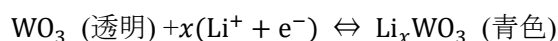


# エレクトロクロミック特性を示す酸化タングステン薄膜の 反応性スパッタによる作製

薄膜・表面物性研究室 八木 理子  
S151142 Riko YAGI

## 背景と目的

エレクトロクロミズムは、電気的な酸化還元反応によって可逆的な色調の変化が起こる現象である。酸化タングステン ( $\text{WO}_3$ ) はエレクトロクロミック (EC) 特性を示す代表的な材料であり、カチオンの注入によって以下のメカニズムで色が無色から青色に変化する。



膜中にカチオンと電子が注入されると、一部の W の価数が 5 価になり、電子遷移によって光の吸収が起こる。酸化タングstenは、化学量論よりも酸素欠乏状態の方が良好な着色特性を示すとの報告がある。本研究では酸素組成を制御できる反応性スパッタ法を用いた。一定の Ar 圧力下において、膜厚が一定となるように酸素欠乏状態の  $\text{WO}_3$  膜を製膜し、その EC 特性を評価した。

## 実験方法

薄膜作製は DC 反応性マグネトロンスパッタ法で行った。ターゲット材料は W とし、DC 電力 50 W、放電ガス Ar の流量を 4.29 sccm、圧力 3 Pa を固定条件とした。 $\text{O}_2$  流量は酸化物モードから金属モードへの遷移点直前 (以下  $\text{O}_x \rightarrow \text{M}$ )、金属モードから酸化物モードへの遷移点直後 (以下  $\text{M} \rightarrow \text{O}_x$ ) に調整し、膜厚 1000 nm になるように製膜時間を設定した。基板には、EC 特性評価をするために 26 mm×12 mm×0.5 mm の ITO 基板を用いた。EC 特性の評価として、製膜直後にサイクリックボルタンメトリ (CV) 測定を行った。CV 測定は三極セルを用い、電解液を 1 mol/L の  $\text{LiClO}_4$  - 炭酸プロピレン混合溶液 50 mL 中で、-1.5 V~+1.5 V の範囲を約 10 mV/s の掃引速度で 3 周測定をした。

## 結果と考察

$\text{O}_x \rightarrow \text{M}$  で製膜したサンプルは EC 特性を示したが、基板の設置した位置によって膜の安定性や着消色反応に違いが見られた。基板を設置したホルダにおいて、一番端に設置した基板は、応力が働いて基板端部分が剥離した。ホルダ中央に設置した基板は、着色はしたものの完全には消色しなかった。一方、ホルダ端と中央の間に設置した基板は着消色の劣化は見られず、安定したボルタモグラムを示した (図 1)。これは、酸素流量が異なる  $\text{M} \rightarrow \text{O}_x$  で製膜したサンプルでも同様の結果が得られた。

以上のことから、Ar 圧力 3 Pa では  $\text{O}_x \rightarrow \text{M}$ 、 $\text{M} \rightarrow \text{O}_x$  のどちらの条件でも製膜した基板すべてに EC 特性が確認でき、製膜時の基板の設置位置によって着消色反応の優劣が異なることがわかった。

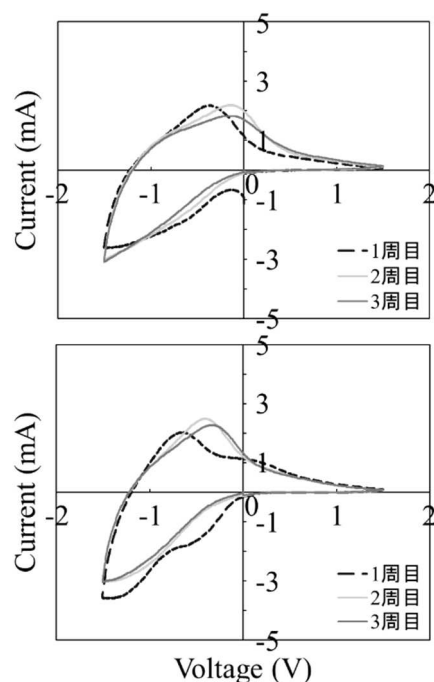


図 1. CV 測定で得られたボルタモグラム  
 $\text{O}_x \rightarrow \text{M}$  (上)、 $\text{M} \rightarrow \text{O}_x$  (下)