

大気開放型 CVD 法による Nb:TiO₂/SUS304 構造体の合成

Nb:TiO₂/SUS304 structure formed by atmospheric

chemical vapor deposition technique

○菊田 剛史、小林 望、小松 啓志、齋藤 秀俊 (長岡技科大)

○Tsuyoshi Kikuta, Nozomi Kobayashi, Keiji Komatsu, Hidetoshi Saitoh (Nagaoka Univ. Tech.)

E-mail: hts@nagaokaut.ac.jp

【緒言】TiO₂にNbをドーブしたニオブドーブ酸化チタン(Nb:TiO₂)は電子材料への応用が期待されている。アモルファス Nb:TiO₂ 膜は還元雰囲気下でアニール処理することで抵抗値が低下するという報告がある¹⁾。例えば、パルスレーザー堆積法(PLD)で作製したアモルファス Nb:TiO₂ 膜を還元雰囲気下でアニール処理すると、 $4.6 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}$ の抵抗率を示す¹⁾。本研究室では大気開放型大気開放型化学気相析出法(CVD)により、導電性 Nb:TiO₂ 膜を合成している²⁾。そこで、大気開放型 CVD 法を使用し、低抵抗・高耐食性を有する Nb:TiO₂/SUS304 構造体の作製を試みた。

【実験方法】大気開放型 CVD 法を用いて気化器内で Ti 錯体原料と Nb 錯体原料を気化させ、キャリアガスに H₂ 3%+Ar97% 混合ガスを使用し、ノズルから原料蒸気を加熱台上の基板に噴きつけることで Nb:TiO₂ 膜の製膜を行った。Ti 錯体原料には、オルトチタン酸テトライソプロピル Ti [OCH(CH₃)₂]₄(TTIP, 東京化成工業株式会社)、Nb 錯体原料にはペンタ-*i*-プロポキシニオブ Nb(O-*i*-C₃H₇)₅ (NPIP, 高純度化学研究所)をそれぞれ使用した。基板には SUS304 基板(25×25×1 mm³)を使用し、基板に製膜を行い、Nb:TiO₂/SUS304 構造体を作製した。次に作製した構造体を H₂3%-Ar97%混合ガスを用いて、還元雰囲気下で 650℃、2h 電気炉でアニール処理した。さらにアニール処理後の構造体に対して大気開放型 CVD 法を用いて Nb:TiO₂ 膜の再製膜を行った。各構造体の垂直方向の抵抗を抵抗計、結晶構造を X 線回折法(XRD)でそれぞれ評価した。さらに深さ方向の元素分析をグロー放電発光表面分析法(GDS)、構造体の表面と断面形態および元素分布を走査型電子顕微鏡(SEM)およびエネルギー分散型 X 線分光法(EDX)で調査した。

【結果と考察】XRD により、アニール処理前の構造体では、アナターゼ型 TiO₂ の回折ピークを確認した。一方、アニール処理後の構造体ではアナターゼ型 TiO₂ の回折ピークが確認できず、 α -Fe₂O₃ 結晶のみを確認した。図 1 に Nb:TiO₂/SUS304 構造体の GDS プロファイルを示す。アニール前は、スパッタリング時間 2 s から Nb:TiO₂ 膜由来の Ti と Nb の発光、スパッタリング時間 5 s から SUS 基板の Fe と Cr の発光がそれぞれ確認された。一方、アニール後のサンプルでは膜表面に Fe の発光が確認された。

次に、構造体の耐食性の向上のために、アニール処理後の構造体に Nb:TiO₂ 膜の再製膜を行った。XRD により、再製膜後の構造体はアナターゼ型 TiO₂ と α -Fe₂O₃ の回折ピークが確認された。更に、図 1(c)の GDS プロファイルから、再製膜後の構造体は、スパッタリング時間 2 s から Nb:TiO₂ 膜由来の Ti の発光、アニール後の膜と再製膜の膜界面付近から Fe、Cr の発光がそれぞれ確認できた。以上のことより、アニール処理によって Nb:TiO₂ 膜が SUS 基材内に拡散したと考えられる。各構造体の抵抗測定結果については当日報告する。

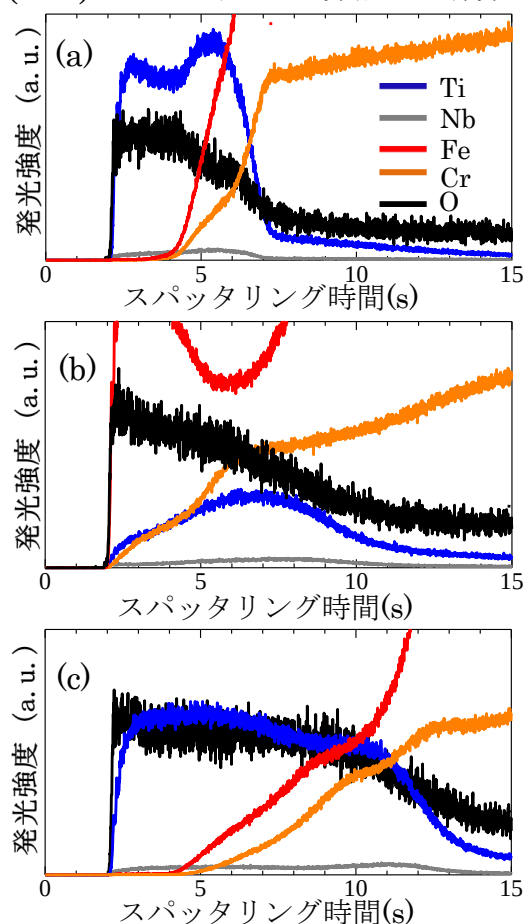


図 1 Nb:TiO₂/金属/Nb:TiO₂ 構造体の GDS プロファイル, (a)アニール前 (b)アニール後 (c) 再製膜後.

- 1) 小林ら、第 75 回応用物理学会学術講演会, 18p-A11-13(2014).
- 2) T. Hitosugi et al, *Appl. Phys. Lett.* **90**, 212106 (2007).