
加速器向け超電導磁石用極低温高 Mn 非磁性材

Cryogenic Non-magnetic High Mn Steel for Accelerator Superconducting Magnet

野原 清彦(Kiyohiko Nohara) 垣生 泰弘(Yasuhiro Habu)

要旨：

大型加速器向けの超電導磁石に使用される極低温非磁性支持材料の開発研究を行った。磁界変動を 10^{-4} のオーダーにおさえるために、室温ないし 4 K における比透磁率が通常の非磁性材の 1.02 以下よりもはるかに小さい 1.002 以下とし、かつ温度もしくは歪依存性を極小にすることが要求される。さらに局所的 pre-stress および電磁誘導力に耐えるために、室温および 4 K の降伏強度を通常のオーステナイトステンレスより著しく大きくすること、そして望ましくは、Nb₃Sn 超電導材の使用を意図して析出熱処理後の極低温延・靱性の劣化を抑制することが必要である。このために低 C-高 Mn-N-V 鋼を開発した。これは打抜き、スポット溶接性にも優れる。

Synopsis：

A cryogenic non-magnetic steel has been developed which is used as a supporting material for a superconducting magnet in a particle accelerator system. This steel must satisfy the following requirements: (1) Its magnetic permeability at RT and 4K shall be less than 1.002 which is far below that of conventional non-magnetic steels, and its temperature/strain dependences shall be minimized, in order to keep the deviation of magnetic field to the order of 10^{-4} , and (2) its yield strength at RT and 4K shall be much greater than that of conventional austenitic stainless steel to withstand the local prestress and electromagnetic force, and (3) lowering of its cryogenic ductility and toughness after precipitation heat treatment of Nb₃Sn superconductor shall be lessened in order to apply it to a superconducting wire. To meet the above-mentioned requirements, low C-high Mn-N-V steel has been newly developed. The steel also shows good applicability to stamping and spot-welding operations.

(c)JFE Steel Corporation, 2003

本文は次のページから閲覧できます。

Cryogenic Non-magnetic High Mn Steel for Accelerator Superconducting Magnet



野原 清彦
Kiyohiko Nohara
ハイテック研究所 新素
材研究センター 主任
研究員(部長)・工博



恒生 泰弘
Yasuhiro Habu
ハイテック研究所 新素
材研究センター 主任
研究員(部長)・工博

要旨

大型加速器向けの超電導磁石に使用される極低温非磁性支持材料の開発研究を行った。磁界変動を 10^{-4} のオーダーにおさえるために、室温ないし 4 K における比透磁率が通常の非磁性材の 1.02 以下よりもはるかに小さい 1.002 以下とし、かつ温度もしくは歪依存性を極小にすることが要求される。さらに局所的 pre-stress および電磁誘導力に耐えるために、室温および 4 K の降伏強度を通常のオーステナイトステンレスより著しく大きくすること、そして望ましくは、Nb₃Sn 超電導材の使用を意図して析出熱処理後の極低温延・靱性の劣化を抑制することが必要である。このために低 C-高 Mn-N-V 鋼を開発した。これは打抜き、スポット溶接性にも優れる。

Synopsis:

A cryogenic non-magnetic steel has been developed which is used as a supporting material for a superconducting magnet in a particle accelerator system. This steel must satisfy the following requirements: (1) Its magnetic permeability at RT and 4 K shall be less than 1.002 which is far below that of conventional non-magnetic steels, and its temperature/strain dependences shall be minimized, in order to keep the deviation of magnetic field to the order of 10^{-4} , and (2) its yield strength at RT and 4 K shall be much greater than that of conventional austenitic stainless steel to withstand the local prestress and electromagnetic force, and (3) lowering of its cryogenic ductility and toughness after precipitation heat treatment of Nb₃Sn superconductor shall be lessened in order to apply it to a superconducting wire. To meet the above-mentioned requirements, low C-high Mn-N-V steel has been newly developed. The steel also shows good applicability to stamping and spot-welding operations.

1 緒 言

素粒子物理学は理論と実験があいまって、近年めざましい発展を遂げつつある。とくにシンクロトン型素粒子加速器を有力な武器とする実験分野は高エネルギー物理学の一典型といえる。そして加速器装置も高性能化、大型化しており、これに対処するために超電導技術の応用が始まっている。すなわち、陽子や電子の軌道偏向や収束用に使用される磁石が超電導化されつつあり、超電導キャビティの使用も始まっている。

加速器用超電導磁石は、米国フェルミ国立加速器研究所の“テバトロン”が稼働しており (Photo 1)¹⁾、ドイツ電子シンクロトン研究所の“HERA”計画や欧州国際共同原子核研究所の“LHC”計画に採用され、すでに建設がスタートしている。さらに、米国では超大型加速器の建設計画が進められている。

このような大寸法の強磁界大型超電導磁石の開発と製作には、材料面からみると次のような開発要素がある。

- (1) 高性能高信頼性超電導線材
- (2) 極低温用高強度非磁性材料
- (3) 極低温用磁気シールド強磁性材料
- (4) 高機能断熱材料

ここでは (2) について研究開発結果を述べる。研究目標の要旨は次のようである。

- (1) ボアチューブ内の磁場変動を極小にするため 4 K における透磁率 μ を $\mu \leq 1.002$ とする。
- (2) 電磁誘導力や pre-stress の集中に耐えるため極低温および常温降伏強度 σ_y を大きくする ($\sigma_{y(4K)} \geq 1200$ MPa および $\sigma_{y(RT)} \geq 620$ MPa)。
- (3) 化合物系 Nb₃Sn 超電導線材の使用を想定して、700°C 前後

の析出熱処理後の極低温延靱性の劣化を抑制する。

- (4) 良好な使用特性。

2 実験方法

上述した所要目標を達成するために Fe-Mn 系オーステナイト鋼について検討することとした (オーステナイトステンレス鋼は極低温磁性に問題があり、非磁性と高強度を両立させるのは困難とみられる。アルミニウム、銅、チタンなども一長一短がある)。

試料は 50 kg および 5 t インゴットを真空誘導炉で溶製し、スラブ圧延 (20 mm もしくは 100 mm 厚) 後 5 mm 厚の熱間圧延板を作製した。この際 Mn, C, N, V などの成分組成を変化させた。ゼンジミアミルによる冷間圧延により 1.5 mm 厚の薄板を作製した

* 平成元年 4 月 24 日原稿受付

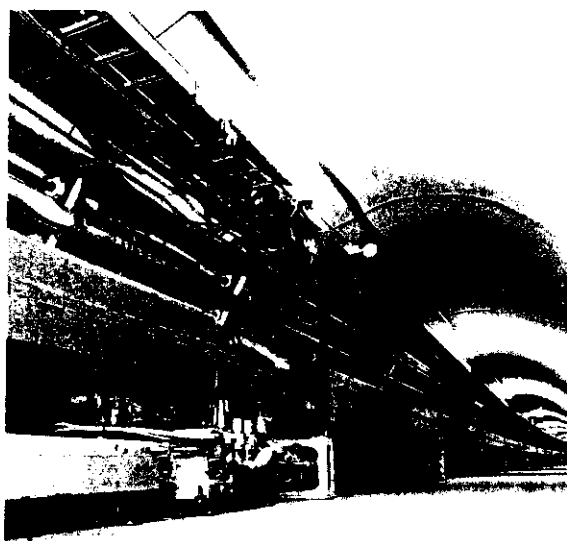


Photo 1 Superconducting magnets installed in tunnel for accelerator (Photo from a pamphlet of Fermi National Accelerator Laboratory)¹⁾

(5t 溶製材の場合)。最終工程では強度調整のため調質圧延を行った。

このようにして得られた 20 mm, 5 mm または 1.5 mm 厚の試料を用いて極低温 (4 K) および室温における種々の試験を行った。すなわち、磁気的性質を試料振動型磁力計 (VSM) によって 5 kOe の磁界付与のもとで 4~400 K の温度範囲で行った。極低温を含む単軸引張試験はインストロン型の自動引張試験機で行い、シャルピー衝撃試験は 10 mm×10 mm 断面形状をもつ試験法で行った。この際、試片の冷却は断熱材でラップした試片に液化 He 貯蔵容器から直接液化 He を導入する方法をとった。室温から 4 K まで試片の V ノッチ部分が冷却されるに要した時間は約 3 分間であった。打抜き試験およびスポット溶接試験は薄板用の試験機を使用し、室温に

て行った。

3 実験結果および考察

3.1 組成と磁性

シンクロトロン型加速器が大型化、すなわち加速エネルギーが増大すればするほど、より高速の素粒子を偏向・収束しなければならぬので、磁石の発生磁界を大きくする必要がある。米国・超大型加速器の場合、対向する陽子の加速エネルギーは各々 20 000 GeV、所要発生磁界は 6.6 Tesla とされる²⁾。この強大な磁界の変動を 10^{-4} のオーダーにおさえる必要があるため、非磁性カラー支持材料の比透磁率は極低温 (4 K) で 1.002 以下、材料内 (間) バラツキは 0.0005 以下であることが要求される³⁾。

前述したように、このような要求に応えるべく Fe-Mn 系オーステナイト鋼の基本組成と極低温 (4 K) 比透磁率の関係をしらべた。結果を Fig. 1 に示す。完全焼鈍後強度の増大を意図して 10% のテンパーロール後比透磁率 μ を 4 K で測定すると、Fe-Mn-C の組成割合の変化によって図示のごとく $\mu \geq 1.02$, $\mu \leq 1.002$, $1.02 \geq \mu \geq 1.002$ の 3 つの領域に区分される。そして上記の $\mu \leq 1.002$ なるクライテリアのほかに Mn 量過大による熱間加工性の劣化、並びに C 量過大による被削性の劣化現象を考慮に入れて、Fe-Mn 系の望ましい基本組成範囲として図示の領域を限定した。これを基にして物理的特性、機械的特性、使用特性などを総合判断した結果、新しい加速器向け超電導磁石支持用非磁性材として Table 1 の高 Mn 鋼を見いだした。成分的には低 C-高 Mn をベースとし、Cr, Ni, V, (Al and/or Ca) 等を添加することを特徴とする。

この新しい高 Mn 鋼の比透磁率 μ の温度依存性を、極低温用オーステナイトステンレス鋼の代表例である 316LN と比較した結果を Fig. 2 に示す (いずれも完全焼鈍状態。付与磁界は 5 kOe)。316LN は 25 K 近傍に磁気変換点 (ネール温度 T_N) を有するところから、この点を中心に μ は大きな温度依存性を呈することとなる。したがって、4 K では磁気的に反磁性の状態にあって $\mu=1.013$ と通常の定義による「非磁性」の意味する $\mu \leq 1.02$ ではあるが、本研究の目標である $\mu \leq 1.002$ を満足することはできない。一方、高

Fig. 1 Newly developed high Mn steel on the Fe-Mn-C phase diagram at 1100°C (Permeability μ was measured at 4 K on specimens temper cold rolled by 10% after full annealing).

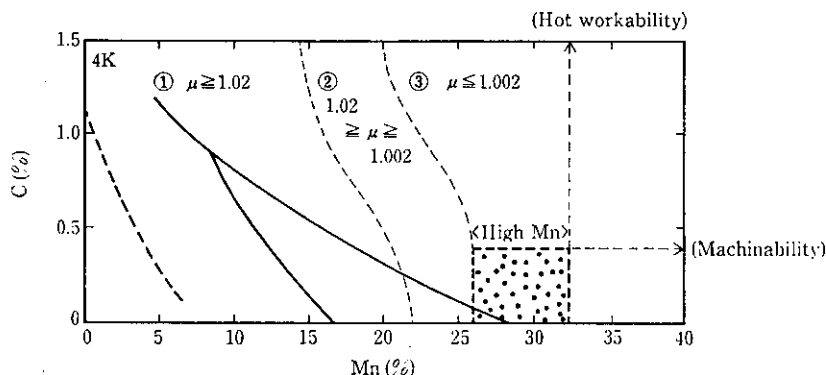


Table 1 Chemical compositions of newly developed high Mn steel and 316LN stainless steel for reference (wt.%)

Steel		C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	N	V
High Mn*	Nominal	≤0.4	≤1.0	26~32	≤0.04	≤0.01	6~8	0.5~1.5	0.05~0.15	0.05~1.0
	Example	0.12	0.6	27.9	0.035	0.007	7.0	1.5	0.09	0.06
316LN (Reference)		0.03	0.5	1.0	0.034	0.009	17.4	11.8	0.20	—

* Al and/or Ca are added depending on the occasions.

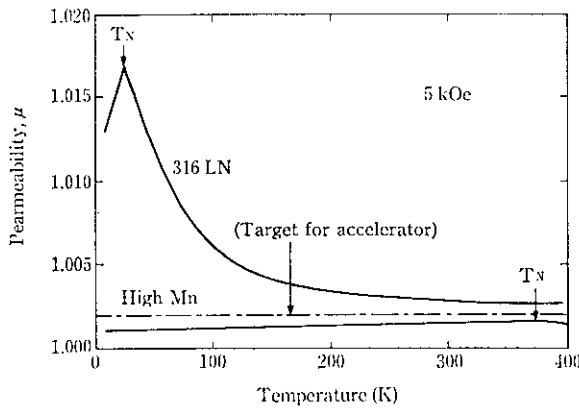


Fig. 2 Change in magnetic permeability with temperature (as annealed)

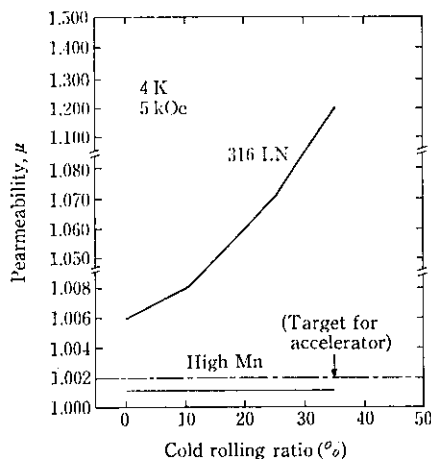


Fig. 3 Change in magnetic permeability with cold working

Mn 鋼にも T_N が存在するが、その値は $T_N=375$ K と室温以上であるため、磁化の程度は 316LN に比べてはるかに軽減され、 T_N 温度においても $\mu \leq 1.002$ の条件を満たしている。要するに高 Mn 鋼は測定温度範囲 4~400 K において $\mu \leq 1.002$ で、温度依存性もきわめて小さい。

本支持材料は前述のごとく電磁力や pre-stress の localization に備えて高強度 (室温降伏応力 $\sigma_y \geq 620$ MPa) である必要がある。これを実現するために調質冷間圧延を採用する。そこで比透磁率の歪依存性が問題となる。316LN と比較した測定結果を Fig. 3 に示す。両鋼種の間には大差が認められる。高 Mn 鋼ならば 30% 以上の冷間圧延変形を施しても透磁率 (4 K) の上昇は全くみられないのに反し、316LN は変形付与により急速に μ の上昇が起きてしまう。

以上から、低 C-高 Mn ベースに N と V を添加した新高 Mn 鋼は 4 K の透磁率が小さく、かつその温度もしくは歪依存性も極微で、調質圧延によって強度をコントロールしても磁性の問題は生じないことがわかった。また透磁率のロット内およびロット間変動は 0.0005 以内に十分に入ることが知見された。

3.2 機械的強度および靱性

超電導磁石の運転中の 6.6 tesla の磁界により発生する電磁誘導力およびクールダウン過程での支持材料と超電導ケーブル・断熱材の間の収縮・膨張抑制のための pre-stress は、いずれも局部的に集中する恐れがある (localization)。これに対処するために降伏応力

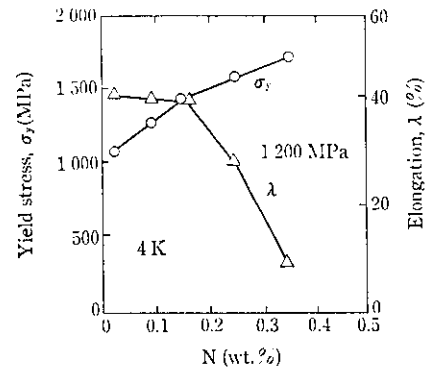
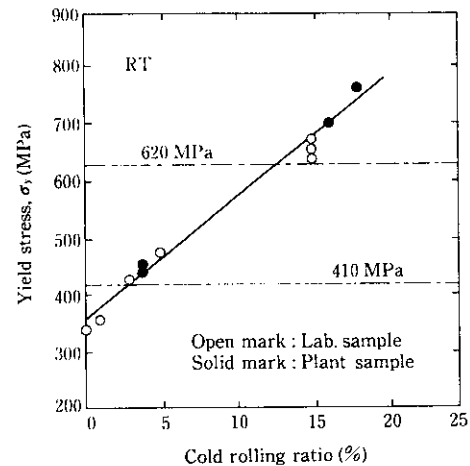


Fig. 4 Effect of N on tensile properties of high Mn steel at 4 K (as annealed)


 Fig. 5 Change in yield stress σ_y at RT with cold temper-rolling

σ_y を十分高くする必要がある。すなわち、 $\sigma_{y(4K)} \geq 1200$ MPa, $\sigma_{y(RT)} \geq 620$ MPa を目標とし、これが比透磁率 $\mu_{(4K \text{ or } RT)} \leq 1.002$, その変動 (バラツキ) $\Delta\mu \leq 0.0005$ を満たしつつ達成されなければならない。本合金の $\sigma_{y(4K)}$ は固溶元素の N 添加で、 $\sigma_{y(RT)}$ は調質冷間圧延によってこれらの目標を達成しうることが知見された⁴⁾。

Fig. 4 は極低温単軸引張変形によって 0.2% C-28% Mn-0.1% V 組成からなる高 Mn 鋼の $\sigma_{y(4K)}$ および伸び (λ) に及ぼす N 添加量の影響をみたものである。これからわかるように、極低温における降伏応力は N 添加によって上昇する。これはオーステナイトステンレス鋼の場合にも観察されており³⁾、オーステナイト鋼一般についてあてはまるものとみられる。他方、極低温延性は 0.15% 余りまでの N 添加では変化しないが、それ以上添加すると急激に低下する。同時に N を大量添加しようとする溶解精錬工程に負荷がかかるほか、溶接作業時にブローホールの発生などの不具合も生じるので、Table 1 に示したように上限を 0.15% とするのがよい。

ここに組成系を示した高 Mn 非磁性鋼の as-annealed 状態での室温降伏応力 $\sigma_{y(RT)}$ は Fig. 5 に示すように 350 MPa 程度である。これは 316LN オーステナイトステンレス鋼より若干大きい程度である。これを最低でも 410 MPa (60 000 PSI)、目標としては 620 MPa (=90 000 PSI) にレベルアップしなければならない。Fe-Mn 系合金において、これを V, Nb, Ti などの炭化物の析出硬化で行うことも考えられるが³⁾、本合金系では熱間加工性や溶接性、極低温靱性を考慮して低 C 系としており、かつ上述したとおり磁化 (透磁

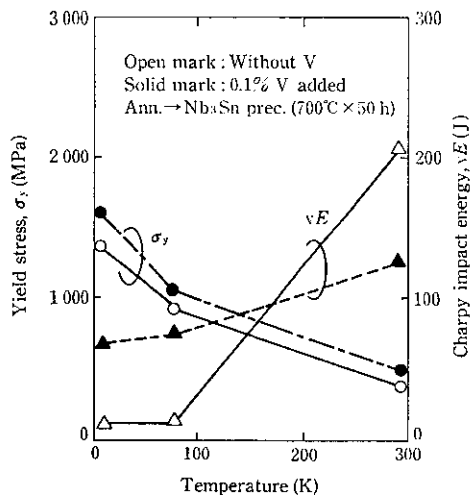


Fig. 6 Temperature dependence of yield stress σ_y and Charpy impact energy vE of Nb_3Sn heat treated high Mn steel with and without V

率)がほとんど歪非依存で高い安定性を有しているため、薄板製造の最終工程における調質冷間圧延で制御することの可能性を検討した。Fig. 5 によれば約 5% の調質圧延で $\sigma_{y(RT)} > 410$ MPa を、また約 15% の調質圧延で $\sigma_{y(RT)} > 620$ MPa をクリアすることがわかる。この際、Fig. 3 に示したように比透磁率増加の恐れは全くない。

さて、現在稼働中もしくは計画中の加速器向け超電導磁石用の超電導線材は合金系の NbTi 系統のものであるが、将来さらに高性能化、コンパクト化を図るため金属間化合物系の Nb_3Sn 系統のものが適用される可能性がある。その際、“Wind and React 法”が適用できれば Nb_3Sn 超電導体の応用範囲を広げることができる。しかるに、 Nb_3Sn の“React”処理（本研究ではきびしい条件を採用して $700^\circ\text{C} \times 50$ h の析出熱処理を施した）により、316LN などと同様に本高 Mn 鋼においても、V を添加しない場合、Fig. 6 に示すように極低温靱性が大幅に低下し、4 K ではシャルピー衝撃吸収エネルギー vE がほとんど 0 となる。この原因は、オーステナイトステンレス鋼で観察されるように^{7,8)}、Cr 炭化物の粒界析出と凝集現象によって粒界が脆化することにあると考えられる。そこで、本鋼に V を添加した場合を同じく Fig. 6 でみると、V の固溶強化作用のため σ_y が若干増加する以外に、 vE の極低温劣化が大幅に抑制され、4 K においても 80 J 程度の値を示すことがわかる。この原因を組織学的に検討したのが Photo 2 である。これは光学および透過電子顕微鏡組織ならびに抽出レプリカ像およびその電子線回折像である。結晶粒内に数多くの析出物がみられるが、これは SAD 解析をも援用すると析出処理中に生成した V 炭窒化物である。このような微細析出が Cr 炭化物の粒界偏析と凝集を抑制することにより、極低温における変形に対する粒界抵抗の低下を防止し、延靱性の劣化を制限するものと推測される。したがって、V 添加高 Mn 非磁性鋼は Nb_3Sn 超電導体を Wind and React 法で使用する場合にも適用できる可能性大である。

3.3 使用特性

加速器用超電導磁石のカラー支持部材は 1.5 mm 程度の薄板のラミネーション構造となるので、非磁性支持材の使用特性として重視されるのは打抜き性とスポット溶接性である（耐錆・耐食性は、磁石製造中の防錆・防食ができれば、実際使用環境は真空・極低温下

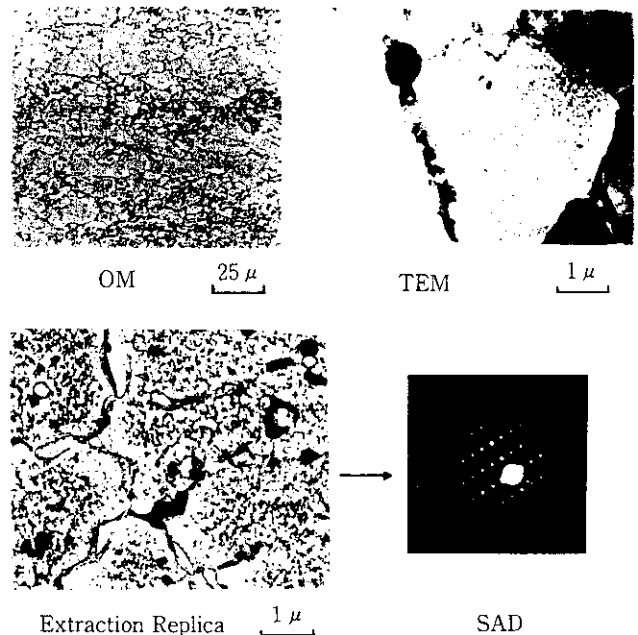


Photo 2 Optical and electron micrographs of V containing Mn steel subjected to Nb_3Sn precipitation heat treatment

Table 2 Experimental stamping conditions

Sample	① High Mn ② 316LN
Sample thickness	1.5 mm
Hydraulic machine	10 t HP
Tool material	SKD 11
Blank diameter	① 12 mmφ ② 18 mmφ ③ 24 mmφ
Clearance	① 0.08 mm ② 0.14 mm

* No lubricant was used

なので問題としなくてもよい。そこで、ここでは開発材のこれら 2 種類の所要性能を 316LN ステンレス鋼と比較して調べた。

打抜き性は強度や加工硬化特性などに支配されるので、本開発材は最終工程で調質圧延によって強化しているところから、通常の as annealed の 316LN と打抜き性を比較した。試験に使用した機械は 10 t HP の油圧式打抜き試験機で、Table 2 に試験条件を示す。打抜き工具材料は、SKD 11、ブランク径は 3 種類、クリアランスは各ブランク径ごとに 0.08 mm および 0.14 mm の 2 種類とした。潤滑剤は使用しなかった。打抜き性能としては、工具寿命またはその劣化程度を求めるのは困難なので、打抜き後のバリの程度および打抜き荷重を採用した。Photo 3 に走査型電子顕微鏡観察による断面バリの発生状況を示す。個々のバリ高さの測定例を Table 3 に示す。これによるとバリ高さはブランク径が大きくなるにつれて低下し、クリアランスによって影響を受けない。そして、いずれの条件においても高 Mn 鋼が 316LN よりバリが発生しやすい徴候は認められない。また、ブランク径 24 mmφ、クリアランス 0.08 mm の場合の最大打抜き荷重は、316LN で 240 kg、高 Mn 鋼で 210 kg あった。以上から高 Mn 鋼は 316LN よりはるかに高強度であるにもかかわらず（前者の $\sigma_y > 620$ MPa、後者の $\sigma_y \approx 250$ MPa）、高 Mn 鋼の方が若干バリ高さが低く、打抜き荷重も小さい。すなわち、オーステナイトステンレス鋼に比べて少なくとも打抜き性が劣ることはないものと考えられる。

スポット溶接機を用いて本鋼のスポット溶接性を調べた。溶接実

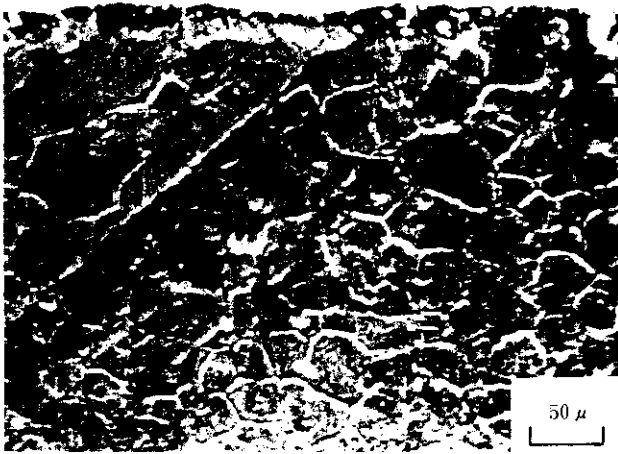


Photo 3 Scanning electron micrographs of high Mn steel after stamping

Table 3 Measured height of burr after stamping (μm)

Clear- ance	High Mn		316LN	
	0.08 mm	0.14 mm	0.08 mm	0.14 mm
Blank				
12 mmφ	90	89	98	94
18 mmφ	78	76	82	76
24 mmφ	72	62	78	81

Table 4 Experimental conditions of spot welding

Voltage	0.5~1.3 V
Current	1.6~7.3 kA
Load	600 kg
Welding cycle	5, 10 and 20
Electrode (chip)	Cu; dome-type, $d=5\sqrt{t}$
Mechanical test	Cross type tensile test

験条件を Table 4 に示す。荷重を 600 kg 一定とし、電流（電圧）および溶接サイクルを変化させ、weld lobe、ナゲット幅、剥離荷重（積層交叉型引張試験による）などを求めた。実験結果を整理したのが Fig. 7 である。電流値の変化に対して weld lobe 位置やチリの出方、そしてナゲット幅や剥離荷重は、316LN と高 Mn 鋼との間でほとんど差が認められない（ナゲット幅は高 Mn 鋼の方がむしろ若干大きい傾向がある）。スポット溶接後の外観も両鋼種間で特段の差異は生じなかった。すなわち、この高 Mn 鋼は、少なくともオーステナイトステンレス鋼に比べてスポット溶接性が劣ることは

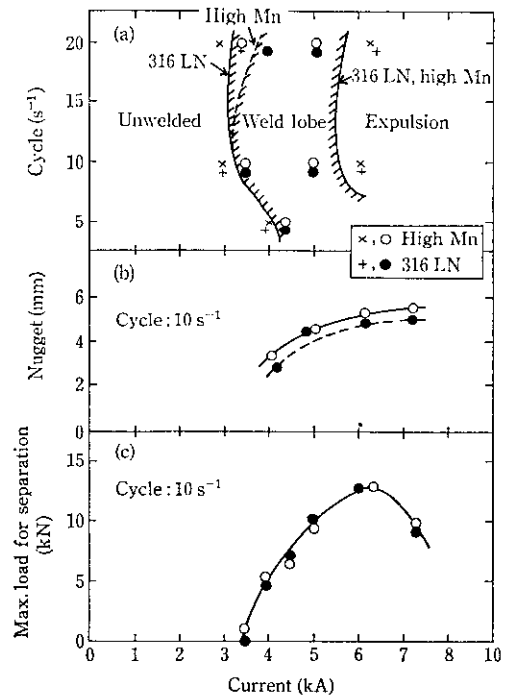


Fig. 7 Results of spot welding test

ないものと考えられる。なお、スポット溶接部の高 Mn 鋼の比透磁率は 1.002 以下を維持し、磁性が劣化することはない。

4 結 言

大型加速器向け超電導磁石用極低温非磁性支持材料の開発研究結果を要約すると次のようになる。

- (1) 高 Mn 系オーステナイト鋼の成分設計（すなわち低 C-高 Mn-N-V）によって極低温比透磁率 1.002 以下、その変動 0.0005 以下を実現した。これは磁界変動に好ましい。
- (2) この材料は 30% 以上の歪に対し、また 4~400 K の温度変化に対し、比透磁率の変化はほとんどなく、磁気安定性が高い。これは材料の強度設計、磁石の安定稼働に望ましい。
- (3) N, V 添加および調質圧延により材料の降伏強度を室温で 620 MPa 以上、4 K で 1200 MPa とすることができた。これは電磁力および pre-stress の負荷に対し好ましい。
- (4) 本鋼に V を含有させることにより、Nb₃Sn 超電導体の Wind and React 法の析出熱処理後の極低温靱性の劣化を抑制しえた。これは将来 NbTi に代わって Nb₃Sn の使用に好ましい。
- (5) 本鋼の磁石製造時の使用特性として重要な打抜き性およびスポット溶接性につき検討した結果、高強度にもかかわらず 316 LN オーステナイトステンレス鋼とほぼ同等であった。

参 考 文 献

- 1) Fermi National Accelerator Laboratory: Fermilab Facts (Pamphlet), (1987)
- 2) A. Trivelpiece: International Industrial Symposium on the Super Collider, New Orleans, Sponsored by DOE, (1989)
- 3) T. Shintomi: Private communication
- 4) Kawasaki Steel Corp.: Jpn. Kokoku 59-11661
- 5) K. Nohara, T. Katoh, and A. Ejima: Symposium on New Developments in Stainless Steel Emerging Technology, ASM, Detroit, (1984)
- 6) K. Nohara and Y. Habu: ASM International Conference on Mn Containing Stainless Steels, Proceeding, (1987), 33
- 7) K. Nohara: US-Japan LSTM Workshop, Sponsored by JAERI and DOE, (1986)
- 8) J.W. Morris and S.K. Hwang: "Fe-Mn Alloys for Cryogenic Use.", (1978), 151, [Prenum Press, New York]
- 9) H. Schumann: Neue Hütte, 17 (1972) 10, 605