高温加工後のオーステナイト結晶粒成長について (第 2 報)*

武 田 信 男**

Nabuo Takeda: Austenite Grain-Growth After Hot Working. (2nd Report) Experiments were performed on the time taken for the occurrence of the recrystallization (time of recrystallization) after hot working and on the influence of the alternate or repeated working upon the austenite grain size. Specimens were carbon steel, Cr-steel and Cr-Mo-steel. The method of the experiment was almost similar to that in the 1st report.

The results are as follows:

(1) The relation between the degree of the deformation and the logarithm of time of recrystallization was obtained as the curves, shown in Fig. 2 and Fig. 3. Arrhenius' equation held between the working temperature and the time of the recrystallization. The activation energy for the recrystallization of austenite was calculated with the low carbon steel.

(2) The time interval of alternation or repetition of working influenced upon austenite grain size as shown in Fig. 7. When the time interval was long to some degree, the grain growth was very remarkable.

(3) Coarse austenite grains, obtained by the alternate working with Cr-Mo-steel seemed to be difficult of recovering perfectly through the ordinary normalizing.

(Received August 30, 1950)

I. 緒 言

著者は先に炭素鋼について高温衝撃戻りを行い、高温加工の際の加工温度、加工度、加工後のオーステナイト結晶粒度間の関係等を報告した⁽¹⁾。本報告では高温加工後にオーステナイトが再結晶する速さ及び繰返高温加工後のオーステナイト結晶粒度について主として述べる。

II. 試料及び実験方法

使用した試料の組成は Table 1 のものである。試験片は前報告の場合と同様 Fig. 1 に示すものであり、これに

Table 1 Compositions of Specimens.

Mark	C%	Si%	Mn%	P%	S%	Cr%	Mo%
A	0.08	0.14	0.23	0.020	0.042	—	—
B	0.27	0.15	0.53	0.037	0.038	—	—
C	0.52	0.21	0.43	0.021	0.033	—	—
H	0.30	0.26	0.64	0.011	1.015	1.15	—
J	0.33	0.28	0.64	0.030	0.034	0.88	0.33

Fig. 1 Test Piece.

縦に細線を印してこの振れによつて加工度を求めた。試験片の加熱はこれに直接低電圧の電流を通じて行い、抵抗器を用いて温度を調節し、これを±10°の範囲で所要時間一定温度に保ち得た。加工温度に保持した時間等については後に詳述する。加工の方法は高温衝撃戻りによつた加工度の測定、オーステナイト結晶粒度の測定等は前報告におけると同様の手順によつたので説明を省略する。

III. 実験結果

(1) 高温加工後のオーステナイト再結晶の速さについて

Fig. 2 は試料 A について実験を行つた結果である。加工前、加工温度に保持した時間はいずれも 5 分である。こ

れ等の実験点は次のようにして求めた。例えば加工温度 1120° の場合、

約 5 分をもつて加工温度 1120° 迄加熱——1120° に 5 分保持——この温度で適当な角度だけ衝撃戻り (はずみ車回転速度 1000 r. p. m.)——加工温度 1120° に 30 秒、1 分、2 分及び 4 分保持 (それぞれに別々の試験片使用)——氷水にて急冷——試験片を縦に真半に切断、研磨、腐蝕、検鏡、試験片中央で加工度 0° であり、外周に至る程加工度大となるから加工度幾 % のところから再結晶を起しているかを知ることが出来る。尚再結晶粒が面積の約 1/2 を占める部分をもつて再結晶開始位置とした。

Photo. 1 は Fig. 2 に対するものであつて再結晶を起した部分が黒く現れている。Fig. 3 は試料 C, H 及び J についての同様の結果でオーステナイトへの固溶元素の増加と共に等加工度についての再結晶開始時間は長くなつてゐる。なお Photo. 2 は再結晶開始点附近の顕微鏡組織の試料 H についての例である。新結晶粒は加工度の変化する方向にやゝ伸びた形のものとなるようである。Fig. 2, Fig. 3 いずれにおいても直線から僅か離れた曲線が得られており、これは R. Karnop 及び G. Sachs⁽²⁾ が冷間加工後の鋼の再結晶について求めたものとよく似ている。

Fig. 4 は再結晶開始時間の逆数——再結晶の速さに比例——を横軸に、加工度を縦軸にとつて Fig. 3 より引き直したもので、これ等の曲線は明かに一つの傾向を示している。この曲線の持つ内容については、更に研究検討を行つて後に言及したい。なお上記 Karnop 及び Sachs のデータから著者が引き直して得られたものも Fig. 4 と同様の曲線となつた。

Fig. 5 は試料 A について再結晶開始時間の対数と絶対温度の逆数との関係を種々の加工度について求めたものであり略々直線的な関係が得られた。これは下記のよりに化学反応速度の温度に対する関係を与える Arrhenius の式がこの場合成立することを示している。即ち反応の速度恒数を k 、絶対温度を T 、活性化エネルギーを A 、気体恒数を R とすれば Arrhenius の式は

$$d \ln k / dT = A / RT^2$$

これより $\ln k = \ln C - A / RT$, 但し C は頻度係数、常用対数に直し、更に $R = 1.988 \text{ cal/}^\circ K$ を入れると

$$\log k = \log C - A / 4.574 T$$

** 東北大学仙台工業専門学校機械科

* 1950 年 4 月本会東京大会に発表

(1) 1949 年 4 月本会東京大会に発表

(2) R. Kaynop u. G. Sachs, Z. f. Phys., **60** (1936), 464.

Photo. 1 Recrystallization Occurred in Dark Parts.

Specimen: A

	Working temp.	Time after working	Recrystallization occurred	Degree of deform of test piece
a-1	920°	30 sec	above 6.3%	12.2%
a-2	"	2 min	" 4.4 "	10.3 "
a-3	"	4 min	" 3.8 "	11.4 "
b-1	1020°	30 sec	above 5.8%	12.2%
b-2	"	2 min	" 3.4 "	9.8 "
b-3	"	4 min	" 3.1 "	9.9 "
c-1	1120°	30 sec	above 4.8%	11.6%
c-2	"	2 min	" 2.0 "	6.2 "
c-3	"	4 min	" 1.3 "	6.7 "

Fig. 2 Relation between Time of Recrystallization and Degree of Deformation. Specimen: A

Fig. 3 Relation between Time of Recrystallization and Degree of Deformation.

Fig. 4

Fig. 5

Photo. 2 Microstructure of Coarse Austenite Grains. Right side: Recrystallization did not Occure.
Specimen: H
Working temp.: 1000°

再結晶に要する時間を τ とすれば $1/\tau$ は k に比例する量と考えられるから

$$-\log \tau = \log C' - A/4.574 T$$

Fig. 5 の直線的なることは明かにこの式の成立することを示している。これ等の直線の勾配よりオーステナイト再結晶の活性化エネルギーを計算した結果を図中に記入しておいた。

(2) 繰返加工のオーステナイト結晶粒度に及ぼす影響

引続いて高温加工を重ねた場合、前回の加工によつて粗大化したオーステナイト結晶粒が次の加工後のオーステナイト結晶粒度に如何に影響するかを実験した結果を Fig. 6 及び Photo. 3 に示す。Fig. 6 の曲線 A は 1100° で静的

(1) (2) (3) ×20

Photo. 3 Effect of Previous Austenite Grain Size. (cf. Fig. 6)

Specimen: B, Degree of deform.: 12%

(1): 1100° static (2): 1100° static—950° impact
(3): 950° impact.

振りを行つて特にオーステナイト結晶粒を粗大化⁽¹⁾させたものの加工度とオーステナイト結晶粒度との関係であり、曲線 B は同様の過程によつて粗大化したものをそのまま (常温迄冷却することなく) 950° まで温度を下げて 衝撃的 戻りを行

Fig. 6 Effect of Previous Austenite Grain Size.

A: Twisted statically at 1100°, large grains were obtained.

B: Twisted statically, at 1100°, then lowered the temperature to 950° and in this condition twisted by impact.

C: Twisted by impact at 950°

Grains obtained by condition B were coarser considerably than those by C.

い、更に 950° に 15 分保つた後の加工度 (第 2 回目の加工による) とオーステナイト結晶粒度との関係である。これに対して曲線 C は単に 950° に加熱して衝撃的 戻りを行い、その後加工温度に 15 分保つた後の加工度とオーステナイト結晶粒度との関係である。曲線 B と C とを比較すれば、前者の方が粒度はるかに大であり、加工前のオーステナイト粒度が加工後のオーステナイト粒度に大に関係し、前歴によつてオーステナイト結晶粒の粗大化したものは加工後にもその影響が残つて粗粒のものとなることがわかる。Photo. 3 は加工度 12% の部について上記 3 曲線に対応する顕微鏡組織を示したものである。

加工を繰返せば常にオーステナイト結晶粒が微細化されてゆくということは不用意に受け入れられ勝ちな通念であるが、上のことより判断すれば高温加工の場合は冷間加工と異つて繰返加工の時間間隔が適当に長い時はその間に再結晶乃至結晶粒生長が起るため加工の繰返しと共に却つて次第に粒が粗大化してゆくということが考えられる。事実 Fig. 7 に示すように試料 B についての実験の結果は (加工の方法は衝撃的交互 戻り) 加工繰返しの時間間隔が 10 秒の場合が唯一回の加工の場合と同程度であり、時間間隔がこれより長いとオーステナイト結晶粒は粗大化し、短いと微細化している。

但し加工温度は 1100°、加熱時間は加工前 5 分、加工後 15 分である。時間間隔 10 秒のものの曲線と唯一回加工の場合の曲線とを比べると低加工度の方で前者が後者よりも曲線の傾斜が小さい。これは加工後の再結晶は先ず高加工度との

Fig. 7 Influence of Alternate Working.

ころから始まり、時間経過と共に順次低加工度の方に進むものであり⁽¹⁾、低加工度部では前回の加工後の再結晶乃至結晶成長の起らぬ中に、次の加工が重ねて加えられるためである。なお加工繰返しが交互戻りであるため、繰返時間間隔中に再結晶を起さない加工度範囲の部では前回の変形が次の変形により元に戻されることによって再結晶の萌芽とな

(1) (2) (3) (4) ×20

Photo. 4 Influence of Alternate Working. (cf. Fig. 7)

Specimen : B, Working temp. : 1100°

Degree of deform. by every twist : 15%

(1) : 11 times, 1/2 sec. (2) : 7 times, 10 sec.

(3) : 7 times, 20 sec. (4) : 1 twist.

(1) ×20 (2) ×50

Photo. 5 Recovery by Normalizing.

Specimen : B

(1) : Coarse grains obtained by statical working at 1100°. Degree of deform. : 12%

(2) : Grains obtained by normalizing of (1).

Normalizing : 900°, 10 min.

Grain size no. (Gakushin) : 5

るべき内部歪が或る程度解消するものと思われ、この傾向は今の場合も認められるが、あまり顕著でない。Photo. 4 に加工繰返しによるオーステナイト結晶粒度の変化を示す。

型鍛造等において低度の加工を或る時間間隔をもつて加える場合、殊に加工の途中で再加熱するような場合は上述の

(1) (2) ×50

Photo. 6 Recovery by Normalizing.

Specimen : J

(1) : Coarse grains obtained by 1 impact working.

(2) : Recovered grains by normalizing of (1).
Normalizing : 900°, 10 min.

Grain size no. (Gakushin) : 4

ような異常粗大オーステナイト結晶粒の部分が現れてくるわけである。

(3) 粗大化オーステナイト結晶粒の熱処理による恢復

前報告において亜共析炭素鋼について加工によって粗大化したオーステナイト結晶粒は、これに完全な標準を施せば恢復することを述べた。今回の実験においても唯1回の加工によって粗大化したオーステナイト結晶粒はその後の標準によって Photo. 5 (試料B) 及び Photo. 6 (試料J) に示すように

(1) (2) ×50

Photo. 7 Recovery by Normalizing.

Specimen : J

(1) : Coarse grains obtained by alternate twist at 1000°, Alternated 3 times every 3 min.

(2) : Grains obtained by normalizing of (1).

Normalizing : 900°, 10 min.

Grain size no. (Gakushin) : 2~3

恢復している。Photo. 7 は試料Jを繰返加工によって粗

大化したものを標準した場合であるが恢復は完全でないようである。材料の組成及び加工の条件と粗大化オーステナイト結晶粒の恢復に関する問題は重要であるが、これについては未だ充分な実験を終えていない。

IV. 結 言

以上のことを要約すれば

- (1) 高温加工後のオーステナイト再結晶の速さを測定した。
- (2) 極薄鋼について加工温度とオーステナイト再結晶の速さとの間に Arrhenius の式が成立することを確め、オーステナイト再結晶の活性化エネルギーの値を求めた。
- (3) 龍回の高温加工によるオーステナイト結晶粒粗大化

の影響は次回の高温加工後のオーステナイト結晶粒度に残る。

(4) 繰返高温加工の繰返時間間隔が適当に長いとオーステナイト結晶粒は加工の繰返しと共に粗大化し、時間間隔が短かければ微細化する。

(5) 粗大化オーステナイト結晶粒の熱処理による恢復について若干の実験を行つた。

最後に種々有益な御助言を戴いた門間改三博士及び実験を援助せられた元仙合工専教官加藤惣次郎氏に厚く感謝致します。なお本研究は昭和24年度文部省科学研究費の交付を受けて行つたものの一部であることを附記して謝意を表します。