焼結クロムの圧延加工*

原 田 泰 典** 大 森 正 信***
吉 田 総 仁*** 伊 藤 操***

J. Japan Inst. Metals, Vol. 53, No. 2 (1989), pp. 201-205

Rolling of Sintered Chromium

Yasunori Harada**, Masanobu Ohmori***, Fusahito Yoshida***
and Misao Itoh***

The rolling workability of sintered chromium, which is very brittle at room temperature was examined as a function of temperature. The present sintered chromium of 99.9% purity was produced by CIP (cold isostatic press) and HIP (hot isostatic press).

The specimen could be successfully rolled in a limited temperature range from 673 to 1073 K. This formability characteristic is different from the experimental results found in the upset and the tensile tests in which no upper limit of temperature was found for workability and ductility. The deterioration in rolling at temperatures above 1173 K was caused by rapid cooling of the specimen by the rolls. The temperature of the specimen during rolling decreased greatly in the roll-contact region, while the inner part of the workpiece retained its starting temperature. Hence, the large tensile stress in the rolling direction occurred near the roll-contact material because of a large difference in the flow stress between the roll-contact region and the inner part of the workpiece. The tensile stress was responsible for cracking on the surface of the specimen heated at temperatures above 1173 K.

The steel/chromium/steel sandwich plate could be successfully rolled to a large reduction even at temperatures above 1173 K without occurrence of the surface cracks because the steel skins prevented the temperature decrease of the specimen during rolling.

(Received April 11, 1988)

Keywords: sintered chromium, flow stress, hot-rolling workability, forming limit in isothermal upsetting, sandwich-rolling

I. 緒 言

前報⁽¹⁾では、焼結クロムの引張り試験による延性-ぜい性遷移挙動におよぼす引張り予ひずみ付与、ひずみ速度および若干の粒成長を伴う高温焼鈍の影響などを調べた結果を報告した。また、延性-ぜい性遷移温度以上の温度域では、十分大きい引張り変形能が現れるので、各種の塑性加工が可能であろうと考えられた。そこで、今回は焼結クロムの圧延加工を行うにあたって留意すべきことがらを明らかにする目的で、遷移温度以上の温度における圧延加工性の温度依存性を調査した。その結果、特徴的な現象、すなわち、圧延可能温度に上限が存在することが明らかになったので本論文ではその原因について考察を行うとともに圧延加工性の向上策を提示した。

II. 実 験 方 法

1. 試 料

実験に用いた試料は電解により得られた粉末クロムを CIP (490 MPa, 300 K) 処理後、HIP (196 MPa, 1473 K) 処理した 99.9% 純度の焼結クロムである。試料の化学成分を Table 1 に示す。

Table 1 Chemical analysis of the specimen (mass ppm).

C	N	H	O	S	P	Fe	Cr
70	20	5	390	10	3	340	Bal.

* 1987 年 4 月日本金属学会東京大会に発表

** 広島大学大学院生 (Graduate Student, Hiroshima University, Higashi-Hiroshima)

*** 広島大学工学部第一類 (機械系) (Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Hiroshima University, Higashi-Hiroshima)

2. 圧延試験

使用した圧延機はワークロール直径 90 mm の 4 段式圧延機で、圧延速度は $5.4 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$ ($9 \times 10^4 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$) と一定にした。圧延は試料を温度 473 K から 1373 K までの 10 温度でそれぞれ 30 min (1800 s) 加熱したのちただちに行った。圧延割れが生じないときは上述の操作をくり返し、いずれの圧下も 1 パスあたり対数ひずみにして 0.3 とした。また、この圧延は潤滑剤を用いず大気中で行ったもので、ロール温度は室温とした。圧延素材は約 150 mm 角の棒状焼結インゴットから切り出した厚さ 10 mm、幅 20 mm、長さ 40 mm の板状のもので、ロールかみ込み側にテーパをつけてある。

3. すえ込み試験

圧延加工性との比較を行うために大気中恒温すえ込み (工具と試料を同一温度にしたすえ込み) による加工性も調べた。そのための装置を Fig.1 に示す。上下加圧アンビルには超硬合金を用いている。加圧には 980 KN (100 ton) 容量の油圧万能試験機を用いた。すえ込みは 373 K から 1273 K の間の種々の温度で 30 min (1800 s) 加熱後、約 $3 \sim 5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ ($50 \sim 83 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$) の速度で、圧延試験と同様にすべて大気中、無潤滑で行った。試料の寸法・形状は直径 10 mm、高さ 12 mm の円柱状のものである。

Fig.1 Equipment of upsetting (dimensions: mm).

4. 組織観察

試料の組織観察はバフ研磨および電解研磨した後腐食して光学顕微鏡で行った。電解腐食液には 10% シュウ酸溶液を用いた。

III. 実験結果

1. 圧延加工性におよぼす温度の影響

Fig.2 は 473~1373 K の間の 10 温度でそれぞれ 1 パス当り対数ひずみにして 0.3 ずつ圧延したときの圧下率 (元の板厚に対する) と試験温度の関係を示したものである。図中、白丸は割れを生じることなく圧延できたことを、また黒丸は割れが発生したことを示す。なお、この圧延ではパス間で 1273 K、30 min (1800 s) の焼鈍を行った。焼鈍温度は、溶製材クロムの再結晶終了温度が約 1223 K であるという報告⁽²⁾⁽³⁾を参考にして決めたものである。Fig.2

Fig.2 Variation of rolling workability with temperature.

Fig.3 Appearance of specimens rolled by one-pass reduction (0.3 in logarithmic strain) at 573 K(a), 973 K(b) and 1373 K(c). Initial thickness of the specimens: 10 mm.

から、つぎの 3 つの特徴、すなわち、(1)573 K 以下では事実上圧延できない、(2)673~1073 K の温度範囲ではかなりよく圧延でき、とくに 873~1073 K での圧下率は約 85% まで達している、(3)1173 K 以上の温度になるとふたたび圧延加工性が極度に劣化する、ということがわかる。Fig.3 に、加工性の悪い低温側の 573 K と高温側の 1373 K、および加工性の良好な 973 K の各温度でそれぞれ 1 パスだけ圧延したのちの試料の外観状態を示す。低温側と高温側で発生した割れの形態には差がみられる。すなわち、低温側で見られる割れは大きく数が少ないのに対して、高温側での割れは圧延面上で幅方向にひび割れ状に数多く発生するが表面から浅いところにとどまっている。低温側での割れ発生は試料自体が延性-ぜい性遷移温度以下にあって本質的にもろいためであり、673~1073 K の中間温度域で良好な圧延加工性がみられるのは試料が遷移温度以上にあって十分大きい変形能をもつようになったためと考えれば容易に理解できる。しかし、高温側での割れ発生は試料自体の変形能が低下したためとは考えられない。なぜならば、Fig.4 に示した引張り変形能-温度曲線⁽⁴⁾にみるように、遷移温度以上であれば圧延加工性が劣化する 1173 K より高い温度においても試料自体は大きい塑性変形能を発現するからである。また、1173 K 以上における圧延時の試料表面も、673~1073 K における圧延時の試料表面温度が遷移温度以上にあるので、当然遷移温度より高い温度になっているはずである。

本実験で用いたのと同じ試料の引張り試験で求めた延性-ぜい性遷移温度は、前回⁽¹⁾報告したように、ひずみ速度が $1.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のときの 780 K から $1.7 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ のときの 980 K へとほぼ直線的に変化した。今回の圧延におけるひずみ速度は約 2 s^{-1} であるにもかかわらず、圧延時の遷移温度は、Fig.2 からわかるように、573 K と 673 K の間にあって、ひずみ速度 $1.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のときの引張り試験時の遷移温度に比べてさへ 100 K ないし 200 K も低い。圧延時の遷移温度が引張り変形時のそれに比べて低いのは変形中に試料に加わる静水圧応力成分が代数的に小さいことによるものと考えられ、著者らは現在その考えの正否を明らかに

Fig.4 Ductile-to-brittle transition curve found in tensile test at cross-head speed of $3333 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ ⁽⁴⁾.

すべく遷移温度におよぼす静水圧応力成分の影響を丸棒試料に正または負の軸力を加えた状態でねじり変形を与えることによって調査中である。

2. 圧延加工性におよぼす中間焼鈍の影響

上述の圧延では各パス間ごとに 1273 K, 30 min(1800 s) の焼鈍を行ったが、その焼鈍処理を全く省いたときの圧延加工性も調べた。その結果、さきに Fig.2 にみたとはほぼ同じ結果が得られ、本焼結クロムの圧延加工性にとって中間焼鈍の有無はほとんど関係ないことが明らかになった。

Fig.5 は圧延温度 973 K でパス間焼鈍処理をほどこさずに 80% まで圧下した試料の加工組織である。

Fig.5 Microstructure of specimen rolled at 973 K to 80% reduction without intermediate annealing. Horizontal direction: rolling direction.

3. 恒温すえ込み加工性におよぼす温度の影響

Fig.2 に示した圧延加工性と比較するために行った恒温すえ込み試験で得られた加工限界-温度曲線を Fig.6 に示す。ここで、加工限界は円柱状試料側壁にクラックが現れはじめるときの圧縮率と定義してある。加工限界は低温では低いが、673 K をすぎると非常に大きくなり、その状

Fig.6 Effect of temperature on the forming limit found in upsetting with a tool heated to the same temperature as specimen. The forming limit is defined here as percent reduction at which cracks begin to appear on the wall of the specimen.

態は圧延加工性が劣化する 1173 K 以上の温度でも維持されている。ここから得られる知見は、Fig.4 でみた引張り変形能 - 温度関係からの知見と同じく、1173 K 以上の温度でも試料は十分大きい変形能を示すことである。Fig.7 に 1273 K で 80% すえ込んでもなお側壁に割れを生じていない試料を加工前の試料と比較して示してある。試料がすえ込み時にうけるときの圧延時にうけるときの応力状態にも差があるが、両加工間における大きな違いは、試料がすえ込み時には工具によって冷却されないのに対して圧延時にはロールによって冷却される点である。したがって、1173 K 以上の温度で圧延加工性が劣化する (Fig.2) 理由として熱的問題の関与があるらしいことをすえ込み試験の結果は強く示唆している。同様の示唆は、市販クロム (純度 99.79%) の圧延加工性が室温ロールを用いるときに比べて 773 K に加熱したロールを用いたときの方がすぐれているという報告⁽⁵⁾からも得られる。

恒温すえ込み加工時の圧縮ひずみ速度は約 $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で、このときの遷移温度も圧延の場合と同じく 573 K と 673 K の間にあって (Fig.6) 引張り変形時の遷移温度よりかなり低い。このこともまた、さきに述べたように静水圧応力成分が代数的に小さいことに起因するものとおもわれる。

Fig.7 Specimens prior to upsetting (a) and upset at 1273 K (b).

IV. 考 察

1. 1173 K 以上の温度域における圧延加工性の劣化

いま圧延温度 T_0 に加熱された試料を室温のロールで Fig.8(a) のように圧延する場合を考える。ロールにかみ込まれる前の試料内部の温度はいずれの場所でもほぼ T_0 であるが、かみ込まれてロール・ギャップ間にもちきたらされた試料は表面からロールによって冷却されるので、Fig.8(b) に示すように、試料温度 (T) はロール接触表面で最も低く中心部で最も高くなる。このような厚さ方向温度分布が生じる結果として、Fig.8(c) に概念的に示すように、試料の変形抵抗 ($\bar{\sigma}$) は表面で最も大きく中心に向かうにつれて減少する。前節で示唆された熱的問題によって生じる現象とは、上にのべたことがらである。

Fig.9 は Fig.4 を得るのに用いたと同じクロム⁽⁴⁾ の引張り強さの温度変化を示したものである。引張り強さは約 1100 K まで温度が上昇してもあまり低くならないが、その温度を越すと急激に低下する。クロムの引張り強さの同様の

Fig.8 Schematic illustrations of rolling operation (a), changes of temperature T (b) and flow stress $\bar{\sigma}$ (c) on a cross-section Y-Y in the specimen between rolls.

Fig.9 Variation of tensile strength with temperature⁽⁴⁾. Tested at $3333 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$.

Fig.10 Ratios of tensile strength σ_B to the strength $(\sigma_B)_{600}$ at 600 K and the strength $(\sigma_B)_{700}$ at 700 K as a function of temperature⁽⁴⁾.

温度依存性は他の研究者によっても報告されている⁽⁶⁾。変形抵抗の温度変化も引張り強さの温度変化の類似の特徴をもつと考えても差し支えないであろう。室温のロールによって試料表面が 600 K または 700 K に冷却されると仮定し、それらの温度における引張り強さ $(\sigma_B)_{600}$ または $(\sigma_B)_{700}$ に対する引張り強さ σ_B の比、 $\sigma_B / (\sigma_B)_{600}$ と $\sigma_B / (\sigma_B)_{700}$ の温度依存性を Fig.9 から求めると Fig.10 のようになる。 $(\sigma_B)_{600}$ または $(\sigma_B)_{700}$ は試料表面の材料の引張り強さ、 σ_B

は試料表面から離れた内部の材料の引張り強さである。Fig.10 によれば、 $\sigma_B/(\sigma_B)_{600}$ と $\sigma_B/(\sigma_B)_{700}$ のいずれの比も 1100 K 以下では 0.8 より大きい、その温度をすぎると急激に減少する。このことは、1100 K 以上の温度ではロール・ギャップ間にある試料の内部における変形抵抗と表面近傍の変形抵抗の比が温度の上昇とともに急激に低下することをも意味している。内部と表面近傍の変形抵抗の比が小さい状態にある試料に板厚方向に均一な塑性ひずみを与えるように圧下するためには、表面近傍の材料には圧延方向に引張り応力が生じ、内部の材料には圧縮応力が生じる。表面近傍に生じるその引張り応力は内部の材料の変形抵抗が小さくなるほど大きくなる。試料表面に生じるこの引張り応力が過大になると最後に表面で引張り破壊が起ることになる。1173 K およびそれ以上の温度で Fig.2 にみたような圧延加工性の劣化がみられるのは、上述のような機構によるものと考えられる。ただし、このような加工性劣化の現象は鋼などの熱間圧延ではみられないことから、クロムに特有なものとおもわれるが、その詳細はいまのところ不明で今後の追求課題としたい。

2. 1173 K 以上の温度での加工性改善策

試料表面が直接ロールに接触しないように異種金属板で試料をサンドイッチしたまま加熱してそれを圧延すると(以後これをサンドイッチ圧延とよぶ)、サンドイッチした金属板による保温効果⁽⁷⁾のために試料の厚さ方向の変形抵抗の勾配を減少させることができるので、1173 K 以上の温度においても割れ発生なしに圧延できる可能性がある。厚さ 1.9 mm の軟鋼板でサンドイッチした試料を 1273 および 1373 K でそれぞれ圧延した(パス間焼鈍なし)ところ約 80% 圧下後も全く割れは生じなかった。Fig.11 に厚さ 1.9 mm の軟鋼板でサンドイッチ圧延した圧下率 80% の試料の組織を示す。中間焼鈍なしに 80% 圧下したにもかかわらず結晶粒が伸長していないのは、圧延温度が再結晶温度以上にあるからである。また、より薄い 0.7 mm 厚

Fig.11 Microstructure of specimen deformed to 80% by sandwich rolling at 1273 K without intermediate annealing. The specimen was sandwiched in between steel sheets of 1.9 mm in thickness.

さの軟鋼板でサンドイッチ圧延したときにも 2 パスまで(約 45% 圧下率まで)1273~1473 K で圧延しても割れは認められなかった。この実験結果は、Fig.2 に示した 1173 K 以上の温度における圧延加工性劣化に対して上の 1. で与えた解釈が妥当であることを示す証拠であるとともに、変形抵抗が小さくなる高温で能率的な高圧下圧延を行うときにサンドイッチ圧延が有望なプロセスになり得ることを示している。

V. 結 論

CIP および HIP 処理によって作製した高純度焼結クロム(99.9 mass% 純度)の高温加工性を、焼結ブロックから切りだした厚さ 10 mm、幅 20 mm、長さ 40 mm の板を圧延することによって調べた。また、比較のために、直径 10 mm、高さ 12 mm の円柱試料の恒温すえ込みも行った。本研究で得られた結果をまとめると以下ようになる。

(1) 良好な圧延加工性を示す温度範囲には下限(673 K)と上限(1073 K)が存在した。すなわち、その温度範囲以外ではわずかの圧下で試料に割れが生じた。それに対して、良好なすえ込み加工性を示す温度には下限(約 573 K)はあるが上限はなかった。

(2) 圧延およびすえ込みの両加工における低温側での加工性劣化は試料が延性-ぜい性遷移温度以下にあることによる。上限温度以上で圧延加工性が劣化するの熱的問題が関与するためと考えられる。すなわち、試料がロールにより冷却されて厚さ方向に温度分布をもち試料の表面近傍と内部における変形抵抗の差が大きくなる結果、変形抵抗の高い表面近傍に生じる圧延方向の引張り応力が試料表面で割れを生じさせるものである。

(3) 圧延加工性改善策として試料の厚さ方向温度勾配を緩和するように軟鋼板で試料をサンドイッチして圧延すると、サンドイッチせずに圧延したときの加工可能な上限温度以上で十分大きい圧下を与えても全く割れは生じなかった。

おわりに、本研究の実験に熱心に協力された本学卒業研究学生 大西新一君に厚くお礼申し上げる。

文 献

- (1) 大森正信, 賀屋 章, 原田泰典, 吉田総仁, 伊藤操: 日本金属学会誌, 52(1988), 223.
- (2) H. L. Wain, F. Henderson and S. T. M. Johnstone: J. Inst. Metals, 83(1954-55), 133.
- (3) N.E. Ryan: J. Less-Common Metals, 11(1966), 221.
- (4) 原田泰典ほか: 未発表, 99.9%Cr, 0.0003%N の試料で得たものである。
- (5) 吉井 勇, 志村宗昭: 東北大学金属材料研究所技術研究報告, 第 10号(1983), 81.
- (6) S. M. Gurevi, G. K. Kharchenko and E. Ya: Automat. Svarka, 15(1962), 56. の実験結果が, D.J. Makuth and A. Gilbert: DIMC Report 234, (1966), 110. に紹介されている。
- (7) 吉田 進, 大庭幸夫, 永田徳雄: 日本金属学会誌, 25(1961), 93.