技術報告

254. 核融合炉ダイバータ用アルミナ分散強化銅
と316ステンレス鋼拡散継手の強度試験

西 宏*, 武藤 康*, 荒木 俊光**

(1993年 3月16日 受理)

*Mechanical Tests of Diffusion Bonding Joints of Alumina Dispersion
Strengthened Copper to 316 Stainless Steel for Fusion Reactor Divertors*By Hiroshi NISHI,
Yasushi MUTO and Toshiaki ARAKI

Joints of alumina dispersion strengthened copper (DS Cu) to 316 stainless steel are expected to be used for cooling pipes of the divertor in the ITER. In this study, solid state diffusion bonding of DS Cu to 316 stainless steel had been carried out to investigate the influence of the bonding conditions on the strength of the joint, where the bonding parameters were temperature, pressure and hold time. Tensile and Charpy impact tests of the joint specimens and the base metals were performed to evaluate the strength.

The bonding temperature had more remarkable effect on the strength of the joint than the pressure and the hold time. The tensile strength of the joint, which was obtained at the bonding temperature of 1,173K and pressure of 4.8 MPa, was almost the same as that of DS Cu. The absorbed energy of the joint was smaller than that of DS Cu. However, it increased with increasing temperature.

The DS Cu was subjected to recovering and softening during the bonding heat treatment and consequently its proof stress was reduced by 30% at 1,273K. The softening caused the significant compressive deformation during the bonding at both high temperature and high pressure.

KEYWORDS : ITER, divertor plates, dispersion strengthened copper, 316 stainless steel, diffusion bonding, joints, joint strength, bond zone, tensile test, tensile properties, charpy impact test, impact strength, temperature dependence

I. 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、すでにその設計活動が始められている⁽¹⁾⁽²⁾。ITERの構造物の中で最も熱負荷の厳しいものはダイバータ板で、直接プラズマに面しているため熱サイクル、粒子負荷、中性子照射等を受ける。通常運転時のピーク熱流束は設計条件で15~30 MW/m²とされている⁽³⁾⁽⁴⁾。アーマ部に負荷された熱は水冷却

により除熱され、冷却管はアーマ部を通してマニホールド部(316ステンレス鋼)に接合される。ダイバータ板の冷却管ヘッダー部の構造図をFig. 1に示す⁽⁵⁾。冷却管材料としては伝熱特性に優れ、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)の使用が検討されている⁽⁴⁾⁽⁵⁾。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り、接合に

* 日本原子力研究所 (Japan At. Energy Res. Inst.)

** 川崎重工業(株) (Kawasaki Heavy Ind., Ltd.)

よる変形が少なく機械的, 金属学的特性の優れた接合方法の開発が必要となる。

Fig. 1 Schematic view of joint parts of 316 stainless steel and Cu alloy in divertor plate

拡散接合の研究は種々の金属について行われており, 純銅および銅合金とステンレス鋼の接合も固相拡散^{(6)~(11)}, 液相拡散⁽¹²⁾を用いて行われている。しかし, 分散強化銅とステンレス鋼の研究は⁽¹³⁾非常に少なく, 機械的強度試験は行われていない。また分散強化銅は溶融すると分散しているアルミナが結晶粒界に凝集し, 強度が低下するとされており, 液相接合は好ましくないと考えられる。そこで本研究では, 分散強化銅材の接合に適していると考えられる固相直接拡散接合を用い, 316ステンレス鋼と分散強化銅の板材を種々の条件で接合し, 接合材の引張り, シャルピー試験を行い, 接合条件による強度の相違および接合による分散強化銅母材の強度の変化を明らかにした。

II. 使用材料および接合方法

拡散接合に使用した分散強化銅と316ステンレス鋼の化学成分を Table 1 に示す。分散強化銅は SCM Metal Products 社製のアルミナ分散強

Table 1 Chemical compositions of alumina dispersion strengthened copper (DS Cu) and 316 stainless steel (wt %)

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

化銅(GlidCop AL-15)で, 内部酸化法により製造しており, その製造方法を Fig. 2 に示す。

Fig. 2 Manufacturing process for Al_2O_3 dispersion strengthened copper using internal oxidation technique

銅-アルミニウム(Cu-Al)固溶体にボロン(B)を約180 ppm 添加した合金を粉末にし, 酸化させアルミナ(Al_2O_3)を作る。酸化銅は水素脆化を起こしやすいためその生成を防ぐ必要がある。Cu, Al, B が酸化物を作るとき, それらのギブスの自由エネルギーの減少量は, Al_2O_3 , 酸化ボロン(B_2O_3), 酸化銅(Cu_2O)の順に小さくなり⁽¹⁴⁾, Al が優先的に酸化される。B は酸化銅の生成を抑えるために添加している。その後, その粉末は粉末冶金法により焼結され, 熱間圧延等が行われる。この材料は Fig. 3 に示すように⁽¹⁵⁾, 従来の無酸素

Fig. 3 Softening resistance of DS Cu (GlidCop AL-15), oxygen free copper (OF Cu) and zirconium copper (Cu-Zr)

銅(OF Cu)やジルコニウム添加銅合金(Cu-Zr)に比べ、より高温まで再結晶せず、高温で焼きなまししても軟化を起こしにくい。

分散強化銅中の Al_2O_3 粒径は 3 ~ 12 nm で、その分散間隔は 30 ~ 100 nm である⁽¹⁵⁾。また使用した分散強化銅材は板厚 20 mm で60%の冷間圧

延を行なっている。316ステンレス鋼は熱間圧延後1,323 K で300 s の溶体化熱処理を施し、その板厚も 20 mm である。両受入れ材の金属組織を **Photo. 1** に示す。分散強化銅は冷間圧延によりかなり結晶粒の伸びた組織になっている。

Photo. 1 Microstructures of as received DS Cu and 316 stainless steel

拡散接合装置の主な仕様を **Table 2** に示す。加圧は油圧による荷重制御で行い、所定の温度に到達後一定荷重を負荷した。加熱はタングステンヒータを用い、加熱速度約 0.12 K/s で加熱し、接合後炉冷した。炉冷中の冷却速度は接合温度より 200 K 低下するまで約 0.17 K/s であった。また、接合雰囲気は 5×10^{-3} Pa の高真空とした。**Fig. 4(a)**に接合方法を示す。接合面は板面で、圧延方向に垂直になるようにした。接合面は機械加工後バフ研磨し、さらにアセトンで洗浄し、その表面粗さは最大高さで分散強化銅が $0.2 \mu\text{m}$ 、316 ステンレス鋼が $0.18 \mu\text{m}$ である。

接合条件を **Table 3** に示す。接合はSC1~SC5 の5種類の接合条件で行なった。接合性に影響するパラメータを温度・保持時間・加圧力とし、接合

Table 2 Specification of diffusion bonding apparatus

Heating	Tungsten heater Location of heater : Both sides
Heating capacity	Maximum heating temperature : 1,573 K Maximum heating speed : 1,000 K/h
Pressurization	Pressurization using hydraulic servo upward
Capacity of pressurization	1,073 K : 981 kN (100t) 1,373 K : 883 kN (90t) 1,573 K : 736 kN (75 t)
Stroke	150 mm
Degree of vacuum	1×10^{-3} Pa

Table 3 Conditions of diffusion bonding

Specimen No.	Bonding temperature (K)	Pressure (MPa)	Sustaining time (Pressurizing time) (ks)	Compressive deformation (mm)
SC1	1,073	9.8	3.6(3.6)	0.2
SC2	1,173	4.9	3.6(3.6)	0.3
SC3	1,173	16.7	3.6(1.02)	7.0
SC4	1,273	9.8	3.6(0.06)	5.4
SC5	1,273	9.8	7.2(0.06)	5.8

温度を1,073, 1,173, 1,273 K, 加圧力の効果は1,173 K 一定のもとで調べ, 4.9および16.7 MPaで行なった。保持時間は1,273 Kで3.6 ks(1 h)および7.2 ks(2 h)とした。なお加圧時の接合材の許容変形量を7 mmとし, これに達した場合は油圧負荷を直ちに停止して除荷し, 加圧力ゼロで保持した。

III. 強度試験方法

強度試験として引張り, シャルピー試験を行なった。接合材からの試験片採取方法は, Fig. 4(a)に示すように, 接合面が試験片の中央になるようにした。また接合中の温度履歴による分散強化銅母材の強度の変化を調べるため, 受入れ材および接合温度と同じ1,073, 1,173, 1,273 Kで3.6 ks(1 h)熱処理した分散強化銅材についても同様の試験を行なった。熱処理材の試験片採取は, Fig. 4(b)に示すように, 圧延方向が接合材と同一になるようにした。引張り, シャルピー試験片形状をFig. 4(c)に示す。引張り試験片は平行部34 mm,

平行部直径6 mm, シャルピー試験片は10 mm角のVノッチ試験片である。なお引張り, シャルピー試験は各条件で2本ずつ行なった。

引張り試験は室温にて標点間距離24 mm, クロスヘッド速度一定のもとで行い, 0.2%耐力, 破断時の強度, 破断伸び, 絞り等を測定した。弾性域における負荷速度は20 MPa/s以下で行なった。シャルピー試験は試験機秤量294 Nmで試験温度273 Kにて吸収エネルギーを測定した。シャルピー試験片はアルコールとドライアイスで273 Kに温度制御された液槽中に900 s以上浸漬した後, 液槽から取り出し5 s以内に試験した。

IV. 実験結果および考察

1. 母材の強度

Table 4に, 316ステンレス鋼, 分散強化銅受入れ材および熱処理材の強度試験結果を示す。Fig. 5は, 分散強化銅材のそれらの熱処理温度の影響についてまとめたものである。熱処理温度の上昇

Table 4 Mechanical properties of base materials

Materials	Tensile tests at RT					Charpy absorbed energy at 273K (J)
	0.2% proof stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of area (%)	Young's modulus (GPa)	
SUS 316	236	553	55	78	195	283
	237	545	55	78	179	282
DS Cu	440	468	10	49	119	15
As received	430	466	11	48	116	15
DS Cu	333	410	22	66	106	46
Annealed at 1,073K-1 h	330	406	22	67	100	55
DS Cu	320	399	26	70	104	48
Annealed at 1,173K-1 h	324	399	23	67	96.8	55
DS Cu	297	399	26	68	115	121
Annealed at 1,273K-1 h	300	399	27	72	121	125

(a) 0.2% proof stress and tensile strength

(b) Elongation and reduction of area

(c) Charpy absorbed energy

Fig. 5(a)~(c) Influence of annealing on mechanical properties

とともに分散強化銅は軟化し、1,273 K、3.6 ks (1 h)の熱処理で受入れ材に比べ耐力は30%だけ、

引張り強度は25%だけ減少している。逆に破断伸びは2.5倍に、絞り率は1.5倍に増加している。特にシャルピー吸収エネルギーの増加は大きく、1,173 Kから1,273 Kで急増し、1,273 Kの熱処理材と受入れ材を比べると約8倍に上昇している。この原因を調べるため、熱処理による組織の変化を光学顕微鏡により観察した。Photo. 2はその結果で1,173 Kまでは組織の変化は見られないが、1,273 Kでは結晶粒が成長しており、再結晶が開始していると思われる。

Fig. 6に、室温における引張り試験の荷重-変位曲線の一例を示す。分散強化銅材は316ステンレス鋼に比べ0.2%耐力が大きく弾性域が広い。これは上述の金属組織で示したように、分散強化銅材が冷間加工を強く受け加工硬化しているため

Photo. 2 Microstructural change of DS Cu during annealing

で、逆に塑性流動後の加工硬化は少ない。引張り強度と0.2%耐力の比は受入れ材では1.07(316ステンレス鋼では2.3)と小さい。しかし熱処理温度の上昇とともに回復し、弾性域は減少するが、その比は1,273 Kの熱処理材で1.34と上昇している。

Fig. 6 Load-displacement curves of tensile tests of 316 stainless steel, DS Cu and specimen SC 5 at room temperature

2. 接合材の強度

接合材は接合時の加圧力で圧縮変形する。Table 3 に冷却後の接合材の圧縮変形量を示す。接合温度、加圧力が高いほど変形量は大きくなっており、この変形はほとんど分散強化銅側で起きていた。接合条件 SC3 における変形量が最も大きく、分散強化銅の圧縮ひずみは約12%にも達した。核融合炉実機を製作する過程で、この接合条件は変形量が大きすぎて困難な可能性がある。Photo. 3 は、接合面の断面写真の一例である。低温度、低加圧力では接合面端部に未接合部が見られる。これは接合前のバフ研磨により接合面中央が凸型になり、端部が完全に接合されなかったものと考えられる。しかし変形量が大きくなると、接合面端部で分散強化銅が回り込み、未接合部はなくなっている。なお引張り、シャルピー試験片は接合材中心より採取しており接合面端部は切削で除かれている。

Table 5 に、接合材の強度試験結果を示す。引張り試験では、接合条件 SC1 の試験片は接合面

Table 5 Mechanical properties of bonded materials

Specimen No.	Tensile tests at RT					Charpy absorbed energy at 273 K (J)
	0.2% proof stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of area (%)	Position of fracture	
SC1	—	335	2.7	3.6	Interface	4.0
	245	380	4.0	5.3	Interface	4.0
SC2	—	410	22.7	62.2	DS Cu	8.5
	230	410	19.3	56.9	DS Cu	7.0
SC3	230	395	19.0	51.3	DS Cu	7.5
	230	395	18.7	54.7	DS Cu	9.0
SC4	230	400	22.0	71.7	DS Cu	12.0
	230	395	21.3	70.9	DS Cu	10.0
SC5	230	380	22.7	70.9	DS Cu	10.5
	225	380	22.3	75.1	DS Cu	9.5

Photo. 3 Sectional views around bonded zone

で破断したが、他はすべて接合面より約10 mm離れた分散強化銅部において破断した。シャルピー試験ではすべて接合面で破断した。Fig. 6に、接合条件 SC5 の引張り試験の荷重-変位曲線を示す。接合材の荷重-変位曲線は接合条件によらずほぼ同じ形状であった。またこの荷重-変位

曲線は316ステンレス鋼のそれにほぼ等しい。Fig. 7 (a)~(e)は、試験結果を接合温度の影響について比べたもので、母材の値も併記してある。耐力は接合温度の上昇とともに分散強化銅が軟化するため若干低下するが、316ステンレス鋼母材の耐力にほぼ等しい。これは荷重-変位曲線からもわかるように、316ステンレス鋼が塑性変形し易いため、その後引張り変形が続くとステンレス鋼が加工硬化するため、分散強化銅材が変形し分散強化銅部や接合界面より破断する。

引張り強度は、接合温度1,173および1,273 Kで分散強化銅母材の強度に達している。しかし1,073 Kでは分散強化銅母材より約15%だけ低い。これは接合界面より破断したため、この接合材の破断伸び、絞りが非常に小さいことを考えると、接合強度はかなり高いとも考えられる。破断伸び、絞りは接合界面より破断した場合は母材に比べ小さいが、接合温度の上昇とともに分散強化銅母材の値に近づいている。

シャルピー吸収エネルギーは接合温度の上昇とともに増加している。分散強化銅受入れ材と接合材中で最も吸収エネルギーの大きい接合材 SC4 を比べると、接合材の吸収エネルギーは約70%である。しかし分散強化銅母材も熱履歴により吸収エネルギーは増加しており、母材と接合材の吸収エネルギーの比が最も高い接合材 SC3 でもその比は約16%であり、接合材の吸収エネルギーが著しく低い。この接合材のシャルピー衝撃値が低い

Fig. 7(a)~(e) Results of tensile and Charpy impact tests of bonded materials

原因として、接合界面の化合物層の存在等が考えられるが、詳細はさらに検討が必要である。

接合性に及ぼす加圧力、保持時間の効果は、この実験の範囲内では接合温度ほど明瞭に現れない。絞りとシャルピー吸収エネルギー値にそれらの影響が少し見られる。これは加圧力が高くなれば界面拡散が起こり易くなること、保持時間が長

くなれば分散強化銅材の回復がより顕著になり軟化すること、またもし界面に化合物層があれば接合時間の増加によりその層が厚くなること等に起因していると考えられる。

以上の結果より、分散強化銅と316ステンレス鋼の拡散接合をダイバート冷却管に適用する場合、接合温度1,173 K、加圧力 4.8 MPa、保持時間 3.6 ks 以上であれば引張り強度は分散強化銅材と同等の強度が得られる。しかし高温の加熱により、分散強化銅には回復・再結晶が起こるため接合温度は1,273 K 以下にしなければならない。また接合材は接合面端部の未接合や分散強化銅材の変形が起こり、実機では接合後、機械加工する必要があると考えられる。さらに接合材のシャルピー衝撃値は母材に比べ小さい。核融合炉では電磁力やプラズマディスラプション等により部材が衝撃的な負荷を受ける可能性が高い。したがって接合部の衝撃強度を考慮した設計が必要であり、今後さらに衝撃強度の高い接合方法の開発が必要と考えられる。

V. 結 論

核融合炉のダイバータ冷却管に使用される, アルミナ分散強化銅冷間圧延材と316ステンレス鋼の接合を, 固相拡散接合により種々の条件で行い, それら接合材と母材の強度試験から次の結果が得られた。

- (1) 両材の直接拡散接合は可能であり, 接合性に及ぼす効果は接合温度の影響が大きく, 加圧力と保持時間の効果は小さい。
- (2) 接合材の引張り特性は, 温度1,173 K, 加圧力 4.8 MPa, 保持時間 3.6 ks (1 h) の接合条件で分散強化銅母材の引張り強度に達する。
- (3) 接合材のシャルピー吸収エネルギーは接合温度が高いほど大きくなる。しかしこれは分散強化銅母材の吸収エネルギーに比べ非常に小さく, 最も良い接合条件でも母材の約16%である。
- (4) 接合中の加熱により分散強化銅材は回復し軟化する。1,273 K, 3.6 ks (1 h) の加熱で0.2%耐力は受入れ材に比べ約30%だけ低下する。また接合中に分散強化銅材は圧縮変形する。高接合温度, 高加圧力では, この軟化のため変形量が大きくなる。

- (5) 以上の結果より, 核融合炉実機の接合においては接合条件の選定のほか, 接合後に接合部の機械加工が必要になると考えられる。また接合部の衝撃強度が小さいため, 衝撃強度の高い接合方法の開発が必要と考えられる。

—参考文献—

- (1) 松田慎三郎: 核融合研究, 65, 25 (1991).
- (2) 苦米地 顕: 同 上, 65, 32 (1991).
- (3) 戸田三朗, 他: 原子力誌, 34[10], 918 (1992).
- (4) 高津英幸, 他: 同 上, 33[8], 737 (1991).
- (5) 日本溶接協会原子力研究委員会: “核融合実験炉構造設計指針に関する調査 調査報告書”, (1991).
- (6) 瀬戸佐智生, 他: 石播技報, 22, 182 (1982).
- (7) 芹野正行, 他: 溶接学会論文集, 4, 60 (1986).
- (8) 益本広久, 他: 同 上, 6, 104 (1988).
- (9) 橋本達哉, 他: 同 上, 2, 149 (1984).
- (10) 橋本達哉, 他: 同 上, 3, 298 (1985).
- (11) 浜田邦彦, 圓城敏男, 池内健二: 同 上, 3, 139 (1985).
- (12) 舟木孝雄, 他: 同 上, 6, 219 (1988).
- (13) PRASAN, K.S.: “The Metal Science of Joining”, (Ed. by CIESLAK, M.J. et al.), 295 (1992), TMS.
- (14) 日本金属学会編: “金属データブック”, (改定3版), 96 (1993), 丸善.
- (15) TROXELL, J.D.: Proc. 13th Symp. on Fusion Engineering, 761 (1989).

○学術情報センターシステムの利用資格の拡大○

大学等以外の研究者の方も利用できます

学術情報センターは, 文部省の大学共同利用機関として設置され, 学術研究情報を迅速かつ的確に研究者に提供することを目的とし, これまで大学, 大学共同利用機関等の研究者に対し, 各種データベースの情報検索サービスおよび電子メールなどのサービスを提供してきたが, 平成5年8月1日から学術研究などを行う機関等の研究者, 学会の正会員にもサービスを提供することとなった。今後, 学術研究の動向, 研究者のニーズなどを見極めながら, さらに充実していく予定である。

また, 従来, 大学等の図書館に対して提供してきた目録所在情報サービスについて, 学術情報を扱う大学等以外の図書館にも同時にサービスを提供することとなった。

これを機会に, 多くの研究者の方が利用されることが期待されている。

問合せ先 (〒112) 東京都文京区大塚3-29-1

学術情報センター 共同利用第2係
(03-3942-6934; FAX 03-3942-6797)