

非平衡液中プラズマを利用した新規製膜装置の開発と TiO_2 膜の作製

TiO_2 thin films prepared with a non-equilibrium plasma induced in a liquid phase

静岡大院工 ○眞弓慎司, 鷲坂 潤平, 奥村 亮祐, 奥谷 昌之

Shizuoka Univ. , ○Shinji Mayumi, Jumpei Sagisaka, Ryosuke Okumura and Masayuki Okuya

E-mail: tcmokuy@shizuoka.ac.jp

1. 緒言

本研究グループでは、これまでに大気圧における非平衡二次元プラズマを利用した金属酸化物の製膜を行っている。最近⁸では、液相中に生じた微小空洞内にプラズマを閉じ込める新規製膜法により、前駆体の分解反応に有効なプラズマ活性種の失活を防ぎ、 TiO_2 の製膜を報告した¹⁾。しかし、この製膜法に用いていたプラズマ発生用電極はグリッドパターンの微細な制御が難しく、微小空洞内のプラズマを有効に利用することが出来なかった。そこで本研究において、観光基盤を利用したレジストにより電極を作製するとともに、装置構成を再検討し、これを TiO_2 の製膜に利用した。

2. 実験手順

本研究で提案する液中製膜法の模式図を Fig. 1 に示す。市販の感光基板上にグリッドパターンを印刷後、アルミナ板をシリコン接着剤で貼り付け、新規電極とした。次に 0.1 mol/L チタン(IV)オキシアセチルアセトナート 2-プロパノール溶液を前駆体溶液とし、これを満たした容器内にガラス基板と自作のプラズマ発生用電極を 0.1 mm の間隔で向かい合わせに固定した。さらに 3.0 L/min のガス流量で電極上部から空気を注入後、放電用電極に交流バイアスを印加して微小空洞を発生させた。さらにバイアスを 4 kV、13 kHz まで上昇させ、空洞内にプラズマを発生させた。この際、毛細管現象により前駆体溶液がガラス基板上に逐次供給されるため、プラズマによる前駆体の酸化反応により膜が形成された。プラズマの照射時間は 5 分~15 分で変化させた。この操作を 15 回繰り返すことにより、膜の厚膜化を図った。

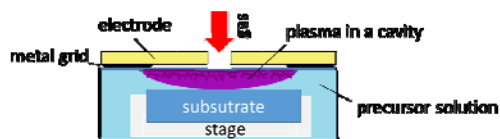


Fig. 1 Schematic representation of a film formation system with a plasma induced within a small cavity between the electrode and substrate in a precursor solution.

3. 結果と考察

各照射時間で作製された膜の XRD 測定結果を Fig. 2 に示す。照射時間を延長するにつれ、 TiO_2 の結晶化が促進され、15 分×15 回のプラズマ照射後の膜では、明瞭なアナターゼ型 TiO_2 の(101)ピークを観測し、単相化に成功した。従来の方式による製膜では、前駆体や中間生成物が多く残留したため、新規製膜法において前駆体への効率的なプラズマ照射を可能としていることがわかった¹⁾。しかし、新規製膜法において作製された膜は不均一であった。

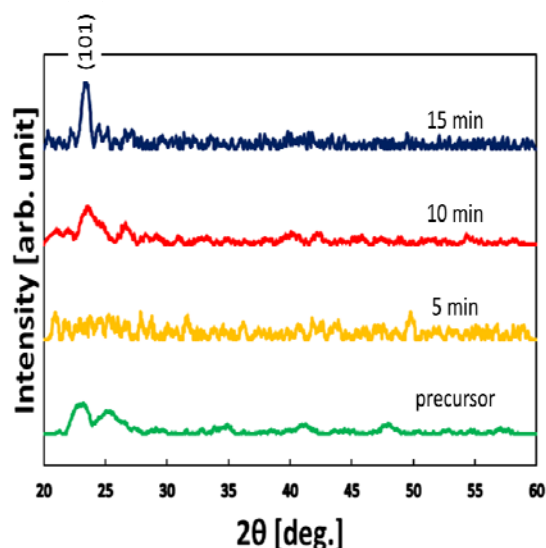


Fig. 2 XRD pattern of films deposited with a plasma induced in a small cavity in a liquid phase by introducing a gas.

4. まとめ

本研究で開発した新規製膜法により、液相中でのプラズマが安定化され、 TiO_2 膜の単相化が確認された。今後は、新規製膜技術を更に発展させ、プラズマの発生領域を綿密に制御することで膜の均一化を目指す。

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