

微粉末を用いた 0.9NaNbO₃-0.1BaTiO₃ セラミックスの作製

(名古屋工業大学)○坂野 聡一・青柳 倫太郎

【はじめに】圧電セラミックスの誘電率や圧電定数は粒径に依存し、ある粒径で大きくなる。我々は非鉛圧電セラミックス(1-x)NaNbO₃-xBaTiO₃に対し、粒径制御による特性向上を目指している。本研究ではこの微構造制御に必要な NaNbO₃(NN)微粉末を合成し、BaTiO₃(BT)微粉末と混合、焼成することにより 0.9NaNbO₃-0.1BaTiO₃ セラミックス(NNBT)を作製した。

【実験方法】NN 微粉末は出発原料の Na₂CO₃、Nb₂O₅と熔融塩の NaCl を 1:1:6 モルの比で混合し 800 °C で 4 時間熱処理、室温に急冷した後、イオン交換水を用いて NaCl を除去することにより作製した。得られた NN 微粉末と市販の粒径 100 nm の BT 粉末は 9:1 モルの比で混合し、500~1200 °C で焼成することにより NNBT を作製した。得られた試料は密度や微構造、結晶構造、圧電特性の評価を行った。

【実験結果】熔融塩法により合成した粉末は斜方晶ペロブスカイト構造をもち、粒径 150~200 nm の微粒子で構成されていることが分かった。熔融塩法と固相反応法により合成した NN 粉末を焼成し、その焼結体の密度と焼成温度の関係を図 1 に示す。熔融塩法により合成した NN は 1280 °C において密度が 4.3 g/cm³ に達し、それ以上の温度では飽和していた。一方固相反応法によって合成した NN は 1360 °C と 1380 °C の間で急激に緻密化し、1380 °C で初めて密度が約 4.3 g/cm³ となった。比較すると熔融塩法により合成した NN は固相反応法よりも 100 °C 低い温度で緻密な焼結体となっている。これは微粉末を用いることで NN の焼結性が向上することを示す。また合成法によらず焼結体の抵抗率は 2×10¹² Ω・cm 程度であるため、熔融塩法で用いた NaCl の影響はないと考えられる。

NN と BT 微粉末を混合し 500~1200 °C で焼成した試料の XRD を図 2 に示す。この図より 800 °C までは NN と BT が存在するが、1000 °C 以上ではそれらが反応し正方晶ペロブスカイト構造を持つ NNBT となることがわかった。図 3 に 1000 °C~1220 °C で焼成した NNBT の密度を示す。焼結体は NN と BT が反応する 1000 °C ではなく、1100 °C から急激に緻密化することがわかった。また密度は 1200 °C で飽和している。一般的な固相反応法により作製した試料は 1240 °C で飽和していたため NN と同様に焼結性が向上した。

分極処理した NNBT の圧電定数 d_{33} は 145 pC/N、電気機械結合係数 k_{33} は 0.48 となり、一般的な固相反応法により作製した試料と比べ大きくなった。

これらのことから微粉末を用いてセラミックスを作製することは NNBT において焼結性や圧電特性向上に有効であることがわかった。

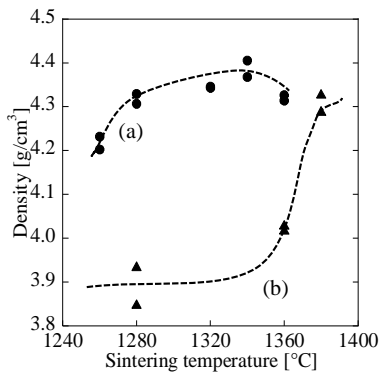


Fig.1 Measured density of NN ceramics synthesized by (a) molten salt method and (b) conventional solid state method as function of sintering temperature.

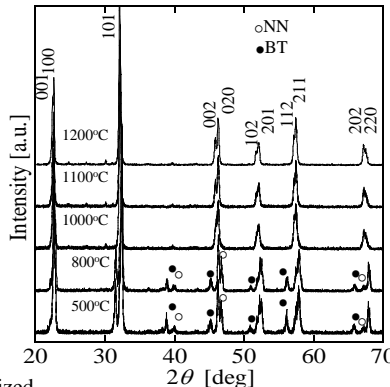


Fig.2 XRD patterns of NNBT .

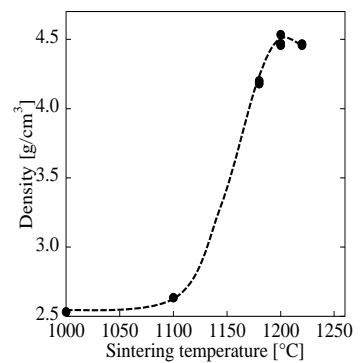


Fig.3 Measured density of NNBT as function of sintering temperature.