

分子プレカーサー溶液を用いた ESD 法による TiO_2 膜の成膜

Fabrication of TiO_2 Films with Molecular Precursor Solution by ESD Method

工学院大 ○小澤 竜平, 佐野 諒, 工藤 幸寛, 永井 裕己, 佐藤 光史, 高橋 泰樹

Kogakuin Univ., ○Ryuhei Ozawa, Ryo Sano, Yukihiro Kudoh, Hiroki Nagai, Mitsunobu Sato,

Taiju Takahashi

E-mail: cm16011@ns.kogakuin.ac.jp

1. 研究背景と目的

リチウムイオン電池は、二次電池として幅広く使用されており、今後、更なる需要の拡大が予想される。一般的な二次電池は外部電力による充電が必要であるが、例えば外光を利用し直接充電が可能になることで Internet of Things 等への対応が期待される。光充電型リチウムイオン電池¹⁾の高効率化には活物質の表面積の増大が有効である。本研究では大気中・低コストで酸化膜を成膜できる分子プレカーサー溶液²⁾を積層成膜可能な手段である ESD (エレクトロスプレーデポジション) 法³⁾によって活物質を塗布・形成することで表面積が大きい膜の形成を目指す。本稿では、Ti プレカーサー溶液を ESD 法によって塗布し、酸化チタン膜の成膜を行った結果について述べる。

2. 実験方法

Ti プレカーサー溶液を ESD 法によって FTO 付きガラス基板に散布した。ESD 法の条件は、基板とキャピラリーの距離を 3 cm、流量を 7 $\mu\text{l}/\text{min}$ 、印加直流電圧を 6.9 kV として、微細パーティクルのみを基板に堆積させるためキャピラリーを基板の真上から 3 cm ずらし散布を行った。その後、500°C、30 分間焼成した。試料は 75、100、200、300 μl 散布し、製作した。成膜した試料の膜厚を触針法で測定した他、結晶状態を X 線回折 (XRD) で評価した。

3. 実験結果および考察

膜厚の測定結果を Fig. 1 に示す。ESD 法を用いてサブミクロンオーダーの膜厚を実現した。スプレーした溶液量に対する膜の成長速度は、1.50 nm/ μl だった。これを時間換算すると、10.5 nm/min となるが、複数のキャピラリーを用いて成膜効率をさらに向上させられると考えられる。

Fig. 2 に ESD 法によって散布を行い成膜した。試料の XRD パターンを示す。この結果、 $2\theta = 25.4$ 、38.0、48.1、54.8 deg.などにピークが示されたことから、アナターゼ型の結晶構造を持つ酸化チタンが基

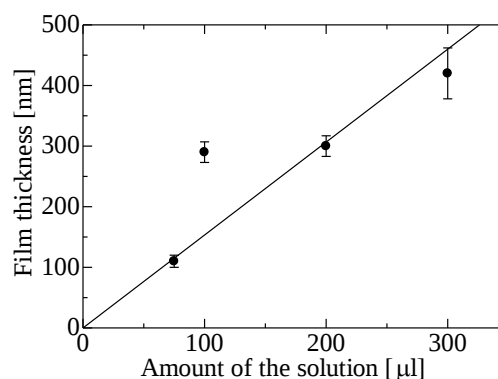


Fig. 1 Relation between film thickness and amount of spraying TiO_2 solution in ESD process.

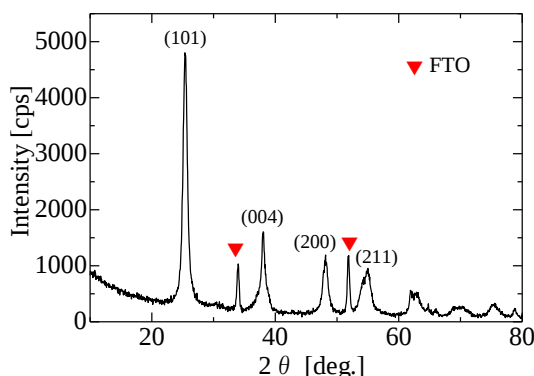


Fig. 2 X-ray diffraction pattern of the sample fabricated by using the ESD.

板上に堆積していることが確認できた。他にも、 $2\theta = 34.0$ 、51.9 deg.にピークが示されているが、これは下地の FTO 電極によるピークである。

4. 結論

Ti プレカーサー溶液を ESD 法によって塗布し、XRD パターンからアナターゼ型の結晶構造を持つ酸化チタン膜が形成されることが確認できた。当日は、光電流特性などについても報告したい。

参考文献

- [1] H. Nagai, T. Suzuki, Y. Takahashi, M. Sato; Functional Materials letters, , 1650046, (2016)
- [2] H. Nagai, M. Sato; Heat Treatment - Conventional and Novel Applications, InTech, (2012)
- [3] V. N. Morozov, T. Ya. Morozova; Anal. Chem., 71, 1415, (1999)