

卒業論文要旨

BNT-BT-ST 系非鉛圧電セラミックスの疲労特性

Fatigue characteristics of BNT-BT-ST lead-free piezoelectric ceramics

システム工学群

材料強度学研究室 1210108 筒井 爽太

1. 緒言

圧電セラミックスは機械的エネルギーと電気的エネルギーを可逆的に変換できる特徴を持っており、応答性の高さなどからセンサーやアクチュエーターなどに使用されている。一般的に使用されている圧電セラミックスの多くは、圧電性に優れたチタン酸ジルコン酸鉛(PZT)が用いられている。しかし、PZTに含まれる鉛は廃棄時に環境への負荷が大きく、RoHS 指令によって使用が制限されるようになってきた。そのため、現在例外となっている PZT に対しても今後規制となる可能性も高い。そのため、鉛を含まない圧電セラミックスの研究は必須である。

セラミックスの遅れ破壊や繰り返し荷重による破壊は一般的に知られているが、非鉛圧電セラミックスの疲労強度に関する研究は多くない。そこで本研究では、BNT-BT-ST 系非鉛圧電セラミックスの遅れ破壊及び繰り返し荷重による疲労の影響について調査した。

2. 実験方法

2.1 材料

本実験では BNT 系圧電セラミックスの圧電特性向上を目的として改良をされた BNT-BT-ST 系セラミックスを用いた。その組成は $85(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3 - 12\text{BaTiO}_3 - 3\text{SrTiO}_3$ である。

組成式に基づいて化学量論的に計量した原材料を遊星ボールミルによって、無水エタノール中で湿式混合粉碎した。その後エタノールを蒸発させ、粉末状にした後 $250\ \mu\text{m}$ のふるいに通し電気炉で $900\ ^\circ\text{C} \cdot 3\ \text{hr}$ の仮焼きを行った。

仮焼粉に対して 10 wt% のバインダー(PVA)を添加し、 $25 \times 40\ \text{mm}$ の長方形及び直径 $12\ \text{mm}$ の成形型を用い、それぞれ $90\ \text{MPa}$ 、負荷時間 60 秒で加圧成形を行った。加圧後高温電気炉で $1180\ ^\circ\text{C} \cdot 6\ \text{hr}$ の焼結を行った。

電気的特性を測定するため、円板形試験片の両面を鏡面研磨し、厚さ $1\ \text{mm}$ に加工した。表面に焼き付けた銀電極に対し、 $90\ ^\circ\text{C}$ に加熱したシリコンオイル中で高圧電源を使用し、 $2\ \text{kV/mm}$ の電界を 30 分間印加することで材料の分極を行った。エタノール中で 12 時間のエージングを行った後、ピエゾメーターによって圧電定数 d_{33} を測定した。また、LCR メーターを用いて静電気容量を測定し、比誘電率を算出した。

2.2 三点曲げ試験

焼結後の材料を $5 \times 20 \times 1\ \text{mm}$ に加工後、片面を鏡面研磨、面取りを行い曲げ試験片を作製した。曲げ試験は電磁力式微小疲労試験機(容量 100 N)を用い支点間距離 $16\ \text{mm}$ において三点曲げ試験を行い、静的強度の測定を行った。なお、クロスヘッド速度は $0.5\ \text{mm/min}$ とした。

2.3 静疲労試験

静的疲労試験に使用した自作の試験機を図 1 に示す。三点曲げ試験と同様の試験片を用いて支点間距離 $16\ \text{mm}$ 、実験室環境下($16\ ^\circ\text{C}$, $30\% \sim 27\ ^\circ\text{C}$, 60%)において静荷重を負荷した。破断しない場合の打ち切り時間を 48 時間とした。

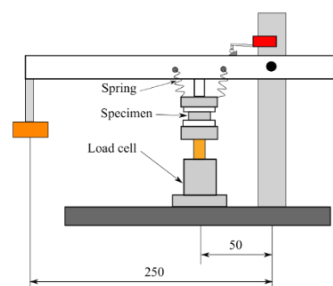


Fig. 1 Static fatigue testing equipment

2.4 繰り返し負荷試験

実験室環境において、繰り返し荷重による疲労試験を行った。試験片と試験機は、三点曲げ試験と同様のものを用いた。試験条件として、支点間距離 $16\ \text{mm}$ 、応力比 0.1、周波数は $20\ \text{Hz}$ とした。試験機は荷重制御とし、波形モードを矩形波および三角波の 2 パターンで負荷した。打ち切りサイクル回数は 10^7 回とした。

3. 実験結果及び考察

3.1 分極材の特性

今回測定した d_{33} 及び比誘電率 $\epsilon_{33}T/\epsilon_0$ 、比較のために公表されている同材料の参考値¹⁾を表 1 に示す。両者は近い値となった。

Table 1 Piezoelectric and electric properties.

	d_{33} [pC/N]	$\epsilon_{33}T/\epsilon_0[-]$
Measured value	132	782
Reference value	128	840

3. 2 静的強度

試験片 21 本分の三点曲げ試験より、平均曲げ強さ 138 MPa が得られた。

セラミックスは強度がばらつきやすい脆性材料であるため、曲げ試験の結果をワイブル統計によって整理する。今回の結果ワイブル統計として整理したものを図 2 に示す。

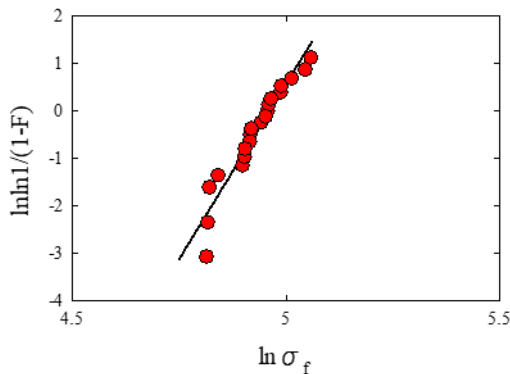


Fig. 2 Weibull plot of fracture stress

今回の試験におけるワイブルプロットでは形状母数が 14.8 と一般的なセラミックスと近い値が得られた。

3. 3 静的疲労試験

静疲労の試験結果を図 3 に示す。

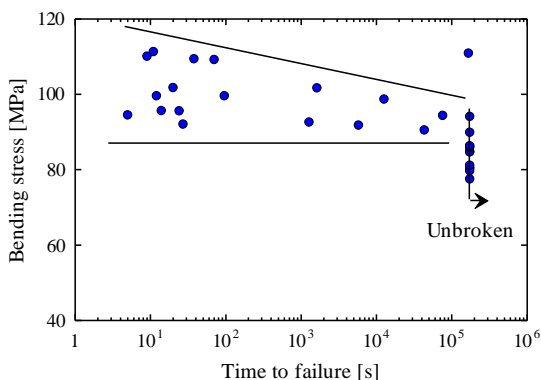


Fig. 3 Relationship between bending stress and time to failure under static fatigue

縦軸は負荷した曲げ応力、横軸は破断までの時間であり、図中矢印で示したプロットは未破断となったデータを表している。曲げ応力が 90~110 MPa の範囲で遅れ破壊が生じたことを表しているが、応力が低いほど長寿命となる傾向が見られた。遅れ破壊が生じた曲げ応力は静的強度の 65%程度となった。打ち切りの 48 時間に対する強度として 85 MPa が得られた。

3. 4 繰り返し負荷試験

繰り返し負荷による疲労試験で得られた S-N 曲線を図 4 に示す。図 4 より矩形波では 100 MPa 以上において破断が生じた。一方、三角波ではそれより低い 90MPa および 80MPa でも破断が生じる結果となった。波形パターンによる平均応力の負荷される時間に両者では差はなく、このような結果が得られた原因は不明である。

遅れ破壊に対して荷重繰り返し効果を検証するため、矩形波の結果を時間で整理し、静疲労と比較したものを図 5 に示す。図 5 より、100 MPa 以上に着目すると矩形波と静疲労とで疲労寿命に有意な差は見られなかった。90 MPa では静疲労で破断が生じたが、矩形波では 3 本未破断となっており、破断、非破断の限界については更なる調査が必要である。

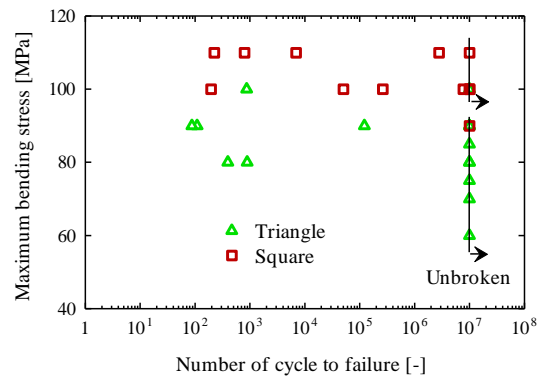


Fig. 4 S-N curves

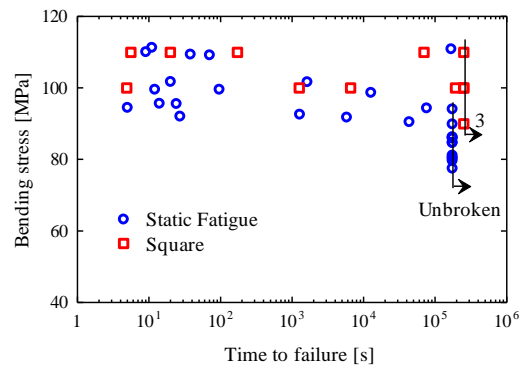


Fig. 5 Comparison of static fatigue and dynamic fatigue

4. 結言

BNT-BT-ST 系非鉛圧電セラミックスの実験室環境における疲労特性を調査した結果、以上の結論を得た。

- (1) 作製した材料の曲げ強さは 138 MPa であった。
- (2) 静的負荷での疲労特性では静的強度の 65%程度の応力でも破断することが分かった。
- (3) 繰り返し荷重が負荷されることに依存性はなく荷重の負荷時間に対する依存性が強いと考えられる。

5. 参考文献

- (1) 楠本 慶二, 85(Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO₃ - 12BaTiO₃ - 3SrTiO₃系無鉛圧電セラミックスの圧電特性, 産業技術総合研究所