る。これと同様の関係は熔鐵中の酸素と強い親和力を有するアルミニウム⁽²¹⁾、チタン⁽²⁷⁾、クロム⁽²⁸⁾等による脱酸平衡においても実験的に認められたところであり、また熔鐵の炭素による脱酸平衡においても竹内博士⁽²⁹⁾の統計熱力學的解析によればやはり同様の傾向を示している。

著者らの値が高硫黄側で他の研究者による実験結果とよい一致を示さないのは熔銅中に微量存在すると考えられる炭素によるものか或いは(22)式の適用範囲を著しく超えた外挿によるものかは不明でなお検討の必要がある。

III. 総 括

熔銅と $\text{CO-CO}_2\text{-SO}_2$ 混合ガスとの平衡実験の測定結果

- (26) N. A. Gokcen & J. Chipmann, J. Metals, 5(1953), 173.
- (27) H. Wentrup & G. Hieber, Arch. Eisenhüt., 13 (1939), 69.
- (28) D. C. Hilty, W. D. Forgeng & R. L. Folkman, J. Metals, 7(1955), 253.
- (29) 竹内, 本誌, B 15(1951), 24.

を熱力學的に處理して次のような一般的平衡關係式を得た。

$$(1) \text{O}(\text{in l-Cu-O-S}) + \text{CO} = \text{CO}_2; K_0 = P_{\text{CO}_2}/P_{\text{CO}} \cdot a_0 \\ \log K_0 = 10600/T - 3.820$$

$$\log a_0 = \log [\text{O}\%] - 311.3 \cdot [\text{O}\%]/T - 242.6 \cdot [\text{S}\%]/T$$

$$(2) \text{S}(\text{in l-Cu-O-S}) + 2\text{CO}_2 = \text{SO}_2 + 2\text{CO}; K_s = P_{\text{SO}_2} \cdot \frac{P_{\text{CO}}^2}{P_{\text{CO}_2}^2} \cdot a_s \\ \log K_s = -15600/T + 5.839$$

$$\log a_s = \log [\text{S}\%] - 485.2 \cdot [\text{O}\%]/T \\ - 281.6 \cdot [\text{S}\%]/T$$

$$(3) \text{S}(\text{in l-Cu-O-S}) + 2\text{O}(\text{in l-Cu-O-S}) = \text{SO}_2;$$

$$K_{os} = P_{\text{SO}_2}/a_s \cdot a_0^2 \quad \log K_{os} = 5600/T - 1.801$$

これらの關係式はかなりの測定範囲外まで外挿しても文献の値とよく一致することを認めた。なお熔銅と SO_2 ガスとの平衡に關する $\log K_{os}$ は嚴密には炭素の共存する場合に適用されるべきと考えられる。

本研究の研究費の一部は文部省科學研究費の助成によるものであることを記して謝意を表します。

熱間加工の基礎的研究* (第1報)

作 井 誠 太** 佐々木悦夫** 佐藤 公 子**

S. Sakui, E. Sasaki and K. Sato : Fundamental Study on Hot Working of Metals. (1st Report). The specimens were quenched within a very short time of 0.01~0.04 seconds after the completion of hot working, thus preventing the recrystallization after hot working. The heating, working and cooling of the specimens during hot working were conducted automatically and the progress of these processes were recorded with an electro-magnetic oscillograph. The changes of strength and elongation of the specimens during hot working were also recorded. We measured at various temperatures below 600° the rate of recrystallization of cold drawn α brass wires of various reductions and from these measured rates, we extrapolated the rate of recrystallization of the same specimens at higher temperatures such as the hot working temperature of α brass. With reference to these data, we designed the experimental apparatus. These extrapolated values seem to be equal to or higher than the actually measured rate of recrystallization of a hot worked specimen of α brass at the same temperature.

(Received May 19, 1955)

I 緒 言

大部分の金属材料は製品となるまでに、一度は熱間加工を受けるにも拘わらず、その際の舉動は必ずしも明らかにされていない。熱間加工において、著者が疑問をもっている諸現象を列記すると次の如くなる。(1)應力-歪曲線に影響する諸因子、(2)金屬多結晶體および單結晶の變形機構、(3)加工歪の發生(4)再結晶(5)聚合組織の變化(6)結晶粒の成長(7)相變化。

在來の熱間加工の研究は、實用上の見地から上記の(1)および(6)を調べたものが多く、他はほとんど研究されて

いない。その原因の一つとして、熱間加工は高温度で行われるために、加工自身による變化と加工後の焼鈍による變化が重複して、兩者の分離が困難であつたことが考えられる。たとえば加工終了後の無限小に近い時間内に、再結晶が終了する時は、加工狀態の調査は不可能になる。

本研究では加工後に、可能な限り短時間内に冷却して、上記の重複を避けることに努めた。完全な分離が難しい時にも、重複の程度を推定し得るように努力した。それには、熱間加工における諸操作、例えば加熱、加工、冷却を連續的に行い、それらの時間的經過を電磁オシログラフで記録し、加工後の焼鈍が進行し得る時間的な余裕の程度を推定した。

熱間加工と冷間加工の區別を、理論的に定義することは難しい。それで著者は記述の便宜上、次の如く假定して置

** 東京工業大學

* 1948年10月本會福島大會及び1955年4月本會東京大會に發表

く、加工後に試料が焼鈍試料と同一状態にある時は、これを熱間加工と名づけ、加工後の試料が冷間加工状態にある時は、たとえ高温における加工でも、これを冷間加工と名づける。その中間の場合もあつて、加工中に再結晶が部分的に進行している場合、または組織が冷間加工組織または焼鈍組織のいずれにも属しない時は、熱間冷間加工と名づける。以上の3種類の加工が高温で行われる時は、高温加工と名づける。すなわち高温加工には、3種類の加工があるわけである。ここで高温というのは、別に厳密な定義にもとずくのではなく、Clark⁽¹⁾がその著書で採用しているように homologous temperature (ある金属の任意の温度 θ と、その金属の融点 θ_0 を絶対温度で表わした場合の θ/θ_0 をこのように名づける) が 0.5 以上を高温ということにする。アルミニウムでは 200° 以上、 α -真鍮では 320° 以上ということになる。以上3種類の加工の境界を実験的に決定することは不可能に近い。そのようなことは問題とせず、上記の7種類の項目を、上記の方針にもとづいて調査するのが、本研究の目的である。

II. 熱間加工温度における再結晶速度の推定

熱間加工中またはその後の焼鈍現象は一種の rate process でその速度は温度に支配されるが、加工自身による諸変化の速度は大體において加工速度に依存する。熱間加工の二大因子は加工温度と加工速度ということになる。

本研究では加工速度を一定としているので、各加工温度における焼鈍現象の速度殊に再結晶速度を知ることが必要である。

冷間加工した金属材料の再結晶速度は、よく知られているように加熱温度と加工度の函数であるが、加熱温度が高くて、熱間加工温度範囲にある時の再結晶速度の値は知られていない。そのような高い温度では、再結晶が 1 sec 以内に終了するため、普通の方法では実測が困難なのである。著者は本実験に用いる試料の α -真鍮を種々の加工度に線引きし 600° までの種々の温度(これを $T^\circ\text{K}$ で表わす)において恒温再結晶せしめ、その際の再結晶に必要な時間を測定した。再結晶は電気抵抗の變化と比例するので、本実験では電気抵抗を主として測定した。再結晶開始までの時間 t_1 、終了までの時間 t_2 を測定し $\log t_1$ または $\log t_2$ と $1/T$ の關係を求めると直線が得られる。この直線は最高 600° の温度までしか測定されていないのであるが、これを熱間加工温度にまで外挿してその温度における t_1 および t_2 を推定した。 600° までの直線關係を更に高温にまで延ばすのは随分亂暴な話で、一般にはこのような直線關係は比較的低温では存在するが、高温では存在しないのが普通であり、また熱間加工した試料が冷間加工した試料と同一の再結晶の法則に従うとは考えられないから⁽²⁾こ

の種の外挿法に熱間加工における再結晶速度を表わすとはいえない。しかし大體の見當をつけるのに便利であり、この見當と、實測した再結晶速度の間に、著しい差があればその事實がまた研究の好箇の対象となる。

以上の如くにして見當をつけた熱間加工温度における t_1 および t_2 を基礎にして實驗裝置を製作した。

試料の α -真鍮は(成分は Cu 68.61, Zn 31.20, Fe 0.11, Al 0.04, Ni 0.04, Pb 痕跡)で線引きにより 3.3, 12.1, 22.2, 30.6, 40.8, 49.0, 59.3, 70.3, 81.6, 90.0, 92.6% の12種類の加工度を持つ 0.60 mm 直径の針金とした。これらの試片は浴槽加熱により 150, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500, 550, 600 の10種類の温度において種々の時間保持して恒温再結晶を進行せしめた。再結晶進行の程度は試料の電気抵抗または抗張力の變化を測定して調べた。Fig. 1, Fig. 2 はその一例で、加工度がそれぞれ 90.0% および 12.1% の例である。加工度が 22.2% 以下の時は電気抵抗の變化がわずかなので、抗張力の變化によつて再結晶進

Fig. 1 Isothermal recrystallization curve of α -brass wire.

Fig. 2 Isothermal recrystallization curve of α -brass wire.

行の状況を調べた。電気抵抗の變化と抗張力の變化はよく比例し、兩者の $t-1/T$ 曲線はよく一致するのでこの方法でも別に差支へはない。 t_1 の決定は恒温再結晶曲線が曲り始め、かつ X 線廻折図形に斑點のあらわれる時期とし、 t_2 は同上の曲線が落ちて、顯微鏡で見て再結晶終了を認められる時間とした。いずれにしても時間の測定間隔が大きいから、正確な t_1 および t_2 の決定に困難であるが、我々の上記の目的にはこれで充分であろう。

以上の實驗から、各種の加工度の試料について t_1 と加

- (1) F. H. Clark, *Metals at High Temperature*, New York, (1950), 30.
- (2) W. A. Wood, J. W. Suiter, *J. Inst. Metals*, 80 (1951-52), 501.

熱温度の關係 t_1 と加熱温度の關係を求めると Fig. 3 および Fig. 4 の如くなる。これらの曲線において、高温部

Fig. 3 Time required for beginning of recrystallization at various temperatures.

(1) 3.3% reduction. (2) 12.1%
 " (3) 22.2% " (4) 30.6% "
 (5) 40.8% " (6) 49.0% "
 (7) 59.3% " (8) 70.3%, 81.6%
 " (9) 90.0%, 92.6% "

Fig. 4 Time required for completion of recrystallization at various temperatures.

(1) 3.3% reduction. (2) 12.1%
 " (3) 22.2% " (4) 30.6% "
 (5) 40.8% " (6) 49.0% "
 (7) 59.3% " (8) 70.3%, 81.6%
 " (9) 90.0%, 92.6% "

にあるが、製作した装置は加工後に 0.01~0.04 sec 後にしか水をかけることができなかつた。すると水冷による冷却速度が無限大としても、加工度が 30% の場合の熱間加工温度範囲での加工による変化と、再結晶による変化を分離し得ない。たゞし 670° 以下でこの重複は避えられる。

加工度が 22% の時は、830° まで上記の分離が可能で、本実験の目的が達せられる。加工度が 3% の時は全温度

域に亘つて分離可能である。実際には冷却速度は無限大ではなく、試験温度から常温にまで冷却するのに約 0.05 sec を要し、その間の再結晶の進行も考えられるから、完全分離の温度は上記の考察より更に低温側に移る可能性がある。また再結晶が加工中に進行しているかどうかは、加工終了直前に試片に水をかけて冷却すれば判定できる。

かりに t_1 および t_2 に對する熱間加工の影響が冷間加工の影響と同一であるとすれば α -真鍮の熱間加工温度(熱間延延温度は 720~830°, 熱間押出温度は 820~840°)で 30% の加工を興えた場合の t_1 は 0.002 ~ 0.00025 sec なることを Fig. 3 は示している。 t_2 は 0.095 ~ 0.012 sec である。

すなわち熱間加工温度では上記の t_1 の如き短時間内に水冷しなければ、加工後の再結晶は防ぎ得ないし、0.01 sec 後に水をかけることができれば、大部分は加工後に再結晶しているが、少しは加工状態も残存している試片が得られることにな

本実験の装置は上記の如く、加工後短時間内に試片に水をかけることを目標としたので

域に亘つて分離可能である。実際には冷却速度は無限大ではなく、試験温度から常温にまで冷却するのに約 0.05 sec を要し、その間の再結晶の進行も考えられるから、完全分離の温度は上記の考察より更に低温側に移る可能性がある。また再結晶が加工中に進行しているかどうかは、加工終了直前に試片に水をかけて冷却すれば判定できる。

以上は冷間加工した試料の、熱間加工温度範囲における再結晶を調べたのであるが、熱間加工した試料の再結晶とどのような關係にあるかは興味がある。熱間加工の場合は有効加工度が小さく、再結晶速度が小さく、我々の装置でも十分に加工状態が捕えられるかも知れない。

III. 實驗方法および装置

本実験の試片は直径 0.6 mm 前後の針金であるが、これを Fig. 5 の如き回路で加熱した。S₁ は水銀スイッチ、E は数十ボルトの蓄電池、T は試片、F は後述の目的を持つ

Fig. 5 All Electric circuits for this experiment.

T: Test piece R₀: Standard resistance
 R₁: Bypass resistance R₂: Rheostat
 F: Fuse S₁: Mercury switch.

フェーズ、I, II はそれぞれ電磁オシログラフの A 型エレメントで、試片両端の電圧および試片を流れる電流を測定する。この測定値からオームの法則により、試片の電気抵抗の時間的變化、従つて試片の温度の時間的變化が判明する。試片が目的の温度まで加熱されると、加熱が止まるようにフェーズ F が挿入してある。試片よりききに F が焼き切れると、回路に電流が通らなくなり加熱はとまる。F の太さを加減すれば、試片を任意の温度にまで加熱できる。実際には F と並列に大きな抵抗 R₁ が入れてあつて、F が切れた後にも数アムペアの電流が試片を流れていて、試片の冷却を防ぎ、かつその後試片に加えられる加工とか冷却の際の試片の電気抵抗の變化を記録して、それらの操作の時間的経過を知りてに便してある。すなわち F が切れると S₂ なる水銀スイッチが入り、H 型エレメント III が試片両端の電圧を記録し始める。

以上の如くにして、一定の温度にまで加熱した試片は、

その後引張り荷重で延伸するわけであるが、その際に試片にかかる力は針金歪計で測定し、これを H 型エレ

T の収縮につれて H_1 は軽く右方に移動できるように工夫してある。また B と W は A なるクラッチで連結されているが W が一定の距離を移動すると A のクラッチがはずれて B は W から自由になることに圖から了解されたい。D は R_2 の上を移動して、荷重の變位をオシログラフに記録するための接觸子、S は針金歪計である。

Fig. 6 Amplifier for wire strain gauge

Fig. 7 Experimental apparatus.
W: Loading weight P: Pendulum
 R_2 : Rheostat B: Floating beam
T: Test piece M: Water bath A,
G: Clutch S: Wire strain gauge
G: Bifilar suspension

ための掴み装置が、延伸の際に Fig. 6 および Fig. 7 の可變抵抗 R_2 の上を接觸子として通つて、その際 R_2 の電気抵抗の變化を H 型エレメント IV で記録した。この二つの記録を組み合わせ、延伸の際の歪-應力曲線を求めることができる。以上の方針により、實際に作った装置は Fig. 7 の如くである。T なる試片は荷重 W により延伸される。荷重 W はクラッチ C により留められていて、自由に落下できないが、P なる振子が C を叩いてクラッチ C をはずすと W が落下し始め T が延伸される。P はクラッチ C をはずしてあと更に、水槽 M を支えるクラッチをはずして、水槽を傾けて試片 T に水を注ぎ冷却する。加工後水冷までの時間は、振子 P の移動速度を加減して、上記の如く 0.01~0.04 sec に加減する。ここで問題となるのは、試片 T が高温で延伸された後に、両端の固定した掴み H_1, H_2 の間に張られたまま水冷する時は、冷却の際の収縮のために大きな應力を生じ、冷却中に再加工される恐れがある。それを防ぐために掴み H_1 は、天井より 2 本吊で吊るした軽いデュラルミンの棒 B に取付けてあり、

Fig. 8 Example of oscillograph.

間的變化が判る。この例では試料は 0.08 sec で加工温度にまで加熱されている。曲線 III は試料に荷重がかかり始めてから、かかり終るまでの時間を示し、かつ加工後に水がかかるまでの時間および水冷により常温まで冷却に要する時間をもこの曲線 III から読み取ることができる。すなわち曲線 III によれば、試料の加熱が止まつてから 0.02 sec 後に荷重がかかり始め、0.045 sec 後に 30% の延伸が終了し、その後 0.01 sec 後に水冷が始まり、冷却に要する時間は 0.03 sec である。曲線 IV および V はそれぞれに延伸中の荷重および伸びの時間的變化を示すものである。加工速度は 21200%/sec の程度となる。

IV. II の推定と實測値

上記の實驗装置を實際に用いた時に、はたして II の推定通りに實驗が行えるかどうかを調べて見た。すなわち II の實驗に用いた試料中、加工度 0% の焼鈍材を用いて Table 1 第 1 行の各種の温度において 20% または 30% ずゝ延伸した後に Table 1 第 2 行に示したような短時間後に水冷して、各試料につき顕微鏡および X 線で再結晶開始の有無を調べた。その詳細は第 2 報に述べるとして、ここでは推定の時間と實測の時間の比較にとどめる。

30% 加工の冷間加工材が Table 1 第 1 行の各温度で、再結晶を開始するまでの時間の推定は Table 1 第 3 行に、再結晶の終了するまでの時間の推定は第 4 行に示す。第 2 行は加工後水冷までに要した時間を實測したもので第 2 行の数字が第 3 行の数字より小さい時は、加工後に生ずる再結晶は完全に抑制されているはずである。その逆の場合は再結晶が始まっているはずである。實際の試料について再結晶開始の有無を調べた結果は、第 5 行の如くで大體この推定通りになっている (×は再結晶未開始 ○は開始)。

温度の非常に低い場合と高い場合には、第 2 行と第 3 行の数字の差は著しく大で、第 5 行の結果が II 節の推定

Table 1

I	II	III	IV	V	VI	VII
235	0.027*	—	—	×	—	—
375	0.018*	—	—	×	—	—
430	0.014*	—	—	×	—	—
470	0.018	2.7	12.0	×	—	—
560	0.017	0.2	2.3	×	—	—
650	0.02	0.015	0.34	○	×	×
680	0.02	0.007	0.15	○	×	×
730	0.03	0.0024	0.09	○	×	○
820	0.01	0.0003	0.01	○	×	○

* Working degree 20%. Others are 30%.

I: Working temperature.

II: Time between working and quenching. (sec)

III: Time necessary for beginning of recrystallization. (sec)

IV: Time necessary for completion of recrystallization. (sec)

V: Evidence of beginning of recrystallization.

VI: Evidence of completion of recrystallization

VII: Evidence of completion of recrystallization during air cooling.

通りになるのは當然であるが、560° 650° の如く第2行と第3行の数字の差が接近している時も、上記の推定の如くなるのは、この附近の温度すなわち 650° 邊りまでは、高温加工材の再結晶速度も、冷間加工材の再結晶速度も、それほど大きな差がないのではないかと考えられる。

次に冷間加工材が、各温度において再結晶を終了するのに必要な時間は第4行に示すが、これは 650° 以上の高温でも、いずれも第2行の数字よりも大きいので、実験結果は再結晶の終了を示さないはずであるが、実測の結果もその通りで第6行に示す如くである。(×は再結晶未終了) 唯 820° では當然終了してよいはずであるが、ごくわずかしかな進行していない。また 650°, 730° 820° でも進行

の程度はきわめて小で、第2行と第4行の時間の接近から推察される程度より、遙かに再結晶の程度は小さい。このような高温では加工中の自己焼鈍が著しく、有効加工度が減少して、再結晶速度がおそくなつていゝと考えられる。しかし第2行の時間で再結晶開始が抑制されるほどには、おそくなつていないのであろう。

本実験で試料を空冷する時は、500° までは大體毎 sec 100° の割合でほとんど直線的に冷却することが、オッシログラフから認められる。このような徐冷では、650° の温度では計算して見ても空冷中に再結晶が當然終了しているはずであるが、實際は第7行の如く 730°, 820° では終了しているが、他の温度では終了していない(×は再結晶未終了、○は終了)。この點からも熱間加工材の再結晶速度は、加工度が同一の場合には、冷間加工材の再結晶速度より小さいのではないかと推察される。

V. 要 約

(1) 高温加工後 0.01~0.04 sec 後に水冷を開始し得る装置により、加工後の再結晶を防ぐことに努力した。

(2) 高温加工の加熱、加工、冷却が自動的に進行する装置により実験を行い、これらの諸操作の時間的経過を電磁オッシログラフにより記録した。また高温加工の際に試料にかかる荷重ならびに試料の伸びをも電磁オッシログラフで測定した。

(3) 高温加工における再結晶速度は、その加工温度で冷間加工材を焼鈍する時の再結晶速度と同大か、または小さいことを推定した。小さくなる程度は加工温度が高いほど大きいようである。

熱間加工の基礎的研究* (第2報)

作井誠太** 佐々木悦男** 佐藤公子**

S. Sakui, E. Sasaki and K. Sato: Fundamental Study on Hot Working of Metals (2nd Report). Thin wires of α brass and aluminium were elongated at various temperatures and quenched in water immediately after working. The micro-hardness of these wires were measured at room temperature and a remarkable work hardening was found even on the specimens elongated at the so-called hot-working temperature range. The work hardenings at various temperatures became larger with increasing working degrees. The load-elongation curves at high temperatures were recorded and were discussed in comparison with work hardenings of the same specimens measured at room temperature.

(Received May 19, 1955)

I. 加工温度と加工硬化

高温で加工する際に、加工硬化が起るか否かは、加工速度と軟化速度の割合で決まり、加工速度に比べて軟化速度の小さい時は、硬化の維持される程度が大きい。その軟化速度はまた加工温度および加工度によって支配されるから、問題

は複雑になる。冷間加工の場合の如く、加工度だけを考えればよいというわけにはいかない。たとえば、亜鉛を高温加工後、水冷して硬度を測定すると加工度の大きい場合の方が、硬化の程度が少ないとの実験もある。それは加工度が大きい方が、軟化速度が大きいためと説明されている。

本実験では平均加工速度は第1報に述べた如く 1200 %

(1) K. Löhberg, Z. Metallk., 1(1954), 8.

** 東京工業大學

* 1955年4月本會東京大會に発表