

(715) Li<sup>+</sup>イオン含有酸化物薄膜のPVDによる作成の物理化学的研究

東京工業大学工学部金属工学科

○後藤和弘、張力偉、小林睦弘

1) **研究目的**：金属の酸化物の蒸発はイオン電導性薄膜の製造、耐熱材料のコーティング、そして鉄鋼製鉄の工程におけるダストの生成などに関連して重要な現象である。研究の目的はLi<sup>+</sup>イオンを含む二元系酸化物の蒸発、蒸着現象の微細機構を明かにすることである。

2) **実験方法**：Table 1に酸化物薄膜の生成の条件を示した。真空度10<sup>-5</sup> Torrのベルジャーの下部に温度を自由に変えられるタンタルボードを設け、その中に試薬から合成した二元系酸化物を入れて蒸発させた。上部の低アルカリガラスの基板の上に厚さ1ミクロン位の薄膜をつくる。薄膜の厚さはタリステップ法で測定し、その化学組成はイオンマイクロアナライザーで測定した。又薄膜がアモルファスであることはX線回折によってわかった。

3) **実験結果**：Table 1の右半分と下図に実験結果を示す。実験結果を要約すると次

Table 1 Experimental condition and results

starting material	initial vacuum (Torr)	Temp. of source (°C)	Temp. of substrate (°C)	thickness of film (μ)	deposition rate (μg/cm <sup>2</sup> -sec)	evaporated quantity (%)
3Li <sub>2</sub> O·2B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2x10 <sup>-5</sup>	850	150, 400	0.8-1.0	0.1-0.2	20
Li <sub>2</sub> O·B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2x10 <sup>-5</sup>	850, 950, 1050	100-400	0.8-1.2	0.4-1.0	100
Li <sub>2</sub> O·2B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2x10 <sup>-5</sup>	920, 970, 1020	50-450	0.8-1.2	0.08-0.2	20
Li <sub>2</sub> O·SiO <sub>2</sub>	2x10 <sup>-5</sup>	1500	130	0.6	0.02-0.04	10
Li <sub>2</sub> O·P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	2x10 <sup>-5</sup>	1000	400	0.8	0.13-0.16	10 のようになる。

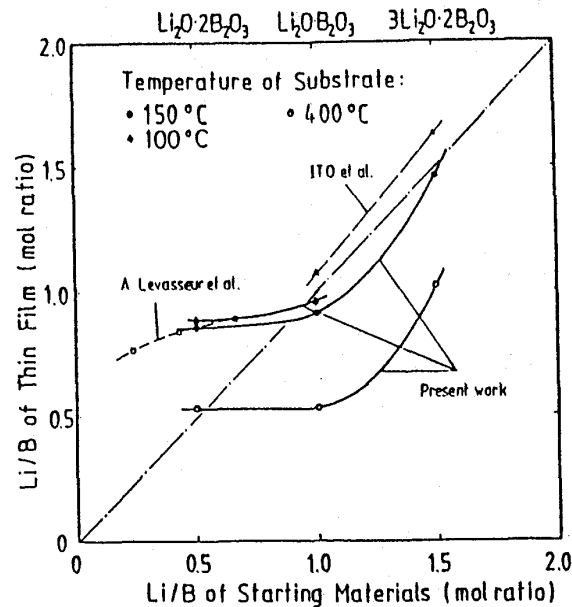


Fig. 1. Ratio of Li and B in film and in starting source

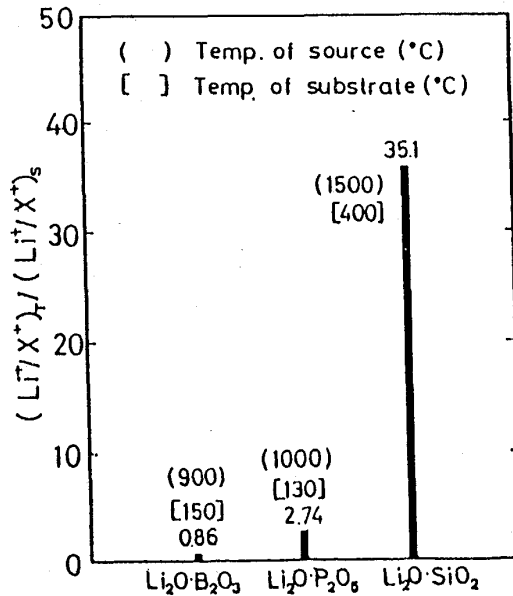


Fig. 2. Comparison of increase of Li content in film for various starting materials

a) Fig. 1の如く蒸発源の組成が0.3-1.5モルのLi<sub>2</sub>Oの場合は薄膜の組成は一定である。  
b) 基板温度を上げると薄膜のLi<sub>2</sub>Oの含有量が減少する。  
c) 蒸発源の温度を800°C-1100°Cで変えても薄膜の組成は変化しない。

d) 薄膜の成長速度は基板温度を下げると大きくなる。e) Fig. 2に示すようにLi<sub>2</sub>O-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>では蒸発源と薄膜の組成はほぼ等しいが、他の2つの二元系の場合は薄膜中にLiが非常に濃化している。

4) **考察**：上記のような観察結果は再現性もあり、又Fig. 1中に示したIto et al.<sup>(1)</sup>やLevasseur et al.<sup>(2)</sup>の結果とも一致している。熱力学的計算によりLiBO<sub>2</sub>が主なガス成分でありFig. 1の結果とも一致する。しかし基板温度によって薄膜の成長速度や組成が何故変化するかについては今後の課題である。文献(1) Y. Ito et al. J. Non-crystalline Solids 57 (1983) 398 (2) A. Levasseur et al. Solid State Ionics 9&10 (1983) 1439