

JAERI-Tech

97-061



低放射化フェライト鋼F-82Hの放電プラズマ
焼結(SPS)接合技術の開発

1997年11月

石山 孝・芝 清之・菱沼章道

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。
入手の問い合わせは、日本原子力研究所研究情報部研究情報課（〒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 Research Information Division, Department of Intellectual Resources, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 1997

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

低放射化フェライト鋼F-82Hの放電プラズマ焼結 (SPS) 接合技術の開発

日本原子力研究所東海研究所材料研究部

石山 孝・芝 清之・菱沼 章道

(1997年10月24日受理)

原研が中心となって開発した核融合炉用低放射化フェライト鋼 F-82H 鋼は、原型炉以降の核融合炉の構造材料として構造物製作技術の開発が進められている。構造物製作のための接合技術の一つとして、今回試験を行った放電プラズマ接合法は、接合試料にON-OFF直流パルス電圧を印可し、接合面の試料粒子間隙で起こる放電現象を利用するもので、試料の自己発熱作用で加熱するため極めて熱効率に優れている。そのため、低温短時間での接合が可能であり、接合時の結晶粒の成長が抑えられる利点がある。この方法を用いて接合した試験体の接合状態および接合特性を評価するとともに引張特性データを取得した。その結果、接合表面の粗さを $0.2\mu\text{m}$ 程度、接合圧力を $200\text{kgf}/\text{cm}^2$ 、接合温度を 800°C とし、接合後 $740^\circ\text{C}\times 40\text{min}$ の焼戻し処理を施すことにより、ほぼ母材と同程度の引張特性が得られる接合が可能であることがわかった。今後 F-82H フェライト鋼の焼戻し処理を必要としない低温接合技術の開発・研究を進めていく予定である。

Development of Spark Plasma Sintering (SPS) Joining Technique
for Reduced Activation Ferritic Steel F-82H

Takashi ISHIYAMA, Kiyoyuki SHIBA and Akimichi HISHINUMA

Department of Materials Science and Engineering
Tokai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received October 24, 1997)

Reduced activation ferritic steel F-82H was developed by JAERI and NKK Co. Ltd as a first wall/blanket material for a fusion reactor, and the development of the fabrication techniques for F-82H is in progress. Spark plasma sintering (SPS) joining method is an application of the plasma discharge phenomena between the material powders by applying DC pulse voltage to the sample material. Self-heating of material causes a good thermal efficiency, so that the SPS joining method is able to make a joint at lower temperature than other joining techniques. Furthermore, it also prevents crystal grain growth during the joining process. The joining conditions and mechanical property data of the SPS joint were obtained in this experiment. As a result, the SPS joint at the joining condition which is $0.2 \mu\text{m}$ of the surface roughness, 200kgf/cm^2 of applied pressure and 800°C of joining temperature, has the tensile properties equivalent to those of the base metal after post-joining heat treatment (PJHT) at 740°C for 40 minutes. Further development of joining technique is scheduled, particularly for the lower temperature joining without PJHT.

Keywords: Reduced Activation Ferritic Steel, Spark Plasma Joining, Joining Conditions,
Tensile Properties

目 次

1. はじめに	1
2. 実験方法	2
2.1 試料	2
2.2 放電プラズマ接合実験	4
2.3 確性試験	6
3. 結果および考察	8
3.1 第1回目接合試験	8
3.2 第2回目接合試験	19
3.3 第3回目接合試験	26
3.4 第4回目接合試験	40
4. まとめ	45
謝 辞	46
参考文献	46

Contents

1. Introduction	1
2. Experimental Procedures	2
2.1 Materials	2
2.2 Spark Plasma Joining Method	4
2.3 Mechanical Testing	6
3. Results and Discussions	8
3.1 1st Joining Test	8
3.2 2nd Joining Test	19
3.3 3rd Joining Test	26
3.4 4th Joining Test	40
4. Summary	45
Acknowledgement	46
References	46

1. はじめに

核融合炉第1壁材料として従来より研究・開発が進められてきた316系ステンレス鋼は比較的鋭敏化を起こし易く、かつ長時間の重照射及び時効による材質劣化が著しいため、原型炉以降の高温・重照射環境での使用には困難がある[1]。さらに最終的な廃炉時の放射性廃棄物のことも考慮すると低放射化材料であることも必要である。このような要望から原研ではNKKと共同で低放射化フェライト鋼F-82Hの開発を行い、現在までに多くの照射材・非照射材に関するデータを蓄積してきた。また照射に関する研究と平行して、溶接などの接合技術や加工技術に関する開発も行っており、すでにTIG溶接および電子ビーム溶接については技術が確立している。しかし、核融合炉の構造物では溶接が困難な箇所があり、また、溶接による母材熱影響部や溶接金属部の機械的特性の劣化が構造上認められない箇所もある。このようなことから接合技術に関しては、那珂研究所においても溶接以外の接合法としてHIP接合法を用いた接合技術の開発が行われている[2]。しかしながら、HIP法では高温高圧下で接合を行うため母材の組織が粗粒化するという欠点がある。本報告書で報告する放電プラズマ焼結(Spark Plasma Sintering: SPS)法では比較的低温で接合でき、また接合時の圧力もHIP法よりは低くすることができる。

SPS法においては、良好な接合継手を得るための条件として、接合表面粗さ、接合時の加圧力、接合温度及び接合保持時間が重要である。放電プラズマ接合は現在までに計4回実施し、今回の試験では母材相当の継手引張特性を得ることを目標とし、これらのパラメータについて最適な値を求めることを目的とした。

2. 実験方法

2.1 試料

供試材には IEA ヒート材として溶製した 7.0mm 厚および 15.0mm 厚の F-82H 鋼板溶解材から採取したものを使用した。表 2.1.1 に供試材の化学成分を、またインゴット製作時に取得した機械的特性を表 2.1.2 に示す。供試材マイクロ組織については、光学顕微鏡写真を図 2.1.1 に示す。接合試料の寸法は $20.0^{\circ} \times 7.0^{\circ}$ mm と $20.0^{\circ} \times 7.0^{\circ}$ mm の 2 種類のものを使用した。接合前に接合表面には研磨を行い、研磨はエメリー紙(40 μ m、16 μ m)研磨と最終仕上げのパフ研磨(0.2 μ m)を行った。放電プラズマ接合試料は接合前にアセトンにて脱脂処理した。

表 2.1.1 F-82H 鋼の化学成分 (mass%)

(Roll No. RB801-1)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
0.09	0.11	0.16	0.002	0.002	0.01	0.02	7.70	0.003
V	Nb	B	Co	Ti	Ta	W	Fe	T.N.
0.16	0.0001	0.0002	0.005	0.01	0.02	1.94	Balance	0.006

(Roll No. KG819-1)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
0.09	0.07	0.1	0.003	0.001	0.01	0.02	7.87	0.003
V	Nb	B	Co	Ti	Ta	W	Fe	T.N.
0.19	0.0002	0.0002	0.005	0.01	0.004	1.98	Balance	0.007

表 2.1.2 F-82H 鋼の機械的性質

Test temperature (°C)	0.2% proof strength (MPa)	Ultimate tensile stress (MPa)	Total elongation (%)
Room temperature	541	667	26
500	430	465	20

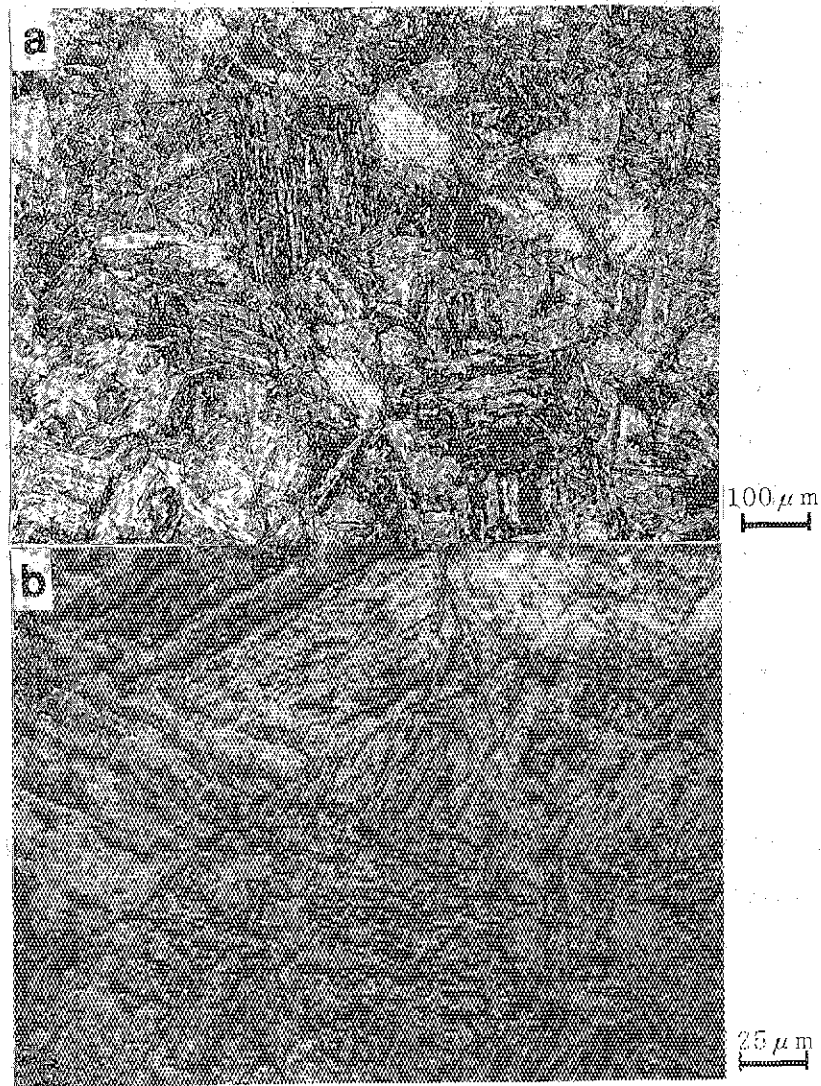


図2.1.1 F-82H未処理材の光学顕微鏡観察写真
倍率：(a) x 100, (b) x 400

2.2 放電プラズマ接合実験

放電プラズマ接合装置は住友石炭工業株式会社製のSPS-510Lを用いた。本システムは、縦一軸の加圧機構を有するSPS焼結機本体と水冷却部内蔵の特殊通電機構、真空排気装置、温度計測装置、変化率計測装置及び各種インターロック安全装置とこれらを集中管理する操作制御盤等により構成されている。

放電プラズマ焼結法の接合原理は、図 2.2.1 に示すように、圧粉体もしくはバルクの粒子間隙に ON-OFF 直流パルス電圧を印加し、放電現象による自己発熱作用を焼結あるいは接合できるように設計された通電焼結法である。パルス電圧を ON-OFF させることにより、放電プラズマ、放電衝撃圧力、ジュール熱の発生、電解作用、熱拡散等が起こり、その効果として浄化作用、表面の活性化、高速拡散、局所的応力、エネルギーの高密度供給等が起こる。SPS プロセスでは従来タイプの通電焼結法よりも粉体粒子表面(接合界面)が活性化され易く、ミクロ及びマクロな物質移動も促進されるため、従来法に比べより低温、短時間で焼結及び接合体を得ることができる。

今回の F-82H 接合実験条件では、 10^{-2} torr 真空中で、 200kgf/cm^2 の圧力を印加し、 $800\sim 900^\circ\text{C}$ の温度範囲で接合を行った。図 2.2.2 に示すように、接合する 2 つの試料を黒鉛の型枠に入れ、上部パンチおよび下部パンチにより 200kgf/cm^2 の圧力を加え、自動温度制御装置で温度コントロールし、接合実験を行った。接合には径 20mm、厚さ 7.0mm と 15.0mm の 2 種類の形状の試料を用い、図 2.2.3 に示すように 2 つの円盤状試料を接合した。

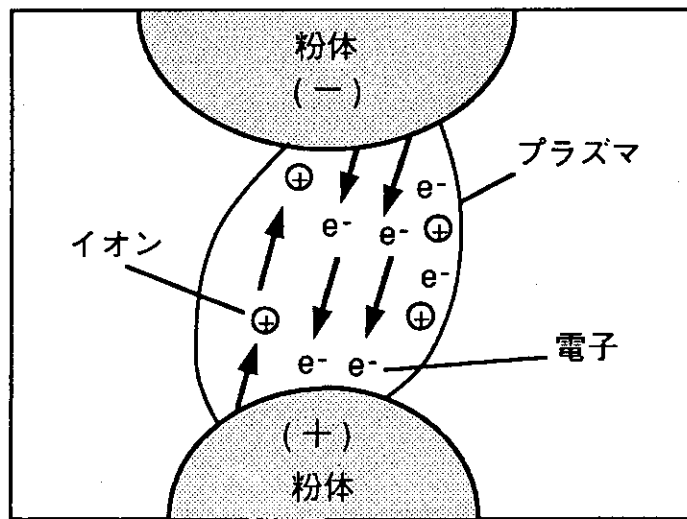


図2.2.1 放電プラズマ焼結(SPS)の原理

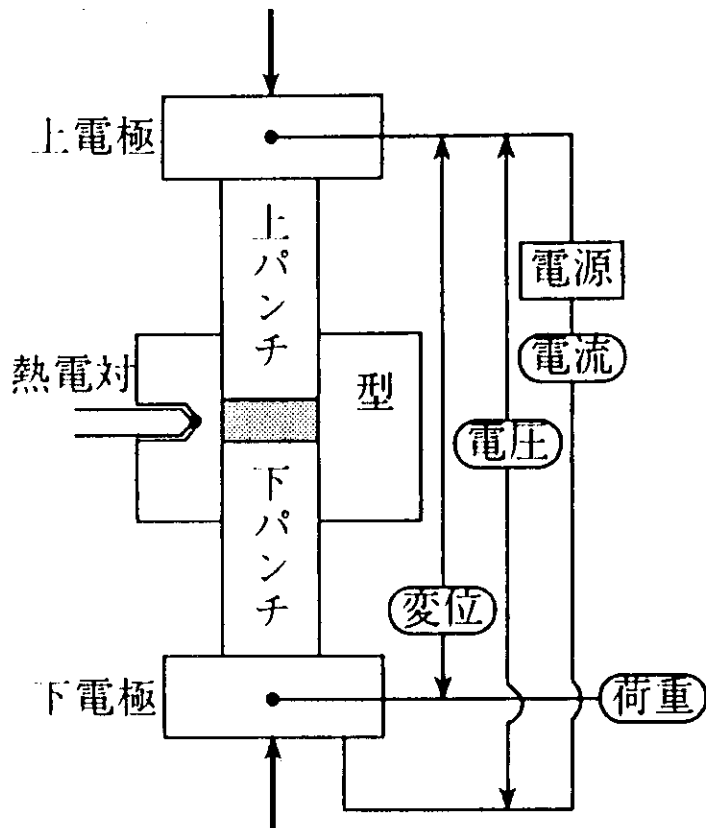


図2.2.2 放電プラズマ焼結(SPS)装置部模式図

2.3 確性試験

接合後の確性試験として、マイクロ組織観察、SEM 観察、硬度測定および引張試験を F-82H の未処理母材及び接合後試料について行った。接合後のマイクロ組織等の試験は図 2.2.3 に示すように、接合部を含む断面方向に試料を切断し、接合部断面が観察できるように試料を作製した。

F-82H 試料の接合部における空隙の有無、空隙の深さの測定には光学顕微鏡及びレーザー顕微鏡を用いた。エッチングにはピレラ溶液(エタノール 100:塩酸 5:ピクリンサン 1)を用い、100、400、800 倍で光学顕微鏡観察を行った。

引張試験には図 2.3.1 に示す SS-3 型平板引張試験片を用いた。引張試験片は平行部が $0.76^t \times 1.52\text{mm}$ で、平行部中央部(W1)が試料の接合線になるよう接合材から採取した。引張試験は真空中(10^{-5}Torr)で、室温 $\sim 600^\circ\text{C}$ 温度範囲において、 $5 \times 10^{-3}/\text{sec}$ のクロスヘッド速度で行った。

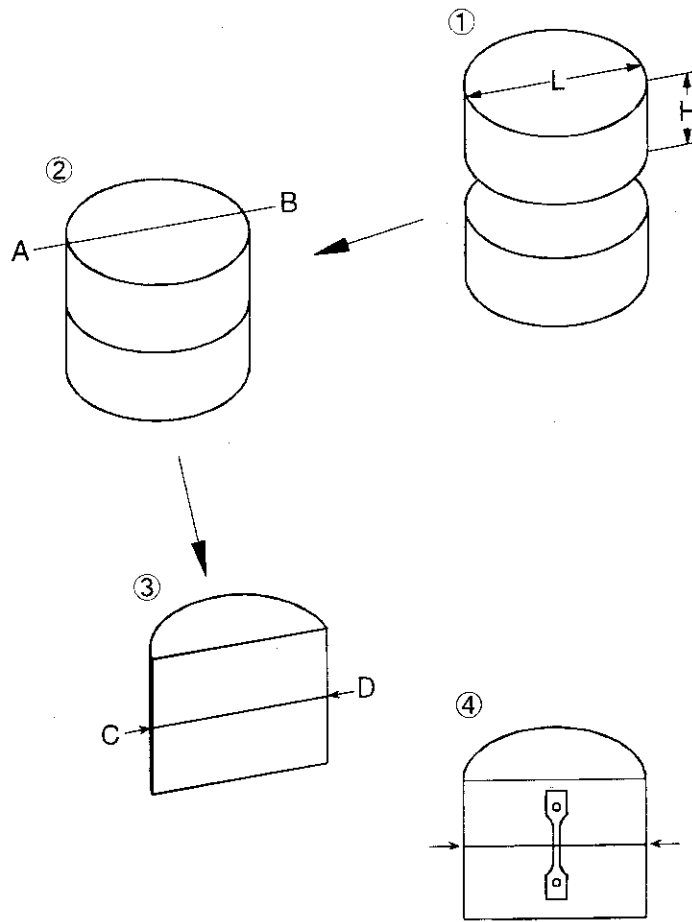
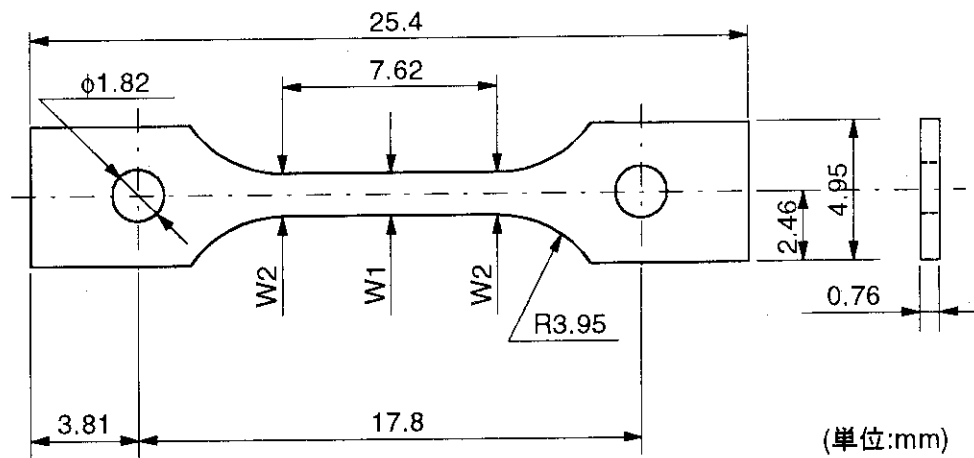


図 2.2.3 接合試料 および試験片採取の概略図



W1 = 1.52 mm

W2 = 1.52^{+0.025}/_{+0.038} mm

図 2.3.1 SS-3 型平板引張試験片形状

3. 結果および考察

3.1 第1回目接合試験

第1回目の放電プラズマ接合試験では実際に接合が可能かどうかという確認と共に、接合面の表面粗さ及び接合温度の影響について調べた。接合条件は表 3.1.1 に示すように、表面粗さについては $40\mu\text{m}$ と $16\mu\text{m}$ の2種類について検討し、接合温度については 800°C 、 850°C 、 900°C の3温度条件について検討した。またその他の条件としては、接合圧力を 200kgf/cm^2 とし、接合温度保持時間を5分、また室温から接合温度までの昇温時間については10分とした。

表 3.1.1 第1回目接合試験条件

試験番号	表面粗さ	接合温度	その他(共通条件)
1-3	$40\mu\text{m}$	800°C	加圧力: 200kgf/cm^2 保持時間: 5分 昇温時間: 10分 雰囲気: 真空
1-2		850°C	
1-1		900°C	
1-6	$16\mu\text{m}$	800°C	
1-5		850°C	
1-4		900°C	

各接合条件で接合した継手の接合部断面の組織観察結果を図 3.1.1~3.1.8 に示す。写真からわかるように、接合前の試料の表面粗さが細かい方($16\mu\text{m}$)が接合部の隙間(空隙)が少なく、写真上の接合部の線も細いことがわかる。また接合温度については高温での接合ほど接合状態が良く、 900°C 、 850°C 、 800°C の順に接合状態が良かった。接合部の空隙の長さで比較してみると、試料表面粗さが $40\mu\text{m}$ の場合 900°C 、 850°C および 800°C の極端な差はないが、表面粗さが $16\mu\text{m}$ になると接合線の幅および空隙の間隔に差が生じる。接合線の平均的な幅をみると、 900°C : $2.9\mu\text{m}$ 、 850°C : $3.8\mu\text{m}$ 、 800°C : $5.3\mu\text{m}$ である。空隙の間隔においても 800°C 接合の場合、接合線全域に渡り空隙が認められるが、 850°C 、 900°C 接合になると、約 $6\mu\text{m}$ 程度の長さではあるが空隙のない部分もある。接合線の空隙の深さをレーザー顕微鏡で観察した結果、深いもので約 $1\mu\text{m}$ であった。観察写真を図 3.1.9 に示す。

放電プラズマ接合法は固相接合法の一つであり、拡散接合法とも呼ばれている。この方法は清浄化された表面を重ね、あるいは突き合わせて高温に加熱し母材の原子の拡散により接合する方法である。固相接合は温度、圧力および時間が三大因子と言われているが、放電プラズマ法は加熱の手段としてプラズマを利用しており、このプラズマ加熱は試料そのものに直接電圧、電流を印可し、粒子間隙で生じる放電による試料の自己発熱作用で加熱するもので、極めて熱効率に優れている。さらに、プラズマ接合法の利点は接合面の清浄作用にある。固相接合の接合面の表面皮膜はオージェで分析すると、母材金属以外に酸素、炭素、硫黄等が検出され、機械加工後アセトン等で洗浄しても接合面は酸化物、炭酸塩、硫化物等で覆われている。このような面を突き合わせて接合した場合、酸化皮膜は接合部の欠陥の原因となる。従って、接合面が清浄であればあるほど接合面の欠陥は少なく、より低い温度で接合が可能となる[3]。F-82H 鋼のように高温で酸化しやすく酸化皮膜のできやすい材料では接合は阻害され、かつ、接合面は脆化しやすい。プラズマ放電接合法では接合面の間隙で自己放電を起こし、付着物や不純物を消去するため接合面の清浄化作用があり、良好な接合部を得るにはこの点からも有利である。また、接合時に加えられる圧力は接合面の密着度を増すために必要不可欠の因子であり、さらに接合部表面に変形を加えることにより原子の移動を容易にし、再結晶温度を低下させて接合性を増すことになる。

今回の接合実験では接合部の表面粗さについて検討を行った。その結果、表面粗さは細かいほど接合に有利であるという結果を得た。2 回目の接合実験ではバフ研磨仕上げをした試料を用いて、接合圧力と接合時間について検討を行った。

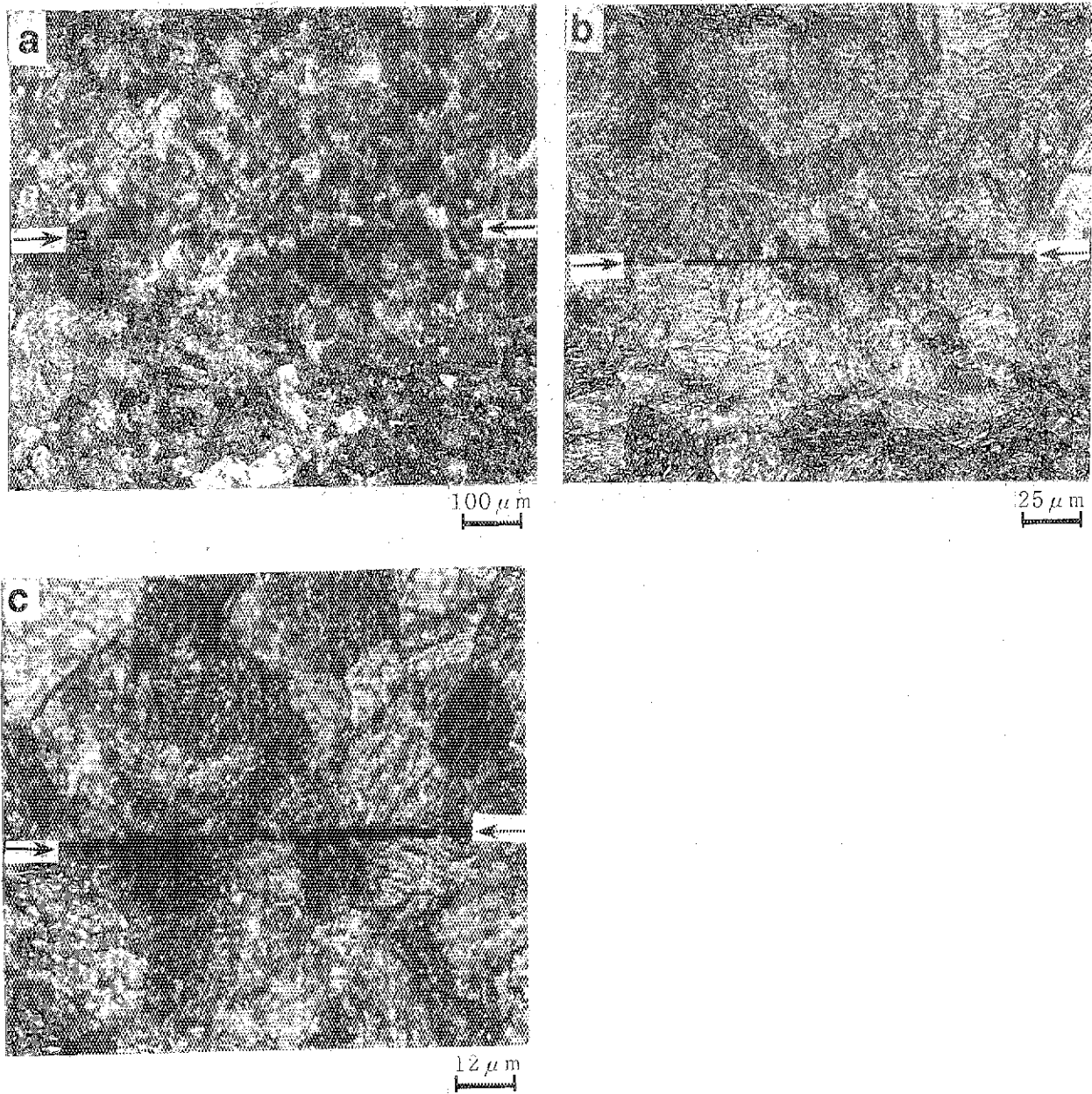


図3.1.1 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真
試料：No1-1, 200kgf/cm², 900°Cx5min
表面粗さ：40 μm
試料厚さ：7.0mm^t
倍率：(a) x 100, (b) x 400, (c) x 800

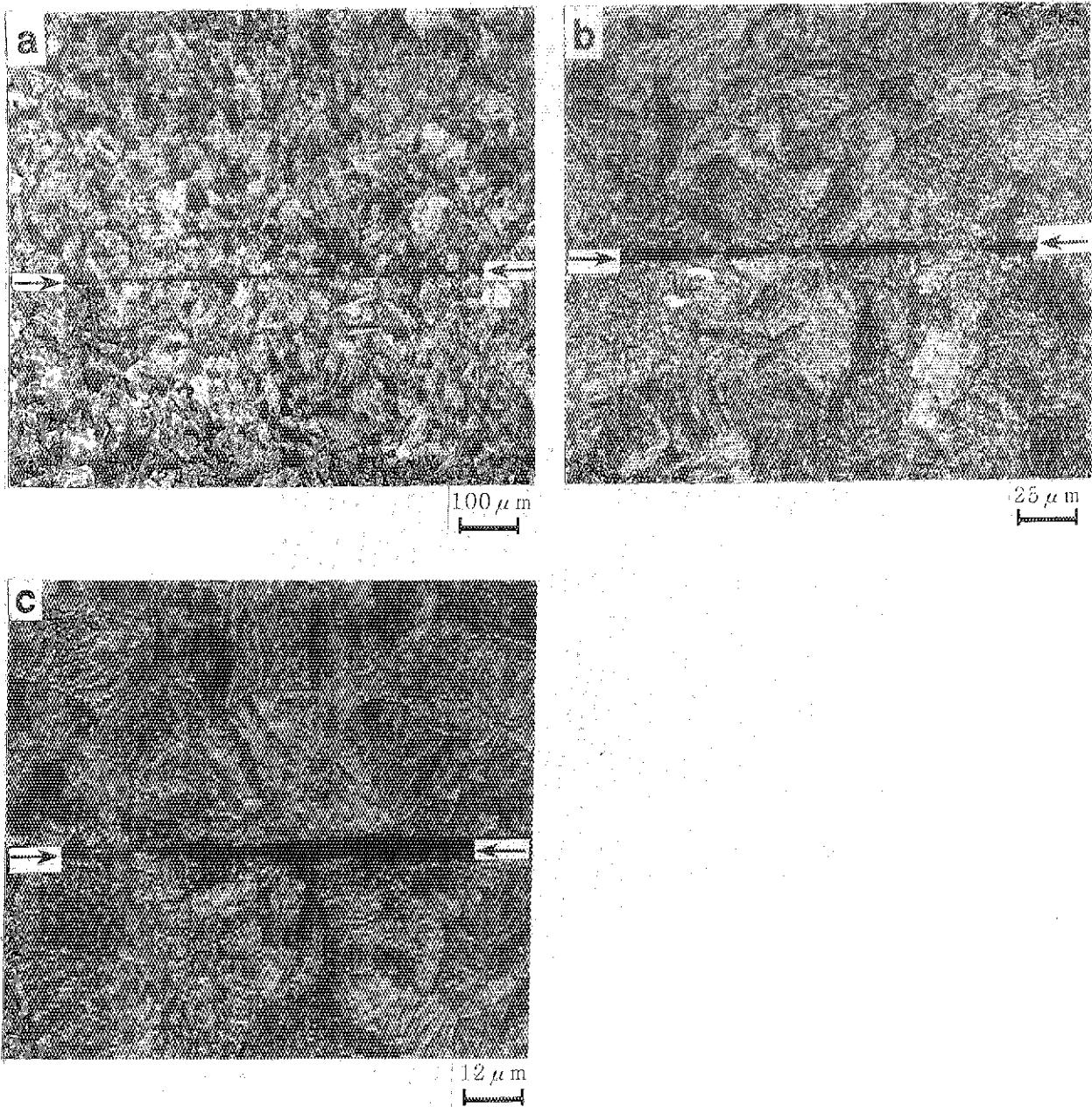


図3.1.2 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真

試料：No.1-2 200kgf/cm², 850℃ x 5min

表面粗さ：40 μm

試料厚さ：7.0mm[†]

倍率：(a) x 100, (b) x 400, (c) x 800

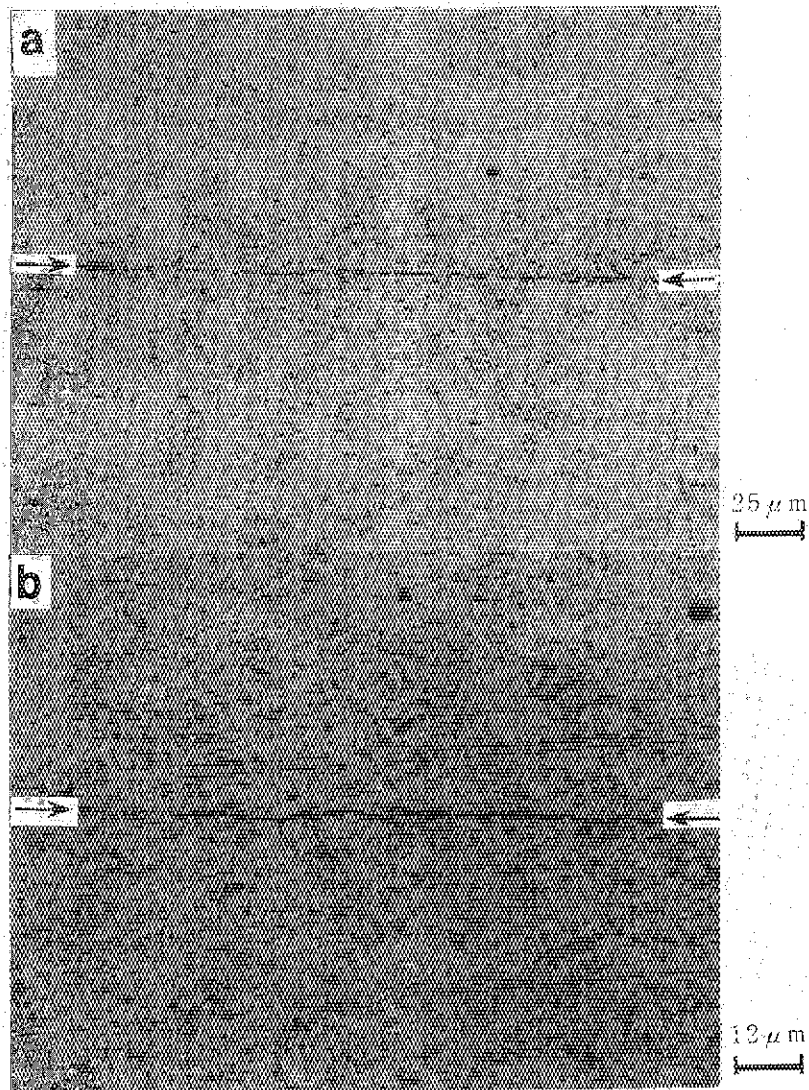


図3.1.3 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真（アンダーエッチング）

試料：No.1-2, 200kgf/cm², 850℃x5min

表面粗さ：40 μm

試料厚さ：7.0mm

倍率：(a) x 400, (b) x 800

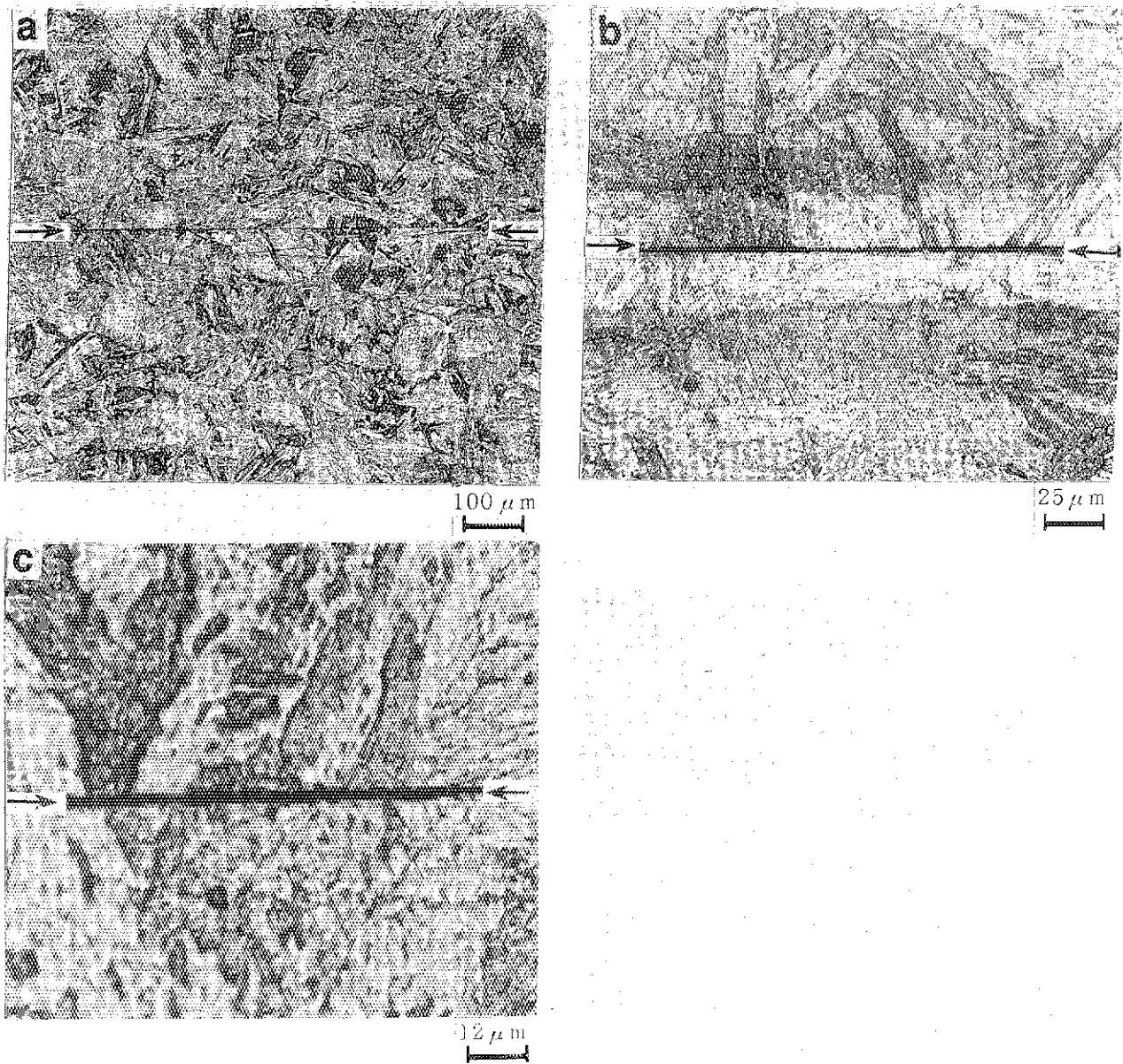


図3.1.4 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真
試料：No1-3, 200kgf/cm², 800℃ x 5min
表面粗さ：40 μm
試料厚さ：7.0mm^t
倍率：(a) x 100, (b) x 400, (c) x 800

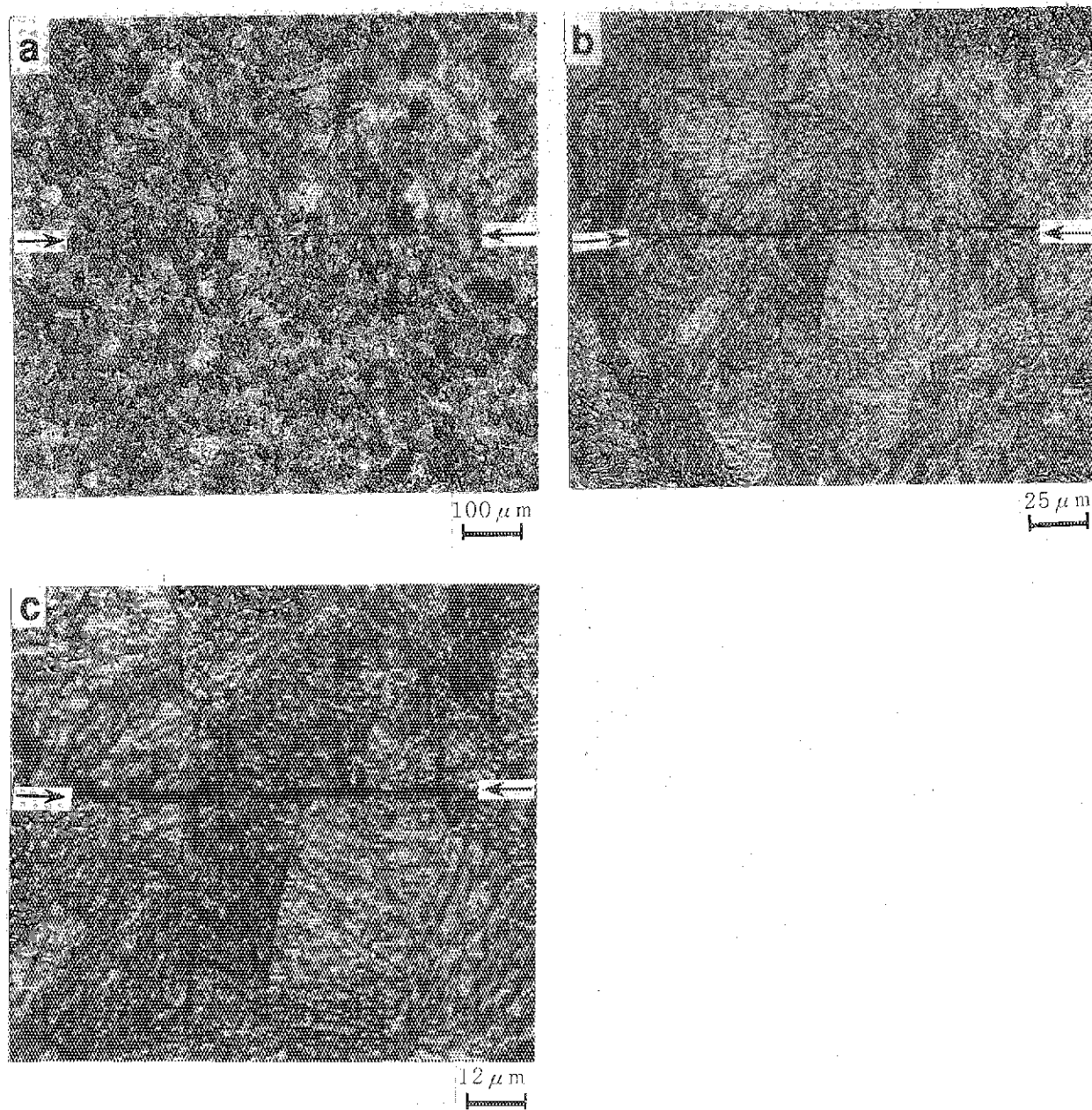


図3.1.5 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真
 試料：No1-4, 200kgf/cm², 900°Cx5min
 表面粗さ：16 μm
 試料厚さ：7.0mm[†]
 倍率：(a) x 100, (b) x 400, (c) x 800

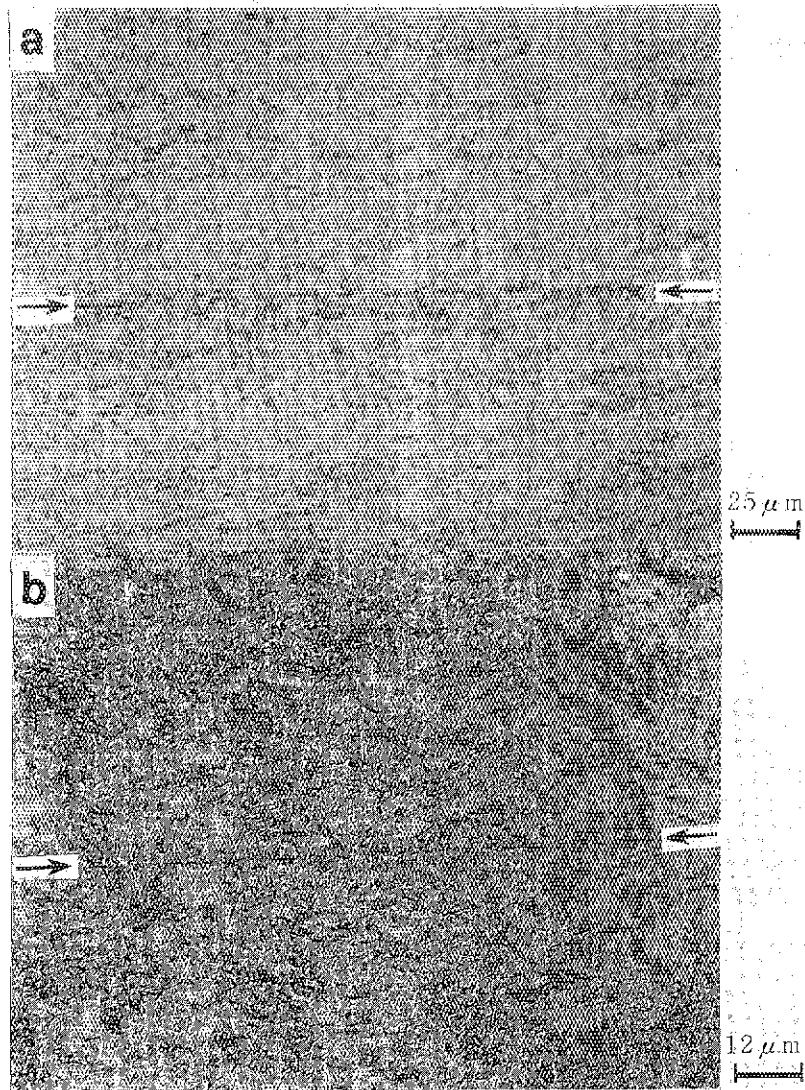


図3.1.6 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真（アンダーエッチング）
試料：No1-4, 200kgf/cm², 900°Cx5min
表面粗さ：16 μm
倍率：(a) x 400, (b) x 800

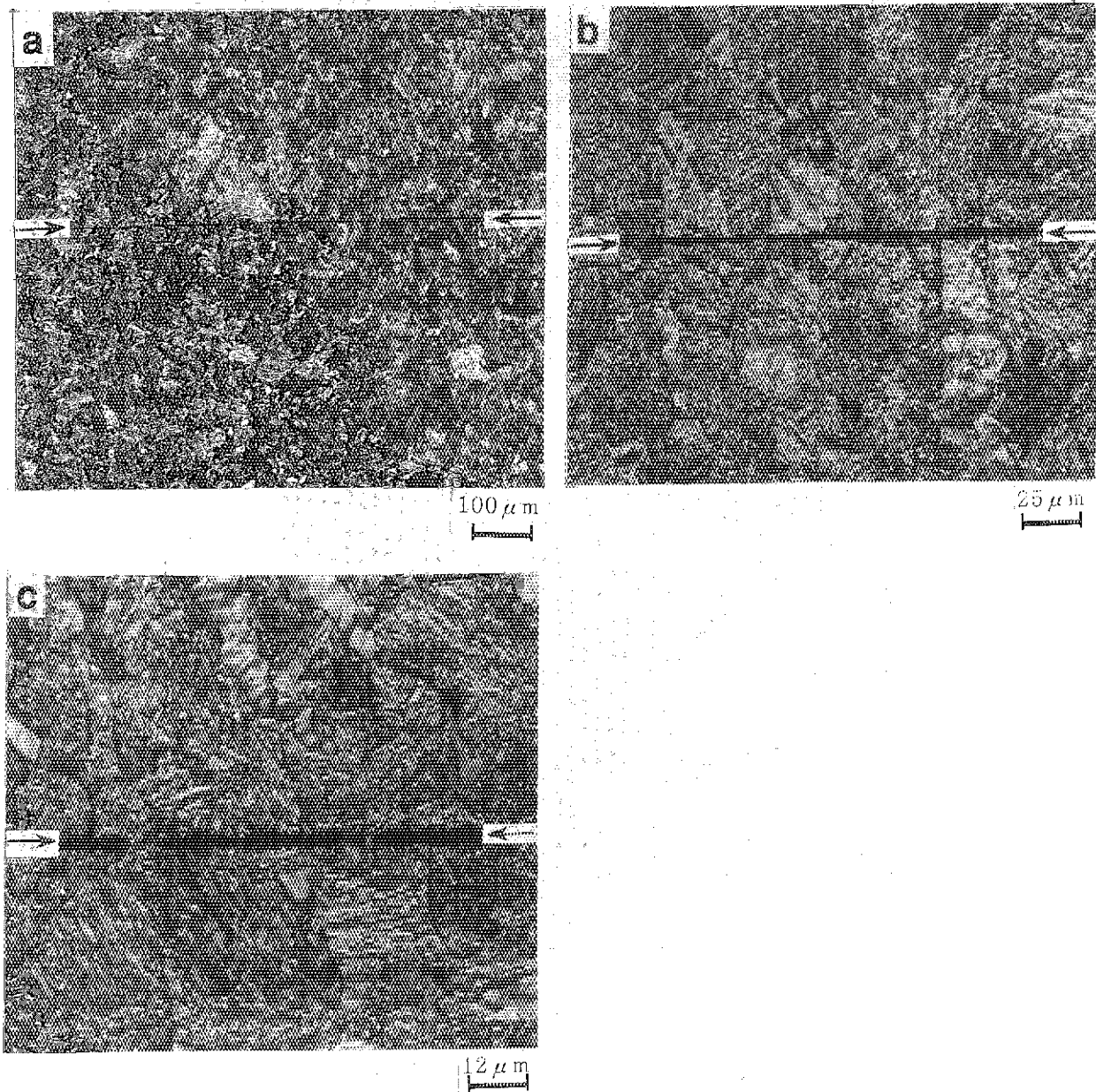


図3.1.7 F-82H · SPS接合部の光学顕微鏡写真
試料：No1-5, 200kgf/cm², 850℃x5min
表面粗さ：16 μm
試料厚さ：7.0mm^t
倍率：(a) x 100, (b) x 400, (c) x 800

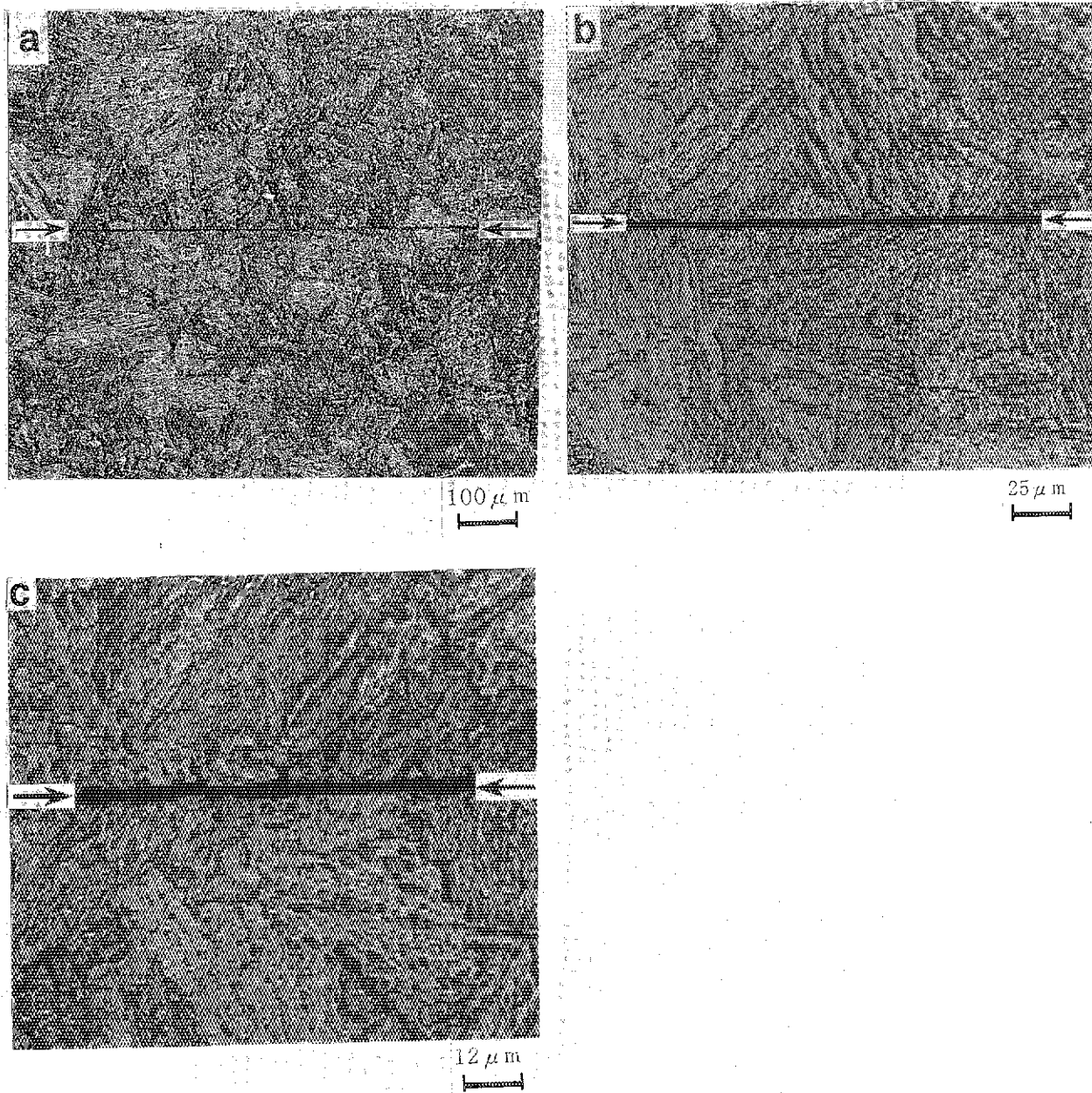


図3.1.8 F-82H · SPS接合部の光学顕微鏡写真
試料：No.1-6, 200kgf/cm², 800°Cx5min
表面粗さ：16 μm
試料厚さ：7.0mm^t
倍率：(a) x 100, (b) x 400, (c) x 800

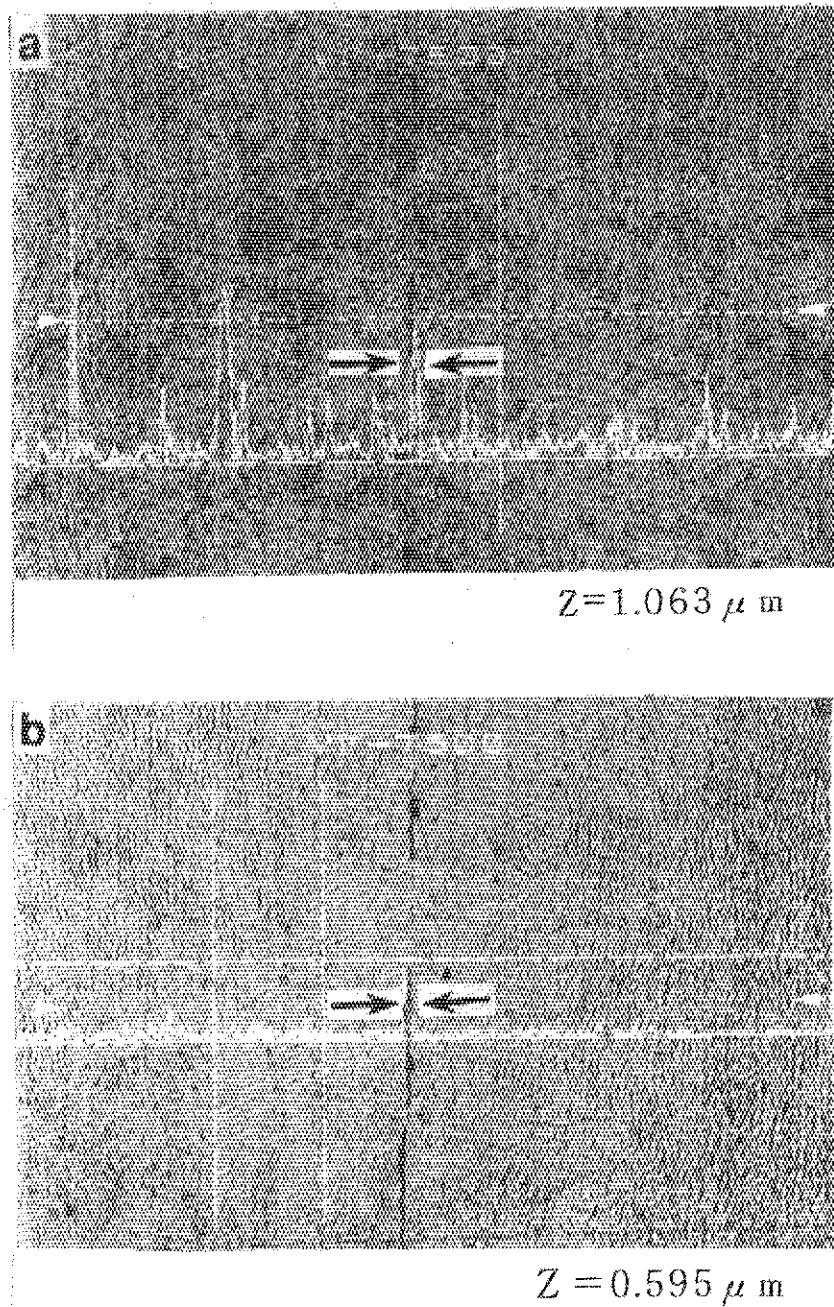


図3.1.9 F-82H・SPS接合部のレーザー顕微鏡写真
(a)：試料No1-2, (b)：試料No1-4
Z：接合部空隙の深さ (μm)

3.2 第2回目接合試験

第2回目の放電プラズマ接合試験では、1回目の実験で得たデータを参考にした上で、接合温度、保持時間と接合圧力の影響について検討した。接合条件は表3.2.1に示すように、接合圧力については200kgf/cm²、400kgf/cm²、500kgf/cm²の3条件とし、接合温度保持時間についても5分、10分、15分の3条件について検討した。また接合前の試料の表面粗さは0.2μm程度(バフ研磨仕上げ)に細かくした。

表 3.2.1 第2回目接合試験条件

試験番号	加圧力	接合温度	保持時間	その他(共通条件)
2-3	200kgf/cm ²	800°C	5分	表面粗さ: 0.2μm 昇温時間: 10分 雰囲気: 真空
2-6			10分	
2-7			15分	
2-8			20分	
2-2		850°C	5分	
2-9			15分	
2-1			900°C	
2-4	500kgf/cm ²	800°C	5分	
2-5	400kgf/cm ²	800°C	5分	

接合加圧力を200kgf/cm²、保持時間を5分とし、接合温度を800°C、850°C、900°Cと変化させた場合には、図3.2.1および図3.2.2に示すように接合線の幅で比較すると、900°Cの場合一部に約1.5μm幅の箇所が存在するが、平均的には結晶粒界と同じ位の幅しかなかった。しかし、850°C接合の場合の接合線の幅は0.8μm、800°C接合の場合は約2.7μm程度あり、第1回目の接合実験と同様、高温ほど接合状態は良好であった。これは5分という接合時間は接合を行うには短かすぎ、接合温度による熱拡散の程度が現われたものと考えられる。低温での接合の可能性を調べるために800°Cの接合温度において接合加圧力と接合温度保持時間を変化させて接合状態を調べた結果、接合加圧力のみを400kgf/cm²および500kgf/cm²と増加した場合でも、図3.2.3に示すように、接合状態に顕著な差は認められなかった。しかしながら、接合温度保持時間を5分、10分、15分、20分と増加させた場合、図3.2.4および3.2.5に見られるように、保持時間が長くなるに従い接合状態は良好となり、最も長い20分の保持時間のものが最も良好な接合状態を示した。

以上の結果より、今回の接合温度、接合時間内において接合加圧力は接合状態に影響が少なく、200kgf/cm²の接合加圧力で十分である。また、800°Cで良好な接合状態の継手を得るためには20分以上の保持時間が必要であることがわかった。さらに800°C、20分の継手の接合状態は900°C、5分の継手よりも良好であり、800°Cでも良好な接合状態の継手が得られる可能性を示唆している。

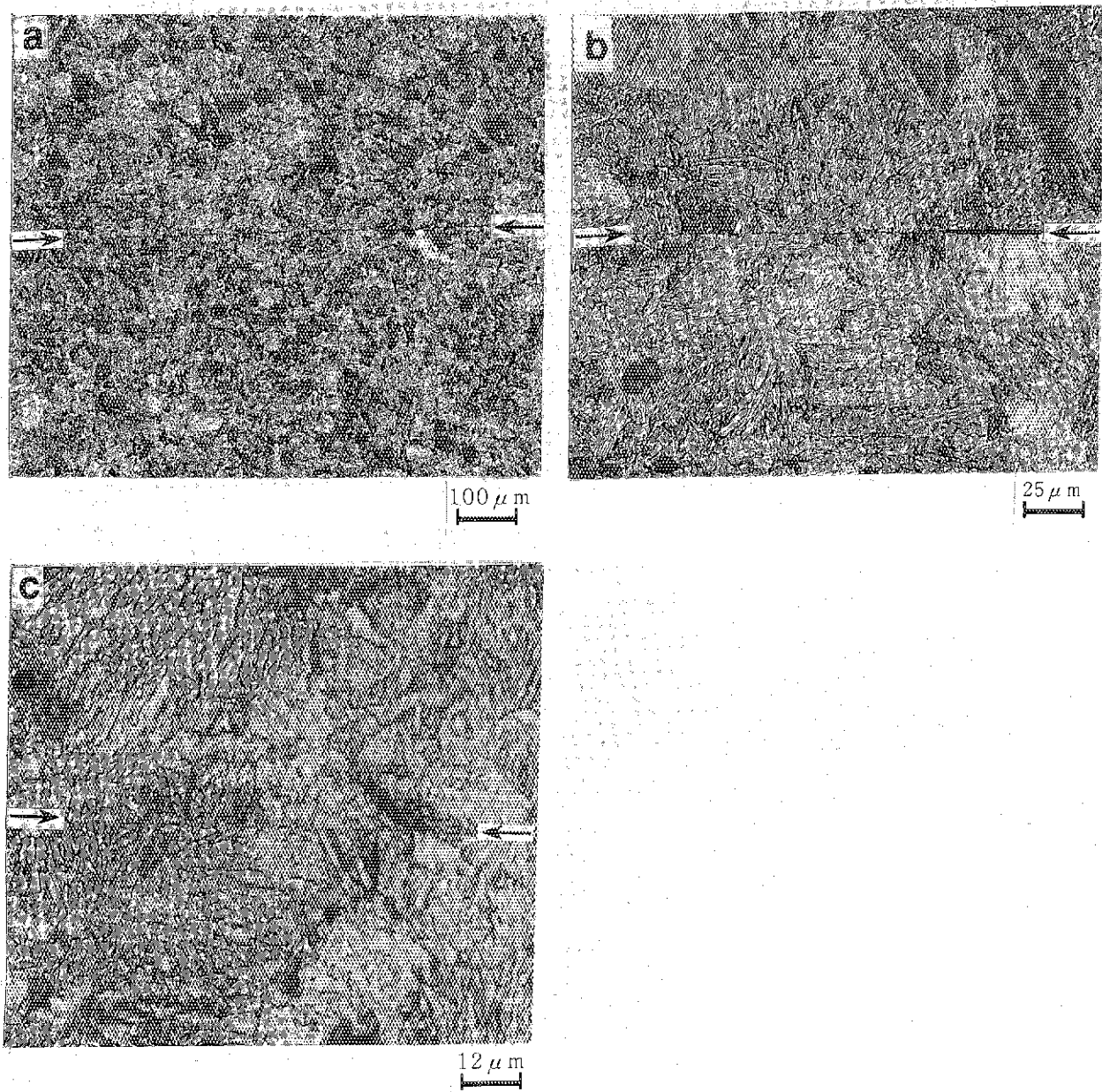


図3.2.1 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真
試料：No.2-1, 200kgf/cm², 900°Cx5min
表面粗さ：0.2 μm, 試料厚さ：7.0mm^t
倍率：(a) x 100, (b) x 400, (c) x 800

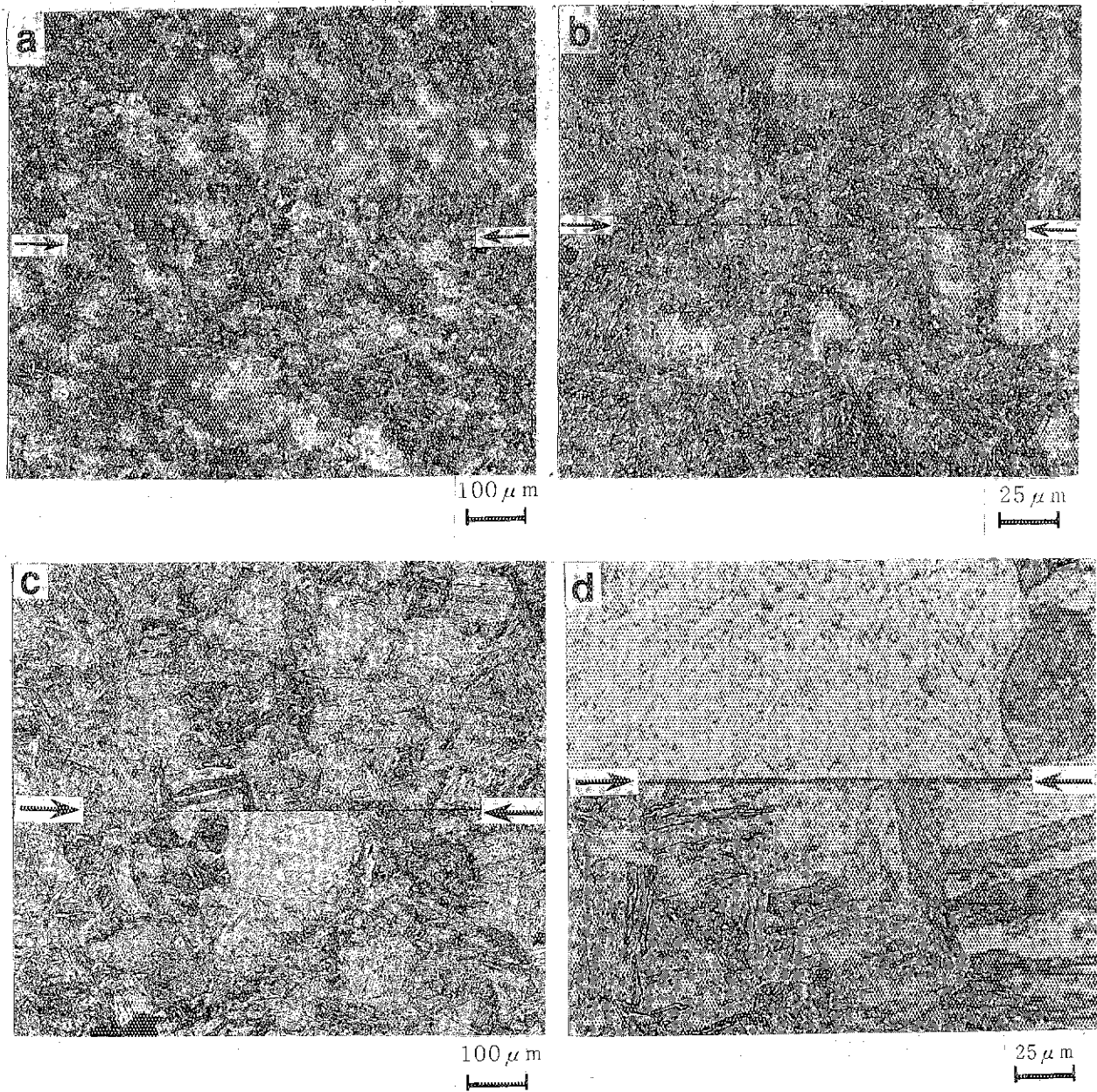


図3.2.2 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真

試料：(a)(b) No.2-2, 200kgf/cm², 850°C×5min

(c)(d) No.2-3, 200kgf/cm², 800°C×5min

表面粗さ：0.2 μm

試料厚さ：7.0mm^t

倍率：(a)(c) x 100, (b)(d) x 400

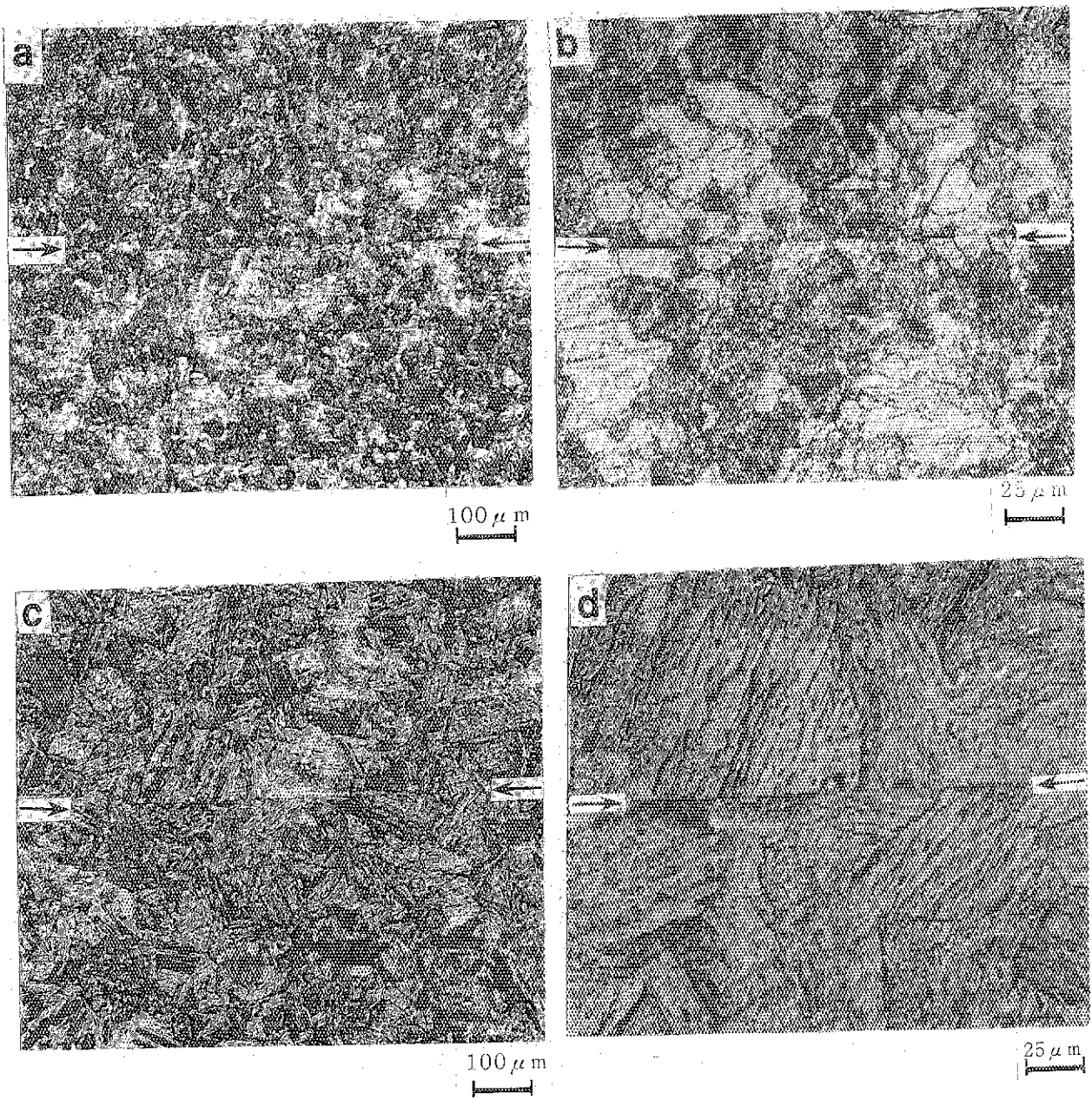


図3.2.3 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真

試料：(a)(b) No.2-4, 500kgf/cm², 800°C×5min

(c)(d) No.2-5, 400kgf/cm², 800°C×5min

表面粗さ：0.2 μm

試料厚さ：7.0mm[†]

倍率：(a)(c) x 100, (b)(d) x 400

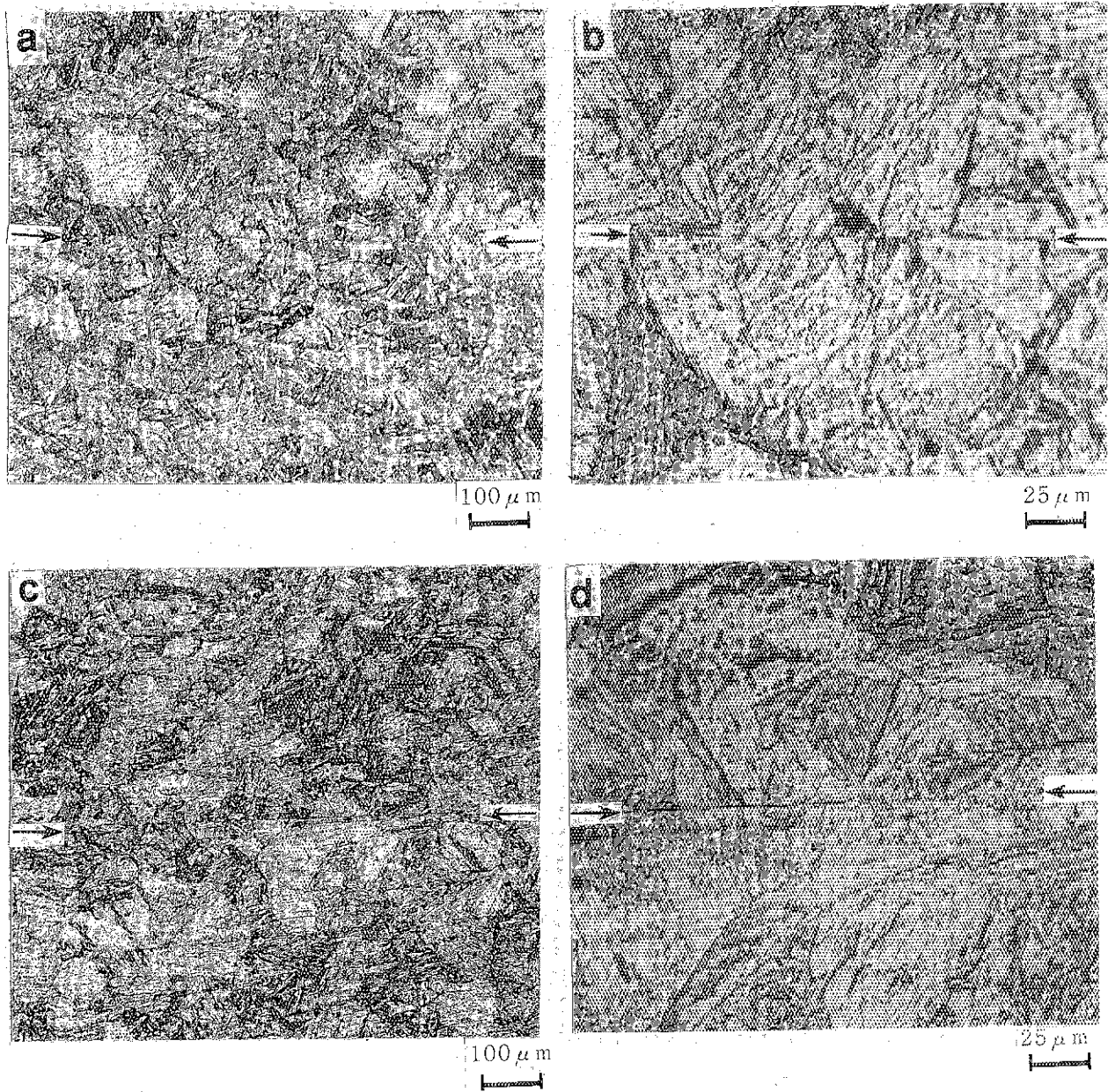


図3.2.4 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真

試料：(a)(b) No.2-6, 200kgf/cm², 800℃×10min

(c)(d) No.2-7, 200kgf/cm², 800℃×15min

表面粗さ：0.2 μm

試料厚さ：7.0mm^t

倍率：(a)(c) x 100, (b)(d) x 400

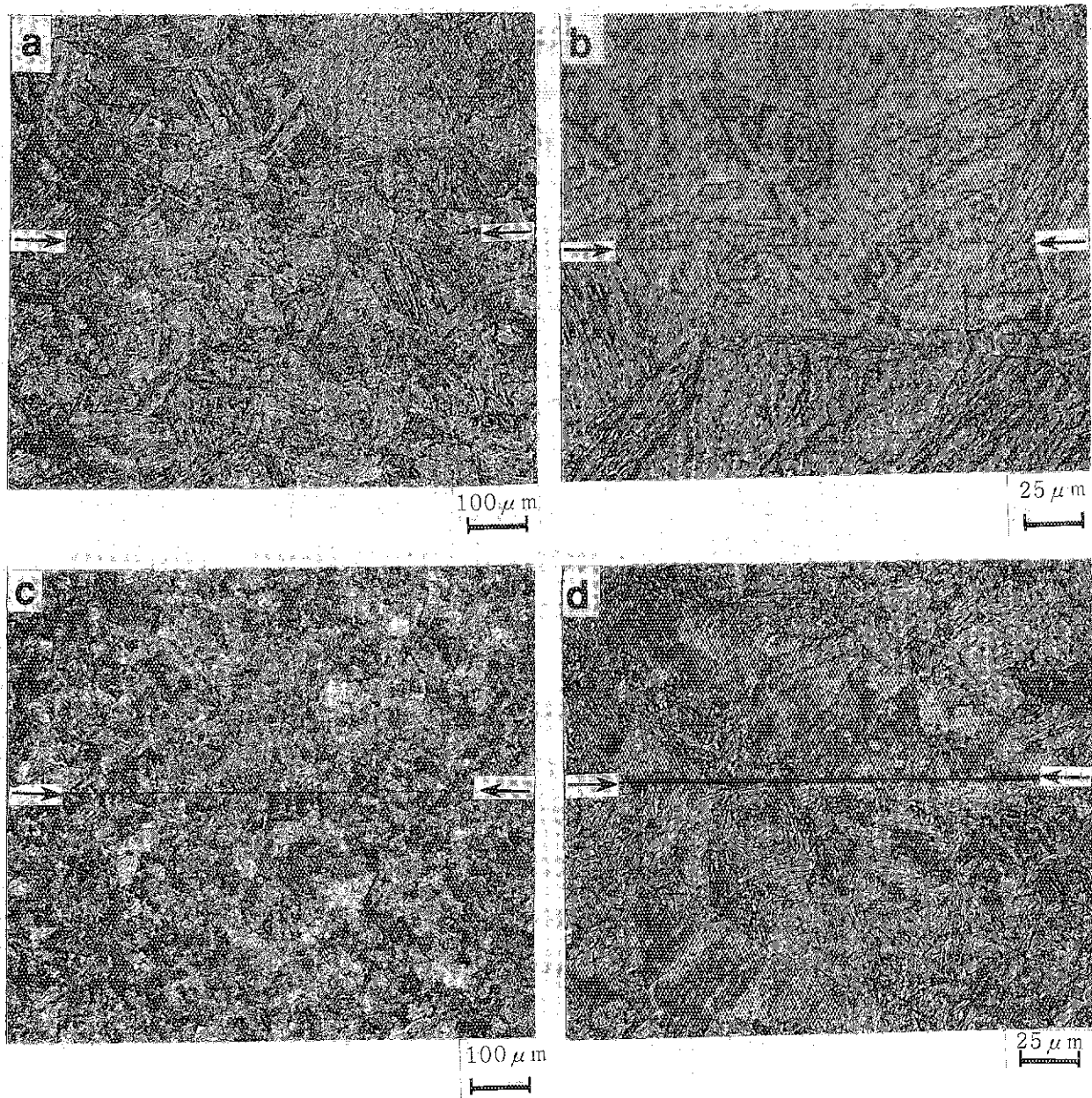


図3.2.5 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真

試料：(a)(b) No.2-8, 200kgf/cm², 800℃×20min

(c)(d) No.2-9, 200kgf/cm², 850℃×15min

表面粗さ：0.2 μm

試料厚さ：7.0mm^t

倍率：(a)(c) x 100, (b)(d) x 400

3.3 第3回目接合試験

第3回目の放電プラズマ接合試験では、2回目の実験で得た結果から保持時間を60分と長くし、良好な継手を製作するとともに、その継手の機械的特性を取得することを目的とした。その他の接合条件については表3.3.1に示す。

表 3.3.1 第3回目接合試験

試験番号	接合温度	その他(共通条件)	
3-1	800℃	表面粗さ: 0.2 μm 加圧力: 200kgf/cm ² 保持時間: 60分	昇温時間: 10分 雰囲気: 真空
3-2	850℃		
3-3	900℃		

表3.3.1に示す接合条件で接合した継手の継手断面の組織観察結果を図3.3.1および3.3.2に示す。これらの図でわかるように800℃、850℃、900℃ともに良好な接合継手が得られており、光学顕微鏡での観察では接合線の幅は結晶粒界とほぼ同じ位である。

各条件で接合した継手からSS-3型引張試験片を採取し引張試験を行った。引張試験は室温にて実施し、 $5 \times 10^{-3} \text{sec}^{-1}$ の歪速度で試験を行った。引張試験では比較材として接合処理前のF82H鋼母材についても同様に引張試験を行った。母材のF82H鋼IEAヒート材については他の試験との関連から、室温から600℃まで、100℃間隔で引張試験を行ったが、継手材については室温と高温(500℃および600℃、ただし900℃接合材のみ)でのみ試験を行った。各試験で得られた応力-歪線図を図3.3.3~図3.3.6に示す。またその結果を表3.3.2にまとめた。

これらの接合材については全ての接合条件についてほぼ同等の引張特性が得られ、接合温度について差は認められなかったが、室温における室温引張強さが1300MPa以上と非常に高く、また0.2%耐力も母材に比べかなり大きな値となっている。その一方で破断伸びは6~8%と低くなっており、強度はあるが延性が低いという結果が得られた。破断は試験片の中心部で生じており、外観上特に接合部での特異な変形は認められなかった。引張試験後の破断部のSEM写真を図3.3.7に示すが、破断面には延性破壊を示すディンプルが認められた。接合材の硬さはピッカース硬さでHv380と母材のHv220に比べて極めて硬い材料であることがわかる。また図3.3.8に示すように、接合材の高強度は500℃および600℃

の高温試験でも維持されている。これは継手試料が接合温度から室温へと冷却される過程において焼入れが起こったためと考えられる。F82H 鋼では接合温度から冷却した場合、空冷で簡単に焼入れ状態になる。焼入れが起こらないようにするには1 昼夜以上かけて炉冷しなければならない。同様の硬化は溶接の場合にも生じ、溶接材の場合には740°Cで60分程度の溶接後熱処理を行うことにより溶接部の焼戻しを行っている。そのため放電プラズマ接合材についても同様の後熱処理(PWHT)を施し、焼戻しを行った。PWHT 条件としては温度を740°Cとし、熱処理後の硬さが母材と同等(Hv220)程度になるよう熱処理時間を調整し、40分の熱処理時間を設定した。

表 3.3.2 放電プラズマ接合材引張試験結果(第3回目接合試験材)

材料	試験片 ID	試験温度	0.2% 耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	均一伸び (%)	破断伸び (%)	その他
F82H SPS 継手	800C 1-2	室温	869	1363	4.1	5.9	SPS(800Cx60min)
F82H SPS 継手	850C 2-1	室温	907	1313	5.6	7.9	SPS(850Cx60min)
F82H SPS 継手	900C 3-1	室温	906	1325	3.5	6.9	SPS(900Cx60min)
F82H SPS 継手	900C 3-1	500°C	904	1191	4.3	6.3	SPS(900Cx60min)
F82H SPS 継手	900C 3-4	600°C	652	788	1.3	10.1	SPS(900Cx60min)
F82H IEA 母材	F82H-28	室温	573	674	4.9	15.9	F82H IEA ヒート材
F82H IEA 母材	F82H-1	室温	559	673	4.8	15.7	F82H IEA ヒート材
F82H IEA 母材	F82H-50	100°C	544	633	3.8	13.4	F82H IEA ヒート材
F82H IEA 母材	F82H-47	200°C	513	595	3.1	13.0	F82H IEA ヒート材
F82H IEA 母材	F82H-40	300°C	496	559	1.9	10.7	F82H IEA ヒート材
F82H IEA 母材	F82H-3	400°C	479	532	1.9	10.8	F82H IEA ヒート材
F82H IEA 母材	F82H-43	500°C	429	452	0.9	15.4	F82H IEA ヒート材
F82H IEA 母材	F82H-24	600°C	305	318	0.9	18.9	F82H IEA ヒート材

表 3.3.3 放電プラズマ接合材引張試験結果(第3回目接合試験材、溶接後熱処理材)

材料	試験片 ID	試験温度	0.2% 耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	均一伸び (%)	破断伸び (%)	その他
SPS 継手	800C 1-3	室温	542	664	5.0	15.0	SPS(800Cx60min) +PWHT
SPS 継手	850C 2-2	室温	539	652	5.4	14.5	SPS(850Cx60min) +PWHT
SPS 継手	900C 3-2	室温	532	645	4.9	14.4	SPS(900Cx60min) +PWHT

(注)PWHT: 740°C x 40min

PWHT 後の継手材の引張特性を表 3.3.3 および図 3.3.9 に示すが、PWHT 後の継手材でも表 3.3.2 に示す母材の引張特性とほぼ同等の結果が得られ、また全ての接合温度について同等の結果が得られた。これらの PWHT 前後の引張試験結果を母材の引張試験と比較したものを図 3.3.10 に示す。また PWHT 材の引張試験後の破面の SEM 組織観察結果を図 3.3.11 に示す。SEM 観察結果より、焼戻し処理を施すことにより、くびれ部のデンプルの大きさが大きくなり、粘っこくなっている。

以上の結果より、800°C~900°Cの温度範囲で 60 分の接合時間で処理することにより、良好な継手が得られた。接合直後の継手は強度が高いが延性に乏しいが、740°Cで 40 分程度の溶接後熱処理を施すことにより母材と同程度の引張特性を有する継手が得られることがわかった。

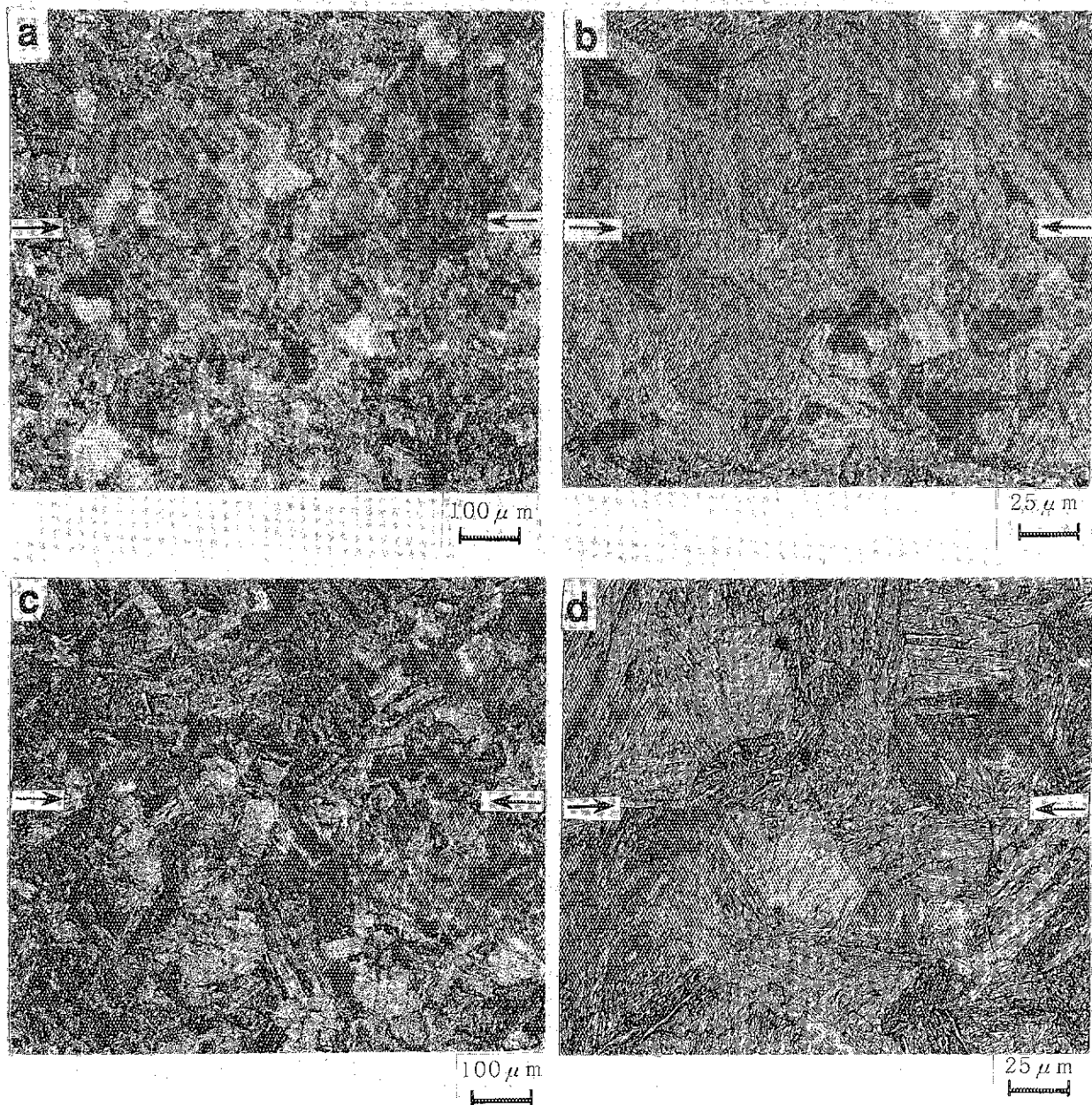


図3.3.1 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真

試料：(a)(b) No.3-1, 200kgf/cm², 800°C×60min

(c)(d) No.3-2, 200kgf/cm², 850°C×60min

表面粗さ：0.2 μm

試料厚さ：15.0mm^t

倍率：(a)(c) x 100, (b)(d) x 400

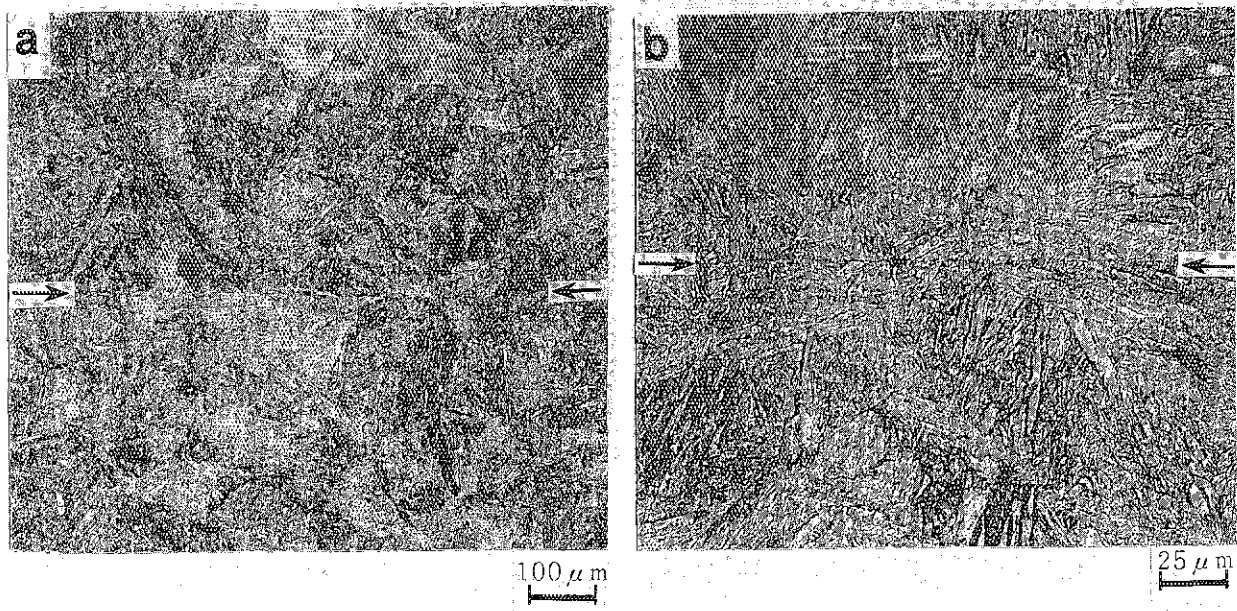


図3.3.2 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真

試料：(a)(b) No.3-3, 200kgf/cm², 900℃×60min

表面粗さ：0.2 μm

試料厚さ：15.0mm^t

倍率：(a) x 100, (b) x 400

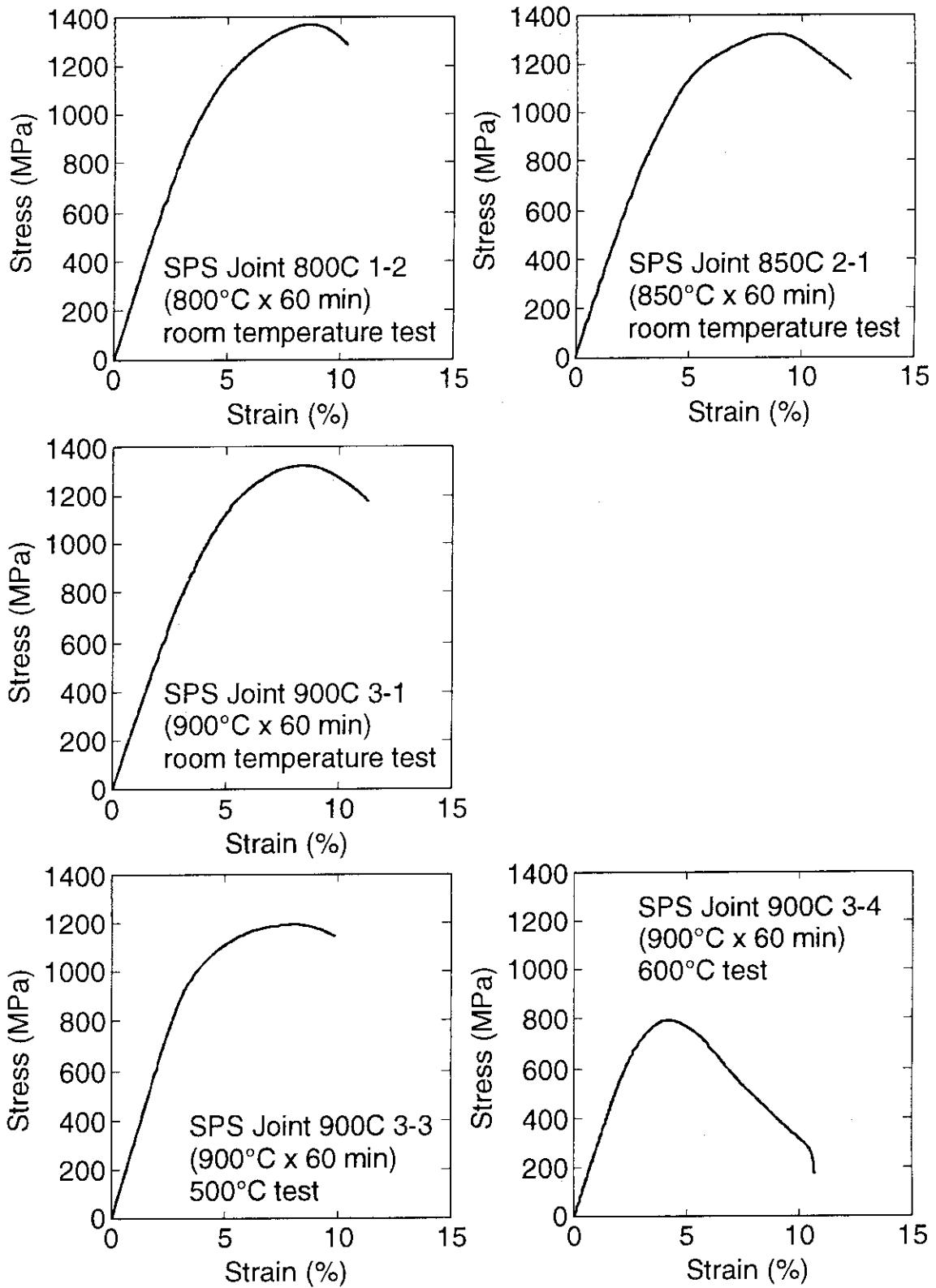


図 3.3.3 SPS 接合試料の Stress-Strain 曲線

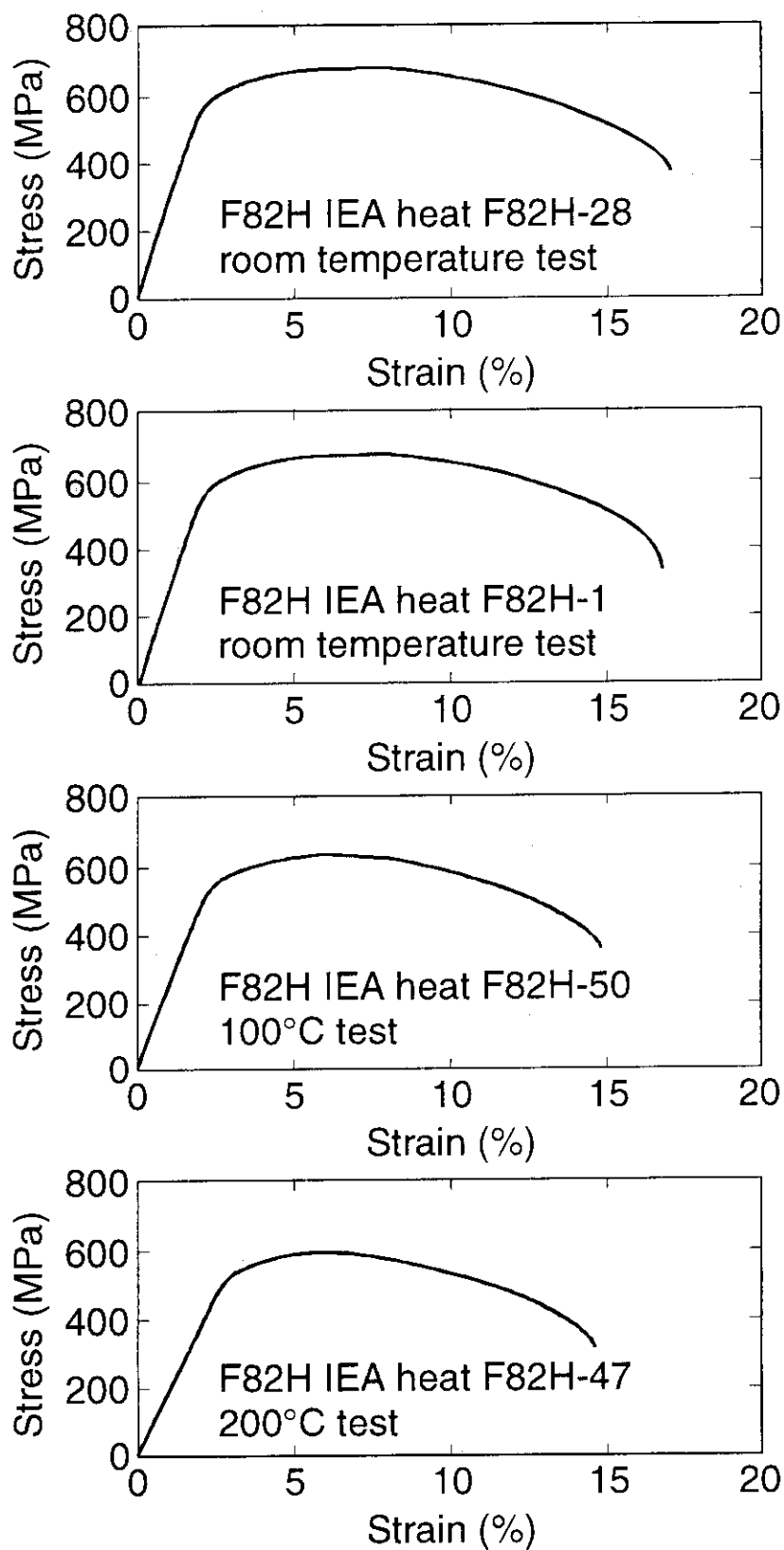


図 3.3.4 F-82H 未処理母材の各温度における Stress-Strain 曲線

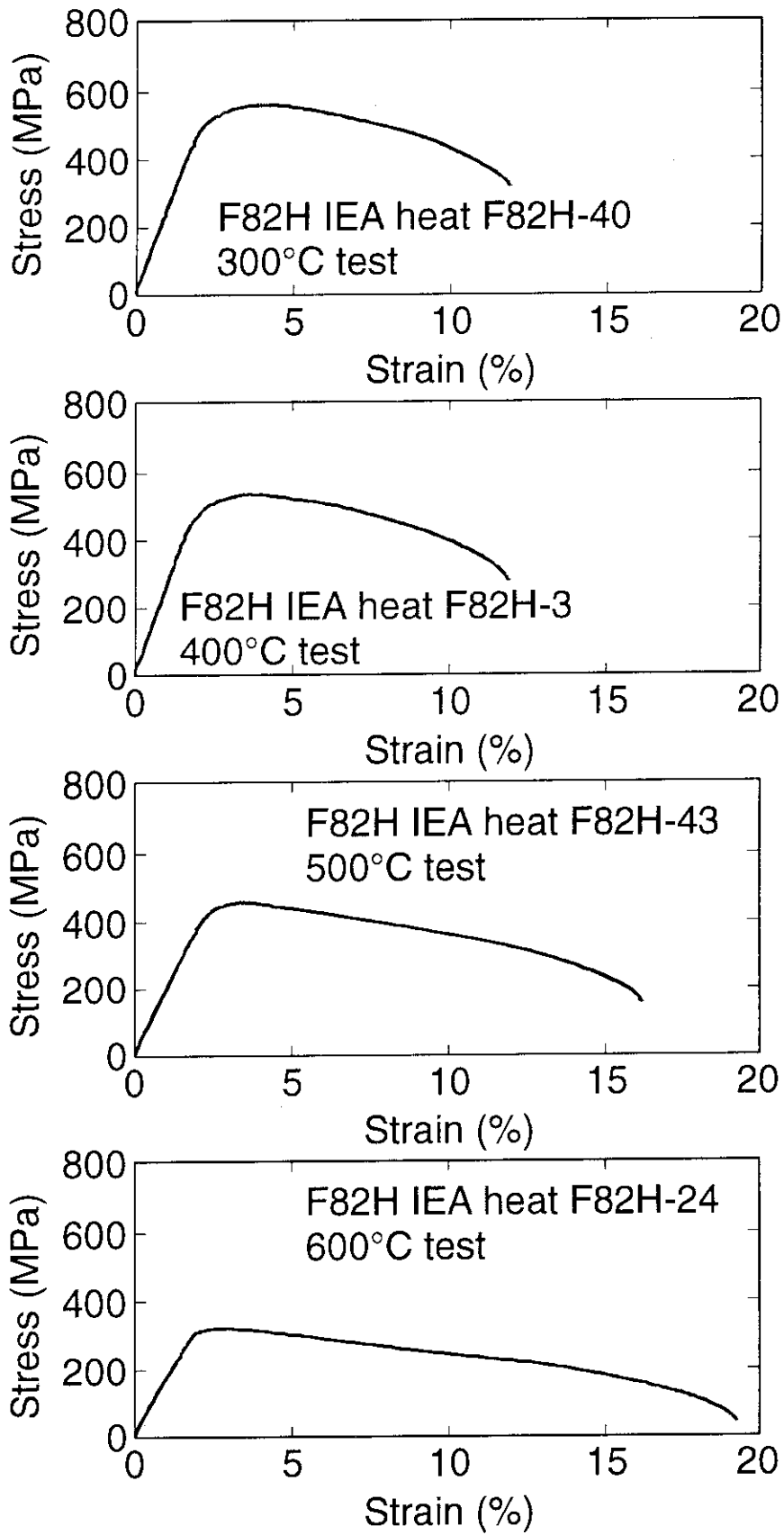


図 3.3.5 F-82H 未処理母材の各温度における Stress-Strain 曲線

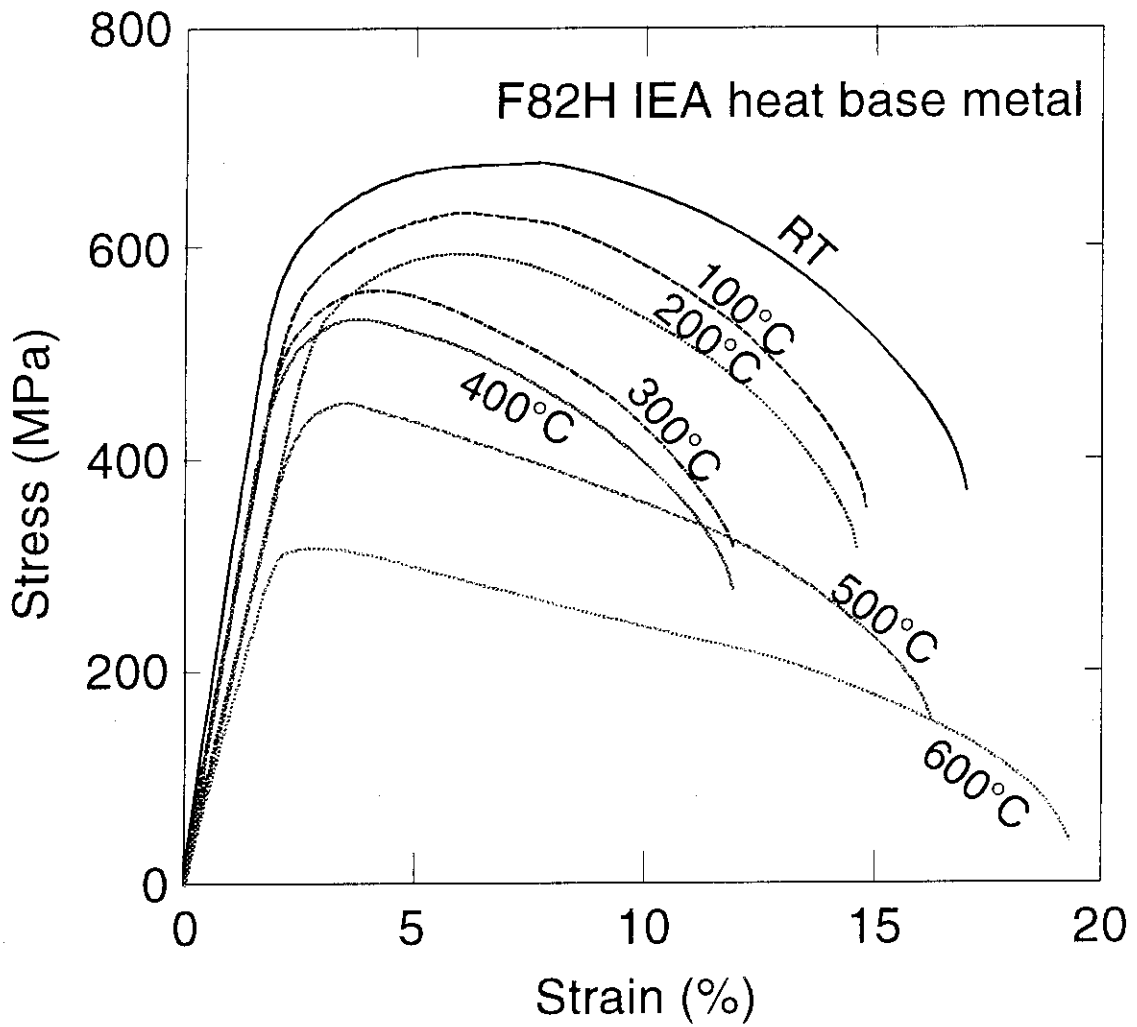


図 3.3.6 F-82H 未処理母材の各温度における Stress-Strain 曲線

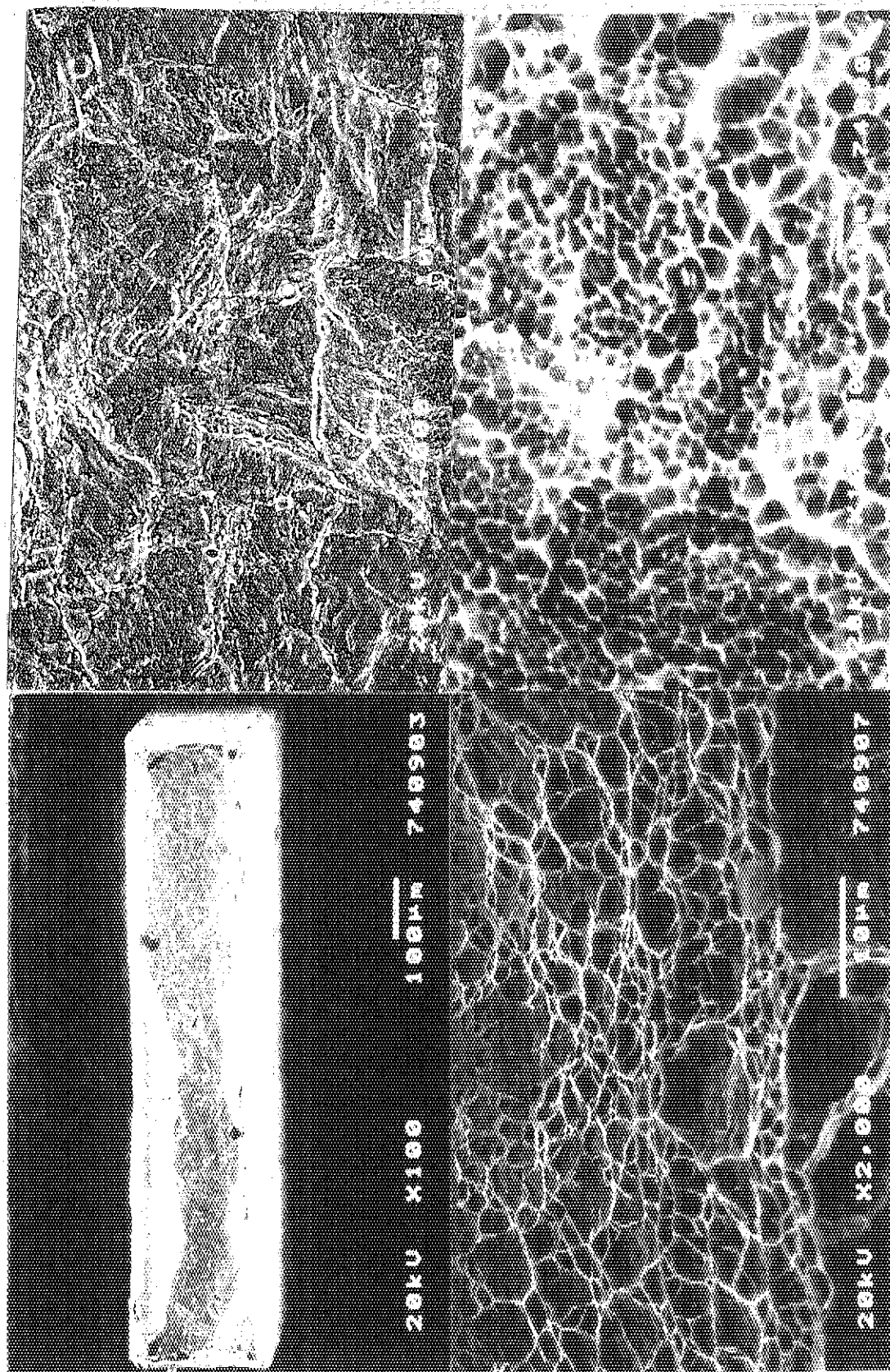


図3.3.7 引張試験片破断部のSEM観察写真

試料：No.3-2

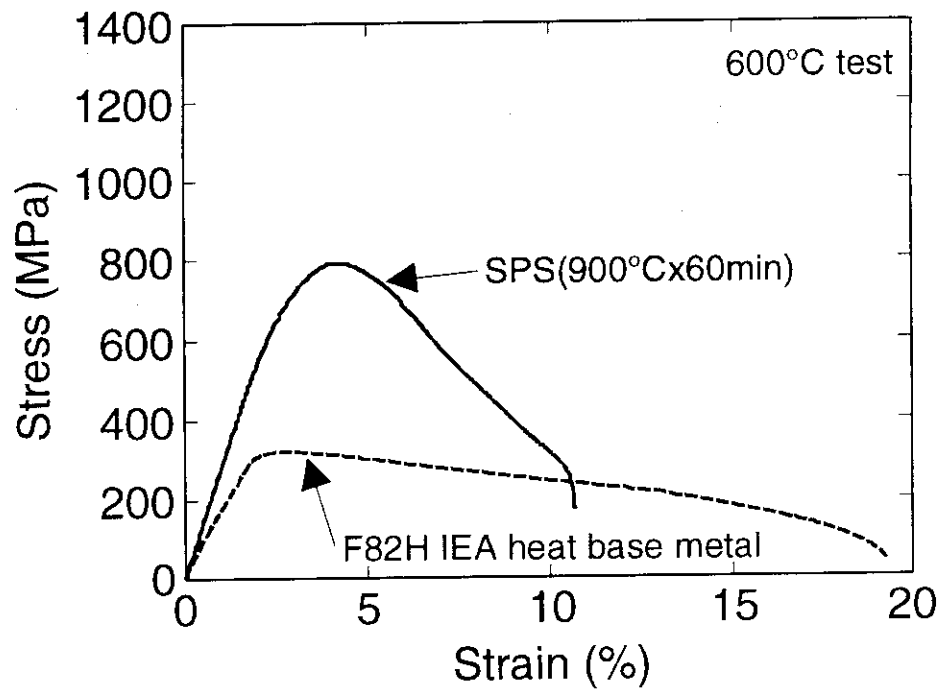
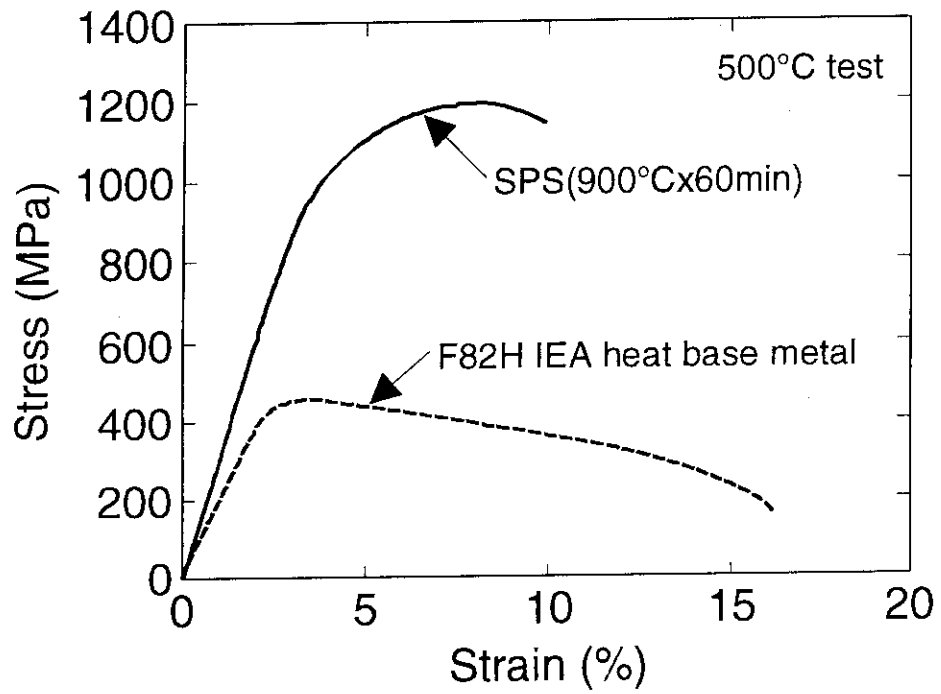


図 3.3.8 F-82H 未処理母材と接合試料の Stress-Strain 曲線

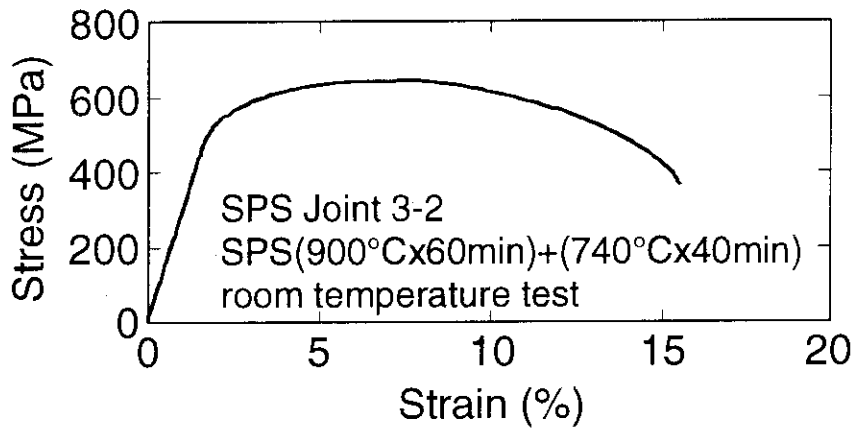
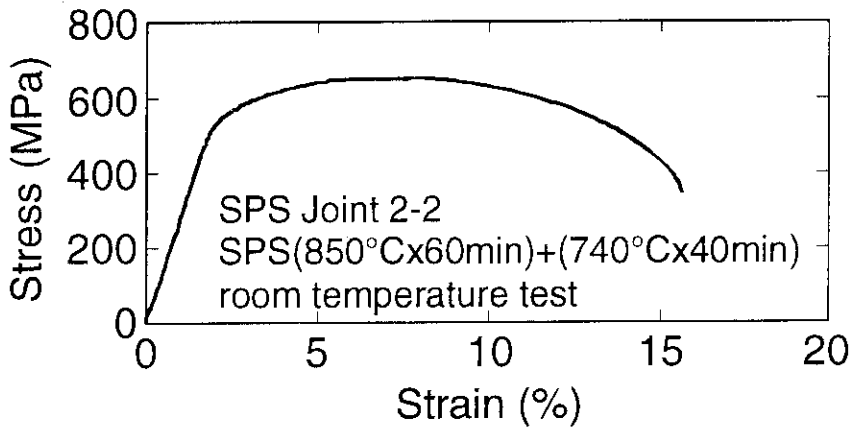
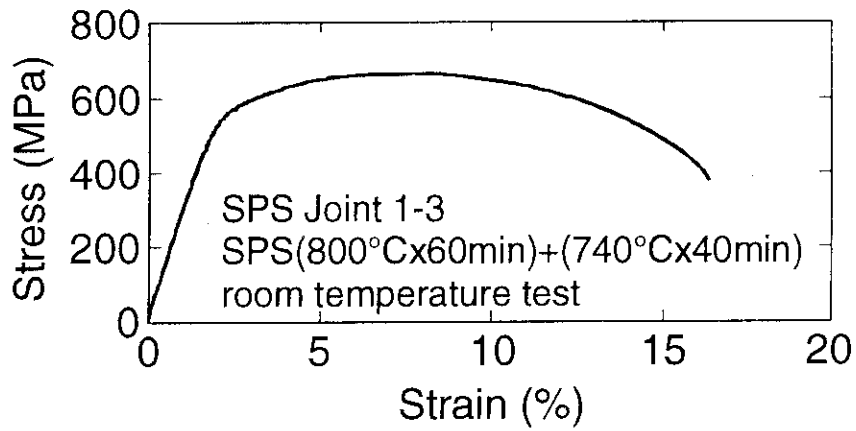


図 3.3.9 SPS 接合試料 焼戻し処理後の Stress-Strain 曲線

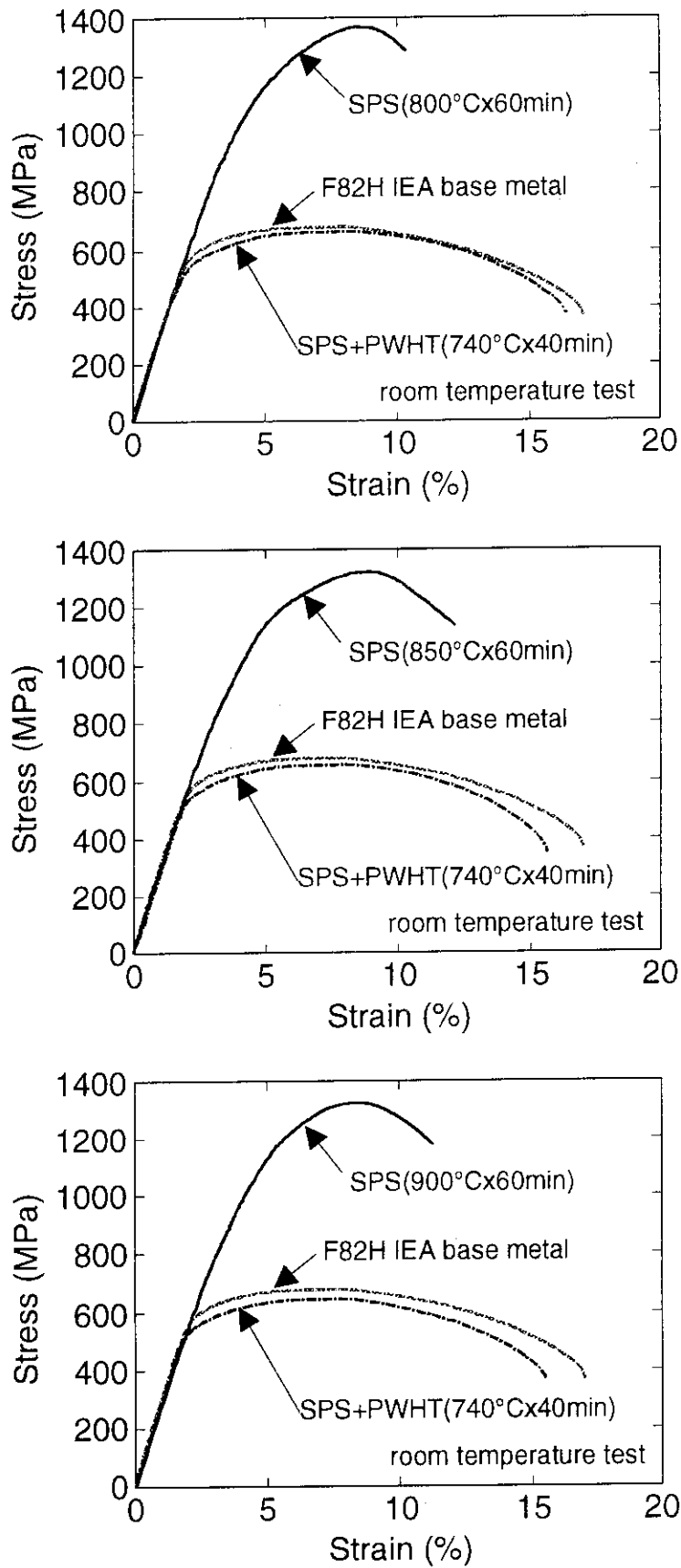


図 3.3.10 F-82H 未処理母材と SPS 接合試料の Stress-Strain 曲線

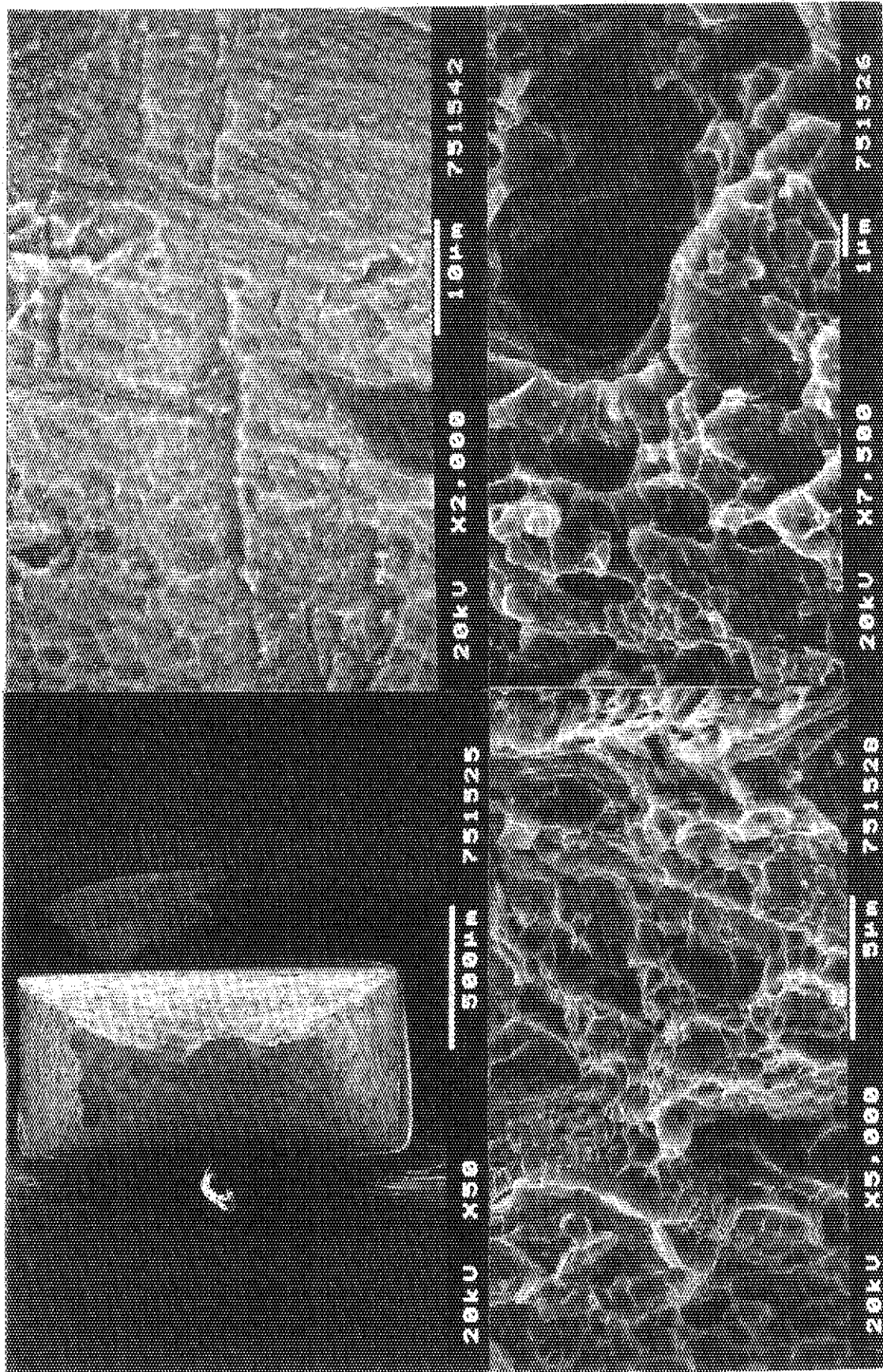


図3.3.11 引張試験片破断部のSEM観察写真

試料：No.850C3-2 (接合後740°C×40min焼き戻し)

3.4 第4回目接合試験

第4回目の放電プラズマ接合試験では、3回目の実験で保持時間を60分とすることにより800°Cでも良好な継手を製作できたことから、さらに溶接後熱処理が要らないような低温での接合が可能かどうかを検討した。またそれとともに最適な接合温度保持時間を見出すための試験も行った。接合条件については表3.4.1に示す。

表 3.4.1 第4回目接合試験条件

試験番号	接合温度	保持時間	その他(共通条件)
4-1	900°C	30分	加圧力:200kgf/cm ² 昇温時間:10分 表面粗さ:0.2μm 雰囲気:真空
4-2	850°C	120分	
4-3	740°C	120分	

850°C、120分の接合では図3.4.1に示すように、接合部の接合線はかなり細くなっており、結晶粒界と同等の太さである。また接合部には空隙が確認されず、良好な継手が得られた。しかしながら接合部の状態は第3回目接合試験で行った850°C、60分のもの(図3.1.1)とほぼ同等であり、60分の接合時間で十分に良好な継手が得られるものと考えられる。

740°Cで120分の処理を行った継手では、図3.4.2に示すように、接合部には隙間が多く、完全な接合は行われていない。この継手から採取した引張試験片を試験した結果、容易に接合部で破断した。引張試験後の破面を図3.4.3に示すが、これからも接合が不十分であることが明らかである。

900°Cで30分の処理を行ったものも接合が不十分であり、図3.4.4に示すように、接合線上に多くの空隙が認められる。このことから900°Cにおいても60分程度の接合時間が必要であることがわかった。

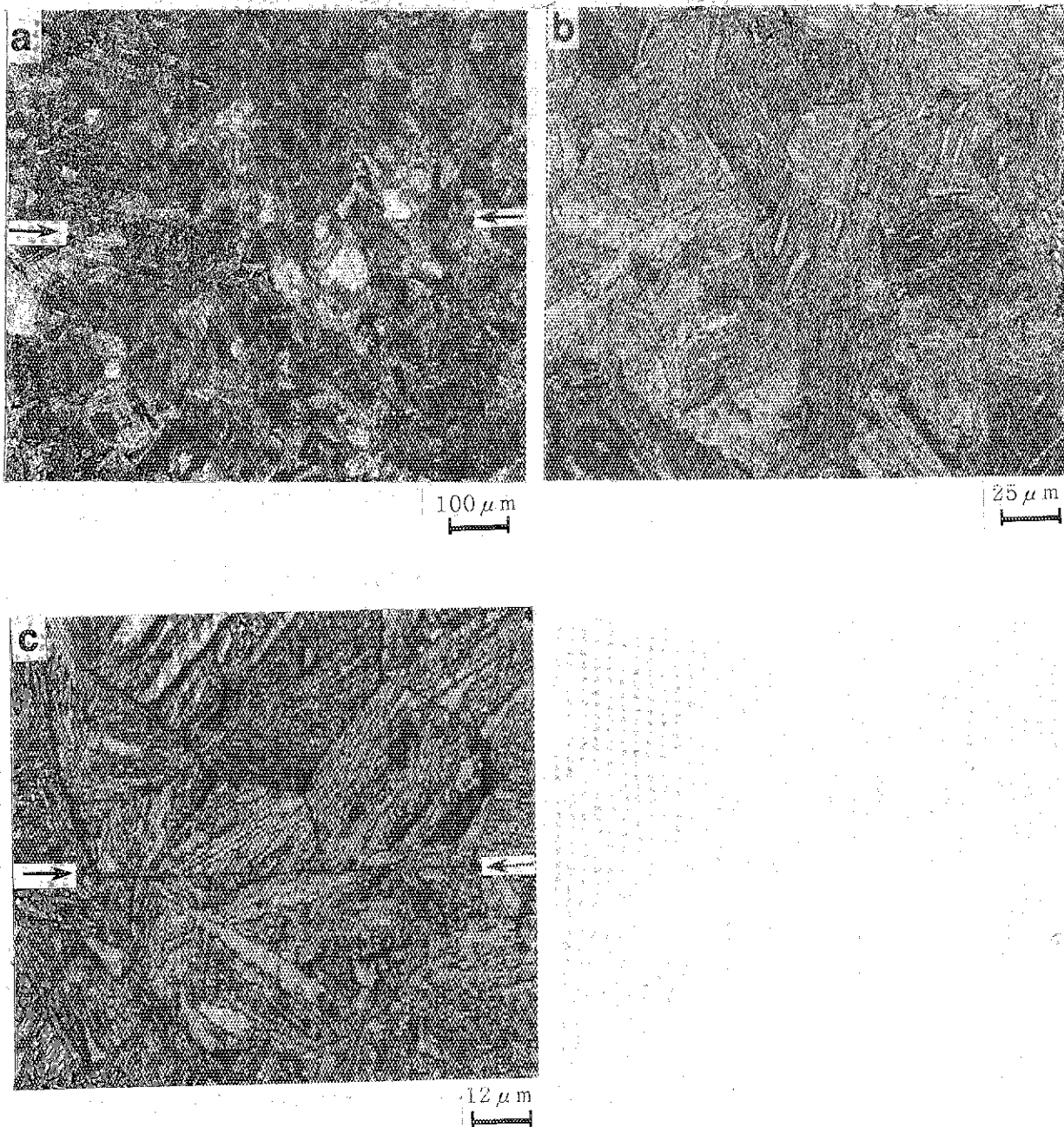


図3.4.1 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真

試料：No.4-1, 200kgf/cm², 850℃×120min

表面粗さ：0.2 μm, 試料厚さ：15.0mm[†]

倍率：(a) x 100, (b) x 400, (c) x 800

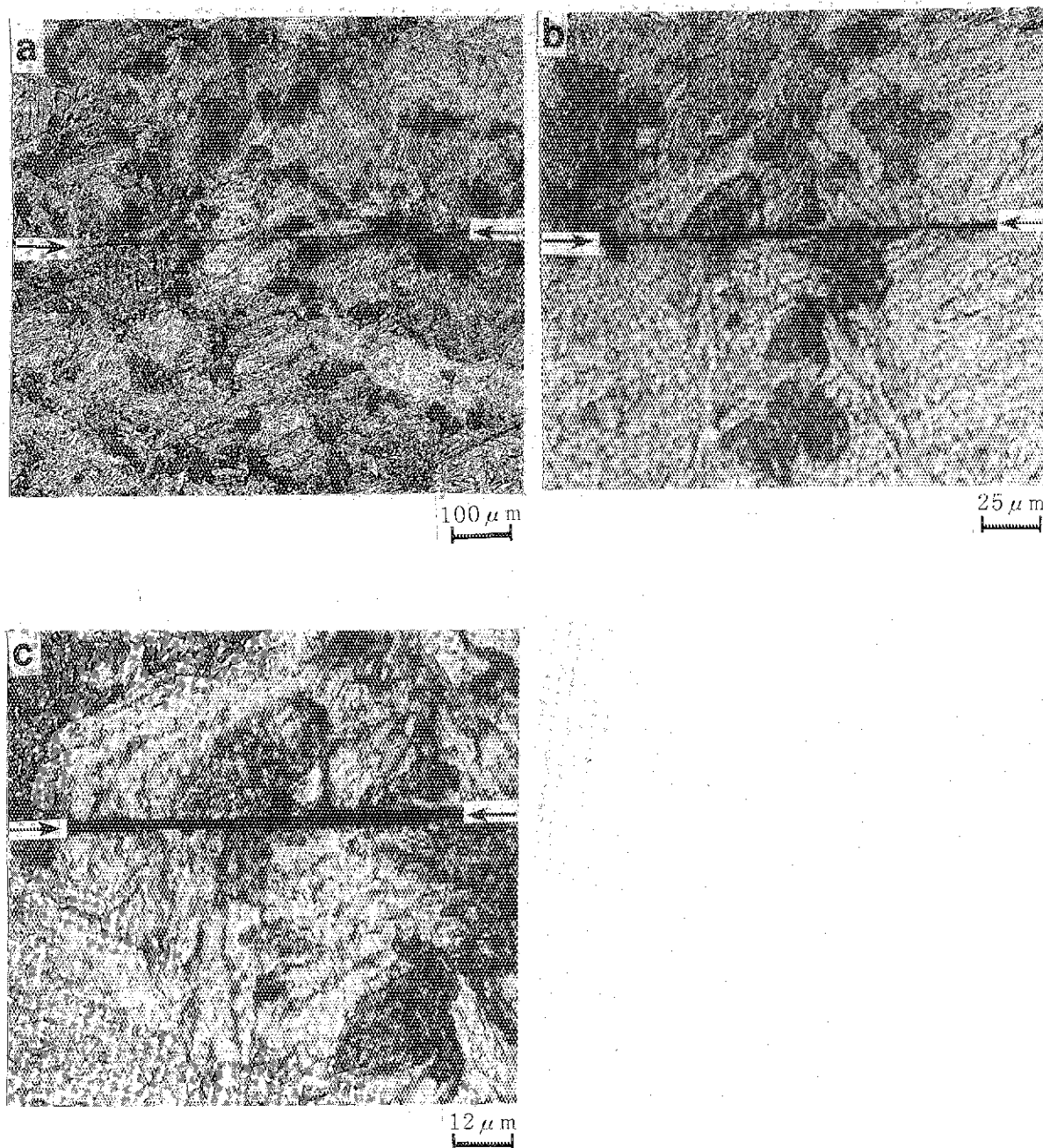


図3.4.2 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真

試料：No.4-2, 200kgf/cm², 740°C×120min

表面粗さ：0.2 μm

試料厚さ：15.0mm[†]

倍率：(a) x 100, (b) x 400, (c) x 800

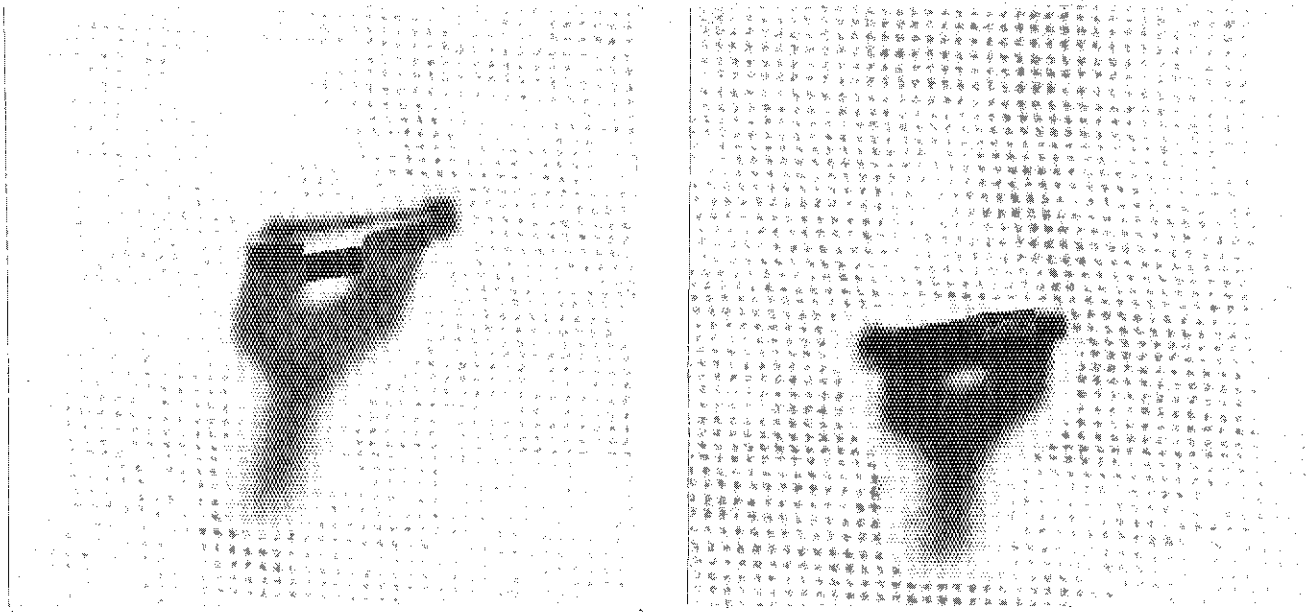


図3.4.3 F-82H・SPS接合破断部観察写真

試料：(a) No.4-2, 200kgf/cm^2 , $740^\circ\text{C} \times 120\text{min}$

(b) No.4-1, 200kgf/cm^2 , $850^\circ\text{C} \times 120\text{min}$

表面粗さ： $0.2\ \mu\text{m}$

試料厚さ： 15.0mm^t

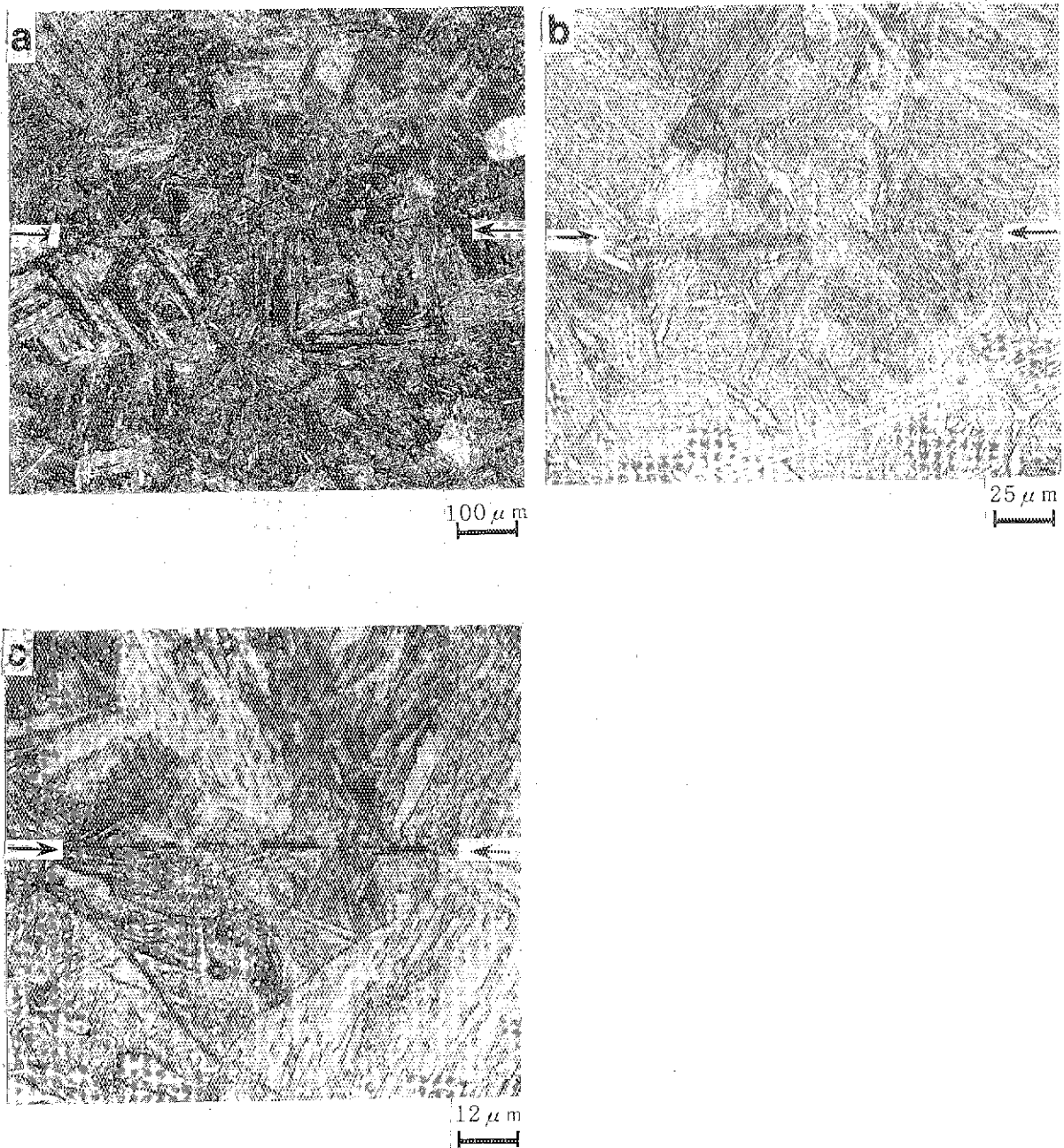


図3.4.4 F-82H・SPS接合部の光学顕微鏡写真

試料：No.4-3, 200kgf/cm², 900°C×30min

表面粗さ：0.2 μm

試料厚さ：15.0mm^t

倍率：(a) x 100, (b) x 400, (c) x 800

4. まとめ

放電プラズマ焼結(SPS)による低放射化フェライト鋼(F82H鋼)の固相接合法について、接合条件の最適化とその適用範囲について検討を行った結果、800°C~900°Cの接合温度範囲で接合を行い、その後740°C、60分の接合後熱処理を行うことにより母材と同等の引張特性を有する継手を製作することができた。

接合状態の良否には、接合温度、接合温度保持時間および接合部の接合前の表面粗さが大きく関係しており、接合部の表面粗さを $0.2\mu\text{m}$ (バフ研磨程度)に仕上げ、800°C~900°Cの接合温度範囲では、60分以上接合温度に保持する必要がある。また、その時、接合部には 200kgf/cm^2 程度の加圧を行う必要があるが、この加圧力を 500kgf/cm^2 にまで増加して試験を行った結果では、加圧力の接合状態への影響は小さかった。以上のようにして接合された継手は、継手材の引張試験の結果、良好な接合状態であることが確認されたが、接合熱処理のままでは焼入れ状態にあり、高強度、低延性を示す。そのため、この接合材に対して、740°C、40分程度の焼戻し熱処理を行う必要がある。この焼戻し熱処理後の継手材の引張特性は、接合処理前の母材の引張特性と全く同一であることが確認された。これからの課題としては、引張特性以外の機械的特性、特にシャルピー衝撃特性や破壊靱性などの破壊特性および疲労特性などについて検討する必要がある。

以上のように800°C~900°Cの接合温度範囲で、良好な継手が製作できることがわかったが、800°C~900°Cの接合温度では、接合後に焼戻し熱処理を行う必要があり、大型部材の接合には不便である。そのため、より低温での接合が可能であるかどうか検討中であるが、現在のところ、まだ成功していない。また別のアプローチとして、接合熱処理での冷却時の温度コントロールを適切にすることにより、継手の性質を改善できる可能性もある。今後は、以上のような低温接合および冷却コントロールの可能性と継手材の性能試験について実験および研究を進めていく予定である。

謝辞

今回の放電プラズマ接合実験において F-82H 接合体を加工して頂いた住友石炭鉱業株式会社の研究開発部の方々および坂下氏にこの場を借りまして深くお礼申し上げます。さらに、接合実験に助言を頂いたNKKの山之内 直次氏および照射解析研究室の実川 資郎氏に改めて感謝の意を表します。

参考文献

- [1] K.Kiuchi, T.Ishiyama and A.Hishimuma, J. Nucl. Mater. 179-181(1991)
- [2] 小田,倉沢,,黒田,秦野,高津, JAERI-Tech 97-013(1997).
- [3] 西口, 溶接接合便覧,溶接学会編, (1990).P.467
- [4] 同上, P.471.

謝辞

今回の放電プラズマ接合実験において F-82H 接合体を加工して頂いた住友石炭鉱業株式会社の研究開発部の方々および坂下氏にこの場を借りまして深くお礼申し上げます。さらに、接合実験に助言を頂いたNKKの山之内 直次氏および照射解析研究室の実川 資郎氏に改めて感謝の意を表します。

参考文献

- [1] K.Kiuchi, T.Ishiyama and A.Hishimuma, J. Nucl. Mater. 179-181(1991)
- [2] 小田,倉沢,,黒田,秦野,高津, JAERI-Tech 97-013(1997).
- [3] 西口, 溶接接合便覧,溶接学会編, (1990).P.467
- [4] 同上, P.471.