

反応性スパッタと酸素熱処理による V_2O_5 膜の製膜

薄膜・表面物性研究室 柳田 和輝

S121114 Kazuki YANAGITA

背景と目的

五酸化バナジウム (V_2O_5) は電気化学的な酸化還元反応により、可逆的に色調・色彩が変化するエレクトロクロミック (EC) 現象を示す。 V_2O_5 膜では Li イオンを電気化学的に注入することによって色が変わる。このとき Li イオンを内部まで運ぶためにはポーラスな構造が望ましいと考えられる。先行研究では、反応性スパッタによって室温で製膜した酸化バナジウム (VO_x) 薄膜を、 O_2 雰囲気中で熱処理することによって EC 現象を示す V_2O_5 を得てきた。本研究では、熱処理前の薄膜を反応性スパッタの酸化物モード・金属モードでそれぞれ製膜し、その透過率を測定することにより、構造の変化を評価した。

実験方法

ターゲットに金属バナジウムを用い、基板として ITO ガラスと石英を用いた。スパッタ装置に流量 10.0 sccm で Ar を導入し、圧力および酸素流量・製膜時間を変化させ、DC 電力 50 W とした反応性スパッタで VO_x 薄膜を作製した。予備測定で成膜速度を求め、製膜時間を調整して 100 nm の膜厚とした。得られた VO_x 薄膜を O_2 中 400°C で 2 h 加熱処理を行うことによって V_2O_5 薄膜を得た。熱処理の前後で透過率を測定した。

結果および考察

図 1 は昨年度の実験の再現であり、酸素流量 1.5 sccm、圧力 0.8 Pa、製膜時間 1 h で製膜した薄膜の、熱処理前後の透過率である。 V_2O_5 に特徴的な、波長 400 nm 付近吸収が確認できた。この圧力・電力条件におけるモードの境界は酸素流量 0.55~0.60 sccm であったので、酸素流量を 0.65 sccm まで下げて製膜した薄膜の透過率が図 2 である。図 1 と比較して 350 nm 付近のピークが大きくなった。また、EC 現象においても図 1 の条件のときよりも全体的に色が変わり、反応速度も速かった。酸化物モードでは酸素流量が少ない方が EC 現象に適していると考えられる。図 3 は酸素流量を 0.50 sccm と減らし、金属モード領域を用いて 10 min で製膜した薄膜の透過率である。熱処理後の酸化物モード試料に見られた 300~350 nm の投下が見られず、EC 現象も示さなかったことから、金属モードでは熱処理の温度や時間が不十分であり、 V_2O_5 以外の VO_x が形成されたと考えられる。

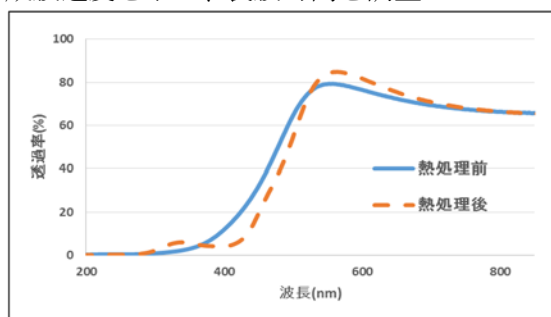


図 1. O_2 :1.5 sccm(酸化物モード)試料の透過率

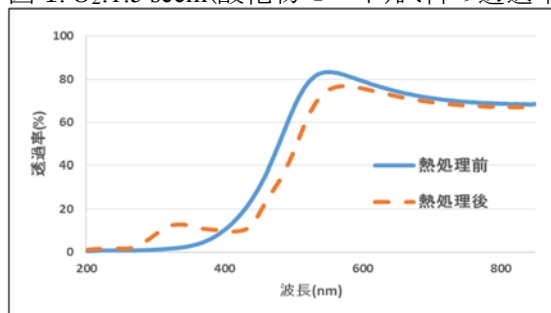


図 2. O_2 :0.65 sccm(酸化物モード)試料の透過率

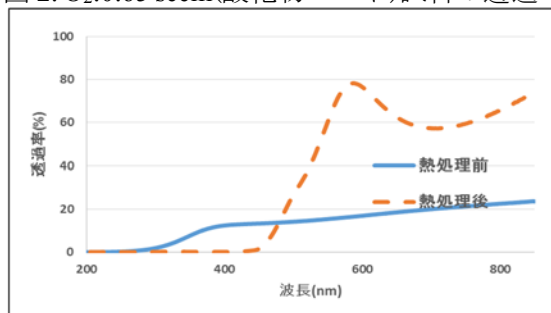


図 3. O_2 :0.5 sccm(金属モード)試料の透過率