

H₂O ガスを用いた反応性スパッタ法による IrO_xH_y 薄膜の作製と評価

Properties of IrO_xH_y film prepared by reactive sputtering using H₂O gas

北見工大, °伊藤 敏, 阿部 良夫, 川村 みどり, 金 敬鎬

Kitami Inst. Tech., °S. Ito, Y. Abe, M. Kawamura, K. H. Kim

E-mail: m1452600011@std.kitami-it.ac.jp

【緒言】 エレクトロクロミック (EC) 現象とは、電気化学的な酸化還元反応により物質の光学的性質が可逆的に変化する現象である。Ir 酸化物 (IrO_x) は水溶液電解質中での化学的な安定性が高く、応答速度の速い酸化着色型 EC 材料 (酸化状態で灰青色、還元状態で透明) であり、水蒸気を含む酸素ガス雰囲気中や低温でスパッタ成膜することで、優れた EC 特性を示すことが報告されている^[1,2]。しかし、これらの報告では作製条件による EC 特性の変化について詳しい検討がされていない。そこで、本研究では水蒸気雰囲気中の反応性スパッタ法で IrO_xH_y 薄膜を作製し、基板温度による膜構造の変化とその EC 特性への影響を明らかにすることを目的とした。

【実験方法】 IrO_xH_y 薄膜は、RF マグネトロンスパッタ装置を用い、Ir 金属ターゲットを水蒸気雰囲気中(H₂O 100%)で作製した。基板温度は-30℃～130℃の範囲で変化させ、圧力は 50mTorr、H₂O 流量は 2cc/min で一定とした。基板はガラス、Si、FTO 付きガラスを用いた。薄膜試料の結晶構造は X 線回折法 (XRD)、化学結合状態はフーリエ変換赤外吸収法 (FTIR) を用いて評価した。また、EC 特性の評価のため 0.5M H₂SO₄ 水溶液電解質中でサイクリックボルタメトリー(CV)の測定を行った。

【結果と考察】 Fig. 1 に示した XRD パターンより、基板温度 -30～70℃で作製した試料はアモルファス構造であるが、130℃で作製した試料はルチル構造の IrO₂ であることが確認された。また、Fig. 2 に示した FTIR スペクトルより、基板温度の低下とともに OH 基の伸縮振動による吸収ピーク強度が増加することがわかった。このことより、基板温度を低下させることで、膜中に OH 基を含むアモルファス膜が形成されたと考えられる。次に、CV 測定より、10 サイクル目の光学密度変化 ΔOD と移動電荷密度 ΔQ を求め、その基板温度による変化を Fig. 3 に示した。基板温度 70℃以下で作製したアモルファス膜は ΔOD 、 ΔQ ともに大きな値を示したが、基板温度 130℃で作製した IrO₂ 膜の特性は低下した。

以上より、低温で作製したアモルファス IrO_xH_y 薄膜が優れた EC 特性を示すことがわかった。

[1] L. M. Schiavone, W. C. Dautremont-Smith, G. Beni, and J. L. Shay, Appl. Phys. Lett., **35** (1979) 823.

[2] K. S. Kang and J. L. Shay, J. Electrochem. Soc., **130** (1983) 766.

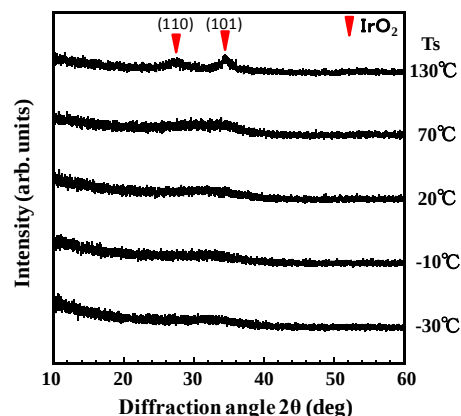


Fig. 1 XRD patterns of the films prepared at various substrate temperatures.

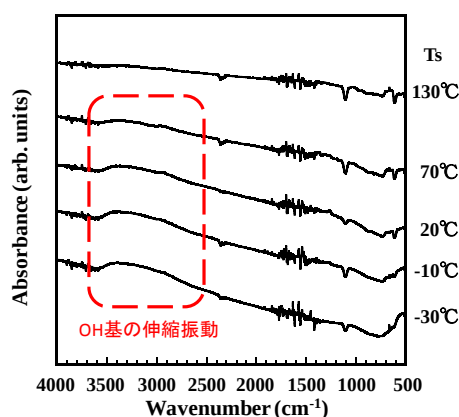


Fig. 2 IR absorption peaks of the films prepared at various substrate temperatures.

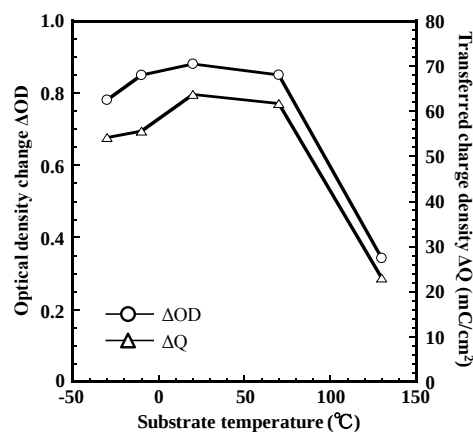


Fig. 3 ΔOD and ΔQ of the films as a function of substrate temperature.