

ビスマス系セラミックス材料を用いたマイクロ圧力センサの耐高温化の研究

評価技術課 角田龍則 企画管理部 二口友昭 加工技術課 小幡勤 機械電子研究所 坂井雄一

1. 緒言

近年、圧電体と電極の膜を成膜したシリコン基板をエッチングすることによって、キャビティ構造を実現したフィルタや圧力センサなどの電子部品が、製品化され市場に投入されている。このような電子部品は、それぞれ従来のもより高性能であり、特に圧力センサにおいては 800°C以上の高温に耐えることができるように設計されている。その使用用途は、排気ガス浄化用の白金触媒性能を評価するために必要な高温下での圧力測定である。現在も電子部品メーカ各社で低コスト化を主な目的として商品開発が進められている。本研究では、このような高温使用が可能な電子部品の圧電体材料として、安価に作製でき高機械的品質係数を有する、ビスマス系セラミック材料を使用して素子を作製し、その圧電特性を測定した。

2. 実験方法

固相反応により合成された $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ 粉末にエチルセルロース系のビヒクルを加え 3 本ロールで混練することによりスクリーン印刷用厚膜ペーストを作製した。 $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ 粉末は、従来の仮焼方法によって合成した¹⁾。基板には厚み 200 μm のジルコニア基板を用いた。この上に白金ペーストをスクリーン印刷し、1200°C 60min 焼成して下部電極を作製した。さらに $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ ペーストを印刷し、所定温度で 60min の焼成を行った。このプロセスを 2 回繰り返して、20~30 μm 厚の厚膜を形成した。上部電極は銀ペーストを印刷し、850°C で 10min の焼成により作製した²⁾。

3. 実験結果

断面 SEM 観察よりジルコニア基板の白金下部電極上に $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ 厚膜が緻密に形成されていることを確認した。図 1 はその断面画像を示す。層状のセラミックスが積層して厚膜を形成していることがわかる。また X 線回折測定により $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ セラミックスが基板上に成

膜されていることを確認した。図 2 はその回折特性を示す。回折スペクトルのピーク変化から、焼成温度の上昇に伴って配向が進んでいることがわかった。

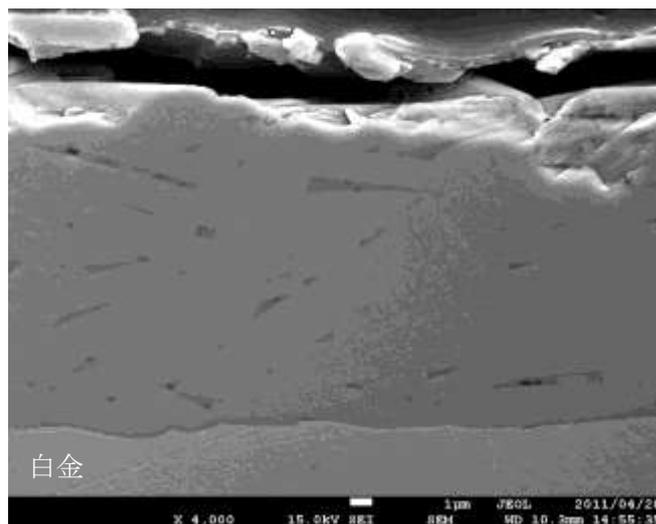


Fig. 1 SEM micrograph of cross sectional surface of the $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ thick film on Pt.

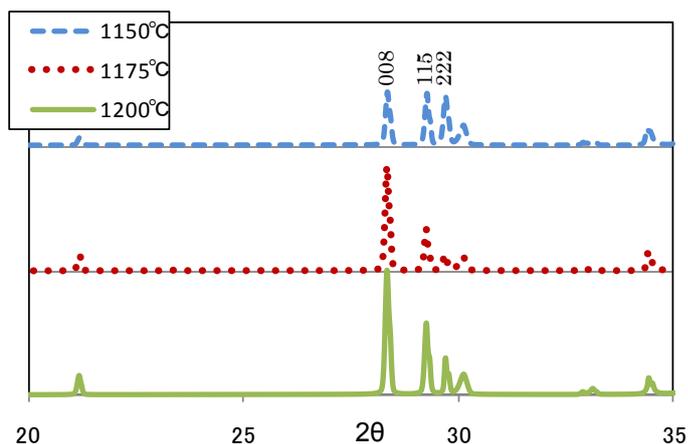


Fig. 2 X-ray diffraction patterns of the $\text{Bi}_2\text{TiTaO}_9$ thick films.

またインピーダンスアナライザを用いて 1MHz で誘電特性を測定した。表 1 に焼成温度毎の誘電特性と抵抗率を示す。

Table 1 Firing temperature, dielectric constant, resistivity, remanent polarization and curie point of bismuth ceramics thick films.

組成	Bi ₂ TiTaO ₉			CaBi ₄ Ti ₄ O ₁₅
焼成温度 ℃	1150	1175	1200	1130
誘電率	140	120	130	180
比抵抗 Ωcm	3.2 ×10 ¹⁰	1.9 ×10 ¹¹	7.5 ×10 ¹⁰	1.0×10 ¹²
残留分極値 μC/cm ²	3.0	1.8	0.4	6.2
Tc ℃	850℃以上			790

作製した厚膜は厚み 25μm 程度で、誘電率はおよそ 130 とビスマス系セラミックスとしては良好な値であった。また比抵抗は 10¹¹Ωcm 程度であり、厚膜は 200kV/cm の電界印加が可能であった。

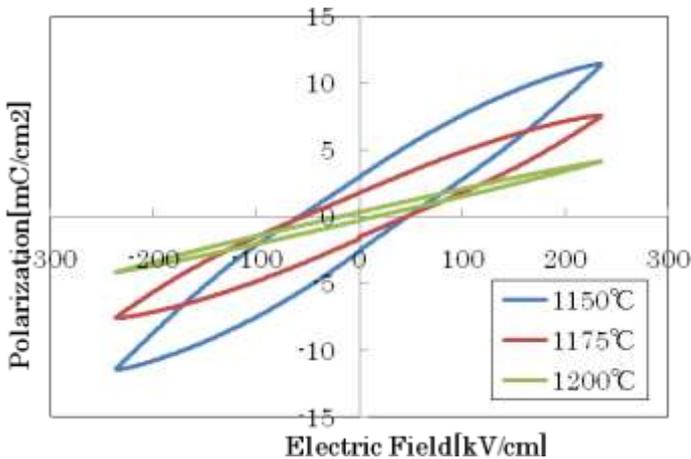


Fig. 3 The polarization-electric field hysteresis curves.

また P-E ヒステリシスを測定し、強誘電体特性を持つことを確認できた。図 3 は焼成温度ごとの P-E ヒシ

キーワード：圧電体、厚膜、Bi 系セラミックス

Improvement of durability for high temperature of micro pressure sensor using by bismuth based thick films ceramics

Tatsunori KAKUDA, Tsutomu OBATA, Yuiti SAKAI and Tomoaki FUTAKUCHI

Bi₂TiTaO₉ thick films were prepared by screen printing and firing using Pt bottom electrodes and ZrO₂ substrates. High resistivity and dense structure of the thick films were obtained. From X-ray diffraction patterns of the Bi₂TiTaO₉ thick films, as firing temperature rises, the c-axis preferred orientation peaks rises. The Curie points are 850°C or more.

テリシス曲線を示す。焼成温度が上昇するに従い残留分極値 Pr が減少していることを確認した。S-E ヒステリシスは測定できなかった。CaBi₄Ti₄O₁₅ と比較して³⁾ 残留分極値が小さいため、同様に d 定数が小さく変位の測定限界未満であったためと考えられる。Tc は 850°C 以上と CaBi₄Ti₄O₁₅ と比較しても高い値が得られた。分極後、そのインピーダンス特性を確認したが、小さな位相の変化が確認できる程度で明確な共振波形を得ることはできなかった。

4. 結言

Bi₂TiTaO₉ 系セラミックス厚膜をスクリーン印刷法によって、ジルコニア基板上に形成することができた。厚膜の断面 SEM 画像と X 線回折の結果から、焼成温度の上昇に伴い配向が進んでいることを確認した。誘電率は約 140、比抵抗は 10¹¹Ωcm であった。組成の変更によって Tc は従来セラミックスより改善されたがその他の圧電特性は低下してしまった。今後、電気特性の改善のため再度材料設計を行い、その後圧力応答の評価を行いたい。

「参考文献」

- 1) T. Futakuchi, T. Kakuda, Y. Sakai, T. Iijima and M. Adachi: Key Eng. Mater., 350 (2007), p. 115
- 2) T. Futakuchi, T. Kakuda, Y. Sakai, S. Kakiuchi and M. Adachi: Key Eng. Mater., 388(2009), p.187
- 3) T. Kakuda, T. Futakuchi, T. Obata, Y. Sakai and M. Adachi: Asian Ceramic Science for Electronics 3 and Electroceramics in Japan12, Vol19, p.50