

冷間加工後の特殊鋼線に及ぼす低温焼鈍の影響に就て

(日本鐵鋼協會第 21 回講演大會講演 昭和 14 年 4 月)

川崎正之*

EFFECT OF LOW-TEMPERATURE ANNEALING ON PROPERTIES OF COLD-DRAWN Cr-V STEEL WIRES.

Masayuki Kawasaki.

SYNOPSIS:—As is well known, tensile properties, especially the elastic limit of the cold-drawn steel wires increases remarkably, when subjected to the low-temperature heating after cold-drawing. There is, however, no definite study on the mechanism of the above mentioned problem, including further that on the change of properties of cold-drawn wires at room temperatures, for instance the strain-aging. There have been found a number of experiments which contradicted each other even in their results and in their formations of conclusion.

The authors here investigated the effect of low-temperature annealing on mechanical properties of the cold-drawn Cr-V steel wire, the material for exhaust-valve springs of aircraft engines, with special reference to the amount of reduction in cold-drawing and further more intended to know about the mechanism of coldworking relating to the low-temperature annealing. In the present report the experimental results containing some remarkable points are informed.

The preparation of samples was as follows. Wires fully annealed at 700°C for 1 hour were cold drawn through the "Dialloy" or "Tungalloy" dies applying a special solid lubricant at a considerably slow speed of drawing. The total amount of cold-reduction was given in Table I. Samples of about 20 cm length were taken from the cold-finished wires, all of them having the diameter of 2.6 mm and subjected to the successive heating at different temperatures for varying hours in the electric tube furnace of ordinary atmospheric condition. The material tested contained about 0.5% C, 0.5% Mn, 1% Cr and 0.2% V as the main elements. Therefore it may be suggested, that in the full annealing the quenching effect has accompanied as the result of air-cooling of annealed wire. In our cases, however, as is clearly illustrated in Fig 11., no such suggestion could hold true. Consequently, in explanation of the increase of hardness and strength due to the low-temperature annealing after cold-drawing of the steel wire no precipitation phenomenon could be introduced.

The mechanical testing of the wire was performed first by investigating the recovery of elasticity accurately. And so the tension tester was equipped with a Martens' mirror extensometer and from the stress-strain curves gained the elastic limit and yield point were determined at the residual strain of 0.03% and 0.2% respectively.

Besides, the "Vickers" hardness numbers were measured for all series of samples; and Young's modulus of elasticity and torsional value for some series.

The experimental results obtained and their explanation are presented in § 3 with 6 Tables and 10 Figures, from which some remarkable points may be abstracted as follows.

(1) As is shown in Fig 1, the general effect of cold-drawing is the increase of hardness and strength and the decrease of plasticity, while, the elastic limit, unexpectedly, deviates more from the yield point and breaking strength as the amount of cold-reduction increases.

(2) As for the samples with 19.6% and 47.8% cold-reduction, by annealing at 300°C the hardness and strength come to maxima, while, the breaking strength, yield point and the elastic limit nearly coincide together and the elongation drops to minimum.

(3) For the higher amount of cold-reduction, for instance 75.0% or more, various properties were affected in different ways. Their maxima were shifted towards the higher temperature side when annealed for 1 hour, but the annealing for longer durations brought the maxima towards the lower temperature side.

(4) Data on the relation between the amount of cold-reduction and the degree of increment of elastic limit, also the annealing temperature at which its maximum point occurred, as is given in Fig 8a., were of most significance so far as concerns our considerations.

(5) The aging effect at room temperature and the effect of annealing time at elevated temperature were almost the same as expected. The changes of elastic modulus and torsional value due to the low-temperature annealing were somewhat useful for knowing the recovery of cold-worked materials before the beginning of recrystallization.

* * * *

From the above mentioned investigation alone on the mechanism of the effect of low-temperature annealing the authors were neither able to conclude exactly, nor to express other considerations definitely. The present problem, however, involves so many aspects in the wide region of cold-working of metals and subsequent low-temperature annealing, on which the authors will later inform their investigations in order.

目 次

1. 研究の目的 2. 本研究の實驗方法 3. I.
本研究の實驗結果 II. 研究結果の考察 4. 結言

1. 研究の目的

冷間加工せる鋼線を比較的の低温度にて焼鈍すれば其の機械的性質は相當著しき變化を受け、彈性の回復、抗力の上昇等、鋼線の實際使用上に及ぼす幾多の利點があり、此等の事實は加工鋼線の室温放置に依る機械的性質の時效的變化の問題と共に從來も^{1)~7)}屢々見受けられる所である。

然し乍ら當問題に關する限り、その原因、機構を徹底的に究明した研究は見當らず、而も實驗的結果並にそれからの考察に就てのみ検討するも尙多數の相反せる事實が見出される。

本研究に於ては實驗試料を航空發動機排氣瓣用スプリング材料たる Cr・V 鋼線に選び、此の特殊鋼線の冷間加工（總て冷間牽伸に依る）後の性質に及ぼす低温焼鈍の影響を主として其の機械的性質に就て驗べ、其の變化の特性 (characteristics) を確立し、殊に冷間加工度との關係に於て問題を探究し、以て低温焼鈍の機構より延いては冷間加工の問題に迄立到らん事を目的とし、その緒に就て次第である。

2. 本研究の實驗方法

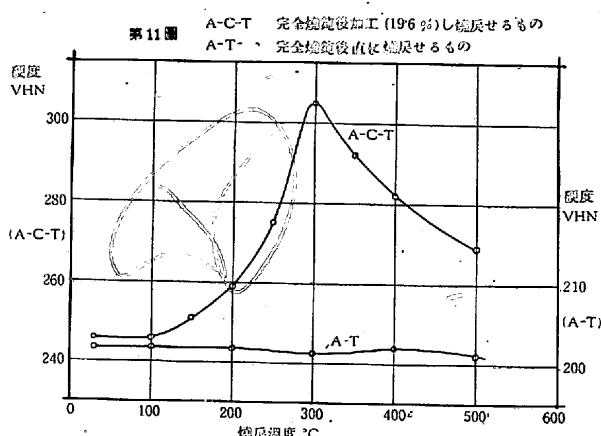
(i) 實驗試料作製 本研究に使用せる試料は總て Cr・V 鋼にして、大同電氣製鋼所にて熔製し鑄塊となし、熱間壓延に依り此を直徑約 9 mm の棒となし、更に焼鈍を行ひたるものと素材として受納す。その成分は凡そ次の如きものである。

C	Mn	Cr	V
0.5%	0.5%	1.0%	0.18%

冷間加工に依り所要の加工仕上線を得る前の完全焼鈍操作は線材を長さ約 80 cm の鐵製パイプ中に木炭末と共に裝入し、木炭末の適量並にその緻密度（裝入の）、加熱温度、加

熱時間等と相俟て線材の加熱に依る表面炭素量の變化を出来る丈け防止する如く注意す。燒鈍には鐵製パイプを電氣マツフル爐に入れて均熱し、加熱後の冷却は空中放冷とせり、空冷に伴ふ燒入效果は認められず。（第 11 圖）

燒鈍溫度 700°C 燃鈍時間 1 時間



冷間加工は總て單式 Drawing-bench に依る冷間牽伸に限り、使用せるダイスは總てダイアロイ（又はタンガロイ）ダイスにして、特定の潤滑剤を使用し、極めて徐々なる牽伸速度にて行ふ。

仕上加工鋼線は總て直徑 2.6 mm に揃へ、採用せる冷間加工度は第 1 表の如くである。

第 1 表

種類	1	2	3	4	5
冷間加工度 %	80.5	75.0	47.8	19.6	7.217

冷間加工後の低温焼鈍は試料を長さ約 20 cm に採取し、管狀電氣爐にて所要溫度、時間加熱し後空冷す。

(ii) 機械試験 冷間加工せる Cr・V 鋼線の低温焼鈍に依る機械的性質の變化の中、特に彈性の回復を詳細に検討する爲、引張試験を行ふに當り試験片には Martens' Extensometer を取付け試片の伸を精密に測定し、殘留伸-應力の曲線より殘留伸 0.03% に相當する點を彈性限、0.2% に相當する點を降伏點と定め大々圖解的に求める。又、彈性係數をも算出す。即ち此の引張試験より彈性限、降伏點、抗張力、伸及彈性係數を求め、又、別に Vickers 硬度計に依り硬度數を測定せり。

(iii) 摶回試験 鋼線の Torsional Property を簡単に試験する目的を以て摶回試験を行ふ。

試験機： 旋盤を使用し、試片の一端を固定し、他端を一定速度を以て廻轉せしめ、試片を摶回す。

摶回速度： 廻轉數 41 r.p.m.

試験片長： 直徑 × 100 (= 26 cm)

測定數： 摶回破斷迄に要する廻轉數

1) Adam, A. T.: "Wire Drawing and the Cold Working of Steel" 1925, p. 212.
2) Pfeil, L. B.: J. Iron & Steel Inst, 1928, p. 167~194.
3) Greaves, R. H.: Research Dept. Woolwich, Rep. 60, 1924, p. 31.
4) Rees, S. H.: J. Iron & Steel Inst, 1923, p. 273~283
" 1928, p. 195~210
5) Köster, W., H. von Köckritz u. E. H. Schulz: Arch. f. Eisenhüttenwes, 1932, S. 55~60.
6) Hudson, J. C.: Iron & Steel Inst, Spec. Rep. 8, 1935, p. 191~199.
7) Davenport, E. S. & E. C. Bain: Trans. Am. Soc. f. Met. 1935, p. 1047~1106.

3. I 本研究の實驗結果

第2表 a 焼鈍溫度の影響(1) (焼鈍時間 1hr)

燒鈍溫度 °C	加工度 19.6%					加工度 47.8%					加工度 75.0%				
	彈性限 kg/mm ²	降伏點 〃	抗張力 〃	伸 %	硬 度 VHN	彈性限 kg/mm ²	降伏點 〃	抗張力 〃	伸 %	硬 度 VHN	彈性限 kg/mm ²	降伏點 〃	抗張力 〃	伸 %	硬 度 VHN
as drawn	51.8	74.8	79.6	5.4	246	60.7	86.0	94.4	2.8	273	74.1	107.4	115.3	1.8	303
100	54.0	79.2	83.5	6.4	246	61.4	87.8	94.0	—	271	70.2	104.6	114.8	3.8	302
150	57.5	78.5	82.4	4.2	251	66.7	90.6	95.2	—	275	73.4	106.2	115.6	3.2	312
200	68.6	85.9	88.2	3.0	259	73.8	95.0	99.0	—	284	75.7	108.3	117.6	2.7	323
250	84.0	90.6	90.8	—	275	85.8	101.2	101.2	—	306	77.0	108.7	119.0	3.3	325
300	89.1	90.7	90.9	1.5	305	97.9	101.9	102.1	—	319	93.4	111.3	119.1	—	329
350	85.1	89.1	89.6	—	292	95.3	101.6	102.1	1.7	312	102.7	113.9	118.5	3.4	352
400	86.8	87.2	87.6	7.0	282	92.0	96.6	97.4	6.0	307	106.6	113.1	114.9	4.8	352
450	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	107.3	112.7	115.1	4.3	345
500	79.4	81.6	82.1	11.0	269	82.6	87.1	91.8	8.3	292	101.8	106.7	106.9	—	341
700	47.4	52.9	65.5	21.3	200	47.4	52.9	65.5	21.3	200	47.4	52.9	65.5	21.3	200

第2表 a 焼鈍溫度の影響(2) (焼鈍時間 2hrs)

燒鈍溫度 °C	加工度 19.6%					加工度 47.8%					加工度 75.0%				
	彈性限 kg/mm ²	降伏點 〃	抗張力 〃	伸 %	硬 度 VHN	彈性限 kg/mm ²	降伏點 〃	抗張力 〃	伸 %	硬 度 VHN	彈性限 kg/mm ²	降伏點 〃	抗張力 〃	伸 %	硬 度 VHN
100	53.6	77.7	81.5	4.0	253	60.2	88.5	94.2	4.6	275	70.8	106.2	119.3	—	321
200	69.7	84.5	84.9	2.0	262	70.4	95.0	99.9	3.0	298	74.8	108.3	119.6	2.7	333
300	90.5	91.2	91.4	—	291	100.4	103.3	103.6	—	319	94.6	114.0	119.8	3.7	354
350	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	109.2	116.6	118.6	3.3	354
400	84.5	86.5	87.1	7.0	267	90.0	96.5	96.8	6.3	315	106.8	113.1	114.5	5.6	360
500	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	105.5	106.0	106.6	—	339

第2表 b 焼鈍溫度の影響(焼鈍時間 1hr)

燒鈍溫度 °C	加工度 80.5%					加工度 72.7%				
	彈性限 kg/mm ²	降伏點 〃	抗張力 〃	伸 %	硬 度 VHN	彈性限 kg/mm ²	降伏點 〃	抗張力 〃	伸 %	硬 度 VHN
as drawn	70.2	110.8	121.5	2.5	323	45.1	63.7	72.1	11.1	229
100	75.8	111.2	122.2	—	322	45.3	63.7	71.7	—	231
200	74.9	113.5	124.7	—	338	60.8	74.1	77.7	—	238
250	—	—	—	—	—	75.6	—	80.7	—	248
300	105.2	122.0	129.0	—	363	69.9	—	79.3	—	254
350	108.7	124.3	126.2	—	371	69.8	—	76.3	—	245
400	115.6	122.8	124.6	—	371	70.0	—	76.1	—	251
450	106.3	116.8	118.7	—	364	—	—	—	—	—
500	105.5	—	107.5	—	334	—	—	70.8	—	232

第3表 焼鈍時間の影響(燒鈍溫度 300°C)

燒鈍時間	加工度 47.8%				加工度 75.0%				加工度 80.5%			
	彈性限 kg/mm ²	降伏點 〃	抗張力 〃	硬 度 VHN	彈性限 kg/mm ²	降伏點 〃	抗張力 〃	硬 度 VHN	彈性限 kg/mm ²	降伏點 〃	抗張力 〃	硬 度 VHN
as drawn	60.7	86.0	94.4	273	74.1	107.4	115.3	303	70.2	110.8	121.5	323
10min	91.2	100.6	102.4	311	—	—	—	—	—	—	—	—
30 "	96.8	103.0	103.6	313	—	—	—	—	—	—	—	—
1 hr	97.8	101.9	102.1	319	93.4	111.3	119.1	329	105.2	122.0	129.0	363
1.5 "	98.5	103.2	103.3	317	—	—	—	—	—	—	—	—
2 "	100.4	103.3	103.6	319	94.6	114.0	119.8	354	—	—	—	—
10 "	100.7	102.9	103.1	314	106.7	116.1	120.1	349	116.0	126.7	128.8	378
20 "	98.9	101.7	102.4	315	109.2	117.7	120.6	352	114.4	116.5	118.2	372

第4表 加工後、室温放置に依る機械的性質の変化

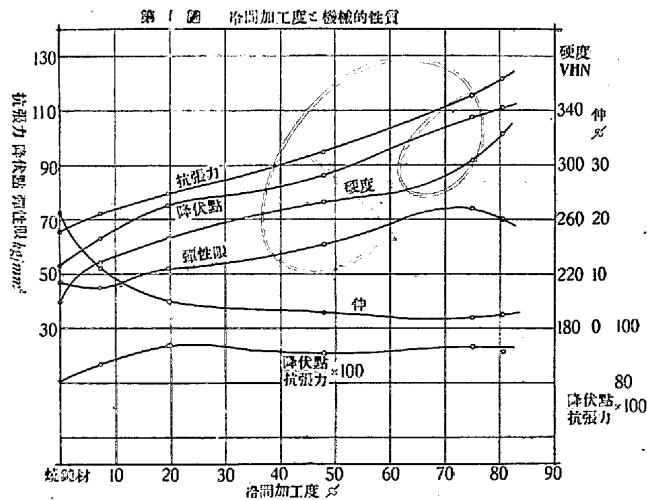
加工後、機械試験 までの経過時間	加工度 19.6%			
	弾性限 kg/mm^2	降伏點 %	抗張力 %	伸 %
25 min	50.8	76.3	80.6	4.5
2 hrs	52.5	77.4	81.5	4.3
6. "	53.0	77.3	81.6	3.8

第5表 弾性率及捻回数の変化

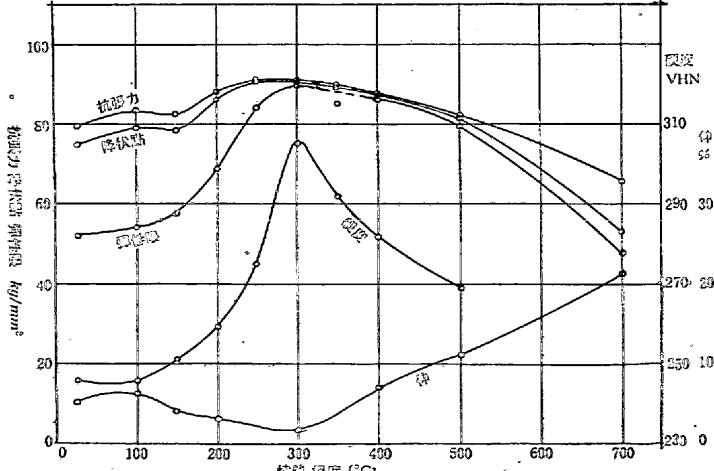
焼鈍温度°C (焼鈍時間 1 hr)	加工度 19.6%	加工度 47.8%
	弾性率 kg/mm^2	捻回数
as drawn	19,240	12.5
100	19,050	8.3
200	20,600	41.0
300	21,080	38.6
400	21,120	36.6
500	21,210	35.0
700	21,360	85.5

II 研究結果の考察

(i) 冷間加工度と機械的性質との関係 前掲の各表



第2図 a 加工度 19.6% (焼鈍時間 1 hr)



(2~5) より總括して Cr-V 鋼線の冷間加工に依る機械的性質の変化を示せば第6表、第1圖の如くになる。

第6表

機械的性質	冷間加工度				
	焼鈍材 (700°C × 1 hr)	2.7-2.6 (7.27) (%)	2.9-2.6 (19.6) (%)	3.2-2.6 (47.8) (%)	5.3-2.6 (75.0) (%)
抗張力 kg/mm^2	65.5	72.1	79.6	94.4	115.3
降伏點 "	52.9	62.7	74.8	86.0	107.4
弾性限 "	47.4	45.1	51.8	60.7	74.1
伸 %	21.3	11.1	5.0	2.8	1.8
硬 度 VHN	200	229	246	273	303
捻 回 数	87	—	50	54.5	12.5
弾性限 × 100	72.4	62.5	65.1	64.3	64.3
抗張力 × 100	89.6	72.0	69.3	70.6	68.9
弾性限 × 100	80.8	87.0	94.0	91.1	93.2
降伏點 × 100	80.8	87.0	94.0	91.1	91.2
抗張力 × 100	80.8	87.0	94.0	91.1	91.2

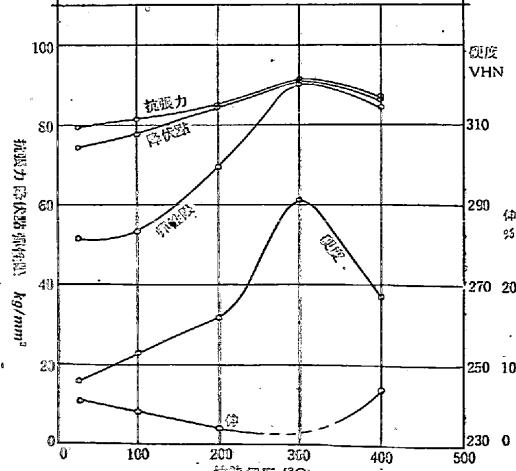
即ち冷間加工度の増加に伴ふ抗張力、降伏點、弾性限及び硬度の上昇並に伸びの減少は通常の冷間加工度と機械的性質との関係を保ちつゝ變化するが、加工度 80.5% に於ては稍々不規則性を示し、此は或は該鋼線の此程度の加工は既に overdrawing の域に入り材質に缺陷を生じたる爲とも推考せられる。

加工度增加に伴ふ捻回数の変化は二段に行はれる如く認められる。弾性限/抗張力及び弾性限/降伏點の値は加工を進めると共に減少す。即ち弾性限は抗張力及降伏點との差が次第に著しくなる事を示す。此に反し降伏點/抗張力の値は加工度と共に増加して略々一定値に達する。

(ii) 低温焼鈍に伴う機械的性質の変化の characteristics 低温焼鈍に依る機械的性質の変化を各加工度に就て見るに。

(a) 2.9-2.6 (加工度 19.6%) 抗張力、降伏點、弾性

第2図 b 加工度 19.6% (焼鈍時間 2 hrs)



50X21-105

限及硬度は 300°C にて最大値に達する。同時に伸は最小となる。此の點は從來の Greaves³⁾, Rees⁴⁾ 等の結果では認められぬ所で伸は焼鈍温度の高まると共に増加するとされてゐる。而して抗張力、降伏點、彈性限は 300°C では極めて近接するから同時に此處にて伸が最小となる事は當然である。(第2圖 a, b)

此の加工度の場合の彈性率の變化は(第7圖) $100\sim200^{\circ}\text{C}$ にて急激に回復が始まり 300°C 以後は徐々に増加して完全焼鈍材の値に近付く。

(b) $3\cdot6\rightarrow2\cdot6$ (加工度 47.8%): 抗張力、降伏點、彈性限及硬度は 300°C にて最大値を示す。又、伸は同時に最小値をとる。(第3圖 a, b)

此の加工度の場合の捻回數の變化は(第7圖) $100\sim200^{\circ}\text{C}$ にて第一段の急激なる回復が起り、以後 500°C 迄は僅か減少する位で殆んど變化はないが $500\sim700^{\circ}$ にて更に急激なる捻回數の増加が認められる。

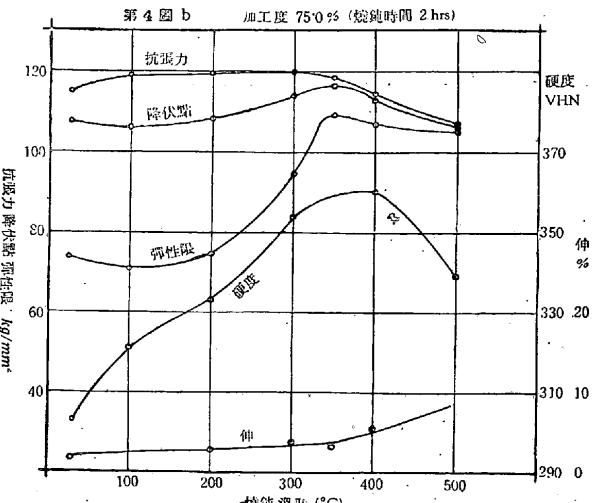
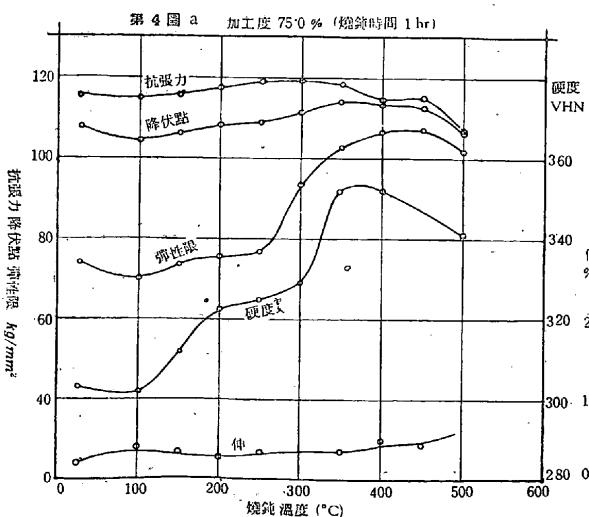
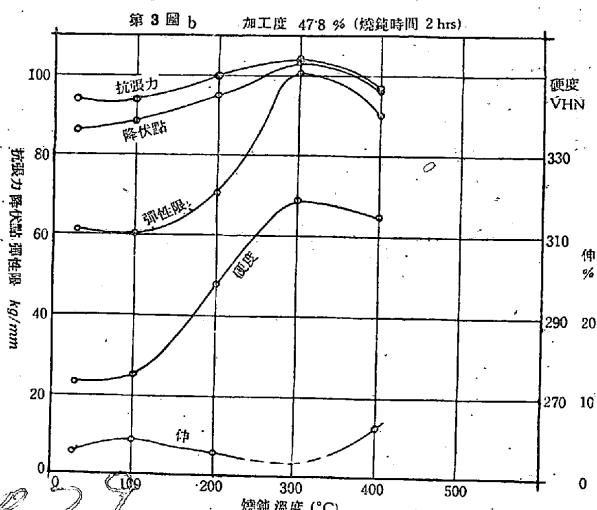
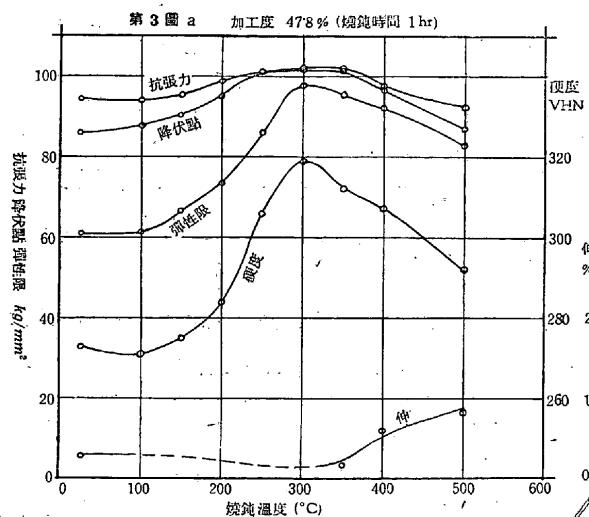
(c) $5\cdot2\rightarrow2\cdot6$ (加工度 75%): 烧鈍時間 1 時間の場合

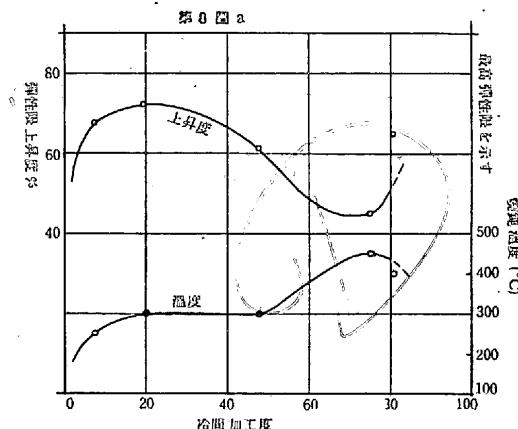
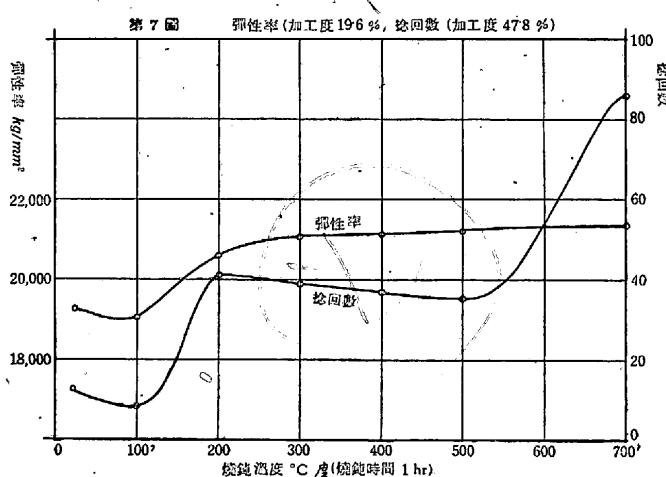
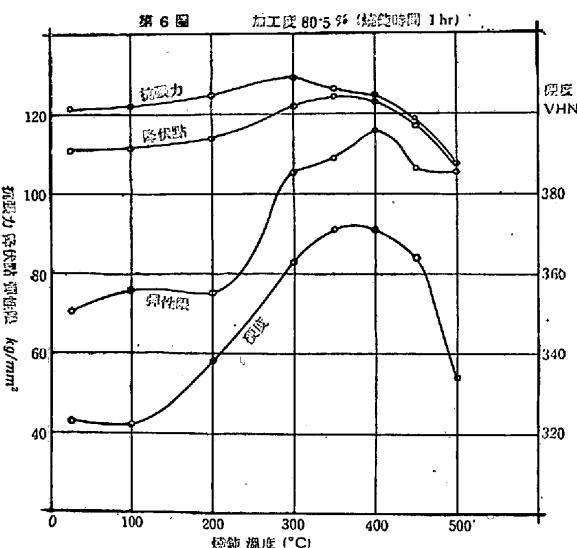
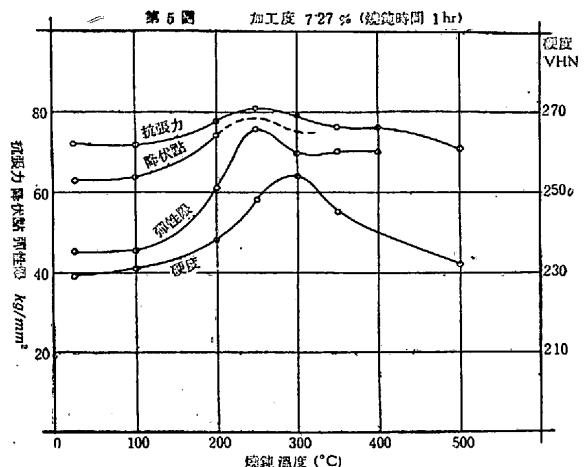
には抗張力は 300°C 降伏點は 350°C 彈性限は 420°C にて夫々最大値を示すが、焼鈍時間が 2 時間となれば彈性限の最大となる可き温度が 350°C となり、温度の低い方にすれて来る。而して到達すべき最大値そのものには變化がなく、時間を更にかけたる場合には當然更に低温度の方に遷移すべきで、實驗の結果では 10 時間で約 310°C , 20 時間以上で約 300°C となる事が認められた。(第4圖 a, b)

硬度は焼鈍時間 1 時間及 2 時間では $350\sim400^{\circ}\text{C}$ にて最大に達する。焼鈍時間 1 時間及 2 時間の場合では抗張力、降伏點、彈性限等が餘り近接する事がないから伸の變化には明確な最小値は認められぬ。

(d) $2\cdot7\rightarrow2\cdot6$ (加工度 7.27%): 抗張力、降伏點及彈性限は 250°C にて最大となる。而して硬度は 300°C にて最高値に達する。(第5圖)

(e) $5\cdot9\rightarrow2\cdot6$ (加工度 80.5%): 烧鈍時間 1 時間では抗張力は 300°C , 降伏點は 350°C , 彈性限は 400°C にて





夫々最大となり互にずれてゐる。又、硬度は 350~400°C で最高となる。而して此の加工度のものは 10 時間焼鈍すれば何れも 300°C にて達し得べき最大値を示し 20 時間では既に降下し始める事が認められた。(第 6 圖)

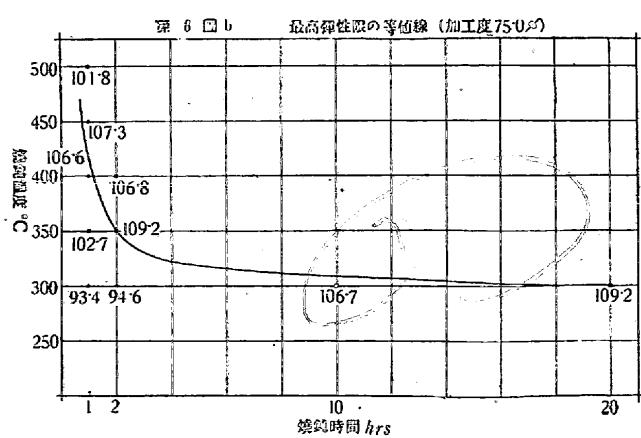
(iii) 低温焼鈍に依る弾性限の上昇度並に最高値を得る焼鈍温度 低温焼鈍に依り弾性限が上昇する割合、並にその最高値を得る焼鈍温度は(第 8 圖 a) 冷間加工度及焼鈍時間に依て異なるが、第 7 表に示す如く弾性限上昇度は加

は次第に上昇度が減じて来る(加工度 80.5% に相当する data は overdrawing に基づくものと思はれる)。又、最高弾性限を示す焼鈍温度は焼鈍時間 1 時間の場合では加工度の大なる程高温度を必要とし、即ち加工度 7.27% の場合の 250°C から加工度 75% の 420°C まで徐々に温度は高くなつてゐる。而して焼鈍時間を更に増せば高加工度のものでも(第 8 圖 b) 次第に低温度の方へ最高値が

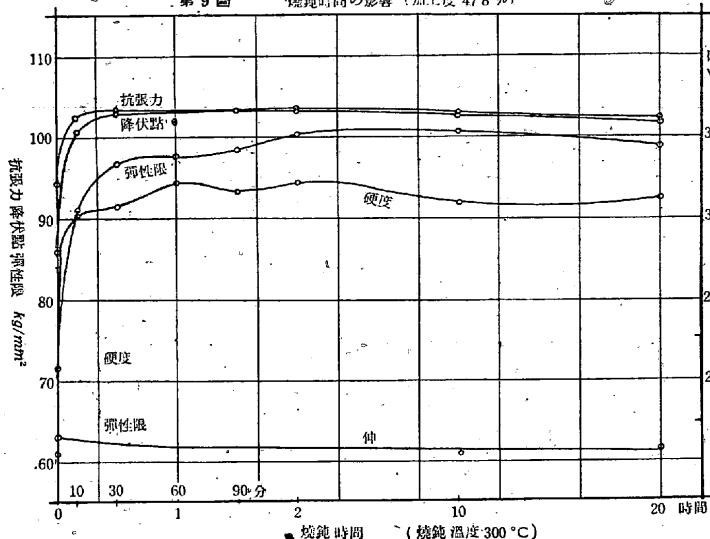
第 7 表

冷間 加工度%	弾性限上 昇度%	最高弾性限を示す焼鈍温度 °C			
		焼温時間 1hr	2hr	10hr	20hr
7.27	67.6	250	—	—	—
19.6	72.0	300	300	—	—
47.8	61.3	300	300	300	<300
75.0	44.8	420	350	310	300
80.5	64.7	400	—	300	<300

工度 19.6% のものが最大であり、それ以上の加工度で



第9図 焼鈍時間の影響 (加工度 47.8%)



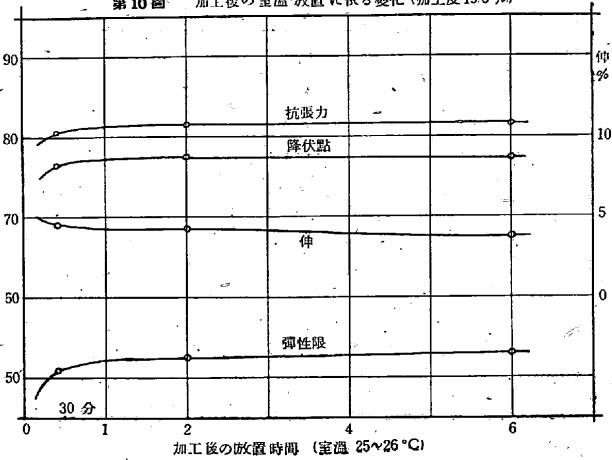
遷移して来るが $Cr\cdot V$ 鋼線では $300^{\circ}C$ 以下にはならぬものと思はれる。

(iv) 焼鈍時間の影響 第3表、第9圖より示される如く；加工度 47.8% の試料を $300^{\circ}C$ にて種々なる時間低溫焼鈍すれば抗張力、降伏點は加熱時間 30 分にして既に最高値に達し、2 時間迄は變化なく 10 時間以上になれば僅かに降下し始める。彈性限は 2~10 時間の間で最高となり、20 時間では既に降下する。硬度は 1~2 時間で最大値に留てゐるが、それ以上では減少し始める。此等の結果から見るに、此の加工度のもので直徑 $2.6mm$ 程度の材料ならば $300^{\circ}C$ に於ける焼鈍時間としては 2 時間が最も適してゐるものと考へられる。(直徑が異れば以上の關係もそれに應じて變化するものと思はれる)。

(v) 加工後室温放置に依る機械的性質の變化 第4表、第10圖より認められる如く加工度 19.6% の場合、加工後 6 時間迄の變化は室温 $25\sim 26^{\circ}C$ では放置時間2時間以後に於ける變化は極く僅かである。何れにしても室温

$$56 \times 23 = 1232$$

第10図 加工後の室温 放置に依る變化 (加工度 19.6%)



にて抗張力、降伏點は約 $1kg/mm^2$ 弾性限は約 $2.2kg/mm^2$ の上昇及伸の減少が認められる。

4. 結 言

以上、冷間加工後の特殊鋼線に及ぼす低温焼鈍の影響に就て若干述べたのであるが、一般に炭素鋼、特殊鋼等の冷間加工材の低温焼鈍には必ず、機械的性質の向上を伴ふ^{1)~7)} 又 α -真鍮⁸⁾、高純度の Al ⁹⁾ 等の單一相の金屬や合金にも冷間加工後の低温焼鈍に依り僅かながらも機械的性質の上昇が見られる。然らば此の現象は單に冷間加工とその後の低温焼鈍のみの問題として考へ得る一般的なものであるか？が想像されるのであるが、此の問題を解決するには尙幾多の研究資料を要する譯で、目下此の方面に關し研究繼續中であり、逐次之を報告する豫定である。

^{1)~7)} 前出

⁸⁾ F. Körber u. P. J. H. Wieland; Mitt. Kais.-Wilh.-Inst. Eisenforschg. Bd. 3, (1921) S. 57~87

⁹⁾ 堀、住友金屬工業研究報告、2(1936), p. 797