

JAERI-M
84-081

ジルカロイ-4 / SUS304
共晶ろう接継手の開発試験

1984年5月

清水 一雄・山田 政治・荒 克之
北村 正幸*

JAERI-M レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。

入手の問合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11 茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしてください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11 茨城県那珂郡東海村 日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Section, Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1984

編集兼発行 日本原子力研究所
印刷 日立高速印刷株式会社

ジルカロイ-4 / SUS 304 共晶ろう接継手の開発試験

日本原子力研究所東海研究所原子炉工学部

清水 一雄・山田 政治・荒 克之・北村 正幸*

(1984年4月9日受理)

ジルカロイ-4とSUS304の共晶ろう接による接合継手の開発を高周波誘導加熱装置を使って試みた。この接合継手の性能を評価するために、共晶接合部分の金相試験、EPMA試験、機械的強度試験（常温および300℃における引張試験、曲げ試験、バースト試験）およびオートクレーブ試験（300℃、85kg/cm²、5サイクル-1200時間）を行なった。その結果、高温高圧水中での良好な耐環境性が確認されると共に、接合部をテーパにして、時間と温度を調整すれば、実用上十分な機械的強度が得られることがわかった。これらのことから、炉内計装用センサー類を軽水炉燃料等へ取り付ける際に共晶ろう接を利用できる見通しを得た。

DEVELOPMENT TESTS OF AN EUTECTIC BRAZED JOINT OF ZIRCALOY-4/SUS304

Kazuo SHIMIZU, Masaharu YAMADA
Katsuyuki ARA and Masayuki KITAMURA*

Department of Reactor Engineering
Tokai Research Establishment, JAERI

(Received April 9 , 1984)

This study was conducted for the purpose of developing a Zircaloy-4/SUS304 joint using an eutectic brazing technique. Various fundamental properties of the joint specimens were examined through mechanical tests (tensile tests at room temperature and 300°C, bend tests, burst tests), a thermal cycling test in an autoclave, metallographic tests, and electron-probe X-ray microanalysis tests. The results showed that the eutectic brazed joint has a good corrosion resistance in pressurized high-temperature water and steam. A fairly strong joint could be produced by adopting a tapered-surface contact and by controlling brazing-temperature and -time. As a result of these, it has been concluded that the eutectic brazed joint can be used for attaching an in-core instrumentation sensor to, for example, a LWR fuel element.

Keywords: Zircaloy-4, SUS304, Stainless Steel, Eutectic Brazed Joint, Tensile Test, Burst Test, Bend Test, EPMA Test, Autoclave Test

* YAMARI INDUSTRIES LTD, NO.5-24, I-CHOME, MISHIMAE, TAKATSUKI, OSAKA, JAPAN

目 次

1. はじめに	1
2. 共晶ろう接のメカニズム	1
3. ジルカロイ-4 / SUS304 共晶ろう接継手の製作方法	2
3.1 第1次試作	2
3.2 第2次試作	2
4. ジルカロイ-4 / SUS304 共晶ろう接継手の各種性能評価試験	3
4.1 オートクレーブによる熱サイクル試験	3
4.2 引張試験	3
4.3 曲げ試験	4
4.4 バースト試験	5
4.5 金相試験	6
4.6 EPMA試験	7
5. 結 果	7
6. おわりに	8
参考文献	8

Contents

1. Introduction	1
2. Mechanics of eutectic brazing	1
3. Eutectic brazing method of Zircaloy-4/SUS304	2
3.1 First experimental making	2
3.2 Second experimental making	2
4. Evaluation tests on Zircaloy-4/SUS304 eutectic joint	3
4.1 Thermal cycling test in an autoclave	3
4.2 Tensile test	3
4.3 Bend test	4
4.4 Burst test	5
4.5 Metallographic test	6
4.6 EPMA test	7
5. Results	7
6. Conclusion	8
References	8

Content of figures

- Fig. 1 Typical binary alloy system and eutectic brazed joint made between its components
- Fig. 2 Zirconium-iron equilibrium diagram
- Fig. 3 Zirconium-nickel equilibrium diagram
- Fig. 4 Zirconium-chromium equilibrium diagram
- Fig. 5 Schematic drawing showing the set-up for induction eutectic brazing at first experimental making
- Fig. 6 Schematic drawing showing the set-up for induction eutectic brazing at second experimental making
- Fig. 7 Diagram of thermal cycling test
- Fig. 8 Specimen of the eutectic joint for thermal cycling test
- Fig. 9 Specimen of the first experimental not-tapered eutectic joint for tensile test at room temperature
- Fig. 10 Specimen of the first experimental 10°-tapered eutectic joint for tensile test at room temperature
- Fig. 11 Specimen of the second experimental eutectic joint for tensile test at room temperature
- Fig. 12 Specimen of the eutectic joint for tensile test at 300°C
- Fig. 13 Specimen of the eutectic joint for bend test
- Fig. 14 Specimen of the eutectic joint for burst test

Content of tables

- Table 1 Composition of Zircaloy-4 specimen
- Table 2 Composition of SUS304 specimen
- Table 3 Mechanical properties of Zircaloy-4 and SUS304
- Table 4 Physical properties of Zircaloy-4 and SUS304
- Table 5 Insulation resistance of the specimen of the eutectic joint for thermal cycling test
- Table 6 Results of tensile test on the first experimental Zircaloy-4/SUS304 eutectic joint at room temperature
- Table 7 Results of tensile test on the second experimental Zircaloy-4/SUS304 eutectic joint at room temperature

- Table 8 Results of tensile test on the Zircaloy-4/SUS304 eutectic joint at 300°C
- Table 9 Results of bend test on the Zircaloy-4/SUS304 eutectic joint
- Table 10 Results of burst test on the Zircaloy-4/SUS304 eutectic joint
- Table 11 Results of quantitative EPMA test on the Zircaloy-4/SUS304 eutectic joint

Content of photographs

- Photo. 1 High-frequency induction heating apparatus
- Photo. 2 Autoclave for thermal cycling test
- Photo. 3 Specimen after thermal cycling test
- Photo. 4 Specimen after thermal cycling test
- Photo. 5 Specimen after thermal cycling test
- Photo. 6 Specimen of the 45°-tapered eutectic joint for tensile test at room temperature (A1-A5)
- Photo. 7 Specimen of the 10°-tapered eutectic joint for tensile test at room temperature (B1-B5)
- Photo. 8 Specimen of the 45°-tapered eutectic joint for tensile test at 300°C (C1-C5)
- Photo. 9 Specimen of the 10°-tapered eutectic joint for tensile test at 300°C (D1-D4)
- Photo. 10 Specimen of the 45°-tapered eutectic joint for tensile test at room temperature (A1-A5)
- Photo. 11 Specimen of the 45°-tapered eutectic joint for bend test (E1-E5)
- Photo. 12 Specimen of the 10°-tapered eutectic joint for bend test (F1-F5)
- Photo. 13 Specimen of the 45°-tapered eutectic joint for bend test (E1-E5)
- Photo. 14 Specimen of the 10°-tapered eutectic joint for burst test (H1-H5)
- Photo. 15 Specimen of the 45°-tapered eutectic joint for burst test (G1-G3)

- Photo. 16 Micrograph of the not-tapered eutectic joint after electrolytic etching
- Photo. 17 Micrograph of the not-tapered eutectic joint after electrolytic etching
- Photo. 18 Micrograph of the not-tapered eutectic joint before chemical etching
- Photo. 19 Micrograph of the not-tapered eutectic joint after chemical etching for 30 seconds
- Photo. 20 Micrograph of the eutectic joint for thermal cycling test before chemical etching
- Photo. 21 Micrograph of the eutectic joint for thermal cycling test after chemical etching for 10 seconds
- Photo. 22 Micrograph of the eutectic joint for thermal cycling test after chemical etching for 20 seconds
- Photo. 23 Micrograph of the eutectic joint for thermal cycling test after chemical etching for 80 seconds
- Photo. 24 Micrograph of the 10°-tapered eutectic joint (Brightfield)
- Photo. 25 Micrograph of the 10°-tapered eutectic joint (Darkfield)
- Photo. 26 Micrograph of the eutectic joint (Brightfield)
- Photo. 27 Micrograph of the eutectic joint (Polarized light)
- Photo. 28 Micrograph of the eutectic joint (Darkfield)
- Photo. 29 Micrograph of the eutectic joint (Interference Contrast)
- Photo. 30 Depth dependence of the eutectic zone of the specimen of the 10°-tapered eutectic joint
- Photo. 31 Depth dependence of the eutectic zone of the specimen of the 10°-tapered eutectic joint
- Photo. 32 Depth dependence of the eutectic zone of the specimen of the 10°-tapered eutectic joint
- Photo. 33 Depth dependence of the eutectic zone of the specimen of the 10°-tapered eutectic joint
- Photo. 34 Depth dependence of the eutectic zone of the specimen of the 10°-tapered eutectic joint
- Photo. 35 Composition image superimposed with Zr-L_a line profile along a direction normal to the eutectic zone

- Photo. 36 Composition image superimposed with Fe-K α line profile along a direction normal to the eutectic zone
- Photo. 37 Composition image superimposed with Cr-K α line profile along a direction normal to the eutectic zone
- Photo. 38 Composition image superimposed with Ni-K α line profile along a direction normal to the eutectic zone
- Photo. 39 Composition image superimposed with Zr-L α line profile along a direction normal to the eutectic zone
- Photo. 40 Composition image superimposed with Fe-K α line profile along a direction normal to the eutectic zone
- Photo. 41 Zr-L α X-ray image, associated with Photo. 39
- Photo. 42 Fe-K α X-ray image, associated with Photo. 40
- Photo. 43 Region of the eutectic joint for quantitative microprobe analysis

1. はじめに

軽水炉燃料の炉内照射試験のために各種の炉内計装用センサーが開発されているが、これらのセンサー類を燃料に取り付ける場合にしばしばジルカロイ/ステンレス鋼の接合継手が必要となる。このような異種合金の接合の場合、熱膨張係数の大きな差や金属間化合物の生成による機械的強度および高温高圧水中における腐食抵抗の低下が問題となる。これらの問題を解決するために、今までに幾つかの接合方法が試みられ、摩擦圧接⁽¹⁾や拡散接合^{(2)~(4)}のようにすでに実用化されているものもある。

異種合金であるジルカロイとステンレス鋼の接合に共晶ろう接を用いる試みは、すでにW. A. OWCZARSKI⁽⁵⁾やF. JACQUES⁽⁶⁾らによってなされている。彼らは、ジルカロイ-2とSUS304の共晶ろう接継手を試作し、機械的強度試験や金相試験などの評価試験を実施した結果、適当な製作条件が整えば実用に供し得る可能性があることを指摘している。

共晶ろう接の利点としては以下のことが上げられる。(1)共晶の形成過程で自ら溶加材を供給する。(2)温度と時間の制御により接合部全体に形成される。(3)共晶は両方の母材に対してかなりよいぬれ特性を持っている。(4)共晶温度(～980℃)は母材の合金の融点よりかなり低い。(ジルカロイ-4:1855±15℃, SUS304:1398～1454℃)。(5)センサー等の小物の接合が簡便にできる。

これらのことを鑑みて、ジルカロイ-4とSUS304の共晶ろう接継手の開発を試み、その性能評価試験を行なったので、本レポートにて報告する。

2. 共晶ろう接のメカニズム

Table 1 にジルカロイ-4 母材の化学分析表を、また Table 2 に SUS 3 0 4 母材の化学分析表を示す。Table 3 に両母材の機械的性質の比較を示す。さらに、Table 4 に両母材の物理的性質の比較を示す。

Fig. 1 に A B 2 成分系合金の共晶型状態図を示す。母材 A と B を接触させ、共晶温度 T_E まで加熱すると、接触面を通して相互拡散が起こり、固溶体が形成される。溶媒 A 溶質 B の場合の固溶体を α 、溶媒 A 溶質 B の場合の固溶体を β とする。これらの固溶体が飽和限度に到達すると液相 L が形成され始める。この液相形成範囲は、温度 T_E とその保持時間に依存する。

Table 1 と Table 2 に示してあるように両母材中の微量元素まで含めると、上記のような単純な 2 成分系合金状態図にはならない。そこでジルカロイ-4 中の Zr, SUS 3 0 4 中の Fe と主合金元素 Cr と Ni の 4 成分系に単純化して共晶プロセスを考える。Fig. 2, Fig. 3 および Fig. 4 に Fe-Zr 系, Zr-Ni 系および Zr-Cr 系の状態図を示してある。いずれの場合も共晶過程が含まれている。Fe-Zr 系では 76% Zr-24% Fe 共晶合金が約 934℃ で形成される。

1. はじめに

軽水炉燃料の炉内照射試験のために各種の炉内計装用センサーが開発されているが、これらのセンサー類を燃料に取り付ける場合にしばしばジルカロイ/ステンレス鋼の接合継手が必要となる。このような異種合金の接合の場合、熱膨張係数の大きな差や金属間化合物の生成による機械的強度および高温高圧水中における腐食抵抗の低下が問題となる。これらの問題を解決するために、今までに幾つかの接合方法が試みられ、摩擦圧接⁽¹⁾や拡散接合^{(2)~(4)}のようにすでに実用化されているものもある。

異種合金であるジルカロイとステンレス鋼の接合に共晶ろう接を用いる試みは、すでにW. A. OWCZARSKI⁽⁵⁾やF. JACQUES⁽⁶⁾らによってなされている。彼らは、ジルカロイ-2とSUS304の共晶ろう接継手を試作し、機械的強度試験や金相試験などの評価試験を実施した結果、適当な製作条件が整えば実用に供し得る可能性があることを指摘している。

共晶ろう接の利点としては以下のことが上げられる。(1)共晶の形成過程で自ら溶加材を供給する。(2)温度と時間の制御により接合部全体に形成される。(3)共晶は両方の母材に対してかなりよいぬれ特性を持っている。(4)共晶温度(～980℃)は母材の合金の融点よりかなり低い。(ジルカロイ-4:1855±15℃, SUS304:1398～1454℃)。(5)センサー等の小物の接合が簡便にできる。

これらのことを鑑みて、ジルカロイ-4とSUS304の共晶ろう接継手の開発を試み、その性能評価試験を行なったので、本レポートにて報告する。

2. 共晶ろう接のメカニズム

Table 1 にジルカロイ-4 母材の化学分析表を、また Table 2 に SUS 3 0 4 母材の化学分析表を示す。Table 3 に両母材の機械的性質の比較を示す。さらに、Table 4 に両母材の物理的性質の比較を示す。

Fig. 1 に A B 2 成分系合金の共晶型状態図を示す。母材 A と B を接触させ、共晶温度 T_E まで加熱すると、接触面を通して相互拡散が起こり、固溶体が形成される。溶媒 A 溶質 B の場合の固溶体を α 、溶媒 A 溶質 B の場合の固溶体を β とする。これらの固溶体が飽和限度に到達すると液相 L が形成され始める。この液相形成範囲は、温度 T_E とその保持時間に依存する。

Table 1 と Table 2 に示してあるように両母材中の微量元素まで含めると、上記のような単純な 2 成分系合金状態図にはならない。そこでジルカロイ-4 中の Zr, SUS 3 0 4 中の Fe と主合金元素 Cr と Ni の 4 成分系に単純化して共晶プロセスを考える。Fig. 2, Fig. 3 および Fig. 4 に Fe-Zr 系, Zr-Ni 系および Zr-Cr 系の状態図を示してある。いずれの場合も共晶過程が含まれている。Fe-Zr 系では 76% Zr-24% Fe 共晶合金が約 934℃ で形成される。

Zr-Ni 系の場合は76% Zr-24% Ni 共晶合金が約961°Cで形成される。また、Zr-Cr系では72% Zr-28% Cr 共晶合金が約1300°Cで形成される。なお、拡散接合の場合、この状態図に見られる唯一の金属間化合物 ZrC_2 が形成されて、これが接合部のもろさの主な原因になっている。共晶接合の場合も多数の中間層が形成されてかなり複雑な非均質構造になる。ジルカロイ-4とSUS304の共晶温度は約980°Cになることが知られている。

3. ジルカロイ-4 / SUS304 共晶ろう接継手の製作方法

3.1 第1次試作

ジルカロイは高温環境下で酸素や窒素に対する親和性が強く、機械的強度や腐食抵抗が低下することが知られている。そのため、共晶ろう接は高真空中あるいはアルゴンやヘリウムなどの不活性ガス中に行なう必要がある。Photo.1に共晶ろう接継手の製作に使用した高周波誘導加熱装置（米国ピラーコーポレーション製、50 KHz、電力5 KW）の外観を示す。第1次試作ではテープ無し接合と10°テープ接合を試みた。Fig.5に加熱用石英管部の構造を示す。機械加工して接触させた厚肉円筒状試料を石英管内にセットし、真空排気後、高周波誘導加熱によって共晶温度980°Cより数10°高い温度まで昇温した。接合部の温度は、放射温度計（米国ミレトロン社製、赤外2色温度計、レシオスコープ、測温範囲 650~2200°C）で監視した。高温（1000~1050°C）保持時間は、テープ無し接合の場合には共晶層が接合部表面に出てくるのを目視によって確認できるまで、一方、10°テープ接合の場合には約1分間で、その後スイッチを切って室温まで急速冷却した。

テープ無し接合の場合、上記の方法で接合した材料を引張試験片などに機械加工する際に破損するものが出た。

10°テープ接合の場合、試料表面と内部での加熱条件が一樣でないため、共晶層にむらがあった。特に高温引張試験片、オートクレーブ試験片、バースト試験片のように外径を細くしたり、肉厚を薄くしたりすると一部接合されない面が出て、試験に供することができなかった。

3.2 第2次試作

第1次試作試験の結果、良好な接合状態を得ることが難しかったので、次のように接合方法を変更して第2次試作試験を実施した。まず、テープ無し接合では強度上かなり問題があるので、代わりに45°テープ接合を試みた。10°テープ接合の場合の不良原因として接合面の接触不良が考えられたので、10°、45°テープ接合共、接合中に真空の差圧を利用して接合面を加圧する様にした。Fig.6に加熱用石英管部の構造を示す。継手形状はFig.6に示すように、ジルカロイ-4は棒状、SUS304は厚肉円筒状の試料を用いた。その他の製作条件は第1次試作の時と同様であった。45°テープ接合試料の内、バースト試験片製作時に破損するものがあった。

Zr-Ni 系の場合は76% Zr-24% Ni 共晶合金が約961°Cで形成される。また、Zr-Cr系では72% Zr-28% Cr 共晶合金が約1300°Cで形成される。なお、拡散接合の場合、この状態図に見られる唯一の金属間化合物 ZrC_2 が形成されて、これが接合部のもろさの主な原因になっている。共晶接合の場合も多数の中間層が形成されてかなり複雑な非均質構造になる。ジルカロイ-4とSUS304の共晶温度は約980°Cになることが知られている。

3. ジルカロイ-4 / SUS 304 共晶ろう接継手の製作方法

3.1 第1次試作

ジルカロイは高温環境下で酸素や窒素に対する親和性が強く、機械的強度や腐食抵抗が低下することが知られている。そのため、共晶ろう接は高真空中あるいはアルゴンやヘリウムなどの不活性ガス中に行なう必要がある。Photo.1に共晶ろう接継手の製作に使用した高周波誘導加熱装置（米国ピラーコーポレーション製、50 KHz、電力5 KW）の外観を示す。第1次試作ではテーパ無し接合と10°テーパ接合を試みた。Fig.5に加熱用石英管部の構造を示す。機械加工して接触させた厚肉円筒状試料を石英管内にセットし、真空排気後、高周波誘導加熱によって共晶温度980°Cより数10°高い温度まで昇温した。接合部の温度は、放射温度計（米国ミレトロン社製、赤外2色温度計、レシオスコープ、測温範囲 650~2200°C）で監視した。高温（1000~1050°C）保持時間は、テーパ無し接合の場合には共晶層が接合部表面に出てくるのを目視によって確認できるまで、一方、10°テーパ接合の場合には約1分間で、その後スイッチを切って室温まで急速冷却した。

テーパ無し接合の場合、上記の方法で接合した材料を引張試験片などに機械加工する際に破損するものが出た。

10°テーパ接合の場合、試料表面と内部での加熱条件が一樣でないため、共晶層にむらがあった。特に高温引張試験片、オートクレーブ試験片、バースト試験片のように外径を細くしたり、肉厚を薄くしたりすると一部接合されない面が出て、試験に供することができなかった。

3.2 第2次試作

第1次試作試験の結果、良好な接合状態を得ることが難しかったので、次のように接合方法を変更して第2次試作試験を実施した。まず、テーパ無し接合では強度上かなり問題があるので、代わりに45°テーパ接合を試みた。10°テーパ接合の場合の不良原因として接合面の接触不良が考えられたので、10°、45°テーパ接合共、接合中に真空の差圧を利用して接合面を加圧する様にした。Fig.6に加熱用石英管部の構造を示す。継手形状はFig.6に示すように、ジルカロイ-4は棒状、SUS304は厚肉円筒状の試料を用いた。その他の製作条件は第1次試作の時と同様であった。45°テーパ接合試料の内、バースト試験片製作時に破損するものがあった。

4. ジルカロイ-4/SUS304 共晶ろう接継手の 各種性能評価試験

今回試作した異種合金の共晶ろう接継手が炉内での実用に供し得るかどうかを確認するため、以下に示すような各種性能評価試験を実施した。

- (1) オートクレーブによる熱サイクル試験
- (2) 引張試験 (室温および 300°C)
- (3) 曲げ試験
- (4) バースト試験
- (5) 金相試験
- (6) EPMA 試験

4.1 オートクレーブによる熱サイクル試験

軽水炉炉内条件下でのジルカロイ-4/SUS304 共晶ろう接継手の熱サイクルによる信頼性を調べるために、オートクレーブを用いて以下の条件で熱サイクル試験を行った。

- (1) 供試体 : オートクレーブ用試験片 3 本 (試験片 F 27, F 28, F 29)
- (2) 試験装置 : オートクレーブ (最高圧力 300 kg/cm²) - Photo. 2 参照
- (3) 温度サイクル : 室温 ⇄ 300°C
- (4) 圧力サイクル : 0 ⇄ 84.8 kg/cm²
- (5) サイクル数 : 5 サイクル
- (6) 積算加熱時間 : 約 1200 時間

Fig. 7 に熱サイクルテストの履歴を示す。Fig. 8 にオートクレーブ試験用供試体の構造を示す。接合面はテーパ無しで、内部にはドライな He ガスを充填してあり、もしも水分が内部に入り込んだ場合には、先端部をむき出しにしたシース型 K 熱電対の絶縁抵抗が下がる仕組みになっている。Table 5 に熱サイクルによる絶縁抵抗試験の結果を示す。試験中 300°C においても試験後室温においても 3 本の試験体全てシースと素線間の絶縁抵抗は 10⁷Ω 以上を示し、気密性の健全であることが確認された。Photo. 3 ~ Photo. 5 に熱サイクルテスト後の外観を示す。供試体全て高温高圧水で酸化されて淡黒色を呈している。

4.2 引張試験

室温および 300°C において引張試験を実施した。Fig. 9 ~ Fig. 11 に J I S 4 号試験片に準拠した室温引張試験片 (試験片 F 6 ~ F 10, T 11 ~ T 15, A 1 ~ A 5, B 1 ~ B 5) および Fig. 12 に J I S 14 A 号試験片に準拠した高温引張試験片 (試験片 C 1 ~ C 5, D 1 ~ D 4) の形状・寸法を示す。室温引張試験片の場合、第 1 次試作では平行部を外径 12 mm, 内径 5 mm, 長さ 50 mm とした。

引張試験の条件を以下に示す。

- (1) 室内引張試験機 : 島津製作所製 R H 立型試験機
- (2) 高温引張試験機 : 島津製作所製 オートグラフ式試験機
- (3) 室温引張試験の J I S 規格 : J I S Z 2201
- (4) 高温引張試験の J I S 規格 : J I S G 0567
- (5) 室温引張速度 : 降伏点までは $2 \text{ kg/mm}^2/\text{sec}$
: 降伏点以降は $2 \text{ kg/mm}^2 \times 10/\text{sec}$
- (6) 高温引張速度 : 0.2% オフセット耐力までは $0.3 \text{ \%歪}/\text{min}$
: 0.2% オフセット耐力以降は $3 \text{ \%歪}/\text{min}$

Table 6 と Table 7 に室温引張試験の結果を示す。全試験片とも破断箇所は共晶接合部であった。テーパ無し接合では、引張強度は $3.2 \sim 8.0 \text{ kg/mm}^2$ (S U S 3 0 4 母材の 5.2 ~ 13.1%) しかなく、伸びも 0% で、強度的にかなり問題があることがわかった。ハンマーで叩くと、ジルカロイ母材側に共晶層が着いた状態で割れた。45°テーパ接合では、引張強度は $7.1 \sim 33.2 \text{ kg/mm}^2$ (S U S 3 0 4 母材の 11.6 ~ 54.4%) と試験片によるバラツキが甚だしかった。10°テーパ接合に関しては、第1次試作の試験片では引張強度が $27.1 \sim 37.4 \text{ kg/mm}^2$ (S U S 3 0 4 母材の 44.4 ~ 61.3%) とバラツキが大きかったのに対し、接合時に接触面を加圧した第2次試作の試験片では引張強度が $39.8 \sim 41.3 \text{ kg/mm}^2$ (S U S 3 0 4 母材の 65.4 ~ 67.7%) となり、ほぼ一様な強度を示した。

Table 8 に高温引張試験の結果を示す。45°テーパ接合の試験片は全て共晶接合部で破断し、それらの 0.2% オフセット耐力は $14.1 \sim 15.6 \text{ kg/mm}^2$ 、引張強度は $23.2 \sim 24.0 \text{ kg/mm}^2$ 、伸びは 4.0 ~ 8.5% であった。これに対して、10°テーパ接合の試験片はすべてジルカロイ-4 母材部で破断し、それらの 0.2% オフセット耐力は $15.6 \sim 16.6 \text{ kg/mm}^2$ 、引張強度は $22.5 \sim 23.0 \text{ kg/mm}^2$ 、伸びは 14% であった。

Photo.6 ~ Photo.10 に各引張試験後の試験片の外観を示す。

4.3 曲げ試験

曲げ試験は J I S Z 2204 に準拠して Fig.13 に示すような形状・寸法の曲げ試験片を製作して実施した。45°テーパ接合 (試験片 E 1 ~ E 5) および 10°テーパ接合 (試験片 F 1 ~ F 5) とも、外径 14 mm、内径 5 mm、長さ 200 mm の厚肉円筒状に加工した。

曲げ試験の条件は以下の通りである。

- (1) 曲げ試験装置 : 島津万能試験システム R E H - 50
- (2) 曲げ試験方法 : J I S Z 2248 に規定されている押曲げ法

曲げ試験の結果を Table 9 に、また、試験後の外観を Photo.11 ~ Photo.13 に示す。破断箇所は全試験片とも共晶接合部であり、曲がり自体はほとんど S U S 3 0 4 母材側で生じた。曲げ角度とその時の荷重については、45°テーパ接合では 2 ~ 9°、420 ~ 550 kg であったのに対し、10°テーパ接合では 16 ~ 39.5°、600 ~ 715 kg であった。

弾性曲げの曲げ応力 σ は次式で与えられる。

$$\sigma = \frac{M}{I} y$$

M：曲げモーメント， I：断面二次モーメント， y：中立軸からの距離

両端支持ばりが1個の集中荷重をスパンの中央に受けるときの曲げモーメント I は次式で与えられる。

$$M = \frac{WL}{6}$$

W：集中荷重， L：スパンの距離

円筒形断面の断面二次モーメントは次式で与えられる。

$$I = \frac{\pi}{64}(d_2^4 - d_1^4)$$

d_2 ：円筒外径， d_1 ：円筒内径

以上の式に各々の値 $d_1 = 5 \text{ mm}$ ， $d_2 = 14 \text{ mm}$ ， $L = 98 + 28.5 \times 2 = 155 \text{ mm}$ ， $y = 7 \text{ mm}$ と W の値を代入して折損時の曲げ応力を求めた。その結果， 45° テーパ接合の場合は， $61.4 \sim 80.4 \text{ kg/mm}^2$ ， 10° テーパ接合の場合は， $61.4 \sim 104.6 \text{ kg/mm}^2$ ， であり， 両母材の引張強度よりも充分大きい値となった。

4.4 バースト試験

バースト試験は Fig.14 に示すような 45° テーパ接合試験片 (G 1 ~ G 3) と 10° テーパ接合試験片 (試験片 H 1 ~ H 5) について行った。試験部分は外径 14 mm， 内径 13 mm の薄肉円筒に加工した。

バースト試験の方法は以下の通りである。

- (1) バースト試験機：水圧試験機 (山本水圧機製)
- (2) 圧力計：500 kg/cm² J I S 1 級 ブルドン管式圧力計
- (3) 試験温度：室温
- (4) 試験方法：内圧法

Table 10 にバースト試験の結果を， また， Photo.14 と Photo.15 に試験後の試験片の外観を示す。全試験とも破壊は共晶接合部で生じ， 45° テーパ接合の場合は全試験片とも完全に破断したが， 10° テーパ接合では全試験片とも漏洩のみであった。

内半径 r_a ， 肉厚 t の薄肉円筒 ($r_a \gg t$) が内圧 P_a を受ける場合の円周方向応力 σ_θ は次式で与えられる。

$$\sigma_\theta = \frac{P_a r_a}{t}$$

この式を用いてバースト試験片破壊時の円周方向応力を計算した。その結果， 45° テーパ接合では 19.5， 34.5 および 50.7 kg/mm² と供試体によるバラツキが目立ったのに対し， 10° テーパ接合では 5 本中 4 本が室温引張強度と同程度以上の 40 kg/mm² を越える値となった。

4.5 金相試験

第1次試作の供試体に関して金相試験を実施した。金相試料は以下のような準備を施した。

(1) アルミナ (0.5 μ まで) による機械的研磨

(2) SUS304の電解エッチング

エッチング液 : $H_2SO_4(1)$ + $H_2O(9)$

エッチング時間: 10sec

(3) ジルカロイ-4の化学エッチング

エッチング液 : HF + HNO_3 + H_2O
(10%) (45%) (45%)

エッチング時間: 10~30sec

Photo.16とPhoto.17にハンマーで叩いて割ったテーパ無し接合供試体の共晶接合部の金相を示す。共晶部分は200 μ 程度の厚さでジルカロイ-4母材側にくっついて残っている。かなり大きな初晶が晶出し、複雑な層状、棒状およびらせん状組織の混合組織になっている。なお、金相用試料として上記の処理のうち、アルミナによる研磨と希硫酸による電解エッチングを施してある。Photo.18とPhoto.19にジルコニウムの化学エッチングの有無による観察像の違いを示す。30秒程化学エッチングを行なうとジルカロイ-4母材と同様に共晶接合部も腐食される。このことから共晶接合部はZrを大量に含んでいることがわかる。

次にオートクレーブ供試体の熱サイクルテスト後の金相が化学エッチング処理時間の増加に伴ってどのように変化していくかをPhoto.20~Photo.23に示す。共晶層の厚さは20 μ m程で、化学エッチングによって急速に腐食が進行し、SUS304母材との段差が大きくなるばかりでなく、共晶層自体でも段差ができる。このことから、共晶部分の金相を観察するには、10~30秒位の化学エッチングで充分であると思われる。

Photo.24とPhoto.25に10 $^\circ$ テーパ接合供試体を電解エッチング処理まで施して観察した金相を示す。共晶層の厚さは約95 μ mで、大きく分けて2つの層から構成されているように見える。Photo.26~Photo.29に10 $^\circ$ テーパ接合供試体を化学エッチング(約30秒間)まで施した試料の観察像による違いを示す。共晶接合部が2層から構成されていることが、明視野、偏光、暗視野および干渉コントラストのいずれの観察像からもわかるが、このうち特に偏光による観察が異方性の検出も出来て、便利である。2層のうち、ジルカロイ-4母材に近い方が約70 μ m、SUS304母材に近い方が約25 μ mの厚さである。

管厚が1mm程度に薄い場合にテーパ接合を行なうと材料の熱伝導によって内部に充分熱が伝わる前に表面から先に共晶温度に到達してしまっており、その結果、管の内側の方が共晶層の幅が狭くなると報告されている。(5) 今回第一次試作した外径17mm、10 $^\circ$ テーパ接合供試体金相試料の管の深さ方向による共晶層の幅の違いをPhoto.30~Photo.34に示す。これらの写真を見ると深さ方向に関しては、共晶層の幅は管の表面付近が最も狭くそれから内側へ向かうに従って徐々に広くなり、管厚の半分付近で最も厚くなり、管の内壁へ向かうに従って再び徐々に狭くなっていく傾向があるように思われる。表面付近の方が幅が狭くなったのは、今回試作した試験片の肉圧が6mmとかなり厚く、高温保持時間も内側まで十分熱が伝わるように1分以上と

比較的長く取ったため、高周波加熱を止めて室温まで急冷するとき試験片の表面付近の方が熱放射により早く冷却されたためと思われる。管の内壁付近で再び狭くなったのは、加熱時の熱伝導が他の部分より遅れたためと思われる。一方、同じ深さであっても共晶層の形成具合が一樣でない場合があるが、これはテーパ加工精度が不十分で、整合が完全に行なわれなかったためと思われる。第2次試作ではこの点を改良するために、接合面を加圧する方法を取った。

4.6 EPMA試験

共晶接続部における合金元素の分布状態を調べるためにEPMAによる定性および定量分析を行った。

EPMA試験機は、日立微小部走査X線分析装置X-650形を使用した。電子線の加速電圧は15KVである。Photo.35~Photo.42に定性分析（線分析と面分析）の結果を示す。測定対象元素はZr, Fe, Cr, Niである。共晶層の厚さは200 μ m程度である。Zrは共晶層でもジルカロイ母材中とあまり差が認められない。FeとCrはSUS304母材中に比べてかなり少なく、かつ偏在している。Niに関してはジルカロイ母材中に比べてわずかながら減少している。共晶層についてさらに詳しく構成成分を調べるためにPhoto.43に示す領域の定量分析を行った。その結果をTable11に示す。ジルカロイ-4の方がSUS304より溶解速度が速いため共晶層はZrが大部分(80.82)を占めている。

5 結 果

ジルカロイ-4とSUS304の共晶ろう接による接合継手の開発を高周波誘導加熱により試み、機械的強度試験、耐環境性試験などの各種評価試験を実施し、以下のような結果が得られた。

- (1) テーパ無し接合は強度上問題がある。
- (2) オートクレーブによる熱サイクル試験（室温 \leftrightarrow 300°C, 85kg/cm², 5サイクル-1200時間）の結果。高温高圧水中での気密性の健全なることが確認された。
- (3) 室温引張強度に関しては、45°テーパ接合ではジルカロイの規格値よりもかなり劣り、かつ試験片によるバラツキが堪だしかったが、10°テーパ接合では規格値よりやや劣る程度で値もほぼ同様であった。高温引張強度試験では、45°テーパ接合供試体は全て共晶部で破断したが、10°テーパ接合供試体は全てジルカロイ-4母材側で破断した。
- (4) 曲げ応力は、45°テーパ接合も10°テーパ接合も共に両母材の引張強度よりも大きい値となり、曲げ強度に関しては充分であることがわかった。
- (5) 水圧によるバースト試験の結果、10°テーパ接合供試体は充分な円周方向応力を有することがわかった。
- (6) 金相試験の結果、テーパ接合供試体では共晶層の幅にムラが生じた。
- (7) EPMA試験の結果、共晶接合部はZrが80%以上を占め、ジルカロイ-4中にSUS304の合金元素が拡散してきていることがわかった。

比較的長く取ったため、高周波加熱を止めて室温まで急冷するとき試験片の表面付近の方が熱放射により早く冷却されたためと思われる。管の内壁付近で再び狭くなったのは、加熱時の熱伝導が他の部分より遅れたためと思われる。一方、同じ深さであっても共晶層の形成具合が一樣でない場合があるが、これはテーパ加工精度が不十分で、整合が完全に行なわれなかったためと思われる。第2次試作ではこの点を改良するために、接合面を加圧する方法を取った。

4.6 EPMA試験

共晶接続部における合金元素の分布状態を調べるためにEPMAによる定性および定量分析を行った。

EPMA試験機は、日立微小部走査X線分析装置X-650形を使用した。電子線の加速電圧は15KVである。Photo.35~Photo.42に定性分析（線分析と面分析）の結果を示す。測定対象元素はZr, Fe, Cr, Niである。共晶層の厚さは200 μ m程度である。Zrは共晶層でもジルカロイ母材中とあまり差が認められない。FeとCrはSUS304母材中に比べてかなり少なく、かつ偏在している。Niに関してはジルカロイ母材中に比べてわずかながら減少している。共晶層についてさらに詳しく構成成分を調べるためにPhoto.43に示す領域の定量分析を行った。その結果をTable11に示す。ジルカロイ-4の方がSUS304より溶解速度が速いため共晶層はZrが大部分(80.82)を占めている。

5 結果

ジルカロイ-4とSUS304の共晶ろう接による接合継手の開発を高周波誘導加熱により試み、機械的強度試験、耐環境性試験などの各種評価試験を実施し、以下のような結果が得られた。

- (1) テーパ無し接合は強度上問題がある。
- (2) オートクレーブによる熱サイクル試験（室温 \leftrightarrow 300°C, 85kg/cm², 5サイクル-1200時間）の結果、高温高圧水中での気密性の健全なることが確認された。
- (3) 室温引張強度に関しては、45°テーパ接合ではジルカロイの規格値よりもかなり劣り、かつ試験片によるバラツキが堪だしかったが、10°テーパ接合では規格値よりやや劣る程度で値もほぼ同様であった。高温引張強度試験では、45°テーパ接合供試体は全て共晶部で破断したが、10°テーパ接合供試体は全てジルカロイ-4母材側で破断した。
- (4) 曲げ応力は、45°テーパ接合も10°テーパ接合も共に両母材の引張強度よりも大きい値となり、曲げ強度に関しては充分であることがわかった。
- (5) 水圧によるバースト試験の結果、10°テーパ接合供試体は充分な円周方向応力を有することがわかった。
- (6) 金相試験の結果、テーパ接合供試体では共晶層の幅にムラが生じた。
- (7) EPMA試験の結果、共晶接合部はZrが80%以上を占め、ジルカロイ-4中にSUS304の合金元素が拡散してきていることがわかった。

6 おわりに

ジルカロイ-4とSUS304の共晶層の延性を補うためには、接触面をテーパ加工して接合部面積を広く取る必要があるが、接合時に接触不良部分があると形成される共晶層の幅にムラを生じる。整合性を向上させるためには、継手製作時に接触面に加圧した方がよい結果が得られる。さらに、接合時に極端な温度勾配ができないように高温保持時間、温度を制御すれば実用に供し得る十分な機械的強度が得られる。

今回得られた結果から、比較的小物の炉内計装用センサー類を軽水炉燃料などへ取り付ける際に共晶ろう接継手を利用できる見通しが得られた。

References

- (1) Ishii T. and Tanaka I.: "Transition joint of Zircaloy-4 and stainless steel" JAERI-M 7152, (1977)
- (2) Shaaban H.I. and Hammad F.H.: J. Nucl. Mater., 71, 277 (1978)
- (3) Shaaban H.I. and Hammad F.H.: J. Nucl. Mater., 78, 431 (1978)
- (4) Hammad F.H. and Shaaban H.I.: J. Less-Common Met., 64, 77 (1979)
- (5) Owczarski W.A.: Welding Journal 41(2), Research Suppl., 78-s (1962)
- (6) Jacques F.: CEA-R 2634 (1965)
- (7) Hansen M.: "Constitution of Binary Alloys", McGraw Hill (1958)

6 おわりに

ジルカロイ-4とSUS304の共晶層の延性を補うためには、接触面をテーパ加工して接合部面積を広く取る必要があるが、接合時に接触不良部分があると形成される共晶層の幅にムラを生じる。整合性を向上させるためには、継手製作時に接触面に加圧した方がよい結果が得られる。さらに、接合時に極端な温度勾配ができないように高温保持時間、温度を制御すれば実用に供し得る十分な機械的強度が得られる。

今回得られた結果から、比較的小物の炉内計装用センサー類を軽水炉燃料などへ取り付ける際に共晶ろう接継手を利用できる見通しが得られた。

References

- (1) Ishii T. and Tanaka I.: "Transition joint of Zircaloy-4 and stainless steel" JAERI-M 7152, (1977)
- (2) Shaaban H.I. and Hammad F.H.: J. Nucl. Mater., 71, 277 (1978)
- (3) Shaaban H.I. and Hammad F.H.: J. Nucl. Mater., 78, 431 (1978)
- (4) Hammad F.H. and Shaaban H.I.: J. Less-Common Met., 64, 77 (1979)
- (5) Owczarski W.A.: Welding Journal 41(2), Research Suppl., 78-s (1962)
- (6) Jacques F.: CEA-R 2634 (1965)
- (7) Hansen M.: "Constitution of Binary Alloys", McGraw Hill (1958)

Table 1 Composition of Zircaloy-4 specimen

Elements	Spec.	TOP	MTD	BOT
	%			
Sn	1.20 - 1.70	1.52	1.53	1.45
Fe	0.18 - 0.24	0.207	0.215	0.209
Cr	0.07 - 0.13	0.091	0.092	0.089
Fe+Cr	0.28 - 0.37	0.298	0.307	0.298
	Max. ppm			
Al	75	< 25	< 25	< 25
B	0.5	< 0.4	< 0.4	< 0.4
Cd	0.5	< 0.4	< 0.4	< 0.4
C	270	< 50	< 50	< 50
Co	20	< 10	< 10	< 10
Cu	50	< 10	< 10	< 10
Hf	100	81	80	82
Mg	20	< 10	< 10	< 10
Mn	50	< 10	< 12	< 10
Mo	50	< 10	< 10	< 10
Ni	70	< 50	< 50	< 50
Si	120	< 30	< 30	< 30
W	100	< 50	< 50	< 50
U	3.5	< 1	< 1	< 1

Table 2 Composition of SUS304 specimen

Elements	Spec.	first experimental making	second experimental making
C (% x 100)	Max 8	5	6
Si (% x 100)	Max 100	29	27
Mn (% x 100)	Max 200	82	172
P (% x 1000)	Max 40	33	35
S (% x 1000)	Max 30	24	22
Ni (% x 100)	800-1050	809	825
Cr (% x 100)	1800-2000	1823	1811

Table 3 Mechanical properties of Zircaloy-4 and SUS304

Material	Yield strength (0.2% offset) (kg/mm ²)	Tensile Strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	Reduction of area (%)	Hardness (HB)
Zircaloy-4 (JIS)	Min 24	Min 42	Min 20		
SUS304 (JIS)	Min 21	Min 53	Min 40	Min 60	Max 187
SUS304 first	26	66	66	74	143
SUS304 second	30	61	59	71	170

Table 4 Physical properties of Zircaloy-4 and SUS304

Properties	Zircaloy-4	SUS304
Density (g/cm ³)	6.55	8.0
Melting point (°C)	1855±15	1398-1454
Absorption cross section (barn)	0.23	3
Thermal expansion (x 10 ⁻⁶ /°C)	4.0 (20°C) 6.3 (370°C)	17.8 (0-316°C)
Thermal conductivity (cal/°C·cm·sec)	0.033 (20°C) 0.042 (400°C)	0.038 (100°C) 0.050 (500°C)
Young's modulus (kg/mm ²)	9900 (20°C) 7990 (370°C)	19700 (20°C)

Table 5 Insulation resistance of the specimen of the eutectic joint for thermal cycling test

Specimen No.	Insulation resistance at room temperature (ohm)	Insulation resistance at 300°C (ohm)
F27	1.15 x 10 ⁷	2.6 x 10 ⁷
F28	1.10 x 10 ⁷	2.6 x 10 ⁷
F29	1.11 x 10 ⁷	2.6 x 10 ⁷

Table 6 Results of tensile test on the first experimental Zircaloy-4/SUS304 eutectic joint at room temperature

Specimen No.		Sectional area (mm ²)	Yield strength (0.2% offset) (kg/mm ²)	Tensile Strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	Fractured position
not-tapered eutectic joint	F6	93.50	-	8.0	0	brazed interface
	F7	93.50	-	3.2	0	brazed interface
	F8	93.50	-	5.7	0	brazed interface
	F9	93.50	-	4.5	0	brazed interface
	F10	93.50	-	7.2	0	brazed interface
10°-tapered eutectic joint	T11	93.50	-	37.4	4.1	brazed interface
	T12	93.50	-	27.5	1.6	brazed interface
	T13	93.50	-	27.1	4.1	brazed interface
	T14	93.50	-	30.1	3.0	brazed interface
	T15	93.50	-	30.4	3.9	brazed interface

Table 7 Results of tensile test on the second experimental Zircaloy-4/SUS304 eutectic joint at room temperature

Specimen No.		Sectional area (mm ²)	Yield strength (0.2% offset) (kg/mm ²)	Tensile Strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	Fractured position
45°-tapered eutectic joint	A1	134.4	29.1	33.1	0.5	brazed interface
	A2	134.4	28.8	33.2	0.5	brazed interface
	A3	134.3	-	7.1	0	brazed interface
	A4	134.3	-	7.8	0	brazed interface
	A5	134.4	-	13.6	0	brazed interface
10°-tapered eutectic joint	B1	134.4	31.3	38.8	3.5	brazed interface
	B2	134.4	34.0	41.3	3.5	brazed interface
	B3	134.4	29.1	40.0	4.5	brazed interface
	B4	134.3	32.6	39.9	2.5	brazed interface
	B5	134.3	32.4	40.8	3.5	brazed interface

Table 8 Results of tensile test on the Zircaloy-4/SUS304 eutectic joint at 300°C

Specimen No.	Sectional area (mm ²)	Yield strength (0.2% offset) (kg/mm ²)	Tensile Strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	Fractured position	
45°-tapered eutectic joint	C1	58.90	14.9	23.2	4.0	brazed interface
	C2	59.06	15.4	23.6	8.5	brazed interface
	C3	59.06	15.6	24.0	6.5	brazed interface
	C4	59.06	15.1	23.6	6.0	brazed interface
	C5	58.90	14.1	23.4	5.5	brazed interface
10°-tapered joint	D1	58.90	16.6	22.8	14.0	Zircaloy-4
	D2	58.90	16.5	22.9	14.0	Zircaloy-4
	D3	58.75	16.1	23.0	14.0	Zircaloy-4
	D4	59.06	15.6	22.5	14.0	Zircaloy-4

Table 9 Results of bend test on the Zircaloy-4/SUS304 eutectic joint

Specimen No.	Bended angle (degree)	Max. load (kg)	bending stress (kg/mm ²)	Fractured position	
45°-tapered eutectic joint	E1	2.5	435	63.6	brazed interface
	E2	4.0	488	71.4	brazed interface
	E3	2.0	420	61.4	brazed interface
	E4	9.0	550	80.4	brazed interface
	E5	3.5	465	68.0	brazed interface
10°-tapered eutectic joint	F1	39.5	658	96.2	brazed interface
	F2	24.5	655	95.8	brazed interface
	F3	26.5	678	99.1	brazed interface
	F4	16.0	600	87.7	brazed interface
	F5	31.0	715	104.6	brazed interface

Table 10 Results of burst test on the Zircaloy-4/SUS304 eutectic joint

Specimen No.		Bursting pressure (kg/cm ²)	circumferential stress (kg/mm ²)	Burst position	Fracture pattern
45°-tapered joint	G1	265	34.5	brazed interface	fracture
	G2	150	19.5	brazed interface	fracture
	G3	390	50.7	brazed interface	fracture
10°-tapered eutectic joint	H1	250	32.5	brazed interface	leak
	H2	390	50.7	brazed interface	leak
	H3	315	41.0	brazed interface	leak
	H4	340	44.2	brazed interface	leak
	H5	405	52.7	brazed interface	leak

Table 11 Results of quantitative EPMA test on the Zircaloy-4/SUS304 eutectic joint

Element & Line	Weight Percent
Si-K _α	0.19
Cr-K _α	2.84
Mn-K _α	0.94
Fe-K _α	11.67
Ni-K _α	2.46
Zr-L _α	80.82
Sn-L _α	1.08

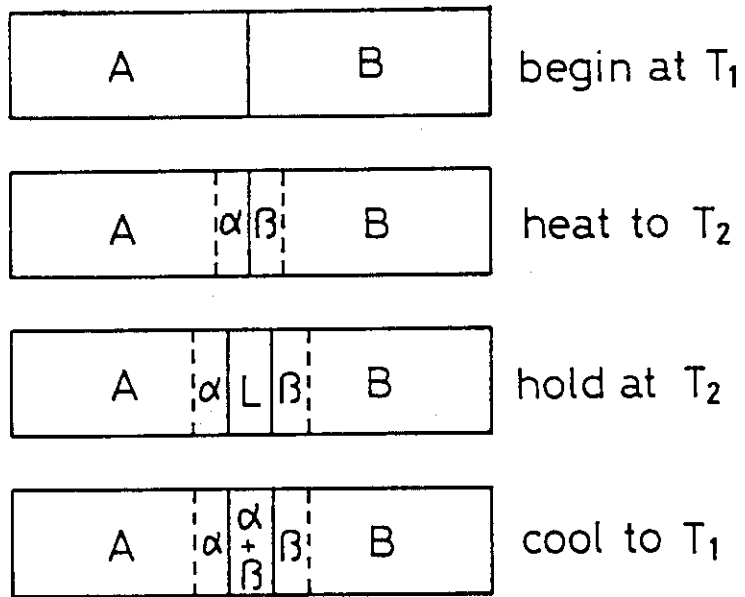
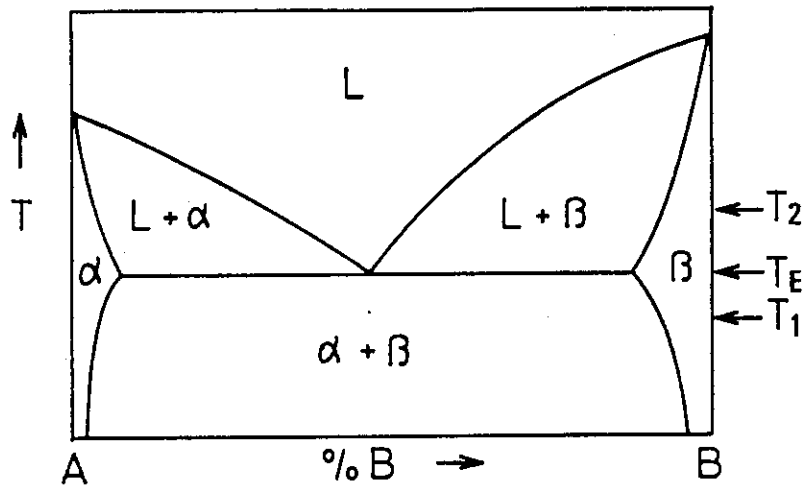


Fig. 1 Typical binary alloy system and eutectic brazed joint made between its components

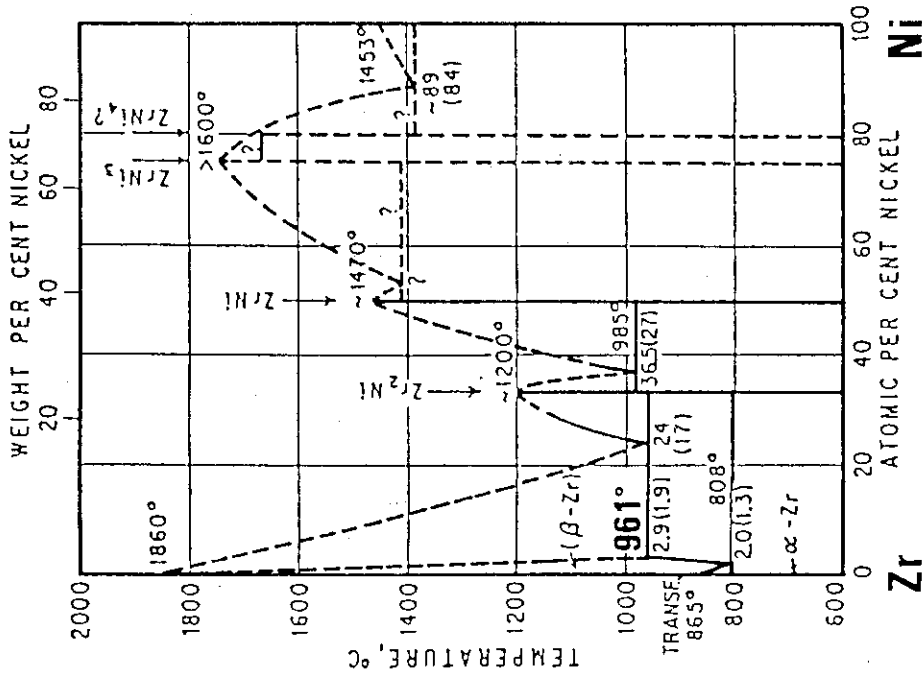


Fig. 3 Zirconium-nickel equilibrium diagram

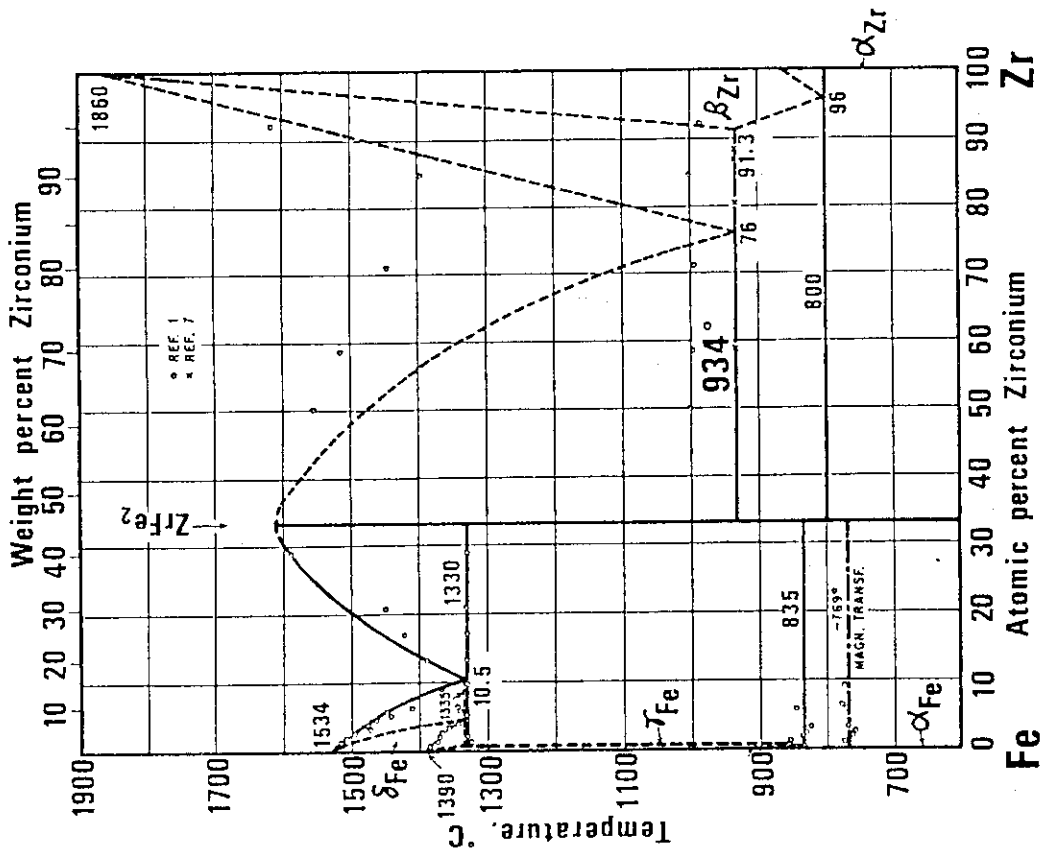


Fig. 2 Zirconium-iron equilibrium diagram

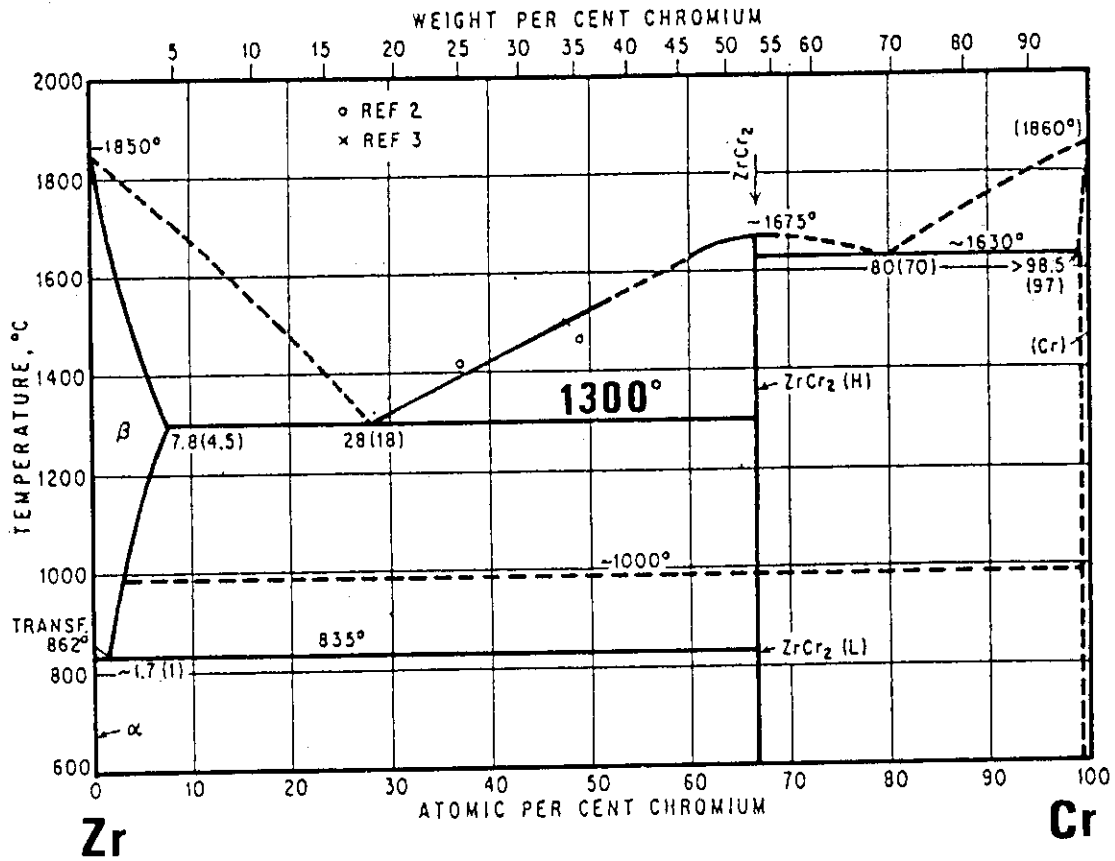


Fig. 4 Zirconium-chromium equilibrium diagram

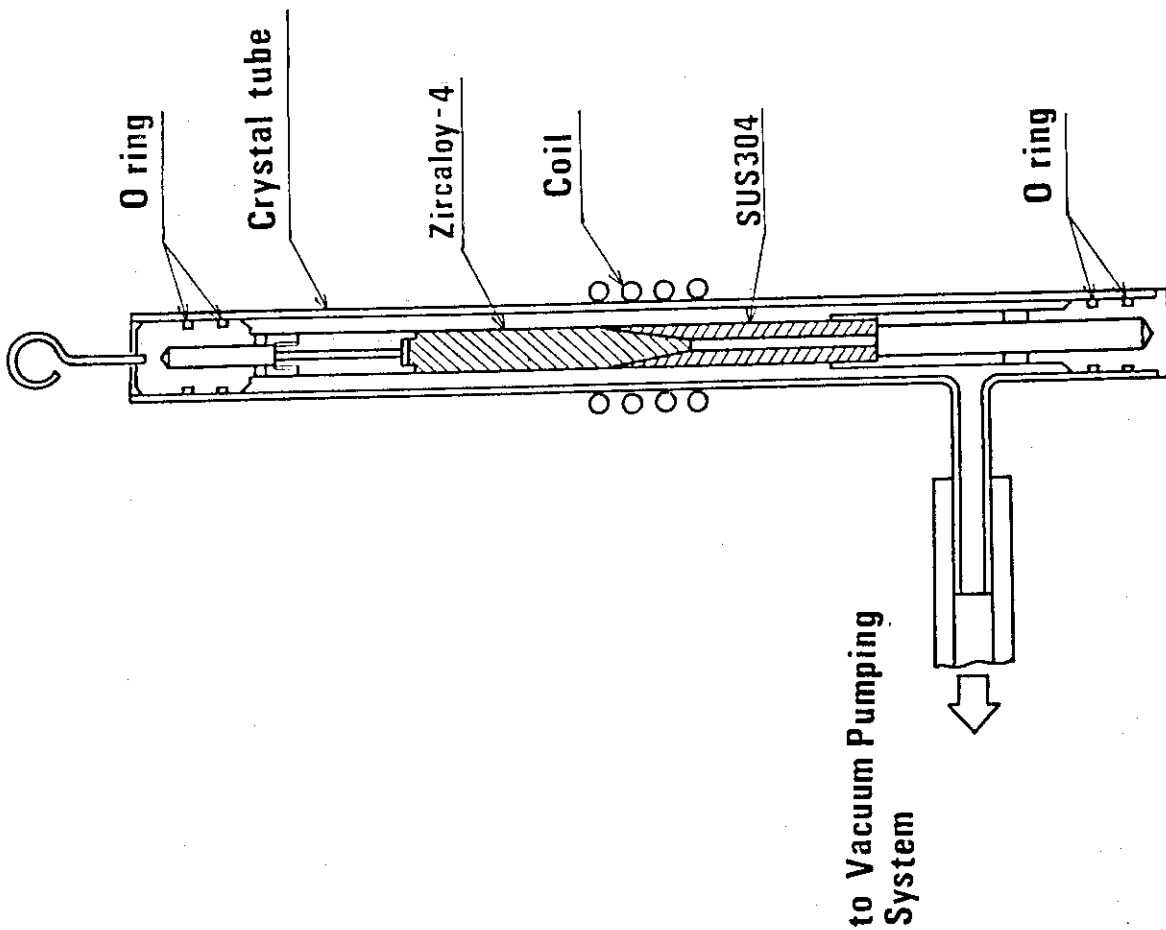


Fig. 6 Schematic drawing showing the set-up for induction eutectic brazing at second experimental making

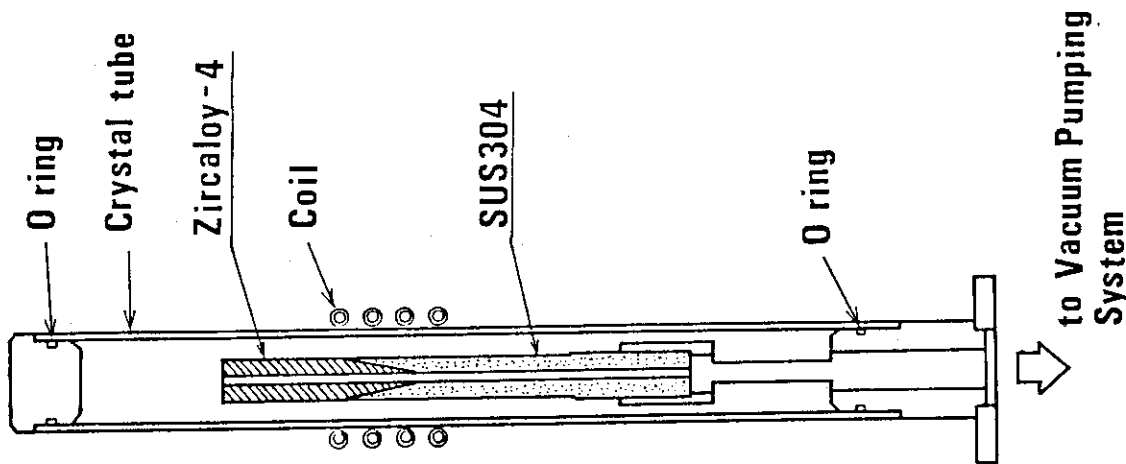


Fig. 5 Schematic drawing showing the set-up for induction eutectic brazing at first experimental making

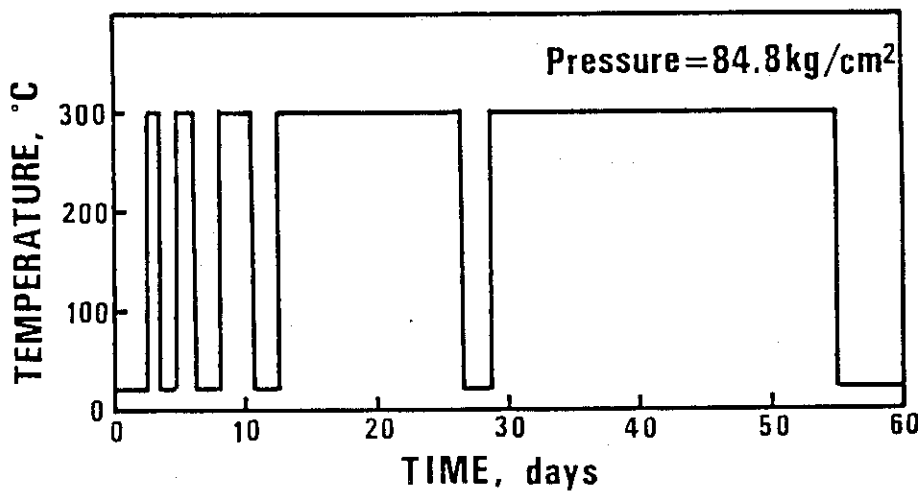


Fig. 7 Diagram of thermal cycling test

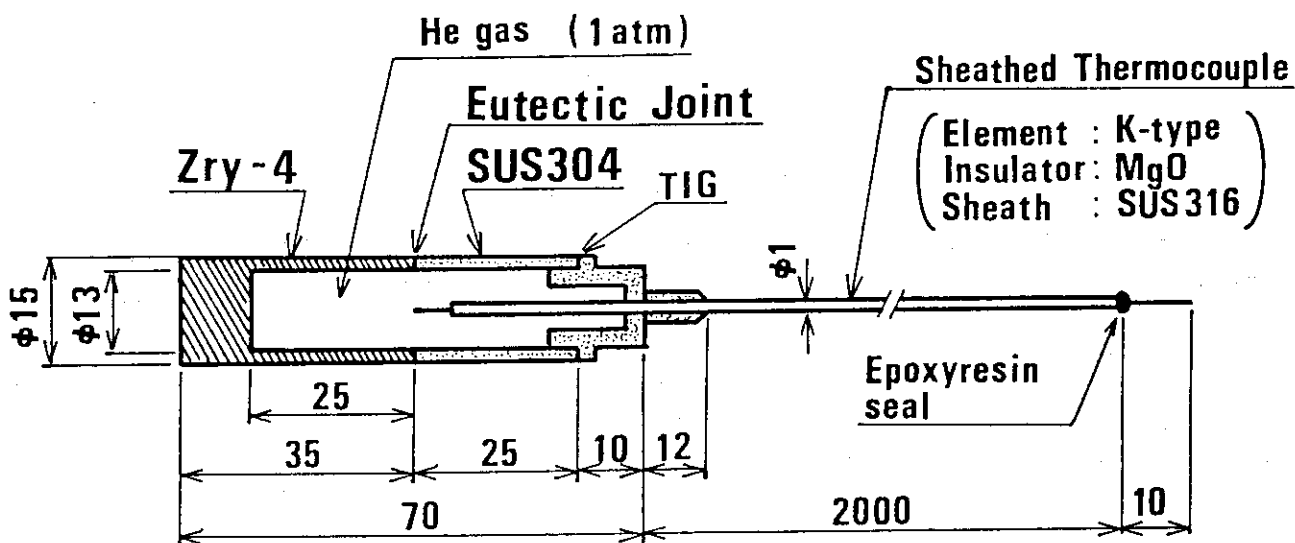


Fig. 8 Specimen of the eutectic joint for thermal cycling test

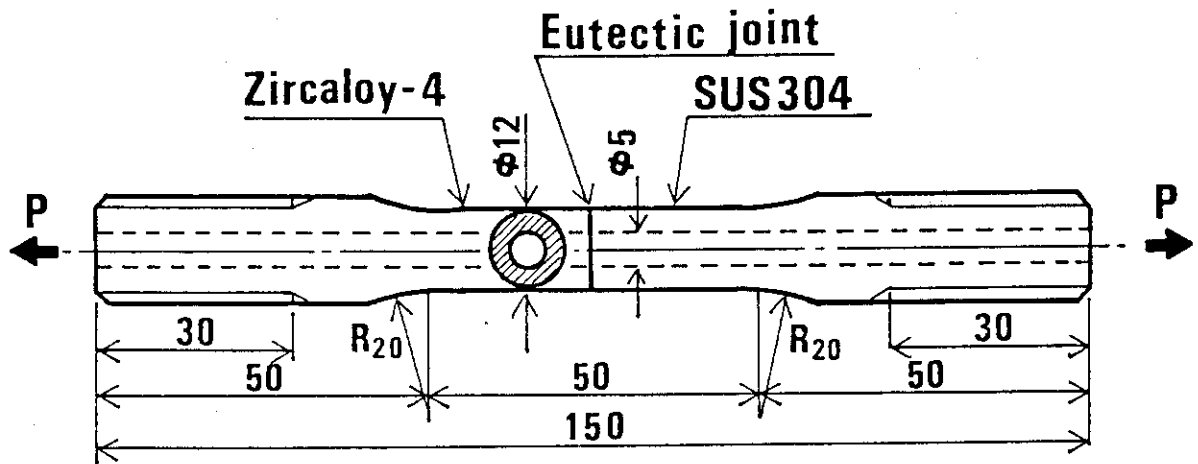


Fig. 9 Specimen of the first experimental not-tapered eutectic joint for tensile test at room temperature

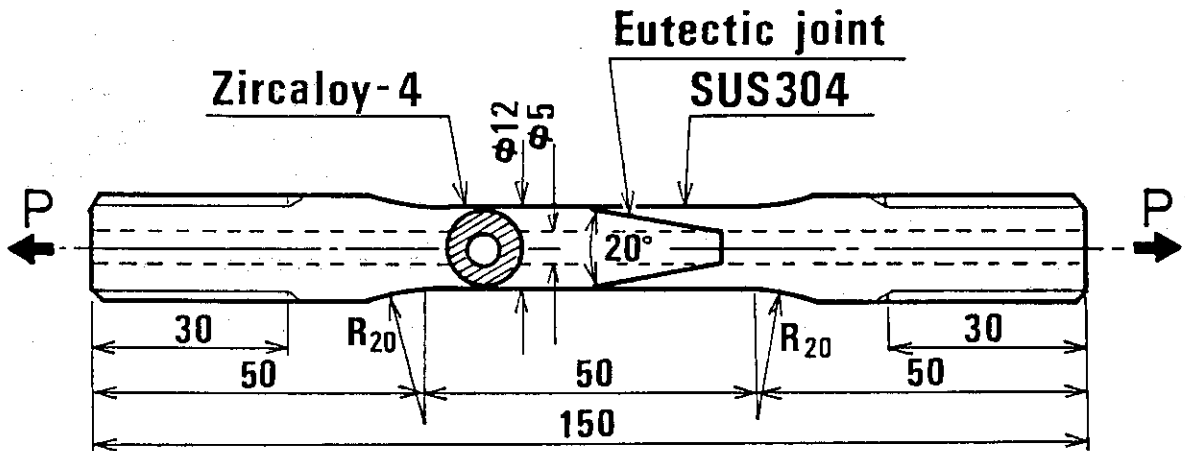


Fig. 10 Specimen of the first experimental 10°-tapered eutectic joint for tensile test at room temperature

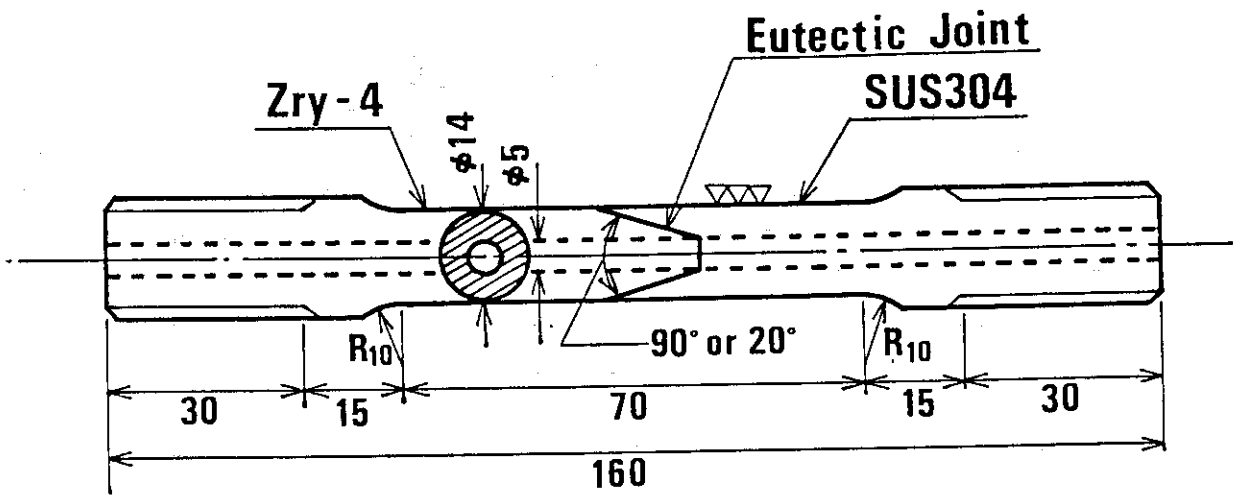


Fig. 11 Specimen of the second experimental eutectic joint for tensile test at room temperature

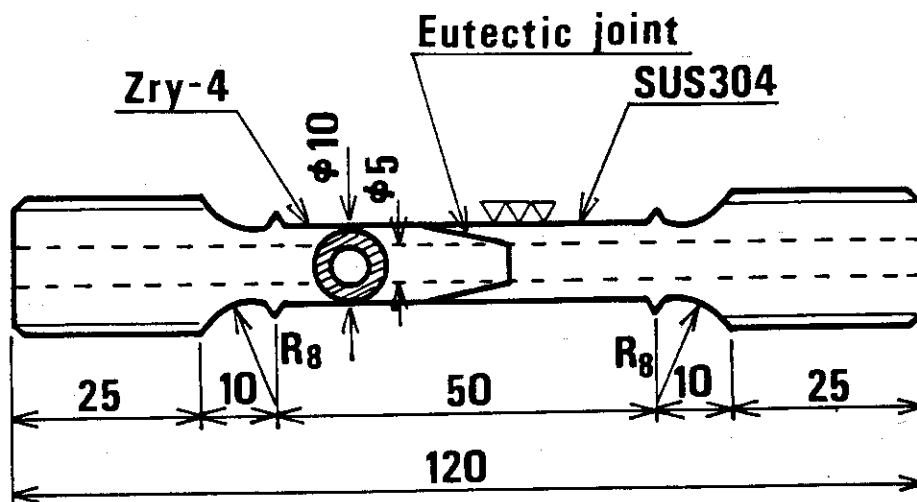


Fig. 12 Specimen of the eutectic joint for tensile test at 300°C

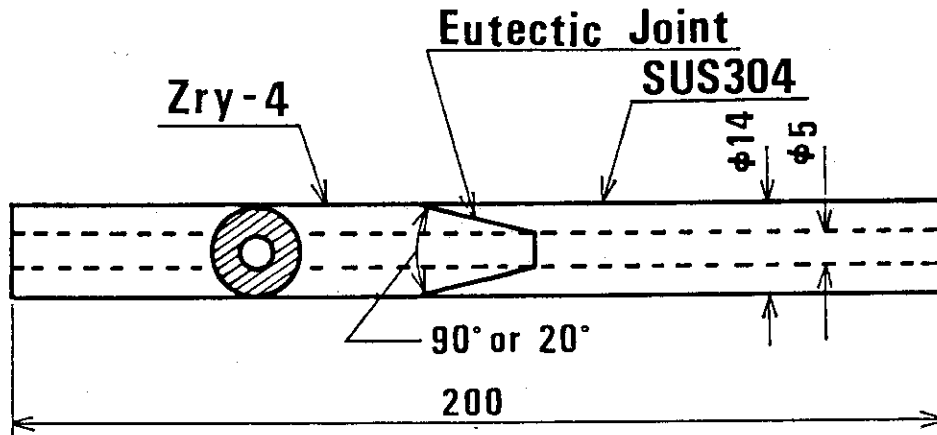


Fig. 13 Specimen of the eutectic joint for bend test

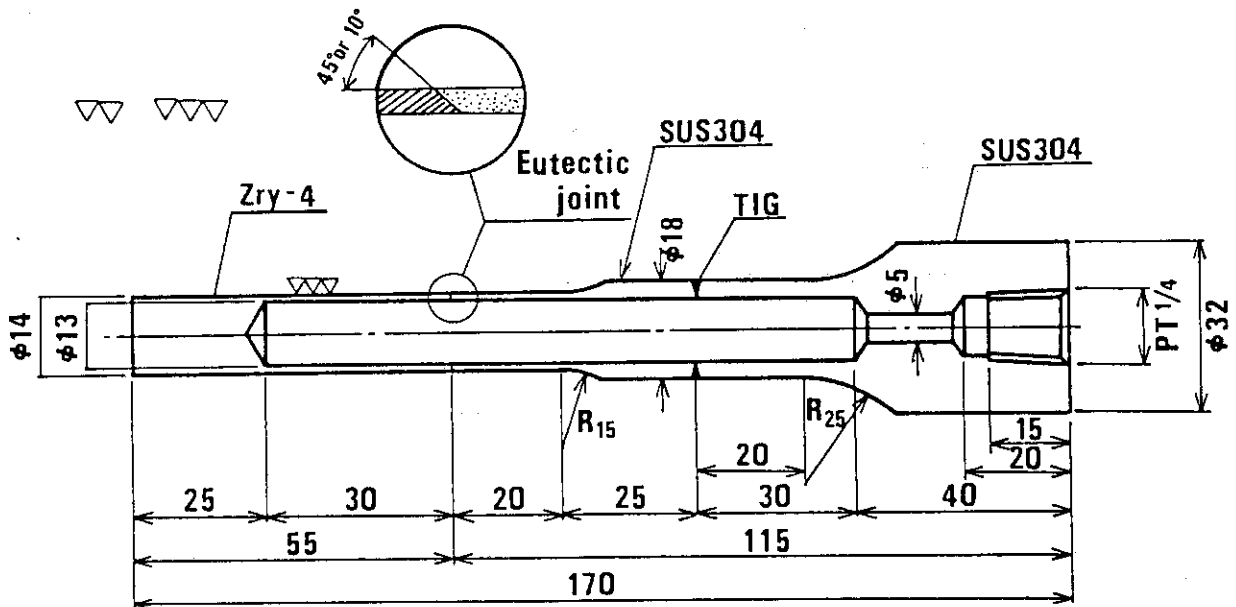


Fig. 14 Specimen of the eutectic joint for burst test

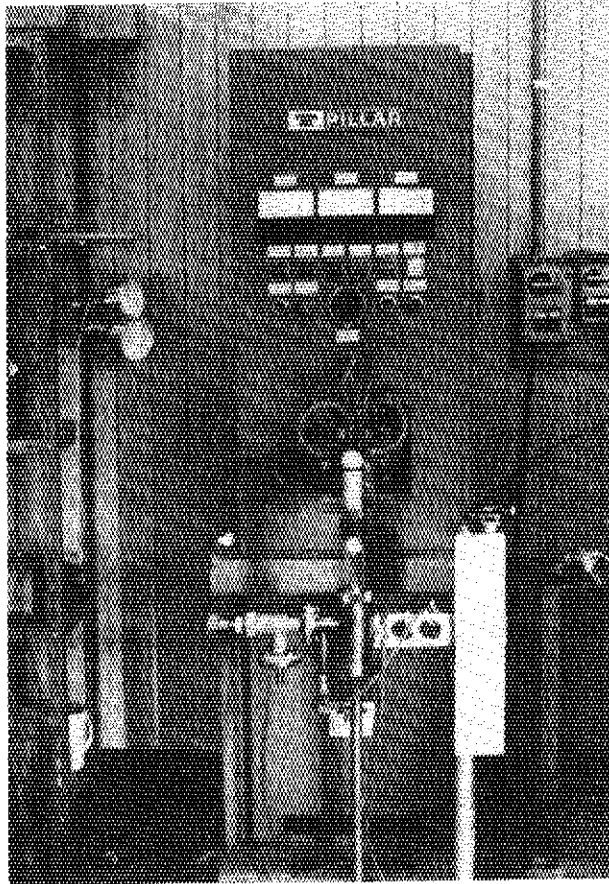


Photo. 1 High-frequency induction heating apparatus

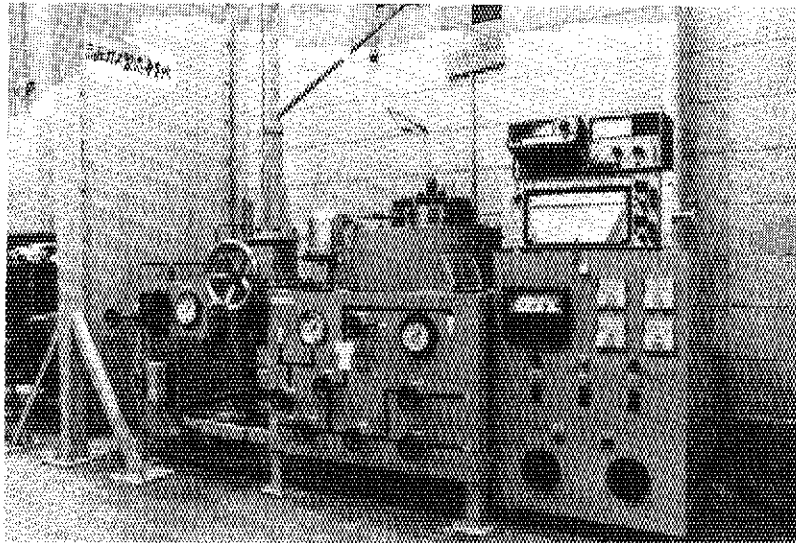


Photo. 2 Autoclave for thermal cycling test

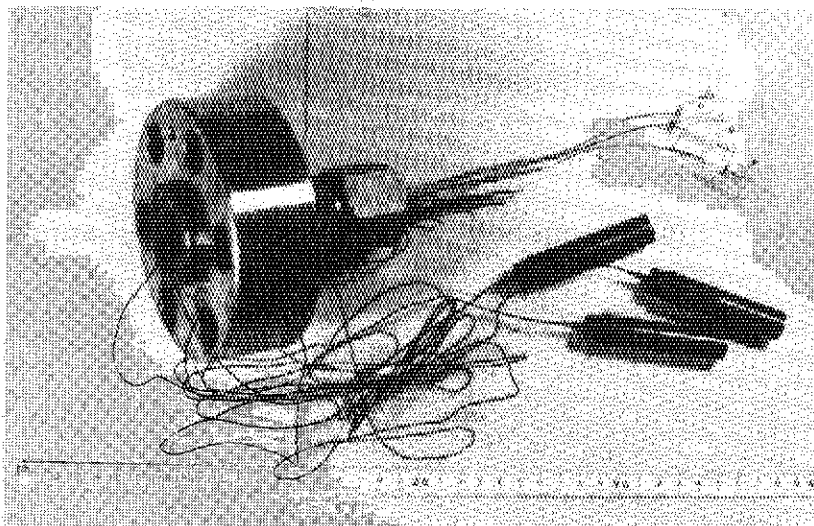


Photo. 3 Specimen after thermal cycling test

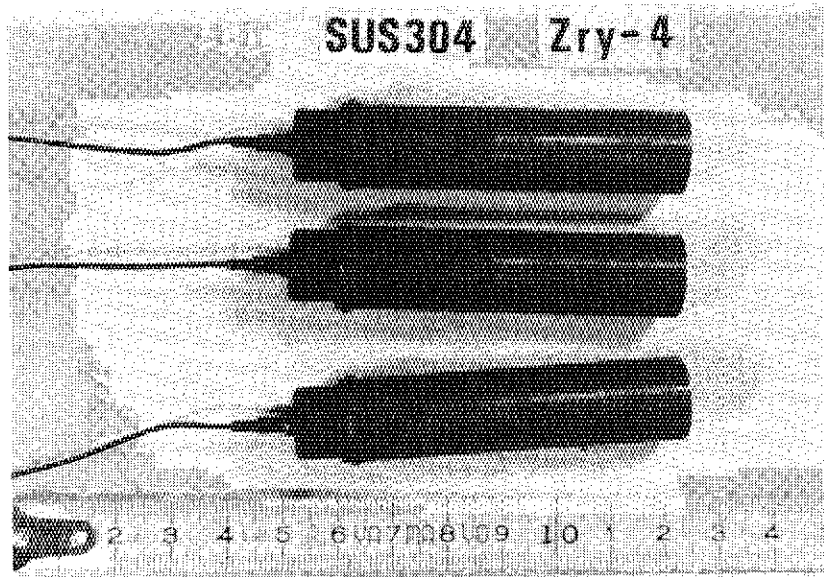


Photo. 4 Specimen after thermal cycling test

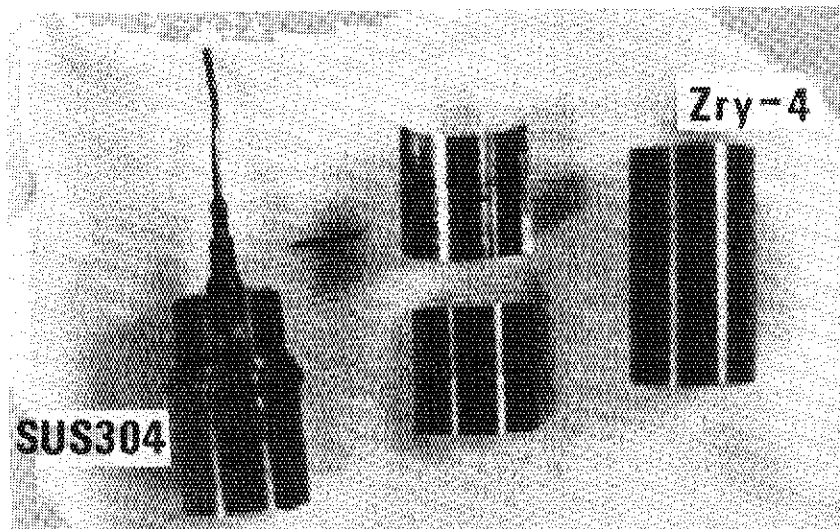


Photo. 5 Specimen after thermal cycling test

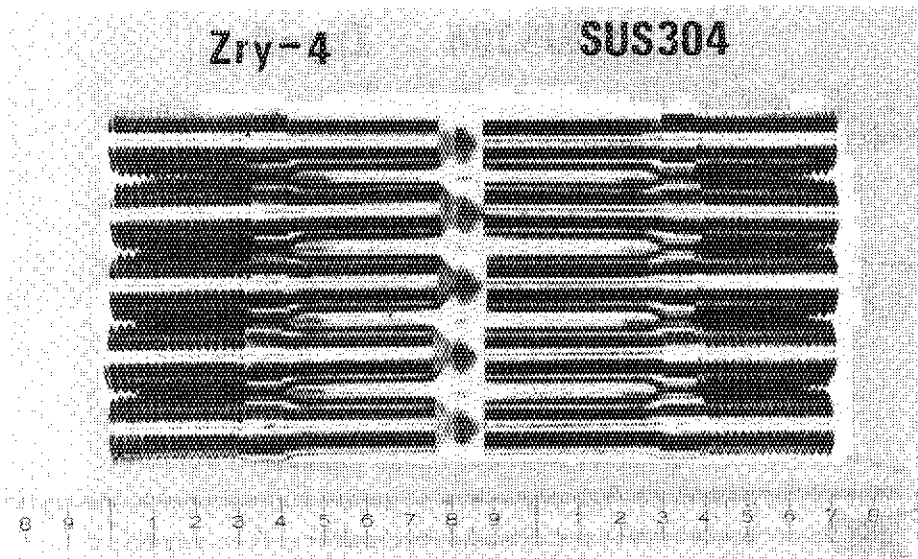


Photo. 6 Specimen of the 45°-tapered eutectic joint for tensile test at room temperature (A1-A5)

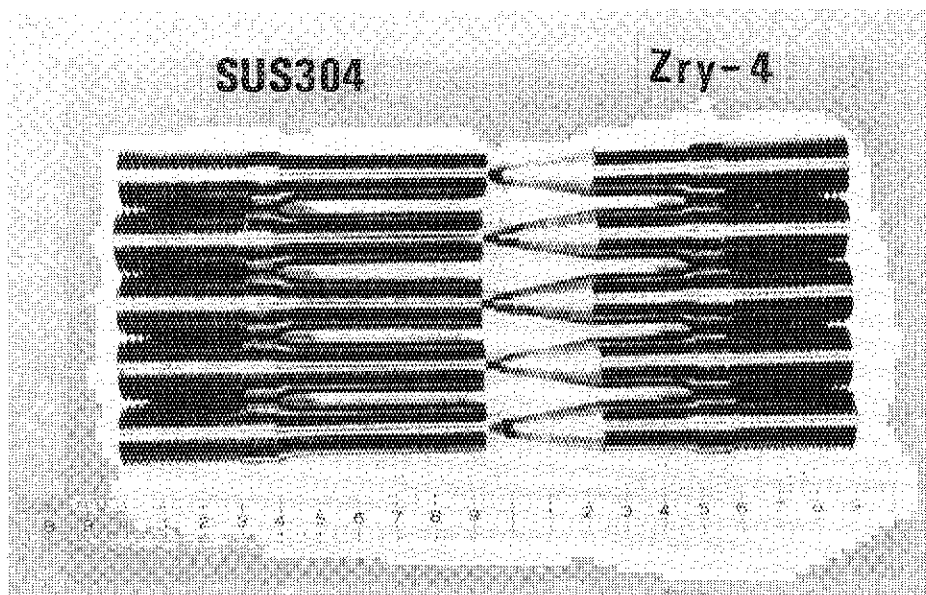


Photo. 7 Specimen of the 10°-tapered eutectic joint for tensile test at room temperature (B1-B5)

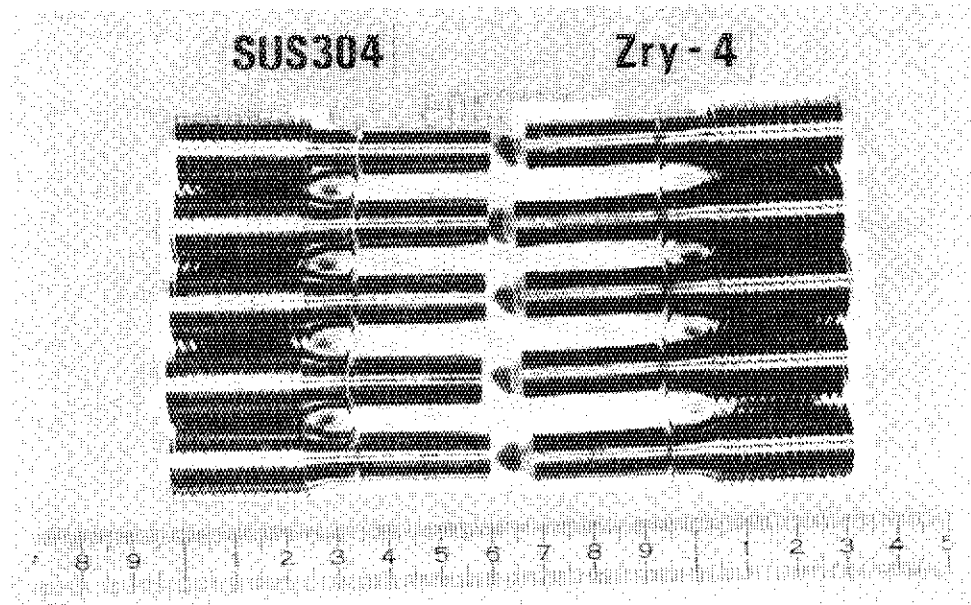


Photo. 8 Specimen of the 45°-tapered eutectic joint for tensile test at 300°C (C1-C5)

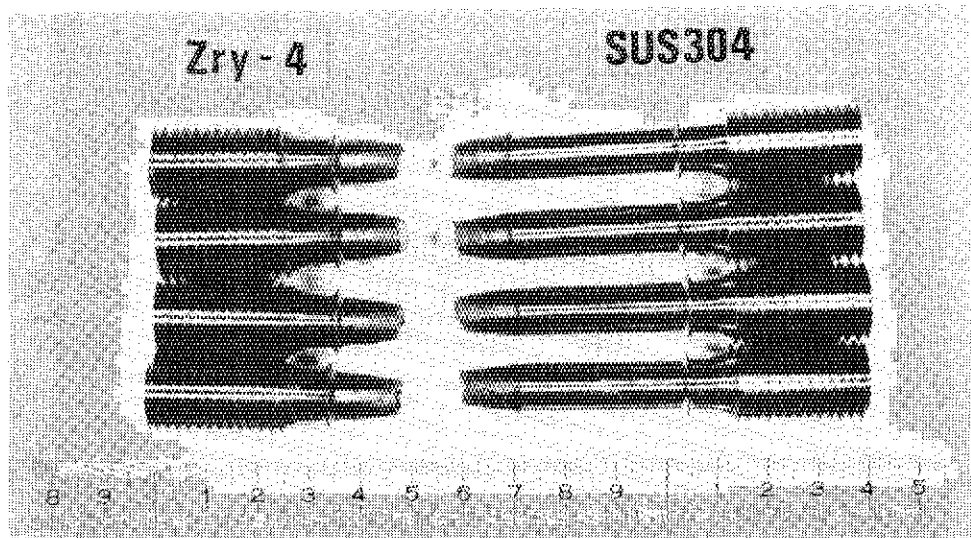


Photo. 9 Specimen of the 10°-tapered eutectic joint for tensile test at 300°C (D1-D4)

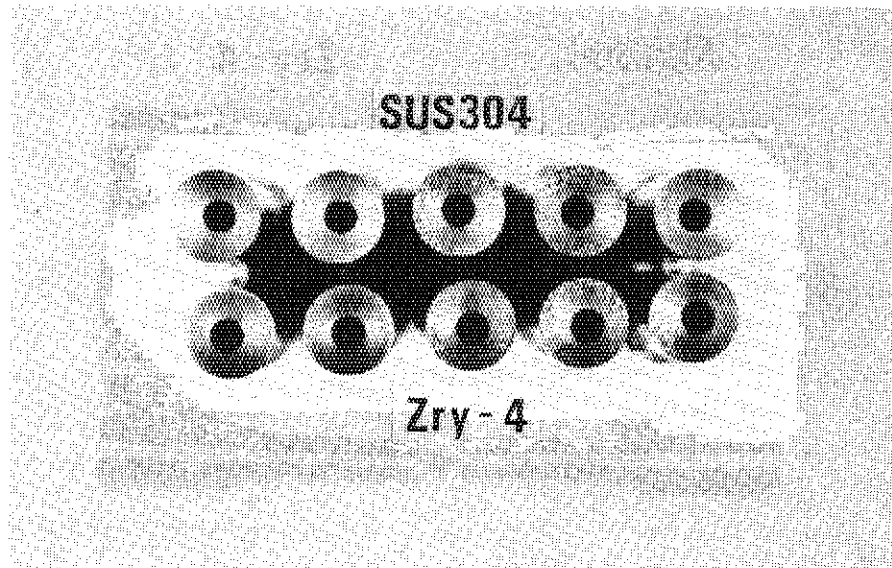


Photo. 10 Specimen of the 45°-tapered eutectic joint for tensile test at room temperature (A1-A5)

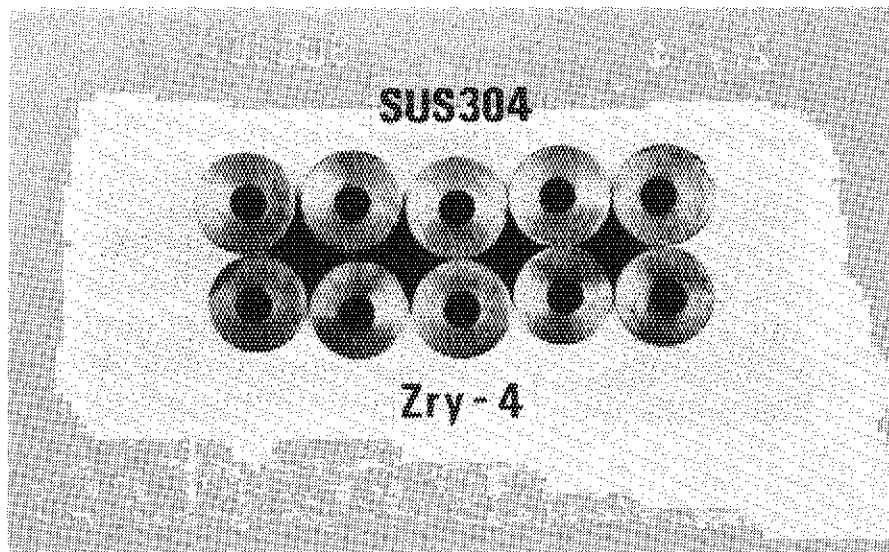


Photo. 11 Specimen of the 45°-tapered eutectic joint for bend test (E1-E5)

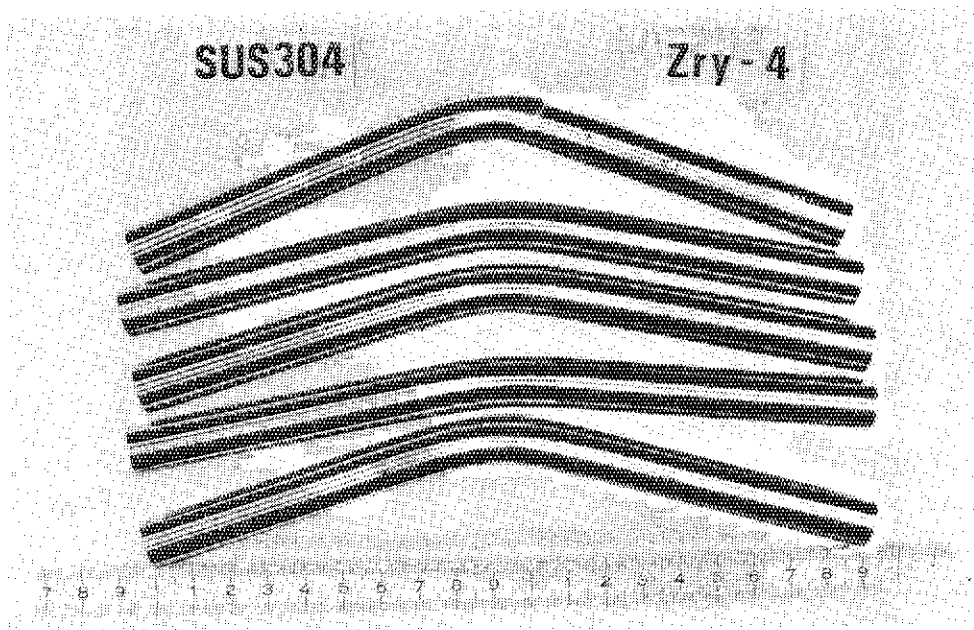


Photo. 12 Specimen of the 10°-tapered eutectic joint for bend test (F1-F5)

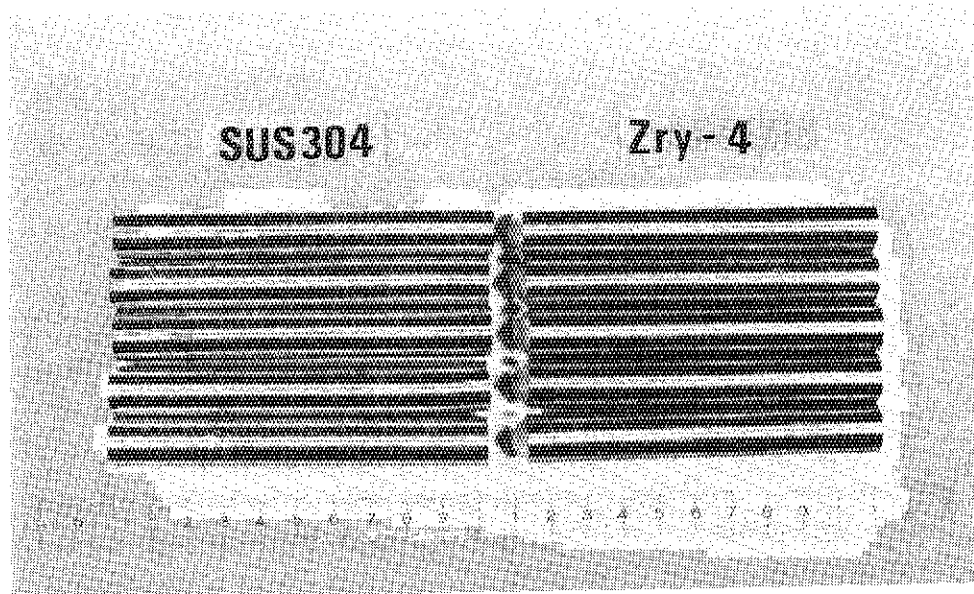


Photo. 13 Specimen of the 45°-tapered eutectic joint for bend test (E1-E5)

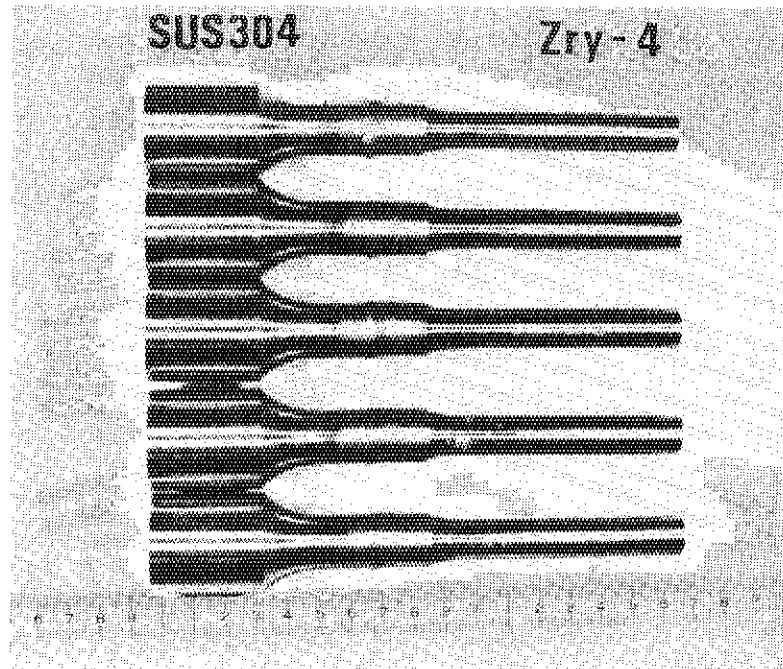


Photo. 14 Specimen of the 10°-tapered eutectic joint for burst test (H1-H5)

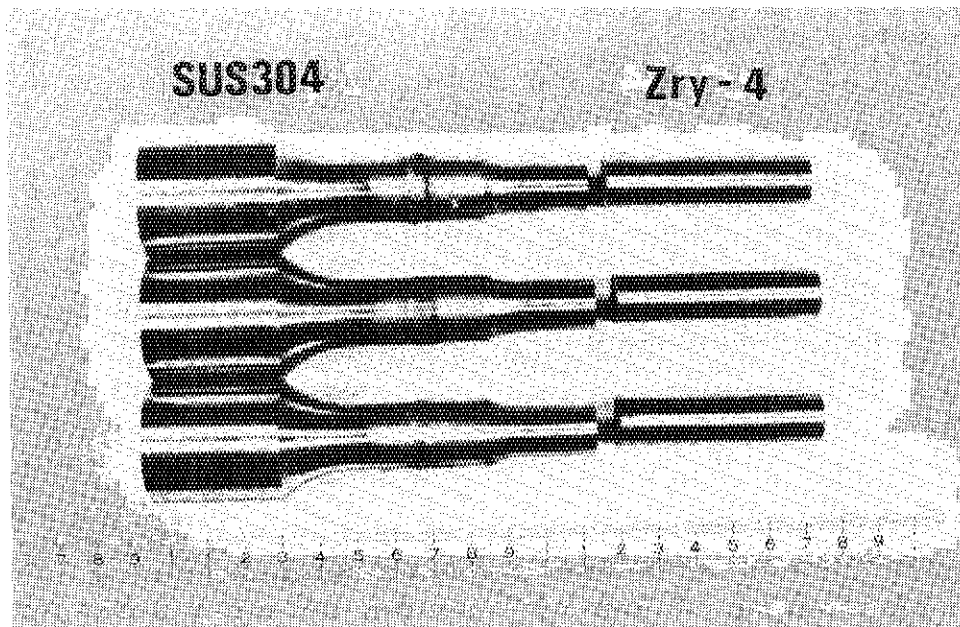


Photo. 15 Specimen of the 45°-tapered eutectic joint for burst test (G1-G3)

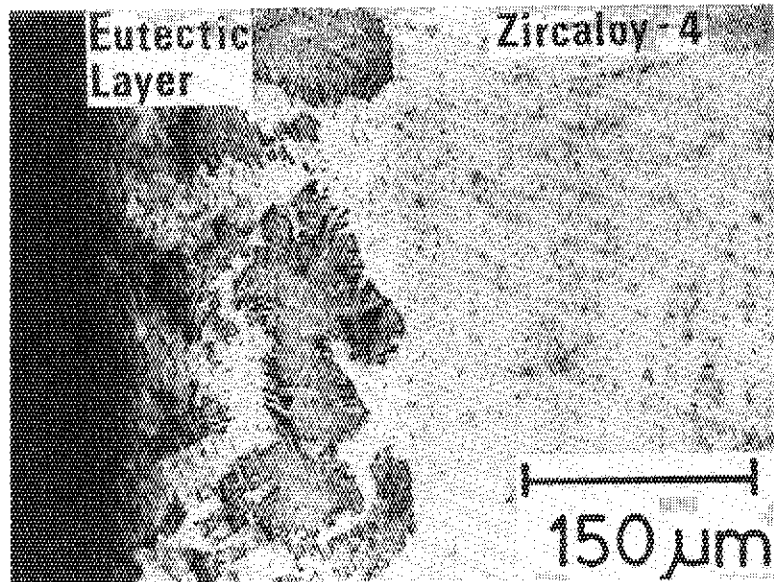


Photo. 16 Micrograph of the not-tapered eutectic joint after electrolytic etching

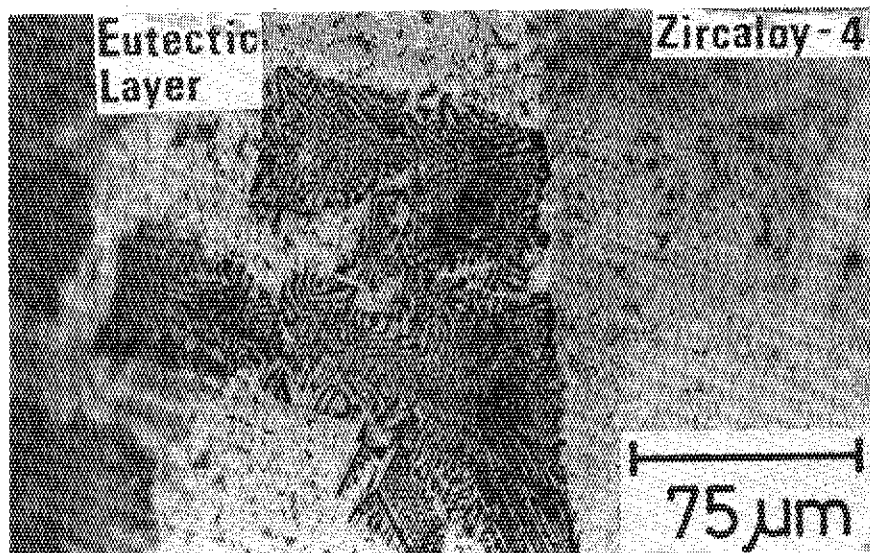


Photo. 17 Micrograph of the not-tapered eutectic joint after electrolytic etching

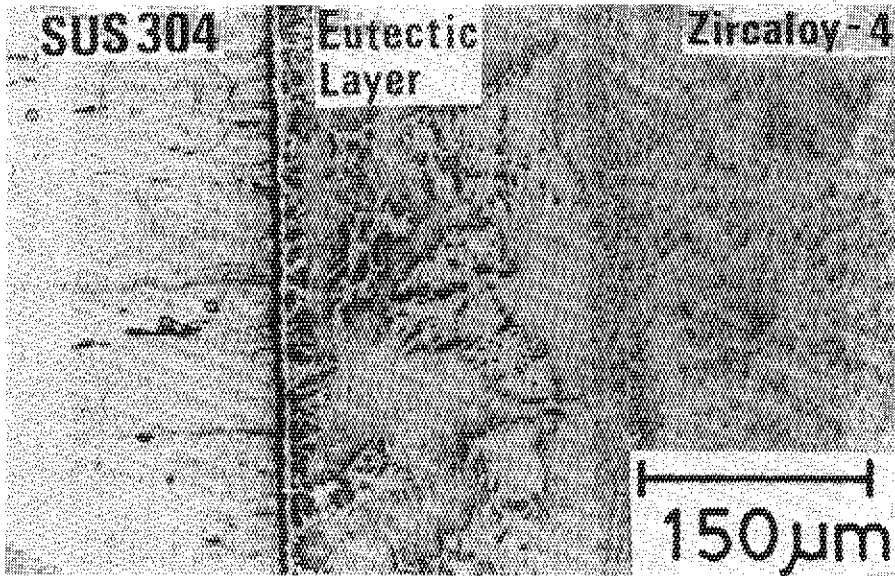


Photo. 18 Micrograph of the not-tapered eutectic joint before chemical etching

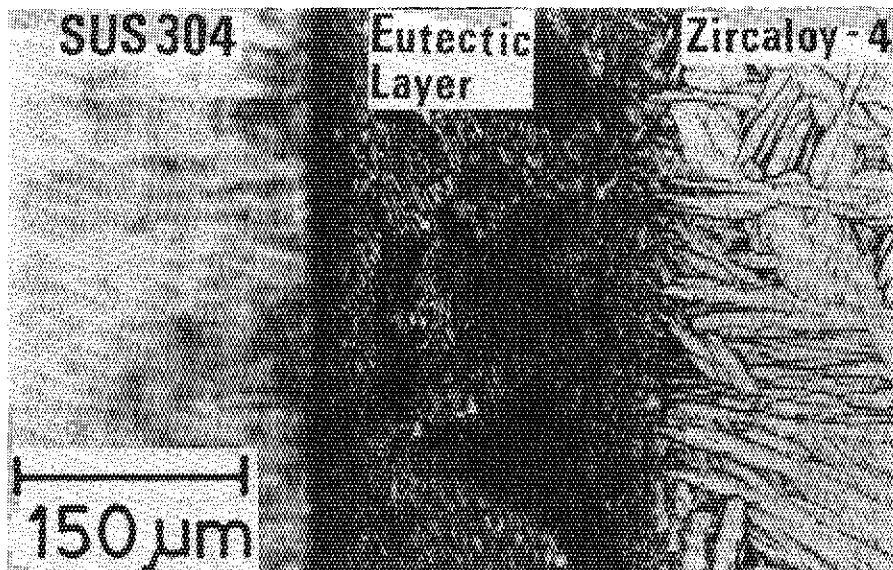


Photo. 19 Micrograph of the not-tapered eutectic joint after chemical etching for 30 seconds

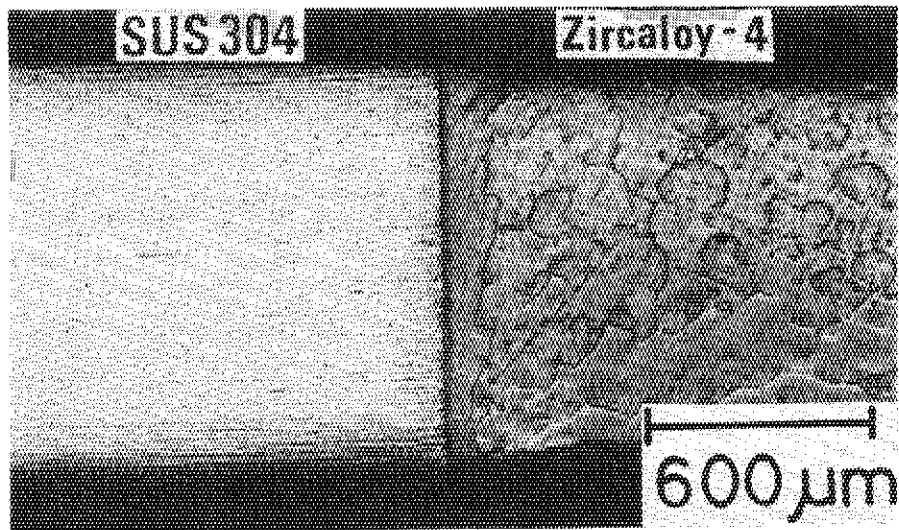


Photo. 20 Micrograph of the eutectic joint for thermal cycling test before chemical etching

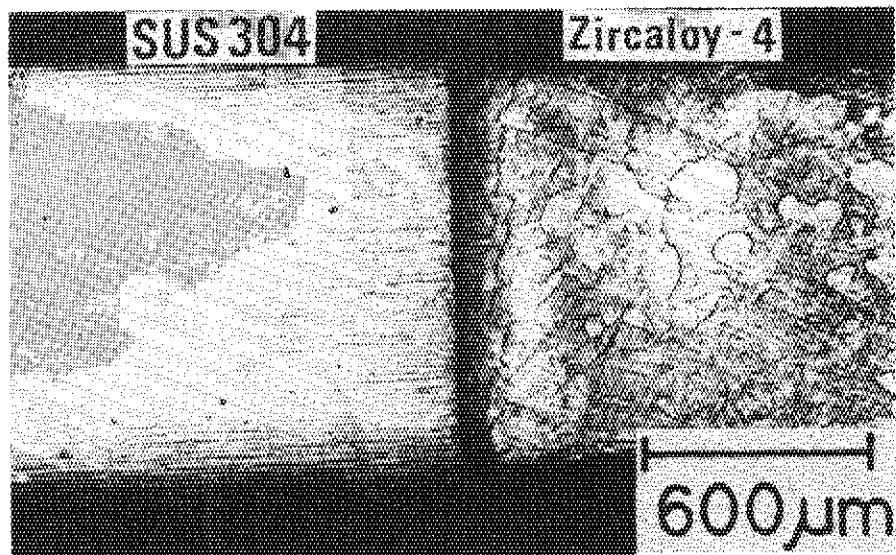


Photo. 21 Micrograph of the eutectic joint for thermal cycling test after chemical etching for 10 seconds

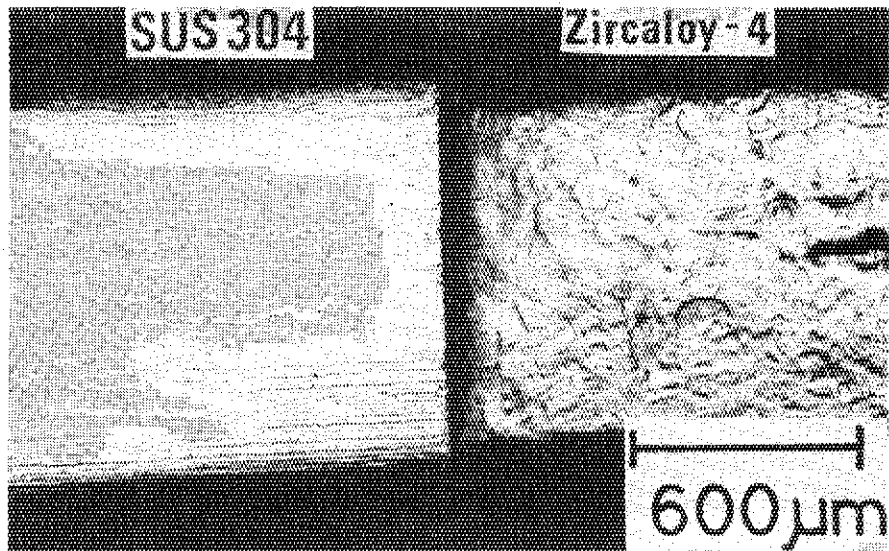


Photo. 22 Micrograph of the eutectic joint for thermal cycling test after chemical etching for 20 seconds

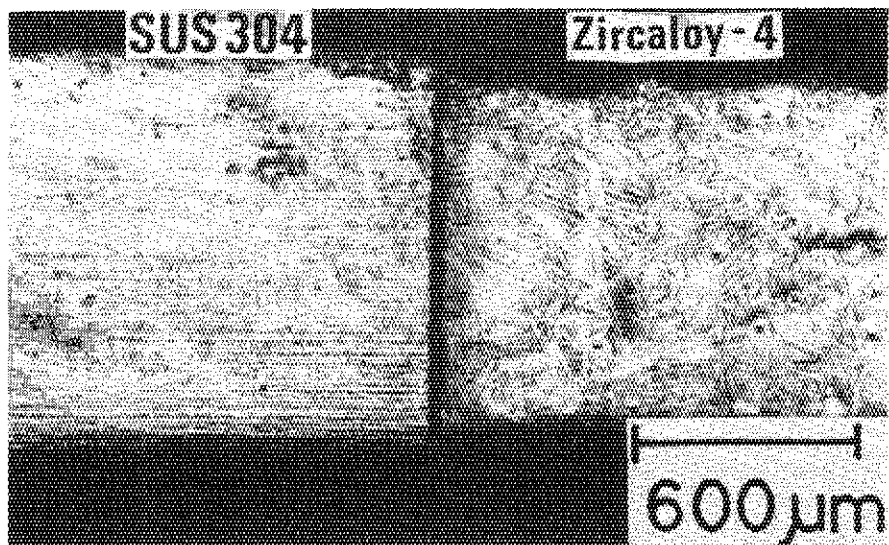


Photo. 23 Micrograph of the eutectic joint for thermal cycling test after chemical etching for 80 seconds

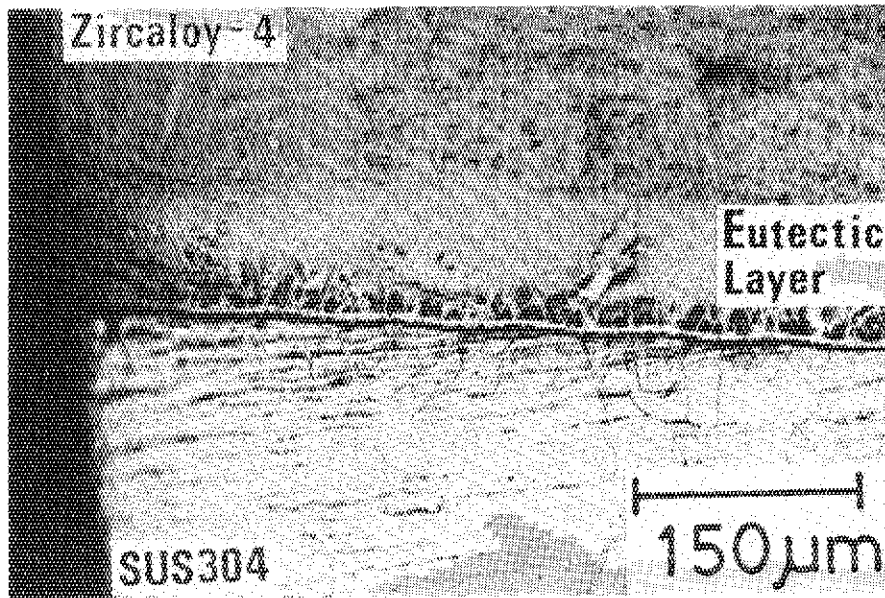


Photo. 24 Micrograph of the 10°-tapered eutectic joint
(Brightfield)

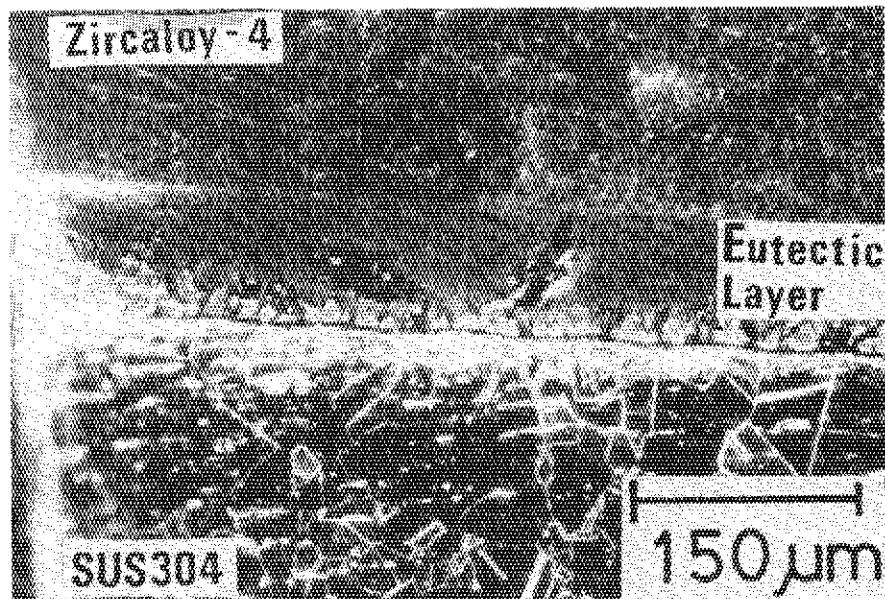


Photo. 25 Micrograph of the 10°-tapered eutectic joint
(Darkfield)

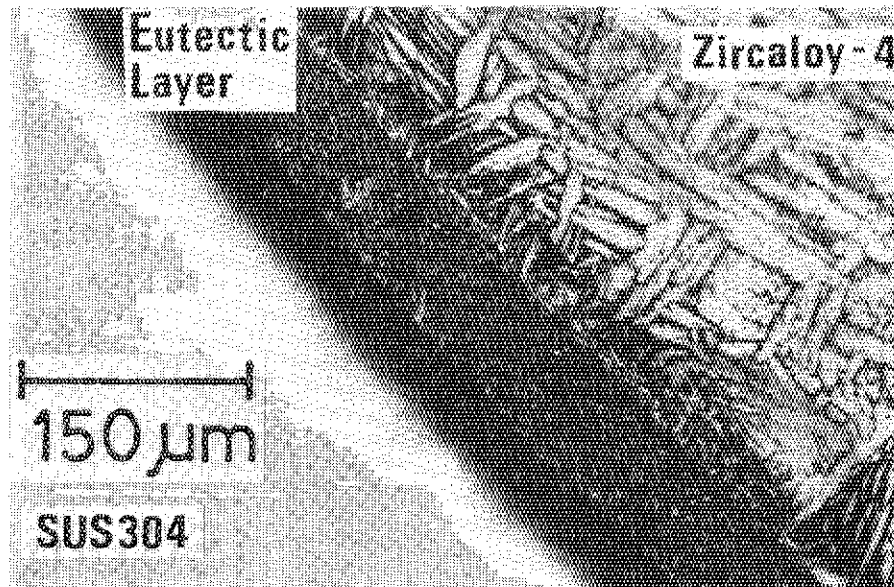


Photo. 26 Micrograph of the eutectic joint (Brightfield)

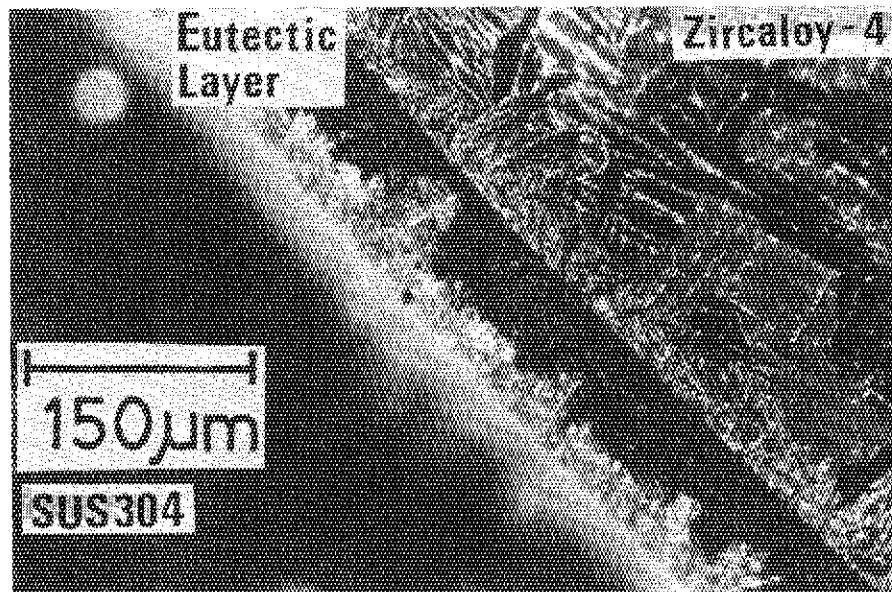


Photo. 27 Micrograph of the eutectic joint (Polarized light)

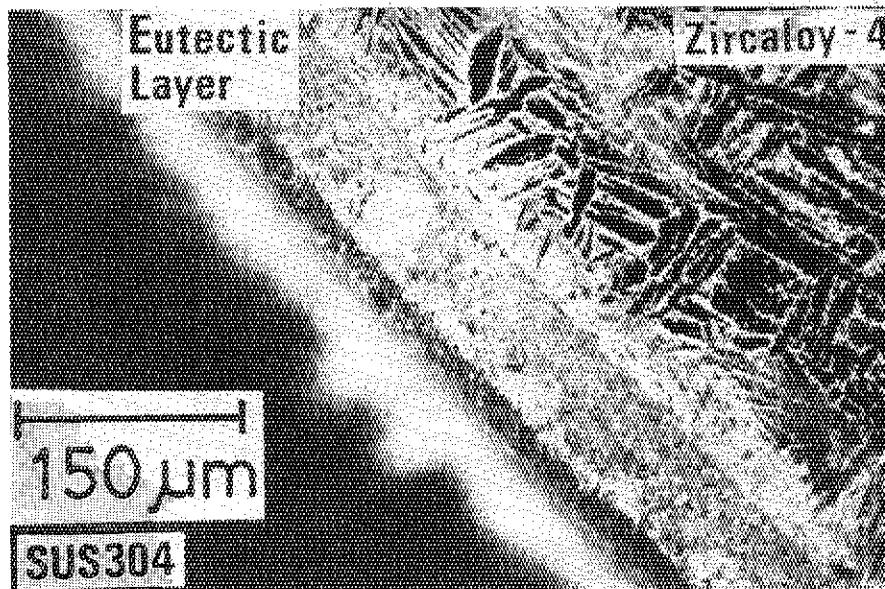


Photo. 28 Micrograph of the eutectic joint (Darkfield)

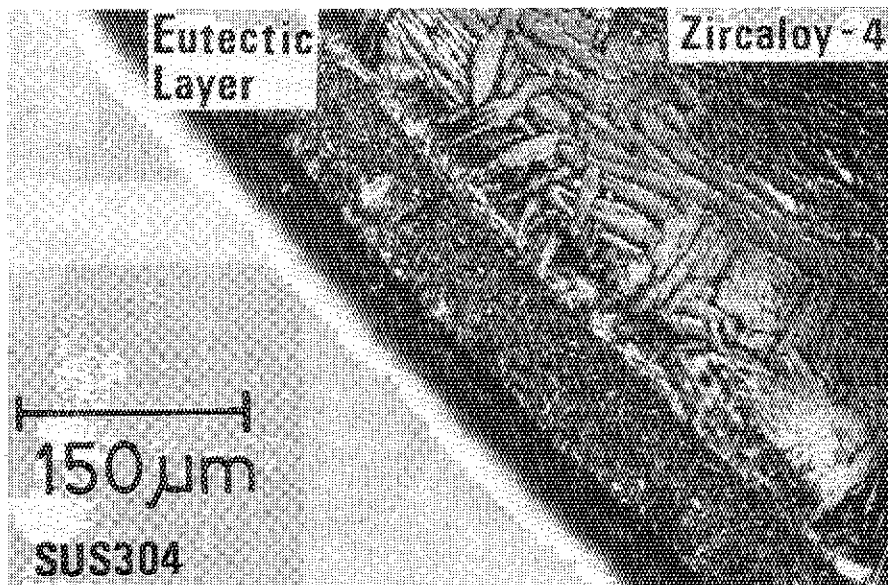
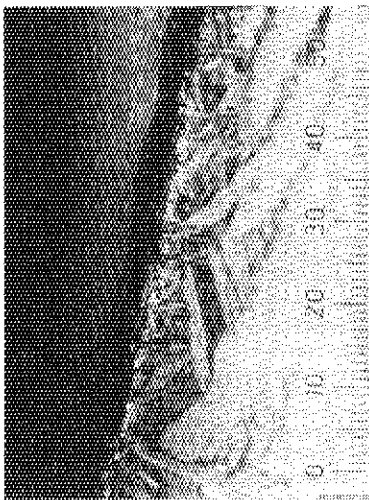


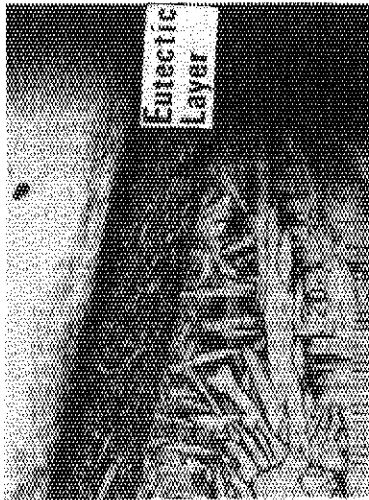
Photo. 29 Micrograph of the eutectic joint (Interference Contrast)



near surface

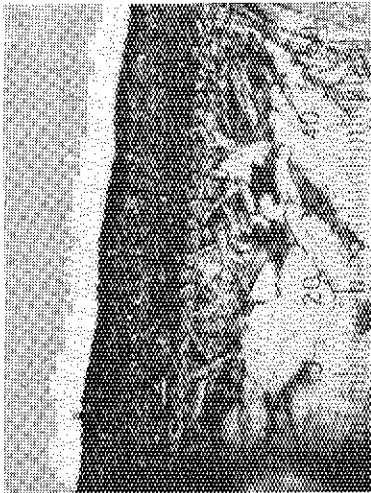


about 0.6mm from the surface



about 1.2mm from the surface

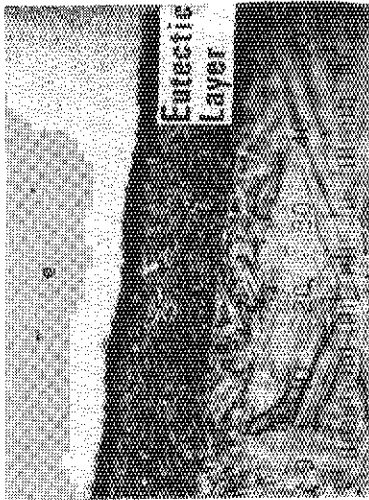
Photo. 30 Depth dependence of the eutectic zone of the specimen of the 10°-tapered eutectic joint



about 1.4mm from the surface



about 2.6mm from the surface



about 3.8mm from the surface

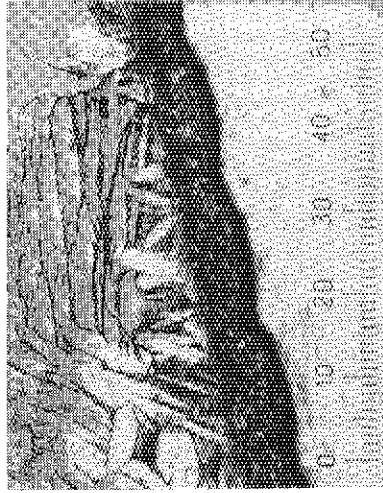
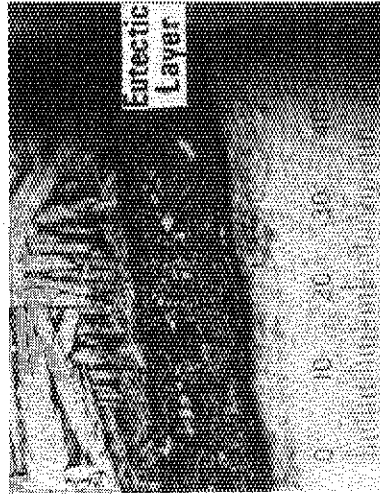
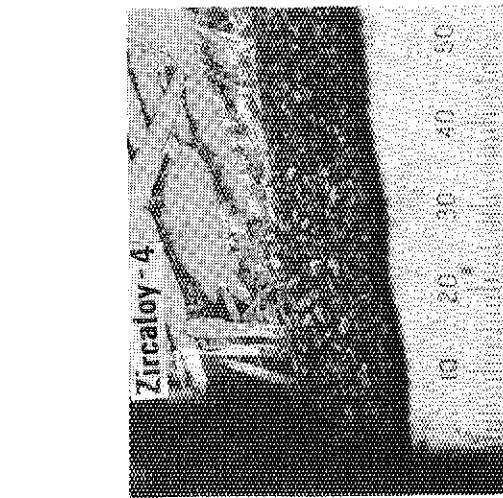
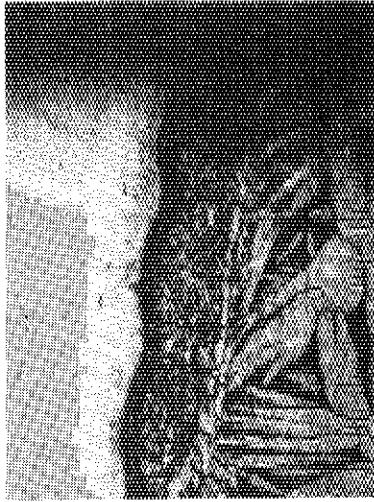
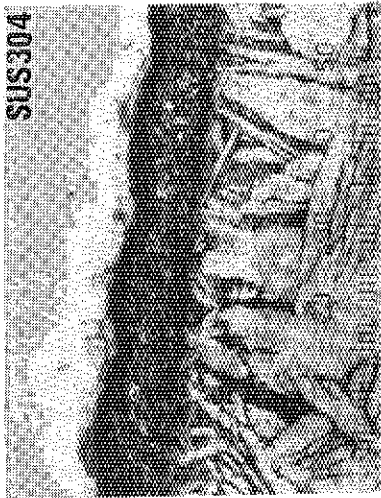


Photo. 31 Depth dependence of the eutectic zone of the specimen of the 10°-tapered eutectic joint

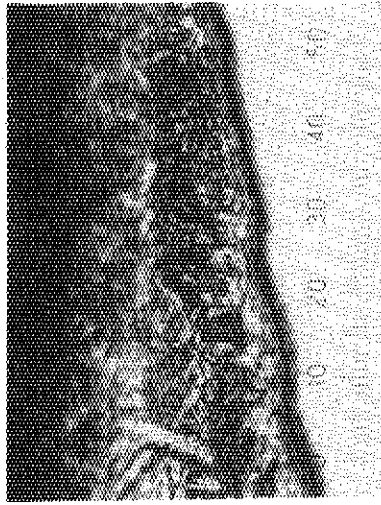
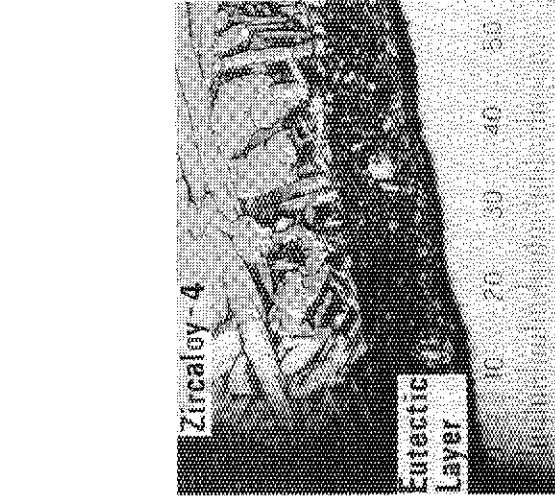
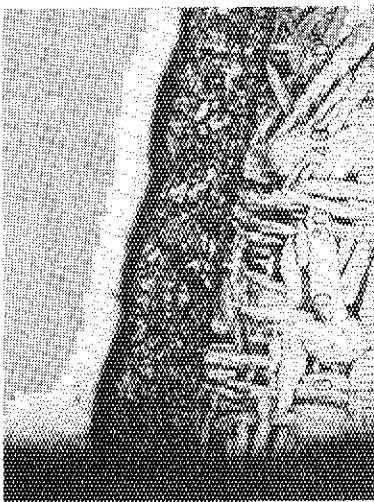


about 1.4mm from the surface

about 2.6mm from the surface

about 3.8mm from the surface

Photo. 32 Depth dependence of the eutectic zone of the specimen of the 10°-tapered eutectic joint

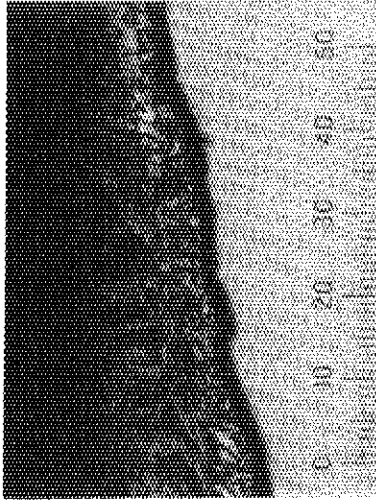
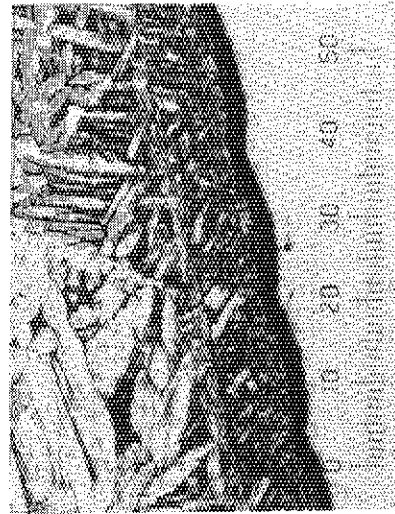
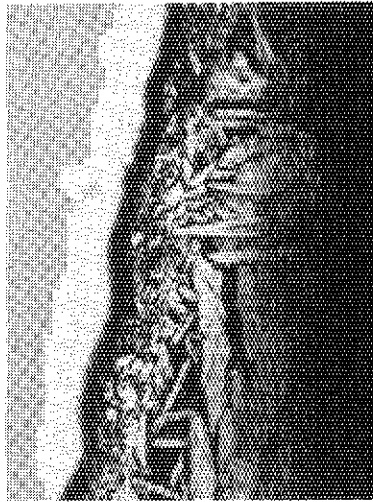


about 6.0mm from the surface

about 5.0mm from the surface

about 4.0mm from the surface

Photo. 33 Depth dependence of the eutectic zone of the specimen of the 10°-tapered eutectic joint



about 6.0mm from the surface

about 5.0mm from the surface

about 4.0mm from the surface

Photo. 34 Depth dependence of the eutectic zone of the specimen of the 10°-tapered eutectic joint

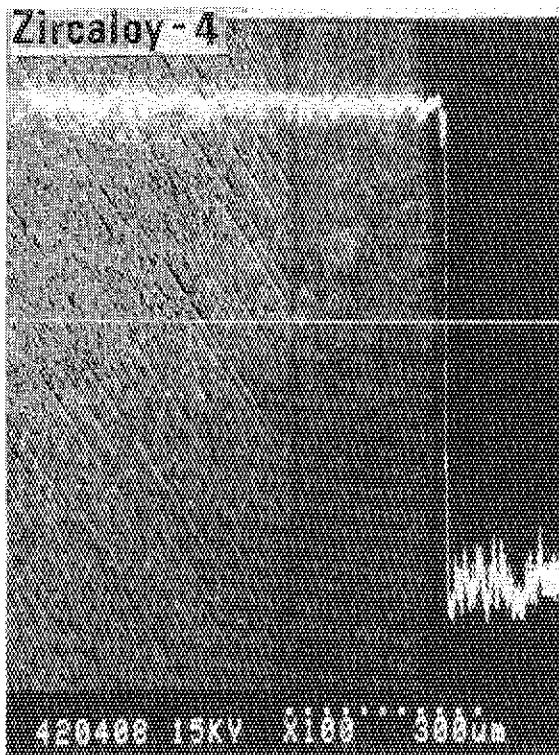


Photo. 35 Composition image superimposed with Zr-L α line profile

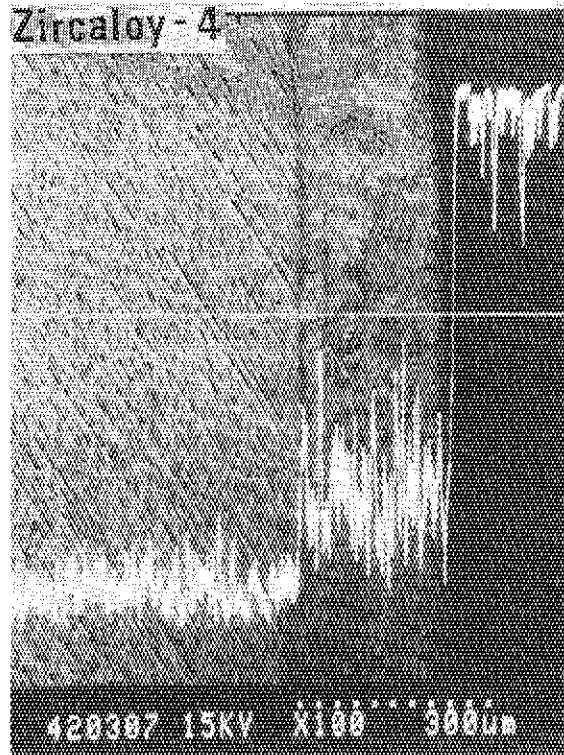


Photo. 36 Composition image superimposed with Fe-K α line profile

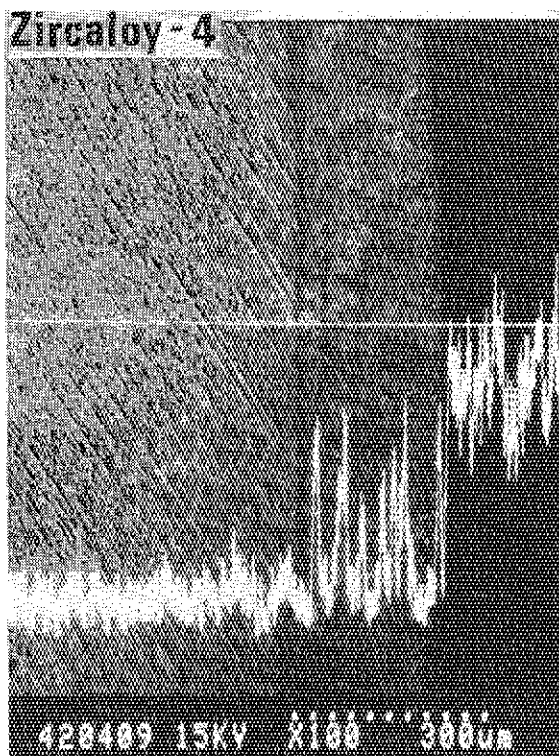


Photo. 37 Composition image superimposed with Cr-K α line profile

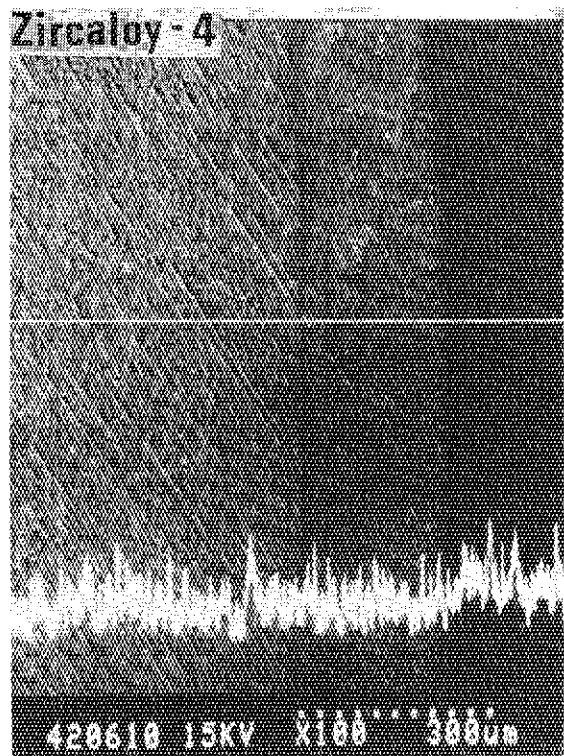


Photo. 38 Composition image superimposed with Ni-K α line profile

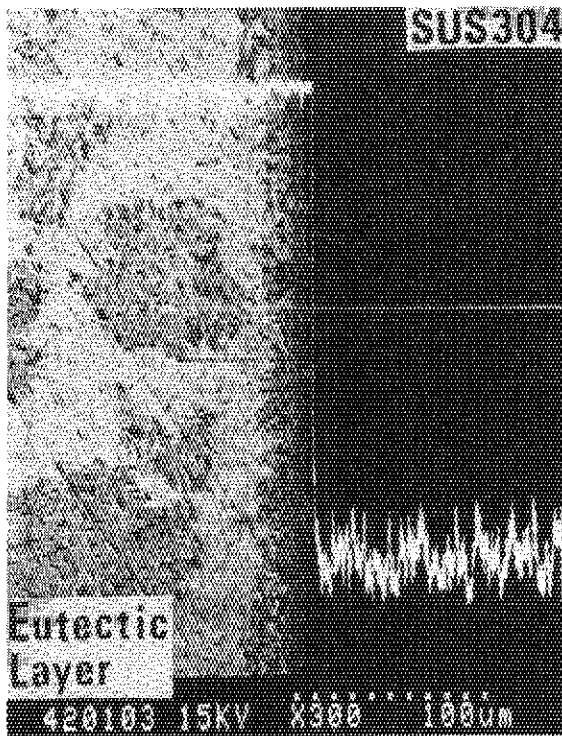


Photo. 39 Composition image superimposed with Zr-L α line profile

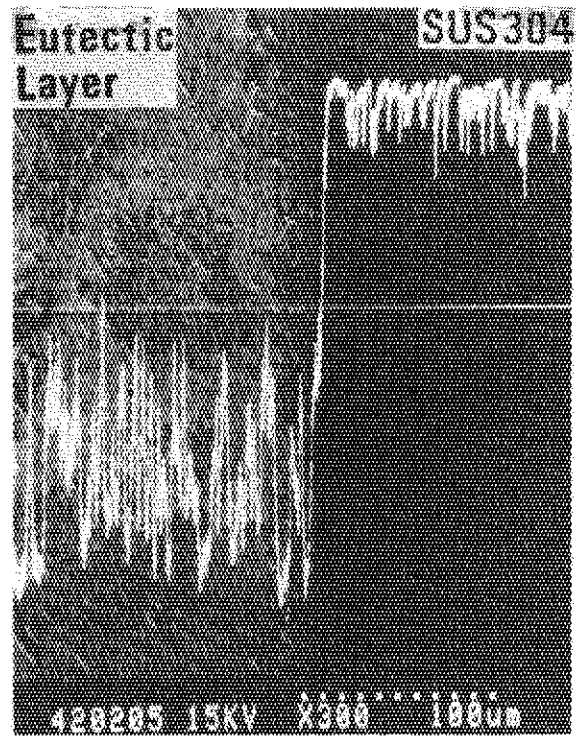


Photo. 40 Composition image superimposed with Fe-K α line profile

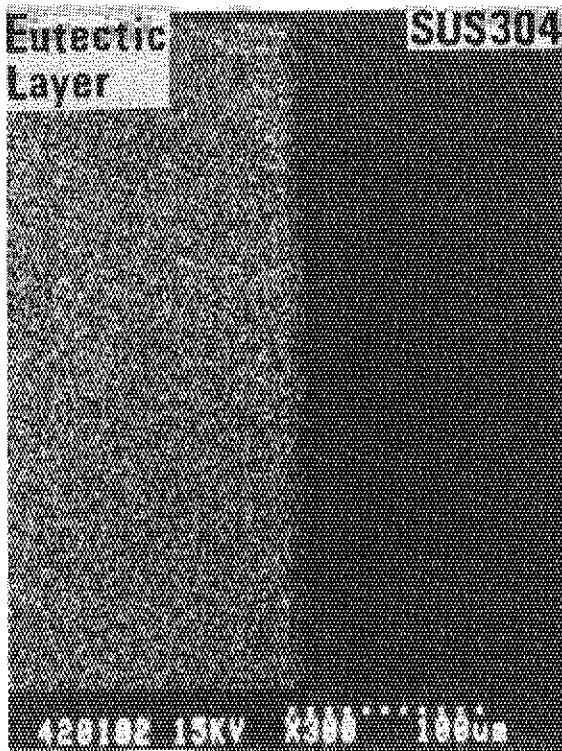


Photo. 41 Zr-L α X-ray image, associated with Photo. 39

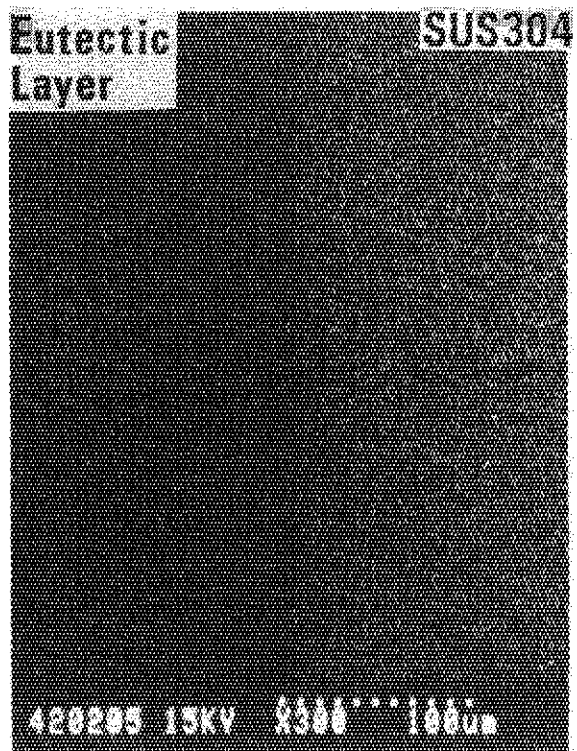


Photo. 42 Fe-K α X-ray image, associated with Photo. 40

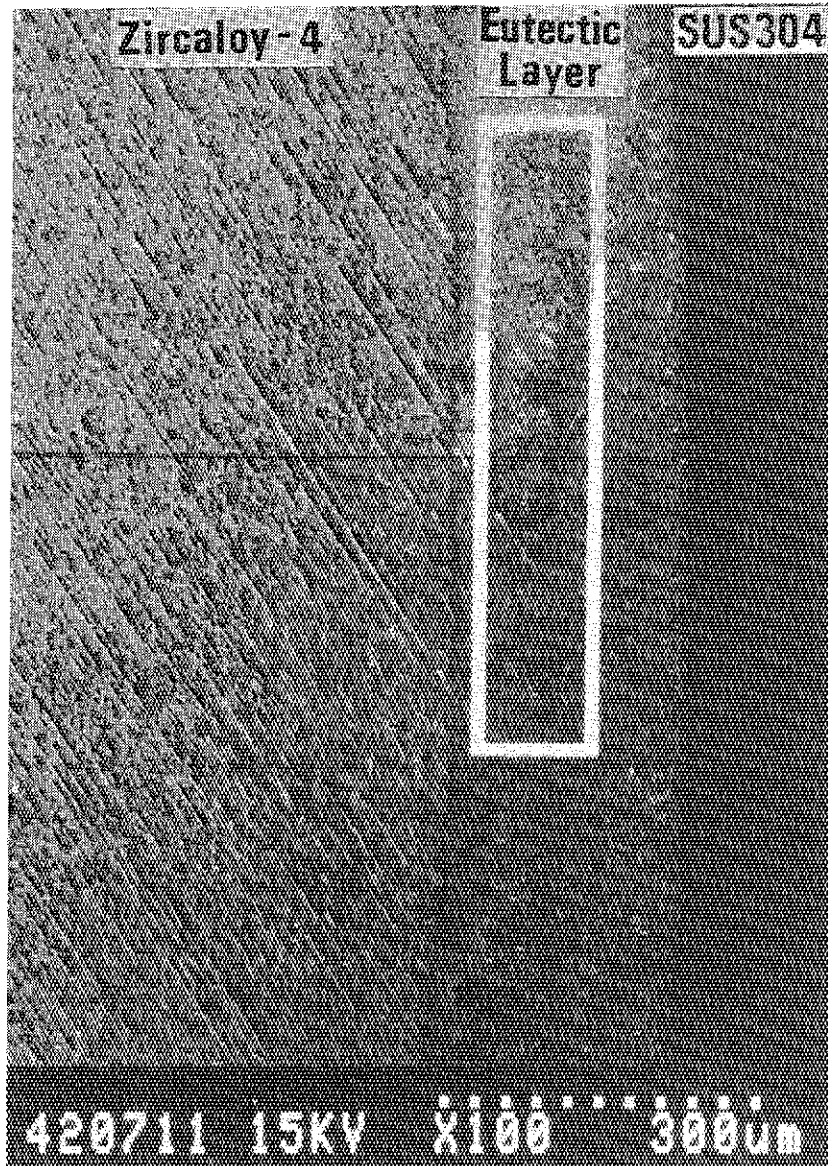


Photo. 43 Region of the eutectic joint for quantitative microprobe analysis