

課題番号	: F-15-AT-0026
利用形態	: 機器利用
利用課題名(日本語)	: X線、中性子反射率評価用薄膜の作製と評価
Program Title (English)	: Thin-film fabrication and analysis for x-ray and neutron reflectometry
利用者名(日本語)	: 宮田 登
Username (English)	: N. Miyata
所属名(日本語)	: 一般財団法人総合科学研究機構 東海事業センター (CROSS 東海)
Affiliation (English)	: CROSS Tokai.

1. 概要(Summary)

X線、中性子反射率法は薄膜状の試料の深さ方向の構造をナノオーダーの精度で評価できる強力な手法である。特に中性子反射率法を用いると、X線を用いた場合と比較して強い透過性を持ち、また軽元素にも十分な感度を持つことから、電池材料、特にLi化合物の電極界面の電気二重層の評価などに広く用いられている。本案件においては、電極材料であるLi₄Ti₅O₁₂(以下、LTO)の電極、電解液界面の構造の評価を目的として、電極とするための同物質薄膜の作製と評価を進めている。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

スパッタ装置、薄膜X線回折装置、微小部蛍光X線分析装置、高速昇降温炉

【実験方法】

LTO薄膜はスパッタ装置を用いて製作した。LTOのターゲットは独自に準備し、許可を得て使用した。基板にはΦ3インチt0.5のSiウェハを用いた。表面処理は行っていない。製膜後は薄膜X線回折装置、微小部蛍光X線分析装置で膜厚などを評価し、その後高速昇降温炉で熱処理を行った。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

製作したLTO薄膜のX線反射率をFig. 1に示す。明確な干渉縞が観測され、その解析から膜厚は23.3 [nm]と求められた。この試料作製時のRF電力は200Wである。その後投入電力を調整し、現在は100Wでの製膜を進めている。

Fig. 2に上記と同じ試料の広角X線回折像を示す。明確に現れる回折ピークは基板由来のSi(400)である。この試料は室温で作製したのでLTOの結晶化が進んでおら

ず、その回折ピークが見られないと考えられる。現在高速昇降温炉を用いて熱処理で結晶化させる最適化を進めている。

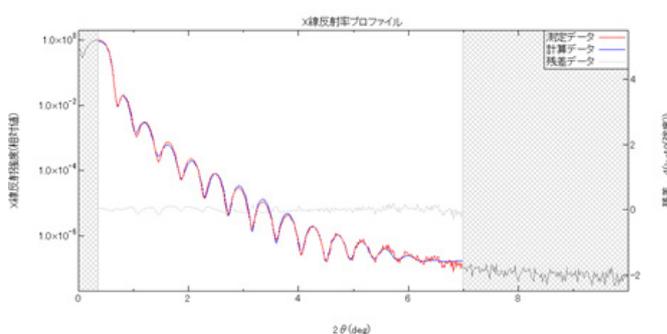


Figure 1. X-ray reflectivity curve of LTO thin film.

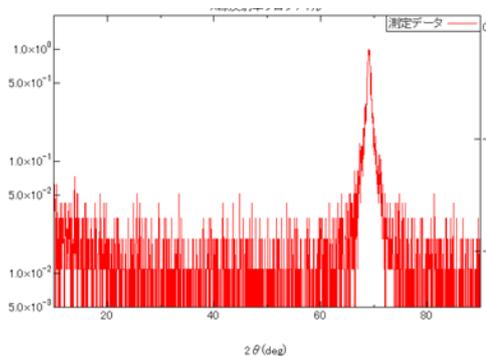


Figure 2. X-ray diffraction pattern of LTO thin film.

4. その他・特記事項(Others)

松野賢吉様、大塚照久様(産業技術総合研究所 NPF)からは装置の使用やデータ解析でご協力いただきました。また、当初準備したスパッタターゲットに不具合が生じましたが、松野様からアドバイスをいただき適切なものの準備ができました。感謝いたします。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし。

6. 関連特許(Patent)

なし。