

窒素プラズマ処理による可視光応答 フレキシブル酸化チタンに関する研究

日大生産工 ○矢澤翔大 新妻清純 工藤祐輔

1 まえがき

本多・藤嶋らによる1972年の光触媒の研究は酸化チタンを用いた人工光合成の発見を契機として盛んに行われるようになった。その光触媒とは太陽光などの光のみで反応し、非常にクリーンで半永久的に使用することが出来る材料である。光触媒の一つである酸化チタンは紫外線でのみ反応するため、我々の生活環境に用いられている照明から照射される可視光では光触媒活性を発揮することは難しいと言われている。そこで、可視光でも光触媒活性を示す可視光応答型の光触媒の研究が盛んに行われている。

また、光触媒は建造物の壁や窓などに施工されることが一般的であり、硬度が高いものに塗布されていることが多く光触媒を塗装するところが非常に限定的になっていると考えられる。それに比べて、フレキシブル基板は透明かつ非常に薄く、柔軟性の高い基板である。このフレキシブル基板を用いることで、非常に薄くそして軽量化を図ることが可能となり、光触媒の使用用途が広がると考えられる。

本研究では酸化チタンをフレキシブル基板への成膜をスパッタ方式で試みた。その作製した薄膜に窒素プラズマを曝すことで可視光応答型光触媒の作製を試みた。

2 実験方法

2.1 酸化チタン薄膜の作製

本研究では、RFマグネトロンスパッタリング法により試料を作製した。ターゲットには純度99.5 %のTiを用いTiO₂薄膜を成膜した。最終到達真空度を 5.0×10^{-4} Pa, スパッタガスと

してAr + 40 % O₂混合ガスを使用し、成膜ガス圧を3.0 Pa一定とした。そして、高周波電源により投入電力150 W一定で放電を行い、ターゲットより55 mm 隔てたフレキシブル基板上に成膜をした。フレキシブル基板上に成膜したTiO₂薄膜の膜厚は600, 700, 800, 900 1000 nmと変化させた。基板は、フレキシブル基板(ポリイミドフィルム)を用いた。

2.2 窒素プラズマ処理および評価方法

本研究で使用した窒素プラズマ処理装置の概要図をFig.1に示す。真空装置として、真空槽(真空器械工業製)を用い、 1.0×10^{-3} Pa 以下の高真空排気した。カソードであるステンレス(SUS304)の板に、作製した酸化チタン基板をのせている。ガス導入管を兼ねたアノードにはCu管を用い、カソード・アノード間距離は100 mmとした。また、プラズマ密度を高める

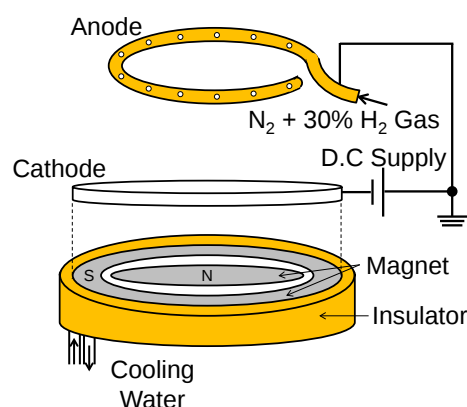


Fig.1 Schematic diagram of nitrogen plasma processing.

Study on Flexible Visible Light Responsive TiO₂
Irradiated with N₂ Plasma

Shota YAZAWA Kiyozumi NIIZUMA Yusuke KUDO

ため。カソードの下部にフェライト磁石を配置した。このため、試料には47.8 kA/m程度の磁界が印加されている。試料温度を303 Kとし、N₂ + 30% H₂ガス圧を8.0 Paとしてプラズマ照射した。処理時間は5分とした。試料評価方法として、元素分析マッピングには電子線マイクロアナライザ (EPMA) , 結晶構造解析にはCu-K α を線源とするX線回折装置(XRD), 酸化分解作用の測定には光触媒チェッカー(可視光照射)を用いた。

3 実験結果

窒素プラズマ処理を行った酸化チタン膜と未処理の酸化チタン膜のEPMAによる窒素による表面分析の結果をFig.2に示す。処理をしていない元の酸化チタン膜からはほとんど窒素が検出されなかった(平均値:0)ことに対して窒素プラズマ処理を行った酸化チタン膜は全体的に窒素が含まれている(平均値:3)ことが分かった。作製した酸化チタン薄膜のXRDの結果からはアナターゼ型酸化チタンの回折線が認められたが、窒化することによる回折線のピーク位置の変化は認められなかったので、結晶には影響がほとんどなかったと考える。

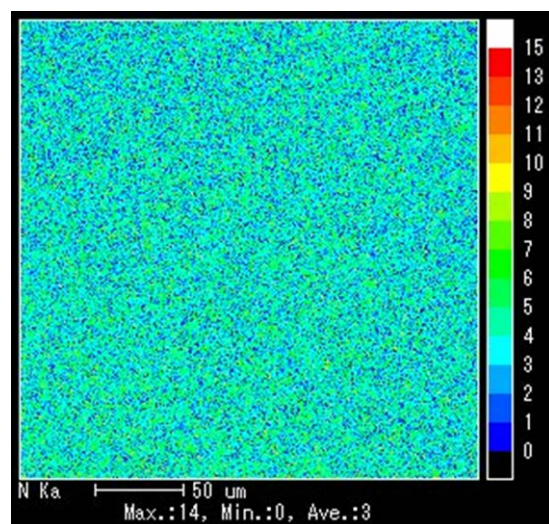
光触媒チェッカーにより作製した試料の酸化分解反応の測定を行った結果をFig.3に示す。吸光度 (ABS) の値が低いほど分解性能が高いことを示している。プラズマ処理後では未処理の試料と比べ性能が高くなっていることがわかる。これは窒素が含まれたことによる光触媒活性と考える。膜厚が800 nmの際に最大の分解作用を示した。

4 まとめ

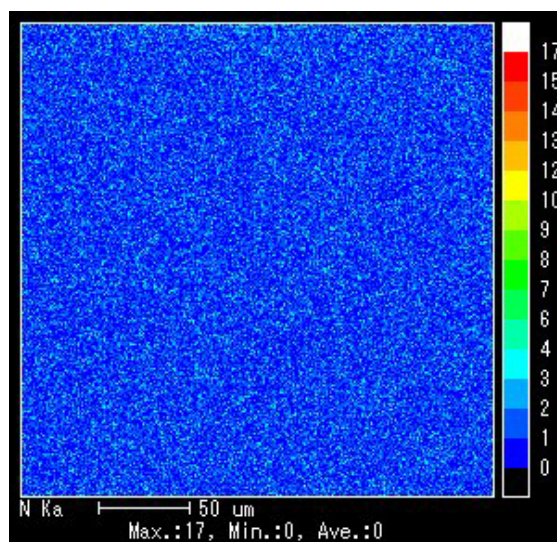
本研究では可視光にも反応するフレキシブルな酸化チタン薄膜を作製することを試みた。窒素プラズマ処理をすることで可視光照射下での光触媒性能向上に成功した。

参考文献

[1] Yazawa, Niizuma: フレキシブル基板上への TiO₂ 薄膜形成の試み室内環境学会学術大会講演要旨集 (2015) Vol.2015 PP284-285



Treated TiO₂



Untreated TiO₂

Fig.2 Surface analysis of TiO₂ thin film.

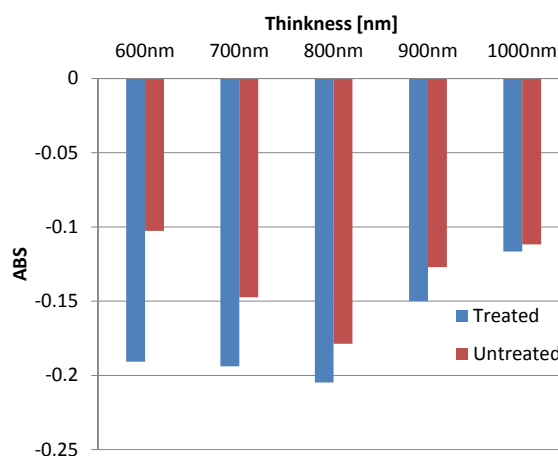


Fig.3 Dependence of oxidative dissolution reaction on TiO₂ film thickness (under visible light).