ISSN 2186-5647

3-7

フレキシブル基板に成膜した酸化チタン薄膜の膜厚依存性

日大生産工　○矢澤翔大　工藤祐輔　新妻清純

1 まえがき

光触媒として代表的な酸化チタンは非常に身近な材料であり，化粧品などの顔料，食品添加物として歯磨き粉などに含まれているので非常に安全，化学的に安定している．光触媒の研究としては本多・藤嶋らによる1972年の酸化チタンを用いた人工光合成（光を照射することにより水から水素，酸素が発生する）の発見を契機として盛んに行われるようになった．その後研究は進み，酸化チタンは酸化分解作用と超親水性作用という作用をもっているということがわかり，大気浄化，防汚，殺菌，水質浄化，防曇などの効果があることがわかってきた．これらの効果を用いて空気清浄器内のフィルターや家屋・高層ビルの外壁，ガードレール，高速道路の防音壁のセルフクリーニング，建造物の建材などの接着剤に含まれているホルムアルデヒドの分解によるシックハウス症候群の抑制などいろいろな場所に使用されている．しかし，酸化チタンは紫外線照射下でのみ反応するため，我々の生活環境に用いられている蛍光灯など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，蛍光灯などから照射される光でも光触媒活性を示す可視光応答型光触媒の研究が盛んに行われている．

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，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厚さ25 μmと非常に薄く，柔軟性の高い基板である．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，使用用途が広がると考えられる．

そこで本研究では酸化チタン薄膜をフレキシブル基板上への成膜を試み，膜厚を変化させたときの結晶構造，光触媒活性を評価し，これらの諸物性の相関とフレキシブル基板上における酸化チタン薄膜の膜厚依存性の影響についてガラス基板上の薄膜と比較し検討を行った．

2 実験方法

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TiO_2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 % O_2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TiO_2薄膜の膜厚は400 ～ 1000 nmと100 nmごとに作製した．フレキシブル基板にはPETフィルムであるマイラーフィルムを用いた．

物性評価は結晶構造解析にはX線回折装置，吸収スペクトル測定には紫外可視分光光度計，膜厚の測定には繰り返し反射干渉計，電気抵抗率の測定には直流四端子法，電気抵抗測定時の紫外光光源にはブラックライトを用いた．酸化分解反応の測定には紫外線照射時間120分として光触媒チェッカーを用いた．

3 実験結果

Fig.2 にマイラーフィルムとマイラーフィルム上に酸化チタンの膜厚を400 ～1000 nm成膜させた場合の XRD による測定結果を示す．図

Film Thickness Dependence of Titanium Oxide Thin Film Deposited on Transparent Flexible Substrate

Shota YAZAWA　Yusuke KUDO　Kiyozumi NIIZUMA

より，膜厚 400 nm の試料では酸化チタンの回折線は認められなかった．膜厚が 500 nm 以上になると 2θ=70.3° 付近にアナターゼ型 TiO_2 である各回折線が確認できた．なお，膜厚の増加に伴ないわずかだが X 線回折強度は強くなる傾向が認められた．ガラス基板とガラス基板上に成膜した TiO_2 薄膜の膜厚を 400 ~ 1000 nm まで変化させたときの X 線回折図形を Fig.3 に示す．図より，膜厚 400 nm の試料では回折線は認められず膜厚が 500 nm 以上になると 2θ=70.3° 付近にアナターゼ型 TiO_2 の各回折線が確認できた. また膜厚が 700 nm 以上になると 2θ = 25.3° ，55.1° ，70.3° 付近にアナターゼ型 TiO_2 の各回折線が確認できた．なお，膜厚の増加に伴い X 線回折強度は強くなる傾向が認められた．このことから，ガラス基板上の薄膜はマイラーフィルム上に成膜したときと同様な傾向にあることがわかった．

Fig.4にマイラーフィルム上に酸化チタンの膜厚を変化し成膜したときの分解性能評価結果を示す. 酸化チタンの膜厚に対する吸光度を示している. 吸光度の値が低いほど分解性能が高いことを示している. 紫外線照射下ですべての試料が分解性能を示していることが確認できた. 膜厚が厚いほど分解性能が高くなっており，700 nmのときに最大の分解性能であった. それ以上の膜厚になると分解性能は下がっていく傾向になった.

4　まとめ

RF マグネトロンスパッタリング法により，フレキシブル基板上に成膜した TiO_2 薄膜の膜厚を 400 ~ 1000 nm まで変化させたときの膜厚依存性について検討した．X 線回折による結晶構造解析より，膜厚が 500 nm 以上の試料になるとアナターゼ型 TiO_2 である回折線が認められた．また，膜厚の増加に伴ないX線回折強度は強くなる傾向が認められた．なお，ガラス基板上でも同じ結果となった．酸化分解反応の紫外線照射時間依存性より，全ての試料において吸光度の減少が確認でき，膜厚が 700 nm の試料が最も結果が良好であった．

参考文献

[1] Yazawa, Niizuma: フレキシブル基板上への TiO_2 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

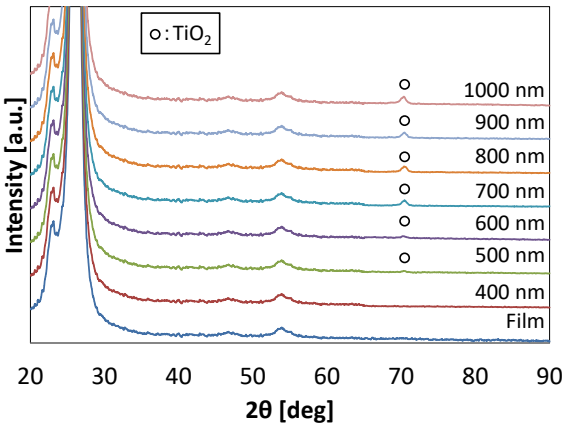

Fig.2 X-ray diffraction patterns of TiO_2 thin films under various thickness (Mylar film substrate).

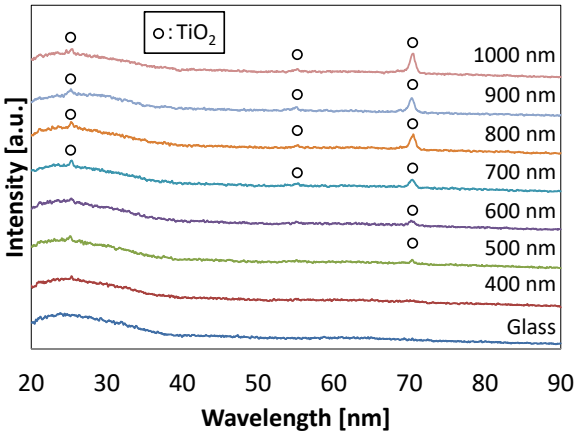

Fig.3 X-ray diffraction patterns of TiO_2 thin films under various thickness (Glass substrate).

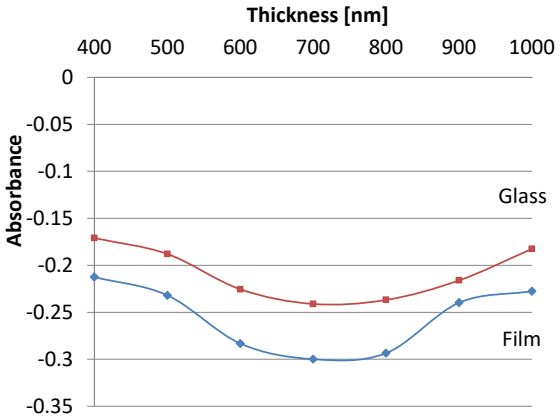

Fig.4 Dependence of oxidative dissolution reaction on TiO_2 film thickness.