論 文

熱間加工の基礎的研究(第5報)*

作 井 誠 太** 佐 藤 公 子**

Seita Sakui and Kimiko Satô: Fundamental Study on Hot Working of Metals (5th Report). Specimens of thin aluminum wires or foils were quenched in very short time of 0.01~0.04 seconds after the completion of hot working, thus preventing the recrystallization after hot working. We investigated the surface and the inner part of each specimen with a microscope. At the working speed of 1200%/sec the specimens were deformed by slipping mechanism and not by cell formation even at a temperature as high as 460°. At the working temperature of 530°, however, specimens were deformed by cell formation only and there could be seen the evidences of mutual movement of grains at grain boundaries. At the working temperature of 575° and 650°, the recrystallization did not occur during working, though the stress recovery proceeded remarkably. In the cases of single crystals of aluminum which were deformed at the temperatures of 310, 350, 490 and 580°, there could be seen only the slip mechanism.

(Received July 21, 1955)

I. 緒 言

高温におけるアルミニウムの變形機構については、クリープの場合が相當に研究されている。しかし實際の金属加工の如く大きな加工速度で變形する際の變形機構については殆んど知られていない。我々はこの場合の變形機構と、クリープについて在來から調べられている變形機構の比較を試みた。

II. アルミニウムの高温變形における顯微鏡組織の變化

1. 在來の研究結果の考察

在來の研究によれば、アルミニウムの高温變形における變形機構はクリープの場合も含めて

(1) 普通のじりによる變形 (2) sub-grain(cell) の形成による變形 (3) 結晶粒間または cell 間の相互移動による變形の3種類に分けられる。この中のいずれの形式をとるかは變形温度と變形速度による。變形温度が低いか、變形速度の大きい時は (1) の形式に近づき、逆の場合は (3) に近いとされている⁽¹⁾。たとえば Wood の實驗の一例によれば 0.1%/hr の變形速度では 200° 以下ではじりにより、250~350° では cell の生成により變形するとしている。我々の實驗の如く變形速度が 1200%/S の如く大きい時は、cell の出現する温度は遙かに高温側にずれるはずである。

cell の生成機構については議論の別れるところで Wood は結晶粒が變形によつて直接に cell に分割されるとしているが、McLean⁽²⁾ は超顯微鏡的な細かいじりがまず生じ、それが高温のために polygonize して cell に變化するとしている。じり線に直角な cell の境界は双狀轉位により生じ、じり線に沿う cell の境界はらせん轉位により生ずるとしている。現在のところは McLean の説の方が支持者が多い。cell の大きさにはそれぞれの變形温度と變形速度に特有な平衡状態があり、一度その状態に達するとそれ以後は加工度を増しても cell の大きさは變らず加工硬化も増加しないとされている。

Wood によれば結晶粒が充分に細かい時は結晶粒界の相互移動のみで一定の變形を生じ得るが、結晶粒が大きくなると粒界の運動のみでは同程度の變形量に達し得ない。結晶粒は cell に分割され cell の境界でも相互移動することにより一定の變形を生ずる。さらに結晶粒が大になると上記の各境界における相互移動のみでは變形に追付けなくなりじり變形を生ずるに到る。これについては Calnan と Burns⁽³⁾ はアルミニウムの粗大な多結晶體について、Hanson と Wheeler⁽⁴⁾ は單結晶について實證している。我々の實驗でも單結晶は 580° における延伸でもじり變形を示した。

cell または結晶粒の相互移動はそれらの境界の quasi-viscons flow によるもので、これは 2~3 個の原子が排列位置からはずれたり、排列し直したりする現象である。結晶格子の變形の如く何等かの欠陥の連なる線、たとえ

** 東京工業大學

* 1955 年 4 月 本會東京大會に發表

(1) G. R. Wilms, W. A. Wood, Inst. Metals, **75** (1948-49), 693; W. A. Wood, W. A. Rachinger, **76** (1949-50), 237; W. A. Wood, G. R. Wilms, W. A. Rachinger, **79** (1950-51), 159.

(2) D. McLean, J. Inst. Metals, **80** (1951-52), 507.

(3) Calnan, Burns, J. Inst. Metals, **77** (1950), 445.

(4) D. Hanson, M. A. Wheeler, J. Inst. Metals, **55** (1931), 229.

ば転位線の運動を必要としない。一つの點の周圍の欠陥があれば足り、それを中心として排列と非排列とをくり返す。これをくり返しても加工硬化を生じないで、クリープの場合では 100% 伸びても加工硬化を生じない例がある。またこれは熱的に活性化される現象であるから、ある温度以上では急激に活潑となる。McLean はこの quasi-viscous flow のみでは試料の大きな變形を説明できないとして、超顯微鏡的なじりりが潜在しているとしてそのじりりによるクリープを Missing creep と名付けている。

高温加工では金属は一般に cell その他の block に分裂するが、アルミニウムの如く純粋に cell に分割する例は少いようである。冷間加工では各種の金属は強加工により容易に原子が正規の位置から不規則に變位し、格子常数の不規則變化を伴うが、アルミニウムはこの變化が起り難いとされている⁽⁶⁾。高温加工でもこの特異性は存在するらしく、アルミニウムは歪まない格子から成立つていところの cell を生ずるが、Wood によれば他の金属ではこのようにすべての結晶粒が cell に分裂することはないとしている。ある結晶粒はじりを必要とする速度で變形し、ある結晶粒は粒界の quasi-viscous flow で間に合う速度で移動し、ある結晶粒は cell を發生するなど非常に不規則である。そのために材料内の應力分布も著しく不規則となり、所々にじりりにより發生した不規則排列の小結晶粒が存在する。このような状態は比較的均一な cell より成るアルミニウムに比べて再結晶し易いと Wood⁽⁶⁾ は述べている。我々の實驗でも α -真鍮は高温加工中に容易に再結晶し、アルミニウムは全然再結晶せず、Wood の考察に従っている。

次にアルミニウムの高温加工の際の再結晶については、W. A. Wood⁽⁷⁾ は次のように述べている。冷間で強度の加工を受けたアルミニウムは非常に細かい sub-grain に分れているが、これを加熱すると再結晶する。ところがクリープの場合の如く荷重をかけながら加熱する時は再結晶を起さず、cell の成長を來たすのみである。X 線の廻折圖はこの種の成長した cell のため斑點化して再結晶による微細な新結晶が生じたように見えるが、顯微鏡では結晶粒は以前よりも大きく、何等再結晶の徴候は見られない。非常に高温で同様の處理をする時は cell の成長が著しく進行する以前に再結晶の生ずる可能性はあるが、その例は稀であるとしている。この傾向は我々の實驗の如く、加工速度の大きい場合も同様で、加工中の再結晶は見られず、従つて第 1 報で定義したような熱間加工は行われない。加工中は cell の成長と廻轉だけが起り、加工後の空冷中にも引きつづき cell の成長が行われ、遂には普通の顯微鏡にも明瞭に cell の境界が見られるに到る。これを見ると突如とし

て再結晶が進行し、新結晶粒が生じたように見えるが、これはいわゆる recrystallization in situ と呼ばれる形式であろう。我々の實驗では觀察數が少く、核の發生とその成長を見逃して、唯その結果のみを見ているのかも知れないから、再結晶についての確言は避けるが、今までの所は上のような印象を受けている。

以上の在來の研究の考察から次のような事柄が我々の實驗に豫期される。

(1) じりり變形から cell の生成へ移る臨界の加工温度はクリープの場合に比して著しく高い。

(2) 加工時間が短かいたために、cell の大きさは平衡状態にない。加工度が大きくなれば cell は小になり、加工硬化も増大する。また加工後の冷却中に cell は成長する。

(3) 高温加工中に再結晶は起らない。

(2) 試料表面における觀察

純度 99.9%、厚さ 0.1 mm、幅 2 mm、長さ 75 mm の試料を過塩素酸と無水醋酸の溶液で電解研磨をして高温加工後の變形状況を觀察した。伸びは 10% に一定し、加工後は空冷とした。加工中に再結晶しないことが判つたので水冷の必要はない。實驗の裝置と方法はすべて前報の通りである。

(イ) 26° Photo. 1a の如く細いじりり線が多數

(ロ) 370° Photo. 1 b は高温加工特有の太くて間隔が大きいじりり線が見られる。この温度はクリープの際にはじりり變形は見られず、cell によつてのみ變形する温度である。

(ハ) 460° 同前 たゞしじりり線の間隔は大となる。

(ニ) 530° Photo. 1 c の如くじりり線は見られず、各所にしわが發生している。このしわは cell の境界と一致することは在來の研究の示す通りである。クリープの場合はこのような高温では cell が結晶粒の大きさに近すぎ、變形は主として結晶粒界の quasi-viscous flow による。

この寫眞には Betteridge の言⁽⁸⁾の strain mark が隨所に見られる。同氏の説明圖 (Fig. 1 によると、(a) の如き結晶の集合體で (b) の場合に A, B の結晶粒が境界で矢印の如くじると C の結晶内に圖の如き strain mark が生ずる。また (c) の如く A, B の結晶が紙面に直角の方向にじると C なる結晶があたかも割れたように見える。Photo. 1 c 内のこれらの現象は本實驗の如き加工でも結晶粒境界にじり運動を生じたことを間接に證明している。また、しわも Wood によれば cell の間の相互運動の證明である。

Photo. 1c では結晶粒境界が著しく太くなつていすが、その原因は結晶粒が表面で上下の方向にじり合い、境界に階段を生じたこと、また紙面内で結晶粒が相互に移動して境界が攪亂されていること、結晶粒境界移動の跡が残ることなどが諸文献にあげられている。

(5) 田中, 應用物理, 4 (1940), 166.

(6) W. A. Wood, G. R. Wilms, W. A. Rachinger, J. Inst. Metals, 79 (1951-52), 159.

(7) W. A. Wood, J. W. Suiter, J. Inst. Metals, 80 (1951-52), 501.

(8) W. Betteridge, A. W. Franklin, J. Inst. Metals, 80 (1951-52), 147.

(s) surface (c) center
 a: Room temp. 10% (s) $\times 400 \times 2/3$
 b: 370° 10% (s) $\times 400 \times 2/3$
 c: 530° 10% (s) $\times 400 \times 2/3$
 d: 530° 15% (s) $\times 400 \times 2/3$
 e: 570° 10% (s) $\times 400 \times 2/3$
 f: 370° 10% (c) $\times 400 \times 2/3$

Photo. 1 Microstructures of aluminum foils elongated at various temperatures.

Fig. 1 The occurrence of strain marks.

上記のしわの数が多く、かつ深くなっている。これは cell がさらに細かく、かつその相互移動の大きくなつたためである。その他に極めて太いしわ線が見られるが、cell の機構だけでは大きな変形に追従できず、しわ変形を生じたものであろう。

Photo. 1 e) は 570° の場合で cell が大きくなり、しわもその程度が弱い。結晶粒境界が太くなっていることは顯著で、これは Wood の言の如く変形とは主として結晶粒境界で起るためかも知れない。また quasi-viscous flow が廣範囲に起るためしわを生ずる種の無理が起らず、しわの程度が弱いのであろう。

以上の表面寫眞に對應して内部組織の寫眞もとつたのであるが、紙面の制限のため省いて一例として 370° 10% の場合を Photo. 1 f) にあげよう。これでは再結晶のしるしもなく、結晶粒境界の凹凸も α 眞鍮に比べて著しくない。

3. 試料内部の顕微鏡組織の觀察

純度 99.9%, 直径 0.5 mm の針金を本實驗装置で各温度で加工後直ちに水冷した。試料の縦断面を電解研磨および電解腐蝕して組織を觀察した。アルミニウムの細線は加工後空冷の場合も再結晶しないので、本實驗では水冷までの時間は重要ではない。一連のではその最小と最大の時間だけを記入して置く。

(イ) (375°, 5, 10, 20, 30 % 0.005~0.014 sec)

加工度が 20~30% となると結晶粒境界の凹凸が冷間加工に比してはげしくなるが、 α 眞鍮に比べて甚しくない。

(ロ) (470°, 5, 10, 20, 30 % 0.010~0.015 sec) 同上。

(ハ) (575°, 5, 10, 20, 30 % 0.010~0.015 sec)

この温度で cell の發生することは 2. の實驗から明らかである。このような高温では本實驗の急熱で加熱するだけでも、結晶粒の成長することは Photo. 2 a) の試料を加熱後水冷 (Photo. 2 b) および加熱後空冷 (Photo. 2 c) した試料を見れば判る。加熱後 10% の加工を加えると Photo. 2 d) の如く結晶粒は b) に比べて成長し、このような短時間にも stress recovery が影響していることを示す。しかし

cell に分裂していることは明らかで、顕微鏡では結晶粒が大きいのに係わらず X 線では微細な斑點が生じている。この試料は加工後水冷したのであるが、加工後に空冷する場合は顕微鏡的にも X 線的にも結晶粒は微細化している。それは cell に分裂している巨大な結晶粒が空冷の間に polygonization の度を進め、recrystallization in situ⁽⁹⁾ が進化したものであろう。空冷の途中で種々の時間で急冷したのであるが、普通の核の發生とその成長という形式は見られなかつた。しかし實驗が少数で、この考え方は將來改めねばならぬかも知れない。アルミニウムの針金はこのような再結晶を行うので、加工繊維組織がそのまま再結晶繊維組織となり、前報の α 眞鍮の場合の如く無方位の針金を得ることはできない。

(ニ) (650°, 10 %, 0.012 sec)

この温度は結晶粒の異常成長の温度範囲にある。本實驗の方法に従つて、この温度にまで急熱しただけで直ちに水冷または空冷した試料の結晶粒は極めて大きい。急熱後に本實驗の方法で 10% の加工を加えて冷却した場合はさらに大きく、應力が異常成長を助けていることはあきらかである。このように異常成長した大きな結晶粒も加工歪を有して (第 6 報参照)、これが空冷中に polygonize して微細な結晶粒の集合體と化することは 575° の場合と同

(9) P. A. Beck, J. Metals, 9 (1952), 979.

a

b

c

d

e

Photo. 2 Microstructures of aluminum wires at 575°.

a

b

c

d

e

f

g

a)	310°	15%	× 50×3/2
b)	310°	15%	× 400×3/2
c)	350°	15%	× 50×2/3
d)	350°	15%	× 400×2/3
e)	490°	15%	× 50×2/3
f)	490°	15%	× 400×2/3
g)	580°	10%	× 400×2/3

Photo. 3 Microstructures of aluminum single crystals elongated at various temperatures.

様である。そして recrystallization in situ が行われる。

III. アルミニウム単結晶の高温變形

以上の実験および考察によれば単結晶が高温で變形する時は cell に分割されることなくなり變形を行うはずである。この点のみを問題として、我々は単結晶の高温變形を行つて見た。

アルミニウムの単結晶の高温變形については、古くは山口⁽¹⁰⁾の実験があり、近くは岡田⁽¹¹⁾の実験がある。前者では 525~600° の高温ではなり線は認められず、ラウエ斑點も尾を引かないがなつた形跡はあるとしている。後者では 500° の高温でも依然として明らかななり線を認めている。我々は 4 種類の方位の単結晶を（本実験はなり線の有無のみを調べるので、方位の投影圖は略する）310°, 350°, 490°, 580° の各温度で引張つてなり線發生の有無を調べた。Photo. 3 a, c, e はなり線の状況を低倍率で見たもの、b, d, f は同一試料を高倍率で見たもの、また g は 580° の變形状況を高倍率で見たものである（低倍率は欠）。これらは同一方位の試料を冷間で延伸した時のなり線の状況と比較せねば高温でのなりの特長を論じ得ないが、アルミニウム単結晶は高温ではなり變形を行うことは確實であろう。

我々は単結晶の變形について何等の知識もないのでよく判らないが、f のきなり線は高温特有の wide wavy slip band であろうか。また d の如くなり線が途中で枝別れしているのも、また g の如く二重なりの交叉點でなり線が消えているのも我々には珍らしい。

IV. 要 約

(1) 本実験の加工速度では多結晶體のアルミニウムの場合、370°, 460° の如き高温でもなり變形を行う。クリープの際は 200° 以上はなり變形によらないとされている。

(2) 350° ではなり線は見られず cell が發生し、結晶粒境界における相互移動の證據が隨所に見られる。

(3) 高温變形における結晶粒境界の凹凸は α 真鍮の場合の如く著しくない。

(4) 575°, 650° では stress recovery の現象が著しいが、加工中の再結晶は見られな

(10) 山口, 研野, 理研彙報, 7 (1928), 646.

(11) 岡田, 篠田, 本誌, 18 (1954), 633.

い. 従つて熱間加工は考えられない.

(5) 575° , 650° では加工後の空冷中に再結晶する. しか
し recrystallization in situ の形式で行うようである.

この點はさらに正確な研究に俟つ.

(6) アルミニウムの單結晶 580° の高温まで γ により
變形する. たゞし γ 線の状態は冷間加工の場合と異なる.