

電子ビーム蒸着法による可視光応答型酸化チタン光触媒膜の作製

担当部所 : 栃木県産業技術センター 材料技術部
共同研究者 : 株式会社大正光学

背景

光学ガラスは、光学関連機器の市場の増加に伴い需要増加が期待されている中、競争力強化のための高機能化として、ガラス表面に防曇性や防汚性をもたせ、視認性の向上や汚れ防止の効果をもつガラスの開発が行われている。これらの機能付与のために、ガラス表面を撥水性あるいは親水性にする表面処理が行われている。しかし、いずれの特性も時間の経過とともに汚れなどの付着により特性が低下する課題がある。そのため、紫外線照射により光触媒活性を発現し、汚れなどの有機物を分解する酸化チタンが利用されている。

本研究では、紫外線に加え可視光も吸収し光触媒活性を発現する可視光応答型酸化チタン光触媒膜の作製を行った。

研究目標と結果

研究目標

- 窒素がドーピングされたアナターゼ型酸化チタン膜の作製条件を確立する。
- 紫外光における光触媒活性は、窒素ドーピングの有無にかかわらず同等レベルであること。
- 400nm付近の可視光を吸収する吸光特性であること。
- 疑似太陽光照射により接触角 10° 未満の親水性を示すこと。
- 可視光により光触媒活性を発現し、有機物の分解が可能であること。
- 紫外光(400nm未満)を照射した際の光触媒活性と比べて、全波長を照射した際の光触媒活性が10%以上向上すること。

実施内容

① 酸化チタン膜の成膜条件

- ・基板: ガラス基板
- ・成膜法: 電子ビーム蒸着法
- ・窒素ドーピング無しと窒素ガス流量の異なる2種の酸化チタン膜を成膜

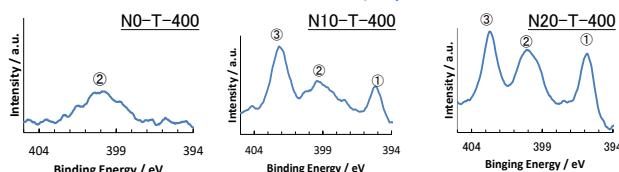
試料	O ₂ (sccm)	N ₂ (sccm)
① N0-T	60	0
② N10-T	50	10
③ N20-T	40	20

② 酸化チタン膜の解析評価

■ 酸化チタン膜のアニール処理

3種の膜は成膜後は非晶質であるが、400℃の熱処理(アニール処理)により、全ての膜でアナターゼが結晶化した。

■ X線光電子分光測定(XPS)結果

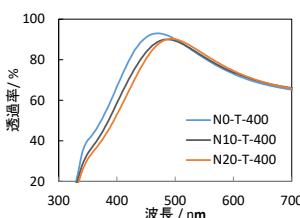


- ① 397eV : Oを置換したNによるTi-N-Ti結合
- ② 399~400eV : 表面に吸着したN₂と、格子間に侵入したN₂由来
- ③ 402~403eV : オキシナイトライド結合(Ti-N-O, Ti-O-N)

- ✓ ピーク①は、N10-T-400とN20-T-400ともに確認でき、N置換が認められる。
- ✓ 窒素ドーピング無しN0-T-400のピーク②は、窒素雰囲気下の熱処理中にN吸着、熱処理後に付着した有機物由来と考えられる。

■ 酸化チタン膜の光透過率

- ✓ 窒素ドーピングされた酸化チタン膜は、可視光の吸収が増大した。
- ✓ 窒素ドーピング量が多い方が、より可視光吸収が大きい。



③ 疑似太陽光(キセノンランプ)による親水性評価

- ・疑似太陽光: 砵ノ(Xe)ランプ(AM1.5)
- ・光照射時間: 3hr

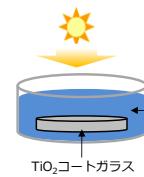
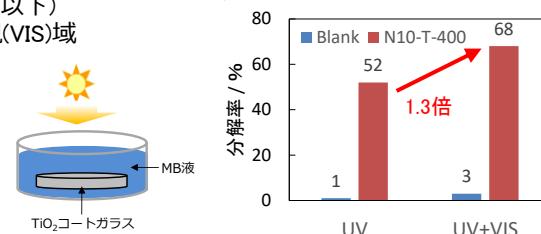
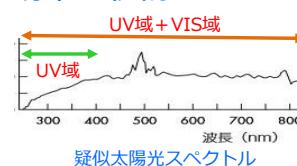


- ✓ 窒素ドーピング無しのN0-T-400、及び窒素ドーピング型N10-T-400は、UV光照射後、超親水性を発現した。
- ✓ 窒素ドーピング量が多いN20-T-400では、親水性が低下したことから、ドーピング量が多すぎると親水性発現が低下することが分かった。

④ 可視光による窒素ドーピング型酸化チタン膜の光触媒能評価

■ 可視光の光触媒能に及ぼす効果の検討

- 試験条件
- ・サンプル: N10-T-400
 - ・Blank(コート無しガラス)
 - ・光源: Xeランプ
 - ・光照射波長域
 - ① 紫外(UV)域(400nm以下)
 - ② 紫外(UV)域+可視(VIS)域
 - ・MB試験液濃度: 1ppm
 - ・測定波長: 664nm
 - ・分解時間: 4hr



⑤ アナターゼ型酸化チタン膜のセルフクリーニング能

- ✓ ガラス基板は、流水後でも油が完全に流れ落ちない。
- ✓ N10-T-400は、流水で油が流れ落ちるセルフクリーニング能を有している。



まとめ

- 窒素ドーピングされた酸化チタン膜は、400℃アニール処理によりアナターゼが結晶化した。
- 窒素ドーピングアナターゼ型酸化チタン膜は疑似太陽光照射により、親水性及び光触媒活性が発現し、セルフクリーニング能を有していた。

ご来場の皆様へ

問い合わせ先: 栃木県産業技術センター 材料技術部 TEL 028(670)3397

- 可視光を吸収して光触媒活性を発現する透明なガラスの作製が可能です。
- 疑似太陽光により親水性及び光触媒活性を発現することから屋外での利用が期待できます。

