TEM 内その場観察法による窒化ケイ素の粒内破壊に伴う亀裂進展経路の同定

東京大学大学院工学系研究科総合研究機構(現在：九州大学産学連携センター) 井 誠一郎

東京大学大学院工学系研究科総合研究機構(現在：熊本大学工学部) 岩 本 知 広

東京大学大学院工学系研究科総合研究機構 松 永 克 志

東京大学大学院新領域創成科学研究科 山 本 剛 久

東京大学大学院工学系研究科総合研究機構 幾 原 雄 一

Fig. 1 窒化ケイ素中に導入された亀裂の明視野像.

Fig. 2 [0001]方向から見た窒化ケイ素の原子投影図.

材料設計の高度化に伴い、原子レベルで材料の破壊現象を理解することが求められている。本研究では、セラミック材料における脆性破壊現象の理解を目的として、代表的な構造用セラミックスである窒化ケイ素の粒内破壊に伴う亀裂進展挙動の解析を行った。本実験では、TEM内で試料に直接亀裂を導入するために、ピエゾ駆動式の圧子を装着した試料ホルダーを用いたその場実験を行い⁽¹⁾、さらに、想定される各亀裂モデルから得られたシミュレーション像と比較することで原子レベルでの亀裂進展経路の同定を試みた。**Fig. 1**にTEM内で導入された亀裂の明視野像を示す。窒化ケイ素結晶粒内における亀裂は $\{1100\}$ 面上を $[1120]$ 方向に進展するが、**Fig. 2**に示した窒化ケ

Fig. 3 粒内破壊に伴う亀裂破面の高分解能像.

イ素の $[0001]$ 原子投影図からわかるように、その破面としてaからfで示される6種類の亀裂進展経路が想定される。**Fig. 3**は、**Fig. 1**に示した亀裂の高分解能電子顕微鏡像である。これより、破面の終端面まで構造が明瞭に観察でき、亀裂破面が原子レベルでも平坦であることがわかる。さらに、**Fig. 3**中の左側に挿入したシミュレーション像からわかるように、観察された亀裂はモデルa(Si層間)で示した経路を進展していることが明らかとなった。今回得られた結果は、本その場観察手法が原子レベルでの亀裂進展経路の同定のみならず、表面構造の解析に対しても極めて有効な方法となることを示している。

文 献

- (1) S. Ii, C. Iwamoto, K. Matsunaga, T. Yamamoto and Y. Ikuhara: Journal of Electron Microscopy, **53**(2004), 121-127. (2004年8月24日受理)

Identification of Transgranular Crack Path in Silicon Nitride by TEM *in-situ* Observation; Seiichiro Ii*, Chihiro Iwamoto**, Katsuyuki Matsunaga***, Takahisa Yamamoto****, Yuichi Ikuhara***** (*~****,*****Institute of Engineering Innovation, School of Engineering, University of Tokyo, Tokyo. *Present address: Art, Science and Technology Center for Cooperative Research, Kyushu University, Kasuga. **Present address: Department of Mechanical Engineering and Materials Science, Faculty of Engineering, Kumamoto University, Kumamoto. ****Department of Advanced Materials, Graduate School of Frontier Sciences, University of Tokyo, Tokyo)

Keywords: silicon nitride, transgranular crack, structural ceramic material

TEM specimen preparation: ion milling (final condition: 2.5 keV Ar⁺, irradiation angle 16°) TEM utilized: JEM-4010(400 kV)