

課題番号 : F-18-IT-0027
利用形態 : 機器利用
利用課題名(日本語) : 溶液作製した機能性セラミックス材料の微細構造観察
Program Title(English) : Micro-structure observation of solution-processed functional ceramics
利用者名(日本語) : 久保田雄太¹⁾, 小林亮介¹⁾, 藤井勇輔¹⁾, 永井 俊¹⁾, 松下伸広¹⁾
Username(English) : Y. Kubota¹⁾, R. Kobayashi¹⁾, Y. Fujii¹⁾, S. Nagai¹⁾, N. Matsushita¹⁾
所属名(日本語) : 1)東京工業大学 物質理工学院 材料系
Affiliation(English) : 1)Department of Materials Science and Engineering, School of Materials and Chemical Technology, Tokyo Institute of Technology
キーワード/Keyword : ナノ構造、溶液プロセス、機能性セラミックス材料、形状・形態観察、分析

1. 概要(Summary)

本年度は気液沈殿法、アンモニア溶液中の水熱成長、水熱法または水熱電気化学法により機能性セラミックス材料を作製しており、各作製パラメータが試料の微細構造に与える影響を SEM 像で観察した。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

電界放射型走査電子顕微鏡(FE-SEM) S4500

【実験方法】

上記の SEM 装置を用いて、CeO₂ ナノワイヤー、ZnO ナノロッドアレイ、Na チタネートナノメッシュ、Mg(OH)₂ 層それぞれの表面/断面構造、断面粗さの評価等を行った。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

アンモニアを用いた気液沈殿プロセスにおける温度や時間、原料のカウンターイオン、原料溶液の初期 pH をパラメータとし、それらの最適化で十数 μm 長におよぶ CeO₂ ワイヤーの合成に成功した。この異方成長メカニズムはメソクリスタル形成、ナノ粒子への熟成、{001} 安定化、{111} オリエントアタッチメントによる<011>成長とステージ毎に分けて説明可能であった。

アンミン錯体溶液中での水熱処理により作製した N ドープ ZnO ナノロッドアレイの SEM 像を Fig. 1 に示す。可視

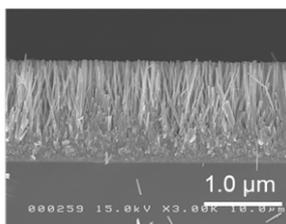


Fig.1 Cross-sectional SEM image of N doped ZnO nano-rod array.



Fig.2 Cross-sectional SEM image of hydrothermally treated Mg alloy.

光応答を示し、現状では未だ暗電流が大きいものの光電導型フォトディテクター特性の評価も行った。

Ti₄₀Zr₁₀Cu₃₆Pb₁₄ 基板に水熱電気化学処理を行うと表面にナノメッシュ状のアモルファスチタン酸ナトリウム層が形成し、さらに硝酸銀水溶液中に浸漬して陽イオン交換処理を行うことで、試料表面はアパタイト生成が可能な生体活性と銀イオンによる抗菌性の両方を示すことが明らかになった。

150℃の水熱処理により、Fig. 2 に示す様に Mg 合金表面に水酸化物 Mg(OH)₂ 層とリン酸塩 Na₄Mg(PO₄)₂H₂O 層の 2 層構造の被覆が可能であり、このうち水素生成試験から Mg(OH)₂ 層の存在が耐食性の大幅な上昇に寄与することを明らかにした。

4. その他・特記事項(Others)

(謝辞) 当研究室の今年度の博士 3 年、修士 2 年の学生が東工大ナノテクノロジー・プラットフォーム(微細加工プラットフォーム)による FE-SEM 観察により博士論文、修士論文に不可欠な画像を多数得ることができました。ここに感謝致します。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

- (1) R. Kobayashi, and N. Matsushita et al.: Fabrication of nitrogen-doped ZnO nanorod arrays by hydrothermal synthesis and ambient annealing, *RSC Advances*, 8, pp.23599-23605, 2018.
- (2) Y. Kubota, and N. Matsushita et al : Anisotropic growth of gas-liquid precipitated ceria mesocrystals to wires several micrometers in length, *RSC Advances*, 8, 243570-243575, 2018.
- (3) Y. Kubota, and N. Matsushita et al : Gas-assisted Liquid Phase Deposition of Crystalline Ceria Films, *Surface and Coatings Technology*, 361, 263-269. 2019.

6. 関連特許(Patent) なし。