

# ラージグレインとファイングレインニオブの液体ヘリウム温度における引張強度

## TENSILE STRENGTH OF LARGE AND FINE GRAIN NIOBIUM AT LIQUID HELIUM TEMPERATURE

山中将<sup>#, A)</sup>, Ashish KUMAR<sup>A)</sup>, 阿部慶子<sup>A)</sup>, 佐伯学行<sup>A)</sup>, 江並和宏<sup>B)</sup>  
Masashi Yamanaka<sup>#, A)</sup>, Ashish KUMAR<sup>A)</sup>, Keiko ABE<sup>A)</sup>, Takayuki SAEKI<sup>A)</sup>, Kazuhiro Enami<sup>B)</sup>  
<sup>A)</sup> KEK, <sup>B)</sup> University of Tsukuba

### Abstract

Tensile tests at liquid helium temperature were performed using specimen taken from high purity large grain niobium ingot produced by CBMM. The measured RRR is 242. The ingot is 260 mm in diameter and sliced by a multi wire saw to 2.8 thickness. 5 specimens were cut off from one sliced disk. 3 disks were set in same phase to obtain same grain distribution. 3 specimens each of 5 grain patterns 5, 15 in total were used for the tensile test. The tensile test stand using a cryostat and liquid He was manufactured by ourselves. The measured tensile strength varied 379 to 808 MPa. The average value is 611 MPa. The tensile strength at room temperature is 84 MPa. The strength becomes high at low temperature like a fine grain niobium. The specimen includes a grain boundary, and causes the variation of strength. The different result was obtained in same grain patterns. The relationship between crystal orientation and strength is discussed.

### 1. はじめに

超伝導空洞に用いられる高純度ニオブの素材は、電子ビーム溶解により製造されたインゴットである。粒径 10 ~ 200 mm の多結晶体である。Figure 1 に示す 1.3 GHz 超伝導空洞[1]の中央のセル部分は、厚さ約 3 mm のニオブ板材をプレス加工して製造する。ニオブ板材は、通常インゴットを鍛造・圧延して生産する。結晶は微細化され、粒径は 0.01 ~ 0.1 mm 程度である。これをファイングレイン (FG) と呼ぶ。一方、円筒のインゴットをスライスしてセル材料とし、これをプレス加工して空洞を製造する方法がある。スライスされた円板には大きな結晶粒が含まれているので、ラージグレイン (LG) と呼ぶ。LG 空洞は FG 空洞に比べて最大加速勾配と Q 値が高い等の特徴がある[1-3]。また鍛造・圧延工程に比べてスライス工程は簡単なため、素材の二次加工コストの低減に有効である。



Figure 1: 1.3 GHz SRF cavity made by LG niobium (KEK-2) [1].

超伝導空洞はヘリウムタンク内に設置され、液体ヘリウムで浸漬冷却される。これらは高圧ガス保安法の適用を受ける。その際に液体ヘリウム温度におけるニオブ材の引張強度が必要となる[4]。そこで著者らは市販の引張試験機、測定治具、クライオスタットを組み合わせて、Fig. 2 に示す液体ヘリウム中の引張試験を行っている[5]。

LG ニオブの室温での引張強度は報告されているが[6]、液体ヘリウム温度での測定例は見当たらない。そこで FG ニオブの測定結果[5]と同形状の LG ニオブ試験

片を用いて、液体ヘリウム中の引張試験を行った。新しい実験方法と結果を報告する。

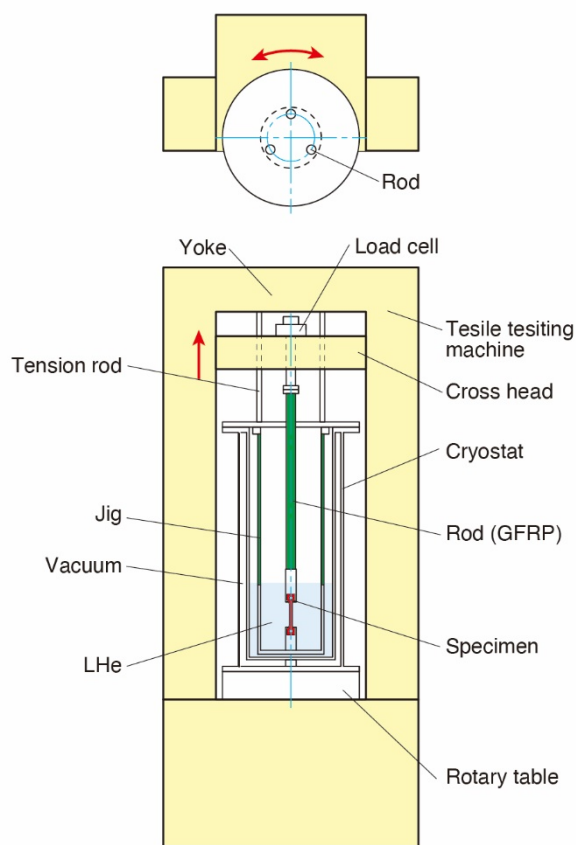


Figure 2: Schematic view of tensile testing machine with a cryostat (I.D. 317 mm) [5].

<sup>#</sup> masashi.yamanaka@kek.jp

## 2. 試験片の準備

試験片は Fig. 3 に示す平板試験片 (JIS Z 2241 13B 号試験片) を用いた。室温 (RT) 用と液体ヘリウム温度 (LHeT) 用では、把持部の形状が異なる。LG ニオブ試験片は直径 260 mm のニオブインゴットをマルチワイヤソーで厚さ 2.8 mm にスライスして作成した。室温用の試験片は、1 枚の円板よりワイヤーカットで 14 個切り出した。粒界の位置は試験片により様々である。液体ヘリウム温度用の試験片は Fig. 4 に示す配置に切り出した。A~E の各試験片の中央部に粒界が含まれるように配置した。スライスの順番が近い 3 枚の円板を使い、結晶粒の配列を同じくして、各円板より 5 個、計 15 個の試験片を用意した。その他、直径 7 mm の丸棒試験片 (JIS Z 2241 14A 号試験片) も用いた。全ての試験片は切り出し後に、800°C×3 時間の真空アニールを施した。

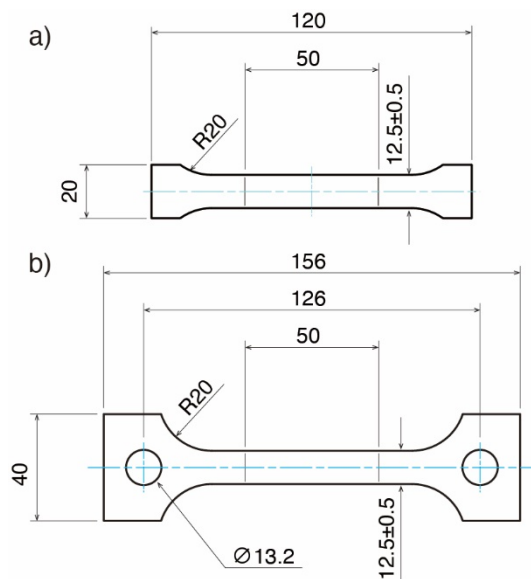


Figure 3: Tensile testing specimen (sheet type, JIS Z 2241 13B) [5]. a) for RT. b) for LHeT.

Table 1 に試験片の化学成分と残留抵抗比 (RRR) の測定値を示す。CBMM 製のニオブはタンタルの含有量が比較的多く、e は中 RRR と呼んでいる RRR が 200~300 のものである[7, 8]。

Table 1: Chemical Compositions, Thickness and RRR of Specimen

Code	C	H	N	O	Ta	Zr	Thickness [mm]	RRR
a	<10	<1	<10	10	30	<10	3	365
b	<10	<5	<10	<10	62	<10	2	291
c	<30	<2	33	26	1194	<1	2	100
d	-	-	-	-	-	-	-	<100
e	<30	<2	6	5	1191	-	-	242

Unit of chemical compositions: wt ppm

Manufacturer of niobium;

a, d: ULVAC, b: Tokyo Denki, c, e: CBMM

Grain; a, b, c, d: Fine grain, e: Large grain

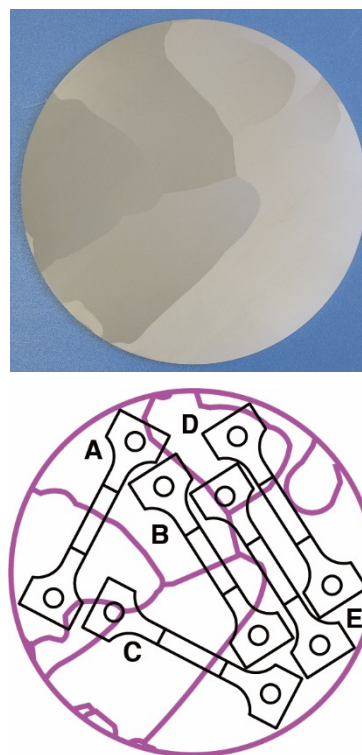


Figure 4: Layout of specimen in LG niobium disk (Dia. 260 mm, t 2.8 mm).

## 3. 引張試験結果

### 3.1 室温試験の結果

標点に伸び計を装着して引張試験を行った。引張速度は室温、液体ヘリウム温度とも 2 mm/min の一定とした。試験結果を Table 2 に示す。No.1~3 が RRR の異なる FG ニオブを用いた試験結果であり、No.4 が LG ニオブを用いた試験結果である。No.1~3 の結果より RRR と引張強度の関係を Fig. 5 に整理した。RRR が大きくなるほど、引張強度、0.2%耐力ともに低くなるのがわかる。

室温の LG ニオブの引張強度は FG ニオブの約半分である。一方、伸びは大きく、FG ニオブの約 2 倍である。結晶方位により引張強度が異なることは知られており、ばらつきは大きいと予想していた。標準偏差  $\sigma$  は 3.2 (測定数  $n=6$ ) であり、ばらつきは予想より小さい。LG ニオブの各結晶粒に収まるように長さ 40 mm の小型の試験片を切り出し、単結晶の試験片として室温の引張試験を行った結果では結晶粒ごとに強度が異なり、最大値が最小値の 2.3 倍と報告されている[9]。本実験では、最大値は最小値の 1.1 倍である。複数の結晶を跨いでいるが、強度は最弱の結晶方位に依存し、単結晶の場合と同様にばらつきと考えている。現時点では、ばらつきが小さい理由は不明である。試験数やインゴットの個体を増やした実験を行い、さらに検討したい。また、破断した試験片を観察したところ、LG ニオブでは粒界で破断したものはなかった。

Table 2: Result of Tensile Testing for Niobium Specimen

No.	Material	Grain *1	RRR	Specimen *2	Tensile strength [MPa] *3	0.2% Proof strength [MPa] *3	Elongation [%] *3	Remarks
1	a	F	365	S	153 819	42 493	55 10	
2	b	F	291	S	157 832	44 516	37 7	
3	c	F	100	S	213 1013	91 982	44 2	
4	e	L	242	S	84 611	65 -	75 6	
5	d	F	<100	B	- 959	- -	- 10	
6	d	F	<100	B	- 935	- 807	- -	*4
7	e	L	242	B	- 629	- -	- 8	
8	e	L	242	B	- 659	- -	- -	*4

\*1 Grain; F: Fine grain, L: Large grain

\*2 Specimen: S: Sheet type, B: Bar type

\*3 Upper value: Room temperature, Lower value: LHe temperature

\*4 Measured using another measurement device

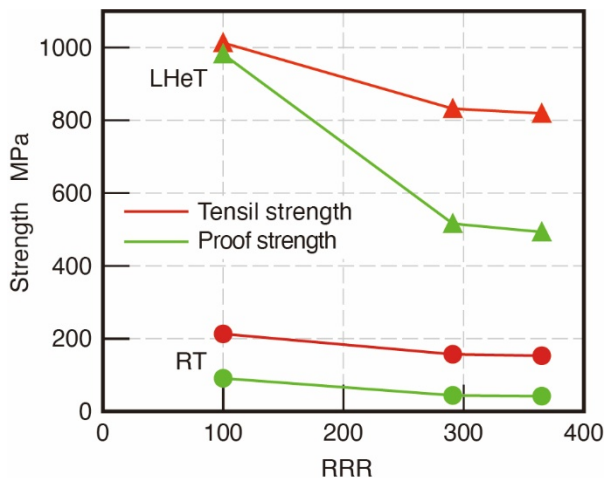


Figure 5: Relation among RRR, tensile strength and 0.2% proof strength at RT/LHeT.

### 3.2 液体ヘリウム温度試験の結果

液体ヘリウム中の引張試験の手順は JIS Z 2277 に依る[5]。液体ヘリウム中では伸び計を使用できないので、低温用のひずみゲージを試験片に貼り付けて引張試験を行った。FG ニオブと LG ニオブの試験結果の一例を応力-ひずみ線図で Fig. 6 に示す。試験機のクロスヘッドの移動量より、ひずみを求め破断までの様子を示した。比較のために引張強度がほぼ等しい結果を選んだ。FG ニオブと LG ニオブともに、応力が細かく変動するセレーションが観察される。LG ニオブの方が、ひずみ 2%近傍で早くセレーションが発生し始める。0.2%耐力は弾性域

を直線近似し、その直線をひずみ 0.2%の位置にオフセットし、応力曲線との交点より求める。これを精度よく求めるため、ひずみゲージより得たひずみ値(ひずみアンプの出力値)とロードセルの出力値より算出する。図では 0.2%耐力値は、ひずみ 2.5%あたりとなる。FG ニオブについては問題なく測定ができた。LG ニオブではひずみ 0.5%あたりから出力が不安定になり 1%程度で断線した。そのため、ひずみゲージ値からの 0.2%耐力値の導出は困難である。使用した低温用ひずみゲージは、液体ヘリウム温度でのひずみ限界を保証していない。また、ひずみ 2%近傍よりセレーションが発生するため、応力曲線との交点も大きく変動する。したがって、本実験では LG ニオブの 0.2%耐力の算出はしない。

試験結果を Table 2 に合わせて示す。No.4 の LG ニオブについては全 15 個の試験結果を Table 3 に示す。No.5~8 は丸棒試験片を使った試験結果である。No.1~3 の結果より RRR と引張強度の関係を Fig. 5 に合わせて示した。液体ヘリウム温度においても室温と同様に、RRR が大きくなるほど強度が低くなるのがわかる。

液体ヘリウム温度の LG ニオブの引張強度は FG ニオブの約 70%であり、室温の場合より 7.3 倍高くなった。FG ニオブの場合は 5.3 倍高くなるので、LG ニオブの方が、より強度が増大する。伸びは室温の場合の 1/10 以下であり、FG ニオブと、ほぼ等しい。引張強度は大きくばらつき、標準偏差 $\sigma$ は 132.4(測定数 n=15)である。室温の場合より非常に大きくなった。Table 3 に示したように 1 枚の円板中の位置により強度が異なる。同じ試験片の配置で異なる円板の値を比べると、B、D、E は近い値を示している。A と C は、ばらついている。最大値は最小値の 2.1 倍であり、Bieler の結果[9]に近い。結晶方位による引張



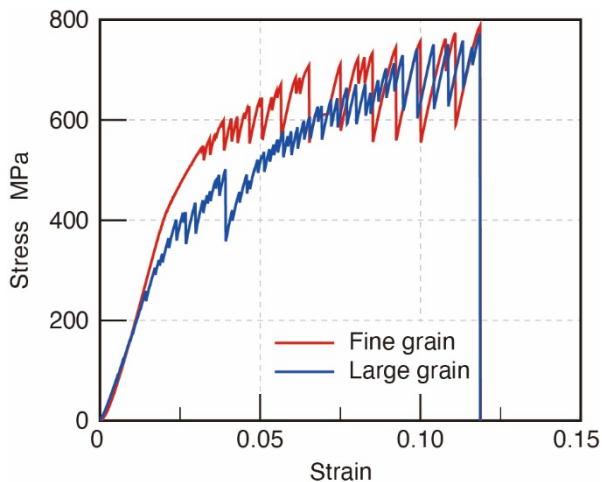


Figure 6: Example of measured stress-strain curves.

強度の差異が原因であり、液体ヘリウム温度で顕著に出現したと考えられる。

液体ヘリウム中での測定の信頼性を評価するために、同一ロットの試験片を用いて異なる2台の試験機で測定した結果を比較した。Table 2のNo.6(FG), 8(LG)の結果は、コベルコ科研[10]に試験を委託した結果である。同社が所有している引張試験機で測定した。同社の試験機の都合で、直径7mmの丸棒試験片を用いた。No.5, 7が対となるKEKで測定した試験結果である。ばらつきの少ないFGニオブの結果No.5, 6を比較すると、相互差は24MPaであり、両者の平均値に対する誤差は3%である。KEKでの液体ヘリウム温度試験は信頼性があると判断している。LGニオブの測定では結果がばらつき、ひずみゲージを使った0.2%耐力の測定はできなかった。KEKでの測定と同様の結果が得られた。

Table 3: Tensile Strength of LG Niobium Specimen at a Glance (unit: MPa)

Position	Disk	Disk 1	Disk 2	Disk 3
	A		379	671
B		620	653	667
C		601	654	724
D		501	435	491
E		808	790	753

破断後の試験片の一例をFig. 7に示す。FGニオブの場合は破断位置は様々である。LGニオブでは室温の場合と同じく、粒界で破断した試験片はなかった。図b)はLGニオブの位置B(Fig. 4参照)の試験片であるが、全て同じ結晶粒から破断している。破断面近傍では、双晶変形が観察される。ニオブ等のbcc構造の金属の低温変形で見られる現象である。

#### 4. まとめ

液体ヘリウム中でFGニオブ、LGニオブの引張試験を行う方法を紹介した。LGニオブの引張強度は611MPaで、FGニオブの約70%である。実験結果は大きくばらついた。理由は円板中の各結晶粒が大きく、その方位により強度が異なり、試験片の結晶配列により強

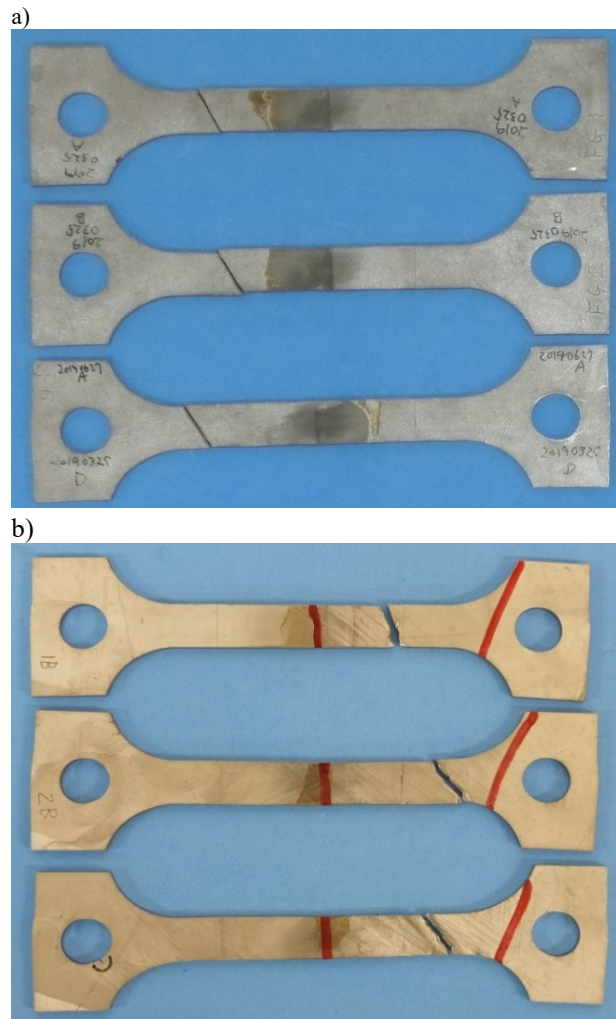


Figure 7: Example of specimen after fracture in liquid helium. a) Fine grain, code: b. b) Large grain, code: e, position: B (Grain boundary is traced by red felt pen).

度が異なるためである。今後、材料強度学の観点から考察を深めると共に、LG空洞の高圧ガス保安法への適用について検討をすすめたい。

#### 謝辞

本実験で使用したニオブ材の一部はブラジルCBMM社より提供いただいた。ニオブのスライス、米国Jefferson LabのGanapati Myneni氏の協力を得た。液体ヘリウムの供給・回収、引張試験は高エネルギー加速器研究機構超伝導低温工学センターで行われた。試験片の製作は同機械工学センターで行われた。これらを記して、謝意を表す。

#### 参考文献

- [1] T. Dohmae *et al.*, "Investigation of in-house superconducting radio-frequency 9-cell cavity made of large grain niobium at KEK.," Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A, 875, (2017), pp. 1-9.

- [2] A. Yamamoto, M. Yamanaka, G. Myuneni, "Ingot Nb based SRF technology for the International Linear Collider," AIP Conference Proceedings, 1687, (2015), 030005.
- [3] P. Kneisel *et al.*, "Review of ingot niobium as a material for superconducting radiofrequency accelerating cavities," Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A, 774, (2015), pp. 133-150.
- [4] 仲井 浩孝, 寺島 昭男, 谷田部 英市:「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), pp. 436-444.
- [5] 江並 和宏、他:「ニオブ材の液体ヘリウム中の引張試験」, 低温工学, (2021), 投稿中.
- [6] Z. Zhao *et al.*, "RRR measurements and tensile tests of high purity large grain ingot niobium", Materials Science and Engineering, 756, (2020), 012002.
- [7] G. Ciovati, P. Dhakal, G. Myneni: "Superconducting radio-frequency cavities made from medium and low-purity niobium ingots," Superconductor Science and Technology, 29, (2016), 064002.
- [8] T. Dohmae *et al.*, "Investigation on 1, 3 and 9-Cell SRF Elliptical Cavities made of Large Grain Niobium", Proc. 19th Int. Conf. RF Superconductivity, (2019), pp. 1213-1215.
- [9] T. Bieler *et al.*, "Deformation mechanisms, defects, heat treatment, and thermal conductivity in large grain niobium" AIP Conference Proceedings, 1687, (2015), 020002.
- [10] <https://www.kobelcokaken.co.jp/>