

摩擦攪拌接合法による超伝導金属接合の可能性*

久保 貴寛**、桑嶋 孝幸**、園田 哲也**、佐藤 裕***

超伝導加速空洞等で使用されるニオブは活性金属のため、酸化抑制する溶接には不活性ガス雰囲気が必要である。固相で接合できれば酸化を抑制しやすいと考えられるため、固相接合法の一つである摩擦攪拌接合法で接合を試みた。コバルト合金系およびタングステン合金系の接合ツールを用いて試験した結果、酸化は抑制できず、また、接合ツールは大きく損耗し、接合部内にツール破片が混入し、良好な接合が出来なかった。

キーワード: ニオブ、摩擦攪拌接合 (FSW)、超伝導金属、国際リニアコライダー (ILC)

Feasibility investigation of the bonding of superconducting metals using friction stir welding

Takahiro Kubo, Takayuki Kuwashima, Tetsuya Sonoda and Yutaka Sato

An inert gas atmosphere must be introduced for the antioxidant welding of Niobium (Nb) used for a superconductive accelerating cave and so on, because Nb is an active metal. For that, we have been expected that a solid-phase bonding should be useful to suppress oxidation of Nb, and then a friction stir welding has been examined by using cobalt-based and tungsten-based tools for the junction. However, the better welding results could not realize because the oxidization of Nb could not suppress, the welding tools have been damaged, and the debris of the tool have been mixed in the junction area.

Keywords: Niobium, FSW (Friction Stir Welding), superconducting metals, ILC (International Linear Collider)

1 緒言

国際リニアコライダー (ILC; International Linear Collider) は、全長 31~50km の直線トンネルの両端から、電子と陽電子のビームを加速・衝突させ、電子・陽電子の物理現象を観測するための施設である。現在、ILC の国内誘致が検討されており、岩手県と宮城県にまたがる北上山地が建設候補地として挙げられている。ILC において、電子および陽電子のビームの加速は、超伝導加速器によって行われ、その最小構成単位は、約 1m の超伝導 9 セル加速空洞である。加速空洞は高純度ニオブ材料で製作され、設置に必要な超伝導加速空洞は 16,000~18,000 台と言われている。

一方、ILC の建設には、巨額な建設費用が課題となっており、資材調達から設計、製造、組立等の範囲まで、様々なコスト低減策が求められている¹⁾。

筆者らはコスト低減のために、加速空洞の溶接工程に着目し、現状の電子ビーム溶接 (EBW) 法の代替方法として、真空チャンバー内での作業が必要無く、より迅速かつ安価に溶接が行えるレーザ

ビーム溶接 (LBW) 法の適用可能性について調査した²⁾。その結果、ニオブの溶接は可能であるが、超伝導特性が電子ビーム溶接より若干低下することが分かった。その原因は、ニオブは活性金属のため、溶接時に大気と反応し、溶接部の酸素および窒素濃度が上昇するためと推察された。

一方、摩擦攪拌接合 (FSW) 法は固相接合法の一つであり、接合部の熔融を伴わない接合方法である。固相で接合できれば、酸化を防止しやすいと考えられる。しかし、ニオブの FSW 法による接合研究例はない。

そこで本研究では、FSW 法によるニオブの接合実験を行い、接合の可能性について調査した。本報では、2 種類の接合ツールを用いて接合試験を行った結果を報告する。

2 実験方法

2-1 供試材料

板厚 3mm のニオブ (純度 99.8%) を試験片として用いた。ニオブ板の開先は、開先面に隙間が生じないように 5 軸マシニングセンタにて I 型開先

* 平成 28 年度 技術シーズ創生研究事業 育成ステージ

** 機能表面技術部 *** 東北大学大学院工学研究科

に加工した。

接合ツールには、コバルト合金系（(株)日立メタルプレジジョン製）とタングステン合金系（MegaStir 製 M20152-Q60）の2種類のツールを用いた。ツールの仕様を表1に示す。被接合材と接触するプローブおよびシールド部の材質は、コバルト合金系ではCo₃(Al, W)を微細析出させたCo基合金、タングステン合金系ではcBNとW-Re合金の複合材料である。

表1 接合ツールの仕様

	コバルト合金系	タングステン合金系
材質	Co基合金 (Co ₃ (Al, W))	cBN-W-Re
シールド径[mm]	15	25
プローブ長[mm]	1.8	2.0

2-2 接合方法

使用した摩擦攪拌装置は、自動摩擦攪拌接合装置（日東制機(株)製 FT-2 型）である。

シールドガスとしてアルゴンガスを用いて、ガス流量 20L/min、接合速度 60mm/min、主軸の前進角 0° で、ツール回転数 150~500rpm の範囲で接合を行った。接合距離は、約 170mm である。

また、コバルト合金系ツールの接合時には、開先面のズレを防止するため、TIG による開先の仮付けを 40mm 間隔で 4 点行い、放熱抑制を目的として熱伝導率の低い SUS304 (板厚 15mm) を裏当て金として使用した。

2-3 評価方法

接合した試験片は、樹脂で埋め込み研磨して、組織観察を行った。接合部の分析は、EPMA 装置（日本電子(株)製 JXA-8900M）を用いて、金属組織観察を行った。

接合部の酸素・窒素分析は、接合部を約 3×3×10mm に切り出し、表面研磨後、アセトンにて超音波洗浄し、乾燥した試験片を用いた。分析は、酸素・窒素同時分析装置（LECO 社製 TC-500）を用いて行った。

3 実験結果及び考察

3-1 接合部外観

図1に接合部外観を示す。ツールは反時計方向に回転しながら、左から右向きに送られている。図の上方が後退側、下方が前進側となる。ツール回転数 150~300rpm の条件では、ツール材質に関係なく、接合部外観が荒れ、大きくバリが発生したが、500rpm の条件では、減少する傾向が見られ

た。これは、ツール回転数が高くなることで、入熱量が増加して、材料の流動が進行しているためと考えられる。しかし、本試験の条件では、アルミ合金等をFSW法で接合した際に見られるような平滑な接合部外観とはならなかった。良好な接合を行うためには、ツール回転数を増加させる等、入熱量を増やす条件で接合を行う必要があると考えられる。

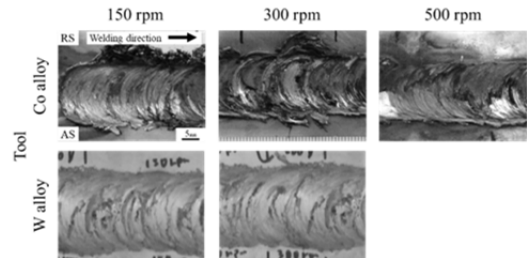


図1 接合部外観写真

3-2 接合ツールの損耗

接合実験前後の接合ツール先端部の外観写真を図2に示す。本試験条件では、ツール材質にかかわらず、一回の接合試験でプローブは消失し、シールドも大きく損耗した。これは、本試験条件では入熱量不足で、材料の軟化が進まず、攪拌の際に大きな抵抗が生じたためと考えられる。この接合ツールの損耗は、実用の際には高価な接合ツールを頻繁に交換することになり、コスト増加の要因となるため、ツール材質の検討等が課題となる。



図2 接合実験前後の接合ツール先端部の外観写真

3-3 接合部断面

図3に、接合部断面のマクロ組織写真を示す。ツール回転数 150rpm の条件では、トンネル状欠陥が見られた。ツール回転数が増加すると欠陥は、見られなくなったものの、流動不良が生じており、良好な接合状態ではないことが分かる。図4に、攪拌部の SEM 写真を示す。ツール回転数 150rpm の場合は、材料の流動が進行していないが、ツ

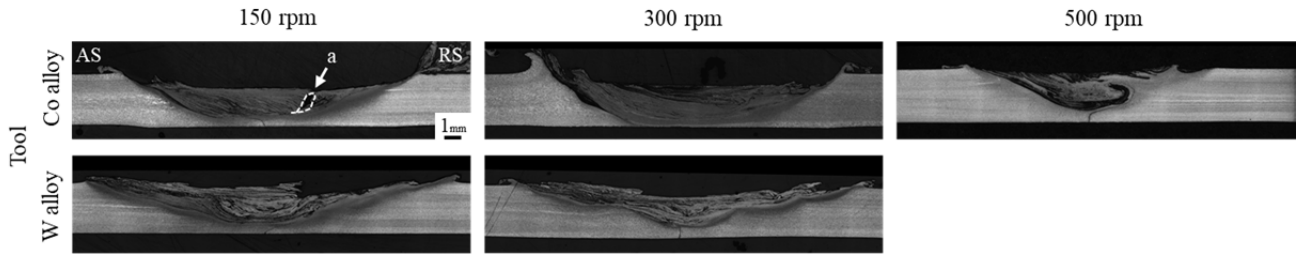


図3 接合部断面のマクロ組織写真
(a : トンネル状欠陥)

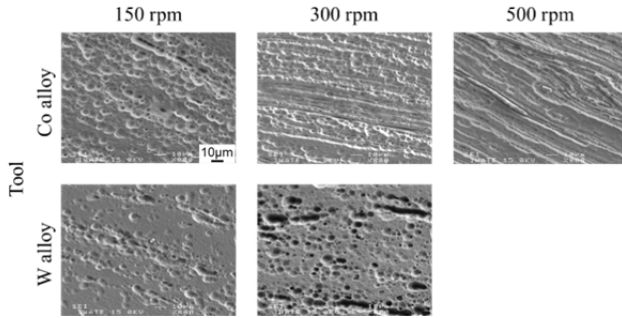


図4 攪拌部のSEM写真

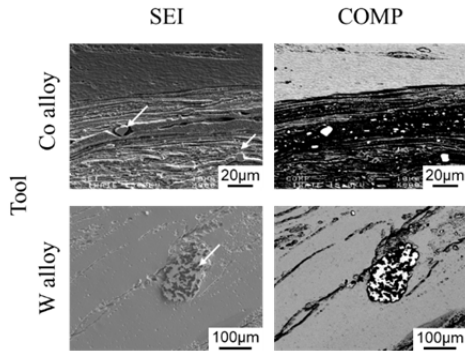


図5 攪拌部のツール破片混入のSEM写真

ル回転数が増加することにより入熱量が増え、流動が促進され、縞状の組織となった。また、ツール回転数 300rpm では、ツール条件により組織に差が見られた。これは、コバルト合金系ツールの条件では、熱伝導率の小さい SUS304 を裏当て金に使用したため、放熱が抑制され、塑性流動が促進されたためと考えられる。本試験では、ツール材質のみが異なる条件で実験を行っていないため、ツール材質の違いが接合に与える影響については追加の実験が必要である。

また、接合部内には、多くのツール破片の混入が見られた。図5に、混入したツール破片のSEM写真を示す。このように、ニオブ以外の元素が混入すると、加速空洞製造に使用した際、超伝導特性が低下する原因となる^{1,3)}。今後、ツール材質の検討が必要となる。

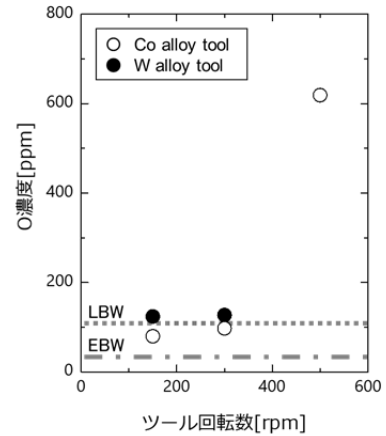


図6 ツール回転数と接合部の酸素濃度の関係
(LBW : レーザ溶接、EBW : 電子ビーム溶接²⁾)

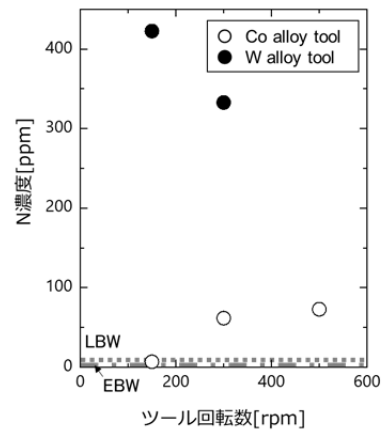


図7 ツール回転数と接合部の窒素濃度の関係
(LBW : レーザ溶接、EBW : 電子ビーム溶接²⁾)

3-4 接合部の酸素・窒素濃度

ツール回転数と接合部の酸素および窒素濃度の関係を図6、図7に示す。図中のLBWおよびEBWの結果は、筆者らが以前に報告したレーザー溶接および電子ビーム溶接の溶接部の酸素・窒素濃度である²⁾。酸素濃度は、ツール材質に関わらず、ツール回転数 300rpm 以下の条件では、100ppm 程度となり、LBW と同程度の値となった。しかし、ツ

ール回転数500rpmでは、酸素濃度は増加し600ppm以上の大きな値となった。一方、窒素濃度は、ツール材質により大きな差が生じ、タングステン合金ツールを用いた条件では窒素濃度が著しく上昇した。これは、タングステン合金系ツールには窒化ホウ素が使用されており、それが混入したためである。コバルト合金系ツールでは、ツール回転数150rpmの条件にて6ppm程度と、LBWと同程度の窒素濃度となった。しかし、ツール回転数が増加するとともに、増加する傾向が見られた。酸素および窒素濃度が、ツール回転数増加するとともに増加したのは、入熱量が増加し、高温になったニオブと大気が反応したためと推察される。

以上のことから、本試験の条件では、ツール回転数が低い条件では、LBWと同程度の酸素・窒素濃度で接合はできたが、EBW並みに酸化を抑制した接合が出来なかった。よりツール回転数を低下させて入熱量を減らした条件では、酸化を抑制できる可能性はあるが、接合状態は悪化すると予想される。そのため、酸化を抑制しながら接合させるには、接合時のシールド方法の工夫が必要になると思われる。

4 結 言

本研究では、固相接合法の一つであるFSWによって、2種類の接合ツールを用いて、外観と接合部のガス濃度によって、ニオブの接合の可能性を調査した。得られた知見をまとめると以下のとおりである。

- (1) ニオブのFSW接合は可能だが、本試験の条件では、(2)以下の課題があり、実用的な接合が得られなかった。
- (2) 本試験の条件では、用いた2つの接合ツールは大きく損耗し、ツール破片が接合部内に混入した。
- (3) 接合部の酸素濃度は、レーザ溶接時と同程度またはそれ以上となり、電子ビーム溶接時並みの酸化抑制はできなかった。
- (4) タングステン合金系ツールを使用した際は、接合部の窒素濃度が高くなった。これはツール破片が混入したためである。

謝 辞

本研究におけるFSW法による接合実験は、東北大学大学院工学研究科 材料システム工学専攻 佐藤裕教授のご支援により実施いたしました。ここにお礼申し上げます。

文 献

- 1) 佐伯学行：KEKにおけるILCのための超伝導9セル空洞製造の研究, 高エネルギーニュース, Vol. 32, No. 3, pp178-184 (2013)
- 2) 桑嶋孝幸, 久保貴寛, 園田哲也, 目黒和幸：ニオブ溶接の種々の分析紹介, 第28回溶接学会東北支部溶接・接合研究会配布資料
- 3) 梅澤裕明：純ニオブに含有される不純物に関する研究, 低温工学, Vol. 52, No. 2, pp79-84 (2017)