

## K320

## 超臨界二酸化炭素乾燥法を用いた酸化チタン膜製造法の開発

(九大院工)○(学)石橋 良太・(正)岩井 芳夫・(正)米澤 節子・(東工大理工)(正)下山 裕介

## 1. 緒言

現在、色素増感太陽電池はシリコン半導体型太陽電池に代わる新しい方式の太陽電池として注目を集めている。色素増感太陽電池の効率を上げるために表面積の大きな酸化チタン膜が必要となる。現在はナノサイズの酸化チタン微粒子を用いて酸化チタン膜を作製しているが、粒子の粒径には限界があるため、粒子の形状や膜の構造を工夫する必要がある。

本研究では酸化チタン膜の表面積を増大させることを目的とし、超臨界二酸化炭素乾燥により得られる針状粒子のエアロゲルを用いて酸化チタン膜を作製した。乾燥時の温度・圧力条件を変更し、流通する超臨界二酸化炭素中のアセトンの IR スペクトルを測定することで、乾燥条件が与える影響を観察した。また、エアロゲルから作製した膜と市販の酸化チタン微粒子を用いて作製した膜とを比較した。

## 2. 実験

## 2.1 超臨界二酸化炭素乾燥

酢酸とチタニウムテトラブトキシド(TB)をモル比 1:5.5 で混合し、大気圧下・333 K にて 18 時間攪拌し、得られた懸濁液にアセトンを加え 24 時間静置した。アセトンを取り除き潤滑ゲルとしたものを超臨界二酸化炭素乾燥法を用いて乾燥し、酸化チタンエアロゲルを得た。乾燥はアセトンと二酸化炭素が不均一相となる 313 K・7.8 MPa および均一相となる 313 K・10.4 MPa、313 K・15.5 MPa、323 K・10.4 MPa の 4 つで行った。乾燥中は逐次流体中に含まれるアセトンの IR スペクトルを測定し、乾燥の終了は測定したアセトンの IR スペクトルから判断した。

## 2.2 酸化チタン膜の作製

超臨界乾燥により得られたエアロゲルを用いてポリエチレンテレフタレート(PET)基板上に酸化チタン膜を作製した。酸化チタンエアロゲルを 723K にて 2 時間焼結した後エタノールに分散させ、スキージ法を用いて塗布し、膜とした。塗布した膜は水で洗浄した後、373 K・大気圧下で乾燥させた。同様に、市販の酸化チタン微粒子でも膜を作製し、比較に用いた。

## 3. 結果と考察

作製したエアロゲルを走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察した。また、エアロゲルを用いて作製した膜の表面積を原子間力顕微鏡(AFM)を用いて

測定した。Fig. 1 に 313 K・7.8 MPa および 10.4 MPa において作製したエアロゲルの SEM 画像を示す。SEM 画像を見ると、粒子は針状となっていた。これは最初の酢酸と TB を反応させた際に中間体の六量体の構造により結合の方向が制限されたためと考えられる。<sup>1)</sup> Fig. 1(a)は粒子の方向が揃って集まっている部分が見えるが、Fig. 2(b)では粒子は別々の方向を向いている。これは Fig. 1(a)の乾燥が 2 相状態で進行したため、粒子の凝集が起こったからと考えられる。

Fig. 2 に AFM 画像から求めた  $100 \mu\text{m}^2$  の PET 基板上的酸化チタン膜の表面積を示す。針状の粒子を用いることで市販の粒子を用いて作製したものよりも大きな表面積を持つ膜を作製することが出来た。

## 4. 結言

超臨界二酸化炭素乾燥により作製した酸化チタンエアロゲルを用いて PET 基板上に酸化チタン膜を作製した。超臨界二酸化炭素乾燥前後で酸化チタン粒子の形状は変化せず、市販の粒子を用いて作製した酸化チタン膜に比べ表面積の大きな膜を作製することが出来た。

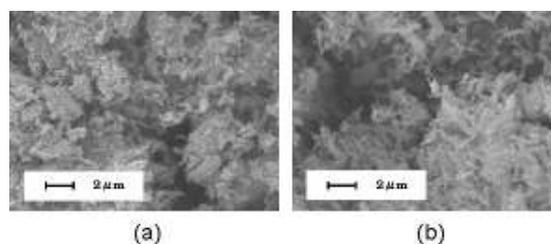


Fig. 1 SEM observation of  $\text{TiO}_2$  aerogel dried at (a);313 K, 7.8MPa, (b);313 K, 10.4 MPa,

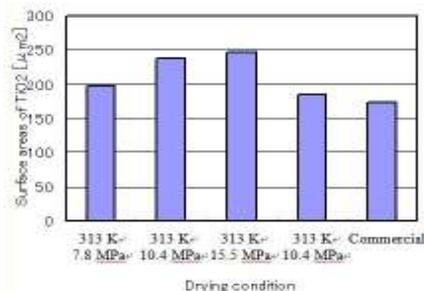


Fig. 2 Surface areas of  $\text{TiO}_2$  on PET substance of  $100 \mu\text{m}^2$

## 引用文献

- 1) R. Sui, A.S. Rizkalla, and P.A. Charpentier: J. Phys.Chem.B 110, 16212(2006)