

要約

核融合炉ダイバータおよび高効率ブランケットの設計において、タングステン (W) は、耐熱性や耐スパッタリング性の観点からプラズマ対向材料 (PFM) として期待されており、酸化物分散強化鋼 (ODSS) は、その高温強度、耐照射性、耐食性から内部支持構造材料として期待されている。これらの材料を併用する場合には、W と ODSS の異材接合技術が必要であり、その開発研究は重要な位置づけとなっている。

しかしながら、W/ODSS の異材接合においては、W (CTE=4.91 $\times 10^{-6}/K:1000^{\circ}C$) と ODSS (CTE=13.25 $\times 10^{-6}/K:1000^{\circ}C$) 間に存在する熱膨張差により拡散接合後に発生する熱応力が問題となっている。この熱応力緩和において、中間材 (インサート材) の使用が効果的であると考えられるが、核融合炉では、中性子照射量の違いから、従来試みられてきた中間材では適用が難しい。本研究では、核融合炉への応用をめざし、W および ODSS の異材接合部の健全性を高めるため、接合部における熱応力緩和法として、中間材を適用することに着目し、接合部の健全性に及ぼす中間材の影響を調べるとともに、新たな異材接合プロセス技術の開発を目的とした。なお、本論文における各章の成果概要と関連を図 1 に示す。

第 2 章では、バナジウム中間材を用いた W と酸化物分散強化鋼 (ODSS) の固相拡散接合技術開発を行った。この拡散接合実験において、脆化相である σ 相の抑制に着目し、以下の結果を得た。

① V-4Cr-4Ti/ODSS 間へのバリア層導入による σ 相脆化抑制：拡散接合により、炉運転温度 $700^{\circ}C \sim 800^{\circ}C$ では、 σ 相による脆化が顕著になることが懸念されたため、酸化物分散強化フェライト鋼と V-4Cr-4Ti 合金の間に相互拡散バリアとして Ti 箔を導入し、拡散バリア層の有無による接合強度を調査した。その結果、バリア層を用いなかった場合、 $700^{\circ}C$ 、1000 時間の熱処理後に、破壊強度が低下した。一方、バリア層を用いた場合は、同様の熱処理後においても、強度低下は見られなかった。

② 有限要素法による熱応力解析：バリア層導入により、Fe-V の相互拡散は抑制され、熱処理後も接合強度を維持することが可能となったが、放電加工法により微小試験片を切出した結果、W 内部においてき裂の発生が確認された。この原因を調査するため、有限要素法により、熱応力を解析した結果、バナジウム中間材を用いた弾性的な熱応力緩和は、十分でないことが明らかになった。この理由として、弾性変形量は W と ODSS の熱膨張差による歪量より少なく、さらにバナジウム合金は降伏点が高いためと考えられる。

第 3 章では、W/ODSS 拡散接合の中間材として降伏点の低い純鉄を用いて、塑性的熱応力緩和を試みた。純鉄の降伏点は、広範囲温度域で低く、延性や熱伝導性にも優れており、W と ODSS の中間材としては適していると考えた。純鉄の中間材として適用性を検討し、以下の結果を得た。

① 純鉄/アモルファス中間材二層中間材：従来、アモルファス中間材のみを使用したろう付

け接合法が試みられてきたが、この接合では、拡散接合時に溶融を伴うため、応力緩和の指標として重要な中間材の厚さの制御が難しくなる。さらにアモルファス中間材単体での使用では、アモルファス中間材が、鉄に対し融点降下元素となる Si を含有しているため、室温での脆性が懸念される。すなわち Fe-Si 系合金は Si が 4wt%以上で室温脆性が懸念されており、アモルファス中間材は 5wt%Si を含むことから室温脆性が懸念される。一方、アモルファス中間材は従来の研究より、ろう付け性能は高いと判断できるため、従来の荷重プレスで拡散接合し、純鉄とアモルファス中間材を併用した。この調査では、「固体状態を維持しつつ、低降伏強度を持つ純鉄の効果」と「W/純鉄界面のろう付けの効果を持つアモルファス中間材の効果」で熱応力緩和ができると考えた。その結果、放電加工法により、微小曲げ試験片採取に成功し、独自に開発した微小曲げ試験器により曲げ強度を得ることに成功した。しかし、組織観察の結果、アモルファス中間材に含まれる融点降下元素(Si,B)により拡散影響部が確認された。

②純鉄を中間材として用いた異材接合：純鉄のみを用い、高温圧縮試験器を使用し、中間材部のみに数%程度の塑性変形を導入することにより、ろう付けと同等の W/中間材界面の密着性を確保した。この結果、微小曲げ破壊強度 300MPa 以上の破壊強度を得ることに成功した。この時、製造工程の異なる W と拡散接合時に接合面に対する結晶粒配向の違い W で、接合を行い、曲げ試験を行った結果、結晶粒配向性が接合強度に影響を与えることがわかった。この強度に及ぼす関係は、W を強加工した製造ほど顕著にみられた。これらの接合強度を調査した結果、最も高い接合強度を示した W は、一般的な、圧延・押し出し加工による W を使用した場合ではなく、日本タングステン社の製造するエスタン(S-TAN)と呼ばれる HIP 加工により製造された等軸結晶粒を有する W であった。この結果から等軸粒 W は拡散接合の残留熱応力場に適していると考えられる。

第 4 章では、焼結後の塑性加工率と製造工程の異なる純 W に関し、その機械的性質に及ぼす結晶粒の配向、熱処理温度および試験温度の効果を調査した。加えて、近年、ブランケット PFM 材料として注目されている。真空プラズマ溶射(VPS)法による W の機械的特性評価を行い、以下の結果を得た。

①W における配向性と曲げ強度比較：圧延率の高い W (1.5~2.0mm 厚) では、接合温度 1240°Cにおいて、再結晶脆化によるとみられる破壊強度の低下が認められた。一方、圧延率の低い W (10~12mm 厚)は、1300°C 付近まで強度低下を示さず、1300°C より低い熱処理温度では、受け入れ材と比較し、むしろ破壊強度の上昇が認められた。これは塑性加工により導入された転位の回復の効果であると考えられる。また、結晶粒配向性をもつ ITER grade W および等軸結晶粒のエスタンについての高温引張試験の結果、いずれも 200°C 以上で延性を示し、200~1300°C における降伏強度は結晶粒配向に依存せず、同様な試験温度依存性を示すことが分かった。

第 5 章では、変態超塑性で知られている相変態誘起塑性変形を示す S50C 炭素鋼を中間材として用いて拡散接合を行った。その結果、純鉄を中間材として用いた場合を超える破

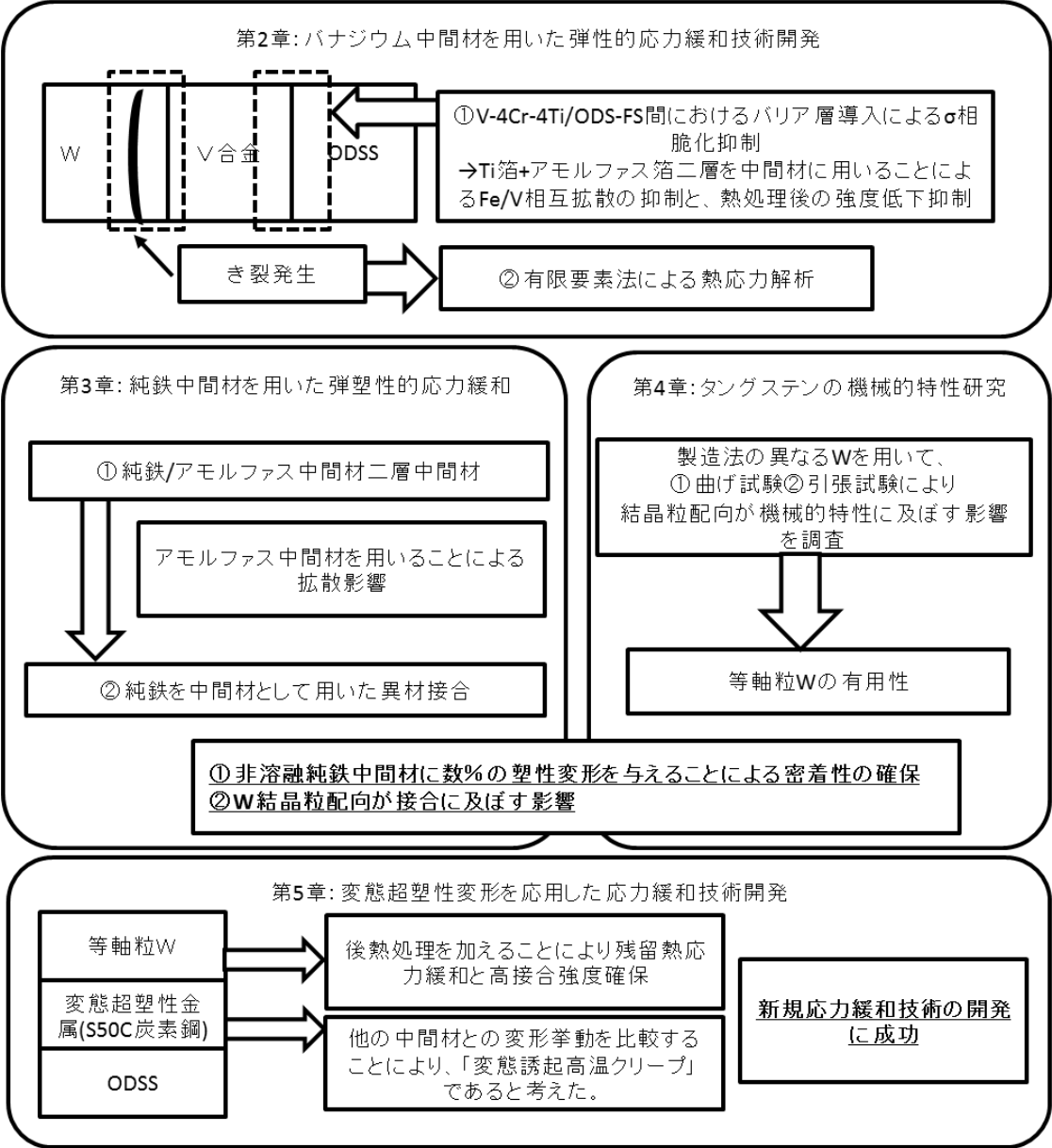
壊強度を示した。この応力緩和機構を調査し、S50C 中間材を用いた場合の接合部の調査を行い、以下の結果を得た。

①超塑性鉄鋼材料を中間材として用いた異材接合：この接合法は、W/ODSS 間において、熱応力が発生する冷却段階で、後熱処理を加えることにより、相変態誘起塑性変形を誘起させる応力緩和技術である。W/ODSS 拡散接合に本技術を適用した結果、従来の接合技術では、成し得なかった高強度 (377MPa) を得ることに成功した。この応力緩和機構を明らかにするために、異なる後熱処理を試みた結果、 γ/α 変態温度域を徐冷した後熱処理を施したとき最も高い破壊強度を示した。この原因として、 γ/α 変態により誘起される高温クリープ変形は、 γ 相中より α 相が析出するときの転位発生により促進されるためと考えられる。よって、その転位発生時間のより長い後熱処理が高温クリープを誘起するのに適していたと考えられる。また、拡散接合条件 (1240°C、1 時間) で焼鈍熱処理を施した純鉄と炭素鋼の室温引張試験を行った。その結果、純鉄は低い降伏強度を示し、純鉄中間材を用いた応力緩和は、この低降伏強度に起因していると考えられる。一方で炭素鋼では、焼鈍熱処理後も降伏強度は、ほとんど低下しなかった。これは炭化物によるピンニング効果であると考えられる。つまり拡散接合後、「純鉄の降伏強度よりも、S50C 炭素鋼の降伏強度ほうが高い」という結果が得られ、熱応力緩和機構が異なっていることが明らかになった。そしてこれらの結果より、炭素鋼による応力緩和機構は、相変態による高温クリープ変形であると考察した。

②化合相の生成過程と拡散方向の同定：新たな熱応力緩和機構として S50C 鋼を中間材として用い、拡散接合を試みた。その接合部断面を観察した結果、破壊部は、W 内部ではなく、W/中間材界面の化合相内部であることが観察された。この化合相は、拡散接合の際に生成されたと考えられる。その後の拡散相の進展に関し、焼鈍熱処理により調査した結果、1400°C、2 時間で焼鈍してもさらなる進展は見られなかった。

以上、本論文では、核融合炉への適用に向け、W/ODSS の接合技術の開発を行い、変態誘起高温クリープ変形を利用することで、従来の接合法をはるかに凌ぐ、高い曲げ強度が得られており、変態誘起クリープ変形による高い接合強度の発現機構は、学術的にも重要である。また、本手法は、新規接合技術と位置づけられ、得られた成果は、W との異材接合を必要とする核融合炉ダイバータならびに他の金属との異材接合にも応用することが可能であると期待できる。

第1章: 緒言
核融合炉研究におけるW/支持構造材料の接合技術開発の重要性



第6章: 総括

図1 本論文における各章の成果概要と関連