超高温硬さ計の試作と純鉄およびタンタルの 高温硬さについて*

依 田 連 平** 佐 藤 有 一**
真 下 美佐男*** 山 内 勘***

Renpei Yoda, Yuichi Sato, Misao Mashimo and Sadamu Yamanouchi: A Study of Hot Hardness of Pure Iron and Pure Tantalum by a Newly Developed Ultra High Temperature Hardness Tester. An ultra high temperature hardness tester which is capable of reading the hot hardness value up to 1700°C was devised recently. The hardness tester has an extra ordinary construction to protect the influence of high light scattering from the ultra highly heated specimen, and the impression image is obtained by reflected electrons from a scanning type electron microscope. The specimen surface image, therefore, is clearly visible over the whole temperature range. The specimen temperature is elevated by electron bombardment up to 2000°C and the temperature is calibrated by observing surface images of various pure metals in the melting and solidifying states. For example, 3.8 mmg of pure platinum (melting pt. 1770°C) image is clearly observed during the melting procedure. An indenter is located inside of a heating furnace, so the both specimen and indenter tip are heated to the desired temperature. The indenter tip temperature, therefore, is elevated sufficiently before applying a dead weight to a specimen. In a general relation between the hot hardness value and temperature for pure iron and pure tantalum, the inflection points are at lower temperatures rather than those in the previous data. Most of the hot hardness values for pure iron are also slightly lowered in high temperature range over the inflection point. The creep effect on the hot hardness is obviously recognized at the temperatures over the inflection point, but this effect may not extend over the temperatures below 500°C for pure iron. And a higher hot hardness value is always observed under a lower test load except over 800°C. On the other hand, the all-sapphire indenter gives a higher value of hot hardness than the sapphire tipped indenter. This result may also be considered the difference of thermal conductivity from the all-sapphire and sapphire tipped indenters. Hot

** 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, Tokyo)

*** 株式会社明石製作所品川工場 (Akashi Seisakusho, Ltd., Shinagawa Factory, Tokyo)

* 1968年4月本会東京大会に発表

hardness measurements have long been done with the diamond tipped indenter which gives a much higher value of hardness. Diamond has a higher thermal conductivity than sapphire and is apt to react with various metallic specimens at higher temperature. Moreover, the use of the higher test load is not suitable for an accurate measurement of hot hardness because of the possibility of thermal drift between a specimen and the indenter tip and the promotion of the creep effect. Therefore, it seems more desirable to conduct the hot hardness measurement under a constant test load as low as 50 g either with the all-sapphire indenter.

(Received January 27, 1970)

I. 緒 言

宇宙開発用の高融点金属の高温特性を知るために最近アメリカでは超高温硬さ計が試作されている。しかしそのタイプは高温下で得たクボミを室温で測定するもので、高温下で直接測定するものが望ましいのであるが、最高温度1700°Cまでの超高温下で直接測定できる装置はこれまでにない。最高温度が1700°Cに制限されるのは荷重装置のサファイア製圧子の耐熱度によるもので、従来広く用いられていたダイヤモンド圧子では、このような超高温下では使用できない。

そこで筆者らは室温から 1700℃ までの硬さを各温度下で直接測定できる全く新しいタイプの超高温硬さ計の開発に成功し、これを用いて融点近くまでの純鉄と、1700℃ までの Ta の高温硬さを測定して、それらの高温特性を検討した。従来の高温硬さ計に用いられている光学的測定法では 1000℃ 以上の高温になると試料自体の発光によって像の明瞭度が失なわれ、また高真空中では勿論のこと、例えば Ar などの不活性ガス雰囲気中에서도白熱試料から生じるガスのためにレンズ面が汚染して曇ってしまう。しかも倍率の関係から対物レンズの作動距離を大きくとれないので加熱炉の表面近くに試料を置かざるを得ず、圧子の予熱も十分に行なえないので正しい硬さを測定することが困難である。しかしこの新しい硬さ計ではこれらの問題点が全て解消され、室温でも 1800℃ の超高温下でも像の明瞭度が殆んど変わらず、超高温下までの硬さ変化を正確に測定できる。そこでまず装置の概要から述べよう。

II. 装置の概要

試作した超高温硬さ計の特長は圧痕の計測を試料自体の発光に左右されない走査型反射電子線像によっていることと試料が電子ビームで加熱されることにある。この方式では作動距離を大きくとれるので、試料を加熱炉の中心に置き、圧子軸を炉中深くまで挿入して試料と共に加熱で

きる。Fig. 1 にその構成図を示す。圧子は全サファイア製のもの、Ta 製軸にサファイアを嵌め込んだもの（以下部分サファイアと呼ぶ）の 2 種類を用い、試料面上 1 mm の位置に常に保持され、試験荷重は直接荷重方式で 50 g から 2 kg まで 7 種類を外部からダイヤルで変えられる。その際の負荷速度は $10 \mu/\text{sec}$ から $100 \mu/\text{sec}$ の間で自由に選べる。試料室内は 10^{-5} mm Torr の真空度に絶えず保持され、 $10 \text{ mm } \phi \times 5 \text{ mm}$ の試料を Ta 製の試料ホルダーに入れ、その底部を 5 kV で加速された電子流で一様に、かつ 2000°C まで容易に加熱するためにピアス型電子銃⁽¹⁾を用いた。温度検出は試料ホルダーの横に 1200°C までは Pt-Pt-Rh、それ以上の高温側では W-W-Re の熱電対を取付け、温度安定性向上のために検出起電力を加熱電源にフィードバックする方法で、 1000°C までは $\pm 0.5\%$ 以内、 1500°C 付近でも $\pm 1\%$ 以内の精度で温度保持ができるようにした。試料はモーターにより X, Y 方向で 10 mm, Z 方向で 1 mm 微動でき、また真空室外から試料台の移動を半自動的に行なって試料が荷重位置から蛍光板による電子線観察位置、プローブ電流測定位置、標準尺の走査像観察位置、試料面の走査像観察位置へと次々にもちきたされるよ

Fig.1 Schematic sketch of ultra high temperature hardness tester

(1) J.R.Pierce : J.Appl.Phys., 11(1940), 548.

うにした。白熱試料表面の組織観察と圧痕測定のために、W 製フィラメントをもつ電子銃で 50 kV に加速した電子を試料上に走査して反射電子像をブラウン管上に描かせた。電子レンズは磁界型 2 段で、走査コイルが第 1 レンズと第 2 レンズの間位置して X 方向が 6.25 C/S, Y 方向が 2.5 kc/S であり、ブラウン管上の走査と同期させてある。そして反射電子取出し機構としてフォトマルチプライアを内蔵したデテクターを 90° の角度で 2 方向に設備し、これに反射電子を試料面より 30° の角度で取出すためのデフレクター、白熱試料からの光を完全に遮ぎり反射電子のみを通過させるための 1000 Å 以下の金属薄膜フィルターなどを装着させた。ブラウン管上での走査電子線は 100 倍から 2000 倍まで 5 段にステップ可変の倍率でみられ、1 μ の解像度をもち、圧痕の対角線の長さを正確に測定できる。そのための標準尺は試料面と同一面上にブラウン管上で得られ、10 μ が最小目盛であるが、さらに細かい測定には電気的な信号で輝線をブラウン管上に作り出して 1 μ までの読取りができるようにした。Table 1 に主な性能を示しておく。

ただし 2996°C の高融点の Ta 試料に対して 1000°C 以下の融点の純金属は溶融しても Ta の合金化による汚染の恐れは殆んどないが、Ni, Co, Fe, Pt のように 1400°C 以上の融点の純金属では一度溶融すると Ta によって汚染されるので再使用できない。例えば Pt の溶融凝固をくり返していると Ta 試料と接触している周辺から合金化により次第に溶融温度が上昇し、ついには設定温度で全く溶融しなくなる状況が観察でき、溶融した Pt を一定温度に保持しておけば Ta との拡散過程をブラウン管上で求めることもできる。なおこの温度補正に使用する純金属の量は 0.1 mg 以下で十分なので、Ta との合金化の問題に注意さえすれば、電子ビームの出力を高めることにより、どんな高価で高融点の金属や合金でも経済的な負担なくその溶融温度を正確に知ることができる。

IV. 圧 痕 の 測 定

圧痕の測定は Photo. 2 に示したように X, Y 方向に分離

Table 1 Specification of ultra high temperature hardness tester

Test load	50, 100, 200, 300, 500, 1000 and 2000 g
Loading system	Direct loading system
Indenter	All sapphire and sapphire-tipped indenter
Loading speed	10~100 μ/sec continuous variable
Specimen size	10 mm dia., 5 mm thickness
Temperature	Up to 2000°C for observation, up to 1700°C for hot hardness test
Heating system	Direct heating system by electron bombardment, 5 kV
Accuracy	Within ±0.5% up to 1000°C and ±1% above 1000°C
Image observation	Scanning electron microscope, 50 kV
Magnification	From 100× to 2000× on cathod ray tube
Image resolution	Better than 0.001 mm
Image recording	35 mm roll film camera or polaroid camera can be attachable on cathod ray tube

III. 試料表面の温度補正

試料表面と熱電対取付け部分との温度差を補正して試料表面を真の温度に保持するために、試料と同一寸法で中央に小さい凹をもった温度補正用 Ta 製試料を用い、この凹中に Sn, Al, Ag, Au, Ni, Co, Pt などの純金属を試料面まで入れ、加熱によってこの微量な純金属の溶融凝固状態の反射電子像をブラウン管上で観測して試料表面の高精度の温度補正に成功した。Photo. 1 はこれを Au と Pt で行なったもので、融点 1063°C の Au は 1063°C で、融点 1770°C の Pt は 1735°C の設定ダイヤルの読みで溶融している。

した別々の輝線を電気的信号としてブラウン管上に作り出す方法で行なった。この際試料からの反射電子は 90° ずれた 2 方向から個々に取出し、シンチレーターに入れたものをフォトマルチプライアで信号増巾してブラウン管上に映像として描かせ、圧痕の対角線の測定を容易にした。また必要に応じて X+Y においても測定した。さらに正確に圧痕の対角距離を測るために X, Y 各方向にもう 1 本ずつの輝線を作り、その輝線の可動距離を標準尺の任意の最小巾にセットすることによって 1/100 まで電氣的に分割して読みとることができるパーニアを設け、圧痕の対角長さを 1 μ まで容易に精度よく測定することを可能にした。

Photo.1 Scanning electron micrographs obtained from melting and solidifying states of pure metals (Au, Pt) which used for thermo-couple calibration. Temperature indicates reading value of temperature control dial

Y-direction

X-direction

X+Y

Photo.2 Impression image can be measured on the cathode ray tube by signal line

V. 試料および実験方法

試料は Table 2 に示したように炭素濃度の異なる 3 種類の純鉄と市販 Ta を用い、純鉄中 Fe-1 と Fe-2 は市販材、Fe-3 は電解鉄を真空高周波炉で溶解して脱酸処理したものである。純鉄試料は熱間鍛造後 10 mm ϕ $\times$ 5 mm の規定試験片寸法に機械加工し、950°C $\times$ 1 hr の真空焼鈍を

行なって測定面をパフ研磨してから、さらに 850°C $\times$ 1 hr 真空焼鈍後微小硬さ計で室温硬さのバラツキが 10% 以内にある試料のみを実験用とした。また室温での組織を顕鏡して混粒のものは除外し、結晶粒度番号として Fe-1 は No.3, Fe-2 と Fe-3 は No.6 のものを用いた。市販 Ta は 1500°C $\times$ 1 hr の真空焼鈍をして用いたが、その結晶粒度番号は約 No.3 であった。

圧子は部分サファイアと全サファイアのものについて、純鉄試料では室温から 1500°C まで、Ta 試料は 1700°C までの高温硬さを測定したが、その各測定温度までの昇温時間は 5~10 min、荷重は 50, 100, 200 g の 3 種類、負荷速度は 50 μ /sec 一定、負荷保持時間は 15, 30 sec, 1, 10, 30 min の 5 種類、圧子の予熱は測定温度 1000°C までは 2 min、それ以上の高温側では 1 min 一定とした。圧痕相互の中心間距離は歪の影響がないように圧痕の対角線長さの 2 倍半が必要とされ⁽²⁾、JIS では既存の圧痕の中心から 4 倍の距離を規定している、これらを考慮して 1

個の試料面で 40~60 個までの圧痕を得た。一定温度での硬さ測定は最初 1 回負荷保持時間 30 sec の圧痕を得ることで試料と圧子の温度を同一にしておき、以後直ちに 2 回連続して得た圧痕から平均値で求めた。圧痕の走査電子像は 250 倍から 1000 倍で観測した。

(2) F.Garofalo et al : Trans. ASM, 45(1953), 377.

Table 2 Chemical composition of specimen(wt%)

Specimen	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cu	N	O	H	Fe	Ta
Fe-1	0.04	0.002	N.D	0.001	0.006	0.002	0.001	0.0003	—	—	Bal.	—
Fe-2	0.024	0.007	N.D	—	0.010	0.008	0.005	0.0035	—	—	Bal.	—
Fe-3	0.004	<0.001	N.D	0.001	0.004	0.004	<0.001	0.0018	—	—	Bal.	—
Ta	0.004	—	—	—	—	—	—	0.005	0.08	0.0007	—	Bal.

VI. 実験結果

1. 純鉄の高温硬さ

Fig.2は荷重 50 g, 荷重保持時間 60 sec での Fe-2 と Fe-3 試料の室温から 1500°C までの高温硬さ曲線で、比較のために Chubb⁽³⁾がアームコ鉄で 1000°C まで求めた結果を併記しておく。いずれの曲線も 300~400°C から硬さが急減し、 A_3 変態点付近で急増するが γ 相領域になると温度上昇と共に再び急減して行く。Fe-2 試料の場合、1390°C では A_4 変態点のために硬さが 0.30 まで急激に低下し、以後 1450°C で 0.13, 1500°C で 0.074 の値となる。低温側の硬さの急減を示す屈曲点 (inflection) は Fe-2, Fe-3 共 Chubb の値よりも低温度である。また炭素含量の多い Fe-2 の方が Fe-3 よりも低温側では硬さは高いが、屈曲点を境にして高温側では僅かではあるが、逆転している。また A_3 変態点にもとずく硬さのピークに炭素含量が多い Fe-2 の方が Fe-3 よりも少しく低温側にみられ、本硬さ計のすぐれた精度を示している。

Fig.2 Comparison between hot hardness from different carbon contained pure iron and temperature. All Sapphire indenter was used for Fe-2 and Fe-3, and Armco iron was measured with Diamond indenter by W.Chubb⁽³⁾

Fe-1 と Fe-3 試料を部分サファイア圧子を用いて各種温度で荷重を変えた場合の負荷保持時間による硬さ変化を Fig.3~4 に示す。屈曲点以下の温度である 100°C と 300°C では保持時間による硬さクリープの変化も僅かであるが、屈曲点以上の温度になるとこの変化は顕著にみられ、900°C ~1000°C では 30 min 後の硬さは 15 sec の初期硬さの 1/2 ~1/3 まで低下する。この傾向に対して炭素濃度の差はあまり影響しないが、両図における同じ 800°C の硬さ変化を比較すると高純度鉄の方が市販純鉄より常に高温硬さは高い。また興味ある現象は 100°C から 600°C までの低温側では常に低荷重の方が高荷重より硬さが高いのに対して、800°C 以上の高温側ではこれが逆転していることである。そこで部分サファイア圧子と全サファイア圧子を用いて 50 g の低荷重と 200 g の高荷重下における 800°C と 1000°C の硬さクリープの変化を高純度鉄について求めた結果

Fig.3 Relation between hot hardness of commercial pure iron (Fe-1 : 0.04% C) and loading time by using partial Sapphire indenter

Fig.4 Relation between hot hardness of high pure iron (Fe-3 : 0.004% C) and loading time by using partial Sapphire indenter

(3) W.Chubb : J.Metals, 1(1955), 189.

を Fig. 5 に示す. 部分サファイア圧子では 50 g のような低荷重を用いると 800°C では 200 g の高荷重よりも高温硬さが高くなる傾向を示すが, 1000°C では前述の場合と同じく逆転してくる. このような現象は全サファイア圧子でも同様であるが, その高温硬さは部分サファイア圧子のものよりも常に低い.

Fig. 5 Relation between hot hardness of high pure iron (Fe-3: 0.004% C) and loading time by using partial Sapphire (P) and all Sapphire (A) indenters

2. Ta の高温硬さ

荷重 50 g で負荷保持時間 30 sec と 120 sec の場合の部分サファイア圧子による Ta の高温硬さを Fig. 6 に, その圧痕の反射電子像を Photo. 3 に示す. なお図中に Lozinskii⁽⁴⁾の結果を併記しておく. 保持時間の長い方が硬さクリーブ

のために高温硬さは低くなるが, その値は Lozinskii の結果よりも高く, また屈曲点は Lozinskii の 600°C に対して 500°C であって約 100°C 低温側で生じている.

Fig. 6 Relation between hot hardness of pure tantalum up to 1700°C and temperature by using Sapphire-tipped indenter

VII. 考 察

本装置の開発実用化には幾つかの問題があったが, 特に重要な点は, (1) 試料加熱を電子照射で行なうための最小適当な加熱炉の設計, (2) 加熱による試料からの発光と反射電子線とをより分けるための 1000 Å 以下の薄膜フィルターの取付けおよび適当なデフレクター形状の選定, (3) 圧痕測定のための XY 方向計 6 本の輝線を作りだし, これを可動させる方法などで, これらを解決することにより試作に成功した. そして温度制御のためのフィードバック方

式の採用と純金属の溶融点を直接観察して求める温度補正方法とによって, 試料表面を真の温度に正確に長時間維持することを可能にした.

負荷速度が高温硬さにおよぼす影響は室温での結果⁽⁵⁾以外は求められていないが, 本研究で用いた 50 μ /sec は安定した領域にあって, 負荷速度のバラツキが硬さ値に与える影響が非常に少ない. また試料面と圧子先端部との距離は試料上下装置をモーター駆動で上下 1.4 mm/min の速度で調整して試料表面を標準尺と同一焦点面に合わせれば, 常に一定の 1 mm を保つようになっているので, 試料の厚さの変動を心配する必要はない. 高温硬さに大きな影響をもつ圧子の子熱については一定温度での予熱時間の影響を求めた結果 1000°C 以下では 2 分間, 1000°C 以上では 1 分間保持すれば硬さに殆んど差を生じないことを認めたが, これは圧子が常に試料に接近して一定距離を

Photo. 3 Reflection electron images from indentation of pure tantalum up to 1700°C. Impression was made under 50 g load 120 sec loading time by using Sapphire-tipped indenter

(4) M.G. Lozinskii: *High Temperature Metallography*, Pergamon Press, London, (1961), p. 352.

(5) 山城, 真下, 石橋: 材料試験, 8-68(1959).

保持し、加熱炉が 5 重のタンタル薄板で温度遮蔽されているためである。

純鉄の高温硬さは前述の Chubb⁽³⁾ のほかに Lashko⁽⁶⁾ や Bens⁽⁷⁾, Ham⁽⁸⁾, Schenck⁽⁹⁾, 吉沢⁽¹⁰⁾ によりダイヤモンド製ビッカース圧子を使って 1000°C 付近までの値が求められているが、それ以上の高温側は測定されておらず、いずれも高温で得た圧痕を室温で測定したものである。それらのうち主なものについて Fig. 7 に示しておく。

Fig. 7 Comparison between hot hardness of various pure irons and temperature

ところで Fig. 7 と Fig. 2 とを比較してみると文献で示されている硬さ曲線は本実験結果よりもいずれも屈曲点が高温側にあり、屈曲点以上の高温領域では硬さ値が高くなっている。また 200°~500°C で硬さの増減を示すものが多い。この硬さの異常性は C や N などの不純物に帰因する歪時効硬化によるもので⁽⁹⁾、青熱硬さ現象 (blue-hardness phenomenon) とも呼ばれており、高純度鉄では出現しないことが筆者らの結果から知られる。高温硬さの急減を示す屈曲点は多くの純金属について求められており^{(11)~(14)}、例えば純銅の高温硬さ H は次式で示される⁽¹²⁾。

$$H = A_0 - BT$$

$$\log H = \log A - BT = \log A - KT/(T_m)^n$$

ここで T は試験温度 (°K), A は絶対零度における本質的な硬さ, B は熱軟化係数で, A と B の係数は低温側と屈曲点以上の高温側とで異なった 1 組の値をもつ。また K , n は常数で, T_m は絶対温度で示した融点である。この関係式は他の多くの純金属の高温硬さの温度依存性にも適用でき、また屈曲点は T_m の 40~60% で生じるものが多いが、その温度は純金属の再結晶軟化温度 (40~50% T_m) に近い。ただし再結晶温度は金属の純度で大きく変わるため、この点を考慮する必要がある。

(6) N.F. Lashko, V.G. Petrenko and G. Ya. Slobodyanyuk: *Metallurgy*, **5** (1935).

(7) F.P. Bens: *Trans. ASME*, **38** (1947), 505.

(8) J.L. Ham: *Trans. ASME*, **73** (1951), 221.

(9) H. Schenck et al: *Arch. Eisenhütt.*, **10** (1958), 653.

(10) 吉沢: 硬さと強さの研究, **1** (1968), 32.

(11) D. Tabor: *The Hardness of Metals*, Oxford, (1951).

(12) J.H. Westbrook: *Trans. ASM*, **45** (1953), 221.

(13) C.J. Smithells: *Metals Reference Book*, (1955).

(14) O. P. Hartree: *Priv. Communication*, A.E.I. Research Lab., Aldermaston, (1960).

純金属の高温硬さは屈曲点までは荷重保持時間を変えても殆んど変化しないが、それ以上の高温側では保持時間と共に硬さが低下し、明らかに硬さクリープ現象がみられる。ところで各種純金属の $1/2 T_m$ におけるビッカース硬さの平方根とそのクリープの活性化エネルギー (ΔH) との間には直線関係があり⁽¹⁵⁾、屈曲点の温度が自己拡散の支配因子であることが知られている。また熱軟化係数 B が大きいほど ΔH は小さく、 $1/B$ と ΔH との間にみられる直線関係は種々の結晶系ごとに異なることが示されている⁽¹⁵⁾。このように高温硬さの測定によって屈曲点の位置を知れば、容易にその金属の耐クリープ性の温度限界が求められ、また Fe の A_3 変態点における硬さの急増は bcc よりも fcc の方が耐クリープ性に好ましいことを示している。例えば Figs. 3~5 の硬さクリープ曲線は 800°~900°C の α -Fe よりも 1000°C の γ -Fe の方が高く、しかもその平均的な傾斜が高温側の γ -Fe の方が緩やかである。

文献で得られている純鉄の屈曲点の温度はいずれも約 400°C であるから 0.38 T_m に当るが、本実験結果では 0.33 T_m と低くなり、屈曲点以上の高温側での硬さも低い。これにはもちろん純度の問題もあるが Schenck⁽⁹⁾ や Chubb⁽³⁾ のように本試料に劣らず高純度で 200°~500°C で異常硬さ変化を示さないものもある。熱収縮による圧痕寸法の補正は無視できるとされているし、同一荷重では高温ほど圧痕は大きくなるから、これを高温下で直接測定しても、室温で測定しても、その大きさの相違は測定誤差範囲に入れられる。ところでこれまでの文献で得られている高温硬さは測定装置や測定方法が多様で一定の測定条件としては比較できない。屈曲点以上の高温側では硬さクリープ現象があるから短時間硬さと長時間硬さに分けて示すことが必要であり、また例えビッカース硬さでも荷重を変えると高温下では硬さクリープの挙動が異なるので常温から高温まで一定の荷重を規定しなければならない。Schenck⁽⁹⁾ の結果は 35.5 g の荷重を用いて 30 sec の保持時間で測定しており、Chubb⁽³⁾ の場合は 870 g の大きな荷重を用いて 10 sec という短時間保持で行なっている。しかし金属の融点近くまでの高温硬さを求める場合には、例え低荷重でもその著しい軟化のために圧痕が極端に大きくなって測定が困難になるし、またあまりに低荷重では雰囲気による表面層の影響や低温側での圧痕が小さすぎて硬さ値が不正確になる。また保持時間も長すぎれば硬さクリープのために、短かすぎれば圧子と試料の温度差のために硬さ値がばらつく。これらの問題を十分検討して得た多くの実験値から、筆者らは荷重 50 g で保持時間 60 sec が短時間高温硬さとして最も好ましい条件であることを認めている。

硬さの大きな相違を示す他の重要な問題に圧子材料の相違による高温下での試料との反応性や熱伝導に基づく温度低下がある。ダイヤモンド圧子は 1200°C までの温度で V

(15) E. R. Petty and H. O'Neill: *Metallurgia*, Jan. (1961), 25.

や Ta と反応し、また純鉄試料では 900°C 以上で圧子の先端が試料中に溶解してしまう。筆者らは高真空下の純鉄が 600°C~700°C でダイヤモンド圧子の先端部を僅かながら損傷させ、900°C で 30 min の荷重保持でその稜角までおかされることを経験している。これに対してサファイア圧子は高温中で酸化せず、また殆んど試料と反応しないので、現在のところ 1650°C~1700°C の高温まで使用できる最良の圧子材料である。しかもサファイアはダイヤモンドよりも遙かに熱伝導率が低いので圧子を通して外部へ逃げる熱量も少ない。この熱の逃げの問題はビッカース型をはじめとするいずれの型の静的硬さ試験機にとっても不可避の事柄である。March⁽¹⁶⁾は非常に低温硬さの測定で圧子からの熱流が逆に圧痕部分を暖め、荷重保持時間に依存して昇温による軟化を認めている。したがって文献上のこれまでの高温硬さ値はダイヤモンド圧子を用いているので、それだけ高くなる。ことに Schenck⁽⁹⁾のように圧子が直接大きな荷重挺子に取付けられている試験機では著しい熱の逃げのために Fig. 7 から知られるように高温側の硬さが最も大きい。これに対して Chubb⁽³⁾の値は圧子と試料面を加熱炉中の同位置で加熱保持して測定したものであるからダイヤモンド圧子を使用しても高温側の硬さは Fig. 2 に示したように最も筆者らの結果に近づいている。文献による純鉄の屈曲点の高いことに対してもこの熱の逃げが大きな因子となっている。同様なことは Fig. 6 の Ta の値にもみられ、筆者らの屈曲点が 0.24 T_m であるのに対して文献のそれは 0.27 T_m で約 100°C 高いが、この場合は室温硬さの大きな差から知られるように Ta の純度と測定方法の相違のために高温側でも筆者らによる硬さ値の方が大きい。

圧子の熱伝導の大きな影響はさらに Figs. 3~5 に示されている。一般に室温付近でのビッカース硬さ値は 1 kg 以上の荷重の場合はその大小に関係なく、一定値が得られるが、さらに低荷重側では試料表面層の影響もあって低い荷重ほど高くなる傾向がある。このことは部分サファイア圧子を用いた Fig. 3 中で 500°C まではいずれも 200 g よりも 100 g の方が硬さ値が高いことから示されている。しかし 600°C になるとこの大小荷重による曲線が互いに交叉してきて、800°C 以上では全く逆転してしまう。高温になるほど硬さクリープは高荷重ほど顕著になるべきであり、したがって 100 g よりも 200 g の方が硬さ値が一層低下するはずであるが、Fig. 3 の結果は全く逆の現象を示している。ところで部分サファイア圧子は Ta 製軸の先端に小さなサファイアを嵌め込んだもので、この圧子全体をサファイア

製にした全サファイア圧子の方が遙かに熱遮蔽効果は大きい。そこでこの両者を用いて大小荷重下の 800°C と 1000°C の結果をみると Fig. 5 のように、一定条件下では常に部分サファイア圧子よりも全サファイア圧子を用いた方が硬さ値が低くなる。高温で高荷重を用いると試料の圧痕が大きくなって圧子からの熱の逃げが大きくなるので低荷重のものよりも硬さ値は増加するが、硬さクリープの点ではかえって減少する。この相反する二つの要因のために Figs. 3~5 中の一定温度での硬さクリープ曲線には高低両荷重間で交叉する場合も生じている。いずれにしても全サファイア製圧子で 50 g 程度の荷重を用いることが高温硬さの測定には望ましい。

VIII. 結 言

室温から 1700°C までの硬さの各温度での直接測定が可能に全く新しい方式の超高温硬さ計の開発に成功し、これを用いて 1500°C までの純鉄と 1700°C までの Ta の高温硬さを測定した。試作硬さ計の特長と実験結果は次の如くである。

(1) 本硬さ計は圧痕の計測を試料自体の発光に左右されない走査型反射電子線像で行ない、試料は電子ビームで 2000°C まで容易に加熱される。その反射電子線像は室温でも 1880°C の超高温下でも明瞭度が殆んど変わらないので、超高温までの組織変化や僅か数 mg の材料の熔融凝固温度の測定も可能である。

(2) 高温硬さ曲線の屈曲点は純鉄では約 330°C (0.33 T_m)、Ta では約 500°C (0.24 T_m) であり、文献での屈曲点の温度よりもいずれも少し低い。

(3) 屈曲点以上の高温側では硬さクリープ現象が顕著になる。また純鉄は A_3 変態点で急速な硬さの上昇を、 A_4 変態点で急激な硬さの低下を示す。そして γ -Fe が α -Fe よりも耐クリープ性に好ましいことを示している。

(4) 純鉄は 500°C 付近までは低荷重の方が高荷重のものよりも荷重保持時間に関係なく高い硬さ値を示すが、この現象は 800°C 以上になると逆転する。また全サファイア圧子と部分サファイア圧子とでは、荷重の大小に関係なく前者の方が低い硬さ値を示す。これらの異常現象は圧子からの熱の逃げの大小に基づいている。

(5) 高荷重は熱流出助長による硬さ増加と硬さクリープ助長による硬さ減少の相反する因子を高めるが、前者の作用が特に著しい。ビッカース型硬さ計において温度によって荷重を変えることはこれらの因子の相違をきたすので好ましくない。

(16) D.M. March : Proc. Roy. Soc., A 279 (1964), 420.