

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と集積化に向けた分散液の調製



Microwave-assisted Solvothermal Synthesis of Sodium Niobate Nanocube
Particles and Preparation of Well-dispersed Suspension for Accumulation

山梨大学¹ ○(M1C) 長田 和希¹, 上野 慎太郎¹, 近田 司¹, 藤井 一郎¹, 和田 智志¹

Univ. of Yamanashi¹, ○(M1C) Kazuki Osada¹, Shintaro Ueno¹, Tsukasa Chikata¹, Ichiro Fujii¹,

Satoshi Wada¹

E-mail: swada@yamanashi.ac.jp

【背景】現在、ナノ粒子の界面制御を行うことで優れた特性をもつ材料の開発が行われている。誘電材料においても、立方体形状をもった異種のナノキューブ粒子同士を接合した際に形成される、三次元ヘテロエピタキシャル界面において生じる歪によって、誘電特性の向上が検討されている。我々はこの歪を最大限利用するために、大きな界面積を持つ三次元ナノキューブ複合集積体の作製を試みている。ナノキューブ集積体に用いる物質として、ペロブスカイト型構造を有するニオブ酸ナトリウム (NaNbO_3 , NN) およびチタン酸バリウム (BaTiO_3) の組み合わせを検討している。ここで理想的なナノキューブが持つべき条件として、均一な粒子サイズ、分散剤フリー、高分散性が挙げられる。分散剤はナノキューブの形態制御にしばしば用いられるが、界面利用には表面修飾されていないほうが望ましい。これまでの NN に関する研究¹⁾から、酸化ニオブ (Nb_2O_5) ゾルを原料に用いてマイクロ波加熱ソルボサーマル法を行うことで、分散剤を加えることなく、粒子サイズが約 100 nm の NN ナノキューブの合成に成功している。マイクロ波加熱を行うのは、短時間で合成温度に到達可能で、核生成速度の増加によって、比較的均一なナノキューブが得られるためである。一方、NN ナノキューブの集積における課題点として、凝集体が多く存在することが挙げられる。凝集体の存在は集積時にナノキューブ同士の接合を妨げていると考えられ、この凝集体を減少させることが、緻密な集積体の作製につながると考えられる。そこで本研究では、NN の分散液に対して pH 調整や遠心分離を行うことにより粒度分布の改善を試みた。

【実験方法】まず NN ナノキューブの原料として用いる酸化ニオブゾルの合成を行った。五塩化ニオブ (NbCl_5)、エタノール、アンモニア水を用いてソルボサーマル合成を行った²⁾。次に、NN ナノキューブ合成の前処理として、酸化ニオブゾルおよびエタノール-メタノール混合溶液に対し、ボールミル処理を 24 h 行った。得られたコロイド溶液に水酸化ナトリウム (NaOH) を加え、マイクロ波加熱ソルボサーマル法により 200 °C で NN ナノキューブの合成を行った。得られたナノキューブの分散液に対して 3000 rpm の遠心分離を行った。分散状態の評価は、動的光散乱 (DLS) 法による粒度分布測定およびゼータ電位測定により行った。

【結果および考察】XRD 測定および FESEM 観察 (Fig.1) より、粒子サイズが 100 nm 程度の NN ナノキューブの生成が確認された。また、凝集体が存在することも分かった。分散液のゼータ電位は -60 mV 程度の値を示し、高分散液が得られた。遠心分離を行うことによって凝集体が取り除かれ、粒度分布に改善が見られたので、その結果について報告を行う。

【参考文献】

- 1) 功刀千香, 近田司, 上野慎太郎, 藤井一郎, 和田智志, 日本セラミックス協会 2018 年年会, 講演予稿集 3A20 (2018).
- 2) N. Uekawa, T. Kudo, F. Mori, J. W. Yong, K. Kakegawa, J. Colloid Interface Sci., 264, 378–384 (2003).

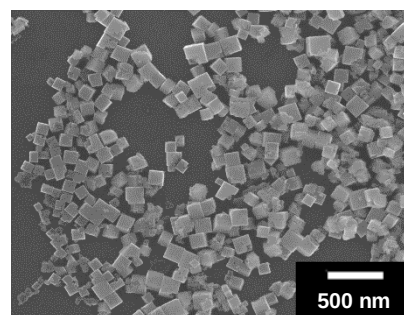


Fig. 1 An FESEM image of sodium niobate nanocube particles synthesized by the microwave-assisted solvothermal method from the sols with ball-milling.