

特別講演

□第159回春季講演大会浅田賞受賞記念特別講演
(平成22年3月30日)

構造材料の極限環境での特性評価と国際標準化 Evaluation of Materials Properties in Extremely Severe Environments and International Standardization for Those Methods

緒形俊夫 (独)物質・材料研究機構
材料信頼性センター センター長
Toshio Ogata



*脚注に略歴

1 はじめに

構造材料を使用する際には、実際に使われる環境雰囲気
で特性評価試験を行い、個々の特性に対する環境による影響
を把握しておくことが必須である。しかし、極限環境になる
ほど環境の生成と維持に必要な装置が大型化し、設備の導
入・運用・維持の経費や労力が増大し、試験の実施が難し
くなる。液体水素(−253℃, 20K)を燃料とする国産宇宙ロ
ケット及び燃料電池車を始めとするクリーンエネルギー或い
は国際熱核融合実証炉(ITER)等の液体ヘリウム(−269℃,
4K)を使う超伝導応用機器の信頼性向上と利用促進のため
には、用いられる材料の極低温(−253℃以下)での特性把握
は不可欠である。しかし、1980年代までは長時間にわたる試
験の実施等が困難なため、特に機器の設計に必要な疲労特性
データが無い状況だった。また近年、燃料電池車に搭載する
高圧水素タンク及び配管系の材料の選定と開発が進められて
いるが、一般的な車載高圧水素タンクの圧力である70MPa以
上の水素環境中での試験も容易ではない。

筆者は一貫して、構造材料の極低温や高圧水素の極限環
境における特性及び信頼性を評価するため、試験法を開発す
るとともに簡便化による試験技術の普及・確立と標準化に取
り組み、ステンレス鋼及びチタン合金などの極低温強度特性
や高サイクル疲労特性等の蓄積に従事してきた。開発・確立
してきた試験法としては、液体ヘリウム中の引張試験法、衝
撃試験法やヘリウム再凝縮冷凍機付き疲労試験装置等があり、
簡便な極限環境中材料特性評価法がある。この簡便な極
限環境中材料特性評価法の適用例の一つが高圧水素環境で
ある。また、液体ヘリウム中の引張試験法のISOへの提案を
機に、金属材料の機械的特性試験に関する国際標準規格を所

掌する専門部会であるISO TC164との係わり合いを深めた。
そして、試験法ごとに定義が異なっていたstressやstrainを
始めとする試験用語を統一する用語集を取りまとめ制定した
が、これまでの試験法の開発と国際標準化の実績は国内外の
関係者の協力を得る上で大いに役に立った。そこで、その概
要について紹介させて頂く。

2 試験法の開発

2.1 液体ヘリウム中シャルピー衝撃試験

シャルピー衝撃試験は、簡便に構造材料の低温での靱性が
評価できることから、多く用いられている。低温での試験は、
冷媒の中で冷却した試験片を取り出し、5秒以内にハンマー
の打撃を加えれば良いことがJIS Z 2242にも示されており、
液体窒素温度まではこの方法で良いが、液体ヘリウムのデュ
ワー中で冷却した試験片を取り出してハンマーで打撃するま
では、材料の比熱が小さいことから、試験片温度は数10
度も上昇してしまう。そのため、小さな真空断熱のガラスデュ
ワーの中にJIS 4号試験片を液体ヘリウムとともに入れて打撃
する方法も考案されたが難点が多かった。そこで、図1のよ

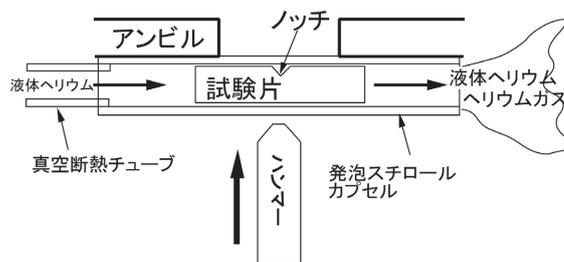


図1 液体ヘリウム中シャルピー試験の模式図

* 昭和54年3月東大大学院修士課程修了後、金属材料技術研究所(平成13年物質・材料研究機構に統合)に入所し、昭和61年東大より工学博士の学位を取得、力学機構研究部室長などを経て、平成20年に材料信頼性センター長に就任し、現在に至る。

うに試験片を溝付きの3mm厚の発泡スチロールで包み、液体ヘリウムを流しながら冷却し、4Kでの試験を行う方法を考案した¹⁾。図2に示すように、冷却に要する時間は2分以内、消費する液体ヘリウムは試験片1本あたり約1リットルであった。ステンレス鋼のように低温でも吸収エネルギーの高い材料においては、塑性変形による発熱により試験片温度がおおよそ200K近く上昇してしまうことから、試験法としては規格化されるに至っていない。しかし、低温での吸収エネルギーの小さい材料の評価には、試験片の温度上昇も小さいことから有効であり、9%Ni鋼やチタン合金の評価にも実際に使われている。

2.2 液体ヘリウム中引張試験の標準化

1980年代は、ITER (国際熱核融合実証炉) で高磁場を発生する極低温下の超伝導コイルを支える構造材料の開発が活発に行われた。しかし、液体ヘリウム中の試験は真空断熱容器の中で行われることから、荷重の負荷や軸心の調整が難しく、得られる引張特性のばらつきは室温のそれより大きかった。また極低温で校正したひずみゲージはなく、極低温で使える伸び計の入手も容易ではなく、降伏応力付近でセレーションが生じる材料もあることから、降伏応力の求め方も議論になった。さらに、筆者が行ったひずみ速度と試験片内温度の研究²⁻⁴⁾で、図3に示すように、極低温でセレーション変形が生じた際には、試験片温度が100度近くも上昇すること、ひずみ速度が速くなると試験片温度は上昇し続け、図4に示すように、得られる引張強さが変化することを見出したことから、試験法の標準化が始まった。この試験片の温度上昇は、材料の比熱が液体窒素温度 (77K) 以下で、熱伝導率が20K以下で著しく小さくなり、4K付近の比熱は室温の約

1000分の1に熱伝導率は数10分の1になって、局所的な断熱変形が生じることによるものである。熱伝導率が小さいステンレス鋼や熱伝導率の大きい無酸素銅やアルミ合金及び試験片形状を変えた引張試験中の温度測定を行い、ひずみ速度が $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 以下であれば、試験片の定常的な発熱を抑え特性の変化が小さいという試験条件を提案した。さらに日米協力やVAMAS (先進材料と評価法の標準化に関する国際共同研究)⁵⁾で、共通材料を用いたラウンドロビン試験で参加機関間のばらつきの小ささが確認され、まずASTM E 1450、次にJIS Z 2277が制定され、その後のラウンドロビン試験の結果と併せて、ISOにはVAMASを提案母体として (ISOへの通常の提案母体は、加盟国の代表標準団体)、2000年に提案しVAMASの国際協力を元に、ISO19819として2004年に成立した。

ちなみに、室温の引張試験法と異なる点は、①ひずみ速度： $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 以下に限定、②特異な変形挙動に対応した降伏応力を定義、③2個以上の伸び計の使用を推奨、④極低温での伸び計の校正法、⑤極低温容器と治具を規定、⑥軸心の検定法、⑦試験片形状などがある。

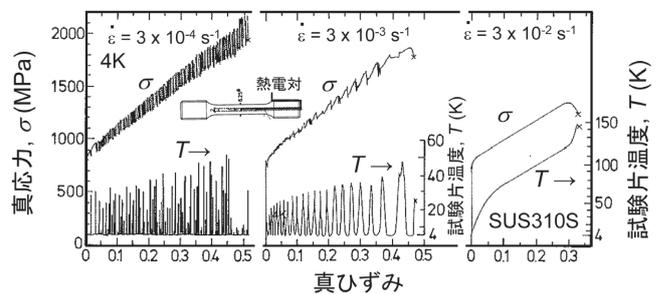


図3 SUS310Sの液体ヘリウム中引張試験の真応力-真ひずみ曲線と試験片温度のひずみ速度による変化

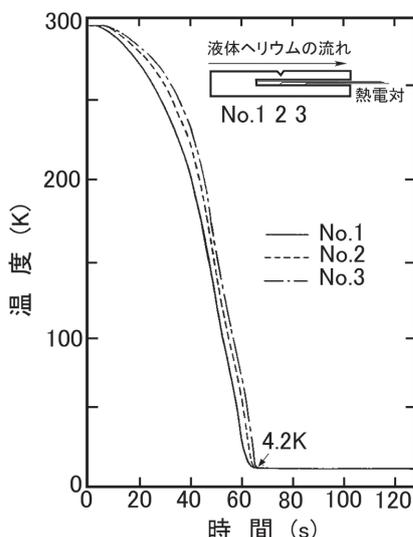


図2 シャルピー衝撃試験片の冷却曲線

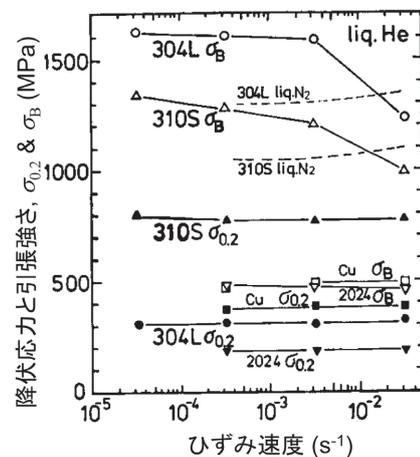


図4 SUS304L、310S、316L、無酸素銅、アルミ合金 2024 の4Kで得られる降伏応力と引張強さのひずみ速度による変化

同様に高サイクル疲労試験と低サイクル疲労試験における試験片の温度上昇を測定し、高サイクル疲労試験においては試験応力レベルによって試験周波数が4Hz程度または10Hzが上限であること⁶⁾、軸ひずみ制御低サイクル疲労試験においては、引張試験と同じくひずみ速度 $0.1\%s^{-1}$ が上限であること⁷⁾を示し、実際の試験に適用されるとともに、これらの報告が参照されて、液体ヘリウム中低サイクル疲労試験法 JIS Z 2283 が制定された。さらに、液体ヘリウム中弾塑性破壊じん(靱)性 J_{IC} 試験方法 JIS Z 2284 も制定された。

2.3 簡便な高圧水素環境中試験法の開発

高圧水素環境下で使用される材料の水素脆化感受性を評価する方法として、従来、高圧水素容器内に試験片を入れて試験が行われているが、環境生成のための装置と安全のための経費が高く、高圧容器と試験機プルロッドとのシール部の構造が複雑になり、試験装置の導入と試験の実施が容易ではない。近年、液体水素の急速気化による高圧水素の充填法が検討され、従来法では困難な高圧水素かつ極低温環境下での材料特性取得が求められた。そこで従来法による高圧水素環境と同等の環境を試験片に設定できる簡便な高圧水素下材料試験法を考案し^{8,9)}、オーステナイト系ステンレス鋼について、室温から低温にかけて高圧水素環境下の引張試験を行い、従来の報告¹⁰⁾と比較することで、簡便な材料試験法の有効性を確認するとともに、低温下での高圧水素の引張特性への影響を調べ¹¹⁾、本試験手法を疲労試験に適用した¹²⁾。本手法は、試験片内の微小空隙内のみ高圧水素を充填することで、高温でも極低温でも70MPa級の高圧水素環境特性を評価できる簡便かつ画期的な材料特性評価法で、あらゆる環境条件下の材料試験に適用できるものであるが、当面は水素脆化感受性のスクリーニング評価法として認知されている。

ここでは、オーステナイト系ステンレス鋼の低温での引張特性における水素脆化感受性評価結果を紹介する。

2.3.1 試験方法

簡便な高圧水素下材料試験法として試験片内の微小空隙に高圧水素環境を設定する方法(特開2007-286036)を用いた。概略図を図5に示す。供試材は、市販のSUS304、304LとSUS316Lである。引張試験片の平行部直径は6.25mmで、微小空隙の内径は1mmまたは2mmである。試験温度は試験片を加熱または冷却することにより制御し、室温から77Kにおいて試験した。水素ガス圧はボンベ圧の10MPa級とした。引張試験のクロスヘッド速度は3.6mm/h ($2.8 \times 10^{-5} s^{-1}$)で行った。

2.3.2 試験結果

図6に10MPa級の水素中で得られた絞りを同じHe中の絞りで除して評価した水素環境脆性の影響の温度による変化を示す。低温でオーステナイト相が不安定なSUS304と304Lでは、低温で脆化の度合いが大きくなり200K付近で脆化が最大となり77Kではほぼ延性的に破断し、SUS316Lでは200K付近においても水素感受性の影響は小さい。また図7に示すSUS304の室温での引張破面のように、水素中では室温から200Kにかけて割れを有する破面を呈しており、簡便な本試験法でも従来の報告と結果と同様な結果が得られ、有効性を確認した^{9,12)}。

3 ISO TC 164 金属材料の機械的試験専門部会での国際標準化活動

3.1 金属材料の機械的試験用語編纂と国際議長就任

国際標準は明日の市場を文書によって確保するための国際的な戦いとも言えるものであるが、TC164は日本が幹事国で

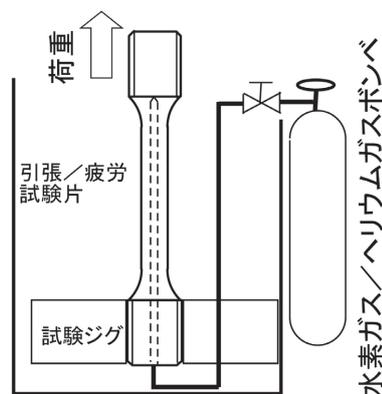


図5 簡便な高圧水素環境中材料試験法の模式図

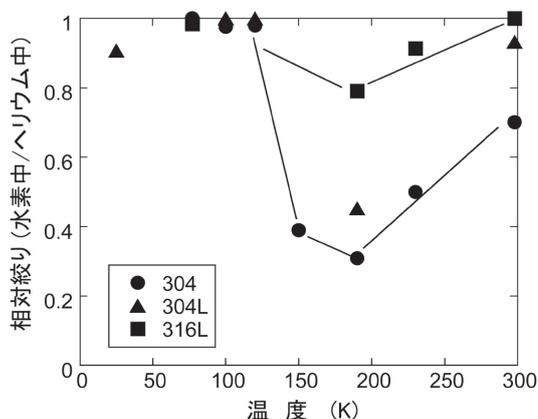


図6 SUS304、304L及び316Lの13MPa水素中とヘリウム中の相対絞りに及ぼす温度の影響

あり、事務局（日本規格協会）と国際議長を務めている。5つのSub Committee (SC) があり、SC1は単軸試験（引張試験、クリープ試験、試験機他）、SC2は延性試験、SC3は硬さ試験、SC4は破壊靱性と衝撃試験、SC5は疲労試験とき裂進展試験である。液体ヘリウム中引張試験のISO規格化は、SC1に提案しプロジェクトリーダーを務めた。その後、TC164内の用語を統一するWGのコンビナーを務めた。当時、SC1とSC5で使われる、stressやstrainを始めとする基本的な試験用語が別々に定義され、他の用語もSC間で齟齬が生じかねない状況であった。そこで、SC間で共通の語を抽出するとともに、定義を統一した。この際、JIS G 0202の鉄鋼用語（試験）規格に含まれている用語は極力尊重した。時には英国と米国で用語の定義が異なることはしばしばあったが、事務局や日本鉄鋼連盟を始めとする日本の代表委員の方々の助言を元に、一つ一つそれなりに理由をつけて採択／却下した。WGの会議で、各国の意見が分かれ、頭の中が真っ白になるぐらい紛糾した時もあったが、最終的にコンビナーに一任するという合意を得て、用語規格ISO23718を2007年に出版することができた。

これらの経歴が下地となって、2009年からTC164の国際議長に就任した。主な仕事は、TC164の総会が円滑に進むように議事を進行するボランティアである。昨年9月の総会で初めて、国際議長として議事を進行したが、まとまりそうなことについても各国代表が好き勝手なことを発言するのに戸惑った。しかし、議論の後に議長としての見解を表明すると、速やかに合意が得られることを知って、単なる調整・進行係ではなく国際議長としてのリーダーシップの重要性を感じた。

3.2 金属材料の機械的試験における uncertainty (測定不確かさ)

JISにおいてもISOにおいても、液体ヘリウム中引張試験の標準法を議論制定する際に感じたことは、標準試験法というのは必ずしも材料の真の特性を得るのではなく、所定の試験条件での材料特性を、誰が試験をしても同様の値を得るためのもので、主な用途は商取引のための出荷検査であるということである。そのため使われない規格や売れない規格は審議されないことになる。材料の機械的特性は、ミルシートの許容範囲と個々のばらつきを見込んで評価されているが、近年、このばらつきをuncertainty (測定不確かさ)として、評価することの議論が盛んになっている。これは国際度量衡委員会 (CIPM) では、材料特性データは国際的な相互認証制度が確立していないため材料の国際的な商取引で混乱が生じているという認識があり、材料試験においても、uncertaintyの導入の是非が議論されている。TC164の各試験法において、uncertainty導入が検討されているが、uncertaintyと材料特性の議論が不十分な現在の状況では、規格ではなく参考情報として位置づけ、一部の規格 (クリープ試験、室温引張試験、シャルピー衝撃試験) のAnnexに参考情報として記載するに留めるという状況であり、今後、関係する他の標準関係団体との情報交換を増やして、適切に対応する予定である。

4 おわりに

筆者が開発・標準化した試験法と試験装置で取得・解析された材料特性は、極低温でのオーステナイト系ステンレス鋼の変形中の相変態挙動の把握と解明¹³⁾という学術的分野のみならず、液体水素を使う国産宇宙ロケットH-IIAエンジンの設計・改良や運転条件の改善に反映され、H-IIAの連続打ち上げ成功に貢献している。特に1999年の国産ロケットH-IIの事故の際、原因解明にこれらの試験技術及びその技術から得られたデータが参照されるとともに、事故調査委員会から依頼された極低温での材料試験を実施することで¹³⁾、原因解明に大きく貢献した。今後、次期国産ロケットを開発していく上でも、これらの試験技術は必要不可欠になっている。

参考文献

- 1) 緒形俊夫, 平賀啓二郎, 長井寿, 石川圭介: 鉄と鋼, 69 (1983), 641.
- 2) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井寿: 鉄と鋼, 71 (1985), 1390.
- 3) 緒形俊夫, 石川圭介: 低温工学, 21 (1986), 99.
- 4) 緒形俊夫, 石川圭介: 低温工学, 23 (1988), 205.
- 5) T.Ogata: Advances in Cryogenic Engineering

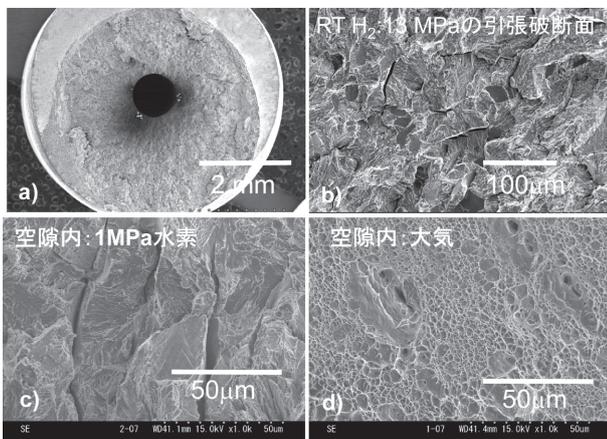


図7 SUS304の簡便な高圧水素環境中引張試験後の破面 (室温)
 a), b) 13MPa 水素中 (穴の内径は 1mm)
 c) 1MPa 水素中、d) 空隙内は大気

- (Materials), 46 (2000), 427.
- 6) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井寿, 由利哲美: 鉄と鋼, 73 (1987), 160.
 - 7) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井寿, 由利哲美, 梅澤修: 低温工学, 26 (1991), 190.
 - 8) 緒形俊夫: 日本金属学会講演概要 (2006年春季), 160, 230.
 - 9) 緒形俊夫: 金属学会誌, 72 (2008), 125.
 - 10) D.Sun 他: Materials Science and Technology, 17 (2001), 302.
 - 11) 緒形俊夫: 日本機械学会年次大会講演論文集, 1 (2006), 619.
 - 12) 緒形俊夫: CAMP-ISIJ, 20 (2007), 499.
 - 13) 緒形俊夫, 由利哲美, 小野嘉則: 低温工学会誌, 42 (2007), 10.
 - 14) T.Ogata and S.Matsuoka: Advances in the Astronautical Sciences, 117 (2004), 639.

(2010年4月7日受付)