

# BNT-金属複合材における界面密着強さに関する研究

材料強度研究室

井上 遼平

## 1 緒言

人体に有害な鉛を含まない圧電セラミックスの一種である BNT(チタン酸ビスマズナトリウム)を水熱合成法により純チタン基板上に成膜することが可能である<sup>(1)</sup>。水熱合成法は液相法であるため、曲面であったり、複雑な形状を有する基板上にも成膜が可能である。また分極処理や後処理を必要としないという特徴もあり、本方法による金属-圧電体材料を種々の知能化システムへ応用することが容易となる。本研究では実用時に必要となる信頼性確保の観点により、スクラッチ試験ならびインデンテーション法を用いて、水熱合成法により作製した純チタン-BNT 複合材料の界面の密着性の評価を試みた。

## 2.材料及び実験方法

### 2.1 試験片作製

純チタン基板(板厚 0.2mm、0.05mm)に水熱合成法により BNT を成膜した。出発材料となる、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3/5\text{H}_2\text{O}$  および  $\text{NaOH}$  を所定の割合で混合した反応液を用いて、 $150^\circ\text{C}$ 及び $120^\circ\text{C}$ 各 24 時間の反応で厚さ約  $7\mu\text{m}$  の BNT を得た。基板の表面処理はエメリー研磨( $1000\#$ )および化学研磨の 2 種類とした。

### 2.2 スクラッチ試験

スクラッチ試験には本研究のために作製された、図 1 に示すようなスクラッチ試験機を用いた。固定されたダイヤモンド圧子に対し、試験片を固定した傾斜ステージを移動させることで、徐々に押しつけ力を増しながらスクラッチするものである。

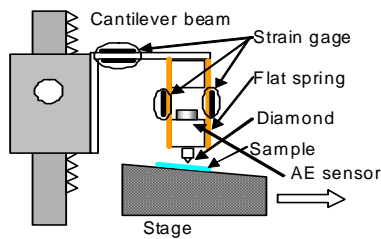


図 1,スクラッチ試験機機構図

### 2.3 インデンテーション試験

インデンテーション試験はビッカース微小硬計を用いて、押しつけ力を 0.98、2.94、4.9 および 9.8N で 5 秒保持の条件で行った。圧痕周辺に生じた BNT 膜剥離部面積ならびに圧痕形状をレーザー顕微鏡により測定した。

## 3 実験結果および考察

### 3.1 スクラッチ

スクラッチ試験により得られた圧子垂直荷重  $F_n$  と摩擦荷重  $F_t$  および AE(アコースティックエミッション)信号との関係を図 2 に示す。圧子がスクラッチ試験中、膜-基板界面に達するとこの関係に変化が生じる。このときの  $F_n$  と臨界荷重  $L$  と定義し、これを両材で比較すると化学研磨材が 2.2N、エメリー研磨材が 1.5N と、基板を化学研磨することで密着性が

向上することがわかった。

### 3.2 インデンテーション

インデンテーション試験により得られた圧痕の観察例を図 3 に示す。正方形の圧痕周辺には、表面が盛り上がるようになった剥離部(白線内)を観察することができる。この剥離は圧子圧入による基板塑性変形に BNT 膜が追従できずに生じたと考えられる。各押し込み荷重  $P$  と剥離部面積の関係を図 4 に示す。両材料とも  $P$  の増加に伴い剥離面積が増加するが、両者で大きな差異は見られなかった。

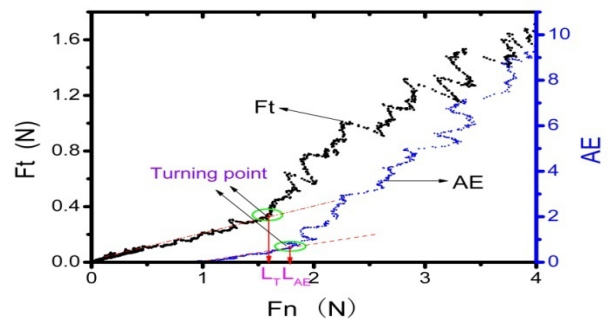


図 2  $F_n$ - $F_t$  および AE 信号の関係(エメリー研磨材)

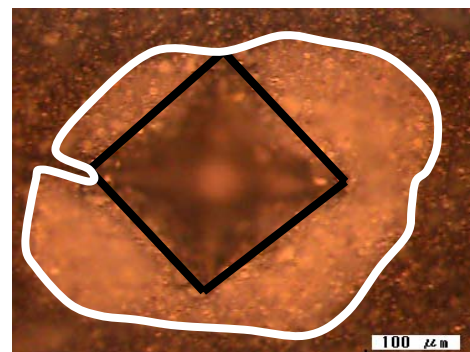


図 3 圧痕の観察例(9.8N の時)

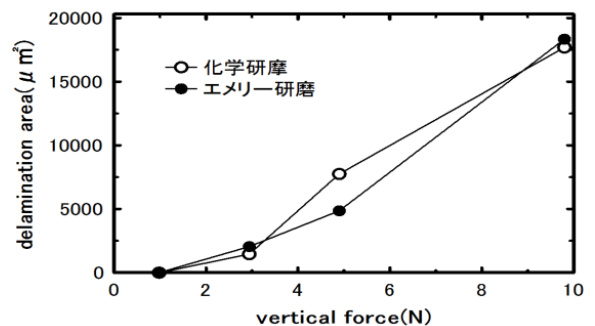


図 4 荷重と剥離面積の関係

## 4 まとめ

スクラッチ試験の結果、基板を化学研磨することで臨界荷重が高くなることがわかったが、インデンテーション試験には基板表面処理の効果は確認できなかった。