OUKA
The University of Osaka
Institutional Knowledge Archive

Title	Al-Zn-Mg3元系高カアルミニウム合金の溶接凝固割れ感受性の改善に関する研究
Author(s)	中田, 一博
Citation	大阪大学, 1993, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.11501/3070544
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

https://ir.library.osaka-u.ac.jp/

The University of Osaka

Al-Zn-Mg 3元系
高力アルミニウム合金の溶接凝固割れ感受性の改善に関する研究

平成5年6月

中田一博

Al-Zn-Mg 3元系
高力アルミニウム合金の溶接凝固割れ感受性の改善に関する研究

平成5年6月

中田一博

目次

第１章　緒論　1

１．１　本研究の背景と目的　1

１．２　本研究に対する従来の研究　3

１．３　本論文の構成　10

第２章　実用Al合金の溶接凝固割れ感受性の検討　12

２．１　緒言　12

２．２　実験方法　12

２．２．１　使用材料　12

２．２．２　凝固割れ試験法　12

２．２．３　熱分析法　22

２．２．４　溶接ビード部の温度分布測定法　22

２．２．５　マクロ及びミクロ組織観察及び解析法　23

２．３　各種実用Al合金の凝固割れ感受性の定性的比較検討　24

２．３．１　Al合金の母材の凝固割れ感受性　24

２．３．２　溶加材の凝固割れ感受性　33

２．４　溶接中の固液共存温度域における延性特性の評価　35

２．４．１　実用Al合金の延性特性　35

２．４．２　BTRと凝固温度範囲との関係　40

２．４．３　BTRにおける凝固割れ破面形態　42

２．４．４　延性特性に及ぼす組成的因子　43

２．５　自拘束式割れ試験結果と固液共存域での合金の延性特性因子との関係　45

２．６　溶接熱影響部の液化割れ感受性　48

２．７　結言　49

第３章　Al-Zn-Mg３元系合金の溶接凝固割れ感受性に及ぼすＺｎ及びＭｇの影響に関する検討　53

３．１　緒言　53

３．２　実験方法　53

３．２．１　凝固割れ試験法　53

３．２．２　金属組織学的検討法　55
３．２．３　ミグ溶接部の強度及び耐応力腐食割れ特性の評価法　55
３．３　リング鋳造割れ試験法を用いた凝固割れ感受性に対するZn及びMgの影響に関する基礎的検討　58
３．３．１　リング鋳造割れ試験結果　58
３．３．２　凝固割れ感受性に及ぼす各種因子とZn及びMg量との関係　60
３．３．３　総合的検討　70
３．４　耐凝固割れ感受性に優れた溶加材組成の推定　74
３．５　試作Al-高Mg溶加材の凝固割れ感受性の評価　75
３．６　溶接クレータ部と溶接ビード部における凝固割れ感受性に及ぼすMgの効果の相違に対する検討　80
３．７　試作Al-高Mg溶加材によるA7N01合金ミグ溶接継手の強度及び耐応力腐食割れ特性　83
３．８　結言　88

第４章　Al-Zn-Mg３元系合金の溶接凝固割れ感受性の低減に有効な微量添加元素の選定に関する検討　90
４．１　緒言　90
４．２　使用材料及び凝固割れ試験法　90
４．２．１　使用材料　90
４．２．２　凝固割れ試験法　91
４．３　凝固割れ感受性の低減に有効な微量添加元素の選別　91
４．４　ZrとTi+Bの有効添加量に対する検討　94
４．４．１　Zr　94
４．４．２　ZrとTi+Bとの共存性　95
４．５　結言　99

第５章　ジルコニウム添加によるAl-Zn-Mg３元系合金の溶接凝固割れ感受性の低減化の検討　100
５．１　緒言　100
５．２　使用材料及び実験方法　100
５．２．１　使用材料　100

５．２．２　溶接凝固割れ試験法　101
５．３　溶接クレータ部の凝固割れ感受性　101
５．４　溶接ビード部の凝固割れ感受性　103
５．４．１　Houldcroft式割れ試験結果　103
５．４．２　定速度引張式割れ試験結果　104
５．５　溶接凝固組織と割れ感受性との関係　107
５．６　凝固割れの発生及び伝播に対する感受性の相違　108
５．７　定速度引張式試験における変位速度と割れ長さとの関係に対する理論的検討　109
５．８　Zr添加による結晶粒微細化機構　111
５．９　結言　113

第６章　磁気攪拌によるAl-Zn-Mg３元系合金の溶接凝固割れ感受性の改善方法の検討　115
６．１　緒言　115
６．２　使用材料及び実験方法　115
６．２．１　使用材料　115
６．２．２　溶融池内の溶融金属の磁気攪拌法　116
６．２．３　溶接凝固割れ試験法　117
６．３　溶接凝固割れ感受性に及ぼす磁場周波数の影響　119
６．４　結晶粒微細化と凝固割れ感受性との関係　120
６．５　磁気攪拌による凝固割れ感受性の低減化に要するZr添加量　121
６．６　結晶粒微細化にともなうミクロ組織の変化　123
６．７　割れ発生の限界変位速度及び最低付加変位量に及ぼす磁気攪拌の効果　124
６．８　結言　126
付録
６Ａ．１　水銀プールによる磁気攪拌のモデル実験　127

第７章　ジルコニウム添加試作Al-高Mg溶接ワイヤとパルスミグ溶接法の併用によるAl-Zn-Mg３元系合金の溶接凝固割れ感受性の改善方法の検討　129
７．１　緒言　129
７．２　使用材料及び実験方法　130

７．２．１　使用材料　130
７．２．２　溶接凝固割れ試験法　131
７．２．３　低周波パルスミグ溶接法　131
７．２．４　溶融池表面の振動の動的観察法　132
７．３　低周波パルスミグ溶接における溶融池振動　133
７．４　低周波パルスミグ溶接による溶接部の結晶粒微細化　136
７．５　低周波パルスミグ溶接部の凝固割れ感受性　140
７．６　結言　141

第８章　結論　144

謝辞　153
参考文献　154
本研究に関係した発表論文　159
その他の発表論文　163

第１章　緒論

１．１　本研究の背景と目的

Al（アルミニウム）及びその合金は鉄鋼材料と比較すると一般的に低比重、高比強度であり、また加工性や耐蝕性にも優れており、多種多様な工業製品に用いられてきている。この中でも特に低比重・高比強度の特徴は重要で、構造物の軽量化の観点から航空機、自動車、鉄道車両、船舶などの輸送機器の構造用材料もしくはその一部として古くから広く適用されてきている。

さらに近年、地球環境保全の観点から石油、石炭などの化石燃料の使用の制限が求められてきており、このために社会活動におけるグローバルな省エネルギーが特に強く要求されてきている。したがって、多量のエルネギーを消費するこれらの輸送機器に対してもより一層の軽量化が求められている。

軽量構造材料にはAlの他に金属材料としてTi(チタン)およびMg(マグネシウム)、また非金属材料としてプラスチックスがある[1)]。しかし、TiおよびMgはいずれもAlよりも高価であり、またTiでは加工性、Mgでは加工性と耐食性においていずれもAlよりも著しく劣っている。またさらに、プラスチックスは産業廃棄物としての大きな問題点を抱えており、これが解決されないかぎりはその使用は制限される方向にある。これに対して、Alはむしろ再利用性に著しく優れている。したがって、以上のような構造物の軽量化に対する社会的要求及び軽量構造材料としてのAlの優れた特性により、これら構造物の『アルミニウム化』が一段と推し進められる現状にある[1-5)]。

しかし、Al合金が軽量化を目的としてこれらの構造材料として用いられるためにはAl合金といえども構造材料としての高い強度が求められ、また同時に溶接性、特に溶融溶接性に優れていることが必要不可欠である。

Fig.1.1 は代表的な展伸用Al合金の引張強度とその他の特性として溶接性（溶融溶接性）、加工性、耐ＳＣＣ性の一般的な評価を示す[6-8)]。なおここで言う溶接性とは溶融溶接に際して最も大きな問題となる溶接部の凝固割れ感受性を示す。1XXX系（工業用純Al）、3XXX系（Al-Mn系合金）及び 5XXX系（Al-Mg系合金）は 非熱処理型合金であり、2XXX系(Al-Cu系合金)、6XXX系(Al-Mg-Si系合金)及び 7XXX系(Al-Zn-Mgもしくは Al-Zn-Mg-Cu系合金)は熱処理型合金である。なお、Mn、Cu、Si、Zn はそれぞれマンガン、銅、シリコン、亜鉛を示す。Fig.1.1 に示すAl合金のうち、溶接構造用材料として、現在主として用いられているのは、A1100、A3003、A3004、A5052、A5083、A6063、A6N01、A7N01、A7003 である。このうち、最も広くかつ多量に使用されているのはA5083であり、溶接性 及びその他

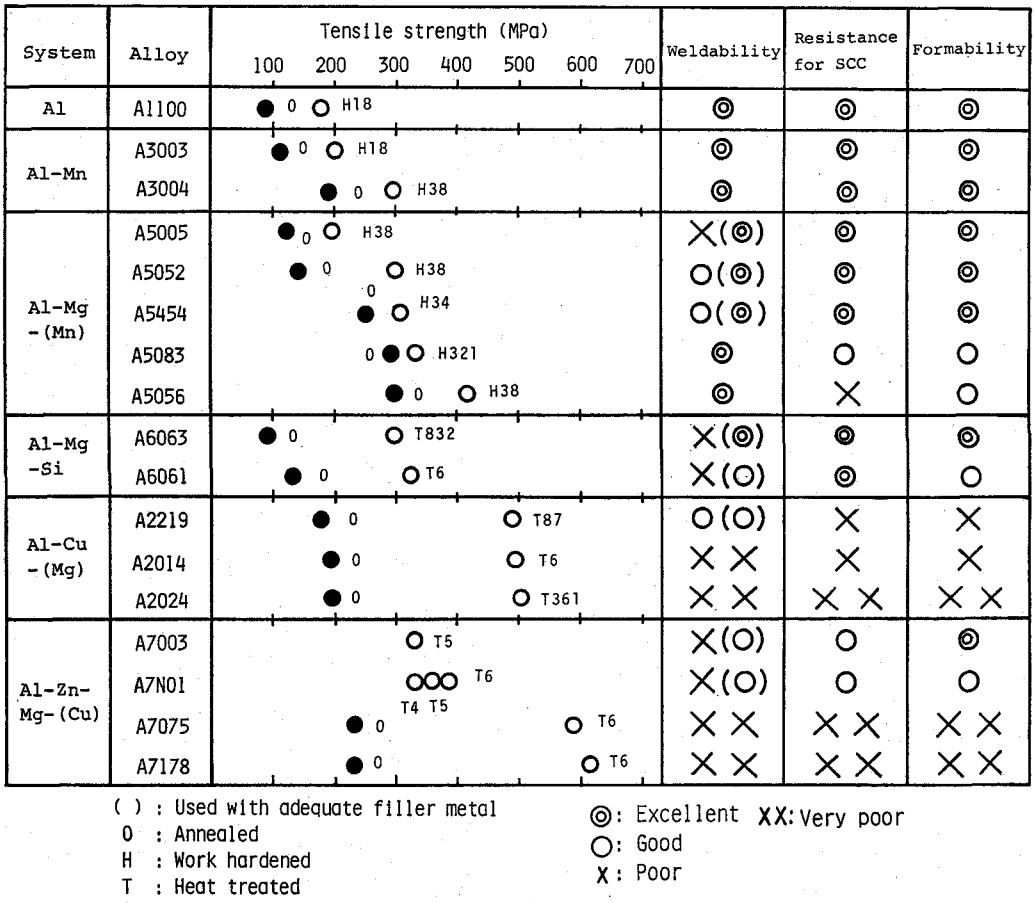


Fig.1.1 Tensile strength, weldability, resistance for SCC and formability of typical commercial Al alloys.

の諸特性（強度、加工性、耐食性）ともに最もバランスのとれた溶接構造用Al合金である。

Fig.1.1 において A5083 よりも高強度のAl合金には A2017、A2219、A2024、A6061、A7N01、A7003、A7075などがあり、いずれも熱処理型合金である。しかし、これらの合金のうち、A2219とA7N01 及びA7003以外の合金はいずれもその溶接部の凝固割れ感受性は著しく高く、溶融溶接は極めて困難とされている[6-8]。A2219は多量のCuの添加により凝固割れ感受性は比較的低く、このため溶融溶接も可能となっているが、熱処理型合金のために溶接部の強度低下は避けがたく、かつ加工性に劣ることもあって、その適用分野は限定されている。これらの合金に対して、Cu を含まないAl-Zn-Mg３元系合金であるA7N01及びA7003は熱処理型合金であり、熱処理（時効処理）によりA5083よりも高強度となり、しかも高温変形抵抗性が小さいために優れた押し出し成形性を有している。またさらに焼入性に優れているために、比較的遅い焼入速度でも焼入効果が期待できる。このため、たとえ

ば溶接後の空冷によっても溶接部は焼入状態になり、その後室温にて長時間放置することによって、強度は母材の約90%まで回復する[9]。この特性は 常温時効性[10]と呼ばれている。普通の熱処理型合金である2XXX、6XXX及びCuを含む7XXX系合金ではこのような常温時効性はなく、このため、時効処理材を溶融溶接すると溶接部の強度は著しく低下し、強度回復のためには再度、溶体化処理→焼入処理（水冷）→時効処理が必要となる。しかしこのような処理を大型構造物に適用することは非常に困難である。このような観点から、Al-Zn-Mg３元系合金は溶接構造用材料として優れた特性を有していることがわかる。しかし、その凝固割れ感受性は A5083よりも極めて高く、溶接性の観点からは著しく劣っているといえる。

Al-Zn-Mg３元系合金用溶加材に関しては 1970年にA7N01合金用溶加材として強度及び凝固割れ感受性を考慮したA7N11WYがＪＩＳ化された。しかし 実施工における凝固割れ感受性の問題点を解決することができず、1978年にはＪＩＳより削除された。その後、溶加材開発に関する研究はほとんど行なわれていない。

しかしAl-Zn-Mg３元系合金は多くの優れた特性を有しているために凝固割れ感受性が高いにもかかわらず近年新幹線車両をはじめとする各種の溶接構造用材料として多量に使用されてきている[1-5,7]。このためその溶接用溶加材としては共金系溶加材では凝固割れ感受性が高く溶融溶接が困難となるため、A5083と同様の組成のA5356WYを溶加材として使用している。これは、溶接部の強度は多少犠牲にしても、凝固割れ感受性をある程度低下させることが可能であるためである[7,11]。しかし、本質的にAl-Zn-Mg３元系合金は 割れ感受性が高いために A5356WYを使用しても溶接部にしばしば凝固割れが発生し問題となっている[11-13]。特に近年のAl合金に対する軽量構造用材料としての要求はより厳しくなっているために、溶接部の特性面からも、また構造物の安全性の面からもAl-Zn-Mg３元系合金用の耐凝固割れ感受性に優れた溶加材の開発が強く要望されている。

以上のような背景に基づいて、本研究はAl-Zn-Mg３元系合金の耐凝固割れ感受性に優れた溶加材を開発することを目的としている。すなわち、まず①溶加材組成の改良による溶接部の合金組成及び形成組織からの耐凝固割れ感受性の改善方法と、②溶接プロセス的見地からの溶接部の形成組織改善による耐凝固割れ感受性の改善方法についてそれぞれ基礎的研究を行なうとともに、さらに実用的見地から③両者のハイブリッド化による耐凝固割れ感受性の改善方法を新たに開発し、その有効性について検討を行なったものである。

１．２　本研究に対する従来の研究

Al-Zn-Mg３元系合金及びその溶接部の凝固割れ感受性に関する過去の研究を取りまと

めると以下のようになる。

１．２．１　合金成分に関する研究

Al-Zn-Mg３元系合金母材の凝固割れ感受性は主として鋳造割れとの関係より古くから検討されてきており、凝固割れ感受性に及ぼすZn及びMgの影響[13-21]及び微量添加元素の影響[14, 16, 18-31]が研究されている。また、溶接部の凝固割れ感受性に関する研究も同様に母材組成[12, 14, 24, 25, 27, 31, 32]及び溶加材組成[11-14, 16, 18, 19, 24, 26]についての研究が行なわれているが、主として実用的見地からの研究が多い。特に溶加材に関しては市販の各種溶加材をAl-Zn-Mg３元系合金に用いた場合の溶接部の凝固割れ感受性の比較研究[11-13, 18, 24, 33-36]が主たるものであり、溶加材組成に関する基礎的研究[16, 19, 23, 26]は極めて少ない。

（１）Al-Zn-Mg３元系平衡状態図

凝固割れ感受性に及ぼす合金成分の影響を検討するためにはまずその状態図を知る必要がある。Fig.1.2にAl-Zn-Mg３元系状態図のAl隅の液相面を、またTable 1.1にAl側の不変点の組成及び温度を示す[37-39]。

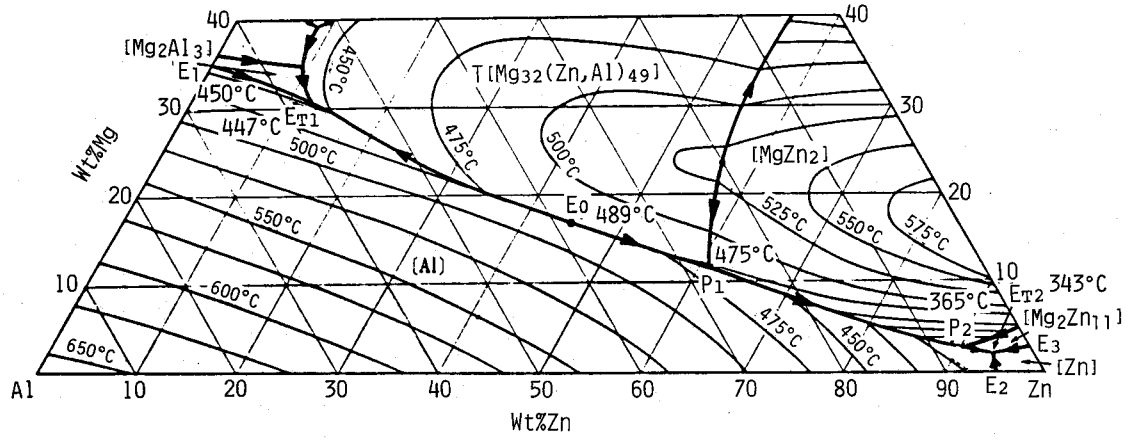


Fig.1.2 Liquidus surface of Al-Zn-Mg ternary alloy equilibrium phase diagram in Al rich corner.

共晶面で最も高い温度を示すのはα＋T($Mg_{32}(Zn,Al)_{49}$) 擬２元共晶点E_0、489℃である。これより低Zn側では Zn量の減少と共にα＋T２元共晶温度は緩やかに低下し、447℃の α＋T＋β(Mg_2Al_3)３元共晶点E_{T1}にいたる。 一方、Al-Zn-Mg３元系合金においてはα＋β２元共晶点E_1が存在するが、その融点は450℃であり、これよりα＋β共晶線はZn量の増加と共に上記の３元共晶点E_{T1}まで低下するが、その温度差は小さい。

Table 1.1 Temperature and composition of invariant point of Al-Zn-Mg ternary alloy equilibrium phase diagram in Al rich corner.

Invariant point	Composition (wt%)			Temperature
	Mg	Zn	Al	(°C)
Binary eutectic point(E_1)	35.0	0	65.0	450
Quasibinary eutectic point(E_0)	18	45.6	36.4	489
Ternary eutectic point(E_{T1})	30	13	57	447
Peritectic-eutectic point(P_1)	11.3	60.4	28.3	475
Peritectic-eutectic point(P_2)	3	91	6	365
Ternary eutectic point(E_{T2})	2.95	93	4.05	343

次に、E_0よりも高Zn側においてはZn量の増加と共に、共晶温度は急激に低下し、475℃の包共晶点P_1、365℃の包共晶点P_2を経て、343℃において、α＋Zn２元共晶線とあわせてα＋Mg_2Zn_{11}＋Znの３元共晶点E_{T2}にいたる。

一般に溶接凝固では凝固時の冷却速度が早いために非平衡凝固が行なわれる。このため平衡凝固では共晶を晶出しない組成であっても、非平衡凝固では凝固末期においては残留融液の濃縮によって共晶晶出にいたる現象がしばしば報告されている。したがって、本合金系においては凝固温度範囲をできるだけ狭くするためには、凝固末期における残留融液の組成がE_0よりも高Mg側になるような初期合金組成が望ましいと考えられる。

（２）凝固割れ感受性に及ぼすZn及びMgの影響に関する研究

まず主要合金元素であるZn及びMgの影響に関しては、Al-Zn-Mg３元系状態図のAlコーナー（Zn,Mg量＜10％）における凝固割れ感受性に及ぼす Zn及びMg量の影響が検討されており[15-17, 21]、いわゆる等割れ線図がPatterson[15],Buray[17],小池[21]によって作成されている。割れ試験法にはいずれもリング鋳造割れ試験法が用いられているが、試験方式（鋳造条件、割れ感受性の評価法）の相違によって、結果に若干の相違が認められるもののZn及びMg量の影響については次の点で大筋では一致した結果が得られている。

（ｉ）Zn及びMg量が約10%以下において、割れ感受性が最も高い組成域は、Mg量が約２％以下の低Mg量域（特に0.5～１％）で、かつ Zn量が 3.5～４％以上、約９％以下の組成域である。

（ii）Zn量が３％以上ではMg量が１％前後で最も割れ感受性が高く、Mg量の増加と共に急

速に低下し、Mg量が３～４％以上では非常に低い値を示す。これに対し、Zn量の影響は小さいが、Zn量が少ないほど同一Mg量でも割れ感受性は多少高くなる傾向を示す。

（ⅲ）Zn量が３％以上では、Mg量が0.5～１％で最も高い割れ感受性を示し、これより Mg量が増加すると割れ感受性は低下し、４～５％以上では非常に低い値となる。

（ⅳ）Zn量にかかわらず、Mg量が５～６％以上では非常に低い値を示す。

しかし、Patterson及びBurayらは等割れ線図を作成したのみであり、割れ感受性がこのように変化する理由については検討していない。小池は共晶の種類と割れ感受性との関係に注目し、状態図と組合せることにより凝固温度範囲の大小より説明を試みた。共晶としてα(Al)＋T及びα＋T＋βを晶出する場合には割れ感受性は低く、α＋βもしくはα＋T＋$MgZn_2$ の場合には高くなり、その理由として、共晶温度が前者よりも後者のほうが低いためとしている。しかし、共晶温度の点からは、α＋β２元共晶温度は 450℃に対して、α＋T＋β３元共晶温度は 447℃とわずかではあるが逆に低くなっており、うまく説明できない。また、一般には、Al合金の鋳造時の割れ感受性には、結晶粒径が非常に大きな因子であることが知られているが、上記の文献ではこの点に対する検討はまったく行なわれていない。

次に、溶接部の凝固割れ感受性に関しては、ティグ及びミグ溶接部の割れ感受性に及ぼす溶加材の影響に対する定性的な比較実験が行なわれている[11-13, 18, 24, 33-36]。溶加材には主としてAl-4%Mg-2%Zn合金（旧ＪＩＳ A7N11WY)とAl-Mg系合金のA5356WY、A5556WY、A5183WYが用いられており、Al-4%Mg-2%Zn合金の方がAl-Mg系合金よりもかなり高い割れ感受性を示し、この傾向は溶接ビード部でもクレータ部でも同じ結果が得られている。

しかし、割れ感受性と溶接金属部のZn及びMg量との関係を系統的に調べた研究は少ない。Dudas[18]及びGibbs[19]はそれぞれT形及び十字隅肉割れ試験法を用いてミグ溶接ビード部の割れ感受性をAl-Zn-Mg３元系合金母材に対して 種々の組成のAl-Zn-Mg及びAl-Mg系合金溶加材を用いて調べ、その結果を溶接金属部のZn及びMg量で整理している。彼らの結果はお互いにほぼ一致しており、Zn量が3.5～５％の範囲では Mg量が約１％で割れ感受性が最も高く、２～３％以上で急激に低下すること、またZn量は３％以上で割れ感受性が急激に高くなる傾向が示された。

また溶接クレータ割れ感受性については田中ら[13]がZnを０～４％,Mgを２～５％の範囲で変化させた試験板上にティグアークスポット溶接を行ない、クレータ部での割れ感受性を調べており、Zn量が３％以上では割れ感受性が急に高くなること、またMg量が多いほど割れ感受性は低くなることを示した。

これらの研究結果によれば、溶接割れ感受性に及ぼすZn及びMgの影響は基本的には鋳

造割れ感受性と同じ傾向を示すものといえるようである。しかし、溶接割れ感受性に及ぼすZn及びMgの影響に対する考察はほとんど行なわれていない。

以上の結果、Al-Zn-Mg３元系合金の鋳造及び溶接割れ感受性に及ぼすZn及びMg量の影響については定性的にはかなり明らかになってきている。しかし、凝固割れ感受性に大きな影響を及ぼす因子である、凝固温度範囲、凝固末期の残留融液の形態や組織、結晶粒径などとZn及びMg量との関係については一部を除いてほとんど検討されておらず、このため、割れ感受性がZn及びMg量で変化する理由についてはまだほとんど明らかにされていないのが現状である。

（３）凝固割れ感受性に及ぼす微量元素の影響に関する研究

次に、Zn及びMg以外の微量元素についてはAl合金鋳物の結晶粒微細化元素として一般に知られているTi（チタン）[16,19,20,23,25-27]，B（硼素）[20,25]，Tiと Bの複合添加（一般的にはTi+Bと表記される）[20,26,28,29]、実用Al-Zn-Mg３元系合金の母材組織の微細化のために添加されているZr（ジルコニウム）[16,18-20,24-26,28-30]，Cr（クロム）[16,20]，Mn[16,19,20]、Al合金に一般に不純物元素として含まれるFe（鉄）[16,19]、 Si[16,22,23]及びその他の元素としてAg（銀）[20]、Be（ベリリウム）[25]、Cu[18-21,27,31]、V（バナジウム）[25]、Mo（モリブデン）[25]の効果が調べられている。

まず、Zrについては、鋳造及び溶接割れ感受性のいずれに対しても顕著な改善効果が報告されている。その有効添加量は鋳造割れ感受性に対しては0.2[30]、0.3[17,23]、0.3～0.4[16]及び0.5%[25]、溶接割れ感受性に対しては0.15[18]、0.2[20,24,25]、0.25[26]、0.28[19]、0.3[28,29]及び0.3～0.5%[16]であり、いずれの場合も大略 0.2～0.3%以上の添加で凝固割れ感受性の顕著な改善効果が認められている。この理由に対する考察は十分には行なわれていないが、主として結晶粒微細化効果[18,20,25,28-30] が挙げられており、また粒界における残留融液の形状（Dihedral angle）の関与[20,28,29]も指摘されている。

Ti は、鋳造割れ感受性に対しては0.05[16]～0.1%[25]の添加で結晶粒微細化に基づく顕著な凝固割れ感受性の改善効果が示されているが、溶接凝固割れ感受性に対してはその改善効果は小さく、0.1[27]、0.14[19]、0.13～0.27[16]、0.28[20]、0.5[23] 及び0.6%[25]の添加でもいずれも改善効果は認められていない。

Bは、鋳造割れ感受性に対しては0.05%[25]で結晶粒微細化により凝固割れ感受性の改善効果があるが、溶接凝固割れ感受性に対しては 0.05[25]及び0.1～0.12%[20]でも改善効果は認められていない。

Ti+Bは、鋳造凝固割れ感受性に対しては0.04%[28,29]で改善効果があるが、溶接凝固割れ感受性に対しては0.04%[28,29]で改善効果があるという報告と 0.14%Ti+0.12%B[20]及

び0.08%Ti+0.04%B[20]でも改善効果が認められなかったという報告がある。

このように従来よりAl合金の結晶粒微細化元素として知られている Ti、B及びその複合添加（Ti+B）では、鋳造においては微量の添加で結晶粒が微細化し、割れ感受性の改善効果が一致して認められている。これに対し、溶接凝固割れ感受性に関してはまったく相異なる結果が報告されているが、大略は溶接凝固割れ感受性に対しては改善効果がないという報告が多い。しかし、これらに対する考察は行なわれていない。

Cr については鋳造及び溶接凝固割れ感受性のいずれも0.5%[16, 20]までは無関係である。

Mn は鋳造割れ感受性に対しては0.6%[16]までは無関係であるが、0.7～0.8%[16]では増加させる。また溶接凝固割れ感受性に対しては0.4～0.5%[19, 20]までは無関係とされている。

Siは鋳造割れ感受性に対しては0.7%[16]までではSi量とともに増加するが、溶接凝固割れ感受性に対しては1～2%[22, 23]で顕著な改善効果が認められている。このSiの改善効果は Healing効果[18, 22]として、Al合金では一般的に知られている。しかし、このようなSi量の添加は同時に機械的性質を著しく劣化させる[22]。

Feは鋳造凝固割れ感受性に対しては0.5%[16]までは無関係であるが、0.7%[16]では改善効果があり、溶接凝固割れ感受性に対しては0.25%[19]で改善効果が認められている。

Cu は0.5～1.0%[21]で鋳造凝固割れ感受性を増加させ、溶接凝固割れ感受性に対しても0.1～0.2%[18, 19, 27, 31]以上で増加させるが、0.5%[20]で無関係という報告もある。しかし、微量の添加では鋳造及び溶接凝固割れ感受性を増加させる傾向にあるといえる。

Ag[20]については0.5%ではいずれの場合も無関係、Be[25]、V[25]及びMo[25]については0.1%ではいずれの場合も無関係とされている。

以上の結果、微量元素の添加でAl-Zn-Mg３元系合金溶接部の耐凝固割れ感受性の顕著な改善効果がいずれの報告においても共通的に認められたのはZrのみであり、またその有効添加量は少なくとも 0.2～0.3%以上であった。しかし、実用的に Zrを添加できるのは0.2%までであり、これ以上は Al合金の実用的な鋳造技術（連続鋳造）では極めて困難である[40]。したがって、溶接凝固割れ感受性の改善に Zrを効果的に利用するためにはその有効添加量の低減化が必要と考えられる。

１．２．２　溶接プロセスからの組織改善（結晶粒微細化）を利用した凝固割れ感受性低減に関する研究

Al合金に対しては 上記1.2.1項の合金元素の調節による組織改善の他に、溶接プロセ

スを利用する動的な手法による 溶接部の組織改善、すなわち 結晶粒微細化が可能なことが知られており[41]、溶融池の磁気攪拌による A5052[42-47]、A5454[46]、A5083[42-45,48]、A7N01[42,44]、A7004[46]のテイグ溶接部及び A5083のミグ溶接部[49]、アークオシレーション法によるA5052のテイグ溶接部[50,51]、パルス溶接法による A5052及びA5083のテイグ溶接部[45,52]、機械的振動法によるA5083のミグ溶接部[49]での結晶粒微細化が報告されている。

しかし、Al合金溶接部の凝固割れ感受性の低減化のためにこのような動的手法による結晶粒微細化効果を利用する試みはこれまで磁気攪拌によるA5052[47]及びA5083[48]のテイグ溶接部及びアークオシレーションによるA5052テイグ溶接部[50]の検討例だけであり、非常に少ない。また、パルス溶接法や機械的振動法による検討例はまだない。しかし、これらの検討結果ではいずれも溶接部の結晶粒微細化とともに凝固割れ感受性の改善効果が報告されている。

Al-Zn-Mg３元系合金に対してはA7N01及びA7004はテイグ溶接では磁気攪拌により結晶粒微細化しやすいという報告[42,46]があるが、まだ凝固割れ感受性との関係については検討されていない。

また、さらに凝固割れ感受性の検討はいずれもテイグ溶接部に限定されており、実用的に、より重要なミグ溶接における検討例はない。ミグ溶接への適用を考慮した場合、磁気攪拌ではアークが磁場の影響により乱れるためにスパッタが非常に多くなり、実用に耐えられないことが示されており[49]、また アークオシレーション法も同様にスパッタが多くなると類推される。このようなことから、ミグ溶接に適用可能な動的手法としてはパルス溶接法が最も有望であるが、現在までこの分野での検討はほとんどない。これはパルス溶接法は本来、低溶接電流域における安定な溶滴移行を達成することを目的としたものであり[53]、パルス周波数も 100Hz前後の値が用いられている[53]。しかし、溶融池の動的攪拌を行なうためには磁気攪拌の結果からみても数Hzから数十Hzまでの低周波数が必要とされる[42-45]が、このような周波数域では安定なアーク溶接は困難である[53]。 しかし、最近ではインバータ方式の溶接電源が実用化されたこともあり、アーク溶接電流波形（パルス溶接波形）の制御が容易となり、かつ高機能化が図れるようになってきており、数Hzから数十Hzの低周波数域でも安定な溶接が行なえるパルスミグ溶接法が実用化されてきている[54,55]。したがって、このような最新のパルス溶接法を用いた組織改善、すなわち結晶粒微細化によるAl-Zn-Mg３元系合金のミグ溶接部の耐凝固割れ感受性の改善方法について、新たにその可能性について検討することは学術的及び工業的にもきわめて重要なことと考えられる。

１．３　本論文の構成

本論文の構成は以下のようになっている。すなわち、

第１章は緒論であり、本研究の必要性に対する背景及び研究目的ならびに本研究に関係する過去の研究状況について述べている。

第２章では代表的な実用Al-Zn-Mg３元系合金として A7N01合金を取り上げ、各種の凝固割れ試験法を用いて、本合金の溶接凝固割れ感受性を各種実用Al合金と比較し、本合金溶接部の凝固割れ感受性の高い理由について考察を行ない、その改善方法に対する指針について検討した結果を述べている。

第３章では本合金系の主要合金元素であるZn及びMgがAl-Zn-Mg３元系合金の凝固割れ感受性に及ぼす影響についてZn及びMg量を種々変化させた合金を作製し、リング鋳造割れ試験及び各種溶接凝固割れ試験を用いて基礎的な検討を行ない、金属組織学的な検討を加えた。また、得られた結果より耐凝固割れ感受性に優れた溶加材組成に対する検討を行なうとともに、新たな溶加材として Al-高Mg合金溶接ワイヤを試作し、その耐凝固割れ感受性を評価している。

第４章では凝固割れ感受性の改善に効果的な微量添加元素を見いだすために、溶接金属の組成を模した合金（模擬溶接金属合金）を作製し、これに各種の微量添加元素を添加し、凝固割れ感受性に及ぼす微量添加元素の影響について、主として形成組織の結晶粒微細化現象と凝固割れ感受性との相関性に注目して検討を行なっている。そして最も効果的な微量添加元素としてZrを見いだしている。

第５章では微量添加元素としてZrに注目し、本合金系の溶接部の凝固割れ感受性を十分低減するのに要する有効添加量に対する検討を模擬溶接金属合金を用いて、各種凝固割れ試験により行なうとともに、Zrの有効効果の理由に対して凝固中の溶接金属の延性特性及び金属組織的観点より考察を行なっている。

第６章ではZr添加による耐凝固割れ感受性の改善効果を溶接プロセスの面から促進させる方法として、溶接中の溶融池内の磁気攪拌に注目して検討している。Zr添加と磁気攪拌の併用による耐凝固割れ感受性の改善効果を模擬溶接金属合金のテイグ溶接部の結晶粒微細化と関連づけて検討し、Zr添加による耐凝固割れ感受性の改善効果が溶融池内の効果的な攪拌により著しく促進されることを見いだしている。

第７章では第３章から第５章までの結果に基づいて溶加材として新たにZrを添加したAl-高Mg合金溶接ワイヤを試作し、さらに第６章の結果をもとにして 溶融池の攪拌方法として実用的見地から磁気攪拌に替わるものとしてパルス溶接法を取り上げ、両者のハイブリッド化によるA7N01合金溶接部の凝固割れ感受性の改善効果について検討している。 そ

して本法がAl-Zn-Mg３元系合金溶接部の耐凝固割れ感受性を改善する上で極めて有効な方法であることを明らかにしている。

第８章は結論であり本研究で得られた結果について総括を行なっている。

本研究における各章の関係をフローチャートとして示すとFig.1.3のごとくなる。

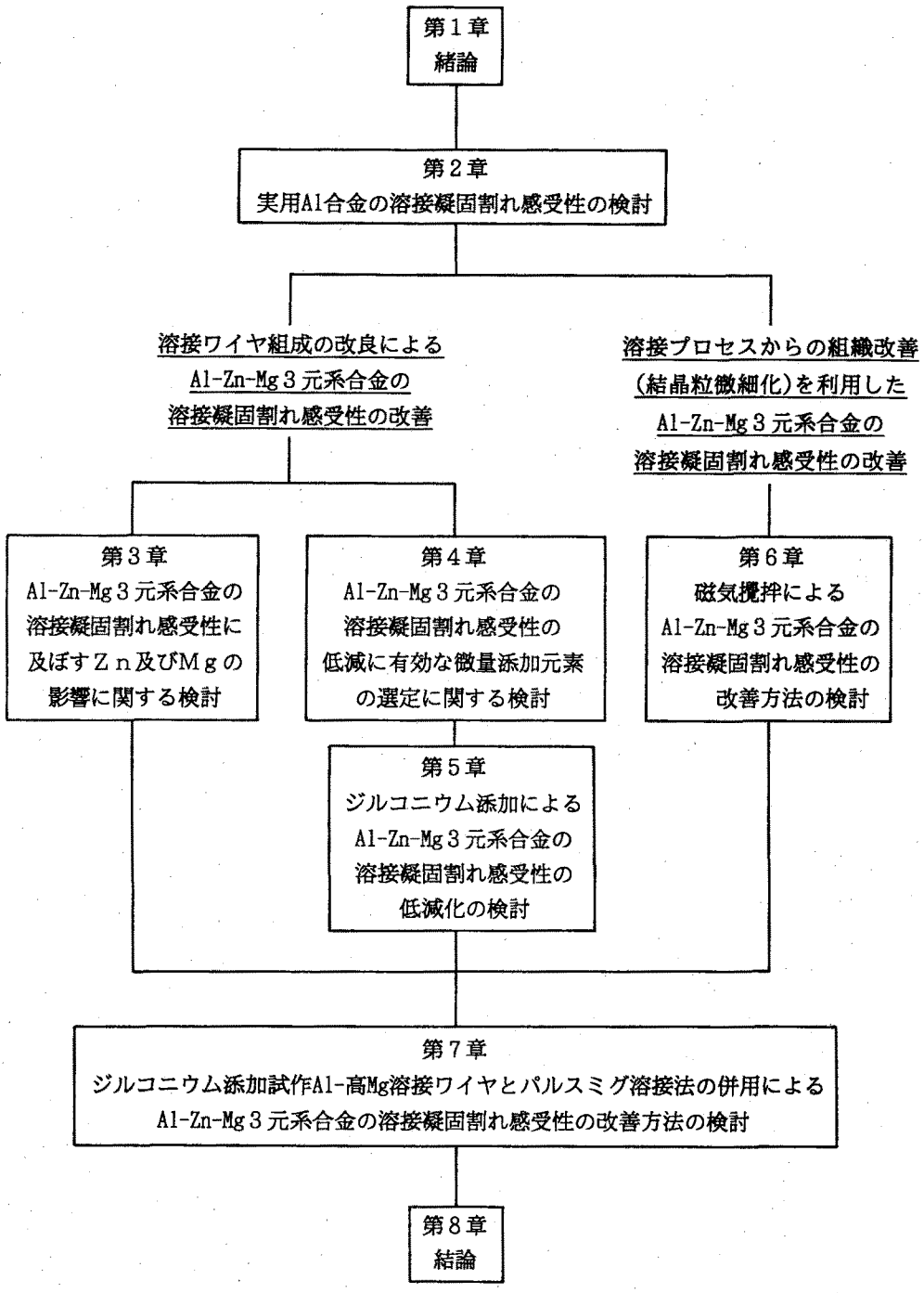


Fig.1.3 Flow chart of this study.

第２章　実用Ａ１合金の溶接凝固割れ感受性の検討

２．１　緒言

現在、ＪＩＳ化され、また市販されている実用Al-Zn-Mg３元系合金はA7N01及びA7003の２種類であり、このうち前者が主として溶接構造用材料として用いられている。

本章では、まず、Al-Zn-Mg３元系合金の溶接凝固割れ感受性を定性的及び定量的に把握するために、各種凝固割れ試験法により評価を行ない、1XXX系から7XXX系までの各種実用 Al合金との相互比較を行なった。 定性的な比較は自拘束式割れ試験により求めた割れ長さ、割れ数及びこれらをもとにした割れ率などの指標を用いて行ない、また定量的な比較は外部付加歪（変位）式割れ試験により求めた割れ発生の限界歪（変位）量、限界歪（変位）速度、割れ発生温度領域などの指標を用いて行なった。また、Al合金母材自体の割れ感受性は主として溶加材を使用しないティグ（TIGまたはGTA）溶接により、またAl-Zn-Mg３元系合金に対する溶加材の凝固割れ感受性についてはミグ（MIGまたはGMA）溶接により行なった。これらの割れ試験法により得られた凝固割れ感受性の評価結果をもとにして、さらに溶接部のマクロ及びミクロ組織観察、割れ破面観察、熱分析による凝固温度測定などの検討結果と合わせて、実用Al合金溶接部の凝固割れ感受性に対する総合的な考察を行なった。そして、実用Al-Zn-Mg３元系合金の溶接凝固割れ感受性を改善するための指針を得ようとしたものである。

２．２　実験方法

２．２．１　使用材料

凝固割れ試験に用いた Al合金母材及び溶接ワイヤをまとめてTable 2.1に示す。いずれも市販の実用Al合金板及びワイヤである。

２．２．２　凝固割れ試験法

割れ試験は割れを発生・伝播させる機構によって自拘束式割れ試験と外部付加歪（変位）式割れ試験に大別される[5,6]。前者は 材料自体の膨張・収縮に伴う歪（変位）によって割れを発生させる方法であり、後者は外部より材料に引張歪（変位）や曲げ歪（変位）を付加することにより強制的に割れを発生させる方法である。前者では材料に加わってい

Table 2.1 Chemical compositions of Al alloy base metals and welding wires used.

Material		Chemical composition (wt%)											Treatment condition
		Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr	V	B	
Base metal	A1070	0.13	0.33	0.02	Tr	Tr	Tr	Tr	0.02	-	-	-	H112
	A1100	0.12	0.53	0.13	0.02	0.01	Tr	0.02	-	-	-	-	H112
	A2017	0.53	0.19	3.89	0.62	0.55	0.11	0.05	0.02	-	-	-	T6
	A2219	0.06	0.16	6.05	0.26	Tr	Tr	0.01	0.04	0.14	0.09	-	T87
	A2024	0.13	0.24	4.60	0.64	1.65	0.01	0.11	0.01	-	-	-	T6
	A3003	0.19	0.60	0.15	1.12	0.01	Tr	0.02	0.01	-	-	-	H112
	A5005	0.10	0.53	0.04	Tr	0.86	Tr	Tr	0.02	-	-	-	H112
	A5052	0.06	0.13	0.01	0.02	2.54	0.21	Tr	0.01	-	-	-	H112
	A5154	0.11	0.25	0.02	0.06	3.50	0.23	Tr	0.03	-	-	-	H112
	A5083	0.14	0.19	0.04	0.67	4.57	0.13	0.01	0.03	-	-	0.0012	H112
	A6063	0.45	0.18	0.02	0.02	0.55	0.02	0.01	0.01	-	-	-	T5
	A6N01	0.54	0.18	0.23	0.04	0.65	0.01	0.02	0.01	-	-	-	T5
	A6061	0.71	0.16	0.18	0.03	0.97	0.08	0.03	0.02	-	-	-	T5
	A7N01	0.09	0.16	0.10	0.43	1.17	0.22	4.57	0.02	0.12	-	-	T5
	A7003	0.08	0.16	0.11	0.14	0.70	0.09	5.50	0.02	0.15	-	-	T5
	A7075	0.10	0.19	1.64	Tr	2.62	0.19	5.62	0.02	-	-	-	T6
Welding wire	A1100	0.20	0.48	0.10	Tr	-	-	Tr	-	-	-	-	wire diameter 1.6mm
	A5554	0.10	0.16	0.01	0.70	2.67	0.10	0.01	0.09	-	-	-	
	A5356	0.05	0.14	0.01	0.09	4.82	0.10	-	0.09	-	-	-	
	A5183	0.10	0.19	0.01	0.60	4.87	0.08	0.02	0.07	-	-	0.0018	

る歪（変位）を定量的に制御することはほとんど不可能であり、このため凝固割れ感受性の評価は緒言でも述べたように割れ長さ、割れ数、割れ率などの定性的な指標を用いた相対的なものとなる。しかし、実際の溶接条件に合わせた試験ができるために実用的には重要な結果が得られる。これに対して、後者では、材料に付加する歪（変位）を定量的に制御することができるために、割れ発生の限界歪（変位）量、限界歪（変位）速度、割れ発生温度領域などの定量的な指標を用いて絶対的な評価ができる。

また、溶接凝固割れ試験法の観点からは母材の凝固割れ感受性を評価する試験法と溶加材の凝固割れ感受性を評価する試験法に大別される。

本論文で用いた凝固割れ試験法をまとめるとTable 2.2のようになる。以下に 各試験法の詳細を示す。

（１） 自拘束式割れ試験法

本研究では母材及び溶加材の凝固割れ感受性はそれぞれ以下の凝固割れ試験法により評価した。

（ｉ） 母材の凝固割れ試験法

Table 2.2 List of solidification cracking tests used.

Cracking test for base metal	Self restraint cracking test	Ring casting cracking test GTAW crater cracking test Houldcroft type cracking test Fan-shaped cracking test
	Externally applied strain cracking test	Varestraint test Trans-Varestraint test SB Trans-Varestraint test Tensile cracking test
Cracking test for welding wire	Self restraint cracking test	GMAW crater cracking test Modified Houldcroft type cracking test

(1.1) リング鋳造割れ試験法

本試験法はAl合金の鋳造時の凝固割れ感受性を評価するうえで最も良く使用されている試験法である[57]。使用した割れ試験装置の模式図をFig.2.1に、また軟鋼製のリング状金型の形状をFig.2.2に示す。試験は、まず電気炉①を用いて黒鉛ルツボ②中（Ar雰囲気、流量 1 l/min）で所定量（約60g）の Al合金を溶解し、所定の温度（750℃）で約４分間保持したのち、黒鉛ルツボの底に開けた穴の栓の役割をしている 熱電対（Pt/Pt-13%Rh

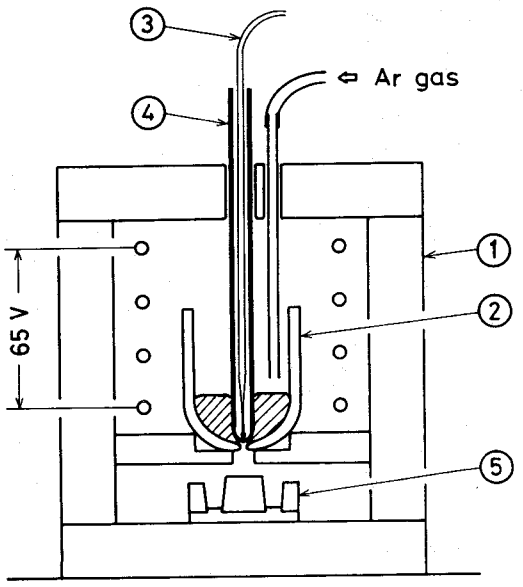


Fig.2.1 Schematic illustration of Ring casting test apparatus.

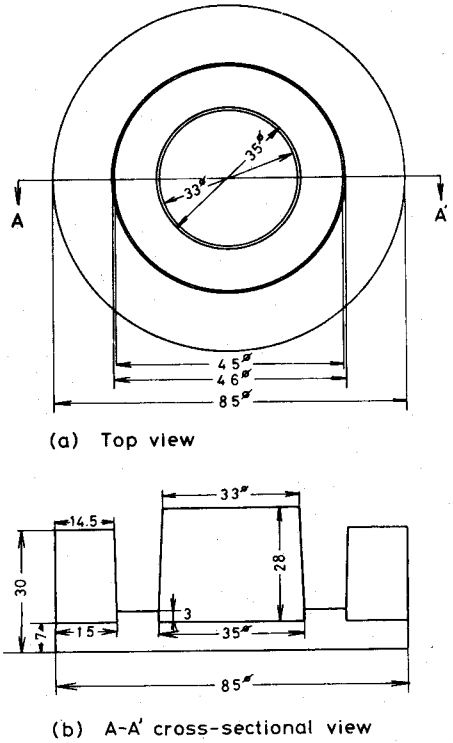


Fig.2.2 Shape and dimension of ring casting mold.

）③の保護管④を上にあげて、下方に設置した金型⑤（予熱温度50℃）に溶湯を鋳造した。室温まで空冷後リング状試片を金型より取り出し、その全表面に認められる割れの長さを測定し、その総和（総割れ長さ）で割れ感受性を評価した。 Fig.2.3にリング状試片の外観を示す。なお測定回数は５回とし、その平均値を指標とした。

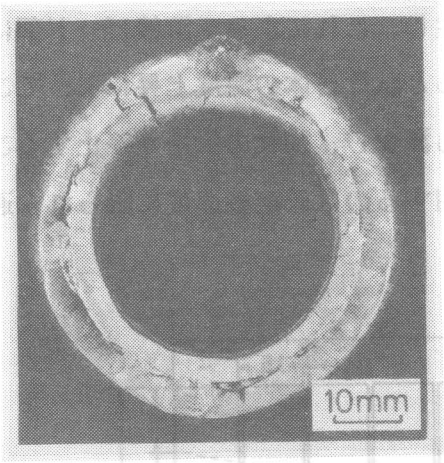


Fig.2.3 Typical appearance of ring casted specimen;A7N01, Pouring temperature 750℃, Mold temperature 50℃.

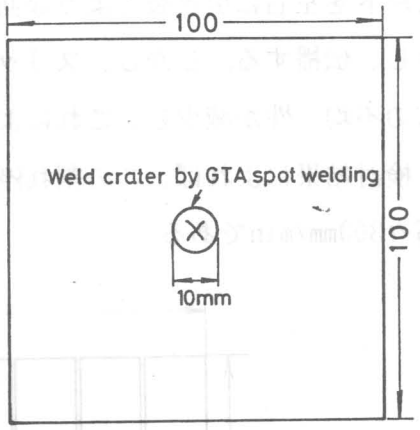


Fig.2.4 Shape and dimension of GTAW crater cracking test specimen.

(1.2) ティグ溶接クレータ割れ試験法

溶接クレータ部の凝固割れ感受性を評価する試験法である。 Fig.2.4に試験片形状を示す。試験片は裏当材（アスベスト）を用いた拘束台上にローラベアリング付きの押え治具で軽く固定した。静止ティグスポット溶接アークを一定時間発生させ、溶接クレータを形成し、空冷後の溶接クレータ部表面に発生した割れの総長さをクレータ径（約10mm）で除した値（％）を割れ率とした。溶接条件は板厚２mmの試片の裏まで完全に溶融する条件として100A(AC)、18V、アークタイム５～７ｓ、Ar 10 l/minに設定した。なお 第３章では厚板の上に部分溶込みのクレータを形成したが、この場合には120A(DCEN)、15-17V、アークタイム４ｓ、He 35 l/minとした。

(1.3) Houldcroft式割れ試験法

P.T.Houldcroftによって提案された 溶接ビード部の割れ感受性を評価する試験法[58]であり、薄板を対象にした溶接凝固割れ試験としては実用的に最も良く用いられている試験法である。Fig.2.5に本研究で用いた試片形状を示すが、原型[58]よりも大型である。以下本文中では本試験法も便宜上単にHouldcroft式割れ試験法と呼ぶ。スリットの浅い側の板端で約５秒間静止アークを出し、板端を十分に溶融させたのち、自動走行台車により、スリットの深い側に向かって一定速度（300mm/min）で溶接を行なう。 なお、溶接電流は

溶接ビード幅が表、裏ともに約10mmになるように設定した。溶接開始部から伝播した割れの停止部先端までの長さを試片長（150mm）で除した値（％）を割れ率として評価した。

本試験法の凝固割れの発生機構について検討した結果は 別報[59]に詳述しているが、大略は次の通りである。すなわち、溶接に伴う板幅方向の温度分布の不均一性によって溶接ビードを左右に引き裂くような回転変形が発生し、これによって溶接ビード部に割れが発生し、伝播する。しかし、スリットが深くなると試片自体の温度上昇によってこの温度分布の不均一性が減少し、これにより回転変形も減少し、割れの伝播が停止することになる。検討結果によれば、この割れ停止機構が作用するのは低溶接速度に限られ、適用範囲は高々300mm/minである。

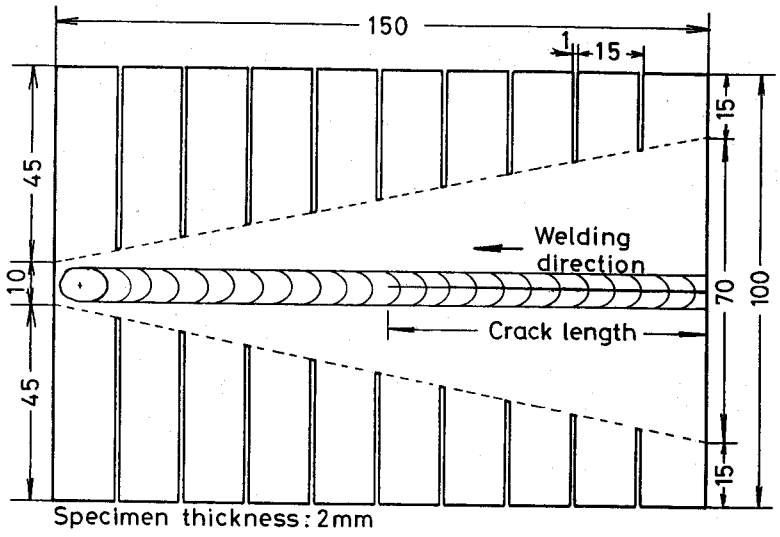


Fig.2.5 Shape and dimension of Houldcroft type cracking test specimen.

(1.4) Fan-shaped 割れ試験法

近年、高エネルギー密度ビーム溶接法である電子ビーム溶接によるAl合金の溶接が急速に増加している。本試験はAl合金の電子ビーム溶接部の凝固割れ感受性を評価するために新たに開発したものであり、詳細は別報[60]に述べている。

電子ビーム溶接では一般に高速度溶接を行なうために、(1.3)で述べた Houldcroft式割れ試験はその原理を考慮すると電子ビーム溶接部には適用できない。これに対して本試験では、割れの発生機構はHouldcroft式割れ試験と同様に試片の回転変形を利用するが、割れ停止機構には試片の剛性を利用するものである。このためにその試片形状は Fig.2.6 に示すように板幅が扇形に漸増する形をとっている。すなわち、板幅の狭い側より広い側に向かって、電子ビームによるビード溶接を行なうと、溶接開始部では板幅方向の温度分

布の不均一性による回転変形で凝固割れが発生し、溶接の進展とともに伝播してゆくが、板幅の増加に伴う剛性の増加により回転変形が抑制され、割れの伝播が停止することになる。溶接条件は加速電圧40kV、溶接速度100cm/min、ab=1.4 一定とし、完全溶込みビードが得られるように合金によりビーム電流を70～85mAに設定した。溶接開始部から伝播した割れの停止部先端までの長さを試片長（200 mm）で除した値（％）を割れ率として評価した。

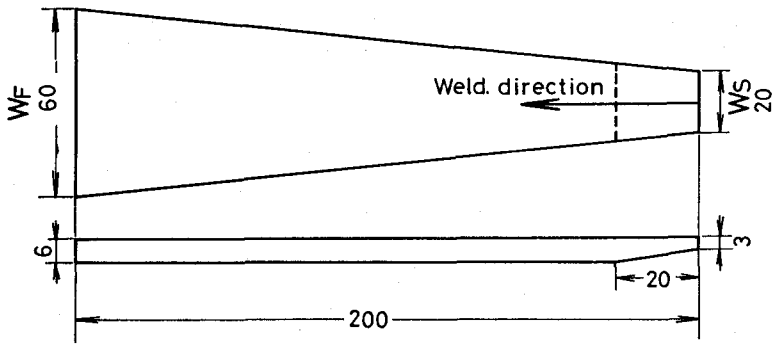


Fig.2.6 Shape and dimension of Fan-shaped cracking test specimen.

（ii） 溶加材の凝固割れ試験法

Al-Zn-Mg３元系合金を各種溶加材（溶接ワイヤ）によりミグ溶接したときの溶接部の凝固割れ感受性は以下の２種類の試験法により評価した。

(1.5) ミグ溶接クレータ割れ試験法

本試験法はAl合金ミグ溶接部のクレータ割れ感受性を評価する試験法として一般的に用いられている。Fig.2.7に試片形状を示す。 Ｖ溝開先（開先角度90度、深さ５mm）上に

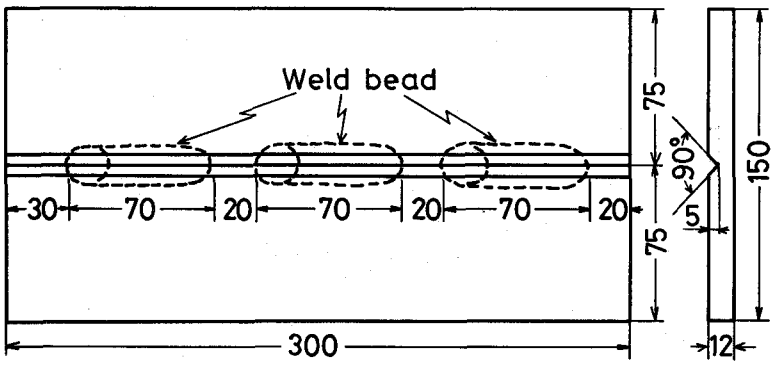
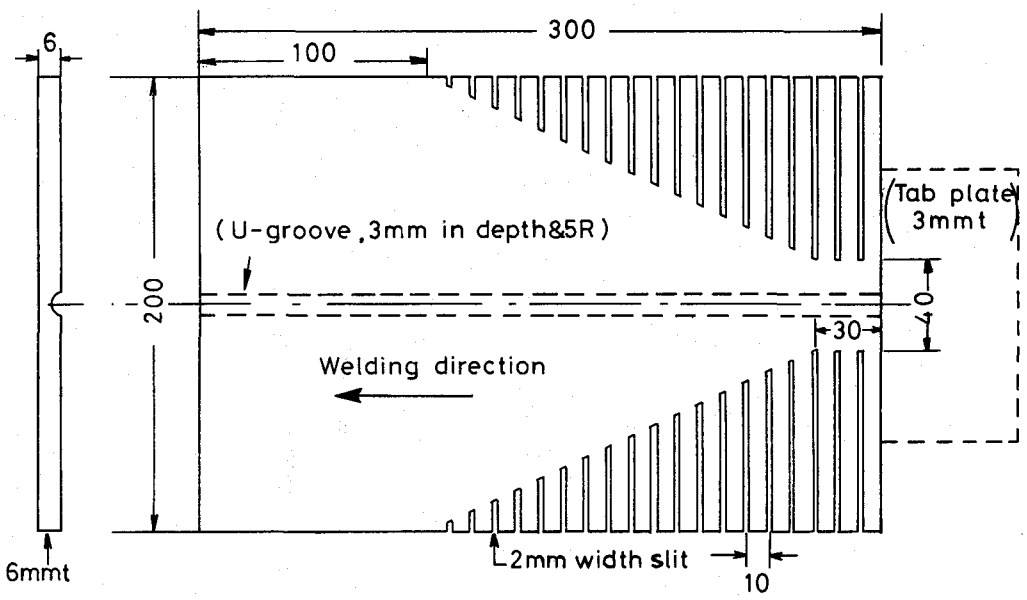


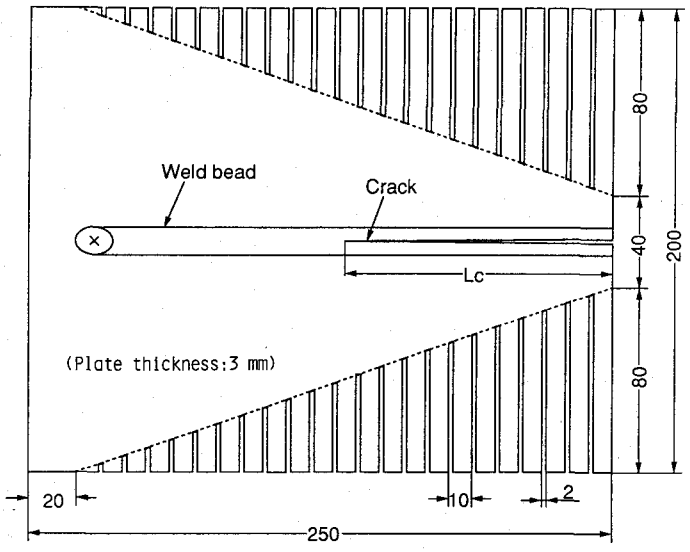
Fig.2.7 Shape and dimension of GMAW crater cracking test specimen.

ミグ溶接により長さ約70mmの溶接ビードを同一条件で断続的に３本形成する。個々の溶接クレータ部表面にて測定した総割れ長さを溶接クレータ長（長径）で除した値を割れ率（％）とし、３個の溶接クレータの平均値を割れ感受性の指標とした。溶接にはサイリスタ制御式のコンベンショナルミグ溶接機を使用し、溶接条件は溶接電流270A、溶接速度 400 mm/min、アーク電圧28V、シールドガスAr (25 l/min)とした。

(1.6) Modified Houldcroft式割れ試験法



(a) 6 mm thick plate



(b)3 mm thick plate

Fig.2.8 Shape and dimension of Modified Houldcroft type cracking test specimen.

別報[59]の結果に基づいて、一般に比較的高速度で溶接されるミグ溶接に 原理的に適用できる割れ試験を考案した。Fig.2.8(a)及び(b)にそれぞれ 板厚６mm及び３mmに対する試片形状を示す。原理的には（1.4）のFan-shaped割れ試験と同一である。いわゆるHould-croft式割れ試験とは逆にスリットの深い側から浅い側に向かって溶接を行なう。 スリット形状は試片の板厚や溶接条件に応じて溶加材間の割れ感受性の相違が最も大きくなるように設定した。板厚６mmに対しては通常ミグ溶接、板厚３mmに対しては通常パルスミグ溶接によった。溶接条件はTable 2.3に示す。パルス溶接では平均電流を一定として ピーク電流Ｉpとピーク電流期間Ｔpを変化させることにより、パルス周波数を45、66及び 100Hzと変化させた。

Table 2.3 Welding conditions used for Modified Houldcroft type test.

Welding process	Welding speed (mm/min)	Arc voltage (V)	Arc current (A)	Pulse condition			Shield. gas (l/min)	Plate thickness (mm)
				Ip(A)	Tp(ms)	Hz		
Conventional GMAW	400	28	185-215	-	-	-	Ar(25)	6
Conventional pulsed GMAW	400	19	95	400	2.0	45	Ar(25)	3
				380	1.6	66		
				360	1.2	100		

（２） 外部付加歪（変位）式割れ試験法

本章では 曲げ付加歪方式の３種類の割れ試験（Varestraint、Trans-Varestraint 及び SB Trans-Varestraint 試験）により、また第５及び６章では引張付加歪方式の割れ試験によりそれぞれ母材の凝固割れ感受性を定量的に評価した。

(2.1) Varestraint試験法

本試験法はW.F.Savageにより開発された割れ試験法[61]であり、Fig.2.9に試験法の概略を示す。試片の一端を固定しティグ溶接によるビード溶接中に曲げヨークを急速に落下させ、試片を曲げブロックの曲率にそって曲げることにより溶接ビード表面に一定の歪を付加する方式である。付加歪量 ε は試片の板厚をｔ、曲率半径をＲとすると、 $\varepsilon = t/2R$（x100%）で表される。 ε を段階的に変化させた試験を行なうことにより、割れ発生に要する最低付加歪量 ε_{min} が得られる。また、割れ個数、N_Cや総割れ長さ、L_Tも割れ感受性の指標として用いられる。 割れは溶接ビード部と溶接熱影響部（HAZ）に発生するが、本章では HAZの凝固割れ感受性の評価に用いた。溶接はティグ溶接（AC）によるビード溶接であり、溶接条件は300A、150mm/min、18V、シールドガスAr(15 l/min)である。

(2.2) Trans-Varestraint試験法

本試験法は松田ら[62]により開発されたものであり、Fig.2.10 に試験法の概略を示す。本来はVarestraint試験法と同様の片持ち梁式であるが、本章では 小型試片用の両曲げ方式を用いた。基本的には Varestraint試験と同一であるが、曲げ方向が図に示すように溶接線に対して直角方向である点が異なる。割れ発生に要する 最低付加歪量（ ε_{min} ）及びFig.2.11に示すように割れ長さと溶接中の溶接ビード中央部における温度分布曲線を組合せることにより求められる割れ発生温度域（凝固脆性温度領域、BTR）が 割れ感受性を評価する指標として得られる。溶接はティグ溶接（AC）によるビード溶接であり、溶接条件は230A、100mm/min、18V、シールドガスAr(15 l/min)である。

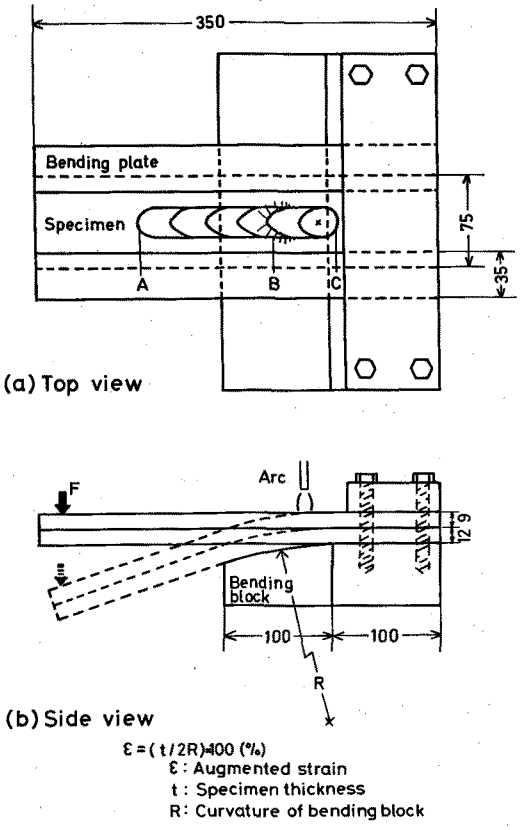


Fig.2.9 Schematic illustration of Varestraint test apparatus.

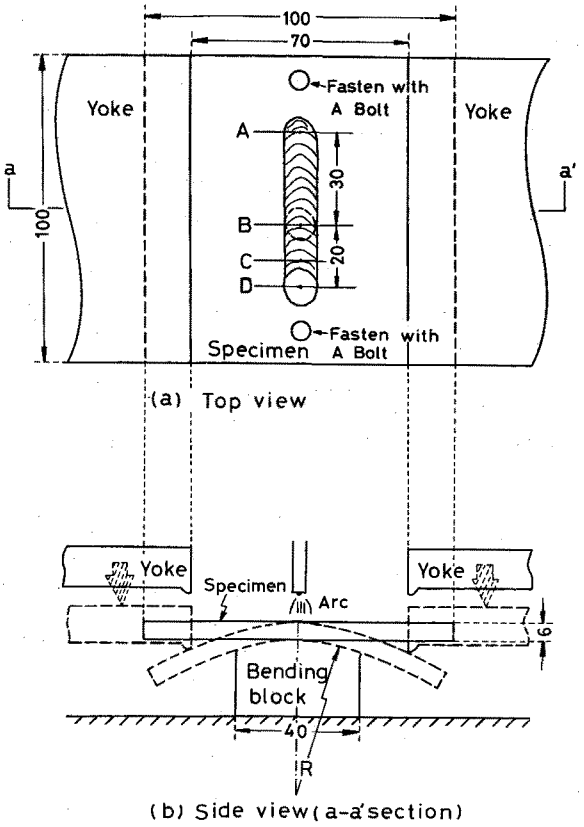


Fig.2.10 Schematic illustration of small type Trans-Varestraint test apparatus.

(2.3) SB Trans-Varestraint試験法

Trans-Varestraint 試験法では付加歪速度は極めて大きな値であるが、実際の溶接施工時に溶接部に加わる歪速度はかなり遅いとされている[63]。 そこで、本研究ではTrans-

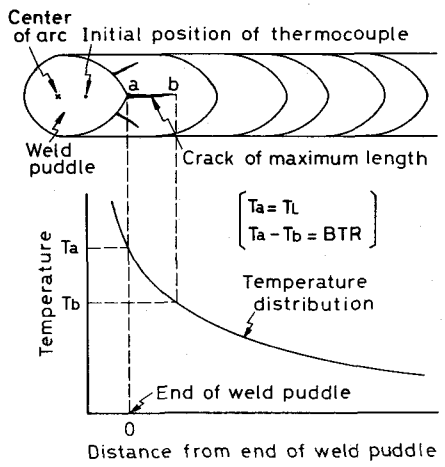


Fig.2.11 Relation between BTR, maximum crack length and temperature distribution during welding in Trans-Varestraint test.

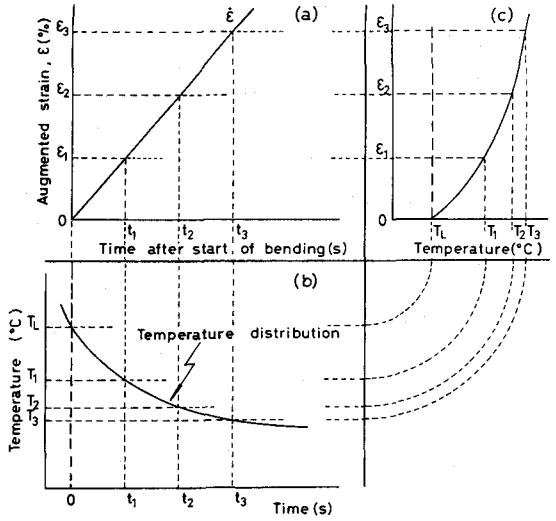


Fig.2.12 Schematic illustration showing conversion of strain rate for time to strain rate for temperature drop in SB Trans-Varestraint test.

Varestraint試験法に改良を加えることにより 曲げ歪速度可変型(Slow Bending type,SB)のTrans-Varestraint試験法である標記の割れ試験法を開発した。割れ試験機は Fig.2.10のTrans-Varestraint試験と同一のものである。曲げヨークの落下速度を 調節することにより付加歪速度を変えることができる。一定の付加歪速度で、付加歪量を段階的に変化させることにより割れ発生の限界付加歪量 ε_{min}を求める方式であり、BTR内における材料の延性特性を評価するものである。また、付加歪量を一定にして、付加歪速度を段階的に変化させることにより割れ発生の限界付加歪速度 $\dot{\varepsilon}_c$ を求めることもできる。この場合にはFig.2.12に示すように溶接中の溶接ビード中央部における温度分布曲線を組合せることにより、温度変化に対する限界付加歪速度CST(Critical Strain Rate for Temperature Drop)が求まる。溶接はティグ溶接（AC）によるビード溶接であり、溶接条件は230A、100 mm/min、18V、シールドガスAr(15 l/min)である。

(2.4)定速度引張式割れ試験法

定速度引張式割れ試験はFig.2.13に示す試験片を用い、横型可変引張速度高温割れ試験機（Vatrah試験機[64]と呼ぶ、容量25トン）により行なった。試片は チャック部（一方可動、他方固定）にピン（約20mm径）と先端が鋭く尖ったボルト（片側各４本）で試片両側を固定した。板幅中央部まで溶接してきたとき、一定変位速度（0.01～3.5mm/s）で 変位を付加しはじめ、一定変位（0.1～1.5mm）に達すると付加を停止させる。変位付加中も溶接は続けて行なう。試験後、溶接ビード部の割れの有無によって、割れ発生に対する限界変位速度$\dot{D}c$（ $\dot{\varepsilon}_c$に相当する）及び最低付加変位量Dmin（ ε_{min}に相当する）を求

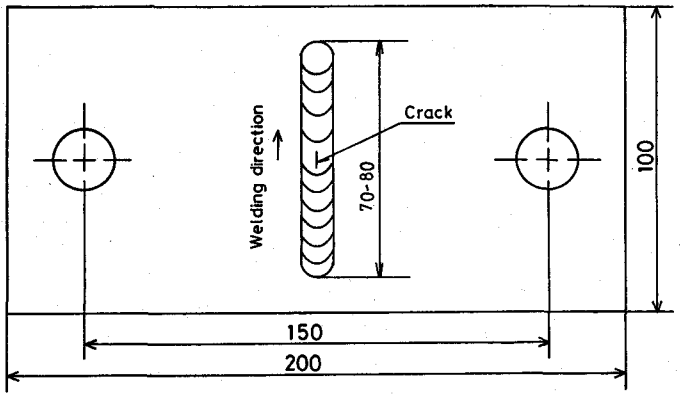


Fig.2.13 Shape and dimension of tensile cracking test specimen.

めた。なお、本研究では付加変位量及び変位速度は可動チャック部において差動トランスで測定した値を用いた。また、割れ発生時にはその長さも測定し、割れ感受性の指標ともした。さらに、高速引張時（3.5 mm/s）の割れ長さと溶接時の溶接ビード中央部の温度分布曲線(W-5%Re/W-26%Re熱電対、0.3mm径)を組合せることによりBTRを求めた。なお、定変位（歪）速度の割れ試験では、割れは変位付加開始時の溶融池後端を示すリップル線を横切って、溶接進行方向側（前方割れ）とその逆方向側（後方割れ）に進展した形で発生する。高速引張時には後方割れのみが発生し、その長さが、Trans-Varestraint試験でのBTRに相当する。しかし、割れやすい合金では高速引張時には後方割れと共に前方割れもしばしば発生した。このため本研究では 高速引張時には、BTRを求めるため、後方割れ長さのみを測定した。また各合金のBTRの上限温度は熱分析により求めた液相線温度とした。

なお本試験法は第５及び６章で用いた。

２．２．３　熱分析法

Al合金の液相線温度T_L、公称固相線温度T_S及び 共晶温度T_Eは熱分析法により求めた。垂直型電気炉を使用し、試料（約25g）の溶融凝固は アルゴン気流中下にて黒鉛ルツボ中にて行なった。冷却曲線はPt/Pt-13%Rh熱電対（0.5mm径）及び自動平衡型ペンレコーダを用いて測定した。

２．２．４　溶接ビード部の温度分布測定法

W-5%Re/W-26%Re熱電対（0.25mm径）を用いて、テイグアーク溶接中の溶融池にその表面より熱電対を直接挿入し、その時の冷却曲線を自動平衡型ペンレコーダに記録すること

により溶接中の溶接ビード部の温度分布曲線を得た。

２．２．５　マクロ及びミクロ組織観察及び解析法

（１）組織観察法

マクロ的観察を目的とした溶接部のマクロ組織は溶接後のビード表面をTucker氏液（15%HF,45%HCl,15%HNO_3,25%H_2O）にて腐食することにより得た。また 結晶粒径測定を目的としたマクロ組織及び一般的なミクロ組織は機械研磨（エメリー紙＃1200まで）、さらにバフ研磨（アルミナ0.3μm）後Barker氏液（２%HBF_4水溶液）による陽極酸化[65]を行なった。陰極には工業用純Al板（A1070）を用い、電圧20～25Ｖ、通電時間は合金により 30ｓから２minとした。マクロ組織観察は 陽極酸化後の試料を光学顕微鏡を用いて偏光照明下で行なった。

（２）組織解析法

（ｉ）共晶生成物量測定法

溶接金属部に晶出している共晶生成物量は陽極酸化処理を行なったのちに光学顕微鏡を用いて点算法[66]により測定した。400交点メッシュの接眼レンズ（ＪＩＳ規格）を使用し、観察倍率1000、視野数100とした。点算法によれば、共晶生成物の面積率は(2.1)式で表される。

$$A_E = (\Sigma N / N_O \cdot f) \times 100\ (\%) \qquad (2.1)$$

ただし

A_E：共晶生成物の面積率（%）

N_O：視野内の全交点数（ここでは400）

ΣN：共晶生成物上にある交点数の総和

ｆ：視野数（ここでは100）

（ii）共晶生成物の界面接触角の測定法

溶接金属部の共晶生成物の界面接触角（Dihedral angle）は次のように測定した。すなわち上記(ｉ)の試料にて撮影した光学顕微鏡写真（焼き付け倍率1500）上において結晶粒界に晶出している共晶生成物をFig.2.14の模式図のようにしてその界面接触角θを測定した。θの測定は１試料につき 100とした。このようにして得られた角度θより最も出現頻度の高いθを累積曲線を用いるVan Vlack[67]の方法（累積曲線での累積値50%のθ）により求め、これを界面接触角の代表値θ_Dとした。

（iii）結晶粒径の測定法

陽極酸化処理後の試料について 偏光光学顕微鏡写真（焼き付け倍率45～180）上にて

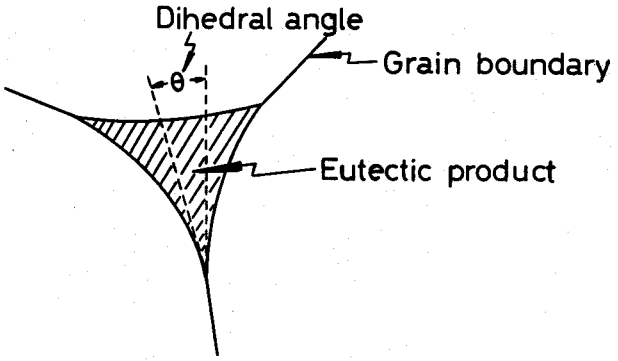


Fig.2.14 Method of measuring dihedral angle of eutectic products.

線分法[66]により測定した。平均結晶粒径GS_Mは(2.2)式で表される。

$$GS_M=\Sigma(L\cdot n/\Sigma N)/f \qquad (2.2)$$

ただし　GS_M：平均結晶粒径

L：テストラインの長さ

n：１視野中のテストラインの本数

N：１本のテストラインを横切る粒界の数

ΣN：１視野中のテストラインを横切る粒界の総数

f：視野数

Lは結晶の数が最低10以上含まれる長さ（500～2000μm）とした。またnは10とした。なお柱状晶については柱状晶の幅をもってGS_Mとした。さらに 測定位置は溶接ビードで最も結晶粒が大きくなるビード中央部とした。

２．３　各種実用Al合金の凝固割れ感受性の定性的比較検討

本節では自拘束式割れ試験を用いてAl-Zn-Mg３元系合金 A7N01と各種実用Al合金の凝固割れ感受性の定性的な比較検討を行なった。

２．３．１　Al合金の母材の凝固割れ感受性

（１）　リング鋳造割れ試験結果

Fig.2.15にリング金型の予熱温度を50、100及び150℃と変化させたときのAl-Zn-Mg３元系合金A7N01と工業用純Al A1070及びAl-Mg系合金 A5005、A5052及びA5083の総割れ長さを比較して示す。いずれの予熱温度においてもA7N01はその他のAl合金よりも著しく大な

る総割れ長さを示し、A7N01は素材自体の凝固割れ感受性は著しく高いことがわかる。

またリング鋳造割れ試片における代表的な割れ破面形態を A7N01を例にとりFig.2.16に示す。いずれの合金もデンドライト模様の良く発達した典型的な凝固割れ破面形態を呈していた。

なお、予熱温度の上昇は歪量の減少や歪速度の低下をもたらすと考えられ、このため総割れ長さは一般的には減少する。しかし、A7N01では 逆に総割れ長さは増加した。これは、Fig.2.17 にそのリング状試片の水平断面におけるマクロ組織をA5083と比較して示すように、予熱温度の上昇とともに A7N01では結晶粒が粗大化したためと考えられる。なおその他の合金では特に結晶粒の変化は認められなかった。予熱温度の上昇による凝固速度の低下により結晶粒の粗大化が起こったものと考えられるが、A7N01 が特に粗大化しやすい理由については明らかではない。本合金にのみZrが添加されており、第３章の結果を考慮するとZrが関係しているとも考えられた。

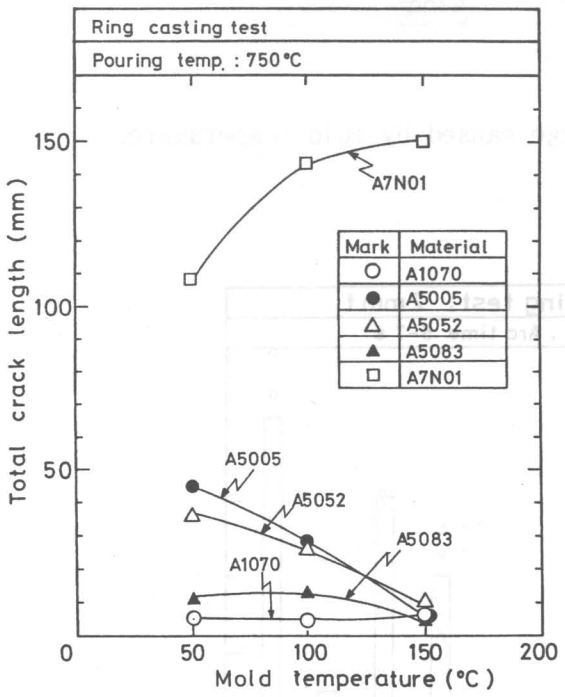


Fig.2.15 Effect of mold temperature on total crack length in Ring casting test.

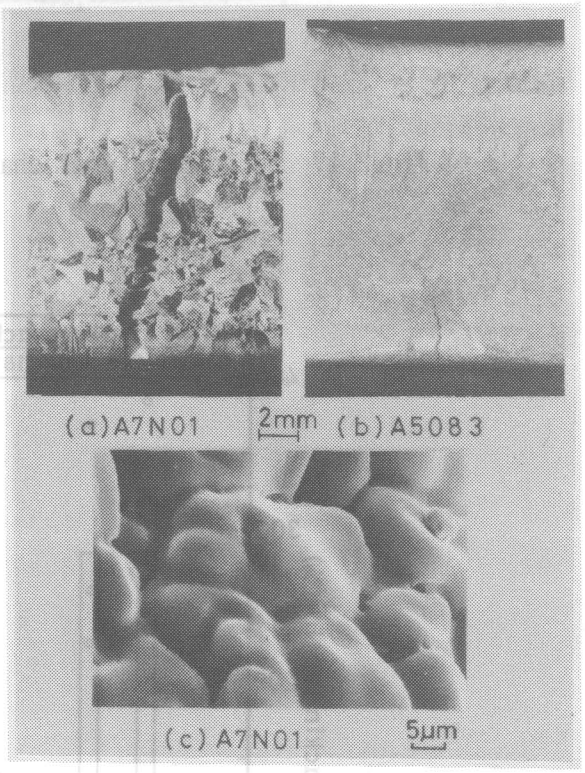


Fig.2.16 Typical appearance of ring casted specimen showing cracking and cracked surface.

（２） ティグ溶接クレータ割れ試験結果

Fig.2.18に各Al合金のクレータ割れ率を示す。一般に2XXX系合金は凝固割れ感受性が高いために融接が不可能とされているが、A7N01はこれら合金と同等か むしろそれ以上の

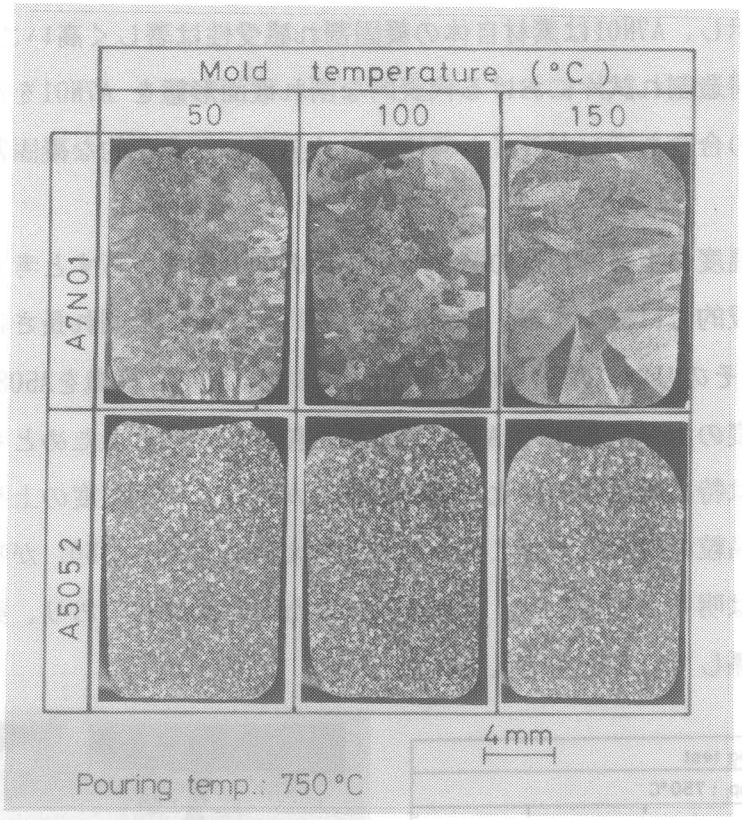


Fig.2.17 Macrostructural change caused by mold temperature.

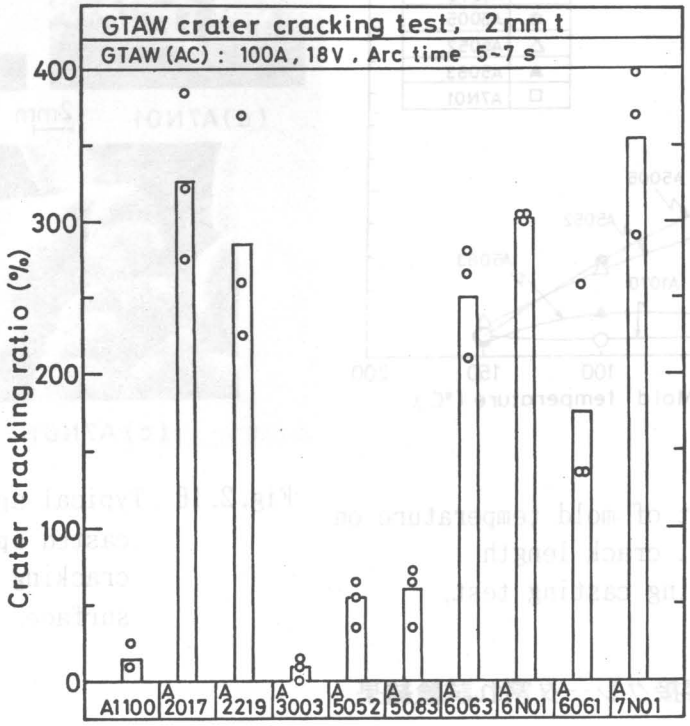


Fig.2.18 Crater cracking ratio of commercial Al alloys.

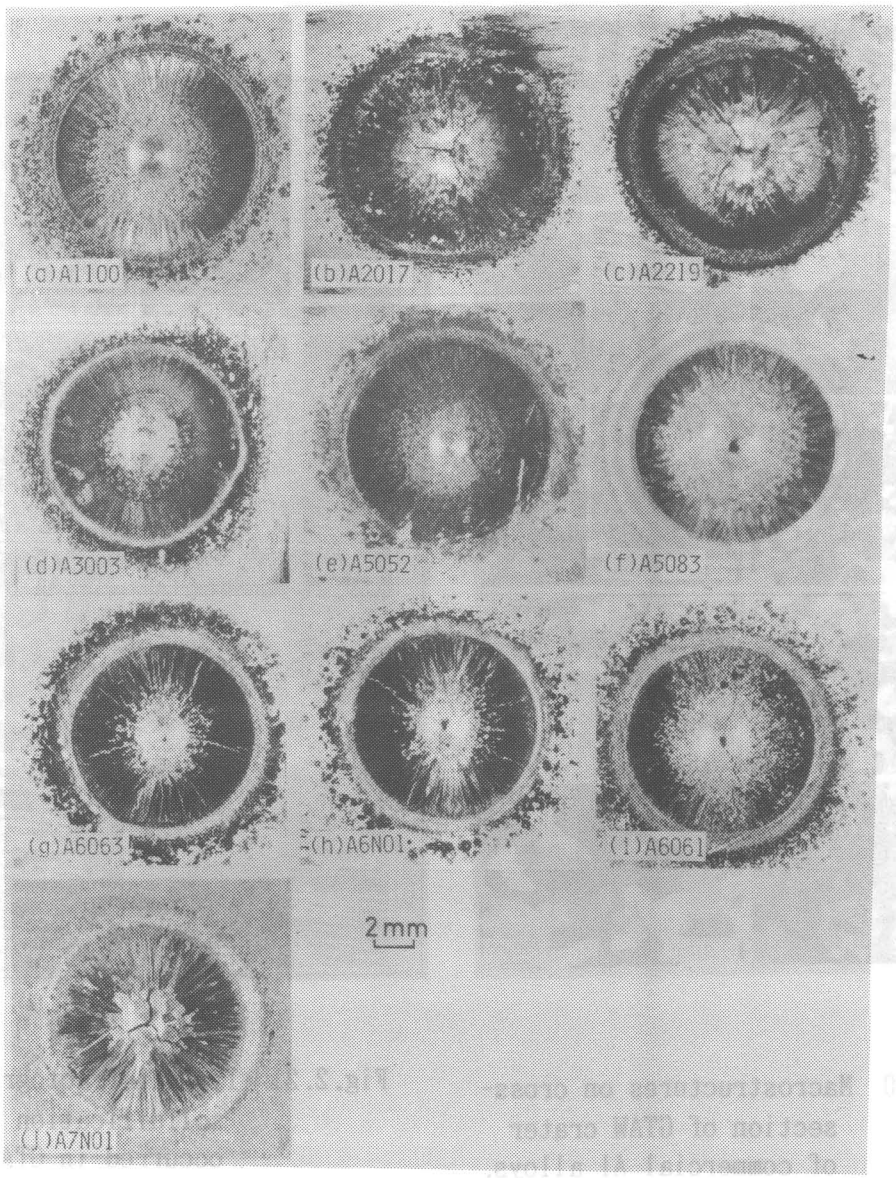


Fig.2.19 Typical appearance of GTAW crater showing macrostructure of commercial Al alloys.

高い割れ率を示す。これに対して、工業用純Alや Al-Mg系合金のA5052、A5083は一般的に良く知られているように低い値である。Figs.2.19及び2.20は それぞれクレータ表面外観及びクレータ中心部断面でのミクロ組織を示す。結晶粒の大なる合金ほど割れ率も大なる傾向が認められる。また割れはいずれの合金においても、その破面形態はFig.2.21に示すようなデンドライト模様の良く発達した典型的な凝固割れ破面形態を呈していた。

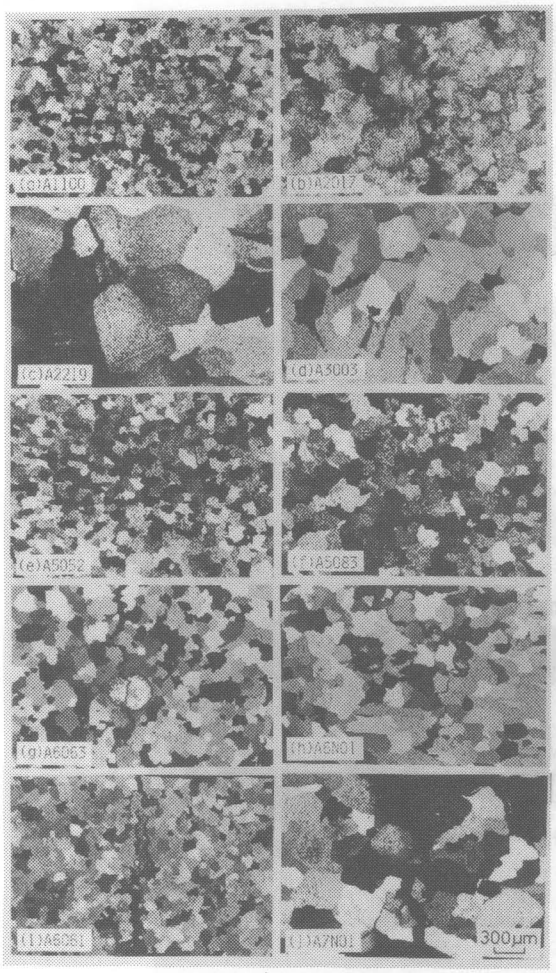


Fig.2.20 Macrostructures on cross-section of GTAW crater of commercial Al alloys.

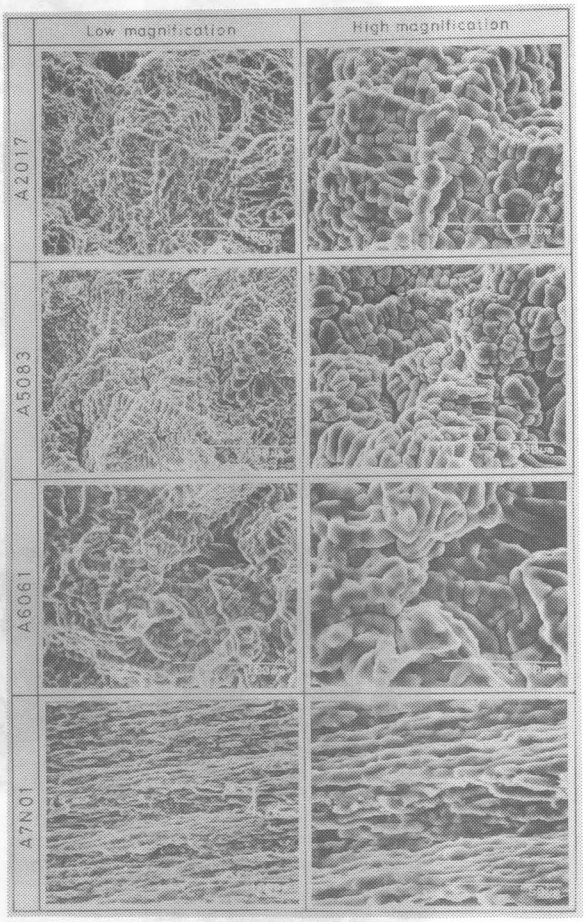


Fig.2.21 Typical fractographs of solidification crack occurred in GTAW crater.

（３） Houldcroft式割れ試験結果

Fig.2.22に各Al合金のビード割れ率を示す。A1100は 極めて低い割れ率であるが、その他の合金はいずれも大なる割れ率を示し、各合金間の差はほとんど認められない。Fig.2.23はビード表面におけるマクロ組織を示す。いずれも柱状晶の良く発達した組織であるが、A2219ではビード中央部で羽毛状晶、A2017及びA5083では 同じくビード中央部で等軸晶が形成していた。割れはいずれもマクロ的には一本の割れとしてビード中央部を伝播しており、ミクロ組織写真及び SEM破面観察より結晶粒界割れであり、クレータ割れ破面と同様の凝固割れ破面を呈していた。

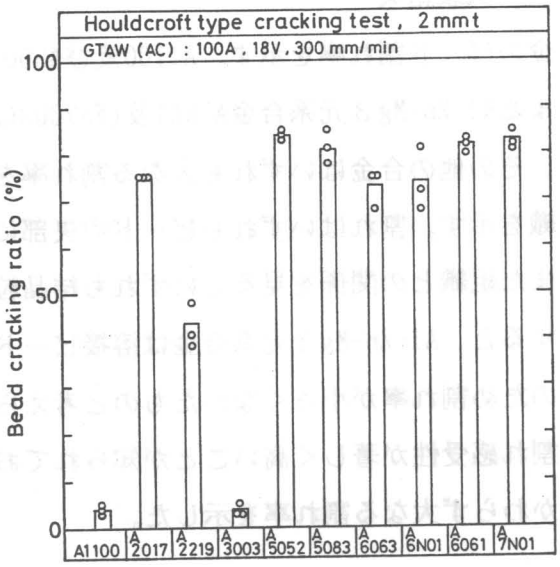


Fig.2.22 Bead cracking ratio of commercial Al alloys evaluated by Houldcroft type test.

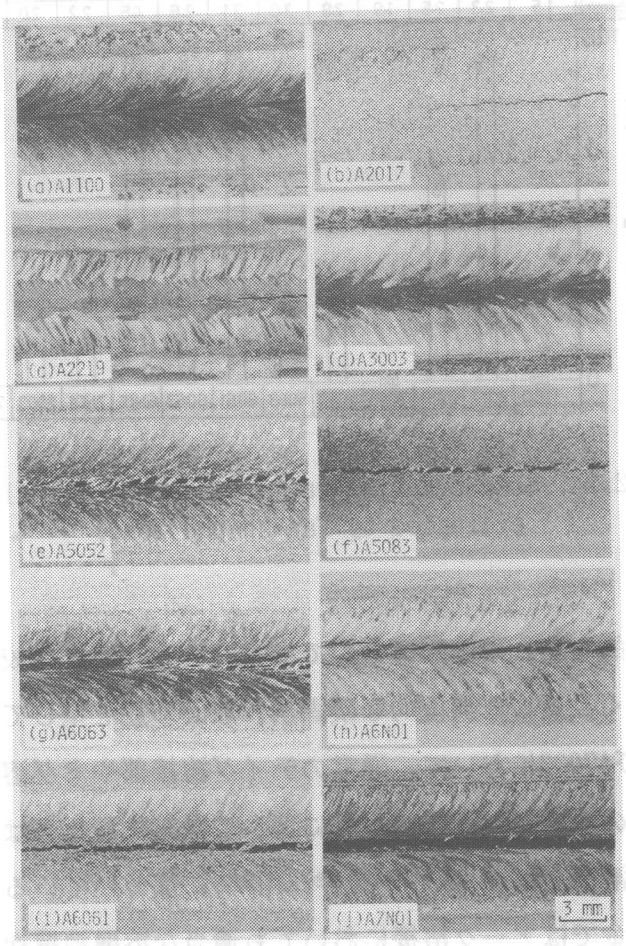


Fig.2.23 Macrostructures of weld bead surface of Houldcroft type test specimen.

（４）　Fan-shaped 割れ試験結果

Fig.2.24に各Al合金のビード割れ率を示す。A1100及びA3003では割れの発生はまったく認められなかった。またAl-Zn-Mg３元系合金A7N01及びA7003はA5052及びA5083と同様に小なる割れ率を示した。その他の合金はいずれも大なる割れ率を示す。Fig.2.25はビード断面におけるマクロ組織を示す。割れはいずれもビード中央部においてビード表面から裏面まで貫通しており、また組織との関係を見るといずれも結晶粒界で発生していた。各合金のマクロ組織を比較すると、Al-Zn-Mg３元系合金は溶接ビード全体が著しく小なる結晶粒から成っており、このため割れ率が小さくなったものと考えられる。 また、Al-Zn-Mg-Cu４元系合金 A7075は割れ感受性が著しく高いことが知られており、このような合金では結晶粒が小さいにもかかわらず大なる割れ率を示した。

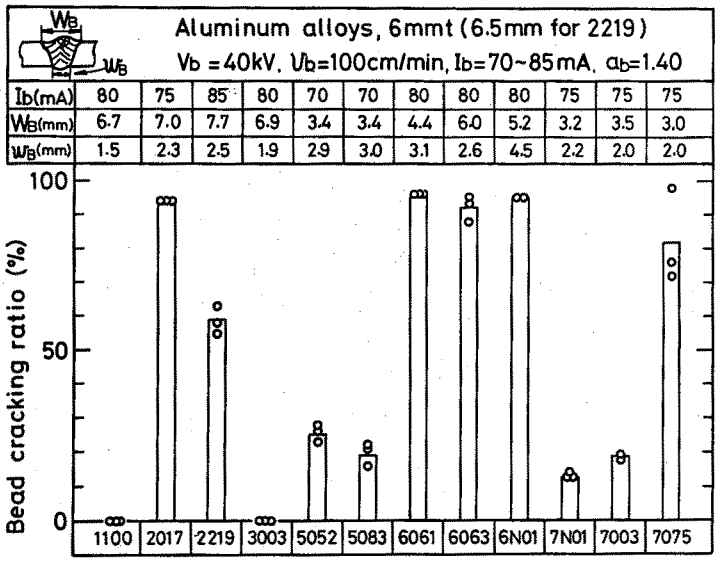


Fig.2.24　Bead cracking ratio of commercial Al alloys evaluated by Fan-shaped test.

Fig.2.26は代表的な割れ破面形態としてA5083及びA7N01を比較して示す。いずれもデンドライト模様の良く発達した典型的な凝固割れ破面形態を呈していた。

なお、A7N01及びA7003において、通常のテイグ溶接部やミグ溶接部では認められずに電子ビーム溶接部にのみ結晶粒がこのように著しく微細化したのは、電子ビーム溶接　中の溶融池内における溶融金属の 激しい攪拌作用[68]に基づいていると考えられる。そしてこの結果はこれら合金ではアーク溶接においても適当な溶融池攪拌を行ない結晶粒を微細化することにより耐凝固割れ感受性を改善できる可能性を示唆している（第６章参照）。

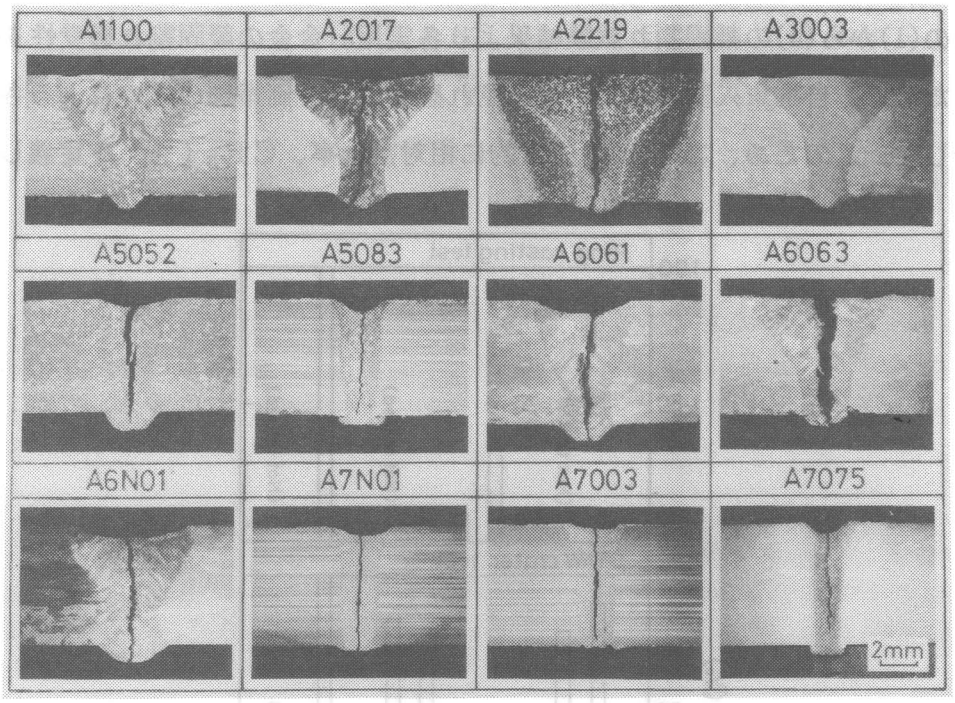


Fig.2.25 Crosssectional macrostructures of Fan-shaped test specimen.

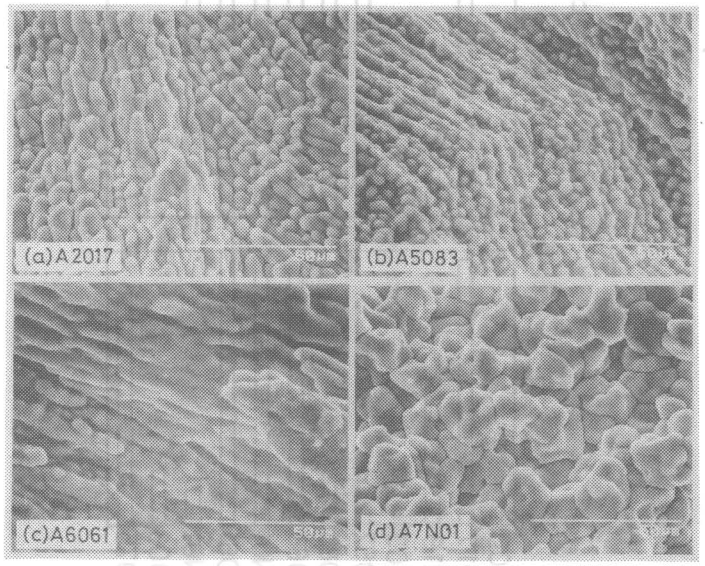


Fig.2.26 Typical fractograph of crack occurred on Fan-shaped test specimen.

（５）各割れ試験法による試験結果の相互比較及びまとめ

以上の(1)から(4)の凝固割れ試験結果より各実用Al合金の凝固割れ感受性を総合的に評価するために、自拘束式割れ試験の凝固割れ感受性の評価指標の違いによる各指標の数値を統一した。このため、ここでは 便宜的に相対割れ率、CR_R（％）を定義した。

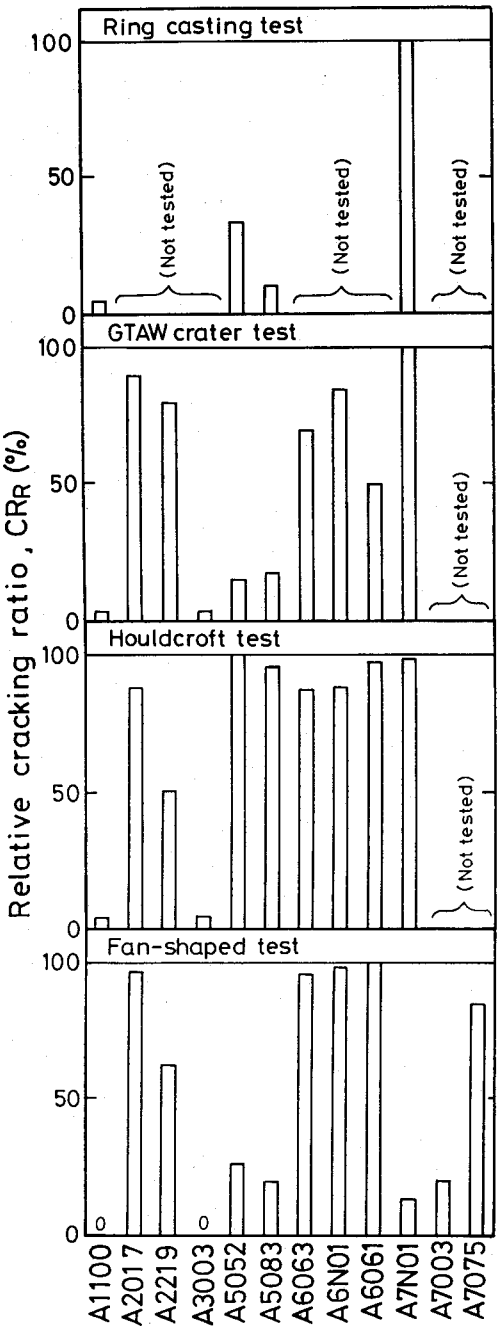


Fig.2.27 Relative cracking ratio, CR_R evaluated by Ring casting, GTAW crater, Houldcroft type and Fan-shaped tests for commercial Al Alloys.

すなわち、CR_Rは各凝固割れ試験において最大の割れ率を示した合金の割れ率を100%とし、それ以外の合金の割れ率をこの最大値で除した値の百分率として表示し直したものである。

$$CR_R = CR/CR_{max} \times 100\,(\%) \qquad (2.3)$$

CR_R：相対割れ率

CR_{max}：各割れ試験における割れ率の最大値
（最大の割れ率を示した合金の割れ率）

CR：各割れ試験におけるそれぞれの合金の割れ率

Fig.2.27は各割れ試験における各合金のCR_Rをまとめて示す。各合金のCR_Rは一部を除いて割れ試験法によらず大略ほぼ一致する結果が得られた。 すなわち、 1XXX系及びA3003はいずれの試験でも著しく小さなCR_Rを示した。溶接構造用 Al合金であるA5052及びA5083もHouldcroft式試験以外ではいずれも小なるCR_Rであった。これに対して、2XXX系及び6XXX系はいずれの試験でも大なるCR_Rを示した。 本研究で注目しているA7N01はFan-shaped試験を除いてはいずれも最も大なるCR_Rを示しており、この結果よりA7N01母材は実用Al合金の中では最も高い凝固割れ感受性を有していることが明らかになった。

しかし、またさらにFan-shaped試験結果よりすでに上記(4)で述べたようにA7N01は結晶粒を微細等軸晶化することによりその凝固割れ感受性をA5052やA5083と同程度にまで低下できる可能性があることもまた、同時に明らかになった。

２．３．２　溶加材の凝固割れ感受性

各種溶加材を用いたときのAl-Zn-Mg３元系合金 A7N01のミグ溶接部の凝固割れ感受性をA5083と比較して評価した。

（１）　ミグ溶接クレータ割れ試験結果

Fig.2.28は母材 A7N01に対して溶接ワイヤとして市販のAl-Mg系ワイヤ、A5554（Mg量３%）及びA5356（Mg量５%）を用いたときのクレータ割れ率を 母材A5083とワイヤA5183との組み合わせ（以下 A5083/A5183と表記する）の値と比較して、溶接速度との関係として示す。いずれの溶接速度においても、現在ＪＩＳにおいて A7N01用の溶接ワイヤとして推奨されているA5356を用いても、そのクレータ割れ率はA5083よりも著しく高いことがわかる。またAl-Mg系ワイヤの比較では Mg量の多いA5356の方がA5554よりも割れ感受性は低くなる傾向を示した。このことは Mg量をさらに増加させたワイヤがA7N01のクレータ割れ感受性の低減に有効であることを示唆している。Fig.2.29は溶接クレータ表面外観及びそ

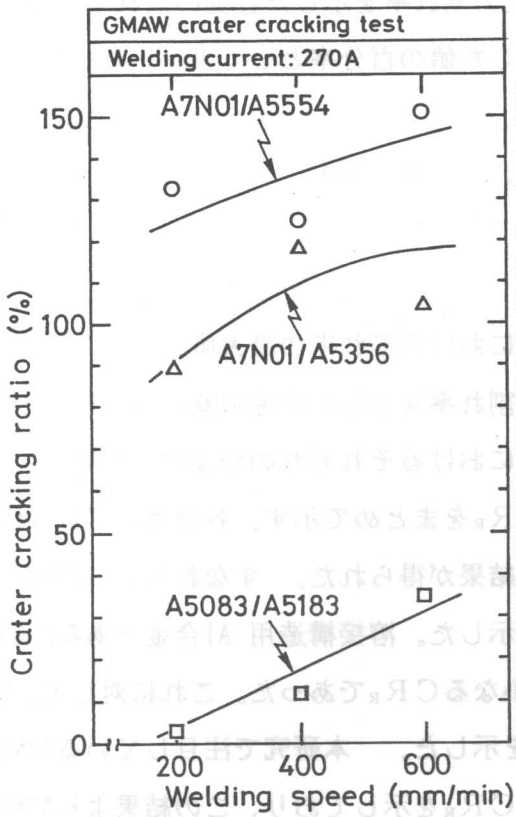


Fig.2.28 Crater cracking ratio of A7N01 and A5083 by GMAW crater test with commercial welding wires.

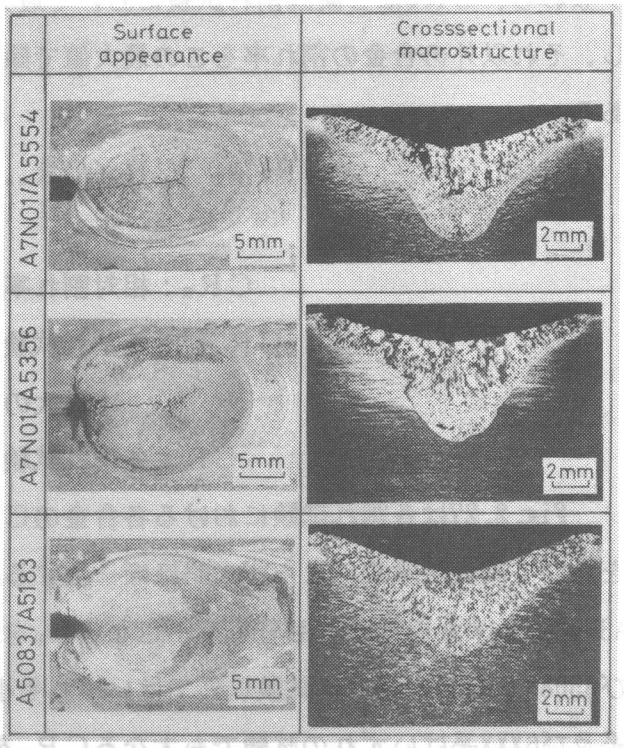


Fig.2.29 Surface appearance and cross-sectional macrostructure of GMAW crater.

の横断面マクロ組織を示す。割れはクレータ内でのみ発生しており、HAZ への進展は認められなかった。また割れ率の小なるA5083はA7N01に比して微細組織を呈した。またさらに割れ破面はSEM観察によりいずれも凝固割れ破面であった。

（２） Modified Houldcroft式割れ試験結果

Fig.2.30はA1100/A1100、A5083/A5183、A6N01/A5356及びA7N01/A5356の各母材／溶接ワイヤの組み合わせにおけるミグ溶接ビード部の凝固割れ感受性を比較して示す。凝固割れ感受性はA1100/A1100＜＜（A6N01/A5356、A5083/A5183）＜＜A7N01/A5356の順に高くなり、A7N01は 溶接ビード部においても前述のクレータ部と同様に高い割れ感受性を示した。

以上の結果、A7N01のミグ溶接部のクレータ及びビード部の凝固割れ感受性は いずれも現在ＪＩＳにおいてA7N01用溶接ワイヤとして推奨されている A5356を用いても、A5083に比して著しく高いことが明らかになった。したがって、Al-Zn-Mg３元系合金 A7N01用の耐凝固割れ感受性に優れた溶加材の開発が必要とされることになる。

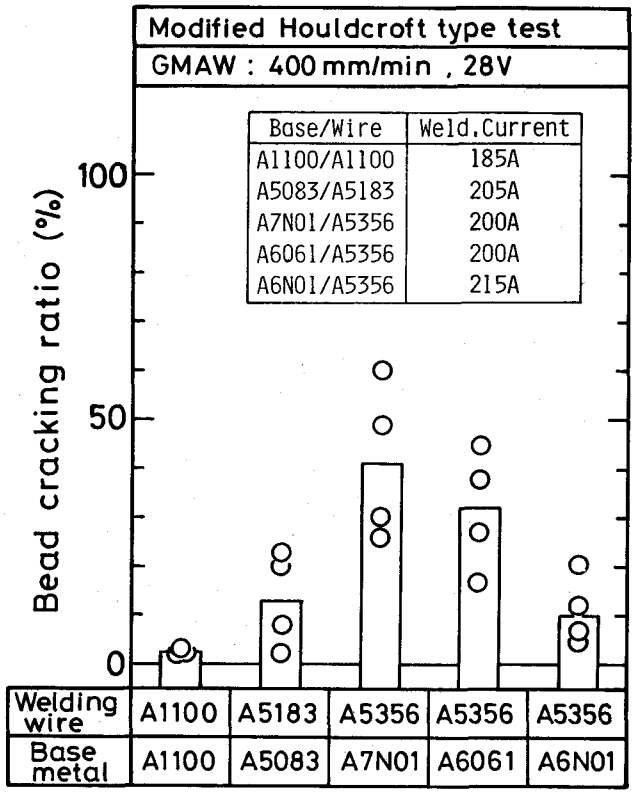


Fig.2.30 Bead cracking ratio of various combinations of commercial base metal and wire evaluated by Modified Houldcroft type test.

2．4　溶接中の固液共存温度域における延性特性の評価

2.3.1において各種実用Al合金の中でA7N01合金は6XXX系及び2XXX系合金と同程度に凝固割れ感受性が高いことが明らかになった。本節では溶接中の固液共存温度域における延性特性の観点から各種実用Al合金の凝固割れ感受性を評価し、A7N01の凝固割れ感受性が高い理由に対して検討を行なった。なお延性特性としてはTrans-Varestraint試験及びSB Trans-Varestraint試験を用いて、溶接中の溶接部の延性特性を定量的に表す指標であるBTR及び ε_{min} を前者より、また $\dot{\varepsilon}_c$ 及びCSTを後者より求めた。

2．4．1　実用Al合金の延性特性

溶接金属部の凝固割れ感受性を定量的に評価するためには、溶接中の溶融池後方の固液共存域における合金の延性曲線を求める必要がある。Fig.2.31はTrans-Varestraint試験法により求めた各種実用Al合金のティグ溶接中の溶接金属の固液共存域における延性曲

線を示す。延性曲線の上限温度は各合金の液相線温度T_Lとした。 Table 2.4はこの図より求めた各合金の ε_{min} 及び BTRをまとめて示す。 なお 表中には後述する SB Trans-Varestraint試験で求めた $\dot{\varepsilon}_c$及びCSTも合わせて示す。

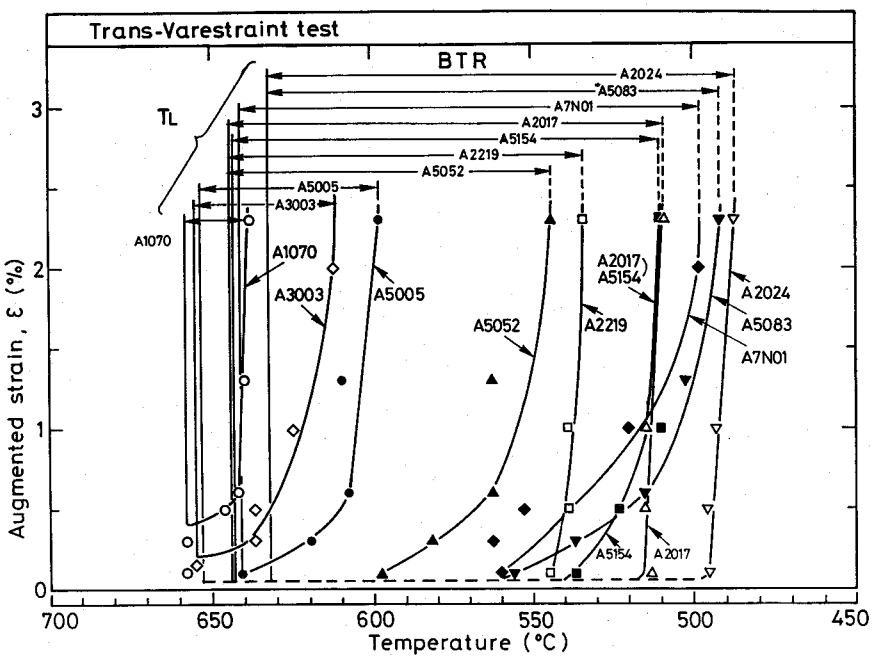


Fig.2.31 Ductility curves evaluated by Trans-Varestraint test for commercial Al alloys.

Table 2.4 List of ε_{min}, BTR, $\dot{\varepsilon}_c$ and CST evaluated by Trans-Varestraint and SB Trans-Varestraint tests.

Alloy	Trans-Varestraint test		SB Trans-Varestraint test	
	ε_{min}(%)	BTR(°C)	$\dot{\varepsilon}_c$(%/s)	CST(%/°C)
A1070	0.4(0.3-0.5)	20	5.0	3.75
A1100	0.4(0.3-0.5)	20	-	-
A2017	0.05(0-0.1)	135	0.15	0.35
A2219	0.05(0-0.1)	110	0.50	0.66
A2024	0.05(0-0.1)	145	-	-
A3003	0.22(0.15-0.3)	43	-	-
A5005	0.05(0-0.1)	55	-	-
A5052	0.05(0-0.1)	100	0.64	1.19
A5154	0.05(0-0.1)	130	0.70	0.81
A5083	0.05(0-0.1)	140	0.47	1.18
A6063	0	93	-	-
A6N01	0	143	-	-
A6061	0	128	-	-
A7N01	0.05(0-0.1)	143	0.15	0.44

-:Not determined

実用Al合金は ε_{min} の大小により３グループに大別できる。 ε_{min} の大なるグループはA1070及びA3003であり、 ε_{min} はそれぞれ約0.4%（0.3%以上0.5%未満）及び 約0.22%（0.15%以上0.3%未満）と高い値を示した。しかし、6XXX系を除くその他の合金はいずれも約0.05%（0%以上0.1%未満（本試験における最低付加歪量））の著しく小さい値であった。また、6XXX系合金ではいずれも付加歪量０%、すなわちビード溶接のみで割れが発生した。以上の結果、本試験では特に ε_{min} の大なる合金を除いては ε_{min} の合金間での差を明確にとらえることはできなかった。 これは本試験では付加歪速度が 5.7%／sと極めて早いためと考えられる。

これに対して、BTRでは合金間の相違が明瞭に認められた。A1070は最も小さなBTR値を示し、Al-Mg系合金はMg量の増加とともにBTRは増加した。 2XXX系合金の中ではA2219のBTRは比較的小さいが、その他は大きい。A7N01のBTRはこれら合金の中では大なる値を示した。

各合金のBTRと ε_{min} との関係を図示するとFig.2.32のようになる。 ε_{min} が大きくなるとBTRは小さくなる傾向が認められるが、両者の相関性は弱いようである。

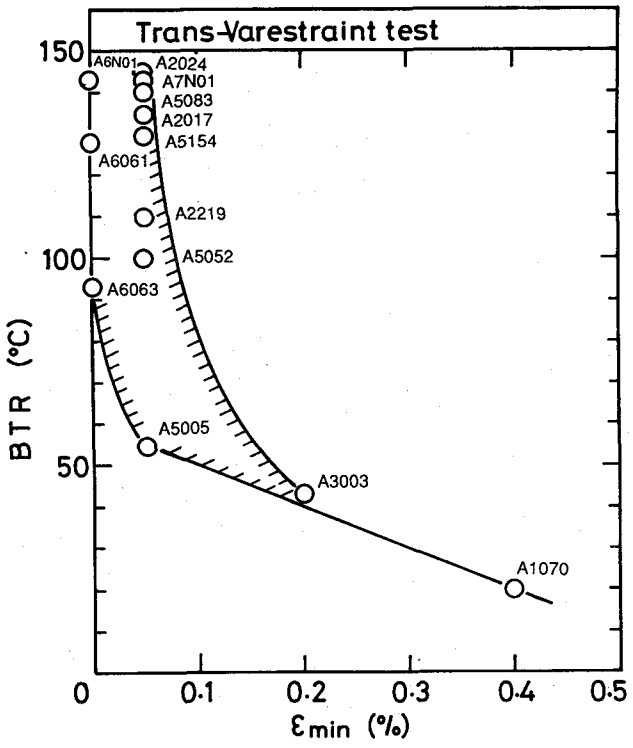


Fig.2.32 Relation between BTR and ε_{min} for commercial Al alloy.

一般的には ε_{min}が大きく、 BTRが狭いほど凝固割れ感受性は低いと判定される[62]。そこでこれらの結果に基づいて各合金の凝固割れ感受性をまず ε_{min}の大小で、ついで同一 ε_{min}レベルではBTRの大小で評価すると、次のようになる。

{A1070＜A3003}＜＜{A5005＜＜（A5052、A2219）＜(A5154,A2017,A7N01,A5083,A2024)}＜＜{A6063＜(A6061,A6N01)}

A1070及びA3003は ε_{min} が大きく、かつBTRも著しく狭いために凝固割れ感受性は著しく低いと判定される。これとは反対に6XXX系合金はいずれも ε_{min}が非常に小さく、かつ、BTRは大きいために凝固割れ感受性は著しく高いと判定される。そしてこれらの結果も実施工時の結果と一致する。またBTRが比較的小さいA2219は一般的に溶融溶接が可能とされ、また、逆にBTRが大きいその他の2XXX系合金は溶融溶接は不可能とされており、これらの結果は実施工時の結果と一致するようである。A7N01の凝固割れ感受性はBTRの大きさから判断すればA2017程度とみなされる。これに対して、溶接構造用Al合金として最も実績のあるA5083はBTRがかなり広く、むしろ逆に凝固割れ感受性は高いと判定され、実施工時の結果とは一致しない。このことはBTRの大きさだけでは必ずしも凝固割れ感受性を正確には評価できないことを意味しており、後述するように、BTR内における ε_{min} の大きさが重要な因子になる。 しかし、Trans-Varestraint試験では付加歪速度が極めて早く、厳しい歪付加条件であるために、Al合金に対しては工業用純Alのように凝固割れ感受性が著しく低い合金を除いては合金間の違いを明確に表すことは困難であった。

そこで、Trans-Varestraint試験において付加歪速度を変化させる方式の凝固割れ試験、すなわちSB Trans-Varestraint試験を新たに開発し、各合金の ε_{min}を求めた。特に溶接構造材として実用的に多用されている合金を用いて行なった。なおA2017はA7N01と同程度のBTRを有する合金の比較材として用いた。

Fig.2.33は最終付加歪量を２％としたときの付加歪速度 $\dot{\varepsilon}$ と割れ発生の限界付加歪量 ε_cとの関係を示す。また図中の矢印は割れ発生の限界歪速度 $\dot{\varepsilon}_c$を示す。最も早い $\dot{\varepsilon}$ 、5.7%/sでの ε_cがTrans-Varestraint試験での値（ ε_{min}）である。5XXX系及びA2219は $\dot{\varepsilon}$ の低下とともに ε_c は増加し、特にA5083を始めとした5XXX系合金の増加が著しい。これに対してA2017及びA7N01では ε_cの増加は小さい。 次に、Fig.2.34は溶接中の溶接ビード中央部での温度分布曲線を用いて Fig.2.33の結果をBTR内における延性曲線の形に変換したものであり、 ε_c の温度による変化を示している。 Al-Mg系合金では温度低下に伴い ε_c は著しく増加した。 A2219においても同様の傾向が認められたが、A2017及びA7N01では増加の程度は小さい。 前掲のTable 2.4には最終付加歪量を２％一定としたときの $\dot{\varepsilon}_c$とFig.2.34の延性曲線をもとに求めたCST値を示す。 CSTが大なるほど

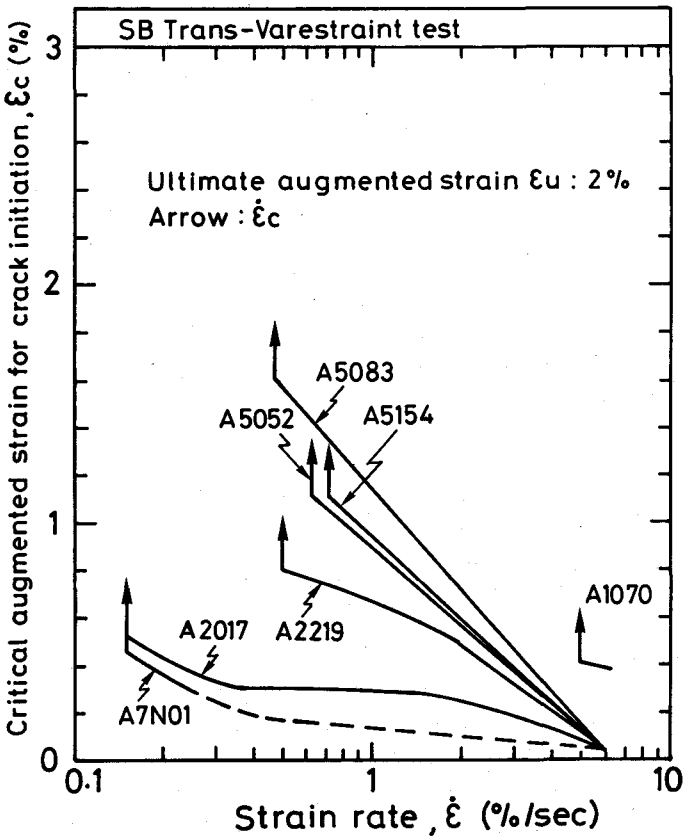


Fig.2.33 Effect of strain rate on critical augmented strain for crack initiation for commercial Al alloys.

凝固割れ感受性は低いと判定され、これら合金の凝固割れ感受性の順位は次のようになる。

A1070＜＜(A5154,A5052,A5083)＜A2219＜(A7N01,A2017)

このような傾向は実施工時の結果に一致するようである。すなわち、溶接構造材として実績のあるA5083を始めとした5XXX系合金はTrans-Varestraint試験結果とは異なり、A1070についで凝固割れ感受性が低くなり、これに対してAl-Zn-Mg３元系合金A7N01の溶接金属の凝固割れ感受性は著しく高いことになる。

したがって、実用Al合金の溶接部の凝固割れ感受性の評価にあたっては $\dot{\varepsilon}_c$ 及びCSTが重要な指標と考えられる。なお、鉄鋼材料に対する最近の研究でも同様の結果が報告されている[63]。

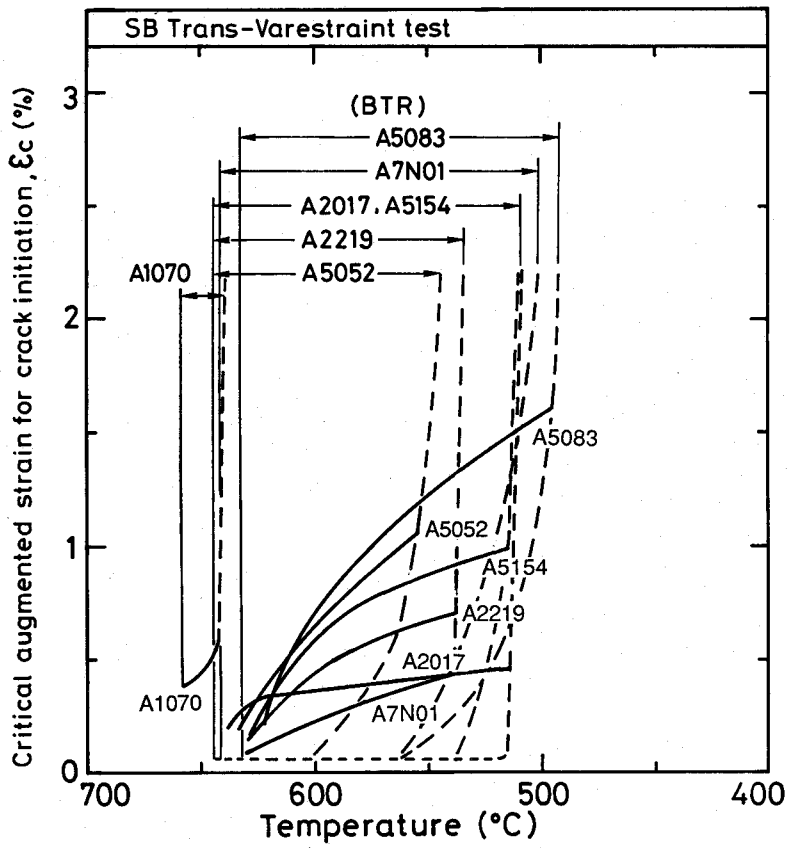


Fig.2.34 Ductility curves evaluated by SB Trans-Varestraint test for commercial Al alloys.

2．4．2 BTRと凝固温度範囲との関係

Fig.2.35はBTRと熱分析により求めた凝固温度範囲⊿T（T_L-T_SもしくはT_L-T_E）との関係を示す。BTRは凝固温度範囲とともに増加する傾向を示す。

2XXX系合金では両者はほぼ一致しており、次式の関係にある。

$$BTR=1.0\Delta T, \quad (r=0.99) \tag{2.4}$$

これに対してその他の合金ではBTRは⊿Tよりも大なる値を示し、次式の関係で表された。

$$BTR=2.1\Delta T, \quad (r=0.97) \tag{2.5}$$

但し、r:相関係数

Fig.2.36に代表例としてA2219及びA5083の熱分析結果を示す。2XXX系合金では冷却曲線において明瞭な共晶停点が認められ、この温度で凝固が完了している。このためBTRの下限温度は共晶温度に一致することになる。これに対してA5083に代表されるその他の合金では共晶停点は認められなかった。このためこれらの合金では大部分の液相が凝固したこと

を示す冷却曲線上の変曲点をもって公称固相線温度Ｔｓとした。 一般に溶接凝固では冷却速度が早いために非平衡凝固となるために、 平衡凝固での固相線に相当するＴｓよりもさらに低温まで融液が残留する[69]。このため 2XXX系合金以外の合金ではBTRはＴｓよりもさらに低温まで拡大することになる。 BTRと⊿Ｔにおけるこのような2XXX系合金とそれ以外の合金との違いは次項の割れ破面形態にも反映されている。

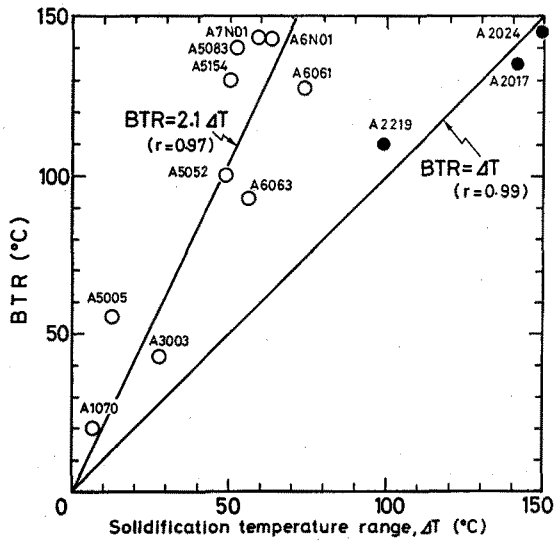


Fig.2.35 Relation between BTR and solidification temperature range, ⊿T measured by thermal analysis.

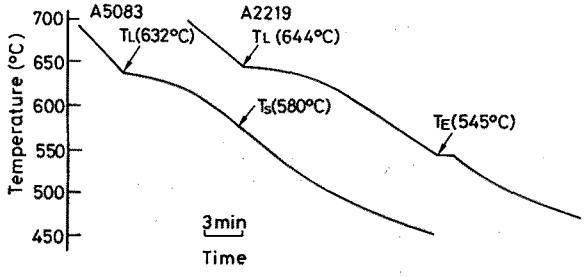


Fig.2.36 Typical thermal analysis curves of A5083 and A2219.

鉄鋼材料やステンレス鋼などでは本来の凝固温度範囲は比較的狭く、主として燐や硫黄などの不純物元素の低融点共晶が BTRを大きくしているためにこれらの不純物元素の含有量を低減することにより、BTRを狭くし、凝固割れ感受性を低減させることができる[70]。これに対して、Al合金では一般に主要合金元素、例えばAl-Mg合金におけるMgやAl-Cu合金でのCuがAlと共晶反応を形成するために、BTR はそれぞれのAl合金でほぼ固定された値をとる。このことは個々の合金について、その凝固割れ感受性を BTRの観点から改善すること、すなわちBTRをさらに狭くすることは困難であることを意味している。 また、実際の溶接部においては適当な溶加材の使用によって溶接金属の組成を調節することによりBTRを小さくすることは可能とも考えられるが、A7N01のBTRを A1070やA3003程度にまで小さくすることは実用上不可能である。したがって、Al合金の凝固割れ感受性の改善は BTR内における延性を向上させる、すなわち ε_{min} や ε_{c} を増加させることによる改善方法に限定されることになる。

２．４．３　BTR内における凝固割れ破面形態

代表的な外部付加歪式割れ試験法であるTrans-Varestraint試験法では 溶接中の溶接金属に対してT_Lから室温近くまでの広い温度範囲にわたって 一定量の歪を同時に付加するために、割れの各部における破面形態と温度分布を対応させることにより、割れ発生（開口）温度と破面形態との関係を求めることができる。鉄鋼材料や耐熱高合金では詳細な検討がなされているが、Al合金に対してはほとんど検討されていない。

Fig.2.37は代表例としてA1070に発生した割れのSEMによる割れ破面の全体写真を示す。割れ発生部の高温側の境界は溶融池の後端（ここの温度をT_Lとした）であり、 低温側の境界は SEM観察用試片作製時に強制破断を行なったデインプルよりなる延性破面部である。この間が凝固脆化域であり、破面はいずれも粒界破面である。また破面上にはセル状樹枝状晶に対応すると考えられる突起が認められる 。 これは残留融液が多い高温部において良く発達しており、低温側に向かうにしたがって突起は不明瞭となり表面は平坦化する。このような突起は開口時のセル状樹枝状晶の枝を反映したものと考えられており、鉄鋼材料や高合金でも確認されており、その形態の特徴から高温側から順にType D、D-F、Fとなずけられている[71-73]。Type Dは突起の明瞭な破面、Type Fは突起のほとんど認められない平坦な粒界表面を呈する破面であり、Type D-Fは両者の中間（遷移）形態である。このような高温側から低温側への破面形態の変化は結晶粒界における残留融液の減少（固相率の増加）に対応するものである[74]。

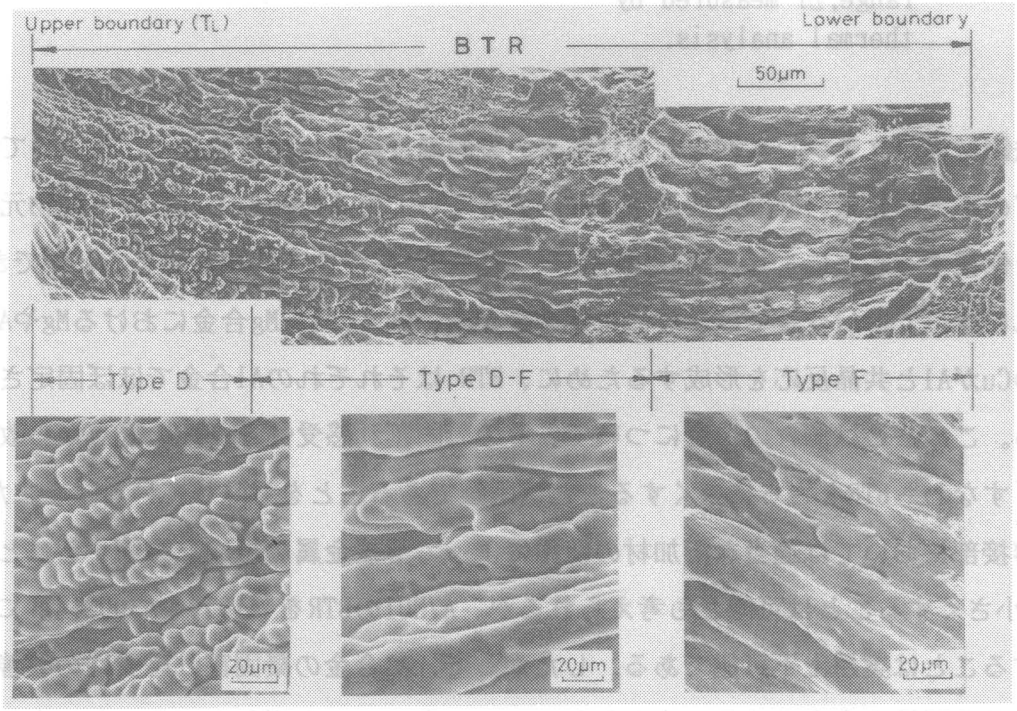


Fig.2.37 Typical SEM fractograph of solidification crack occurred in A1070 GTA weld bead by Trans-Varestraint test.

Fig.2.38はA1070、A2017、A5052、A5083、A6061及びA7N01の破面形態と温度分布曲線より求めた割れ開口温度との関係を示す。Type D及びD-Fはいずれも公称固相線温度T_sよりも高温側で認められ、またType FはT_sよりも低温側で認められた。A2017ではType Fは認められなかったが、Type D-Fでもその表面は多量の共晶生成物で覆われており、BTRの下限温度でも残留融液量がまだ多かったことを意味している。これは 2.4.2で述べたように熱分析によればA2017では明瞭な共晶停点を示したことと関係していると考えられる。

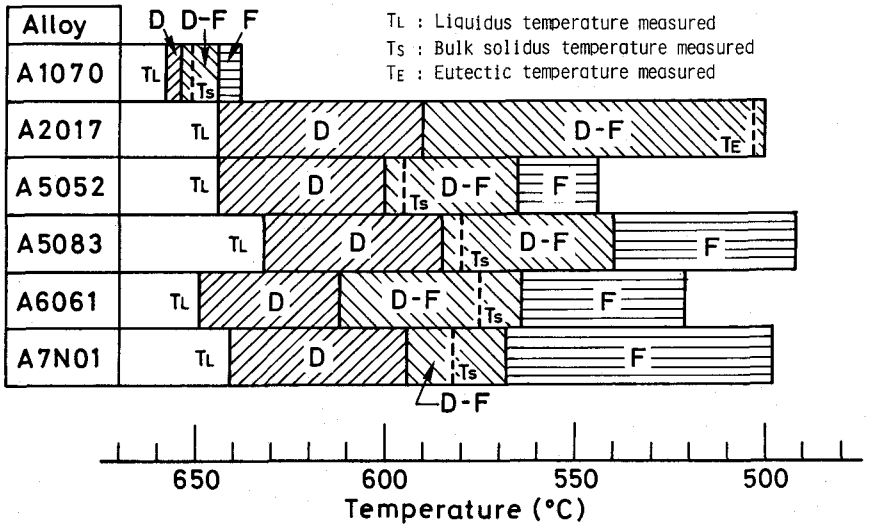


Fig.2.38 Relation between temperature and morphology of solidification crack surface occurred by Trans-Varestraint test for commercial Al alloys.

すなわち、明瞭な共晶停点を示すのはその共晶温度にて多量の融液が一度に凝固したことを示すからである。これに対して、Type Fを呈したその他の合金では、前節でも述べたごとく熱分析では明瞭な共晶停点は認められず、また Type FはいずれもT_sよりも低温側で認められたことより、非平衡凝固に伴う少量の残留融液の存在により開口したことを意味している。

２．４．４　延性特性に及ぼす組成的因子

固液共存温度域での合金の延性に及ぼす組成的因子については 3.3.2で述べるように幾つもの因子が挙げられているが、結晶粒界での融液の存在により凝固割れが発生することを考慮すると基本的には結晶粒界における残留融液の形状及びその量の二つが最も重要な因子と考えられる[75]。そこで本節では 前節において延性特性を代表する指標として挙げられたCSTとこれら二つの因子との関係について検討を行なった。

結晶粒界における残留融液の形状は一般的には界面接触角（Dihedral angle）、θ_Dで代表される。そこで本研究では凝固割れ試験後の溶接ビードにおいて結晶粒界に存在す

る共晶生成物のθ_Dを測定した。また同時に共晶生成物量も測定した。これは溶接ビードにおいては溶接凝固後の冷却速度が十分に早いために、凝固末期の残留融液の形態がそのまま室温まで保存されると考えられるためである。

Fig.2.39は界面接触角の実測値、θを累積曲線の形に整理したものである。界面接触角、θ_Dは累積%が50%のときのθで与えられる。A5052及びA5083ではθ_Dはそれぞれ40度及び65度であり、またθは0～160度の広い範囲に分布しており、60度以上の大きな値も多く認められた。これに対してその他の合金ではA1070、A2017、A2219及びA7N01の θ_Dはそれぞれ２、11、20及び13度であり、θはいずれも60度以下の小さな値であった。

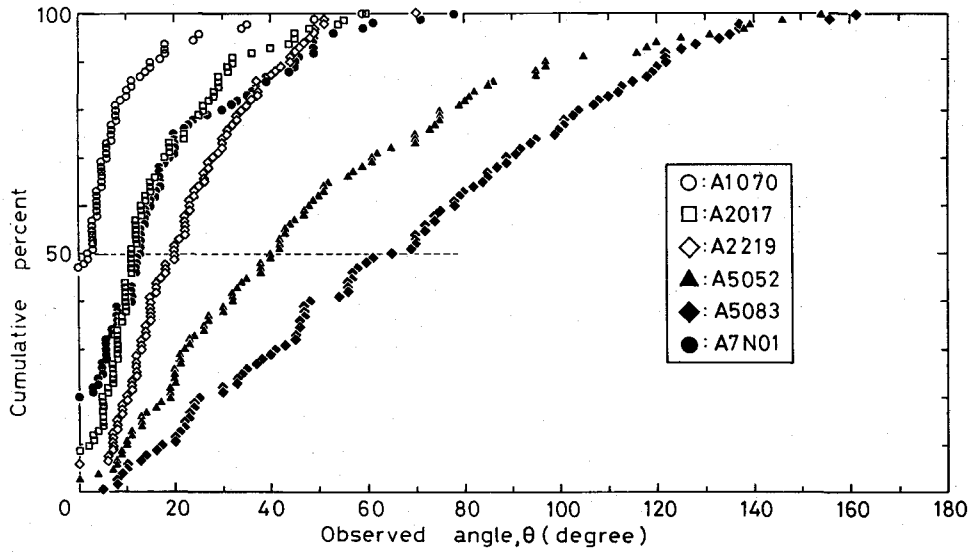
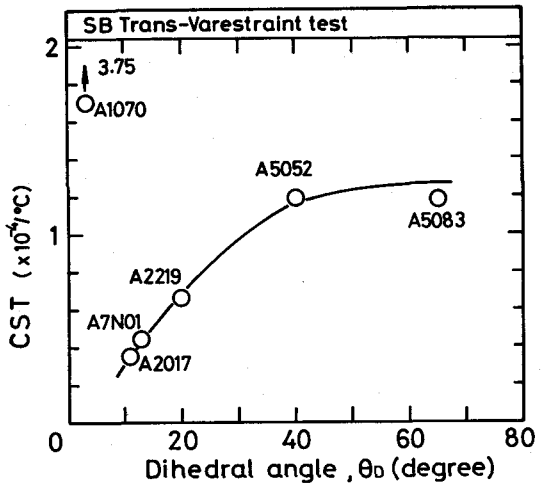


Fig.2.39 Cumulative curve of observed dihedral angle for commercial Al alloys.

Fig.2.40はθ_DとCSTとの関係を示す。 A1070を除いてはCSTとθ_Dの間には良い相関性があり、CSTはθ_Dの増加に伴って増加する。 θ_Dが約40度まではほぼ直線的に増加し、それ以上ではCSTは飽和する傾向にあった。なお A1070についてはθ_Dが２度と最も小さいにもかかわらず、逆にCSTが著しく大なる値を示したが、このことは BTRがA1070のように20℃ときわめて小さい場合には、θ_Dに関係なくCSTは大なる値を示すことを意味していると考えられる。 次にFig.2.41はCSTと共晶量との関係を示すが、両者の間には明瞭な関係は認められなかった。

以上の結果、残留融液の量及び BTRが本研究で用いた実用Al合金の値の範囲内においては、A1070のようにBTRが極めて小さい合金を除いては固液共存温度域での合金の延性はθ_D、すなわち粒界における残留融液の形状に大きく依存し、θ_Dが大なるほど延性も向上することが明らかになった。



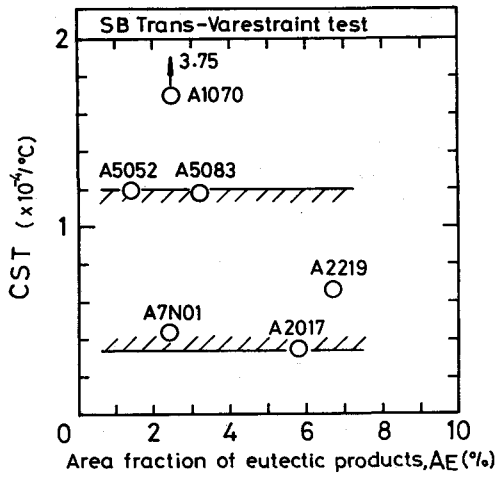


Fig.2.40 Relation between θ_D and CST. Fig.2.41 Relation between A_E and CST.

2．5 自拘束式割れ試験結果と固液共存域での合金の延性特性因子との関係

本節では2.3で求めた各種実用Al合金の凝固割れ感受性の定性的評価結果と2.4で求めた溶接中の固液共存温度域における延性特性を表す指標である、ε_{min}、BTR 及びCSTならびに延性特性に及ぼす因子であるθ_D及びGS_Mとの相関関係について検討を行ない、凝固割れ感受性に及ぼす因子について明らかにしようとした。

Fig.2.42は各割れ試験法のCR_Rと ε_{min}、BTR及びCSTとの関係をまとめて示す。ε_{min} に関しては、約0.2%をしきい値として、ε_{min} がこれ以上ではCR_Rはいずれの割れ試験法でも極めて小なる値を示した。これよりも小なる値では全体としてCR_Rは増大するが、その値の変動幅が極めて大きく、両者の間には明瞭な相関性は認められない。次に、BTRに関しては、BTRが約45℃よりも小なる場合にはCR_Rは極めて小なる値を示し、これ以上ではCR_Rも全体として増大するが、その値の変動幅が極めて大きく、両者の間には明瞭な相関性は認められない。これに対して、CSTとCR_Rとの間にはHouldcroft試験を除いては良い相関性があり、CSTの増大とともにCR_Rは単調減少する傾向を示す。なお Fan-shaped試験でのA7N01が他の合金と異なる傾向を示しているが、これはすでに述べたように、GS_Mが極めて小なる値を示したためと考えられる。

次に2.4.4で検討した組成的因子であるθ_D及びGS_MとCR_Rとの関係をFig.2.43に示す。θ_D とCR_Rとの間にはHouldcroft試験を除いては いずれの試験法でも1XXX系合金を除いては良好な相関性が認められ、θ_Dの増大にしたがってCR_Rは単調減少する。1XXX系合金が他の合金と異なる傾向を示すのは、前出の因子であるBTR及び ε_{min}値が凝固割れ感受性が極めて小となる条件を満足しているためと考えられる。また Fan-shaped 試験の

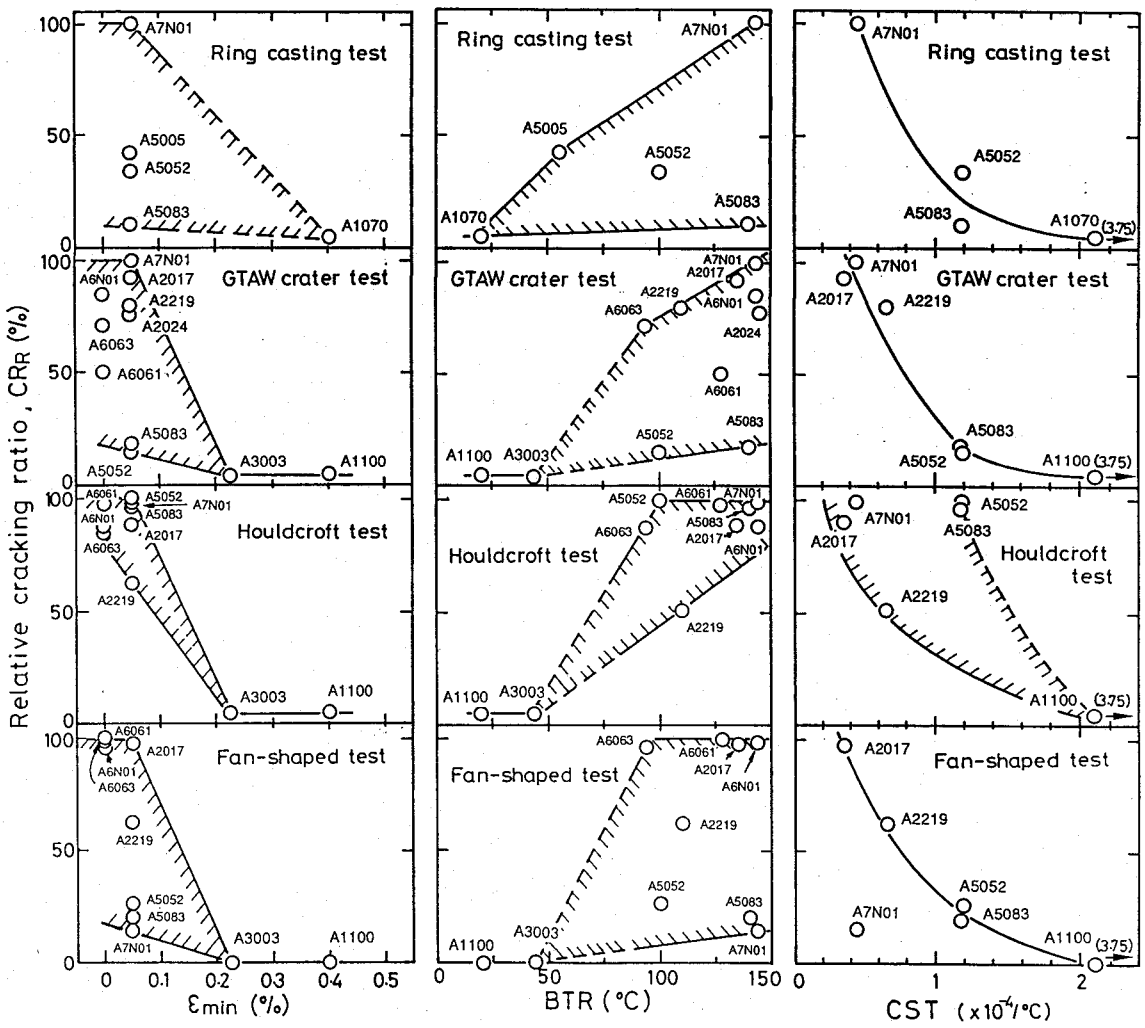


Fig.2.42 Relation between relative cracking ratio, CR_R and ε_{min}, BTR and CST for commercial Al alloys.

A7N01では GS_Mが他の合金に比して著しく小なる値を示したためである。 その GS_Mと CR_Rとの間にはHouldcroft試験を除いては弱いながらも相関性が認められ、GS_Mの増大とともにCR_Rも増加する傾向を示した。これは 結晶粒微細化により結晶粒界への歪の分散が行なわれ個々の粒界への付加歪量が減少するためと考えられる。ただし、溶接ビード中央部を割れが伝播する場合にはその割れ先端部には溶接ビード部に加わる歪の大部分が集中することが知られている[76]。 Houldcroft式試験のように大きな歪の集中が予想される場合には、効果的な歪の分散が行なわれるためには結晶粒もより一層微細化する必要があると考えられる。なおここでも1XXX系合金やA3003が他の合金と異なりGS_Mが大なる値にもかかわらずCR_Rは小なる値を示すが、これも前述のθ_Dと同様の理由によると考えられる。なおA7075は凝固割れ感受性が極めて高いことが知られており、このためGS_Mが小さいにもかかわらず大なるCR_Rを示したと思われる。

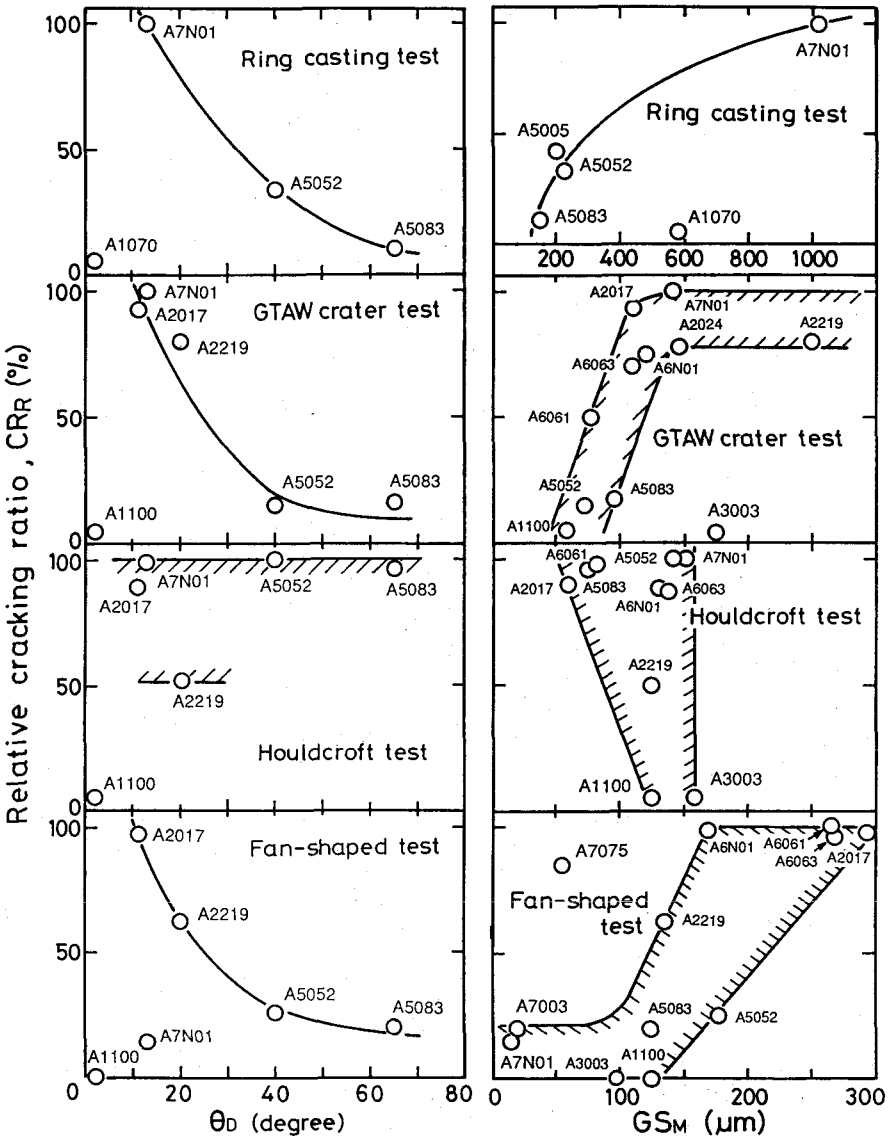


Fig.2.43 Relation between relative cracking ratio, CR_R and θ_D and GS_M for commercial Al alloys.

以上の結果、凝固割れ感受性と最も相関性の良い因子は ε_{min}とBTRの両方の因子を受け継いでいると考えられるCSTであることが明らかになった。 また、凝固割れ感受性に及ぼす ε_{min}とBTRの影響に関してはそれぞれが凝固割れ感受性が急激に増大するしきい値を示す点で意義があることが明らかになった。しかしこのことは逆にそのしきい値をこえれば凝固割れ感受性との相関性はほとんどないことを意味している。組成的因子としてはθ_DがCSTと同様に良好な相関性を有しているが、これは 2.4.4でも述べたように両者が良い相関性を示していたことからも明らかである。 GS_Mは弱いながらも相関性が認められ、特にGS_Mが著しく小なる値を示した場合には その凝固割れ感受性に及ぼす効果は大であるといえる。

2．6　溶接熱影響部の液化割れ感受性

2.5までの結果より溶接構造用Al合金の中ではA7N01の凝固割れ感受性が著しく高いことが明らかになった。溶接ビード部の凝固割れ感受性は後述するように適当な溶加材の使用により改善することが可能であるが、HAZ の液化割れ感受性（凝固割れ感受性）は溶加材の使用では改善することができず、母材組成そのものの変更が要求される。このため、本節では Varestraint試験法によりA7N01合金溶接部のHAZの液化割れ感受性を評価し、溶接構造用Al合金であるA5083及びA6N01と比較検討した。

A7N01の溶接金属及びHAZにおける ε_{min} をA5083及びA6N01と比較してFig.2.44に示す。溶接金属ではいずれの合金でも ε_{min} は約0.1%（0%以上0.2%未満）でありTrans-Varestraint試験結果と同様であった。これに対して、HAZ ではA5083及びA6N01は溶接金属と同じ値であったのに対して、A7N01の ε_{min} は約 0.75%（0.5%以上1.0%未満）と著しく大きな値を示した。この ε_{min} 値は2.5で明らかになった ε_{min}のしきい値 0.2%を大きく超える値であり、この結果よりA7N01のHAZの耐液化割れ感受性は十分に高いと判定される。これは実用的にもAl-Zn-Mg３元系合金溶接部では凝固割れは溶接金属でのみ発生し、HAZではほとんど発生しないとされている結果[31, 36]と一致する。

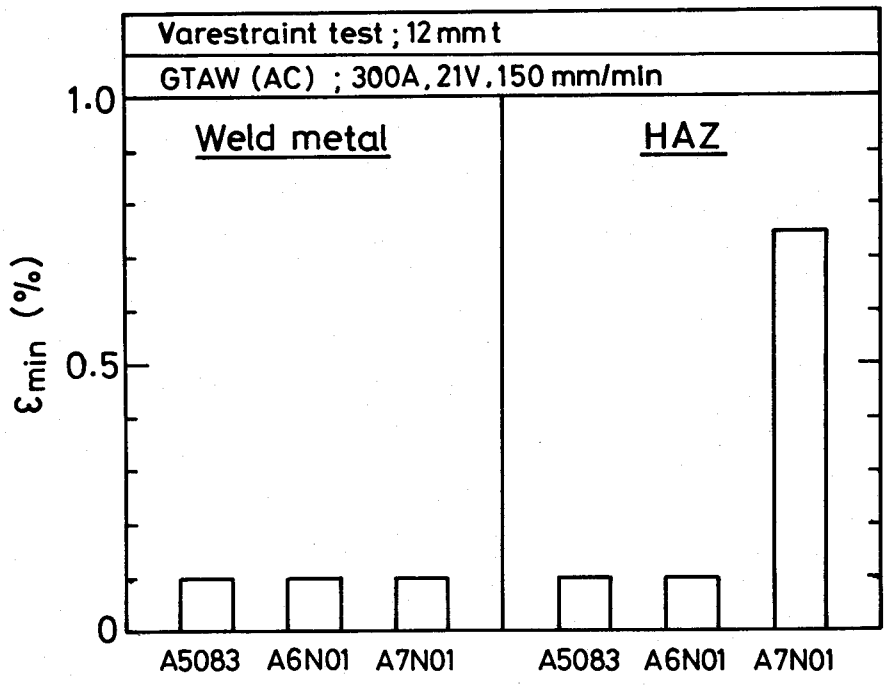


Fig.2.44　ε_{min} values of weld metal and HAZ evaluated by Varestraint test for commercial Al alloys.

Fig.2.45は Varestraint試験後のHAZにおける割れ発生部のマクロ組織を示す。A7N01はHAZ組織は微細であるのに対して、A5083及びA6N01では 粗大な再結晶組織を呈している。HAZ における液化割れ感受性は同一合金では結晶粒径に大きく依存し、結晶粒径が大なるほど液化割れ感受性も高くなる[77]。これは 結晶粒微細化により個々の結晶粒界に加えられる歪量が減少するためと考えられており、基本的には鋳造及び溶接金属部などにおける凝固割れ感受性に対する結晶粒微細化の効果と同様と考えられる。A7N01では微量の Zr、Mn、Crの添加により、母材の再結晶温度を上昇させることにより母材組織を微細な繊維状加工組織としている[10]。このためA7N01では HAZの液化割れ感受性は十分に低い値を示したと考えられる。

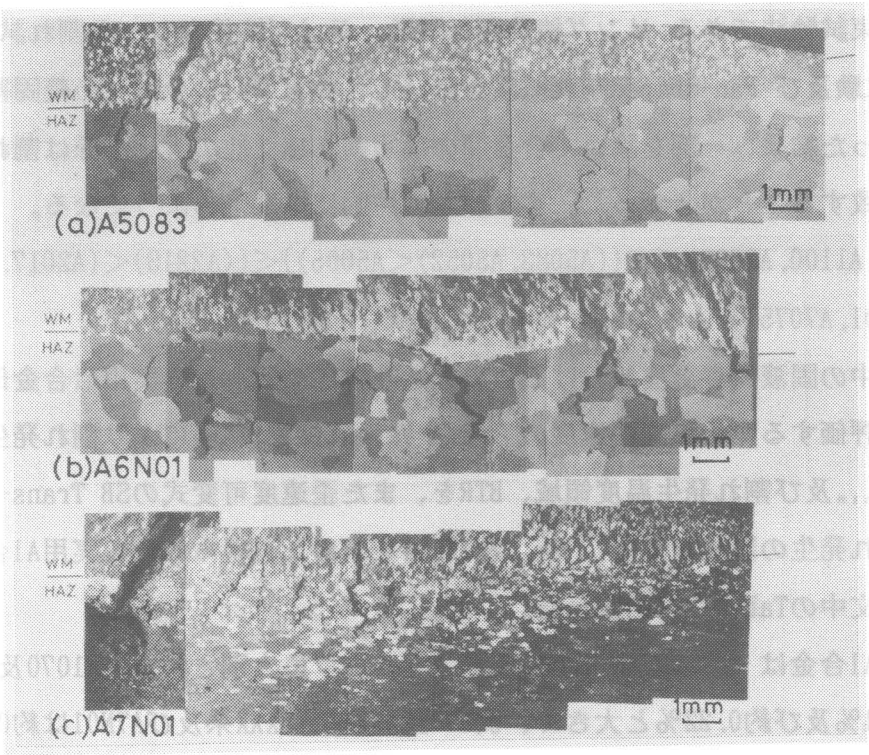


Fig.2.45 Cracking morphology and macrostructure of HAZ on Varestraint test specimen.

したがって、この結果は実用Al-Zn-Mg３元系合金では溶接部の凝固割れ感受性の問題は溶接金属部にのみ注目すれば良いことを意味している。

２．７ 結言

本章では、まず、Al-Zn-Mg３元系合金 A7N01溶接部の凝固割れ感受性を定性的及び定量的に把握するために、各種凝固割れ試験法により評価を行ない、1XXX系から7XXX系までの各種実用Al合金との相互比較を行なった。 定性的な比較は自拘束式割れ試験により求

めた割れ長さ、割れ数、割れ率などの指標を用いて行ない、また定量的な比較は外部付加歪式割れ試験により求めた割れ発生の限界歪量、限界歪速度、割れ発生温度領域などの指標を用いて行なった。これらの割れ試験法により得られた凝固割れ感受性の評価結果をもとにして、さらに溶接部のマクロ及びミクロ組織観察、割れ破面観察、熱分析による凝固温度測定などの検討結果と合わせて、実用Al合金溶接部の凝固割れ感受性に対する総合的な考察を行なった。そして、実用Al-Zn-Mg３元系合金溶接部の耐凝固割れ感受性を改善するための指針を得ようとしたものである。本章で得られた主要な結果をまとめると次のようになる。

（１）自拘束試験法である リング鋳造割れ試験、テイグ溶接クレータ割れ試験、 Hould-croft割れ試験及び Fan-shaped割れ試験を用いて各種実用Al合金母材の凝固割れ感受性の評価を行なった結果、一部を除いて合金間の凝固割れ感受性の大小関係は割れ試験法によらず大略一致することが分かった。すなわち定性的には以下のようになる。

(A1070,A1100,A3003)＜＜{(A5083,A5052)＜A5005)}＜{(A2219)＜(A2017,A6063,A6N01,A6061,A7N01,A7075)}

（２）溶接中の固液共存温度域おける合金の延性特性の観点から実用Al合金母材の凝固割れ感受性を評価するために高歪速度の Trans-Varestraint試験により割れ発生の最低付加歪量、 ε_{min} 及び割れ発生温度領域、BTRを、また歪速度可変式のSB Trans-Varestraint試験より割れ発生の限界歪速度、 $\dot{\varepsilon}_c$ 及びCSTを求めた。得られた各実用Al合金のこれらの数値は本文中のTable 2.4に示した。

（３）実用Al合金は ε_{min} の大小により３グループに大別された。A1070及びA3003はそれぞれ約0.4％及び約0.22％と大きく、次いで2XXX系、5XXX系及びA7N01は約0.05％であり、6XXX系合金はいずれも０％であった。A1070及びA3003以外では合金間での ε_{min} の違いは明瞭ではなかった。

（４）実用Al合金のBTRには合金により明瞭な違いが認められた。A1070及びA3003のBTRはそれぞれ20℃及び43℃と著しく小さいがその他の合金ではこれらの値よりも急激に増大し、約90℃から145℃の範囲の値を示し、A7N01は143℃と大なるBTRであった。

（５）BTR と熱分析法により求めた凝固温度範囲 ⊿T（液相線温度T_Lと公称固相線温度T_Sもしくは共晶温度T_E間の温度差）との間にはほぼ正比例の関係が成立し、次式で表された。

すなわち、共晶温度が明確に測定できた2XXX系合金に対しては

$$BTR = 1.0\Delta T, \quad (\text{相関係数} r=0.99)$$

その他の合金に対しては

BTR ＝2.1⊿T，（相関係数r=0.97）

（６）歪速度可変式のSB Trans-Varestraint試験より求めた固液共存温度域での割れ発生の限界付加歪量 ε_c はA5083やA5052では歪速度の低下とともに顕著に増加するが、2XXX系合金では増加の程度は小さく、さらにA7N01ではほとんど増加しないことが分かった。

（７） SB Trans-Varestraint試験により得られた延性曲性より求めた 実用Al合金の割れ発生の限界歪速度 CST値の大小関係は次のようになった。

A1070＞＞（A5083,A5154,A5052)＞＞A2219 ＞（A2017,A7N01）

溶接構造用Al合金として実績のあるA5083はA1070に次いで大きく、A7N01 は最も小さい値を示すことが分かった。

（８）凝固割れ感受性に影響を及ぼす組成的因子として、溶接金属部の結晶粒界における共晶生成物の界面接触角θ_Dを測定したところ、代表的な実用Al合金である A1070、A2017、A2219、A5052、A5083 及び A7N01の値はそれぞれ２、11、20、40、65及び13度であり、A7N01はA5083に比して著しく小さい値であった。またθ_DとCSTとの間には良い相関性があり、θ_Dの増加とともにCSTは単調増加することが分かった。

（９）自拘束試験による各種実用Al合金の凝固割れ感受性の定性的評価結果と溶接中の固液共存温度域での延性特性を表す指標である ε_{min}、BTR、CST及び組成的因子であるθ_D、結晶粒径GS_Mとの相関性について検討したところ以下のことが明らかになった。

凝固割れ感受性と最も相関性の良い指標は CSTであり、1XXX系合金を除いては合金の種類によらず凝固割れ感受性は CSTの増大とともに単調減少する傾向を示す。 ε_{min} と BTR は凝固割れ感受性が急激に増大するしきい値を示す点で意義があり、 ε_{min} では約0.22%以上、BTR では約45℃以下では凝固割れ感受性は著しく低い値を示すことが分かった。しかし、これらのしきい値を超えると凝固割れ感受性と両者の値との間には相関性はほとんど認められなかった。

組成的因子としてはθ_Dが CSTと同様に凝固割れ感受性と良い相関性を有し、θ_Dの増加とともに凝固割れ感受性は単調減少することが分かった。また GS_Mも弱いながらも凝固割れ感受性と相関性を有しており、GS_M の増大とともに凝固割れ感受性も増大する傾向を示すことが分かった。

（１０）Fan-shaped 試験結果において、A7N01 は凝固割れ感受性の指標である ε_{min}、BTR、CSTの値がいずれも凝固割れ感受性の著しく高いことを意味しているにもかかわらず、その凝固割れ感受性はA5083と同程度の著しく低い値を示した。これはGS_Mが 14μmと著しく微細等軸晶化したためであり、このことよりAl-Zn-Mg３元系合金 A7N01は結晶粒微

細化によりその凝固割れ感受性を A5083程度にまで改善できる可能性があることが分かった。

（１１）Varestraint試験によりA7N01溶接部のHAZの液化割れ感受性を評価したところ、母材組織が微細な繊維状加工組織を有するA7N01ではHAZの ε_{min} は約0.75％とA5083及びA6N01の約0.1％に比して極めて高い値を示した。これに対して同時に測定した溶接金属部の ε_{min} はA5083、A6N01と同じ約0.1％であった。この結果より、A7N01溶接部のHAZの耐液化割れ感受性は十分に高いことが分かった。

（１２）A7N01を母材としたときの ミグ溶接ビード部の凝固割れ感受性をミグクレータ割れ試験及びModified Houldcroft試験により評価したところ、ＪＩＳによりA7N01用溶接ワイヤとして推奨されているA5356WYを用いても その凝固割れ感受性は溶接構造用Al合金として現在最も実績のあるA5083/A5183WYの溶接ビードよりも著しく高い値を示した。 この結果、A7N01用の耐凝固割れ感受性に優れた溶接ワイヤの開発が 必要であることを確認した。

（１３）自拘束試験による定性的評価及び外部付加歪式試験による定量的評価、さらに組成的因子に対する検討を加えた結果、Al-Zn-Mg３元系合金 A7N01溶接部の凝固割れ感受性は溶接構造用Al合金として最も実績のあるA5083に比して 著しく高いことが明らかになった。しかし、その HAZの耐液化割れ感受性はA5083に比しても十分に高く、このためA7N01溶接部の凝固割れ感受性に関しては溶接金属部にのみ注目すれば良く、このことより主として耐凝固割れ感受性に優れた溶接ワイヤの開発が重要であることが明らかになった。

第３章　Ａｌ－Ｚｎ－Ｍｇ３元系合金の溶接凝固割れ感受性に及ぼすＺｎ及びＭｇの影響に関する検討

３．１　緒言

市販実用Al-Zn-Mg３元系合金 A7N01及び A7003の主要合金元素であるZn及びMg量は、ＪＩＳ[78]により各々4.0～5.0%Zn及び1.0～2.0%Mgならびに5.0～6.5%Zn及び0.50～1.0%Mgと定められている。これはこれら合金の開発にあたって、主として強度、時効性、耐食性及び加工性を考慮して決定されたものである。しかし、溶接性は特に考慮されていなかったために、第２章で述べたように、本合金系ではその溶接部の凝固割れ感受性は極めて高いものとなっており、実用上大きな問題となっている。しかし、このような実用合金の組成はその開発目的からして、直ちに変更することはできないものである。このため、本合金系の溶接部の凝固割れ感受性を改善するためには耐凝固割れ感受性に優れた溶加材を用いること、及び溶接施工条件面からの改善を行なうことが考えられ、実用的にもこれらの点を考慮して本合金系の溶接実施工がなされてきている[7,11]。 しかし、すでに述べたごとく本合金系用の耐凝固割れ感受性に優れた溶加材は未だ開発されておらず、 Al-Mg系合金用溶加材であるA5356ワイヤ(Al-5%Mg)を用いて、多くの制約のもとに溶接実施工を行なっているのが現状である[7,11]。

ところで溶接金属は母材と溶加材とが一定の割合で溶融して形成されるものであるから、耐凝固割れ感受性に優れた溶加材組成を求めるためには、まず耐凝固割れ感受性に優れた溶接金属組成を明らかにする必要がある。このため、本章ではZn及びMg量を種々変化させたAl-Zn-Mg３元系合金を作製し、これら合金の凝固割れ感受性を各種割れ試験法により評価し、耐凝固割れ感受性に優れた溶接金属組成、すなわちZn及びMg組成範囲をまず明らかにすることを目的とした。この結果に基づいて耐凝固割れ感受性に優れたAl-Zn-Mg３元系合金の溶加材の基本組成（Al-Zn-Mg）を明らかにしようとするものである。

３．２　実験方法

３．２．１　凝固割れ試験法

（１）リング鋳造割れ試験法

試験法は2.2.2(1.1)で述べたとおりである。試験合金は純Al(99.99%)、純Mg(99.9%

)、純Zn(99.9%)を用いて、あらかじめ幾つかの中間母合金を作製し、それらを 目標組成に秤量後、黒鉛ルツボ中にて溶解し、リング状金型に鋳造した。鋳造温度 750℃、金型予熱温度 50℃とした。

（２）テイグ溶接クレータ割れ試験法

リング鋳造試験で作製したリング状試片の表面をFig.3.1に示す様に面削後、その表面においてティグアーク（DCEN）によるスポット溶接を行なった。溶接電流 120A、電圧 15V、アークタイム ４ｓ、シールドガスHe(35 l/min)である。溶接クレータ表面において発生した割れの総長さを実体顕微鏡に装備したマイクロメータにより測定した。割れ感受性はこの総割れ長さをクレータの直径で除した値を指標として評価した。

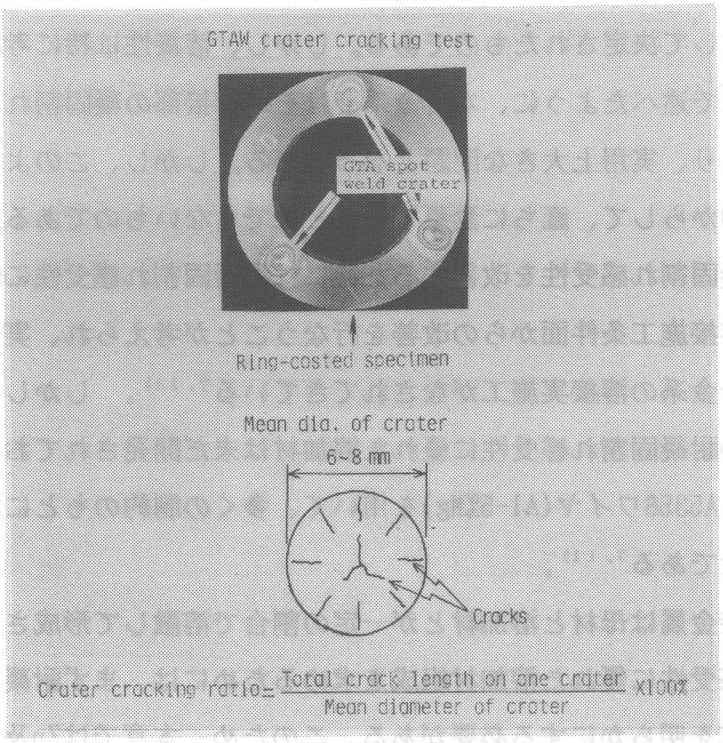


Fig.3.1 General appearance of GTAW crater cracking test specimen.

（３）Houldcroft式割れ試験法

試験法の詳細は2.2.2(1.3)のとおりである。

（４）ミグ溶接クレータ割れ試験法

試作ワイヤの溶接クレータ部の凝固割れ感受性はミグ溶接により標記の割れ試験法により評価した。試験法の詳細は2.2.2(1.5)のとおりである。

（５）Modified Houldcroft式割れ試験法

試作ワイヤの溶接ビード部の凝固割れ感受性はミグ溶接により標記の割れ試験法により評価した。割れ試験法の詳細は2.2.2(1.6)のとおりである。試片板厚が３mmと薄板のためにミグ溶接は通常パルスミグ溶接(Conventional pulsed GMAW)法により行なった。なお

この場合、パルス周波数は45～100Hzまで変化させた。溶接電流及び溶接速度は二次元ビードが得られる条件としてそれぞれ95A及び400mm/min一定とした。

３．２．２　金属組織学的検討法

（１）マクロ及びミクロ組織観察法

2.2.5(1)の方法によりリング状試片及び溶接部のマクロ及びミクロ組織観察を行なった。

（２）結晶粒径測定法

割れ試験後の鋳物及び溶接部の結晶粒径の測定は、試片断面のミクロ組織写真上で、2.2.5(2)(ⅲ)で述べた線分法により行なった。視野数は10、テストライン数は各視野 10とし、テストラインの長さは結晶粒が10～20個程度含まれるように設定した。なお、組織が柱状晶の場合は結晶粒は柱状晶の幅とした。

（３）共晶生成物量の測定法

共晶生成物量の測定は、2.2.5(2)(ⅰ)に基づいて行なった。

（４）共晶生成物の界面接触角の測定法

共晶生成物の界面接触角θ_Dは、2.2.5(2)(ⅱ)に基づきリング状試片のミクロ組織観察用試片の中央部で、結晶粒界上の共晶生成物の1000倍の光学顕微鏡写真を撮影し、その写真上で測定した。

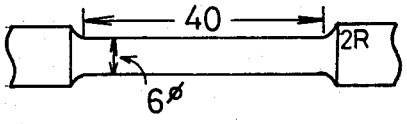
（５）熱分析法

リング鋳造割れ試験片の液相線温度及び共晶温度は 2.2.3で述べた熱分析法により求めた。

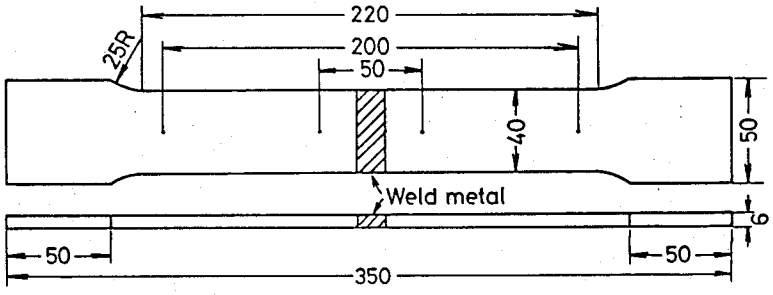
３．２．３　ミグ溶接部の強度及び耐応力腐食割れ特性の評価法

（１）引張試験法

試作溶接ワイヤを用いた場合のAl-Zn-Mg３元系 A7N01合金ミグ溶接部の溶接金属部及び溶接継手部の引張強度特性はそれぞれ Fig.3.2(a)及び(b)に示す引張試験片（それぞれＪＩＳ　1A及び14A号試験片[79]）を用いて、インストロン型引張試験機により室温にて引張速度１mm/minで行なった。なお、継手引張試験片は余盛を削除したものである。Table 3.1はそれぞれの試験片を作製したミグ溶接条件を示す。またTable 3.2は本章で使用した溶接ワイヤの化学成分をまとめて示す。このうち７Mgワイヤは試作ワイヤである。7N11はAl-Zn-Mg３元系の共金ワイヤであるが第１章で述べたように現在は使用されていない。その他は市販ワイヤである。なおワイヤ径はいずれも1.6mmである。



(a) All-weld metal tensile test specimen



(b) Welded joint tensile test specimen

Fig.3.2 Shape and dimension of tensile test specimen.

Table 3.1 Welding conditions of tensile test specimen.

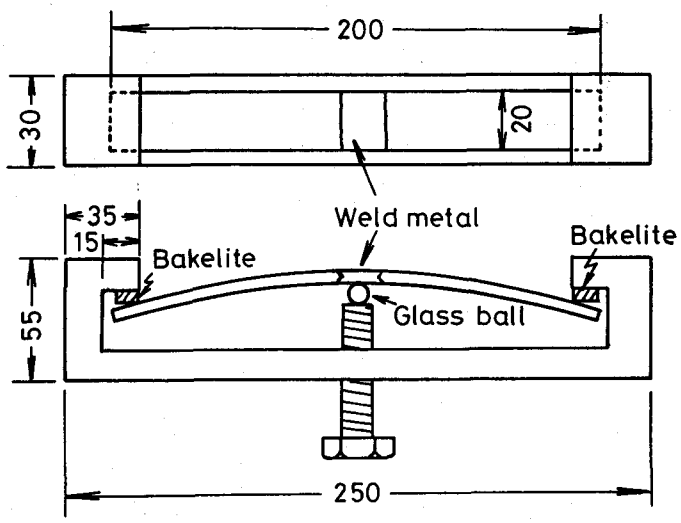
Tensile test specimen		Welding current (A)	Welding speed (mm/min)	Arc voltage (V)	Sketch of crosssection of welded joint
All-weld metal specimen		300	400	30	12 Bead-on-plate GMAW without groove
Welded joint specimen	1st pass	230	450	26	1st pass 6 2nd pass Square butt GMAW
	2nd pass	230	600	26	

Table 3.2 Chemical compositions of welding wire used.

Welding wire	Chemical composition (wt%)								
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	B
A5554	0.10	0.16	0.01	0.70	2.67	0.10	0.01	0.09	-
A5356	0.05	0.14	0.01	0.09	4.82	0.10	-	0.09	-
A5556	0.07	0.25	0.01	0.64	5.00	0.11	0.02	0.10	-
A5183	0.10	0.19	0.01	0.60	4.87	0.08	0.02	0.07	0.0018
7Mg	0.08	0.17	Tr	0.12	7.22	0.11	0.01	0.07	-
7N11	0.08	0.33	0.01	0.39	3.87	0.19	1.43	0.05	-

（２）応力腐食割れ試験法

試作溶接ワイヤを用いた場合のAl-Zn-Mg３元系A7N01合金ミグ溶接部の応力腐食割れ(SCC)感受性はTable 3.1の継手引張試片と同一条件で作製した溶接継手（余盛削除、30日(ｄ)自然時効材）を用いて次のように行なった[80-83]。すなわち、Fig.3.3に示すように３点曲げ治具を用いてミグ溶接部の第１及び第２層表面にそれぞれほぼ耐力相当及びその約70%の引張曲げ応力を付加後、そのまま治具に固定した状態で、テスト１の促進試験では沸騰クロム酸一食塩水混合液中に、また テスト２では3.5%食塩水中（30℃）にそれぞれ120min及び30ｄ連続浸せきした。試験後、試片表面のカラーチェック及び光学顕微鏡による試片断面組織観察を行ないSCC発生の有無を確認した。



Method for stress application on welded joint

Testing condition for stress-corrosion cracking test
Test (1):(Accelerated test)
Applied stress: 196 MPa
Etching solution:CrO_3(36g/l)+$K_2Cr_2O_7$(30g/l)+NaCl(3g/l)
Temperature of solution:Boiling temp.(95°C)
Testing time:120 min
Test (2):
Applied stress:196 and 265 MPa
Etching solution:3.5% NaCl water solution
Temperature of solution: 30°C
Testing time: 30 d

Fig.3.3 SCC test specimen and test conditions.

３．３　リング鋳造割れ試験法を用いた凝固割れ感受性に対するZn及びMgの影響に関する基礎的検討

本節では耐凝固割れ感受性に優れた溶加材組成を明らかにするためにリング鋳造割れ試験法を用いて凝固割れ感受性に対するZn及びMgの影響及びその効果に対する金属組織学的検討を行なった。

３．３．１　リング鋳造割れ試験結果

ミグ溶接の実施工においては、溶加材の成分が母材組成に希釈される割合はほぼ20～70%の範囲内にある。このためA7N01(Al-4.5%Zn-1.2%Mg)をAl-Mg系溶加材を用いて溶接したときの溶接金属中のZn量は、１～３%程度の範囲内に入ることになる。したがってリング鋳造割れ試験においても、溶接金属組成とできるだけ同じ合金組成の割れ感受性を調べるため、Zn量は１、２、３%と３段階に変化させた。そして、それぞれのZn量に対してMg量を１～10%と広範囲に変化させることにより、凝固割れ感受性に及ぼすZn及びMg量の影響、主としてMg量の影響について検討した。

リング鋳造割れ試験の結果をFig.3.4に示す。いずれのZn量においても、１%Mgで最も割れ易く、３%以上のMg量では割れ長さは急激に減少している。また １～３%Znの範囲では、Znの影響は Mgに比べて小さく、割れ長さには大きな差はみられない。またFig.3.4の右側の縦軸にA7N01及びA5083の割れ長さを示す。現在、溶接構造用Al材料として最も実績

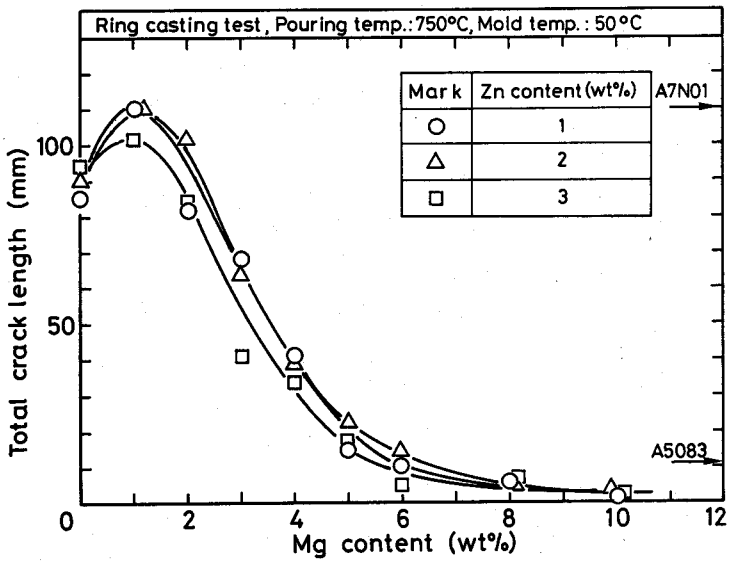


Fig.3.4　Relation between Mg content and total crack length by Ring casting test for Al-Zn-Mg ternary alloys.

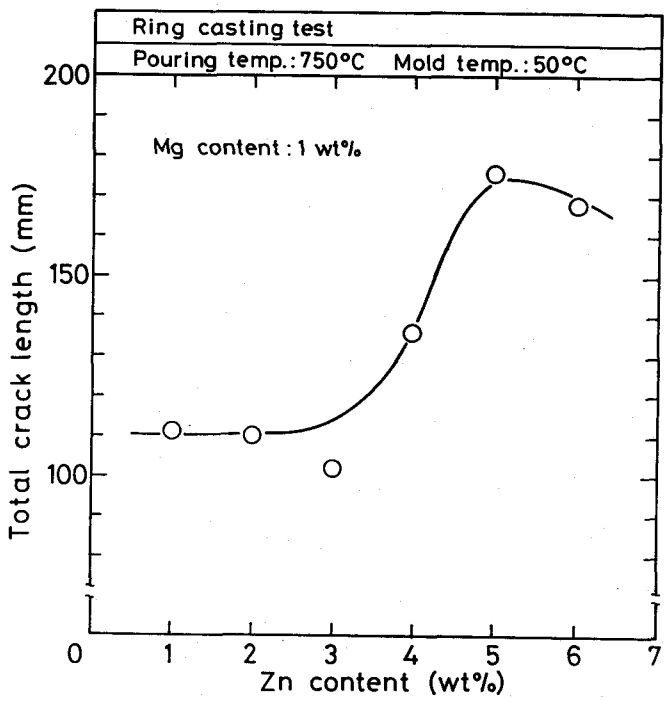


Fig.3.5 Effect of Zn content on total crack length evaluated by Ring casting test for Al-Zn-Mg ternary alloys with 1wt%Mg content.

のある A5083と同程度に低い割れ感受性を持つためには、溶接金属中に含まれるMg量を５%以上にする必要がある。

次に A7N01の組成に近いZn量及びMg量の範囲内でのリング鋳造割れ試験法結果をFig. 3.5に示す。ここで Mg量は１%と一定にした。１～３%Znに比して４～６%Znでは、割れ長さは急激に増加し、Znが３～４%の間に割れに対して大きく変動する領域が存在することがわかる。そして、A7N01をはじめとするAl-Zn-Mg３元系合金はいずれも Zn量が４%以上の範囲にあり、非常に割れやすいことがわかる。

Fig.3.6はFig.3.4及びFig.3.5を合わせることにより作製した、Zn及び Mg量の変化に対する等割れ線図を示す。図中の数字は総割れ長さを示している。このような等割れ線図はW.Pattersonら[15]及びZ.Buray[17]によってそれぞれ別々に、Zn量及びMg量が10%までの組成範囲内で作製されており、彼らの結果及び Fig.3.6の結果は、細部での相違は有るものの全体的な傾向は一致した。しかし、彼らは等割れ線図を作製したのみで、凝固割れ感受性がZn量及びMg量によって変化する理由については検討していない。

以上の結果Al-Zn-Mg３元系合金のAl隅の組成（Zn量及びMg量が10%以下）においては、凝固割れ感受性は以下の特徴を有していることが明らかになった。すなわち、Zn量が１

～３％の範囲内ではMg量が０～１％程度で最も割れ感受性が高く、さらにMg量を増加するにしたがって割れ感受性は低くなる。またZn量の効果は１～３％の範囲内では割れ感受性に大きな相違は認められない。さらにZn量が３～４％以上では割れ感受性は急激に高くなる。

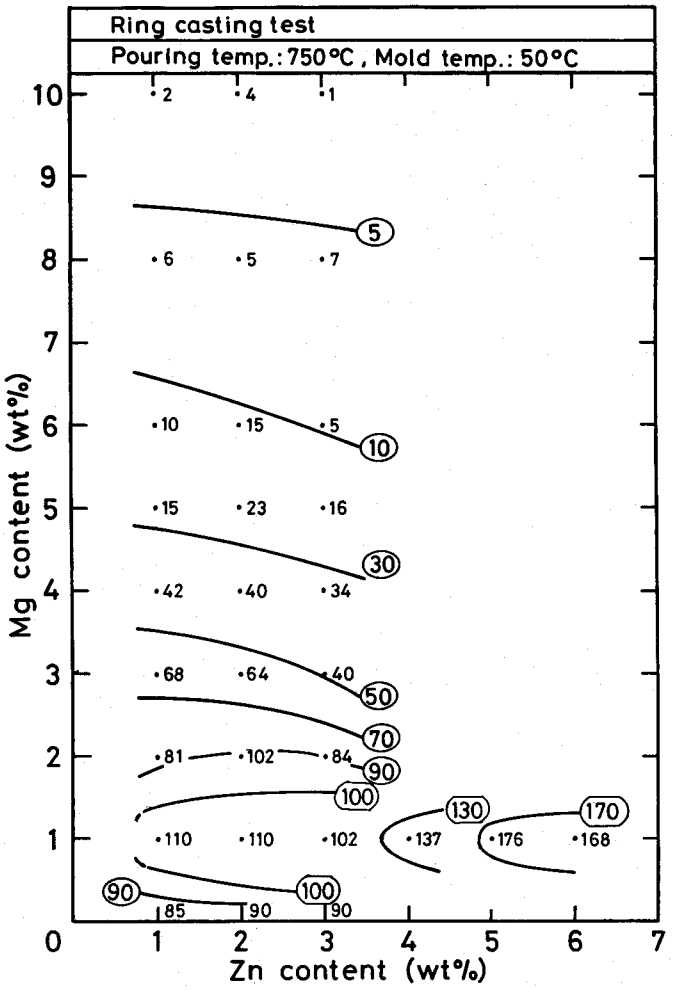


Fig.3.6 Combined effect of Zn and Mg contents on total crack length evaluated by Ring casting test for Al-Zn-Mg ternary alloys.

３．３．２　凝固割れ感受性に及ぼす各種因子とZn及びMg量との関係

本項では、リング鋳造割れ試験において明らかになった凝固割れ感受性に及ぼすZn及びMg、中でもMgの効果の原因を明らかにするために、凝固割れ感受性を支配する各種因子と合金中のZn及びMg量との関係を検討した。

（１）結晶粒径

Al合金においては凝固割れは結晶粒径と密接な関係があり、結晶粒が小さいほど割れ

にくいとされている[84]。Fig.3.7にリング鋳造割れ試験片の断面マクロ組織とMg量との関係を示す。Mgが含有されていない場合には粗大な柱状晶からなり、Mg量が２％程度までは

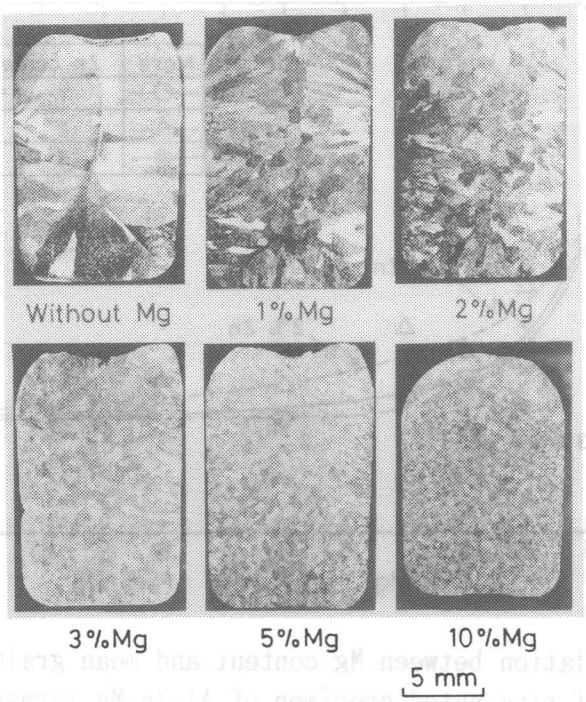


Fig.3.7 Macrostructures of ring-casted specimen of Al-Zn-Mg ternary alloys with different Mg content at constant Zn content(2wt%).

試片中央部で等軸晶が発生しはじめるものの、比較的よく柱状晶が発達している。そして、３％以上ではチル層を除いてほぼ全面等軸晶であった。また、Mg量の増加に伴い、結晶粒は微細化されている。Fig.3.8は平均結晶粒径とMg量との関係を示す。 測定箇所はチル層を除く中央部とした。いずれのZn量においても、Mg量の増加とともに平均結晶粒径は急速に小さくなっている。そして、３％以上のMg量ではほぼ一定の大きさに微細化されている。これをFig.3.4のリング鋳造割れ試験結果と比較すると、０～２％Mgで粗大結晶が発達している場合には割れ長さが大きく、３％Mg以上で 比較的微細な等軸晶が発達している場合には割れ長さが小さくなっている。

したがって、Mg量の増加に伴う凝固割れ感受性の低減には結晶粒の微細化が密接に関係していると考えられる。

このMg量の増加による結晶粒微細化に関しては次のように考えられる。鋳物の結晶粒微細化に関係する等軸晶の生成機構はそれに関する多数の解説において次の四つが代表的なものとされている[85-91]。

(1) 組成的過冷に基づく不均質核生成説

(2) デンドライト枝の溶断分離による結晶増殖説

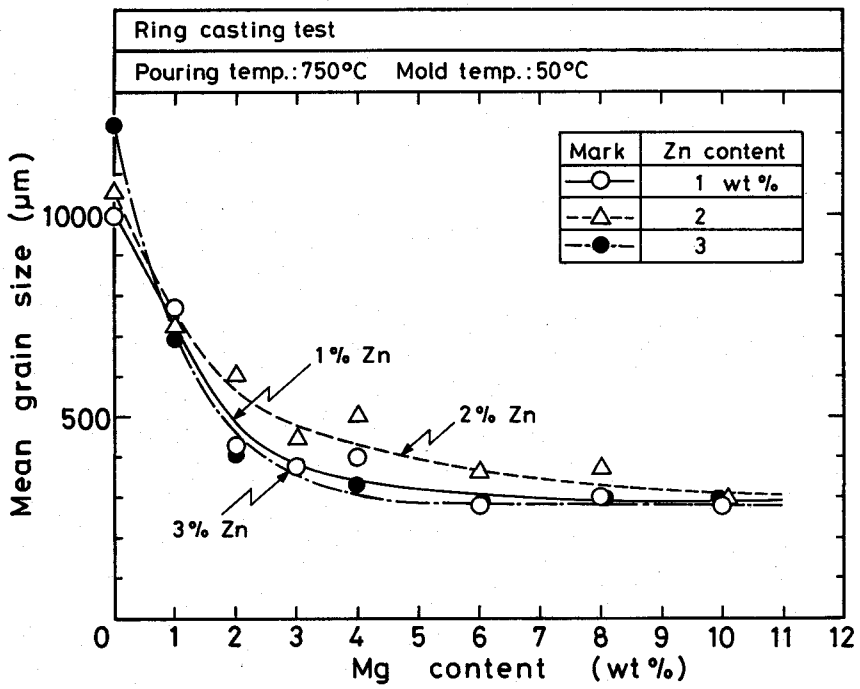


Fig.3.8 Relation between Mg content and mean grain size of ring-cated specimen of Al-Zn-Mg ternary alloys.

(3) 自由チル晶説

(4) シャワリング説

このうち、(3)は(1)[91]、もしくは(2)に[85]、また(4)は(2)[85]に含まれるとする説もあり、これらを考慮すると実用鋳物における等軸晶の生成機構は(1)及び(2)に大別されるようである[88, 92, 93]。また、溶湯の磁気攪拌や 機械的攪拌により等軸晶化が促進される事実から実用鋳物では(2)の説がより重要視されている[87, 93, 94]。

また、これらの結晶粒微細化説についてはただ１つの機構が働くのではなく、それぞれの機構にとってより有利な凝固条件のときにそれぞれが支配的な機構となると考えられている[89, 94]。

等軸晶化に対する合金元素の影響については、(1)説に基づけば 固液界面前方の融液中での過冷度は パラメータとして、$-mC_0(1-k_0)$、(ただし、m：液相線の勾配、k_0：平衡分配係数、C_0：溶質量)に比例する[89, 95, 96]ことから、k_0が小なるほど（$k_0<1$の場合）、またC_0が大なるほど等軸晶の生成が容易になるとされている。

いっぽう、(2)説によればデンドライト枝の溶断分離が起こるためには、(i)デンドライト枝の根元が細くくびれる必要があり、、かつ (ii)凝固初期に界面の温度の変動を伴う高温の溶湯の動きが必要とされている[85, 91, 92]。(1)のためには組成的過冷を起こしやすい元素が十分に含まれることが必要であり、このような元素としては $|1-k_0|$ が大な

る元素が適当とされている[85, 88, 93]。

したがって、等軸晶の生成がいずれの説に基づいていても、合金元素の $|1-k_0|$ が大なるほど、またその溶質量が多いほど等軸晶化による結晶粒微細化が容易になると考えられる。これを本研究におけるMgとZnの効果に適用すると、それぞれの $|1-k_0|$ は0.70及び0.56であり[97]、これよりMgのほうがZnよりも等軸晶を生成しやすいことになる。またMg量の増加による結晶粒微細化は溶質量C_0の増加による効果と考えられる。

（2）共晶生成物の形態

試片断面におけるミクロ組織写真をFig.3.9に示す。Mg無添加及び1%Mgでは、共晶生成物の形態は主として膜状であるのに対して、さらにMg量が増加すると共晶生成物の形態は、棒状及び塊状へと変化している。このような共晶生成物の形態の変化を定量的に表すために、結晶粒界に存在する共晶生成物の界面接触角θ_Dを測定した。ここでθ_Dは凝固末

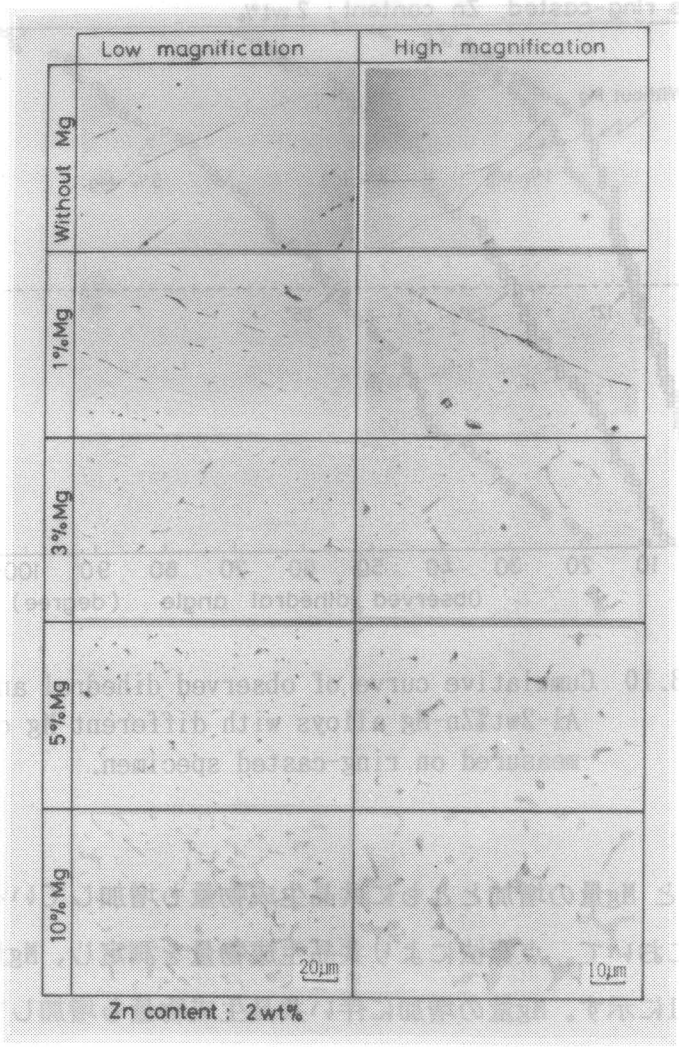


Fig.3.9 Microstructures of ring-casted specimen of Al-Zn-Mg ternary alloys with different Mg content at constant Zn content(2wt%).

期の残留融液のぬれ性を示し、θ_Dが大きいほど割れにくく、特にθ_D>60度では極めて割れは起こりにくいといわれている[98, 99]。本来 θ_Dは、固相と液相が平衡になるまで一定温度に充分長時間保持した試料を用いて測定される。しかし、溶接凝固のように非平衡凝固が行なわれる場合には、本研究のように凝固後の試料から直接測定する方法が、非平衡凝固時の凝固末期の残留融液の形態を知るうえで有効と思われる[100]。Fig.3.10はθの測定結果を累積分布曲線で示したものである。θ_D の値として累積50%の値をとると、その値はMg無添加及び１%Mgで12度、３%Mgで29度、５%Mgで55度と Mg量の増加と共に大きくなる。このように、Mg量の増加と共に凝固末期の結晶粒界に存在する残留液相のぬれ性が低下してゆく。このことは、凝固割れ感受性もMg量の増加と共に低下することを示しており、Fig.3.4のリング鋳造割れ試験結果とθ_Dの間には良い相関関係が認められる。

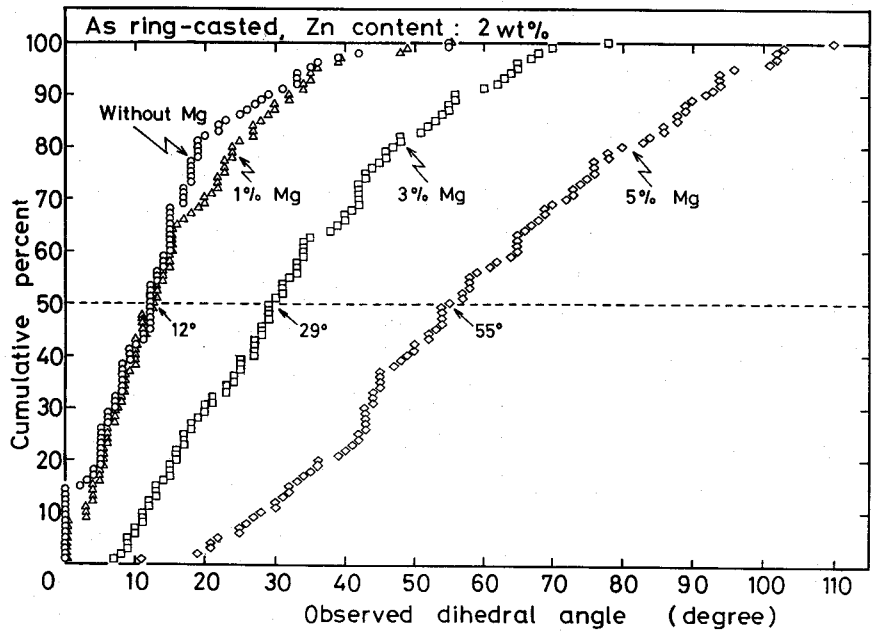


Fig.3.10 Cumulative curve of observed dihedral angle of Al-2wt%Zn-Mg alloys with different Mg content measured on ring-casted specimen.

（３）共晶生成物量

Fig.3.9によると Mg量の増加とともに共晶生成物量も増加している。そこでこのミクロ組織観察用試片において、点算法により共晶生成物量を測定し、Mg量の影響を調べた。この結果をFig.3.11に示す。Mg量の増加に伴い共晶生成物量も増加しているが、特にMg量が５～10%における増加が著しい。これはβ相の晶出によるものと思われる。なおAl合金に対しては、凝固時において共晶生成物を形成する残留融液が結晶粒界に多量に存在すると、割れは充填されて、割れの発生は抑制されるといわれている[98, 101-103]。

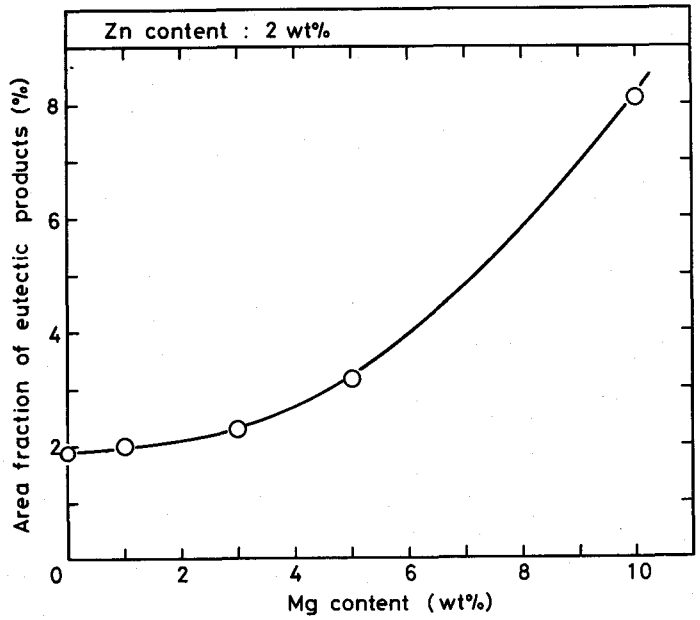


Fig.3.11 Relation between Mg content and area fraction of eutectic products of ring-casted specimen of Al-2wt%Zn-Mg alloy with different Mg content.

（4）共晶生成物の組成

ミクロ組織観察用試片の研磨面及び凝固割れ破面を SEMで観察し、付属のEDAXを用いて元素分析を行なった。なお試片は２%Znのシリーズを用いた。

（ｉ）研磨面での元素分析結果

Fig.3.12(a)～(e)にSEMによる観察結果と、EDAXによる元素分析結果を示す。 Fig.3.12(a)は Mg無添加の場合を示す。晶出物が結晶粒界に膜状に存在しており、これらを分析するとすべてAl-Fe系またはAl-Fe-Si系であった。以下、Mg を添加した場合にもすべて上記の晶出物が認められた。Fig.3.12(b)の １%Mgでは、膜状のAl-Fe系またはAl-Fe-Si系の晶出物が観察されたが、その他に共晶生成物が存在していたと思われる腐食孔も観察された。Fig.3.12(c)の ３%Mgでは、Al-Fe系またはAl-Fe-Si系の晶出物に加え、棒状または塊状のAl-Mg-Zn系晶出物が観察された。また黒く点状に存在するAl-Mg-Si系晶出物も少量ではあるが観察された。Fig.3.12(d)の５%Mgでは、ほとんどの晶出物が棒状または塊状であった。そしてこれらを分析すると、Al-Mg-Zn系、Al-Fe系またはAl-Fe-Si系、ならびにAl-Mg-Si系であった。Fig.3.12(e)の10%Mgにおける晶出物は、５%Mgの場合とほぼ同じ形態及び組成であったが、Mgの比率がより高いAl-Mg-Zn系晶出物の量が最も多かった。

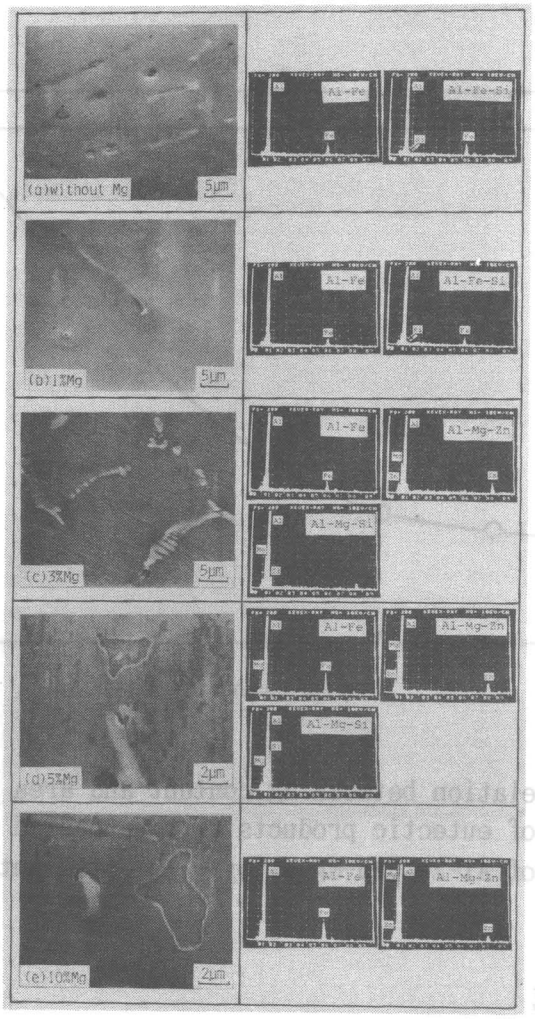


Fig.3.12 SEM microstructure of polished surface of ring-casted specimen of Al-2wt%Zn-Mg with different Mg content showing eutectic products and energy dispersive x-ray spectrometer result.

（ii）割れ破面での元素分析結果

Fig.3.13(a)～(e)にSEMによる観察結果及び EDAXによる元素分析結果を示す。割れ破面は、いずれもデンドライトが良く発達した破面形態を呈している。Mg無添加ではFig.3.13(a)に示すような晶出物が観察され、これらを分析するとAl-Fe系またはAl-Fe-Si系であった。１%Mgでは、Fig.3.13(b)に示すような晶出物が破面表面を覆っており、これらを分析するとAl-Fe系またはAl-Fe-Si系、Al-Mg-Si系 およびAl-Mg-Zn-Si系（Al-Mg-Zn系+Al-Mg-Si系）であった。３%MgではFig.3.13(c)に示すような晶出物が観察され、これらを分析するとAl-Fe系またはAl-Fe-Si系及び Al-Mg-Si-Fe系(Al-Mg-Si系+Al-Mg-Fe系)であった。５%Mg以上では Fig.3.13(d)及び(e)に示すような晶出物が観察され、これらを分析するとAl-Fe系またはAl-Fe-Si系、Al-Mg-Zn系およびAl-Mg-Si系であった。

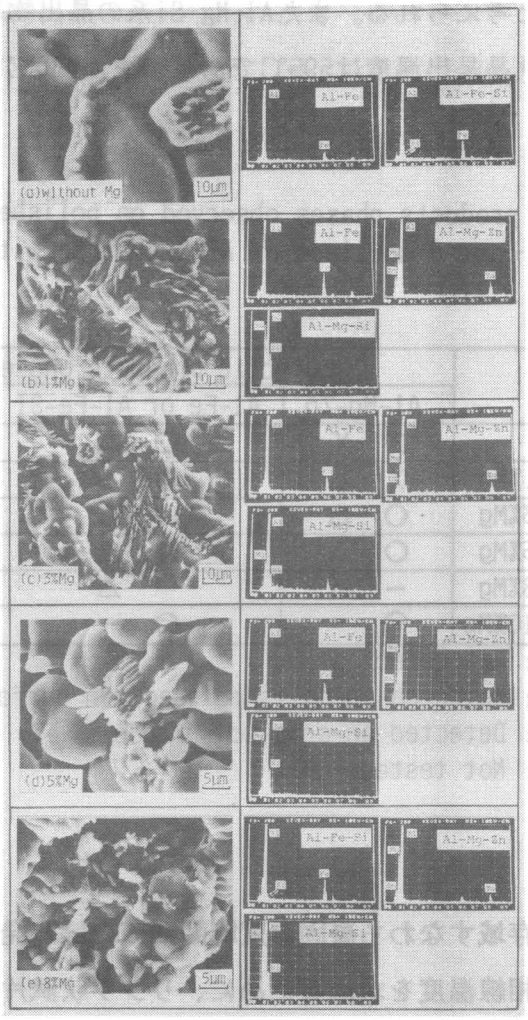


Fig.3.13 SEM microstructure of cracked surface of ring-casted specimen of Al-2wt%Zn-Mg with different Mg content showing eutectic products and energy dispersive x-ray spectrometer result.

（iii）まとめ

以上の元素分析結果をまとめると Table 3.3のようになる。研磨面と割れ破面の分析結果はほぼ一致している。Al-Fe系または Al-Fe-Si系の晶出物はすべての研磨面及び割れ破面で観察された。これは不純物として Feが約0.2%及びSiが約0.08%含まれていたためと思われる。Al-Fe-Si３元系平衡状態図から[104]、Al-Fe系は$FeAl_3$(共晶温度629℃以上)、またAl-Fe-Si系は $Fe_3Si_2Al_{12}$もしくは$Fe_2Si_2Al_9$（共晶温度578～629℃）と考えられる。Mgが添加されると上記晶出物以外にAl-Mg-Zn系及びAl-Mg-Si系の晶出物が観察されるようになる。この内 Al-Mg-Zn系の晶出物は、Al-Mg-Zn３元系平衡状態図から、490℃以下でAlとの２元共晶を形成するT($Mg_{32}(Zn,Al)_{49}$)、または450℃で上記のAl及びTと３元共晶

を形成するβ(Mg_2Al_3)と考えられる。またAl-Mg-Si系の晶出物は、状態図よりAl+Mg_2Siと考えられる。なおこの共晶晶出温度は595℃であり、また450℃で Al+β+Mg_2Siとの３元共晶反応がある。

Table 3.3 Eutectic products phases observed on polished and cracked surfaces of ring-casted specimen of Al-2wt%Zn-Mg with different Mg content.

Alloy	Eutectic products phases		
	Al-Mg-Zn	Al-Fe or Al-Fe-Si	Al-Mg-Si
Al-2%Zn	X X	○ △	X X
Al-2%Zn-1%Mg	X △	○ △	X △
Al-2%Zn-3%Mg	○ △	○ △	○ △
Al-2%Zn-5%Mg	○ △	○ △	○ △
Al-2%Zn-8%Mg	− △	− △	− △
Al-2%Zn-10%Mg	○ −	○ −	X −

X : Not detected
○ : Detected on polished specimen surface
△ : Detected on cracked surface
− : Not tested

（５）凝固温度範囲

凝固割れは固液共存域すなわち凝固温度範囲が広いほど発生しやすいといわれている。そこで液相線及び固相線温度を求めるために、リング状試片を用いて熱分析を行なった。Fig.3.14は熱分析の冷却曲線を示す。Mg量が０～３％までの試料においては、T_L に続

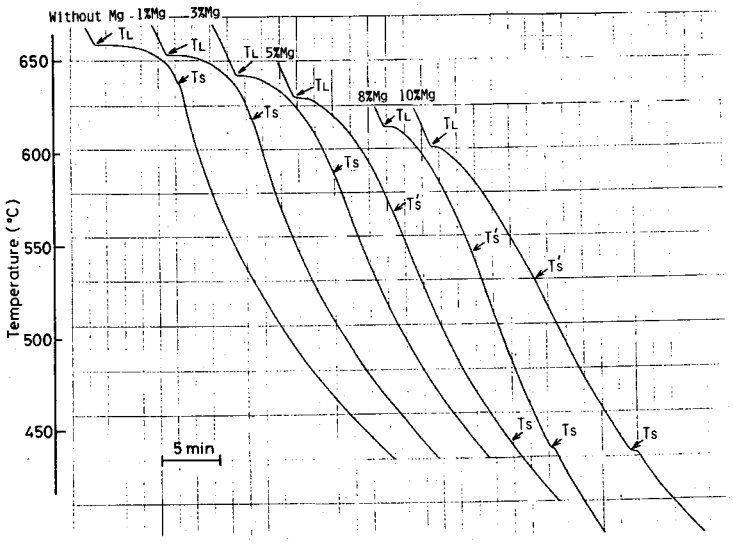


Fig.3.14 Thermal analysis result of Al-2wt%Zn-Mg alloy with different Mg content.

いて図中 Tsで示す部分で変曲点が認められた。またこれより低い温度ではもはや変曲点は認められなかった。この Tsにおける発熱反応は、前項の晶出物の分析結果及びAl-Fe-Si系３元系状態図より $FeAl_3$、$Fe_3Si_3Al_{12}$及び$Fe_2Si_2Al_9$の晶出に基づくものと考えられる。さらにMgが５％以上においては、同様に発熱反応に相当する変曲点がTs'の温度で認められ、これより低い温度ではやはり冷却曲線は上に凸から下に凸へと変化している。しかしさらに低温の450℃付近において再び発熱反応による変曲点Tsが現われ、８％以上では明らかに不変系停点を示している。前項の晶出物の分析結果及びAl-Mg-Zn３元系状態図より、これらの停点は$Al-Mg_2Al_3-Mg_{32}(Zn,Al)_{49}$の３元共晶反応(450℃)に伴うものである。したがって５%Mg以上では、固相線はこのTsになる。またこの場合のTs'は大部分の融液の凝固が完了する温度(Bulk solidus)に相当するものである。

ところで、前項の晶出物の分析結果では、１%Mgですでに Al-Mg-Zn系の晶出物が認められた。この晶出物はT相と考えられ、Al-Mg-Zn系状態図によると、約 490℃で晶出し始め、最終的には450℃付近で３元共晶を形成する可能性もある。したがって、１～３%Mgでは実際の固相線は上記Tsよりもかなり低く、490℃以下に低下していると考えられる。そこで、前項の晶出物の分析結果とFig.3.14の熱分析結果より、T_L及びTsはFig.3.15のようになっていると推定される。なお図中、実線は熱分析結果、破線は平衡状態図から読み取った値及び一点鎖線は晶出物の分析結果から推定される実際の固相線を示している。また、Fig.3.16はFig.3.15から求めたMg量と凝固温度範囲⊿T(T_L-TsもしくはT_L-T_E)の

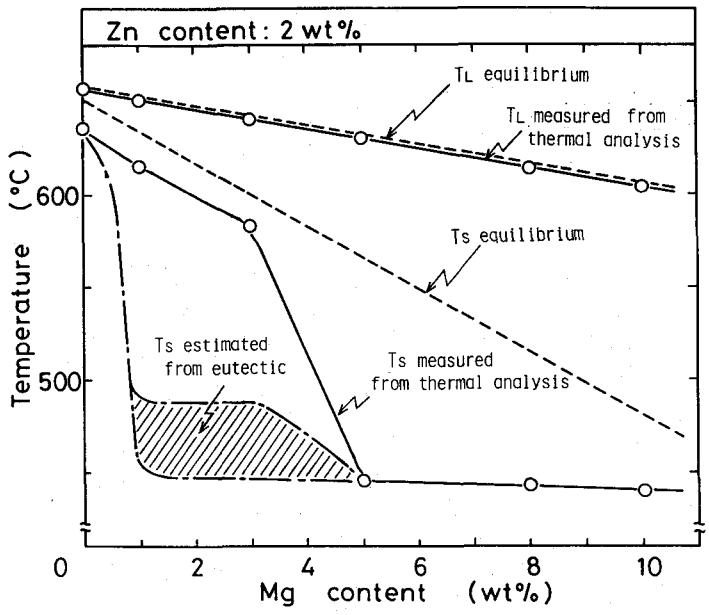


Fig.3.15 Effect of Mg content on T_L and T_S of Al-2wt%Zn-Mg alloy with different Mg content.

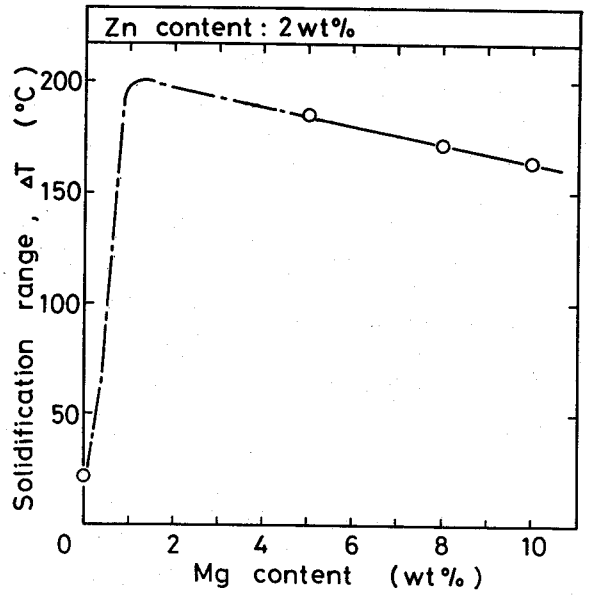


Fig.3.16 Effect of Mg content on ⊿T of Al-2wt%Zn-Mg alloy.

関係を示す。Mgが１％含有されると晶出物より推定される⊿Ｔは、Mg無添加の場合に比して急激に広くなり、割れ感受性の増大と対応している。またMg量が１％以上では⊿Ｔはやや減少傾向にあり、割れ感受性の減少傾向に関係していると思われる。しかし、これだけでは３％Mg以上における急激な割れ感受性の減少を説明するには不十分と考えられる。

３．３．３　総合的検討

合金の凝固割れ感受性の機構について、現在最も支持されているのは、Borland による"Generalized theory"である[97]。本説では Fig.3.17を用いて凝固過程を次の四つの段階に分けている。

1) 液相中に固相が晶出し始めた段階。

2) 初晶がお互いに絡み合ってくる段階。この段階では割れが発生しても液相により充塡される(Healing)ので、割れは形成されない。

3) 結晶粒界の形成段階。液相は網目状に残留しており、お互いに自由に移動することはできない。この段階を臨界凝固領域 (Critical Solidification Range)と呼び、この段階で、もし大きな歪が加わり、粒界に割れが発生するともはや残留液相も少なく、Healing現象は不可能となる。したがって この段階では液相－固相間の界面張力が重要となり、残留液相の界面接触角 θ_Dが小さいものでは、固相同志の結合面積が小さいので割れやすい。

4) 完全凝固段階。この段階では割れは発生しない。

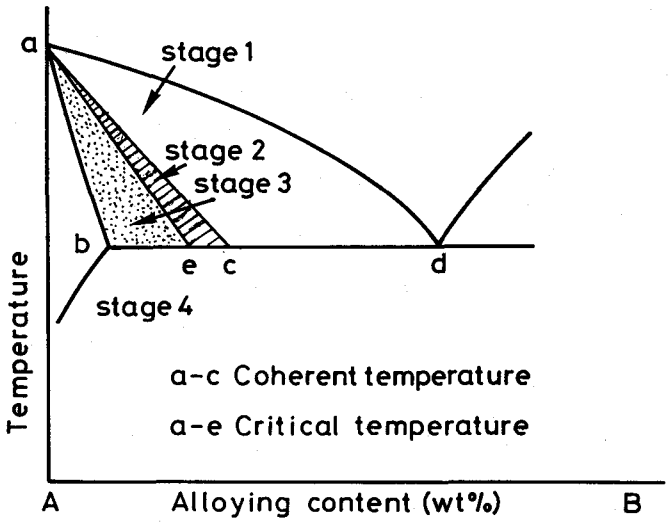


Fig.3.17 Schematic illustration of "Generalized theory" by Borland.

したがって、本説では 3)の臨界凝固領域の広い合金ほど、また、θ_Dの小さい残留融液を持つ合金ほど割れが起こりやすいことになる。

以上の説では、凝固割れ感受性に及ぼす結晶粒の影響には言及されていないが、一般にAl合金では第２章でも明らかにしたように結晶粒を微細化すると割れが発生しにくくなる傾向が認められている。この理由については 基本的にはPelliniら[105]がFig.3.18を用いて説明したように、結晶粒微細化により粒界面積が増大することにより、全歪量が一定であっても 個々の粒界に加わる歪量が相対的に減少するためである。

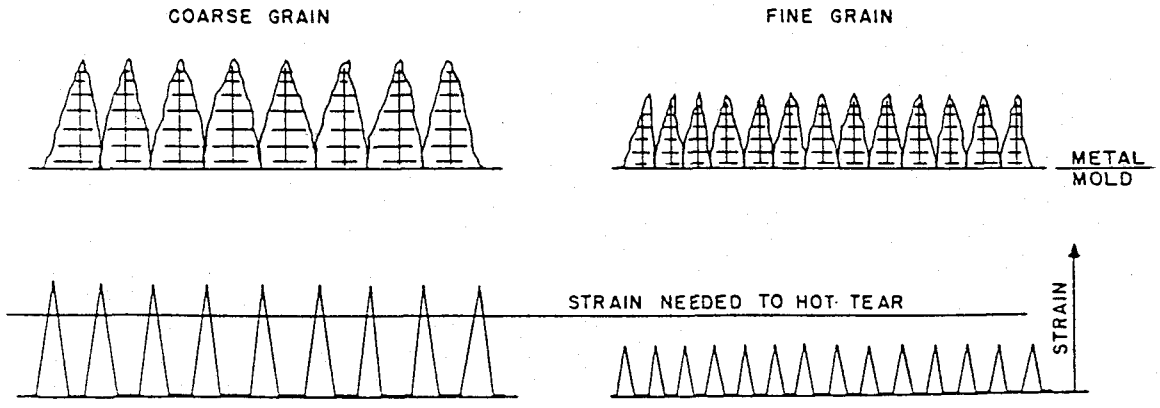


Fig.3.18 Schematic illustration showing effect of grain size on strain distribution at grain boundary liquid films under same total strain in each case by Pellini.

またさらに 、小林ら[106]及びKubotaら[107]は 固液共存温度域における引張試験結果に基づいて結晶粒微細化の効果を次のように説明している。すなわち、

1) 結晶粒が微細化されると、合金の実際の収縮開始時期が低温側にずれ、準固相域（Borlandの言うところの臨界凝固領域）が狭くなる。
2) 1)の結果、凝固収縮量は小さくなる。
3) 結晶粒の微細化により、準固相域での強度増加率（温度低下に対する強度の増加する割合）が高くなる。

このように結晶粒微細化による凝固割れ感受性の低減の理由については幾つかの説があるが、第２章で述べたようにAl合金の凝固割れ感受性に関してはマクロ的な因子として結晶粒は重要な因子として考慮されるべきと考えられる。

さてFig.3.19は、前項までに得られたリング鋳造割れ試験の結果を模式的にまとめて示したものである。上記の Borlandの説に、さらに結晶粒径の因子を新たに考慮して凝固割れ感受性に及ぼすMgの影響について考察すると次の様になる。

1) Mg無添加では、凝固温度範囲が狭い(b) にもかかわらずθ_Dが小さく(d)、凝固末期の粒界が残留液相によって非常に濡れやすい。また結晶粒も大きい(c)。 このため高い割れ率を示したものと考えられる。

2) １%Mgでは、割れ破面から Al-Zn-Mg系のかなり低融点と推定される晶出物が観察され、固相線が熱分析によるT_sよりかなり下がっていると考えられる。 このため、1)の場合に比して凝固温度範囲は急激に広くなっていると思われる(b)。またθ_Dの値も1)と同じく小さい(d)。さらに結晶粒も大きい(c)。したがってこれらの相乗効果によって最大の割れ長さを示したものと考えられる。

3) ２%Mg以上では、晶出物の組成及び熱分析結果より推定された固相線が、 2)の場合とほとんど変わらないために 凝固温度範囲はMg量の増加とともにやや狭くなるが(b)、その値はMg無添加の場合に比して大きい。しかし、結晶粒の微細化に伴って(c)、 準固相線温度が低下し、実質的に凝固割れの発生に関係すると考えられる準固相域はさらに狭くなることが予想される。さらにMg量の増大とともに、θ_Dの値もかなり大きくなり(d)、凝固末期の残留液相の濡れ性が急激に低下して、割れ率は著しく減少する（$\theta_D > 60°$で割れは極めて起こりにくくなるといわれている）。また 晶出物の増大（Healingの可能性が大きくなる）によっても割れ率は減少する(e)と考えられる。 したがってMg量の増加による割れ率の低下は、上記の 凝固温度範囲の減少、結晶粒の微細化、θ_Dの増大及び晶出物量の

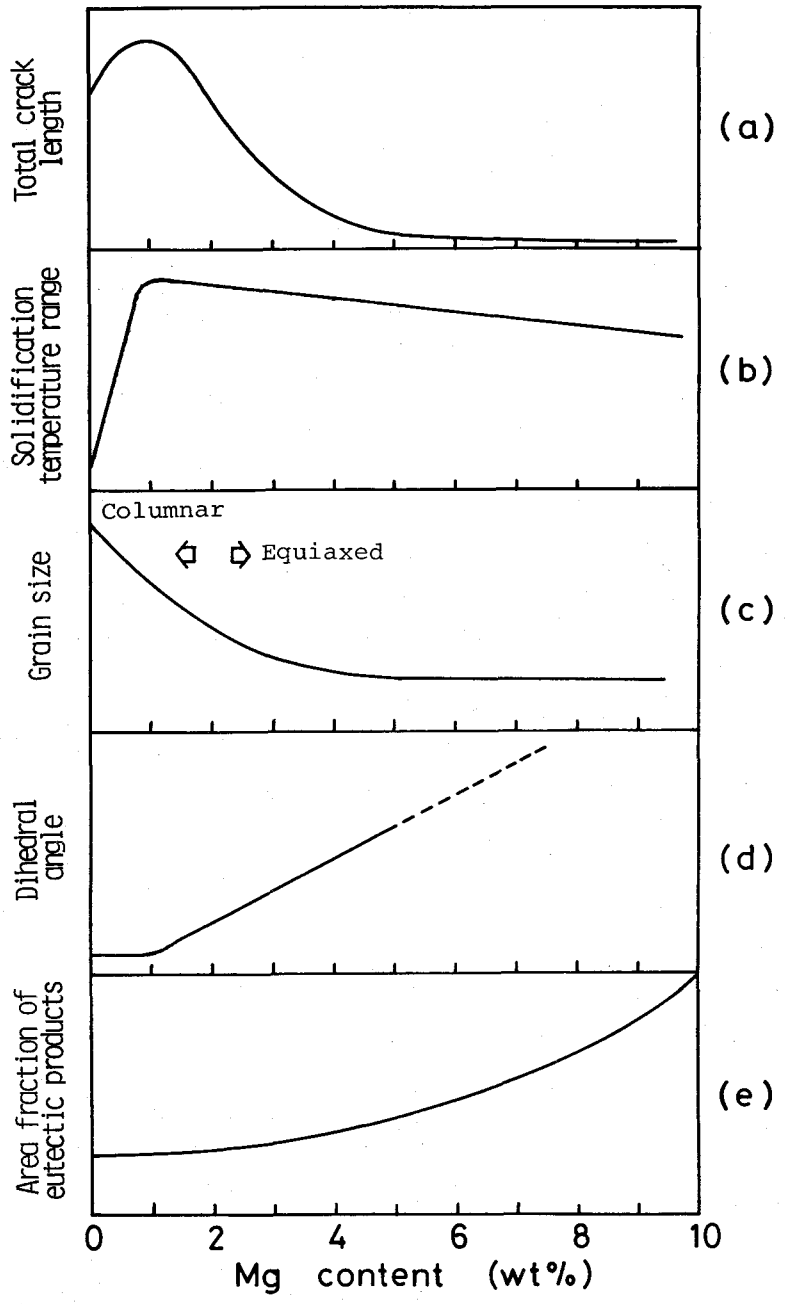


Fig.3.19 Schematic diagram showing combined effect of Mg on crack susceptibility evaluated by Ring casting test.

増大の相乗効果によると考えるのが妥当であろう。これらの因子の寄与率はリング鋳造割れ試験結果の範囲内では明らかにはできなかった。しかし、後述の溶接部の凝固割れ試験結果よりMg量の増加に伴う凝固割れ感受性の低減に対しては結晶粒の微細化が主たる因子であることが明らかにされている。

３．４　耐凝固割れ感受性に優れた溶加材組成の推定

Fig.3.20はリング鋳造割れ試験で求めた等割れ線図（Fig.3.6）上に、母材A7N01及び溶加材 A5356の組成をもとに溶接金属の予想組成を表したものである。図中のＡ及びＢ点はそれぞれ母材A7N01(4.5%Zn,1.2%Mg)及び溶接ワイヤA5356(５%Mg)の標準組成を示す。溶接金属の組成は理論的には溶加材の希釈率（溶加材成分が母材成分によって希釈される割合、%）にしたがって両点を結ぶほぼ直線上に位置することになる。なお、図中の破線はAl-Mg２元系ワイヤを用いた場合の等希釈率線を示し、また（）内の数字は 希釈率を示す。

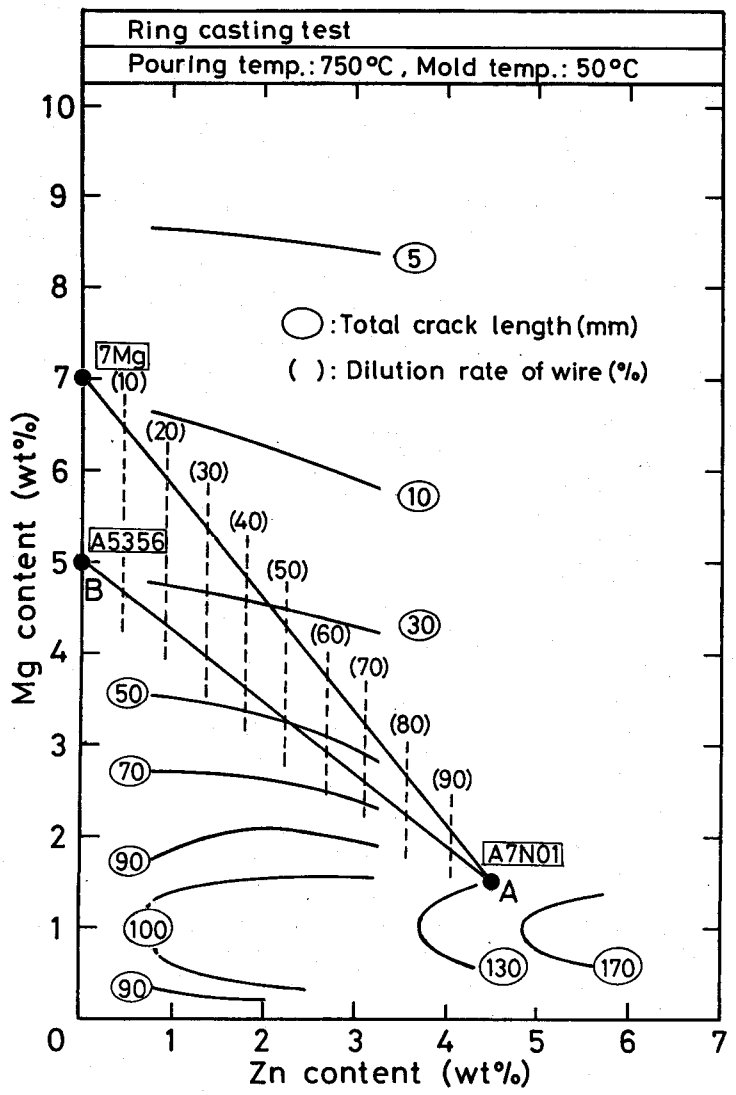


Fig.3.20 Estimation of crack susceptibility of GMA weld metal using A5356 and Al-7%Mg welding wires from cracking diagram measured by Ring casting test.

割れ試験結果より、Zn量が１～３％の範囲内ではA5083と同程度（割れ長さ 10～15mm）にまで十分に低い割れ感受性を得るためには溶接金属中のMg量は ５～5.5%以上が必要と考えられる。しかし、A5356ワイヤのMg量は高々５％であるために、このことは 困難であり、より高Mg量のワイヤが必要である。また溶接金属中のMg量を増加させるためにはワイヤの希釈率を小さくすれば良いが、小さな希釈率を得る溶接条件下では母材の溶融が少なくなるために、場合によっては母材が十分には溶融せず、いわゆる溶込み不足や融合不良を起こしやすくなる[6]。これは割れの発生と同等の重大な溶接欠陥である。このため通常、希釈率は30%程度が必要とされている。したがって、希釈率30%でも溶接金属中のMg量が５～5.5%以上を確保するためには 図中よりワイヤ中のMg量は７％かそれ以上が必要となることがわかる。

また、ワイヤへのZnの添加は溶接金属組成を割れ感受性の急激に高くなる高Zn側に移行させる危険性が高いために、むしろ避けるべきであり、事実一旦ＪＩＳ化された３元系ワイヤA7N11は現在はＪＩＳ登録を外され、まったく使用されていない。

したがって、リング鋳造割れ試験結果にもとずくAl-Zn-Mg３元系合金用の耐凝固割れ感受性に優れた溶加材組成としては、Al－高Mg合金溶加材が望ましく、Mg量としては７％以上が必要であると結論される。

３．５　試作Al-高Mg溶加材の凝固割れ感受性の評価

本節では3.4の結果に基づいて、試作したAl-7%Mgワイヤ（以下７Mgワイヤと略記する）（直径1.6mm）を用いて、母材A7N01に対する溶接クレータ及びビード部の凝固割れ試験を実施し、市販溶接ワイヤとの比較を行なった。

試作Al-高Mgワイヤの化学成分は Table 3.2に市販Al-Mg系ワイヤと比較して示した。Mg以外の成分元素の含有量はそれぞれワイヤの種類によらずほぼ同程度の値である。なお、Mg量８％以上のワイヤについても試作実験を行なったが、ワイヤとしての線引が不可能であり、ワイヤとして線引が可能なMg量は７～7.5%が上限であった。

（１）溶接クレータ部の凝固割れ感受性

Fig.3.21は母材 A7N01に対して溶接ワイヤとして試作７Mgワイヤと比較のためにすでに2.3.2(Fig.2.28)で述べた市販Al-Mg２元系合金ワイヤであるA5554及びA5356を用いたときのミグ溶接部のクレータ割れ率を溶接速度の変化に対して示す。また、割れ率の相対比較の基準値として、溶接構造用材料として最も実績のある母材A5083と溶接ワイヤA5183の組合せでのクレータ割れ率も合わせて示す。溶接電流はいずれも270Aと一定である。

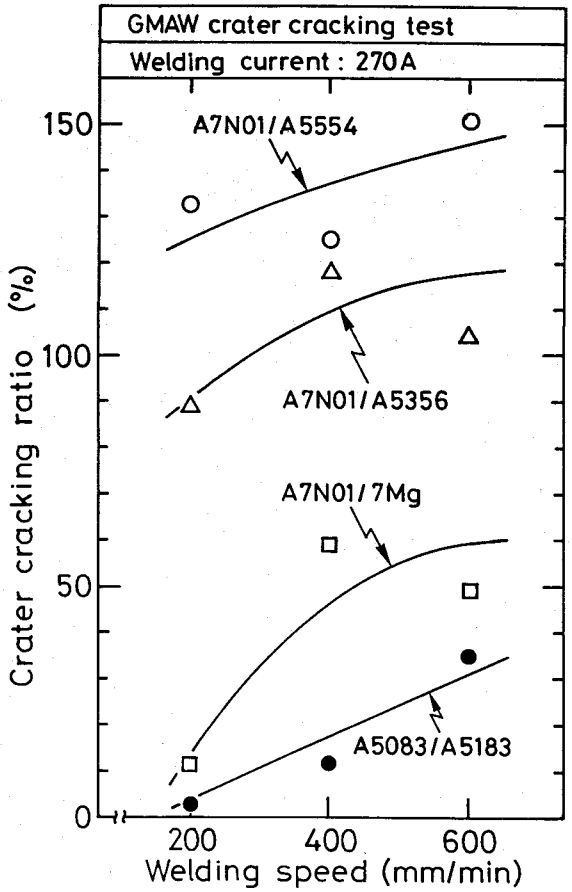


Fig.3.21 Effect of newly developed Al-7%Mg wire on crack susceptibility of GMA weld crater of A7N01 in comparison with A5083.

母材 A7N01に対して割れ率は溶接ワイヤ中のMg量の増加とともに明らかに小さくなった。特に、試作７Mgワイヤは A5356の 約1/2からそれ以下にまで低下し、A5083/A5183に比較するとやや高い値を示すものの、前節(3.4)での予想どうりに 耐凝固割れ感受性の顕著な改善効果が認められた。

Fig.3.22は溶接金属中のMg量とクレータ割れ率との関係を示す。溶接ワイヤの種類によらずクレータ割れ率とMg量との間には良い相関関係があり、Mg量の増加とともに割れ率は直線的に減少することが明らかになった。なおZn量はいずれも1.7～2.0%の範囲内であった。

またさらに、Fig.3.23は溶接クレータ部断面上でのマクロ組織を示す。割れ率の大なるA5554及びA5356に比して割れ率の小なる７Mg及び A5083/A5183ではより細かい結晶粒を示している。すなわち、Mg量の増加に伴うクレータ割れ率の低下はマクロ的には結晶粒の

微細化と関係していることになり、リング鋳造割れ試験結果と同様の結果であった。

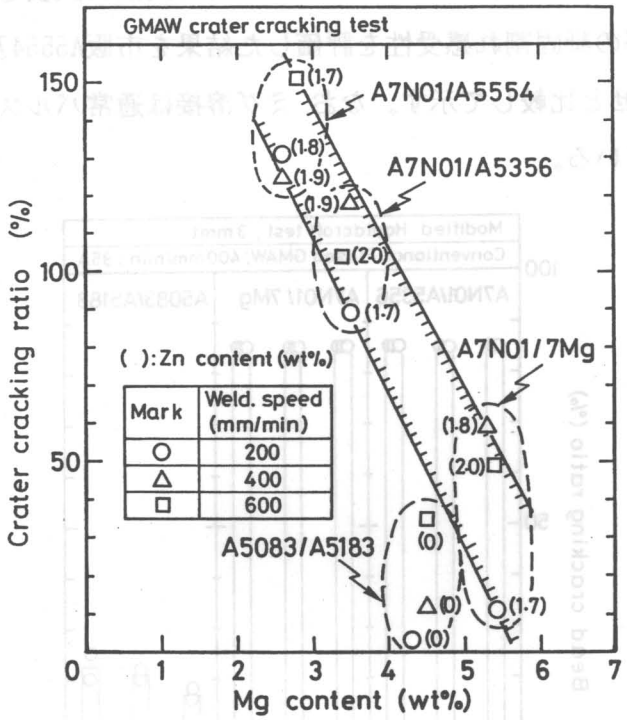


Fig.3.22 Effect of Mg content on crater cracking ratio of A7N01 GMA weld crater.

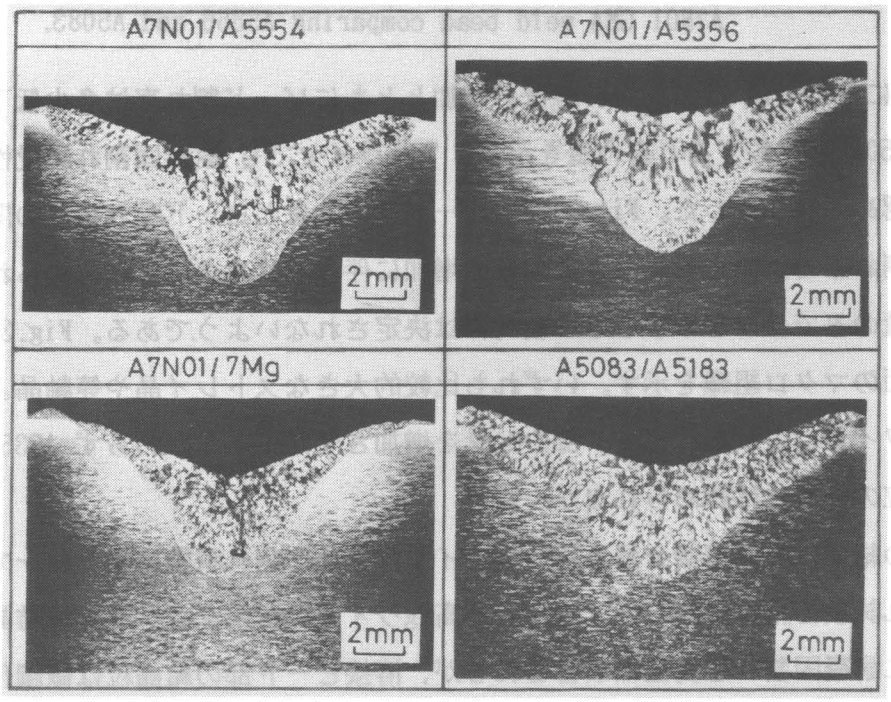


Fig.3.23 Crosssectional macrostructures of A7N01 GMA weld crater with different wires comparing A5083.

（２）溶接ビード部の凝固割れ感受性

Fig.3.24は母材A7N01に対してModified Houldcroft式割れ試験を用いて試作７Mgワイヤのミグ溶接ビード部の凝固割れ感受性を評価した結果を市販A5554及びA5356ワイヤ並びにA5356/A5183の組合せと比較して示す。なお ミグ溶接は通常パルスミグ溶接でありパルス周波数を変化させている。

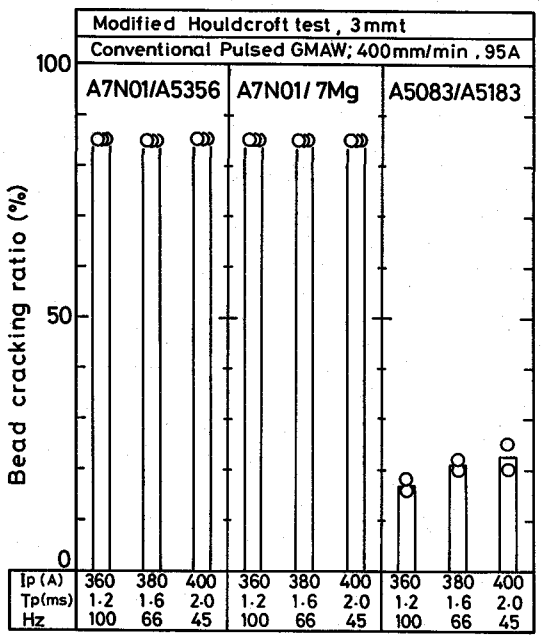


Fig.3.24 Effect of Al-7%Mg wire on crack susceptibility of A7N01 GMA weld bead comparing A5356 and A5083.

A7N01に対しては ワイヤ中のMg量の増加とともにビード割れ率は多少低下する傾向を示すが、A5083と比較すると高い値を示し、７Mgワイヤでも 耐凝固割れ感受性の顕著な改善効果は認められなかった。Fig.3.25はビード部のMg量とビード割れ率との関係を示す。クレータ割れ率で認められたようなMg量の増加に伴う割れ率の低下は認められず、割れ感受性はMg量のみではかならずしも一義的には決定されないようである。Fig.3.26は溶接ビード部断面のマクロ組織を示す。いずれも比較的大きなストレイ晶や等軸晶より成っており、７Mgワイヤにより溶接ビード部のMg量を増加させたにもかかわらず A5356ワイヤに比して結晶粒の微細化は認められなかった。

以上の結果は模擬溶接金属を用いたテイグ溶接部の割れ試験結果と同一であり、リング鋳造割れ試験の結果に基づいて試作した高Mgワイヤは溶接クレータ部の結晶粒は微細化するために耐凝固割れ感受性は改善されるが、溶接ビード部の結晶粒は微細化されず、単なる高Mg量化のみでは溶接ビード部の耐凝固割れ感受性を改善することは困難であることが明らかとなった。

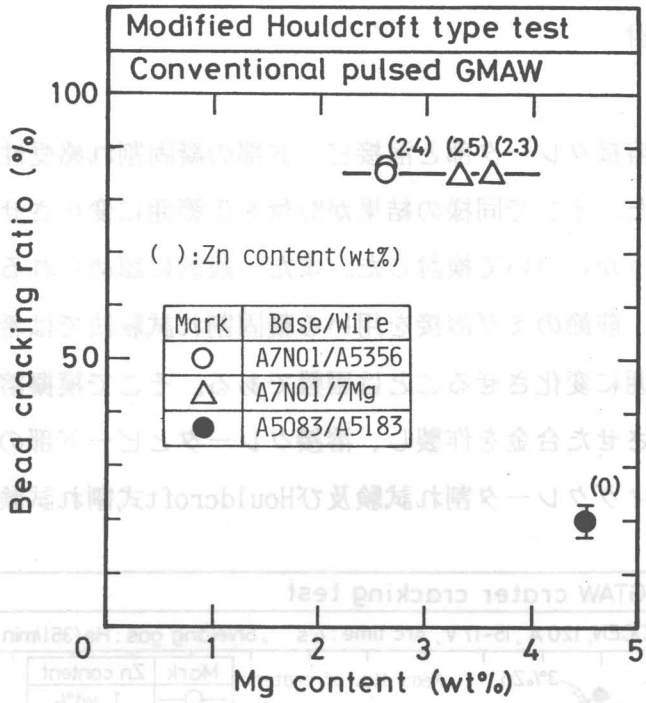


Fig.3.25 Relation between bead cracking ratio and Mg content of GMA weld bead.

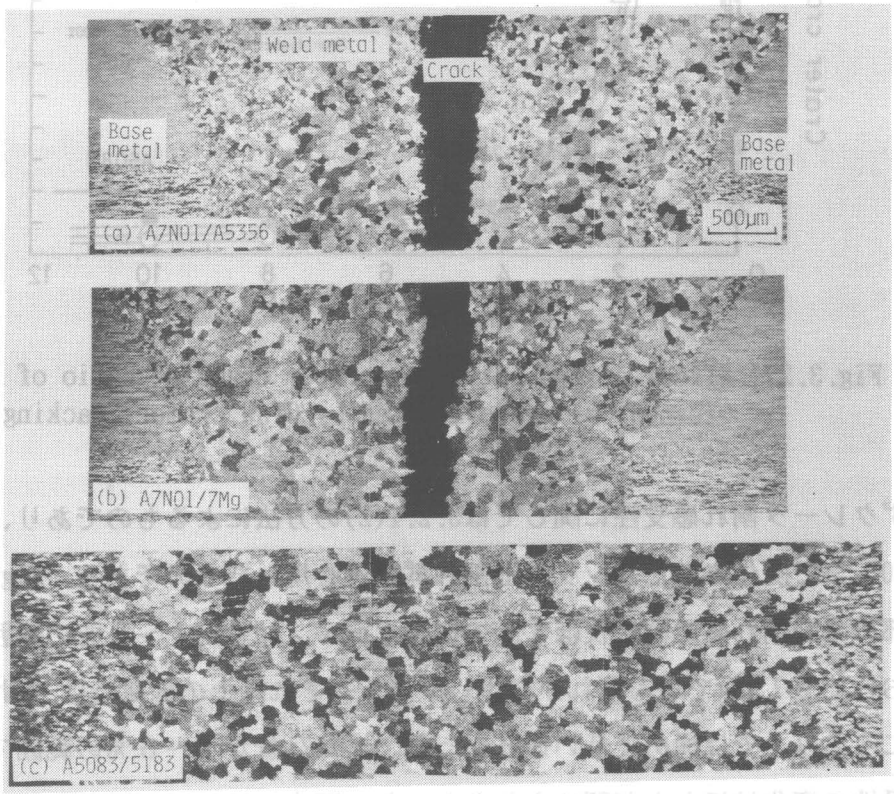


Fig.3.26 Crosssectional macrostructures of GMA weld bead.

３．６　溶接クレータ部と溶接ビード部における凝固割れ感受性に及ぼすMgの効果の相違に対する検討

前節の結果より溶接クレータ部と溶接ビード部の凝固割れ感受性に及ぼすMgの効果が異なる結果が得られた。そこで同様の結果がMg量を広範囲に変化させた場合にも一般的に認められるものかどうかについて検討した。また一般的に認められるものであればその理由について考察した。前節のミグ溶接を用いる凝固割れ試験法では希釈率を変化させても溶接部のMg量を広範囲に変化させることは困難である。そこで模擬溶接金属合金を用いてMg量を広範囲に変化させた合金を作製し、溶接クレータとビード部の凝固割れ感受性に及ぼすMg量の影響をティグクレータ割れ試験及びHouldcroft式割れ試験により評価した。

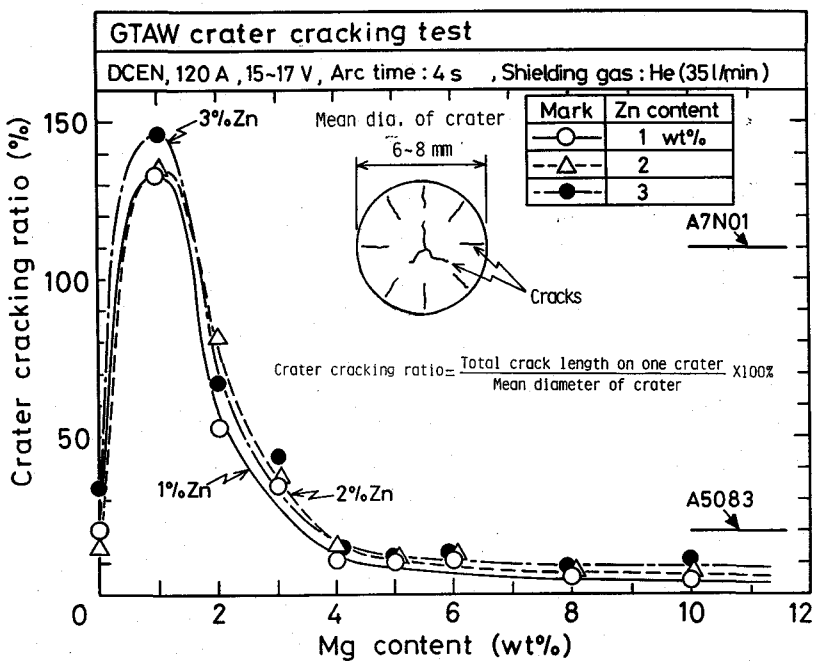


Fig.3.27　Effect of Mg content on crater cracking ratio of Al-Zn-Mg ternary alloys evaluated by GTAW crater cracking test.

まずクレータ割れ感受性に関しては3.2.1(2)の方法によるものであり、Znを３%まで、Mgを10%まで変化させたリング鋳造割れ試験片を用いたものである。Fig.3.27に溶接クレータ部の凝固割れ感受性に及ぼすMgの影響を示す。Zn量が１～３%の範囲ではいずれのZn量においても１%Mgで最も割れが発生しやすく、それ以上のMg量では 割れ感受性は低下し、特に４%以上では極めて低い値となった。またZn量が１～３%の範囲ではZn量による割れ感受性の変化はほとんど認められなかった。図中にはA7N01及びA5083に対する結果も合わせて示している。これよりA5083相当の低い割れ感受性を得るためには、Zn量が １～

３％程度の範囲では、Mg量が４％以上含有されていなければならない。このような傾向はFig.3.4のリング鋳造割れ試験の結果とほぼ同様である。したがって リング鋳造割れ試験の結果は少なくとも溶接クレータ部の割れ感受性とは一致しているとみなせる。Fig.3.28に溶接クレータ表面及び断面でのマクロ組織を示す。Mg量１％までは柱状晶の良く発達した粗大な組織であるが、Mg量３％以上では多数のストレイ晶が存在し、Mg量の増加に伴って結晶粒が微細化した。このようなMg量とマクロ組織との関係はリング鋳造割れ試験結果とほぼ同様であった。すなわち、溶接クレータ部の割れ感受性はMg量の増加にともなう結晶粒の微細化に強く依存していることを示している。

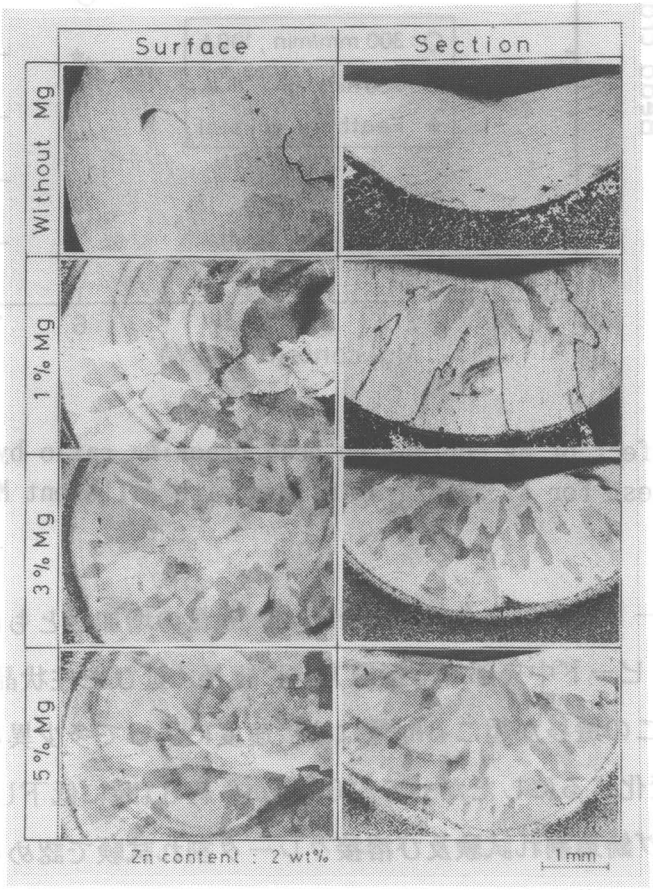


Fig.3.28 Crosssectional macrostructures of GTAW craters of Al-2wt%Zn-Mg alloys with different Mg contents.

次に、Fig.3.29は溶接ビード部の凝固割れ感受性に及ぼすMgの影響を示す。Zn量は約２％一定で、Mg量を約６％まで変化させた。また、試片は第４章以降で用いた模擬溶接金属合金に準じたものであり、Zn、Mg以外に、特に Zrを約0.1％添加している。Mg量が増加すれば割れ感受性はやや低下するが ６％Mgでもまだ割れ感受性は大きく、リング鋳造割れ試験及び溶接クレータ割れ試験で認められたようなMg添加による割れ感受性の低減効果は認められなかった。

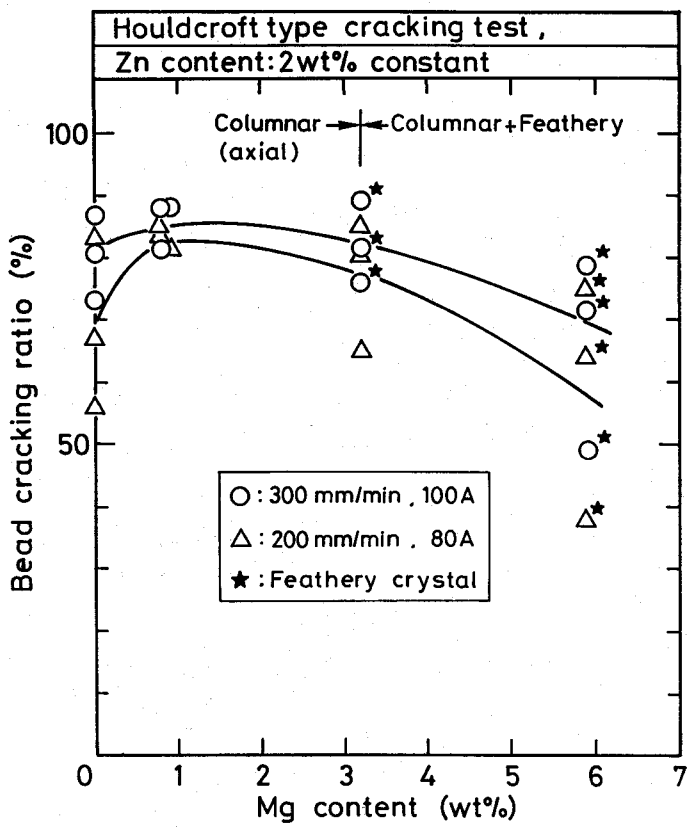


Fig.3.29 Effect of Mg content on bead cracking ratio by Houldcroft type test for Al-2wt%Zn-Mg alloys with different Mg contents.

Fig.3.30は溶接ビード表面のマクロ組織を示す。Mg量の増加とともにマクロ組織は柱状晶＋Axial crystal（ビード中央部で溶接線方向に細長く延びた柱状晶）から 柱状晶＋羽毛状晶に変化した。この遷移が起こるMg量は溶接速度によって多少異なり、溶接速度が 200から300mm/minに変化するにしたがって約６%Mgから約３%Mgに低下した。しかし これらの溶接条件ではリング鋳造割れ試験及び溶接クレータ割れ試験で認められたようなMg量の増加に伴う組織の著しい微細化は認められなかった。このために、溶接ビード部ではMg量の増加に伴う割れ感受性の顕著な低下は見られなかったものと考えられる。このように同一Mg量でもクレータ部とビード部で結晶粒の微細化の程度が異なるのは凝固時の凝固前面の温度勾配の違いに基づくものであり、温度勾配の小なるクレータ部の方が等軸晶が生成しやすい[108]。

以上の溶接クレータ及びビード部での相異なる割れ感受性及びマクロ組織の結果より、溶接部の凝固割れ感受性に及ぼすMgの効果は、Mg量が６%程度の範囲ではMg量の増加に

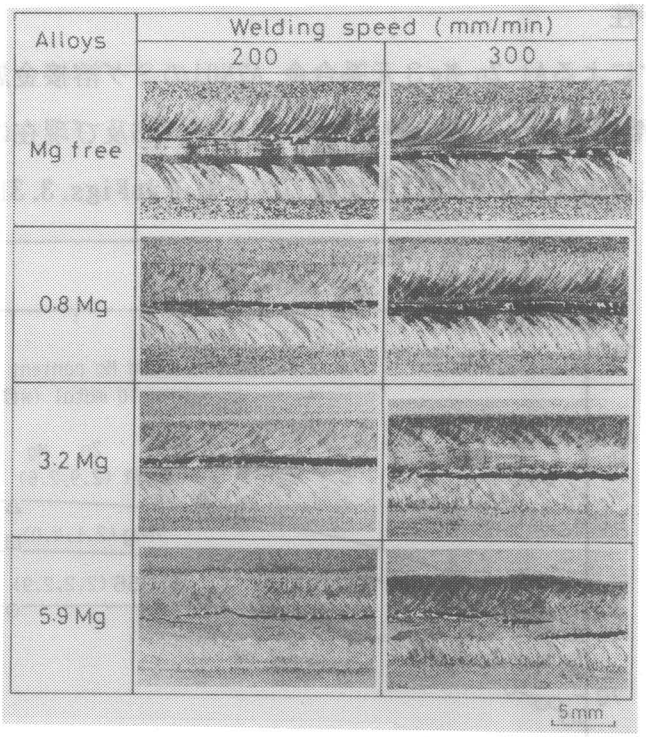


Fig.3.30 Macrostructures of weld bead surface of Houldcroft type test specimen of Al-2wt%Zn-Mg alloys with different Mg contents.

伴う結晶粒の微細化に主としてよるものであり、Mg量の増加により結晶粒が微細化した時にのみ割れ感受性は低下し、同一Mg量でも結晶粒が微細化しない場合には割れ感受性の顕著な低下は起こらないことが明らかとなった。

またこれらの結果を前節のリング鋳造割れ試験によるMgの効果に重ね合わせて考えてみると、Mg量の増加（約１％以上における）に伴う割れ感受性の低下に及ぼす因子の中では結晶粒の微細化が主たる因子であるとみなせる。

すなわち、ミグ溶接部の凝固割れ感受性の低減のためには単なるMg量の増加だけではなく、それに伴い結晶粒が微細化することが必要不可欠な条件である。このためには溶接ビード部の結晶粒微細化を図ることが極めて重要であることを強く示唆している。

３．７　試作Al-高Mg溶加材によるA7N01合金ミグ溶接継手の強度及び耐応力腐食割れ特性

試作Al-高Mg溶加材は Al-Zn-Mg３元系合金の溶接凝固割れ感受性を十分に改善するには至らなかったが、これまで本試作ワイヤのような高Mg量のワイヤによる溶接部の強度特性や耐応力腐食割れ(SCC)特性に関する研究はまったく報告されていない。そこで 本節では試作７MgワイヤによるAl-Zn-Mg３元系合金のミグ溶接部の強度及び 耐SCC特性について検討した。

３．７．１　強度特性

試作７MgワイヤによるAl-Zn-Mg３元系合金 A7N01のミグ溶接金属部の自然時効特性と引張強さをA7N01用溶接ワイヤとして使用されているA5356及び現在はＪＩＳから抹消され使用されていない共金系ワイヤの7N11と比較してそれぞれFigs. 3. 31及び32に示す。

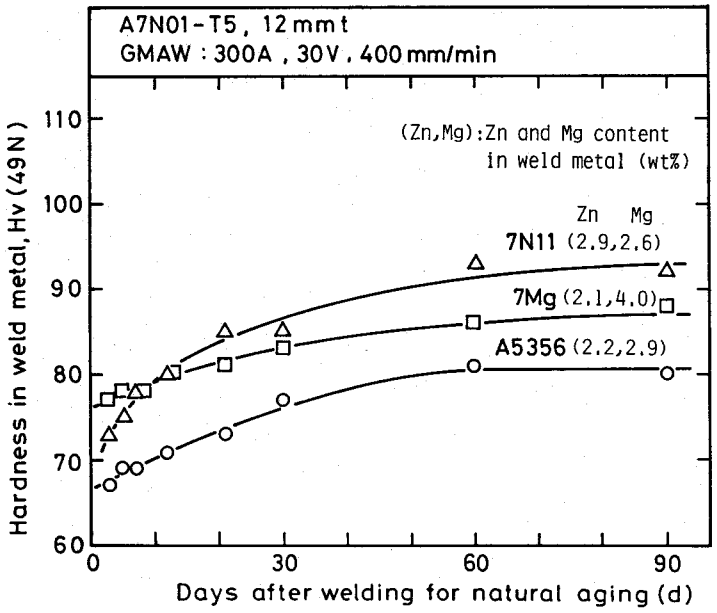


Fig.3.31 Natural aging characteristic of A7N01 GMA weld metal with different wires.

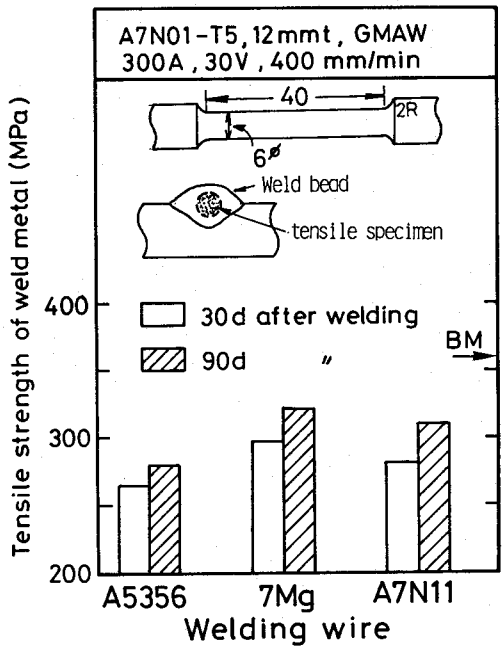


Fig.3.32 Tensile strength of A7N01 GMA weld metal after natural aging for different wires.

溶接金属の硬さはいずれのワイヤでも溶接後の自然時効時間（溶接後からの室温における放置経過時間、ただし溶接後の試片は自然空冷）とともに増加し、60ｄ以上ではほぼ一定値に飽和する傾向を示した。７Mgの硬さは自然時効性に優れている7N11よりも低いものの自然時効時間に関係なく A5356よりも高い値を示した。またさらに、溶接金属の引張強さはFig.3.31からも分かるように ７Mgは30及び90ｄともにA5356よりもかなり高い値であり、共金系の7N11と同等かむしろ若干高い値を示した。７Mgの溶接金属の硬さが7N11よりも低いにもかかわらずその引張強さが逆に高い値を示したのは溶接金属中のMg量が多いために加工硬化が著しくなったためと考えられる[109]。Fig.3.33は引張試験前と試験後の破断面近傍での硬さの比較を各ワイヤに対して示す。試験後はいずれのワイヤも加工硬化により硬さは増加しているが、特に７Mgの増加が著しく、最も高い値を示しており、上述のことを裏付けていると考えられる。

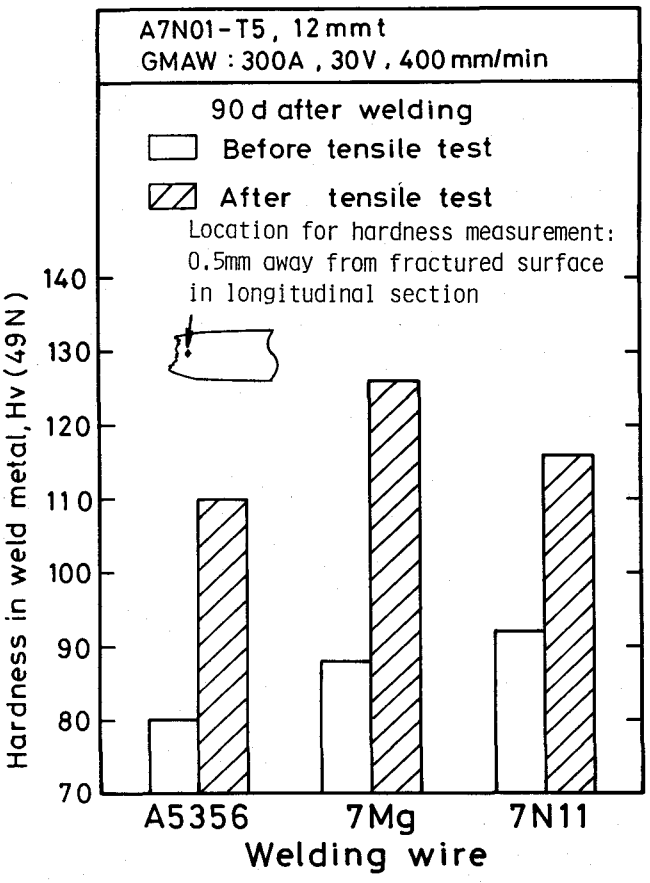


Fig.3.33 Comparison of weld metal hardness before and after tensile test for A7N01 GMA weld metal for different wires after 90d natural aging.

Table 3.4 Tensile test results for A7N01 GMA welded joint for different wires after natural aging for 7 and 30d.

Natural aging after welding (d)	Welding wire	Tensile strength σ_B (MPa)	Proof stress $\sigma_{0.2}$(MPa)	Elongation δ (%)	Fractured position
7	A5356	255	229	3.0	Weld metal
	A5556	259	227	3.0	Weld metal
	7Mg	282	260	3.3	HAZ
30	A5356	295	270	3.6	Weld metal
	A5556	299	271	3.7	Weld metal
	7Mg	301	272	3.6	HAZ
Base metal (A7N01)		361	281	17.5	-

つぎに、Table 3.4は７MgワイヤによるA7N01合金のミグ溶接部の継手引張特性（余盛削除材）を現行のA5356及びA5556ワイヤと比較して示す。自然時効時間が７ｄでは７Mg継手の引張強さ、0.2%耐力及び伸びは いずれも他のワイヤよりも大なる値を示したが、30ｄではいずれもほぼ同等の値となった。しかし、継手の破断部はA5356及びA5556では溶接金属部なのに対して、７Mgでは母材のHAZであった。母材であるA7N01合金は時効硬化材（T5処理：押出後、空冷→120℃、24hの人工時効硬化）であるために溶接に伴なう熱影響によりHAZにおいて過時効域と呼ばれる軟化部が存在する[110]。 A5356及びA5556では溶接金属の強度が低いために溶接金属部で破断する[111]が、７Mgではすでに述べたように溶接金属の強度が相対的に高いためにこのHAZ過時効域で破断したものと考えられる。

３．７．２　耐応力腐食割れ特性

Al-Zn-Mg３元系合金溶接部では、溶融境界部及びHAZにSCCが発生しやすいことが知られている[82, 112, 113]。試作７MgワイヤによるA7N01ミグ溶接部のSCC感受性をA5356ワイヤと比較して検討した。Fig.3.34は第１及び第２層溶接部に対してそれぞれ SCC促進試験（テスト１）を実施後、カラーチェックを行なった溶接部表面状態を示す。いずれのワイヤにおいても溶融境界部及び第１層溶接部ではビード表面全域にわたって着色部が認められたが、これらはいずれも単なる腐食に基づくものであり、SCC はいずれのワイヤにおいてもまったく観察されなかった。このことはFig.3.35に示す SCC促進試験後の第１層溶接部の断面写真からも明らかであり、割れは認められなかった。また腐食の程度もワイヤによる違いは認められなかった。 またさらに、SCC試験（テスト２）結果も同様の結果であった。

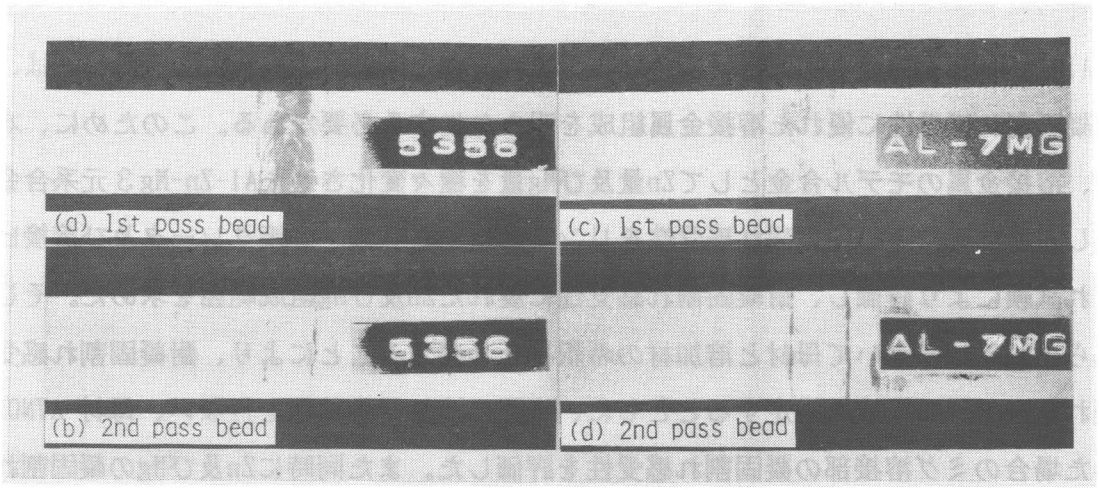


Fig.3.34 Appearance of penetrant tested specimens after SCC test for A7N0 GMA welded joint with A5356 and Al-7%Mg wires after natural aging for 30d.

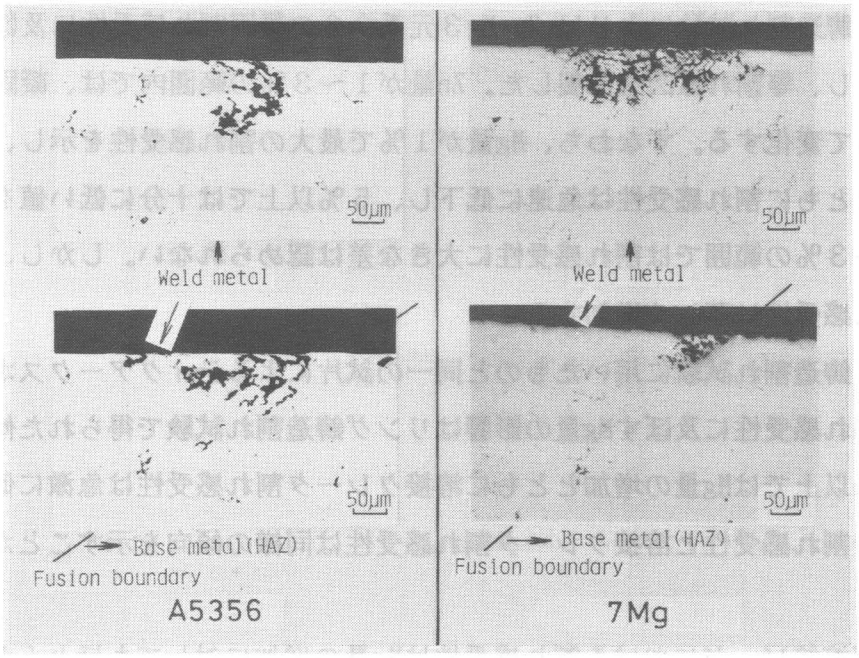


Fig.3.35 Crosssectional microstructures of 1st pass weld bead after SCC test for A7N01 GMA welded joint with A5356 and Al-7%Mg wires after natural aging for 30d.

以上の結果、試作７MgワイヤによるAl-Zn-Mg３元系 A7N01合金ミグ溶接部の強度特性は現在使用されている A5356ワイヤと同等かむしろ優れており、また耐応力腐食割れ特性もA5356と同等に十分に高いことが明らかになった。

３．８　結言

Al-Zn-Mg３元系合金用の耐凝固割れ感受性に優れた溶加材組成を求めるためには、まず耐凝固割れ感受性に優れた溶接金属組成を明らかにする必要がある。このために、本章では、溶接金属のモデル合金としてZn量及びMg量を種々変化させたAl-Zn-Mg３元系合金を作製し、これら合金の凝固割れ感受性をリング鋳造割れ試験、溶接クレータ及び溶接ビード割れ試験により評価し、耐凝固割れ感受性に優れたZn及びMg組成範囲を求めた。そしてこれらの結果に基づいて母材と溶加材の希釈率を考慮することにより、耐凝固割れ感受性に優れた溶加材の組成を推定するとともに、実際に溶加材の試作を行ない、母材 A7N01を用いた場合のミグ溶接部の凝固割れ感受性を評価した。また同時にZn及びMgの凝固割れ感受性に及ぼす影響について、金属組織学的観点から考察を加えた。さらに試作溶加材を用いた場合のミグ溶接部の強度及び耐応力腐食割れ特性についても検討を行なった。得られた結果を要約すると以下のようになる。

（１）リング鋳造割れ試験によりAl-Zn-Mg３元系合金の凝固割れ感受性に及ぼすZn及びMgの影響を検討し、等割れ線図を作製した。Zn量が１～３％の範囲内では、凝固割れ感受性はMg量によって変化する。すなわち、Mg量が１％で最大の割れ感受性を示し、これ以上のMg量の増加とともに割れ感受性は急速に低下し、５％以上では十分に低い値を示す。また、Zn量は１～３％の範囲では割れ感受性に大きな差は認められない。しかし、これ以上のZn量では割れ感受性は著しく増加する。

（２）リング鋳造割れ試験に用いたものと同一の試片によるティグアークスポット溶接クレータ部の割れ感受性に及ぼすMg量の影響はリング鋳造割れ試験で得られた傾向に一致し、Mg量が１％以上ではMg量の増加とともに溶接クレータ割れ感受性は急激に低下する。すなわち、鋳造割れ感受性と溶接クレータ割れ感受性は同様の傾向を示すことが明らかになった。

（３）テイグ溶接ビードにおける割れ感受性はMg量の増加に対してもほとんど低下せず、鋳造割れ及び溶接クレータ部で認められたようなMg量の増加に伴う割れ感受性の著しい低下は認められない。このようにMg量の効果は鋳造割れ及び溶接クレータ割れ感受性と溶接ビード割れ感受性とは異なることが明らかとなった。

（４）鋳造及び溶接クレータ組織はMg量の増加とともに柱状晶から等軸晶へと変化し、かつ、等軸晶領域ではMg量の増加とともに等軸晶は微細化する。これに対し、溶接ビード組織はMg量による変化はあまり認められず、Mg量が増加してもほとんど微細化しない。

（５）以上、⑴～⑷の結果より、本合金系で認められたMg量の増加による耐凝固割れ感受

性の改善効果は主として結晶粒の微細化作用に基づくものであると判断される。

（６）リング鋳造試験で得られた等割れ線図に基づくと、耐凝固割れ感受性に優れた溶接ワイヤ組成として Al-７%Mg２元系合金が選定された。 この試作Al-７%Mg溶接ワイヤは、市販Al２元系溶接ワイヤA5356と比較すると母材A7N01合金のミグ溶接クレータ部の耐凝固割れ感受性の改善には著しい効果を示した。しかし、同じミグ溶接ビード部の耐凝固割れ感受性の改善効果はほとんど認められなかった。これは、溶接クレータ組織はAl-７%Mgワイヤの使用によりA5356よりも結晶粒が微細化したのに対して、 溶接ビード組織はほとんど微細化しなかったためであり、基本的に上記の模擬接金属合金によるモデル実験の結果と一致した。

（７）Al-Zn-Mg３元系合金の溶接クレータ及びビード部の耐凝固割れ感受性の改善のためには単なるMg量の増加だけでなく結晶粒微細化が必要不可欠な条件であることが明らかになった。

（８）試作Al-７%MgワイヤによるAl-Zn-Mg３元系 A7N01合金ミグ溶接部の強度特性は現在使用されているA5356ワイヤと同等かむしろ優れており、また耐応力腐食割れ特性もA5356と同等に十分に高いことが明らかになった。

第４章　Ａ１－Ｚｎ－Ｍｇ３元系合金の溶接凝固割れ感受性の低減に有効な微量添加元素の選定に関する検討

４．１　緒言

第３章の結果より、Al-Zn-Mg３元系合金の溶接凝固割れ感受性の改善はMg及びZn量の制御だけでは困難であることが明らかになった。

一方、Al合金の鋳造時の凝固割れ感受性の低減には Ti、Zr、B、Ti+B等の微量元素の添加が有効であることが古くから知られており[84, 94, 114]、その理由は主として鋳造組織の結晶粒微細化による結晶粒界の歪の分散効果によるとされている[105]。溶接部の凝固割れ感受性に対しても同様の効果が認められており、特に代表的な溶接構造用Al合金であるAl-Mg系合金のA5083ではその溶接凝固割れ感受性の低減のために微量のTi+B添加が必須とされている[115]。Al-Zn-Mg３元系合金に対しても凝固割れ感受性に及ぼす微量元素の影響が鋳造[14, 16, 18-31]及び 溶接部[11-14, 16, 18, 19, 24-27, 31, 32]に対して検討されているが、まだ十分にはその効果は明らかにはされていない。このためAl-Zn-Mg３元系合金においては、A5083における Ti+B添加のように耐凝固割れ感受性の改善効果の観点からの利用例はまだなされていない。

本章では、Al-Zn-Mg３元系合金を Al-Mg合金ワイヤで溶接したときの溶接金属組成を模した合金を用いて、Al-Zn-Mg３元系合金の耐凝固割れ感受性の改善に有効な微量添加元素を見つけだすための検討をリング鋳造割れ試験法を用いて行なった。

４．２　使用材料及び凝固割れ試験法

４．２．１　使用材料

使用合金にはミグ溶接によりA7N01合金を溶加材A5356ワイヤで溶接したときの溶接金属組成を模した合金（以下これを模擬溶接金属合金と呼ぶ）を用いた。これには主要合金元素である ZnとMg量のみを調節添加したAl-Zn-Mg３元系合金と、さらに Zn及びMg以外の Mn、Cr、Zrなどの微量添加元素についても調節添加した Al-Zn-Mg３元系合金の２種類のものを用いた。

まず凝固割れ感受性の低減に有効な微量添加元素を選定するために、前者のAl-2%Zn-2%Mg合金を用いた。これは模擬溶接金属合金としては割れ感受性の高い組成である。さら

にこの合金を母材として、これに 微量添加元素として、B、Be、Cr、Cu、Fe、Mn、Si、Ti、Ti+B、V、Zr、Misch metalをそれぞれ単独に添加したものである。本章では微量の添加で割れ感受性の低減に効果的な元素を見つけだすことを目的としているために、その添加量はMisch metalとTi+Bを除いてはいずれも0.5%とした。また Misch metalとTi+Bの添加量はそれぞれ0.3及び0.06%とした。なお、Ti+BはTiとBの複合添加であり、工業的にはAl-5%Ti-1%B母合金の形で添加され、その添加量はTi量で表されている[116)]。

次に、上記の微量添加元素の中で、凝固割れ感受性の低減に効果的な元素については、さらにその添加量を変化させることにより、有効添加量を求めた。この場合には、母合金には実際の溶接金属に近い後者のAl-2%Zn-3%Mg合金を用いた。これは 母材A7N01と溶加材A5356の希釈率が50%としたときの溶接金属組成に相当し、Zn 及び Mg以外に、0.3%Mn、0.2%Cr及び0.1%Zrを含むものである。

4．2．2　凝固割れ試験法

凝固割れ試験法には合金組成を容易に、かつ任意に変化させることができるリング鋳造割れ試験法を用いた。試験法の詳細は 2.2.2で述べたとおりである。すなわち、黒鉛ルツボ中にてAr気流中下で模擬合金を溶解後、それぞれの微量添加元素の市販母合金を目的組成に秤量して添加し、750℃にて攪拌しながら 10分間保持後、50℃に予熱したリング状金型に鋳造した。室温まで空冷後、リング状鋳物を金型より取り出し、その表面上での割れの総長さを測定した。

4．3　凝固割れ感受性の低減に有効な微量添加元素の選別

リング鋳造割れ試験結果を Fig.4.1に示す。これより微量添加元素は、凝固割れ感受性に及ぼす効果に基づき、大略次の４つのグループに分類できた。すなわち、

(a) 割れ感受性を増大させる元素：

Cu

(b) ほとんど効果を示さないか、もしくはわずかに割れ感受性を低減させる元素：

Ni、Misch metal、Cr、V

(c) 割れ感受性をかなり（母合金の約1/2～1/3まで）低減させる元素：

Fe、Mn、B、Si、Be

(d) 割れ感受性を著しく（母合金の約1/3以下まで）低減させる元素：

Ti+B、Ti、Zr

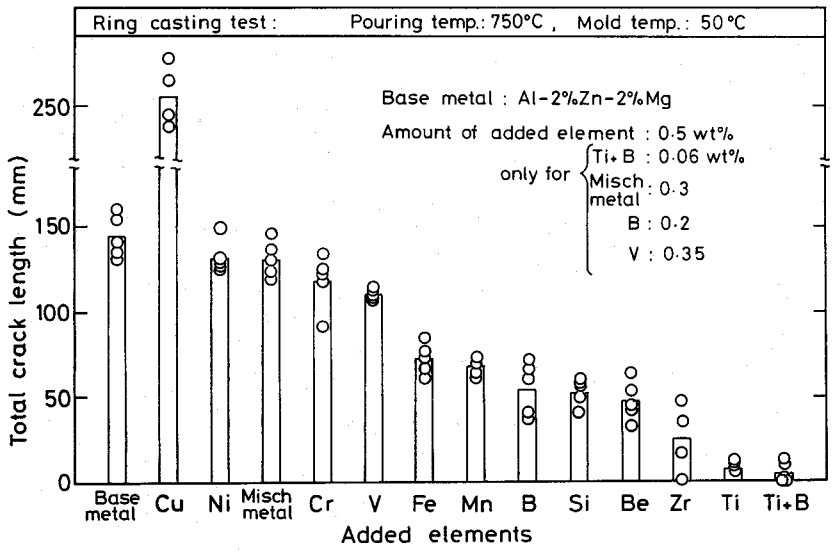


Fig.4.1 Effects of additional elements on total crack length of Al-2%Zn-2%Mg ternary alloys.

以上の結果より微量の添加で模擬合金の凝固割れ感受性を著しく低減し得る添加元素としてはTi+Bが最も有効であり、ついでTi及びZrが有効であることが明らかになった。これらの(d)グループの元素はいずれもAl合金の鋳造組織の結晶粒微細化元素としてよく知られているものである[85, 94]。

Fig.4.2はリング状試片の断面上での平均結晶粒径の測定結果を示す。割れ感受性を低減させる効果を示した(c)及び(d)のグループの元素ではいずれも、その平均結晶粒径は母合金の半分以下に微細化している。

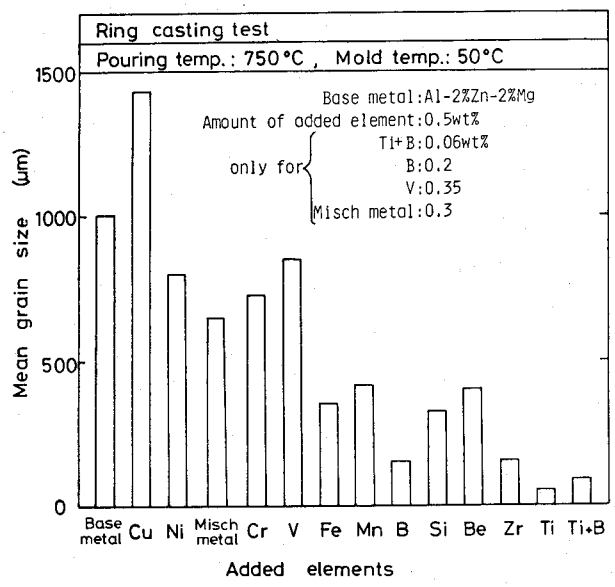


Fig.4.2 Effect of additional element on mean grain size of ring cast metal.

Fig.4.3は平均結晶粒径と総割れ長さとの関係を示す。両者の間にはほぼよい相関関係が認められ、添加元素の種類に関係なく結晶粒径の減少とともに凝固割れ感受性もほぼ直線的に低下した。

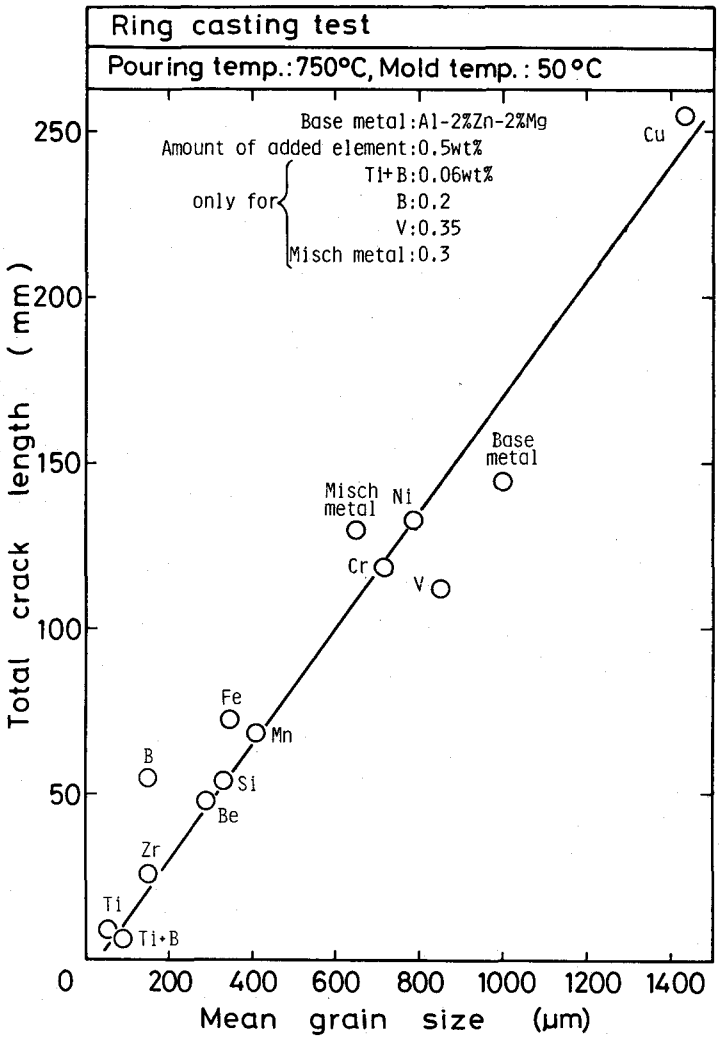


Fig.4.3 Relation between mean grain size and total crack length.

したがって、これら微量添加元素の凝固割れ感受性の低減効果は主として結晶粒微細化効果によることが明らかとなった。

なお、Ti+Bは Tiのわずか1/10程度の添加量でTi単独添加以上の著しい結晶粒微細化効果を示すことが知られている[94, 116]。このため 現在ではAl合金鋳塊の結晶粒微細化のためにはTi単独添加ではなく、Ti+B添加が主に用いられている。また代表的な溶接構造用Al合金であるAl-Mg-Mn系のA5083やその溶加材であるA5183においてもティグ及びミグ溶接部の凝固割れ感受性の改善のためにTi+Bが添加されている。この場合も、Ti単独添加に比し

てTi+B添加では極めて微量の添加で著しい結晶粒微細化効果があり、また同時に顕著な凝固割れ感受性の改善効果が明らかにされている[117, 118]。

以上のような観点より、本研究でもTi系微量添加元素としてはTi+Bを選定し、次節において、Zrと共にその有効添加量について検討した。

4．4　Zr と Ti+B の有効添加量に対する検討

4．4．1　Zr

模擬溶接金属合金 （Al-2%Zn-3%Mg系合金）の凝固割れ感受性に及ぼす Zr量の影響をFig.4.4に示す。なお この場合には、基合金にはZrは添加していない。総割れ長さはZr量が 0.1 ～ 0.13%ではZr無添加時よりも多少大なる値を示したのち、それ以上の添加量では急激に減少した。Fig.4.5はリング状試片のミクロ組織を示す。Zr量が 0.13%までの割れ感受性の大なる組織は粗大な柱状晶もしくは粗大柱状晶と粗大等軸晶の混在組織を呈するが、Zr量が0.24%以上では急激に微細等軸晶化した。したがって、Fig.4.4に示す Zr添加による割れ感受性の低減は結晶粒微細化によることが明らかである。また、その有効添加量は、0.24%以上が必要となる。

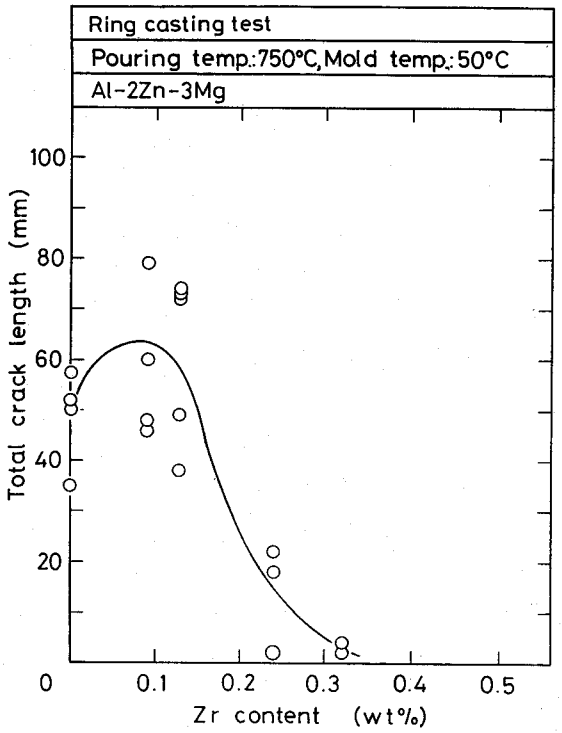


Fig.4.4　Effect of Zr addition on total crack length of Al-2%Zn-3%Mg synthesized-weld-metal alloy.

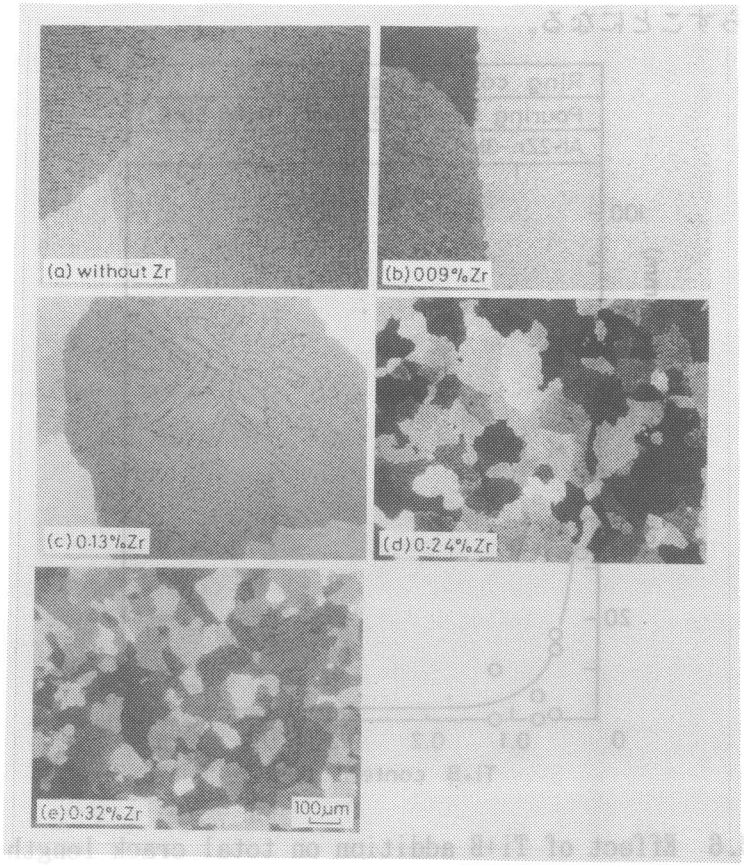


Fig.4.5 Macrostructures of ring cast metal of Al-2%Zn-3%Mg synthesized-weld-metal alloy with different Zr content.

４．４．２ Zr と Ti+B との共存性

すでに緒言でも述べたごとく、Zr はAl-Zn-Mg３元系合金母材の耐SCC感受性の改善のために添加されている必要元素であり、通常 0.12～0.16％添加される。4.3においては有効微量添加元素の一つとしてZrと共にTi+Bが選定されたが、Ti+Bを溶加材を通じて溶接金属中に添加した場合、必然的に Zrと Ti+Bとの複合添加となる。しかし、この場合、ZrはTi+Bの結晶粒微細化作用に対して悪影響を与えることが二、三の研究者により示唆されているが[119-122]、まだ明確な実験データは示されていない。そこで、この点も含めて、Zrを含有するAl-Zn-Mg３元系合金の耐凝固割れ感受性の改善のための有効添加量について検討した。

Fig.4.6は模擬溶接金属合金である Zrを含むAl-Zn-Mg３元系合金の凝固割れ感受性に及ぼすTi+B添加の影響を示す。0.02％では総割れ長さはわずかに低下するのみであるが、0.05％以上では顕著な割れ防止効果が認められた。また、Fig.4.7に そのミクロ組織変化を示す。0.02％では組織は粗大等軸晶であるが、割れ感受性の低下した0.05％では微細等軸晶化しており、Ti+B添加の場合も割れ感受性の低減は結晶粒微細化に基づいていることは明らかである。このようにTi+Bは Zrに比して約1/5の添加量で著しい耐凝固割れ感受性

の改善効果をもたらすことになる。

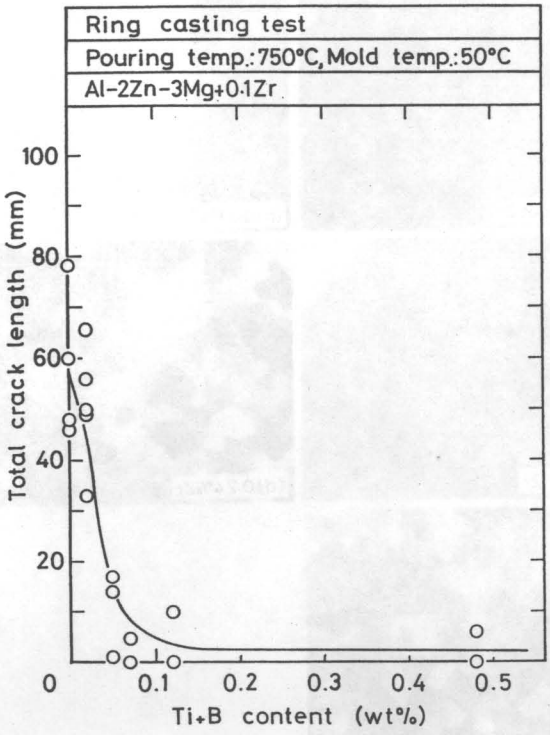


Fig.4.6 Effect of Ti+B addition on total crack length of Al-2%Zn-3%Mg synthesized-weld-metal alloy containing 0.1%Zr.

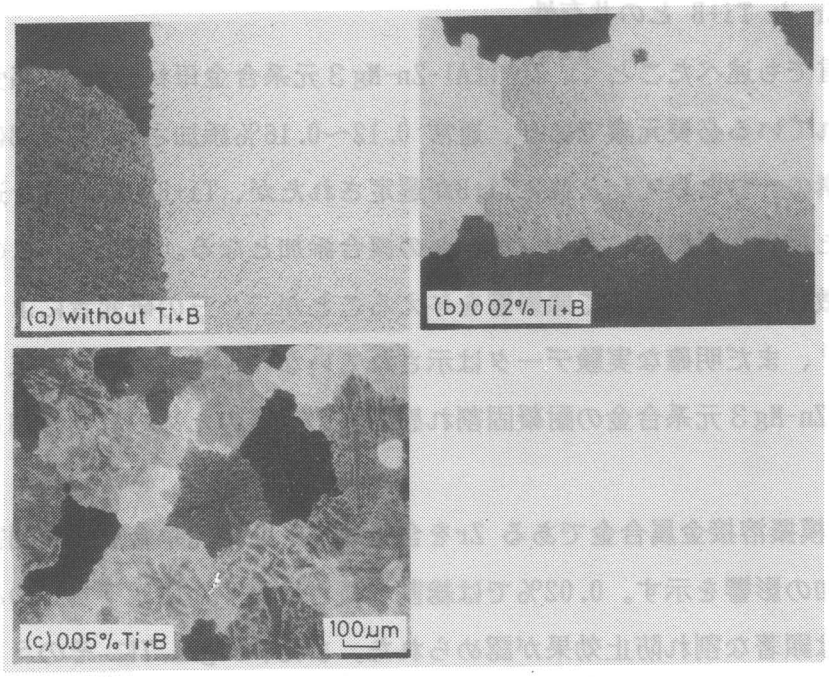


Fig.4.7 Macrostructural change of ring cast metal caused by Ti+B addition on Al-2%Zn-3%Mg synthesized-weld-metal alloy containing 0.1%Zr.

しかし、その一方、純AlやAl-Mg合金に対してはTi+Bはわずか0.002%程度の添加で著しい結晶粒微細化効果を示すことが知られており[116]、この観点からはFig.4.7に示すAl-Zn-Mg３元系合金に対するTi+Bの結晶粒微細化効果は明らかに劣っていることになる。この原因としては模擬合金中のZrとTi+Bとのなんらかの相互作用が考えられる。

Fig.4.8はZrの代わりに Ti+Bを0.02%添加したAl-Zn-Mg３元系合金を基合金とし、これに Zrを0.45%まで添加したときの総割れ長さとZr量との関係を示す。また、Fig.4.9にそのミクロ組織変化を示す。

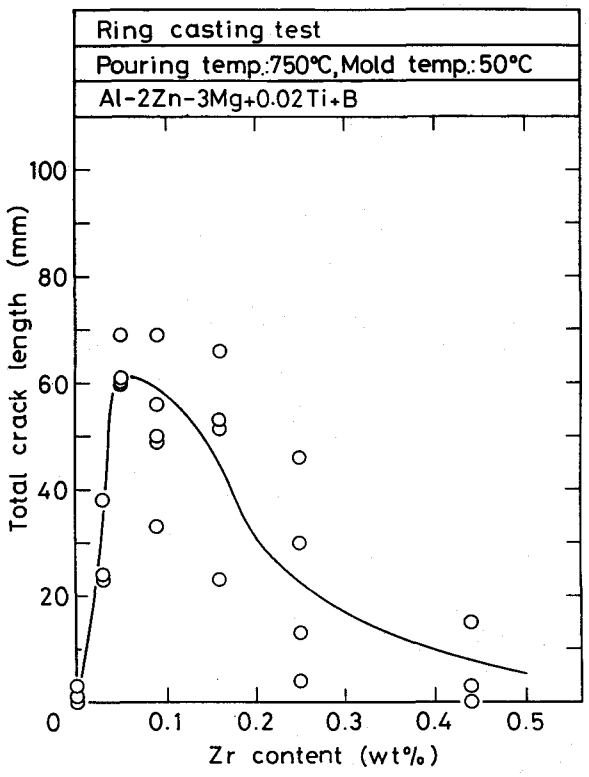


Fig.4.8 Effect of Zr addition on total crack length of Al-2%Zn-3%Mg synthesized-weld-metal alloy containing 0.02%Ti+B.

Zr無添加時には、0.02%のTi+B添加により凝固割れ感受性は著しく低い値を示し、割れはほとんど発生しなかった。また、Fig.4.9(a)よりこの時の組織は微細等軸晶化していた。このような傾向は すでに述べたようにAl-Mg合金などに対する一般的なTi+Bの効果と同様であった。しかし、Zr添加時にはFig.4.6に示したように 0.02%Ti+Bでは高い割れ感受性を示したことを考慮すると、Zrの存在によりTi+Bの割れ防止効果が阻害されていることになる。このことは、Fig.4.8よりさらに明白であり、Zr量の増加と共に 総割れ長さは

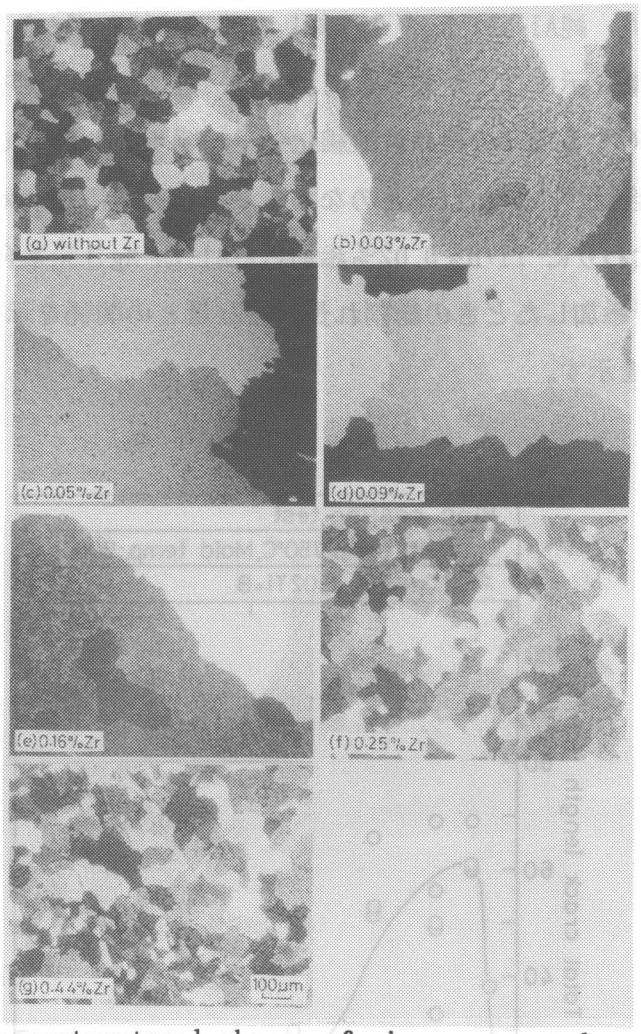


Fig.4.9 Macrostructural change of ring cast metal caused by Zr addition on Al-2%Zn-3%Mg synthesized-weld-metal alloy containing 0.02%Ti+B.

急激に増大し、0.05～0.09%Zrで最大値を示したのち、0.25%以上では再び総割れ長さは減少する。このことはZr添加量の増加と共にTi+Bの割れ防止効果は急速に消滅することを示している。なお、0.25%以上での総割れ長さの低下は Fig.4.4にも示したZr自体の効果である。さらに、Fig.4.9のミクロ組織変化より、Zr量の増加と共に 結晶粒は急速に粗粒化し、Zrの存在によってTi+Bの結晶粒微細化能が著しく阻害されていることが明白となった。しかし、Zr量が充分に多ければ（0.25%以上）、Zr自体の結晶粒微細化作用によって組織は再び微細化することになる。

以上の結果より、A7N01合金のミグ溶接では、溶接金属には常に0.06～0.1%程度のZrが含有されていることを考慮すると、Ti+B添加により凝固割れ感受性の低減を図るにはその添加量は約0.05%以上が必要である。

しかし、この値はA5083に対して添加されているTi+B量（Table 2.1 及びTable 3.2のB量を参照）の５～10倍もの多量の値である。また、Ti+B は微量の添加で著しい結晶粒微

細化効果を示すが、その反面Ti+B添加により靱性、特に低温靱性がTiやZr添加に比して著しく劣化することが知られている[123-125]。 このため、Ti+Bの添加量は極力少なくされており、約0.01%以下に押さえられている[116]。

したがって、実用上の見地からは、Ti+B添加はAl-Zn-Mg３元系合金の耐凝固割れ感受性を改善するための微量添加元素としてはむしろ不適当と判断される。

４．５ 結言

本章ではAl-Zn-Mg３元系合金を Al-Mg合金ワイヤで溶接したときの溶接金属組成を模した合金を用いて、Al-Zn-Mg３元系合金の凝固割れ感受性の改善に有効な微量添加元素を見つけだすための検討をリング鋳造割れ試験法を用いて行なった。得られた結果を要約すると次のごとくなる。

（１）Zrを含まない Al-2%Zn-2%Mg合金に微量添加元素として、B、Be、Cr、Cu、Fe、Mn、Si、Ti、Ti+B、V、Zr及び Misch metalをそれぞれ単独に最高0.5%まで添加し、その凝固割れ感受性に及ぼす影響を調べた結果、凝固割れ感受性を著しく低減させる元素はTi+B、Ti 及び Zrである。 次いで、Fe、Mn、B、Si、Be は 割れ感受性をかなり低下させ、Ni、Misch metal、Cr、V はほとんど影響を与えないが、Cu は逆に割れ感受性を著しく増大させる。

（２）これら微量元素を添加したときの凝固割れ感受性と割れ試験後の合金の結晶粒径との間にはよい相関性が認められ、凝固割れ感受性は結晶粒径の減少と共に直線的に低下し、凝固割れ感受性の低減は結晶粒微細化によることが明らかになった。

（３）Zr添加によりAl-2%Zn-3%Mg合金の凝固割れ感受性を充分に低下させるためには組織が微細等軸晶化する0.24%以上の添加量が必要である。

（４）Ti+BはZrを含まない合金においては微量の添加量で著しい割れ防止効果を示すが、Zrを含む合金ではその割れ防止効果は阻害される。この理由はZrの存在によりTi+Bの結晶粒微細化作用が阻害されるためである。

（５）A7N01合金には常に Zrが0.12～0.16%添加されていることを考慮すると、本合金系溶接部の凝固割れ感受性の改善のための有効添加元素としては、母材自体にすでに添加されているZrが最適と判断される。

第５章　ジルコニウム添加によるＡｌ－Ｚｎ－Ｍｇ３元系合金の溶接凝固割れ感受性の低減化の検討

５．１　緒言

第４章においては、鋳造割れ試験を用いて実用Al-Zn-Mg３元系合金の凝固割れ感受性を改善するための微量添加元素に対するスクリーニング試験を行ない、１２種類の微量添加元素の中でジルコニウム（Zr）が最も有効であることを明らかにした。

本章ではこのような鋳造材におけるZrの有効効果が実際のアーク溶接部においても有効であるかどうかを検討するためにティグ溶接部の凝固割れ感受性に及ぼすZrの効果及びその有効添加量、さらに凝固割れ感受性の改善機構について検討を行なった。このため、第４章で用いたものと同様のA7N01合金を溶加材A5356を用いてミグ溶接したときの模擬溶接金属合金（Al-2%Zn-3%Mg）で、Zr量を 0～0.36%まで種々変化させて添加した合金を用いて、ティグ溶接部のクレータ部及びビード部の凝固割れ感受性に及ぼすZrの影響を溶接部の組織と対応させて検討した。

５．２　使用材料及び実験方法

５．２．１　使用材料

試作合金の化学成分を Table 5.1に示す。緒言で述べたごとく、母材A7N01合金（Al-4.5%Zn-1.2%Mg系）を溶加材A5356でミグ溶接したときの溶接金属組成（希釈率50%の場合）に相当するAl-2%Zn-3%Mg系合金を基本合金とし、これにZrを最高0.36%まで添加したものである。A7N01合金には Zrが約0.13～0.15%程度添加されているので、試作合金のうち

Table 5.1　Chemical compositions of materials used.

Materials	Chemical compositions (wt%)						
	Si	Fe	Mn	Mg	Cr	Zn	Zr
Zr free	0.05	0.18	0.25	3.00	0.10	2.10	-
0.1 Zr	0.05	0.18	0.26	2.80	0.16	1.94	0.09
0.16 Zr	0.05	0.18	0.25	3.00	0.16	2.10	0.16
0.24 Zr	0.05	0.18	0.26	2.80	0.16	1.94	0.24
0.36 Zr	0.05	0.18	0.24	3.20	0.15	2.20	0.36

- : not added

、0.1Zr合金が実際の溶接金属にほぼ相当する。 Zrが0.24%までは連続鋳造法により鋳造後、熱間押出により得た。また 0.36Zr合金は通常の溶解法により、溶解温度を800℃と高くして、ブックモールドに鋳造後、熱間圧延により得た。いずれも、板厚２mmの焼きなまし材である。

５．２．２　溶接凝固割れ試験法

溶接クレータ部の凝固割れ感受性はティグ溶接クレータ割れ試験により、また溶接ビード部の凝固割れ感受性はHouldcroft式割れ試験及び定速度引張式割れ試験によった。試験法の詳細はいずれも 2.2.2のとおりである。また、Table 5.2 にこれら試験の溶接条件を示す。いずれもティグ溶接によるビード溶接で溶加材は使用していない。

Table 5.2　Welding conditions used.

Cracking test	Welding current (A)	Arc voltage (V)	Welding speed (mm/min)	Arc time (s)	Polarity
GTAW crater cracking test	100	18	-	6	AC
Houldcroft type test	100	18	300	-	AC
Tensile cracking test	55	21	150	-	DCEP

５．３　溶接クレータ部の凝固割れ感受性

溶接クレータ割れ率に及ぼすZrの影響をFig.5.1に示す。割れ率は 0.1%Zrで一度増加したのち、Zr量の増加と共に減少し、0.36%Zrでは著しく小さな値を示した。Fig.5.2はクレータ表面組織を示す。割れ率の大なるZr量0.16%までの合金では組織は主として柱状晶である。中でも割れ率の最も大なる0.1Zr合金では 柱状晶がクレータ中心部までよく発達していた。割れ率が低下しはじめる0.24Zr合金では 微細等軸晶と柱状晶（Stray晶[126)]）の混在組織であり、割れはクレータ中心部の柱状晶域でのみ発生した。さらに割れ率が最も低い0.36Zr合金ではクレータ全域が微細等軸晶であり、割れはクレータ中心部の比較的小さな収縮孔内にのみ認められた。

すなわち、本系合金の溶接クレータ割れ感受性は0.24%以上、特に0.36%程度のZr添加によって著しく低減され、またこの割れ感受性の低減は結晶粒微細化に強く関係していることがわかった。

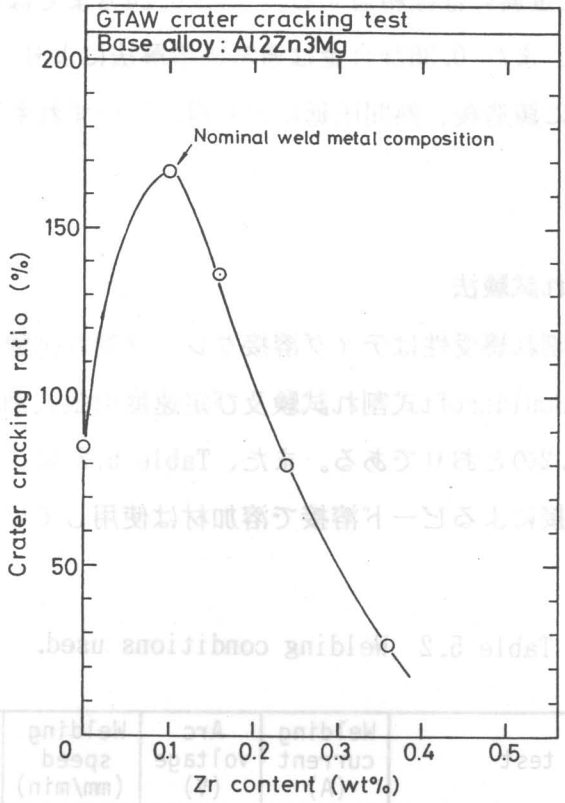


Fig.5.1 Effect of Zr content on crater cracking ratio.

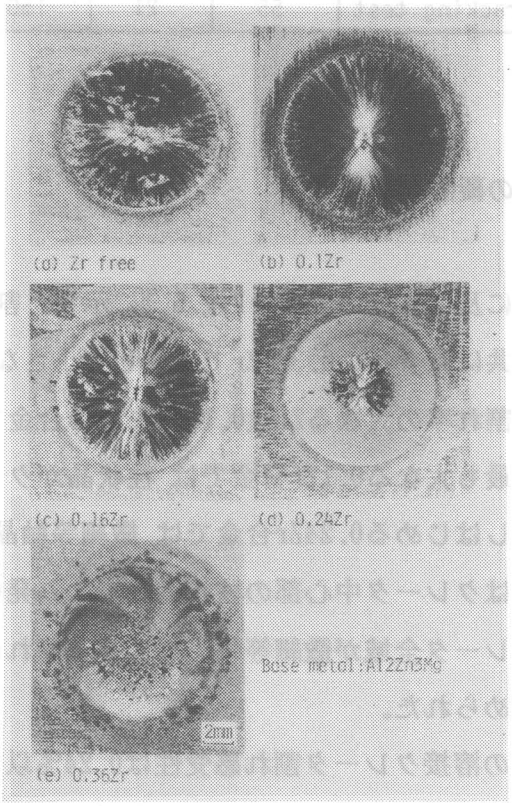


Fig.5.2 Appearance of weld crater showing macrostructure and cracking.

５．４　溶接ビード部の凝固割れ感受性

５．４．１　Houldcroft式割れ試験結果

溶接ビード割れ率に及ぼすZrの影響をFig.5.3に示す。 Zr量が0.16%まではその量にかかわらず割れ率は高い。しかし、0.24%Zrでは割れ率は大なる変動を示すものの、低下する傾向にあり、さらに、0.36%Zrでは極めて低い割れ率を示した。

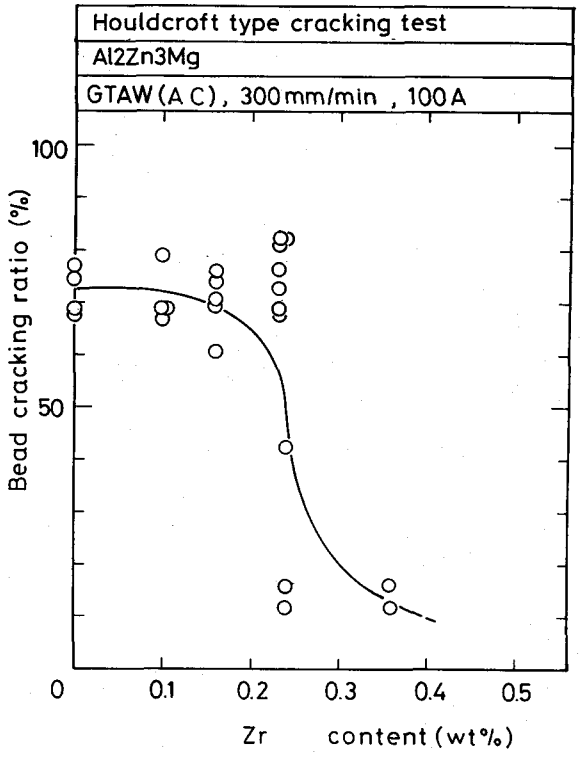


Fig.5.3　Effect of Zr content on bead cracking ratio.

Fig.5.4に溶接ビート表面のマクロ組織を示す。Zr量が0.16%までの合金では（a）の0.1Zr合金とほぼ同様な柱状晶のよく発達した組織であり、割れは ビード中央部の柱状晶粒界にそって伝播した。割れ率の低下しはじめる 0.24Zr合金では柱状晶（Stray晶）と微細等軸晶の混在組織を呈し、（b）の例では 割れは柱状晶域を伝播し、微細等軸晶域で停止した。Fig.5.3より、0.24Zr合金では、観察例は少ないものの、割れ率が 十数%と著しく低くなる場合には溶接ビード全域が微細等軸晶化していた。さらに平均的に割れ率が最も低下した0.36Zr合金では、やはり溶接ビード全域が微細等軸晶（平均粒径20μm）より成っていた。

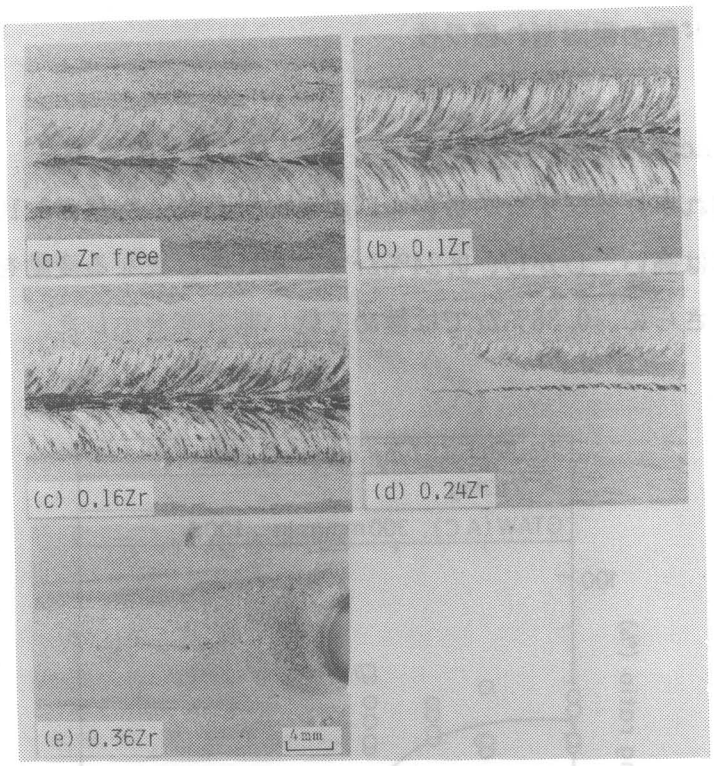


Fig.5.4 Appearance of weld bead showing macrostructure and cracking.

以上の結果より、本系合金の溶接ビード割れ感受性は0.24%以上、特に0.36%のZr添加量によって著しく低減されること、またこのZr添加効果は溶接ビード部の結晶粒微細化に強く関係していることがわかった。

５．４．２　定速度引張式割れ試験結果

5.3及び5.4.1は凝固割れ感受性に及ぼすZrの効果を定性的に明らかにした。本節では溶接ビード部の$\dot{D}c$、Dminを求めることにより、このZrの効果を定量的に検討した。

（1）割れ発生の限界変位速度（$\dot{D}c$）

Fig.5.5は付加変位量が0.7(±0.05)mmと一定時の割れ長さと付加変位速度（$\dot{D}$、mm/s）との関係を示す。割れ長さは、高速引張時を除いては、いずれもZr量の大なるほど短い。また割れ長さの$\dot{D}$依存性はZr量により異なる。0.1及び0.24Zr合金では $\dot{D}$の減少と共に、割れ長さが一度最大を示したのち急速に短くなるか、もしくは、まったく割れなくなる傾向を示す。これに対して、0.36Zr合金では$\dot{D}$の減少とともに単調減少し、ある$\dot{D}$の値以下では割れなくなる。 このようなZr量の違いによる割れ長さと$\dot{D}$との関係の相違は 主としてDminの大小に基づくものであり、その数式的解析は5.7で述べる。

さて、$\dot{D}$が減少し、もはや割れが発生しなくなるときの$\dot{D}$を$\dot{D}c$とすると、$\dot{D}c$は Zr量によって大きく異なる。すなわち、割れ率の大なる0.1Zr合金では$\dot{D}c$は 0.03mm/s 以下の

値であるのに対して、割れ率の低下しはじめる0.24Zr合金では約0.03mm/sと増大する。さらに、著しく低い割れ率を示す0.36Zr合金では、その値は約0.09mm/sと0.24Zr合金の３倍もの大なる値を示す。このようにZr量の増加は$\dot{D}c$を増大させる。

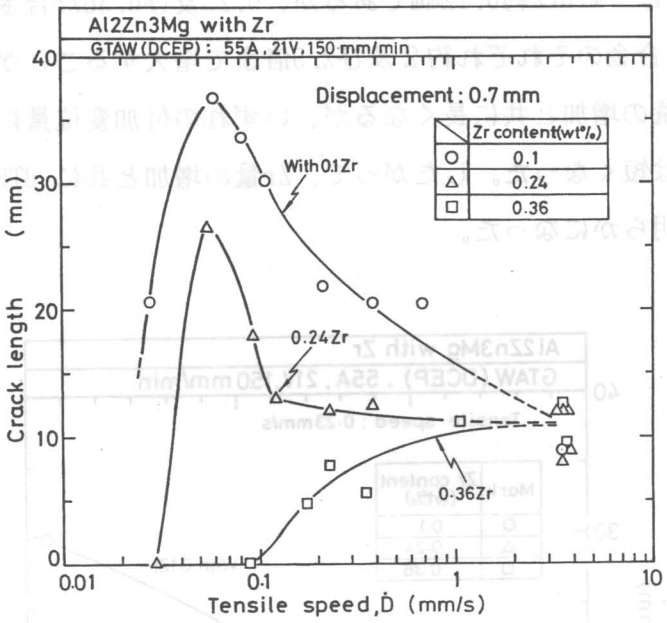


Fig.5.5 Crack lenght vs. tensile speed, $\dot{D}$ at 0.7mm displacement.

Fig.5.6は$\dot{D}$が0.23mm/sにおける溶接ビード表面での割れの発生形態を示す。

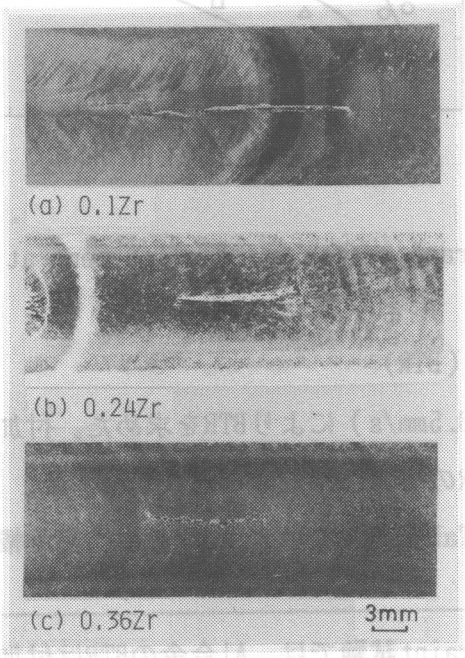


Fig.5.6 Appearance of weld bead showing cracking:
0.23mm/s $\dot{D}$, 0.7mm displacement.

（２）割れ発生の最低付加変位量（Dmin）

後述するごとく、BTRがZr量によって変化されないとすると、Zr量の増加に伴うDcの増加は主としてBTR内における延性の増加に基づいていると考えられる。そこで、Dが0.23（±0.02）mm/sにおけるDminを求めた。付加変位量と割れ長さとの関係をFig.5.7に示す。0.1Zr合金ではDminは約0.12mmであるが、0.23及び0.36Zr合金では、それぞれ0.22及び0.31mmと0.1Zr合金のそれぞれ約２及び2.5倍まで増大することがわかった。また、割れ長さは付加変位量の増加と共に長くなるが、いずれの付加変位量においても、Zr量の大なるほど割れ長さは短くなった。したがって、Zr量の増加と共に BTR内での延性値は著しく増大することが明らかになった。

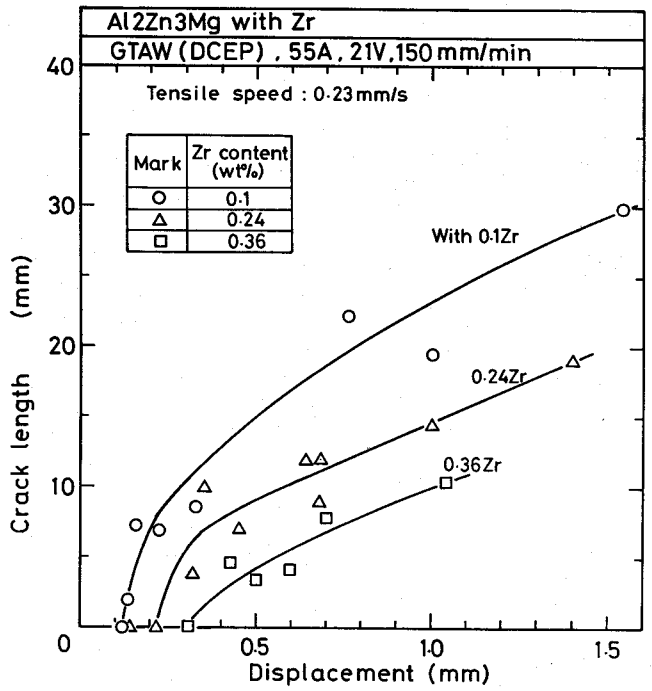


Fig.5.7 Crack length vs. displacement at 0.23mm/s D.

（３）凝固脆性温度範囲（BTR）

高速引張試験（D：3.5mm/s）によりBTRを求めた。付加変位量は0.7～1.4mmであり、この間の変位量によるBTRの変化は特にみられなかった*)。 各合金の BTR値を液相線温度、公称固相線温度と共にTable 5.3に示す。BTR値には変動幅がみられるが、その平均値的

＊）一般にTrans-Varestraint試験では、Al合金のBTRは付加歪量１～２％でほぼ一定の値に飽和する。本研究での付加変位量はこれよりも十分に大きいと考えられる。

Table 5.3 Liquidus, bulk solidus temperatures and BTR measured.

Alloy	Liquidus temperature (°C)	Bulk solidus temperature (°C)	BTR (°C)
0.1 Zr	640	570	150
0.24Zr	641	570	167(141-181)
0.36Zr	641	570	171(156-185)

な値（カッコ内）はZr量にほとんど関係なく約150～170℃間の値を示した。したがって、本系合金では0.1～0.36％までのZr添加量はBTRにはほとんど影響を及ぼさないことがわかった。さらに、Al-Zn-Mg３元系平衡状態図では[37-39]、Al(α)-$Mg_{32}(Zn,Al)_{49}$（Ｔ）２元共晶反応が存在し、その最高温度は489℃で、これよりα－Ｔ２元共晶線は447℃のα－Ｔ－β（Mg_2Al_3）３元共晶点まで低下している。Table 5.3よりBTRの下限温度（液相線温度からBTRを引いた値）は約457～497℃の間の値であり、ほぼ 上述の共晶温度範囲に一致していた。

５．５　溶接凝固組織と凝固割れ感受性との関係

以上の結果より、Zr添加による本系合金の溶接凝固割れ感受性の低下は結晶粒微細化に強く依存することが明らかになった。結晶粒微細化と凝固割れ感受性との関係はすでに3.3.3で述べたように次のように考えられる。結晶粒微細化は 固液共存域における結晶粒界に加わる歪の分散による付加歪量の減少[105]、ならびに凝固時のデンドライト同志の会合時期を遅らせることによる脆化温度域の減少及び凝固収縮量の減少[106, 107]の効果をもたらすことが報告されており、これらはいずれも凝固割れ感受性の低減に有効に作用する。したがって、このような諸因子の相乗効果によって割れ感受性が低下したものと考えられる。

なお、このようなZrの割れ防止効果の理由には本研究結果が支持した結晶粒微細化説[16-18, 25, 30]の他に、結晶粒界残留融液の界面接触角の増大説[20, 28, 29]がある。 そこで本研究でも、溶接ビード部より切りだした試料（5mm角）を管状電気炉を用いて 610℃ に180秒間加熱後、ただちに水冷し、結晶粒界での共晶生成物の界面接触角を測定した。 測定は研磨・腐食後の試片の光学顕微鏡写真（撮影倍率ｘ1000）上にておこなった。 Fig. 5.8に測定値を累積曲線として示す。各合金の界面接触角の分布は、Zr量 0.1、0.24 及び

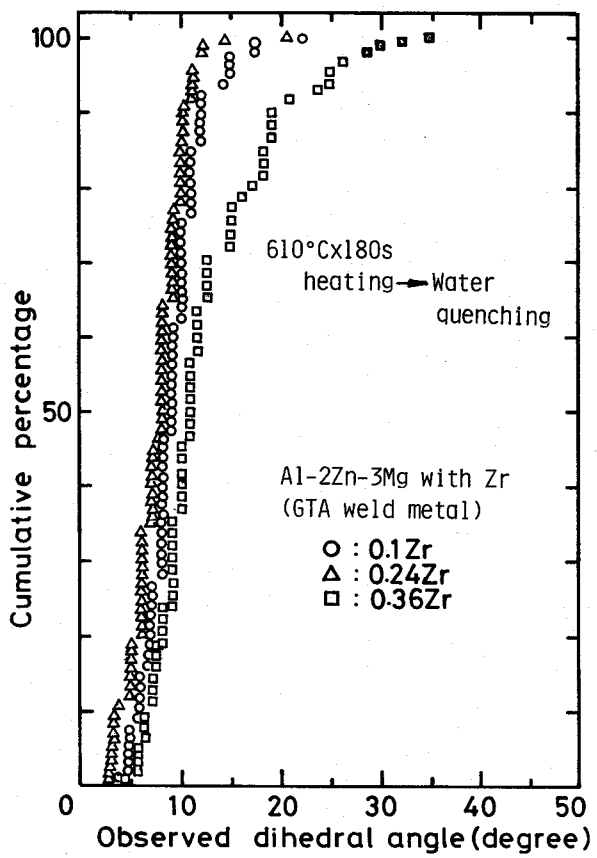


Fig.5.8 Cumulative curve of observed dihedral angle.

0.36%に対して、それぞれ22度以下、20度以下及び35度以下であり、0.36Zr合金では多少大なる値も存在した。しかし、0.36Zr合金のごく一部を除いていずれも35度以下の極めて小さな値であった。また、2.2.5(2)で述べた方法により Dihedral angle、θ_D（累積%が50%の時の値）を求めると、それぞれ、９、８及び11度であった。したがって、Zr量による本合金系のθ_Dの相違はほとんどないと考えられた。

５．６　凝固割れの発生及び伝播に対する感受性の相違

0.24Zr合金ではHouldcroft式割れ試験と定速度引張式割れ試験結果に多少の相違が認められた。すなわち、前者では、組織が柱状晶と微細等軸晶の混在組織を呈する場合には割れ感受性は低下せず、0.1Zr合金と同じ値を示した。 しかし、後者ではこのような混在組織であっても、0.1Zrに比して$\dot{D}c$及びDmin値の増加が認められた。 この相違は前者が主として割れ伝播のしやすさを評価しているのに対して、後者は割れ発生のしやすさを評

価しているためと考えられた。

すなわち、一般に割れが発生すると、溶接部に加わる歪（変位）はこの割れ部に集中するため、いったん割れが発生し、伝播し始めると、極めて容易に結晶粒界を伝播する。したがって、割れ先端部に集中した歪を分散するには、結晶粒もそれだけより小さくする必要がある。これに対して、割れ発生に関しては、割れが発生するまでは溶接ビード全域にほぼ均一に歪が加わると考えられる。このため、柱状晶と等軸晶の混在組織であっても、結晶粒界に加わる歪はある程度までは分散されるものと考えられ、これが$\dot{D}c$やDminの増大をもたらしたと推定された。

５．７　定速度引張試験における変位速度と割れ長さとの関係に対する理論的検討

本節ではFig.5.5で得られた割れ長さと$\dot{D}$との関係について考察を行なった。

一般に合金の溶融溶接においては、溶融池後方に Fig.5.9に示すような延性の極めて低い脆化域が形成され、この部分に加わる歪量が脆化域の限界歪量をこえた時に凝固割れが発生する[70]。

Fig.5.9はこの脆化域での延性曲線と 定速度引張割れ試験における溶融溶接中での凝固割れの発生形態を模式的に示したものである。図中の上図の延性曲線の横軸は時間ｔもしくは距離Ｌであり、両者は溶接速度をＶとすると次式の関係にある。

$$t = L / V \qquad (5.1)$$

単純化するために次の仮定をおく、すなわち、

（１）BTR内では割れ発生の限界歪量（ε_{min}）は一定とする。

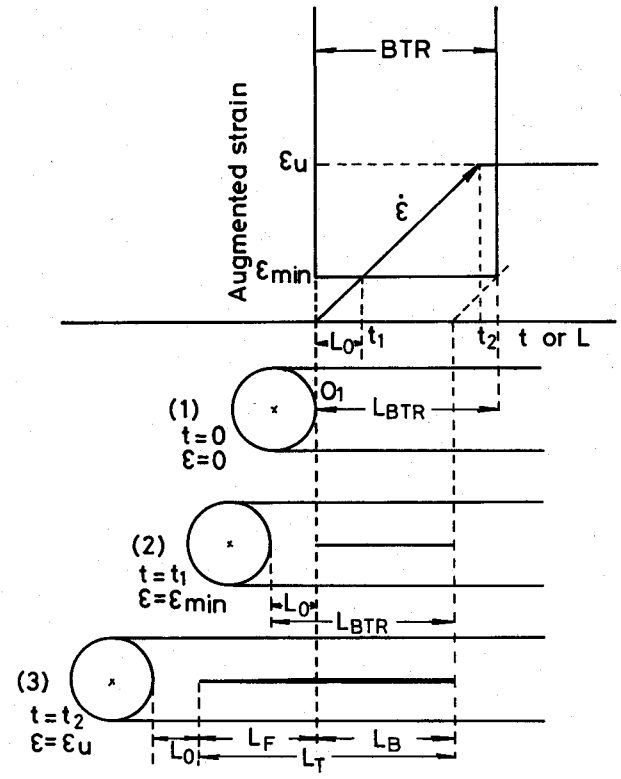
（２）ε_{min}の歪速度依存性はないものとする。

（３）付加歪は累積加算されるものとする。

（４）溶融池後端での歪量は常に０とする。

（５）溶接金属内では場所によらず歪速度は一定とする。

今、一定の歪速度$\dot{\varepsilon}$で最終付加歪ε_uまで歪を付加した場合を考える。 歪付加開始時からの時間をｔとすると、Fig.5.9の下図（１）、（２）、（３）は それぞれ歪付加開始時（ｔ＝０）、歪量が ε_{min} に達したとき（$t = t_1$）及び ε_u に達した時（$t = t_2$）の割れ発生形態とｔ＝０における溶融池後端（O_1）との位置関係を示している。 ｔ＝０においてはO_1より低温側に距離L_{BTR}に相当する脆化域が存在する。歪を付加しはじめると、O_1よりも低温側の溶接金属部にはすべて同一の歪量が付加される。 したがって、$t = t_1$にて歪量がε_{min}に達すると、O_1よりも後方でかつBTR内に位置する部分で割れが発



$$L_T = L_F + L_B = L_{BTR} + \frac{V(\varepsilon_u - 2\varepsilon_{min})}{\dot{\varepsilon}}$$

(a) $\varepsilon_{min} > \frac{1}{2}\varepsilon_u$: L_T decreased with the decrease in $\dot{\varepsilon}$

(b) $\varepsilon_{min} < \frac{1}{2}\varepsilon_u$: L_T increased with the decrease in $\dot{\varepsilon}$

Fig.5.9 Schematic illustration showing ductility curve in brittle range and morphology of crack in weld bead during welding at tensile cracking test with constant tensile speed.

生するが、この間に溶融池は $L = V(\varepsilon_{min}/\dot{\varepsilon})$ だけ前方に移動しており、かつこの間の新しく凝固した溶接金属部の歪量は ε_{min}に達していない。したがって、この時の割れを後方割れと呼び、その長さをL_Bとすると、

$$L_B = L_{BTR} - L_0 = L_{BTR} - V(\varepsilon_{min}/\dot{\varepsilon}) \qquad (5.2)$$

となる。

次に、$t > t_1$すなわち$\varepsilon > \varepsilon_{min}$では、溶融池の移動と共に溶融池後端から常に L_0だけ離れた場所が割れの先端となって割れは進展してゆく。この部分を前方割れとし、その長さをL_Fとすると、$t = t_2$、すなわち最終付加歪量ε_uに達したときには、'L_Fは

$$L_F = V(t_2 - t_1) = V(\varepsilon - \varepsilon_{min}/\dot{\varepsilon}) \qquad (5.3)$$

となる。

（5.2）、（5.3）式より、全割れ長さL_Tは

$$L_T = L_F + L_B = L_{BTR} + V(\varepsilon_u - 2\varepsilon_{min})/\dot{\varepsilon} \qquad (5.4)$$

となる。

（5.4）式より定速度引張式割れ試験では全割れ長さL_Tと付加歪速度$\dot{\varepsilon}$との関係はε_{min}とε_uとの大小関係により次の３通りに分けられる。すなわち、

（ａ）$\varepsilon_{min} > 0.5\varepsilon_u$ ：L_Tは$\dot{\varepsilon}$の減少と共に減少する。

（ｂ）$\varepsilon_{min} = 0.5\varepsilon_u$ ：L_Tは$\dot{\varepsilon}$に依存せず一定値（L_{BTR}）である。

（ｃ）$\varepsilon_{min} < 0.5\varepsilon_u$ ：L_Tは$\dot{\varepsilon}$の減少と共に増加する。

今、各合金の ε_{min} として、Fig.5.8における Dmin値を使用すると、0.1Zr、0.24Zr、0.36Zrのそれぞれの Dmin値は0.12、0.27(0.22～0.31mmの中間値)及び0.37mm(0.31～0.42mmの中間値)となる。 Fig.5.5における最終付加歪量ε_uは 0.7mm であるから、D_{min}の小さい0.1Zrおよび0.24Zrは（ｃ）の条件に一致し、また Dminの大なる0.36Zrは（ａ）の条件にほぼ相当する。したがって、Fig.5.5の割れ長さと$\dot{D}$との関係は定性的には（5.4）式で説明される。

以上の結果はまた、Zr添加による割れ感受性の改善効果は BTR内における延性の向上によることを間接的に証明していることになる。

５．８　Zr添加による結晶粒微細化機構

ZrはAl合金の凝固時の結晶粒微細化元素としてTiやTi+Bとともに古くから知られている[94, 127, 128]。しかしその微細化機構に関する研究は TiやTi+Bに関するものに比して極めて少なく、まだ統一的な説明はなされていない[88, 94]。Zrの結晶粒微細化作用に対してこれまでに発表されている主要な結晶粒微細化機構は次のようである。

(1)$ZrAl_3$による不均質核生成説（包晶反応説を含む）[120, 127, 129-131]

(2)デンドライト枝の溶断分離説（結晶増殖説）[85, 97]

なお不均質核生成説に関しては ZrCが凝固核となり得るとする説もある[132]が、Zr単独添加では否定的な報告が多いようである[130, 133]。

これらの説に基づいて本研究での結果を検討すると次のようになる。

Fig.5.10は微細等軸晶が得られた0.36Zr合金のテイグ溶接クレータ表面を溶接のままの状態でSEMにより観察を行なった結果である。クレータ表面には(a)の矢印で示すような典型的な等軸デンドライト晶が幾つも認められる。そして これらの中心には(b)の拡大写真か

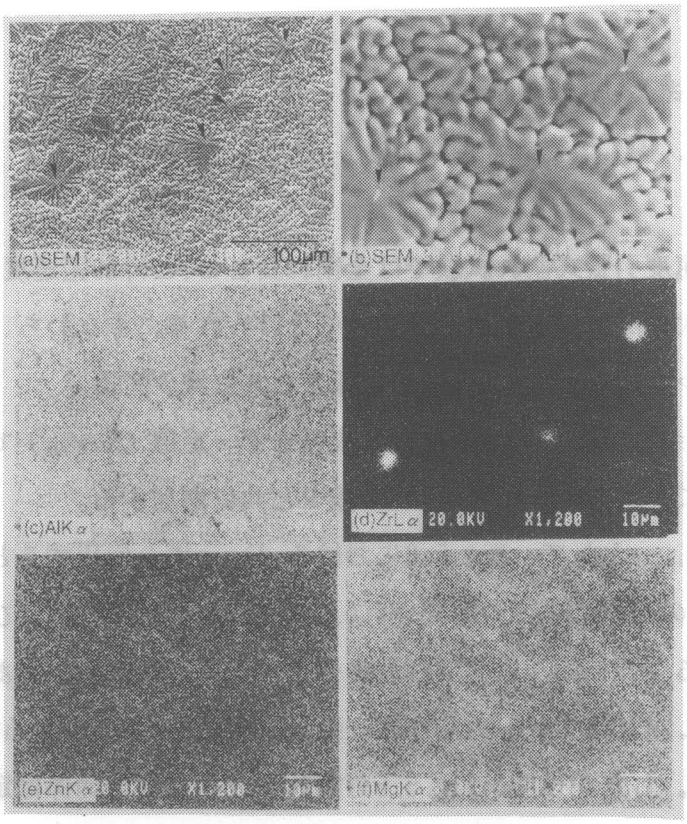


Fig.5.10 EPMA result of equiaxed crystal showing nuclei observed on GTA weld crater surface of 0.36%Zr alloy.

らも明らかなように白色の凝固核と思われる物質がそれぞれの等軸晶で認められる。(c)、(d)、(e)及び(f)は(b)に対してEPMAによるそれぞれAl、Zr、Zn及びMgの特性X線像を示す。これより等軸晶の中心に位置する白色核はZrとAlに富んでいることが分かった。Al-Zr２元系状態図[128]では Zr量が0.11%以上では初晶としてZrAl$_3$を晶出し、0.11%で包晶反応によりその周囲にAl(Zrを0.28%固溶)が晶出する。状態図 及び過去の研究報告[120, 127, 129, 130, 131]よりこれらはZrAl$_3$と推察される。したがって Zrを多量に添加した場合には(1)説によりZrAl$_3$を凝固核として多数の等軸晶が生成し結晶粒が微細化する機構が作用していることが確認された。

またさらに Fig.5.10(b)やFig.5.11(a)及び(b)より、これらの等軸晶では凝固核の近くの中心部まで深くくびれたデンドライト形態を呈していた。これは 3.3.2で述べたデンドライトの形態に関係する因子である｜１－k_0｜が Zrでは1.55と著しく大なるためであろう。このため温度変動を伴う高温の湯流れがあった場合には (2)説のデンドライト枝の溶断分離により結晶粒微細化が起こりやすくなっていると考えられる。0.24Zr合金においてはZr量が0.36Zr合金よりも少ないために溶接部の結晶粒微細化は不完全である。しかし、溶融池内の湯流れに関係すると思われる不連続的な結晶粒微細化が認められている現象

は、このことを示唆していると考えられる。なおこの点に関しては、第６章で磁気攪拌による強制対流による確認実験を行なっている。

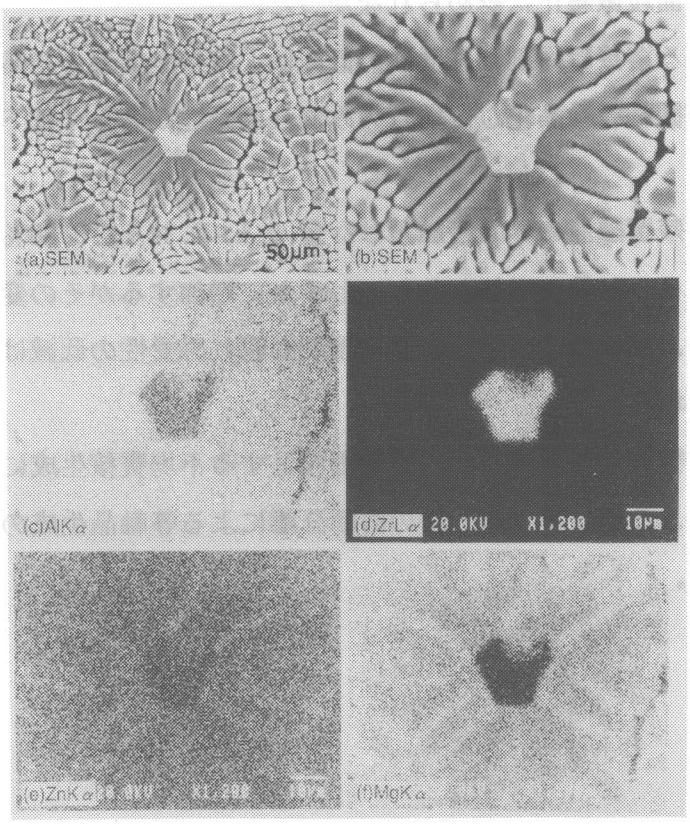


Fig.5.11 EPMA result of equiaxed crystal showing nuclei observed on GTA weld crater surface of 0.36%Zr alloy.

５．９　結言

Zrを0.36％まで添加したAl-2%Zn-3%Mg３元系合金のティグ溶接部の凝固割れ感受性に及ぼすZr添加の影響を検討した。得られた結果を要約すると次のとおりである。

（１）Al-2%Zn-3%Mg３元系合金溶接部の凝固割れ感受性は、溶接クレータ部及び溶接ビード部のいずれに対してもZr添加により低減した。その有効添加量はいずれの場合も少なくとも0.24％以上であり、十分に割れ感受性を低下させるためには0.36％が必要であった。

（２）定速度引張式割れ試験によれば、Zr量が 0.1、0.24及び0.36％と増加するにしたがい、割れ発生に対する限界変位速度及び割れ発生の最低付加変位量はいずれも増加した。しかし、BTRはほとんど変化しなかった。これより、Zr量の増加はBTR内の延性値の増大をもたらす効果のあることが明らかとなった。

（３）Zrの添加は溶接クレータ及び溶接ビード部の組織の結晶粒微細化に効果的であるが

、その添加量には有効添加量が存在することが分かった。0.36%では溶接クレータ及びビード全域が均一に微細等軸晶化するが、0.24%では微細化域は局部的となり、これよりも少ない場合では結晶粒微細化は認められなかった。

（４）Zr添加による溶接凝固割れ感受性の低減は、溶接金属部の結晶粒微細化と密接な関係にあり、組織が微細等軸晶化した場合のみ割れ感受性が著しく低下することが分かった。

（５）結晶粒界の残留融液の界面接触角はZr量 0.1、0.24及び0.36%に対してそれぞれ9、８及び11度であり、Zr量の増加とともにわずかに増加するがその変化は極めて小さい。

（６）(4)及び(5)よりZr量の増加による溶接凝固割れ感受性の低減は主として結晶粒微細化によると結論される。

（７）Zrの結晶粒微細化効果は $ZrAl_3$ を凝固核とする不均質核生成による等軸晶生成と溶融池内の湯流れによるデンドライト枝の溶断分離による等軸晶生成の両方の機構が働いていると推察された。

第６章　磁気攪拌によるＡｌ－Ｚｎ－Ｍｇ３元系合金の溶接凝固割れ感受性の改善方法の検討

６．１　緒言

第５章では、Al-Zn-Mg３元系合金母材 A7N01をAl-Mg系溶加材A5356でミグ溶接したときの模擬溶接金属合金 （Al-2%Zn-3%Mg3元系合金）を用いて、実際のティグ溶接金属部の凝固割れ感受性に及ぼすZr添加の効果について検討した。その結果、Zr添加は溶接金属部の凝固割れ感受性の低減にきわめて有効であり、かつその効果は溶接金属部の結晶粒微細化に基づいていることを明らかにした。しかし、このためにはZr量は0.36％と多量に添加する必要があり、これよりも少ない添加量であった0.24％では結晶粒微細化及び割れ感受性の低減効果は共に不十分であった。

一方、現在のAl合金の連続鋳造技術では 0.3％以上のZrを添加することはきわめて困難であり、また多量のZr添加は板の圧延性や押出性をそこなうために、その添加量は0.15～0.16％までに制限されている。

このため、実用的に添加可能なZr添加量の範囲内で、溶接金属の結晶粒微細化を図る方法が新たに必要とされることになる。

Al合金の結晶粒微細化の手段としては、第４章及び第５章で述べたような結晶粒微細化元素の添加による方法と、溶湯（溶融池）内攪拌による方法がある。後者の方法の中で、特に溶接中の溶融池に対して適用可能で、かつその有効効果が知られているものに磁気攪拌[42-49]とパルス溶接[45, 52, 53]（溶接電流のパルス化）がある。

本章では、まずこの内、磁気攪拌に注目し、第５章で用いた模擬溶接金属合金を再び使用して、磁気攪拌による結晶粒微細化と耐凝固割れ感受性の改善効果について検討した。そして、特にZr添加と磁気攪拌の相乗効果により、有効Zr添加量を第５章で得た値よりもさらに下げることができるかどうかに注目して検討を行なった。

６．２　使用材料及び実験方法

６．２．１　使用材料

用いたAl合金の化学成分をTable 6.１に示す。 0.1Zr合金は代表的なAl-Zn-Mg３元系合金である A7N01合金(Al-4.5%Zn-1.2%Mg系）を溶加材 A5356(Al-５%Mg系）でミグ溶接し

たときの溶接金属の組成（希釈率50%）を模したものである。0.16Zr、0.24Zr合金はそれぞれ Zr量を0.16%、0.24%まで増加させたものであり、0.05(Ti+B)合金は (Ti+B)（チタンとボロンの複合添加、Al-5%Ti-1%B母合金使用）を添加したものである。 いずれも連続鋳造法により鋳造後、熱間押出により得られたもので板厚２mmの焼きなまし材である。

Table 6.1 Chemical compositions of materials used.

Materials	Chemical compositions (wt%)								
	Si	Fe	Mn	Mg	Cr	Zn	Zr	Ti	B
0.1 Zr	0.05	0.18	0.26	2.80	0.16	1.94	0.09	-	-
0.16 Zr	0.05	0.18	0.25	3.00	0.16	2.10	0.16	-	-
0.24 Zr	0.05	0.18	0.26	2.80	0.16	1.94	0.24	-	-
0.05Ti+B	0.05	0.18	0.30	2.96	0.16	2.03	0.09	0.047	0.0071

- : not added

６．２．２　溶融池内の溶融金属の磁気攪拌法

Fig.6.1は溶接中の溶融池内の溶融金属の磁気攪拌の原理図を示す。Fig.6.1において

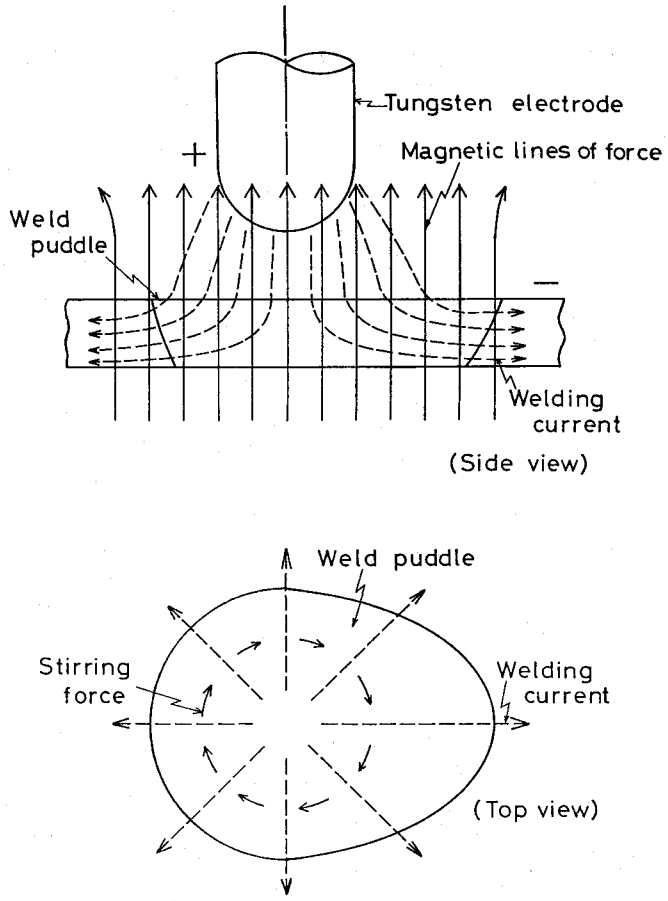


Fig.6.1 Illustration of principle of electromagnetic stirring.

、まずタングステン電極から溶融池内に流れた溶接電流は、板面にほぼ平行でかつアークからほぼ放射状に流れているとみなせる。ここで板面に垂直な磁場を与えると、溶融池を流れる溶接電流との相互作用により溶融金属にはローレンツ力により Fig.6.1の下図に示すような回転力が働き、そのため溶融池内の溶融金属が回転することになる。磁気攪拌による溶融金属の攪拌現象は水銀プールを用いたモデル実験により検討した。またその結果は付録6A.1に示した。なお溶接電源としては後に述べるように直流電源を用いるために、交番磁場を用いて周期的に反転する力を溶融金属に与えることにより、溶融金属の効果的な攪拌がなされる。

6．2．3　溶接凝固割れ試験法

（1）Houldcroft式割れ試験法

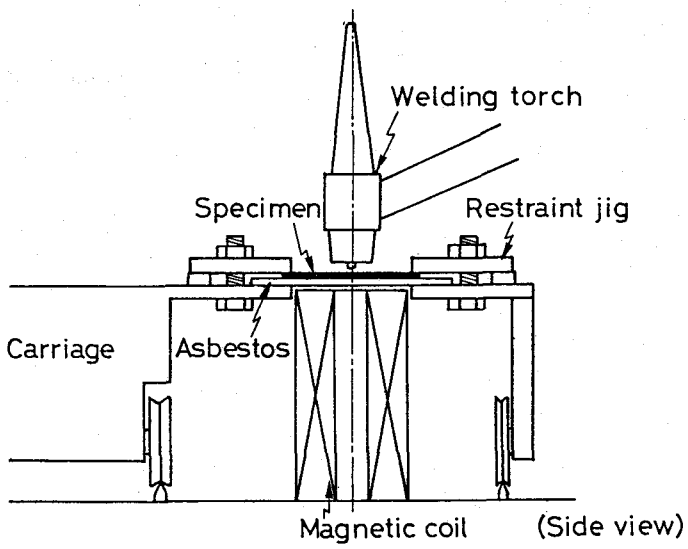


Fig.6.2　Arrangement of GTAW torch, magnetic coil and specimen for Houldcroft type cracking test.

試験片（150x100x2mm厚）形状及び試験法は2.2.2に同じである。 Fig.6.2は磁気攪拌用の励磁コイル、溶接トーチ及び試片の設置方法を示す。励磁コイルは溶接トーチと同軸に試片直下に設置固定した[42, 44]。 溶接はティグ法（DCEP)によるビード溶接（溶加材無）で、試片を固定した台車を、一定速度で溶接方向がスリットの浅い側から深い側になるように走行させた。磁気攪拌は一定磁場条件で交番磁場を試片に垂直方向に溶融池に付加することにより行なった。溶接速度は150及び300mm/minの２条件であり、溶接電流はそれぞれ表及び裏ビード幅が約10mmになるように設定した。磁場強度は溶接ビード形成限界[42, 44]までのできるかぎり強い値（150～175G）とし、 周波数は２～20Hzまで変化させた。

割れ感受性は溶接開始部から伝播した割れの停止部先端までの長さを試片長で除した値（％）を割れ率として評価した。

（２）定速度引張式割れ試験

試験片（250x100x2mm厚）及び試験法は 2.2.2に同じである。Fig.6.3は試片、溶接トーチ、励磁コイル、差動トランス、走行台車のVatrah試験機への設置状態を示す。励磁コイルは溶接トーチの先端に設置した[48,49]。変位速度は 0.01から3.5mm/sまで、また付加変位量は0.1から1.5mmまで変化させた。試験後、溶接ビード部の割れの有無によって割れ発生に対する限界変位速度(Ḋc)及び最低付加変位量(Dmin)を求めた。また、割れ発生時にはその長さも測定し、割れ感受性の指標ともした。

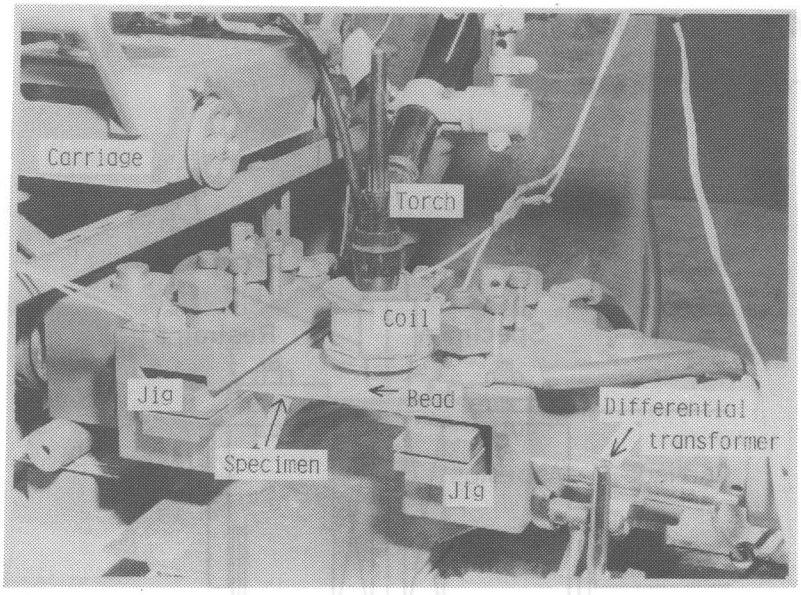


Fig.6.3 Arrangement of GTAW torch, magnetic coil and specimen on tensile cracking tester.

Table 6.2にこれら割れ試験に用いた溶接条件及び磁気攪拌条件をまとめて示す。

Table 6.2 GTA welding and electromagnetic conditions used.

Cracking test	Welding condition			Condition of electromagnetic stirring	
	Welding current (A)	Arc voltage (V)	Welding speed (mm/min)	Frequency (Hz)	Magnetic field (gauss)
Houldcroft type test	55 70	18 18	150 300	2 - 20 2 - 20	175 150
Tensile cracking test	55	21	150	2	175

６．３　溶接凝固割れ感受性に及ぼす磁場周波数の影響

第５章の結果より、磁気攪拌によって最も微細化されやすいと考えられる0.24Zr合金を用いて、周波数を２、５、10及び20Hzと変化させて割れ試験を行なった。これは磁気攪拌においては溶湯の攪拌に最も効果的な周波数域が存在することが知られているためである。Fig.6.4は割れ率と周波数との関係を示す。 図中では０Hzは磁気攪拌を行なわない場合（無攪拌）である。無攪拌では割れ率はいずれの溶接速度でも約60～70%と高い値を示す。しかし、２及び５Hzの磁気攪拌（以下単に攪拌と書く）により、割れ率は著しく低下し、特に２Hzでは10%以下となり、わずかに溶接開始部での割れが認められるのみであった。これに対して、周波数が10Hz以上では割れ率は再び増加する傾向にあり、その値も無攪拌と同じか、むしろやや高い値を示す。ただし、10Hzでは２及び５Hzと同様に著しく低い割れ率を示す場合もあった。また、いずれの溶接速度においてもほぼ同様の割れ率の周波数依存性が認められた。

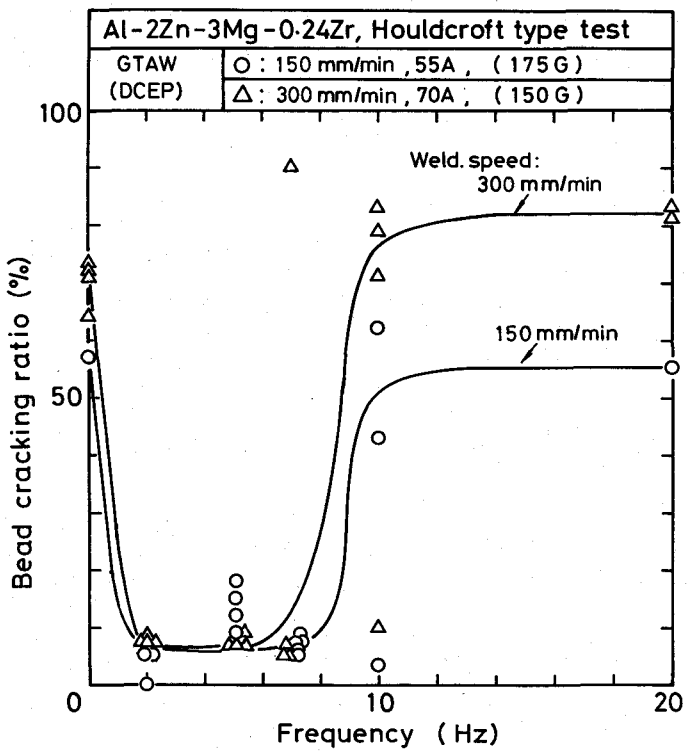


Fig.6.4　Effect of frequency of magnetic field on bead cracking ratio.

以上の結果、磁気攪拌は0.24Zr合金の耐凝固割れ感受性の改善に有効であり、またその磁場周波数には最適値が存在することがわかった。

6．4　結晶粒微細化と凝固割れ感受性との関係

磁気攪拌による溶接金属の組織変化を溶接速度300mm/minを例にとり、Fig.6.5に示す

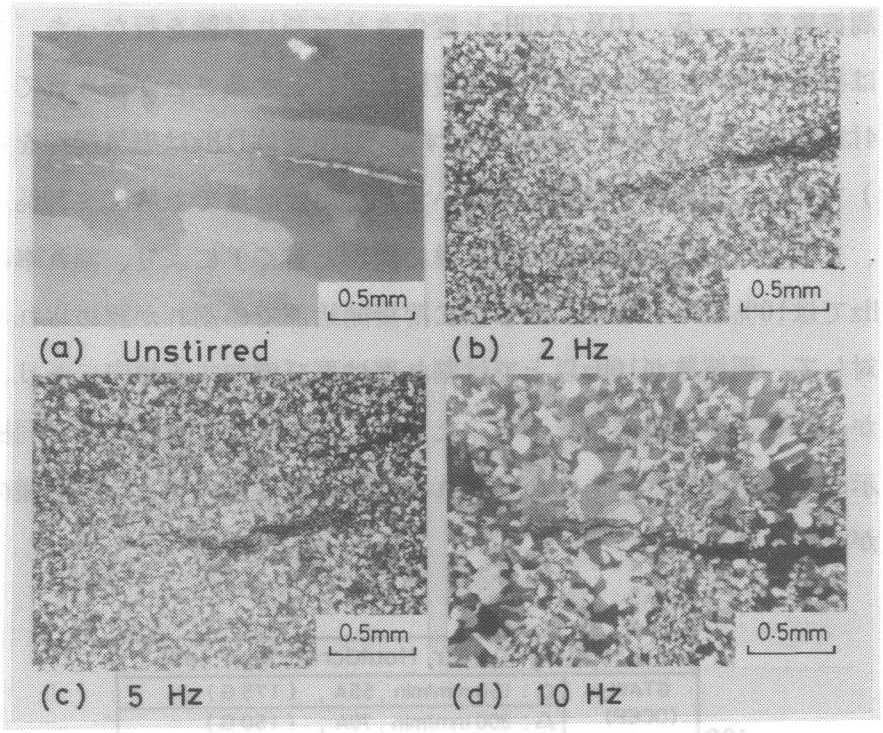


Fig.6.5　Macrostructural change of weld metal caused by stirring with various frequency.

。いずれも割れ停止部近傍のものであり、溶接速度150mm/minでも同様の傾向にあった。すなわち、割れ率の大なる無攪拌（Fig.6.5(a)）では 組織は主として柱状晶であり、割れは柱状晶粒界を伝播している。しかし 割れ率の低下した２及び５Hz（Fig.6.5(b)、(c)）では、組織は平均粒径20μmと著しく微細等軸晶化していた。これは第５章で述べた0.36% Zr添加時の組織とほぼ同様であった。さらに、10Hzでは、無攪拌時よりも微細化はされているが、その程度は２及び５Hzに比して小さく、かつ 比較的大なるStray晶と２及び５Hzで認められた微細等軸晶の混在したものとなっていた。また 10HzではFig.6.4より、割れ率に大きな変動が認められたが、組織観察により、低い割れ率を示した場合は微細等軸晶が溶接金属の大部分を占め、 高い割れ率の場合は、Stray晶が多くなっていることを確認した。さらに、20Hzでは、10Hzの割れ率の高い場合の組織とほぼ同様であった。

このように結晶粒微細化にも磁気攪拌の最適周波数域（２～５Hz）が存在し、これは前述の割れ率の低減化に対するものと一致した。

この結晶粒微細化による割れ感受性の低減化の効果をより明確にしたのが Fig.6.6 である。これは、0.24Zr合金に対して溶接速度300mm/minで割れ試験中に、途中より 磁気

攪拌（5Hz)を加えた場合の溶接ビード外観（上図）と、攪拌開始部（上図黒枠内）の 拡大組織を示す。無攪拌部では柱状晶の粒界にそって割れが伝播しているが、攪拌を開始すると、組織は急激に微細等軸晶化し、さらに割れの伝播も攪拌開始部で急速に停止していることがわかる。なお、周波数10Hz以上ではこのように途中から攪拌を行なっても割れ伝播は停止しなかった。

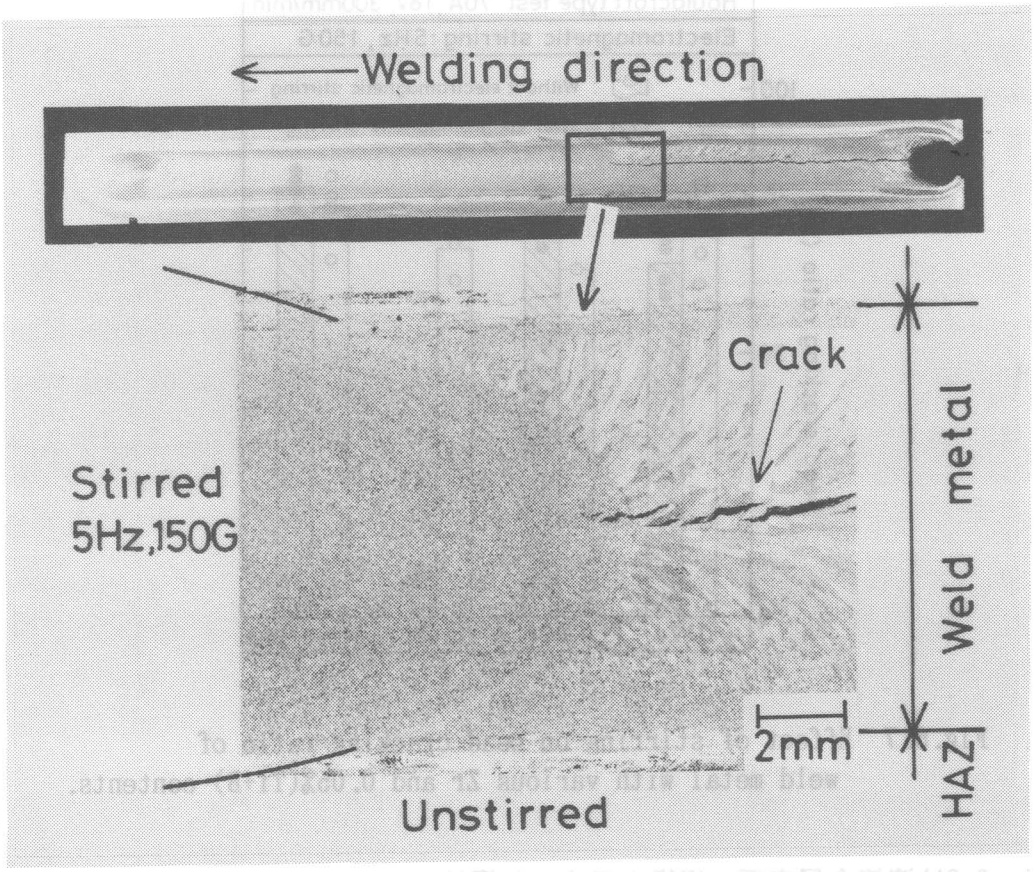


Fig.6.6 Macrostructural change of weld metal caused by stirring applied on the way of welding.

以上の結果より、0.24Zr合金の磁気攪拌による割れ感受性の低下は、主として結晶粒の微細化に基づいていると考えられる。さらに、5.5でも言及したように Houldcroft式試験のように、伝播中の割れを停止させるためには、割れ先端部には著しい歪の集中が考えられることから、単なるマクロ的な組織微細化では不十分であり、組織を均一に、かつ微細等軸晶化することが必要である。

6．5 磁気攪拌による凝固割れ感受性の低減化に要するZr添加量

Fig.6.7は0.1Zr、0.16Zr、0.24Zr及び0.05(Ti+B)合金の溶接速度 300mm/minにおけ

る割れ率に及ぼす磁気攪拌の効果を示す。攪拌条件は最適値(５Hz)とした。無攪拌ではいずれも高い割れ率を示し、Zr量や(Ti+B)添加の効果は認められない。また、これに攪拌を行なっても、0.24Zr合金以外は割れ率の低下は認められない。

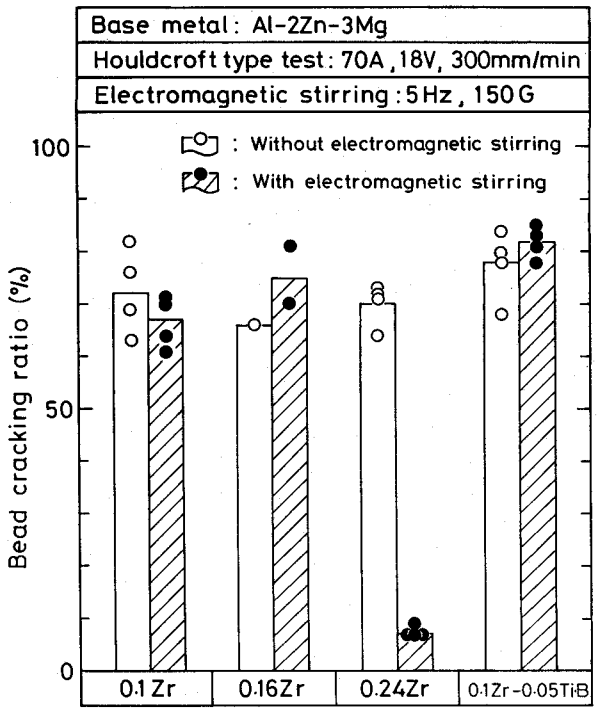


Fig.6.7 Effect of stirring on bead cracking ratio of weld metal with various Zr and 0.05%(Ti+B) contents.

Fig.6.8は溶接金属表面の組織を示す。無攪拌ではいずれも主として柱状晶からなる組織を示す。攪拌により微細等軸晶化するのは 0.24Zr合金のみであり、0.1Zr及び0.16Zr合金では柱状晶が残留していた。また、0.05(Ti+B)合金では柱状晶は消滅したが組織は比較的大なるStray晶状等軸晶であった。このように 0.24Zr合金以外では最適条件での磁気攪拌でも微細等軸晶化されず、このため割れ率も低下しなかった。

したがって、本合金系で磁気攪拌により組織の微細化を図り、割れ感受性を低下させるためには、本実験の範囲では0.24%以上のZr量の添加が必要であった。

なお、このように、合金系により磁気攪拌の結晶粒微細化作用に大きな相違が存在することはすでに知られている[42, 44]。しかし、その理由については現在のところ明確にはされていないが、磁気攪拌による結晶粒微細化作用が主としてデンドライト枝の溶断分離[44, 47, 134-137]に基づくとすると、合金元素の種類や量の違いによる、デンドライト枝の形状変化が関係していると思われる。

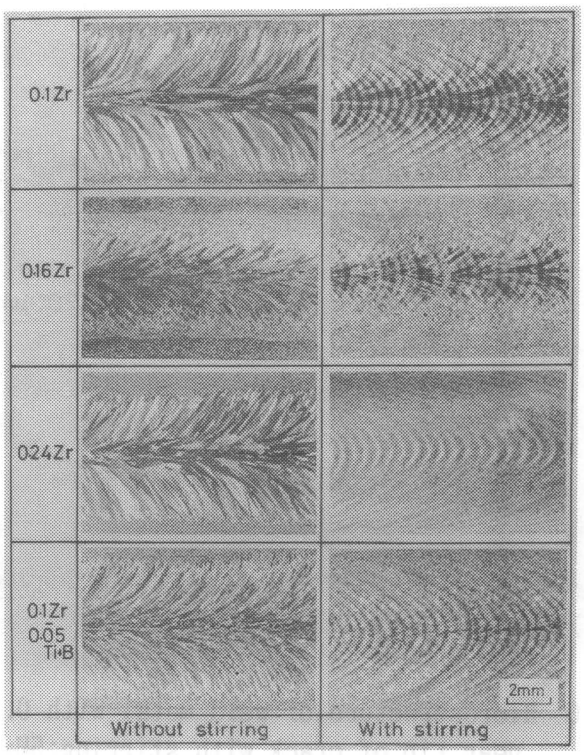


Fig.6.8 Macrostructural change caused by stirring:5Hz,150G.

6．6 結晶粒微細化にともなうミクロ組織の変化

Figs.6.9及び6.10にそれぞれ、無攪拌で典型的な柱状晶組織を呈する 0.1Zr合金と磁気攪拌により微細等軸晶化した0.24Zr合金の割れ停止部におけるミクロ組織（溶接速度：

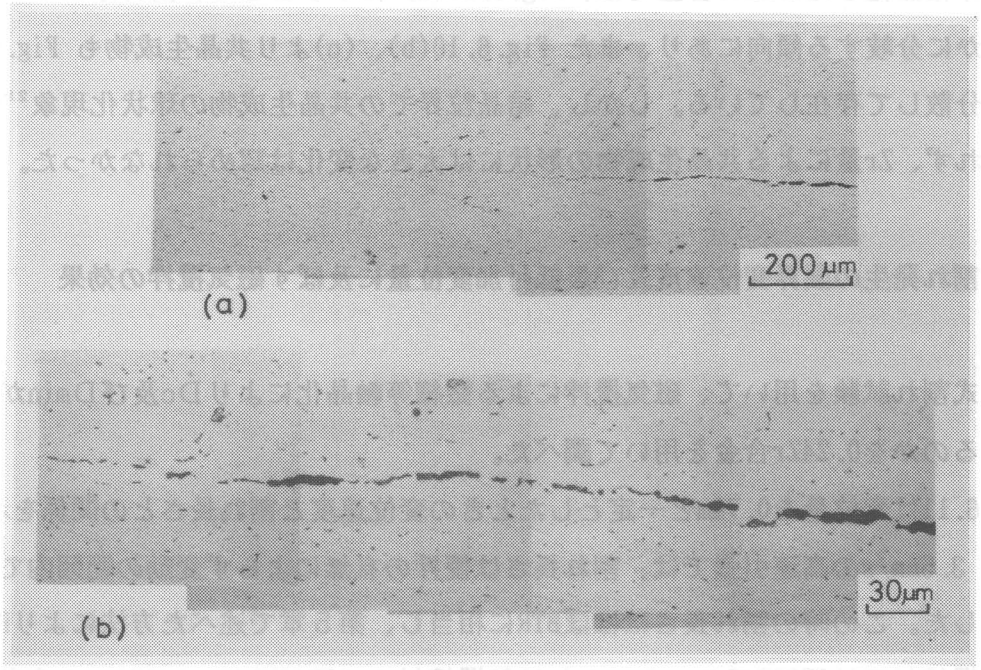


Fig.6.9 Microstructure of weld metal with 0.1%Zr near tip of crack without stirring.

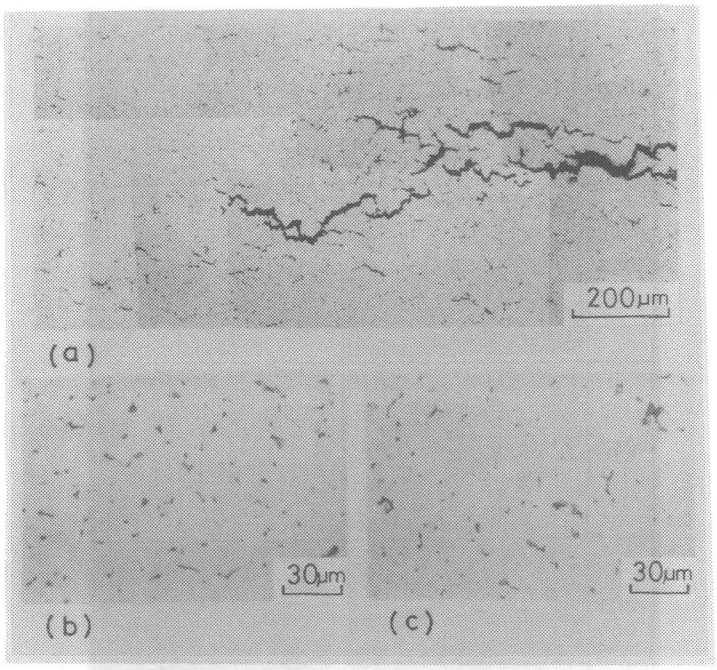


Fig.6.10 Microstructure of weld metal with 0.24%Zr near tip of crack with stirring:5Hz,150G.

300mm/min)を示す。柱状晶組織では割れは柱状晶粒界にそってほぼ直線的に伝播しており、(Fig.6.9(a))、またEDX(SEM)分析では粒界には、主としてAl-Mg-Zn、一部Al-Fe-Si、Al-Mg-Siなどからなる膜状の共晶生成物が認められた。このようなミクロ組織形態は柱状晶であればZr量や(Ti+B)添加に関係なくほぼ同じであった。

微細等軸晶化した0.24Zr合金では、Fig.6.10(a) に示すごとく、割れ停止部では割れはいくつかに分岐する傾向にあり、また Fig.6.10(b)、(c)より共晶生成物も Fig.6.9(b) に比して分散して存在している。しかし、結晶粒界での共晶生成物の球状化現象[28]は 特に認められず、Zr量による共晶生成物の形状には大きな変化は認められなかった。

6．7　割れ発生の限界変位速度及び最低付加変位量に及ぼす磁気攪拌の効果

引張式割れ試験を用いて、磁気攪拌による微細等軸晶化により$\dot{D}c$及びDminがどの程度変化するのかを0.24Zr合金を用いて調べた。

Fig.6.11は変位量を0.7mmと一定としたときの変位速度と割れ長さとの関係を示す。変位速度 3.5mm/sの高速引張では、割れ長さは攪拌の有無によらず変動の範囲内でほぼ同じ値を示した。この時の割れ長さはほぼBTRに相当し、第５章で述べた方法によりBTRを求めると、攪拌材では180℃であった。これは無攪拌材の BTR(約140～180℃) の変動の範囲内であり、BTRは磁気攪拌による結晶粒微細化によっても特に変化しない。

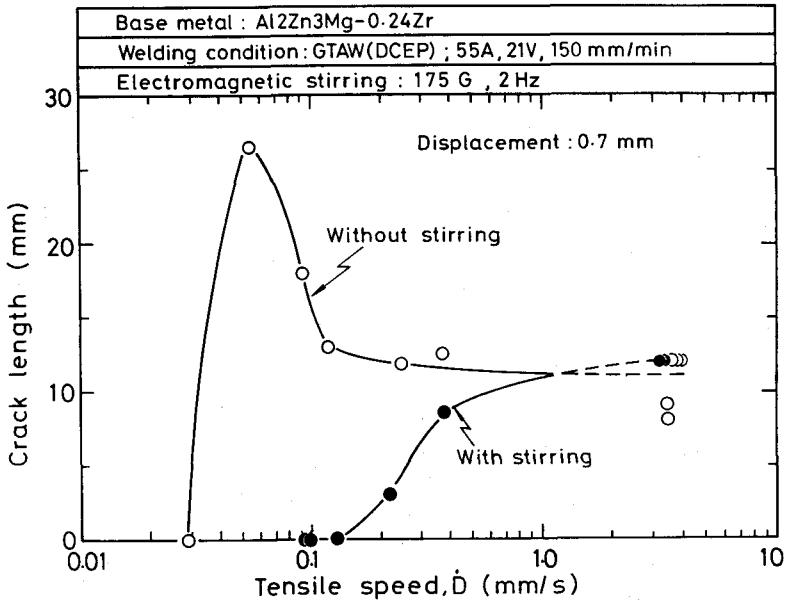


Fig.6.11 Crack length vs. tensile speed, $\dot{D}$ at constant displacement, 0.7mm.

しかし、割れ長さの変位速度依存性は両者で大きく異なり、無攪拌では低変位速度側で割れ長さに最大値を示したのち、急に割れなくなる。 この時の変位速度が$\dot{D}c$であり、約0.03mm/sである。これに対して、攪拌を加えて微細等軸晶化を行なうと、割れ長さは変位速度の低下とともに単調減少し、$\dot{D}c$は約 0.13mm/sと無攪拌時の約４倍以上の高い値を示した。

次にFig.6.12は変位速度を0.23mm/sと一定にしたときの付加変位量と割れ長さとの関係を示す。これより、Dminは、無攪拌材では 0.22mmであるのに対して、攪拌材では0.45mmと約２倍の値まで増加した。かつ、いずれの変位量に対しても割れ長さは後者のほうが短い。

したがって、磁気攪拌による微細等軸晶化は、BTRは変化しないものの、BTR内における延性値を増大させており、凝固割れの発生に対する抵抗性を著しく高めていることがわかる。またこの結果は、第５章でZrを0.36%と多量に添加して微細等軸晶化した場合とほぼ同様の結果である。このことはまた、より少ないZr量でそのままでは微細化しない合金でも、磁気攪拌の有効利用によって微細等軸晶化を図ることにより、本合金系の耐凝固割れ感受性の改善が行なえることを示している。さらに、溶融池の攪拌効果を考えた場合、溶接電流のパルス化による方法も効果的と考えられる。

さらに、Fig.6.11の割れ長さと変位速度の関係は、すでに第５章で述べたごとく、数

式的に解析されており、攪拌の有無による相違は 両者のDmin値の相違に基づくものである。

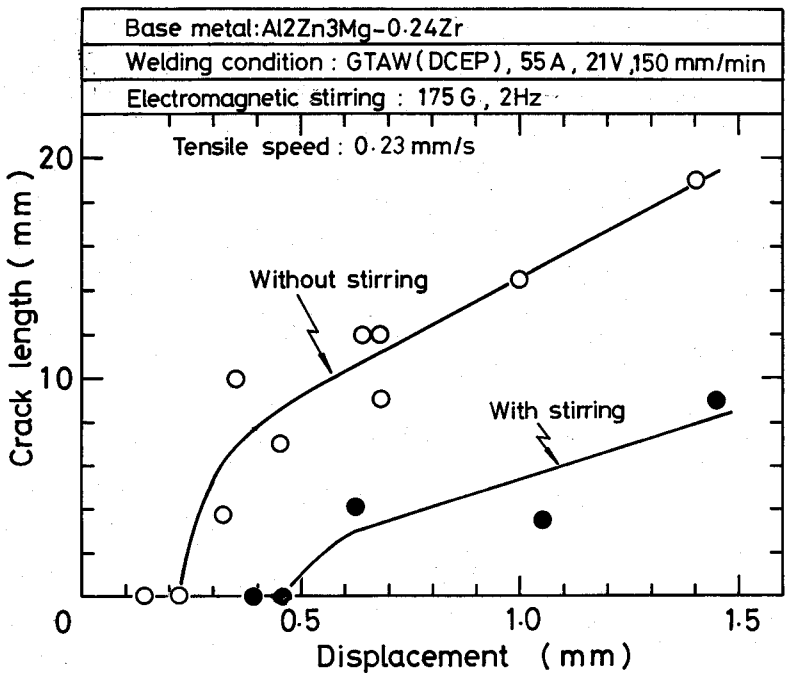


Fig.6.12 Crack length vs. displacement at constant tensile speed, 0.23mm/min.

6．8 結言

本章ではZrを0.24%まで添加した模擬溶接金属合金であるAl-2%Zn-3%Mg合金のテイグ溶接部の結晶粒微細化及び凝固割れ感受性に及ぼす磁気攪拌の効果について検討した。得られた結果を要約すると次のとおりである。

（１）Zrを0.24%含むAl-2%Zn-3%Mg合金の溶接金属部の組織は磁気攪拌により著しく微細等軸晶化する。しかし、磁場周波数には最適値が存在し、その値は、本研究の溶接条件内では２～５Hzであった。これより高周波数側では微細化の程度はかなり低下した。

（２）上記合金の割れ感受性は磁気攪拌により著しく改善される。しかし、Houldcroft式試験結果では、磁場周波数には最適値が存在し、その値は２～５Hzであった。これより高周波数側では割れ感受性の改善効果はほとんど認められなかった。したがって、割れ感受性の改善効果に対する最適周波数域は結晶粒微細化に対するものと一致することが明らかとなった。

（３）上記合金の Houldcroft式割れ試験では、磁気攪拌を行なわず 組織が柱状晶を示す

ときには割れ感受性は高く、磁気攪拌により組織が微細等軸晶化したときには著しく低下した。したがって、磁気攪拌による割れ感受性の改善効果は溶接金属部の結晶粒微細化によることが明らかになった。

（４）引張式凝固割れ試験結果によれば、磁気攪拌によって 微細等軸晶化を 行なってもBTRは変化しない。これに対して、割れ発生に対する限界変位速度 及び最低付加変位量は著しく増加する。これらのことより、微細等軸晶化により BTR内の合金の延性が増大することが明らかになった。

（５）Zrが0.16%以下では最適周波数域での磁気攪拌でも結晶粒の微細化は特に認められず、したがって割れ感受性も改善されなかった。

（６）以上の結果、Zr添加のみにより結晶粒を微細化し、凝固割れ感受性を改善するためには前章の結果より0.36%の添加が必要であったが、磁気攪拌により溶融池の適当な攪拌を行なうことにより0.24%の添加で結晶粒を微細化し、凝固割れ感受性を改善できることが明らかになった。

付録

６Ａ．１　水銀プールによる磁気攪拌のモデル実験

磁気攪拌による溶融池の湯流れを定性的に理解する目的で、次のような実験を行なった。すなわち、Fig.6A.1に示すように板の表裏のビード幅が等しい２次元ビード形成時の溶融池を模した鉄製の容器（ただし、底はプラスチック）に水銀を入れ、アークの代わりにタングステン棒を水銀に挿入して直流電流を流した。そして容器の下に鉄心入りコイル

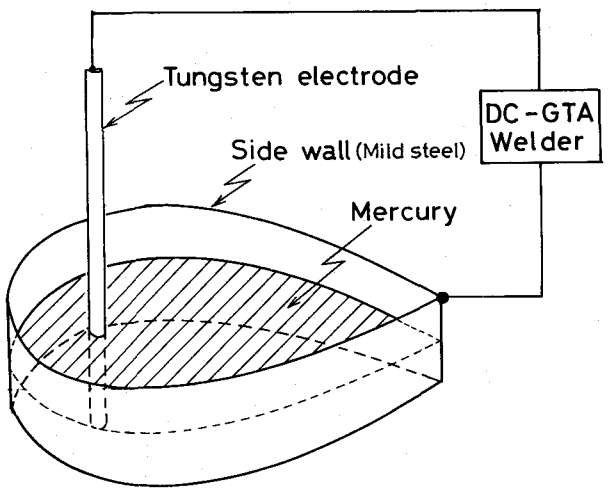


Fig.6A.1　Shape of mercury pool.

を置いて交番磁場を掛けた時の水銀の流れを観察した。このとき水銀表面の酸化を防ぐために25%塩酸水溶液で水銀表面を覆い、さらに湯流れの観察を容易にするためにSiC粉末（黒色）を水銀表面に浮かべた。

Fig.6A.2は湯流れを写真撮影で観察した結果を示す。なおこれらの写真撮影に際しては露光の時期と露光時間が問題となる。この場合露光時間を一周期に等しくすれば、露光時期をいつに選ぶかという問題は生じないし、また一周期全体の湯流れをみることができる。そこで露光時間は磁場の一周期に等しくした。磁場をかけなかった場合には、水銀は静止していたが、Fig.6A.2(a)に示すように 0.5Hz,700Gの磁場をかけた場合には水銀はタングステン棒を中心としてその周囲を著しく回転していることが確認された。またさらに磁場周波数のみを５Hzに増加させた(b)では 大きな流れは認められず、わずかに振動しているだけであり、磁場周波数が高すぎると逆に回転が抑制されることが分かった。

水銀プールと実際の溶融池では温度分布に基づく電気抵抗の分布、粘性などが異なるが、結晶粒微細化に及ぼす磁場周波数の影響を定性的によく説明していると思われる。

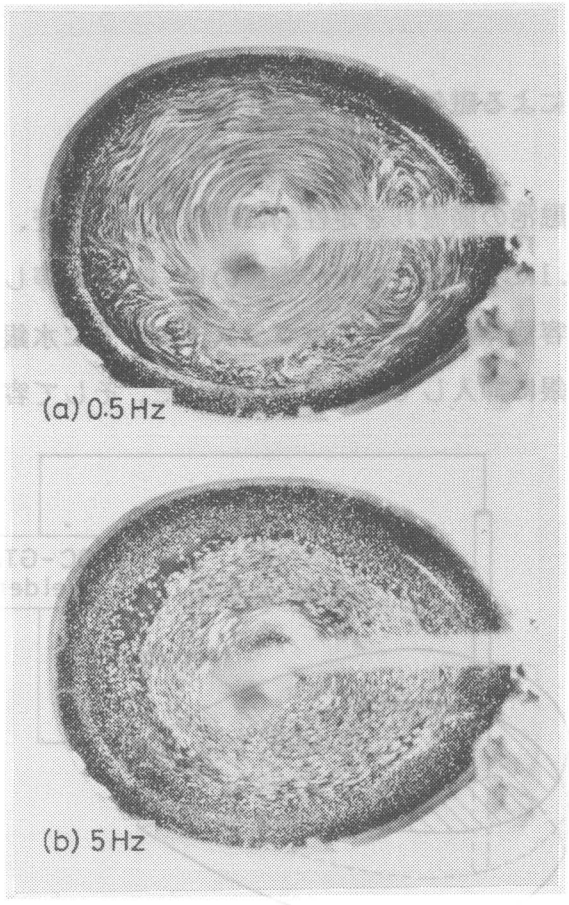


Fig.6A.2 Surface flow pattern in mercury pool.

第７章　ジルコニウム添加試作Ａ１－高Ｍｇ溶接ワイヤとパルスミグ溶接法の併用によるＡ１－Ｚｎ－Ｍｇ３元系合金の溶接凝固割れ感受性の改善方法の検討

７．１　緒言

第３章の結果より、試作Al-高Mg溶接ワイヤは 溶接クレータ部の凝固割れ感受性の低減には極めて有効ではあるが、溶接ビード部の凝固割れ感受性の低減に関しては必ずしも有効ではなかった。これは、試作Al-高Mgワイヤの使用により、溶接クレータ部の 結晶粒は微細化するものの、溶接ビード部はほとんど微細化しないためである。このため、第４章及び第５章では微量元素の添加による凝固割れ感受性の改善方法について検討し、微量添加元素としてZrを取り上げ、Zrの適当な添加により溶接ビード部の結晶粒が微細化し、凝固割れ感受性が著しく改善されることを示した。しかしこのためには有効Zr添加量は約0.3%以上が必要であった。この有効Zr添加量を さらに実用的な添加量にまで低下させるために、第６章では溶接中の溶融池の磁気攪拌に注目し、磁気攪拌法の適用により溶融池に適当な攪拌を行なうことにより、有効Zr添加量を 約0.2%程度にまで低下できることを示した。しかし磁気攪拌法では、重たく、かつ大きな励磁コイルを溶接トーチ先端部に装着するか、もしくは溶接トーチと同軸に溶接試片の直下に設置しなければならない。このため、適用できる開先形状も極めて限られたものとなり、いずれの方法を採用しても実用化は困難であり、軽量・小型の励磁コイルの開発を待たなければならない。

溶融池の攪拌方法としては第１章で述べたごとく、磁気攪拌法の他に溶接電流のパルス化による方法（パルス溶接法）が古くから知られている[41)]。 溶接電流のパルス化により溶融池を攪拌する方法では磁気攪拌における励磁コイルのような特別付属部品は必要なく、市販のインバータ制御式溶接機により、適当な溶接電源波形を制御することにより達成できるために、実用的に極めて有効と考えられる。

さらに、パルス溶接法がAl合金の溶接金属の結晶粒微細化に対して有効であることがティグ溶接において報告されているが[42-48)]、ミグ溶接においては溶接電流のパルス化により、溶融池を攪拌し、結晶粒の微細化を積極的に図ろうとした試みはこれまでほとんどない[49)]。これはミグ溶接では100Hz前後の中周波数域の溶接電流のパルス化により溶滴移行を制御（いわゆる１パルス１ドロップ移行）し、これにより溶接入熱の低減化及びスパ

ッタの低減化を図る[53]ことが実用的見地から重要視されてきたことと、また パルス法により溶融池の効果的な攪拌を行なうためには、磁気攪拌の結果よりパルス周波数が数Hzから数十Hzのいわゆる低周波パルスが必要と考えられるが、通常のパルスミグ溶接法では数Hzから数十Hzの低周波数域では安定な溶接が困難なためである[53]。

しかし、最近、100Hz 前後の中周波数の二つの異なるパルス条件を交互に切換えることにより、その切換え周波数が数Hzから数十Hzでも安定な溶接が可能な低周波パルスミグ溶接法が開発されてきている[54, 55]。そして、著者らが一部のAl合金に対して適用した結果によれば適当なパルス溶接周波数条件下で溶接部の結晶粒微細化とそれに伴う凝固割れ感受性の低減効果[54, 138]、さらに気孔の抑制効果[54]などを確認している。

本章では、以上の経過をふまえて、第３章で用いたAl-高Mgワイヤに さらに微量元素として Zrを添加した新たなAl-高Mg溶接ワイヤを試作し、結晶粒微細化に必要なZrはこのワイヤにより溶融池に供給し、さらに溶融池の攪拌は溶接電流のパルス化で行なうことにより、両者の相乗効果によるAl-Zn-Mg３元系合金溶接部の結晶粒微細化及び凝固割れ感受性の改善効果の検討を行なった。

７．２　使用材料及び実験方法

７．２．１　使用材料

溶接割れ試験に用いた母材は主としてA7N01を使用し、比較母材としてA5083も使用した。溶接ワイヤにはA7N01に対して市販A5356及び試作ワイヤとしてAl-高Mgワイヤでは7Mgワイヤと これにZrを0.25％添加した7MgZrワイヤ、またA5083に対して市販A5183を使用した。 なお 現在のAl合金溶接ワイヤの工業用生産システムではMg及びZr添加量は本研究での試作値が最高値であった。母材板厚 及びワイヤ径はそれぞれ３及び1.6mmであり、これらの化学成分をTable 7.1に示す。

Table 7.1 Chemical compositions of base metals and welding wires used.

Material		Chemical composition (wt%)									Remarks
		Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr	
Base metal	A7N01	0.07	0.16	0.09	0.48	1.13	0.20	4.50	0.03	0.13	3mmt
	A5083	0.14	0.19	0.04	0.67	4.57	0.13	0.01	0.03	—	
Welding wire	A5356	0.05	0.14	0.01	0.09	4.82	0.10	Tr	0.09	—	1.6mm diam.
	A5183	0.07	0.15	0.01	0.55	4.81	0.08	0.01	0.06	—	
	7Mg	0.08	0.17	Tr	0.12	7.22	0.11	0.01	0.07	—	
	7MgZr	0.05	0.17	Tr	0.12	6.60	Tr	0.09	0.01	0.25	

７．２．２　溶接凝固割れ試験法

パルスミグ溶接部の凝固割れ感受性は第２章で用いた Modified Houldcroft式割れ試験法により評価した。評価法は2.2.2(1.6)で述べたとおりである。なお試片板厚は３㎜とし、Fig.2.8(b)に示す試片形状を用いた。

７．２．３　低周波パルスミグ溶接法

本研究で用いた低周波パルスミグ溶接法の電圧及び電流波形の模式図を Fig.7.1に示す。安定な溶滴移行を行なう１パルス１ドロップ域の２つのユニットパルス（パルス電流値I_Pとパルス幅t_Pとの組み合わせ）を周期的に切換える方式である。それぞれのユニットパルスのみを用いる場合がいわゆる通常のパルス溶接法である。

通常のパルス溶接法ではワイヤ供給速度一定の条件下においては、ピーク電流期間ではワイヤ溶融速度が大きくなりアーク切れを招きやすくなり、逆にベース電流期間ではワイヤ溶融速度が小さくなるためにワイヤ先端が溶融池に突っ込み、スパッタが多くなるとともに、いわゆるステッキングが発生しやすくなる。このような傾向はそれぞれの電流期間が長いほど、すなわちパルス周波数が小さいほど顕著となる。このため、通常のパルス溶接法では数Hzから数十Hzの低周波数域ではアークは不安定であり、またスパッタリングも多い欠点がある[53]。

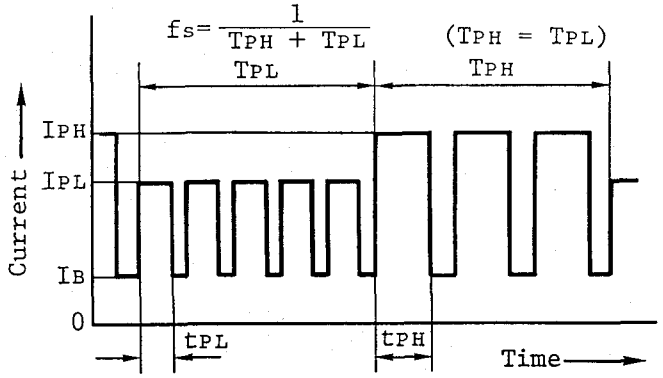


Fig.7.1　Low frequency pulsed current waveform and its notation.

これに対して本研究で用いた低周波パルスミグ溶接法では Fig.7.1に示すようにそれぞれのユニットパルスではスパッタの少ない１パルス１ドロップ移行を行なう条件である

ために、ユニットパルスの切換え周波数ｆｓが 数Hzから数十Hzの低周波数域においても極めて安定なパルス溶接が可能である[54, 55]。

パルス溶接においては溶融池が振動することにより、溶融池内の攪拌が期待されるが、その振動はアーク力の変動によって引き起こされ、またさらにアーク力はピーク電流値に比例すると言われている[53]。 したがって、本研究の目的からは２つのユニットパルスのピーク電流値の差が大きいことが望ましいが、差が大きすぎると逆に安定な溶接が不可能になる。このため、あらかじめ詳細な予備実験を行ない、Table 7.2 に示すパルス溶接条件を設定した。板厚３mmの割れ試験片において完全２次元ビードが得られるように平均溶接電流Ｉav：95A、平均電圧Ｅav：19V、溶接速度ｖ：400mm/minとした。 そして、これらの条件を満足するユニットパルス条件の中よりＩｐの差が大きく、かつ 安定なユニットパルス条件の切換えが可能な条件として表中のパルス条件Ｈ及びＬを選定した。ユニットパルスの切換え周波数ｆｓは０から50Hzまで変化させた。なお、ｆｓ＝０はユニットパルス条件ＬもしくはＨでの通常のパルス溶接に相当する。

Table 7.2 Low frequency pulsed welding conditions used.

Pulse condition L(I_{PL} : 360A, t_{PL} : 1.2ms)
Pulse condition H(I_{PH} : 400A, t_{PH} : 2.0ms)
Base current, I_B : 30A
Switching frequency, fs : 0-50Hz
Average welding current, I_{av} : 95A
Average arc voltage, E_{av} : 19V
Welding speed, v : 400mm/min
Shielding gas : Pure Ar, 25l/min

７．２．４　溶融池表面の振動の動的観察法

低周波パルスミグ溶接時の溶融池表面の振動状態を Fig.7.2に示す方法にて観察した。すなわち、キセノンランプ背光のもとに溶融池表面を水平より約15度上方より高速度ビデオ（500コマ／S）にて撮影した。 パルス条件が Ｈ及びＬにおける溶融池の表面状態をFig.7.3(a)及び(b)にそれぞれ示す。 パルス条件がＨ期間では溶融池中央部が凹となり、逆にＬ期間では凸となる。溶融池表面の１周期におけるこの上下動の差をモニタ画面上にて計測し、その値を見かけの振幅とした。また、同時にその振動の周波数も測定した。

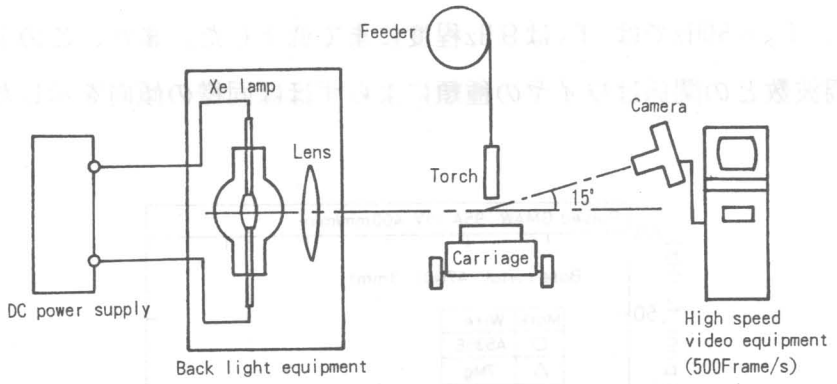


Fig.7.2 Schematic illustration of dynamic observation of molten pool oscillation by high speed video camera.

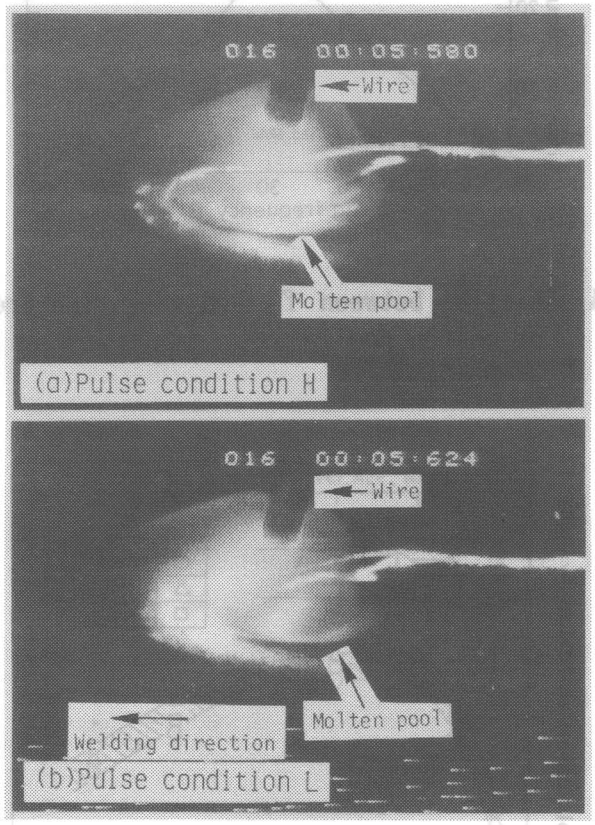


Fig.7.3 Typical oscillation pattern of molten pool: (a)H(I_{PH}=400A) and (b)L(I_{PL}=360A), A7N01/7MgZr, f_s=30Hz.

7．3 低周波パルスミグ溶接における溶融池振動

溶融池表面の振動周波数f_v及びその見かけの振幅とf_sとの関係を母材A7N01、ワイヤA5356、7Mg及び7MgZrに対して求めた結果をそれぞれFigs.7.4及び7.5に示す。

まずFig.7.4において、f_sが30Hzまでは溶融池表面の振動周波数f_vはほぼf_sに一致

し、溶融池はｆｓに同期して振動する。しかし、これ以上の周波数ではｆｓの増加とともにｆｖも減少し、ｆｓ＝50Hzでは ｆｖは９Hz程度にまで低下した。また、このような溶融池振動とパルス周波数との関係はワイヤの種類によらずほぼ同様の傾向を示した。

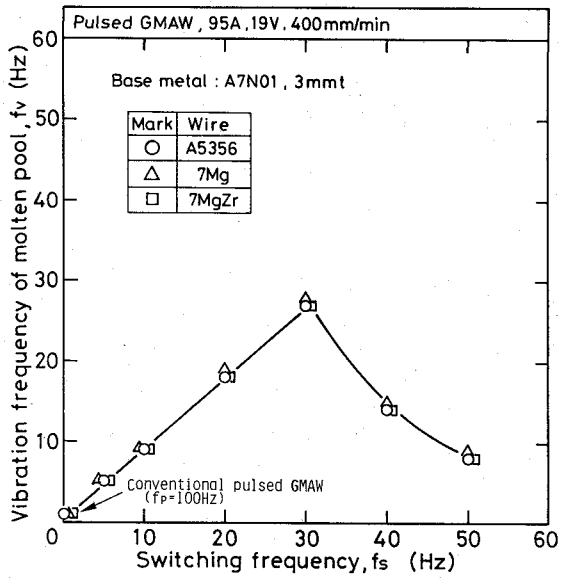


Fig.7.4 Relation between f_s and vibration frequency of molten pool, f_v.

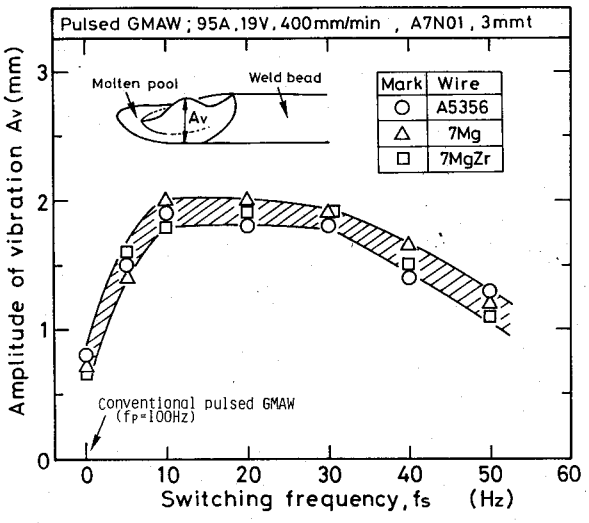


Fig.7.5 Relation between f_s and amplitude of vibration of molten pool surface, A_v.

次に、振幅についてみるとFig.7.5に示す様に、ｆｓ＝０、すなわち通常のパルスミグ

溶接では溶融池は 0.5Hz程度のゆったりとした振動が観察されたが、その振幅は小さい。これに対して、低周波パルス溶接ではf_sの増加とともに振幅は急激に増大し、約 10から30Hzではほぼ一定の値に飽和した。この時の値は通常パルス溶接の2.6～2.9倍であった。しかし、これ以上ではf_sの増加とともに漸減した。しかし、50Hz でもその振幅は通常パルス溶接の1.5～1.7倍であり、まだ低周波パルス溶接の効果が認められた。また、これらの結果はワイヤの種類に関係なくほぼ同様であった。

以上の結果、本研究で採用した低周波パルスミグ溶接法では Table 7.2に示したパルス溶接条件により、通常のパルスミグ溶接法に比してより活発な溶融池振動を発生できることが分かった。

なお、f_sが10～30Hzで最も大きな振動が得られたが、この 周波数域ではf_sとf_vがほぼ一致していることを考慮すると、この周波数域が溶融池の固有振動数に対応しているものと考えられる。そこで、２次元ビードにおける溶融池振動モデルを用いて、溶融池の固有振動数の検討を行なった。

Y.H.Xiao[139]によれば Fig.7.6に示すような完全２次元ビードにおける振動モードにおける溶融池の固有振動数は次式の簡略式で表される。

$$f = 1.08 (\gamma / \rho h)^{1/2} / D \qquad (7.1)$$

ここに、f：固有振動数

γ：溶融金属の表面張力

ρ：溶融金属の密度

h：板厚（溶融池の厚さ）

D：溶融池の直径

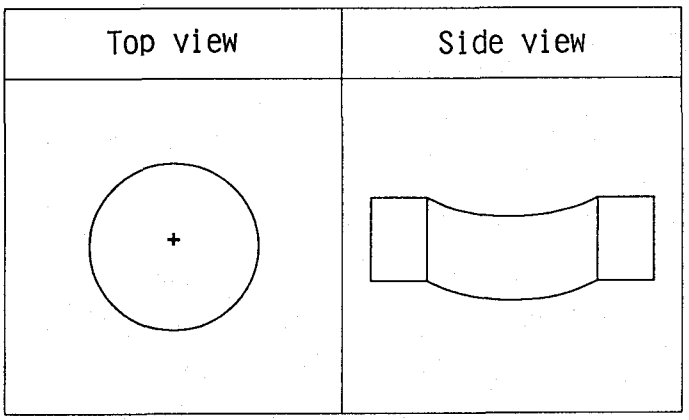


Fig.7.6 Oscillation mode in a fully penetrated molten pool.

実際の溶融池の形状は進行方向に細長い楕円形であるが、ワイヤの種類やパルス周波数による溶融池形状の変化はほとんど認められなかった。その短軸及び長軸はそれぞれ平均9.3mm(8～10mm)及び13.1mm(12～15mm)であり、短軸／長軸比は平均1.42(1.3～1.5)であった。また溶融池の表面積より等価円直径を求めると平均10.7mm (9.8～11.6mm)であった。またさらに試験片の板厚は３mmであるが、ミグ溶接ではワイヤより溶加材を供給しているために溶融池の厚さｈは平均6.1mm(6.0～6.5mm)となっていた。(7.1)式によりｆの計算にあたっては、溶融池形状因子には上記の値を用い、さらにAl合金のアーク溶接時の溶融池は通常800～1000℃、最高1200℃程度まで過熱されている[53,140]ことを考慮して、γ及びρは660～1200℃までの純Alの値[141]を使用した。計算結果をTable 7.3に示す。これより溶融池の固有振動数ｆの計算値は大略20～30Hzの範囲となり、この周波数域が最も振動しやすいことを示している。この値は Fig.7.5で得られた最も活発な振動を示した周波数域にほぼ一致しており、このことより本研究で用いた低周波パルスミグ溶接による溶融池振動はその固有振動現象にほぼ支配されていると考えることができる。

Table 7.3 Calculated oscillation frequency of molten pool of pure Al at different molten pool temperatures and molten pool diameters.

Temperature of molten pool (°C)	Density of molten metal ρ (Kg/m^3)	Surface tension of molten metal γ (N/m)	Thickness of molten pool h (mm)	Diameter of molten pool D (mm)	Oscillation frequency f (Hz)
660	2385	0.914	6.1	9.3* 10.7** 13.1***	29 26 21
800	2346	0.865	6.1	9.3 10.7 13.1	29 25 20
1000	2290	0.795	6.1	9.3 10.7 13.1	28 25 20
1200	2234	0.725	6.1	9.3 10.7 13.1	27 24 19

*Short diameter
**Equivalent diameter
***Long diameter

７．４　低周波パルスミグ溶接による溶接部の結晶粒微細化

Fig.7.7は各ワイヤを用いた場合の溶接ビード部の代表的なミクロ組織をｆ$_s$に対して示す。 いずれの場合も 低周波パルスの適用により結晶粒の微細化が認められるが、特に7MgZrにおいて顕著であり、ｆ$_s$に関係なく溶接ビード全体が第６章の磁気攪拌で得られたように微細等軸晶化した。

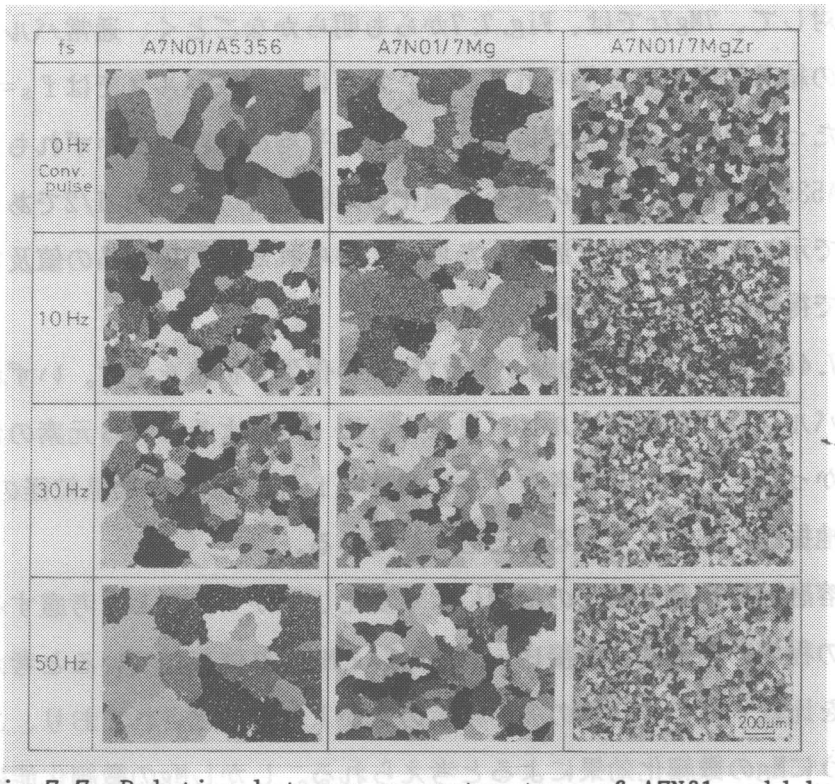


Fig.7.7 Relation between macrostructure of A7N01 weld bead and f_s with different wires.

Fig.7.8は平均結晶粒径とf_sとの関係を示すが、これよりA5356及び7Mgワイヤを用いた場合の平均結晶粒径はf_sに大きく依存した。すなわち、f_sの増加とともに平均結晶粒径は漸減し、f_s＝30Hzで最小値を示す。その後、f_sの増加とともに漸増し、通常パルス時の値に近づくが、f_s＝50Hzでも通常パルス時の値よりはまだ小なる値を示した。

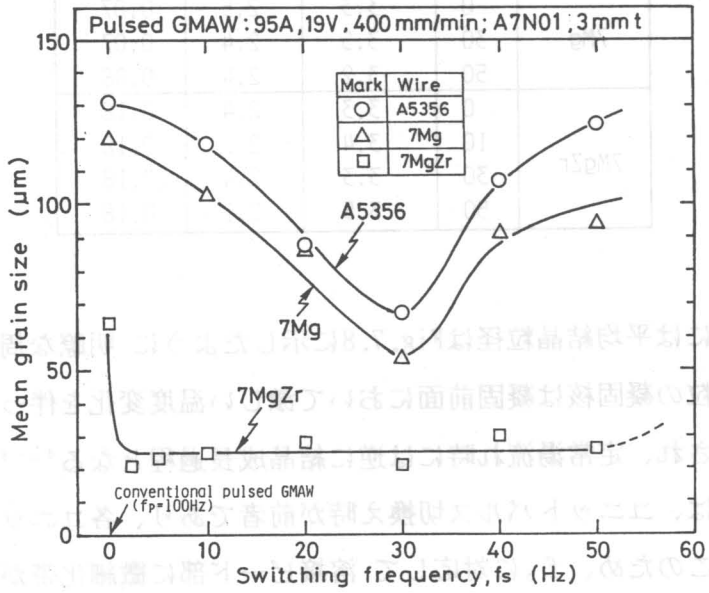


Fig.7.8 Effect of f_s on mean grain size of A7N01 weld bead with different wires.

これに対して、7MgZrでは、Fig.7.7からも明らかなごとく、通常パルスにおいてもすでにかなりの結晶粒微細化が得られている。さらに低周波パルスではｆｓ＝2.5～50Hzの広い範囲にわたって著しい微細化が得られた。また平均結晶粒径はいずれも 20～30μmに達しており、A5356及び7Mgワイヤの最も微細化した30Hz時の値の約 1/2であった。またこの値は第５章で示した多量のZrを添加した場合に得られた微細等軸晶の値及び第６章で示した磁気攪拌で得られた値とほぼ同等であった。

Table 7.4は溶接ビード部のMg、Zn及び Zrの化学分析値を示す。いずれのワイヤにおいても通常パルス及び低周波パルス、またさらに ｆｓによるこれら元素の含有量に変化は認められなかった。このことは各ワイヤにおけるｆｓによる平均結晶粒径の変化は すでに述べた溶融池振動に依存していることを示している。

次に、溶融池振動はワイヤの種類により変化しなかったことを考慮すると、ワイヤによる微細化の程度の相違は、溶接ビード中のZrとMg量に依存していると考えられる。まずA5356と7Mgを比較すると、Mg量の多い後者の方がより微細化されており、これは第３章でも述べたようにMgの微細化効果によると考えられる。しかしMgの微細化能は比較的小さく

Table 7.4 Effect of ｆｓ on chemical compositions of Mg, Zn and Zr of A7N01 weld bead with different wires.

Welding wire	fs (Hz)	Chemical composition (wt%)		
		Mg	Zn	Zr
A5356	0	2.6	2.4	0.07
	30	2.6	2.4	0.07
7Mg	0	3.3	2.5	0.07
	30	3.5	2.4	0.07
	50	3.2	2.4	0.08
7MgZr	0	3.3	2.4	0.18
	10	3.4	2.2	0.18
	30	3.3	2.4	0.18
	50	3.5	2.1	0.18

、このような場合には平均結晶粒径はFig.7.8に示したように 明瞭な周波数依存性を示す。すなわち、結晶粒の凝固核は凝固前面において激しい温度変化を伴った高温の湯流れ発生時に活発に形成され、定常湯流れ時には逆に結晶成長過程となる[42-45]。本研究で用いた低周波パルスでは、ユニットパルス切換え時が前者であり、各ユニットパルス期間中は後者に相当する。このため、ｆｓに対応して 溶接ビード部に微細化帯が形成されることになる。溶接速度一定ではｆｓの増加とともに 単位ビード長当たりの微細化帯の数も増加するためにｆｓとともに微細化も進むことになる。しかし、これはｆｓが固有振動数域の範囲

内であり、f_sがこれより大になると 逆に溶融池振動の効果が減少し、攪拌の効果が低下するために微細化作用そのものが低下する。このようにして 結晶粒微細化には最適のf_sが存在することになる[42-45]。

Fig.7.9はA5356ワイヤを用いた場合に観察された溶接ビード中の不連続的な組織を示す。凝固条件が大きく変動したと思われるリップル線にそって写真下方より成長してきた柱状晶の成長が抑制され、そこで数μmから十数μm径の微細等軸晶が局部的に形成されていることが分かる。しかしこの場合には溶接ビード中のZr量が不十分なために微細等軸晶の形成数も不十分となり、溶接ビード全体の結晶粒微細化には至らない。

これに対して、A5356及び7Mgと7MgZrとの相違はZr量による。すでに述べたように ZrはAl合金の強力な結晶粒微細化元素であり[94, 127, 128]、その微細化効果はすでに 第6章で述べたように溶融池の攪拌効果により著しく促進される。また微細化の程度はZr量と攪拌の程度の両方に依存し、Zr量が多ければ わずかの攪拌でも 微細化を示すことになる。Table 7.4より低周波パルスミグ法による Al-Zn-Mg3元系合金溶接部の結晶粒微細化には溶接ビード部のZr量は0.18%が必要であり、これは模擬溶接金属合金の磁気攪拌に対する値にほぼ一致していた。

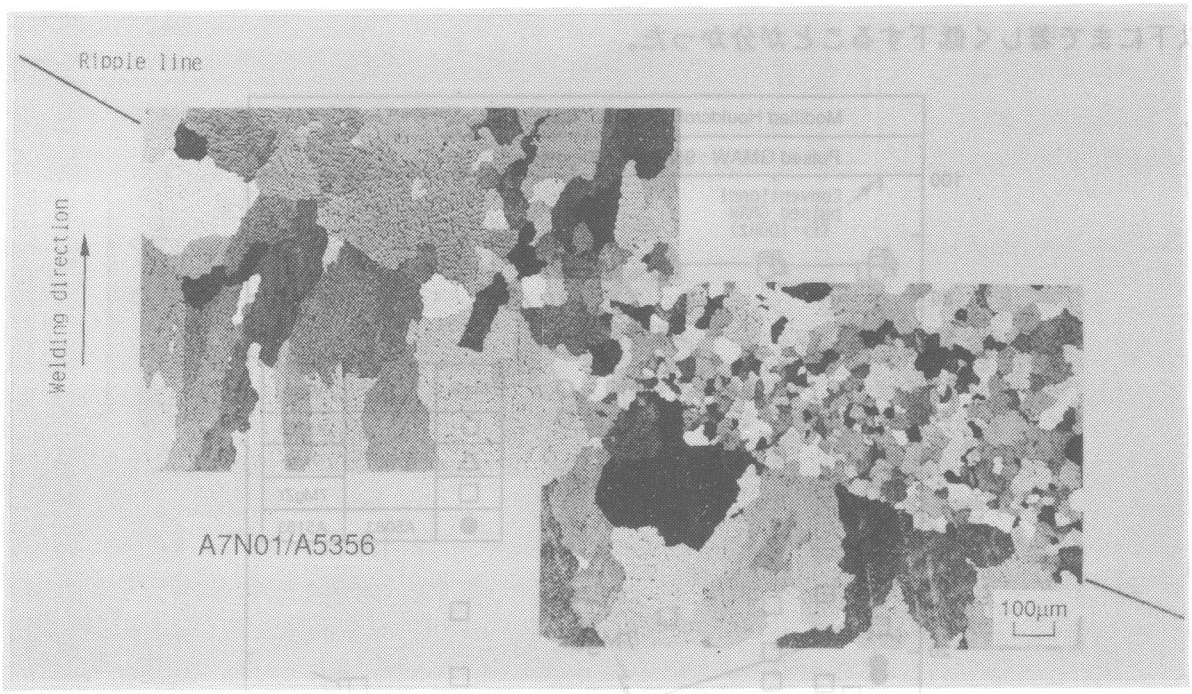


Fig.7.9 Macrostructural change showing uncontinuous growth caused by irregular solidification condition, A7N01/A5356, f_s=0.

以上の結果、低周波パルスミグ溶接法と Zrを添加した試作7MgZrワイヤの併用によりAl-Zn-Mg3元系合金溶接ビード部の顕著な結晶粒微細化が可能であることが明らかになった。

７．５　低周波パルスミグ溶接部の凝固割れ感受性

7.3及び7.4の結果より、低周波パルスミグ溶接法と 試作7MgZrワイヤを組み合せることにより、Al-Zn-Mg３元系合金溶接部の結晶粒微細化が達成された。そこで次に、結晶粒微細化とともに 溶接部の凝固割れ感受性が 改善されているかどうかについて Modified Houldcroft式試験法を用いて検討した。

Fig.7.10は溶接ビード部の割れ率とｆｓとの関係を示す。まず通常のパルス溶接（ｆｓ＝０）ではA7N01は凝固割れ感受性が高いために いずれのワイヤを用いてもA5083/A5183よりも大なる割れ率を示した。しかし 7MgZrは通常パルス溶接部でもすでにかなりの結晶粒微細化が認められており、これに対応するように、割れ率に変動が見られるものの平均的には他のワイヤよりも小なる割れ率を示した。

次に、低周波パルス溶接ではA5356及び7Mgを用いた場合には、結晶粒が最も微細化したｆｓ=30Hzにて 割れ率が多少低下する傾向が認められたが、その他のｆｓではいずれも大なる割れ率であった。これに対して7MgZrを用いた場合には 顕著な結晶粒微細化が認められた2.5Hzから50Hzの広い範囲にわたって、割れ率はA5083/A5183と同程度かもしくはそれ以下にまで著しく低下することが分かった。

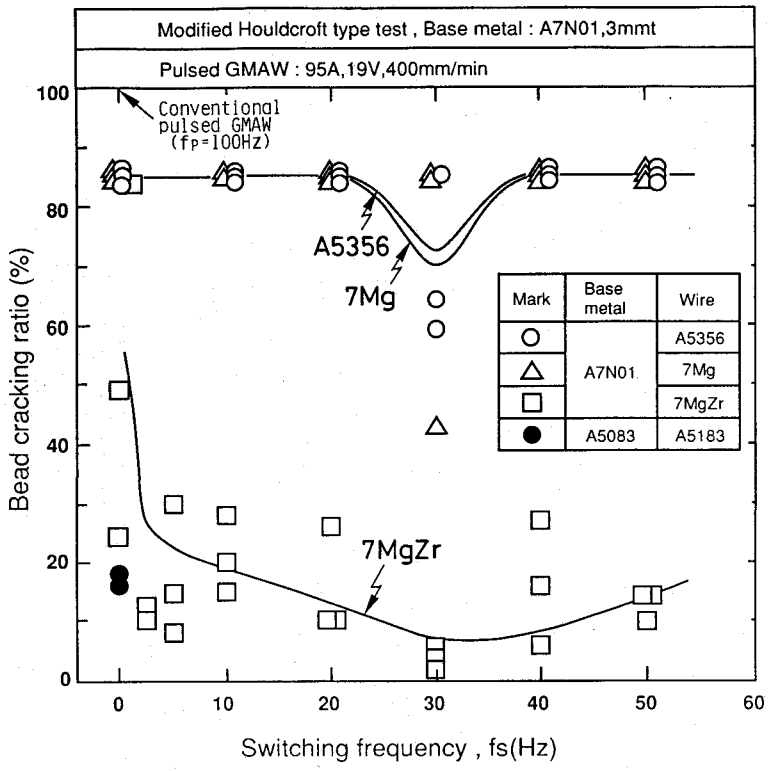


Fig.7.10　Effect of ｆｓ on bead cracking ratio of A7N01 weld bead with different wires.

Fig.7.11は溶接ビード部の平均結晶粒径と割れ率との関係を示す。両者の間には密接な関係があり、A7N01においては平均結晶粒径が20～30μmにまで微細化したときに割れ率

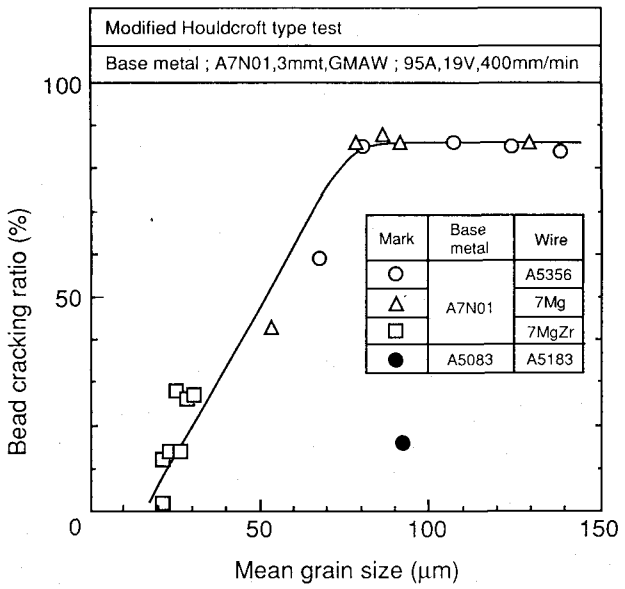


Fig.7.11 Relation between mean grain size and bead cracking ratio of A7N01 weld bead with different wires.

がA5083と同程度にまで低下した。このような結果は 第６章で述べたティグ溶接部の磁気攪拌による検討結果にほぼ一致した。なお、A5083/A5183が 比較的大きな結晶粒にもかかわらず割れ率が小さいのは第２章でも述べたように合金系の違いによるものである。
したがってこのような低周波パルス溶接による凝固割れ感受性の改善効果はすでに第６章でも述べたごとく結晶粒微細化に基づいているとみなすことができる。

以上の結果、低周波パルスミグ溶接法と試作7MgZrワイヤを組合せることによりAl-Zn-Mg３元系合金溶接部の結晶粒を微細化し、これにより その耐凝固割れ感受性を著しく改善できることが明らかになった。なお、このようにして得られた溶接部の機械的性質は現在使用されているA5356ワイヤと同等であった。

７．６ 結言

本章では、第３章で用いたAl-高Mgワイヤに さらに微量元素としてZrを添加した新たなAl-高Mg溶接ワイヤである7MgZrワイヤを試作し、結晶粒微細化に必要なZrはこのワイヤにより溶融池に供給し、さらに溶融池の攪拌は溶接電流のパルス化で行なうことにより、両者の相乗効果によるAl-Zn-Mg３元系合金溶接部の結晶粒微細化及び凝固割れ感受性の改善

効果の検討を行なった。得られた結果をまとめると次のようになる。

（１）通常のパルスミグ法で用いられている安定な溶滴移行を行なう１パルス１ドロップ域の２つのユニットパルス条件を周期的に切換える方式の低周波パルスミグ法により、通常のパルス溶接法（単独のユニットパルス条件）に比して著しく活発な溶融池振動が行なわれることが明らかになった。

（２）低周波パルスミグ溶接法では溶融池表面はピーク電流値が高い期間にその中央部が凹となり、低い期間には凸となる上下振動を行なう。本論文で用いた溶接条件ではこの上下振動はパルス周波数（ユニットパルス切換え周波数）f_sが30Hzまではf_sに同期するが、それ以上では同期せず逆に低下する。 また、溶融池表面の振幅はf_sとともに増加し、10～30Hzで最大値として通常パルス溶接法の2.6～2.9倍もの値を示す。さらにこれ以上のf_sでは振幅は逆に低下するが、50Hzにおいても まだ通常パルスの1.5～1.7倍の値を示すことが分かった。

（３）最大の振幅が得られた溶融池の振動周波数は２次元ビードをモデルとした溶融池の固有振動数の計算結果にほぼ一致した。

（４）母材A7N01に対して、Zr入りワイヤ7MgZrを用いて低周波パルス溶接を行なうと、周波数 2.5～50Hzの広範囲な周波数域で顕著な結晶粒微細化が認められ、溶接ビード全体が平均結晶粒径が20～30μmまで微細等軸晶化することが分かった。これに対して、A5356及び 7Mgワイヤでも結晶粒微細化が認められるが、その程度には周波数依存性があり、30Hzで最も微細化した。しかしその程度は7MgZrワイヤに比してかなり小さい。

（５）Modified Houldcroft式割れ試験法により評価したA7N01溶接ビード部の割れ率は通常パルス溶接条件では いずれのワイヤでも高い値を示し、7MgZrワイヤを用いてもほとんど改善効果が認められず、A5356及び7Mgワイヤよりもわずかに低い値を示したのみであった。これに対して、低周波パルスミグ溶接条件では 7MgZrワイヤを用いた場合には、顕著な結晶粒微細化が認められた周波数2.5～50Hzのいずれの条件でも 著しい割れ率の低下が認められ、割れ率はほぼA5083/A5183相当の 十分に低い値にまで低下することが分かった。

しかし、A5356及び7Mgでは最も結晶粒が微細化した30Hzにおいてわずかに割れ率が低下したのみであった。

（６）割れ率は平均結晶粒径に依存し、形成組織が等軸晶の場合には割れ率は平均結晶粒径とともにほぼ直線的に低下した。A7N01溶接ビードの凝固割れ感受性をA5083/A5183と同程度にまで十分に低下させるには平均結晶粒径は 20～30μmまで小さくする必要があることが分かった。

（７）以上の結果、本研究で試作したZrを添加した7MgZrワイヤと 低周波パルスミグ溶接法の併用により実用Al-Zn-Mg３元系合金 A7N01のミグ溶接の耐凝固割れ感受性を十分に改善できることを明らかにした。

第８章　結論

本研究は 溶接構造用Al-Zn-Mg３元系合金A7N01の溶接部の凝固割れ感受性の改善を目的としたものである。まず一般的な実用Al合金溶接部の凝固割れ感受性の評価と凝固割れ感受性に及ぼす各種因子について詳細な検討を行なったのち、Al-Zn-Mg３元系合金に対して材料的観点として溶接ワイヤ成分からの改善方法とさらに溶接プロセス的観点として磁気攪拌やパルスミグ溶接法による溶接中の溶融池の攪拌法の適用による溶接部の組織改質からの改善方法ついて詳細な検討と考察を行なった。そして適当な成分調節を行なった溶接ワイヤとパルスミグ溶接法の併用法が凝固割れ感受性の改善に優れた効果を示すことを明らかにし、新しい凝固割れ感受性の改善方法として提案したものである。

本研究において得られた結果は各章ごとに詳述したが、ここではその内容を総括して述べる。

第１章では、本研究の必要性に対する背景及び研究目的について述べるとともに、本研究に関係する過去の研究状況について概観した。

第２章では、まず、Al-Zn-Mg３元系合金 A7N01溶接部の凝固割れ感受性を定性的及び定量的に把握するために、各種凝固割れ試験法により評価を行ない、1XXX系から7XXX系までの各種実用Al合金との相互比較を行なった。 定性的な比較は 自拘束式割れ試験により求めた割れ長さ、割れ数、割れ率などの指標を用いて行ない、また定量的な比較は外部付加歪式割れ試験により求めた割れ発生の限界歪量、限界歪速度、割れ発生温度領域などの指標を用いて行なった。これらの割れ試験法により得られた凝固割れ感受性の評価結果をもとにして、さらに溶接部のマクロ及びミクロ組織観察、割れ破面観察、熱分析による凝固温度測定などの検討結果と合わせて、実用Al合金溶接部の凝固割れ感受性に対する総合的な考察を行なった。そして、これらの結果及び考察に基づいて実用Al-Zn-Mg３元系合金溶接部の耐凝固割れ感受性を改善するための指針を得ようとしたものである。本章で得られた主要な結果をまとめると次のようになる。

（１）自拘束試験法である リング鋳造割れ試験、 テイグ溶接クレータ割れ試験、Houldcroft割れ試験及びFan-shaped割れ試験を用いて 各種実用Al合金母材の凝固割れ感受性の評価を行なった結果、一部を除いて合金間の凝固割れ感受性の大小関係は割れ試験法によらず大略一致することが分かった。すなわち定性的には以下のようになる。

(A1070,A1100,A3003)＜＜{(A5083,A5052)＜A5005)}＜{(A2219)＜(A2017,A6063,A6N01

,A6061,A7N01,A7075)}

（２）溶接中の固液共存温度域おける合金の延性特性の観点から実用Al合金母材の凝固割れ感受性を評価するために 高歪速度のTrans-Varestraint試験により割れ発生の最低付加歪量、 ε_{min}及び割れ発生温度領域、BTRを、また歪速度可変式のSB Trans-Varestraint試験より割れ発生の限界歪速度、 $\dot{\varepsilon}_{C}$及びCSTを求めた。得られた各実用Al合金のこれらの数値は本文中のTable 2.4に示した。

（３）実用Al合金は ε_{min}の大小により３グループに大別された。 A1070及びA3003はそれぞれ約 0.4%及び約 0.22%と大きく、次いで 2XXX系、5XXX系及び A7N01はいずれも約0.05%であり、6XXX系合金はいずれも０%であった。A1070及びA3003以外では合金間での ε_{min}の違いは明瞭ではなかった。これに対してBTRには合金により明瞭な違いが認められた。A1070及びA3003のBTRはそれぞれ20℃及び43℃と著しく小さいが その他の合金ではこれらの値よりも急激に増大し、約90℃から145℃の範囲の値を示し、A7N01は 143℃と大なるBTRであった。

（４）BTRと熱分析法により求めた 凝固温度範囲 ⊿T（液相線温度T_Lと公称固相線温度T_Sもしくは共晶温度T_E間の温度差）との間には正比例の関係が成立し、次式で表される。すなわち、共晶温度が明確に測定できた2XXX系合金に対しては

$$BTR = 1.0\,\Delta T, \quad (\text{相関係数 } r = 0.99)$$

その他の合金に対しては

$$BTR = 2.1\,\Delta T, \quad (\text{相関係数 } r = 0.97)$$

（５）歪速度可変式のSB Trans-Varestraint試験より求めた固液共存温度域での割れ発生の限界付加歪量 ε_{C} はA5083やA5052では歪速度の低下とともに顕著に増加するが、2XXX系合金では増加の程度は小さく、さらにA7N01ではほとんど増加しないことが分かった。また 本試験により得られた延性曲性より求めた実用Al合金の割れ発生の限界歪速度、CST値の大小関係は次のようになる。

A1070＞＞(A5083,A5154,A5052)＞＞A2219＞(A2017,A7N01)

溶接構造用Al合金として実績のあるA5083は A1070に次いで大きく、A7N01は最も小さい値を示すことが分かった。

（６）凝固割れ感受性に影響を及ぼす組成的因子として、溶接金属部の結晶粒界における共晶生成物の界面接触角θ_Dを測定したところ、代表的な実用Al合金である A1070、A2017、A2219、A5052、A5083及び A7N01の値はそれぞれ ２、11、20、40、65及び13度であり、A7N01はA5083に比して著しく小さい値であった。またθ_DとCSTとの間には良い相関性があり、θ_Dの増加とともにCSTは単調増加することが分かった。

（７）自拘束試験による各種実用Al合金の凝固割れ感受性の定性的評価結果と溶接中の固液共存温度域での延性特性を表す指標である ε_{min}、BTR、CST及び組成的因子であるθ_D、結晶粒径GS_Mとの相関性について検討したところ以下のことが明らかになった。

凝固割れ感受性と最も相関性の良い指標は CSTであり、1XXX系合金を除いては合金の種類によらず 凝固割れ感受性は CSTの増大とともに単調減少する傾向を示す。 ε_{min}とBTRは凝固割れ感受性が急激に増大するしきい値を示す点で意義があり、 ε_{min} では 約0.22%以上、BTRでは約45℃以下では 凝固割れ感受性は著しく低い値を示すことが分かった。しかし、これらのしきい値を超えると凝固割れ感受性と両者の値との間には相関性はほとんど認められなかった。

組成的因子としては θ_DがCSTと同様に凝固割れ感受性と良い相関性を有し、θ_Dの増加とともに凝固割れ感受性は単調減少することが分かった。また GS_Mも弱いながらも凝固割れ感受性と相関性を有しており、GS_M の増大とともに凝固割れ感受性も増大する傾向を示すことが分かった。

（８）Fan-shaped試験結果において、A7N01は凝固割れ感受性の指標である ε_{min}、 BTR、CST の値がいずれも凝固割れ感受性の著しく高いことを意味しているにもかかわらず、その凝固割れ感受性はA5083と同程度の著しく低い値を示した。これはGS_Mが 14μmと著しく微細等軸晶化したためであり、このことよりAl-Zn-Mg３元系合金 A7N01は結晶粒微細化により その凝固割れ感受性をA5083程度にまで改善できる可能性のあることが分かった。

（９）Varestraint試験により A7N01溶接部のHAZの液化（凝固）割れ感受性を評価したところ、母材組織が微細な繊維状加工組織を有するA7N01では HAZの ε_{min} は約 0.75%とA5083及びA6N01の約0.1%に比して極めて高い値を示した。これに対して 同時に測定した溶接金属部の ε_{min} はA5083、A6N01と同じ約0.1%であった。この結果より、A7N01溶接部のHAZの耐液化割れ感受性は十分に高いことが明らかになった。

（１０）A7N01を母材としたときのミグ溶接ビード部の凝固割れ感受性を ミグクレータ割れ試験及びModified Houldcroft試験により評価したところ、ＪＩＳによりA7N01用溶接ワイヤとして推奨されているA5356WYを用いても その凝固割れ感受性は溶接構造用Al合金として現在最も実績のあるA5083/A5183WYの溶接ビードよりも著しく高い値を示した。 この結果、A7N01用の耐凝固割れ感受性に優れた溶接ワイヤの開発が必要であることを 確認した。

（１１）自拘束試験による定性的評価及び外部付加歪式試験による定量的評価、さらに組成的因子に対する検討を加えた結果、Al-Zn-Mg３元系合金 A7N01溶接部の凝固割れ感受性

は溶接構造用Al合金として最も実績のあるA5083に比して 著しく高いことが明らかになった。しかし、そのHAZの耐液化割れ感受性はA5083に比しても十分に高く、このため A7N01溶接部の凝固割れ感受性に関しては溶接金属部にのみ注目すれば良く、このことより主として耐凝固割れ感受性に優れた溶接ワイヤの開発が重要であることが明らかになった。

第３章では耐凝固割れ感受性に優れた溶接ワイヤを開発するために、まず耐凝固割れ感受性に優れた溶接金属組成を明らかにすることを目的として、溶接金属のモデル合金としてZn量及びMg量を種々変化させたAl-Zn-Mg３元系合金を作製し、これら合金の凝固割れ感受性をリング鋳造割れ試験、溶接クレータ及び溶接ビード割れ試験により評価し、耐凝固割れ感受性に優れたZn及びMg組成範囲を求めた。そしてこれらの結果に基づいて母材と溶加材の希釈率を考慮することにより、耐凝固割れ感受性に優れた溶加材の組成を推定するとともに、実際に溶加材の試作を行ない、母材A7N01を用いた場合の ミグ溶接部の凝固割れ感受性を評価した。また同時にZn及びMgの凝固割れ感受性に及ぼす影響について、金属組織学的観点から考察を加えた。得られた結果を要約すると以下のようになる。

（１）リング鋳造割れ試験によりAl-Zn-Mg３元系合金の凝固割れ感受性に及ぼすZn及びMgの影響を検討し、等割れ線図を作製した。Zn量が１～３％の範囲内では、凝固割れ感受性はMg量によって変化する。すなわち、Mg量が１％で最大の割れ感受性を示し、これ以上のMg量の増加とともに割れ感受性は急速に低下し、４～５％以上では十分に低い値を示す。また、Zn量は、１～３％の範囲では割れ感受性に大きな差は認められない。しかし、これ以上のZn量では割れ感受性は著しく増加する。

（２）リング鋳造割れ試験に用いたものと同一の試片によるティグアークスポット溶接クレータ部の割れ感受性に及ぼすMg量の影響はリング鋳造割れ試験で得られた傾向に一致し、Mg量が１％以上ではMg量の増加とともに溶接クレータ割れ感受性は急激に低下する。すなわち、鋳造割れ感受性と溶接クレータ割れ感受性は同様の傾向を示すことが明らかになった。

（３）テイグ溶接ビードにおける割れ感受性はMg量の増加に対してもほとんど低下せず、鋳造割れ及び溶接クレータ部で認められたようなMg量の増加に伴う割れ感受性の著しい低下は認められない。このようにMg量の効果は鋳造割れ及び溶接クレータ割れ感受性と溶接ビード割れ感受性とは異なることが明らかとなった。

（４）鋳造及び溶接クレータ組織はMg量の増加とともに柱状晶から等軸晶へと変化し、かつ、等軸晶領域ではMg量の増加とともに等軸晶は微細化する。これに対し、溶接ビード組織はMg量による変化はあまり認められず、Mg量が増加してもほとんど微細化しない。

（５）以上、(1)～(4)の結果より、本合金系で認められたMg量の増加による耐凝固割れ感受性の改善効果は主として結晶粒の微細化作用に基づくものであると考えられた。

（６）リング鋳造割れ試験で得られた等割れ線図に基づくと、耐凝固割れ感受性に優れた溶接ワイヤ組成としてAl-７%Mg２元系合金が選定された。この試作Al-７%Mg溶接ワイヤは、市販Al２元系溶接ワイヤA5356と比較すると母材A7N01合金のミグ溶接クレータ部の耐凝固割れ感受性の改善には著しい効果を示した。しかし、同じミグ溶接ビード部の耐凝固割れ感受性の改善効果はほとんど認められなかった。これは、溶接クレータ組織はAl-７%Mgワイヤの使用により顕著な結晶粒微細化を示すのに対して、溶接ビード組織はほとんど微細化しなかったためである。

（７）Al-Zn-Mg３元系合金の溶接クレータ及びビード部の耐凝固割れ感受性の改善のためには単なるMg量の増加だけでなく結晶粒微細化が必要不可欠な条件であることを明らかにした。

（８）試作Al-7%MgワイヤによるAl-Zn-Mg３元系A7N01合金ミグ溶接部の強度特性は現在使用されているA5356ワイヤと同等かむしろ優れており、また耐応力腐食割れ特性もA5356と同等に十分に高いことが明らかになった。

第４章では Al-Zn-Mg３元系合金をAl-Mg合金ワイヤで溶接したときの溶接金属組成を模したモデル合金（模擬溶接金属合金）を用いて、凝固割れ感受性の改善に有効な微量添加元素を見つけだすための検討をリング鋳造割れ試験法を用いて行なった。得られた結果を要約すると次のごとくなる。

（１）Zr を含まないAl-2%Zn-3%Mg合金に微量添加元素として、B、Be、Cr、Cu、Fe、Mn、Si、Ti、Ti+B、V、Zr及び Misch metalをそれぞれ単独に最高0.5%まで添加し、その凝固割れ感受性に及ぼす影響を調べた結果、凝固割れ感受性を 著しく低減させる元素は Ti+B、Ti及び Zrであることが分かった。Fe、Mn、B、Si及びBeは割れ感受性を低下させるが、その効果は前３者よりはかなり小さく、またNi、Misch metal、Cr及びVはほとんど影響を与えなかった。Cuは逆に割れ感受性を著しく増大させた。

（２）これら微量元素を添加したときの凝固割れ感受性と合金の結晶粒径との間にはよい相関性が認められ、凝固割れ感受性は結晶粒径の減少と共に直線的に低下し、凝固割れ感受性の低減は結晶粒微細化によることが明らかになった。

（３）Zr添加によりAl-2%Zn-3%Mg合金の凝固割れ感受性を充分に低下させるためには組織が微細等軸晶化する0.24%以上の添加量が必要であった。

（４）Ti+BはZrを含まない合金においては微量の添加量で著しい割れ防止効果を示すが、

Zrを含む合金ではその割れ防止効果は阻害されることが明らかになった。この理由はZrの存在によりTi+Bの結晶粒微細化作用が阻害されるためと考えられた。

（５）以上の結果より、A7N01合金には常に Zrが0.12～0.16%添加されていることを考慮すると、本合金系溶接部の凝固割れ感受性の改善のための有効添加元素としては、母材自体にすでに添加されているZrが最適と判断される。

第５章では第４章において耐凝固割れ感受性の改善に最も有効な添加元素として選定されたZrに注目し、模擬溶接金属合金としてZrを0.36%まで添加したAl-2%Zn-3%Mg３元合金を用いて、そのティグ溶接部の凝固割れ感受性に及ぼすZr添加の影響を検討した。得られた結果を要約すると次のとおりである。

（１）Al-2%Zn-3%Mg３元系合金溶接部の凝固割れ感受性は、溶接クレータ部及び溶接ビード部のいずれに対してもZr添加により低減した。その有効添加量はいずれの場合も少なくとも0.24%以上であり、十分に割れ感受性を低下させるためには0.36%が必要であった。

（２）定速度引張式割れ試験によれば、Zr量が 0.1、0.24及び0.36%と増加するにしたがい、割れ発生に対する限界変位速度及び割れ発生の最低付加変位量はいずれも増加した。しかし、BTRはほとんど変化しなかった。これより、Zr量の増加はBTR内の延性値の増大をもたらす効果のあることを明らかにした。

（３）Zrの添加は溶接クレータ及び溶接ビード部の組織の結晶粒微細化に効果的であるが、その添加量には有効添加量が存在することが分かった。0.36%では溶接クレータ及びビード全域が均一に微細等軸晶化するが、0.24%では微細化域は局部的となり、これよりも少ない場合では結晶粒微細化は認められなかった。

（４）Zr添加による溶接凝固割れ感受性の低減は、溶接金属部の結晶粒微細化と密接な関係にあり、組織が微細等軸晶化した場合のみ割れ感受性が著しく低下することが分かった。

（５）結晶粒界の残留融液の界面接触角はZr量 0.1、0.24及び0.36%に対してそれぞれ９、８及び11度であり、Zr量の増加とともにわずかに増加するがその変化は極めて小さいようであった。

（６）(4)及び(5)よりZr量の増加による溶接凝固割れ感受性の低減は主として結晶粒微細化によると結論された。

（７）Zrの結晶粒微細化効果は $ZrAl_3$を凝固核とする不均質核生成による等軸晶生成と溶融池内の湯流れによるデンドライト枝の溶断分離による等軸晶生成の両方の機構が働いていると推察された。

第６章ではAl合金溶接部の結晶粒微細化法として知られている磁気攪拌を用いて、第５章で明らかにされた凝固割れ感受性の低減に有効なZrについて、その有効添加量をさらに実用組成範囲にまで低下させる方法について検討した。このため、そのままでは十分な耐凝固割れ感受性を示さない0.24%Zr添加Al-2%Zn-3%Mg模擬溶接金属合金を用いて、そのテイグ溶接部の結晶粒微細化及び凝固割れ感受性に及ぼす磁気攪拌の効果について検討した。得られた結果を要約すると次のとおりである。

（１）Zrを0.24%含む上記合金の溶接金属部の組織は磁気攪拌により著しく微細等軸晶化する。しかし、磁場周波数には最適値が存在し、その値は、本研究の溶接条件内では２～５Hzであった。これより高周波数側では結晶粒微細化の程度はかなり低下した。

（２）上記合金の凝固割れ感受性は磁気攪拌により著しく改善される。また、Houldcroft式試験結果では、耐凝固割れ感受性の改善のためには磁場周波数には最適値が存在し、その値は２～５Hzであった。これより高周波数側では割れ感受性の改善効果はほとんど認められなかった。したがって、割れ感受性の改善効果に対する最適周波数域は結晶粒微細化に対するものと一致することが明らかになった。

（３）上記合金のHouldcroft式割れ試験では、磁気攪拌を行なわず組織が柱状晶を呈するときには割れ感受性は高く、磁気攪拌により組織が微細等軸晶化したときには著しく低下する。これらのことより、上記合金の磁気攪拌による割れ感受性の改善効果は、溶接金属部の結晶粒微細化によることが明らかになった。

（４）引張式凝固割れ試験結果では 磁気攪拌による微細等軸晶化はBTRの変化は特に認められないものの、割れ発生に対する限界変位速度及び最低付加変位量は著しく増加することが分かった。すなわち、結晶粒微細化による耐凝固割れ感受性の改善効果は BTR内での延性の増加によることが明らかになった。

（５）磁気攪拌による微細等軸晶化にもとずく耐凝固割れ感受性の改善のためには一定量以上のZrを含む必要があり、本研究の範囲内では0.24%のZr量が必要であった。Zrが0.16%以下では最適周波数域での磁気攪拌でも結晶粒微細化は特に認められず、したがって割れ感受性も改善されなかった。

第７章では、第３章で用いたAl-高Mgワイヤに さらに微量元素としてZrを添加した新たなAl-高Mg溶接ワイヤである7MgZrワイヤを試作し、結晶粒微細化に必要なZrはこのワイヤにより溶融池に供給し、さらに溶融池の攪拌は溶接電流のパルス化で行なうことにより、両者の相乗効果によるAl-Zn-Mg３元系合金溶接部の結晶粒微細化及び凝固割れ感受性の改善効果の検討を行なった。得られた結果をまとめると次のようになる。

（１）通常のパルスミグ法で用いられているところの安定な溶滴移行を行なう１パルス１ドロップ域の２つのユニットパルス条件を周期的に切換える方式の低周波パルスミグ法により、通常のパルス溶接法（単独のユニットパルス条件）に比して著しく活発な溶融池振動が行なわれることが明らかになった。

（２）低周波パルスミグ溶接法では溶融池表面はピーク電流値が高い期間にその中央部が凹となり、低い期間には凸となる上下振動を行なう。本論文で用いた溶接条件下ではこの上下振動はパルス周波数（ユニットパルス切換え周波数）ｆｓが30Hzまではｆｓに同期するが、それ以上では同期せず 逆に低下する。また、溶融池表面の振幅はｆｓとともに増加し、10～30Hzで最大値として通常パルス溶接法の2.6～2.9倍もの値を示す。さらにこれ以上のｆｓでは振幅は逆に低下するが、50Hzにおいても まだ通常パルスの1.5～1.7倍の値を示すことが分かった。

（３）最大の振幅が得られた溶融池の振動周波数は２次元ビードをモデルとした溶融池の固有振動数の計算結果にほぼ一致した。

（４）母材A7N01に対して、Zr入りワイヤ7MgZrを用いて低周波パルス溶接を行なうと、周波数 2.5～50Hzの広範囲な周波数域で顕著な結晶粒微細化が認められ、溶接ビード全体が平均結晶粒径が20～30μmまで微細等軸晶化することが分かった。これに対して、A5356及び 7Mgワイヤでも結晶粒微細化が認められるが、その程度には周波数依存性があり、30Hzで最も微細化した。しかしその程度は7MgZrワイヤに比してかなり小さい。

（５）Modified Houldcroft式割れ試験法により評価したA7N01溶接ビード部の割れ率は通常パルス溶接条件では いずれのワイヤでも高い値を示し、7MgZrワイヤを用いてもほとんど改善効果が認められず、A5356及び7Mgワイヤよりもわずかに低い値を示したのみであった。これに対して、低周波ミグ溶接条件では 7MgZrワイヤを用いた場合には、顕著な結晶粒微細化が認められた周波数 2.5～50Hzのいずれの条件でも著しい割れ率の低下が認められ、割れ率はほぼA5083/A5183相当の十分に低い値にまで低下することが分かった。
しかし、A5356及び7Mgでは最も結晶粒が微細化した30Hzにおいてわずかに割れ率が低下したのみであった。

（６）割れ率は平均結晶粒径に依存し、形成組織が等軸晶の場合には割れ率は平均結晶粒径とともにほぼ直線的に低下した。A7N01溶接ビードの凝固割れ感受性をA5083/A5183と同程度にまで十分に低下させるには 平均結晶粒径は20～30μmまで小さくする必要があることが明らかになった。

（７）以上の結果、本研究で試作した Zrを添加した7MgZrワイヤと低周波パルスミグ溶接法の併用により 実用Al-Zn-Mg３元系合金A7N01のミグ溶接の耐凝固割れ感受性を十分に改

善できることを明らかにした。

第８章では、本研究の成果を総括し結論とした。

謝　辞

本研究は、大阪大学溶接工学研究所　松田福久教授の懇切な御指導と、暖かい御鞭撻をいただいて遂行し得たものである。

また、大阪大学溶接工学研究所　牛尾誠夫教授には、適切な御助言・御教示と御激励をいただいた。

さらに、本論文をまとめるにあたり、大阪大学工学部生産加工工学科　向井喜彦教授、大阪大学工学部生産加工工学科　中尾嘉邦教授、ならびに大阪大学工学部生産加工工学科　小林紘二郎教授に、数々の有益な御教示ならびに御討論をいただいた。

ここに、厚くお礼を申し上げます。

本研究を進めるにあたり、大阪大学溶接工学研究所　塔本健次技官には実験の遂行に際して多大の御協力をいただいた。また、大阪大学溶接工学研究所　菊地靖志助教授をはじめ大阪大学溶接工学研究所ならびに大阪大学工学部生産加工工学科の諸先生より種々の御助言と御激励をいただいた。

実験の遂行にあたっては、多くの卒業生より多大の御協力をいただいた。

また、試料の作製にあたっては、昭和アルミニウム（株）　塚本建次氏、成願茂利氏をはじめ同社研究開発部、ならびに溶接実験に際しては、（株）ダイヘン　原田章二氏、上山智之氏、小川俊一氏をはじめ同社溶接機事業部研究開発部に熱心な御協力をいただいた。さらに、（株）日軽技研、三菱アルミニウム（株）、住友軽金属工業（株）、古河アルミニウム工業（株）、住友電気工業（株）より材料の御提供を受けた。

本論文を終えるにあたり、これらの方々に心からお礼を申し上げます。

参考文献

1) たとえば、溶接学会：車体の軽量化技術に関するシンポジウム資料、(1992).

2) 山田：軽金属、41(1991)1,67.

3) 石塚：軽金属、41(1991)5,353.

4) 今村：軽金属、41(1991)9,623.

5) 竹内：軽金属、41(1991)11,787.

6) 軽金属協会：アルミニウムハンドブック、(1990).

7) 軽金属協会：アルミニウム技術便覧

8) 溶接学会：溶接・接合便覧、丸善、(1990)

9) 水野、高田、加藤：溶接学会誌、36 (1967) ,854.

10) 軽金属学会：アルミニウムの組織と性質、(1991) ,314.

11) 軽金属溶接技術会：溶接構造用超強力アルミニウム合金の開発研究報告書、(1973)

12) 福井：軽金属、19(1969)4,151.

13) 田中、神林：軽金属溶接、20(1982)4,149.

14) W.I.Pumphrey, D.C.Moore : British Welding J.,(1955),206.

15) V.W.Patterson, S.Engler : Aluminium,35(1959)3,124.

16) G.L.Petrov, A.G.Makarov : Avt.Svarka,(1961) ,No.9, pp24.

17) Z.Buray : Schweißtechnik,12(1962)4,157.

18) J.H.Dudas, F.R.Collins : Welding J.,45(1966)6,241s.

19) F.E.Gibbs : Welding J.,45(1966)10,445s.

20) 杉山、福井：溶接学会誌、35(1966)11,1122.

21) 小池：軽金属、30(1980)8,442.

22) K.-P.Mudrack : Schweißen und Schneiden,12(1960)2,45.

23) P.T.Houldcroft : British Welding J.,(1961),360.

24) 杉山、福井：溶接学会誌、36(1967)11,1194.

25) 福井：軽金属、18(1968)6,320.

26) 山本：軽金属溶接、71(1968)11,525.

27) J.G.Young : Welding J.,47(1968)10,451s.

28) 田中、吉田：軽金属、19(1969)11,470.

29) 田中、吉田：軽金属、20(1970)2,77.

30) J.Hernaez, A.Madronero : Welding J.,51(1972)6,281s.

31) 福井、杉山、馬場：住友軽金属技報、17(1976),38.
32) 杉山：軽金属溶接、20(1982)6,251.
33) I.B.Robinson,F.R.Baysinger : Welding J.,45(1966)10,433s.
34) 高橋、中村、杉原、松本：軽金属溶接、94(1970)10,459.
35) 高橋、中村、杉原：軽金属、20(1970)11,566.
36) 杉山、小林、堀田：軽金属溶接、22(1984)3,99.
37) W.Koster,W.Wolf,W.Dullenkopf: Z.Metallk,28(1936),155.
38) 渡辺、佐藤：軽金属、19(1969)11,499.
39) Metals Handbook,8th edi.,8(1973),397.
40) 昭和アルミニウム(株)：Private communication.
41) G.J.Davies,G.Garland : International Metallurgical Reviews,20(1975),83.
42) F.Matsuda,H.Nakagawa,K,Nakata,A.Ritsu : Trans.JWRI,7(1978)1,111.
43) F.Matsuda,K.Nakata,Y.Miyanaga,T.Kayano,K.Tsukamoto : Trans.JWRI,7(1978)2, 181.
44) 松田、中川、中田、綾仁：軽金属溶接, 16(1978)1,8.
45) F.Matsuda,M.Ushio,H.Nakagawa,K.Nakata : Proc.of International Conference on Arc Physics and Weld Pool Behaviour, The Welding Institute,London,8-10 May ,(1979),337.
46) B.P.Pearce,H.K.Kerr : Metallurgical Transactions B,12B(1981),479.
47) 迎、加藤、西尾、筒井：軽金属溶接、22(1984)7,299.
48) 大前、若元、流田：溶接学会論文集、3(1985)1,117.
49) D.C.Brown,F.A.Crossley,J.F.Rudy,H.Schwartzbart : Welding J.,41(1962)6, 241s.
50) S.Kou,Y.Le : Metallurgical Transactions A,16A(1985),1345.
51) J.G.Garland : Metal Construction,6(1974),121.
52) F.Matsuda,M.Ushio,K.Nakata,Y.Miyanaga : Trans.JWRI,7(1978)2,287.
53) 溶接学会：“パルスアーク溶接”、(1986).
54) 山本、原田、上山、小川：溶接技術、39(1991),95.
55) 山本、原田、上山、小川：溶接学会論文集、10(1992)2,233.
56) 中田、松田：軽金属溶接、20(1982)3,101.
57) N.M.J.Romijin,D.van der Torre : “Performance of Cracking Test on Fusion Welded Aluminum Alloys,Part Ⅱ”,IIW Doc.IX-585-68,(1968).

58) P.T.Houldcroft : British Welding J.,2(1955)10,471.
59) F.Matsuda,K.Nakata,S.Harada : Transactions of JWRI,9(1980)2,225.
60) F.Matsuda,K.Nakata : Transactions of JWRI,11(1982)2,87.
61) W.F.Savage,C.D.Lundin : Welding J.,44(1965)10,433s.
62) 仙田、松田、高野、渡辺、小林、松阪：溶接学会誌、41(1972)6,709.
63) 富田：“動的直接観察測定法（MISO法）による溶接凝固割れ現象の基礎的研究”大阪大学学位請求論文、（1988,）103.
64) F.Matsuda,K.Nakata,T.Tsukamoto,T.Uchiyama : Transactions of JWRI,13(1984)1,57.
65) 軽金属学会：“アルミニウムの組織と性質”、(1991),12.
66) 佐久間、西沢：日本金属学会会報、10(1971)5,279.
67) L.H.Van Vlack : Trans.AIME,218(1960),933.
68) 塚本：“電子ビーム溶接時の溶融凝固に基づく欠陥の発生と防止に関する基礎的研究”、大阪大学学位請求論文、(1990),5.
69) 松田：“溶接冶金学”、日刊工業新聞社、(1972),165.
70) 松田：“溶着鋼の凝固とその関連現象”、西山記念技術講座、日本鉄鋼協会、(1980),32.
71) Y.Arata,F.Matsuda,K.Nakata,I.Sasaki : Transactions of JWRI,5(1976)2,153.
72) F.Matsuda,H.Nakagawa,S.Ogata,S.Katayama : Transactions of JWRI,7(1978)1,59.
73) F.Matsuda,H.Nakagawa : Transactions of JWRI,8(1979)1,155.
74) 文献63),23.
75) 文献69),146.
76) 文献63),52.
77) 迎、加藤、西尾、宮崎、H.W.Kerr : 軽金属溶接、27(1989)1,2.
78) JIS H 4100 (1988)
79) JIS Z 2201 (1980)
80) 馬場、福井、高島：軽金属、25(1975)2,70.
81) JIS H 8711 (1977)
82) 内田：軽金属溶接、17(1979)9,7.
83) 吉田、馬場：軽金属、31(1981)1,20.
84) たとえば、磯部、久保田、北岡：鋳物、47(1975)5,345.
85) 大野：セミナーテキスト“結晶成長と凝固”、日本金属学会、(1969),62.

86) B.Chalmers,(岡本、鈴木　訳）:“金属の凝固”、丸善、(1971),245.
87) 清水：軽金属、21(1971),89.
88) 神尾：軽金属、31(1981),136.
89) 岡本：“等軸晶の生成と挙動シンポジウム”、日本金属学会講演概要、95(1984),184.
90) 岡本、村上：日本金属学会会報、25(1986),42.
91) 武智、川崎、鈴木：日本金属学会会報、29(1990),413.
92) 中江：“凝固工学”、アグネ、(1987),63.
93) 岡本：セミナーテキスト“結晶成長と凝固”、日本金属学会、(1969),57.
94) 寺井：軽金属、24(1974),42.
95) 茨木、岡本、岸武：日本金属学会誌、30(1966),1159.
96) I.Maxwell,A.Hellawell:Acta Metall.,23(1975),229.
97) 大野：“金属凝固学”、土地人書館、(1973),70.
98) J.C.Borland : British Welding J.,7(1960),508.
99) 文献69),151.
100) 中川：“低炭素鋼及び低ニッケル合金鋼の溶接凝固割れ防止に及ぼす硫黄とマンガンの影響に関する研究”大阪大学学位請求論文、(1975).
101) 内田：軽金属溶接、13(1964),12.
102) 文献69),166.
103) J.A.Spittle,A.A.Cushway : Metals Technology,10(1983),6.
104) 文献39),394.
105) H.F.Bishop,C.G.Ackerlind,W.S.Pellini : AFS Transactions,(1951),247.
106) 小林、大平：鋳物、38(1966)12,795.
107) M.Kubota,S.Kitaoka : AFS Transactions,(1973),424.
108) 文献69),128.
109) 文献10),265.
110) 水野ら：溶接学会誌、36(1967),854.
111) 杉山、福井：溶接学会誌、35(1966)9,790.
112) 馬場：日本金属学会会報、17(1978)6,498.
113) 文献6),51.
114) 本間、神尾：軽金属、28(1978)12,607.
115) たとえば軽金属溶接構造協会、厚板溶接委員会：128(1973)8,343.

116) 浅見：軽金属学会第１回鋳造・凝固部会例会資料、(1978),4.
117) 福井：軽金属、24(1974)4,180.
118) 今泉、麻野、奥藤：軽金属、30(1980)12,736.
119) L.F.Mondolfo : “Aluminum Alloy,Structure and Properties”,Butterworths, (1976),621.
120) 加藤：軽金属学会第１回鋳造・凝固部会例会資料、(1978),1.
121) 軽金属学会鋳造・凝固部会：“アルミニウムの連続鋳造技術とその鋳塊組織について”、研究部会報告書、No.6 (1981).
122) A.Banerji,W.Reif : Metall. Trans.,16A(1985),2065.
123) 養田、入沢：溶接学会誌、44(1975)1,35.
124) 福井：軽金属、25(1975),88.
125) 迎、加藤、西尾：軽金属溶接、16(1978)2,249.
126) 文献69),123.
127) F.A.Crossley,L.F.Mondolfo : Trans. AIME,191(1951),1143.
128) 文献119),413.
129) J.A.Marcantonio,L.F.Mondolfo : J. Inst. Metals,98(1970),2554.
130) G.W.Delamore,R.W.Smith : Metall. Trans.,2(1971),1733.
131) T.W.Clyne,M.H.Robert : Metals Technology,(1980)5,177.
132) 文献92),69.
133) A.Cibula : J. Inst. Metals,76(1949-50),321.
134) W.J.Tohnston,G.R.Kolter,S.O'Hara,H.V.Ashcom,W.A.Tiller : Trans. AIME,233 (1965),1856.
135) 桃野、井川：軽金属、28(1978)10,499.
136) 伊藤、岡島、前出、田代：鉄と鋼、67(1981)7,946.
137) 長谷川、丸橋、村中、星、衣笠：鉄と鋼、67(1981)8,1354.
138) 山本、原田、上山、小川、松田、中田：溶接学会論文集、10(1992)4,509.
139) Y.H.Xiao : “Weld Pool Oscillation during Gas Tungsten Arc Welding”, Doctoral thesis,Delft Unversity of Technology,(1992).
140) 太田、浅井、大谷：溶接学会論文集、8(1990)1,59.
141) 日本金属学会編：金属データブック、丸善、(1984).

本研究に関係した発表論文

(1) "Solidification Crack Susceptibility of Aluminum Alloy Weld Metals (Report I)
--Characteristics of Ductility Curves during Solidification by means of the Trans-Varestraint Test--"
Transactions of JWRI, 5(1976), 2, 153-167.

(2) "Solidification Crack Susceptibility of Aluminum Alloy Weld Metals (Report II)
--Effect of Straining Rate on Cracking Threshould in Weld Metal during Solidification--"
Transactions of JWRI, 6(1977), 1, 91-104.

(3) "Solidification Crack Susceptibility of Aluminum Alloy Weld Metals (Report III)
--Effect of Straining Rate on Crack Length in Weld Metal--
Transactions of JWRI, 6(1977), 2, 207-212."

(4) "アルミニウム合金の溶接時における磁気攪拌とその効果"
軽金属溶接、(1978), 1, 8-20.

(5) "Effect of Electromagnetic Stirring on Weld solidification Structure of Aluminum Alloys(Report Ⅰ)
--Investigation on GTA Weld Metal of Thin Sheet--"
Transactions of JWRI, 7(1978), 1, 111-127.

(6) "Effect of Electromagnetic Stirring on Weld solidification Structure of Aluminum Alloys(Report Ⅱ)
--Investigation on GTA in DCSP Weld Metal of 8 mm Thick Plate--"
Transactions of JWRI, 7(1978), 2, 181-193.

(７) "Effect of Current Pulsation on Weld Solidification Structure of Aluminum Alloys"
Transactions of JWRI, 7(1978), 2, 139-141.

(８) "Effect of Electromagnetic Stirring on the Weld Solidification Structure of Aluminum Alloys"
Proceedings of International Conference on ARC PHYSICS and WELD POOL BEHAVIOUR, The Welding Institute, London, May, 1979, 337-347.

(９) "Moving Characteristics of Weld Edges during Solidification in Relation to Solidification Cracking in GTA Weld of Aluminum Alloy Thin Sheet"
Transactions of JWRI, 9(1980), 2, 225-235.
(国際溶接会議にて発表、IIW Doc. IX-WGNF-6-82, 1982)

(１０) "New Al-7%Mg Welding Electrode for Crackless Welding of Al-Zn-Mg(7N01) High Strength Aluminum Alloy"
Transactions of JWRI, 9(1980), 2, 205-216.
(国際溶接会議にて発表、IIW Doc. IX－1192-81, 1981)

(１１) "A New Test Specimen for Self-Restraint Solidification Crack Susceptibility Test of Electron-Beam Welding Bead
--Fan-Shaped Cracking Test--"
Transactions of JWRI, 11(1982), 2, 87-94.
(国際溶接会議にて発表、IIW Doc. IX-1284-83, 1983)

(１２) "Effect of Additional Element on Weld Solidification Crack Susceptibility of Al-Zn-Mg Alloy(Report I)
--Results of Ring Casting Cracking Test--"
Transactions of JWRI, 12(1983), 1, 81-87.

（１３）“Effect of Additional Element on Weld Solidification Crack Susceptibility of Al-Zn-Mg Alloy(Report II) --Results of Weld Crater and Bead Cracking Test--” Transactions of JWRI,12(1983),2,253-262.

（１４）“Effect of Additional Element on Weld Solidification Crack Susceptibility of Al-Zn-Mg Alloy(Report III) --Enhancement of Beneficial Effect of Zirconium on Improvement of Crack Susceptibilty by Application of Electromagnetic Stirring--” Transactions of JWRI,13(1984),1,57-66.

（１５）“Effect of Additional Element on Weld Solidification Crack Susceptibility of Al-Zn-Mg Alloy(Report IV) --Combined Effect of Current Pulsation and Zr Addition on Improvement of Solidification Cracking of Al-Zn-Mg Alloy Weld Metal--” Transactions of JWRI,14(1985),2,299-304. (国際溶接会議にて発表、IIW Doc. IX-1402-86,1986)

（１６）“Al-Zn-Mg３元系合金の溶接凝固割れ感受性に関する基礎的研究（第１報） －Al-Zn-Mg３元系合金の溶接凝固割れ感受性に及ぼすジルコニウムの影響－” 溶接学会論文集、4(1986),1,115-120.

（１７）“Al-Zn-Mg３元系合金の溶接凝固割れ感受性に関する基礎的研究（第２報） －ジルコニウムを添加したAl-Zn-Mg３元系合金の溶接凝固割れ感受性に及ぼす磁気攪拌の効果－” 溶接学会論文集、4(1986),1,120-125.

（１８）“The Effect of Additional Element on the Weld Crack Susceptibility of Al-Zn-Mg Alloys” Proceedings of the 4th International Conference on Aluminum Weldment ,INALCO'88,Tokyo,Japan,April,1988,2.1-2.11.

（１９）“低周波パルスミグ溶接法によるAl合金溶接金属の結晶粒微細化と凝固割れ感受性の改善”
溶接学会論文集、10(1992),4,509-514.

（２０）“ジルコニウム添加試作Al-高Mg溶接ワイヤと低周波パルスミグ溶接法の併用によるAl-Zn-Mg３元系合金溶接部の凝固割れ感受性の改善”
溶接学会論文集、投稿中.

その他の発表論文

（１）“Quench Hardening and Cracking in Electron Beam Weld Metal of Carbon and Low Alloy Hardenable Steels”
Transactions of JWRI, 1(1972)1, 39.

（２）“Additional Note on the Report ,Quench Hardening and Cracking in Electron Beam Weld Metal of Carbon and Low Alloy Hardenable Steels”
Transactions of JWRI, 2(1973)1, 123.

（３）“溶接金属の凝固組織に及ぼす凝固速度の影響”
高温学会誌、1(1975)2, 160.

（４）“Effect of Solidification Rate on Solidification Structure in Weld Metal”
Transactions of JWRI, 5(1976)1, 47.

（５）“The VDR Cracking Test for Solidification Crack Susceptibility on Weld Metals and Its Application to Aluminum Alloys”
Transactions of JWRI, 8(1979)1, 85.

（６）“Weldability of Molybdenum and Its Alloy Sheet(Report Ⅰ)”
Transactions of JWRI, 8(1979)2, 217.

（７）“Weldability of Molybdenum and Its Alloy Sheet(Report Ⅱ)
— Ductility of EB and GTA Welds —”
Transactions of JWRI, 9(1980)1, 69.

（８）“Comparison of Weld Crack Susceptibility of Recent Aluminum Alloys”
Transactions of JWRI, 10(1981)1, 71.

（９）“Assessment of Solidification Cracking Test for Aluminum Alloy Welds”
Transactions of JWRI, 11(1982)1, 67.

（１０）“Quantitative Evaluation of Solidification Brittleness of Weld Metal during Solidification by Means of In-Situ Observation and Measurement (Report Ⅰ)
—Development of the MISO Technique—”
Transactions of JWRI, 12(1983)1, 65.

（１１）“Surface Hardening of Copper-Nickel Alloys with Boronizing”
Transactions of JWRI, 12(1983)1, 97.

(12) "Ductility Characteristics of Solidifying Weld Metal of Aluminum Alloys during GTA Welding"
Proceedings of International Conference on Quality and Reliability in Welding, Hangzhou, China, (1984), B-11-1.

(13) "Surface Hardening of Gold with Boronizing Technique"
Proceedings of the 8th International Precious Metals Institute Conference, Toronto, Ontario, Canada, (1984), 131.

(14) "Surface Hardened Gold Alloys"
Gold Bulletin, 17(1984)2, 55.

(15) "Surface Hardening of Gold with Boronizing Technique"
Transactions of JWRI, 13(1984)1, 67.

(16) "Effect of Rhenium and Niobium on Weld Metal Ductility of Molybdenum by EB Welding
—Weldability of Molybdenum and Its Alloy Sheet(Report Ⅲ)—"
Transactions of JWRI, 13(1984)2, 255.

(17) "Weld Defect in Electron-Beam Welds of Powder-Metallurgy Chromium Plate"
Transactions of JWRI, 13(1984)2, 353.

(18) "Surface Hardening of Various Metals and Alloys with Boronizing Technique"
Transactions of JWRI, 13(1984)2, 295.

(19) "Ion-Nitriding after Welding Improves SCC(Stress Corrosion Cracking) Resistance of Stainless Steel Weldments"
Transactions of JWRI, 13(1984)2, 357.

(20) "Surface Hardening of Silver Alloy with Boronizing Technique"
Transactions of JWRI, 14(1985)1, 55.

(21) "Surface Boronizing of Metals and Alloys"
Proceedings of 1st International Conference on Surface Engineering, The Surface Engineering Society, Brighton, England, (1985), 109.

(22) "Effect of Electromagnetic Stirring on Weld Solidification Structure of Austenitic Stainless Steels."
Transactions of JWRI, 15(1987)2, 327.

（２３）“プラズマイオン窒化法によるＮｉ合金の表面硬化
－非鉄金属材料のプラズマイオン窒化法による表面改質（第１報）－”
溶接学会論文集、5(1987)4,452.

（２４）“Rapid Plasma Nitriding Process by Means of Hollow Cathode Glow Discharge”
Transactions of JWRI,16(1987)1,139.

（２５）“Surface Hardening of Ni-base Alloys with Boronizing Technique”
Transactions of JWRI,16(1987)1,145.

（２６）“Surface Hardening of Ni Alloys by Means of Plasma Ion Nitriding(PIN) Process(Report Ⅰ)”
Transactions of JWRI,16(1987)2,293.

（２７）“プラズマイオン窒化法によるＮｉ合金の表面硬化に及ぼす合金元素の影響
－非鉄金属材料のプラズマイオン窒化法による表面改質（第２報）－”
溶接学会論文集、6(1988)3,436.

（２８）“Surface Hardening of Ni Alloys by Means of Plasma Ion Nitriding(PIN) Process(Report Ⅱ)
－Effect of Alloying Elements on Surface Hardening－”
Transactions of JWRI,17(1988)2,407.

（２９）“Formation of Aluminum-Boride Dispersed Hardened Layer on Aluminum Plate Surface by Laser Alloying with Boron Powder”
Transactions of JWRI,17(1988)2,457.

（３０）“ホローカソード放電を利用した高速プラズマイオン窒化法の検討
－非鉄金属材料のプラズマイオン窒化法による表面改質（第３報）－”
溶接学会論文集、8(1990)2,267.

（３１）“プラズマ粉体肉盛法によるアルミニウム合金表面への炭化物複合化”
軽金属、40(1990)10,761.

（３２）“Plasma Chemical Vapor Deposition of TiB_2”
Transactions of JWRI,19(1990)1,119.

（３３）“Plasma Chemical Vapor Deposition of TiB_2 Film”
Proceedings of Japanese Symposium on Plasma Chemistry,Vol.3(1990), 201.

（３４）“Carbide Addition on Aluminum Alloy Surface by Plasma Transferred Arc Welding Process”
Transactions of JWRI,19(1990)2,241.
（３５）“Laser Surface Alloying on Aluminum”
Proceedings of 2nd International Conference on POWER BEAM TECHNOLOGY, The Welding Institute,Stratford-upon-Avon,UK,(1990),297.
（３６）“Formation of Thicker Hard Alloy Layer on Surface of Aluminum Alloy by PTA overlaying with Metal Powder”
Transactions of JWRI,20(1991)1,77.
（３７）“Surface Alloying of Aluminum Using Plasma Transferred Arc Welding with Powder Addition”
Welding International,5(1991)10,823.
（３８）“プラズマイオン窒化したＮｉ２元合金の窒化層の微細構造と硬化機構
－非鉄金属材料のプラズマイオン窒化法による表面改質（第４報）－”
溶接学会論文集、9(1991)2,304.
（３９）“Ｎｉ－７ＴｉおよびＮｉ－２０Ｃｒ合金の表面窒化硬化に及ぼす第３元素の影響
－非鉄金属材料のプラズマイオン窒化法による表面改質（第５報）－”
溶接学会論文集、9(1991)2,311.
（４０）“プラズマアーク粉体肉盛法によるアルミニウム合金への硬化厚膜合金化層の形成（第１報）
－厚膜表面合金化層の形成条件とその形成組織－”
高温学会誌、17(1991)4,177.
（４１）“プラズマアーク粉体肉盛法によるアルミニウム合金への硬化厚膜合金化層の形成（第２報）
－厚膜表面合金化層の硬化特性とその耐磨耗性－”
高温学会誌、17(1991)4,191.
（４２）“窒化物生成元素を添加したＮｉ２元および３元合金の窒化層の腐食挙動
－非鉄金属材料のプラズマイオン窒化法による表面改質（第６報）－”
溶接学会論文集、10(1992)3,378.

（４３）“Corrosion Behavior of Tentative Nickel Binary and Ternary Alloys after Plasma Ion Nitriding Treatment
－Studies on Surface Modification of Non Ferrous Metals by Means of Plasma Ion Nitriding(PIN) Process(Report 3)－”
Transactions of JWRI, 21(1992)1, 77.