

Ni(OH)₂ 前駆体の定電流電気化学堆積と熱処理による NiO 薄膜作製

Fabrication of NiO thin films by annealing Ni(OH)₂ precursor deposited by galvanostatic electrochemical deposition

○ (B) 古山 実季, 市村 正也 (名古屋工業大学)

Nagoya Institute of Technology, ○ (B) Miki Koyama, Masaya Ichimura

E-mail: 25114055@stn.nitech.ac.jp

1. はじめに

金属酸化物などの透明な伝導性材料は n 型の伝導性を取るものがほとんどであるが、NiO は約 3.6 eV のワイドバンドギャップをもつ数少ない p 型半導体材料である。過去に本研究室より、電気化学堆積(ECD)法によって Ni(OH)₂ を堆積し熱処理することで NiO を作製できる事が報告されている^[1]。その際は定電位で堆積をしたが、今回は定電流堆積を行いその電流値を変化させた。そして、気泡発生を伴う大きな電流値で透明、均一な膜が得られることを見出した。

2. 実験方法

アセトンで脱脂したスズ添加酸化インジウム(ITO)基板を作用電極とし、対向電極にプラチナ、参照電極に Ag/AgCl を用いる。堆積溶液には 0.03 M の Ni(NO₃)₂ · 6H₂O 水溶液 50 mL を用い^[2]、堆積温度は室温である。pH は無調整で、約 4.4 の値をとる。堆積電流は-0.4~ -8.0 mA/cm² の範囲で変化させた。さらに、得られた薄膜に 400℃、1 時間大気アニール処理を施した。評価として、膜厚測定、光透過率測定、ラマン分光測定、光電気化学(PEC)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断続的に照射した。

3. 結果

-0.4~ -4.0 mA/cm² の堆積条件において、均一に膜が堆積したのは 0.1 μm 程度の膜厚までで、それ以上堆積が進むと、膜は白濁し厚さも不均一になった。それに対し、-8.0 mA/cm² では厚さ約 1.0 μm の均一な膜を得ることに成功した。この時、堆積中に作用電極、対向電極それぞれから気泡の発生が確認された。作用電極では、水の電気分解による水素を伴いつつ、膜が堆積していたと考えられる。-8.0mA/cm² で 1 分間堆積した薄膜のアニール前後に対するラマン分光測定の結果を図 1 に示す。アニール前の薄膜からは α-Ni(OH)₂、アニール後は NiO の信号が確認でき、他の堆積条件においても同様の結果が得られた。図 2 には-8.0mA/cm² で 1 分間堆積した薄膜のアニール前後に対する光透過率測定の結果を示す。アニール処理により、吸収端が出現し、透過率から計算するとバンドギャップは約 3.6 eV であり、この事からもアニール後の物質が NiO であると同定できる。また、PEC 測定により、アニール後の薄膜で p 型の光応答が確認された。

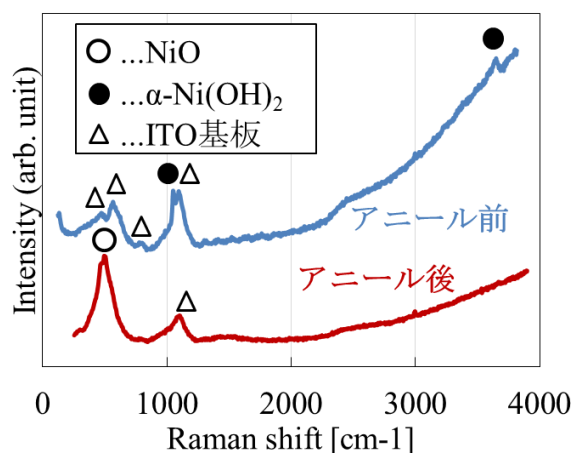


図 1. ラマン分光測定の結果

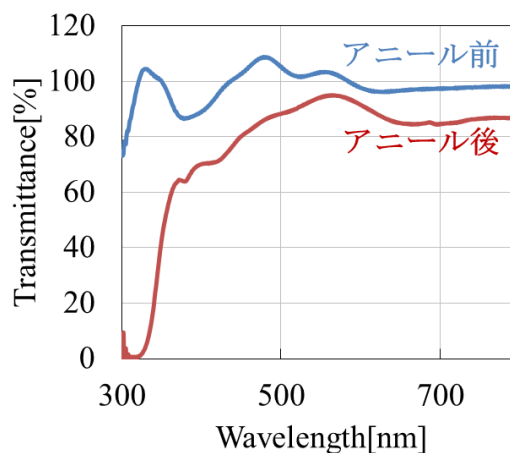


図 2. 光透過率測定の結果

[1] B. Tong, M. Ichimura, 2016 年秋季応用物理学会講演会, 15a-A31-6

[2] J.K. Nam, K. Kim, J. Electrochem. Soc., 149 (2002) A346