高温かたさ試験*

関谷 三 郎** 福 島 義 明***

Test of Hot Hardness

by

Saburo SEKIYA and Yoshiaki FUKUSHIMA

(Faculty of Engineering, University of Tokyo, Tokyo)

The testing of hot hardness is recently widely practised and drawing attention as a convenient way to find the mechanical properties of engineering materials, e. g. tensile strength, creep strength and creep rupture strength at an elevated temperature. There are two types of apparatuses for testing hot hardness that are now available in Japan to measure the Vickers hardness of materials, both metallic and non-metallic, and the measured values of the hot hardness are greatly variable depending on the measuring conditions and methods. In order to obtain the reliable values of hot hardness it is absolutely necessary, therefore, that the measuring conditions and method will be carefully studied. We have performed a number of experimental studies regarding the testing procedures and the conditions in connection therewith, and have been able, thanks to the cooperation of twelve research laboratories, to obtain a criterion for proper conditions and methods for the testing of hot hardness.

(Received Nov. 1, 1971)

1 緒 言

高温かたさ試験は、工業材料の高温における機械的諸性質を、簡単に推測する方法の一つとして、現在、国の内外において、広く利用されはじめている。わが国においても、後述する2つの型式の高温かたさ試験機が、すでに推定約200台各種機関で利用され、金属または非金属材料の加熱状態におけるビッカースかたさ測定に用いられている。

しかるに、高温かたさ試験では、その試験方法、試験条件を異にすると、測定されたかたさ値に大きな相違があらわれる。もし、この点を考慮にいれずに、測定結果の値を単純に括用して、工業材料の高温特性を種々検討することは、普遍性の少ないきわめて、あいまいな基盤にもとづいて検討していることになる。

よって、高温かたさ測定グループの協力のもとに、測定値に相違の生ずる要因を、種々実験的に究明した。

その結果、工業的な計測数として、信頼しうる高温かたさ値を得るための、測定の条件、方法を求めた。

2 実験に使用した高温かたさ試験機

わが国で製造市販されている高温かたさ試験機は、

ビッカースかたさ値を測定するものであり、日本光学工業(株)製と(株)明石製作所製の試験機が主として、利用されている。本報告も、この2つの型式の試験機についての種々な現象を実験の対象にした。

前者の試験機は、高温微小ビッカースかたさ試験機である。試験荷重の大きさは、最少 50 g, 最大 500 g であり、試料加熱温度の範囲は、室温より 1 600°C まで可能である。Fig. 1 は試料が設置される真空加熱炉と荷重機構およびくぼみ計測部の装置を示す。後者の試験機は、通常のビッカースかたさ試験機に、真空炉を取り付けて、高温かたさ値が測定できるように工夫されたものである。試験荷重の大きさは、最小 1 kg, 最大 50 kg であり、試料加熱温度の範囲は、室温より

Fig. 1. The main unit of Nikon High-Temperature Microhardness Tester.

* 原稿受理 昭和46年11月1日

** 正 会 員 東京大学工学部 東京都文京区本郷

*** 東京大学工学部 東京都文京区本郷

Fig. 2. The air tight vacuum chamber of Akashi Hot Vickers Hardness Tester.

1000°Cまで可能である。Fig. 2 はビッカースかたさ試験機のテーブル上に設置された真空炉とその試験機構を示す。

3 測定試料および実験方法

測定に主として用いた材料は、炭素工具鋼5種で、その成分と試料製作手順および寸法を Table I に示した。また補助的な実験として、電磁軟鉄棒 (SUYBI)、電子管用無酸素銅 (EOF CuB) およびクロム銅 (Cr-Cu) をもあわせ用いた。

Table I. Material and preparation procedure of specimen.

High carbon steel (JIS-SK 5) Eutectoid steel							
Chemical composition (%)							
C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu
0.84	0.20	0.33	0.012	0.11	0.16	0.05	0.12

Material	13mm in dia.
Hardening	850°C Quenching
Tempering	700°C—2hr
Machining	10 or 12 mm in dia
Finishing	Surface polishing
Annealing	650°C—2hr in vacuum
Specimen	12 mm dia×25 mm height for Nikon tester 10 mm dia×5 mm height for Akashi tester

なお、試料表面は、くぼみ計測の必要上、鏡面仕上にした。試料の加熱、負荷、くぼみ計測は、真空または不活性ガスふん囲気中で実施される。本実験では、試料加熱温度を1部の測定を除いては、600°Cまでとした。その理由は、前節で述べたごとく、信頼しうる測定値を得るための、最適試験条件、方法設定が主眼である。もし、600°C以上の高温かたさ測定実施の場合は、本報告の結論を準用すれば、ほぼ比較可能な工業計測数としての高温かたさ値が得られるものと考えられるからである。

試料温度の測定は、0.3 mm 直径の白金および白金ロジウム熱電対を用いた。

4 測定結果とその考察

4・1 圧子予熱の有無とかたさ値の相違

Fig. 3は、試料に SK5 と SUYBI の2種類を用い、試料温度とビッカースかたさ値の関係の1例を示した。

この実験では、同一試験機で、同一測定者が、同一試験方法で測定した。ただし、圧子の予熱時間のみを若干変えた。圧子の予熱時間とは、加熱された試料表面に、試験荷重を用いて、圧子を接触させておく時間である。つまり、測定に先きだって、あらかじめ、圧子先端を加熱するために要する時間である。室温で同一かたさ値が得られても、加熱された試料の測定においては、圧子予熱時間の長短によって、測定されるかたさ値に相違があらわれることがわかる。

なお、図中の測定点は、後述する各種実験例を含めて、すべて5点の平均値で処理されている。

Fig. 3. Relation between measured values of hardness and temperature of specimen.

4・2 測定条件の相違によるかたさ値の変化

Fig. 4は、試料に SK5 を用い、高温かたさ測定に、熱心な12の事業所の協力によって、12台の試験機を使用し、試料温度とビッカースかたさ値の関係を求めたものである。この試験では、試験荷重の大きさのみを統一し、試験条件その他は、とくに規制せず、測定者

Fig. 4. Variation of measured values of hot hardness.

の日常の試験機操作方法にまかせたものである。

この図から、了解できることは、室温では、各測定値間で余り大きな相違はない。しかし、試料が 300°C および 600°C に加熱されると、各測定値間に大きな相違があらわれる。ただし、b 事業所の測定は、サファイヤ圧子を用いたものであり、他の測定はダイヤモンド圧子を用いたものである。高温かたさ測定値は、測定条件、方法などによって、大きな影響をうけることがわかる。

4・3 圧子材質の相異とかたさ値

Fig. 5 は、試料に SK5 と Cr-Cu の 2 種類をえらび、ダイヤモンド圧子とサファイヤ圧子の 2 種類を用いて、試料温度とビッカースかたさ値の関係例を示した。この実験では、同一試験機、同一測定者が同一試験方法で、圧子予熱時間も、荷重 300 g 5 min に統一して、実験した。

図より明らかな事項は、圧子の材質と試料温度の関係は、約 300°C の付近で、かたさ値の大小関係が逆現象になる。とくに、試料 SK5 が 600°C に加熱されたとき、サファイヤ圧子で測定されたかたさ値は、ダイヤモンド圧子で得られた、その約 60% の値であることがわかる。

Fig. 5. Relation between measured values of hardness and temperature of specimens under same measuring condition while using different indenters.

4・4 圧子予熱の必要性

現在、利用されている高温ビッカースかたさ試験機は、機能上の制約から、圧子は直接加熱されず、試料のみ加熱される構造になっている。よって、圧子は加熱された試料表面に接触してから、試料の熱量によって、圧子の温度が上昇しはじめる。したがって、圧子があらかじめ加熱されているか否かによって、測定されるかたさ値に変化があらわれる (Fig. 3 参照)。

Fig. 6 は、試料 SK5 を 300°C 1 定に保持し、ダイヤモンドおよびサファイヤ圧子を 300 g の荷重で接触させた際、圧子の温度上昇と飽和の関係の繰返し状態を経過時間で整理した。

圧子温度の飽和点の相違は、ダイヤモンドとサファイヤの両材質の熱電導率の相違から生ずるものである。前述 Fig. 5 に示された、かたさ値の相違の要因になっている。

Fig. 6 の経過時間から推定して、圧子予熱時間としては、約 5 min が適している。

Fig. 7 は、試料 SK5 を、300、450、600、700、800 および 900°C に保持し、ダイヤモンド圧子を使用し、

Fig. 6. Relation between temperature of indenters and its elapsing time in loading-unloading repeated. (load 300g, specimen SK 5 and Nikon Tester used).

Fig. 7. Relation between temperature of indenter and its elapsing time. (load 300g, specimen SK 5 and Nikon Tester used).

Fig. 8. Measuring location of indenter temperature.

荷重 300 g で試料表面に接触させ、圧子温度上昇とその経過時間を調査した例を示す。この結果からも、前述の圧子予熱時間が必要であることを示している。

圧子温度の測定は、圧子先端の位置での測定が望ましいが、先端は加熱された試料表面に接触しているの、技術的に不可能である。よって Fig. 8 に示す位置に熱電対を取り付け、この位置での温度測定を一応圧子温度として、図示した。

4・5 荷重保持時間とかたさ値

Fig. 9 は、試料 SK5 を 600°C 一定に保持し、試験荷重 1 kg および 5 kg を用い、荷重保持時間を 20 sec から 20 min まで変えた場合のかたさ値の変化を示す。この結果から、荷重保持時間は、約 5 min とれば充

Fig. 9. Relation between measured values of hot hardness and time of loading duration.

分であることがわかる。ただし、この実験では、圧子を予熱するための時間を 5 min に統一したが、圧子予熱のための荷重を 1 kg と 5 kg の 2 種類とした。荷重の大きい場合は、圧子先端と試料表面との接触面積が大きいの、圧子の予熱効果も大である。図より明らかに、試料温度を 600°C に保って、圧子予熱時間を 5 min に統一しても、予熱のための荷重と、試験荷重の組合せいかんによって、ビッカースかたさ値約 25 の相違があらわれる。したがって、圧子予熱のための時間と荷重の大きさおよびかたさ値測定のための荷重と荷重保持時間の大きさの 4 項目を規定しなければならないことがわかる。

4・6 標準的な測定条件とその実験結果¹⁾²⁾

高温かたさ試験に関する問題点を充分検討した結果、Table II に示す測定条件、方法を得た。

Fig. 10 は、Table II にもとづいて、Fig. 4 と同様な測定を実施した。その結果、室温における各事業所の測定値のちらばりと 300°C および 600°C に試料を加熱した場合のそれとは大きな相違を示さない。Fig. 11 は測定値のちらばり (Fig. 4 と Fig. 10 の比較) を標準偏差で示したものである。Table II の方法によれば、ほぼ信頼できうる高温かたさ値が、測定できるものと考えられる。

Fig. 10. Variation of measured values of hot hardness.

Table II. Improved testing condition.

Item	Hot hardness tester	
	Nikon	Akashi
Load	300 g	5 kg
Materials of indenters	Diamond, Sapphire	Diamond
Measuring atmosphere	Vacuum	Inert gas
Preheating of indenters	300 g—5 min	5 kg—5 min
Load duration	2 min	5 min
Rate of elevating temperature for specimen	10°C/min	10°C/min
Attaching thermocouple onto the specimen surface	Welding	Contact
Number of measurements	5	5

Fig. 11. Relation between variation of Vickers hardness values and temperature of specimen.

5 結 言

高温かたさ測定値に相違のあらわれる要因を種々実験的に究明した。その結果、圧子の材質、圧子の予熱、

荷重の保持時間などが、測定値に大きな影響を与えている因子であることがわかった。よって、それらの因子の影響をうけることの少ない標準的な試験方法、条件を求めた。なお、この方法にもとづいて、実施した測定結果は、ほぼ満足すべきものであった。

本報告は、カタサ研究会会長、東京大学名誉教授吉澤武男先生の指導のもとに、高温かたさ測定グループの協力と検討によって得られたもので、関係者各位に深く感謝いたします。

(昭和46年9月8日 第15回材料研究連合講演会にて講演)

参 考 文 献

1) 岩崎昌三, 硬さと強さの研究, 43-501, 44 (1968).
2) 木下拓治, 硬さと強さの研究, 43-501, 46 (1968).