

真空炉を利用した熱処理とろう付け

○阿部慶子^{#,A)}

A)高エネルギー加速器研究機構 共通基盤研究施設

概要

KEK 機械工学センターでは横型真空炉を保有しており様々な素材の熱処理を行うことができる。

真空中で熱処理を行うことにより酸化膜の付着を避け、処理前の外観のまま熱処理を行うことができる。その多くはアニール（焼鈍）であるが、時効処理やろう付けも行っている。本稿では2018年以降に著者が担当した主な内容について紹介する。

1. 真空炉について

機械工学センター材料倉庫に設置してある横型真空炉仕様を表1にまとめる。

1986年に導入された。真空排気には油拡散ポンプを使用しており、短時間で高真空状態を得ることができる。800℃での真空度はおよそ 10^{-3} Pa台である。コールドトラップも有しており、炉内はクリーン状態に保たれている。真空ポンプのON/OFFスイッチやバルブ、真空計やヒーターの電源などすべて独立しており、手動で立ち上げる必要がある。炉内の温度は熱電対で計測している。ヒーター素材にはタングステン、反射板にはモリブデンなどを使用している。

素材が大きい場合、炉内の温度が上がっても素材の中心部まで温度上昇が追い付いていない場合もあるため保持時間を十分に確保する必要がある。不十分な際は再度処理を行うこともある。素材の温度も熱電対で計測し記録している。

表1. 横型真空炉仕様

有効加熱室内寸法	幅 300×高さ 300×奥行 400 mm
最高使用温度	1350℃
真空度	約 1.0×10^{-3} Pa (800℃)
使用ポンプ	ロータリーポンプ メカニカルブースターポンプ 油拡散ポンプ
ヒーター材質	タングステン丸線
反射板材質	タングステン モリブデン SUS310

2. 熱処理の概要

熱処理の目的は材質の組成を変化させ、硬さや伸展性、靱性などを変えることである。

熱処理の要因として加熱速度、加熱温度、保持温度、冷却速度があげられる。これらが材質の組成に影響する。真空中では大気中と異なり伝熱が輻射のみとなるため、処理品の体積が大きい場合、保持時間を十分に確保することが必要である。窒素ガスなどで冷却時間を早めることも可能であるが、炉冷を採用している。

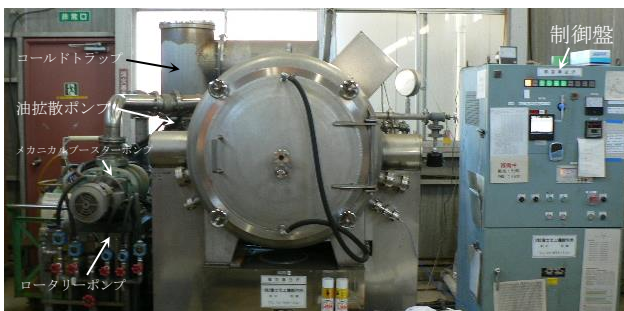
3. 事例紹介

本真空炉で行う熱処理の多くはアニールになる。アニールは機械加工で発生したひずみを除去する役割がある。そのほかには非鉄合金の時効処理やろう付けを行っている。事例を3件紹介する。

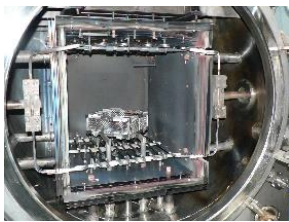
3.1 アニール

3.1.1 超伝導加速器空洞ハーフセル

KEKでは超伝導加速器空洞の量産に向けて素材や製法、製造工程を研究している。加速器空洞は主にニオブを材料としており、材料そのものが高価なため、アルミや銅など特性の近い素材で試作を十分行っている。空洞は楕円をつなげたような形状で中空になっている。主な製造方法は、厚さ2.8×直径260mmの円盤をプレスしお椀の形状にしたものを電子ビーム溶接(EBW)により接合する。目的により単セル、3セル、9セルの空洞を製造している。



a) 全体の配置



b) 炉内の構造



c) ヒーター (下面)

図1 横型真空炉



a) アルミ b) 銅 c) ニオブ
図2 各素材のハーフセルアニール

2023年3月から9セル空洞のセルの改良がおこなわれた。これにより工程削減が見込まれる。その方法として素材を2回異なる形状の金型を用いてプレスを行う。一度プレスした素材は加工ひずみが発生し、硬化する。一般的に素材は硬化すると脆くなり破損する。それを回避するために2回目のプレス工程の前にアニールを行った。試作はアルミ、銅で行われ、続いてニオブを行った(図2)。

アルミは3.5℃/分で昇温しおよそ400℃で2時間保持、炉冷した。アルミ素材は1回目のプレス用にφ260mm円盤もアニールした。

銅は4.2℃/分で昇温、500℃程度で2時間保持、炉冷した。

ニオブは4.3℃/分で昇温、750℃で3時間保持、炉冷した。

インストールにはセラミックブロックを使用し、素材同士が接触しないよう配慮した。

3.1.2 超伝導加速器空洞 HOM 外導体

9セル空洞を構成する部品の一つにHOM外導体というアンテナを格納する部品がある。従来、パイプに円盤を溶接していたが、量産と短納期を見込んで後方押出加工を検討中である。ニオブは延展性に優れた素材であるが、十分にアニールをしてから後方押出加工を試みている。

HOM外導体素材はφ45.1±0.05×19.5±0.5mmの円柱状である。試作と調整用に無酸素銅素材10個とニオブ素材11個をアニールした。

無酸素銅素材は4.2℃/分で昇温、500℃で2時間保持、炉冷した。

ニオブ素材は4.5℃/分で昇温、800℃で3時間保持、炉冷した。

保持温度を500℃前後にした場合、素材の温度がその温度に達するまでに時間を要し、十分に保持時間が確保できず、アニールが不十分であった。保持時間を1時間長く設定し、再処理をした。

3.1.3 高圧ガス製造許可申請のための機械試験片

9セル空洞の高圧ガス製造許可申請のため、9セル空洞各部を構成しているニオブ、ニオブ合金について材料試験を行うため引張試験片とシャルピー試験片をアニールした。指定された昇温速度で900℃にて保持、炉冷した。真空炉の故障により機械工学センターでは一部を行えず外注となった。

ニオブのアニールは750℃、800℃、900℃で行っている。アニール温度は機械的性質に影響するほか、残留抵抗比RRRにもわずかに影響する。

3.2 時効処理

KEK電子陽電子入射器ではSuperKEKB陽電子源としてフラックスコンセントレータを使用している。従来は無酸素銅で製作していたが、スリット部で放電が起りパワーを上げられなかった。素材を機械的特性の優れた銅合金を使用することで改善できた。

銅合金はニッケル、シリコン、クロムが添加されており、時効処理をすることにより0.2%耐力を回復させることができる。引張試験で確認する他に、導電率あるいはかたさでも確認することが可能である。

2018年から2023年までに6台のフラックスコンセントレータの時効処理を行った。

加熱の際に一定の速度で温度が上がるよう、マニュアルモードによるヒーター制御も行った。

3.3 ろう付け

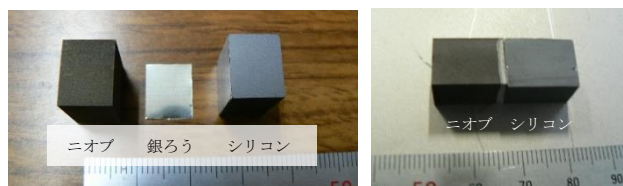
放射光施設では分光器に結晶シリコンが使用されている。シリコンはよく使用される素材だが、へき開面があり割れやすいという特性がある。結晶シリコンに効率的に熱を伝えるため、新たな接合方法を開発する必要がある。試験段階であるがシリコンと金属を機械的に接合する試みを行っている。

その一つとして、銀ろう付けを行った。金属は線膨張係数が小さいチタン、ニオブ、インバーを試した。シリコン、チタン、ニオブの試料サイズは11.3×9×15mm(チタン20mm)である。シリコンとインバーの接合では接合面を変更し試した。

ろう材は厚さ0.05mmのBAg-8真空用シートろうを使用した。

6.25℃/分で昇温、750℃で2時間予熱、800℃で20分保持、炉冷した。

接合ができたのちに液体窒素で冷却する予定であったが、どの試料も接合後に剥離している。現在表面観察、分析しており、ろう付け以外の接合法の試験も検討している。



a) ろう付け前の素材 b) ろう付け後
図3 シリコンと金属のろう付け試験

4. まとめ

機械工学センターの真空炉による熱処理とろう付けの事例について紹介した。製造支援での依頼業務としている。酸化膜が付着しない熱処理は加速器の実験装置製造には欠かせないプロセスであるため、今後も効果的な処理を継続していく。