとんど有効でないことを示している。ところでオーステナイト鋼のデータから見かけ上飽和傾向にあると見ることもできるが、例えば冷間圧延によって破壊機構に変化が生じたために疲労強度が低下した可能性を検討してみる必要がある<sup>13)</sup>。

チタン合金の圧延材、鍛造材の  $10^6$  回疲労強度の差は同じ降伏強さレベルで約 500 MPa にも及ぶ。これはきわめて重大な示唆を与えている。これらは製造プロセスの違いによって同じ化学組成のものから微視組織の異なる試料を得ての結果であるから、チタン合金の疲労強度がきわめて大きな材質依存性を有し、その材質依存のメカニズムを明らかにできれば疲労強度をさらに高めうる可能性があることを教えている。これは、圧延材、鍛造材の各グループを詳細に見た時に降伏強さの高いものが必ずしもそれに見合った高い  $10^6$  回疲労強度を与えていないということからも同じ推論を導き出すことができる。

これらの材質依存特に組織依存性については別報<sup>14)</sup>で詳しく検討しているが、破断領域が降伏強さもしくはそれ以下でバルクには塑性変形量のきわめて小さい領域での現象であることに留意すべきことを Fig. 9 や Fig. 10 が示しているといえる。

#### 4. 結 言

(1) 極低温における高サイクル疲労試験が可能になり、代表的な極低温用構造材料について各温度での S-N 線図を得た。

(2) 温度の低下によって一般には引張強さ、降伏強さの上昇に対応する疲労強度の上昇が得られる。しかし、試料によっては低温での疲労破壊機構変化による S-N 線図の形状変化が見られ、試験範囲内では疲労限を論じることはできなかった。

(3) また強度に対してどの程度の大きさの疲労強度が得られるかは材質に大きく依存する。その結果、評価材料の中では、同じ降伏強さに対して  $10^6$  回疲労強度がオーステナイト鋼>チタン合金圧延材>チタン合金鍛造材の順であることがわかった。

最後に本論文中のチタン合金に関する研究のほとんどが(株)神戸製鋼所との共同研究によったことを記し、同社の皆様に謝意を示したい。また、極低温試験機の運転に関しては金材技研筑波支所の関係各位に多大なる協力をいただいた。

#### 参 考 文 献

- 1) F.R. Schwartzberg, et al.: *Cryogenic Materials Data Book*, AFML-TDR-64-286 (1970)
- 2) K. Yoshida, H. Nakajima, K. Koizumi, M. Shimada, Y. Sanada, Y. Takahashi, E. Tada, H. Tsuji and S. Shimamoto: *Austenitic Steels at Low Temperatures*, Plenum Press, New York (1983) 29
- 3) Next European Torus, Specifications of jacket material: private communication
- 4) 平野一美: 非磁性鋼における最近の進歩, 日本鉄鋼協会, 東京 (1990) 85
- 5) 横堀武夫: 材料強度学, 技報堂, 東京 (1955) 151
- 6) 長井 寿, 山利哲美, 石川圭介, 梅澤 修: 低温工学 22 (1987) 347
- 7) ASM Metals Reference Book, American Society of Metals (1983) 385
- 8) R. Miura, K. Ohnishi, H. Nakajima, Y. Takahashi and K. Yoshida: *Austenitic Steels at Low Temperatures*, Plenum Press, New York (1983) 287
- 9) 吉村 博文, 山田 直臣, 本間 弘之: 鉄と鋼 66 (1980) S 1086
- 10) 平賀啓二郎, 長井 寿, 由利哲美, 石川圭介, 竹下哲郎, 中澤崇徳, 安保秀雄: 材料とプロセス 1 (1988) 1416

- 11) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井 寿, 山利哲美, 梅澤 修: 低温工学 26 (1991) 190
- 12) A.Atrems, W. Hoffelner, T.W. Duerig and J.E. Allison: Scr. Metall. 17 (1983) 601
- 13) 山利哲美, 長井 寿, 石川圭介: 材料とプロセス 1 (1988) 1417
- 14) 梅澤 修, 長井 寿, 山利哲美, 緒形俊夫, 石川圭介: 低温工学 26 (1991) 263