ILC 超伝導加速空洞および クライオモジュール用材料の低温シャルピー衝撃試験

仲井 浩孝^{*1,†}, 寺島 昭男^{*2}

Charpy Impact Tests of Materials at Low Temperatures for ILC Superconducting RF Cavities and Cryomodules

Hirotaka NAKAI^{*1,†} and Akio TERASHIMA^{*2}

Synopsis: Superconducting RF cavities and their cryostats (cryomodules) for the International Linear Collider (ILC) are to be manufactured in Japan under the High Pressure Gas Safety Act to ensure the safe operation of the cavities and modules. Welds of employed materials for the cavities and cryomodules should be evaluated in terms of their absorbed energies both at room temperature and at the design temperature. Charpy impact tests of materials and welds for superconducting RF cavities and cryomodules have been carried out comprehensively in relation to the ILC project at KEK. Some results of the tests were submitted to the High Pressure Gas Safety Institute of Japan (KHK) for pre-evaluation of the materials and welds to manufacture superconducting RF cavities and cryomodules.

Keywords: impact test, low temperature, superconducting cavity, cryomodule, ILC

(Some figures in this article may appear in color only in the electronic version)

1. はじめに

高エネルギー加速器研究機構（KEK）で研究開発を行っている国際リニアコライダー（International Linear Collider; ILC）¹⁾用超伝導加速空洞とクライオスタット（クライオモジュール）の製作に当たっては、高圧ガス保安法²⁾に準拠し、安全を担保するために、使用する材料と溶接部の引張試験を行っている³⁾。引張試験を行った材料は、以下の ILC 超伝導加速空洞およびクライオモジュールに使用される材料 3 種類と溶接部 4 種類である。

- 1) ニオブ
- 2) チタン
- 3) ニオブチタン合金
- 4) ニオブ-ニオブ溶接部
- 5) ニオブ-チタン溶接部

6) チタン-チタン溶接部

7) ニオブ-ニオブチタン合金溶接部

また、溶接部については、同法にしたがって衝撃試験を行い、吸収エネルギーの値によって溶接部の可否の判定を行う必要がある^{4,5)}。KEK では、ILC 超伝導加速空洞とクライオモジュールに使用する材料と溶接部のシャルピー衝撃試験を外部の民間試験機関で行った。この論文では、それらの試験結果を検討し、試験片の幅の試験結果への影響や試験方法の妥当性について議論する。

2. 高圧ガス保安法

2.1 高圧ガス設備

ニオブ製の ILC 超伝導加速空洞は 2 K の飽和超流動ヘリウムで浸漬冷却するため、チタン製のヘリウムタンクが溶接で取り付けられる。ILC 超伝導加速空洞の場合、設計圧力（メガパスカルで表した数値）とヘリウムタンクの内容積（立方メートルで表した数値）の積が 0.004 以下であるため、特定設備検査規則第 3 条第 3 項の規定により、特定設備の範囲外となる。しかし、ヘリウムタンクに使用するチタンや 2 K 配管に使用するステンレス鋼管の温度が「一般高圧ガス保安規則の機能性基準の運用について」（例示基準）の「9. ガス設備等に使用する材料」として

Received June 3, 2013

^{*1} (共) 高エネルギー加速器研究機構 加速器研究施設
〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1

High Energy Accelerator Research Organization (KEK), 1-1 Oho,
Tsukuba, Ibaraki 305-0801, Japan

^{*2} (共) 高エネルギー加速器研究機構 超伝導低温工学センター
〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1

High Energy Accelerator Research Organization (KEK), 1-1 Oho,
Tsukuba, Ibaraki 305-0801, Japan

[†] E-mail: hirotaka.nakai@kek.jp

表（一）に記載されている最低使用温度より低くなり、詳細基準事前評価を受ける必要がある⁵⁾。

超伝導加速空洞およびクライオモジュールの溶接部についても常温および設計温度での衝撃試験を行い、使用する材料および溶接部の吸収エネルギーとその温度変化を調べた。

2.2 吸収エネルギー

材料の溶接部の衝撃試験については、特定設備検査規則第 40 条の表 1 (Table 1) に合格となる最小吸収エネルギーが表記されている。ただし、この最小吸収エネルギーは、母材の最小引張強さによって値が異なるため、別に行っている引張試験の結果³⁾と併せて判断する必要がある。また、衝撃試験に使用する試験片 (Fig. 1) の幅は原則として 10 mm であるが、母材の厚さによっては、それ以下の幅でも使用できる。その場合には、同条の表 2 (Table 2) に表示されている係数を表 1 (Table 1) の値に乗じて判断基準を設定する。

JIS Type 4 (V-notch)

Fig.1 Charpy impact test piece.

Table 1 Minimum absorbed energy required for weld joints²⁾

Minimum tensile strength of base material σ (unit: Newtons per square millimeters)	Minimum absorbed energy (unit: joules)	
	Average value of three tests	Minimum value
$\sigma \leq 450$	18	14
$450 < \sigma \leq 520$	20	16
$520 < \sigma \leq 660$	27	20
$660 < \sigma$	27	27

Table 2 Dimension factors of specimen to minimum absorbed energy²⁾

Thickness of base material t (unit: millimeters)	Dimensions of specimen (unit: millimeters)	Facotors
$8.5 \leq t < 12$	10 x 7.5	0.75
$6 \leq t < 8.5$	10 x 5	0.50
$T < 6$	10 x 2.5	0.25

3. シャルピー衝撃試験

3.1 シャルピー衝撃試験

シャルピー衝撃試験は、1 つの材質あるいは溶接部について、常温、液体窒素温度および液体ヘリウム温度の 3 点で行った。また、高圧ガス保安法に従い、それぞれの温度で最少 3 個の試験片の試験を行い、各試験片の吸収エネルギーを測定した。

3.2 衝撃試験機

シャルピー衝撃試験は、高エネルギー加速器研究機構内に試験装置がないため、外部の民間試験機関に委託して行った。使用したシャルピー衝撃試験機の容量は、常温および液体窒素温度での試験用、液体ヘリウム温度での試験用ともに 294 J (30 kgf·m) である。

試験片を破断するのに要したエネルギー E (J) は、Fig. 2 に示すように、試験機自体の摩擦などによる損失エネルギーを L (J) とすると、

$$E = M(\cos \beta - \cos \alpha) - L \quad (1)$$

によって算出する (JIS Z2242)。ここに、 M (N·m) はハンマの回転軸の周りのモーメント、 α はハンマの持ち上げ角度、 β は試験片破断後のハンマの振り上がり角度である。また、回転軸の周りのモーメント M は、ハンマの質量による負荷 W (N) とハンマの回転軸中心から重心までの距離 R (m) によって、

$$M = W \cdot R \quad (2)$$

のように表される。したがって、式(1)に式(2)を代入すると、吸収エネルギー E (J) は

$$E = W \cdot R(\cos \beta - \cos \alpha) - L \quad (3)$$

となり、この式を用いて吸収エネルギーを算出する。

3.3 試験片

シャルピー衝撃試験で使用する試験片は、JIS 規格 (JIS Z2202) の V ノッチ試験片 (4 号試験片) に準拠し

Fig. 2 Definition of absorbed energy.

て製作した。常温、液体窒素温度および液体ヘリウム温度の3つの温度で、それぞれ3個の試験片を試験するため、1種類の材料または溶接部について合計9個の試験片を製作した。試験片の幅は、できるだけ10 mmになるようにしたが、入手できる材料の厚さによって、2.5 mm または5 mm の幅の試験片を製作し、試験を行った。以下に示す試験結果は、高圧ガス保安法および JIS の方針に従って、実際の測定値に4（試験片の幅が2.5 mm の場合）または2（試験片の幅が5 mm の場合）を乗じたものである。

なお、ニオブまたはニオブを母材とする溶接部の試験片は、超伝導加速空洞製作時と同様に、750℃で3時間アニールした後、試験を行った。

3.4 試験方法

液体窒素温度での試験は、試験片を液体窒素に浸漬して十分に冷却した後、素早く試験片を試験機に設置して行った。液体ヘリウム温度での試験は、金属材料研究所（現在の物質・材料研究機構）で開発された試験法^{6,7)}で行った。この方法は、Fig. 3⁷⁾のように試験片を発泡スチロール板で包み、この発泡スチロールの方形の筒の一端から液体ヘリウムを流し続けながら衝撃試験を行うものである（Fig. 4⁷⁾）。発泡スチロールが吸収するエネルギーは予め測定しておき、試験片が破断するのに要したエネルギーを計算する際に差し引く。

液体ヘリウム温度での材料試験では、塑性変形の際の僅かな発熱により試験片の温度が上昇するため、引張試験や低サイクル疲労試験では試験速度が JIS Z 2277 や Z 2283 に規定されているが、衝撃試験では試験中の発熱の測定が難しく試験条件の吟味が不十分で、粘り強い材料では温度

Fig. 3 Test piece with an insulator.⁷⁾

Fig. 4 Setup of impact test at liquid helium temperature.⁷⁾

上昇が大き過ぎて試験温度が液体ヘリウム温度とは全く異なってしまうことから、標準試験法としては規定されていない。しかし、引張試験においても破断時や試験中でもセレーション時に温度上昇が見られるし、衝撃試験においても吸収エネルギーの高い材料では温度上昇が大きい、吸収エネルギーの低い材料では温度上昇は小さく影響も小さいと考えられ、実際に材料が極低温で衝撃を受けた時の脆さを評価する特性値として有用と考えられている。

4. 試験結果

4.1 ニオブ

ニオブの衝撃試験の結果を Fig. 5 に示す。試験温度に対して、計算した吸収エネルギーをプロットしてある。試験片の幅は10 mm である。図中の曲線は実測点による回帰曲線で、変化の傾向を見るものである。全ての結果をプロットしてあるが、近い値の結果が多い場合にはデータ点が重なってしまい、3点の結果を区別できない。参考文献の値^{8,9)}も、比較のために載せてある。凡例の中の文献⁹⁾の2つの数値は、ニオブの粒径である。Fig. 6 (a)~(c)に、3つの温度で試験を行った試験片の断面写真を示す。常温での試験片は延性を示しているが、液体窒素温度および液体ヘリウム温度での試験片では、脆性破面が見られる。

今回の測定では、液体ヘリウム温度での吸収エネルギーの値が小さいが、液体ヘリウム温度での引張試験の結果と特定設備検査規則第40条の表1 (Table 1) から決定した合格基準よりは大きい。また、超伝導加速空洞の通常の運転状態や、あるいは、真空リーク等の考え得る異常事態を考慮しても、実際上はニオブ製の空洞に衝撃力が作用する状況は発生しない。

4.2 チタン

チタンの試験結果を Fig. 7 に示す。試験片の幅は2.5 mm である。文献¹⁰⁾の JIS 1 種の値とはほぼ一致しているが、文献¹⁰⁾に記載があるように、JIS 2 種の値は、全て温度領域で、今回の結果及び JIS 1 種の結果よりもかなり小

Fig. 5 Temperature dependence of the absorbed energy of niobium.

さい。

4.3 ニオブチタン合金

ニオブチタン合金の試験結果を **Fig. 8** に示す。試験片の幅は 2.5 mm である。ニオブチタン合金の吸収エネルギーは、全ての試験温度で小さく、特に液体窒素温度および液体ヘリウム温度での値が小さい。しかし、特定設備検査規則第 40 条の表 1 (Table 1) の合格基準は満足しており、また、この材料はフランジ部のみに使用されているので、機械的強度に問題はない。

Fig. 6(a) Fracture surface of niobium tested at room temperature.

Fig. 6(b) Fracture surface of niobium tested at liquid nitrogen temperature.

Fig. 6(c) Fracture surface of niobium tested at liquid helium temperature.

4.4 ニオブ-ニオブ溶接部

ニオブとニオブを電子ビーム溶接 (Electron Beam Welding; EBW) した溶接部の試験結果を **Fig. 9** に示す。試験片の幅は 2.5 mm である。

Fig. 5 に示すニオブ母材の結果と比べると、低温での値

Fig. 7 Temperature dependence of the absorbed energy of titanium.

Fig. 8 Temperature dependence of the absorbed energy of the NbTi alloy.

Fig. 9 Temperature dependence of the absorbed energy of the Nb-Nb weld joint.

が大きくことが分かる。ニオブ母材の試験片は幅 10 mm であったが、ニオブ-ニオブ溶接部の試験片は幅が 2.5 mm であり、衝撃試験時の試験片の曲がりや捻じれなど、破断以外の変形に要するエネルギーも試験結果の中に含まれてしまう。また、試験片の幅を 2.5 mm にするための機械加工による加工硬化等も 10 mm の試験片に比べて相対的に影響が大きくなる。更に、溶接部の切欠き（ノッチ）の周囲は機械的特性が不均質であり、溶接部の幅が狭い場合には、亀裂が溶接部のみではなく母材部に伸展する（破壊経路の湾曲現象）場合もあり¹⁰⁾、幅の狭い試験片では、これらの現象が顕著になる。特に低温でのニオブでは脆性が優越となるため、これらの影響が試験結果に反映されやすく、見かけの吸収エネルギーの値が変化する。

4.5 ニオブ-チタン溶接部

ニオブとチタンを EBW で溶接した溶接部の衝撃試験は 4 回行った。1 回目から 3 回目の試験片の幅は 10 mm、4 回目の試験片の幅は 2.5 mm である。1 回目の試験用に製作した試験片は、加工の問題で切欠きがニオブ-チタンの溶接面の中心ではなく、ニオブ母材側にずれており、一方、2 回目以降の試験片は溶接面中央に切欠きがある。

4 回のニオブ-チタン溶接部の吸収エネルギーの試験結果を Fig. 10 に示す。3 回目は、液体ヘリウム温度でのみ試験を行った。比較のために文献¹¹⁾の値も一緒に載せてある。1 回目と 2 回目の値を比較すると、ノッチの場所が異なるにも拘わらず、1 回目と 2 回目の試験結果に大きな違いはなく、むしろ、試験片の幅による違いが大きい。また、Fig. 5 のニオブ母材の結果および Fig. 7 のチタン母材の結果と比べると、ニオブ母材の値とほぼ同じ値を示す。試験結果の値は、幅の違いをなくすために係数を乗じて規格化しているが、図から分かるように、幅の違いが残っている。また、試験温度が高くなるにつれて幅の違いによる値の差が大きくなる傾向がある。

4 回目の幅 2.5 mm の試験片による試験結果では、常温

Fig. 10 Temperature dependence of the absorbed energy of the Nb-Ti weld joint.

では幅 10 mm の場合よりも吸収エネルギーが低く、液体ヘリウム温度では、逆に幅 10 mm の場合よりも高くなる。また、液体ヘリウム温度での値が液体窒素温度での値よりも大きくなる。前項のニオブ-ニオブ溶接部と同じように、試験片の幅が 2.5 mm であるため、本来の破断に要するエネルギー以外の要因が試験結果に影響を及ぼしている可能性がある。

4.6 チタン-チタン溶接部

チタンとチタンを TIG 溶接した溶接部の衝撃試験を、試験片の幅が 5 mm のもの 1 回と 2.5 mm のもの 2 回について行い、その結果を Fig. 11 に示す。比較のため、文献¹⁰⁾の結果（EBW および TIG 溶接）も載せてある。幅 5 mm のものと幅 2.5 mm の 1 回目のものは同じ会社から供給されたチタンを使用しているが、幅 2.5 mm の 2 回目のものは別の会社から供給されたチタンである。

ニオブ-チタンの溶接部の結果と異なり、試験片の幅による違いはない。また、Fig. 7 のチタン母材の試験結果と比べると、溶接部の値が母材の値よりも小さくなり、溶接によって延性が低下したと考えられる。

Fig. 11 Temperature dependence of the absorbed energy of the Ti-Ti weld joint.

Fig. 12 Temperature dependence of the absorbed energy of the NbTi-Ti weld joint.

4.7 ニオブチタン合金-チタン溶接部

チタンとニオブチタン合金との TIG 溶接部の試験結果を Fig. 12 に示す。試験片の幅は 2.5 mm である。Fig. 7 のチタン母材の結果および Fig. 8 のニオブチタン合金の母材の結果と比較すると、両者の中間の値を示している。(チタン JIS 2 種の結果を除く。)

5. まとめ

ILC 超伝導加速空洞およびクライオモジュールに使用する金属材料および溶接部のシャルピー衝撃試験を行い、それらの機械的な特性を測定した。シャルピー衝撃試験は、常温、液体窒素温度および液体ヘリウム温度で行い、機械的特性の温度依存性も調べた。材料によっては液体窒素温度での衝撃値より低い値を液体ヘリウム温度で示していることから、本試験で得られた衝撃値は有効と考えられる。これらの結果は、特定設備検査規則第 40 条の表 1 (Table 1) の値よりも大きく、同規則の合格基準を満足している。いずれの結果も高圧ガス保安法に定める詳細基準事前評価申請時に提示し、超伝導加速空洞およびクライオモジュールの製作にこれらの材料を使用し、また、溶接を行うことについて特に問題ないとの評価をいただいている。

また、試験方法については、試験中に試験片の温度が上昇する状況は、材料特性の温度依存性を純粋な学問として議論するのでなければ、むしろ材料や溶接部の実際の状況を反映していると考えられるので、技術的な判断基準の一つとしては妥当であろう^{12,13)}。

全てのシャルピー衝撃試験は、川重テクノロジー (株) (前・川重テクノサービス (株)) で行った。実際に試験を行っていただいた川重テクノロジーの牧野氏に感謝する。また、試験片のアニールは、高エネルギー加速器研究機構機械工学センターで行った。

シャルピー衝撃試験の実施に当たっては、LC 計画推進室の山本明室長、加速器研究施設の早野仁司教授、加古永治教授、大内徳人教授および土屋清澄教授のご支援をいただいた。ここに、関係者各位に謝意を表したい。

参 考 文 献

- 1) ILC Global Design Effort and World Wide Study: "International Linear Collider Technical Design Report," to be published.
- 2) 高圧ガス保安協会:「高圧ガス保安法規集」, セーフティ・マネージメント・サービス (株)
- 3) H. Nakai, et al.: "Tensile tests of materials at low temperatures for ILC superconducting RF cavities and cryomodels," TEION KOGAKU **48** (2013) 436-444 (in Japanese)

- 仲井浩孝ら:「ILC 超伝導加速空洞およびクライオモジュール用材料の低温引張試験」, 低温工学 **48** (2013) 436-444
- 4) 高圧ガス保安協会:「特定設備検査規則関係例示基準集」, セーフティ・マネージメント・サービス (株)
 - 5) 高圧ガス保安協会:「高圧ガス保安法令関係例示基準資料集 (一般則・液石則・コンビ則・冷凍則関係)」, セーフティ・マネージメント・サービス (株)
 - 6) 緒形俊夫ら:「液体ヘリウム温度における簡便なシャルピー衝撃試験法」, 鉄と鋼 **69** (1983) 641-646
 - 7) 高橋勝國ら:「オーステナイト系ステンレス鋼の極低温衝撃試験」, 高圧ガス **24** (1987) 181-192
 - 8) C. English: "The physical, mechanical, and irradiation behavior of niobium," Proc. Int'l Symposium, Niobium '81, San Francisco, USA (1981) 239-325
 - 9) D. Padhi and J. J. Lewandowski: "Effects of test temperature and grain size on the Charpy impact toughness and dynamic toughness (K_{ID}) of polycrystalline niobium," Metall. Mater. Trans. A **34A** (2003) 967-978
 - 10) F. Minami: "Lecture Note - A class in joining & welding - Chapter 3 Welded construction and design 3-5 Fracture toughness and strength of welded joints," J. of the Japan Welding Soc. **78** (2009) 283-297 (in Japanese)
南二三吉:「溶接接合教室 第 3 章 溶接構造の力学と設計 3-5 破壊靱性と継手破壊強度」, 溶接学会誌 **78** (2009) 283-297
 - 11) K. Mukugi, et al.: "Low temperature mechanical properties of titanium and weld joints (Ti/Ti, Ti/Nb) for helium vessels," Proc. 10th Workshop on RF Superconductivity, Tsukuba, Japan (2001) 473-476
 - 12) H. Nakajima, et al.: "The Charpy impact test as an evaluation of 4K fracture toughness," Adv. Cryog. Eng. (Materials) **38A** (1992) 207-215
 - 13) R. L. Tobler, et al.: "Charpy specimen tests at 4K," Adv. Cryog. Eng. (Materials) **38A** (1992) 217-224

仲井浩孝 1960 年 7 月 6 日生。1983 年筑波大学第三学群基礎工学類卒業。1986 年同大学院工学研究科博士課程 (構造工学専攻) 中退。同年文部省高エネルギー物理学研究所に入所。1995 年文部省在外研究員として欧州合同原子核研究機関 (CERN) で研究を行う。現在、大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構加速器研究施設准教授。主に飽和超流動ヘリウム冷却システムの開発に従事。低温工学・超伝導学会、日本加速器学会会員。工学博士。

寺島昭男 1954 年 2 月 3 日生。1973 年文部省高エネルギー物理学研究所 (現・大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構) 勤務。主として超伝導電磁石の開発・製作、冷却・励磁試験設備の開発に従事。低温工学・超伝導学会会員。