研究論文

58. 冷間引抜加工を与えたUの性質, (Ⅱ)

加工試料の熱サイクルにおける変形特性

添 野 浩*

Properties of Cold Drawn Uranium Rods, (Ⅱ)

Some characteristics of thermal cycling growth of as-worked specimens

By Kō SOENO

In the present work, some characteristics of thermal cycling growth of as cold worked specimens were investigated. As described in the previous report⁽¹⁾, the direction of growth in recrystallized specimens is the drawing one regardless of working degree. While, the direction of growth in as-worked specimens is dependent upon the working degree. In less than about 11% reduction in area, it is a radial direction. So, when recrystallization proceeds during thermal cycling, the elongation in drawing direction was observed after the initial contraction.

The author considered these characteristics of as-worked specimens in connection with the preferred orientation. Namely, it was assumed that main preferred orientation was due to the slip rotation of {010} pole toward the radial direction in less than about 11%, and twinned orientation of {010} pole to the drawing direction occurred by {130} and {172} types was gradually increased with increasing working degree so as to prevail over the former near 11%. The change in the direction of growth from the radial to the drawing with increasing working degree was well explained by the above assumption. Some interesting behaviors of twin on recrystallization were also observed as an important clue to solve the formation of the preferred orientation after annealing.

緒 言

前報⁽¹⁾では、 β -処理した U を冷間引抜加工によって約 2~30%加工し、主として加工度による引抜方向の熱膨脹係数の変化および再結晶試料の熱サイクルによる変形などについて報告したが、本報ではひきつづき加工のままの試料を熱サイクルさせた場合の変形について報告する。

加工のままの試料は、とくに約 11.0%以下の加工度において、再結晶試料とは全く逆の方向に変形する。関連した報告⁽²⁾も発表されているが、再結晶試料との差異特質が明らかでなく、またその原因についても考察がなされていない。著者も一部を第 3 回原子力シンポジウム⁽³⁾に発表した⁽⁴⁾が、以上の点に充分留意しなかったため、はなはだ不十分な結果しか得られなかった。

したがって本報では、既報⁽³⁾の結果とその後の実験とをあわせて、加工のままの試料を熱サイクルさせた場合の変形特性とその原因に対する考察を報告する。

I. 実験方法

試料は前報⁽¹⁾同様フランス製の U を用い、引拔用素材として A~D の 4 本を作った。A~C は前報と全く同一方法、すなわち Dingot の一部を切りとって厚さ約 8 mm の熱圧板を作り、これから幅約 9.5 mm の矩形板をとって冷間スウェージし、直径約 6 mm の試料にした。これを β -処理して引拔用素材とした。D は既報⁽³⁾の試料で、上記 U をシンターアルミナるつぼを用いて真空誘導炉で再融解し、黒鉛鑄型に注湯して直

* 日立製作所 日立研究所 (Hitachi Ltd., Hitachi Lab. Res.)

Table 1 Working degrees and conditions of thermal cycling

Series	No.	Reduction in area (%)	Conditions of thermal cycling
A	A - 1	3.5	<div>Temp. range.</div> <div>room temp. $\xrightarrow{\text{heating, 9 min}}$ 350°C $\xleftarrow{\text{cooling, 5 min}}$</div> <div>Holding time at 350°C</div> <div>0</div>
	A - 2	6.0	
	A - 3	8.0	
	A - 4	11.5	
	A - 5	15.0	
B	B - 1	β -quenched	<div>Temp. range.</div> <div>room temp. $\xrightarrow{\text{heating, 9 min}}$ 450°C $\xleftarrow{\text{cooling, 5 min}}$</div> <div>Holding time at 450°C</div> <div>0</div>
	B - 2	2.5	
	B - 3	6.5	
C	C - 1	4.0	<div>Holding time at 450°C</div> <div>0</div>
	C - 2	11.0	
D	D - 1	β -quenched	<div>Temp. range.</div> <div>room temp. $\xrightarrow{\text{heating, 15 min}}$ 500°C $\xleftarrow{\text{cooling, 9 min}}$</div> <div>Holding time at 500°C</div> <div>0</div>
	D - 2	2.0	
	D - 3	4.0	
	D - 4	5.5	
	D - 5	9.0	
	D - 6	13.0	

径14 mmの棒を作り、これを直径10.7 mmまで皮むき後 β -処理 $\rightarrow\alpha$ -焼鈍して素材とした。

いずれの素材をもダイスで一方のみに引抜き、Table 1に示す加工度を与えた。素材A~Cを加工して採取した試料では、加工後表面層を削り、いずれも直径3.5 mm、長さ30 mmの寸法に仕上げてから熱サイクルさせた。素材Dからの試料の場合、加工後の表面層の切削を行わず、長さ14 mmの試片(β -処理のままの試料のみ7 mm)をとってこれを熱サイクルさせた。熱サイクルの方法は前報同様であるからその詳細は省略する。

II. 実験結果

1. 室温~350°Cの熱サイクル結果

素材Aを加工した試料の熱サイクルに伴う引抜方向の寸法変化をFig. 1に示す。これによると、A-1~3の試料は明らかに引抜方向に収縮しているが、A~5になると伸長している。すなわち引抜方向は加工度の漸増に伴って収縮から伸長へと変形特性が変化する。したがってその間で寸法変化がほとんどない加工度が予想されるが、A-4がこれに相当する。前報で明らかにように、加工後再結晶させた試料は加工度のいかに問わず、熱サイクルによって引抜方向に伸び

る(したがって直径方向には収縮)。しかるにFig. 1の結果によれば、比較的大きい加工度で再結晶試料と同様な変形特性を示すが、小さい場合、変形方向が逆である。

Fig. 1 Deformation of drawing direction on thermal cyclig (Series A)

Fig. 2 Deformation of drawing direction after 400 cycles vs. working degree (Series A)

400 サイクル後における引抜方向の変形量と加工度との関係を示すと Fig. 2 のようになる。これによって変形特性の逆転が約11%の加工度でおこることが示される。

2. 室温～450°Cの熱サイクル結果

Fig. 3 にサイクル数に伴う引抜方向の寸法変化を示す(素材B, C)。B-2, 3およびC-1の試料は、熱サイクルの初期において引抜方向に収縮しているが、その後次第に伸びているのが認められる。C-2の加工試料では25サイクル後には引抜方向に伸びているが、これ以下のサイクル数において上と同様な現象が認められるかどうか不明である。Fig. 1, 3 をあわせて考えると、 β -処理後比較的少量の加工を与えられた試料では、本質的には引抜方向に収縮、直径方向に伸長するような変形特性を有するが、熱サイクルの最高温度が高い場合、サイクル中に再結晶が進行し、引抜方向に伸長、直径方向に収縮する再結晶試料の変形特性に変化するものと推察される。これに関しては、さらに第4節で詳述するが、室温～350°C, 400回の熱サイクル後では、再結晶の進行を組織的に認めることができなかったが、最高温度450°および500°Cの場合、それが顕著に認められた。したがってFig. 3から加工度と変形量との関係を求める場合、収縮と伸長の場合とで取扱いを別にすべきである。そこで25および50サイク

Fig. 3 Deformation of drawing direction on thermal cycling (Series B, C)

Fig. 4 Deformation of drawing direction after 25 and 50 cycles vs. working degree (Series B, C)

ル後の引抜方向の変形量と加工度との関係を求めると Fig. 4 のようになる。これによると、加工のままの試料がその変形方向を逆転させるのは約10%の加工度に相当している。しかし再結晶の漸進的進行を考慮に入れると、Fig. 2 の方が比較的正確な結果を示しているように思われる。

3. 室温～500°Cの熱サイクル結果

素材Dを用いて行なった結果⁽⁹⁾で、Fig. 5 にそれぞれ引抜方向の寸法変化を示す。Fig. 5(a), (b)を比較すると、引抜方向と直径方向の寸法変化の測定値間に矛盾があるのが注目される。すなわち2つの方向に伸びた測定値が得られている。本実験の熱サイクル条件で、200回程度のサイクル数では実質上密度変化を無視して支障ないので、引抜方向の寸法変化($\Delta l/l$)と直径方向の寸法変化($\Delta \gamma/\gamma$)との間には近似的に次式が成立しなければならない。

$$\frac{\Delta l}{l} = -2 \left(\frac{\Delta \gamma}{\gamma} \right)$$

Fig. 5(a), (b)の結果がこれとかなり外れているのは、表面のしわ変形のために見掛け上伸びとして生ずる誤差

(a)

(b)

Fig. 5 Deformation of drawing and radial directions on thermal cycling (Series D)

がもっとも重要な影響をもつと思われる。試料DはA～Cに比較して約2倍の直径を有するため、 β -処理によって内部まで微細な結晶粒とはならなかった。そのため、熱サイクルの最高温度500℃ではしわ変形がかなりいちじるしく、また熱サイクル試料も短いため、他の2種の熱サイクルの場合に比較して寸法の測定誤差がかなり大きい。したがって変形量の僅かな差を問題とし得るものではないが、D-2～4の試料では熱サイクルの初期において引抜方向に収縮し、直径方向に伸びた傾向が認められる。

β -処理のままで加工を与えない試料でも軸方向に寸法変化がかなり大きくなっているが、熱サイクル試片の長さが7mmで、D-2～6の半分であるから、上記の誤差はほぼ2倍程度と推定され、したがって実質的には図示した値よりさらに小さいものであろう。

Fig. 3, 5の結果からただちにわかることは、熱サイクル中におこる寸法変化方向の逆転は、加工度の大きい方が小さいものより速やかにおこること、また熱サイクルの最高温度の高い方が低い場合よりも速やかにおこることなどである。これらの点からも熱サイクル中におこる寸法変化方向の逆転が再結晶の進行によるものであることが推察される。

4. 熱サイクル前後の顕微鏡組織の検討

各試料の加工組織およびサイクル中に再結晶がおこったかどうかに着目して、熱サイクル終了後の顕微鏡組織の観察を行なった。試料の同一個所の組織を熱サイクル前後において比較検討するという方法ではない

ので、熱サイクルに伴う組織の漸進的変化に関してはあまり知られない。組織の代表例をPlate 1に示す。観察結果を要約して述べるとつぎのとおりである。

加工組織で特に注目されるのは、Table 1の各系列の素材に最低の加工度を与えた試料でも多量の双晶が観察されることである。加工度の増加によってますます多量の双晶が観察されることは勿論であるが、しばしばいわれているように⁽⁴⁾⁽⁵⁾、双晶が塑性変形機構上きわめて重要な役割りを果たしている点が注目された。

室温～350℃、400サイクル後では、顕微鏡組織の上からはほとんど再結晶をおこしていない。

室温～450℃、200サイクル後の組織は、Plate 1から明らかなように、サイクル中に再結晶をおこしている。とくに注目されるのは、双晶のところから選択的に多量の再結晶組織が発生していることである。これは室温～500℃、200サイクル後の試料でも同様であるが、この場合熱サイクルの最高温度が高いために、再結晶の進行量が前の場合の大体相当する加工度に比較して多く、また試料周縁にはかなり発達した多角形状の結晶粒が認められる。

以上を要するに、組織的にみて、室温～350℃間の熱サイクルではほとんど再結晶をおこしていないが、450℃および500℃までの熱サイクルでは再結晶がかなり進行している。しかも変形双晶のところに再結晶組織が発達しやすいことが認められた。

(a), (b) : As-worked (c), (d), (f) : After cycling
(e) : Polygonal crystallites frequently developed along the circumference of each D-3~6.

Plate-1 Microstructures before and after thermal cycling ($\times 55$ polarized light)

I. 考 察

以上の実験結果を無理なく説明するための考え方として、 β -処理試料に漸次引抜加工を与えていった場合、熱サイクルに伴う試料の変形特性は Fig. 2 のように変化する。すなわち、加工度約11%を境にして、これより小さい加工度では再結晶試料と反対の方向に変形し、大きい加工度で同一方向に変形する。加工度と変形特性との関係を以上のように考えると、室温～450°あるいは500℃までの熱サイクルで、比較的小さい加工度の試料において、サイクル中に変形方向が逆転するのは、第4節に述べた結果から、再結晶の進行によるものと説明し得る。またこの逆転は、加工度の大きい試料や、熱サイクルの最高温度が高い方が少ないサイクル数でおこるのも再結晶に関連させれば容易に理解される。

それで、一般に熱サイクルによる変形方向は形成された集合組織に依存するものと考えられるので、加工度に伴う上記変形特性の変化に関連した集合組織について考察してみる。すでに明らかにされているように⁽⁴⁾⁽⁵⁾、Uの塑性変形要素としてもっとも重要なものは、 $\{010\}-<100>$ の $\dot{\gamma}$ り、および $K_1=\{130\}$, $\eta_1=<310>$; $K_1\approx\{172\}$, $\eta_1=<312>$ の双晶変形である。もしも双晶を無視して $\dot{\gamma}$ りのみを考えるならば、 $\dot{\gamma}$ り面の極は加工に際して引抜方向と直角をなす方向に回転しようとする。なぜならば、引抜加工においては軸方向に引張力が作用し、ダイス壁から圧縮力を受けるからである。

一方双晶変形について考えると、 $\{130\}$ あるいは $\{172\}$ いずれのタイプの双晶によっても $\{010\}$ 極は引抜方向に配向される傾向がある。これについてはすでに Calnan, Clew⁽⁶⁾ によって詳しい論文が発表されているのでその要点を述べると、 K_1 上で η_1 方向に剪断応力が作用する条件を考慮すると、双晶変形をおこし得る応力軸範囲が決定される。

単純引張りの場合、Fig. 6 において、(100)(001)Aの範囲に応力軸が存在すれば $\{130\}$ タイプの双晶変形をおこすことができ、その双晶方位は(001)(010)Aである。同様に(100)(001)BCの範囲は $\{172\}$ タイプの双晶をおこし得る応力軸範囲で、その双晶方位は(010)DEFGである。そして以上の両タイプの双晶方位の重なりから(c)図に示した方位密度の濃淡が予想される。

単純圧縮の場合は Fig. 7 に示したとおりである。すなわち、 $\{130\}$ および $\{172\}$ タイプの双晶変形をおこし得る応力軸範囲は(001)(010)Kおよび(010)LMで、

Fig. 6 Formation of tension texture due to twinning (Calnan and Clew⁽⁶⁾)

Fig. 7 Formation of compression texture due to twinning (Calnan and Clew⁽⁶⁾)

その双晶方位は(001)(100)KおよびLPQRMNOである。また単純引張りの場合と同様(c)図のような方位分布の濃淡が予想される。

以上の単純引張りあるいは圧縮の場合の結果を引抜の場合の引抜方向あるいはこれと直角をなす方向に近似的に用いることができる。すなわち、双晶変形によって $\{010\}$ 極の引抜方向への集積傾向が理解される。

さて、 $\dot{\gamma}$ りおよび双晶変形の場合に考えられる方位変化をそれぞれ $\dot{\gamma}$ り方位および双晶方位と略称すると、加工度の小さい場合、 $\dot{\gamma}$ り方位が双晶方位にまさり、加工度の漸増に伴って双晶方位が $\dot{\gamma}$ り方位にまさるようになる考えると、加工度と変形特性との関係(Fig. 2)が都合よく説明できる。熱サイクルにおいては、 $\{010\}$ 極のもっとも濃化した方向に伸長することが明らかにされているからである。少量の加工度範囲で $\dot{\gamma}$ り方位に重点を認め、漸次双晶方位の増加を認める考え方にも無理がないものと思う。ただ少量の加工度の場合も双晶方位を無視し得るというのではなく、これにもとづく方位変化も重要であることは、すでに前報の引抜方向の熱膨脹係数と加工度との関係において述べたとおりであり、本報第4節の組織的検討によっても双晶変形の重要性が示されている。また以上の考察によって明らかとなっており、変形特性の変化する11%という加工度は $\dot{\gamma}$ り変形のおこりやすさに関係したもので、 $\dot{\gamma}$ りにくい場合小さい加工度に移ると考えられ

る。

一般に押出, 圧延, 引拔などを問わず, 加工度の大きい試料では, 熱サイクルによる変形の方向が再結晶試料と同一であろうということは, その集合組織のX線的研究結果^{(10)~(12)}からも容易に想像される。

つぎに上記の変形特性を有する加工試料を再結晶させた場合, 加工度のいかに問わず常に引抜方向に伸長するようになるのは, 双晶方位が再結晶集合組織の主方位をなし, このために引抜方向に伸長する変形特性を有するにいたると考えられることである。したがって迂りによる方位変化を主方位とみなせばならない加工度範囲においても, 既述のとおり副方位としてその存在を考えられる双晶方位が再結晶によって主方位を構成するにいたると推定されることである。第4節に述べた組織的検討によっても明らかであるが, 再結晶の際の双晶の重要な役割りについては, Uの場合にしばしば指摘されているとおりであり^{(13)~(17)}, 再結晶集合組織の発生機構の解明に重要な手がかりを与えるものと思われる。

IV. 総 括

以上の実験によって得られた主な結果を要約すればつぎのとおりである。

- (1) β -処理試料を冷間引拔で加工した場合, 加工のままの状態では, 約11%の加工度を境界にして, これより小さい加工度と大きい加工度とでは, 熱サイクルによる変形方向が逆である。これは少量の加工度の範囲内では迂りによる方位変化が重要であることを示すとみられる。
- (2) 熱サイクル中に再結晶が進行する場合, 約11%以下の加工試料では次第に増加する再結晶集合組織の影響によって, サイクル中に変形方向が逆転するにいたる。

- (3) 加工試料の再結晶に際しては, 加工によって形成された双晶が重要な役割を果たすと推定される。

終りに臨み本実験を遂行するに当たり, ご指導とご援助をいただいた小野部長, 小川主任研究員, 飯塚主任ならびに中央研究所大原主任に謝意を表する。

(1960年 4月19日 受理)

— 参 考 文 献 —

- (1) 添野 浩: 本 誌, **2**, 89 (1960).
- (2) S. T. ZEGLER, R. M. MAYFIELD, M. H. MUELLER: *Trans. ASM*, **50**, 905 (1958).
- (3) 小野健二, 飯塚富雄, 添野 浩: 第3回原子力シンポジウム報文集(II), 341 (1959).
- (4) R. W. CAHN: *Acta Metallurgica*, **1**, 49 (1953).
- (5) L. T. LLOYD, H. H. CHISWIK: *Trans. AIME*, **203**, 1206 (1955).
- (6) E. A. CALNAN, C. J. B. CLEW: *Phil. Mag.*, **43**, 93 (1952).
- (7) M. BETTMAN, G. W. BROWN, J. P. FRANKEL: *MAT-36*, (1953).
- (8) J. E. BURKE, A. M. TURKALO: *Trans. ASM*, **50**, 943 (1958).
- (9) S. F. PUGH: *J. Inst. Met.*, **86**, 497 (1958).
- (10) G. B. HARRIS: *Phil. Mag.*, **43**, 113 (1952).
- (11) L. K. JETTER, C. J. MCHARGUE: *Trans. AIME*, **211**, 291 (1957).
- (12) M. H. MUELLER, H. W. KNOTT, W. P. CHERNOCK, P. A. BECK: *ibid.*, **212**, 793 (1958).
- (13) G. CABANE, J. PETIT: *Rev. Mét.*, **51**, 603 (1954).
- (14) M. ENGLANDER: *ibid.*, **51**, 759 (1954).
- (15) P. E. MADSEN: *ibid.*, **52**, 973 (1955).
- (16) B. W. MOTT, H. R. HAINES: *J. Inst. Met.*, **80**, 621 (1951~52).
- (17) P. E. MADSEN: *ibid.*, **85**, 71 (1956~57).