研究

スペックルフォトグラフィー法による 焼結高硬度材料のヤング率の測定*

鈴木 英夫***, 太田 純一***
島田 平八**, 渡辺 龍三**

Hideo Suzuki, Jun-ichi Ohta, Heihachi Shimada, and Ryuzo Watanabe: Determination of Young's Moduli of Some Sintered Hard Materials by Speckle Photography.

Young's moduli of some sintered hard materials (WC-Co alloys and hot pressed Si_3N_4) were measured by Speckle Photography. The advantage of using this strain measurement method was emphasized for the determination of Young's moduli in these hard materials.

The results of this study are summarized as follows:

- (1) Young's moduli of the sintered hard materials in this study were found to be uniform along specimen axes under static compression.
- (2) It was confirmed that Young's modulus of WC-Co alloys decreases with the increase in Co content, as has been reported before.
- (3) In hot pressed Si_3N_4 , Young's modulus along the axis parallel to the hot pressing direction was found to be larger than that vertical to the hot pressing direction by seven to ten percent.

(Received January 6, 1986)

I 序 論

著者らは前報において、スペックルフォトグラフィー法による多孔質銅焼結体のヤング率の測定結果について報告した¹⁾。それによれば、本法は非接触型で感度・精度ともによく、しかもゲージ長が十分に短いひずみ測定法であり、ヤング率の局所的な分布を測定する方法としては今のところ最も適した方法のひとつであることがわかった。

そこで、このスペックルフォトグラフィー法を用いて焼結高硬度材料、すなわち、WC-Co 合金およびホットプレス窒化ケイ素 (Si_3N_4) のヤング率の測定を試みた。なお、ホットプレス焼結体については、従来報告されているヤング率の異方性^{2,3)}、あるいは、試料内におけるひずみの不均一の有無などについても検討した。

II 実験方法

ひずみ測定に供した試料は、WC-Co 合金とホットプレス Si_3N_4 である。WC-Co 合金は、WC 粉末 (平均粒径 $4.5\mu\text{m}$) と Co 粉末 ($5\mu\text{m}$) をボールミルで 345.6 ks 混合し、Co 含有量 5.5~25 wt% として金型成形したものを 1633~1703 K で 2.4 ks 真空中で焼結した。焼結後所定の寸法に研磨し、さらに研磨時の残留応力を除去す

Fig. 1 Specimen geometries of WC-Co alloys, hot pressed $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$, and $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$.

z axis shows the hot pressing direction.

(A) Long specimen (B) Short specimen
Sizes of the specimen are given in Table 1.

るために水素中で 1073K, 300s アニールにした。一方、ホットプレス Si_3N_4 は市販のもので、Fig. 1 の Z 軸に平行な方向に 2073 K 19.6 MPa の条件でホットプレス成形

* 昭和60年11月本協会秋季大会にて発表、昭和61年1月6日受理。

** 東北大学工学部金属加工学科、〒980 仙台市荒巻字青葉。

*** 東北大学大学院、〒980 仙台市荒巻字青葉。

Table 1 Specimens used for Speckle Photography.

	a	b	H
WC-5.5 wt% Co	8.00	6.96	17.10
10	7.97	6.91	17.09
16	8.00	7.01	17.09
20	8.00	6.95	17.10
25	7.99	6.97	17.09
[1] α -Si ₃ N ₄ (A)	8.62	8.64	16.61
(B)			(c=7.86)
[2] β -Si ₃ N ₄ (A)	7.14	7.20	18.70
(B)			(c=6.46)
			(mm)

 Photo. 1 SEM photographs of fracture surfaces of hot pressed Si₃N₄ (a) α -Si₃N₄, (b) β -Si₃N₄.

したものである。それらの角柱状試料の寸法を Table 1 に示す。Table 1 中の Si₃N₄ のうち [1] は α 型サイアロンで高温強度の向上を期待したもの、[2] は β 型 Si₃N₄ で粒界の結晶化をはかったものである。これらの試料の抗折断面を Photo. 1 (a), (b) に示す。

ひずみ測定は前報³⁾と同様に変位制御式の荷重装置を用いて圧縮試験にて行った。なお、前報でも述べた通り圧縮試験時には試料の端面効果（摩擦の影響）はないものと考えた。測定時の温度は 293 ± 1 K であった。

WC-Co 合金については Fig. 1 (A) の Y 軸方向に荷重を加える圧縮試験を行った。ホットプレス成形した Si₃N₄ については、はじめにホットプレス方向に垂直方向 (Y 軸方向) の圧縮試験を行い、次に同一の試料を Fig. 1 (B) のように切断してホットプレス方向に平行な方向 (Z 軸方向) の圧縮試験を行った。

測定に用いた光学系は前報と全く同様であるが、撮影倍率は Si₃N₄ のホットプレス方向に平行な方向に圧縮荷重を加える場合には約 2 倍、その他の場合には等倍とし、高分解能写真乾板に 2 重露光した。干渉じまを再生する時にはレーザー光のスポット径を 1 mm として point-by-point method により、圧縮軸、すなわち試料側面の中心線に沿った各点で試料の変位分布を求めた。本法では、レーザースポット内の平均的な変位量が干渉じまとして得られるようになっているので、この場合のゲージ長は Si₃N₄ のホットプレス方向に平行な方向 (Z 軸方向) では約 0.5 mm、それ以外では約 1 mm となった。ヤング率は応力とひずみから算出した。

III 実験結果

WC-Co 合金試料に圧縮応力を加えた場合の変位分布を、圧縮軸方向に沿って求めた一例を Fig. 2 に示す。ここでは Co 含有量が 25 wt% の試料に圧縮応力 52.9 MPa を加えた時の結果を示した。Fig. 2 で、縦軸は圧縮時の変位、横軸は試料の下端面からの距離 y を試料高さ H で除して規格化した値である。つまり、横軸の値 0 は同図中の模式図の A 点を示し、これは圧縮試験時における試料の下端面である。同様に横軸の値 1 は上端面 B 点を示している。なお、圧縮試験時に試験装置などの弾性変形により下端面 A もいくらか剛体変位するが、Fig. 2 ではその剛体変位量を差し引き A 点上では変位が 0 になるように描いてある。

これらの実験点を直線近似してみると、Co 含有量が 25 wt% の試料に限らずいずれの WC-Co 合金試料においても相関係数が 0.99 以上あったので、変位分布曲線は直線とみなすことができる。すなわち、測定方向においては変形が一樣であり、ひずみ分布の局所的な変化はないことが確認された。

ヤング率は応力とひずみから算出した。応力は荷重を試料断面積で除した値であり、試料軸に沿って一樣であ

Fig. 2 An example of displacement distribution along specimen axis A-B of WC-Co alloy determined by Speckle Photography.

Fig. 3 Variation in Young's modulus of WC-Co alloys with Co content.

Experimental points were taken from present work and from literature (4).

Fig. 4 An example of displacement distribution along specimen axis A-B of hot pressed α - Si_3N_4 determined by Speckle Photography (vertical to the hot pressing direction).

Fig. 5 Displacement distributions along specimen axis A-B of hot pressed α - Si_3N_4 determined by Speckle Photography. (parallel to the hot pressing direction)

ると仮定した。ひずみは変位分布曲線（実際は直線）の勾配である。5つの WC-Co 試料についてヤング率を計算し、Co 含有量に対してプロットすると Fig. 3 のようになった。引用文献からの値はピエゾ式の高周波縦振動法を用いて測定した結果⁴⁾であり、Co 含有量が多くなるとつれてヤング率が小さくなるという傾向は本実験でも定性的に一致している。なお、いっばんに引張や圧縮などの静的方法によって求められるヤング率は、動的方法で得られるヤング率よりも小さくなることが知られているが⁵⁾、本結果にもその傾向がみられる。

次に、ポットプレス Si_3N_4 について圧縮試験を行った結果を示す。

α - Si_3N_4 のホットプレス方向に垂直な方向に圧縮応力を加えた場合の変位分布曲線の一例を Fig. 4 に示す。Fig. 4 においても実験点の相関係数は0.99以上であったので、変位分布曲線は直線とみなすことができる。このことは圧縮応力の大きさを変えても同様であった。一方、ホットプレス方向に平行な方向に圧縮応力を加えた場合の変位分布曲線は Fig. 5 のようになる。Fig. 5 でも変位分布曲線は直線とみなすことができた。したがって、ホットプレス方向あるいはそれに垂直な方向の各々の軸方向では、不均一な圧縮変形は起こらず一様に変形し、ひずみ分布の局所的な変化はないものと思われる。これらの結果から、応力ひずみ曲線を描くと Fig. 6 のように

Fig. 6 Relation between stress and strain of hot pressed α - Si_3N_4 (●; vertical to the hot pressing direction, ○; parallel to the hot pressing direction)

Fig. 7 An example of displacement distribution along specimen axis A-B of hot pressed β - Si_3N_4 determined by Speckle Photography. (vertical to the hot pressing direction)

Fig. 8 Displacement distributions along specimen axis A-B of hot pressed β - Si_3N_4 determined by Speckle Photography. (parallel to the hot pressing direction)

なる。ホットプレス方向に平行な方向に圧縮応力を加えた場合、応力ひずみ曲線の勾配、すなわちヤング率は 3.23×10^2 GPa、またそれに垂直な方向では 3.02×10^2 GPa となり約7%の差がみられた。したがって、ヤング率にはホットプレス成形に起因すると思われる異方性があるということがわかった。

Fig. 7, 8, 9 に β - Si_3N_4 に対する圧縮試験の結果を示す。これらの図から、 α - Si_3N_4 の場合と同様に測定軸方向に沿ったひずみ分布の局所的な変化はないが、ホットプレス方向とそれに垂直な方向のヤング率はそれぞれ

Fig. 9 Relation between stress and strain of hot pressed β - Si_3N_4 . (●; vertical to the hot pressing direction, ○; parallel to the hot pressing direction)

3.02×10^2 GPa, 2.75×10^2 GPa と約10%の差があり、 β - Si_3N_4 においてもヤング率の異方性があることがわかった。

これらの異方性については岩崎²⁾、若井、松野、津野³⁾らによっても報告されており、その原因として、ホットプレス成形に伴う結晶粒の方位配列、特定方位への粒成長、さらに残留応力などが考えられている²⁾。

なお、 Si_3N_4 試料のホットプレス方向に垂直な方向のひとつである Fig. 1 のX軸方向に関しても圧縮試験を行った。結果は前記したY軸方向の結果とはほぼ同様であった。したがって、本実験に用いた Si_3N_4 はホットプレス方向軸 (Z軸) に関して軸対称であるということが確認された。

IV 結 論

スペックルフォトグラフィー法を用いて焼結高硬度材

料 (WC-Co 合金, ホットプレス Si_3N_4) のヤング率を測定した。その結果、本法は焼結高硬度材料のヤング率測定に最適な方法のひとつであることがわかった。

- (1) 標準的な方法で作製した WC-Co 合金では、圧縮変形時に圧縮軸方向のひずみは均一であり、試料内におけるヤング率の不均質はないことが確認された。
- (2) WC-Co 合金では、従来報告されている Co 含有量の増加に伴うヤング率の減少が、本法によっても再確認された。
- (3) ホットプレス Si_3N_4 では、ホットプレス方向に平行な方向のヤング率はそれに垂直な方向のヤング率よりも7~10%大きいことがわかった。このことからホットプレス成形体におけるヤング率の異方性が明らかとなった。

おわりに、本研究をすすめるにあたって御協力いただいた、東北大学工学部金属加工学科、川崎 亮博士および同学生、藤原一雅氏に、また、 Si_3N_4 試料および破面写真を御提供頂いた東芝タンガロイ 柳福原幹夫博士に感謝いたします。

文 献

- 1) 渡辺、鈴木、島田：粉末および粉末冶金, **33** (1986), 69.
- 2) 岩崎：セラミックス, **12** (1977), 34.
- 3) 若井、松野、津野：第34回名古屋工業試験所、所内研究発表会前刷, (1983), 1.
- 4) H. Doi, Y. Fujiwara, K. Miyake, and Y. Oosawa: Metallurgical Transactions, **1** (1970), 1417.
- 5) 幾原、上野、吉永：窯業協会誌, **93** (1985), 409.

会 告

(412頁より続く)

- 2A10 Direct HIP した窒化ケイ素の強度・破壊じん性 (豊田中研) ○鷹取一雅, 小林茂樹, 和田重孝
- 2A11 窒化ケイ素材料の微細組織と破壊靱性 (日本特殊陶業) ○浦島和浩, 多島 容, 松尾康史
- 2A12 窒化ケイ素の破壊挙動と微構造観察 (山形大工, 山形県工業技術センター*) ○来次浩之・菅野幹男・佐竹忠昭, 佐藤 啓*
- 2A13 Si_3N_4 -SiC 複合焼結体の機械的特性 (三菱瓦斯化学, 防衛大*) 伊崎寛正, 八京孝一, 安藤和弘, 川上殷正, 新原皓一*
- 2A14 Si_3N_4 -SiC 系複合材のホットプレス (鹿児島大工) ○小倉克彦, 福重安雄, 島田欣二
- 2A15 Si_3N_4 複合材料の特性 (東芝総研) ○米沢武之, 五戸康弘, 井上 寛, 柘植章彦

- 2A16 CVD 法 BN- Si_3N_4 複合セラミックス (新技術開発事業団, 東北大*) ○中重博之, 松波幸男, 松田敏紹, 平井敏雄*
- 2A17 機械加工可能な SiC の製造と特性 (防衛大, 新日曹化工*) 新原皓一, 山本 孝, ○竹本竜司, 菅沼要, 奥村正利*
- 2A18 高靱性 SiC-TiC セラミックス焼結体 (新日鉄第一技研) ○遠藤英宏, 種本 啓, 久保 紘
- 2A19 金属粉末添加 SiC の強じん化 (日立製作所, 日立研究所) 後藤明弘, 三吉忠彦, 児玉弘則
- 2A20 SiC ウィスカー強化 AlN 焼結体の破壊エネルギー (京都工繊大) 西田俊彦, ○川北晃司, 塩野剛司, 西川友三
- 2A21 炭素被覆 SiC ウィスカー/ Al_2O_3 複合体の機械的特性 (東北大工材研, 日産中研*) 安田英一, 田辺靖博, 片野 靖*, ○浜崎景久, 木村脩七

(425頁へ続く)