

論文 / 著書情報  
Article / Book Information

題目(和文)	破壊誘起アモルファス化機構によるナノ多結晶ステイショバイトの高靱化
Title(English)	
著者(和文)	吉田貴美子
Author(English)	Kimiko Yoshida
出典(和文)	学位:博士(工学), 学位授与機関:東京工業大学, 報告番号:甲第10519号, 授与年月日:2017年3月26日, 学位の種別:課程博士, 審査員:若井 史博,赤津 隆,尾中 晋,曾根 正人,矢野 豊彦,吉田 克己
Citation(English)	Degree:Doctor (Engineering), Conferring organization: Tokyo Institute of Technology, Report number:甲第10519号, Conferred date:2017/3/26, Degree Type:Course doctor, Examiner:,,,,,
学位種別(和文)	博士論文
Category(English)	Doctoral Thesis
種別(和文)	論文要旨
Type(English)	Summary

## 論文要旨

THESIS SUMMARY

専攻： Department of	材料物理学	専攻	申請学位 (専攻分野)： 博士 Academic Degree Requested	Doctor of (工学)
学生氏名： Student's Name	吉田 貴美子		指導教員 (主)： Academic Advisor(main)	若井 史博
			指導教員 (副)： Academic Advisor(sub)	赤津 隆

### 要旨 (和文 2000 字程度)

Thesis Summary (approx.2000 Japanese Characters )

二酸化ケイ素の高圧相であるステショバイトの微小粒径多結晶体, ナノ多結晶ステショバイト(NPS)は 30 GPa の硬さと 10 MPam<sup>1/2</sup>を超える破壊靱性を併せもつ. この NPS は, 進展するき裂の先端近傍で局所的にアモルファス相への相変態が起きる破壊誘起アモルファス化により高靱化する. このとき生成するアモルファス層の厚さは数十 nm と非常に薄いものであることから, NPS の高靱化はミクロスケールで起きていると考えられる. この微視的な高靱化機構の解明には, 同じく微視的な機械的特性の評価が必要と考えられることから, 本研究では微小試験を用いて NPS の微視的な破壊挙動を評価することで, NPS の優れた機械的特性の起源である破壊誘起アモルファス化機構のより詳細な解明を目指した. 本論文「破壊誘起アモルファス化機構によるナノ多結晶ステショバイトの高靱化」は, き裂進展によって生じる厚さ数十 nm のアモルファス層が, ステショバイトの破壊抵抗向上にいかにか寄与するかを明らかにするため, マイクロサイズ試験片を用いてき裂進展初期におけるミクロスケールの R-曲線及び破壊強度を評価したものである.

第 1 章「序論」では, 高圧合成されたステショバイト及び NPS の諸特性についてまとめ, 本研究の目的について述べた.

第 2 章「ナノ多結晶ステショバイトの R-曲線評価」では, マイクロカンチレバー試験片を用いて, NPS 試料の微視的 R-曲線を評価した. NPS 試料の R-曲線はき裂の進展開始とともに鋭く立ち上がり, 破壊抵抗値がわずかに 1  $\mu$ m のき裂進展で 3.5 MPam<sup>1/2</sup>から 8 MPam<sup>1/2</sup>まで増大することを見出した. この破壊抵抗値の急激な増大は, NPS 試料内を進むき裂の先端近傍において巨大な体積膨張を伴うアモルファス化が誘起される, 破壊誘起アモルファス化機構によりもたらされると考えられる. ジルコニアの応力誘起相変態強化機構との対比から, き裂周辺に生成するアモルファス層の厚さは数十 nm と推定され, NPS 試料が非常に薄いアモルファス層によって高靱化することを示した. また, 本研究で用いたマイクロカンチレバー試験片による微視的 R-曲線評価は, ナノスケールで作用する新たな高靱化機構の探索において有効な手段となりうるという.

第 3 章「ナノ多結晶ステショバイトの強度評価によるアモルファス化臨界応力の推定」では, マイクロカンチレバー試験片を用いて破壊強度を評価した. NPS は同寸法の試験片で測定した他のセラミックス材料よりも高い強度を示しており, 本研究で用いた最も小さな試験片からは 6.3 GPa の高強度が得られた. 相変態強化機構をもつ材料の場合, 破壊強度は相変態臨界応力の下限値となることから, NPS 試料のアモルファス化臨界応力は少なくとも 6.3 GPa よりも高く, ジルコニア系材料の 1~3 GPa とされる相変態臨界応力よりもはるかに高い応力を要すると考えられる.

第 4 章「ナノ多結晶ステショバイト微細組織が機械的特性に及ぼす影響」では, NPS 試料の合成温度保持時間を長くすることで格子ひずみ量の少ない試料を合成し, 微細組織の異なる NPS 試料の微視的 R-曲線及び破壊強度を評価した. 格子ひずみ量の異なる NPS 試料からはいずれも上昇型の R-曲線が得られたが, ひずみ量の大きい試料の方が 1 MPam<sup>1/2</sup>程度高い靱性を示すとともに, 強度も高くなった. これは, 格子ひずみにより生じる 1 GPa を超える内部応力が, アモルファス相の核生成エネルギーを低減させることにより, アモルファス化が促進されたためと考えられる. このように試料の微細組織がアモルファス化機構に与える影響を明らかにすることで, 微細組織の最適化による NPS 試料のさらなる機械的特性向上, 及び, 他の高圧合成材料における破壊誘起アモルファス化現象の発現が示唆される.

第5章「ナノ多結晶スティショバイトのき裂偏向特性評価」では、NPS 及びジルコニア試料のビッカースき裂の経路及び形状から、き裂偏向特性を評価した。き裂経路から導出した NPS 試料の偏向角度分布は低角度側に集中していることから、NPS 試料のき裂偏向の程度は他のセラミックス材料よりも小さいといえる。また、き裂形状から解析した NPS 試料のフラクタル次元が、他の多結晶セラミックス材料について報告されている破壊靱性との線形関係に当てはまらないことから、鋭く立ち上がる R-曲線を示す NPS 試料の特徴的な高靱化に対するき裂偏向の寄与は小さいと考えられる。さらに、NPS 試料の破壊靱性が粒径の小さい試料ほど向上することから、破面架橋機構の寄与も認められない。

第6章「結論」では、各章において得られた結果とともに、本論文の意義を述べた。

以上のように、わずかなき裂進展で破壊抵抗値が急激に増大する破壊誘起アモルファス化高靱化機構が微小欠陥に有効に作用することにより、NPS は優れた機械的特性を発現する。この新しい高靱化機構の発現には試料の微細組織が影響を及ぼすと考えられ、微細組織の最適化による機械的特性のさらなる向上とともに、他の材料系への応用が期待される。

備考：論文要旨は、和文 2000 字と英文 300 語を 1 部ずつ提出するか、もしくは英文 800 語を 1 部提出してください。

Note : Thesis Summary should be submitted in either a copy of 2000 Japanese Characters and 300 Words (English) or 1copy of 800 Words (English).

注意：論文要旨は、東工大リサーチリポジトリ(T2R2)にてインターネット公表されますので、公表可能な範囲の内容で作成してください。

Attention: Thesis Summary will be published on Tokyo Tech Research Repository Website (T2R2).

(博士課程)  
Doctoral Program

## 論文要旨

THESIS SUMMARY

専攻 : Department of	材料物理学	専攻	申請学位 (専攻分野) : Academic Degree Requested	博士 (工学) Doctor of
学生氏名 : Student's Name	吉田 貴美子		指導教員 (主) : Academic Advisor(main)	若井 史博
			指導教員 (副) : Academic Advisor(sub)	赤津 隆

要旨 (英文 300 語程度)

Thesis Summary (approx.300 English Words)

The development of strong, tough, and damage-tolerant ceramics requires nano/microstructure design to utilize toughening mechanisms operating at different length scales. This strategy calls for testing to characterize R-curve behavior at different length scales. Here, we developed a micro-mechanical test method using micro-cantilever beam specimens, and applied it to determine the early part of R-curve of nanocrystalline stishovite that exhibits fracture-induced amorphization. Stishovite is a high-pressure phase of silicon dioxide, and has the highest hardness (30 GPa) of any stable/metastable oxide under ambient temperatures. Recently, Nishiyama found that a nanocrystalline stishovite with the grain size of around 100 nm had a fracture toughness of 13 MPam<sup>1/2</sup> by indentation fracture method (IF method). The metastable stishovite transforms to amorphous by fracture. In analogy to the transformation toughening of zirconia, the fracture-induced amorphization can be a toughening mechanism of stishovite. The fracture resistance measurement by using micro-cantilever beam specimens revealed very steep rising R-curve of stishovite whose narrow transformation zone of a few tens of nanometers is very effective to increase the fracture resistance by a few micrometer crack extension. Steep initial slopes are desirable for R-curves because materials that achieve high toughness at small crack length also achieve high strength. The fracture strength of stishovite evaluated by micro-cantilever testing was 6.3 GPa, and it indicates that the critical stress for amorphization of stishovite is much higher than that value. We also discussed the effect of microstructure of stishovite samples upon toughness and strength, and suggested that the mechanical properties of nanocrystalline stishovite would be further improved by optimizing the microstructure.

備考 : 論文要旨は、和文 2000 字と英文 300 語を 1 部ずつ提出するか、もしくは英文 800 語を 1 部提出してください。

Note : Thesis Summary should be submitted in either a copy of 2000 Japanese Characters and 300 Words (English) or 1 copy of 800 Words (English).

注意 : 論文要旨は、東工大リサーチリポジトリ(T2R2)にてインターネット公表されますので、公表可能な範囲の内容で作成してください。

Attention: Thesis Summary will be published on Tokyo Tech Research Repository Website (T2R2).