

# 圧電セラミックスの圧電特性に及ぼす機械的損傷の影響

卒業論文要旨

機能性材料工学研究室 1170003 浅野 真菜

## 1. 緒言

PZT(チタン酸ジルコン酸鉛)は圧電セラミックスの一種で、センサーやアクチュエータに広く応用されている。この PZT は脆性材料であるため機械的強度に対する信頼性が低いという問題がある。また、外力のかかった状態で長時間経過した後に急に破壊が生じる、セラミックスに特有の遅れ破壊の存在も指摘されている。特に、その強度は環境に敏感であり、高温多湿な環境下で破壊頻度が増加する。

これまでに温度、湿度および電界の環境を制御した条件下における PZT の曲げ試験の結果により、曲げ強度に及ぼすこれら環境の影響が定量的に評価されてきた<sup>(1)</sup>。しかし、最終破断に至るまでの損傷進展には注目されていなかった。PZT の損傷に関する研究として、水野らは円柱状の圧縮試験片に機械的圧縮負荷を与える実験を行い、圧電セラミックスの材料特性変化を明らかにしている<sup>(2)</sup>。

本研究では、圧電材料の損傷度が圧電特性に依存する共振周波数などに反映されているのではないかと考え、引張り荷重を受ける PZT の損傷に及ぼす温度、湿度、および電界などの環境の影響を調査した。

## 2. 実験方法

試験には、寸法  $38 \times 38 \times 1$  [mm] の日本セラテック社製の PZT 分極材(PZT-D 材)を用いた。各種特性を表 1 に示す。試験片は、材料を  $18.5 \times 3 \times 1$  [mm] の矩形板状に仕上げ、つかみ部としてベークライトを接着したものを使用した。引張り試験にはてこ(てこ比 1:20)を応用した自作の引張り試験機を用いた。恒温恒湿器内で試験を行う際には、試験前に試験片を一定の条件に保たれた恒温恒湿器内に入れ 4 時間保持し、環境に慣れさせた。本研究では、環境の設定は温度  $40^\circ\text{C}$  と湿度 80% とした。また、電界 E を負荷させる場合は、荷重をかける前に試験片の分極方向と同じ方向に電界を負荷させた。

それぞれの条件下で引張り荷重を一定時間負荷する試験を行い、1 時間毎にインピーダンスアナライザで試験片の共振周波数、反共振周波数を測定した。インピーダンスアナライザで測定されたインピーダンスと周波数の関係の測定例を図 1 に示す。圧電材料に負荷する交流の周波数を変化させると、ある周波数でインピーダンスが急激に低下する。この時の周波数が共振周波数  $f_r$  で、逆にインピーダンスが増加しピークをとるときの周波数が反共振周波数  $f_a$  である。いずれも材料の形状と圧電特性に関係する値となる。圧電体内に損傷が生じ、微小なき裂が発生すると、この  $f_r$  あるいは  $f_a$  が変化することが予想される。本研究では、図 1 に示した特性より求まる機械的直列共振周波数  $f_s$  と機械的並列共振周波数  $f_p$  の変化から損傷の検討を行った。

荷重負荷開始から 5 時間以上経過しても試験片が破断しなかった場合は実験を打ち切った。

## 3. 実験結果

### 3.1 応力の影響

実験室内環境で  $10 \sim 30$  MPa の応力のみを負荷させた場合の荷重負荷時間と  $\Delta f_s$  および  $\Delta f_p$  の関係を図 2 に示す。縦軸が各共振周波数の初期値( $f_{s,in.}$ ,  $f_{p,in.}$ )からの変化量

Table 1 Material properties of PZT

Dielectric constants	$\epsilon_{11}=4895$ , $\epsilon_{33}=4930$
Elastic constants [ $10^{-12}\text{m}^2/\text{N}$ ]	$S_{11}=15.7$ , $S_{33}=16.3$
Piezoelectric constants [pC/N]	$d_{31}=-310$ , $d_{33}=588$ , $d_{15}=1062$
Density [ $\text{kg}/\text{m}^3$ ]	$\rho=7800$

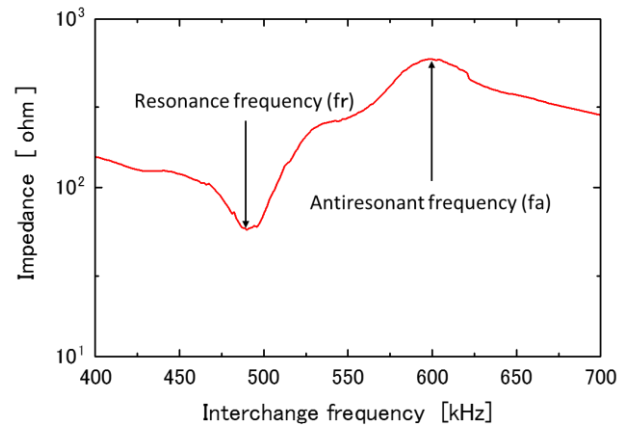


Fig.1 Measurement example of relations of impedance and the frequency

( $\Delta f_s=f_{s,in.}-f_s$ )、横軸が荷重負荷時間を表している。また、プロットはソリッドマークが  $\Delta f_s$ 、オープンマークが  $\Delta f_p$  のデータを示している。なお、試験中に試験片が破断したものについては破断時間を×で示した。試験時間が 5~7 時間を超えても試験片が破断せず、試験を中断したものには矢印で示した。共振周波数の変化量  $\Delta f_s$  はいずれの荷重でも試験時間が長くなるほど大きくなった。また、荷重が大きいくほど破断した試験片の  $\Delta f_s$  は未破断のものに比べて、大きくなる傾向がある。一方、 $\Delta f_p$  には大きな変化が見られなかった。

### 3.2 電界の影響

応力を 10MPa 一定とし、実験室内環境で電界  $E=0 \sim 100$  V/mm と種々変えて負荷した場合の荷重負荷時間と  $\Delta f_s$  の関係を図 3 に示す。共振周波数の変化量は、図 2 と同じく試験時間が長くなるほど大きくなった。しかし、破断した試験片と破断しなかった試験片での共振周波数の明確な差は見られなかった。また、電界の大きさと  $\Delta f$  の間にも相関は見られなかった。

### 3.3 電界と高温高湿度環境の影響

応力 10MPa 一定とし、高温高湿度環境( $40^\circ\text{C}$ , 80%)で電界  $E=0 \sim 200$  V/mm を与えた場合の荷重負荷時間と反共振周波数の関係を図 4 に示す。高温高湿度環境で電界を与えると、室温での結果と異なり、 $\Delta f_p$  の値に大きく変化が見られた。特に、破断しなかった試験片の  $\Delta f_p$  の値はほとんど変化が生じないが、破断した試験片の  $\Delta f_p$  が増加する傾向が見られた。図 3 の結果と比較すると、破断した試験片と破断しなかった試験片の反共振周波数の差が大きい傾向があった。

### 3.4 試験片の破面および表面観察

破断した試験片の破断面に遅れ破壊の特徴が現れているかを確認するために SEM を用いて観察を行った。今回、応力 10MPa、温度 40°C、湿度 80%、電界 200V/mm の環境下で試験を行い、約 4.25 時間で破断した試験片を SEM で観察した。試験片のき裂開始点には多くの粒界割れが確認できた。この粒界割れは、遅れ破壊によりき裂が進展した表れと言える。また、破断した試験片の銀電極を研磨で取り除いた後に表面観察を行ったところ、図 5 のようなき裂(き裂長さ約 0.6mm)を確認することができた。

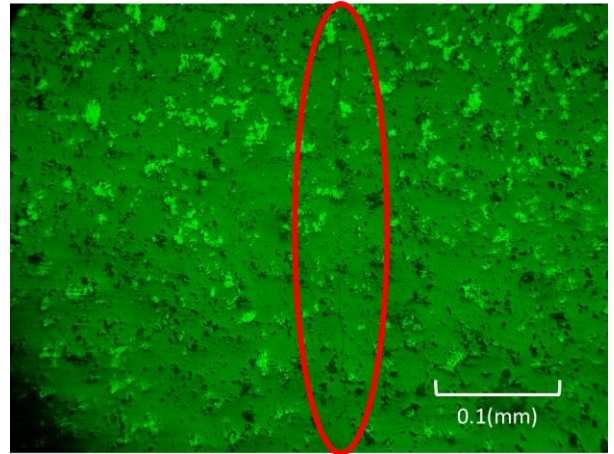


Fig. 5 Surface crack in broken specimen

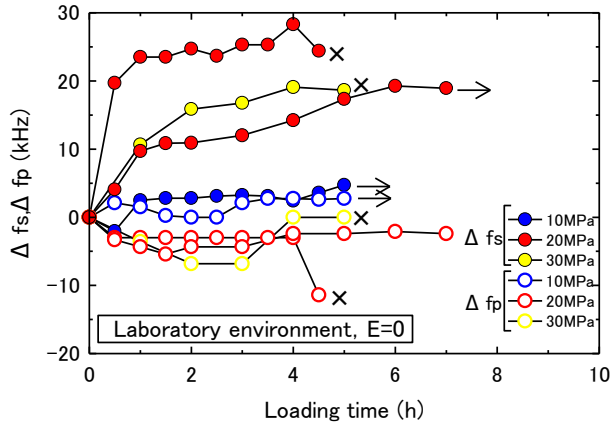


Fig. 2 Relationship between loading time and amount of resonance frequency change in laboratory environment

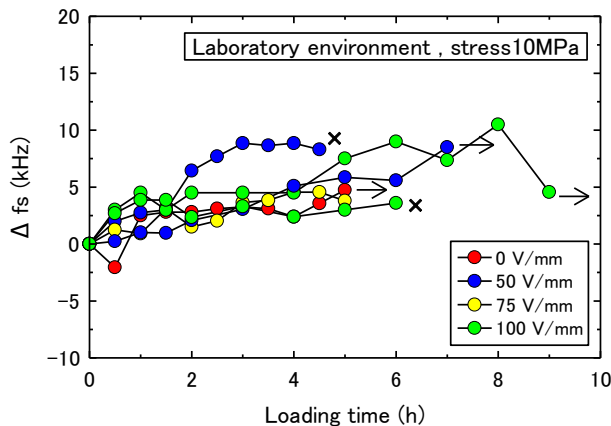


Fig. 3 Effect of electric field on resonance frequency change in laboratory environment

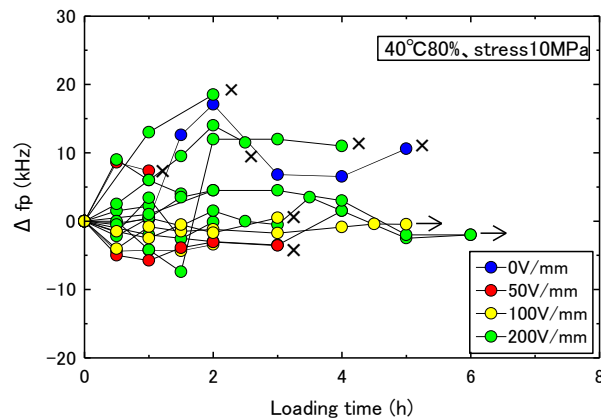


Fig. 4 Effect of electric field on resonance frequency change in temperature 40 degrees ,humidity 80%

### 4. 考察

図 2 において、応力 20MPa および 30MPa の場合、破断の有無にかかわらず、 $\Delta f_s$  が増加する。本実験で用いた材料に板厚方向に圧縮荷重をかけた後、 $d_{33}$  を測定すると 25MPa 付近で  $d_{33}$  が低下し始めることが分かっている。これは応力による 90° 分極反転が一部に生じたことを示しており、分極方向に垂直な引張り応力を負荷する本実験においても応力が高い場合、分極反転が生じて  $\Delta f_s$  が増加したと考えられる。また、この  $\Delta f_s$  の増加は電界の有無に無関係であったことから、材料の機械的損傷によるものではない。

一方、40°C、80%の環境下での実験では応力 10MPa と小さいため、 $\Delta f_s$  にはいずれの条件においても変化が見られなかった。ただし、図 4 に示したように、破断した試験片の多くは  $\Delta f_p$  が増加する傾向がある。この環境条件下では遅れ破壊が生じやすく、図 5 に示したようにき裂も複数発生する。

以上のことから、この  $\Delta f_p$  の変化は材料中のき裂発生に関係するものと考えられる。

### 5. 結言

- (1) 実験室環境下における応力負荷のみの試験では、応力が大きくなるほど  $\Delta f_s$  の変化量が大きくなる傾向があった。また、荷重負荷時間が長くなると  $\Delta f_s$  の変化が飽和した。
- (2) 実験室環境下における電界を与える試験では、試験時間が長くなるほど  $\Delta f_s$  の変化量が大きくなった。しかし、破断した試験片と破断しなかった試験片の  $\Delta f_s$  の明確な差は見られなかった。
- (3) 高温高湿度環境で電界を負荷して試験を行うと  $\Delta f_s$  の変化量が小さくなる。一方で、 $\Delta f_p$  の変化量が大きくなり、材料の損傷進展を反映した結果が生じた。

### 文献

- (1) 岡本一馬, 楠川量啓, 高坂達郎  
PZT 分極材の静疲労強度に及ぼす環境の影響  
日本機械学会中国四国支部第 52 期総会・講演会(2014)
- (2) 水野衛, 西方登茂弥, 岡安光博  
圧電セラミックスの静的圧縮荷重による内部損傷と材料特性の定式化  
日本塑性加工学会誌 第 52 巻 第 601 号  
p266~271(2011 年)
- (3) 圧電セラミック テクニカルハンドブック  
株式会社 富士セラミックス
- (4) 技術資料 圧電セラミックス  
FDK 株式会社