

Al-Zn-Mg 3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*

—Al-Zn-Mg 3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)—

松田福久**, 中田一博**, 西尾 安弘***, 塚本建次****, 成願茂利*****

Effect of Zirconium Addition on Improvement of Solidification Crack Susceptibility of Al-Zn-Mg Alloy Weld*

—Fundamental Research on Solidification Crack Susceptibility of Al-Zn-Mg Alloy Weld (Report 1)—

by Fukuhisa Matsuda**, Kazuhiro Nakata**, Yasuhiro Nishio***,
Kenji Tsukamoto**** and Shigetoshi Johgan*****

Crack susceptibilities of weld crater and weld bead of synthesized-weld-metal Al-2%Zn-3%Mg alloy with and without zirconium up to 0.36% have been evaluated by means of GTA spot weld crater, Houldcroft type and Vatrah weld bead cracking tests.

It was proved that zirconium was beneficial additional element to reduce crack susceptibility of both weld crater and bead with more addition than 0.24%. This beneficial effect of zirconium was closely related with grain refinement of weld structure. The grain refinement of weld bead resulted in the increase in the cracking threshold in BTR, although BTR was not changed.

Key Words: Aluminum alloy, Al-Zn-Mg alloy, Hot cracking, Solidification cracking, GTA welding, Zirconium, Grain refinement

1. 緒 言

Al-Zn-Mg 3元系合金の A 7 N 01 や A 7003 合金は、押出性に優れ、かつ強度も高く、その上溶接部の自然時効性も有している。このため、高力溶接構造用 Al 合金として、新幹線などの鉄道車両の構造材に主として使用されてきている。

しかし、本系合金は凝固割れ感受性が高いため^{1,2)}、溶融溶接に際しては共金系溶加材を使用できない^{3,4)}。このため、実用上は従来からの市販溶加材の中より耐凝固割れ性に優れている A 5356 (Al-5% Mg 系合金) が主として用いられてきている⁵⁾。しかし、溶接開始部やク

レータ部をはじめ、その溶接部にはしばしば凝固割れが発生し^{4,6,7)}、溶接部の割れ感受性はまだ十分には改善されていない。このため、実用的にはさらに耐凝固割れ性に優れた溶加材の開発が望まれている。

本系合金の溶接凝固割れ感受性の改善法に対しては、過去に幾つかの検討^{2-4,8-19)}がなされてきている。その中では特にジルコニウム (Zr) を微量添加することが凝固割れの改善に有効であると言われている^{3,10,12-19)}。しかし、その有効添加量や耐割れ性の改善効果についてはまだ十分には明らかにされていない。

そこで本研究は、Zr の耐凝固割れ性の改善効果を確認し、さらにその理由や有効添加量などについて検討した。このため、A 7 N 01 合金を溶加材 A 5356 を用いてミグ溶接したときの溶接金属組成を模した合金を試作した。この合金中の Zr 量を種々変化させることにより、溶接凝固割れ感受性に及ぼす Zr 量の影響を、溶接部の組織と対応させて検討した。

また、溶接凝固割れ感受性を評価する場合、割れ発生及び伝播に対する感受性を個々に評価することが望ましいと考えられる。従来までの研究に主として用いられて

*原稿受付 昭和60年9月2日 昭和61年度春季全国大会論文発表講演
**正員 大阪大学溶接工学研究所 Member, Welding Research Institute, Osaka University

***正員 近畿大学工学部 Member, Faculty of Engineering, Kinki University

****正員 昭和アルミニウム(株) Member, Showa Aluminum Corporation

*****昭和アルミニウム(株) Showa Aluminum Corporation

きた自拘束式割れ試験では上述の 2 つの感受性の分離が不十分と考えられ、かならずしも十分な評価が行われているとは言えない。このため、本研究では溶接ビード部に対しても次の 2 つの方法で評価した。すなわち、その原理より主として割れ伝播に対する感受性を評価していると考えられる自拘束式の Houldcroft 式割れ試験²⁰⁾ 及び割れ発生に対する感受性を評価する外部付加変位式の定速度引張式割れ試験である。なお、さらにティグ溶接クレータ割れ試験（自拘束式）により、溶接クレータ部の割れ感受性も評価した。

2. 使用材料及び実験方法

2.1 使用材料

試作合金の化学成分を Table 1 に示す。緒言で述べたごとく、母材 A 7 N 01 合金 (Al-4.5% Zn-1.2% Mg 系) を溶加材 A 5356 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。A 7 N 01 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、0.1 Zr 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 0.36 Zr 合金は通常の溶解法により溶解温度を 1073 K 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 2 mm の焼なまし材である。

2.2 溶接凝固割れ試験法

Fig. 1 にティグ溶接クレータ割れ試験、大型 Houldcroft 式割れ試験及び定速度引張式割れ試験片形状を示す。また、Table 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。

クレータ割れ及び大型 Houldcroft 式試験片は、いずれも裏当材（アスペスト）を用いた拘束台上にローラベアリング付の押え具で軽く固定した。クレータ割れ試験では、Table 2 の条件で 6 秒間静止アークを発生させ、空冷後の溶接クレータ表面に発生した割れの総長さをクレータ径（約 10 mm）で除した値（%）を割れ率とした。次に Houldcroft 式試験では、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って一定速度（5 mm/sec）で溶接を行った。なお溶接電流は溶接ビード幅が表、裏ともに約 10 mm となるように設定した。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（150 mm）で除した値（%）を割れ率として評価した。

定速度引張式割れ試験は Fig. 1 (c) に示す試片を用い、横型可変引張速度高温割れ試験機（Vatrah 試験機²¹⁾ と呼ぶ、容量 25 t）により行った。試片はチャック部（一方可動、他方固定）にピン（20 mmφ）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。(c) に示すごとく、板幅中央部まで溶接してきたとき、一定変位速度（0.01~3.5 mm/sec）で変位を付加はじめ、一定変位（0.1~1.5 mm）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 (D_c) 及び最低付加変位量 (D_{min}) を求めた。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/sec）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% R_e/W-26% R_e 熱電対、0.3 mmφ）を組み合わせることにより凝固脆性温度域（BTR）²²⁾ を求めた。なお各合金の BTR の上限温度は熱分析 ($P_i/P_r - 13\% R_h$ 熱電対、0.5 mmφ) により求めた液相線温度と

*) 定変位（ひずみ）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とも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。

Table 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	0.08
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

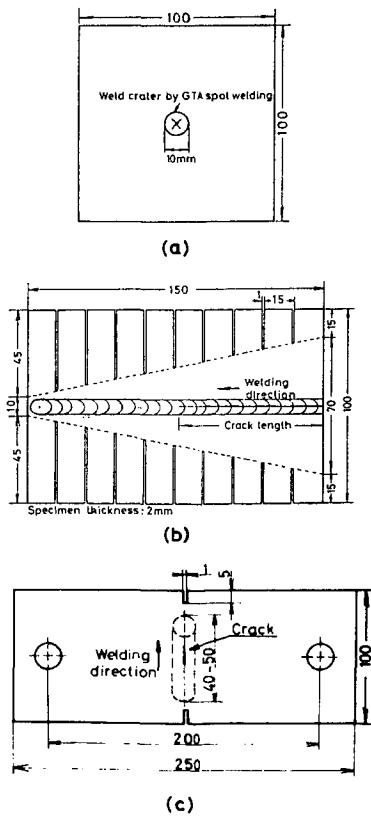


Fig. 1 Shape and dimension of test specimen; (a) GTA spot weld crater cracking test, (b) Houldcroft type test, (c) Vatrah test

Table 2 Welding conditions used

Cracking test	Welding condition				
	Welding current	Arc voltage	Welding speed	Arc time	Polarity
GTA spot weld crater cracking test	100 A	18 V	-	6sec	AC
Houldcroft type test	100 A	18 V	5.0mm/sec	-	AC
Vatrah test	55 A	21 V	2.5mm/sec	-	DCRP

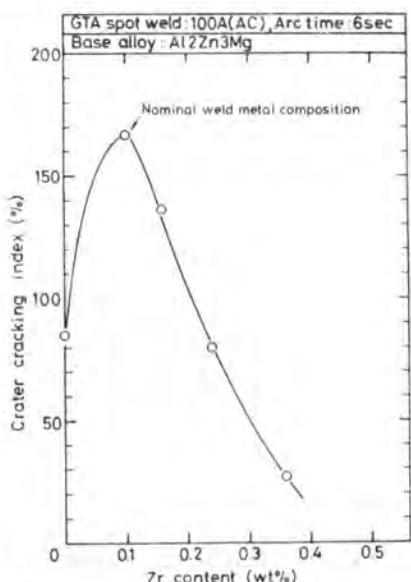


Fig. 2 Effect of Zr content on crater-cracking susceptibility

した。

3. 実験結果及びその検討

3.1 溶接クレータ部の割れ感受性

溶接クレータ部割れ率に及ぼす Zr の影響を Fig. 2 に示す。割れ率は 0.1% Zr で一度増加したのち、Zr 量の増加とともに減少し、0.36% Zr では著しく小さな値を示した。Fig. 3 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。なかでも割れ率の最も大なる 0.1 Zr 合金では柱状晶がクレータ中心部まで良好に発達していた。割れ率が低下し始める 0.24 Zr 合金では微細等軸晶と柱状晶 (Stray 晶²³⁾) 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 0.36 Zr 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。

3.2 溶接ビード部の割れ感受性

3.2.1 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. 4 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

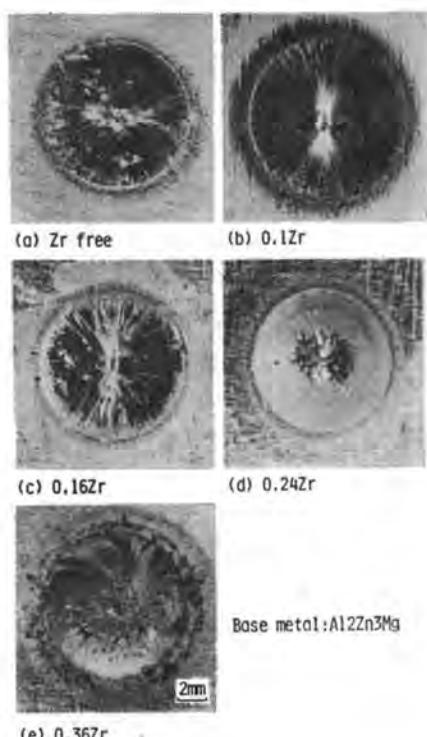


Fig. 3 Appearance of weld crater showing cracking

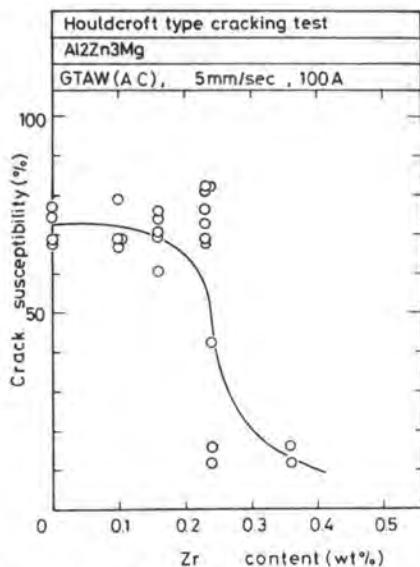


Fig. 4 Effect of Zr content on crack susceptibility of weld bead

極めて低い割れ率を示した。

Fig. 5 に溶接ビード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 0.1 Zr 合金とほぼ同様な柱状晶の良好に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。割れ率の低下し始める 0.24 Zr 合金では柱状晶 (Stray 晶) と微細等軸晶の混

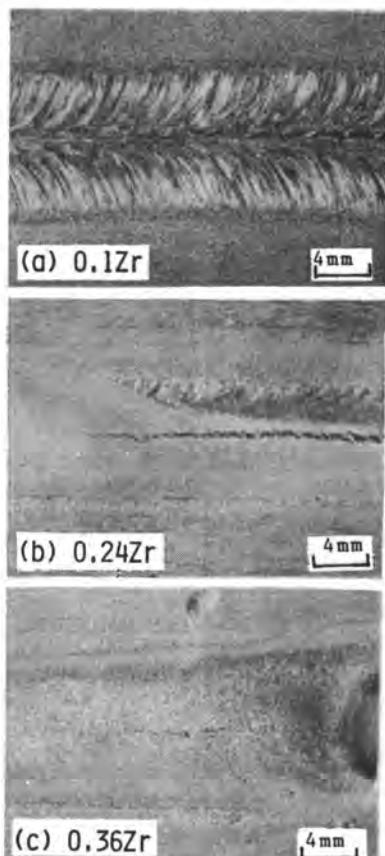


Fig. 5 Appearance of weld bead showing near tip of crack

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. 4 より、0.24 Zr 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の最も低下した 0.36 Zr 合金では、やはり溶接ビード全域が微細等軸晶（平均粒径 20 μm ）より成っていた。

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。

3.2.2 定速度引張式割れ試験結果

3.1 及び 3.2.1 は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 D_c 、 D_{\min} 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 (D_c)

Fig. 6 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 (D , mm/sec) 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 D 依存性は Zr 量により異なる。0.1, 0.24 Zr 合金では D の減少とともに、割れ長さが一度最大値を示したのち急速に短くなるか、

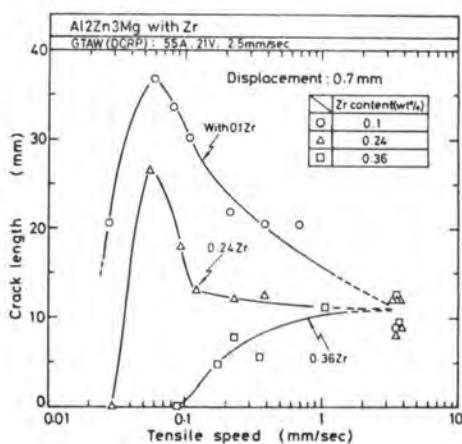


Fig. 6 Crack length vs. tensile speed

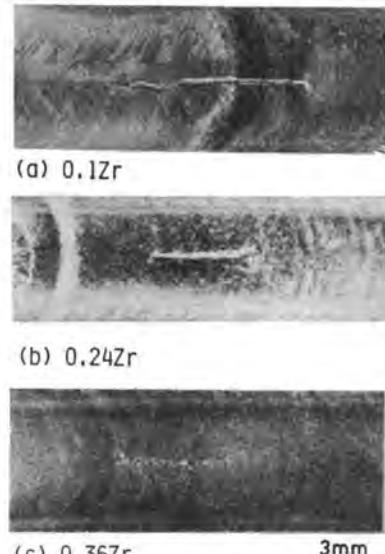


Fig. 7 Appearance of weld bead showing crackling; 0.23 mm/sec tensile speed, 0.7 mm displacement

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、0.36 Zr 合金では D の減少とともに単調減少し、ある 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 D との関係の相違は主として D_{\min} の大小に基づくものであり、その数式的解析は著者らによりすでに報告している²⁴⁾。

さて、 D が減少し、もはや割れが発生しなくなるときの D を D_c とすると、 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 0.1 Zr 合金では D_c は 0.03 mm/sec 以下の値であるのに対して、割れ率の低下し始める 0.24 Zr 合金では約 0.03 mm/sec と増大する。さらに、著しく低い割れ率を示す 0.36 Zr 合金では、その値は約 0.09 mm/sec と 0.24 Zr 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 D_c を増大させる。

Fig. 7 は溶接ビード表面での割れ発生形態を示す。

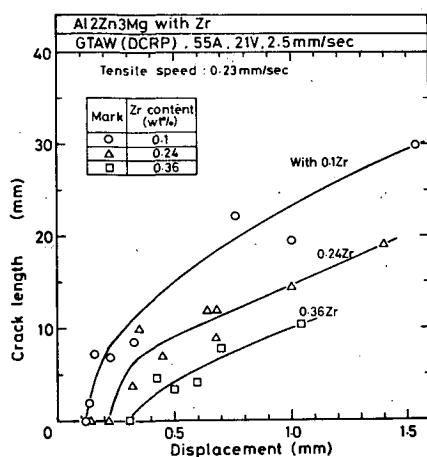


Fig. 8 Crack length vs. displacement

Table 3 Liquidus, bulk solidus temperatures and BTR measured

Alloy	Liquidus temperature (K)	Bulk solidus temperature (K)	BTR (K)
0.1 Zr	913	843	150
0.24Zr	914	843	141-181(167)
0.36Zr	914	843	156-185(171)

(2) 割れ発生の最低付加変位量 (D_{min})

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 量の増加にともなう D_c の増大は主として BTR 内における延性の増大に基づいていると考えられる。そこで、 D_c が $0.23 (\pm 0.02) \text{ mm/sec}$ における D_{min} を求めた。付加変位量と割れ長さとの関係を Fig. 8 に示す。0.1 Zr 合金では D_{min} は約 0.12 mm であるが、0.24 及び 0.36 Zr 合金では、それぞれ 0.22 mm 及び 0.31 mm と 0.1 Zr 合金のそれより約 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ともに長くなるが、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 量の増加とともに BTR 内での延性値は著しく増大することが明らかとなった。

(3) 凝固脆性温度域 (BTR)

高速引張試験 ($\dot{D} : 3.5 \text{ mm/sec}$) により BTR を求めた。付加変位量は $0.7 \sim 1.4 \text{ mm}$ 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、公称固相線温度とともに Table 3 に示す。BTR 値には変動幅がみられるが、その平均値的な値 (カッコ内) は Zr 量にほとんど関係なく約 $150 \sim 170 \text{ K}$ の間の値を示した。したがって、本系合金では $0.1 \sim 0.36\%$ 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-Mg 3 元系平衡状態図²⁵⁾では、Al(α)-Mg₃₂(Zn, Al)₄₉

(τ) 2 元共晶反応が存在し、その最高温度は 762 K で、これより α - τ 2 元共晶線は 720 K の α - τ - β (Mg₂Al₃) 3 元共晶点まで低下している。Table 3 より、液相線温度から BTR を引いた割れ発生の下限温度は約 $730 \sim 770 \text{ K}$ 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。

3.3 考察

3.3.1 溶接凝固組織と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していた。結晶粒微細化は固液共存域における結晶粒界に加わるひずみの分散²⁶⁾、凝固時のデンドライト同志の会合時期を遅らせるによる脆化温度域の減少及び凝固収縮量の減少²⁷⁻²⁹⁾などの効果を持たらざるとされている。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 の溶接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^{3,10,16)}の他に、結晶粒界残留融液の界面接触角の増大説^{13,15,18,19)}がある。そこで本研究でも、溶接ビード部より切り出した試料 (5 mm 角) を管状電気炉を用いて 883 K に 180 秒間加熱後、直ちに水冷し、結晶粒界での共晶生成物の界面接触角を測定した。その結果、各合金の界面接触角の分布は、Zr 量 $0.1, 0.24, 0.36\%$ に対して、それぞれ 22° 以下、 20° 以下、 35° 以下であり、 0.36 Zr 合金では多少大なる値も存在した。しかし、 0.36 Zr 合金の極一部を除いていずれも 35° 以下の極めて小さな値であった。また、Van Vlack の方法³⁰⁾により真の Dihedral angle を求めると、それぞれ、 $9^\circ, 8^\circ, 11^\circ$ であり、Zr 量による本系合金の Dihedral angle の相違はほとんどないと考えられた。

3.3.2 凝固割れの発生及び伝播に対する感受性の相違

0.24 Zr 合金では Houldcroft 式試験と定速度引張式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、0.1 Zr 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、0.1 Zr 合金に比して D_c 及び D_{min} 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、溶接部に加わるひずみ (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ひずみを分散するには、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ひずみ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、結晶粒界に加わるひずみはある程度までは分散されるものと考えられ、これが D_c や D_{min} の増大を持たらしたと推定された。

4. 結論

Zr を 0.36% まで添加した Al-2% Zn-3% Mg 3 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

**) 一般に Trans-Varestraint 試験では、Al 合金の BTR は付加ひずみ量 $1 \sim 2\%$ では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。

の影響を検討した。得られた結果を要約すると次の通りである。

(1) Al-2% Zn-3% Mg 3 元系合金溶接部の凝固割れ感受性は、溶接クレーラー及び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% と増加するに従い、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大した。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持たると考えられた。

(3) 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にのみ割れ感受性の著しい低下が認められた。

本研究の実験に協力された下橋善昭（大阪大学工学部学生）、竹内幸雄及び中尾行博（近畿大学工学部学生）及び前田正弘（大阪工業大学学生）君に厚く御礼申し上げる。

参考文献

- 1) V.W. Patterson, S. Engler : Aluminium, 35-3 (1959), 124-130.
- 2) Z. Buray : Schweisstechnik (DDR), 12-4 (1962), 157-163.
- 3) J.H. Dudus, F.A. Collins : Weld. J., 45-6 (1966), 241s-249s.
- 4) 鋼金属協会：溶接構造用超大型強力アルミニウム合金の開発研究報告書，1973，162-165.
- 5) 鋼金属協会：アルミニウムハンドブック，1982，100.
- 6) F. Matsuda, K. Nakata, K. Arai, K. Tsukamoto : Trans. JWRI, 10-1 (1981), 71-77.
- 7) 田中, 神林 : 軽金属溶接, 20-4 (1982), 149-153.
- 8) K.P. Mudrack : Schw. u. Schn., 12-2 (1960), 45-55.
- 9) P.T. Houldcroft : Brit. Weld. J., 8-7 (1961), 360-365.
- 10) G.L. Petrov, A.G. Mukarov : Automatic Weld., 14-14 (1961), 18-14.
- 11) I.B. Robinson, F.R. Baysinger : Weld. J., 45-10 (1966), 433s-444s.
- 12) F.E. Gibbs : Weld. J., 45-10 (1966), 445s-453s.
- 13) 杉山, 福井 : 本誌, 35-11 (1966), 1122-1129.
- 14) 杉山, 福井 : 本誌, 36-11 (1967), 1194-1202.
- 15) 福井 : 軽金属, 18-6 (1968), 320-331.
- 16) J.G. Young : Weld. J., 47-10 (1968), 451s-461s.
- 17) 山本 : 軽金属溶接, 71-11 (1968), 525-533.
- 18) 田中, 吉田 : 軽金属, 19-11 (1969), 470-480.
- 19) 田中, 吉田 : 軽金属, 20-2 (1970), 77-87.
- 20) P.T. Houldcroft : Brit. Weld. J., 2-10 (1955), 471-475.
- 21) F. Matsuda, K. Nakata, K. Tsukamoto, T. Uchiyama : Trans. JWRI, 13-1 (1984), 57-66.
- 22) 仙田, 松田, 高野; 渡辺, 小林, 松坂 : 本誌, 41-6 (1972), 709-723.
- 23) H. Nakagawa, M. Kato, F. Matsuda, T. Senda : Trans. JWS, 2-1 (1971), 1-9.
- 24) Y. Arata, F. Matsuda, K. Nakata, K. Shinohara : Trans. JWRI, 6-2 (1977), 207-212.
- 25) Metals Handbook, 8th edition, ASM, 8 (1973), 397-399.
- 26) H.F. Bishop, C.G. Ackerlind, W.S. Pellini : AFS Trans., 65 (1957), 247-258.
- 27) 小林, 大平 : 鋼物, 38-12 (1966), 795-801.
- 28) M. Kubota, S. Kitaoka : AFS Trans. 77 (1973), 424.
- 29) 高橋, 大佐, 五十嵐 : 金属学会シンポジウム講演予稿, 91 (1982), 172-173.
- 30) L.H. Van Vlack : Trans. AIME, 218 (1960), 933-935.