

[13P-20]

HIP Bonding for the Different Material between Niobium and Stainless Steel

H.Inoue, K.Saito, K.Abe, T.Fujino, N.Hitomi, Y.Kobayashi

High Energy Accelerator Research Organization (KEK)

1-1 Oho, Tsukuba-shi, Ibaraki-ken, 305-0801 Japan

Abstract

In the future advanced cryomodule for superconducting RF cavities, a helium vessel made from titanium or stainless steel has to be welded directly the niobium cavity wall in order to be simple a structure. For that, we need a transformer from niobium to titanium or stainless steel. Stainless steel will have many benefits if the reliable bonding to the niobium is developed. We have tested the niobium/stainless steel bonding by HIP (Hot Isostatic Pressing) with the heat shock between 1023 K and 2 K. The bonding interface was also observed by SEM. These test results will be presented.

HIPによるニオブ・ステンレス異材接合

1. はじめに

現在、KEKとの共同研究で進めている原研600MHz $\beta=0.604$ 5連ニオブ超伝導加速空洞（横クライオモジュールでのローレンツ力による機械振動、コントロール法の実証試験用）の製作では、ヘリウムジャケットをニオブ空洞に直溶接する方針である。海外からの情報やKEKでの経験からヘリウムジャケットの材質としてチタン、SUS316L材を検討している。チタンは、ニオブと熱膨張係数が殆ど等しく、空洞冷却の際に応力の発生の問題が無い。また、ニオブとの溶接性（例えばEBW）が良く、接合に問題が無い。しかし、第1種チタン以外はニオブと同様低温脆性材であり、その取扱に注意を要す。また、ヘリウムジャケットには一部にベローズ（330φ程度のサイズ）を取り付ける必要があるが、チタン成型ベローズの製作経験は日本には無く、ましてやその低温での実績が無い。ヘリウムジャケットはニオブと異種材の変換部、ヘリウム槽端板、槽胴部と分割して製作し、最終的に溶接組立される予定であるが、チタンの場合その溶接はEBWとなる公算が強く、空洞製作工程上繁雑になる。

一方、ニオブとSUSでは熱膨張係数が約倍違う（SUSの方が大きい）ために応力の問題が懸念される。また、ニオブ材との接合法としてはHIPのような新しい方法が必要であり、実績に乏しい。しかし、ベローズの製作ではSUSで全く問題がない。ジャケット溶接組立ではアルゴン溶接でよく、簡便ある。また、チューナー力の受けに対してSUSは機械強度がチタンに比べ大きいので薄肉で対応できる。これは、溶接がし易く有利である。

HIPによるSUS/Nbの異材接合については、HIPで製作したサンプルの引っ張り試験を行い、接合強度を評価した

[1]。試験では、3個のサンプルの内、一個は接合界面で破断したが、2個のサンプルはニオブで破断した。しかし、いづれでも280~290MPaの非常に強い接合強度が得られることが分かった。また、HIP接合で製作したSUS/NbクッドフランジをLバンド空洞に電子ビーム溶接してその空洞を冷却テスト（300Kから2K、4回）した。これまで超流動液体ヘリウム環境下でスーパーリーク等の問題が見られていない[2]。また、構造解析プログラムを使ったシミュレーションを原研で精力的に行い、安全係数4程度の範囲では問題が見当たらず、安心はできないもののSUSを対象外とする結論には至らなかった[3]。

KEKではこの接合法が今回の原研の空洞の製作に使えるかどうか詳細に検討するために、これまでの常温での引っ張り試験、Lバンド空洞での低温試験に加えて、750°C程度のアニール（空洞には水素脱ガスアニールが必要である）の影響について調べた。また、これまで接合部の表面観察が十分できていないのでSEMで調べた。ここでは、それらの結果について報告する。

2. 試験

図1に示すように円筒チューブをEBWでキャンニングし、HIP処理（2000気圧、800°C、3時間）をしてSUS316L/Nb（RRR=200）の異材接合パイプを試作した。ニオブパイプは、肉厚2.5mmの板をロールして電子ビーム溶接（EBW）で製作した。ニオブ材の板厚はSUSに比べて十分薄く、HIP処理時に加えられる圧力でニオブがSUS側に馴染み真円度ができると考え、ロール後のニオブチューブの芯出し加工を省いた。EBWのキャンニングでは、円筒両端のニオブとSUSの接合部に銅をEBWで溶か

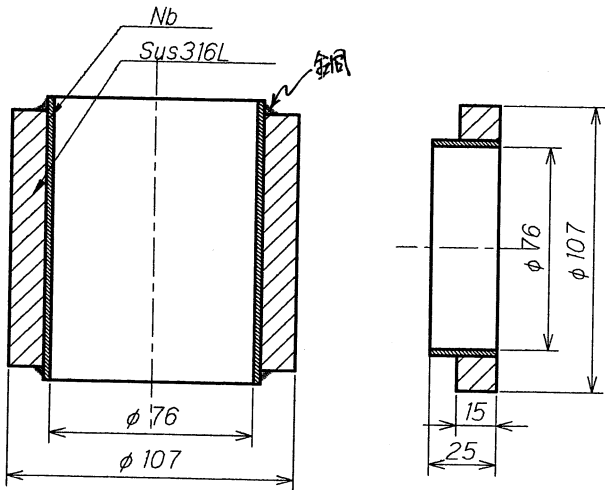


図1. SUS316L/Nb HIP bonded tube (左)、
切り出した加工されたフランジ (右)

して着けた。このニオブSUS変換部は、元々マイクロ波の弱い空洞ビームパイプフランジとしての使用を前提にしていたのでHIP処理ではニオブ内表面を問わず、アルゴンガスにさらした。図2に示すように、この場合アルゴン中の不純物がニオブ中に拡散し、表面から1mmの深さで材料劣化が起きている(ピッカース硬度が70から200に上がって固くなっている)。一方、SUSでもアルゴンガスに曝された表面側では、ピッカース硬度が235に上がり、硬化している。内部では155程度であり、HIP前に比べて軟化している。

このHIP接合チューブから図1(右)に示すSUS/Nbフランジを切り出し、機械仕上げした。その際、ニオブ内表面を旋盤で約0.1mm削り落とした。この程度の表面除去ではHIP処理時に劣化した部分が落とし切れず、残っている。

次に以下に示す各工程の前後でフランジ内径の三次元

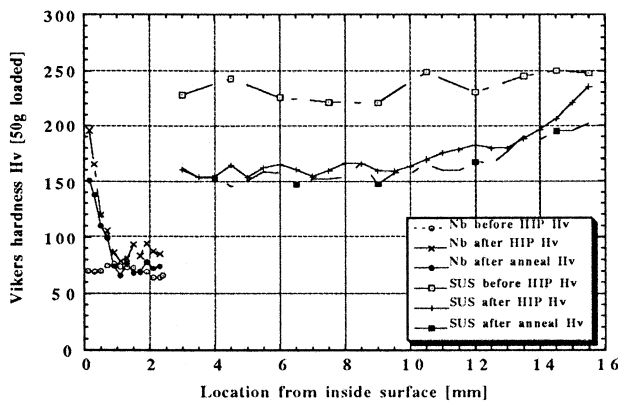


図2. HIP、アニール処理での材料硬度分布測定

形状測定、常温真空リークテストを行い、接合面でのリークの有無を調べた。但し、1)、5)では真空リークテストは行っていない。

- 1) フランジの低温冷却(2K) 1回
- 2) フランジにニオブ底を電子ビーム溶接(真空リークテスト用)
- 3) 750°C x 5hr 真空熱処理
- 4) 低温冷却(2K) 1回
- 5) カラーチェック
- 6) 液体窒素による冷却10サイクル(77.4K)

真空熱処理では保持温度750°C(work温度)、5時間の真空熱処理を施した。熱処理中の真空度は $2 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torrであった。750°Cからの冷却時、炉内温度が約200°Cの時に冷却チャージャーが止まり、真空異常警報が発生(夜間運転のために対処できず)した。大きな影響が無いと思うが、もし影響があったとしてもニオブ材劣化の方向であり、熱応力問題には厳しい方向に作用すると考えられる。

図3にフランジの三次元形状測定の一例を、表1に測定結果をまとめた。形状測定位置はSUSフランジフラット面から3.45mm内側のニオブ内表面である。フランジの三次元形状測定では、フランジの最小内径に外接する円と最大内径に内接する円の平均径を平均直径として破線で示してある。その径をDとして示してある。表1から分かるように1)~6)の各工程で形状の変形は見られなかった。また、常温でのリークテストでSUS/Nb接合部の真空漏れは検出されなかった。最も応力問題の懸念される真空熱処理でも、その後のカラーチェックで全くクラックの発生が検出されなかった。この形状のSUS/Nb変換では、心配された熱応力の問題は殆どないことが分かった。

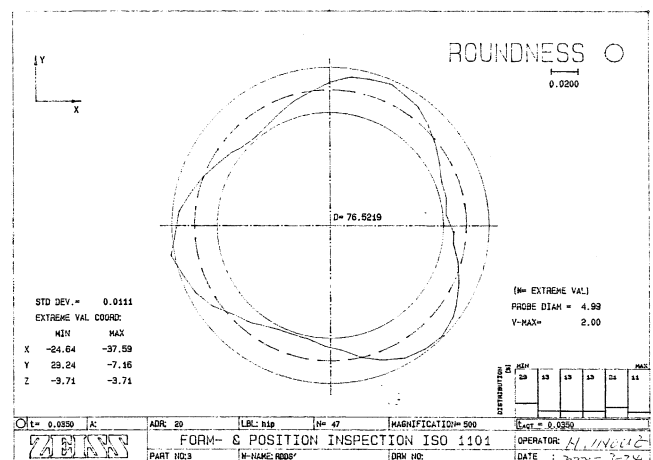


図3. フランジの三次元形状測定例
(試験終了後)

表1. 各工程でのフランジ径とその真円度、常温真空リークテスト結果

処理内容	フランジ内径平均直径 (D) (mm)	真円度 (mm)	真空リークテスト
0) フランジ切り出し時 (ニオブ面の機械加工前)	76.3815	0.1135	-
1) フランジの 2K ヒートショック 前	76.5269	0.0333	-
2) フランジの 2K ヒートショック 後	76.5220	0.0314	なし (1×10^{-8} Torr l/sec以下)
3) ニオブ底付け 後	76.5356	0.0365	なし (1×10^{-8} Torr l/sec以下)
4) 真空熱処理 後	76.5266	0.0329	なし (1×10^{-8} Torr l/sec以下)
5) 2K ヒートショック 後	76.5219	0.0350	なし (1×10^{-8} Torr l/sec以下)
6) 液体窒素 冷却サイクル10回 後	76.5218	0.0330	なし (1×10^{-8} Torr l/sec以下)

3. HIP接合界面のSEM観察

引っ張り試験で強固な接合度があることから、これまでHIP接合界面の観察を行っていなかった。念のためと思い、SEMで観察してみた。その結果、究めて恐ろしいことが分かった。サンプルの切り出し場所にもよるが、図4に示すように長さ $10\mu\text{m}$ x 幅 $5\mu\text{m}$ 程度の穴が接合界面の多くの場所で観察された。この穴は、ニオブ側にあることが特徴で、観察試料作りのときに硝酸：沸酸：グリセリン=10：10：50 (V/V) のエッチング液を使って表面をエッチングしたために、ニオブ表面の酸化膜が除去されて穴があいたとも考えられ、エッチングしないサン

ルでも調べたが、同様の穴が観察された。また、その穴の周辺でNb, Fe, Cr, Ni等の元素の点、線分析を行った結果、Crの偏析が顕著であった。特に、図4で米粒状の白く光る所ではNb-Crの結合物が観察された。また、ニオブ表面上の白く光る領域は酸化膜と考えられる。今後、高圧ガス規則等のことを考慮するとこのような状態で、この技術を現在進行中の原研の超伝導空洞の製作に使うことには問題があると思われる。但し、ニオブとステンレスの間に濡れ性の良い銅を挟むことでこうした問題解決の可能性があり、現在、研究を急いでいる。

5. まとめ

SUS/NbのHIP接合では、強い接合強度がえられ、スパーリークの等の問題がないと思われる。また、 750°C 程度の熱処理でも応力の問題はないと思われる。しかし、接合界面に小さな多数のポアーが観察され、今後、この問題を解決する必要がある。

参考文献

- [1] H.Inoue et. al, Proc. of the 2nd Superconducting Linear Accelerator Meeting in Japan, May 1999, KEK, pp. 148 - 152.
- [2] K.Abe et. al, in this meeting
- [3] K.Mukugi et. al, Proc of the 3rd Superconducting Linear Accelerator Meeting in Japan, May 2000, KEK, to be published.

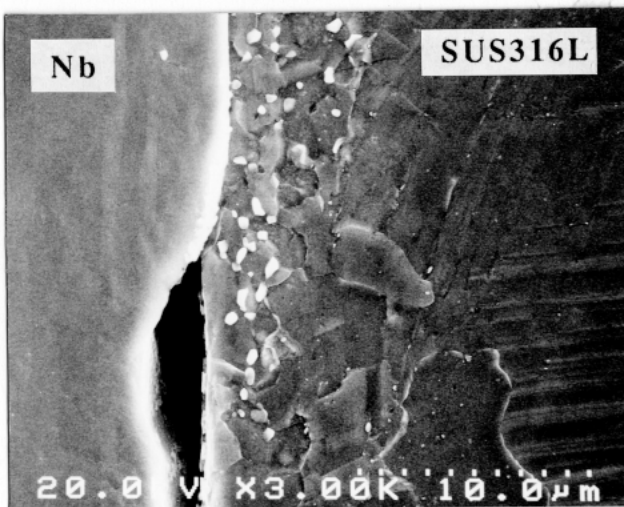


図4. HIP接合界面のSEM像 (ポアーの存在する部分)