

VÝSKUM A VÝVOJ NOVÝCH MATERIÁLOV V RAKÚSKOM TECHNOLOGICKOM INŠTITÚTE V SEIBERSDORFE

Bača L., Habib A., Steiner H., Stelzer N.

AIT Austrian Institute of Technology GmbH, Advanced Materials and Aerospace Technologies,
A-2444 Seibersdorf, Austria

Rakúsky technologický inštitút (Austrian Institute of Technology GmbH - AIT) bol založený v Seibersdorfe v roku 1956 na ploche cca 110 ha juhovýchodne od Viedne ako Rakúske reaktorové centrum využívajúce atómovú energiu na priateľské účely. Hlavným výskumným prístrojom bol v tom čase adaptovaný atómový reaktor typu ASTRA, ktorý bol prvým reaktorom v Rakúsku. Popri výskume atómovej energie sa na tomto mieste založili aj inštitúty pre elektroniku, fyziku, metalurgiu, chémiu a ochranu proti rádioaktívnemu žiareniu. Zároveň sa tu zriadil aj medzisklad pre nízko-rádioaktívne odpady. K zmene zamerania došlo v roku 1978 po ľudovom hlasovaní o ďalšom používaní atómovej energie v Rakúsku a jadrovej elektrárne v Zwentendorfe. Na základe tohto hlasovania sa jadrová elektráreň v Zwentendorfe na Dunaji uzavrela a doteraz patri k najväčším investičným ruinám Rakúska vo výške 5,2 miliardy Schillingov (377,9 Mio. Euro). Avšak pozícia výskumného strediska v Seibersdorfe sa po tomto rozhodnutí posilnila o ďalšie vedecké inštitúcie. Vlastníkmi AIT sú Rakúska republika s 50,46 %, zastúpená Ministerstvom pre dopravu, inovácie a technológie a 49,54% patri súkromným priemyselným firmám, bankám a poisťovniam.

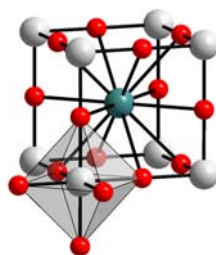
Výskum a vývoj nových materiálov spadá pod oddelenie Advanced Materials and Aerospace Technologies (AMAT), ktorá zahŕňa ďalšie tri skupiny: Alloy Development and Powder Technology (APT), Aerospace and Advanced Composites (AAC) a Space Propulsion and Advanced Concepts (SPA).

V ďalšej práci sa zameriame len na skupinu Surface Engineering Group (SEG), ktorá organizačne spadá pod APT. Hlavnou náplňou skupiny SEG je vývoj **nových anorganických nanočastíc, vrstiev a kompozitných materiálov so zabudovanými**

nanočasticami. Na prípravu týchto materiálov sa používa hlavne hydrotermálna a solvotermálna metóda, sól-gél proces a metódy povlakovania substrátov z roztokov ako napr. dip-coating (vyťahovanie), spin-coating (rotácia) a spray-coating (nástreky). Vo všeobecnosti, syntéza anorganických práškov veľkosti 10^{-9} m (nano) prebieha vo vodnom roztoku (hydrotermálne) alebo sa použijú iné organické rozpúšťadlá (solvotermálna syntéza) v uzavretej nádobe za zvýšenej teploty a tlaku. Takýmto spôsobom sme pripravili väčšinou oxidové materiály ako sú napr. TiO_2 , Ti(W)O_2 , BaTiO_3 , SnO_2 , Sn(Sb)O_2 , ZrO_2 , Zr(Y,Ce)O_2 , CeO_2 , Ce(Re)O_2 , $\text{Y(Re)}_2\text{O}_3$ ale aj neoxidové ako npar. Ni_3B , TiB_2 , YF_3 a iné.

Jednou z najdôležitejších úloh pri hydrotermálnej syntéze je nastavenie parametrov (teplota, čas, koncentrácia), ktoré majú veľký vplyv na konečnú veľkosť a morfológiu častíc. Tento vplyv si ukážeme na príklade BaTiO_3 . Bárium titaničitý je zmes oxidov bária (BaO) a titánu (TiO_2), ktorý kryštalizuje v závislosti od teploty v týchto polymorfných modifikáciách [1]:

rhombohedral (-90°C) \rightarrow orthorhombic (0°C) \rightarrow tetragonal (120°C) \rightarrow cubic tzv. perovskitovej (obr.1). (1460°C) \rightarrow hexagonal



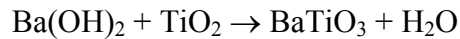
Obr. 1 Perovskitova štruktúra BaTiO_3 (Ba^{2+} ; Ti^{4+} ; O^{2-}) [2]

Bárium titaničitý - BaTiO_3 patrí do skupiny tzv. elektrokeramiky a patrí medzi ferroelektriká s výraznou hysteréznou slučkou a veľkou dielektrickou konštantou (1500-2000). Ferroelektricitá je spontánna elektrická polarizácia materiálu, ktorý je vystavený vonkajšiemu elektrickému poľu. Typickým znakom materiálov je, že vykazujú ferroelektrické vlastnosti len pod určitou prechodnou teplotou, ktorú nazývame Curie teplota, T_c , a nad ňou sú paraelektrické. V súčasnosti je BaTiO_3 jedným z najdôležitejších komponentov v elektronike ako viacvrstvový keramický kondenzátor „multilayer ceramic capacitors (MLCCs)“ montovaný v elektrických obvodoch.

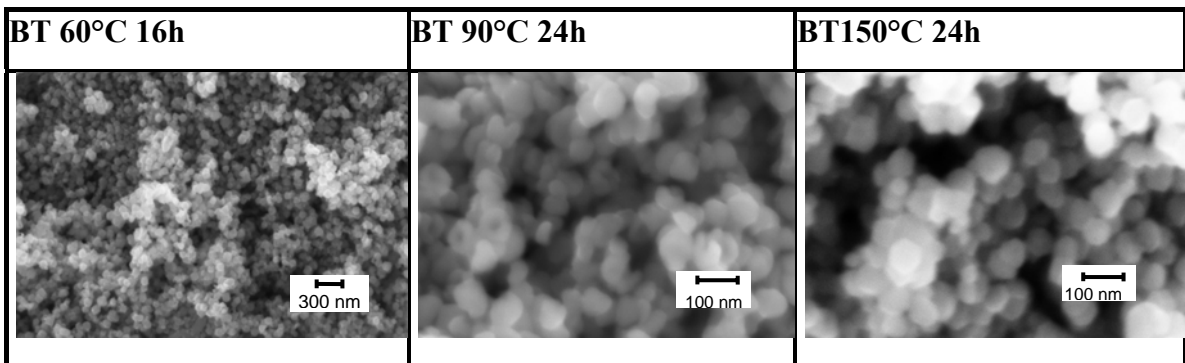
V elektronike, ktorú používame môžeme nájsť veľmi veľa MLCCs, napr. typické hodinky obsahujú 2 to 4, video kamera alebo mobilný telefón 250, laptop 400 a jeden automobile cez 1000 [3].

Príprava nanopráškov BaTiO₃

Na obr. 2 sú zobrazené vzorky BaTiO₃ prášku pripravene reakciou:

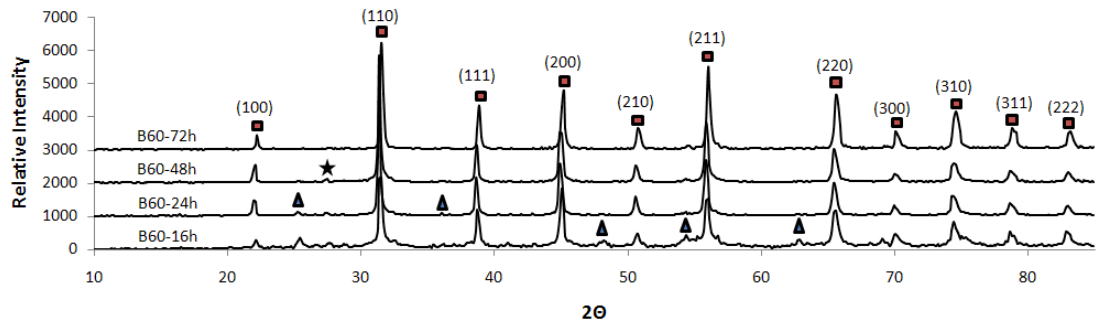


za rôznych hydrotermálnych podmienok. Ako je možné vidieť takýmto spôsobom syntézy je zabezpečená vysoká homogenita, presná stechiometria a jednotná distribúcia veľkosti častíc.



Obr.2 Záznamy BaTiO₃ práškov zo skenovacieho elektrónového mikroskopu (SEM) pripravených za rôznych hydrotermálnych podmienok

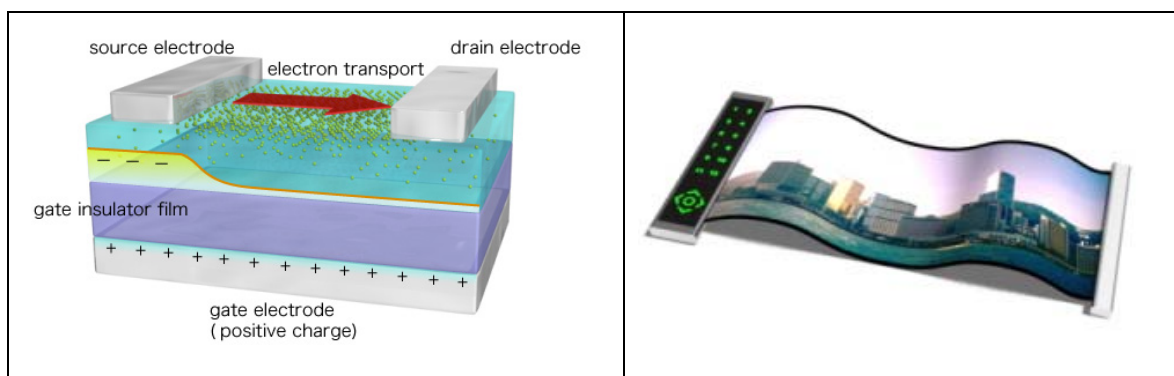
Nanočastice BaTiO₃ získané hydrotermálnou syntézou boli charakterizované pomocou Röntgenovej difrakčnej analýzy (XRD). Fázové zloženie odhaľuje prítomnosť BaTiO₃ so štruktúrou perovskitu, ktorá sa začína tvoriť už po 16h pri teplote 60°C a rutilu a anatasu ako nečistôt. S dlhším reakčným časom sa intenzity rutilu a anatasu znížili na minimum, čo predstavuje takmer ukončenú reakciu.



Obr. 3 Röntgenová difrakčná analýza vzoriek BaTiO₃ získaných pri teplote 60°C v závislosti od času syntézy použitím komerčného TiO₂ prášku (Evonik – P25) (■BaTiO₃, ▲TiO₂ - Anatase, *TiO₂ - Rutile).

Kompozitné materiály keramika-polymér (BaTiO₃-Polymetylmetakrylát (PMMA))

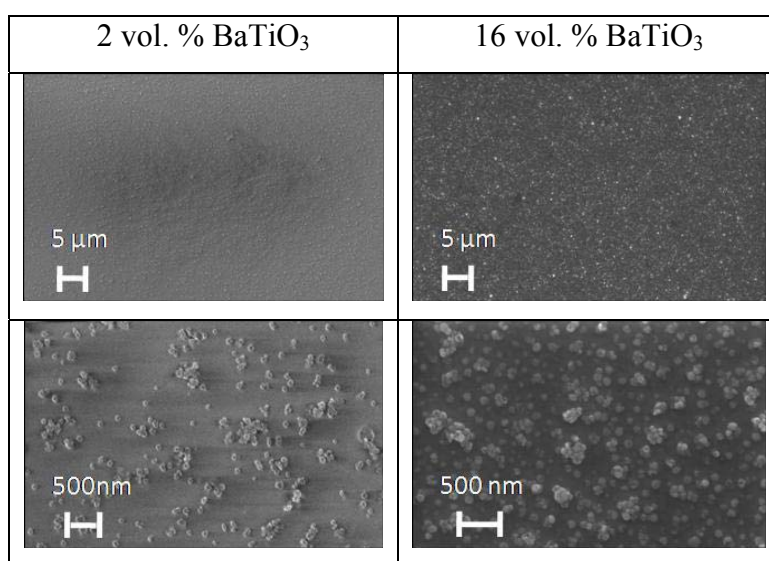
Čisté polymérne materiály sa relatívne ľahko spracovávajú, ale majú nízku dielektrickú konštantu pre lepšie využitie v elektronike. Na druhej strane stoja keramické materiály s vysokou dielektrickou konštantou napr. BaTiO₃ ($\epsilon_r \sim 1500-2000$), ktorých syntéza vyžaduje viac energie a často aj náročnejšie podmienky. Súčasný trend v elektronike a využití technológie tlačených plošných spojov takých aké sú organické tranzistory riadené poľom „organic field effect transistors (OFETs)“ (Obr. 4) si vyžaduje pripraviť tenké vrstvy s vysokou dielektrickou konštantou a spracovateľnosťou, ktoré by mohli nahradiť súčasne používané dielektrické vrstvy (SiO₂ $\epsilon_r \sim 2$, PMMA $\epsilon_r \sim 2.6-3$) aby sa dosiahla vysoká mobilita v OFETS pri nízkom operačnom napätí. [4].



Obr. 4 Schematické znázornenie OFETs a príklad ich využitia - flexibilá obrazovka vyrobená z organických polovodičov za nízkych teplôt na plastovom substráte

V takomto prípade sa vývoj zameriava na kombináciu flexibilných polymérov s keramickým práškom s požadovanými vlastnosťami tzv. kompozitnými materiálmi ako napr. v našom prípade PMMA- BaTiO₃.

Na prípravu a dosiahnutie uniformnej disperzie nanočastíc BaTiO₃ v polymérnej PMMA matrici bolo použité ultrazvukové spracovanie a deaglomeracia keramického prášku v organickom rozpúšťadle s pomocou surfaktantu PMMA-co-MA. Použitím tohto surfaktantu sa nám podarilo vylepšiť disperziu oxidového nanoprášku v roztoku PMMA a pripraviť tak tenké filmy s rôznym obsahom nanočastíc BaTiO₃ (obr. 5).



Obr. 5 SEM snímky z povrchu PMMA filmov pripravených s rôznym obsahom BaTiO₃

Výsledkom nášho snaženia bola nameraná dielektrická konštanta 9 pre tenký kompozitný film s hrúbkou približne 270 nm pri 20 vol. % obsahu BaTiO₃ v PMMA, čo predstavuje štvornásobné zlepšenie oproti komerčným dielektrickým filmom [5].

Literatúra

- [1] Dickson, J.G., L. Katz, and R. Ward, Compounds with the hexagonal barium titanate structure, *J. Am. Chem. Soc.*, (1961) 83 p. 3026-29
- [2] Arthur R. von Hippel, Ferroelectricity, Domain Structure, and Phase Transitions of Barium Titanate. In: *Rev. Mod. Phys.* (1950) 22 p. 221–237
- [3] Yoon, D.-H. and B.I. Lee, BaTiO₃ properties and powder characteristics for ceramic capacitors, *J. Ceram. Process. Res.*, (2002) 3(2) p. 41-47]

[4] C. D. Dimitrakopoulos, S. Purushothaman, J. Kymissis, A. Callegari and J. M. Shaw, Science 283 (1999) p.822

[5] Amir Habib, Hydrothermal Synthesis of Nanocrystalline Barium Titanate and the Production of thin Ceramic-Polymer Dielectric Films, Dissertation, (2008) 7 Wien