

## 粒径制御したニオブ酸ナトリウムナノキューブの マイクロ波加熱ソルボサーマル合成

### Microwave-assisted Solvothermal Synthesis of Size-controlled Sodium Niobate Nanocube Particles



山梨大院<sup>1</sup>, 茨城大院<sup>2</sup> ○(M1C) 功刀 千香<sup>1</sup>, 近田 司<sup>1</sup>, 上野 慎太郎<sup>1</sup>, 中島 光一<sup>2</sup>,  
和田 智志<sup>1</sup>

Univ. of Yamanashi<sup>1</sup>, Ibaraki Univ.<sup>2</sup>, °(M1C) Chika Kunugi<sup>1</sup>, Tsukasa Chikata<sup>1</sup>, Shintaro Ueno<sup>1</sup>,

Kouichi Nakashima<sup>2</sup>, Satoshi Wada<sup>1</sup>

E-mail: swada@yamanashi.ac.jp

【背景】材料の複合化によって巨大な誘電率を示す誘電材料を開発する一例として、2種類のペロブスカイト薄膜を、結晶方位を揃え交互に積層することで人工超格子を作製し、そのエピタキシャル界面に発生する大きな歪みを利用する手法が知られている<sup>1)</sup>。我々の研究グループは、このような異なる化合物間の作るエピタキシャル界面における歪を最大限に利用する構造として、同サイズのキューブ状粒子が3次元的に隙間なく配列した、3次元キューブ集積体の作製を目指している。またナノ粒子を用いることで界面積が増加し誘電特性の更なる増加が期待できる。我々は、ペロブスカイト型構造を有するニオブ酸ナトリウム( $\text{NaNbO}_3$ )およびニオブ酸カリウム( $\text{KNbO}_3$ )あるいはチタン酸バリウム( $\text{BaTiO}_3$ )によりこの3次元ナノキューブ集積体を作製することを試みている。したがって、それぞれ数十 nm 程度の大きさで粒度分布の狭い高分散性のナノキューブ粒子を合成する必要がある。また界面の形成にあたり、ナノキューブの表面は平滑で、かつ界面活性剤等によって修飾されていないことが望ましい。しかし、 $\text{NaNbO}_3$ においてそれらの条件を満足するナノキューブの合成例はない。我々はこれまでにマイクロ波加熱ソルボサーマル処理によって、 $\text{NaNbO}_3$ 粒子のナノサイズ化に成功している<sup>2)</sup>。しかし、原料であるサブマイクロメートルサイズの酸化ニオブ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ )粒子表面に複数のナノキューブが生成し、凝集体を形成していることがわかった。そこで本研究では、まず液相合成により高分散性の酸化ニオブナノ粒子を合成し、これを原料として高分散性  $\text{NaNbO}_3$  ナノキューブの合成を試みた。

【実験方法】まず良好な分散状態をもつ酸化ニオブナノ粒子の合成を行った<sup>3)</sup>。五塩化ニオブ( $\text{NbCl}_5$ )をエタノール中に溶解させ、この溶液をアンモニア水に加えた。その後遠心分離を行い、得られたゲルに過酸化水素水を加えてソルボサーマル処理を行い、懸濁液を得た。つぎにこの懸濁液と水酸化ナトリウム( $\text{NaOH}$ )を有機溶媒中に加え、 $200^\circ\text{C}$ でマイクロ波加熱ソルボサーマル処理を行った。その後、遠心分離および乾燥を経て生成物を得た。

【結果および考察】酸化ニオブナノ粒子合成において得られた懸濁液中の粒子は、XRD 測定および電子顕微鏡観察から高分散の非晶質のナノ粒子であることがわかっている。またマイクロ波加熱ソルボサーマル法によって、このナノ粒子と  $\text{NaOH}$  を  $200^\circ\text{C}$ 、5分間の条件で反応させることにより  $\text{NaNbO}_3$  ナノキューブの生成が確認された(Fig.1)。

#### 【参考文献】

- 1) T. Tsurumi, T. Suzuki, M. Yamane, and M. Daimon, *Japanese Journal of Applied Physics*, 33, 5192-5195 (1994).
- 2) 大嶋賢太、中島光一、上野慎太郎、和田智志、日本セラミックス協会 2015 年年会、講演予稿集 3K03 (2015).
- 3) N. Uekawa, T. Kudo, F. Mori, J. W. Yong, K. Kakegawa, *Journal of Colloid and Interface Science*, 264, 378-384 (2003).

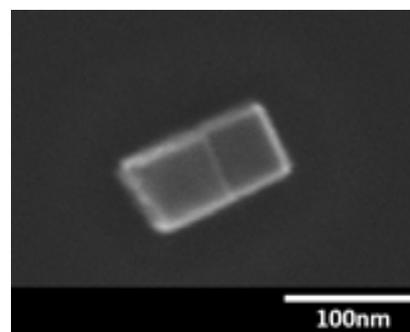


Fig.1 An FE-SEM image of sodium niobate nanocubes particles synthesised by the microwave-assisted solvothermal method at  $200^\circ\text{C}$  for 5min.