

液体前駆体を用いた NbS₂ 薄膜の成長と XPS 解析

Growth of NbS₂ thin films using liquid precursors and their XPS analysis

埼玉大院理工 ○吉田 考希、リム ホン エン、*上野 啓司

Saitama Univ. ○Koki Yoshida, Hong En Lim and *Keiji Ueno

*E-mail: kei@chem.saitama-u.ac.jp

【序論】遷移金属ダイカルコゲナイド(TMDC)は、遷移金属を M(M=Mo, Nb, etc.)、カルコゲンを Ch(Ch = S, Se, Te)としたときに、MCh₂と表される化合物群である。M が 5 族元素(V, Nb, Ta)の TMDC は、電荷密度波、磁性、超伝導といった特異な物性が注目されている。しかし、5 族 TMDC は金属で酸化されやすく、薄膜応用の研究例は少ない。本研究では 5 族 TMDC の二硫化ニオブ(NbS₂)に注目し、分子線エピタキシー(MBE)装置と、原子層堆積(ALD)法で使用される Nb と S の液体前駆体を使用し、NbS₂ 薄膜の成長を試みた。成長サイクル前後で反射高速電子線回折(RHEED)によるその場での表面構造観察を行った。さらに、正確な薄膜組成の評価のために、試料を大気に曝露せずに X 線光電子分光(XPS)測定を行った。

【実験】実験装置の模式図を Fig. 1 に示す。はじめに、基板となる劈開した合成マイカ基板を MBE チャンバーに装填した。Nb 前駆体(Nb(=N-*t*-C₄H₉)[N(C₂H₅)(CH₃)]₃)を 70 °C、S 前駆体((*t*-C₄H₉)₂S₂)を 60 °C、基板を 300~500 °C、配管を 100 °C に加熱し、60 分程度維持した。成膜前に基板表面を RHEED 観察した後、気化させた Nb, S 両前駆体を、空圧バルブを通して供給した。供給時間や供給サイクル数を制御しながら薄膜を成長し、最後に試料表面の構造を再度 RHEED 観察した。その後、試料を大気に曝露することなく XPS 測定を行い、さらに真空装置から取り出して原子間力顕微鏡(AFM)により表面構造観察を行った。

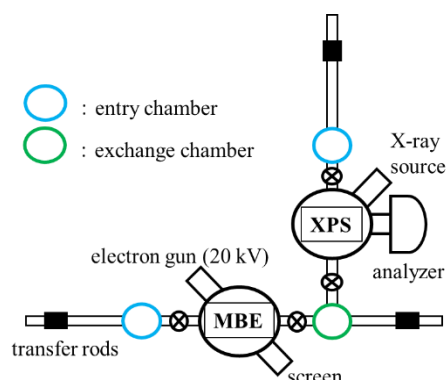


Fig. 1 Schematic view of the MBE and XPS ultrahigh vacuum setup.

【結果・考察】Fig. 2 に基板温度 500 °C で成長させた薄膜の Nb 3d, S 2p, N 1s, O 1s, C 1s の内殻励起 XPS 測定結果を示す。Nb 3d, S 2p 領域にそれぞれ NbS₂ のピーク¹⁾が確認された。また、O 1s, C 1s 領域では明らかなピークは確認されなかったことから、薄膜成長から XPS 測定まで大気中などの酸素や有機物による汚染がないこと、前駆体に含まれていた炭化水素基は残存していないことが確認された。一方で Nb 3d と N 1s 領域でニオブの窒化物(NbN_x)に由来すると思われるピークが確認されたため、Nb 前駆体が完全に分解して S 前駆体と反応しているのではないことがわかった。

【参考文献】1) Leyla Najafi et al., *J. Mater. Chem. A*, 2019, 7, 25593-25608.

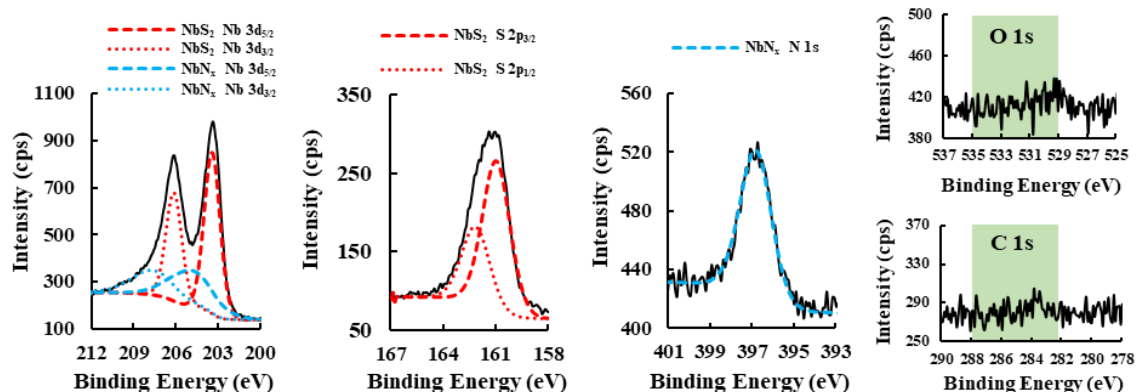


Fig. 2 Nb 3d, S 2p, N 1s, O 1s, C 1s core-excitation XPS spectra of a NbS₂ thin film.