

気相原料供給型電解析出法の開発

Development of a new electrodeposition process combined with vapor phase deposition

東北大院工¹ ○西村 知将, 佐藤 輝介, 丸山 伸伍, 松本 祐司

Tohoku Univ., Tomonobu Nishimura, Yosuke Sato, Shingo Maruyama and Yuji Matsumoto

E-mail: Tomonobu.nishimura.p5@dc.tohoku.ac.jp

【緒言】イオン液体は、融点が 100℃以下の熔融塩であり、電位窓が広く、電解質として金属膜の電解析出に利用されている。これまでの電解析出では、イオン液体にあらかじめ金属塩を溶解させなければならないことから、原料濃度を一定にし析出速度を精密に制御することが困難であった。そこで本研究では、真空中で原料の金属塩をイオン液体中に蒸着することによって直接電解析出を行う新しいプロセスの開発を行った。

【実験】電解質溶液としてイオン液体 1-Ethyl-3-methylimidazolium bis(trifluoromethanesulfonyl)imide

[Emim][TFSA]を用い、金属銅供給源として粉末 CuCl をターゲットとして用いた。電極は三電極系を採用し、作用極(WE)並びに対極(CE)には Au/Ni を、参照極(RE)には Cu を蒸着した基板を用いた。Fig.1 に示すように,[Emim][TFSA]を滴下した電極基板を真空蒸着チャンバー内(10^{-6} Torr)に導入した。電極電位を -0.7 V の Cu^+ の還元電位に保持した状態で,CW-IR レーザー($\lambda=808$ nm)蒸着法により CuCl を気相供給しながら、クロノアンペロメトリー(CA)測定を行った。CA 測定後における金属 Cu の析出は XRD 測定によって評価を行った。

【結果と考察】Fig. 2 に CA 測定中における蒸着レートと還元電流値の時間依存性を示す。CA の開始時間を 0 s とし電流値が安定した後 2200 s より CuCl の供給を開始したところ、その直後に還元電流の立ち上がりが確認され、蒸着レートの変化に応じ、還元電流値の増減が見られた。これは、 Cu^+ の還元反応が気相からの原料供給律速であることを示唆している。しかし、CuCl の供給を停止した 5800 s 以降においても還元電流が流れ続けたことから、蒸着終了後も [Emim][TFSA]中に未反応の CuCl が残っており、単純な供給律速ではないことが分かる。また、本実験では CuCl の膜厚は 100 nm の蒸着量に設定している。Fig. 3 に CA 測定後の作用極 Au 上の XRD 測定の結果を示す。43° 付近において、Cu(1 1 1)面のピークが確認でき、イオン液体を介した CuCl の電気化学反応による還元電流から、原料である CuCl の気相供給の状態をモニタすることが示された。

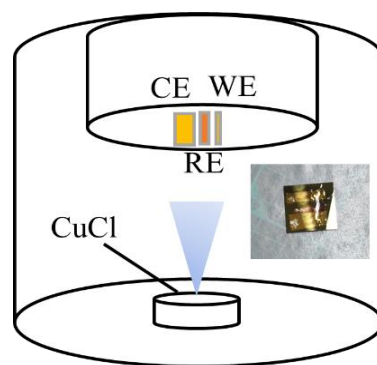


Fig. 1 CW-IR deposition chamber, along with a photo of the three-electrode substrate

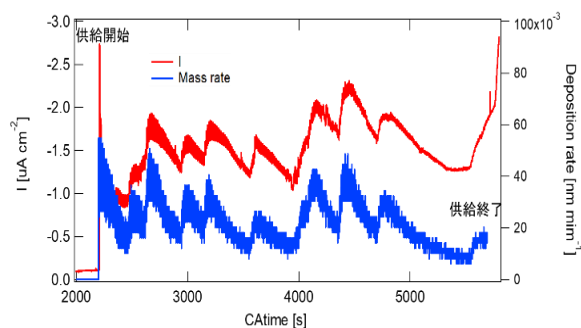


Fig. 2 Time-dependent cathodic current and deposition rate

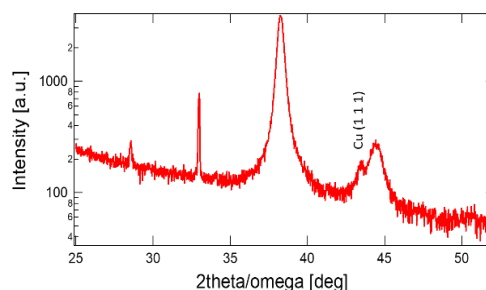


Fig. 3 XRD pattern of the deposits on the WE after CA measurement