鉛の曲げ加工による結晶粒成長

津 田 尚 克*

Naokatsu Tsuda : On the Grain Growth of Lead due to Bending. Lead recrystallizes at room temperature. Therefore lead cable sheath, when subjected to various bending strains in the course of its manufacture, often develops very large grains as its grains grow with recrystallization. The large grain size is not desirable for the lead sheath because of its unfavourable effect on the fatigue resistance. Moreover, bending strains some times cause a non-uniform structure of the sheath.

In studying the grain growth of lead test pieces of 6.6×6.6 mm extruded square lead rods (99.98%) of different grain sizes were given 2%, 4%, and 6% bending strains at the bending temperature of 0°C or 30°C , and then heated for one hour at 100°C . Looking into the progress of the grain growth, it was the relationship between grain size before bending and grain growth rate was clarified, and an overall grain growth and a zoned structure in relation with bending strains was examined.

The conclusion obtained from the above was as follows:

(1) In case of the 0°C bending temperature, test pieces which were given 4% bending strain showed a large grain growth rate; the larger the original grain size, the smaller the rate. Under these strains, small-grain-size test pieces developed a zoned structure.

(2) In case of the 30°C bending temperature, the test pieces given 2% bending strain had the largest grain growth rate. Those of small original grain size developed an overall grain growth first, and then a zoned structure.

(Received December 12, 1963)

I. 緒 言

電力ケーブル用鉛被は製造工程中いろいろの曲げによる歪を受けると、鉛は常温で再結晶するため再結晶にともない結晶粒成長が進み、大きな結晶粒がケーブル鉛被に認められる場合がしばしばある。このような大きな結晶粒度のものは耐疲労性に悪影響があるので好ましくない。また曲げ歪による不均一な残留歪で、再結晶後に続いて起る結晶粒成長で不均一組織を示すこともある。

これは Jones⁽¹⁾ が鉛管の製造において帯状組織として認めているものである。これについて Bulter⁽²⁾ は純鉛および微量の Cu, Sb 入鉛管試料に曲げ歪を与えて帯状組織の発生する臨界歪量を求めている。さらに Bulter⁽³⁾ は帯状組織のものと、微細結晶粒度と粗大結晶粒度のものについてクリープ試験、疲労試験を行ない帯状組織は耐疲労性が悪いと報告している。

このため本研究は平均結晶粒度(以下結晶粒度という)の異なる純鉛の押出角棒を試料として、曲げ加工温度、曲げ歪量を変えてその結晶粒成長過程を研究し、曲げ加工前の結晶粒度と結晶粒成長率の関係を明らかにし、全面結晶粒成長、帯状組織発生と曲げ歪の関係を求めた。

II. 実験試料および実験方法

実験試料は 99.98% 純度の鉛の 22 mm 角 $\times$ 200 mm の

* 古河電気工業株式会社技術部 (Engineering Dept., The Furukawa Elec. Co., Ltd., Tokyo)

- (1) Jones: Engineering, **145** (1938), 285.
- (2) Bulter: J. Inst. Metals, **86** (1957~1958), 155.
- (3) Bulter: J. Inst. Metals, **86** (1957~1958), 161.

鋳塊を、切削加工により $19.6 \text{ mm}\phi \times 50 \text{ mm}$ の円柱状にし、これを小型押出装置により 6.6 mm 角棒に製作した。この際結晶粒度の異なる試料を得るため、 150° , 200° , 250° , 275°C でそれぞれ 30 分間加熱後押出した。押出時の試料の冷却条件は空冷である。試料は 6.6 mm 角棒を 80 mm 長さに切断後押出時の加工歪を除去するため約 30 日間常温で放置後実験に供した。

試料に与えた 2, 4, 6% の曲げ歪は木製の円筒状案内に沿わせて行なった。曲げ歪の計算は Fig. 1 から求めた。

Fig. 1 Schematic diagram for strain calculation.

図中の R は曲率半径、 r は試料の $1/2$ 幅、 θ を一定長さの試料の角度とする。試料が曲げられると中央部の Neutral Axis の歪は零で、上側には Tension、下側には Compression が作用し、最大歪は試料の最上、下側になる。前記 2, 4, 6% の曲げ歪を与えるための計算式は下記のごとくである。

$$\text{Strain}(\%) = \frac{\{(R+2r)\theta - (R+r)\theta\}}{\{(R+r)\theta\}} \times 100 \\ = r / (R+r) \times 100$$

これより計算した 2, 4, 6% の曲げ歪に対応する曲率半径 R はそれぞれ 161.7, 79.2, 51.7 mm である。带状組織発生の場合の臨界歪は带状組織範囲の r' (Fig. 1) より求めた。

結晶粒度の測定は 6.4×20 mm の面積について巾方向 4 回、長さ方向 6 回の横断法で測定した。測定場所は曲げ加工前後同一場所で行なった。

曲げ加工、加熱後の結晶粒成長率は $(A-a)/a \times 100$ で求めた。ただし a は初めの結晶粒度、 A は曲げ加工、加熱後の結晶粒度とする。顕微鏡組織の観察は曲げ加工前と後は同一場所について行ない 20 倍で行なった。

曲げ歪を与えた温度は氷 + 食塩水の 0°C と外気の 30°C である。曲げ加工後、ただちに $100^\circ\text{C} \times 1$ hr の加熱を行ない結晶粒成長におよぼす影響を一定にした。

III. 実 験 結 果

曲げ加工なしで $100^\circ\text{C} \times 1$ hr 加熱のみ行なった結晶粒成長を示すと Table 1 のごとくで、結晶粒成長はほとんど

Table 1 Grain growth after 1 hour heating at 100°C without bending strain.

Initial grain size (mm)	0.31	0.63	1.03
Grain size after heating (mm)	0.35	0.68	1.03

Table 2 Grain growth after bending at 0°C .

Bending strain 2 %	Initial grain size (mm)	0.35	0.63	0.82	1.07
	Grain size after bending, heating (mm)	0.43	0.68	0.92	1.11
	Grain growth rate (%)	22.8	7.9	12.2	3.7
Bending strain 4 %	Initial grain size (mm)	0.35	0.65	0.88	1.11
	Grain size after bending, heating (mm)	0.68	0.97	1.25	1.43
	Grain growth rate (%)	94.3	49.2	40.0	30.0
Bending strain 6 %	Initial grain size (mm)	0.37	0.68	0.92	1.11
	Grain size after bending, heating (mm)	0.61	0.71	1.08	1.17
	Grain growth rate (%)	64.9	4.4	17.4	5.4

Table 3 Grain growth state and critical strain after bending at 0°C .

Initial grain size (mm)	0.35~0.37	0.63~0.68	0.82~0.92	1.07~1.11
Bending strain 2%	Zoned structure Critical strain 0.8%	no grain growth	no grain growth	no grain growth
" 4%	Zoned structure Critical strain 1.2%	grain growth	grain growth	grain growth
" 6%	Zoned structure Critical strain 1.5%	no grain growth	no grain growth	no grain growth

起していないため、以後の曲げ加工の実験では曲げ歪による結晶粒成長が主因であることが判った。

1. 曲げ加工温度 0°C の場合

曲げ加工、加熱後の結晶粒成長を示すと Table 2 のごとくで、4 % 曲げ歪のものが結晶粒成長率が大きく、初めの結晶粒度が大きくなるにしたがって結晶粒成長率は次第に減少し、とくに初めの結晶粒度 0.35 mm のものは結晶成長率が最大である。つぎに 6% 曲げ歪では初めの結晶粒度が 0.37 mm の小さいもののみが成長し、大きい結晶粒度のものはほとんど成長していない。2 % 曲げ歪では初めの結晶粒度に関係なくほとんど成長しない。したがってこの結果より結晶粒度が小さい場合にのみ結晶粒成長を起しやすいことは工場操業において、押出時に注意を払い小さい結晶粒度に調整しても、以後の工程で曲げ、ねじれ、加熱などを受けるので粗大結晶粒になることが予測される。この結晶粒成長の状況と臨界歪量を示すと Table 3 のごとくで、結晶粒度の小さい場合には带状組織を示し、いづれも結晶粒成長率は大きい。

つぎに顕微鏡組織を示す。Photo. 1-a は初めの組織で結晶粒度は 0.63 mm で、Photo. 1-b は同一場所の 2 % 曲げ歪を与え加熱した組織でほとんど成長していない。これには対応する代表的な結晶粒に A……A' の記号を付してある。Photo. 2-a は初めの組織で結晶粒度は 0.35 mm で Photo. 2-b は同一場所を 4 % 曲げ歪を与え加熱した組織で、結晶粒成長率が大きく带状組織が認められる。すなわち neutral axis 近傍の組織は初めの組織と変わらず、引張、圧縮の歪を大きく受けた部分の結晶粒の成長が顕著に認め

られる。この带状組織範囲より結晶粒成長を起す臨界曲げ歪を求めると 1.2% である。Photo. 3-a は初めの組織で

結晶粒度 0.65 mm で, Photo.3-b は同一場所を 4% 曲げ歪を与え加熱した組織で, Photo. 2-a, b に比し初めの結

とくで, 2% 曲げ歪の場合が結晶粒成長率最大で, とくに初めの結晶粒度 0.4 mm 以下では結晶粒成長率が大き

Photo.1-a Microstructure
before bending, heating ($\times 20 \times 3/5$)
Grain size 0.63 mm

Photo.1-b Microstructure
after bending, heating ($\times 20 \times 3/5$)
Bending strain 2%
Grain size 0.68 mm
Grain growth rate 7.9%

Photo.2-a Microstructure
before bending, heating
Grain size 0.35 mm

Photo.2-b Microstructure
after bending, heating
Bending strain 2%
Grain size 0.68 mm
Grain growth rate 94.3%

Photo.3-a Microstructure
before bending, heating
Grain size 0.65 mm

Photo.3-b Microstructure
after bending, heating
Bending strain 4%
Grain size 0.97 mm
Grain growth rate 49.2%

晶粒度の大きい場合で、带状組織を現わさず単に結晶粒成長を起している。したがって Photo. 3-a, b には対応する結晶粒の存在が認められない。Photo. 4 は初めの組織の結晶粒度 0.37 mm を 6% 曲げ歪を与え加熱した組織で、neutral axis 近傍には初めの組織が残る、带状組織の現象を示している。この带状組織範囲より臨界歪を求めると 1.5% である。

2. 曲げ加工温度 30°C の場合

曲げ加工、加熱後の結晶粒成長を示すと Table 4 のご

い。4.6% 曲げ歪ではほとんど同一結晶粒成長率であつて、初めの結晶粒度が大きくなるにしたがつて次第に結晶粒成長率は小さくなる。この結晶粒成長の状況と臨界歪は Table 5 のごとくである。

この場合は曲げ加工温度 0°C の場合と異なり 2, 4% 曲げ歪を与えた場合、初めの結晶粒度が小さい場合に全面結晶粒成長を起している。そして 6% 曲げ歪では初めの結晶粒度が小さくても带状組織が現われる。つぎにこの結果の顕微鏡組織を示す。Photo.5-a は初めの組織で結晶粒度は

0.35 mm で、Photo.5-b は同一場所を 2% 曲げ歪を与えて加熱したもので結晶粒成長が全面に起り大きな結晶粒と

もので带状組織の現象を示す。臨界歪は 0.6% である。臨界は初めの結晶粒度が大きい方が高い傾向である。

Table 4 Grain growth after bending at 30°C.

Bending strain 2 %	Initial grain size (mm)	0.35	0.41	0.61	0.93
	Grain size after bending, heating (mm)	1.60	1.14	1.11	1.53
	Grain growth rate (%)	357.1	178.0	80.3	65.8
Bending strain 4 %	Initial grain size (mm)	0.28	0.41	0.68	0.92
	Grain size after bending, heating (mm)	0.53	0.61	0.90	1.13
	Grain growth rate (%)	89.3	48.8	32.4	22.8
Bending strain 6 %	Initial grain size (mm)	0.28	0.41	0.60	0.92
	Grain size after bending, heating (mm)	0.49	0.76	0.90	1.15
	Grain growth rate (%)	77.2	60.9	30.4	25.5

Table 5 Grain growth state and critical strain after bending at 30°C.

Initial grain size (mm)	0.28~0.35	0.41	0.61~0.69	0.92~0.93
Bending strain 2 %	Overall grain growth	Overall grain growth	Zoned structure Critical strain 0.6%	Zoned structure Critical strain 0.7%
" 4 %	Overall grain growth	Overall grain growth	Zoned structure Critical strain 1.3%	grain growth
" 6 %	Zoned structure Critical strain 1.5%	grain growth	grain growth	grain growth

なっている。また初めの組織は全く認められない。したがって結晶粒成長率も大きく 357% である。Photo.6-a, 6-b は Photo.5-a, b より初めの組織の結晶粒度が 0.41 mm と大きいもので、曲げ歪は同じ 2% である。結果は同様に

Photo. 8-a は初めの組織で結晶粒度は 0.28 mm で、Photo. 8-b は同一場所を 4% 曲げ歪を与えて加熱したもので全面結晶粒成長を起している。Photo. 9-a は結晶粒度 0.68 mm の初めの組織で、Photo.9-b は同一場所を 4%

Photo.4 Microstructure after bending, heating
Bending strain 6%
Grain size 0.37~0.61 mm
Grain growth rate 64.9%

Photo.5-a Microstructure before bending
Grain size 0.35 mm

Photo.5-b Microstructure after bending, heating
Bending strain 2%
Grain size 1.60 mm
Grain growth rate 357%

全面結晶粒成長を起している。Photo.7-a, 7-b は同様に 2% 曲げ歪で初めの結晶粒度が 0.93 mm とさらに大きい

曲げ歪を与えて加熱したもので带状組織の現われたものである。臨界歪は 1.3% である。Photo. 10 は 0.28 mm 結

晶粒度の小さいものに 6% 曲げ歪を与えて加熱した組織で
 帯状組織を示しているが、これは明確なものでなく全面結

晶粒成長過程が同一曲げ歪の場合に現われのは Table 5
 に示す曲げ加工温度 30°C, 曲げ歪 2, 4 % の条件で、初め

Photo.6-a Microstructure
 before bending
 Grain size 0.41 mm

Photo.6-b Microstructure
 after bending, heating
 Bending strain 2%
 Grain size 1.14 mm
 Grain growth rate 178%

Photo.7-a Microstructure
 before bending
 Grain size 0.93 mm

Photo.7-b Microstructure
 after bending, heating
 Bending strain 2%
 Grain size 1.53 mm
 Grain growth rate 65.8%

Photo.8-a Microstructure
 before bending
 Grain size 0.28 mm

Photo.8-b Microstructure
 after bending, heating
 Bending strain 4%
 Grain size 0.53 mm
 Grain growth rate 89.3%

晶粒成長へ移行しやすい状態にあると思われる。臨界歪
 は 1.5% である。

IV. 結 晶 粒 成 長 の 考 察

初めの組織の結晶粒度が均一なものに曲げ歪を与えて加熱すると、結晶粒が全面的に成長する場合と、帯状組織を現わし結晶粒成長する場合および単に結晶粒成長する場合の 3 様式が考えられる。これは曲げ歪量、初めの組織の結晶粒度、曲げ加工温度に関係がある。ところで前記一連の

の結晶粒度が小 → 大に 移るにしたがつて順次現われている。この結晶粒成長過程について材料力学的な立場より考察すると、曲げによって生ずる残留歪は不均一歪として 2 種類が考えられる。

- (1) 個々の結晶粒内に生ずる残留歪の差異
- (2) neutral axis より最大歪のかかる 試料の最上、下端部までに分布する残留歪。

この 2 種類の残留歪がどのように作用するかによって結晶粒成長状況が異なる。換言すれば全面結晶粒成長は初め

の組織の結晶粒度の小さい場合であるから多数の結晶粒が存在するので、(1)の個々の結晶粒内の残留歪の差が大きく、

用して neutral axis 近くまで存在するために起ると考えられる。

Photo.9-a Microstructure
before bending
Grain size 0.68 mm

Photo.9-b Microstructure
after bending, heating
Bending strain 4%
Grain size 0.90 mm
Grain growth rate 32.4%

Photo.10 Microstructure
after bending, heating
Bending strain 6%
Grain size 0.28→0.49 mm
Grain growth rate 77.2%

(2) の残留歪は結晶粒界による抑制によつて表面にのみ残留していると考えられる。したがつて隣接結晶粒の歪の差により粒界移動を起し全面結晶粒成長が起ると思われる。

つぎに 带状組織の発生は初めの組織の結晶粒度が全面結晶粒成長の場合より大きいときに現われるので (1) より (2) の残留歪が大きく Fig.2 に示すごとく (2) の残留歪が neutral axis に向つてある程度深く残存しているために带状組織が発生する。

Fig.2 Model of residual bending strain.

つぎに単なる結晶粒成長を起す場合は、さらに初めの組織の結晶粒度が大きくなったときで、(2) の歪が大きく作

V. 結 論

Bulter は曲げ加工による 带状組織発生 の場合の臨界歪量のみを求めたが、筆者は曲げ加工による全面結晶粒成長、带状組織、単なる結晶粒成長の3様式の過程があることを認め、その過程について考察した。またケーブル鉛被押出時の結晶粒度の大きさについて指針を得た。

(1) 結晶粒成長は結晶粒度の小さい場合に顕著に起り、曲げ加工温 0°C では4% 曲げ歪、 30°C では2% 曲げ歪で最大結晶粒成長率を示した。そして結晶粒度が大きくなるにしたがつて結晶粒成長率は次第に小さくなる。

(2) 結晶粒成長率は曲げ加工温度 30°C のものが 0°C に比し大きい。そして 30°C では全面結晶粒成長を起す。

(3) 結晶粒成長する際、全面結晶粒成長、带状組織、単なる結晶粒成長を起す場合があり、これは初めの結晶粒度、曲げ歪、曲げ加工温度に関連がある。これらは個々の結晶粒内に生ずる残留歪の差異と neutral axis より試料最上下端部までに分布する残留歪がどのようになるかによつて起る。

(4) 带状組織発生時の臨界歪は曲げ歪が高くなると大きくなる。