

TiO₂ 結晶化ガラス中の欠陥評価Evaluation of defects in TiO₂-crystallized glasses

東北大院工¹, 京大化研², 東北大多元研³ ○吉田和貴¹, 正井博和², 高橋儀宏¹, 寺門信明¹,
藤原 巧¹, 加藤英樹³, 垣花真人³

Tohoku Univ.¹, Kyoto Univ.², Tohoku Univ. IMRAM³, ○Kazuki Yoshida¹, Hirokazu Masai²,
Yoshihiro Takahashi¹, Nobuaki Terakado¹, Takumi Fujiwara¹, Hideki Kato³, Masato Kakihana³

E-mail: fujiwara@laser.apph.tohoku.ac.jp

光触媒材料中における欠陥の存在は電子および正孔の再結合中心となることから、光触媒活性の低下をもたらす。酸化チタン (TiO₂) の代表的な欠陥は酸素空孔とそれに伴う Ti³⁺が挙げられる。一般的に、材料を大気雰囲気中において熱処理 (アニール) を施すことで欠陥の除去が可能であり、光触媒活性を高める有効な手段として利用されてきた。一方で、近年では欠陥導入による光触媒材料の高活性化も報告されている¹⁾。そのため、結晶化ガラス法による光触媒材料の作製においても欠陥と光触媒活性の関係を明らかにすることは、今後の材料開発にとって重要である。本研究では TiO₂ 結晶化ガラスに存在する欠陥について評価を行った。

15TiO₂-25ZnO-50B₂O₃-10Al₂O₃-5SiO₂-xC (x = 0, 5, 10) 組成となるように原料粉末を混合し、アルミナ坩堝を用いた熔融急冷法により前駆体ガラスを作製した。ここで添加した炭素 (C) は還元剤として働き、ガラスを還元雰囲気下で作製することが可能である。得られた前駆体ガラスはガラス転移温度での熱処理することで除歪し、適切な大きさに切断し鏡面研磨を施した。その後、675°C の電気炉内で 3 時間熱処理をすることにより結晶化試料を得た。

Fig. 1 に得られた前駆体ガラスの外観とそれらの光吸収スペクトルを示す。C 添加量の増加に伴い試料の黒着色が強くなり、これは還元作用がより強くなったことで Ti⁴⁺の一部が還元され Ti³⁺となり着色が増大したためと考えられる。また、光吸収スペクトルにおいては、x = 10 では他の試料では見られないブロードな吸収ピークを確認した。これは Ti³⁺に由来する吸収ピークと報告されており²⁾、本ガラス系においても Ti³⁺が存在することを確認した。Fig. 2 に結晶化試料の外観およびそれらの X 線回折 (XRD) パターンを示す。前駆体ガラス中に Ti³⁺が多く存在した x = 10 の試料は他の試料と比較し、強い青着色を示した。青着色の強さは TiO₂ 結晶中に存在する Ti³⁺量を反映していると推察される。一方で、XRD パターンからは結晶化挙動に関して大きな変化は見られなかった。このことはルチルとアナターゼ相の析出量を変化させずに Ti³⁺量のみを制御して結晶化試料を作製可能なことを意味する。この結果は TiO₂ 結晶化ガラスの光触媒活性に対する欠陥の影響を理解する上で重要な指針を与え得る。

- 1) F. Amano and M. Nakata, *Appl. Catal. B*, **158**, 202 (2014).
- 2) T. Hashimoto *et al.*, *J. Am. Ceram. Soc.*, **89**, 2521 (2006).

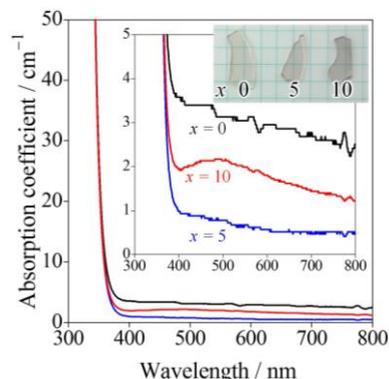


Fig. 1. Picture of as-prepared glasses and these absorption spectra.

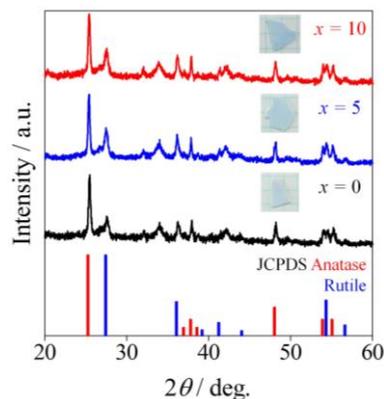


Fig. 2. XRD patterns of TiO₂-crystallized glasses.