



Mechanical Properties and Microstructural Characterization of Light-Weight Ceramics

著者	Kolan Madhav Reddy
号	58
学位授与機関	Tohoku University
学位授与番号	工博第004876号
URL	http://hdl.handle.net/10097/58928

マドハブ レディ コラン 氏 名 Kolan Madhav Reddy 授 与 学 位 博士 (工学) 平成25年9月25日 学位授与年月日 立授与の根拠法規 学位規則第4条第1項 と大学大学院工学研究科(博士課程)知能デバイス材料学専攻 [科, 専攻の名称 東 学 軽量セラミックスの機械的性質および微細構造評価 位 論 文 題 目 滇 東北大学教授 明偉 指 員 陳 教 陳 明偉 孝 論 文 審 査委 員 主査 東北大学教授 東北大学教授 後藤 東北大学教授 増本 俥

論文内容要旨

High performance ceramics usually have high hardness and low toughness and plasticity. Besides intrinsic brittleness associated with rigid covalent bonding, inclusions/porosity is the foremost characteristics that lead to their failure at low stress levels in a brittle manner. Several experimental investigations have been attempted for producing ceramics with improved mechanical properties based on grain size reduction and interface phases. However, these factors if not controlled properly, toughness and strength for ceramics materials are proven to be mutually exclusive. In this backdrop, the present thesis work aim to understand the influence of various factors such as grain size, porosity size, interface phases, and atomic defects on mechanical properties of light-weight ceramics.

Boron carbide (B_4C) atomic images were obtained using annular bright field scanning transmission electron microscopy (ABF-STEM). This image mode enables to understand the location of light elements in B_4C . The observed atomic images reveal 12-atom boron icosahedra in the form of atomic rings and 3 carbon atom chains as the dark lines linking the icosahedra. The atomistic observations on brittle deformed B_4C ceramic provide direct evidence for the formation of transgranular amorphous shear bands in boron carbide results from the disassembly of the icosahedra driven by shear stresses (Figure 1).



Figure 1. (a) ABF-STEM image of pristine surface B₄C shows the dark spots in linear chains indicates the carbon atoms that link the boron atomic rings of icosahedra. (b) ABF-STEM of B₄C deformed shows the icosahedra distortion at edges of the amorphous shear bands.

To reduce the B₄C brittleness, well tailored nanocrystalline B₄C microstructure with a homogenous distribution of nanosize pores and GB amorphous carbon was synthesized at relatively low temperatures. It was found that interplaying between the weak interface phase and nanopores *via.* GB sliding can produce effective room-temperature plasticity, and thereby gives rise to improved fracture toughness and strength (Figure 2).



Figure 2 SEM image of nanocrystalline B₄C fabricated micropillar using focused ion beam milling. (b) Microcompressed pillar showing detectable plasticity before intergranular fracture.

Further investigation was carried out on fully dense nanocrystalline silicon carbide ceramics with uniform distribution of crystalline carbon phases displayed the overall enhanced mechanical properties (Figure 3). This result indicates that nanocrystalline ceramics can be ultrahigh stress with the assistance of carbon phases that effectively induce dislocations contributing to detectable plasticity.



Figure 3 STEM image of as-synthesized nanocrystalline SiC (a) Bright field (b) Dark field showing fully dense and uniform distribution of carbon phases.

Finally, fully dense B₆O ceramic with multi-modal grain size (i.e.., nano- and micrograined) improved the mechanical properties especially strength and toughness by crack deflection toughening mechanism. The microstructures of deformed B₆O reveal the formation of nanoscale transgranular shear amorphous bands occurs mainly in large grain size.



Figure 4 A typical engineering stress vs. engineering strain curves for different diameters micropillar size of B_6O subjected uniaxial compression shows the size dependency and brittle failure.

論文審査結果の要旨

Kolan Madhav Reddy 氏は「軽量セラミックスの機械的性質および微細構造評価(Mechanical Properties and Microstructural Characterization of Light-Weight Ceramics)」の題目で博士論文発表 を行った。論文の構成は以下の通りである。

第1章 緒言(セラミックスの分類・変形・強化、ナノセラミックス、構造解析、等)

第2章 実験方法(材料作製、構造評価、機械特性評価、等)

第3章 B₄Cの原子レベル構造と変形挙動

第4章 ナノ結晶 B₄C セラミックスの微細組織と機械特性

第5章 ナノ結晶 SiC セラミックスの微細組織と機械特性

第6章 ナノ結晶 B₆O セラミックスの微細組織解析と機械特性

第7章 結言

また、本論文で得られた主な結果は以下の通りである。

本研究では、超高強度かつ強靱性な炭化ホウ素および酸化ホウ素等のセラミックスの創製へ向け、材料中の粒径、粒界構造、空隙率、および原子スケール構造欠陥の影響について理解することを目的とした。高強度セラミックスである B₄C、SiC、B₆O をインデンテーション法により変形させ、微細構造の変化を透過電子顕微鏡により直接観察することにより、それらのセラミックスの変形機構を明らかにした。また、B₄C の結合状態と変形挙動を透過電子顕微鏡による直接観察により明らかにした。さらに、B₄C のシェアバンド形成と非晶質化、SiC の粒界滑りによる塑性変形を解明した。

第3章では、B₄Cの原子構造と変形により導入されたアモルファスシアバンドについて、最新の収差 補正走査型透過電子顕微鏡を用いた解析を行った。特に、最近開発された環状明視野像法を用いて、軽 元素の原子構造観察を試みた。観察の結果、B₄Cの構造中には3種類の原子チェーン (C-B-C,C-V-C,C-C-C(Vは空孔))が存在することが示唆された。また、変形により導入されたシアバ ンドは、歪んだ20面体構造単位を含むアモルファス構造であることが観察され、特に原子チェーンの 部分が容易に壊れることが明らかとなり、変形機構に新たな知見を与えた。

第4章では、ナノポアとアモルファスカーボン粒界が均一に分散されたナノ結晶 B4C セラミックスの 機械特性を調べた。脆い B4C の機械特性を、ナノポアと弱い粒界相が効果的に改善していることが明ら かとなった。

第5章では、結晶カーボン相が均一分散したナノ結晶 SiC セラミックスの機械特性を調べた。SiC は 結晶カーボン相の存在によって非常に高い応力を保つことができることがわかった。結晶カーボンは、 延性に寄与する転位を、脆い SiC に効果的に導入する役割を果たしていると考えられる。

第6章では、B₆Oの微細組織と機械特性について系統的に調べた。原子レベルの透過電子顕微鏡観察 により、B₆Oの粒界には第2相の存在は確認されなかった。その代わりに、B6Oの結晶粒には様々な 大きさのものが存在し、小さいものが高強度に寄与し、大きいものが靱性に寄与していることが明らか となった。

このように、本論文では高い水準の研究が遂行されており、内容は極めて独創的で価値のあるものと 言える。

よって、本論文は博士(工学)の学位論文として合格と認める。