

課題番号 : F-16-AT-0001  
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 中性子科学センター (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  $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$  (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、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。投入電力は 100 W、製膜時の真空度は 0.5 Pa、Ar、 $\text{O}_2$  の流量はそれぞれ 9.5 SCCM、0.5 SCCM とした。基板には  $\Phi 50$  t0.3 の Si ウェハを用いた。表面処理、および製膜中の加熱は行っていない。製作した LTO 薄膜に高速昇降温炉で 700°C、30 分の熱処理を行った。熱処理後に薄膜 X 線回折装置を用いて膜厚や結晶性の評価を行った。

### 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、膜構造が保持されていることが確認されるとともに、その解析から膜厚を 16.5 nm と求めることができた。

Fig. 2 に広角 X 線回折像を示す。2 $\theta$ =19° 付近に LTO(111)が現れ、LTO が結晶化していることを確認した。この回折ピークは 600°C のアニールの時には現れず、700°C が結晶化に必要な温度であることを確認した。

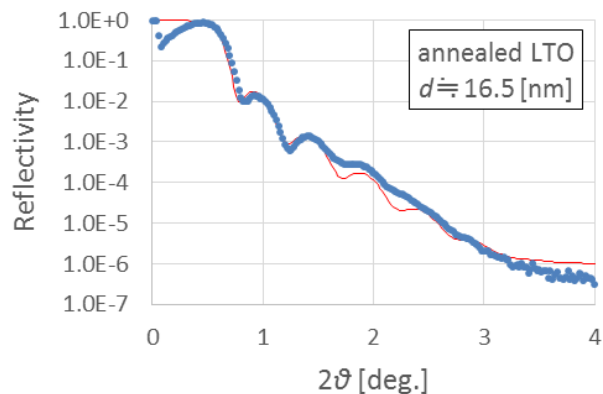


Figure 1. X-ray reflectivity curve of annealed LTO thin film.

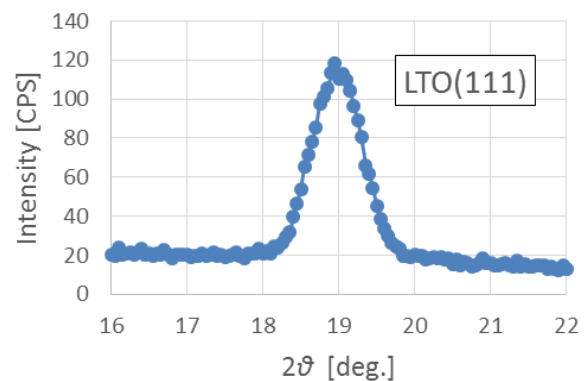


Fig.2 X-ray diffraction pattern of annealed LTO thin film.

### 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。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。