

## 審査の結果の要旨

氏名 董 亜麗

$\text{Al}_2\text{O}_3$ は最も広く用いられている構造用セラミックスであり、古くかから破壊挙動が数多く研究されている。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ は結晶方位によって熱膨張係数の異方性を持ち、結晶粒間の熱応力や熱応力によって生じたマイクロクラックが材料全体の破壊挙動に大きな影響を及ぼすことが知られている。これまで多くの破壊機構や破壊モデルが提案されてきたが、高温（プロセス温度  $1400^\circ\text{C}$ ）からの冷却過程での亀裂進展挙動は、熱応力分布、マイクロクラックの累積、材料定数など、温度変化によって刻々と変化する要因の影響を複雑に受ける。そのため、破壊挙動の理解のためには室温から高温で、連続的な亀裂進展挙動の観察や熱応力（ひずみ）分布の測定が必要である。しかし、 $1000^\circ\text{C}$ 以上の高温では観察対象からの可視～赤外領域の輻射光が顕著になり観察画像のコントラストが変化するため、通常の光学顕微観察や画像解析によるひずみ分布測定が困難である。そこで本研究では、亀裂進展挙動のその場観察および結晶粒オーダーのひずみ分布のマッピング測定が室温から高温まで可能なシステムを開発することを目的とした。

第1章では、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ の亀裂の高温その場観察およびひずみ分布測定の必要性を示すとともに、これまでに開発されたマイクロ領域の高温その場観察手法および二次元ひずみ分布測定技術について概説した。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ の破壊挙動の理解のためにシステムに要求される条件を議論し、光学顕微観察と画像相関法（DIC）を組み合わせた観察・測定システムの構築を提案した。提案する技術の新規性、利点、予想される問題点を整理し、本研究の位置づけと目的を明らかにした。

第2章では、前章で示した条件を満たす新しい高温顕微観察システムの構築を行った。高温で発生する輻射光を光学フィルタを用いて遮断し、紫外光を照明として用いることで輻射光の影響を受けずに高温で光学顕微観察できる手法を提案した。要求性能に応えるシステム構成を議論し、使用する機器を選定しシステムの作製を行った。得られたシステムを用いて多結晶  $\text{Al}_2\text{O}_3$  表面のビッカース圧痕を  $1400^\circ\text{C}$  で鮮明に観察できることを確認し、室温から  $1400^\circ\text{C}$  まで輻射光の影響を受けずに連続して光学顕微観察が可能なシステムを初めて実現した。

第3章では、第2章で構築したシステムの光学システムとしての詳細な評価を行った。ビッカースインデンテーションを行った多結晶  $\text{Al}_2\text{O}_3$  に熱サイクル負荷をかけ、熱サイクル中の圧痕およびインデンテーション亀裂の観察を行った。この観察を通してシステムの空間分解能、検出能力、撮影画像のコントラストを評価した。熱サイクル中の亀裂治癒挙動

による亀裂長さの変化を観察し、1400°Cで開口変位が数十 nm の亀裂まで検出できることを確認した。得られた画像のコントラストは室温～1400°Cまで全く変化しなかった。クラック根元の 1.2 $\mu\text{m}$  の開口変位を室温、1400°Cで正確に測定でき、温度によらず 1 $\mu\text{m}$  レベルの空間分解能を持つことを確認した。また、レンズと観察対象物の間の雰囲気熱揺らぎなど観察精度に影響を与える要因を明らかにした。第 2 章及び本章から、DIC の適用が期待できる画像を 1400°Cで撮影する性能を有することを確認した。

第 4 章では、高温で使用可能なマイクロオーダーの DIC 用表面パターンの提案と作製を行った。様々なランダムな表面スペckルパターンを多結晶  $\text{Al}_2\text{O}_3$  上に作製し 1400°Cで熱曝露を行い、室温で用いられているマイクロパターンを高温で適用する際の問題点および高温用のマクロパターンをマイクロ領域の DIC に用いる際の問題点を整理した。高温下の反応によるパターンの消失、焼結や拡散によるパターン形状の変化が DIC の結果に大きな影響を及ぼす可能性があることを指摘した。また、作製したパターンの mean intensity gradient (MIG)、平均パターン径、パターン径分布、パターン総数と DIC による変位測定の実差の関係を調べた。得られた結果から高温での光学顕微観察で使用可能な表面パターンを提案した。さらに、セラミックス粉末と無機バインダの混合体（セラミックスペイント）の噴霧および研磨表面の摩耗という 2 つの方法で、提案したパターンを実現した。

第 5 章では、前章までに確立した観察システムと高温用マイクロパターンを用いて熱サイクル中の  $\text{Al}_2\text{O}_3$  表面のひずみを実際に測定した。現実の測定では、パターン材料と基材の高温での放射率の変化によるコントラスト低下や炉からの輻射光のために測定が困難となる場合があり、これらの影響を考慮した測定手法の選択が必要であることを明らかにした。放射率変化の影響を受けにくい試験条件を考慮し、多結晶  $\text{Al}_2\text{O}_3$  表面に摩耗パターンを導入した材料を抵抗炉で加熱した結果、室温を基準とした 1400°Cにおける熱ひずみの二次元マッピング図を得ることに成功した。

第 6 章では、本研究を通じて得られた知見をまとめ、開発した高温光学顕微観察・ひずみ測定システムの有効性および今後の展望について述べた。

以上のように、本研究は室温から 1400°Cの間で温度が変化する条件下で、光学顕微観察レベル（最小視野：769  $\mu\text{m}$ ×767  $\mu\text{m}$ 、分解能：~1 $\mu\text{m}$ 、画素分解能：0.8 $\mu\text{m}$  /pixel）で多結晶  $\text{Al}_2\text{O}_3$  の亀裂観察およびひずみ分布測定を連続的に行うことに初めて成功したものである。この成果を  $\text{Al}_2\text{O}_3$  の破壊挙動の研究に利用することで、これまで熱負荷後の観察や理論解析、シミュレーションから推定していた熱サイクル中のクラック進展や熱ひずみ分布を直接知ることができるようになり、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  の破壊挙動の理解、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  を用いた構造材料の安全な使用に大きな貢献が期待できる。また、様々な雰囲気中で長時間、非接触でひずみや変形のマッピング測定を行えることから、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  以外のセラミックス、金属にも応用可能で、また破壊挙動以外にも焼結過程、結晶成長、高温酸化・腐食、クリープ挙動など多くの高温挙動の理解に応用が期待でき、マテリアル工学の発展に広く寄与することが可能である。よって本論文は博士（工学）の学位請求論文として合格と認められる。