

TiO₂ 膜の作製における非平衡二次元プラズマの活性種の検討

Investigation of active species in a non-equilibrium two-dimensional plasma to prepare TiO₂ thin films

静岡大院工 ○眞弓 慎司, 澤村 南斗, 鷺坂 潤平, 奥村 亮祐, 奥谷 昌之

Shizuoka Univ., °Shinji Mayumi, Minato Sawamura, Jumpei Sagisaka, Ryosuke Okumura and Masayuki Okuya

E-mail: tcmokuy@shizuoka.ac.jp

1. 緒言

多くの製膜法は、高温や減圧下でのプロセスを要するものが多く、高コスト化や煩雑化の原因となっている。この中で、本研究グループでは非平衡二次元プラズマに注目した。非平衡二次元プラズマの特徴を利用することで、この現象を低融点材料の表面処理技術だけでなく、製膜技術へ応用することが期待できる。本研究グループでは、これまでに大気圧下における非平衡二次元プラズマを利用した SnO₂ や ZnO の製膜を報告した^{1,2)}。本研究では、光触媒や色素増感太陽電池への応用が期待されている TiO₂ の製膜を非平衡二次元プラズマの利用により試みた。同時に、雰囲気制御により、酸化物薄膜の形成に有効なプラズマ活性種の検討を行った。

2. 実験手順

チタニウム (IV) テトライソプロポキシドを 1.0 M の過酸化水素水で 0.1 M に希釈し、前駆体溶液を調製した。この前駆体溶液をスピコート法によりガラス基板上に塗布後、大気中で乾燥させた。次に、空気または窒素/酸素雰囲気下で自作の放電用電極に 5 kHz、11 kV のバイアスを印加してプラズマを発生させ、これを前駆体表面に所定時間照射した。この操作を 1 セットとし、これを 15 セット繰り返し製膜を行った。作製した膜の評価は XRD 測定により行った。

3. 結果と考察

Fig. 1 に各雰囲気ガスフロー下で作製された膜の XRD 測定の結果を示す。純酸素下で作製された膜ではピークが観測されず、ほぼアモルファス状態であった。一方、窒素/酸素の混合雰囲気下で作製された膜では、アナターゼ型 TiO₂ の(101)ピークが観測された。この結果から、前駆体の酸化反応には、窒素由来のプラズマ活性種のアシストが必要であることが分かった。また、窒素/酸素の混合比に関して、N₂/O₂=99/1 vol%の混合ガスフロー下で作製された膜のピークで、最も半値幅が狭く、シェラーの式より結晶粒子径が 3.4 nm と計算された。これらの結

果から、高窒素低酸素濃度下で形成されるプラズマ活性種が前駆体の分解および結晶化を促進することが分かった。

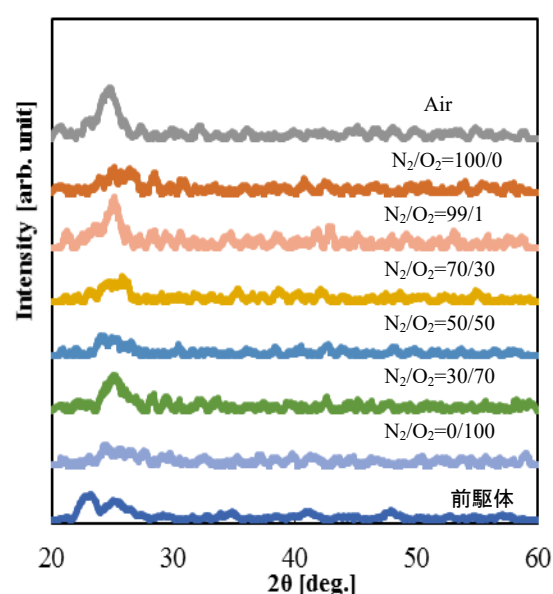


Fig. 1 XRD pattern of films deposited with a non-equilibrium two dimensional plasma with introducing a N₂/O₂ gas.

4. まとめ

本研究では、光触媒や色素増感太陽電池への応用が期待される TiO₂ の製膜を非平衡二次元プラズマの利用により試みた。さらに、雰囲気制御により、酸化物薄膜の形成に有効なプラズマ活性種の検討を行った。N₂/O₂=99/1 vol%の混合ガスフロー下で作製された膜において、明瞭なアナターゼ型 TiO₂ の(101)ピークが観測された。これにより、高窒素低酸素濃度化で発生するプラズマ活性種が前駆体の分解および結晶化に寄与することが分かった。今後はこの製膜技術を応用し、色素増感太陽電池の作製を行う予定である。

1) 奥村他, 第 78 回応用物理学会 秋季学術講演会, 7P-C23-21 (2017).

2) M. Okuya et al., *Applied Physics Express*, 7, 015501 (2014).