酸化スズ薄膜の斜入射スパッタリング堆積における基板温度依存性

Substrate Temperature Dependence of SnO_2 Thin Films Prepared by Glancing-angle Sputtering

千葉工大院工 [1]，関東学院大材料表面研 [2]　○(M1)亀田 悠真 [1]，井上 泰志 [1]，高井 治 [2]

Chiba Inst. Technol.[1], Kanto Gakuin Univ.[2], ○Yuma Kameda[1], Yasushi Inoue[1], Osamu Takai[2]

E-mail: s18a3040ue@s.chibakoudai.jp

【緒言】SnO_2 は，ガスセンサー材料としてよく利用されている．従来，粉末焼結体が主に利用されてきたが，機械的に脆弱であること，動作温度（300 ℃）保持に要する電力が大きいことなどが課題となっていた．そこで本研究では，ターゲットに対して基板を大きく斜めに設置して成膜を行う斜入射堆積（Glancing-angle deposition：GLAD）法を適用したスパッタリング法により，離散的柱状構造を有する SnO_2 薄膜を作製し，還元性ガスと触れる表面積を増やすことでセンシング特性の向上を目指す．

【方法】本研究では，高周波マグネトロンスパッタリング装置を用いて SnO_2 薄膜を作製した．装置には，成膜時の基板加熱用に，装置内にランプヒーター及び冷却水導入用のフランジを導入した．ターゲットには SnO_2 焼結体ターゲットを使用した．ITO コートガラス基板を，ターゲット法線に対して 85°の傾斜をつけ，ターゲット表面から基板の下端までの距離が 60 mm となるように設置した．成膜装置内を 1.0×10^{-3} Pa 以下まで真空排気した後，Ar を 8.0 sccm の流束で導入した．成膜時の圧力を，2.0 Pa または 10.0 Pa に調整し，SnO_2 焼結ターゲットに 75 W の高周波電力を印加してスパッタリング成膜を行い，基板加熱無しのサンプルと基板加熱 200 ℃のサンプルを作製した．成膜中は 0.2 rpm の速度で基板を自転させた．成膜した SnO_2 薄膜の微細構造を SEM で観察し，結晶性を XRD により評価した．センシング特性は，SnO_2 薄膜試料温度を所定の温度に設定し，測定系内のエタノール濃度変化に対する電気抵抗変化を四端子法を用いて評価した．

【結果および考察】微細構造評価から，作製膜はいずれも緻密な柱状構造であり，離散的柱状構造は示さなかった．XRDの結果から，基板加熱により結晶性が高くなることがわかった．また，粉末XRDパターンと比較すると，いずれのサンプルも(101)面に優先配向性を示し，特に10 Pa・基板加熱の条件で成膜されたサンプルが，非常に強い(101)配向性を示すことがわかった．Fig.1に，エタノール蒸気に曝露後の各作製膜の相対電気抵抗変化を示す．垂直堆積した緻密なSnO_2膜サンプルと比較すると，いずれの斜入射堆積膜も大きく電気抵抗が低下しており，SEMでは観察不可能なほど微小な孔構造が存在しており，表面積が増加している可能性が示唆される．電気抵抗の相対変化量は，いずれの成膜圧力においても，基板加熱により減少した．これらの結果から，SnO_2膜の斜入射スパッタリングにおける基板加熱は，本研究の成膜圧力においては，結晶性および優先配向性の向上には有効であるが，離散的柱状構造化に対しては効果がないことが示された．

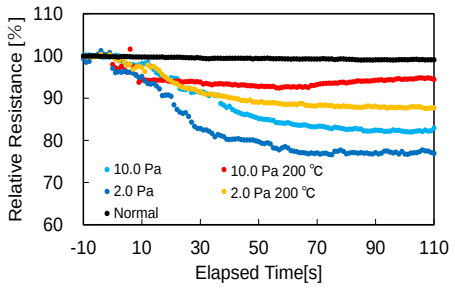

Fig.1 Variations of the electric resistance on the elapsed time after exposure to the ethanol gas, where the resistance data are normalized by each initial value.