



室蘭工業大学

学術資源アーカイブ

Muroran Institute of Technology Academic Resources Archive



## ロケット燃焼室におけるニッケル電鍍特性向上に関する基礎研究

メタデータ	言語: jpn 出版者: 室蘭工業大学 公開日: 2009-03-12 キーワード (Ja): キーワード (En): rocket engine, chamber, Nickel Electroforming 作成者: 東野, 和幸, 駒崎, 慎一, 笹山, 容資, 木元, 健一, 坂口, 裕之, 石橋, 利幸 メールアドレス: 所属:
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10258/426">http://hdl.handle.net/10258/426</a>

## ロケット燃焼室におけるニッケル電鍍特性向上に関する基礎研究

その他（別言語等）のタイトル	Fundamental Study of Improved Nickel Electroforming for the Regenerative Rocket Chamber
著者	東野 和幸, 駒崎 慎一, 笹山 容資, 木元 健一, 坂口 裕之, 石橋 利幸
雑誌名	室蘭工業大学紀要
巻	58
ページ	25-31
発行年	2009-02-20
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10258/426">http://hdl.handle.net/10258/426</a>

# ロケット燃焼室におけるニッケル電鍍特性向上に関する 基礎研究

東野和幸\*1・駒崎慎一\*2・笹山容資\*3・木元健一\*4・坂口裕之\*5・石橋利幸\*6

## Fundamental Study of Improved Nickel Electroforming for the Regenerative Rocket Chamber

Kazuyuki HIGASHINO, Shinichi KOMAZAKI, Yousuke SASAYAMA, Kenichi KIMOTO,  
Hiroyuki SAKAGUCHI and Toshiyuki ISHIBASHI

(原稿受付日 平成 20 年 6 月 20 日 論文受理日 平成 20 年 11 月 7 日)

### Abstract

For the regenerative cooling cycle LNG rocket engines, improvement Nickel Electroforming technology and analysis are major problem because of high reliability and low cost at the design and fabrication. This paper describes analysis methods, results and the successful improvement Nickel Electroforming of the stress and strain level at the Electron beam heat zone.

Keywords : Rocket Engine, Chamber, Nickel Electroforming

### 1. 緒言

ロケット用再生冷却燃焼室における主構成要素である外筒製造方法にはニッケル電鍍を用いて、内筒素材である銅合金に厚づけする方法がありシンプルなため、信頼性確保や再使用などの低コスト化などの観点から望ましい。本研究報告では電鍍の製造面から引張特性の結晶方向依存性やマニホールド装着に伴う溶接の熱影響などの課題に関して、工程改善前後の供試体に

ついて組織分析や不純物の影響評価などを詳細に実施しさらにその機構について考察をくわえたものであり今後設計及び製造時の指針になる。ここで厚づけニッケル電鍍における工程改善点は主に以下の通りである<sup>(1)</sup>。

- (1) 電鍍厚肉における内部応力緩和
- (2) サルファ等のコンタミ成分の削減

本研究では、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、小型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

\*1 航空宇宙機システム研究センター

\*2 材料物性工学科

\*3 大学院博士前期課程機械システム工学専攻

\*4 (株) IHI

\*5 (株) IHI エアロスペース

\*6 (株) NEGENT

性の変化さらには溶接性向上の要因を明らかにするため、電鍍柱状晶の結晶成長方向、結晶粒径、不純物元素（硫黄）などの影響について詳細に調査した。

## 2. 引張特性の異方性に関する分析内容

### 2. 1 分析概要

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 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。さらに、Ni 電鍍材の溶接性に及ぼす不純物の影響を調査するために、改善前材および改善材の中に含まれる不純物（硫黄）の量を調べるとともに、EPMA（電子プローブマイクロアナライザー）を用いて硫黄のマクロ分布を調査した。

以下、要約すると次の通りである。

#### (1) Ni 電鍍材の引張特性の異方性に関する分析

- 1) 電鍍柱状晶の成長方向の特定
- 2) 引張特性の結晶方向依存性の解明

#### (2) Ni 電鍍材の溶接性に及ぼす不純物の影響に関する分析

- 1) Ni 電鍍材内の不純物（特に硫黄）の含有量の計測と存在状態の調査
- 2) Ni 電鍍材内の不純物の電子ビーム溶接に及ぼす影響についての解明

## 2. 2 供試材および分析方法

### 2. 2. 1 供試体

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 種類の試験片を用いた。改善前材は、EB 溶接の際に割れが入った 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 Inconel718 の溶接継手材であり、それぞれ電鍍面と溶融線の角度が 90°、0°、45°となるように溶接施工している。また、比較のために用いた

試験片（Cu-Ni）は、銅上にニッケルを平行に電鍍した試料である。

### 2. 2. 2 EBSP 分析

改善材（TP12（0°））と改善前材からの EBSP 分析用試料の切出し状況と分析面を示したものが図 2.1 である。図中の青矢印の断面に対して分析を実施しており、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を用い、加速電圧 15kV、測定エリア 90×90 $\mu$ m、測定間隔 0.3 $\mu$ m/ステップの条件で実施した。

### 2. 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。

### 2. 2. 4 スモールパンチ（SP）試験

図 2.2 に例を示すように、4 種類の EB 溶接継手ブロック（改善前材、TP11（90°）、TP12（0°）、TP16（45°））については、溶融線に対して平行になるように TEM ディスクサイズ SP 試験片（直径 3mm、板厚 0.25mm）をワイヤーカット放電加工により切出した。また、平行試験に対しては、電鍍面と平行になるよう切出した。試験片両面をバフ研磨（1 $\mu$ m Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）にて鏡面仕上げとした後、SP 試験に供した。

SP 試験は、図 2.3 の試験治具とインストロン試験機を用い、室温および液体窒素温度（-196℃）にて実施した。液体窒素温度下での試験では、デュアー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 0.2mm/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。

## 2. 3 実験結果

### 2. 3. 1 EBSP 分析結果

改善前材は直径 10 $\mu$ m 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、改善材例である TP12（0°）については、10 $\mu$ m 以下の小

な結晶粒に加えて、 $20\mu\text{m}$  以上の比較的粗大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を図 2.4 に示す。TP12 (0°) では、結晶が主として[001]方向に大きく配向し成長しているのがわかる。一方、改善前材では[101]方向に配向している傾向も認められるものの、TP12 (0°) に比べランダムである。

### 2. 3. 2 継手の硬さプロファイル

4 種類の EB 溶接継手ブロックの硬さプロファイルを図 2.5 に例を示す。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る。多少ばらつきはあるが、改善前材の健全部の硬さは 160Hv 程度である。TP11 (90°) においては、溶融部 (190Hv 程度) がもっとも硬くなっている。熱影響部についてみると、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。すなわち、溶融部の硬さ (190Hv 程度) がもっとも高く、健全部 (170Hv 程度) から溶融線に向かって徐々に硬さが低下し、もっとも低いところでは 90Hv 程度になっている。TP16 (45°) についても同様に健全部 (135Hv 程度) から溶融線に向かって徐々に硬さが低下し、もっとも低いところでは 100Hv 程度になっている。

得られた結果をまとめたものが表 2.1 である。健全部の硬さを比較すると、TP16 (45°) の硬さが他の試料に比べ低いのがわかる。また、熱影響部については、改善前材の硬さが他の試料にくらべ高くなっている。

表 2.1 ビッカース硬さ測定結果

	健全部	熱影響部 (最小値)	溶融部
改善前材	160Hv 程度	190Hv 程度	130Hv 程度
TP11 (90°)	160Hv 程度	100Hv 程度	190Hv 程度
TP12 (0°)	170Hv 程度	90Hv 程度	190Hv 程度
TP16 (45°)	135Hv 程度	100Hv 程度	—

### 2. 3. 3 スモールパンチ試験結果

結果は、表 2.2 に示す小型試験片を用いた引張試験の結果と定性的に良く一致していた。

改善前材においては、溶接時もしくは電鍍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る。熱影響部では、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、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  $-196^{\circ}\text{C}$  の試験片では、中心から  $0.3\text{mm}$  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。各試験片のマクロな割れ発生箇所をまとめ整理したものが表 2.3 である。

各試料で得られた最大荷重  $P_{\text{max}}$ 、降伏荷重  $P_y$ 、破断変位  $\delta_f$  を試験片採取位置に対してプロットしたものを図 2.6 に示す。 $P_{\text{max}}$ 、 $P_y$ 、 $\delta_f$  は、それぞれ引張強度、降伏強度、破断延性に対応することが知られている。改善前材のみの結果をみると、硬度が高かった熱影響部において  $\delta_f$  が小さく延性に乏しいのがわかる。TP11 (90°) については、硬度が低かった熱影響部から健全部に向かって  $P_{\text{max}}$  と  $P_y$  が徐々に増加していく傾向があり、それとは逆に  $\delta_f$  は少しずつ小さくなっている。TP12 (0°) についても、硬度が低かった熱影響部から健全部に向かって  $P_{\text{max}}$  と  $P_y$  が徐々に増加していく傾向がある。同様に、TP16 (45°) についても、硬度が低かった熱影響部から健全部に向かって  $P_{\text{max}}$  が徐々に増加していき、それとは逆に  $\delta_f$  は小さくなっている。このように、一部例外はあるものの、SP 試験特性のプロファイルはビッカース硬さのそれと定性的に良く整合していた。

表 2.2 小型試験片による Ni 電鍍の室温および  $-196^{\circ}\text{C}$  での引張試験結果

	引張強度, MPa	破断伸び, %
室温	412~420	25.5~31.3
$-196^{\circ}\text{C}$	500~505	30.5~32.6

表 2.3 各試験片の割れ発生箇所

	改善前材	TP11(90°)	TP12(0°)	TP16(45°)
室温 熱影響部	中心より少し外れた所	中心	中心より少し外れた所	中心より少し外れた所
室温 健全部	中心より少し外れた所	中心	中心	中心より少し外れた所
-196℃ 健全部	0.3mm 円周上	0.3mm 円周上	0.3mm 円周上	0.3mm 円周上

## 2. 4 考察

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[001]方向に大きく配向し成長しているためである. このことは, 表 2.4 に示す Ni 基超合金単結晶例の弾性係数および機械的特性の方位依存性からもわかる. この場合, [001]の弾性係数と引張強度がもっとも低く,  $\bar{1}11$ でそれらが高くなる. すなわち, 今回用いた Ni 電鍍 EB 溶接継手の場合も, 引張方向が 90°と 0°での試験は引張強度が低い方向での試験となるため, TP11 (90°) と TP12 (0°) の引張強度が TP16 (45°) に比べ低下することとなる. また, TP16 (45°) の破断伸びが TP11 (90°) および TP12 (0°) に比べ大きいのも, この引張方位依存性のためである.

TP11 (90°) と TP12 (0°) の引張試験においては, 相対的に強度の低い電鍍部で破断する. それに対して, TP16 (45°) は電鍍の強度そのものが比較的高いため, 相対的に低強度である接合部にて破断することになる. ビッカース硬さおよび SP 試験のプロファイル測定の結果を考慮すると, 強度が比較的低かった熱影響部が TP16 (45°) における破断の起点になっているものと想像される.

引張試験結果とは異なり, SP 試験では TP16 (45°) の強度が TP11 (90°) と TP12 (0°) に比べ低い傾向があった (図 2.6). これは, 引張試験での引張方位と SP 試験において応力が作用する方位が異なるのに加え, SP 試験では応力が多軸状態になっているためであると思われる.

表 2.4 Ni 基超合金 ReneN-4 単結晶の機械的特性 (980℃) <sup>(2)</sup>

	0.2%耐力, MPa	引張強度, MPa	伸び, %	絞り, %
[001]	416	573	28.8	41.2
$\bar{1}11$	523	653	36.6	34.8

## 3. Ni電鍍材の溶接性に及ぼす不純物の影響に関する分析内容

改善前材および改善材の中に含まれる不純物 (硫黄) の量を調べるとともに, EPMA (電子プローブマイクロアナライザー) を用いて硫黄のマクロ分布を調査した.

### 3. 1 供試材および実験方法

#### 3. 1. 1 硫黄含有量の測定

硫黄の含有量は, 試料を助燃剤とともに溶融し 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) によって測定した. 測定は2回実施した.

#### 3. 1. 2 EPMA分析

溶融線近傍, 熱影響部近傍, 健全部の3箇所に対してそれぞれ行った. 分析は日本電子製JXA-8100を用い, 加速電圧20kV, 照射電流500nAの条件のもと実施した.

### 3. 2 実験結果

測定された硫黄含有量を表3.1に示す. 同表からわかるように, TP12 (0°) では硫黄含有量は検出限界 (3ppm) 以下であったのに対して, 改善前材では260~270ppm も含まれていた.

表3.1 各試料の硫黄含有量測定結果

	1回目	2回目
改善前材	270ppm	260ppm
TP12(0°)	検出限界以下	(2ppm)

### 3. 3 EPMA分析結果

TP12 (0°) においては, 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, 改善前材の溶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, 改善前材の健全部において

は硫黄のマクロ偏析は観察されなかった。

参考文献

3. 4 考察

硫黄含有量測定とEPMA分析の結果より、改善前材の溶接性が劣るのは不純物である硫黄の含有量が多いためであることが示唆された。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つながることがわかった。ニッケル中の硫黄の最大固溶量は50ppmであり、過飽和の硫黄が含まれていると645℃で硫化ニッケル

(Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub>) が共晶反応によって析出する。共晶温度よりも十分低い温度においては、この硫黄によって粒界強度が低下し脆化することが知られている。上述したように、改善前材には固溶限以上の260~270ppmもの硫黄が含まれており、硫化ニッケルとして析出した硫黄が溶接性に悪影響を及ぼしているものと推測される。なお、3ppm以下と硫黄含有量が固溶限以下であった改善材

(TP12 (0°)) では、硫化ニッケルは析出しないものと思われる。改善前材の熱影響部において硬度が高く比較的延性に乏しいのが硫黄あるいは硫化ニッケルに起因しているのか否かについては現時点ではわからないが、このような延性低下も溶接性に劣る原因のひとつと考えている。

4. まとめ

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[001]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  $\delta_f$  が小さく、延性に乏しいことがわかった。

改善後について、溶接構造における強度、伸びの向上が図れ、設計製造上のシンプル性からくる信頼性確保や長寿命化等に大きく寄与できる見通しが得られた。

謝辞

本研究の実施にあたっては、室蘭工業大学大学院材料物性工学専攻 1 年・加藤太一朗君、同材料物性工学科 4 年・寺田忠平君の多大な協力を得た。ここに付記して、謝意を表す。

- 1) H. Sakaguchi, T. Makino and T. Ishibasi “Advanced Nichel Electroforming Technology for The Regenerative Thrust Chamber of the Rocket Engines”, AJCPP2008, Mar 6-8, 2008.
- 2) R. V. Miner, R. C. Voigt, J. Gayda, and T. P. Gabb. , Metallurgical Transactions A, Vol. 17A, 1986, p.491.

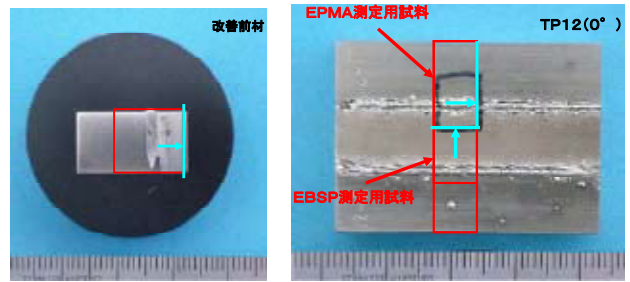


図 2.1 分析用試料の切出し状況と分析面

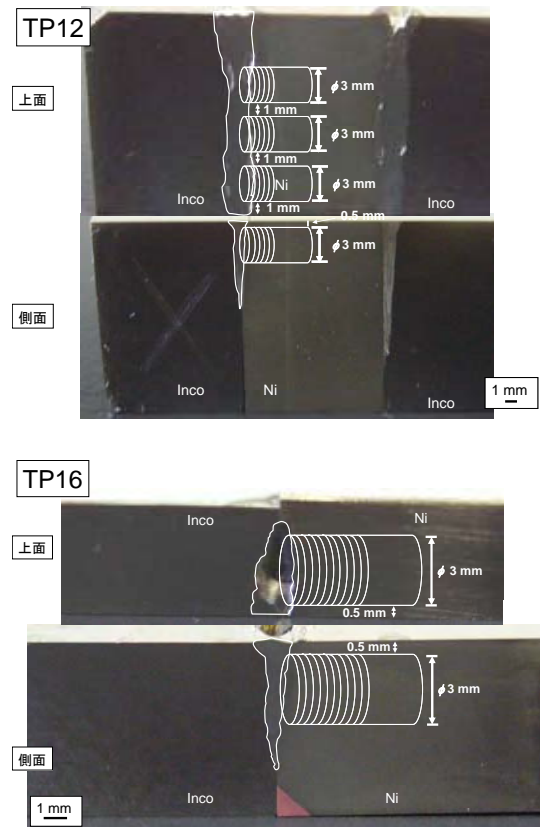


図 2.2 TP12 (0°) と TP16 (45°) の TEM ディスクサイズ SP 試験片の切出し例

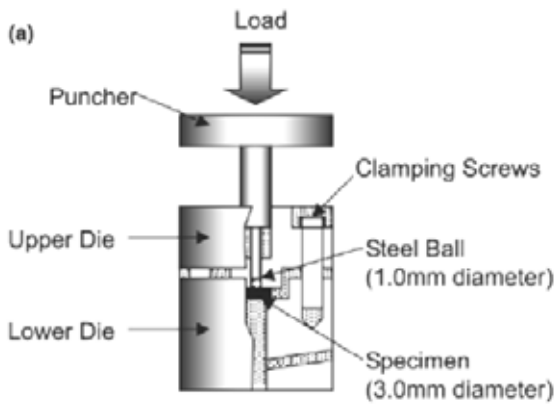
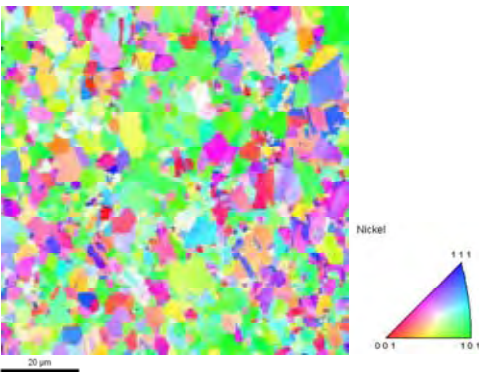
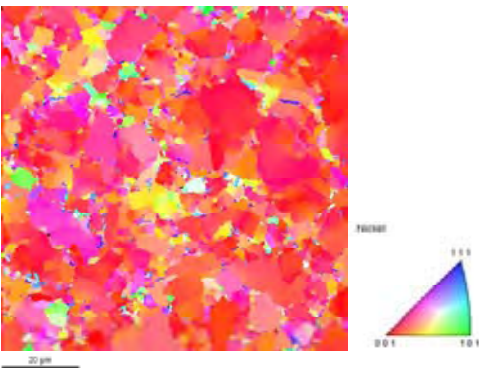


図 2.3 SP 試験治具とインストロン試験機



改善前材



TP12 (0°)

図 2.4 結晶方位解析結果

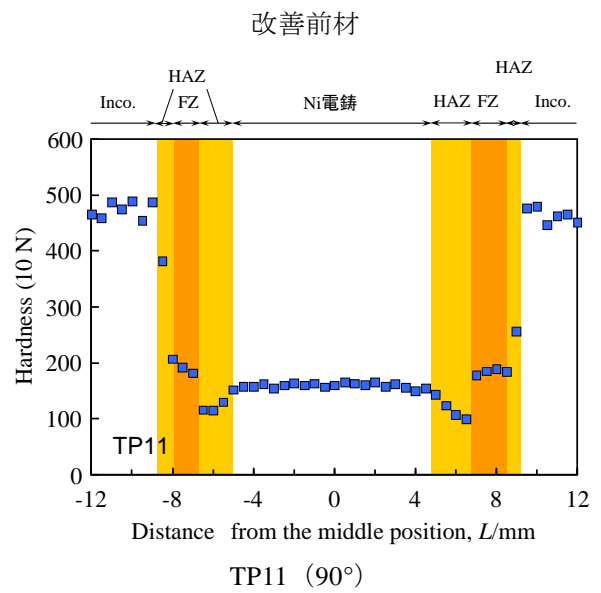
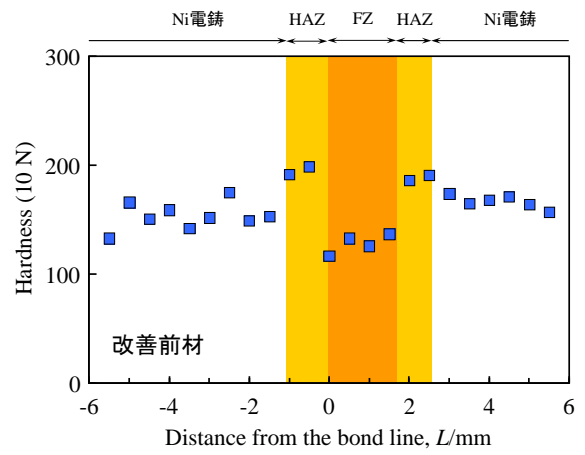
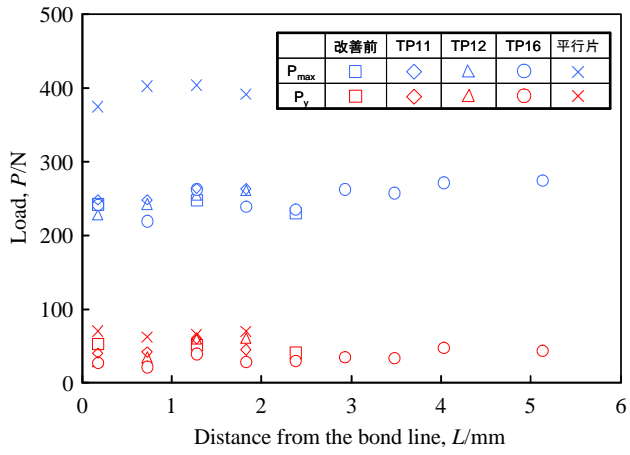
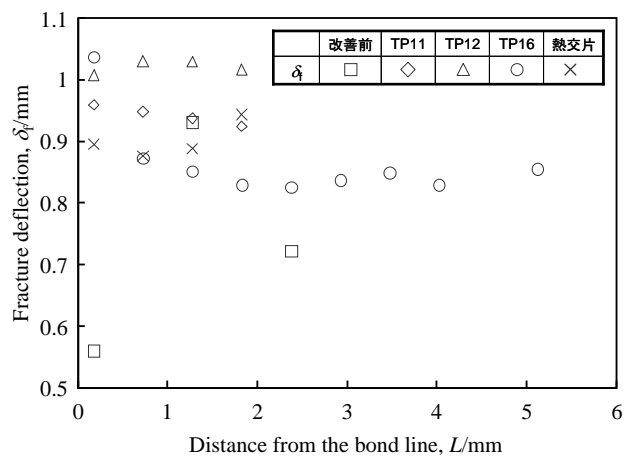


図 2.5 改善前材と TP11 (90°) の硬さプロファイル例





最大加重  $P_{max}$ , 降伏荷重  $P_y$



破断変位  $\delta_f$

図 2.6 各試料の最大加重  $P_{max}$ , 降伏荷重  $P_y$   
破断変位  $\delta_f$