

FeOOH 薄膜の硫黄アニールによる FeSO の作製

Fabrication of FeSO by sulfur annealing of FeOOH thin films

○牧 采佳、市村 正也 (名古屋工業大学)

○Sayaka Maki, Masaya Ichimura (Nagoya Inst. of Tech.)

E-mail: cjh14112@stn.nitech.ac.jp

1. はじめに

パイライト (FeS_2) は 0.95 eV のバンドギャップを持つ半導体であり、光吸収係数が大きく、かつ安価で無害であるため、良質な太陽電池材料として期待されている。酸化鉄を硫化することにより FeS などの不純物相を含まないパイライトが作製できる[1]ことから、本研究では電気化学堆積 (ECD) 法によって作製した γ -FeOOH 薄膜を硫黄雰囲気中でアニールすることにより、良質な p 型薄膜を作ることを目的とする。ECD 法は、装置が安価であり、大面積の薄膜の堆積も容易であるという利点があり、太陽電池作製に有利である。

2. 実験方法

堆積用基板にはアセトンで脱脂したスズ添加酸化インジウム基板 (ITO)、対向電極にはプラチナ、参照電極には飽和カロメル電極 (SCE) を用いる。堆積溶液として二次純水 50 ml 中に $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 50 mM, Na_2SO_4 100 mM を溶かし 10 分間の酸素バブリングを行ったものを用い、300 rpm で攪拌しながら堆積を行う。堆積電位は一定で -0.9 V とし、10 分間の堆積を行うと、膜厚 $0.3 \sim 0.8 \mu\text{m}$ 程度の γ -FeOOH 薄膜が作製できた。それぞれの薄膜の上に硫黄粉末 30 mg をのせ、基板の上下をガラス板で挟んだものをアルミ箔で包み、ロータリーポンプでアニール装置内を真空にして 1 時間のアニールを行った。アニール温度は 300°C , 400°C , 500°C , 550°C と変化させ、粗さ計による膜厚測定、オージェ電子分光法 (AES) による組成比測定、SEM による表面モフォロジー観察、光応答性を確認する光電気化学 (PEC) 測定、透過率測定、ラマン分光測定、XRD 測定を行った。PEC 測定では、ソーラーシミュレーターの光を 5 秒間隔で断続的に照射した。

3. 結果

硫黄アニールを行うと膜の見目は黄色から黒色へと変化した。膜の組成比を AES 測定のスペクトルから求めると、それぞれの温度について図 1 のようになった。アニール温度が上昇するにつれ、膜に含まれる酸素が少なくなる傾向にあり、代わりに硫黄が増えている。図 2 に各温度で硫黄アニールされた薄膜について PEC 測定の結果を示す。PEC 測定では、試料が p 型なら負の光電流、n 型なら正の光電流が観測される。300, 400°C で硫黄アニールした膜ではアニール前の膜と似た n 型の光応答がみられた。また、 500°C で硫黄アニールした膜のみ、p 型の光応答がみられた。なお、 550°C で硫黄アニールした試料では光応答性はみられなかった。

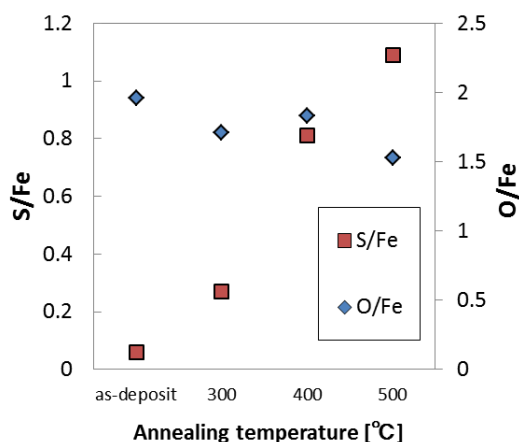


図 1 AES 測定による各試料の組成比

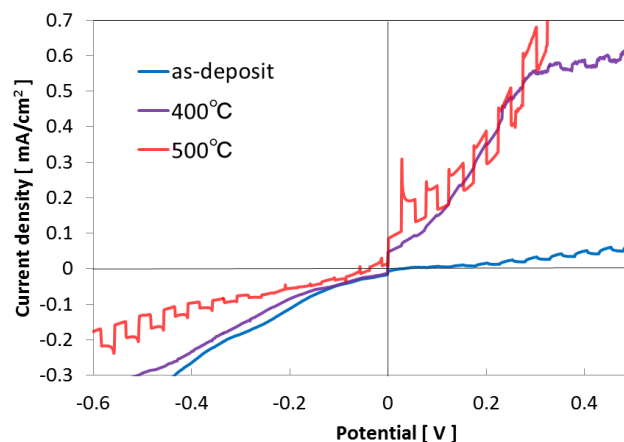


図 2 各試料における PEC 測定の結果

[1]G. Smestad, et al., Solar Energy Materials, 20, 149(1990).