

イオン注入法により作製した非晶質TiO₂薄膜の再結晶化過程

Recrystallization process of ion-beam-synthesized amorphous TiO₂ thin layers

甲南大理工¹, 阪大産研² 武田 京子¹, 河野 宏和¹, °内藤 宗幸¹, 町田 信也¹, 重松 利彦¹,
石丸 学²

Konan Univ.¹, Osaka Univ.², K. Takeda¹, H. Kohno¹, °M. Naito¹, N. Machida¹, T. Shigematsu¹,
M. Ishimaru²

E-mail: naito22@center.konan-u.ac.jp

【諸言】ワイドバンドギャップ半導体であるチタニア (TiO₂) は、白色顔料、光触媒、光電極材料などとして幅広く利用されており、薄膜やナノ結晶などのナノ構造体とすることで更なる特性向上が試みられている。TiO₂ナノ構造体の作製法の一つとして、非晶質TiO₂の再結晶化が提案されているが、再結晶化相が示す材料特性は、結晶粒のサイズや形態、結晶学的方位関係などと密接に関連するため、非晶質相の結晶化過程についての知見を得ることが重要である。本研究では、イオン注入法により作製した非晶質TiO₂の再結晶化過程を透過型電子顕微鏡法 (TEM) を用いて詳細に調べた。

【実験方法】-150°Cにおいてルチル型TiO₂(001)単結晶基板にエネルギー400keVでXeイオンを $1.0 \times 10^{16} / \text{cm}^2$ 注入した。得られた試料をAr雰囲気下において 200~350°Cで 2 時間熱処理した。断面TEM観察および電子回折実験にはJEOL JEM-3000F TEMを用い、撮影にはイメージングプレートを使用した。

【結果と考察】図 1(a) にイオン注入試料の断面TEM像を示す。TiO₂基板表面には膜厚約 200 nm のダメージ層が形成されている。ダメージ層から得られた電子回折図形はハローパターンを呈し、低温イオン注入によるアモルファスTiO₂の形成が確認された。イオン注入試料を 350°C、2 時間熱処理した結果、アモルファスTiO₂は再結晶化し、

図 1(b) にA、Bで示すように、2 層の再結晶化層から成る積層膜が得られた。電子回折実験および薄膜X線回折実験の結果、A層はアナターゼ型TiO₂の多結晶薄膜であり、B層はルチル型TiO₂のエピタキシャル薄膜であることが分かった。また、B層には図 1(b) にB'、B''で示すように明暗のコントラストを持つ領域が見られ、それぞれの領域からは異なる電子回折図形が得られた (図 2(b,c))。これらの電子回折図形および高分解能TEM観察によって、B層では数ナノメートルサイズのルチル型TiO₂バリエーションが形成していることが明らかとなった。講演では、アモルファスTiO₂の再結晶化過程および再結晶化により形成されたTiO₂相の結晶学的方位関係について議論する。

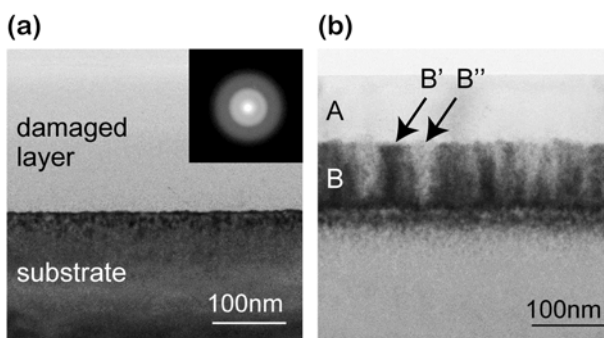


図 1 (a) イオン注入試料および (b) 熱処理試料の断面 TEM 像。

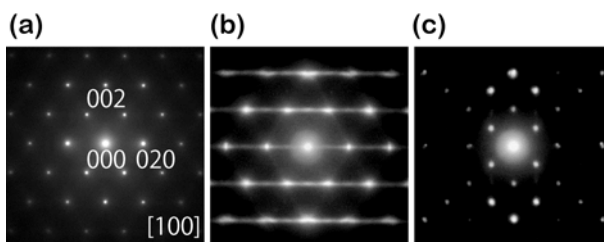


図 2 熱処理試料の (a) 基板、(b) 領域 B'、(c) 領域 B'' から得られた電子回折図形。