

## 液体ロケットエンジン主燃料室外筒のNi電鍍組織に関する研究：共同研究報告（株式会社IHI）

著者	東野 和幸，駒崎 慎一，笹山 容資，加藤 太一郎，寺田 忠平，木元 健一，坂口 裕之
雑誌名	室蘭工業大学航空宇宙機システム研究センター年次報告書
巻	2007
ページ	88-91
発行年	2008-09
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10258/00008685">http://hdl.handle.net/10258/00008685</a>

## 共同研究報告(株式会社 IHI)

### － 液体ロケットエンジン主燃焼室外筒の Ni 電鍍組織に関する研究

東野 和幸 (航空宇宙機システム研究センター 教育研究等支援機構 教授)

駒崎 慎一 (材料物性工学科 准教授)

○ 笹山 容資 (機械システム工学専攻 航空宇宙機システム研究室)

加藤 太郎 (材料物性工学専攻)

寺田 忠平 (材料物性工学科)

木元 健一 ((株)IHI 宇宙開発事業推進部)

坂口 裕之 ((株)アイ・エイチ・アイ・エアロスペース 宇宙技術部)

## 1. 研究概要・目的

本研究では、液体ロケットエンジン主燃焼室外筒に用いるNi電鍍材内の引張応力低減の為、電鍍材の純度向上等を目的に製造工程改善を行い、改善前後の製造工程の異なるNi電鍍電子ビーム溶接継手(改善前材と3種類の改善材)について、それらのマイクロ組織と機械的特性を調査し、改善材における溶接継手特性向上(マニホールドの溶接等を対象)の理由を明らかにすることを目的とした。機械的特性については、引張試験を室温および液体窒素温度(-196℃)にて行うとともに、スモールパンチ(SP)試験により溶接継手部における強度分布を溶融域、熱影響部、母材(健全部)にわたって調査した。また、溶接施工法の違いによる機械的特性の変化さらには溶接性向上の原因を明らかにするため、Ni電鍍の柱状晶の結晶成長方向、結晶粒径、不純物元素(硫黄)などについて詳細に調査した。

## 2. 試験内容と結果

### 2.1 概要

Ni電鍍材の引張特性の異方性を調査するために、改善前材と改善材を対象にして、EBSP(後方散乱電子回折像)による電鍍柱状晶の結晶方位解析を実施した。加えて、改善前材と改善材の溶接継手(熱影響部、健全部)より切出したTEMディスクサイズの試験片(直径3mm、板厚0.25mm)を用いてスモールパンチ(SP)試験を室温と液体窒素温度(-196℃)にて実施し、両材の継手強度分布を調査した。供試材として、4種類のNi電鍍材の電子ビーム(EB)溶接継手ブロック(改善前材, TP11(90°), TP12(0°), TP16(45°))と1種類の熱交片を用いた。改善前材は、EB溶接の際に割れが入った初期のNi電鍍の溶接継手材である。TP11(90°), TP12(0°)およびTP16(45°)は、その後の改良により溶接性を向上させたNi電鍍とIncoの溶接継手材であり、それぞれ電鍍積層面と溶接の溶融線の角度が90°, 0°, 45°となるように溶接施工している。また、比較のために別途製造した熱交換器片(Cu-Ni)使用したが、これは銅上にNiを電鍍した試料である。

### 2.2 EBSP分析

EBSP分析は改善材(TP12(0°))と改善前材からEBSP分析用試料を切り出し、電鍍面(電鍍

積層方向)と平行な面を分析した。分析は、Philips製XL-30SFEG，テクセムラボラトリーズ製OIMシステム (Ver.4.0) を用い，加速電圧15kV，測定エリア90×90μm，測定間隔0.3μm/ステップの条件のもと実施した。

改善前材および改善材 (TP12 (0°)) の結晶粒マップより求めた結晶粒径ヒストグラムを図 1 に示す。改善前材は直径 10μm 以下の比較的小さな結晶粒で構成されているのに対して，改善材である TP12 (0°) については，10μm 以下の小さな結晶粒に加えて，20μm 以上の比較的大きな結晶粒も多数存在している。改善前材および改善材 (TP12 (0°)) の結晶方位解析結果より TP12 (0°) は結晶が主として一方向に大きく配向し成長していることがわかった。一方，改善前材は一方向に配向している傾向も認められるものの，TP12 (0°) に比べかなりランダムであることがわかった。

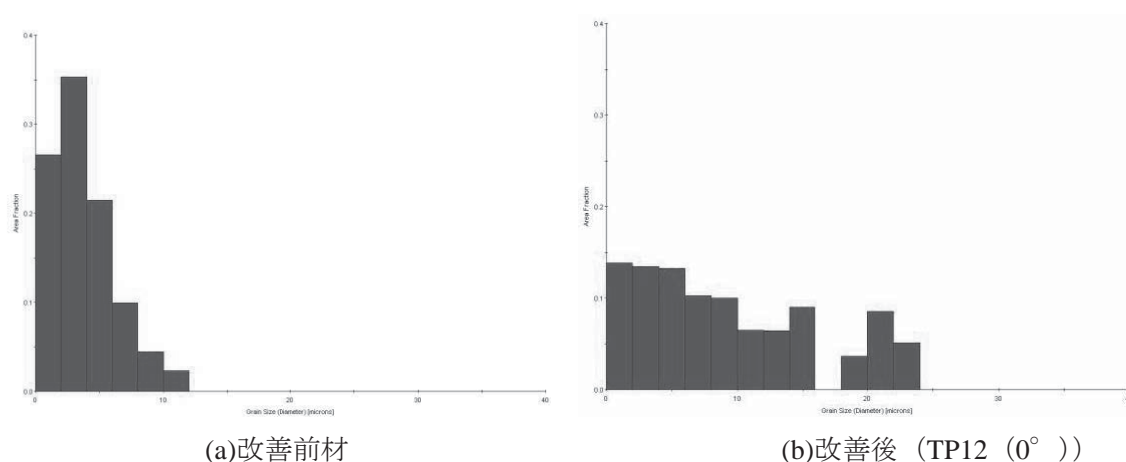


図 1 結晶粒径ヒストグラム

### 2.3 マイクロビッカース硬さ試験

4種類のEB溶接継手ブロック (改善前材，TP11 (90°)，TP12 (0°)，TP16 (45°)) を用いて，溶融線に対して垂直に溶融部から健全部にかけての硬さプロファイルを測定した。測定は，板厚断面に対して，マイクロビッカース硬さ試験機を用いて，荷重10N，室温にて実施した。

分析の結果，改善前材では溶融部 (130Hv程度) がもっとも軟らかく，熱影響部 (190Hv程度) でもっとも硬くなっていた。改善前材の健全部の硬さは多少バラツキが見られたが160Hv程度である。TP11 (90°) は溶融部 (190Hv程度) がもっとも硬くなっており，熱影響部では，健全部 (160Hv程度) から溶融線に向かって徐々に硬さが低下しており，もっとも低いところでは100Hv程度になっている。TP12 (0°) についても，定性的には同様な傾向が認められる。TP16 (45°) については，試料が小さかったため他の試料のような全領域のプロファイルを測定できていないが，同様の傾向が得られた。

### 2.4 スモールパンチ(SP)試験

SP試験は図2に示すインストロン試験機を用い，室温および液体窒素温度 (-196°C) にて実施した。試験片は上部および下部ダイスの間に固定し，4本の締め付けネジにより均一に締め付けた。

液体窒素温度下での試験ではデュア一瓶の中に液体窒素を入れ、そこに治具全体を浸すことによって試験を行った。押し込み用ボールとして直径1mmの鋼球を用い、負荷速度は2mm/minとした。試験片の変形量は荷重線上変位とし、クロスヘッドの移動距離より測定した。

分析の結果、健全部について室温と液体窒素温度での挙動を比較すると、各試料とも最大荷重（引張強度に対応）および破断変位（破断伸びに対応）がともに液体窒素温度下でのほうが大きな値となっている。破壊形態は改善前材では、溶接時もしくは電鋳時に形成されたと思われる欠陥のところに割れが発生していた。熱影響部では、図3(a)に示すように各試料とも試験片中央付近かもしくはそこからわずかに外れた箇所にてマクロな割れが発生しているのがわかる。同様な破壊形態は健全部においても観察された。一方、強度および延性ともに優れていた-196℃下の試験片では、図3(b)に示すように中心から0.3mm程度離れた相当応力あるいは相当ひずみが集中する円周に沿って割れが生じており、典型的な延性材料の破壊形態を呈していた。なお、破面は試料、試験片採取位置、試験温度にあまり依存せず粒内延性破壊を呈していた。

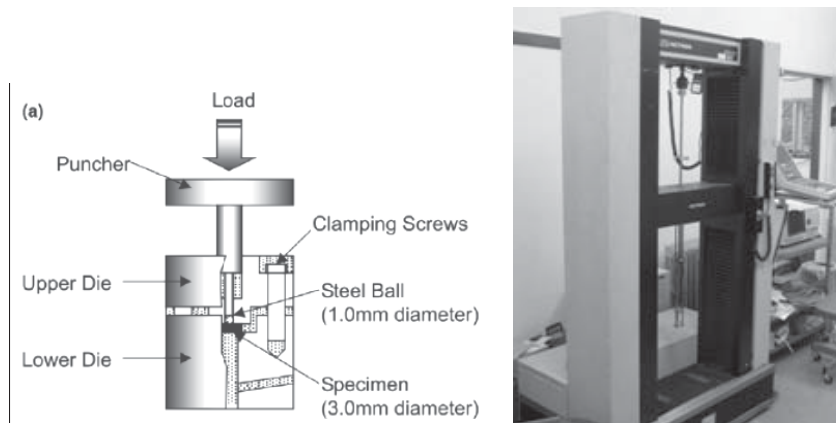
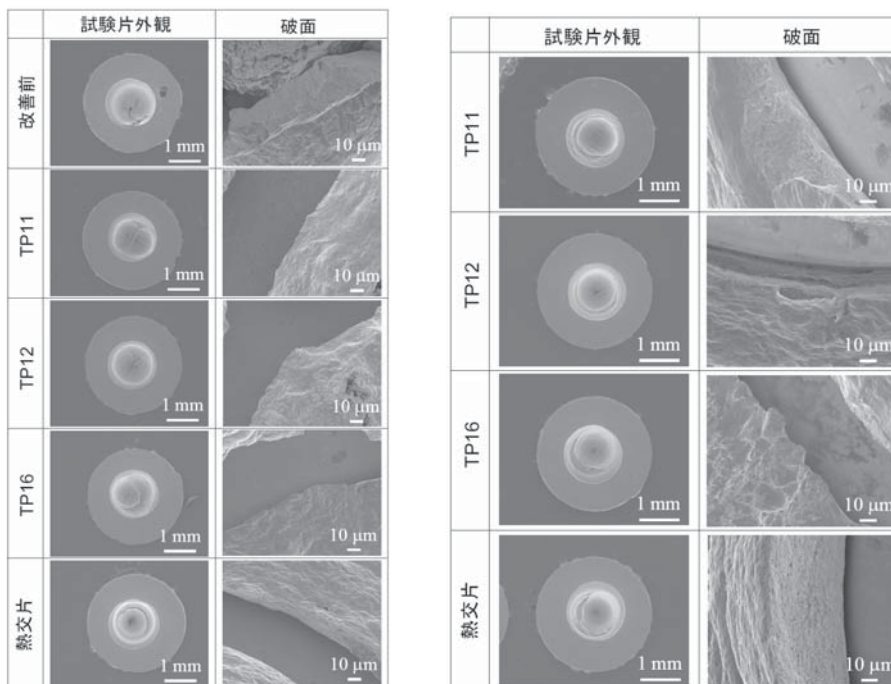


図2 インストロン試験機



(a)熱影響部

(b) -196℃下の試験片

図3 試験片概観と破面

## 2.5 硫黄含有量の測定

硫黄の含有量は試料を除燃剤とともに熔融しSO<sub>2</sub>として硫黄を検出する燃焼赤外線吸収法(公称検出限界 3ppm)により測定した。測定の結果、改善後試料 TP12 (0°) では硫黄含有量は検出限界以下であるのに対し、改善前材では 260~270ppm も含まれていることがわかった。

## 2.6 EPMA 分析

EPMA分析はTP12 (0°) と改善前材について実施し、電鍍面(電鍍積層方向)と垂直な面を分析した。分析は熔融線近傍、熱影響部近傍、健全部の3箇所に対してそれぞれ行った。

分析の結果、TP12 (0°) では硫黄の濃化はいずれの領域においても観察されなかった。一方、改善前材の熔融線および熱影響部の近傍では硫黄のマクロ偏析が認められ、偏析箇所に沿って巨視き裂が発生していた。なお、改善前材の健全部では硫黄のマクロ偏析は観察されなかった。

## 3. まとめ

Ni電鍍組織の引張特性の異方性に関する実験・分析の結果、改善材 (TP11 (90°), TP12 (0°), TP16 (45°)) のEB溶接継手の引張強度が45°方向の引張でもっとも高くなるのは、電鍍結晶が一方方向に大きく配向し成長しているためである。今後、Ni電鍍の機械的特性を調査する際にはその異方性に十分注意する必要がある。また、硬度が比較的高かった改善前材の熱影響部はSP試験での破断変位が小さく、延性に乏しいことがわかった。

Ni電鍍材の溶接性に及ぼす不純物の影響に関する実験・分析の結果、硫黄の存在状態とそれがどのように影響するのかについてのメカニズムは未だ明確ではないが、改善前材の溶接性が劣るのは硫黄含有量が260~270ppmと極めて多いためであるということが示唆された。逆に、硫黄含有量を3ppm以下に減らすことが溶接性改善に大きく繋がることもわかった。