ジルコニアセラミックスの力学特性劣化機構の解明

Analysis on degradation of mechanical property of Ceramics Zirconia

ユ ー ザ ー 氏 名:松井光二 / Koji Matsui (東ソー株式会社 / TOSOH), 吉田英弘 / Hidehiro Yoshida

(物質・材料研究機構/NIMS),斎藤光浩 / Mitsuhiro Saito(東京大学 / The University of Tokyo)

実施機関担当者:押川浩之 / Oshikawa Hiroyuki,熊本明仁 / Akihito Kumamoto,幾原雄一 / Yuichi Ikuhara

(東京大学 / The University of Tokyo)

Key words

Ceramics Zirconia, mechanical property, phase transition

概要 / Overview

 Y_2O_3 添加によって構造安定化された正方晶 ZrO_2 多結晶体(Y-TZP)は、高強度・高靭性を持つ材料として利用されている。しかし高温や熱水中では正方晶 \to 単斜晶相変態に起因する強度劣化が発生するため常温使用に制限されている。

我々は「Y³+の不均一分布が、正方晶→単斜晶相変態を促進させる」との仮説をたてて、Y³+が均質分布するY-TZPを実現し、超高耐久性化に成功した。また、不均一なY-TZPの劣化初期の微細組織解析を行った結果、均質単相の超高耐久性化仮説の妥当性の裏付を得た。

 ${
m Y_2O_3}$ -stabilized tetragonal ${
m ZrO_2}$ polycrystal (Y-TZP) has excellent mechanical properties. However, it has been used only at room temperatures, because the degradation on mechanical properties caused by phase transition from tetragonal to monoclinic phase takes place at high-temperature or in hot water. Based on the assumption that the inhomogeneous distribution of ${
m Y^{3+}}$ ions accelerates the phase transition, we have successfully developed Y-TZP with homogeneous ${
m Y^{3+}}$ -ion-distribution. The nanostructure observations confirmed the mechanism of the degradation in hot water in conventional TZP and the origin of the high resistance against the degradation in the developed Y-TZP.

均質単相の作製

Synthesis of homogeneous single phase Y-TZP

- Y分布の均一化に成功した試料のSTEM-EDSによる結果をFig.1(a)に示す。同時に添加した微量のAl,Geの分布も示している。これらは粒界に微量存在している。劣化加速試験の結果をFig.1(b)に示す。図の縦軸は単斜晶/正方晶の比率、3YはYのみを添加した不均一試料、3Y-A,3Y-AGはYの他にAl,Geを添加しY原子の均一化に成功した試料。Yが均一な試料は単斜晶の生成がほぼ無く機械特性の劣化がほぼ無い。
- STEM image and corresponding EDS elemental mapping images of Y, AI, Ge in the newly developed, AI and Ge-doped Y-TZP are shown in Fig. 1(a). Change of the monoclinic fraction during the accelerated degradation test in hot water is shown in Fig. 1(b). In Fig. 1(b), 3Y denotes the conventional Y-TZP, and 3Y-A and 3Y-AG are the developed Y-TZP doped with AI and AI-Ge, respectively. Monoclinic phase insignificantly increased in the 3Y-A and 3Y-AG, resulting in no degradation of mechanical property.

Fig. 1(a)

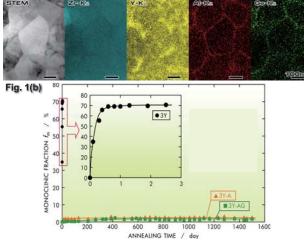


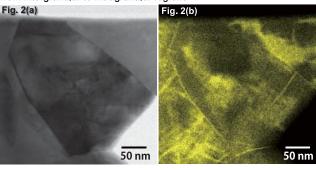
Fig. 1(a) STEM-EDSによる、均一試料でのZr, Y, Al, Ge原子の分布状態。Fig.1(b) 劣化加速試験下での単斜晶の比率の変化の状態。3Y-A, 3Y-AGでは変化がない。

Fig. 1(a) STEM image and corresponding EDS elemental mapping images of Y, Al, Ge in the newly developed, Al and Ge-doped Y-TZP. Fig. 1(b) Monoclinic fraction as a function of heat-treatment time in the accelerated degradation test in hot water (140°C).

機械特性劣化初期状態の微細構造解析

Nanostructure observation at the initial stage of the degradation

- Y** が不均一な従来のY-TZPのSTEM-EDSの結果をFig.2(a),(b)に示す。劣化加速試験初期のSTEM像 (c),(d),(e)を示す。結晶粒内に高Y** 濃度の領域が観察され、一方で最表面及び粒界近傍の低Y** 濃度領域から単斜晶へ変態していることを示している。 OH が最表面や粒界から酸素空孔を介して結晶粒内に拡散侵入して、相安定性の低い低Y** 濃度領域から単斜晶へ相変態させていることが考えられる。
- STEM image and EDS mapping of Y ions in the conventional Y-TZP are shown in Figs. 2 (a) and (b). Y³⁺ ions are non-uniformly distributed. In the early stage of degradation, the phase transition from tetragonal to the monoclinic phase started from low-Y³⁺ ion portions in the surface, and proceeded from intergranular to intragranular regions.



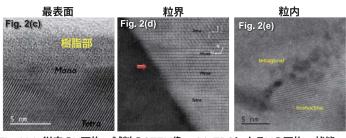


Fig. 2(a) 従来のY不均一試料のSTEM像。(b) EDSによるYの不均一状態。 Fig. 2(c),(d),(e) 劣化加速試験初期で、Y低濃度部で単斜晶への変態が観察 される。変態は最表面、粒界近傍、粒内の順で進行していく。

Fig. 2(a) STEM image and (b) corresponding Y mapping image of the conventional Y-TZP. The transition to monoclinic starts at the low Y³⁺ ion regions in the early stage (15 min) of the accelerated degradation test.

