液体窒素温度でスパッタ成膜した酸化ニッケル薄膜の エレクトロクロミック特性

Electrochromic properties of nickel oxide films prepared

by sputtering at liquid nitrogen temperature

⁰山内 駿, 阿部 良夫, 川村 みどり, 金 敬鎬, 木場 隆之(北見工大)

°S. Yamauchi, Y. Abe, M. Kawamura, K. H. Kim, T. Kiba (Kitami Inst. Tech.)

E-mail: m1552600126@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。EC 材料では、結晶性が高く緻密 な構造よりも隙間の多い柱状構造の方が、イオンが容易 に出入りできるため優れた特性が得られると考えられ る。スパッタリング法によって薄膜を作製する場合は、 基板温度とスパッタリングガス圧力によって微細構造 が変化し、低温・高圧力で作製すると隙間の多い柱状構 造、高温で作製すると結晶化した緻密な薄膜が得られる ことが知られている^{III}。そこで、本研究では代表的な酸 化発色型 EC 材料である酸化ニッケル薄膜を液体窒素 で基板を冷却して作製し、その EC 特性を評価した。

[実験方法] 試料の作製には、RF マグネトロンスパッ タ装置を用い、Ni 金属ターゲットを用いて、酸素雰囲 気中(O₂ 100%)で膜厚が約 100 nm の酸化ニッケル薄膜 を作製した。基板温度を室温(RT)、-80℃、-170℃と変 化させ、スパッタガス圧力は比較的高い 50 mTorr で一 定とした。基板はガラス、Si、ITO 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)、膜密度は X 線反射率法(XRR)を用いて評価した。また、EC 特性は 1 M KOH 水溶液電解質中で、サイクリックボルタンメト リー(CV)と透過率変化により評価した。

[結果と考察] Fig.1に示した XRD パターンより、室温 で作製した試料では NiO の回折ピークが見られた。基 板温度を-80℃、および-170℃に冷却して作製した試料 では明瞭なピークが認められず、アモルファス構造であ ると考えられる。また、Fig.2に示した XRR 測定の結 果より、基板温度が低下するにつれて臨界角が低角側に シフトし、バルク NiO(約 6.8 g/cm³)と比較して-170℃で は約4g/cm³と密度が低下したことがわかった。

次に CV 測定により、光学密度変化 Δ OD と移動電荷 密度 Δ Q を求め、その基板温度による変化を Fig. 3 に示 した。 Δ OD と Δ Q はどちらも基板温度が低下するにつ れて増加し、-170°Cでは室温の約 2 倍の値が得られた。

以上より、基板温度を冷却して酸化ニッケル薄膜を作 製することで、アモルファスで低密度の構造となり、優 れた EC 特性を示すことがわかった。

[1] J. A. Thornton, J. Vac. Sci. Technol., 11 (1974) 666.



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



Fig. 2 X-ray reflectivity of the films prepared at various substrate temperatures.



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