

酸化タングステン薄膜の光学膜厚と透過率の評価

薄膜・表面物性研究室 宗田 愛
S151080 Ai SODA

背景と目的

電気的な酸化還元反応によって固体の色調が変化する現象をエレクトロクロミズム (EC) と呼ぶ。EC 材料の中で酸化タングステン (WO_3) は代表的なものである。カチオンの注入によって、無色から青色に変化する WO_3 は、低電力かつメモリー性をもち、現在、ゲル状の EC 材料が航空機の窓へ電子カーテンとして実用化されている。

先行研究では、良好な EC 特性の製膜条件の探求にあたって製膜時間を一定としていたため、酸素流量を変えた際の膜厚は一定でなかった。本研究では、製膜速度を決定して膜厚が一定の試料作製を試み、EC 特性との関係を調べた。着消色特性について光学的に評価した。

実験方法

DC 反応性マグネトロンスパッタを用いて、 WO_3 薄膜を ITO ガラス 3 枚・合成石英ガラス 2 枚に作製した。Ar の流量は 4.29 sccm、圧力は 3.0 Pa とした。反応性ガスである O_2 の流量は酸化物モードから金属モードの遷移点の直前 (①) と、金属モードから酸化物モードの遷移点の直後 (②) とした。DC 電力は 50 W とした。分光器で着色前の透過スペクトルを測定し、薄膜の両境界面の反射によって現れる、スペクトルの振動を用いて膜厚を算出した。また、400~700 nm の範囲で平均消色時透過率を決定した。EC 特性を評価するためにサイクリックボルタンメトリ (CV) 測定を行い、薄膜の着消色の有無を確認した。着色後に透過率を測定して、光学密度 OD 、着色効率 η 、吸収係数 α を算出し、EC 特性を評価した。

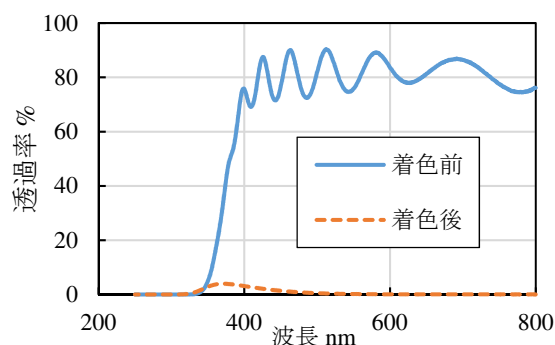


図1. 着色前後の透過スペクトル

また、400~700 nm の範囲で平均消色時透過率を決定した。EC 特性を評価するためにサイクリックボルタンメトリ (CV) 測定を行い、薄膜の着消色の有無を確認した。着色後に透過率を測定して、光学密度 OD 、着色効率 η 、吸収係数 α を算出し、EC 特性を評価した。

結果と考察

製膜速度を決定し、膜厚 1000 nm (=1 μm) を目指して試料を作製した。どちらの条件でも 3 枚の ITO ガラスのうち、基板ホルダ中央の試料を除く 2 枚から CV による着消色が確認された。基板ホルダ端の基板からは目視での剥離が確認された。着消色が確認でき、剥離がなかった中間位置の試料での結果を表 1 に示す。これらは波長 400~700 nm の範囲で光の干渉を考慮した平均値である。この波長領域における着色時の最大透過率は①が 3.10%、②が 2.28%であった。

表 1. 各試料の光学的評価の結果

	①	②
透過率 [%]	0.58	0.40
OD [-]	2.15	2.44
η [cm^2/C]	11	12.4
膜厚 [μm]	1.04	1.25
α [cm^{-1}]	4.79×10^4	4.48×10^4

表 1 の結果からわかるように①、②共に着色時の透過率は低く、 η も高い値を示した。酸素流量条件の異なる 2 つの試料だったが、ほぼ同様の EC 特性を示した。

今回 1 μm を目指して薄膜試料を作製したが、実際には膜厚に 200 nm の差が生じた。膜厚の差が大きいと浸透するカチオン量にも違いが出ると考えられるため、今後さらに詳細な実験が必要と考える。