特集 材料の表面をミクロに測定、評価する／解説

[JSPE-55-08]
[89-08-1337]

高温硬さ測定*

富永敏文**

High Temperature Hardness Test / Toshibumi TOMINAGA

Key words: hardness, hardness test, hot hardness, hot hardness test, hot hardness testing method, high temperature hardness, high temperature hardness test, high temperature hardness testing method, hot hardness line, high temperature hardness line

1. 硬 さ 試 験

硬さは、物理的意味をはっきりしない機械的性質といわれながらも、強さなど多くの機械的性質とよい相関があるうえ、なんといっても非常に簡単な試験であることから、工業界では早くから現場的な試験として重宝がられ広く行われている。

しかも近年、材料の側に軽薄短小化現象が起こり、超微小の供試体とか極薄膜の供試体の機械的性質を調べねばならない要求が生じてきている。この場合強度試験を出来ない場合が多く、硬さ試験による以外には評価の手段がない状況が次第に生まれつつある。

また高温状態で使われる機械・装置・構造物も大変多くなっている。その使用温度も次第に高くなってきている。高温用材料選定のデータとして、製品の評価・管理・保証のためのデータとして高温時の機械的性質に対する関心は高い。しかし一般に高温における材料試験は、試験装置、試験技術、試験コストに問題点を抱えており、高温における材料試験データを収集するのはそう簡単とはいえない。このような状況にあって、実用的な高温硬さ試験が次第に注目されている。

2. 高温硬さ試験の現状

2.1 高温硬さ試験機

わが国では、試験機メーカーから AVK-HF 型高温硬

さ試験機、光学機器メーカーから QM 型高温顕微硬さ試験機と超高温顕微鏡のオプションとしての高温微小硬さ試験装置 HM 100-HT が市販されている。生産された高温硬さ試験機は過去 500 台程度である。

AVK-HF 型は、試験荷重は 1~50 kgf、雰囲気は密閉アルゴン、タングステンコイルにより加熱し最高 1 200°C である。QM 型は、試験荷重は 50~1 000 gf、雰囲気は真空または流気アルゴン、タンタルコイルにより加熱し最高 1 600°C、圧子は専用ヒータにより独立して 1 450°C まで加熱できる。HM 100-HT は、試験荷重は 10~250 gf、雰囲気は真空、電子ビームにより加熱し最高 1 100°C の仕様となっている。

2.2 圧子材質の問題

圧子には、ダイヤモンド製とサファイヤ製がある。

強度面からはダイヤモンドは最も優れ、常温で HV 6 000~9 500 の硬さがある。サファイヤは HV 2 100~2 400 で比較的硬い試料を試験すると圧子自身の割れや変形を起こしやすい。圧子は加熱により軟化し、1 000°C ではダイヤモンドは HV 4 000、サファイヤは HV 600 程度となり、高温で破壊しやすい。

化学的な面からはサファイヤは 1 500°C 以下では試料と反応することはほとんどない。ダイヤモンドは高温で活性化する。

強度面と化学面の得失を総合すると、1 000°C 程度までの工業的試験用の圧子としては、何よりもビッカース硬さの定義に従う材質であり、しかもアルゴン雰囲気を使えば反応が起こりにくいという点で、ダイヤモンド圧子が有利といえる。1 000°C を超える温度領域だけに使用する場合とか特殊な目的のための工学

* 原稿受付 平成元年 6 月 2 日

** 正 会 員 東京都立工業技術センター (東京都北区西が丘 3-13-10)

の実験では、もちろんサファイヤ圧子の使用を検討する必要がある。

3. 高温硬さ試験法

高温硬さ試験方法の標準化のため、昭和63年度に財団法人大阪科学技術センター付属ニューマテリアルセンターにより「高温硬さ試験方法」JIS 原案の作成（主査・田村今男京都大学名誉教授）が行われた。

高温硬さ試験では、材料内で起こる原子の拡散過程において硬さを測定することになるので、再現性の高い高温硬さを得るには、温度条件と時間条件を管理する必要がある。

3.1 温度条件

最も重要なのは試験面の温度を正しい試験温度に設定することである。現状の試験機では、硬さ試験箇所の温度は直接計測できない。まずこの温度補正をきちんとする必要がある。

次に圧子の温度の問題がある。硬さ試験機にとって圧子は最も大切な構成要素の一つとされている。常温における通常の使い方では、圧子はほとんど半永久的に耐久性があるものである。

高温硬さ測定で圧子温度が低いと、試験面温度が急激に低下し、硬さ測定値が影響を受ける。ところが、圧子を高温に加熱すると非常に破損しやすい状況となる。途中で圧子が破損すれば試験が無駄になるだけでなく、圧子の交換作業は構造上あまり簡単ではなく、また圧子は高価でもあり、こうむるダメージは大きい。

圧子を消耗品とするような使い方は、工業的データを収集する試験としては好ましくないことになる。そこで、圧子の耐用度を十分に保証し同時にばらつきも少ない安定した高温硬さを得る実用的な方法として、圧子予熱法が確立されている。

この方法は、1回1回の硬さ測定前に圧子を試験面に押し込み、試験片の熱で圧子を加熱するものである。圧子予熱により圧子温度は試験温度の1/4~1/3程度まで上昇する。

3.2 時間条件

試験荷重保持時間は高温硬さに影響を及ぼす。高温硬さに関する研究¹⁾によると、保持時間が長くなるに従い硬さは低下する。10~15sはまだ硬さの急激な変化域であるが、急激な低下は大体30sまでである。また試験温度が低いほど早く安定する。そこで高温硬さ試験方法 JIS 原案では、試験荷重保持時間を30sと規定した。

その他、図1¹⁾に一例を示すように、等温保持時間

供試材：1030°Cで焼入れ後600°C1hの焼戻し処理を行った合金工具鋼SKD6，試験荷重：5kgf，荷重保持時間：30s，圧子：ダイヤモンド，圧子予熱：各硬さ測定前に試験温度より約3%低い温度において5kgfで3min

図1 等温保持中の高温硬さの変化例¹⁾

は高温硬さに大きな影響を与える。しかしこの等温保持時間についてはJIS 原案では規定しなかった。

3.3 高温硬さ試験のプログラム

高温硬さは温度と時間に依存して変化するので通常は図2に例示したようなプログラムを決めて試験が行われている。これらの条件を守れば再現性のいい高温硬さが得られる。

高温硬さ試験は、図2の(a),(b),(c)の3つの過程のいずれかで行われることが多いが、最も一般的なのは、(a)の試験である。

試験片の昇温速度としてJIS 原案では毎分20°Cを標準としている。(a)による試験結果を温度と硬さを両軸にしたグラフにすると、高温硬さ曲線が得られる。一般的には、100°C間隔で試験が行われる。試験

図2 高温硬さ試験のプログラム例

片5個を用いて、試験温度を20°Cずつずらして100°Cとびに試験する「20°Cずれ100°Cとび法」を用いれば、曲線の信頼性が高まる。

硬さの測定は、同一試験温度条件で2回測定し、平均値を採用する。

4. 高温硬さ試験例

4.1 高温硬さ試験のメリット

高温硬さ試験方法のJIS制定が実現すれば、高温硬さデータは、産業界で日常的に流通する必然性を持っている。他の高温材料試験と比べ、データの収集がきわめて容易であるためである。元来硬さは微小変形から得られるデータであり、硬さ試験は1個の試料から多くのデータを反復して採取できるという特長を持っている。このメリットは高温での硬さ試験においても十分に発揮される。たとえば、常温から1000°C程度までの温度領域についての高温硬さ試験なら数hの試験で、その温度域全体の温度-硬さ情報を手に行うことができる。そのように手軽に手に入るデータの精度が低くては、魅力も半減することであろう。その点結論から言えば、高温硬さのデータは十分信頼できるものである。

4.2 高温硬さデータの特徴

一般に材料の高温硬さと温度の関係は、一定の温度領域ごとにより直線関係を持っており、常温から高温域までの高温硬さは、勾配の異なる連続する何本かの直線関係で示すことができる。直線から直線に移る屈折点でその材料に構造的な変化が起こる。この屈折点を注意深く検討すれば、その材料についての重要な情報が得られる。

4.3 鋼の高温硬さに関する規則性

図3²⁾に、熱処理によって幅の広い性能に調整できる鋼の、高温硬さ曲線群の一例を示す。供試材は炭素量0.95%の炭素鋼で、高温硬さデータは、●で示される焼入れ材の曲線と○で示される焼きなまし材の曲線で限定される領域内でのみ存在し、しかも規則性を持っていることが分かる。データが焼入れ材の曲線の右側には出られないということから、たとえば高温において一層高い硬さを保持できる材料を捜すには、各材料の焼入れ材についての高温硬さ曲線を比較するのが一番いいということを意味している。たとえば図4³⁾に示す高速度鋼の焼入れ材の曲線は、常温硬さは図3の炭素鋼と同じであるが、高温域では炭素鋼よりずっと右側に位置している訳である。

焼戻し材固有の高温硬さの領域は焼入れ材の曲線と会合する温度までである。この領域では、温度変化に対する硬さ変化に可逆性が存在する。また硬さの変化率には明確な規則性が存在し、高温硬さを測定しなく

供試材：0.95% 炭素鋼，焼入れ：820°C，焼戻し：200，400，600，または680°C 1h 空冷，試験荷重：5 kgf・800°C 超では1 kgf，荷重保持時間：30 s，試験片予熱：5 min，圧子：ダイヤモンド，圧子予熱：各硬さ測定前に試験温度より約3% 低い温度において5 kgf で5 min・800°C 超では予熱しない

図3 炭素鋼の高温硬さ曲線群の例²⁾

供試材：SKH 55，焼入れ：1段加熱850°C 10 min 0.5 Torr N₂・2段加熱1220°C，5 min，2Torr N₂・冷却700 Torr N₂の真空ガス焼入れ，焼戻し：560，600，または650°C 1 h 空冷を2回反復，焼きなまし：850°C 2 h 炉冷，試験荷重：5 kgf・800°C 超では1 kgf，荷重保持時間：30 s，試験片予熱5 min，圧子：ダイヤモンド，圧子予熱：各硬さ測定前に試験温度より約3%低い温度において5 kgfで5 min・800°C 超では予熱はしない。

図4 高速度鋼の高温硬さ曲線群の例³⁾

とも常温硬さから正確に推定できることになる。

4.4 窒化処理した鋼の耐熱限

硬さを高速度鋼より高くして耐摩耗性を付与する処理として窒化処理が行われる。図5⁴⁾は、高速度鋼SKH 55に550°Cでガス窒化処理した窒化表面の高温硬さ曲線を示したもので、全体として高温硬さのレベルは図4と比べ上がっているのが分かる。曲線の形は、図4の⊕で示した600°C焼戻し母材の曲線とかなり異なっているが、本質的には同じタイプである。直線1と2だけが硬さ変化に可逆性がある安定域で、直線3は図4の●で示した焼入れ材におけるマルテンサイト分解域に相当している。図5の耐熱限は母材の耐熱限と同じで、窒化処理の効果は窒化処理温度の550°C程度で消滅することが分かる。

4.5 ファインセラミックス

鋼に変態点が存在する限り、どのような処理を試みても高強度化の効果を高温で維持することは困難であることが分かる。

オーステナイト系ステンレス鋼のようなγ相の鋼では、全温度域において硬さは安定であるが、800~900°C以上では軟化率が急に大きくなる。高温においてはNi, Co等を主成分とする超耐熱合金が優れているが、常温で硬さの高いものはあまり望めない。そこで常温でも高温でも硬く安定な材料としてファインセラミックスが期待されている。図6⁵⁾は、窒化けい素

供試材：SKH 55，焼入れ：1段加熱850°C 10 min 0.5 Torr N₂・2段加熱1220°C 5 min 2 Torr N₂・冷却700 Torr N₂の真空ガス焼入れ，焼戻し：600°C，1 h 空冷を2回反復，窒化処理：流量0.6 l/minのNH₃で550°C 5 h ガス窒化，試験荷重：100 gf，荷重保持時間：30 s，試験片予熱5 min，圧子：ダイヤモンド，圧子予熱：各硬さ測定前に試験温度より約3%低い温度において100 gfで5 min

図5 鋼の窒化表面の高温硬さ曲線の例⁴⁾

供試材：窒化けい素，主原料：Si₃N₄，助材：Y₂O₃-Al₂O₃系混合エタノール湿式，成形：金型成形後2 tf/cm²の静水圧成形，焼成：1750°C 2 hの常圧焼結法

図6 ファインセラミックスの高温硬さ曲線の例⁵⁾

の高温硬さ曲線である。試験した1100°C以下では完全な直線関係を示し、全温度域において硬さ変化に可逆性が存在する。部分安定化ジルコニアの場合には、図6のように1本の直線ではなく折れ線状となるが、硬さ変化は全域において可逆域となっている。なおアルミナや炭化けい素では金属的な明りょうなくぼみができないので、くぼみの対角線長さの測定が難しく、現状では高温硬さのデータ採取は非常に困難である。

5. 高温硬さ試験の将来

高温硬さ試験にとっての課題は、信頼できるデータを能率よく大量に求める技術を確立することであったが、高温硬さ試験方法の JIS 制定が時間の問題となった現在、その課題は解決されようとしている。

ではこれからの課題は何であろうか。

高温硬さ試験は耐熱限の推定に多く利用されている。このため試験温度は、新材料の開発によりますます高温側にシフトせざるを得ない宿命にある。また試料も、重厚長大から軽薄短小への流れに乗らざるを得ない実情にある。このような状況をクリアするために、いままさに高温硬さ試験機の飛躍的な改良が望まれているといえよう。しかし 1000°C を超える超高温で安心して使うための圧子の問題をどうするのか、軽薄短小試料に対して微小荷重で作られる超微小なくぼみの寸法測定をどうするのか、技術とコストの調和のうえにきわめて高いハードルを越える必要がある。

また新素材に対してはその利用目的に応じて、高温硬さ試験機を応用した新しい評価方法を開発して利用していくよう、発想を転換することも必要といえる。高温硬さ試験の歴史はまだ短く、今後種々の利用方法の研究を進めることに大きな期待が寄せられているといえよう。

参 考 文 献

- 1) 内藤 建, 富永敏文, 今津好昭: 高温ビッカース硬さ試験条件に関する研究, 東京都立工業奨励館報告, 20(1969) 18.
- 2) 富永敏文, 今津好昭: 炭素鋼の高温硬さ (第 1 報), 材料試験技術, 31, 3 (1986) 201.
- 3) 富永敏文, 今津好昭: SKH 55 の高温における硬さの挙動, 第 33 回塑性加工連合講演会講演論文集 (1983) 403.
- 4) 富永敏文, 今津好昭: 高速度鋼ガス窒化層の加熱軟化, 東京都立工業技術センター研究報告, 15 (1986) 11.
- 5) 富永敏文, 今津好昭, 塩井恒介, 鈴木一裕, 相河康次: 窒化珪素及び部分安定化ジルコニアセラミックスの高温硬さ曲線, 材料試験技術, 31, 2 (1986) 126.

工技院、欧州の科学技術政策調査

工業技術院は技術開発政策立案の基礎資料にするため欧州の科学技術政策に関する報告書をまとめた。

欧州の現状を日本や米国と比較してとらえたことや、EC (欧州共同体) の取組みなど欧州レベルの研究開発計画を広く調査したのが特徴である。

それによると、① 国家予算に占める欧州諸国の科学技術関係費は日本に比べてかなり高い、② 研究者数は西独、フランス、英国を合わせても日本に及ばない——などとしている。

〔研究開発費〕

研究開発費は 1986 年度比較で、西独 4 兆 2 000 億円 (87 年度 4 兆 6 000 億円)、フランス 2 兆 8 000 億円、英国 2 兆 2 000 億円、日本 9 兆 2 000 億円 (同 9 兆 8 000 億円) と、日本にはるかに及ばない。

次に GNP 比では、同じく 86 年度比較で、西独が 2.75%、フランスと英国 2.29% であるのに対し、日本は 2.75% と西独に横並びに高水準となっている。

国家予算に占める科学技術関係予算の割合は、87 年度との比較でフランス 7%、西独 5.1%、英国 3.2% で、欧州諸国はおおむね 3~7% の範囲であるが、日本は 1.5% と低水準である。なお、米国は 5.4% である。

国防研究費を除いた研究費の政府負担割合は、西

独 34.4%、フランス 32.0%、英国 17.2%、日本 20.9%、米国 28.9% で、日本は西独、フランス、米国よりも相当下回っている。 (p. 1359 へ続く)

(国名・年度)	基礎研究	応用研究	開発研究 (単位: %)
日 本 (1981)	13.9	25.7	60.4
(1986)	13.3	24.4	62.3
(1987)	14.0	24.3	61.7
米 国 (1981)	12.8	23.5	63.7
推定 (1986)	12.3	21.6	66.1
推定 (1987)	12.1	21.1	66.7
西 独 (1981)	18.8		81.2
(1983)	20.5		79.5
フランス (1977)	21.1	34.4	44.5
(1979)	20.9	33.0	46.1
英 国 (1978)	7.1	22.6	70.3
(参考値)			
(1981)	6.3	24.0	69.7

主要国における研究費の性格別内訳 (自然科学)