

JAERI-Research
98-004



HIP法により作製された分散強化銅/ ステンレス鋼接合材の接合特性評価

1998年2月

金成守康・秦野歳久・佐藤 聰・古谷一幸
黒田敏公・榎枝幹男・阿部哲也・高津英幸

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。
入手の問合わせは、日本原子力研究所研究情報部研究情報課（〒319-1195 茨城県那珂郡東海村）あて、お申し越しください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-1195 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 Research Information Division, Department of Intellectual Resources, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken, 319-1195, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1998

編集兼発行 日本原子力研究所
印 刷 いばらき印刷(株)

H I P法により作製された分散強化銅／ステンレス鋼接合材の接合特性評価

日本原子力研究所那珂研究所核融合工学部

金成 守康・秦野 歳久・佐藤 聰・古谷 一幸

黒田 敏公・榎枝 幹男・阿部 哲也・高津 英幸

(1998年1月21日受理)

国際熱核融合実験炉（ITER）等の炉内構造物である遮蔽ブランケットは、第一壁と遮蔽体の一体型モジュール構造とすることが提案されている。この一体型第一壁の製作には、ヒートシンク材のアルミナ分散強化銅（DS-Cu）と遮蔽体のステンレス鋼（SS316L）の高温静水圧法（HIP）による接合が提案されている。本研究は、3種類の接合温度（1253K、1303K、1323K）で作製されたHIP接合材について、とくに接合界面近傍（数百μmの範囲）のSEM観察、EPMA分析、微小硬さ試験を行うことによりSS材に対するDS-Cu材の接合性を比較評価した結果を報告するものである。

表面腐食前後の接合界面をSEM観察した結果、接合温度1253、1303Kの接合材においてDS-Cu内の接合界面付近に大きさ1～4μmのボイドが観察され、これらの温度における接合が不十分であったことが分かった。一方、1323Kの接合材ではボイドは観察されず良好な接合性を示した。また、すべての接合温度において、接合界面から2～5μmの位置で接合面に平行に粒界が観察された。粒界腐食後のDS-Cu組織をSEM観察した結果、1323KのHIP材において、その結晶粒は受け入れ材の約2倍に粗大化し接合時に再結晶温度領域に達したことが分かった。しかし、その硬さは受け入れ材の硬さに等しく粗大化による機械的性質の変化はなかった。一方、1253K、1303KのHIP材において、結晶粒の成長はなかった。アルミニウムのEPMA定性分析の結果、すべてのHIP材においてDS-Cu内の接合界面付近にアルミナの凝集が観察された。凝集の強さおよび範囲は接合温度が上昇するにつれて大きくなり、1323KのHIP材における凝集の範囲は接合界面から約50μmに達していることが判った。微小硬さ分布測定の結果、1323KのHIP材において、接合界面から約50μmにわたるDS-Cu内で著しい硬さの低下を示し、その最低値は無酸素銅の硬さのレベルに達していた。また、EPMA分析結果を考慮すると、この硬さの低下は分散アルミナが凝集したことにより引き起こされたと推測される。一方、1253K、1303KのHIP材において硬さの低下はなかった。以上の結果より、3種類の接合温度で作製したHIP材の中で1323Kの同接合材

が、ボイドを生成しない、接合界面以外では著しい機械的性質の変化がない等、接合材の健全性確保の観点からもっとも良好な接合特性を示していると結論づけられる。

Characterization of HIP Bunded DS-Cu/SS316L Joints for Fusion Experimental Reactors

Moriyasu KANARI, Toshihisa HATANO, Satoshi SATO, Kazuyuki FURUYA,
Toshimasa KURODA, Mikio ENOEDA, Tetsuya ABE and Hideyuki TAKATSU

Department of Fusion Engineering Research
Naka Fusion Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Naka-machi, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received January 21, 1998)

A shielding blanket design in a fusion reactor such as ITER (International Thermonuclear Experimental Reactor) has been proposed to be a modular structure integrated with the first wall. In view of the fabrication, HIP (Hot Isostatic Pressing) method has been proposed for the joining of dispersion strengthened copper (DS-Cu) and type 316L stainless steel (SS316L) at the first wall. Characterization of DS-Cu in HIP joints bonded at three different temperatures (1253K, 1303K and 1323K) has been performed placing emphasis on metallurgical quality at the interfacial region of some hundred μm by means of conventional observation and testing techniques. The results from SEM (Scanning Electron Microscope) observation of these joints before and after intergranular corrosion to DS-Cu have shown that in two joints HIPed at lower temperatures (1253K and 1303K) some voids of $1 \sim 4 \mu\text{m}$ exist in the vicinity to the interface, while in the other one HIPed at the highest temperature (1323K) there is no void and the joint reveals good bondability. And in all the joints grain boundary has been developed parallel to the interface. The results of SEM observation of DS-Cu grains have shown that in a joint at 1323K the grains have slightly coarsened to the size larger than as-received DS-Cu by a factor of 2, despite the hardness of that remains as as-received DS-Cu. While in the other two joints grain remains as large as as-received DS-Cu. The results from EPMA (Electron Probe Microscopic Analysis) of aluminium in DS-Cu has shown that in all the joints accumulation of alumina has occurred in the vicinity to the interface and the length of the accumulated region increases as the increase of the HIP temperature and reaches up to $50 \mu\text{m}$ from the interface at 1323K. The results from Vickers hardness test have shown that in a joint bonded at 1323K the hardness decreases to the level of an oxygen free copper in the vicinity to the interface, implying that

the distribution of alumina has changed. From these experiments, it can be concluded that the joint at 1323K has exhibited the highest performance in terms of bondability.

Keywords: ITER, Shielding Blanket, First Wall, HIP, DS-Cu, Characterization

目 次

1.はじめに	1
2.実験方法	2
3.結果および考察	3
3.1 SEM観察	3
3.2 EPMA定性分析	4
3.3 硬さ試験	4
3.4 ボイド生成、アルミナの凝集に対する考察	5
4.まとめ	6
謝 辞	7
参考文献	8

Contents

1. Introduction	1
2. Experimental	2
3. Results and Discussions	3
3.1 SEM Observation	3
3.2 EPMA Analysis	4
3.3 Hardness Test	4
3.4 Discussion for Existing Viod and Alumina Accumulaiton	5
4. Summary	6
Acknowledgement	7
References	8

This is a blank page.

1. はじめに

ブランケットは主としてトリチウムの増殖、熱エネルギーの取り出し及び超伝導コイルに対する14MeV中性子遮蔽の役割を担い、核融合炉がエネルギー・システムと位置づけられるための中核となる機器である。国際熱核融合実験炉(ITER)の設計では、その運転初期においてトリチウム増殖機能をもたない、遮蔽を主目的とした遮蔽ブランケットが設置される。炉内構造物である遮蔽ブランケットは真空容器で支持されるバックプレートと呼ばれるトロイダル方向に連続した構造物に接続される。遮蔽ブランケットは第一壁と遮蔽体の一体型モジュール構造が提案されている[1]。Fig.1に1セクターのバックプレートと遮蔽ブランケット、Fig.2に遮蔽ブランケットと第一壁部分の断面図を示す。ブランケットは、強大な電磁力、高い中性子負荷、表面熱流束を受けたため、これらの負荷に耐える構造体の製作法の開発がブランケット開発の重要な課題である。

遮蔽ブランケットは、第一壁と遮蔽体が一体化された、高さ1~2mのモジュール構造を有している。プラズマに面するアーマー材にはベリリウム(Be)、ヒートシンク材には分散強化銅(Dispersion strengthened copper, DS-Cu)、構造体および冷却流路にはステンレス鋼(ANSI規格: SS)が用いられ、それらが接合されて一体構造を構成するため、異材接合技術の開発とその評価が重要な課題の一つである。遮蔽ブランケットモジュールの製作手法として、高い接合強度と寸法精度が得られ放射線場での高い強度維持が期待できる拡散接合の一種であるHIP(Hot isostatic pressing)法を用い、製作工程を少なくするため、DS-Cu材とDS-Cu材およびDS-Cu材とSS材、SS材とSS材の接合を同時に行う製作手法が提案されている[2]。しかし、従来、核融合第一壁の様な内部に冷却流路を有する複雑形状構造体の製作にHIP法が適用された例は乏しく、また、異材接合にHIP接合を適用した研究例も少ない。DS-Cu材/DS-Cu材+DS-Cu材/SS材+SS材/SS材の同時HIP接合については、従来、全く研究が行われていない。西ら[3, 4]は、DS-Cu材/DS-Cu材およびDS-Cu材/SS材のHIP接合における接合温度、圧力および保持時間の接合性に対する影響を調べ、両接合材において接合温度が高いほど引張り強度、衝撃吸収エネルギーが高く、圧力および保持時間の効果は小さいことを示した。黒田ら[5]は、予め最適化したSS材/SS材のHIP条件を基にDS-Cuの融点(1356K)を考慮して、DS-Cu/SS316L接合について3種類の温度条件(1258K、1303Kおよび1323K)でHIP接合した試験体の引張り、シャルピー衝撃、疲労試験を行い、最高接合温度(1323K)でHIPした接合材の衝撃吸収エネルギーが他の2材に比べて著しく高く、疲労寿命も長いことを示した。佐藤ら[2]は、同接合温度で同時HIPしたブランケット/第一壁構造体の部分モックアップモデルを試作し遮蔽ブランケットモジュールの製作性を実証した。しかし、西ら、黒田らの試験結果からDS-Cu/SS HIP材の接合温度が機械強度に及ぼす影響については定量的に示されている一方、接合材の機械強度がその接合特性に強く依存するにも関わらず、同材の接合特性と機械強度の関係は明らかにされていない。またいずれの試験においても、一部の試料を除いて、試料の破壊はほぼDS-Cu/SS接合界面付近のDS-Cu内で発生しており、その破壊メカニズムを明らかにすることはHIP接合における両材料間の接合挙動を工学的に理解し、同材を設計する上で重要である。

本研究では、DS-Cu/SS HIP接合材の機械強度に及ぼす接合温度の影響を金属学的な立場から

調べた。特に、各強度試験において破壊が接合界面付近の DS-Cu 内で発生していることから、焦点をこの接合界面に絞り、3種類の接合温度で HIP した同接合材について次の各試験を行った。

- 1) 接合界面において、表面研磨処理前後に SEM 観察を行い接合状態の観察および結晶粒界の有無を調べた。
- 2) DS-Cu 内で粒界腐食後の組織を SEM 観察し再結晶、結晶粗大化の有無を調べた。
- 3) アルミニウムの EPMA 定性分析を行い DS-Cu 中のアルミナの分布状態の変化を調べた。
- 4) 接合界面の硬さ分布を測定し機械的性質の変化を調べた。

以下に、2章で各試験方法について述べ、3章で各試験結果を示すとともにそれらを考察し、4章でまとめを行う。

2. 実験方法

DS-Cu/SS HIP 接合材の DS-Cu には、ITER 遮蔽ブランケットヒートシンク材候補であるアルミニウムを 0.25% 添加した分散強化銅 GLIDCOP® AL25¹⁾、SS 材にはオーステナイト系ステンレス低炭素鋼 (SS316L) が用いられた。また、HIP 前処理として予め両材料の接合面はあらさ $Rz = 1 \sim 2 \mu\text{m}$ に機械加工後、アセトン洗浄された。接合条件は圧力および保持時間は一定とし温度のみをパラメータとするよう、Table 1 に示す条件で接合された。供試材は、これらの接合材から所定の寸法に切り出し、各試験結果への試料表面のうねりおよびあらさの影響を最小限に抑えるために、表面を Table 2 に示す条件で研磨後、鏡面仕上げした。さらに、機械加工によって試料表面に生ずる加工変質層の硬さ試験への影響を最小限に抑えるとともに結晶粒を鮮明に観察するため、両試験前に予め試料表面を Table 2 に示す条件で粒界腐食した。

Fig.3 に試料表面上の各試験位置を示す。SEM 観察は、Fig.3 の DS-Cu 内の接合界面付近において粒界腐食前後に、接合界面から 1mm 離れた位置において粒界腐食後に電子顕微鏡 JSM-5410²⁾ を用いて行った。EPMA 定性分析は、EPMA 分析装置 JXA-8600MX²⁾ を用い、接合界面付近で DS-Cu 材のアルミニウム (Al)、銅 (Cu) と SS 材の鉄 (Fe)、クロム (Cr) を分析し、接合界面から 1mm 離れた DS-Cu 内で Al を分析した。硬さ試験は、ヴィッカース微小硬さ試験機 MHT2³⁾ を用いて負荷荷重 10gf で行った。測定は、接合界面から 1mm の範囲内で、接合界面から 50μm までは 12.5μm ごとに測定し、以下同様に 100μm まで 50μm ごと、500μm まで 100μm ごとに測定した。なお、測定は隣り合う圧痕同士の弾塑性変形域が重なり合わないように圧痕間の距離が圧痕対角線長さの 2 倍になるように接合面に対し $\pi/6$ rad 傾いた線状 (図中、一点鎖線) で行い、界面から同一距離において 5 回ずつ測定した。また、SS 材についても同様の方法で硬さを測定した。比較のため、DS-Cu 受け入れ材について腐食後の組織観察、硬さ試験および Al の EPMA 定性分析を行った。

¹⁾ SCM Metal Products, Inc.

²⁾ 日本電子 (株)

³⁾ 松沢精機 (株)

3. 結果および考察

3.1 SEM観察

Fig.4に各HIP接合材について表面研磨後に観察したDS-Cu/SS界面のSEM像を示す(1253K(a), 1303K(b)および1323K(c))。図より、接合温度1253K(a)、1323K(b)のHIP材において、DS-Cu内の接合界面付近に接合面に沿って $1\sim4\mu\text{m}$ のポイドが観察され、図から測定される接合長さに対するポイド率はそれぞれ31%、32%に達している。これらのポイドは、試料全体に渡って観察され、これらの温度における接合が不十分であることを示している。一方、1323K(c)においてポイドは観察されず良好な接合性を示している。これらの事実は、黒田ら[5]によって示されたシャルピー衝撃試験、疲労試験結果と良く一致する。すなわちポイドなどの欠陥は、そのエッジにおいて容易に応力集中を生じて塑性変形を起こしやすく破壊の起点となり、その結果、材料の破壊靭性および寿命を著しく低下させる[7]。従って、1253K、1303KのHIP材における衝撃値、寿命の低下はこれらポイドの存在に起因すると考えられる。

Fig.5-1に各HIP材について粒界腐食後に観察したDS-Cu/SS界面のSEM像を示す(1253K(a), 1303K(b)および1323(c))。図より、すべてのHIP材において((a), (b)および(c))、接合界面から $2\sim5\mu\text{m}$ の位置で接合面に平行に結晶粒界が観察される。接合面からこれらの結晶粒界までの距離は接合温度の上昇とともに大きくなり、特にFig.5-1(a), (b)における粒界の位置はFig.4(a), (b)において観察されたポイドの位置とほぼ一致する。また、これらの結晶粒界には、析出物が観察され、その組成はEPMA定性分析結果(Figs.5-2, 5-3, 5-4および5-5)からSS側からDS-Cu内に拡散したCr、FeとDS-Cu内に予め分散されたアルミナ(Al_2O_3)から成ることが分かった。この粒界の位置は、黒田ら[5]の各機械試験において観察されたHIP材の破壊発生位置と一致しており、この粒界を起点にして材料が破壊したと考えられる。すなわち母材と異なる元素の粒界での偏析は、結晶間の結合を著しく低下させ、その結果、粒界の強度を低下させる[7]。同HIP接合材の場合、粒界が接合面に対して平行に形成されており、この粒界が強度の最も低い面として振る舞い、破壊に至ったと考えられる。

Fig.6-1に、各接合材について接合界面から1mm離れた位置で観察した粒界腐食後のDS-Cu組織を示す(1253K(a), 1303K(b)および1323K(c))。また、比較のため、同様の表面処理を行ったDS-Cu受け入れ材の観察結果をFig.7(a)に示す。図より、受け入れ材の結晶粒大きさは $0.5\sim5\mu\text{m}$ 程度の微細組織であることがわかる。接合温度1253K(a)および1303K(b)のHIP材における結晶粒大きさは、受け入れ材とほぼ同じで、これらのHIP温度における結晶粗大化は認められず、DS-Cuの再結晶温度以下であったことを示している。一方、1323K(c)における結晶粒大きさは、 $2\sim10\mu\text{m}$ に達し受け入れ材と比べると約2倍に成長しており、DS-Cuの結晶粗大化温度に達したことを示している。材料の降伏応力は結晶粒が大きくなるにつれて低下することは、ペッチの式[8]によって予測されているが、同HIP材において結晶粒大きさは受け入れ材の2倍程度にすぎず、DS-Cu材の機械的性質に及ぼす影響は少ないと考えられる。むしろ、DS-Cu材の降伏応力は、その強化機構から考えて転位の移動抵抗であるアルミナの分散状態の変化に強く依存すると考えられる。これらの結論は、硬さ試験結果(本稿3.3)において述べる。

3.2 EPMA 定性分析

Figs.5-2, 5-3, 5-4 および5-5に各HIP材について接合界面で測定したAl, Cu, Fe, CrのEPMA分析結果をそれぞれ示す(各図において、1253K (a), 1303K (b) および1323K (c))。同様に、Fig.6-2に接合界面から1mm離れたDS-Cu内でのAlの分析結果を示す(各図において、1253K (a), 1303K (b) および1323K (c))。これらの分析結果はそれぞれ、Figs.5-1およびFig.6-1に示したSEM像に対応する。また、Fig.7 (b) にDS-Cu受け入れ材におけるAlのEPMA分析結果を示す。接合温度1323Kおよび同圧力150MPaにおいて熱力学的に予測されるアルミナ→Al+酸素分解反応のGibbsの自由エネルギー差 ΔG は[9]、

$$\begin{aligned}\Delta G &= \Delta G^0 + RT \ln p_{O_2} \\ &= 169770 + 15.69T \log T - 385.8T \\ &= 1.25 \times 10^6 / (\text{J/mol}) > 0.\end{aligned}\quad (1)$$

ここで、 ΔG^0 :反応の標準自由エネルギー変化、 R :気体定数($R = 8.314 \text{ J}/(\text{mol} \cdot \text{k})$)、 T :絶対温度、 p_{O_2} :雰囲気中の酸素分圧である。式(1)より、 $\Delta G > 0$ であるので、アルミナは安定に存在する。従って、EPMAによって検出されるAlは、すべてアルミナとして存在していると考えられ、本論文では、測定されたAlはすべてアルミナとして扱う。Fig.5-2 (a), (b), (c) およびFig.7 (b) より、全てのHIP接合界面近傍において、DS-Cu内のアルミナの検出強度は受け入れ材に比べて強く、アルミナが凝集したことを示している。その凝集の強さおよび範囲は、接合温度の上昇とともに大きくなり、範囲の大きさは接合界面から1253Kで約10μm、1303Kで約30μm、1323Kで約50μmに達した。一方、Fig.6-2 (a), (b), (c) およびFig.7 (b) より、すべてのHIP材のDS-Cu内におけるアルミナの検出強度は受け入れ材とほぼ同じで、接合界面以外ではアルミナ分布状態はHIP接合によって変化しなかったことを示している。

3.3 硬さ試験

Fig.8に各接合材の界面付近において測定した硬さ分布を示す。図において、○、△および●はそれぞれ、1253K, 1303K および 1323K のHIP材における測定値の平均を示し、誤差棒は最大および最小を表す。図より、すべての接合材において、SS内の硬さ分布は、 $H_V = 190 \sim 220$ と一定で文献値[11]とほぼ一致する。接合温度1253Kおよび1303Kにおいて、DS-Cu内の硬さ分布は、 $H_V = 140 \sim 160$ と受け入れ材の硬さ $H_V = 140$ に達し、特に、接合界面から約100μmでは硬さが受け入れ材より高い。この原因として、SSから拡散したCr, Feを主成分とする析出物(Fig.5-1 (a), (b) および (c))に圧子が接触し硬さを上昇させたと考えられる。一方、1323Kの接合材の硬さ分布は、接合界面付近の約50μmの範囲内において著しく硬さが低下しており、その最小値は、無酸素銅の硬さ $H_V = 50 \sim 90$ [12]に達している。金属材料のような延性材において、硬さ H_V は、経験的に次式で降伏応力 σ_y に関連づけられることがTabor[10]によって示されている。

$$H_V \simeq 3\sigma_y. \quad (2)$$

従って、同 HIP 材の DS-Cu 内接合界面付近において、その降伏応力が HIP 处理によって低下したことは明らかである。また、この硬さの低下している範囲は、Fig.5-2 (c) において測定されたアルミナが強く凝集した範囲とよく一致している。従って、接合界面付近の硬さの低下は、均一に分散していたアルミナが凝集し、同材の分散強化効果が低下したために引き起こされたと考えられる。この事実を確認するために、硬さ試験後の同 HIP 材の DS-Cu 内において圧痕周りで Al の EPMA 定性分析を行い、アルミナの分布状態を調べた。Fig.9-1 に、同材中で押し込んだ高い硬さを示した圧痕 1 ($H_V = 145$, (a)) および低い硬さの圧痕 2 ($H_V = 67$, (b)) 周りの SEM 観察写真を示し、Fig.9-2 にそれぞれの圧痕周りの Al の EPMA 定性分析結果 ((a) および (b)) を示す。Fig.9-2 (a), (b) より、圧痕 2 周りのアルミナの分布状態は、圧痕 1 の同分布に比べて明らかに、アルミナがより強く凝集している。この事実から、アルミナの凝集が DS-Cu 材の降伏応力を低下させることは明らかである。しかし、Fig.8 より、全ての接合材の DS-Cu 内において接合界面から $400\mu\text{m}$ 以上離れた位置における硬さは、受け入れ材の硬さに達しており、また EPMA によるアルミニウムの定性分析結果 (Fig.6-1) からもアルミナの凝集は測定されなかった。このことから、接合界面以外の DS-Cu 内において、接合温度が最も高く、その結晶が受け入れ材の約 2 倍に粗大化した 1323K の接合材 (本稿 3.1) においてさえ、降伏応力の低下はないと考えられる。

3.4 ポイド生成、アルミナの凝集に対する考察

接合温度 1253K, 1303K においてポイド (Fig.4) が生成した原因として次の事柄が挙げられる。

- (a) DS-Cu ⇌ SS 相互拡散における拡散量の不均衡、すなわち、Cu が SS に過剰に拡散した。
- (b) 接合温度が Cu 融点 (1358K) に達し、冷却時の DS-Cu 凝固変態により体積収縮を起こした。
- (c) HIP 温度が低かったために DS-Cu 材が軟化せず DS-Cu 表面において、十分な塑性変形が起きなかつた等である。

しかし、(a) の仮定は、ポイドが比較的低温の 1253K, 1303K において生成していること、接合界面 DS-Cu 内における Cu, Fe および Cr の EPMA 定性分析結果 (Figs.5-3, 5-4 および 5-5) から、SS 内へ拡散した Cu の量は SS 側から DS-Cu 内へ拡散した Fe, Cr の量に比べ少ない、などの理由から考えられない。また、(b) の仮定は、次の 2 つの理由から考えられない。最も高い接合温度 1323K においてポイドが生成しておらず、また Cu の融点は HIP 壓力 150MPa の下でクラウジウス-クラペイロンの式 [9] から次のように予測される。

$$\frac{dT_m}{dp} = \frac{T_m \Delta_m V}{\Delta_m h}. \quad (3)$$

ここで、 dT_m :融点の変化、 dp :圧力変化、 T_m :293K における銅の融点、 $\Delta_m V$:融解に際してのモル体積変化、 $\Delta_m h$:融解のエンタルピー変化である。式 (3) を積分して、

$$\ln\left(\frac{T_{m2}}{T_{m1}}\right) = \frac{\Delta_m V}{\Delta_m h(p_2 - p_1)}. \quad (4)$$

式 (4) に $T_m = 1358\text{K}$ 、 $\Delta_m V = 0.319 \times 10^{-6}\text{m}^3/\text{mol}$ 、 $\Delta_m h = 13300\text{J/mol}$ 、 $p_2 - p_1 = 150 - 0.1 = 149.9\text{MPa}$ を代入すると、 $T_{m2} = 1363\text{K}$ であり、常圧 (0.1MPa) より 5K 上昇する。従って、この場合、(c) に挙げた仮定が最も妥当である。理論的には、材料内部が静水圧状態の場合、せん断応

力は発生しないので塑性変形は起きない。しかし、初期接触において両表面は完全には一致せず、部分接触しているため、接触界面において静水圧状態ではなく、塑性変形は十分に起こり得る。実際、Fig.4における接合界面の観察結果から、接触初期において完全には一致していなかったはずのDS-Cu、SS両表面が、HIP後には完全に一致しており接合部において十分な塑性変形が生じたことを示している。Fig.10に、著者らが考えるDS-Cu/SS両材料の初期接触モデルを示す。ここで、簡単のために、変形はDS-Cu内でのみ生ずると仮定する。接合前の材料表面には、もともと粗さによる高さ数 μm オーダーの突起、うねりによる数十 μm オーダーの凹凸があるため[13]、接合時には、これらの突起および凸部において初期接触が始まると考えられる（図中(a)）。また、初期の接触において突起先端では、弾性変形が生じ（図中(b)）、接触が進むにつれしだいに塑性変形へと移行する（図中(c)）。このとき突起、凸部以外では、ほとんど塑性変形は起きない。塑性変形が進むと、突起部のDS-Cuは塑性流動によって、SS表面と一致するように移動するが、変形は突起部でのみ生ずるため、それ以外ではボイド状に空間が残る。このとき、塑性域の外側では当然、強い弾性変形が生ずる（図中(d)）。さらに、荷重を加えると、DS-CuとSS表面は完全に一致すると同時に、静水圧状態を形成し、以後、塑性変形は起こらない（図中(e)）。従って、著者らは、接合温度1253K、1303KのHIP材においてボイドが生成した原因は変形が不十分であったために図中(e)まで至らず、図中(d)の状態で停止したためであると推測している。一方、1323Kにおいてボイドが生成しなかったのは、塑性変形が十分に生じ最終的に図中(e)の状態まで達したためであると推測できる。また、1303Kと1323Kを比べると、その温度差はわずか20Kであるにもかかわらず、その接合状態が違った理由として、1323KがDS-Cu再結晶温度以上であるため、十分軟化した（Fig.6-1）ことが挙げられる。

同様に、DS-Cu内の接合界面にアルミナが凝集した原因として、(a)アルミナの拡散による移動、(b)接合界面付近での強い弾塑性変形、などが挙げられる。このうち、(a)の仮定は、アルミナは、式(1)よりアルミニウムに分解されることはない、アルミナの粒径は3～12 μm [4]であり、これは銅の原子間距離に比べ著しく大きい、などの理由から考えられない。従って、著者らは、(b)の仮定からアルミナの凝集が生じたと推測している。接合界面では、両材料に作用する高い圧力によって、界面が完全に一致するまで、すなわち静水圧になるまで塑性変形が生じている（図中(d)）。このため、界面の塑性域の外側には、強い弾塑性域が存在し、当然そこで発生する強い弾塑性歪みによってアルミナが移動し凝集されたと推測できる。以上の考察から、接合界面に生ずるボイド、アルミナの凝集には、接合材表面の粗さやうねりなどの幾何学的な凹凸が密接に関連していると考えられる。特に、観察されたボイドの大きさ(1～4 μm)およびアルミナの凝集域の大きさ(最大約50 μm)が、それぞれ本稿2章で示した表面粗さ $R_z = 1 \sim 2\mu\text{m}$ およびうねりの大きさとはほぼ同等であるという事実は非常に重要であり、これらを最小限に抑えることが接合材の健全性を確保する上で重要であると考えられる。

4.まとめ

HIP法により3種類の接合温度で作製されたアルミナ分散強化銅(DS-Cu)／ステンレス鋼

(SS316L)接合材について接合界面近傍の数百 μm の範囲におけるSS材に対するDS-Cu材の接合性を比較評価した結果、次の結論を得た。

- (1) 表面腐食前後の接合界面をSEM観察した結果、接合温度1253、1303Kの接合材においてDS-Cu内の接合界面付近に大きさ1~4 μm のボイドが観察され、これらの温度における接合が不十分であったことが分かった。一方、1323Kの接合材ではボイドは観察されず良好な接合性を示した。また、すべての接合温度において接合界面から2~5 μm の位置で接合面に平行に粒界が観察された。
- (2) 粒界腐食後のDS-Cu組織をSEM観察した結果、接合温度1323KのHIP材において、その結晶粒は受け入れ材の約2倍に成長し接合時に再結晶温度に達したことが分かった。しかし、その硬さは受け入れ材の硬さに等しく結晶粒成長による機械的性質の変化はないことが分かった。一方、1253K、1303KのHIP材において、結晶粒の成長はなかった。
- (3) アルミニウムのEPMA定性分析の結果、すべてのHIP材においてDS-Cu内の接合界面付近にアルミナの凝集が観察され、その凝集の強さおよび範囲は接合温度が上昇するにつれて大きくなり、1323KのHIP材において最も強い凝集を示し、その長さは接合界面から約50 μm に達した。
- (4) 微小硬さ分布測定試験の結果、接合温度1323KのHIP材において、接合界面から約50 μm にわたるDS-Cu内で著しい硬さの低下を示した。また、その最低値は無酸素銅の硬さに達していた。一方、1253K、1303KのHIP材において硬さの低下はなかった。

以上の結果より、3種類の接合温度の中で1323Kで接合したHIP材が、ボイドを生成しない、接合界面以外での著しい機械的性質の変化がない等、接合材の健全性確保の観点からもっとも良好な接合性を示した。

さらに、DS-Cu/SS間の接触モデルが考えられ、ボイドの生成、アルミナの凝集について考察された結果、これらの現象には、接合界面でその接触初期に生ずるDS-Cu表面の弾塑性変形が影響していると推定された。また、表面のボイドの生成には、表面あらさやうねりなどの幾何学的な不均一性の存在が大きく影響していると考えられ、これらのパラメータを最小限に抑えることが重要であると考えられる。

謝　　辞

本研究を遂行するにあたり、試験装置の使用を許可して頂き、また多くの援助と助言を頂きました衛藤 基邦 室長、深谷 清 氏、馬場 信一 氏をはじめとする東海研究所高温材料工学研究室の方々、試料作製において終始有用なご助言およびご助力を頂きました原子力エンジニアリング株式会社 森 順二 氏、EPMA分析において終始有用なご助言およびご助力を頂きましたNBI加熱研究室 大楽 正幸 氏に深く感謝致します。また、本試験に供したDS-Cu受け入れ材、HIP接合ブロックを製作いただいた大崎 敏雄 氏をはじめとする川崎重工業株式会社の方々に深く感謝致します。最後に本研究にあたり、多くのご支援をいただいた核融合工学部 太田 充 部長、永島 孝次 次長およびプランケット工学研究室の方々に深く感謝致します。

参考文献

- [1] IAEA : "Technical Basis for the ITER Interim Design Report, Cost Review and Safety Analysis", ITER EDA Documentation Series, No.7(1996).
- [2] Sato,S., Furaya,K., Kuroda,T., Kurasawa,T., Togami,I., Hatano,T., Takatsu,H. and Otsaki,T. ; "Fabrication of HIPed First Wall Panel for Fusion Experimental Reactor and Preliminary analyses for its Thermo-mechanical Test", Proc. of 16th Symp. on Fusion Eng., Champaign(1995).
- [3] 西 宏, 荒木 俊充 : 原子力学会誌, 36, 1134(1994).
- [4] 西 宏, 武藤 康, 荒木 俊充 : 同上, 36, 431(1994).
- [5] Kuroda,T., Sato,S., Hatano,T., Furuya,K. and Takatsu,H. : "Development of HIPed Cu-alloy/SS First Wall for Fusion Experimental Reactor", Proc. of 4th JAPAN-CHINA Symp. on Mater. for Advanced Energy Syst. and Fission and Fusion Eng. and The 10th JAPAN-CHINA Symp. of JCSTEA Series, Hokkaido(1996).
- [6] Sato,S., Kuroda,T., Kurasawa,T., Furuya,K., Togami,I. and Takatsu,H. : J. of Nucl. Mater., 233-237, 940(1996).
- [7] 例えば, 日本材料学会 : "材料強度学", 京都, 15(1986).
- [8] Petch,N. : Philos. Mag., 3, 1089(1958).
- [9] 向井楠宏 : "化学熱力学の使い方", 共立出版, 東京, 126(1993).
- [10] Tabor,D. : "Hardness of metals", Clarendon Press, Oxford(1951).
- [11] ステンレス協会編 : "ステンレス鋼便覧", 日刊工業新聞社, 東京, 184(1995).
- [12] 中小企業事業団 : 中小企業研究所:"材料利用ハンドブック", 日刊工業新聞社, 東京, 59(1988).
- [13] たとえば, 日本機械学会 : "機械工学便覧", 東京, 17-190(1977).

Table 1 HIP conditions of the joints.

	DS-Cu/SS HIP joints		
Temperature/K	1253	1303	1323
Pressure/MPa	150		
Hold. time/h	2		

Table 2 Polishing and itragranularly corroded conditions for SEM observation, hardness test and EPMA.

Polishing	Ground by #500, #800, #1200, #2400 water-proof paper. Mirror surface finished by $0.04\mu\text{m}$ SiO_2 .
Corrosion	H_2O_2 blended liquid.

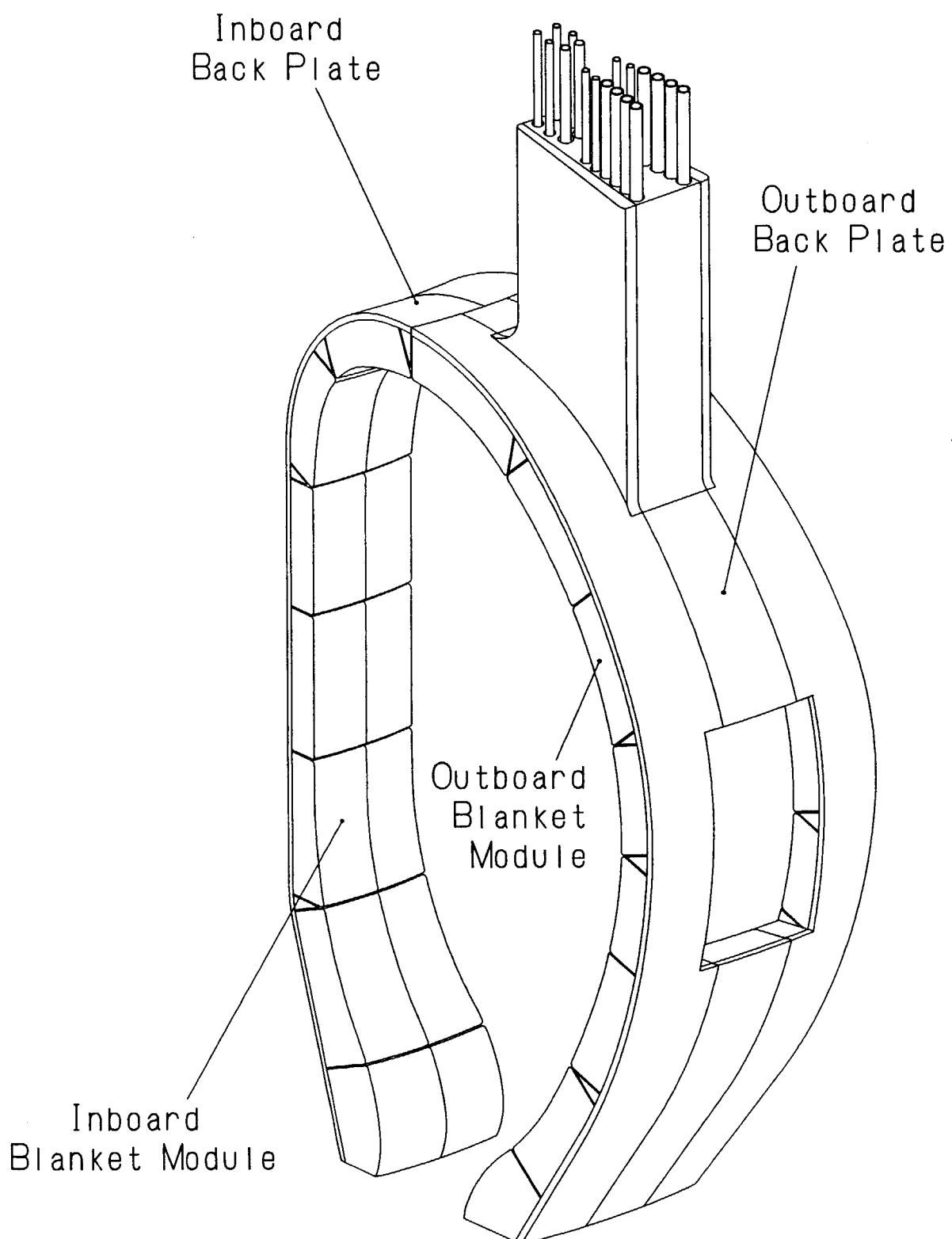


Fig. 1 ITER shielding blanket and back plate for a sector.

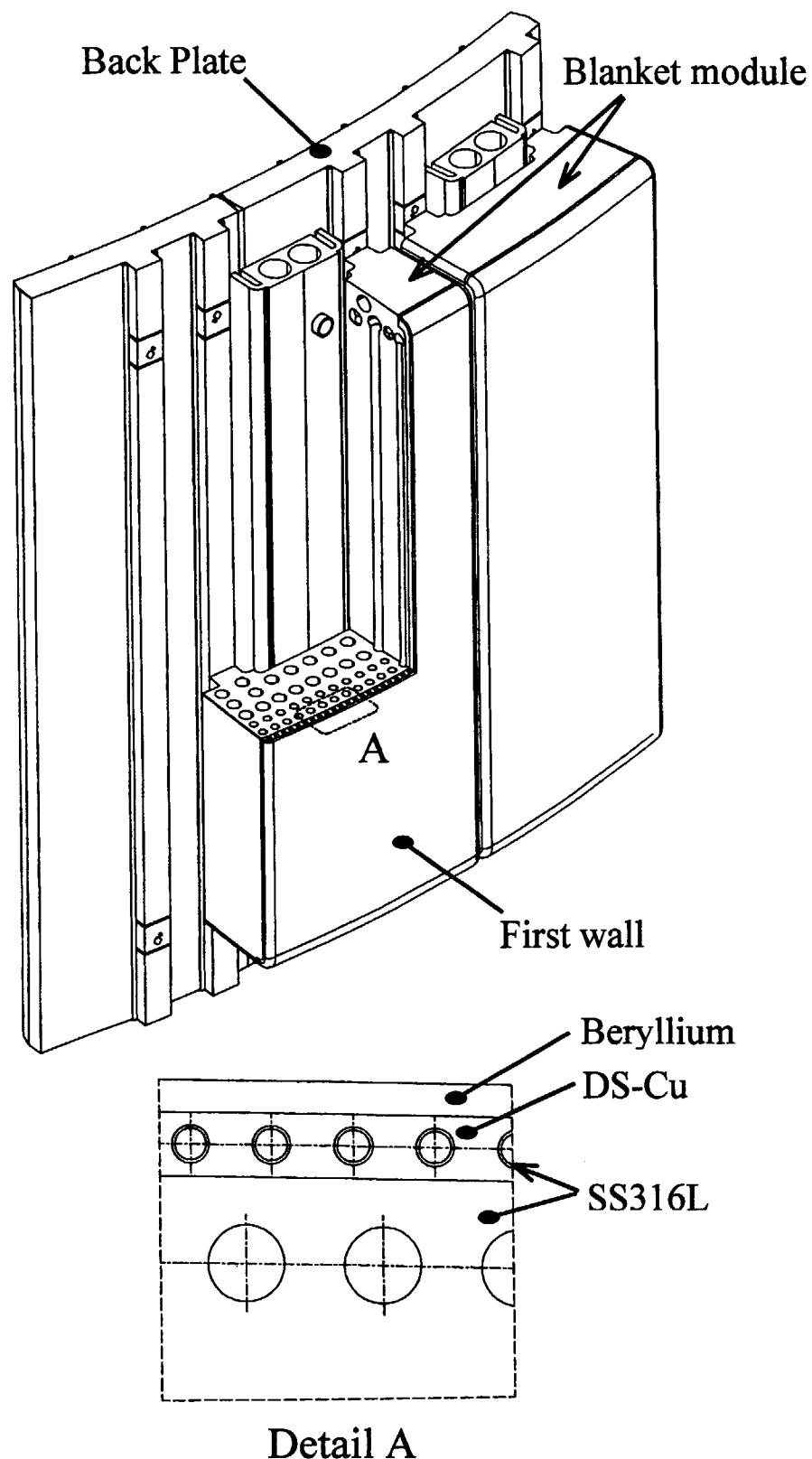


Fig. 2 Cut-away view of the ITER shielding blanket module.

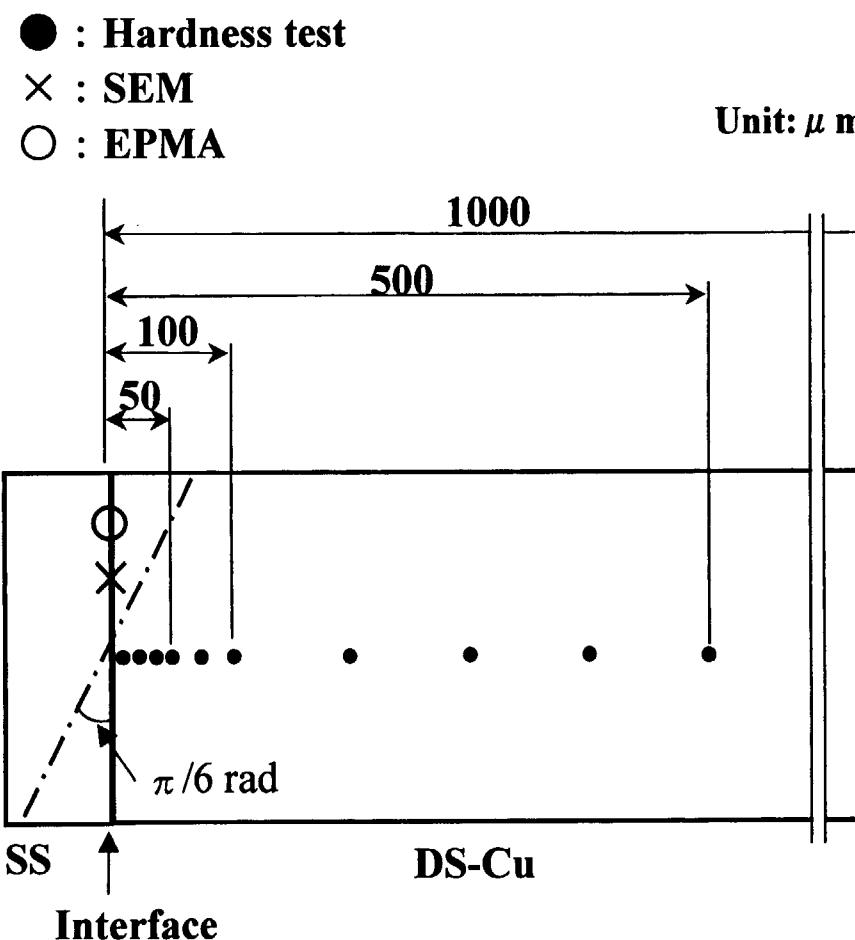


Fig. 3 Points of SEM observation, EPMA and hardness test on DS-Cu.

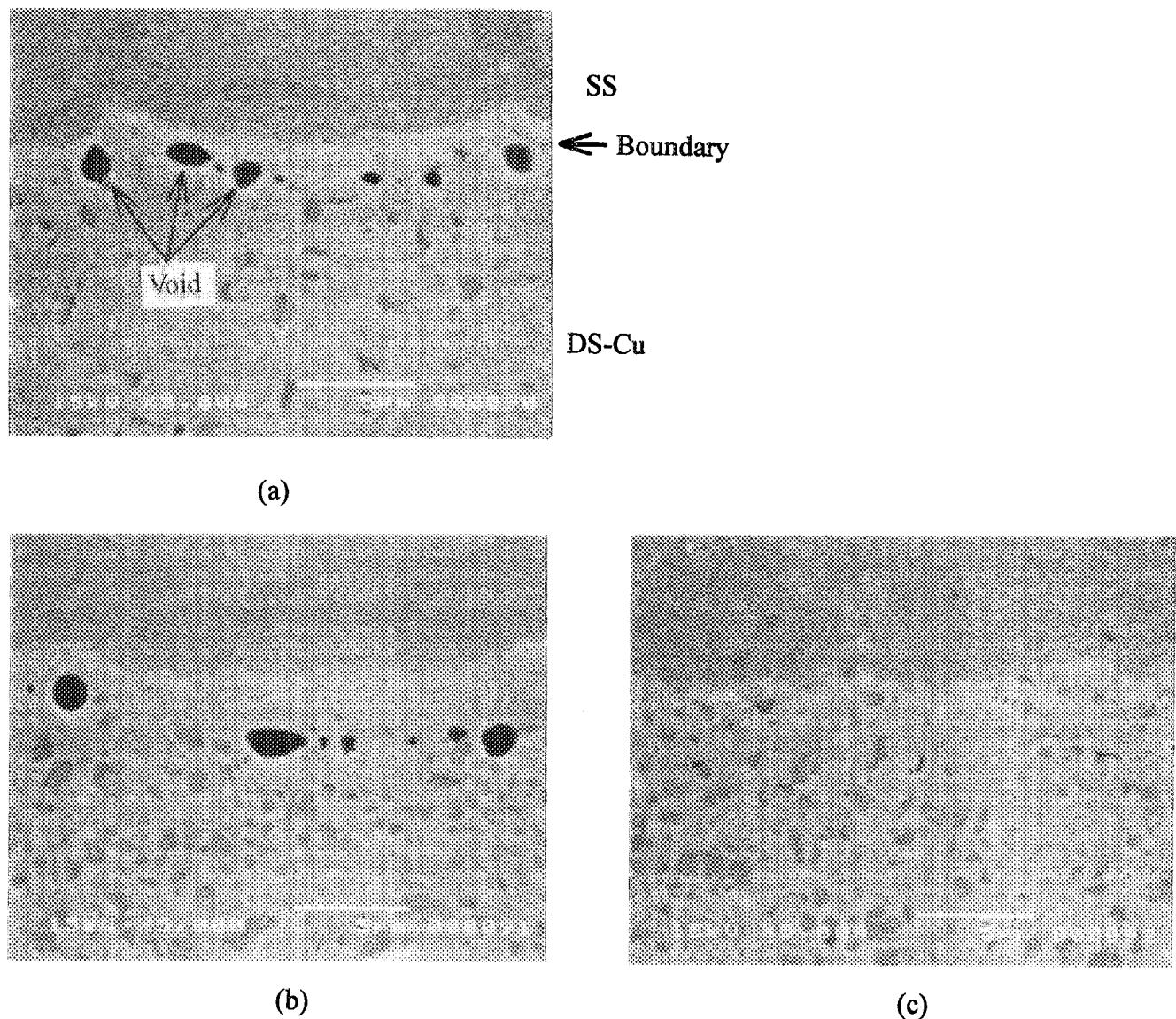


Fig. 4 SEM micrographs of as-polished DS-Cu/SS HIP joints at the interface. 1253K(a), 1303K(b) and 1323K(c). In two joints HIPed at lower temperature((a) and (b)), some voids are observed in the interfacial region between DS-Cu and SS. While in the one HIPed at the highest temperature((c)), the existence of void is not confirmed.

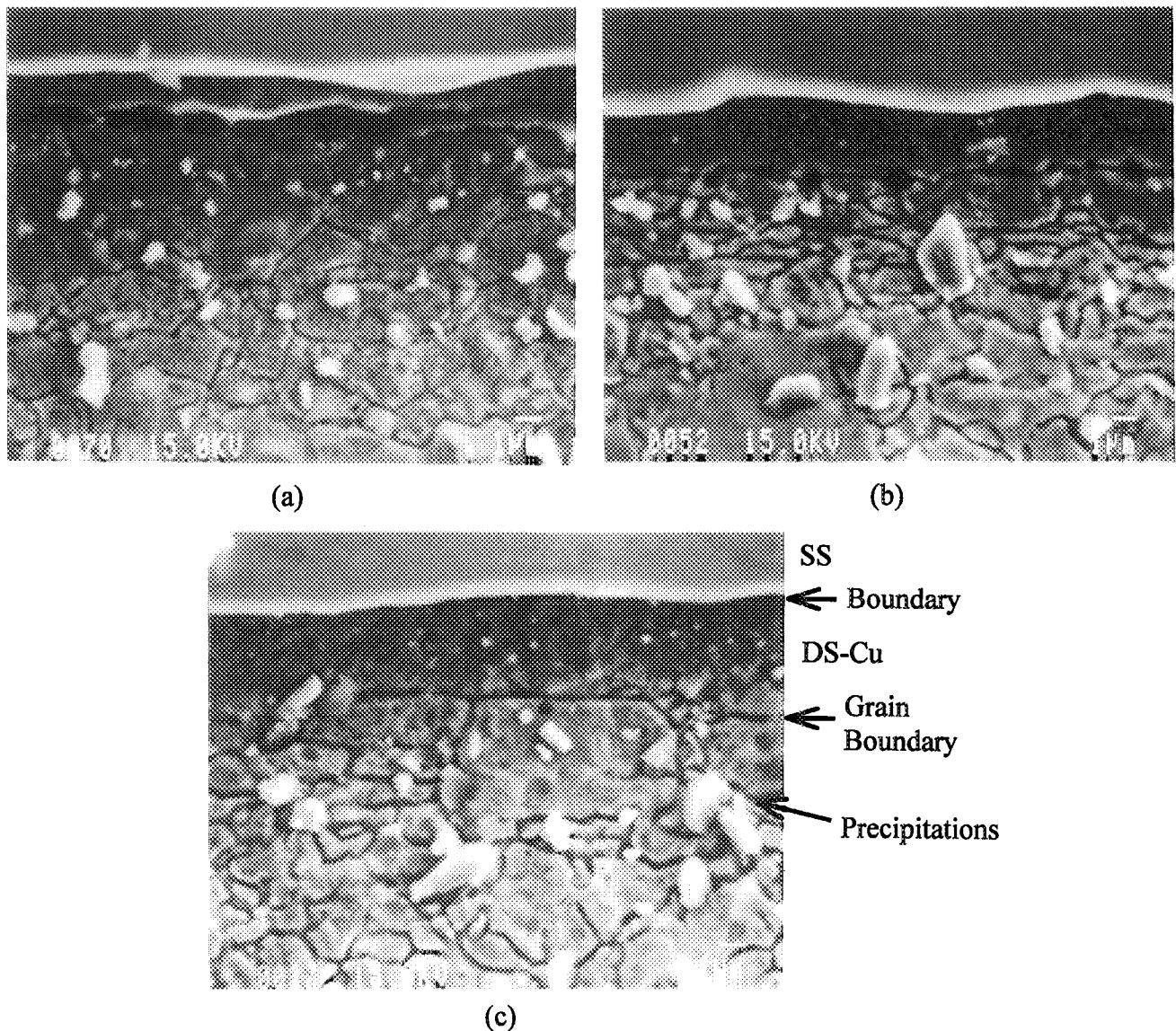


Fig. 5-1 SEM micrographs of intergranular corroded DS-Cu/SS HIP joints at the interface. (a) for 1253K, (b) for 1303K and (c) for 1323K. In all the HIP joints((a), (b) and (c)), grain boundaries are observed in parallel to and 1 ~ 3 μ m away from the HIP interface.

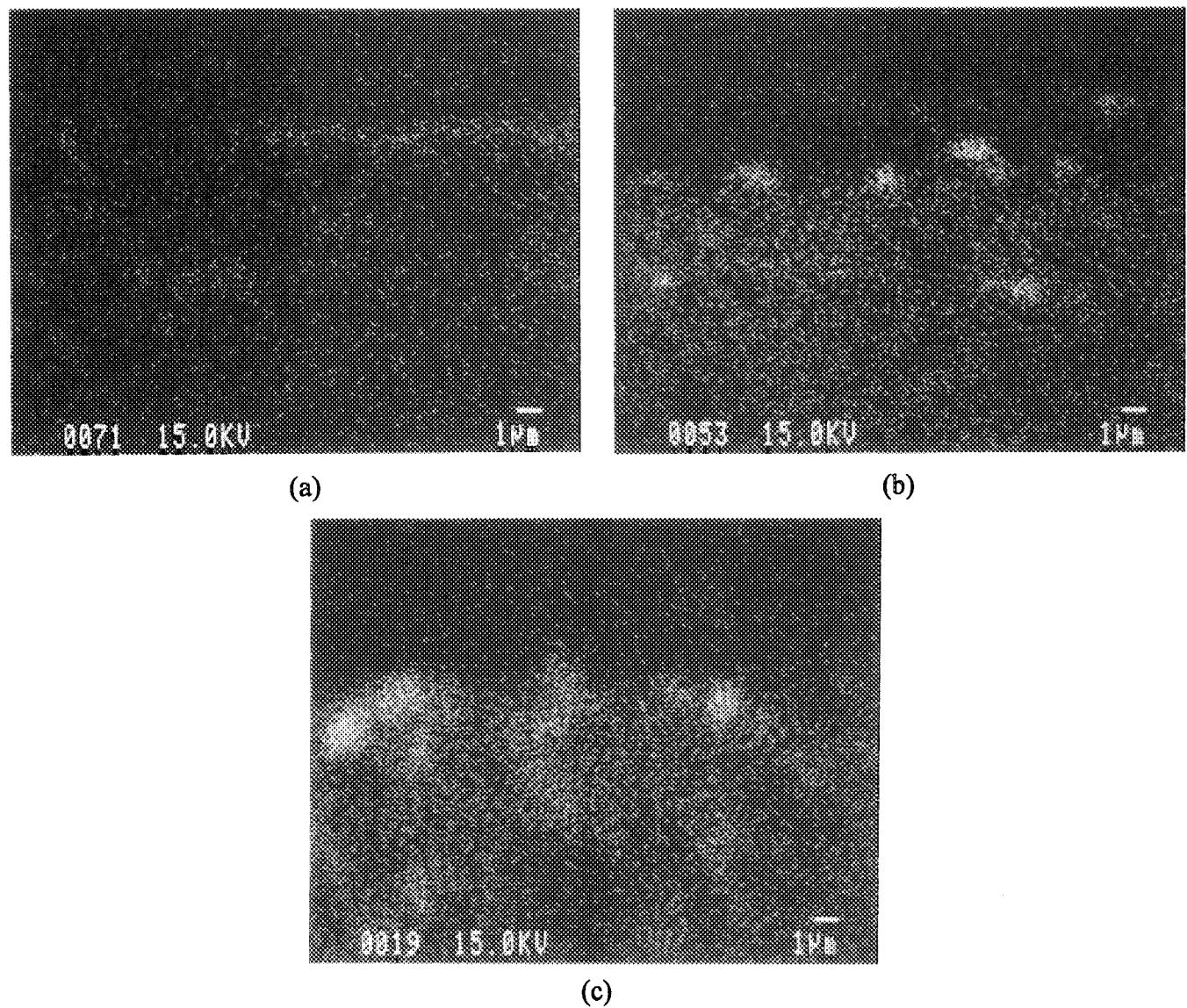


Fig. 5-2 EPMA images of Al for DS-Cu/SS HIP joints at the interface. (a), (b) and (c) correspond to those SEM micrographs in Fig.5-1, respectively.

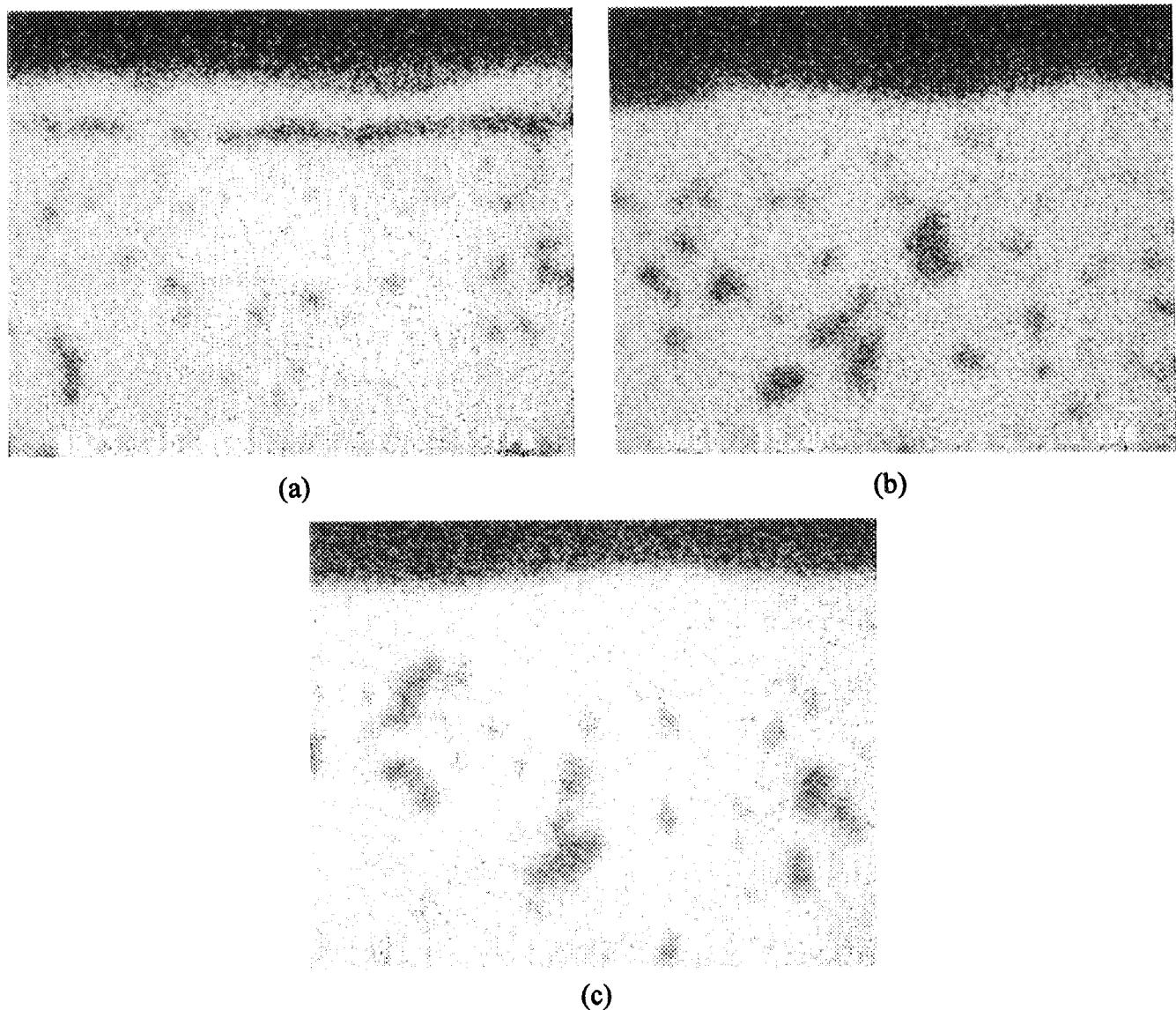


Fig. 5-3 EPMA images of Cu for DS-Cu/SS HIP joints at the interface. (a), (b) and (c) correspond to those SEM micrographs in Fig.5-1, respectively.

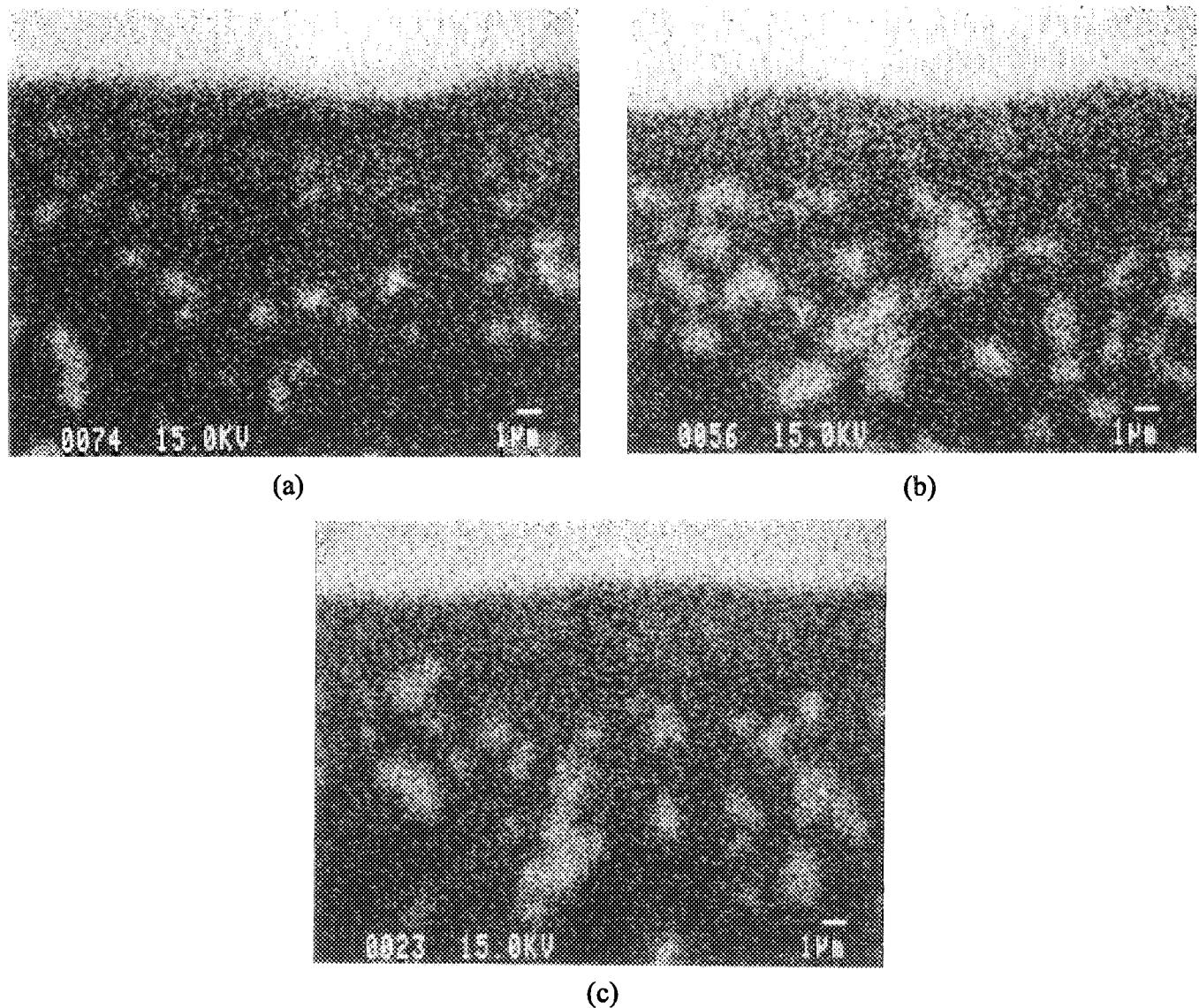


Fig. 5-4 EPMA images of Fe for DS-Cu/SS HIP joints at the interface. (a), (b) and (c) correspond to those SEM micrographs in Fig.5-1, respectively.

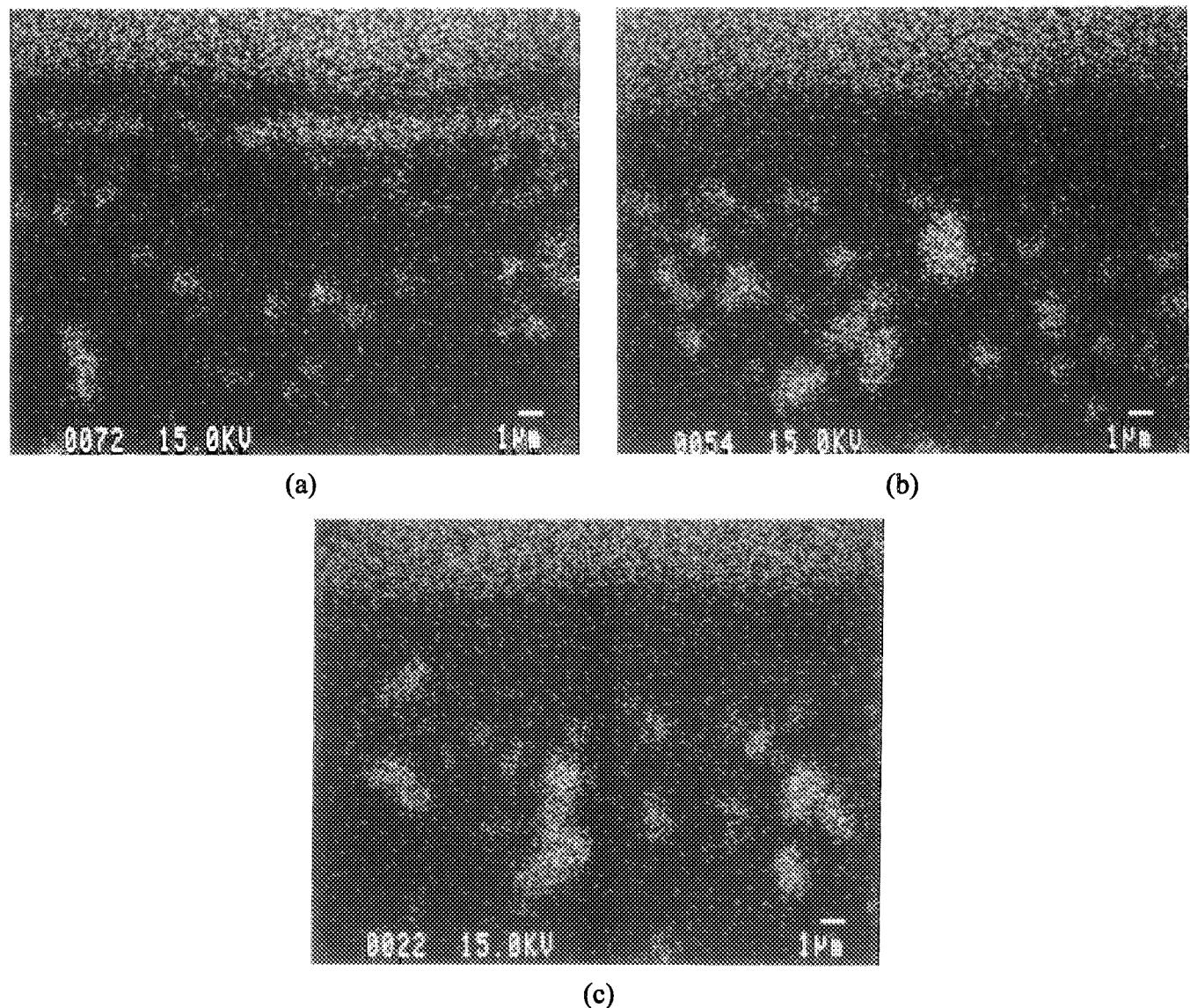


Fig. 5-5 EPMA images of Cr for DS-Cu/SS HIP joints at the interface. (a), (b) and (c) correspond to those SEM micrographs in Fig.5-1, respectively.

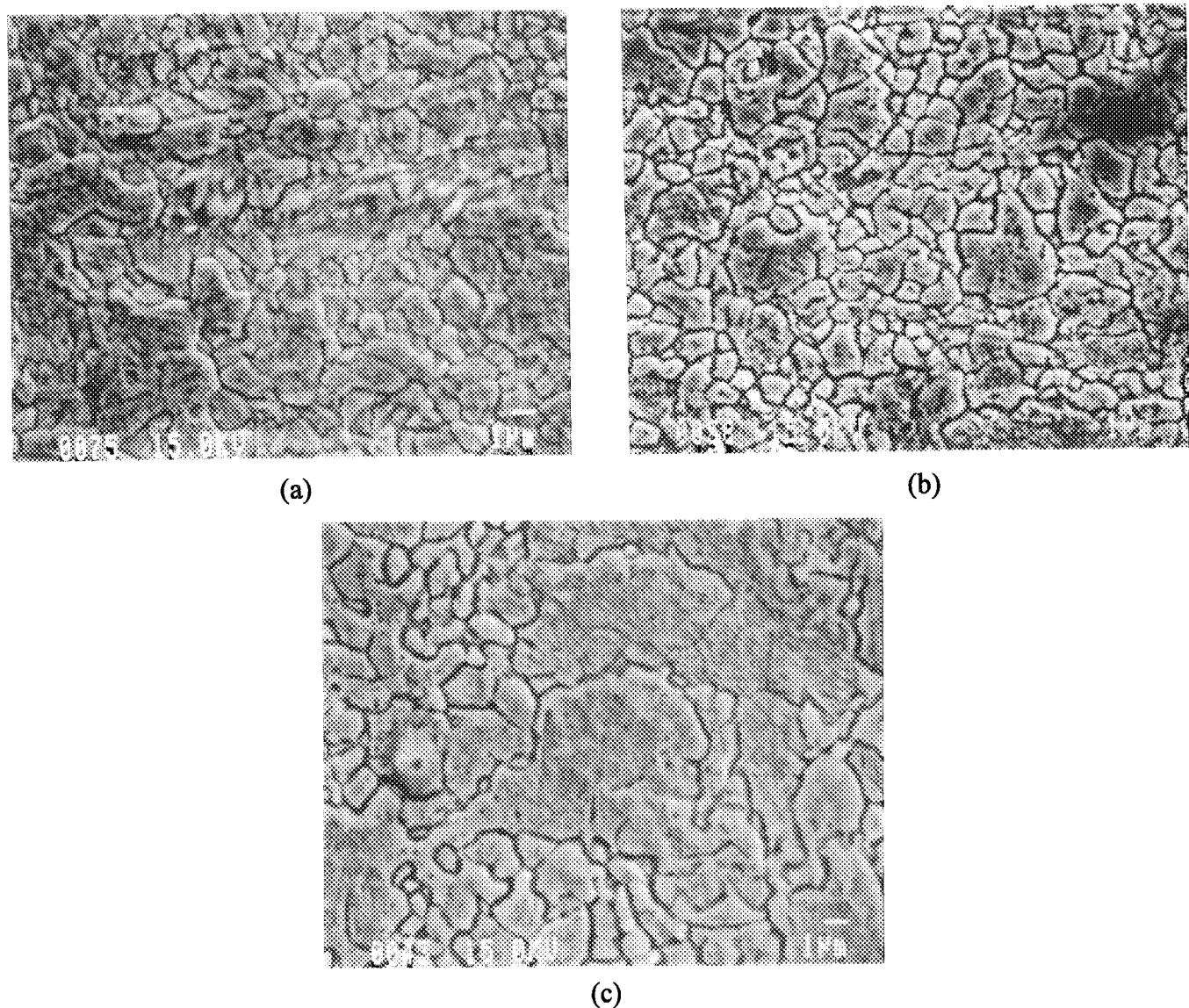


Fig. 6-1 SEM micrographs of intergranular corroded DS-Cu 1mm apart from the HIP joint interface. (a) for 1253K, (b) for 1303K and (c) for 1323K. In a joint HIPed at the highest temp.(c), slightly coarsening is observed, by which the grain size grows to a size larger than that of as-received DS-Cu by a factor of 2.

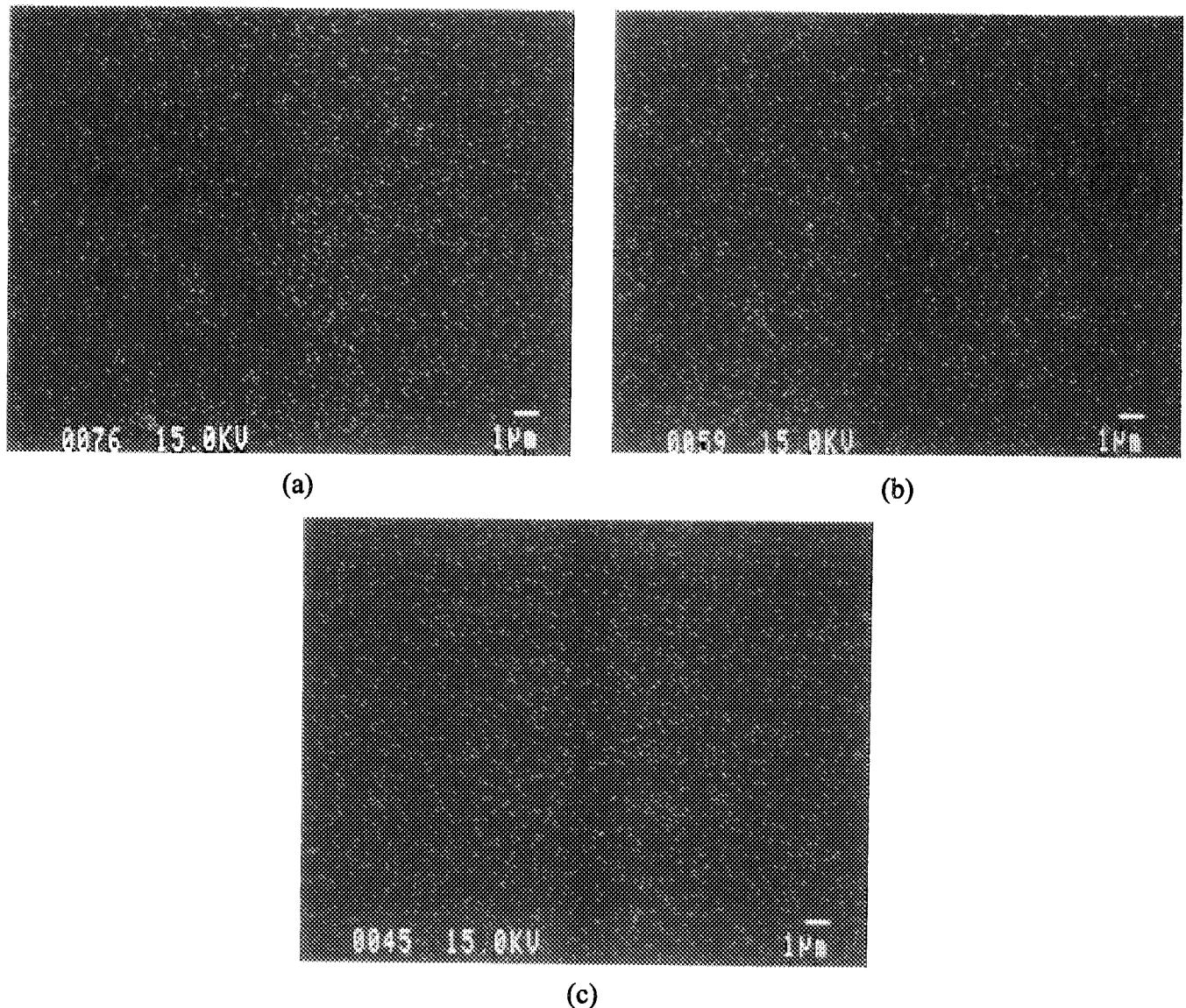
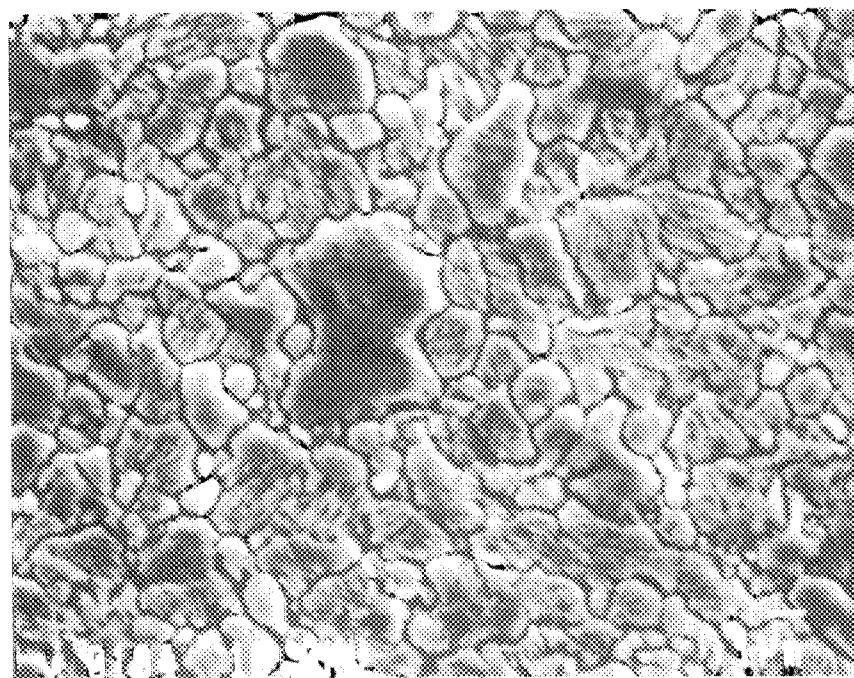
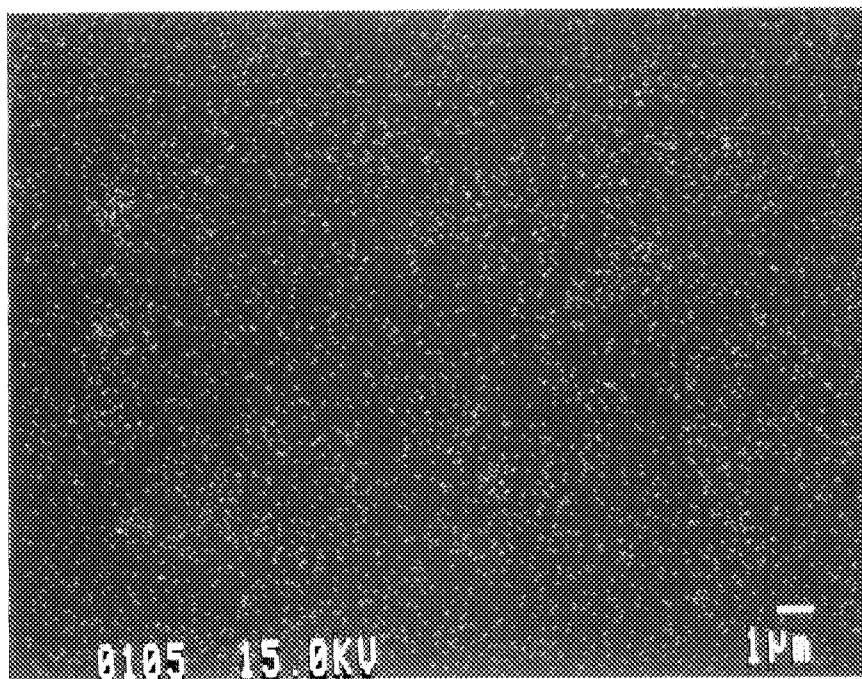


Fig. 6-2 EPMA images of Al for DS-Cu 1mm apart from the HIP joint interface. (a), (b) and (c) correspond to those SEM micrographs in Fig.6-1, respectively.



(a)



(b)

Fig. 7 SEM micrograph(a) and aluminium EPMA image(b) of as-received DS-Cu intergranular corroded. The grain size is from $0.5\mu\text{m}$ to $5\mu\text{m}$.

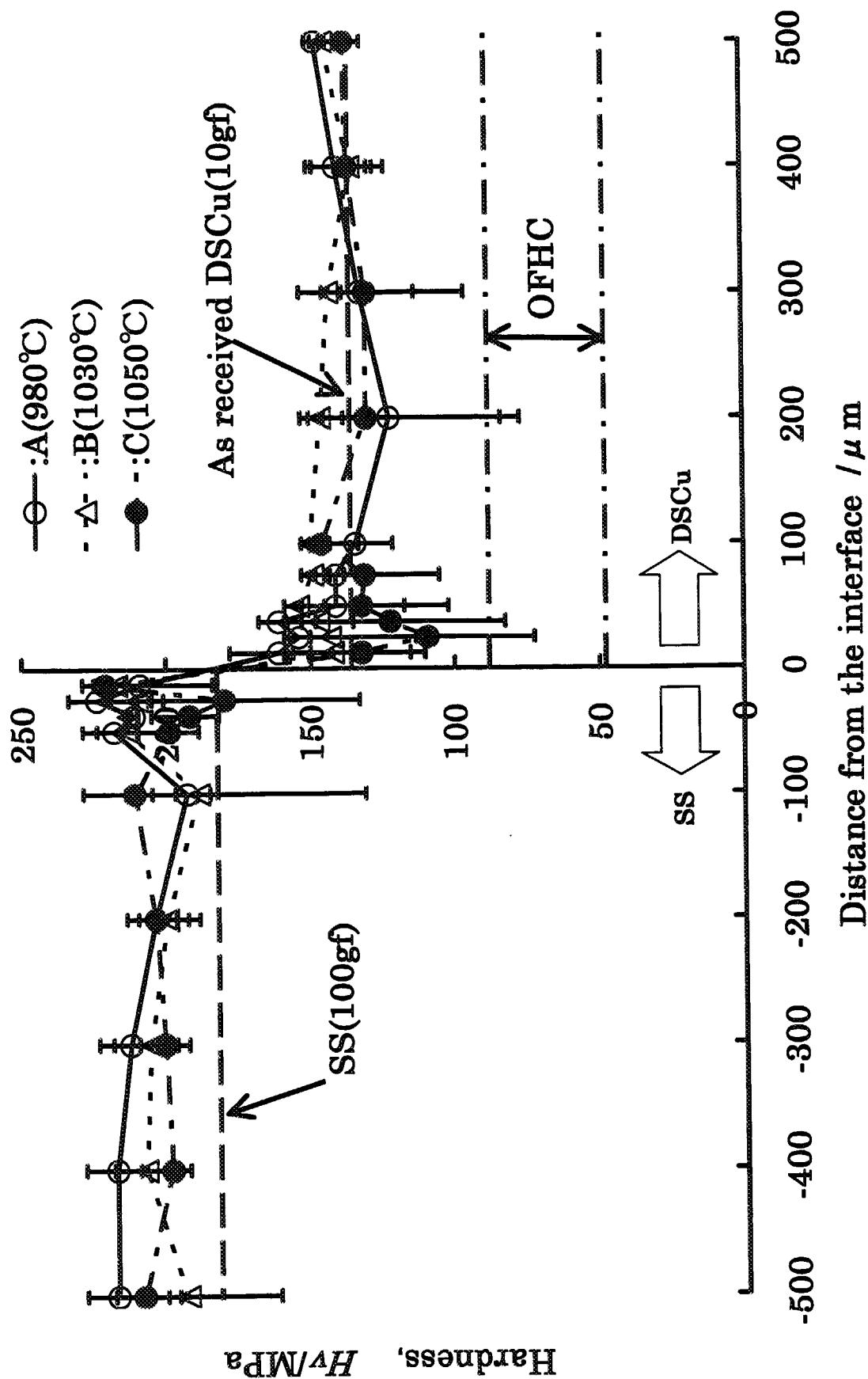
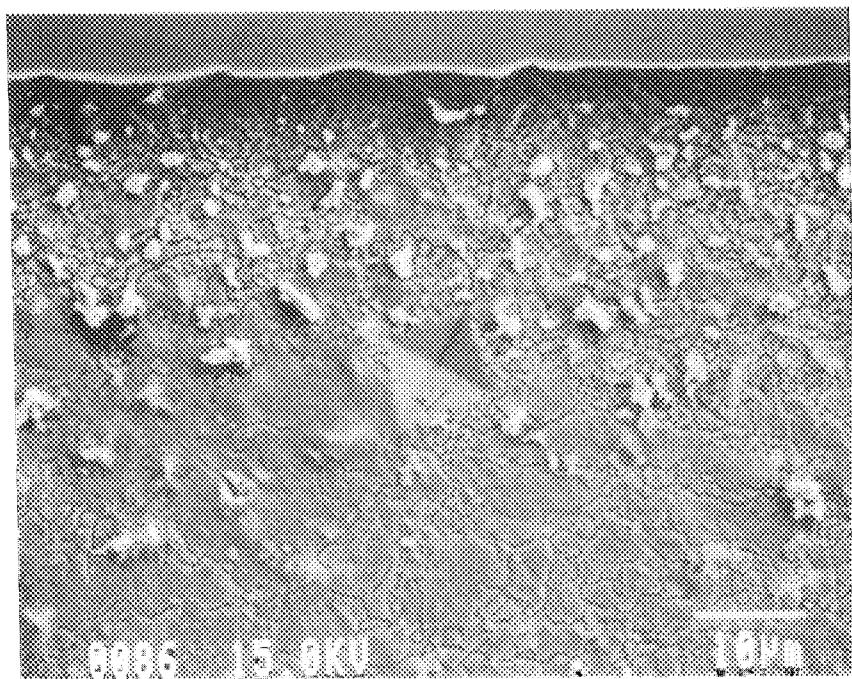
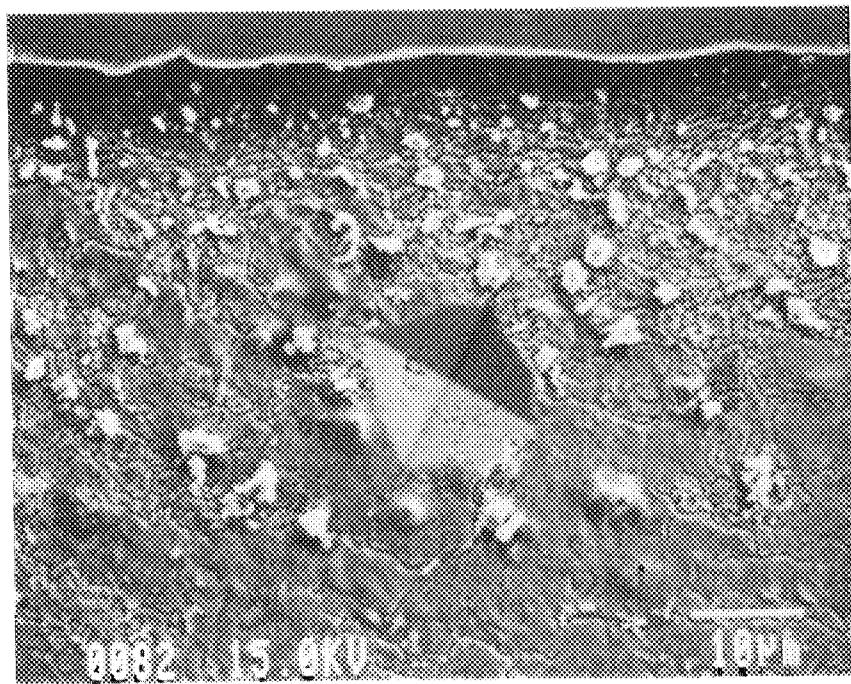


Fig. 8 The distribution of Vickers hardness near the DS-Cu/SS HIP joints interface. In a joint HIPed at the highest temperature, hardness decreases up to the level of oxygen free copper in the vicinity to the interface over $50\mu\text{m}$.

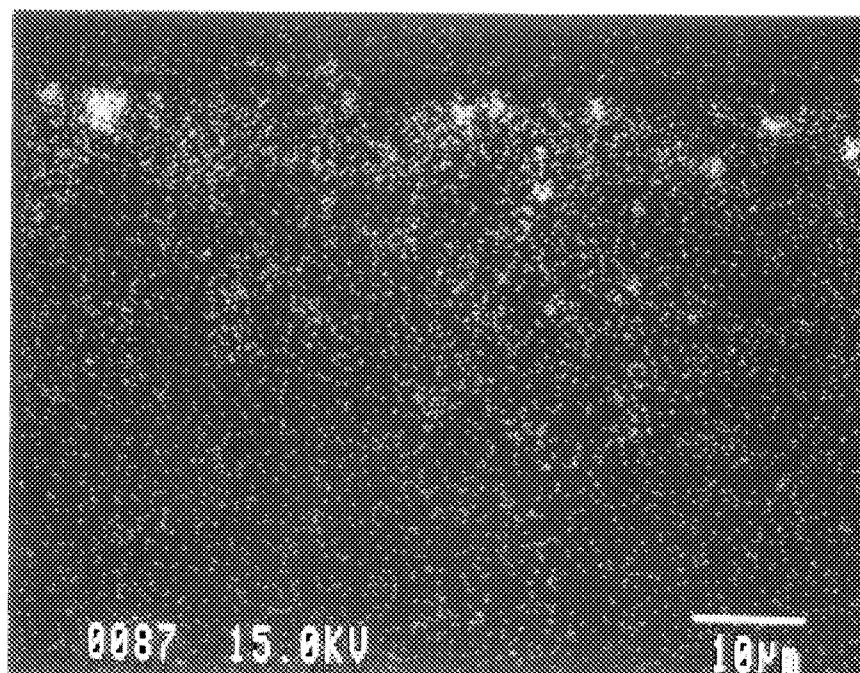


(a)

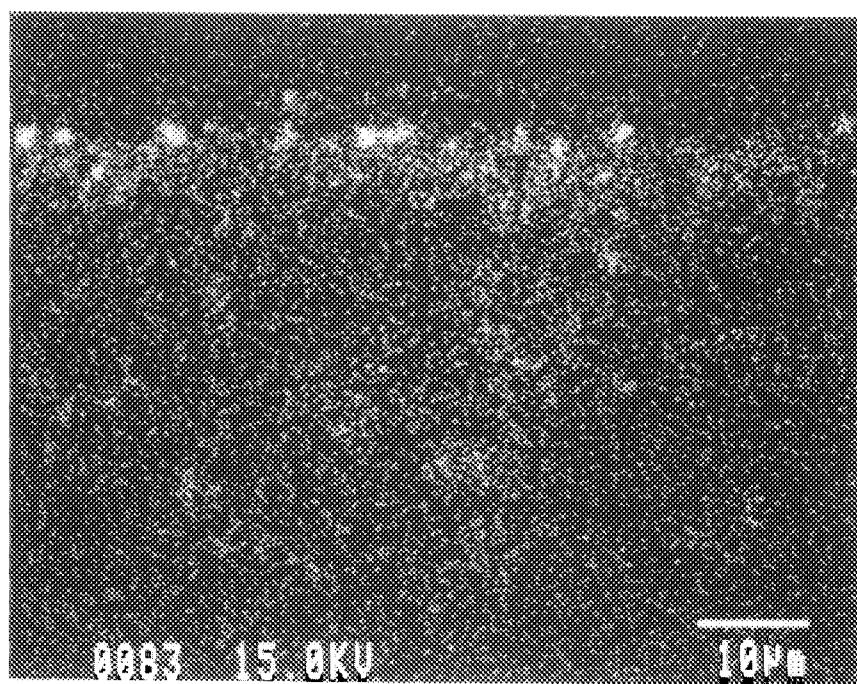


(b)

Fig. 9-1: SEM micrographs of the indents in DS-Cu HIPed at 1323K. Indent 1(a) exhibits higher H_V than indent 2(b).



(a)



(b)

Fig. 9-2 EPMA images of Al for the indents in DS-Cu HIPed at 1323K . (a) and (b) correspond to those SEM micrographs in Fig.9-1.

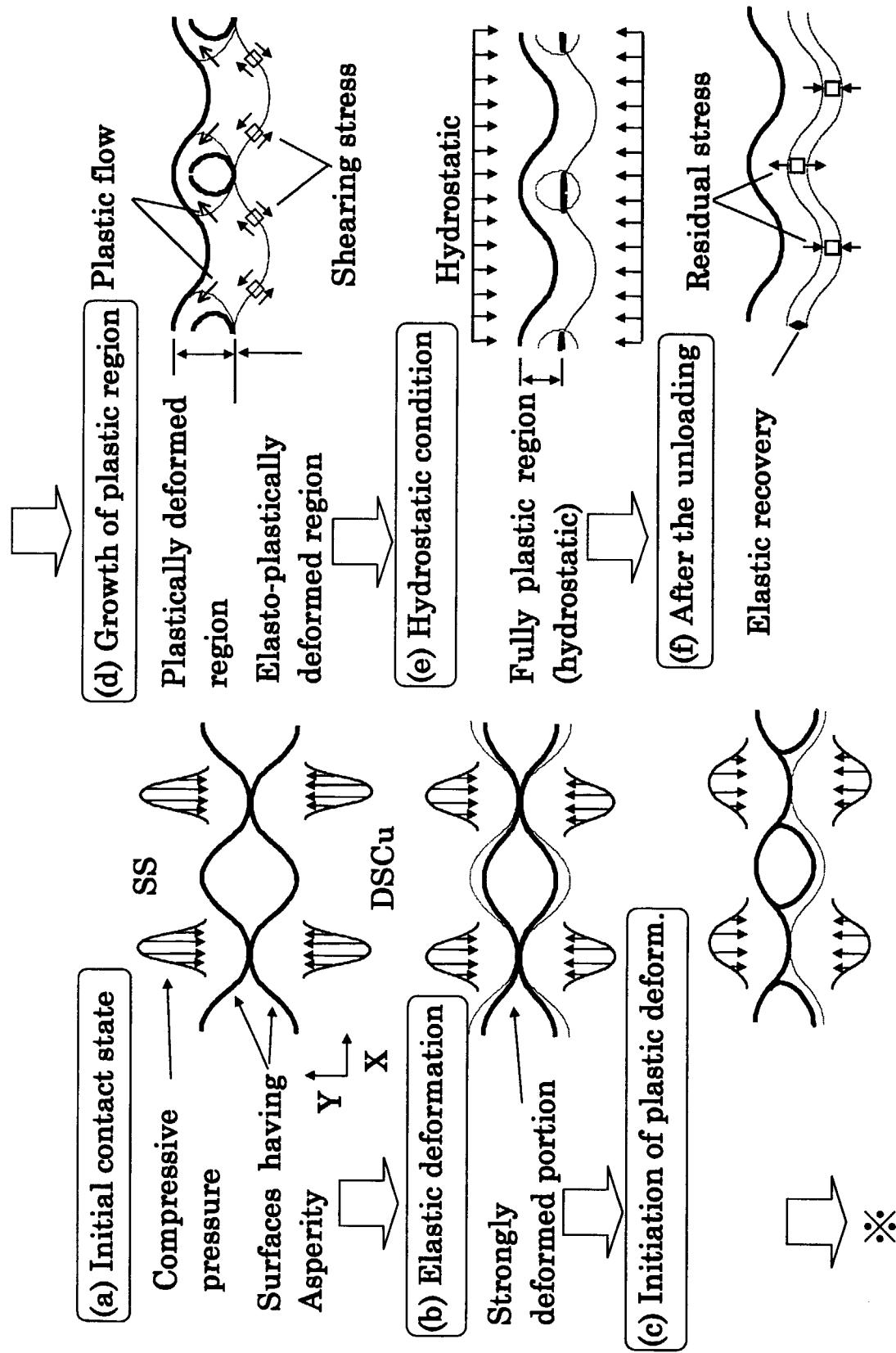


Fig. 10 Considered contact model for DS-Cu/SS HIP joints. (a) In the initial contact state, both surfaces of the materials are inconformity and partially contact at the asperities. After the elastic and plastic deformation((b), (c)), these surfaces confirm(e). If the plastic deformation is not enough, voids are remains.

This is a blank page.

国際単位系(SI)と換算表

表1 SI基本単位および補助単位

量	名称	記号
長さ	メートル	m
質量	キログラム	kg
時間	秒	s
電流	アンペア	A
熱力学温度	ケルビン	K
物質量	モル	mol
光度	カンデラ	cd
平面角	ラジアン	rad
立体角	ステラジアン	sr

表3 固有の名称をもつSI組立単位

量	名称	記号	他のSI単位による表現
周波数	ヘルツ	Hz	s^{-1}
力	ニュートン	N	$m \cdot kg/s^2$
圧力、応力	パスカル	Pa	N/m^2
エネルギー、仕事、熱量	ジュール	J	$N \cdot m$
工率、放射束	ワット	W	J/s
電気量、電荷	クーロン	C	$A \cdot s$
電位、電圧、起電力	ボルト	V	W/A
静電容量	ファラード	F	C/V
電気抵抗	オーム	Ω	V/A
コンダクタンス	ジーメンス	S	A/V
磁束	ウェーバ	Wb	$V \cdot s$
磁束密度	テスラ	T	Wb/m^2
インダクタンス	ヘンリー	H	Wb/A
セルシウス温度	セルシウス度	$^{\circ}C$	
光束度	ルーメン	lm	$cd \cdot sr$
照度	ルクス	lx	lm/m^2
放射能	ベクレル	Bq	s^{-1}
吸収線量	グレイ	Gy	J/kg
線量等量	シーベルト	Sv	J/kg

表2 SIと併用される単位

名称	記号
分、時、日	min, h, d
度、分、秒	°, ', "
リットル	L, l
トン	t
電子ボルト	eV
原子質量単位	u

$$1 \text{ eV} = 1.60218 \times 10^{-19} \text{ J}$$

$$1 \text{ u} = 1.66054 \times 10^{-27} \text{ kg}$$

表5 SI接頭語

倍数	接頭語	記号
10^{18}	エクサ	E
10^{15}	ペタ	P
10^{12}	テラ	T
10^9	ギガ	G
10^6	メガ	M
10^3	キロ	k
10^2	ヘクト	h
10^1	デカ	da
10^{-1}	デシ	d
10^{-2}	センチ	c
10^{-3}	ミリ	m
10^{-6}	マイクロ	μ
10^{-9}	ナノ	n
10^{-12}	ピコ	p
10^{-15}	フェムト	f
10^{-18}	アト	a

(注)

- 表1~5は「国際単位系」第5版、国際度量衡局1985年刊行による。ただし、1eVおよび1uの値はCODATAの1986年推奨値によった。
- 表4には海里、ノット、アール、ヘクタールも含まれているが日常の単位なのでここでは省略した。
- barは、JISでは流体の圧力を表わす場合に限り表2のカテゴリーに分類されている。
- EC閣僚理事会指令ではbar、barnおよび「血圧の単位」mmHgを表2のカテゴリーに入れている。

換 算 表

力	N($=10^5 \text{ dyn}$)	kgf	lbf
1	0.101972	0.224809	
9.80665	1	2.20462	
4.44822	0.453592	1	

$$\text{粘度 } 1 \text{ Pa} \cdot \text{s} (\text{N} \cdot \text{s}/\text{m}^2) = 10 \text{ P} (\text{ポアズ}) (\text{g}/(\text{cm} \cdot \text{s}))$$

$$\text{動粘度 } 1 \text{ m}^2/\text{s} = 10^4 \text{ St} (\text{ストークス}) (\text{cm}^2/\text{s})$$

力	MPa($=10 \text{ bar}$)	kgf/cm ²	atm	mmHg(Torr)	lbf/in ² (psi)
1	10.1972	9.86923	7.50062 $\times 10^3$	145.038	
0.0980665	1	0.967841	735.559	14.2233	
0.101325	1.03323	1	760	14.6959	
1.33322 $\times 10^{-4}$	1.35951 $\times 10^{-3}$	1.31579 $\times 10^{-3}$	1	1.93368 $\times 10^{-2}$	
6.89476 $\times 10^{-3}$	7.03070 $\times 10^{-2}$	6.80460 $\times 10^{-2}$	51.7149	1	

エネルギー・仕事・熱量	J($=10^7 \text{ erg}$)	kgf·m	kW·h	cal(計量法)	Btu	ft·lbf	eV	1 cal = 4.18605 J (計量法)	
								= 4.184 J (熱化学)	
1	0.101972	2.77778 $\times 10^{-7}$	0.238889	9.47813 $\times 10^{-4}$	0.737562	6.24150 $\times 10^{18}$		= 4.1855 J (15°C)	
9.80665	1	2.72407 $\times 10^{-6}$	2.34270	9.29487 $\times 10^{-3}$	7.23301	6.12082 $\times 10^{19}$		= 4.1868 J (国際蒸気表)	
3.6 $\times 10^6$	3.67098 $\times 10^5$	1	8.59999 $\times 10^5$	3412.13	2.65522 $\times 10^6$	2.24694 $\times 10^{25}$		仕事率 1 PS(仮馬力)	
4.18605	0.426858	1.16279 $\times 10^{-6}$	1	3.96759 $\times 10^{-3}$	3.08747	2.61272 $\times 10^{19}$		= 75 kgf·m/s	
1055.06	107.586	2.93072 $\times 10^{-4}$	252.042	1	778.172	6.58515 $\times 10^{21}$		= 735.499 W	
1.35582	0.138255	3.76616 $\times 10^{-7}$	0.323890	1.28506 $\times 10^{-3}$	1	8.46233 $\times 10^{18}$			
1.60218 $\times 10^{-19}$	1.63377 $\times 10^{-20}$	4.45050 $\times 10^{-26}$	3.82743 $\times 10^{-20}$	1.51857 $\times 10^{-22}$	1.18171 $\times 10^{-19}$	1			

放射能	Bq	Ci	吸収線量	Gy	rad
	1	2.70270 $\times 10^{-11}$		1	100
	3.7×10^{10}	1	0.01	1	

照 射 線 量	C/kg	R	線量当量	Sv	rem
	1	3876		1	100
	2.58×10^{-4}	1		0.01	1

(86年12月26日現在)

H-P法により作製された分散強化銅／ステンレス鋼接合材の接合特性評価