

JAERI-Research
94-035



アルミナ分散強化銅と316ステンレス鋼
拡散接合継手の低サイクル疲労強度

1994年11月

西 宏・荒木俊光*

日本原子力研究所
Japan Atomic Energy Research Institute

本レポートは、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。

入手の間合わせは、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、お申し越してください。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。

This report is issued irregularly.

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

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1994

編集兼発行	日本原子力研究所
印 刷	いばらき印刷株式会社

アルミナ分散強化銅と316ステンレス鋼拡散接合継手の低サイクル疲労強度

日本原子力研究所東海研究所高温工学部

西 宏・荒木 俊光*

(1994年10月11日受理)

アルミナ分散強化銅、316ステンレス鋼および両材の拡散接合材の低サイクル疲労試験を室温で行った。また疲労中の接合材の塑性ひずみ分布を測定した。さらに接合界面近傍の組織と疲労後の破面を透過型および走査型電子顕微鏡で観察した。

接合材の低サイクル疲労寿命はアルミナ分散強化銅に比べ低下した。接合材の疲労破断箇所は、低ひずみ範囲では接合界面近傍のアルミナ分散強化銅部であった。組織観察の結果、この部分には金属間化合物や再結晶領域が存在し、これらから破壊が起こったと考えられる。一方高ひずみ範囲では、界面より6～7mm離れたアルミナ分散強化銅部で破壊した。塑性ひずみ分布を測定した結果、この部分の塑性ひずみは大きく、界面部の変形が316ステンレス鋼より拘束されるためと考えられる。

Low Cycle Fatigue Strength of Diffusion Bonded Joints of Alumina Dispersion
Strengthened Copper to 316 Stainless Steel

Hiroshi NISHI and Toshiaki ARAKI*

Department of High Temperature Engineering
Tokai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received October 11, 1994)

Low cycle fatigue tests were performed at room temperature for 316 stainless steel (316SS), alumina dispersion strengthened copper (DS Cu) and 316SS-DS Cu diffusion bonded joints. Plastic strain distribution of joint specimens during the fatigue was measured to estimate deformation of the joint specimens. Furthermore, microstructure of diffusion zone of the joints and fracture surface of the fatigue specimens were examined with scanning and transmission electron microscopes.

The fatigue life of the joints was lower than that of DS Cu. The joint specimens fractured at the DS Cu near the interface in the case of small strain range fatigue tests. Intermetallic compounds and recrystallization were found near the interface in DS Cu. It is considered that these intermetallic compounds and recrystallization affected the low cycle fatigue strength for small strain range fatigue tests. For large strain range fatigue tests, however, fracture point was in the DS Cu 6-7mm apart from the interface, at which the maximum plastic strain occurred. It is assumed that the 316SS restrained the deformation of DS Cu near the interface for large strain range fatigue.

Keywords: Alumina Dispersion Strengthened Copper, 316 Stainless Steel, Diffusion Bonded Joints, Low Cycle Fatigue Life, Plastic Strain Distribution, Electron Microscope, Microstructure, Intermetallic Compound, Recrystallization

* Kawasaki Heavy Industries LTD

目 次

1. 緒 言	1
2. 供試材料、接合方法および実験方法	1
2.1 供試材料	1
2.2 接合方法	1
2.3 実験方法	2
3. 実験結果	2
3.1 接合部の組織と硬度	2
3.2 低サイクル疲労強度	3
3.3 SEMによる破面と亀裂の観察	3
3.4 繰返し変形挙動	3
3.5 疲労中のひずみ分布	4
4. 考 察	4
5. 結 論	5
参考文献	6

Contents

1. Introduction	1
2. Materials, Bonding Procedure and Experimental Procedure	1
2.1 Materials	1
2.2 Bonding Procedure	1
2.3 Experimental Procedure	2
3. Results	2
3.1 Microstructure and Hardness Near Interface of Joints	2
3.2 Low Cycle Fatigue Strength	3
3.3 SEM Observations of Fracture Surface and Fatigue Crack	3
3.4 Cyclic Deformation Behavior	3
3.5 Strain Distribution during Fatigue	4
4. Discussion	4
5. Conclusion	5
Reference	6

1. 緒 言

国際熱核融合実験炉 (ITER) は、核融合炉技術を総合的に実証することを目的として、日本、米国、EC、ロシア共同で研究開発が進められている⁽¹⁾⁽²⁾。この構造物の中でプラズマ対向材が最も厳しい熱負荷を受ける⁽³⁾⁽⁴⁾。現在の設計では、冷却管にプラズマ対向材を固定し、プラズマからの熱を水冷却により除熱する計画である。冷却管材料として伝熱特性に優れ、比較的高温強度を有するアルミナ分散強化銅（以後「分散強化銅」と記す）の使用が検討⁽⁵⁾されており、この冷却管は316ステンレス鋼のマニホールドに接合される。したがって冷却管とマニホールドの接合は分散強化銅と316ステンレス鋼の異材接合となる。著者らは既にこの接合について拡散接合⁽⁶⁾とろう付接合⁽⁷⁾を用い、接合条件による強度の相違を引張試験、シャルピー試験等により検討している。

トカマク型の核融合炉はパルス運転を行うため、構造部材は熱負荷・電磁力等による繰返し変形が起こり、低サイクル疲労寿命の評価も重要になる⁽⁸⁾。しかし拡散接合は近年利用されるようになった接合方法であり⁽⁹⁾、その強度データは充分ではなく、特に疲労強度の研究は少なく⁽⁹⁾、拡散接合の一種である摩擦圧接材について行われている^{(10)~(12)}程度である。そこで本研究では分散強化銅、316ステンレス鋼および両材の拡散接合材の低サイクル疲労試験を行い、その疲労特性を検討した。

2. 供試材料、接合方法および実験方法

2. 1 供試材料

使用した分散強化銅、316ステンレス鋼は市販材でその化学成分をTable1に示す。分散強化銅は内部酸化法により製造されており⁽⁶⁾、酸化銅の生成を防ぐためボロンを約180ppm添加している。板厚は両材とも20mmで、分散強化銅は60%の冷間圧延を、316ステンレス鋼は1223K, 300sの溶体化熱処理を行っている。

2. 2 接合方法

拡散接合は挿入材を用いない固相直接拡散接合で、Table2に示す接合条件で接合した。この接合温度、時間、加圧力は接合条件の検討⁽⁶⁾において、最も高い引張強度とシャルピー衝撃値が得られた条件である。拡散接合方法はFig.1に示すように突合せ接合で、接合面が分散強化銅材圧延方向に直角になるようにした。また接合面は機械加工後バフ研磨し、さらに接合直前にアセトンで洗浄している。

Table3に拡散接合材および母材の引張特性⁽⁶⁾を示す。分散強化銅圧延材は接合中の熱履歴により回復・軟化するため、低サイクル疲労試験に用いた分散強化銅材は接合

1. 緒 言

国際熱核融合実験炉 (ITER) は、核融合炉技術を総合的に実証することを目的として、日本、米国、EC、ロシア共同で研究開発が進められている⁽¹⁾⁽²⁾。この構造物の中でプラズマ対向材が最も厳しい熱負荷を受ける⁽³⁾⁽⁴⁾。現在の設計では、冷却管にプラズマ対向材を固定し、プラズマからの熱を水冷却により除熱する計画である。冷却管材料として伝熱特性に優れ、比較的高温強度を有するアルミナ分散強化銅（以後「分散強化銅」と記す）の使用が検討⁽⁵⁾されており、この冷却管は316ステンレス鋼のマニホールドに接合される。したがって冷却管とマニホールドの接合は分散強化銅と316ステンレス鋼の異材接合となる。著者らは既にこの接合について拡散接合⁽⁶⁾とろう付接合⁽⁷⁾を用い、接合条件による強度の相違を引張試験、シャルピー試験等により検討している。

トカマク型の核融合炉はパルス運転を行うため、構造部材は熱負荷・電磁力等による繰返し変形が起り、低サイクル疲労寿命の評価も重要になる⁽⁸⁾。しかし拡散接合は近年利用されるようになった接合方法であり⁽⁹⁾、その強度データは充分ではなく、特に疲労強度の研究は少なく⁽⁹⁾、拡散接合の一種である摩擦圧接材について行われている^{(10)~(12)}程度である。そこで本研究では分散強化銅、316ステンレス鋼および両材の拡散接合材の低サイクル疲労試験を行い、その疲労特性を検討した。

2. 供試材料、接合方法および実験方法

2. 1 供試材料

使用した分散強化銅、316ステンレス鋼は市販材でその化学成分をTable1に示す。分散強化銅は内部酸化法により製造されており⁽⁶⁾、酸化銅の生成を防ぐためボロンを約180ppm添加している。板厚は両材とも20mmで、分散強化銅は60%の冷間圧延を、316ステンレス鋼は1223K, 300sの溶体化熱処理を行っている。

2. 2 接合方法

拡散接合は挿入材を用いない固相直接拡散接合で、Table2に示す接合条件で接合した。この接合温度、時間、加圧力は接合条件の検討⁽⁶⁾において、最も高い引張強度とシャルピー衝撃値が得られた条件である。拡散接合方法はFig.1に示すように突合せ接合で、接合面が分散強化銅材圧延方向に直角になるようにした。また接合面は機械加工後バフ研磨し、さらに接合直前にアセトンで洗浄している。

Table3に拡散接合材および母材の引張特性⁽⁶⁾を示す。分散強化銅圧延材は接合中の熱履歴により回復・軟化するため、低サイクル疲労試験に用いた分散強化銅材は接合

条件と同じ熱処理を施してある。接合材の引張特性は分散強化銅材とほぼ同等で、界面の引張強度は高く、破断は接合界面より約10mm離れた分散強化銅側で起こっていた。

2. 3 実験方法

低サイクル疲労試験は316ステンレス鋼、分散強化銅および両材の拡散接合材について行った。その試験片形状をFig. 2に示す。試験片は試験部直径8mm、平行部長さ20mmで、機械加工後エメリー湿式研磨し、さらにパフ研磨している。分散強化銅では試験片軸方向が圧延方向に一致するようにし、接合材ではFig. 1のように、接合面が試験片中央に位置するようにした。低サイクル疲労試験は容量49kNの電気油圧サーボ式疲労試験機を用い、室温真空中（約 1.3×10^{-5} Pa）で行った。ひずみ波形は完全両振り対称三角波、ひずみ速度 $0.1\%/s$ で、標点間距離は15mmの軸変位計を用い、全ひずみを制御して行った。なお接合材では接合面が標点間中央に位置するように変位計を取付けた。破断繰返し数 N_f は引張側応力振幅が最大値より25%低下した繰返し数とした。

接合部の特性を明らかにするため、拡散接合材の界面近傍の組織を走査型電子顕微鏡（SEM）、透過型電子顕微鏡（TEM）で観察し、元素分析も行った。TEM観察は日本電子JEM-2000FX、加速電圧200kVで行った。さらに接合部の硬度分布をマイクロビッカース硬度計（1.96N）で測定した。また低サイクル疲労試験後の破面をSEMで観察した。

接合材では全ひずみ範囲 $\Delta \epsilon_t = 1.5, 0.75\%$ について、疲労中の試験片標点間のひずみ分布を測定した。測定方法はFig. 3に示すように、試験片平行部を平面に研磨した後、標点間にビッカース硬度計で約0.2mm間隔で圧痕をつけ、疲労前後の圧痕間隔を測定し、ひずみを算出した。疲労後のひずみは所定の繰返し後、低サイクル疲労試験を引張り側の最大ひずみで停止し、試験片を取り外して行った。したがって測定したひずみは、最大引張り変形時の塑性ひずみの分布である。

3. 実験結果

3. 1 接合部の組織と硬度

Fig. 4(a)は接合部近傍をSEMで観察した結果で、観察試料はパフ研磨によって生じた分散強化銅表面の損傷を除去するため、銅の電解研磨液で電解研磨してある。このため界面には段がついており、界面近傍の316ステンレス鋼は白く見えている。界面近傍の分散強化銅側には深さ約 $50 \mu m$ まで粒径数 μm の金属間化合物が見られた。元素分析を行った結果Fe-Cr-Bの金属間化合物で、接合中に316ステンレス鋼のFe、Crが分散強化銅へ拡散し、Bと化合したものと考えられる。Fig. 4(b)はこの界面部をTEMでさらに拡大し、X線分析した結果である。Fe-Cr-Bの金属間化合物以外に

条件と同じ熱処理を施してある。接合材の引張特性は分散強化銅材とほぼ同等で、界面の引張強度は高く、破断は接合界面より約10mm離れた分散強化銅側で起こっていた。

2. 3 実験方法

低サイクル疲労試験は316ステンレス鋼、分散強化銅および両材の拡散接合材について行った。その試験片形状をFig. 2に示す。試験片は試験部直径8mm、平行部長さ20mmで、機械加工後エメリー湿式研磨し、さらにバフ研磨している。分散強化銅では試験片軸方向が圧延方向に一致するようにし、接合材ではFig. 1のように、接合面が試験片中央に位置するようにした。低サイクル疲労試験は容量49kNの電気油圧サーボ式疲労試験機を用い、室温真空中（約 1.3×10^{-5} Pa）で行った。ひずみ波形は完全両振り対称三角波、ひずみ速度 $0.1\%/s$ で、標点間距離は15mmの軸変位計を用い、全ひずみを制御して行った。なお接合材では接合面が標点間中央に位置するように変位計を取付けた。破断繰返し数 N_f は引張側応力振幅が最大値より25%低下した繰返し数とした。

接合部の特性を明らかにするため、拡散接合材の界面近傍の組織を走査型電子顕微鏡（SEM）、透過型電子顕微鏡（TEM）で観察し、元素分析も行った。TEM観察は日本電子JEM-2000FX、加速電圧200kVで行った。さらに接合部の硬度分布をマイクロビッカース硬度計（1.96N）で測定した。また低サイクル疲労試験後の破面をSEMで観察した。

接合材では全ひずみ範囲 $\Delta \epsilon_t = 1.5, 0.75\%$ について、疲労中の試験片標点間のひずみ分布を測定した。測定方法はFig. 3に示すように、試験片平行部を平面に研磨した後、標点間にビッカース硬度計で約0.2mm間隔で圧痕をつけ、疲労前後の圧痕間隔を測定し、ひずみを算出した。疲労後のひずみは所定の繰返し後、低サイクル疲労試験を引張り側の最大ひずみで停止し、試験片を取り外して行った。したがって測定したひずみは、最大引張り変形時の塑性ひずみの分布である。

3. 実験結果

3. 1 接合部の組織と硬度

Fig. 4(a)は接合部近傍をSEMで観察した結果で、観察試料はバフ研磨によって生じた分散強化銅表面の損傷を除去するため、銅の電解研磨液で電解研磨してある。このため界面には段がついており、界面近傍の316ステンレス鋼は白く見えている。界面近傍の分散強化銅側には深さ約 $50 \mu m$ まで粒径数 μm の金属間化合物が見られた。元素分析を行った結果Fe-Cr-Bの金属間化合物で、接合中に316ステンレス鋼のFe、Crが分散強化銅へ拡散し、Bと化合したものと考えられる。Fig. 4(b)はこの界面部をTEMでさらに拡大し、X線分析した結果である。Fe-Cr-Bの金属間化合物以外に

も、Fe-Cr-Mo-Cの化合物も生成していた。また分散強化銅は冷間圧延材のため結晶粒は接合面に垂直になっているが、界面近傍数 μm では界面と平行になっており、さらにこの部分ではアルミナが観察できなかった。したがってこの部分の分散強化銅は再結晶を起こしていると考えられ、強度が弱い可能性がある。

Fig. 5は接合部の硬度分布で、界面に最も近い測定点は界面より約 $30\mu\text{m}$ 離れた点であった。316ステンレス鋼の硬度が分散強化銅より高く、界面部の硬度の大きな変化はなかった。

3. 2 低サイクル疲労強度

Table4に分散強化銅、316ステンレス鋼および接合材の低サイクル疲労試験結果を示す。またFig. 6はそれらの疲労寿命を全ひずみ、塑性ひずみ範囲で比較したものである。試験結果より316ステンレス鋼の疲労寿命は分散強化銅や接合材に比べ非常に長い。また分散強化銅と接合材を全ひずみ範囲で比較すると、接合材の寿命は分散強化銅より短く、Table4に示すように $\Delta\epsilon_t=1.5\%$ では約80%に、 $\Delta\epsilon_t=0.6\%$ では約35%と低ひずみ範囲になるほど寿命差は大きくなっていった。しかし分散強化銅の塑性ひずみ範囲は接合材より小さいため、塑性ひずみ範囲で比較すると両者の寿命はほぼ等しかった。

3. 3 SEMによる破面と亀裂の観察

低サイクル疲労試験による接合材の破断箇所は、Table4に示すように、 $\Delta\epsilon_t=1.5$ 、 1.2% では接合面より約6~7mm離れた分散強化銅側で、 $\Delta\epsilon_t=1.0\%$ 以下では接合界面近傍の分散強化銅部であった。Fig. 7は $\Delta\epsilon_t=1\%$ の試験で破断直前に停止し、試験片を軸方向に切断した断面のSEM観察結果で、この場合の疲労破壊は界面より数 μm 離れた分散強化銅部で起こっていた。Fig. 8に高ひずみ、低ひずみ範囲で破断した接合材の分散強化銅側の破面のSEM写真を示す。いずれもき裂は試験片表面より発生伝播していた。全ひずみ範囲が大きく、界面より離れて破断した試験片の破面は凹凸が大きく、ストライエーション状の模様が見られた。一方全ひずみ範囲が小さく、界面近傍で破断した破面は平坦で、全面に小さなディンプルが見られ、ディンプル内に金属間化合物が観察された。

3. 4 繰返し変形挙動

Fig. 9は低サイクル疲労試験中の応力振幅の変化を $\Delta\epsilon_t=0.75$ 、 1.5% を例に取り、316ステンレス鋼、分散強化銅および接合材について、比較した結果である。分散強化銅の応力振幅は約30サイクルまでほぼ一定で、その後少し軟化した。316ステンレス鋼は疲労試験開始後急速に繰返し加工硬化し、 $\Delta\epsilon_t=1.5\%$ では応力振幅は約700サイクルで一定になり、 $\Delta\epsilon_t=0.75\%$ では約30サイクルまで硬化し、その後軟化した。接合材では約30サイクルまで316ステンレス鋼と同様に硬化し、その後は分散強化銅と同様に軟化していた。

Fig. 10は低サイクル疲労試験中の応力ひずみヒステリシス曲線を各材料で比較した結果である。Fig. 10(a)は $\Delta\epsilon_t=1.5\%$ の試験開始第1サイクルのヒステリシス曲線である。316ステンレス鋼の耐力や最大応力は分散強化銅に比べ低く、塑性ひずみ範囲は大きい。したがって316ステンレス鋼は分散強化銅に比べ変形しやすく、接合材のヒステリシス曲線は316ステンレス鋼にほぼ一致していた。つまり接合材の第1サイク

ルでは、塑性変形はほとんど316ステンレス鋼側に起こっており、316ステンレス鋼側の塑性変形量は同一ひずみの316ステンレス鋼に比較して大きいと考えられる。したがって接合材では繰返し加工硬化が、316ステンレス鋼のみに比べ大きいこと予想されるが、これについては後に考察する。

Fig. 10(b)(c)は $\Delta \varepsilon_t = 1.5$ 、 0.75% の $N = 1/2 N_f$ 時の応力ひずみヒステリシス曲線である。いずれの全ひずみ範囲においても316ステンレス鋼の塑性ひずみ範囲は分散強化銅より大きく、接合材はその中間にある。応力振幅は316ステンレス鋼が繰返し硬化するため、 $\Delta \varepsilon_t = 1.5\%$ では316ステンレス鋼が分散強化銅に比べ約30MPa大きく、 $\Delta \varepsilon_t = 0.75\%$ では逆に分散強化銅が約20MPa大きい。Fig. 11に $1/2 N_f$ 時の繰返し応力ひずみ曲線を示す。316ステンレス鋼と分散強化銅の応力を比較すると、316ステンレス鋼の加工硬化は分散強化銅より大きく、繰返し応力ひずみ曲線はひずみ約0.55%で交差している。低ひずみにおいては分散強化銅の応力が大きい、高ひずみでは316ステンレス鋼が大きくなっていた。接合材の応力は、ひずみ0.75% ($\Delta \varepsilon_t = 1.5\%$)では分散強化銅と316ステンレス鋼の中間にあるが、それ以下のひずみでは316ステンレス鋼や分散強化銅の応力に等しいか若干大きくなっていた。

3. 5 疲労中のひずみ分布

Fig. 12は接合材の引張り側の塑性ひずみ分布を $\Delta \varepsilon_t = 1.5$ 、 0.75% について測定した結果である。測定はいずれも繰返し加工硬化が飽和に達した $N = 100$ サイクルで行った。 $\Delta \varepsilon_t = 1.5\%$ では塑性ひずみ分布に勾配があり、316ステンレス鋼に比べ分散強化銅側が大きく、最大ひずみは界面より6~7mm離れた分散強化銅側で生じていた。これは接合材 $\Delta \varepsilon_t = 1.5$ 、 1.2% での破断箇所と一致していた。一方 $\Delta \varepsilon_t = 0.75\%$ では塑性ひずみに勾配はなく、分散強化銅内および316ステンレス鋼内では塑性ひずみはほぼ一定で、分散強化銅に比較し316ステンレス鋼側の塑性ひずみが大きくなっていた。またいずれのひずみ範囲においても、界面部に塑性ひずみの集中はみられなかった。

4. 考 察

Fig. 12に示したように疲労中の接合材の塑性ひずみ分布は、低ひずみ範囲では316ステンレス鋼が大きく、高ひずみ範囲では分散強化銅側が大きくなっていた。坂根ら⁽¹⁰⁾は高ニッケル合金鋼と低合金鋼の摩擦圧接材の低サイクル疲労試験について、有限要素法を用いた非弾性解析を行い、最大ひずみは降伏応力が小さく、変形の起こりやすい低合金鋼側の界面より離れたところで生じると報告している。本実験も高ひずみ範囲では分散強化銅は変形しやすく、界面部においては316ステンレス鋼から変形が拘束されるため、塑性ひずみが小さく、疲労破壊が接合面より離れたところで起こったと考えられる。逆に低ひずみ範囲では316ステンレス鋼が変形しやすく、分散強

ルでは、塑性変形はほとんど316ステンレス鋼側に起こっており、316ステンレス鋼側の塑性変形量は同一ひずみの316ステンレス鋼に比較して大きいと考えられる。したがって接合材では繰返し加工硬化が、316ステンレス鋼のみに比べ大きいこと予想されるが、これについては後に考察する。

Fig. 10(b)(c) は $\Delta \varepsilon_t = 1.5$ 、 0.75% の $N = 1/2 N_f$ 時の応力ひずみヒステリシス曲線である。いずれの全ひずみ範囲においても316ステンレス鋼の塑性ひずみ範囲は分散強化銅より大きく、接合材はその中間にある。応力振幅は316ステンレス鋼が繰返し硬化するため、 $\Delta \varepsilon_t = 1.5\%$ では316ステンレス鋼が分散強化銅に比べ約30MPa大きく、 $\Delta \varepsilon_t = 0.75\%$ では逆に分散強化銅が約20MPa大きい。Fig. 11に $1/2 N_f$ 時の繰返し応力ひずみ曲線を示す。316ステンレス鋼と分散強化銅の応力を比較すると、316ステンレス鋼の加工硬化は分散強化銅より大きく、繰返し応力ひずみ曲線はひずみ約0.55%で交差している。低ひずみにおいては分散強化銅の応力が大きい、高ひずみでは316ステンレス鋼が大きくなっていた。接合材の応力は、ひずみ0.75% ($\Delta \varepsilon_t = 1.5\%$) では分散強化銅と316ステンレス鋼の中間にあるが、それ以下のひずみでは316ステンレス鋼や分散強化銅の応力に等しいか若干大きくなっていた。

3. 5 疲労中のひずみ分布

Fig. 12は接合材の引張り側の塑性ひずみ分布を $\Delta \varepsilon_t = 1.5$ 、 0.75% について測定した結果である。測定はいずれも繰返し加工硬化が飽和に達した $N = 100$ サイクルで行った。 $\Delta \varepsilon_t = 1.5\%$ では塑性ひずみ分布に勾配があり、316ステンレス鋼に比べ分散強化銅側が大きく、最大ひずみは界面より6~7mm離れた分散強化銅側で生じていた。これは接合材 $\Delta \varepsilon_t = 1.5$ 、 1.2% での破断箇所と一致していた。一方 $\Delta \varepsilon_t = 0.75\%$ では塑性ひずみに勾配はなく、分散強化銅内および316ステンレス鋼内では塑性ひずみはほぼ一定で、分散強化銅に比較し316ステンレス鋼側の塑性ひずみが大きくなっていた。またいずれのひずみ範囲においても、界面部に塑性ひずみの集中はみられなかった。

4. 考 察

Fig. 12に示したように疲労中の接合材の塑性ひずみ分布は、低ひずみ範囲では316ステンレス鋼が大きく、高ひずみ範囲では分散強化銅側が大きくなっていた。坂根ら⁽¹⁰⁾は高ニッケル合金鋼と低合金鋼の摩擦圧接材の低サイクル疲労試験について、有限要素法を用いた非弾性解析を行い、最大ひずみは降伏応力が小さく、変形の起こりやすい低合金鋼側の界面より離れたところで生じると報告している。本実験も高ひずみ範囲では分散強化銅は変形しやすく、界面部においては316ステンレス鋼から変形が拘束されるため、塑性ひずみが小さく、疲労破壊が接合面より離れたところで起こったと考えられる。逆に低ひずみ範囲では316ステンレス鋼が変形しやすく、分散強

化銅側の塑性ひずみ分布は一樣であり、界面近傍の分散強化銅側での破壊は、界面近傍の金属間化合物や再結晶領域が原因であると考えられる。

Fig. 11に示したように、接合材では低サイクル疲労中の負荷応力が、 $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$ 以下のひずみ範囲では、分散強化銅、316ステンレス鋼のみに比べて大きく、 $\Delta \varepsilon_t = 1.5\%$ のように316ステンレス鋼と分散強化銅の中間の応力にならなかった。この原因として、接合界面部の応力やひずみが多軸状態になり、変形が拘束されていることが考えられる。また他の原因として、低サイクル疲労試験開始直後では、接合材の316ステンレス鋼側の変形が大きく、繰返し硬化が316ステンレス鋼のみに比べて大きいことが考えられる。そこで316ステンレス鋼を用い、全ひずみ範囲を低サイクル疲労試験中に減少させ、応力振幅の変化を比較した。実験は $\Delta \varepsilon_t = 0.6\%$ 一定と $\Delta \varepsilon_t = 1.5\%$ で5サイクル繰返した後 $\Delta \varepsilon_t = 0.6\%$ にひずみ範囲を減少させ行った。その結果をFig. 13に示す。ひずみ範囲減少後はただちに応力振幅も減少し、 $\Delta \varepsilon_t = 0.6\%$ の応力振幅に一致していた。つまり接合材の316ステンレス鋼側の全ひずみ範囲は、試験開始直後は大きいですが、すぐに加工硬化し、負荷ひずみに応じた変形応力になった。したがって接合材 $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$ 以下で負荷応力が大きい原因は、接合界面部で応力やひずみが多軸状態になり、変形が拘束されるためと考えられる。

5. 結 論

アルミナ分散強化銅と316ステンレス鋼の拡散接合を行い、接合界面の組織を調べた。さらにアルミナ分散強化銅、316ステンレス鋼および拡散接合材の低サイクル疲労試験を行い、それらの疲労特性を検討し、次の結論が得られた。

(1) 拡散接合材の分散強化銅の界面近傍では金属間化合物が生成し、アルミナの分散はなく、結晶粒の方向は母材と異なっていた。この領域では分散強化銅は再結晶を起こしており、強度も小さいと考えられる。

(2) 低サイクル疲労寿命は316ステンレス鋼が長く、接合材が最も短かった。接合材と分散強化銅を比較すると、接合材の寿命が短く、その寿命差は低ひずみ範囲になるほど大きくなり、 $\Delta \varepsilon_t = 0.6\%$ で接合材は分散強化銅の35%の寿命しかなかった。

(3) 各材料の繰返し応力ひずみ曲線を比較すると、316ステンレス鋼は分散強化銅より加工硬化が大きく、応力は低ひずみ範囲においては分散強化銅が大きく、高ひずみ範囲では316ステンレス鋼が大きくなっていた。接合材の応力は $\Delta \varepsilon_t = 1.5\%$ では分散強化銅と316ステンレス鋼の中間にあるが、それ以下のひずみでは316ステンレス鋼や分散強化銅の応力に等しいか若干大きくなっていた。

(4) 接合材の低サイクル疲労試験による破断箇所は $\Delta \varepsilon_t = 1.5, 1.2\%$ の高ひずみ範囲では、接合面より6~7mm離れた分散強化銅部であった。しかし $\Delta \varepsilon_t = 1\%$

化銅側の塑性ひずみ分布は一樣であり、界面近傍の分散強化銅側での破壊は、界面近傍の金属間化合物や再結晶領域が原因であると考えられる。

Fig. 11に示したように、接合材では低サイクル疲労中の負荷応力が、 $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$ 以下のひずみ範囲では、分散強化銅、316ステンレス鋼のみに比べて大きく、 $\Delta \varepsilon_t = 1.5\%$ のように316ステンレス鋼と分散強化銅の中間の応力にならなかった。この原因として、接合界面部の応力やひずみが多軸状態になり、変形が拘束されていることが考えられる。また他の原因として、低サイクル疲労試験開始直後では、接合材の316ステンレス鋼側の変形が大きく、繰返し硬化が316ステンレス鋼のみに比べて大きいことが考えられる。そこで316ステンレス鋼を用い、全ひずみ範囲を低サイクル疲労試験中に減少させ、応力振幅の変化を比較した。実験は $\Delta \varepsilon_t = 0.6\%$ 一定と $\Delta \varepsilon_t = 1.5\%$ で5サイクル繰返した後 $\Delta \varepsilon_t = 0.6\%$ にひずみ範囲を減少させ行った。その結果をFig. 13に示す。ひずみ範囲減少後はただちに応力振幅も減少し、 $\Delta \varepsilon_t = 0.6\%$ の応力振幅に一致していた。つまり接合材の316ステンレス鋼側の全ひずみ範囲は、試験開始直後は大きいですが、すぐに加工硬化し、負荷ひずみに応じた変形応力になった。したがって接合材 $\Delta \varepsilon_t = 1.2\%$ 以下で負荷応力が大きい原因は、接合界面部で応力やひずみが多軸状態になり、変形が拘束されるためと考えられる。

5. 結 論

アルミナ分散強化銅と316ステンレス鋼の拡散接合を行い、接合界面の組織を調べた。さらにアルミナ分散強化銅、316ステンレス鋼および拡散接合材の低サイクル疲労試験を行い、それらの疲労特性を検討し、次の結論が得られた。

(1) 拡散接合材の分散強化銅の界面近傍では金属間化合物が生成し、アルミナの分散はなく、結晶粒の方向は母材と異なっていた。この領域では分散強化銅は再結晶を起こしており、強度も小さいと考えられる。

(2) 低サイクル疲労寿命は316ステンレス鋼が長く、接合材が最も短かった。接合材と分散強化銅を比較すると、接合材の寿命が短く、その寿命差は低ひずみ範囲になるほど大きくなり、 $\Delta \varepsilon_t = 0.6\%$ で接合材は分散強化銅の35%の寿命しかなかった。

(3) 各材料の繰返し応力ひずみ曲線を比較すると、316ステンレス鋼は分散強化銅より加工硬化が大きく、応力は低ひずみ範囲においては分散強化銅が大きく、高ひずみ範囲では316ステンレス鋼が大きくなっていた。接合材の応力は $\Delta \varepsilon_t = 1.5\%$ では分散強化銅と316ステンレス鋼の中間にあるが、それ以下のひずみでは316ステンレス鋼や分散強化銅の応力に等しいか若干大きくなっていた。

(4) 接合材の低サイクル疲労試験による破断箇所は $\Delta \varepsilon_t = 1.5$ 、 1.2% の高ひずみ範囲では、接合面より6~7mm離れた分散強化銅部であった。しかし $\Delta \varepsilon_t = 1\%$

以下の低ひずみ範囲では、界面より数 μm 離れた分散強化銅部で破壊し、破面は全面にディンプルが見られ、ディンプル内に金属間化合物が観察された。

(5) 接合材の疲労試験中の塑性ひずみは、 $\Delta\epsilon_t=1.5\%$ の高ひずみ範囲では接合面より6~7mm離れた分散強化銅部で最大であった。これは接合部の変形が316ステンレス鋼より拘束されるためと考えられる。一方 $\Delta\epsilon_t=0.75\%$ では塑性ひずみは316ステンレス鋼側が大きく、分散強化銅部では一様であった。 $\Delta\epsilon_t=1\%$ 以下における接合界面近傍の分散強化銅での破壊は、金属間化合物や再結晶領域が原因と考えられる。

参 考 文 献

- (1) 松田、核融合研究、65-1、25、(1991)。
- (2) 苫米地、核融合研究、65-1、32(1991)。
- (3) 戸田・ほか8名、原子力学会誌、34-10、918(1992)。
- (4) 高津・ほか5名、原子力学会誌、33-8、737(1991)。
- (5) 日本溶接協会原子力研究委員会編、核融合実験炉
構造設計指針第1次案の作成成果報告書(1993)。
- (6) 西・武藤・荒木、原子力学会誌、36-5、432(1994)。
- (7) 西・荒木、原子力学会誌、掲載予定。
- (8) Bartle P. M., Welding Journal, 54-11, 799(1975)。
- (9) 迎・ほか3名、溶接学会論文集、6-3、374(1988)。
- (10) 坂根・大南・若井、材料、41-471、1786(1992)。
- (11) Wakai T.・ほか4名、J. Eng. Mater. Technol., 115-1, 109(1993)。
- (12) 中山・ほか4名、材料、33-367、447(1984)。

以下の低ひずみ範囲では、界面より数 μm 離れた分散強化銅部で破壊し、破面は全面にディンプルが見られ、ディンプル内に金属間化合物が観察された。

(5) 接合材の疲労試験中の塑性ひずみは、 $\Delta\epsilon_t=1.5\%$ の高ひずみ範囲では接合面より6~7mm離れた分散強化銅部で最大であった。これは接合部の変形が316ステンレス鋼より拘束されるためと考えられる。一方 $\Delta\epsilon_t=0.75\%$ では塑性ひずみは316ステンレス鋼側が大きく、分散強化銅部では一様であった。 $\Delta\epsilon_t=1\%$ 以下における接合界面近傍の分散強化銅での破壊は、金属間化合物や再結晶領域が原因と考えられる。

参 考 文 献

- (1) 松田、核融合研究、65-1、25、(1991)。
- (2) 吉米地、核融合研究、65-1、32(1991)。
- (3) 戸田・ほか8名、原子力学会誌、34-10、918(1992)。
- (4) 高津・ほか5名、原子力学会誌、33-8、737(1991)。
- (5) 日本溶接協会原子力研究委員会編、核融合実験炉
構造設計指針第1次案の作成成果報告書(1993)。
- (6) 西・武藤・荒木、原子力学会誌、36-5、432(1994)。
- (7) 西・荒木、原子力学会誌、掲載予定。
- (8) Bartle P. M., Welding Journal, 54-11, 799(1975)。
- (9) 迎・ほか3名、溶接学会論文集、6-3、374(1988)。
- (10) 坂根・大南・若井、材料、41-471、1786(1992)。
- (11) Wakai T.・ほか4名、J. Eng. Mater. Technol., 115-1, 109(1993)。
- (12) 中山・ほか4名、材料、33-367、447(1984)。

Table 1 Chemical Compositions.

Alumina dispersion strengthened copper (DS Cu)

Al	O	Fe	Pb	B	S	Cu
0.14	0.092	0.007	0.001	0.018	<0.001	Bal

316 stainless steel

C	Ni	Cr	Mo	Mn	Si	P	S	Fe
0.03	10.25	16.29	2.10	1.19	0.44	0.032	0.002	Bal

Table 2 Conditions of diffusion bonding.

Bonding Temperature	1273K
Bonding Pressure	9.8MPa
Hold time	3.6ks
Vacuum	5×10^{-3} Pa
Roughness of surfaces	0.2 μ m

Table 3 Tensile properties of used materials.

Material	0.2% proof stress [MPa]	Tensile strength [MPa]	Elongation [%]	Reduction of area [%]
316 SS	237	549	55	78
DS Cu	299	399	27	70
Joint	230	398	22	71

Table 4 Results of low cycle fatigue tests.

$\Delta \epsilon_t$	DS Cu		316SS		Joints			$\frac{N_f(\text{joint})}{N_f(\text{DS Cu})}$
	$\Delta \epsilon_p$ (1/2 N_f)	N_f	$\Delta \epsilon_p$ (1/2 N_f)	N_f	$\Delta \epsilon_p$ (1/2 N_f)	N_f	Position of fracture	
1.5%	0.898%	914	1.002%	4550	0.983%	740	DS Cu	0.809
1.2	0.649	2091	0.793	9650	0.742	1590	DS Cu	0.760
1.0	0.461	6024	0.637	21050	0.538	4056	Interface	0.673
0.75	0.261	14950	0.434	66500	0.361	9080	Interface	0.607
0.6	0.129	43497	-	-	0.266	15076	Interface	0.347

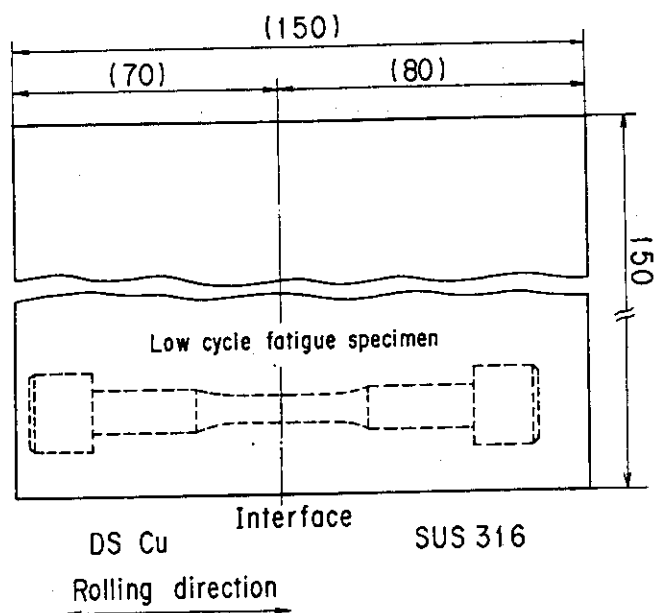


Fig.1 Bonding procedure.

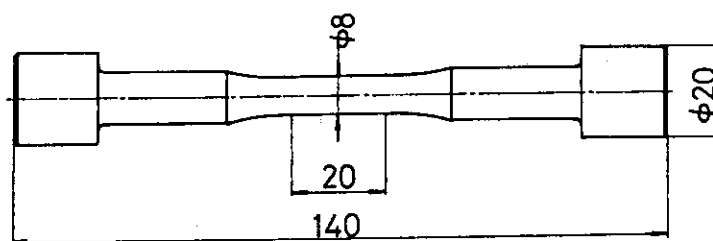


Fig.2 Shape and dimensions of the specimen tested(mm).

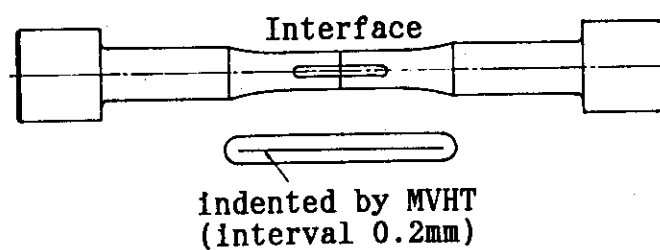
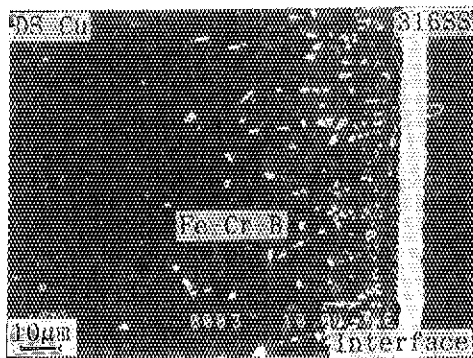
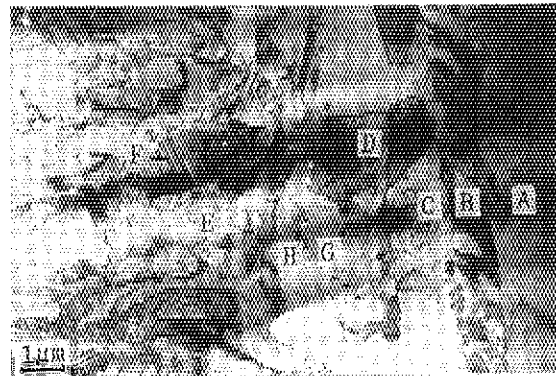


Fig.3 Measuring method of strain distribution of bonded specimen.



(a) SEM observation



A: 316SS B: Fe rich 316SS
C: Cu D: Cu E: Cu
F: Fe-Cr-B G: Fe-Cr-Mo-C H: Al_2O_3

(b) TEM observation

Fig.4 Microstructure near the interface of joint.

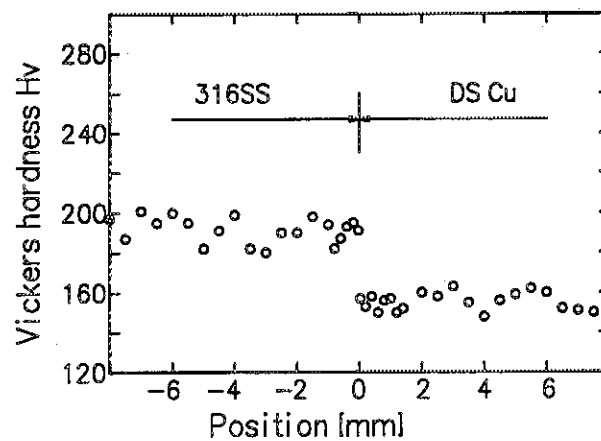


Fig.5 Distribution of hardness in the joint.

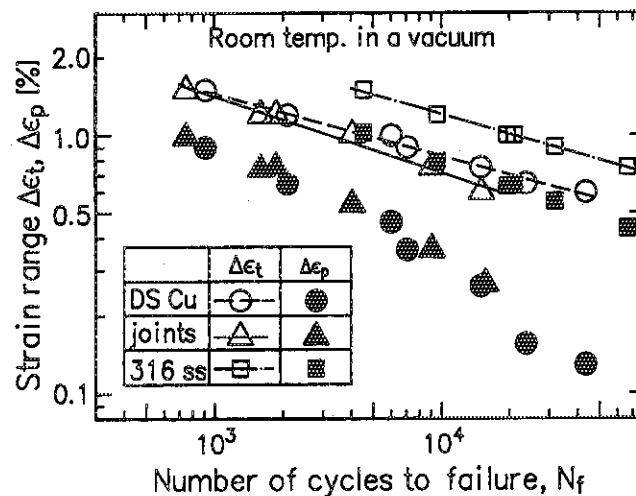


Fig.6 Low cycle fatigue strength.

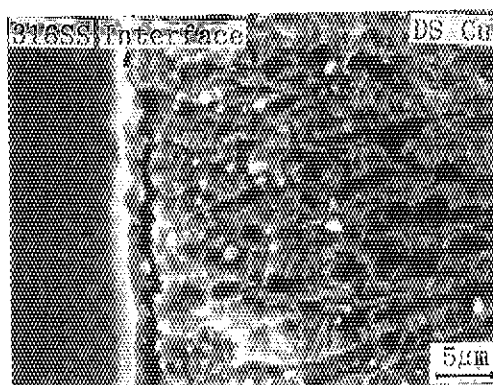
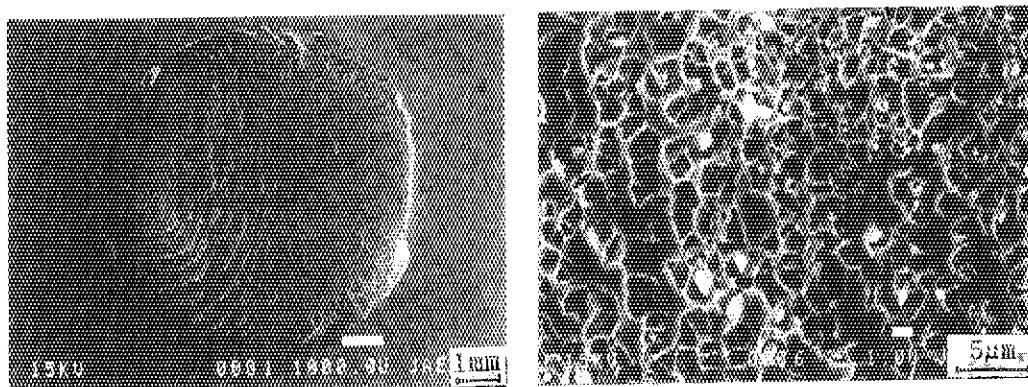
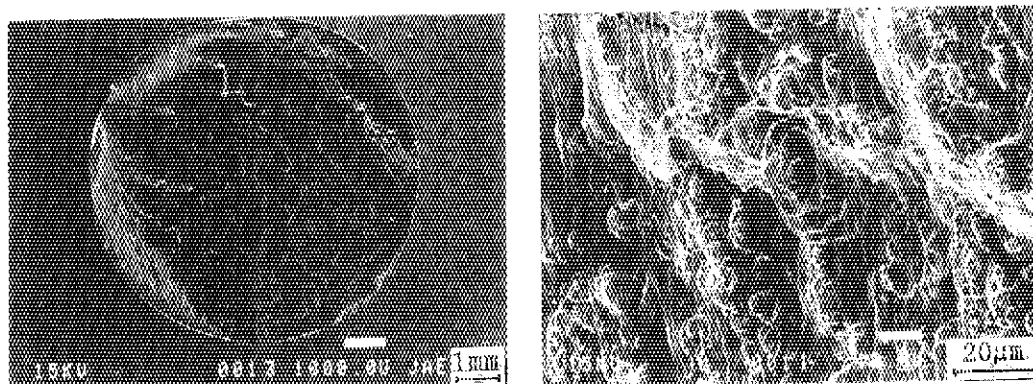


Fig.7 Sectional view of fatigue tested specimen.
($\Delta\epsilon_t = 1\%$)



(b) $\Delta\epsilon_t = 1\%$



(a) $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$

Fig.8 SEM observations of fracture surface of joint.

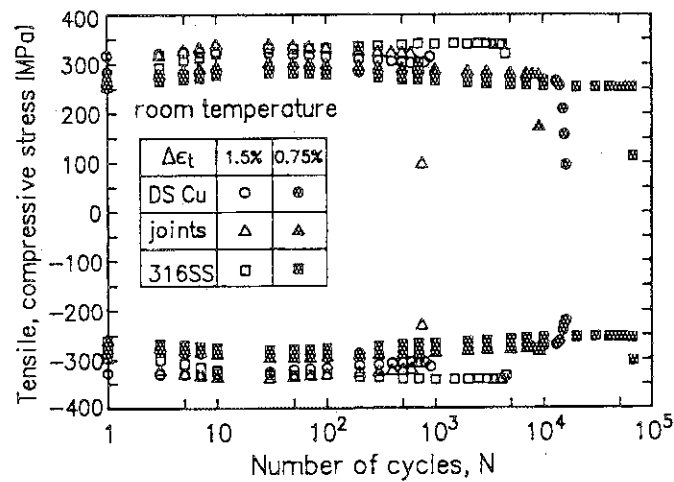
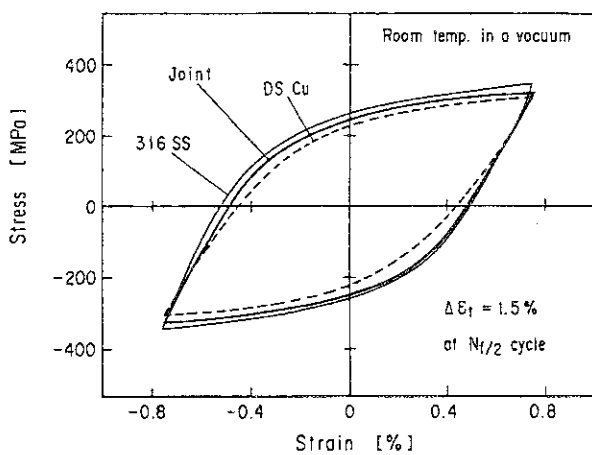
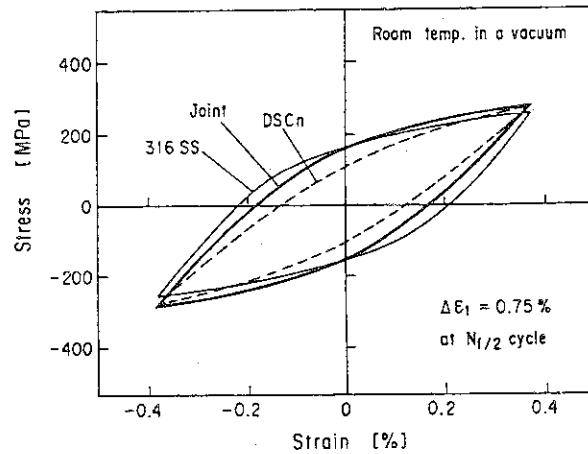


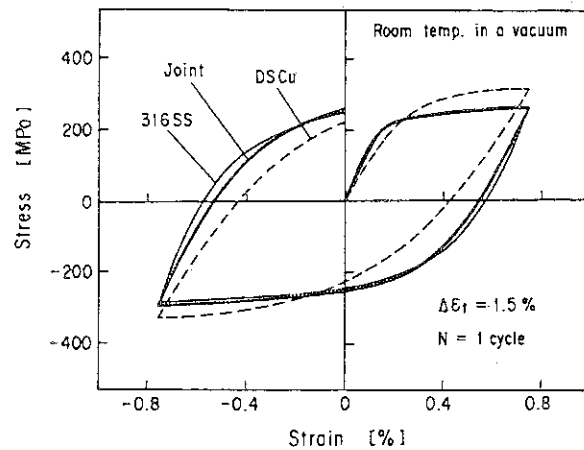
Fig.9 An example of variation of the stress amplitude in fatigue test.



(b) $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$ $N = 1/2 N_f$



(c) $\Delta\epsilon_t = 0.75\%$ $N = 1/2 N_f$



(a) $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$ $N = 1$

Fig.10 Comparison of stress strain hysteresis loops among 316SS, DS Cu and joint.

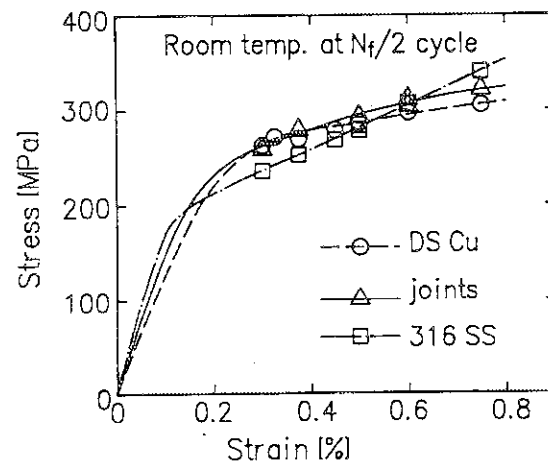


Fig.11 Cyclic stress strain relations in low cycle fatigue test.

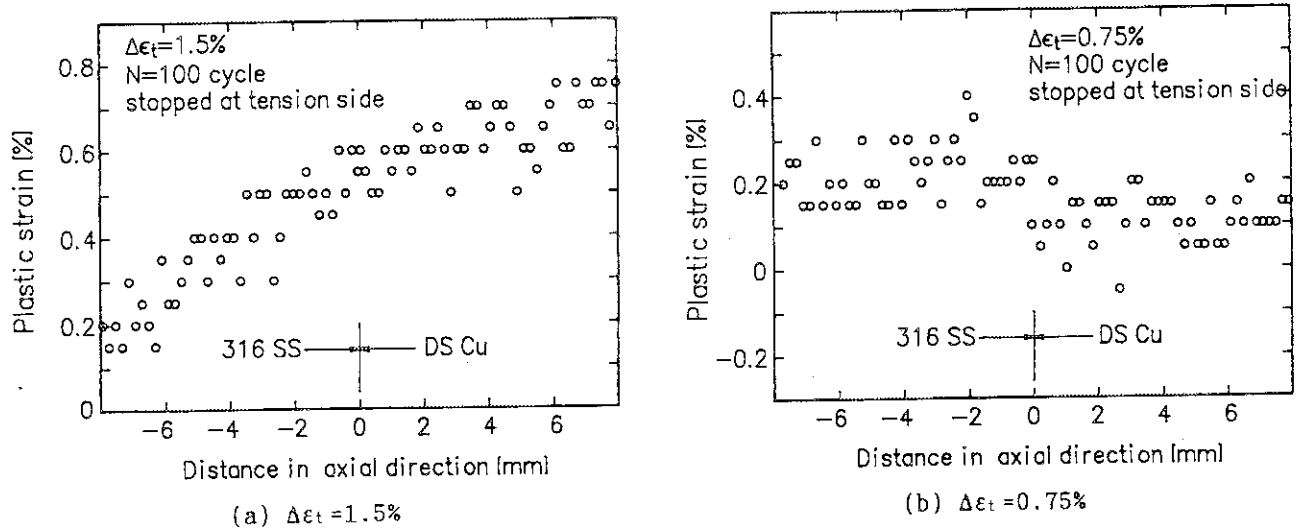


Fig.12 Plastic strain distribution of fatigue tested specimens of joint.

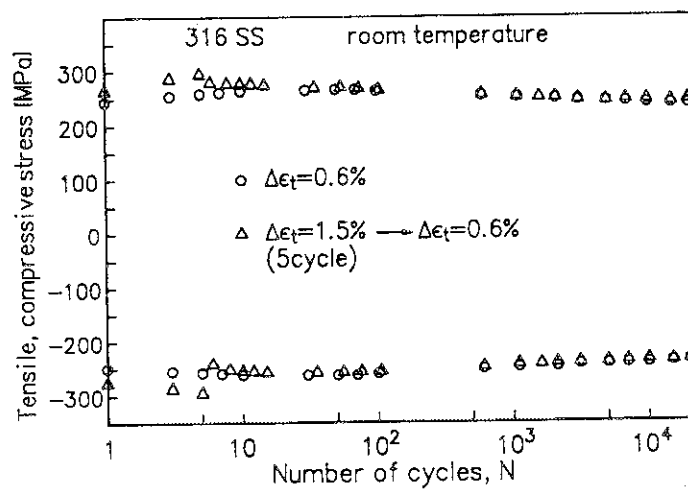


Fig.13 Comparison of stress amplitude between constant strain and decreased strain fatigue tests.