

(様式第4号)

XAFS 測定によるニオブドープ酸化チタン薄膜の酸素欠損量解析
Oxygen deficiencies analysis of Nb doped TiO₂ using XAFS measurement

藤吉国孝*、下岡弘和**
Kunitaka Fujiyoshi* , Hirokazu Shimooka**

*福岡県工業技術センター化学繊維研究所、**九州工業大学工学研究院
* Fukuoka Industrial Technology Center, Chemical & Textile Research Institute
** Kyushu Institute of Technology, Department of Applied Chemistry

1. 概要

ニオブドープ酸化チタン薄膜を作製して還元アニーリングすると導電性が発現するが、出発原料が同一の組成でも、薄膜作製条件によってシート抵抗が大きく変化する。そこで本研究では、ニオブドープ酸化チタン薄膜の XAFS 測定を実施し、薄膜の構造解析を行った。その結果、シート抵抗が大きな薄膜では、4990eV 付近にもピークが見られ、ルチル型に特徴的なピーク形状を示した。

(English)

When Nb doped titanium oxide thin film was annealed in reduction condition, the film become a conductor. But seat resistance of this thin film depends on this thin film preparing condition. In this study, Structure analysis of Nb doped TiO₂ thin film using Ti K-edge XANES measurement. The results indicate that the Nb doped titanium oxide thin film which contains the rutile shows large seat resistance.

2. 背景と研究目的：

ニオブドープ酸化チタンは近年発見された透明導電性材料であり、ITO 代替材料として近年大きな注目を集めている¹⁾。その導電性は酸素欠損によるキャリア電子が担っており、実際にニオブドープ酸化チタン薄膜を作製し、還元アニーリングにより酸素欠損を導入することで導電性が発現する現象が報告されている²⁾。一方、われわれがニオブドープ酸化チタン薄膜を作製して還元アニーリングすると、出発原料が同一の組成でも、薄膜作製条件によってシート抵抗が大きく変化することが判った。

そこで本研究では、ニオブドープ酸化チタン薄膜の XAFS 測定を実施し、薄膜の構造解析を行い、シート抵抗との相関関係についての知見を得ることを目的とした。

3. 実験内容：

ガラス基板上に、作製条件を変えて膜厚約 60nm のニオブドープ酸化チタン (Ti_{0.8}Nb_{0.2}O₂) 薄膜を作製し、シート抵抗を測定した。このうち、シート抵抗が小さいもの (sample No. TN-1)、中程度のもの (sample No. TN-2)、大きいものの 3種類について、SAGA-LS11ビームラインにて、

蛍光X線検出器を用いてTi K端とNb K端の XAFS測定を行った。

4. 結果、および、考察：

TN-1、TN-2 と TN-3 の Ti K 端の XANES スペクトルを図 1 に示す。TN-1 では、4970eV 付近にプリエッジピークと、4975 ~ 5010eV にブロードなピークが見られた。TN-2 は TN-1 と類似したスペクトルであったが、シート抵抗が大きな TN-3 では、4990eV にもピークが見られた。

ここで、酸化チタンの Ti K 端の XANES スペクトルにおいて、アナターゼでは 4990eV 付近のピークは小さいが、ルチルでは大きいことが報告されている³⁾。また、同じニオブドープ酸化チタンでも、アナターゼ型ではシート抵抗が小さいが、ルチル型ではシート抵抗が大きいことが知られている。よって、TN-3 では薄膜作製時の何らかのプロセスが要因でルチル型となっており、シート抵抗が大きくなっているものと考えられる。

また、Ti K 端の EXAFS 測定およびその解析を行い、配位数や隣接原子間距離とシート抵抗との相関関係について検討し、酸素欠損量について考察する予定であったが、実際に測定する

とガラス基板中に微量に含まれていた Ba の L_{III} 端の吸収が Ti K 端の EXAFS 領域に見られたことから、EXAFS 解析はできなかった。

更に、TN-1~3 の Nb K 端の XAFS スペクトル測定も行ったが、信号強度が小さく、測定できなかった。

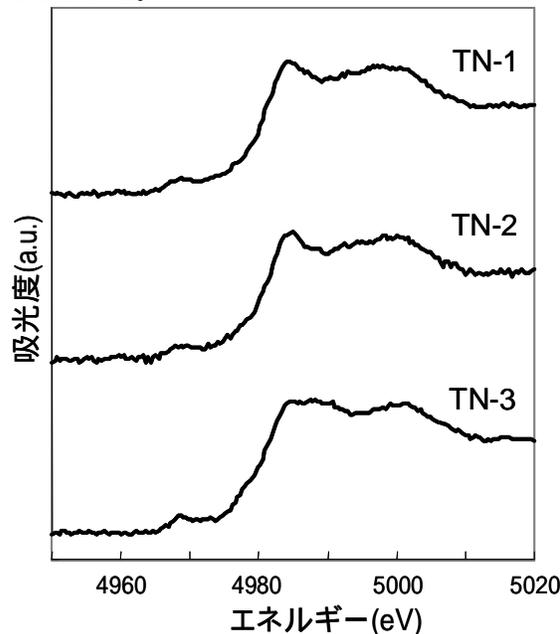


図1 ガラス基板上 $Ti_{0.8}Nb_{0.2}O_2$ 薄膜の Ti K 端の XANES スペクトル。TN-1: シート抵抗が小さいもの、TN-2 シート抵抗が中程度のもの、TN-3 シート抵抗が大きいもの。

5. 今後の課題:

Ba フリーの石英基板上に、同様にニオブドープ酸化チタン薄膜を作製し、Ti K 端の EXAFS 測定およびその解析を行い、配位数や隣接原子間距離とシート抵抗との相関関係について検討する。

6. 論文発表状況・特許状況

本測定結果に関し、現在、論文発表、特許出願の実績は無い。

7. 参考文献

- 1) 一杉太郎、植田敦希、長谷川哲也; セラミックス 42(2007)No.1 pp.32-36
- 2) 古林寛、一杉太郎、日本物理学会誌、61、589-593(2006)
- 3) M F Ruiz-Lopez and A Munoz-Paez; J.Phys.: Condens. Mater 3 (1991) 8981-8990.

8. キーワード

・透明導電性材料

透明かつ電気を通すという特異な性質を有する材料であり、ITO が良く知られている。ノートパソコンや携帯電話の表示素子用電極、太陽電池用電極、プラズマディスプレイパネル用電極、タッチパネルなどに用いられている。

