

水熱合成法により作製した $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3$ セラミックスの 微細構造および緻密化

Microstructure and densification of $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3$ ceramics prepared by hydrothermal synthesis

東京理科大学¹, [○](B)堀越 日向¹, ナム ヒョンウク¹, 高木 優香¹, 永田 肇¹

Tokyo University of Science.¹, [○]H. Horikoshi¹, H. Nam¹, Y. Takgi¹, H. Nagata¹

E-mail: h-nagata@rs.tus.ac.jp

【背景】近年、環境や健康への配慮から、環境に優しい非鉛圧電材料の研究が盛んに行われている。非鉛圧電材料の一つであるチタン酸ビスマスナトリウム $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_3$ (BNT)セラミックスは、作製が容易であり圧電性が比較的高いことから、ハイパワー圧電応用として期待されている。しかしながら、BNT系セラミックスの焼結温度が 1140°C と高く、高温焼結に伴うBiの揮発という問題がある。この課題を解決するためには、低温で均一で微細なセラミックス粉末を作製する水熱合成法が重要である。しかし、セラミックスの高密度化をためには、水熱合成法により微細な粉末を作製しても、焼結には一般的に固相反応法が用いられているため、飛躍的な低温焼結によるセラミックスの高密度化が依然として課題とされている。本研究では、更なる低温化のために、試料粉をプレスしたバルクを水熱合成プロセスで高密度化することに焦点を当て^[1]、様々な水熱・出発原料条件でBNT形成過程に関して検討した。すなわち、試料粉をプレスしたグリーン成型体を水熱容器に入れ、成型体を基板として水熱合成プロセスを用いて所望の組成(BNT)を成長させることにより緻密なセラミックスを得ることを目的として研究を行った。

【実験方法】試料粉をプレスし、バルクに成型後、水熱合成法により合成を行った。試料粉として水熱合成プロセスで作製したBNT粉、または、酸化チタン(TiO_2)と水酸化ビスマス($\text{Bi}(\text{OH})_3$)の混合粉を用いた。なお、酸化チタンにはルチル型もしくはアナターゼ型の TiO_2 を用い、 $\text{Bi}(\text{OH})_3$ とのモル比を $\text{TiO}_2:\text{Bi}(\text{OH})_3=2:1$ とした。さらに、水熱合成プロセスにおいては、 15M の $\text{Na}(\text{OH})_2$ 水溶液に加え、バルク重量 1.00g 、保持温度 240°C 、保持時間24時間の条件で行った。その後得られたバルク試料を塩酸で洗浄し、乾燥させ、所望の測定(XRD, SEM, 密度測定など)を行った。

【結果と考察】BNT粉のみで合成した際、バルクの崩壊、溶解が見られた。 $\text{TiO}_2\text{-Bi}(\text{OH})_3$ の混合粉を原料とした場合、BNTがバルクを崩すことなく合成されることが分かり、通常、水熱合成法で作製したBNT粉をプレスしたバルクの相対密度が53%であるのに対して、今回の試料は相対密度70%超を示した。これはバルクを基板とし、固相反応によるBNTの作製が促されたことを示唆している。また、図1に示すように合成後の混合粉のX線回折測定から得られた全ての回折ピークは、BNTまたは正方晶の TiO_2 に帰属された。今後、原料粉の混合比や水熱条件を最適化することにより、より高密度なBNTの合成が可能になると考えられる。また、バルクの高密度化による焼結温度の低温化についても期待できると考えられる。

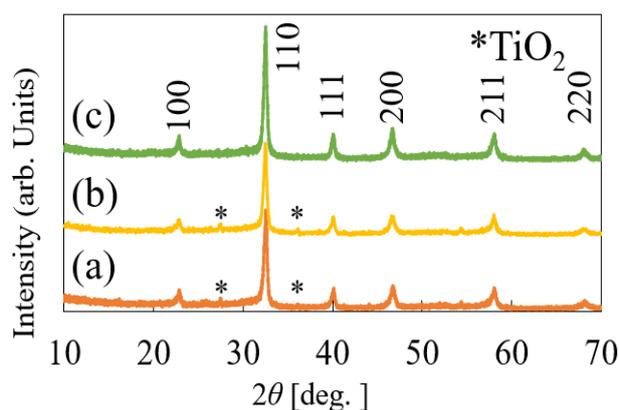


図1 バルク BNT セラミックスの XRD, (a) $2.0\mu\text{m}$ ルチル型 $\text{TiO}_2\text{-Bi}(\text{OH})_3$, (b) $0.5\mu\text{m}$ ルチル型 $\text{TiO}_2\text{-Bi}(\text{OH})_3$, (c) アナターゼ型 $\text{TiO}_2\text{-Bi}(\text{OH})_3$

[1] Y. Hirose, S. Ueno, K. Nakashima, and S. Wada, JCS-Japan 40 239-242 (2015)