

圧電セラミックスの静疲労伝ば特性

高知工科大学工学部知能機械システム工学科

有馬 誠

目次

1. 緒言

2. 材料および実験方法

3. 実験結果および考察

3-1. 電界とひずみの関係

3-2. 破壊じん性試験について

3-3. 静疲労き裂伝ば試験について

3-4. 破面状態

4. 結言

5. 謝辞

6. 参考文献

7. 付録

1. 緒言

誘電体といわれる物質には、構成原子がある程度正あるいは負に荷電し、イオン化していると考えられるものが多い。こうしたイオン性結晶に電界を印加した場合には、正イオンは陰極側に、負イオンは陽極側にそれぞれ静電的に引きずられてシフトし、また電子雲自身も変形を起こし、電気双極子を生ずる。この現象を誘電体の電気分極と呼ぶ。

結晶構造によっては、外部から電界を印加しなくても格子内の正電荷の重心と負電荷の重心の一致しないものがある。この場合には結晶内に自発分極が存在し、特に分極方向を電界によって変えることのできるものを強誘電体という。誘電体であればどんな物質でも強誘電体になる可能性があるかということ、そうではない。結晶は極性、中心対称性、晶族数、結晶系の立方、六方、正方、三方、斜方、単斜、三斜によって32種の点群に分類される。これらの点群は対称中心の有無によって2つに大別され、対称中心を持たない点群は21種ある。1種の例外を除き、これらに属する結晶は、ピエゾ電気直接効果と呼ばれる特定の方向に応力を加えると、片側に+、反対側には-の電気が現れて、電圧を発生するという性質を持ち、またこの結晶は、ピエゾ電気逆効果と呼ばれる外から電圧をかけると形がひずむ性質も持つ。このような性質を持つ結晶を圧電体という。

圧電セラミックスは通常、双極子のドメインの集まりが結晶になっていて、ドメインの向きはバラバラである。双極子とは、圧電セラミックスを製作する際、原料を成形し焼成工程の後で、温度を下げてゆくと急に結晶構造が変化して、原子のズレによって片側が+、反対側が-という分極のことをいう。ドメインは、1つの双極子のことで、粒子はドメインの集まりである。しかし、圧電体は電圧を発生する性質を持つため、バラバラの向きをしたドメインでは、結晶全体で見ると、極性が現れない場合や、どちらが+とも、-とも現れない場合がある。そこで、圧電セラミックスに高電圧をかけてバラバラの向きをとっている双極子を同一方向に揃える分極処理という工程を行う。

例として、チタン酸バリウム系セラミックスは、高電圧をかけるときは、スパーク防止にシリコン・オイルなどの絶縁油の中に入れ、結晶構造の乱れが起こって+と-の分極現象が消えてしまうキュリー点温度以上の130℃に加熱しながら行う。こうして数分から数時間で温度を下げてゆくうちに分極処理が行われ、エージングとして、二時間ほど80℃で加熱を続けると、圧電体セラミックスができる。

分極処理された圧電体セラミックスは、圧電効果を利用して応力を加えると電圧を発生するセンサーの機能と、逆圧電効果を利用して電圧をかけるとひずみが生じるアクチュエーターの機能を有す。すなわち圧電体セラミックスはセンサーとアクチュエーターの両機能を備えた知能材料として使用可能である。

知能材料である圧電体セラミックスを使用する上で、圧電体セラミックスの強度特性の把握が必要である。そこで圧電セラミックスの静疲労き裂伝ば特性につ

いて調査する。

静疲労とはセラミックス特有の挙動で、一定荷重下においてき裂が伝ばするものである。静疲労き裂伝ば特性を、応力拡大係数とき裂伝ば速度の関係から結論を導く。また、き裂を有する部材の強度を評価するために破壊じん性についても調査する。

2. 材料および実験方法

本研究に用いた材料は、市販の圧電セラミックス、PZT（フルウチ化学製）である。PZT はチタン酸鉛とジルコン酸鉛の固溶体であり、使用した PZT の Z r と T i の原子比率は 52 : 48、0.3w t % の N b を添加材として加えたものである。納入材は直径 42m m、厚さ 10m m のペレットで、板厚方向に 2.5M V / m の電界をかけて分極処理されたものであった。PZT の主な材料特性を表 1 に示す。

表.1 P Z T の材料特性

コンプライアンス [$10^{-12} m^2 / N$]	$s_{33} = 15.5$
圧電ひずみ定数 [$10^{-12} m / V$]	$d_{33} = 240$ $d_{31} = 110$
電圧出力係数 [$10^{-3} V m / N$]	$g_{33} = 24$ $g_{31} = 10$
電気機械 結合定数	$k_{33} = 0.61$ $k_{31} = 0.28$
密度 [g / cm^3]	7.6

ペレットは、ダイヤモンドブレードカッターを用いて、縦 6m m、横 10m m、厚さ 3m m の直方体の試験片を製作し、試験片の中央に、2m m のシェブロンノッチを付けた。試験片長手方向を分極方向と一致させた。したがって、き裂伝ば方向は分極方向に垂直な方向となる。試験片の形状および寸法、分極方向を図 1 に示す。

き裂観察面は、うすめ液をつけながら 1500 番、3000 番のダイヤモンド研磨シートを使って、研磨した。そして 1 μ m のダイヤモンドペーストでバフ仕上げを行った。

また 114° は、ダイヤモンドブレードカッターでシェブロンノッチを入れたときの刃の角度からなった。

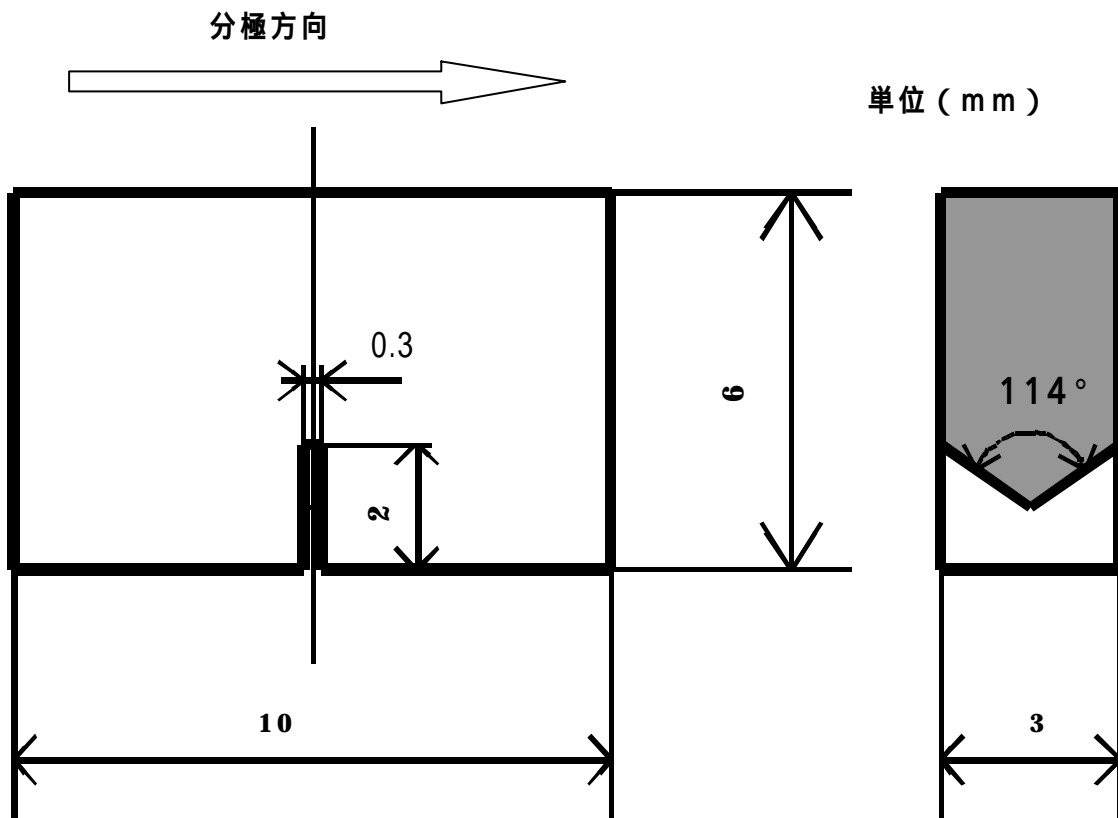


図 1 試験片の形状と寸法、分極方向

試験片に予き裂を導入するため予き裂導入用ジグを製作し、これを用いた。試験片の一部に圧縮力をかけて試験片を固定させ、ノッチ周辺を光学顕微鏡で観察しながら、くさびをゆっくりとノッチに圧入していき、予き裂を導入した。

予き裂導入用ジグを図2に示す。また予き裂の導入方法を模式的に図3に示す。

き裂長さの決定にはレプリカ法を用い、縦 5mm、横 10mmの長方形のアセチルロースをアセトンに浸して、試験片のき裂観察面のノッチ周辺に貼り付ける。このとき、試験片とアセチルロースの間に気泡が入らないように注意する。1～1.5分ぐらいで試験片に貼り付けたアセチルロースは乾燥するので、試験片から剥がし、それを光学顕微鏡で観測する。ノッチを含めたき裂長さは、2.6mm以内になるようにした。

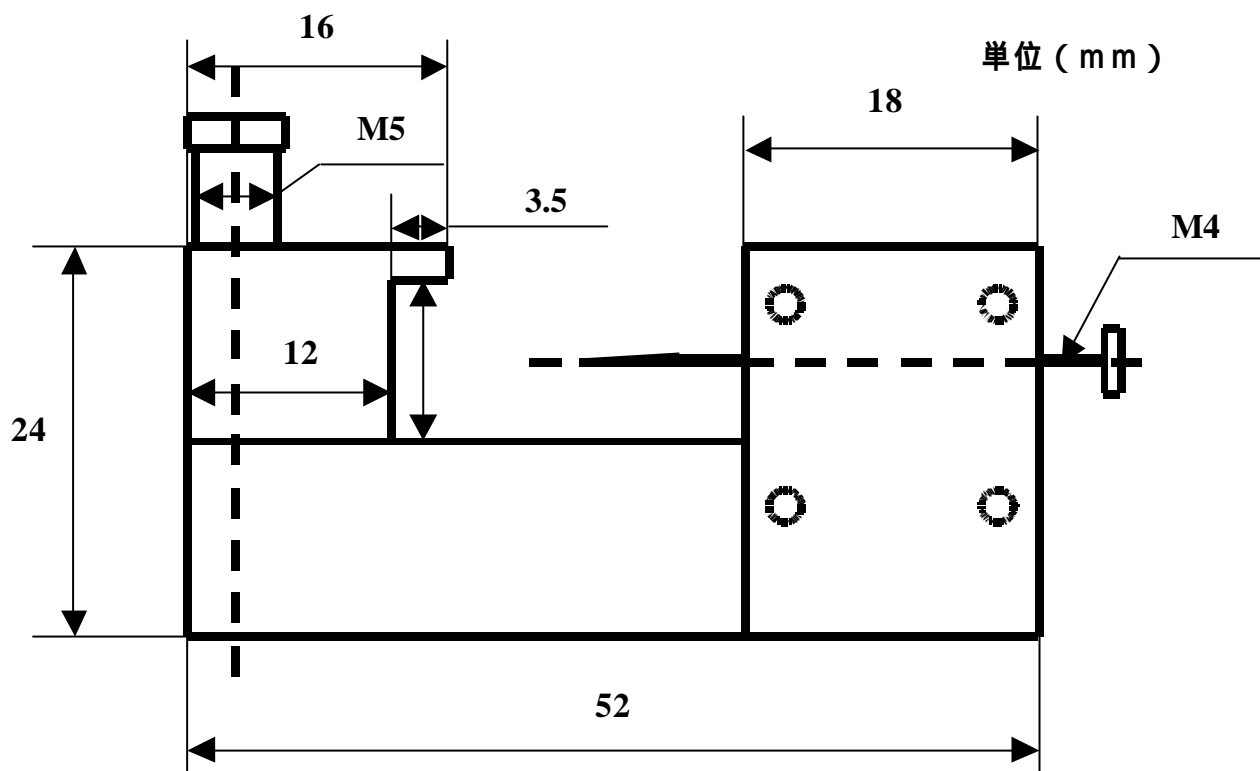


図 2 予き裂導入用ジグ

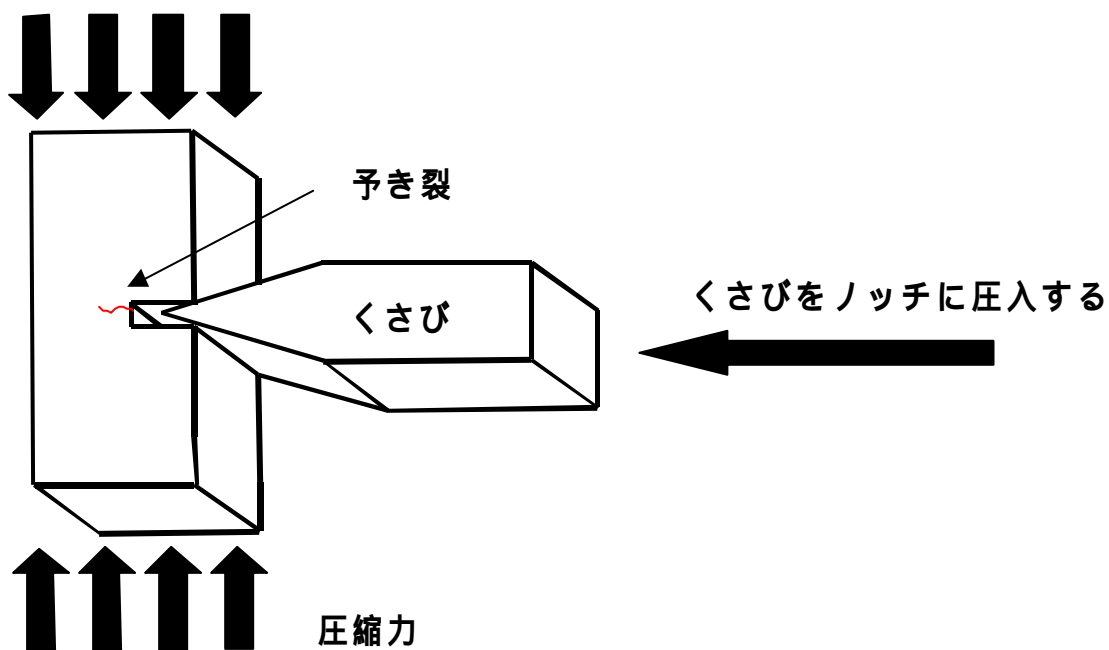


図 3 予き裂の導入

静疲労き裂伝ば試験は、研究室で製作した3点曲げ負荷形式の試験機を用いた。この試験機はてこを介して、おもりにより一定荷重を試験片に負荷するものである。また、試験片を支える支点間距離は8mmで、試験片にかけのおもりは、回転ジャッキによりゆっくりとかけていくことが可能である。負荷荷重は、ロードセル出力をデータロガーで測定することで決定し、試験中はパーソナルコンピュータでモニターできる。

試験片に電界をかける場合は、試験片に高圧直流安定化電源を接続する。試験片に正電界をかける場合は、試験片の+極側と高圧直流安定化電源の+極の耐压ケーブルを、試験片の-極側と高圧直流安定化電源の-極の導線をそれぞれはんだで接続する。逆に試験片に負電界をかける場合は、試験片の-極側と高圧直流安定化電源の+極の耐压ケーブルを、試験片の+極側と高圧直流安定化電源の-極の導線をそれぞれはんだで接続する。試験機に試験片をセットする際、試験機が水平につりあっていることを確認する。試験機の概略を図4に示す。

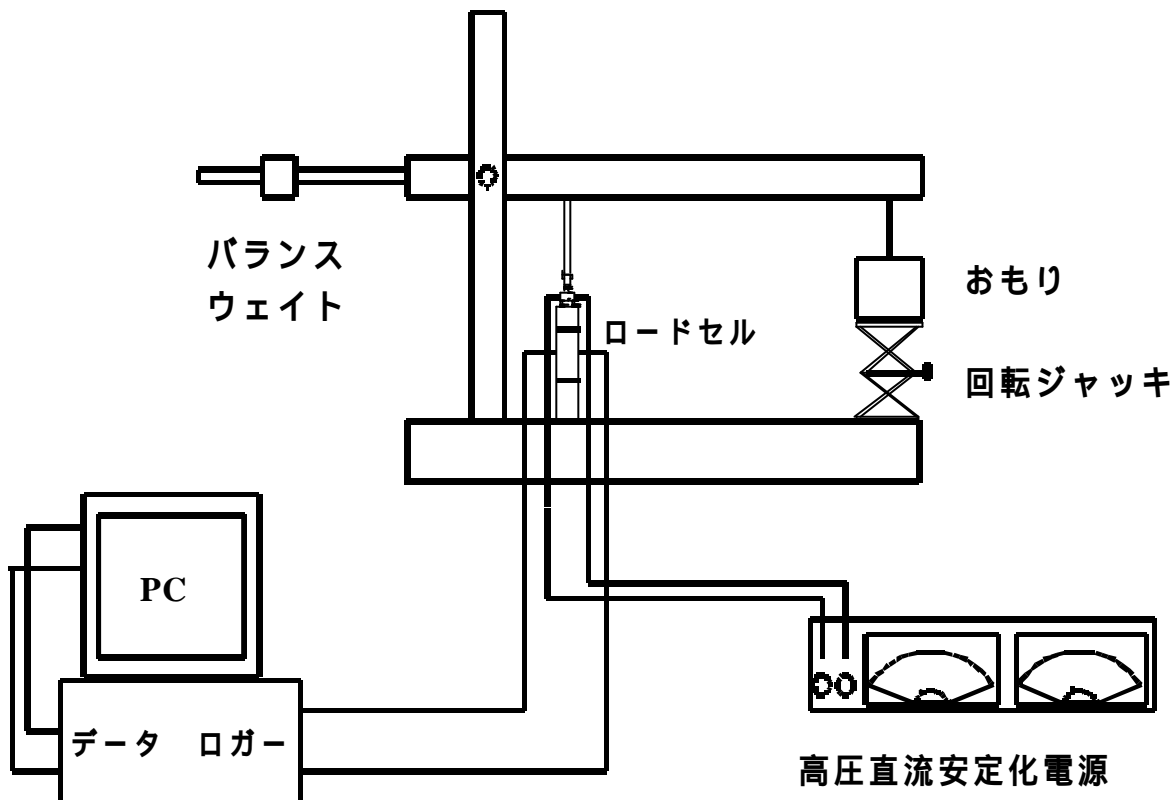


図 4 試験機の概略

本研究では、静疲労き裂伝ば速度を破壊力学における応力拡大係数を用いて評価した。

一般的に応力拡大係数は、き裂先端近傍の応力場の強さを代表するパラメータのことである。き裂長さが $2a$ のき裂を一個有する無限板に遠方で応力 σ が作用するとき、(1)式から応力拡大係数： K が求まる。応力拡大係数の単位は、 $(\text{応力} \times \sqrt{\text{長さ}})$ であり、 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ を用いる。

$$K = \sigma \sqrt{a} \quad (1)$$

本研究では、試験片は有限板を使用し、試験片の変形様式は開口形、いわゆるモードⅠと呼ばれる。モードⅠでの三点曲げ負荷による試験片の応力拡大係数： K は(2)式より計算される。ここでの S (mm) は試験片をささえる支点間距離、 P (N) は試験片への負荷荷重、 w (mm) は試験片の縦の長さ、 B (mm) は試験片の厚さ、 a (mm) はき裂長さをそれぞれ表す。 $F(V)$ は、(3)式と(4)式で表される値である。

$$K = \frac{3 \cdot S \cdot P}{2 \cdot W^2 \cdot B} \sqrt{a} \cdot F(V) \quad (2)$$

$$V = \frac{a}{w} \quad (3)$$

$$F(V) = 1.09 - 1.735V + 8.2V^2 - 14.18V^3 + 14.57V^4 \quad (4)$$

本研究では、一定荷重を試験片に負荷するため、(2)式よりき裂長さが伸びると応力拡大係数は増加することがわかる。

破壊じん性値は、試験片に徐々に荷重をかけていき、試験片が破壊したときの応力拡大係数のことをいう。そのため破壊じん性値を求めるときも(2)、(3)、(4)式を用いる。

試験片に、電界を負荷しない場合と、 $+0.3\text{MV/m}$ の正電界をかける場合と、 -0.3MV/m の負電界をかける場合の3種類について試験機を用いて試験片に荷重を徐々にかけていく。各試験片が破壊したときのそれぞれの荷重の値からそれぞれの破壊じん性値を求める。

試験片に、電界を負荷しない場合と $+0.3\text{MV/m}$ の正電界をかける場合はともに、試験機を用いて一定荷重を試験片に負荷する。試験片に一定荷重を負荷した時間と、き裂長さをレプリカ法から計測し、き裂伝ば速度と応力拡大係数を求め、横軸に応力拡大係数、縦軸にき裂伝ば速度を表すグラフをそれぞれつくる。き裂伝ば速度は、単位時間に伸びたき裂長さで、単位は m/s で表す。

3. 実験結果および考察

3-1. 電界とひずみの関係

試験片にひずみゲージを貼り、試験片に正負の電界をかけて、電界とひずみの関係を調べたものを図 5 に示す。このとき空気中では放電が生じるため、測定はシリコンオイル中で行った。

負荷電界が約 0.5MV/m までは、ひずみは電界にほぼ比例しているが、これ以上の電界においては、ひずみの増加割合が低下する。

次に電界を減少させていくと、ひずみは同じ経路を戻らず、ヒステリシスが生じることがわかる。負方向の電界でも同じ結果になっている。

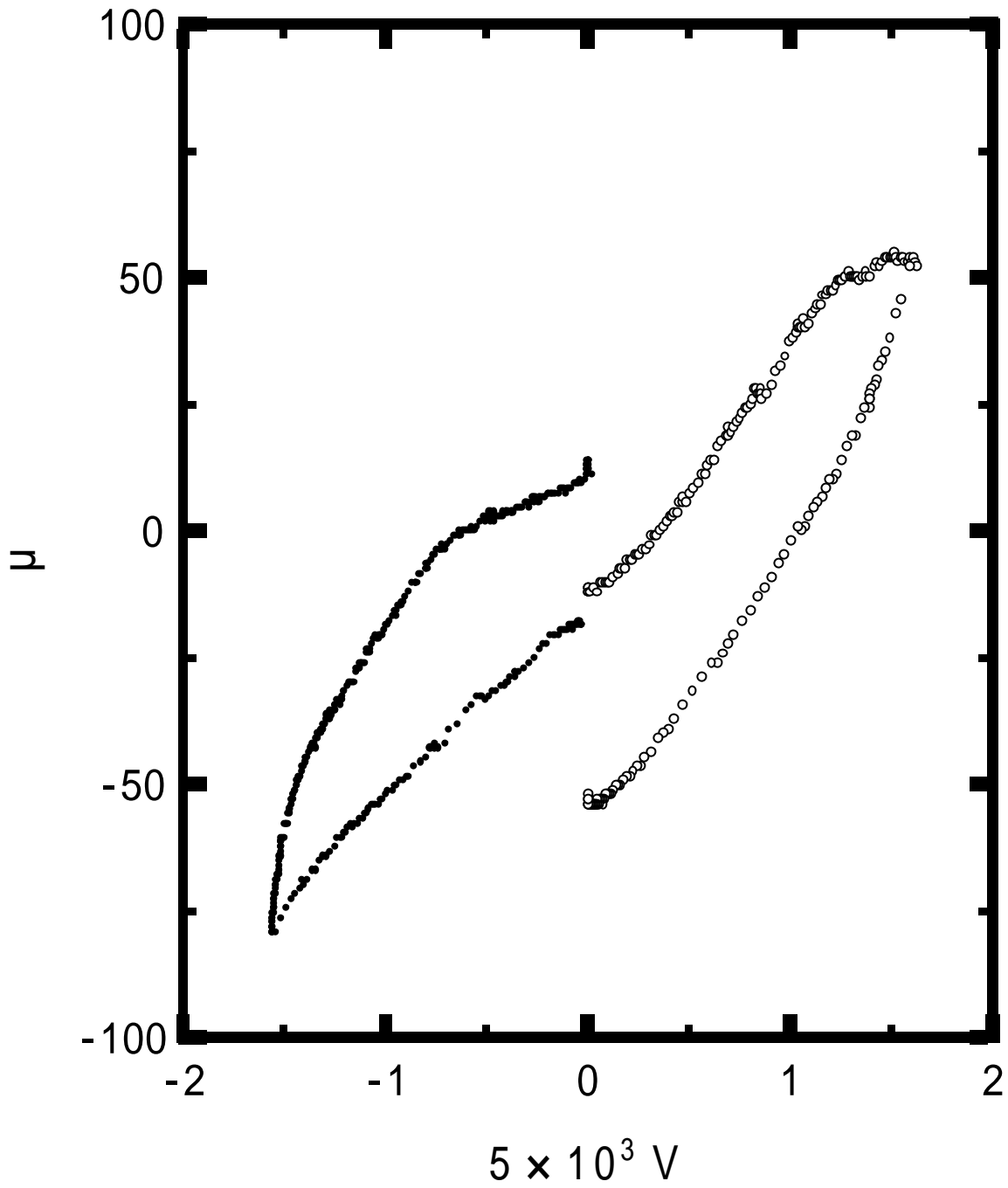


図 5 PZT における電界とひずみの関係

3-2. 破壊じん性試験について

破壊じん性試験に使用した試験片の寸法とき裂長さを表 2 に示す。

表 2 破壊じん性試験に用いた試験片の寸法とき裂長さ

試験片	w (mm)	B (mm)	a (mm)
E=0MV/m (電界負荷なし)	5.878	2.855	2.26
E= + 0.3MV/m (正電界負荷)	6.465	2.8	3.21
E = - 0.3MV/m (負電界負荷)	6.47	2.79	2.4

電界負荷なしの場合は、試験片に 109.55N を負荷したとき、試験片が破壊した。
+ 0.3KV/m の正電界をかけた場合は、試験片に 73.89N を負荷したとき、試験片が破壊した。
- 0.3KV/m の負電界をかけた場合は、試験片に 106.42N を負荷したとき、試験片が破壊した。
実験結果として、それぞれの試験片にかけた荷重の値と破壊じん性値との関係を表 3 に示す。

表 3 試験片にかけた荷重の値と破壊じん性値との関係

試験片	負荷荷重 (N)	破壊じん性値 ($MPa\sqrt{m}$)
E=0MV/m (電界負荷なし)	109.55	1.29
E= + 0.3MV/m (正電界負荷)	73.89	1.065
E = - 0.3MV/m (負電界負荷)	106.42	1.7

表 3 より破壊じん性値は、電界負荷なしの場合よりも電界をかけた場合のほうが小さかった。電界は、正、負ともに破壊じん性値に大きな変化は見られなかった。これより PZT は電界をかけると強度が低下する。

3-3. 静疲労き裂伝ば試験

静疲労き裂伝ば試験に使用した試験片の寸法とき裂長さを表 4 に示す。

表 4 静疲労き裂伝ば試験に用いた試験片の寸法とき裂長さ

試験片	w (mm)	B (mm)	a (mm)
E=0MV/m (電界負荷なし)	6.32	2.855	2.41
	5.98	3.4	2.35
E= + 0.3MV/m (正電界負荷)	6.152	2.861	2.65
	6.175	3.185	2.14
	5.982	2.955	2.14

電界負荷なしの場合の応力拡大係数とき裂伝ば速度の関係を図 6 に示し、正電界負荷の場合の応力拡大係数とき裂伝ば速度の関係を図 7 に示す。電界負荷なしの場合と正電界負荷の場合の比較をするため、き裂伝ば速度に及ぼす負荷電界の影響を図 8 に示す。

電界の有無にかかわらず、静疲労き裂伝ば速度は、応力拡大係数と相関があり、応力拡大係数の値が増加すると静疲労き裂伝ば速度は高くなることがわかる。また、両対数プロットでほぼ直線の関係が認められる。

電界負荷なしの場合と正電界を負荷した場合を比較すると、電界負荷なしの場合よりも+0.3MV/mの正電界を負荷した場合のき裂伝ば速度が高いことがわかった。

応力拡大係数は、き裂先端近傍の応力場の強さを表すパラメーターであるが、電界負荷なしの場合よりも電界を負荷した場合のほうが、き裂伝ば速度が高いということは、機械的な負荷に加えて電気的な負荷が存在するとき PZT は破壊しやすいことを意味している。すなわちき裂先端での機械 電気相互作用が生じて、これが静疲労き裂伝ば挙動支配しているものと考えられる。

破壊じん性値にも同様な傾向が見られ、静疲労き裂伝ばに及ぼす電界負荷の影響は、PZT の破壊において見られる傾向と一致することがわかった。

破壊じん性試験から得られた破壊じん性値と、静疲労き裂伝ば試験から得られたき裂伝ば速度に及ぼす負荷電界の影響とを合わせると、PZT は分極方向に電界をかけると破壊しやすくなることがわかった。

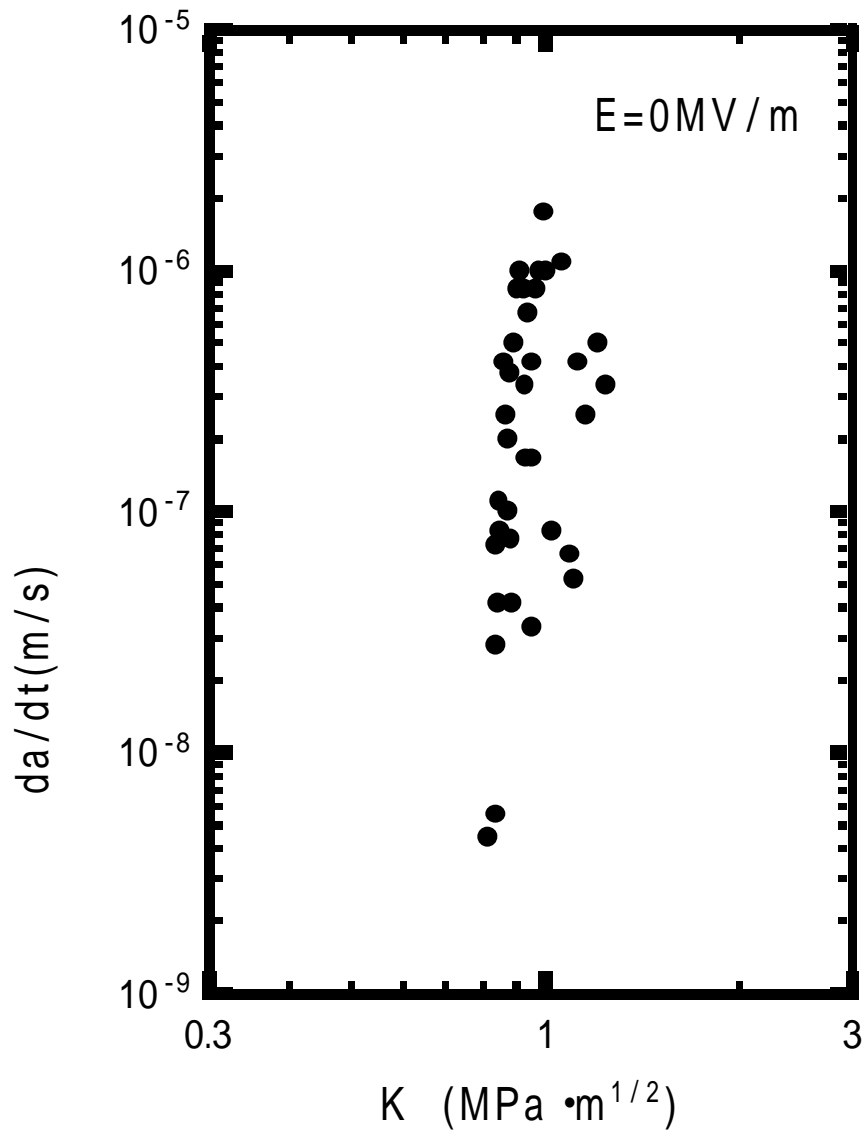


図 6 電界負荷なしの場合の応力拡大係数とき裂伝ば速度の関係

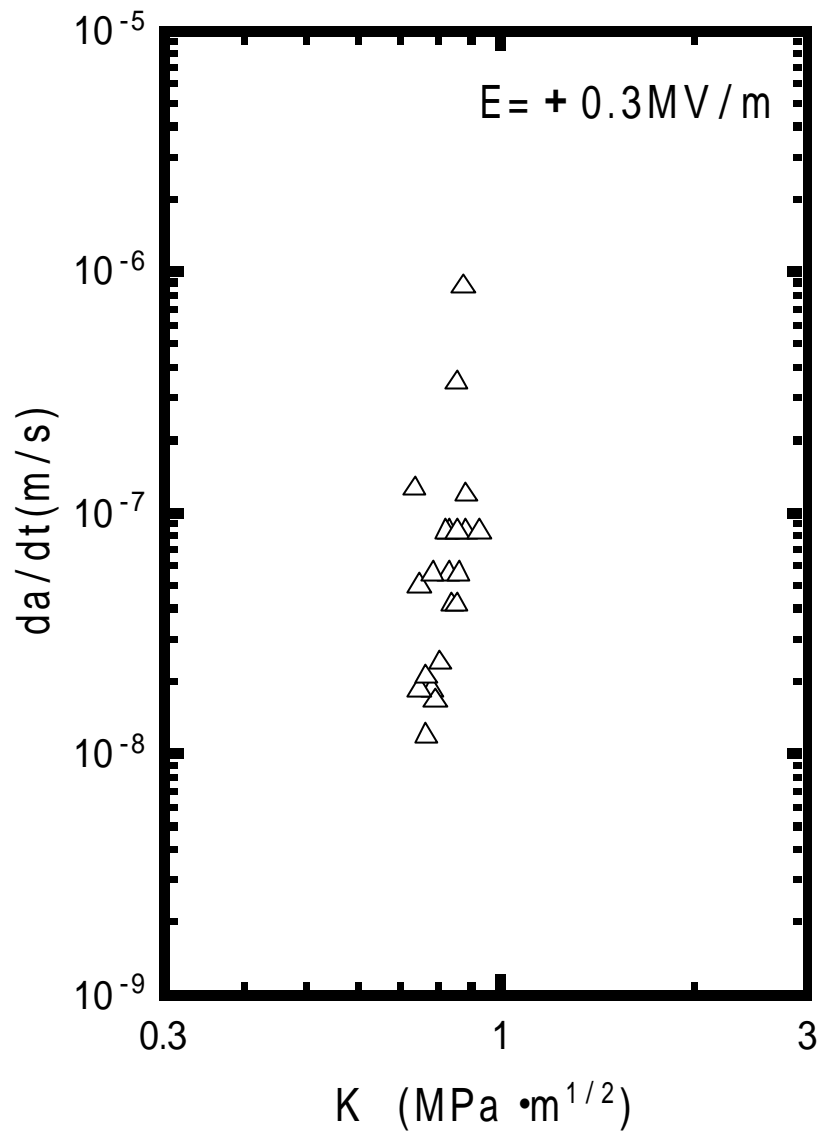


図 7 正電界負荷の場合の応力拡大係数とき裂伝ば速度の関係

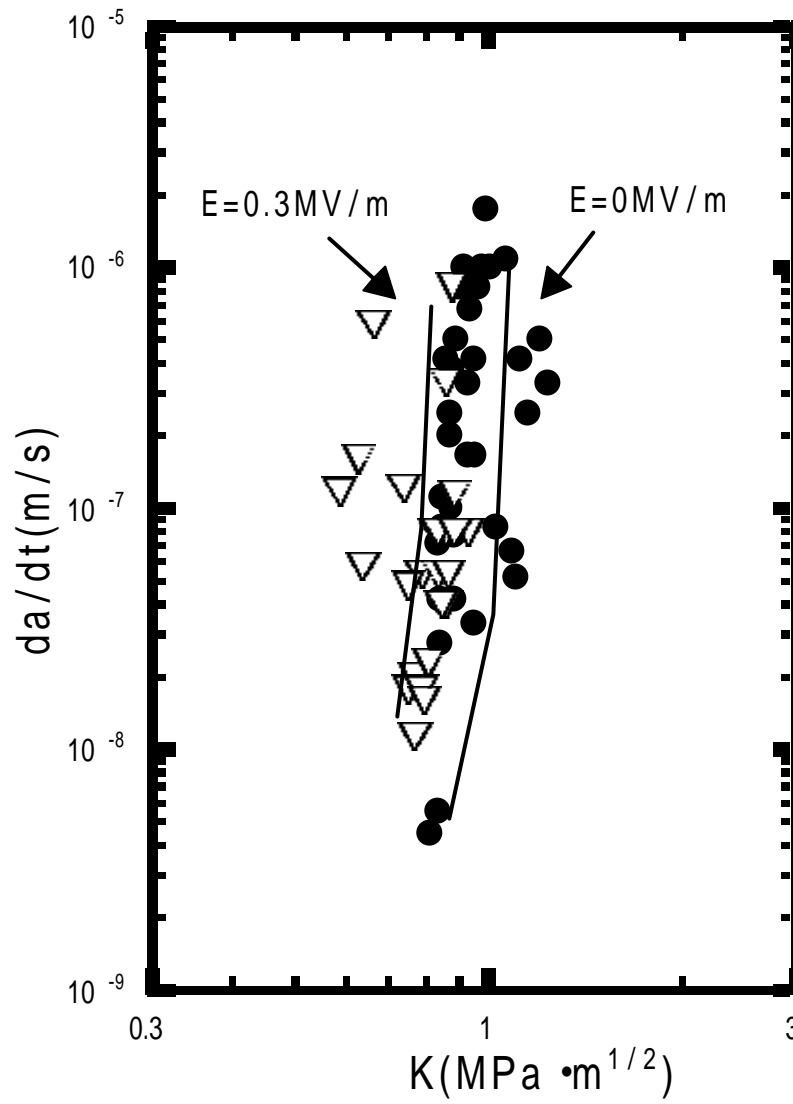


図 8 き裂伝ば速度に及ぼす負荷電界の影響

3-4. 破面状態

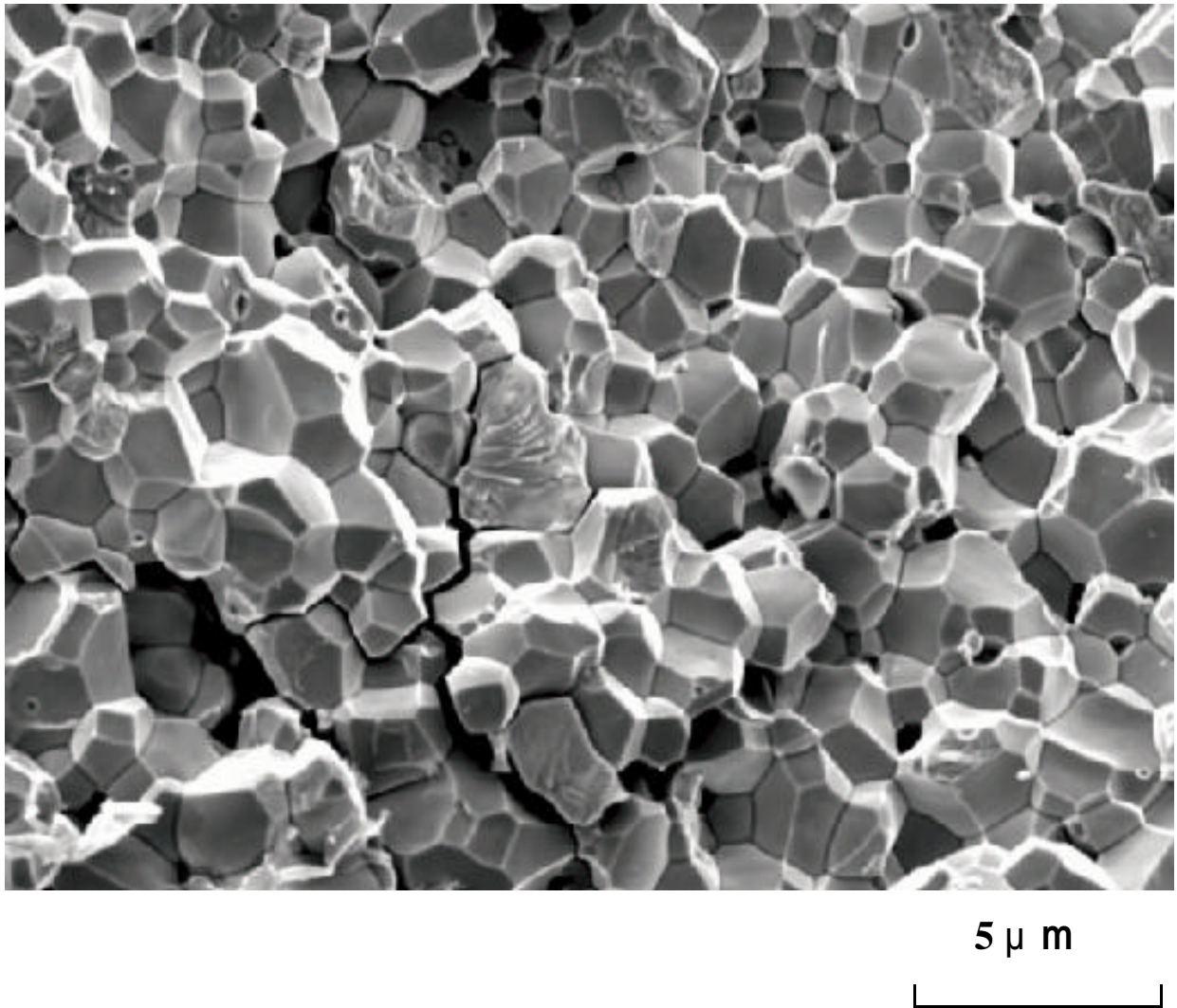


図 9 電界負荷なしの場合の破面状態

電界負荷なしで試験片が破壊したときの破面の状態を図 9 に示す。破面は粒界割れを起こしていることがわかる。

電界を負荷した場合の破面状態は同様であった。

4. 結言

1. PZT (Zr : Ti = 52 : 48) の破壊じん性値は、電界が存在すると低下する。
2. 圧電体セラミックス、PZT の分極方向に電界をかけた場合、静疲労き裂伝ば速度は、電界負荷なしの場合に比べて加速する傾向にある。
3. 静疲労き裂は、粒界割れにより伝ばする。

5. 謝辞

本実験研究および学部論文作成にあたり、御指導下さいました楠川助教授に心から感謝の意を表します。

6. 参考文献

- 1.材料強度学入門 村上理一 高尾健一 荻山博之 著
- 2.超先進構造・材料としての知的材料(5) 圧電材料
泉守 小野富男 足立忠晴

7. 付録

静疲労き裂伝ば試験より、試験片にかけた荷重、試験片に一定荷重を負荷した時間、そのときのき裂長さ、き裂伝ば速度、応力拡大係数を実験結果として示す。

電界負荷なしの場合

P(N)	t(s)	a(mm)	a(m)	a/ t(m/s)	K (MPa・m ^{1/2})
76.5	0	2.41			0.800317867
	7800	2.445	0.002445	3.13462E-07	0.812323916
	900	2.51	0.00251	2.78889E-06	0.835312681
	900	2.515	0.002515	2.79444E-06	0.837119823
	180	2.52	0.00252	0.000014	0.838932663
	240	2.53	0.00253	1.05417E-05	0.84257557
	90	2.54	0.00254	2.82222E-05	0.846241664
	120	2.55	0.00255	0.00002125	0.849931208
	60	2.575	0.002575	4.29167E-05	0.859259416
	100	2.6	0.0026	0.000026	0.868740084
	50	2.61	0.00261	0.0000522	0.872576004
	50	2.615	0.002615	0.0000523	0.874503458
	40	2.63	0.00263	0.00006575	0.880324221
	130	2.64	0.00264	2.03077E-05	0.884237087
	120	2.645	0.002645	2.20417E-05	0.886203335
	30	2.66	0.00266	8.86667E-05	0.892141774

	30	2.685	0.002685	0.0000895	0.902173696
	30	2.715	0.002715	0.0000905	0.914439715
	30	2.74	0.00274	9.13333E-05	0.924856745
	30	2.75	0.00275	9.16667E-05	0.929074461
	30	2.755	0.002755	9.18333E-05	0.931194384
	30	2.775	0.002775	0.0000925	0.939748776
	60	2.8	0.0028	4.66667E-05	0.950612872
	30	2.801	0.002801	9.33667E-05	0.951051455
	30	2.806	0.002806	9.35333E-05	0.953249061
	30	2.831	0.002831	9.43667E-05	0.964355614
	30	2.861	0.002861	9.53667E-05	0.977949803
	20	2.896	0.002896	0.0001448	0.994188659
	20	2.916	0.002916	0.0001458	1.003656733

P(N)	t(s)	a(mm)	a(m)	a/ t(m/s)	K (MPa · m ^{1/2})
77.7	0	2.925			1.012823965
	300	2.95	0.00295	9.8333E-06	1.026291596
	60	3.015	0.003015	0.00005025	1.062631861
	750	3.065	0.003065	4.0867E-06	1.091951693
	480	3.09	0.00309	6.4375E-06	1.107078494
	60	3.115	0.003115	5.1917E-05	1.122527115
	200	3.165	0.003165	1.5825E-05	1.154422386
	100	3.24	0.00324	0.0000324	1.204886349
	150	3.29	0.00329	2.1933E-05	1.240377847

+0.3MV/m の正電界をかけた場合

P(N)	t(s)	a(mm)	a(m)	a/ t(m/s)	K (MPa · m ^{1/2})
	0	2.65			
58.6	2700	2.7	0.00005	1.85185E-08	0.747540949
	2400	2.75	5E-05	2.08333E-08	0.765459355
	900	2.8	5E-05	5.55556E-08	0.784050378
	2100	2.85	5E-05	2.38095E-08	0.803351263
	600	2.9	5E-05	8.33333E-08	0.823400809
	1800	2.975	7.5E-05	4.16667E-08	0.854967655
	600	2.98	5E-06	8.33333E-09	0.857138708
	1800	3.13	0.00015	8.33333E-08	0.926457553

P(N)	t(s)	a(mm)	a(m)	a/ t(m/s)	K (MPa · m ^{1/2})
	0	2.14			
67.7	2100	2.24	0.00035	1.66667E-07	0.625724682
	780	2.365	0.000475	6.08974E-07	0.660311421
58.6	3900	2.415	0.00048	1.23077E-07	0.584176948
	22680	2.415	0	0	0.584176948
63.1	8400	2.44	0.000505	6.0119E-08	0.635994288
	1800	2.44	0	0	0.635994288
67.7	9300	2.44	0	0	0.682358372
72.2	4200	2.465	0.00053	1.2619E-07	0.735803359
76.7	2100	2.665	0.00073	3.47619E-07	0.855810102
	900	2.715	0.00078	8.66667E-07	0.876011828

P(N)	t(s)	a(mm)	a(m)	a/ t(m/s)	K (MPa · m ^{1/2})
	0	2.14			
67.9	3000	2.29	0.00015	0.00000005	0.748157172
	4200	2.34	0.00005	1.19048E-08	0.765217749
	2700	2.39	0.00005	1.85185E-08	0.782842479
	1500	2.415	0.000025	1.66667E-08	0.791877288
	1200	2.515	0.0001	8.33333E-08	0.829606697
	900	2.52	0.00005	5.55556E-08	0.831563443
	600	2.545	0.000025	4.16667E-08	0.841452736
	900	2.595	0.00005	5.55556E-08	0.861775677
	420	2.645	0.00005	1.19048E-07	0.88285994
	480	2.649	0.00004	8.33333E-08	0.884580884