## Investigation of Mechanism for Microstructural Changes in Hard-brittle Materials During Cyclic Nanoindentation

February 2021

KOSAI, Koji

主 論 文 要 旨

No.1

## 主論 文題名:

Investigation of Mechanism for Microstructural Changes in Hard-brittle Materials During Cyclic Nanoindentation

(繰返しナノインデンテーションによる硬脆材料の微視的構造変化メカニズムの解明)

ナノインデンテーションは材料の変形,脆性破壊,相変態など様々な微視的構造変化のメカニズムを調査できる重要な研究手法であり,すでに多くの研究が進められている.しかし,そのほとんどは1度のみ負荷/除荷を行った際の挙動にしか着目しておらず,実際の材料使用時や加工時の状態に近い繰返し負荷/除荷における微視的構造変化の研究は十分に進んでいない.そこで本研究では,代表的な硬脆材料として単結晶ゲルマニウム,多結晶材料であるジルコニア,およびアモルファス材料である溶融石英にそれぞれ繰返しナノインデンテーションを実行し,新たな微視的構造変化メカニズムの解明を試みた.圧痕の断面観察や荷重変位曲線解析などを通じて,従来の1回押込みの研究では確認されなかった新たな微視的構造変化を確認し、そのメカニズムを解明した.

第1章では本研究の背景、目的および概要について述べた.

第2章ではナノインデンテーションの従来研究について概説し、単結晶、多結晶、ア モルファス材料においてそれぞれ確認される基本的な微視的構造変化について述べた.

第3章ではナノインデンテーションにおける基本的な理論について述べた.

第4章では単結晶ゲルマニウムへの一定最大荷重における繰返しナノインデンテーションを行い、その結果について考察を行った.押込みサイクル間の保持荷重の大きさに応じて異なる微視的構造変化を確認し、そのメカニズムについて変形挙動などに基づき解明を行った.

第5章では多結晶材料であるイットリア安定化ジルコニアへの一定最大荷重における 繰返しナノインデンテーションを行った結果について考察を行った.一定最大荷重にお ける繰返しナノインデンテーションは1回押込みと比較して,主に圧痕の外において相 変態を促進することを確認した.また,その微視的構造変化モデルを提唱した.

第6章ではアモルファス材料である溶融石英に対して漸増最大荷重における繰返しナノインデンテーションを行い、その結果について考察を行った。漸増最大荷重での繰返しナノインデンテーションはラテラルクラックによる破壊を促進することに加え、外に向かって連なる2次ラテラルクラックの形成など、特徴的破壊挙動を示すことが確認された。また、それらのメカニズムについて考察を行った。

第7章では本研究の主な結論および今後の課題をまとめた.

(様式甲 4) Keio University

Nο

## Thesis Abstract

				<u>-</u>
Registration	■ "KOU"	□ "OTSU"	Name	KOSAI, Koji
Number	No.	*Office use only		

Thesis Title

Investigation of Mechanism for Microstructural Changes in Hard-brittle Materials During Cyclic Nanoindentation

Nanoindentation is an important research technique for investigating mechanism of microstructural changes such as deformation, brittle fracture, and phase transformation of materials. There are various previous studies, but most of them only focus on behaviors during single loading/unloading processes, and microstructural changes during cyclic loading/unloading processes, which is similar to situations of real material use and machining processes, have not been investigated enough. In this research, cyclic nanoindentation on representative hard-brittle materials of single-crystal germanium, polycrystalline zirconia, and amorphous fused silica is performed, and new mechanism of microstructural changes is investigated. Via cross-sectional observation of indents and load-displacement analysis, new microstructural changes which have never been reported in previous single nanoindentation tests are confirmed, and the mechanism is clarified.

Chapter 1 provides an introduction and overview of the issues related to this research. The research significance and the research objectives are also included in this chapter.

Chapter 2 provides a literature review of nanoindentation studies. Basic microstructural changes observed in single-crystal, polycrystalline, and amorphous materials are explained in this chapter.

Chapter 3 explains fundamentals of nanoindentation.

Chapter 4 presents multi-cyclic nanoindentation on single-crystal germanium. Microstructural changes depending on the holding load between indentation cycles are observed. The mechanism is revealed through various analyses like load-displacement analysis.

Chapter 5 deals with multi-cyclic nanoindentation of polycrystalline yttria stabilized zirconia. The results indicate that multi-cyclic nanoindentation promotes phase transformation outside the indents than single nanoindentation. The model of such microstructural changes is suggested.

Chapter 6 presents incremental-cyclic nanoindentation of amorphous fused silica. It is found that incremental-cyclic nanoindentation promotes brittle fracture by lateral cracks. In addition, there are some characteristic brittle fracture like secondary lateral cracks outside the inner lateral cracks adjacent to indents. The mechanism is also discussed.

Chapter 7 presents the overall conclusions from this research and the future works.