

# 一軸加圧下熱処理による $\text{MoO}_x$ 薄膜の結晶相制御と特性評価

## The control of the crystal phase and characteristics in $\text{MoO}_x$ thin films by the post-annealing under uniaxial compression

難波 諒太郎<sup>1</sup>, 土嶺信男<sup>2</sup>, 金子 智<sup>3,1</sup>, 松田 晃史<sup>1</sup>, 吉本 護<sup>1</sup>

(東工大物質理工<sup>1</sup>, (株)豊島製作所<sup>2</sup>, 神奈川県産技セ<sup>3</sup>)

°R. Namba<sup>1</sup>, N. Tsuchimine<sup>2</sup>, S. Kaneko<sup>3,1</sup>, A. Matsuda<sup>1</sup>, M. Yoshimoto<sup>1</sup>  
(Tokyo Tech.<sup>1</sup>, TOSHIMA Manu. Co., Ltd.<sup>2</sup>, Kanagawa Ind. Tech. Center<sup>3</sup>)

E-mail: nanba.raa@m.titech.ac.jp

【はじめに】遷移金属酸化物である酸化モリブデン( $\text{MoO}_x$ )は、 $\text{Mo}^{6+}$ から  $\text{Mo}^{2+}$ の広い化学状態に応じて、構造と物性が変化する。金属導電性を有する  $\text{MoO}_2$  は、エネルギー貯蔵や変換素子への応用が期待されており[1]、層状構造を有する半導性  $\text{MoO}_3$  は、エレクトロクロミック材料やガスセンサー、イオン電池の正極材料などの応用が期待されている[2]。デバイス応用に向けて、 $\text{MoO}_x$  薄膜の結晶相および結晶性、それらに起因する物性制御が重要となるが、 $\text{Mo}$  イオンの価数や、結晶相制御に関する報告はまだ少ない。一方で、我々は先行研究において、一軸加圧下熱処理による  $\text{VO}_x$  薄膜の相選択的なエピタキシャル結晶化と可逆的なトポタキシーに成功している[3]。本研究では、 $\text{Mo}$  イオンの化学状態や、結晶相による特性の制御を目的とし、エピタキシャル  $\alpha\text{-MoO}_3$  薄膜と非晶質  $\text{MoO}_x$  薄膜のナノインプリント装置を活用した一軸加圧下熱処理による、結晶相制御と特性評価を行ったので報告する。

【実験】KrF エキシマレーザー（波長 248 nm, パルス幅 20 ns）と  $\alpha\text{-MoO}_3$  (99.9%) 焼結体ターゲットを用いた PLD 法により、 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (0001) 基板の上にエピタキシャル  $\alpha\text{-MoO}_3$  薄膜と非晶質  $\text{MoO}_x$  薄膜を作製した。作製条件は酸素圧を 10 Pa, レーザー強度を  $\sim 1.0 \text{ J/cm}^2$  とし、また基板温度をそれぞれ  $400^\circ\text{C}$ , 室温とした。次に、得られたエピタキシャル  $\alpha\text{-MoO}_3$  薄膜と非晶質  $\text{MoO}_x$  薄膜に対して、10 MPa-40 MPa の面直圧力を印加し、保持時間を 3 時間、加熱温度  $300^\circ\text{C}$ - $600^\circ\text{C}$  として一軸加圧下熱処理を行った。

【結果】Fig.1 に示す XRD  $2\theta/\omega$  測定結果より、印加圧力を 10 MPa で固定して、 $400^\circ\text{C}$  で熱処理を行った場合、結晶相の変化が見られなかったが、 $500^\circ\text{C}$  で熱処理を行った場合、(100)軸配向  $\text{MoO}_2$  結晶相が出現することが分かった(矢印)。 $600^\circ\text{C}$  で熱処理を行った場合、全ての  $\alpha\text{-MoO}_3$  結晶相は  $\text{MoO}_2$  結晶相に変化することが明らかになった。また前回の報告では、印加圧力を 30 MPa とし、 $600^\circ\text{C}$  で熱処理を行った場合、 $\text{Mo}_{17}\text{O}_{47}$  結晶相析出し酸化数の大きなモリブデン酸化物が析出することが分かった[4]。本講演では、一軸加圧熱処理による非晶質  $\text{MoO}_x$  薄膜の固相結晶化により析出した結晶相および結晶性と熱処理条件の相関、導電性に及ぼす影響についても報告する。

### 【参考文献】

- [1] Kale W. Harrison *et al.*,  
J. Mater. Electron, **26** (2015) 9717  
[2] V. Bhosle *et al.*, J. Appl. Phys.,  
**97** (2005) 083539  
[3] 野沢靖久 他, 第 76 回応用物理  
学会秋季学術講演会, 4p-PA10-2(2015)  
[4] 難波諒太郎 他, 第 77 回応用物理  
学会秋季学術講演会, 14p-A37-11(2016)

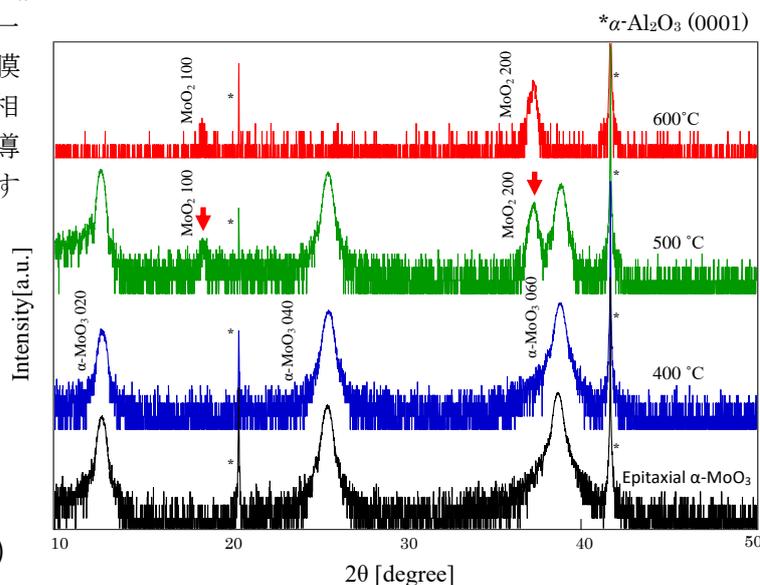


Fig.1 XRD  $2\theta/\omega$  patterns of  $\text{MoO}_3$  thin film as-deposited at  $400^\circ\text{C}$  and annealed at  $400^\circ\text{C}$ ,  $500^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$  under 10 MPa uniaxial pressure.