

Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al 合金の熱処理による溶接部の高靱性化

白砂洋志夫*・野末 章*²・大久保忠恒*²・栗林 一彦*³
堀内 良*³・石本 誠二*⁴・佐藤 博*⁴

Toughening in Weld Joint of Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al Alloy with Heat Treatment

Yoshio SHIRASUNA, Akira NOZUE, Tadatsune OKUBO, Kazuhiko KURIBAYASHI,
Ryo HORIUCHI, Seiji ISHIMOTO and Hiroshi SATO

Synopsis:

A modified heat treatment process has been developed to maintain high strength levels of the base-metal and to enhance fracture toughness of the weld joint in welded materials of Ti-15%V-3%Cr-3%Sn-3%Al alloy used for spherical rocket motor cases of upper stages for scientific satellites. The hardness became relatively high at the weld joint with conventional heat treatment process. This local increase in the hardness results in a decrease of the fracture toughness of the weld metal. In order to reduce slightly the hardness only at the weld joint, the materials were aged at relatively low temperature (designated as preaging) after solution treatment, and then welded and conventionally aged (designated as secondary aging). The mechanism to improve the mechanical properties is considered as follows. At first, almost all parts are uniformly hardened with the preaging. Then the hardness of the weld joint is sharply reduced due to TIG welding because of re-solution treatment, while the base-metal maintains the high hardness. At the last step of the secondary aging, the hardness at the base-metal is increased in terms of the second step aging but the weld joint is hardened up to the level slightly down that of the base metal. Consequently this process has made it possible to obtain the desirable mechanical properties.

Key words: beta titanium alloy; TIG welding; mechanical property; heat treatment process; rocket motor case.

1. 緒 言

科学衛星打ち上げ用上段球形固形ロケットモーターケースの材料¹⁾には、従来から $\alpha + \beta$ 型の Ti-6%Al-4%V 合金^{2)~4)} が使用されてきた。しかしながら、この合金は溶体化処理時の急冷操作と成形加工性などの作業性に難点があった。近年、優れた焼入性と冷間加工性を有する準安定 β 型チタン合金の開発が進み⁵⁾、積極的に β 型チタン合金の使用が検討されるようになった。その代表的な β 型チタン合金である Ti-15%V-3%Cr-3%Sn-3%Al 合金 (以下、15-3 合金と略記する) を用いたモーターケースの製造工程は、約 10 mm の素材

を溶体化処理後、冷間絞りにより半球球に加工し、切削加工により約 1 mm の薄肉厚の半球形の殻とし、その後この二つの半球球を赤道部に近い位置で溶接を行い、時効処理を施す。このモーターケースは軽量化のために十分な母材強度を必要とし、加えて溶接部の破壊靱性を確保しなければならない。15-3 合金の溶接部の硬度は母材よりも高くなることが報告されている⁶⁾。この局所的な溶接部の硬度上昇は、溶接部の破壊靱性を著しく低下させ、15-3 合金の溶接構造物の施工上の大きな問題となりうる。

本研究では、15-3 合金の溶接材において、破壊靱性低下の大きな要因と考えられる溶接部の硬度上昇に着目

昭和 63 年 11 月本会講演大会にて発表 平成 2 年 12 月 17 日受付 (Received Dec. 17, 1990)

* 上智大学理工学部 (Faculty of Science and Technology, Sophia University, 7-1 Kioi-cho Chiyoda-ku, Tokyo 102)

*² 上智大学理工学部 工博 (Faculty of Science and Technology, Sophia University)

*³ 宇宙科学研究所 工博 (The Institute of Space and Astronautical Science)

*⁴ 日産自動車(株)宇宙航空事業部 (Aeronautical & Space Division, Nissan Motor Co., Ltd.)

し、母材での高い強度の維持と溶接部における破壊靱性の向上を実現するためのロケットモーターケースの熱処理法の確立を目的とする。

なお、球形モーターケースの製造を想定した場合、TIG 溶接は電子ビーム溶接と併用されており、かつ電子ビーム溶接の補助技術としても欠かすことができないことから、本研究では TIG 溶接における問題点の解決を試みる。

2. 実験方法

2.1 材料と熱処理

本研究で使用した 15-3 合金の化学成分は V: 14.93 mass%, Cr: 3.20 mass%, Sn: 2.98 mass%, Al: 3.50 mass%, C: 0.007 mass%, Fe: 0.19 mass%, O: 0.133 mass%, N: 0.007 mass%, H: 0.0058 mass%, Ti: 残である。板厚 10 mm の熱間圧延板を、Fig. 1 に示すように、1073 K, 1.8 ks で溶体化処理後、後述する TIG 溶接を施し、温度 748 K, 773 K, 798 K, 808 K, 823 K, 時間 7.2 ks, 18 ks, 36 ks の条件でそれぞれ時効を行った。

2.2 TIG 溶接法

板材を圧延方向と直角に切り出し、その切断面に両側 U 字開先加工を施した後、手動 TIG の突合せ多層盛溶接を行った。溶接条件は電流: 100-120 A, 電圧: 11-12 V, 速度: 2.0-2.5 mm/s, 層数: 片側 20, 層間温度: 373 K 以下である。TIG 溶接の溶接材には母材とはほぼ同じ成分の溶接棒を用いた。その化学成分は V: 15.20 mass%, Cr: 3.22 mass%, Sn: 3.02 mass%, Al: 3.45 mass%, C: 0.010 mass%, Fe: 0.19 mass%, O: 0.144 mass%, N: 0.007 mass%, H: 0.0129 mass%, Ti: 残である。

2.3 溶接材の力学特性の測定

各種熱処理を施した溶接材の時効挙動を調べるために、溶接ビードの直交切断面において、溶融部中心から板面に平行に母材方向へ約 20 mm まで約 0.5 mm の間

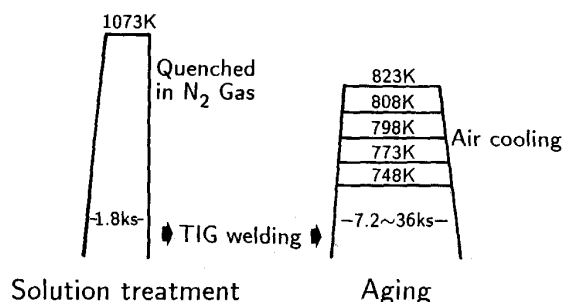


Fig. 1. Conventional process of welding and heat treatment for spherical rocket motor case.

隔でマイクロビッカース硬度を測定した。なお、試験荷重は 9.807 N である。引張試験と破壊靱性試験については、平行部 35 mm, 直径 6.3 mm の丸棒引張試験片と板厚 9 mm, 板幅 36 mm の CT 試験片をそれぞれ用いて行った。なお、引張試験片と CT 試験片の溶接材における採取部を Fig. 2 に示す。ここで、溶融部を WM, 熱影響部を HAZ, 母材を BM とした。母材における両試験片の採取方向は Fig. 2 と同様である。

3. 結果

3.1 溶接材の時効挙動

Fig. 3 に一例として溶接材、および 748 K, 7.2 ks と 36 ks の時効処理材の溶融部から母材への硬度分布を示す。なお、図中の WM, HAZ, BM の境界についてはマクロ組織により識別した。識別方法は以下同様である。時効を施していない溶接材の硬度は溶接部と母材においてほとんど変化はない。しかし、7.2 ks 材の硬度は場所によって大きく異なっている。すなわち、溶融部の硬

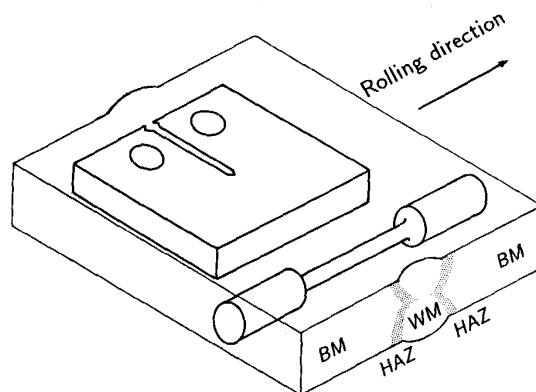


Fig. 2. Positional relation of specimens in welded material. WM, HAZ and BM denote weld-metal, heat-affected-zone and base-metal respectively.

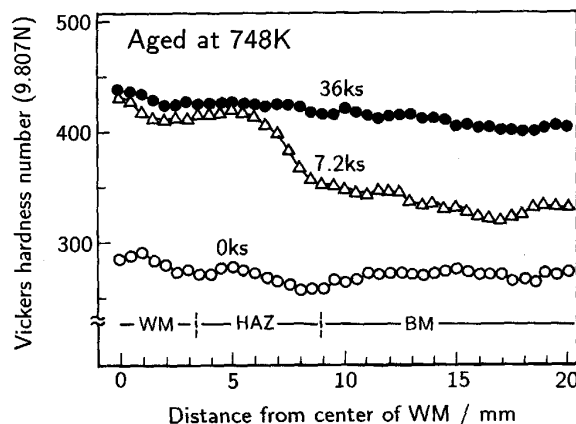


Fig. 3. Vickers hardness distribution of welded materials aged at 748 K for 0 ks, 7.2 ks and 36 ks.

度が最も高く、熱影響部、母材の順となっている。硬化がほぼ飽和状態となっている 36 ks 材では、硬度分布は 7.2 ks 材と比較し平坦になるが、溶接部の硬度は母材より高くなった。773 K, 798 K, 808 K, 823 K 材の硬度分布も Fig. 3 とほぼ同じ傾向であった。

3.2 溶接部の破壊靱性向上のための熱処理方法

母材での高い強度の維持、ならびに溶接部の破壊靱性低下の改善のため、溶接部の強度を母材より相対的に低下させるを試みる。Fig. 4 において、(a) の破線は Fig. 3 の 36 ks 材のデータを、(b) の実線は溶接部の破壊靱性低下の改善の概念をそれぞれ模式的に示している。(b) の硬度分布を実現するために、溶体化処理後、比較的低い温度で時効を行い（以下、予備時効とよぶ）、その後溶接を施し、再び時効を行う（以下、二次時効とよぶ）。すなわち、予備時効により全体が均一に硬化され、その後溶接を施し、母材の硬度は高い状態で溶接部のみ再溶体化され軟化する。続いて、二次時効を施すことにより、母材では二段時効⁷⁾により硬度を上昇させ、溶接部において母材の硬度より低くなるように硬度を上昇さ

せる。このようにして、母材での高い強度の維持、および溶接部における破壊靱性の向上が期待される。

(1) 予備時効を施した溶接材の熱処理法

Fig. 4 の実線で示した硬度分布を実現するために、Fig. 5 に示す熱処理を行った。ここで、予備時効温度は短時間で過時効とならないように 748 K とし、その時間は硬化がほぼ飽和する 57.6 ks とした。二次時効温度の範囲は ASM のほぼ推奨温度範囲⁸⁾ とし、その時間は硬化がほぼ飽和状態となる 36 ks とした。併せて、723 K, 57.6 ks の予備時効も実施した。

(2) 予備時効を施した溶接材の時効挙動

748 K, 57.6 ks 予備時効材を溶接後、Fig. 5 に示す各温度で二次時効を施した。一例として、二次時効を施していない溶接材と二次時効 798 K 材の硬度分布を Fig. 6 に示す。0 ks 材の溶接部の硬度は再溶体化により低下

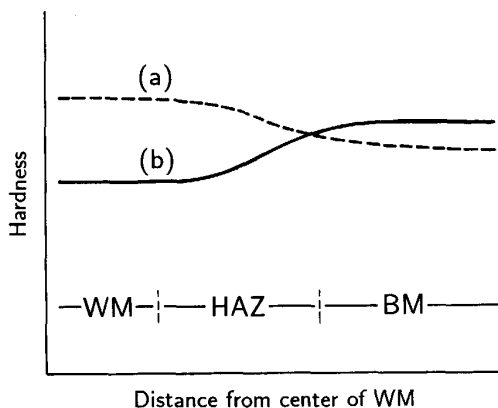


Fig. 4. Schematic representation of hardness distribution of welded materials with (a) conventional and (b) modified heat treatment process.

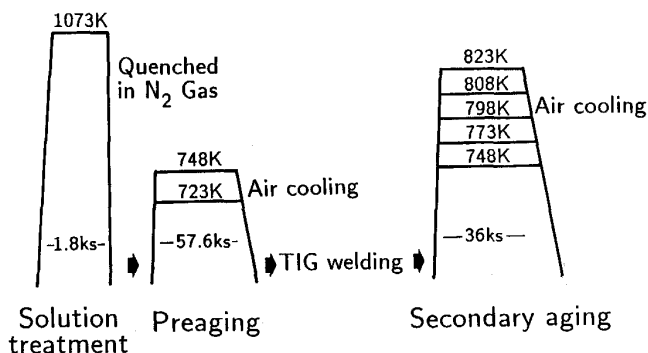


Fig. 5. Modified heat treatment process with preaging.

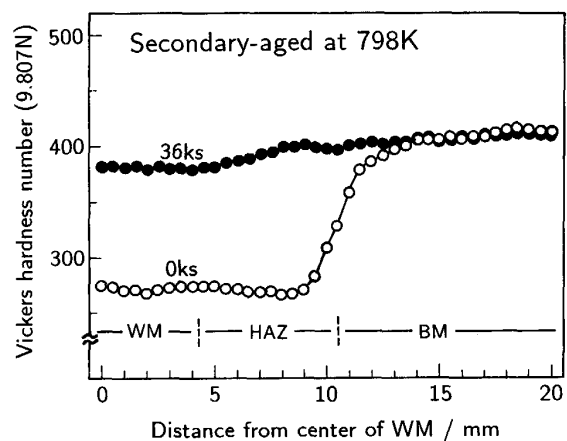


Fig. 6. Vickers hardness distribution of welded materials secondary-aged at 798 K for 0 ks and 36 ks after preaged at 748 K for 57.6 ks.

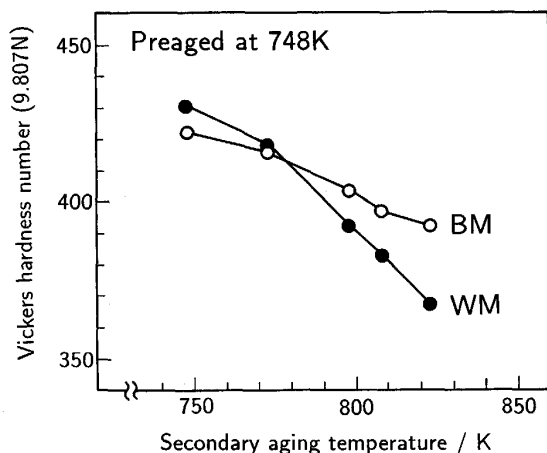


Fig. 7. Effect of secondary aging temperature on Vickers hardness of welded materials preaged at 748 K for 57.6 ks.

し、Fig. 3 の 0 ks 材とはほぼ同じ硬度になった。36 ks 材の再溶体化された溶接部では、すでに析出 α 相が存在する母材と異なり、二次時効により α 相の新たな析出が起こり、その硬度は 0 ks 材に比して上昇する。その硬度レベルは母材より低下しており、本研究で目標とした Fig. 4 の実線に近い硬度分布が得られた。このような硬度分布は 748 K 予備時効後の二次時効 808 K 材と 823 K 材においても得られている。しかし、二次時効 748 K 材と 773 K 材では目標とする硬度分布とはならなかった。Fig. 7 に二次時効温度に対する溶融部と母材のそれぞれの平均硬度を示す。二次時効温度が上昇すると、溶融部の硬度は母材に比べ低下している。よって、二次時効温度としては、比較的高温側で行うことが望まれる。

3.3 予備時効を施した溶接材の力学特性

(1) 二次時効温度の力学特性への影響

748 K 予備時効材の二次時効温度に対する強度と破壊靱性を Fig. 8 に示す。各二次時効温度に対して、破壊靱性は母材で最も高く、熱影響部、溶融部の順となっている。なお、予備時効を施していない 798 K 時効材の溶融部と母材の破壊靱性はそれぞれ $30.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、 $46.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ であった。二次時効温度 748 K 材では、Fig. 7 から予想されるように、溶接部の強度は母材より高く、溶接部の破壊靱性は母材と比べ大きく低下している。

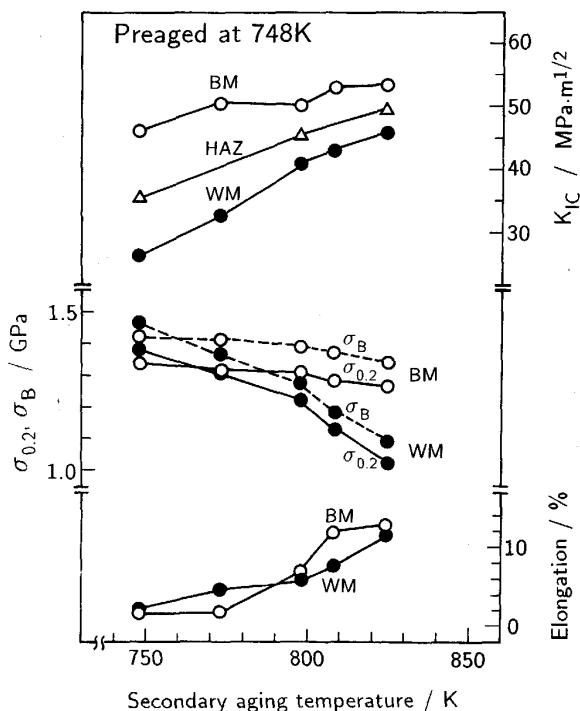


Fig. 8. Effect of secondary aging temperature on mechanical properties of welded materials preaged at 748 K for 57.6 ks.

る。これに対して、本研究の目標に近い硬度分布を示した二次時効温度 798 K 材と 808 K 材では、748 K 材の強度を基準とした溶接部の強度低下は母材よりも大きい。また、二次時効温度に対する溶接部の破壊靱性の増加率が母材と比べ大きくなった。823 K 材では、破壊靱性の向上が見られるものの、溶接部の強度低下が著しい。798 K 材と 808 K 材において、母材の強度を大きく損なうことなく、溶接部の破壊靱性の確保が可能となった。Photo. 1 に 798 K 材の溶接部の破面写真を示す。破壊

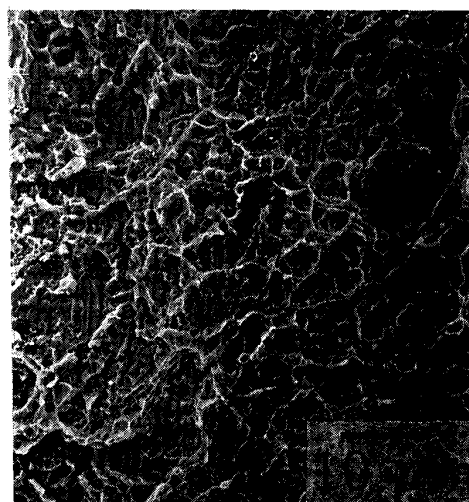


Photo. 1. Fracture surface of weld-metal secondary-aged at 798 K for 36 ks.

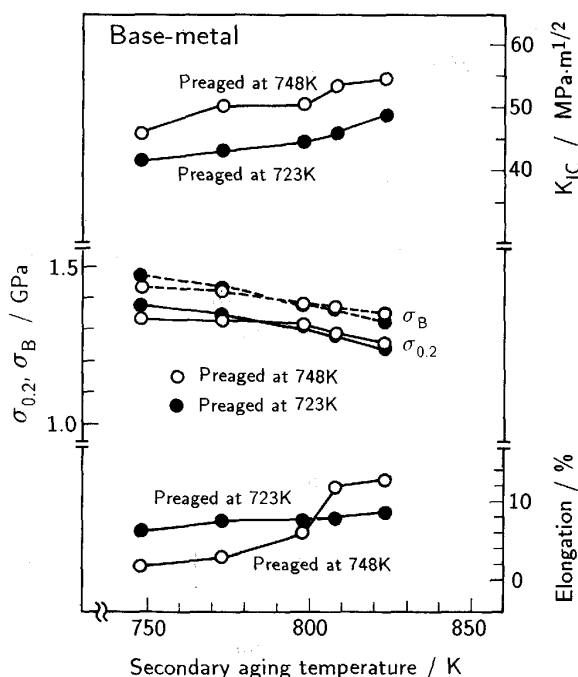


Fig. 9. Comparison between mechanical properties of base-metal preaged at 723 K and 748 K for 57.6 ks.

靱性の高い母材とほぼ同様のディンプル破面を呈している。

(2) 予備時効温度の力学特性への影響

Fig. 8 において、比較的高い二次時効温度で母材の強度低下がみられた。これは母材が 748 K 予備時効によりすでに最高硬度になっているため、その後の二次時効により過時効状態になったことが考えられる。そこで、748 K より低い 723 K で予備時効を行い、Fig. 5 の熱処理を行った。Fig. 9 に示すように、優れた力学特性を示した二次時効温度 798 K と 808 K において、723 K 予備時効材の母材の強度は 748 K 予備時効材とほぼ等しくなったが、その破壊靱性の低下は著しい。予備時効温度の差異により、溶接部の力学特性はほとんど変化がないと考えられるから、母材での力学特性の低下が著しい 723 K 予備時効材は本研究で目標とする力学特性を有しているとはいえない。よって、748 K が予備時効温度として適していると思われる。

4. 考 察

Fig. 3 において、溶接材に時効を施すと溶接部で時効が促進された。この溶接部の硬度上昇の原因としては、合金元素の凝固偏析⁹⁾、溶接時の熱応力による塑性変形、高温加熱による過剰空孔の導入¹⁰⁾、残留応力などの要因による時効の促進が考えられる。これらの要因が時効促進に及ぼす影響を検討するために、溶体化処理、溶接、時効処理の一般的な製造過程¹¹⁾の後、1073 K、1.8 ks と 1273 K、1.8 ks で溶体化処理、続いて 803 K、3.6 ks、7.2 ks で時効処理を施し、硬度分布を測定した。Fig. 10 に示されるように、1073 K 材では溶融部と熱影響部において時効時間の増加と共に顕著な硬度上昇が認められた。一方、1273 K 材では 3.6 ks で硬度上昇はみられなかったが、7.2 ks で溶融部と熱影響部において明らかな硬度上昇が認められた。1073 K と 1273 K の保持により、少なくとも残留応力は除去されていると考えられる。過剰空孔については、1273 K 材の母材において若干の時効促進が認められるが、1073 K 材と比べ 1273 K 材の溶接部の硬度上昇が少ないことから、時効促進の効果は小さいと考えられる。ここで、チタン合金の合金元素の凝固偏析については、均一熱処理、ならびに熱処理と加工の組合せにおいても完全な除去が困難であることは広く知られている⁹⁾。しかるに、溶融部の時効促進の要因としては主に合金元素の凝固偏析と溶接時の熱応力による塑性変形の両方が考えられ、熱影響部においては主に後者の塑性変形が考えられる。凝固偏析としては溶融部に Al などの α 安定化元素の量の増加、あ

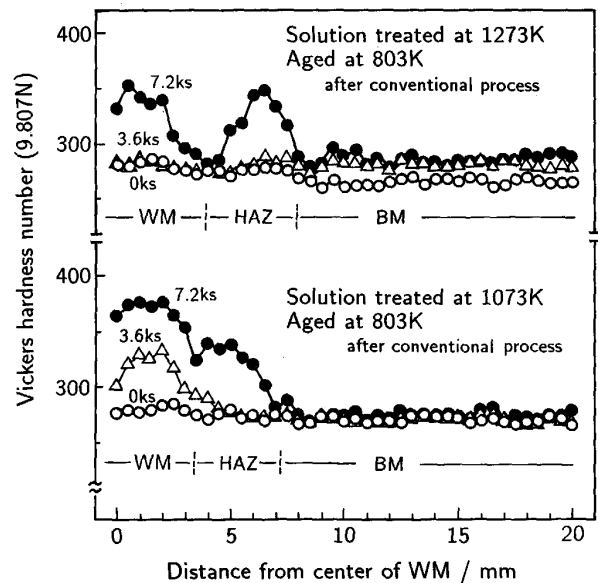


Fig. 10. Vickers hardness distribution of welded materials resolution treated and aged after conventional process.

るいは V, Cr などの β 安定化元素の量の相対的低下などにより溶融部において Mo 当量が少なくなり、時効が促進されたものと思われる。合金元素の凝固偏析がどのように時効硬化に影響を及ぼすかは必ずしも明白ではない。ただし、Mo 当量を種々に変えた実験¹¹⁾からも予測されるように Mo 当量の減少は時効を促進し、最高硬度を上昇させる。また Mo 当量の減少は β の安定性を損ない、時効初期の ω 相の形成を促進させることも予想させる。いずれにしても、15-3 合金における合金元素の凝固偏析は Mo 当量の低い領域での時効硬化を促進させ、平均的な硬度を上昇させると考えられる。もし時効促進が Mo 当量の減少に起因しているならば、Mo 当量の多い溶接棒を用いて TIG 溶接を行うことによって、溶融部の β 安定化度を高め、溶接部の強度を相対的に低下させることが可能となり、予備時効を施した本研究と同様の効果が期待される。

5. 結 言

Ti-15V-3%Cr-3%Sn-3%Al 合金の溶接材において、溶接の前に比較的低い温度で新たに時効を施すことにより、母材での高い強度の維持と溶接部における破壊靱性の向上を実現することが可能となった。

本研究の一部は、平成 2 年度文部省科学研究補助金一般研究 (C) を受けて行われた。

文 献

- 1) M. KOHNO, J. ONODA, T. MURAKAMI and A. OBATA: Proc. 38th Int. Aeronautical Federation Congress (1987), p. 275
- 2) R. E. PEEBLES and L. D. PARSONS: Titanium Net Shape Technologies, ed. by F. H. FROES and D. EYLON (1984), p. 21 [TMS-AIME]
- 3) E. W. COLLINGS: The Physical Metallurgy of Titanium Alloys (1984), p. 111 [ASM]
- 4) 野末 章, 大木恵史, 大久保忠恒: 日本金属学会誌, 54 (1990), p. 764
- 5) P. J. BANIA, G. A. LENNING and J. A. HALL: Beta Titanium Alloys in the 1980's, ed. by R. R. BOYER and H. W. ROSENBERG (1984), p. 209 [TMS-AIME]
- 6) 藤田充苗, 河部義邦, 入江宏定: 鉄と鋼, 73 (1987), S1664
- 7) 岡田 稔: 鉄と鋼, 76 (1990), p. 614
- 8) Metals Handbook 9, Vol. 4 (1981), p. 763 [ASM]
- 9) Metals Handbook 9, Vol. 3 (1980), p. 361 [ASM]
- 10) 藤井秀樹, 鈴木洋夫: 材料とプロセス, 2 (1989), p. 335
- 11) 丹羽直毅, 出村泰三, 伊藤邦夫: 鉄と鋼, 76 (1990), p. 910