

# 高性能複合誘電材料に向けたニオブ酸塩を原料とする KNbO<sub>3</sub> ナノキューブのソルボサーマル合成

## Solvothermal Synthesis of KNbO<sub>3</sub> Nanocubes from Niobates for High-performance Dielectric Composite Materials

山梨大工<sup>1</sup> ○(B)山家 恵理香<sup>1</sup>, 上野 慎太郎<sup>1</sup>, 藤井 一郎<sup>1</sup>, 和田 智志<sup>1</sup>

Univ. of Yamanashi<sup>1</sup>, °Erika Yamaga<sup>1</sup>, Shintaro Ueno<sup>1</sup>, Ichiro Fujii<sup>1</sup>, Satoshi Wada<sup>1</sup>

E-mail: swada@yamanashi.ac.jp

【緒論】近年、電子機器の小型化・多様化から、大容量のセラミックキャパシタが求められており、我々は2種類のペロブスカイト型誘電体が三次元的にエピタキシャルに接合した複合誘電材料を提案している。このエピタキシャル界面近傍では、界面歪の影響で格子定数が連続的に変化する構造傾斜領域が形成され、分極回転による大きな誘電応答が期待できる[1]。界面を効率的に利用するには、ナノキューブ粒子同士を三次元的に交互に接合させた集積体が構造的に適しており、我々は強誘電体であるニオブ酸カリウム(KNbO<sub>3</sub>, KN)と、チタン酸バリウム(BaTiO<sub>3</sub>, BT)を選択し形態制御の研究を行ってきた。本研究では、均一なサイズと形状を持ち、表面未修飾の KN ナノキューブ粒子の合成を検討した。以前の研究では、酸化ニオブ(Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)と水酸化カリウム(KOH)から KN ナノキューブを合成していたが、均一で分散性の良いナノキューブは得られなかった。これは Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> から KN が生成する反応過程が複雑で、核生成が逐次的に長時間に渡って起こることが原因の一つとして挙げられる。そこで本研究では、KN の前駆体としてカリウムを含むニオブ酸塩(例えば K<sub>4</sub>Nb<sub>6</sub>O<sub>17</sub>)を選択し、KN の生成反応を促進することで同時に多量の核生成を起こし、ナノキューブのサイズの均一化と凝集の抑制を試みた。

【実験方法】先行研究を参考に、水熱法を用いて Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> と KOH から K<sub>4</sub>Nb<sub>6</sub>O<sub>17</sub> 粒子の合成を行った[2]。得られた K<sub>4</sub>Nb<sub>6</sub>O<sub>17</sub> 粒子を KOH、エタノールとともにテフロン製の容器に入れて密封し、200°C で 18 時間のソルボサーマル処理を行い、洗浄、乾燥の後、得られた粒子のキャラクタリゼーションを行った。

【結果と考察】前駆体である K<sub>4</sub>Nb<sub>6</sub>O<sub>17</sub> は単相で合成できており、その後エタノール中で KOH と反応させることで KN が得られていることが XRD 結果からわかる(Fig. 1)。また得られた KN ナノキューブは、これまでに Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> を前駆体として合成した KN ナノキューブに比べ、サイズが均一化し、分散性が向上していることがわかる(Fig. 2)。

[1] E. Magome, Y. Kuroiwa, H. Yoshimura, C. Moriyoshi, K. Yamashita, I. Fujii, K. Nakashima, N. Kumada, S. Wada, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 51, 09LE05 (2012).

[2] J.-F. Liu, X.-L. Li, Y.-D. Li, *J. Cryst. Growth.*, 247, 419–424 (2003).

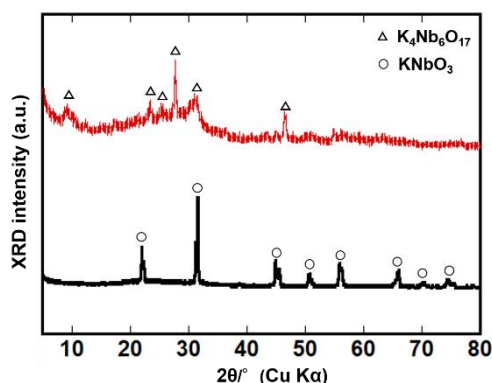


Fig. 1 XRD patterns of the K<sub>4</sub>Nb<sub>6</sub>O<sub>17</sub> precursor particles and KN nanoparticles synthesized from K<sub>4</sub>Nb<sub>6</sub>O<sub>17</sub> by the solvothermal method.

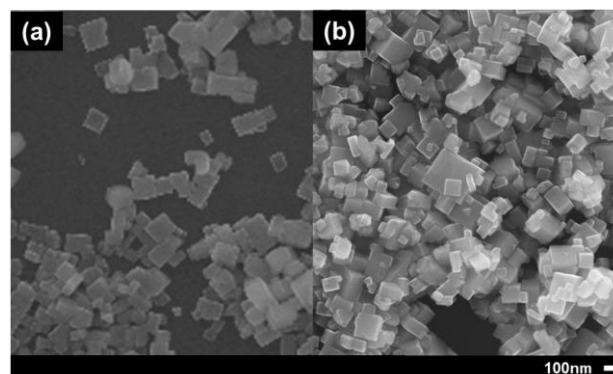


Fig. 2 SEM images of the KN nanoparticles synthesized from (a) the K<sub>4</sub>Nb<sub>6</sub>O<sub>17</sub> and (b) Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> precursor particles.