

チタン基板上に水熱合成した BNT 膜の密着強さ

1. 緒言

材料にセンサ機能やアクチュエータ機能を持たせた「インテリジェント材料」に関して比較的発生力が大きく、応答性が良い圧電セラミックスの応用に関する研究が近年盛んに行われている⁽¹⁾。中でも電気機械エネルギー変換効率が高く、キュリー温度が高いことから PZT 系(チタン酸ジルコン酸鉛)の圧電セラミックスが主流を占めている。しかし、PZT は人体に有害な鉛を多く含んでいることから非鉛系(無鉛あるいは低鉛)の圧電セラミックスが望まれている。

本研究では水熱合成により非鉛系の圧電セラミックス BNT(チタン酸ビスマストリウム)を成膜した金属-圧電体複合材について、スクラッチ試験を行い膜の密着性を調査した。

2. 材料および実験方法

2.1 BNT の成膜

BNT の成膜には TiO_2 、 $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ 、 $NaOH$ を所定の割合で混合した反応液中に Ti 基板を加え水熱反応を利用する方法を用いた。反応温度は $150^\circ C$ である。試験片としては、納入されたままの Ti 基板(厚さ $0.2mm$)に 16 時間および 48 時間の合成を行ったもの(それぞれ AR16 材、AR48 材)、基板表面を化学研磨し 48 時間合成したもの(CP 材)、エメリー紙 240 番と 1000 番で仕上げ 48 時間合成したもの(それぞれ E240 材、E1000 材)の計 5 種類を準備した。成膜された BNT の走査型電子顕微鏡(SEM)例を図 1 に示す。

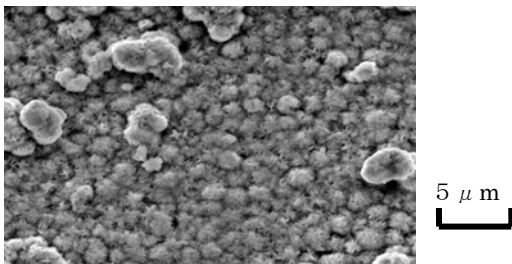


図 1. SEM observation of BNT

2.2 スクラッチ試験

本研究においては BNT 膜と基板との密着性を評価するためスクラッチ試験機を自作した。その機構を図 2 に示す。傾斜させた台に試験片を取り付け、固定されたダイヤモンド圧子(先端半径 $0.05mm$)に対して移動させることにより徐々に荷重を负荷しながらスクラッチさせる。平行ばね部と支持部に貼付したひずみゲージ出力より垂直荷重 F_n と摩擦力 F_v を測定するとともに AE 信号も検出できるようにした。スクラッチ速度は $1mm/min$ とし、各試験片に対し、3~6 回の測定を行った。スクラッチ痕はレーザー顕微鏡および SEM により観察した。

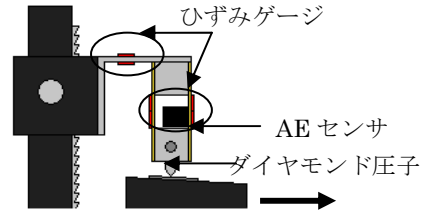


図 2. Mechanisms of scratching

3. 実験結果

CP 材における F_v - F_n 関係および AE 出力と F_n 関係の例をそれぞれ図 3 および図 4 に示す。いずれのプロットにおいても、 F_n の増加に伴って F_v および AE 出力の増加割合が急激に変化する点が存在する。この時の F_n をそれぞれ摩擦力および AE の臨界荷重(L_v および L_{AE})と定義した。

各試験片に対し、測定された L_v の結果を図 5 に示す。CP 材の L_v が他のものに比べて比較的大きくなっていることがわかる。この傾向は L_{AE} についても同様であった。また、反応時間で比較した場合、反応時間が短いと L_v が小さくなる。ただし L_{AE} では両者あまり差は見られなかった。また E240 と E1000 では表面粗さの小さい E1000 の L_v が高くなる傾向が見られた。

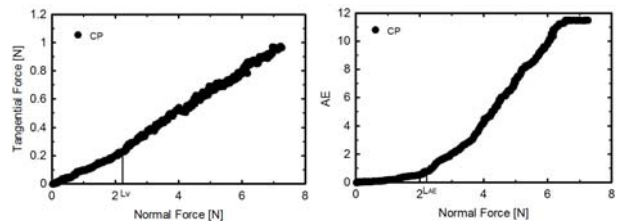


図 3. F_v - F_n curve 図 4. Change of AE signal

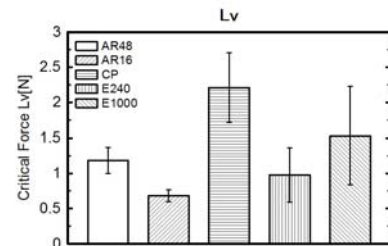


図 5. Critical Load L_v

4. 結論

自作したスクラッチ試験機を用いて各表面仕上げした純チタン基板上に水熱合成法により成膜した BNT の密着性について評価を行った。摩擦力が急激に増加する臨界荷重は基板を化学研磨により処理したものが最も高かった。また、成膜時間が短いものは臨界荷重が低下することがわかった。