328

圧電特性を有するセラミックス複合材 (BaTiO₃/Al₂O₃)の疲労特性

長岡技科大〇武藤睦治長岡技科大[学]長谷川寛長岡技科大[院]Sirirat Rattanachan長岡技科大宮下幸雄

1緒 言

外力によりひずみが加えられると、電荷が発生し、逆に、 電圧を印可するとひずみが生じる現象を圧電効果と呼び、そ のような特性を有する材料は圧電材料と呼ばれている¹⁾。現 在、圧電材料は、センサやアクチュエータ、振動子などに用 いられている²⁾。本研究では、このような圧電セラミックス と構造用セラミックスにより複合材を作製することで、圧電 効果による強度およびじん性の向上、またさらに将来的には、 圧電効果により部材内部や表面に生じたき裂を自己診断する、 自己損傷検出機能を有する機能材料の開発を目指している。 本報告では、構造用セラミックスに Al₂O₃、圧電セラミックス に BaTiO₃ を用いて作製した複合材料を供試材として疲労試 験を行い、疲労強度および疲労き裂伝ば特性に及ぼす圧電効 果の影響について検討した。

2 試験方法

供試材として、 $Al_{2}0_{3}$ / $BaTi0_{3}$ 複合材を作製した。 $95mo1\%Al_{2}0_{3}$ および $5mo1\%BaTi0_{3}$ となるように両材料の原料粉末を秤量し、 溶剤としてエタノールを加えて、ジルコニアボールを用いて 24h 湿式混合した。乾燥後、粉砕処理し、 $150 \mu o$ メッシュを 通した後、放電プラズマ焼結機を用いて、真空中 1300° C、焼 結時間 5min o条件で $\phi25mx > 36m o$ 焼結体を作製した。得 られた複合材の微視組織観察例および機械的性質を Fig.1 お よび Table 1 に示す。なお、Table 1 に示す破壊じん性値は、 IF 法により田中の式³⁾を用いて求めた。Fig.1 に示すように、 作製した複合材は、主に、 $Al_{2}0_{3}$ および $BaTi0_{3}$ 、そして $Al_{2}0_{3}$ と $BaTi0_{3}$ の反応相である、 $BaAl_{6}Ti0_{12}$ 相が認められた。得ら れた焼結体から、 $3 \times 4 \times \times 35mm$ の曲げ試験片形状に加工し、 試験片に付着したカーボンを除去するため、温度 1100° C、保 持時間 2h の条件で熱処理を施した。

Table 1 Mechanical	pro	perties	of	the	material	used.
--------------------	-----	---------	----	-----	----------	-------

Bending strength (MPa)	Fracture toughness (MPam ^{1/2})	Young's modulus (GPa)	Poisson's ratio	Vicker's hardness (GPa)
192	3.0	239	0.23	11.5



Fig.1 Microstructure of Al₂O₃/BaTiO₃ composite.

焼結したままの圧電セラミックスは、自発電極の方向がラ ンダムであり、この状態で試験片に巨視的なひずみを加えて も、圧電効果は認められない。そこで、分極方向を揃えるた めに、通常は電解ポーリングなどの分極処理を施す⁴⁾。本実 験においては、き裂伝ば特性に及ぼす分極処理の影響を調べ るために、分極処理を施した材料(以下、poling 材と呼ぶ) と分極処理を施していない材料(以下、un-poling 材と呼ぶ) を準備し、試験に供した。分極処理は、3×36mmの試験片表 面に Ag ペーストを電極として貼付し、その後、80℃のシリ コーンオイル中で 5kV、10min の条件で行った。

疲労試験の予き裂として、4×36mmの試験片表面中央部に ビッカース圧子を押込んだ。ビッカースの押込み条件は、荷 重 196N、保持時間を調整して、Poling 材と Un-poling 材で等 しいき裂長さとなるようにした。さらに、ビッカース圧子の 押し込みにより生じる残留応力除去のため、圧痕深さの 3 倍 程度、研削・研磨加工により試験片表面を除去した⁵⁾。 Fig.2 に、試験片の形状・寸法および分極処理方向を示す。

以上のようにして準備した poling 材および un-poling 材の試 験片を用いて、内スパン 10mm、外スパン 30mm の4 点曲げ 負荷形式、電気油圧サーボ式疲労試験機を用いて、温度 20℃ 湿度 55%の恒温恒湿室内で疲労試験を行った。荷重負荷条件 は、応力比 0.1、周波数 20Hz、正弦波形の荷重制御とした。 なお、疲労試験中、き裂伝ば挙動を観察するため、レプリカ 法によりき裂長さを測定した。き裂の進展を認めた後、その 負荷応力一定で疲労試験を継続し、10⁶cycle 繰返し荷重を負 荷してもき裂が進展しない場合には、試験を打切った。

3 試験結果および考察

Poling 材および Un-poling 材について行った疲労試験の結果 を Fig.3 に示す。同図中には、本供試材の Al₂O₃/BaTiO₃ 複合材 と同様の原料粉末を用いて、放電プラズマ焼結により作製し た Al₂O₃および BaTiO₃モノリシック材の疲労試験結果も示し てある。なお、Al₂O₃/BaTiO₃ 複合材および BaTiO₃モノリシッ ク材の黒印は、Poling 材の結果を示している。同図より、 Al₂O₃/BaTiO₃ 複合材は、最大負荷応力 98.5MPa および 83MPa においては、Poling 材および Un-poling 材のいずれも、破断に 至ったが、最大負荷応力 75MPa の場合には、いずれも 10⁶cycle で破断に至らなかった。分極処理の有無に関わらず、Al₂O₃



Fig.2 Geometry of the specimen and poling direction.

および BaTiO₃ モノリシック材よりも高い疲労強度を示した。 また、Al₂O₃/BaTiO₃ 複合材および BaTiO₃ モノリシック材の Poling 材と Un-poling 材を比較すると、いずれも、Poling 材の 方が Un-poling 材よりも長寿命を示す傾向にある。すなわち、 モノリシック材の複合化および圧電セラミックスに関しては、 分極処理により、疲労強度を向上させることができる。

疲労試験中にレプリカ法により測定したき裂長さをもとに、 き裂伝ば挙動を調べた。例として、試験片が破断に至った、 最大負荷応力 83MPa におけるき裂長さと繰返し数の関係を Fig.4 に示す。同図より、Poling 材および Un-poling 材のい ずれも、繰返し数の増加にともない、き裂長さは増加してい るが、Poling 材の方が、Un-poling 材よりもき裂伝ば速度が 大きい。Fig.4 中に示す近似曲線より求めた、き裂伝ば速度 と応力拡大係数の関係を Fig.5 に示す。なお、ここでは、半



Numbe of cycles Fig.4 Relationship between crack length and number of cycles for Poled and Un-poled Al₂O₃/BaTiO₃ composites at σ_{max} =83 MPa.



Fig.5 Fatigue crack growth curves of poled and Un-poled $Al_2O_3/BaTiO_3$ composites at σ_{max} =83 MPa.

楕円き裂を仮定し、Numan-Raju の式⁶⁾を用いて、応力拡大係 数を算出した。Fig.5 より、Poling 材の方が Un-poling 材よ りもき裂伝ば抵抗が大きいことが分かる。疲労試験後に行っ た破面観察からは、Poling 材と Un-poling 材の相違を明確に 認めることができなかったが、Un-poling 材よりも Poling 材 の方がき裂伝ば抵抗が大きく、疲労試験において長寿命を示 した原因として、き裂先端近傍で生じる BaTiO₃のドメインス イッチングが考えられる⁷⁰。Poling 材のき裂先端近傍の模式 図を Fig.6 に示す。本実験では、Poling 材の場合、き裂進展 方向は分極方向と同一である。き裂の進展にともない、き裂 先端近傍において BaTiO₃は、90°ドメインスイッチングを生 じる。すると、周囲の Al₂O₃粒子の拘束により、き裂進展方向 と垂直方向に圧縮応力を生じ、き裂伝ば抵抗が増大すると考 えられる。

試験片が破断に至らなかった最大負荷応力 75 MPa の条件で は、Poling 材および Un-poling 材のいずれも、き裂の進展に ともないき裂伝ば抵抗が低下し、 K_{max} =1.9 MPam^{1/2}程度でき裂は 停留した。例として、破断に至らなかった最大負荷応力 75 MPa における Un-poling 材の疲労き裂伝ば経路の観察例を Fig.7 に示す。同図より、き裂は、 Al_2O_3 の粒界および BaAl₆TiO₁₂相 内を支配的に伝ばしており、き裂伝ば経路中には、ブリッジ ングも観察された。したがって、最大負荷応力 75 MPa におけ るき裂の停留挙動は、主に、き裂進展にともなうブリッジン グによる応力遮へい効果が原因と考えられる。 4. 結言、参考文献;省略。



Fig.6 Schematic illustration of domain switching at the crack tip for poled materials.



Fig.7 Fatigue crack path of Un-poled material at σ_{max} =75MPa.