

## 水素マイクロ波プラズマ処理を行った 酸素欠損型酸化チタンの特性評価

日大生産工(院) ○矢澤翔大 日大生産工 工藤祐輔  
日大生産工 中西哲也

### 1 まえがき

藤嶋らによる1972年の酸化チタン ( $\text{TiO}_2$ ) 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<sup>1)</sup>を契機として光触媒の研究は注目を浴びた。光触媒は光を当てただけで有害物質や菌を分解でき, 半永久的に使用することができる。しかし, 酸化チタンは紫外線にしか反応しない。紫外線は太陽光の約3%しか含まれておらず, 室内にはほとんど入ってこない。光触媒の光活性領域を可視光の波長まで有効利用できる領域に拡張することができれば, 光触媒を使用できる範囲が屋外だけでなく屋内にも拡大するため大幅に増えることが予想されるので, 光触媒の高活性化・可視光応答化の研究が盛んに行われている。

そこで, 著者らは水素マイクロ波プラズマ処理を行った酸素欠損型光触媒に注目した。従来, 酸素欠損型光触媒は触媒性能がないと言われていたが, 本研究で作製した酸素欠損型光触媒は室内光照射時に光触媒性能を発揮することがわかっている<sup>2)</sup>。本研究では水素マイクロ波プラズマ処理を行った酸素欠損型光触媒を用いてメチレンブルー溶液脱色処理を行い, 試料の分解性能の評価を行った。実生活で使用する光触媒を目指しているため現在屋内で照明として使用されている蛍光灯を用いて実験を行った。さらに, 酸素欠損型光触媒は酸素欠損処理を行ってから性能が劣化してしまうとされている。そこでプラズマ処理後の光触媒性能の経時特性も測定した。

### 2 酸素欠損型光触媒の作製

チタニウムテトライソプロポキシド2 g とエタノール18 g を重量比10%になるように混合した溶液0.1 mlを25 mm × 25 mm × 1 mm<sup>1)</sup>の石英ガラス基板に塗布をした。その後電気炉にて600 °Cで2時間焼成し酸化チタン基板の完

成とした。水素マイクロ波プラズマ処理装置を図1に示す。完成した酸化チタン基板に水素マイクロ波プラズマ処理を行い酸素欠損型光触媒を作製した。入力電力を215Wで一定とし, プラズマ処理時間を5,10,15,20,25分と変化させた。

### 3 実験方法

メチレンブルー溶液の脱色実験により, 作製した光触媒層の酸化分解作用を測定した。メチレンブルーの脱色実験の様子を示したものを図2に示す。光触媒に光を照射することにより活性化されればメチレンブルー溶液は脱色され透明になる。シャーレを用意し, その中に精製水で1 ppmに希釈したメチレンブルー溶液を6 mlずつ入れた。試験中のメチレンブルー溶液の蒸発を防ぐために蓋をし, その上から実生活で使用している一般的な蛍光灯(FL6D 東芝)の光を9時間照射した。9時間の光の照射を行った後, メチレンブルー溶液の透過率を紫外可視分光光度計(UV-2450, 島津製作所)にて測定した。

さらに, 酸素欠損型光触媒性能の経時特性を観測するためにプラズマ処理直後, 4週間後, 12週間後に脱色実験を行い, 計測を行った。

### 4 実験結果

メチレンブルー脱色実験結果を図3に示す。横軸に水素マイクロ波プラズマ処理時間, 縦軸にメチレンブルーの透過率の増分, つまり光触媒が分解した値のみを算出し, 示している。処理時間が0分の試料はプラズマ処理をしていない酸化チタン基板である。酸素欠損型光触媒は水素マイクロ波プラズマ処理時間が短いほど性能が高いことがわかり, 25分処理を行った試料は未処理の酸化チタンよりも性能が低くなってしまっていることがわかる。

---

Evaluation of oxygen vacancy  $\text{TiO}_2$  by hydrogen-micro-wave plasma processing

Shota YAZAWA, Yusuke KUDO, Tetsuya NAKANISHI

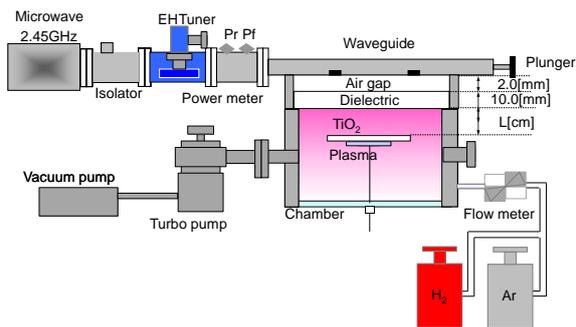


図1 水素マイクロ波プラズマ処理装置

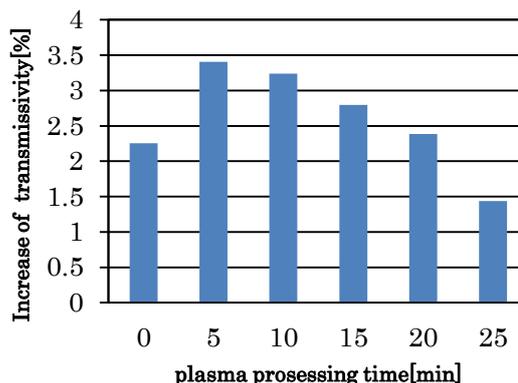


図3 酸素欠損型光触媒のプラズマ処理時間の比較

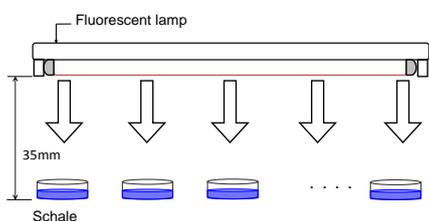


図2 実験概要図

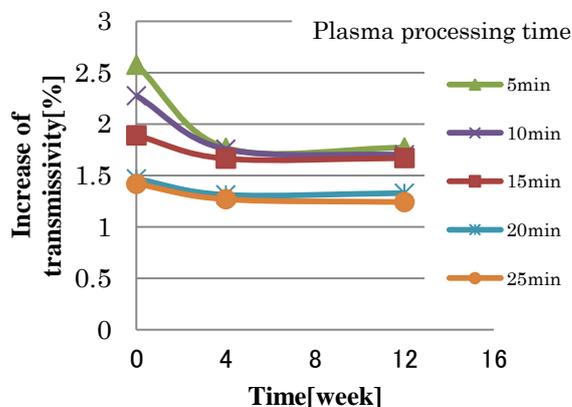


図4 酸素欠損型光触媒の経時特性

次に、図4に酸素欠損型光触媒の経時特性を示す。横軸にプラズマ処理後からの経過時間、縦軸に透過率の増分を示す。プラズマ処理を行ってから4週間が経過すると全ての酸素欠損型光触媒の性能が変化していることわかる。しかし、そこから12週間経過しても、プラズマほぼ同じ性能を保っていることが確認できる。

### 5 まとめおよび考察

実生活で使うことができる光触媒の作製を目標としプラズマ処理時間を変化させ水素マイクロ波プラズマ処理を行い酸素欠損型光触媒を作製した。光触媒の性能評価の一般的な方法であるメチレンブルー脱色実験を蛍光灯を用いて行い性能評価を行った。作製した酸素欠損型光触媒は蛍光灯照射下で性能を発揮し元の酸化チタンよりも性能の向上が見られた。しかし、プラズマ処理をしすぎることによって酸素欠損準位が複数形成され、電子-正孔の再結合を促進してしまうため、性能が下がってしまうと考えられる。

酸素欠損型光触媒は性能が処理を行ってから性能が劣化してしまうと言われていたが、本研究で作製した酸素欠損型光触媒は処理後1ヶ月までは性能が変化するがその後3か月間は性能を一定に保ち、性能が安定したことがわかった。酸素欠損処理後、表面は空気に触れることで表面が酸化されてしまうが、それが薄い酸化被膜を作り内側の酸素欠損は残ったままとなり性能が安定する為、酸素欠損型光触媒は性能が劣化するのではなく、性能は安定すると考えられる。

### 「参考文献」

- 1) Fujishima, Honda: Electrochemical Photolysis of Water at a Semiconductor Electrode, Nature (1972) pp37, 38
- 2) Yazawa, Kudo, Nakanishi, Takeuchi, Araki, Katayama and Kogoshi, Journal of the Institute of Electrostatics Janap, 37, 3(2013)pp138-143