

# TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>複合薄膜のリーチングによるメソポーラスチタニア薄膜の作製

(岐阜大・工) ○藤井創太・大矢豊・伴隆幸

【緒言】アナターゼ型酸化チタンは光触媒、リチウムイオン電池の電極、色素増感型太陽電池の電極、ガスセンサなど、幅広い機能性をもった材料として注目されている。これらの応用において優れた特性を示す材料を得るには、高い比表面積をもつ結晶化した酸化チタンが必要とされる。そこで本研究では、TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>複合薄膜を700°C以上で焼成し作製した後、シリカのみを選択的に溶かし出すリーチング処理を用いて、多孔質の酸化チタン薄膜の合成を試みた結果について報告する。

【実験方法】Ti(OPri)<sub>4</sub> (TIP)とN(CH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>OH (TMAOH)を1:0.5のモル比で混合し、Ti濃度0.5 Mのチタニア前駆体溶液を作製した。さらにSi(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub> (TEOS)とTMAOHを1:0.02のモル比で混合し、Si濃度0.5 Mのシリカ前駆体溶液を作製した。この溶液をTiO<sub>2</sub>:SiO<sub>2</sub>(体積比)=5:5となるように混合し、種々の基板にディップコートした後、700~1000°Cで焼成し複合薄膜を作製した。その後薄膜を0.5 MのHF水溶液に1時間浸し、得られた試料をXRD、UV-vis、SEM、TEMを用いて評価した。

【結果と考察】XRD測定から結晶構造の同定を行ったところ、焼成温度700~1000°Cにおいてアナターゼの結晶が認められ、全ての薄膜で1000°Cに加熱してもルチルへの転移は認められなかった。

次に700°C焼成におけるHF処理前後の形態観察を行った。作製した薄膜のHF処理前のSEM観察結果をFig.1に示す。薄膜表面は凹凸が少なく平滑であるが、SEMのリターディングモードを用いて1 kVの低加速電圧下で観察を行うことによって、細かな凹凸を確認することができた。この結果から、長辺50~100 nm、短辺10 nmの棒状粒子が基板の上に積層した構造であることが分かった。さらにFig.2にはHF処理後のSEM観察結果を示す。HF処理によって、積層した棒状粒子間に20~30 nmの細孔が生成していることがわかった。この棒状粒子の構造をTEMによって観察したところ、棒状構造は直径10 nmのアナターゼ微粒子が連なってできていることがわかった。またアナターゼ微粒子間には、シリカが溶出してできたと考えられる3~5 nmの微細な細孔も確認された。BET法を用いて測定した比表面積は126 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup>、BJH法による細孔径は3.3 nmとなった。このことから薄膜の比表面積に対しては、TEMで見られたアナターゼ微粒子間の細孔による寄与が大きいと考えられる。以上の結果から、複合薄膜からシリカを取り除くことで得られるアナターゼ微粒子間の細孔が、薄膜の比表面積に寄与し、高い比表面積を有するメソポーラスチタニア薄膜が得られることが分かった。

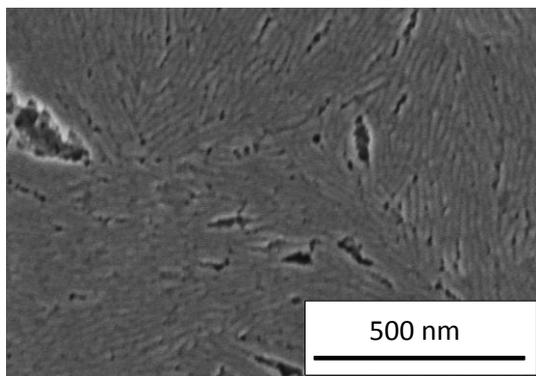


Fig.1 HF 処理前の SEM 観察結果

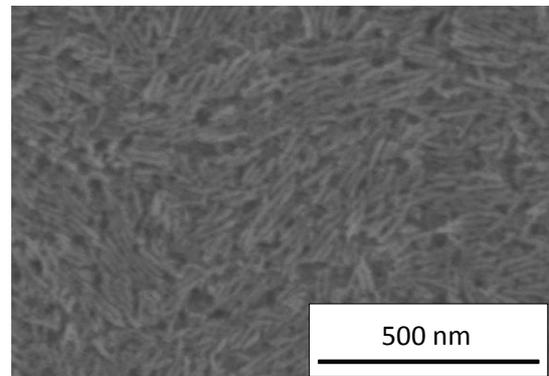


Fig.2 HF 処理後の SEM 観察結果