P-14

MOD 法による酸化バナジウム薄膜の配向制御

物質・材料

■ はじめに

バナジウム酸化物の多くは、特定の温度において金属−絶縁体相転移を起こすことが知られており、センサー、メモリなどに応用が期待されている。また、V_2O_5はその層状構造を利用して、リチウムイオン電池の正極材料としての期待もされている。しかしそれらの物性は、結晶の配向性に大きく関係している。例えば、リチウムイオン電池の正極材料に使用する場合、配向性が低いとうまくリチウムイオンが層間に入り込めず、粒界抵抗が大きくなり性能の低下が予想される(図1)。その為、単結晶のような配向性が良い正極材料を作製することが理想とされている。[1]よって、良好な配向をもつ薄膜を作製することは、デバイス製作に非常に重要である。また、今回薄膜作成手法として有機酸塩分解法(Metal Organic Deposition (MOD)法)に着目した。MOD法は，非常にシンプルなプロセスであり、大面積での薄膜作成が可能で、組成制御も容易な手法として知られている。

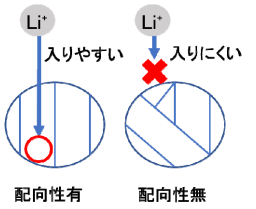

図1 配向性による違いの模式図

本研究では、MOD法により酸化バナジウム薄膜を作製し、その焼成温度、時間、雰囲気、を変化させ、良好な配向性を持つ酸化バナジウム薄膜の作製を検討する。今回は、電池の正極材料と期待されているV_2O_5と約68℃で相転移を起こすことが知られているVO_2をターゲットとした。

■ 活動内容

○ガラス基板上へのV_2O_5作製

V_2O_5ディップコート剤(高純度化学産業)をガラス基板にスピンコートし、高温X線装置で、温度を上昇させながら、XRD測定をおこなった。図2にその結果を示す。592℃付近でα−V_2O_5(直方晶)の001とされるピークの急激な成長が確認された。また、これ以上の温度領域ではβ−V_2O_5(単斜晶)の001の成長と共にα−V_2O_5 001のピークが減少した。このことから、V_2O_5では、温度が上昇すると、主に直方晶系として(001)面が成長し600℃付近で急激に強くなり、さらに昇温すると結晶構造が単斜晶へと変化することが分かった。そこで、焼成条件を600℃として試料を作製し極点測定を行った。その結果、αが69℃付近にリング状の強度分布が見られ、弱く1軸配向していることが確認できた。

○サファイア基板上のエピタキシャルVO_2薄膜作製

VO_2を直接サファイア基板にエピタキシャル成長させることは、両者の結晶構造の違いのため困難であるが、C面サファイア(001)基板上にエピタキシャルV_2O_3薄膜を作製し、それを酸化させることで、配向VO_2薄膜が得られることが報告されている。[2]本研究では、A面サファイア(110)基板上にVO_2薄膜を作製し結晶面の違いによる薄膜成長や諸物性に与える効果を明らかにする。

V_2O_5ディップコート剤をサファイア(110)基板上にスピンコートした。それをN_2+H_2(1%)雰囲気下で800℃、1h 焼成することで、V_2O_3薄膜を得た。その後、N_2+O_2(0.1%)でアニールすることによりVO_2薄膜作製を試みた。XRD測定の結果を図3に示す。アニール後のXRDパターンにおいてVO_2とV_6O_{13}とされるピークが確認された。V_6O_{13}が確認された理由として酸素量が高かったことが考えられる。今後、酸素分圧を下げ、緩やかに酸化させることにより、VO_2のみを作製し、得られた薄膜の配向性を先行研究と比較することで結晶面の違いによるVO_2薄膜の成長過程を検討する。

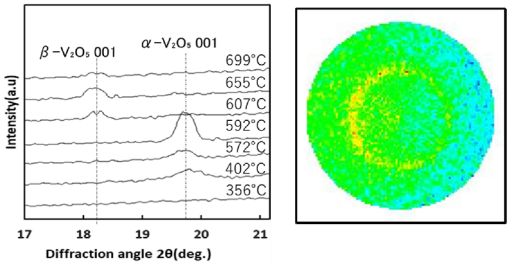

図2 (左)昇温によるXRDパターンの変化 (右)600℃における(101)面極図形

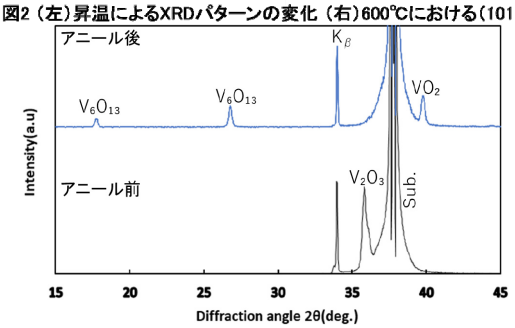

図3 V_2O_3のXRDパターンとアニール後のXRDパターン

さらに、これらの配向性と物性との関係を調べ、高性能を発現する薄膜を選択的に作製する方法を検討する。

○参考文献

1) K. Nishio, *et al. J. Power Sources* **247** (2014) 687e691
2) I.Yamaguchi *et al. Jpn. J. Appl. Phys.* **47** (2008) 1022

代表発表者 **田口 未来哉 (たぐち みきや)**
所 属 **千葉工業大学大学院 工学研究科**
応用化学専攻 電気化学研究室
問合せ先 **〒275-0016 千葉県習志野市津田沼 2-17-1**
TEL:047-478-0418
s17A6071CG@s.chibakoudai.jp

■キーワード: (1)酸化バナジウム
(2)酸化物薄膜
(3)配向性
■共同研究者: 山口 巖 [1]
土屋 哲男 [1]
小浦 節子 [2]
1) 産業技術総合研究所
2) 千葉工業大学