表面硬化層の測定について

Measurements of Hardness of thin Hard Films on Metals

表面硬化層の硬さ測定は、硬化層が薄いためむずかしいが、正しい硬さ値を得るため必要な試験片の準備、測定法等について必要な注意事項を説明した。

滝 島 延 雄*

Nobuo Takishima

1. ま え が き

材料を使用するにあたり、その材料が使用目的に適合するか否か、あるいは安全な荷重限界を決定したり材料の変形能を試験するために種々の材料試験が実施されている。それらの試験はできる限り簡単でしかもその試験結果が、異なる材料でも相互に比較しうるものであることが望ましい。

それらのなかで硬さの測定は比較的簡単でしかも多少の圧こんを覚悟すれば非破壊で測定でき、内容が広範囲にわたっており、摩擦に対する抵抗、切削に対する抵抗、引っかきに対する抵抗、塑性変形に対する抵抗、弾性係数、降伏点、破断強さ、粘さと脆さ、展延性などに関連するものであるため、その測定結果から関連する性質、更に一般的な機械的性質を推測する目的に用いられる。そのため研究室や生産現場でも重要視され、生産過程

あるいは完成時の検査にも、硬さで指定される場合が多く、また表面硬化、脱炭や熱処理効果などの判定にも用いられている。

しかしながら、この硬さは経験的には容易に理解されているが、その本質を表現することは非常にむずかしく、現在では「ある物体の硬さとは、それが他の物体によって変形を与えられんとするとき呈する抵抗の大小を示す尺度である」という定義が妥当と考えられる。しかし変形を与える方法や抵抗の表示法が非常に多く、そのためそれぞれの測定法に従って定義づけられており、種々の目的に適合し、あらゆる材料に対し同一尺度で表示して比較でき、しかも精度の高い測定法はまだ見当たらないのが現状である。

2. 硬さ試験機

現在一般に実用されている硬さ試験機は、大体次のように分けることができる。

* 神奈川県工業試験所、参事、工学博士
〒236 横浜市金沢区昭和町3173
☎ 045 (771) 1301

* Industrial Research Institute of Kanagawa
Prefecture
3173, Showa-machi, Kanazawa-ku Yokohama 236

(1) 押込み硬さ試験機

- i) 一定圧力をもって押し付けたときの圧こんによる方法
- ii) 一定の圧こんを生ずるに要する圧力による方法
- iii) 一定の圧こんを生ずるに要する仕事量による方法

(2) 動的硬さ試験機

- i) 一定の衝撃エネルギーを与えたときのはね上がりの高さによる方法
- ii) 一定の衝撃エネルギーを与えたときの材料の吸収する仕事量による方法

(3) 引っかき硬さ試験機

- i) 一定の引っかききずの幅を生ずるに要する荷重による方法
- ii) 一定の圧力をもって引っかいて生じきずによる方法

(4) その他

以上のなかで押込み硬さ試験機は歴史も古く最も実用化されているが、試験面に永久変形を起こさせ、その変形に要した荷重を生じた変形の寸法から硬さを決定するから、ある程度加工硬化した状態の硬さを示すことになる ((1) i) ブリネル、ビッカース、ロックウェル硬さ試験機など)。永久変形の深さをある一定の浅い数値に定め、そのときの荷重をもって硬さを示す試験機 ((1) ii) マルテンス) また一定荷重でも永久変形の大きさは材料によって異なり、そのため加工硬化の程度が異なったのでは硬さの表示に適さないため、一定圧こんを生ずるに要する仕事量を、その容積で割った商をもって硬さとする試験機 ((1) iii) 松村式) などがある。

動的硬さ試験機のうち現在最も一般的なのはショア試験機であるが、ハンマーを一定の高さより落下させ、はね上がり高さをもって硬さとする ((2) i))。このはね上がり高さは試験片の弾性的変形に費された仕事量に相当するものであるが、弾性率とは関係なく、弾

性率の差のない材料については硬さの相互比較はできるが、弾性率が著しく異なる材料間では比較できない。

引っかき硬さ試験も古くから行なわれ、おもに鉱物に利用されていた。工業的には一定の引っかき幅を生ずるに要する荷重をもって硬さとするが、測定が煩雑なため荷重を一定にし、そのときの幅をもって硬さとすることもある (マルテンス、ビヤバウム)。

表面硬化層の測定に用いられる代表的な硬さ試験機は

2-1 ビッカース硬さ試験機

この試験法は1925年発表されたもので、初めのうちは主に研究用に用いられていたが、この方法は均質な材料に対しては加えられる荷重の大小に無関係に一定の硬さが得られ、軟かい材料から硬い材料まで連続して同一尺度で測れる特長があるため、広く利用されるようになった。

ビッカース硬さとは、対面角 $\alpha = 136^\circ$ のダイヤモンド四角錐圧子を用い、試験面にピラミッド形の圧こんをつけた時の荷重を、永久くぼみの対角線の長さから求めた表面積で割った商であって、つぎの式で算出し (実際には表を用いて算出する) 数値には単位をつけない。

$$Hv = 2P/d^2 \cdot \sin \alpha / 2 = 1.854 \cdot P/d^2$$

Hv : ビッカース硬さ (kg/mm²)

P : 加えた荷重 (kg)

d : くぼみの対角線の長さ (mm)

ただし試験条件については

(1) くぼみの大きさの測定は、荷重を除いた後の永久変形について行なう。

(2) 表面積の測定には対角線の長さ d を用い、くぼみの深さは用いない。

(3) 硬さの数値算出には、くぼみから荷重を除いても、あくまで対面角 136° の四角錐形であるものとする。

実際には荷重を除いた後のくぼみの輪郭は

必ずしも正方形にはならず、形がひずんだり、くぼみ周辺の盛りりや沈下によって、4つの辺が内、外側にそる場合もある。このような現象に対する修正の方法もあるが、工業的には2つの対角線の長さの平均値を対角線にもつ正方形のくぼみとして取扱えばよい。

一般に押込型硬さ計では、くぼみの深さの10倍の厚さの試験体が必要である。そのため極めて薄い材料の硬さを測定する場合には荷重を極めて小さくし、くぼみを微小にしたい要求に応じて生れたものがマイクロビッカースで、荷重 1 kg 以下の小荷重を用いて測定する。圧子はビッカース硬さ計と全く同じものを用いるが、くぼみの径が小さいので高倍率の顕微鏡で読み取る。しかし金属顕微鏡の分解能は $1\mu\text{m}$ 程度であるから、低荷重の測定にはかなりの誤差が含まれるものと考えな

ければならない。例えば Hv 700 の試料を荷重 50g で、くぼみ測定の際 $0.5\mu\text{m}$ 小さく測定すれば硬さは 765 となり、荷重 5g においては 940 となり、それぞれ 9%、34% の誤差を生ずることになる。図 1 は Hv 700 における各荷重によるくぼみ径の読み取り誤差が硬さに及ぼす影響を示したもので、硬さの測定誤差を 1% 以下に押えるためには、くぼみ径測定誤差は少なくとも $0.1\mu\text{m}$ 以下にする必要がある。特に低荷重においては測定誤差が大きくなるので、その試験片で許される限りの大荷重を用いることが望ましい。

2-2 ヌープ硬さ試験機

ヌープ圧子の形状は図 2 に示すような四角錐形で、くぼみの対角線の長さが 7.11 : 1 となる。ヌープ硬さは長手対角線の長さから求めたくぼみの投射面積を用いて次式で計算される。

$$\text{Hv} = 14,230 \cdot P/l^2 \quad (\text{kg/mm}^2)$$

l : 長手対角線 (mm)

P : 荷重 (kg)

この l の値はビッカースの d より同じ硬さの試料では大となるので、読み取り誤差が小さく、精度があがるが、圧子の軸や荷重方向と試験面との関係や、試験面の平坦度が測定の際重要となる。

2-3 ロックウェル硬さ試験機

1919 年実用化され、試験機として市販されはじめた。ロックウェル硬さとは頂角 120° 、先端半径 0.2mm のダイヤモンド円錐圧子または直径 $1/16$ インチ鋼球圧子を用い、まず基準荷重 10kg を加え、次にダイヤモンドに対しては 150kg、鋼球に対しては 100kg の主荷重を加えて押圧し、暫時経過後基準荷重にもどし、この最初と最後の基準荷重に対するくぼみの深さの差 h から

図 1 各荷重によるくぼみ読み取り誤差が硬さに及ぼす影響 (Hv 700 の場合)

図 2 ヌープ圧子の形状

求められる数値である。実際には硬度計に付属しているダイヤルゲージにより最後の基準荷重に戻したときの読みが直接硬さとして表示されるようになっている。ダイヤモンドと150kgの組合せのものを“C”スケール、鋼球と100kgの組合せを“B”スケールとよんでいるが、その他材料の軟硬により $1/16$, $1/8$, $1/4$, $1/2$ インチの鋼球と各種荷重の組合せによりA, D, E, F等のスケールがある。

この硬さ試験は前述のビッカース硬さ試験と根本的にその内容を異にし、

(1) 硬さの数値にはくぼみの深さが関係し荷重は含まれず、ビッカース硬さは表を用いて硬さを算出するのに対し、ロックウエル硬さは直読できる。

(2) くぼみの深さの測定は、対角線の長さの測定と異なり相当にむずかしい。特に深さ測定の基準点を正確に決めかねるので、基準荷重を加えた状態を基準点として、この困難を解決しているが、そのため硬さの持つ物理的意義をあいまいにしている。

(3) 使用する圧子、荷重の組合せにより異なるスケールで表わされる硬さが測定されるので、測定値には必ずスケールの記号をつけることが必要であり、異なるスケールの値の比較は概略値になってしまう欠点を持っている。

2-4 スーパーフィシャルロックウエル硬さ試験機

この試験機は1920～1930年にかけて発達した窒化による鋼の硬化層の硬さを測定する目的で考案されたもので、試験方法はロックウエル試験機と全く同様にダイヤモンドならびに鋼球の圧子を用いるが、ただ基準荷重が3kgであり、主荷重も15～45kgと軽く、ダイヤルゲージも1/1000mmとしたもので、スケールはダイヤモンド圧子と各試験荷重に対し、15N, 30N, 45Nとし、 $1/16$ インチ鋼球の場合にはT, その他 $1/8$, $1/4$, $1/2$ インチ鋼球

に対してはW, X, Yを付して表わす。

通常のロックウエル硬さ試験機では不向きな厚さ0.25～0.38mm(0.010～0.015インチ)程度の薄い表面層の硬さ測定に適している。

2-5 引っかかり硬さ試験機

前述の試験法と全く異なる原理によるものにマルテンスならびにビヤバウム引っかかり試験機があり、前者は90°の頂角を持つダイヤモンドを測定試験片の表面を沁らせてきずをつけ、一定の引っかかり幅dを生ずるのに要する荷重を硬さ値とする。この幅を0.01mmととり、荷重をgで表わしているが、この方法だと数多くの荷重に対する幅を求め0.01mmの幅に相当する荷重を決定しなければならない。そこで荷重を一定にして、そのときの幅を硬さ値とすることがある。ただしこの方法では硬さの高いもの程幅が小となるので $1/d$ または $1/d^2$ をもって硬さ値とする。

後者は立方体のかどを先端とする四角錐のダイヤモンド圧子で引っかかり、次式で計算する。

$$H = 1000/\lambda^2 \quad (\text{kg/mm}^2)$$

ただし、 λ は3gの荷重で引っかいたときのきずの幅(μm)である。

この方法は低荷重で試験するのでめっきのような薄い皮膜の硬さ測定には都合がよいが、この値は剪断強さに支配され、得られた値は相対的なものであるから、他の値に換算することはむずかしい。

3. 硬さ測定用試験片

実際の測定にあたっては、実物試験が最もすぐれているが、多くの場合は試験片が用いられるので、その採取は極めて重要である。試験片は実際に使用される状態のものから採取するが、その際性質の変化をできるだけ避けるようにする。たとえば板の切断の加工硬化部分や、ガス切断の熱影響部を避けて測定

するとか、熱処理後の硬さ測定には、熱処理による酸化の影響を取り除くため、削り代をつけておくなどの留意が必要である。また硬さの測定は塑性変形を与えるのであるから、その変形による加工硬化を避けた場所で測定できるだけの大きさ、ならびに圧こん底端から試験片底面までの厚さも十分あるように試験片を準備しなければならない。

4. 表面硬化層の測定

4-1 硬化層の定義

浸炭硬化の場合、その硬化層の深さは有効硬化層と全硬化層の深さに分けられ、有効硬化層深さとは、焼入れのまま、あるいは 200°C をこえない温度で焼もどした硬化層のうち、表面から $\text{Hv}=550$ までの距離と定められている。これに対し全硬化層深さとは、表面から硬化層と心部の化学的あるいは物理的性質の差異が区別できない点までの距離と定められている。

4-2 硬化層の測定法

表面硬化層の硬さ分布測定は 図3 に示す(1)こう配面、(2)断面、(3)階段式の3測定法がある。

(1) こう配面の測定 表面を定められた角度で研磨し、その研磨面を一定間隔で硬さの測定を行なう方法で、図にみるごとく硬化層を斜めに切断して測定するため、薄い硬化層の測定精度があげられる。ただ定められた角度に研磨するのに手間がかかり、また測定点を真の深さに換算する必要がある。

(2) 断面の測定 最も一般に行なわれてい

図3 硬さの分布測定法

る方法で、硬化層に直角の面を研磨し、この面での硬さ分布から硬化層の深さを測定する。ごく薄い硬化層の測定は技術的に相当むずかしい。

(3) 階段式の測定 表面研磨盤を利用し、一定厚さの階段をつくり、その階段面の硬さを測定する。高周波焼入れや炎焼入れなど、比較的厚い硬化層の測定に利用されている。

いずれの方法を採用するにしても、前述の注意事項を守り試験片の準備を行なう。

(2)の測定法を採用するとき、圧こんの間隔をできるだけ小さくすることが測定精度を向上させる面から望ましいのであるが、ある限度以上に接近させると圧こんの加工硬化の影響を受け、硬さ値が真の値を示さなくなる。したがって測定間隔は圧こんの3~4倍(JISでは2.5倍以上)とすることを必要とし、そのため図示の一直線測定のほか、千鳥形あるいは斜め一直線に測定して測定精度の向上をはかることも一方法である。図3(1)(3)に示す方法で測定する場合、硬化層の厚さと圧こんの深さとの関係は図4に示すように、硬化層は圧こん深さの10倍以上であることが必要である。これは圧こんの大きさに換算すると約1.5倍(ピッカース硬さの場合)となる。そのため(1)(3)測定法では硬化層と心部との境界面付近の測定値は、やや精度を欠くおそれがある。

図4 圧こんの深さと硬化層の厚さとの関係

以上の測定は主にマイクロピッカース硬さ計を対象として説明したが、前述の引っかき硬さ計、スーパーフィニシャルロックウェル硬さ計は荷重が大きすぎて適当ではな

図5 試験片厚さと荷重と硬さの関係
(イタリック数字はマイクロビッカース用)

い。

参考のために薄い試験片に対する厚さと許容押し込み荷重の関係を図5に示すが、ここでは押し込み深さは試験片厚さの1/10以下としている。例えば厚さ0.02mmで硬さがHv700位とすれば、荷重は50gが適当である(A点)。もちろん50gより軽い荷重で測定するのはさしつかえないが、測定可能な限り大きな荷重で測定するほうが図1に示すように誤差が少くなる。

なお未経験者はビッカース硬さ測定の際、一般に圧こんの長さを小さめに測定する傾向があるので、硬さ測定に先立ち、硬さ基準片

を用いて(種々の硬さの基準片が市販されている)読み取り方に十分習熟し、実際の測定に当るのがよい。

また硬さ試験機は正常な状態に設置され、定期的に管理されたものを使用することは当然である。

上述の硬さ値相互の内容は、硬さの定義とその測定法によって定める以上、比較することはあまり意義のあることではない。しかし各種の試験法が行われている今日これらの結果が全然比較できないのは不便であるので、換算表もできているが、それらはハンドブックを参照されたい。