膜中残留炭素と酸素分圧制御による高配向 V_6O_{13} 膜の作製と特性評価

Preparation and characterization of highly oriented V_6O_{13} film by oxygen partial pressure control and residual carbon in the film

中部大工　○(B) 山田 知紀，田橋 正浩，高橋 誠，後藤 英雄

Chubu Univ. , °Tomonori Yamada, Masahiro Tahashi, Makoto Takahashi, Hideo Goto

E-mail: tahashi@isc.chubu.ac.jp

1. 研究背景

酸化バナジウムはある温度で金属から絶縁体へと可逆的に転移する金属－絶縁体転移材料として注目されている。また酸化バナジウムには酸化数の異なる相が多数存在し、この酸化数によって転移温度は大きく異なる [1)]。これまでに我々は有機バナジウム原料を用いることで、膜中に残留する炭素による還元効果と熱処理雰囲気中の酸素分圧制御の重畳効果が酸化バナジウムの酸化数におよぼす影響について報告している [2)]。有機バナジウム原料を用いることで、V_6O_{13} や V_2O_5 などの結晶相を容易に作り分けることができる。このうち、リチウムイオン電池の正極材料 [3)] として応用が考えられている V_6O_{13} に注目した。

本報告では、熱処理雰囲気中の酸素分圧制御と膜中残留炭素による還元の重畳効果によって得られた V_6O_{13} 膜の結晶性や微細構造、そして電気特性について報告する。

2. 実験方法

原料にはナフテン酸バナジウムを用いた。溶媒として用いたトルエンで 0.6 mol/L に希釈したナフテン酸バナジウム溶液を石英基板上に 4500 rpm で 30 秒間スピンコートした後、ただちに大気中 300 ℃で 20 分間の仮焼成を行った。スピンコートと仮焼成の工程を 4 回繰り返すことによりプリカーサ膜を作製した。次に、プリカーサ膜を窒素ガスと酸素ガスの混合ガスにより調整された酸素分圧のもと 2 時間の焼成を行った。この際、酸素分圧は 7×10^{-4} atm、焼成温度は 500 ℃とした。以上のスピンコートから焼成までの工程を計 2 回繰り返すことにより V_6O_{13} 膜を得た。

3. 実験結果

図 1 に得られた試料の XRD 回折パターンを示す。V_6O_{13} の回折ピークが強く現れ、これらは(001), (002), (003)など(00*n*)からの回折ピークであることがわかる。この他にもわずかではあるが V_2O_5 と V_4O_9 の回折ピークも見られる。これらの回折ピーク強度から回折強度比を算出すると、全ピーク強度の和に対して V_6O_{13} のピーク強度の和が占める割合は約 99%であった。すなわち、V_6O_{13} の(00*n*)配向膜が得られていることがわかる。その他、微細構造や電気特性などの詳細については当日に報告する。

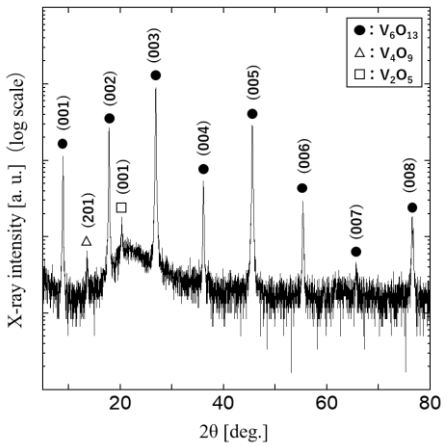

Fig.1 X-ray diffraction pattern of V_6O_{13} film.

参考文献

1) B. Fisher, J. Genossar, G. M. Reisner: Solid State Communications, **226**, 29-32 (2016).
2) 青木保尚, 他: 第 68 回応用物理学会春季学術講演会, 16p-Z35-7 (2021).
3) X. Wu, *et al.*: Materials Letters, **235**, 176-179 (2019).

© 2022年 応用物理学会