印刷成膜用強誘電体微小粒子合成に関する検討

Symthesis of Ferroelectric Micro-particles for Ink-jet Printing Method *芝浦工大院理工, **芝浦工大 RCGI

○山口正樹*,**, 山﨑美沙*

*Shibaura Inst. of Tech., **RCGI, Shibaura Inst. of Tech.

^oM. Yamaguchi and M. Yamasaki

E-mail: yamag@sic.shibaura-it.ac.jp

1. はじめに

強誘電体をはじめとする機能電子セラミック 材料は、積層セラミックコンデンサや圧電デバイ ス材料などとして広く利用されている。とくに最 近では 3D プリンタを用いることで、複雑な立体 構造をもつデバイスの直接形成も可能となって いる. [1]

この印刷法のもつ最も魅力的な点は、成膜・成型の手軽さにあり、我々もインクジェットプリント法を用いる強誘電体パターンの直接形成に取り組んできた。しかし、前駆体インクを用いる方法では、大気中の水蒸気による副生成物の影響や、添加増粘剤の影響による膜密度の低下などが課題となることが分かっている。[2,3]

強誘電体ナノキューブの自己集合プロセスによる三村らの高配向規則配列集合体に関する先駆的報告は, [4 - 6]印刷法にも適応することができるものと考えられる。そこで前回我々は, 高配向強誘電体膜を作成するための微粒子の作成と, 合成インクの吐出についての報告を行った。[7]しかし, 合成微粒子サイズを明らかにするには至っていなかった。

そこで今回は、これについて評価をするととも に、併せて界面活性剤量の与える影響についても 検討した.

2. 実験方法

本報告におけるチタン酸バリウム微粒子の合成は、前回と同様、水熱合成法により行った. 出発原料には水酸化バリウム、水溶性チタン溶液、水酸化ナトリウム水溶液、界面活性剤をそれぞれ用い、また、水酸化ナトリウム濃度は 1.0 mol/Lに固定した. 合成溶液は各原料を秤量・混合したものであり、これを圧力容器内で撹拌しながら、200℃で 72 時間の粒子成長を行った. また、合成粒子はエタノールによる洗浄の後、無極性溶媒に分散・分離することで目的粒子とした. [7]

なお、バリウム/チタン比は 1.0、水酸化バリウムは水溶液の濃度で $0.01 \mod L$ にそれぞれ固定し、界面活性剤量はバリウムに対するモル比で $4 \sim 16$ 倍の範囲で変化させた.

3. 結果および考察

図には合成したチタン酸バリウム微粒子の例として、界面活性剤量 16 倍のときの走査電子顕微鏡写真を示した。ここから分かるように、成長した微粒子はキューブ状であり、そのサイズは約10 nm となっている。また、この基板表面および隣接粒子表面のいずれにも各粒子が表面を接していることから、表面自由エネルギーを最小化することで粒子配向が生じる、グラフォエピタキシーが部分的に起こっていることも分かる。[8,9]

界面活性剤量を減少させると粒子サイズは増大しており、この傾向は Dang らの SrTiO₃ナノ粒子の報告とも一致する. [10]しかし、図から分かるように形状ならびにサイズの異なる粒子が混在することから、印刷用インクの作成には粒子分離条件の見直しが必要である.

参考文献

- 1) Z. Chen et. al., IFAAP2018, 28am-F03 (2018).
- 2) 柿元ほか, 第 62 回応物春季講演会, 11p-P4-6 (2015).
- 3) 松岡ほか, 第33回強誘電体応用会議, 25-T-03 (2016).
- 4) 三村ほか, 第60回応物春季講演会, 29a-D3-5 (2013).
- 5) 三村ほか, 第 74 回応物秋季講演会, 19p-D1-1 (2013).
- 6) 三村ほか, 第 62 回応物春季講演会, 13a-A21-6 (2015).
- 7) 山﨑ほか, 第80回応物秋季講演会, 19p-PA3-5 (2019).
- 8) H. I. Smith et al., Appl. Phys. Lett., 32, 349 (1978).
- 9) M. W. Geis et al., Appl. Phys. Lett., 35, 71 (1979).
- 10) F. Dang et al., Cryst. Eng. Comm., 13, 3878 (2011).

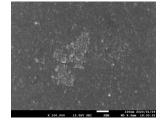


Fig. The typical SEM images of synthesized $BaTiO_3$ micro-particles.