

混合焼結された PNN-PZT 系圧電セラミックスの 曲げ強度特性におよぼす混合比の影響

卒業論文要旨

システム工学群

機能性材料工学研究室 1180136 坂東 侑磨

1. 緒言

圧電アクチュエータは、一般的にバイモルフ型と積層型に大別することができる。弾性板の両面に圧電セラミックスを貼り合わせた前者のタイプでは、圧電セラミックスが変形することで、屈曲変位として出力されるもので比較的大きな変位が得られる。しかし弾性板とセラミックスの接着部において損傷が生じやすく、長時間の使用で致命的な破壊に至ることもある。このような問題に対し、圧電特性に傾斜機能を持たせ、圧電セラミックス単体で屈曲変位を出力できるモノモルフアクチュエータが研究されている。このような傾斜機能圧電セラミックスの成形に電気泳動堆積法を利用する方法が提案されており、著者らの研究グループでもリラクサー型圧電セラミックス PNN-PZT の組成を徐々に変えながら電気泳動堆積させ傾斜機能化させるプロセスを検討している。

本研究では、2種類の PNN-PZT の混合割合を連続的に変化させて電気泳動堆積させ、このような傾斜機能圧電セラミックスの創成における基礎強度データを得ることを目的とする。PNN-PZT の混合割合を5種類変えた材料の焼結体を作製し3点曲げ試験を行った。

2. 材料および実験方法

2.1 材料

使用する圧電セラミックスはリラクサー型強誘電セラミックスの $0.55\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-}0.45\text{Pb}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$ ⁽¹⁾(以下 A 材)と $0.3\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-}0.7\text{Pb}(\text{Zr}_{0.44}\text{Ti}_{0.56})\text{O}_3$ ⁽²⁾(以下 B 材)である。A 材、B 材ともに原材料として、PbO, NiO, Nb₂O₅, TiO₂, ZrO₂ を使用した。各原材料を所定の組成となるよう調合し、ポットミルを用いて湿式粉碎を 48 時間行った。なお焼結時に蒸発する Pb を補うため PbO を 3wt% 増やした。粉碎後、エタノールを除去し電気炉にて仮焼きを行いその後、乳鉢により再度粉碎した。このとき A 材と B 材の混合割合を A=100, A:B=75:25, A:B=50:50, A:B=25:75, B=100 の5種類に変えて混合した。仮焼粉の重量の5%のバインダーを練合させた後、25mm×40mm の金型を用いて、90MPa, 厚さ 1mm の加圧成形を行った。この成形体を高温電気炉により焼結させた。仮焼と焼結の条件を表 1 に示す。焼結した試験片をダイヤモンドカッターを用いて 4mm 幅に切断し試験片とした。

Table 1 Conditions of specimen preparation

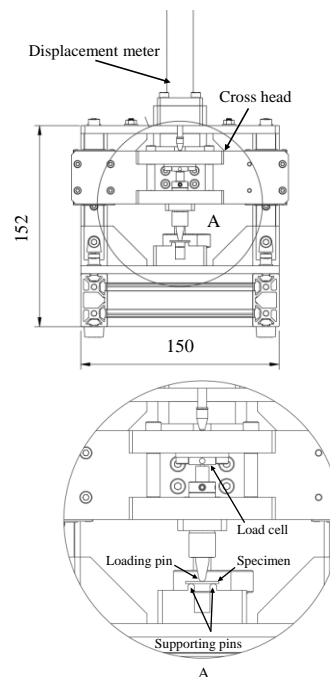
Calcining	900°C/4hours
Sintering	1200°C/6hours

2.2 実験方法

焼結後各材料の結晶性を調査するため X 線回折測定(XRD)を行った。使用した機器は Rigaku 社の XRD 回折装置で、0.02° ステップで測定した。

先行研究⁽³⁾で自作された 3 点曲げ試験機を用いて、曲げ試験を行った。試験機の概略を図 1 に示す。直流モータを駆動源とし、ねじを介してクロスヘッドを移動する機構となっ

ている。また負荷荷重はロードセルで、クロスヘッド移動量は変位計で、それらを測定しながら記録できる装置である。クロスヘッド送り速度を 0.5mm/min, 支点間距離を 10mm とした。



Detail of measuring section A

Fig.1 Testing machine

3. 実験結果

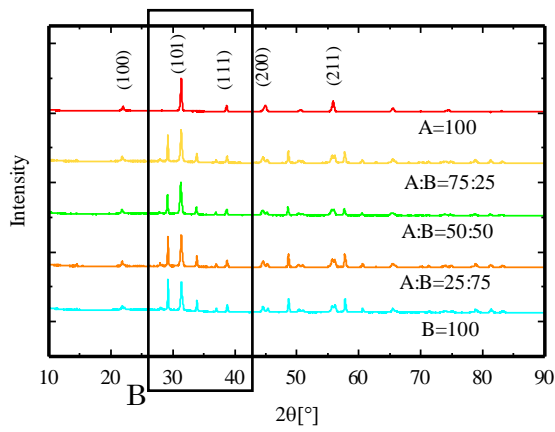
3.1 XRD

図 2 にそれぞれの材料の XRD の結果を示す。図 2(a)に示した $2\theta = 10^\circ \sim 90^\circ$ の範囲での回折プロファイルには、各材料ともにペロブスカイト構造の各回折面のピークが明瞭に見られた。 $2\theta = 26^\circ \sim 40^\circ$ について拡大したものを同図(b)に示した。B 材を加えることで、(101)面ピークは若干回折角が減少する方向にシフトし、またパイロクロアの(222)面と考えられる回折ピークが出現した。B 材の割合が増すに伴い (101)面ピーク強度に対するこのピーク強度の割合が増加する傾向が見られた。

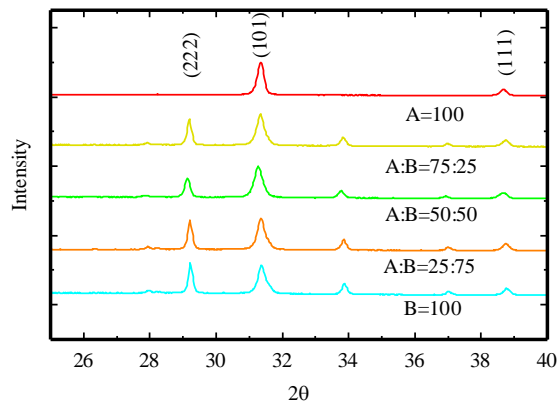
3.2 曲げ強度

図 3 にそれぞれの材料で得られた破断曲げ応力の平均値(曲げ強さ)を示す。A 材と B 材を比べると B 材の方が曲げ強さが大きく、A 材と B 材を混合した場合、B 材の割合が 50%を越えると曲げ強さは向上する傾向が見られた。

得られた曲げ強度を 1 母数ワイブル分布にあてはめた結果として図 4 に示す。各材料の形状母数は A 材の割合の大きい方から 11.1, 10.1, 8.1, 7.9, 20.5 であった。この結果、B=100 の強度のばらつきが他の材料に比べて小さいことが分かった。



(a) XRD profiles ($10^\circ \leq 2\theta \leq 90^\circ$)



(b) Detail of XRD peak B
Fig.2 XRD analysis

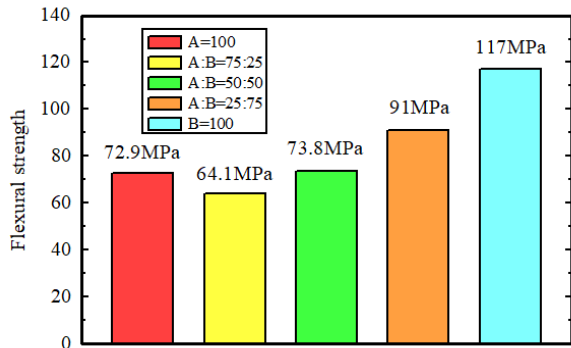


Fig.3 Bending strength of materials

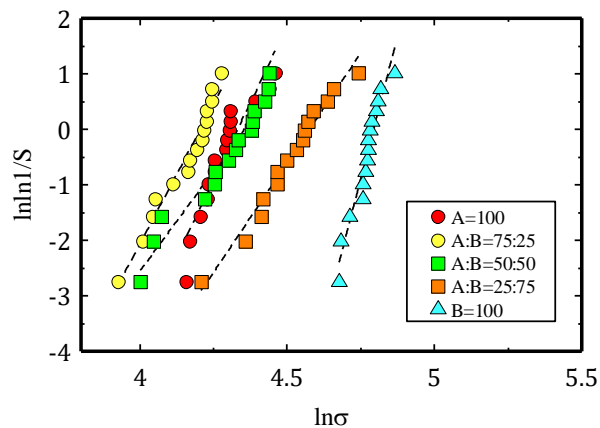


Fig. 4 Weibull plots

4. SEM 観察

曲げ試験で破断させた試験片の破面を走査型電子顕微鏡 (SEM)により観察した結果を図5に示す. A=100は同図(a)のように空隙が比較的多く、かつその分布が様でない様相が多く見られた. 一方、同図(e)に示すようにB=100は小さい空隙が多く見られたものの、その分布が一様であるために破断応力のばらつきが小さくなっていると考えられる. A材とB材を混合した場合、全体的に空隙が少なくなっていたが、B=100に比べ強度のばらつきは大きかった.

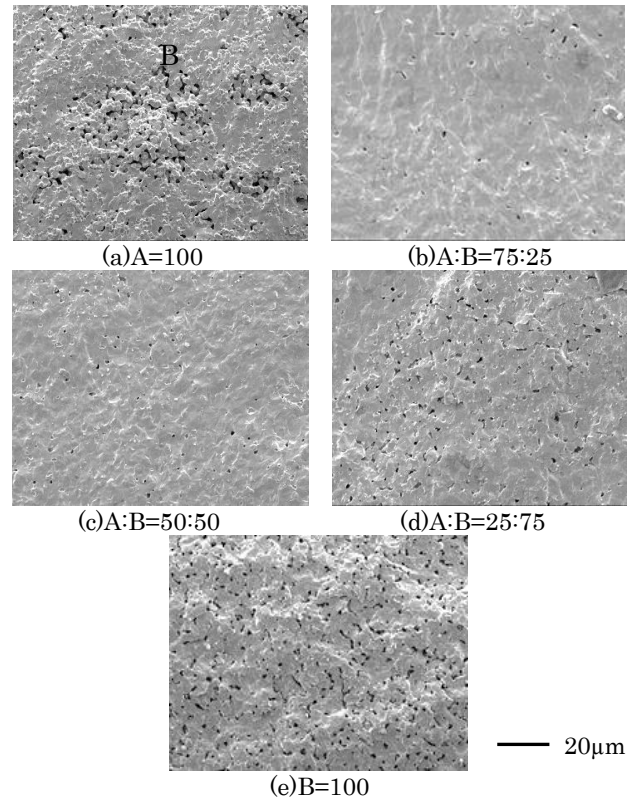


Fig.5 SEM observations of fracture surface

4. 結言

- (1) 混合割合を変えた各材料とも XRD においてペロブスカイト構造の回折ピークが確認された. ただし B材を添加するとパイロクロアの回折ピークが出現した.
- (2) B=100の曲げ強さが最も大きい. A材とB材を混合した場合、B材の割合が多くなると曲げ強さは上昇した.
- (3) B=100のばらつきが最も少なくなっていた. 破面の様相から空隙が全体的に広がっているためばらつきが少なくなっていると考えられる.

文献

- (1) Du, Jianzhou, et al. "Effects of Fe_2O_3 doping on the microstructure and piezoelectric properties of $0.55\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3-0.45\text{Pb}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$ ceramics." *Materials Letters* vol.66, No.1 (2012):P 153-155.
- (2) Ruijuan Cao, et al. "The Piezoelectric and Dielectric Properties of $0.3\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3-x\text{PbTiO}_3-(0.7-x)\text{PbZrO}_3$ Ferroelect Ceramics Near the Morphotropic Phase Boundary." *J.Am.Ceram.Soc* (2010) 737-741
- (3) 幡野利史, 楠川量啓, 高坂達郎. "電気泳動堆積させた多層圧電セラミッスの曲げ強度" *日本機械学会中国四国学会第47回講演論文集*(2017)