

MOD 法による Ti ドープした  $V_2O_5$  薄膜の作製Fabrication of Ti-doped  $V_2O_5$  thin films by MOD防衛大 電気電子<sup>1</sup>, 高純度化学研究所<sup>2</sup>○ヴァン・ニュ・ハイ<sup>1</sup>, 前田幸平<sup>1</sup>, 河原正美<sup>2</sup>, 佐村剛<sup>2</sup>, 立木隆<sup>1</sup>, 内田貴司<sup>1</sup>National Defense Academy<sup>1</sup>, Kojundo Chemical Lab<sup>2</sup>○Van Nhu Hai<sup>1</sup>, Kohei Maeda<sup>1</sup>, Masami Kawahara<sup>2</sup>, Tsuyoshi Samura<sup>2</sup>, Takashi Tachiki<sup>1</sup>, Takashi Uchida<sup>1</sup>

E-mail: hailua\_93@yahoo.com.vn

はじめに 我々は、高感度なテラヘルツ波検出器へ応用するため有機金属分解(MOD)法により  $VO_2(M)$ を含む  $VO_x$  薄膜の作製を行っている。しかし、 $VO_2(M)$ は高い抵抗温度係数(TCR)をもつものの、R-T 特性においてヒステリシス性を示すため広い温度範囲において安定した動作を得るのが困難である。このヒステリシス性を消失させる手法として  $VO_2(M)$ に遷移金属をドーピングする方法がある。この中で我々は、Ti ドープした  $V_2O_5$  薄膜を作製し、同薄膜を減圧下で還元焼成することにより Ti ドープした  $VO_2(M)$ を作製する方法に注目している。そこで、本研究では、初期実験として、MOD 法により Ti ドープした  $V_2O_5$  薄膜を作製し、その諸特性を評価することを目的とした。

**実験および結果** バナジウム(V)とチタン(Ti)のカルボン酸金属塩を用い、V に対する Ti のモル比を  $x = 0 - 35\%$ まで変化させながら混合した金属塩を有機溶媒に溶かし込むことにより MOD 溶液を合成した。基板には  $Si_3N_4(300\text{ nm})/SiO_2(300\text{ nm})/Si$  と石英基板を用いた。まず、基板上に MOD 溶液を垂らし、スピナーコートし、 $120^\circ\text{C}$ , 2 min 間プリベーキングを行い、この操作を計 2 回行った。その後、酸素 1 気圧の雰囲気中で温度  $T_p = 400^\circ\text{C}$ , 時間  $t_p = 15\text{ min}$  で仮焼成し、プリカーサ薄膜を作製した。続いて、温度  $T_f$ , 時間  $t_f = 30\text{ min}$  で本焼成を行うことにより Ti ドープした  $V_2O_5$  薄膜を作製した。 $T_f = 655^\circ\text{C}$ で  $Si_3N_4/SiO_2/Si$  基板上に作製した薄膜の X 線回

折 (XRD) による  $2\theta/\theta$ 特性を Fig. 1 に示す。Ti をドーピングしていない  $V_2O_5$  ( $x = 0\%$ ) から Ti を最大にドーピングした  $V_2O_5$  ( $x = 35\%$ ) に至るまで明瞭な  $V_2O_5$  (00 $l$ ) による回折が得られ、 $V_2O_5$  (00 $l$ ) を基本とした良好な軸配向特性が得られた。また、 $x = 25, 35\%$ の薄膜においてわずかながらアナターゼ型の  $TiO_2$  による回折が観測された。さらに、電子顕微鏡 (SEM) により薄膜の表面モロロジーを観測したところ  $x = 0, 5\%$ の薄膜は、平坦なグレイン形状のみが得られた。しかし、 $x = 10\%$ の薄膜ではグレイン間に  $200 - 300\text{ nm}$  程度の大きさの粒状の析出物が観測され、Ti ドープ量を増やすにつれ析出物が  $700 - 800\text{ nm}$  程度まで大きくなった。さらに、 $x = 25, 35\%$ の薄膜ではグレイン間に加えてグレイン上 (グレインの端) にも析出物が現れた。以上の観測結果から、 $T_f = 655^\circ\text{C}$ の本焼成温度において  $x = 10\%$ 以上では  $V_2O_5$ に固溶しきれない Ti が粒状の  $TiO_2$  結晶として析出し、 $x = 25, 35\%$ では  $TiO_2$ による粒状結晶の体積が大きいため X 線回折が観測されたと考えられる。

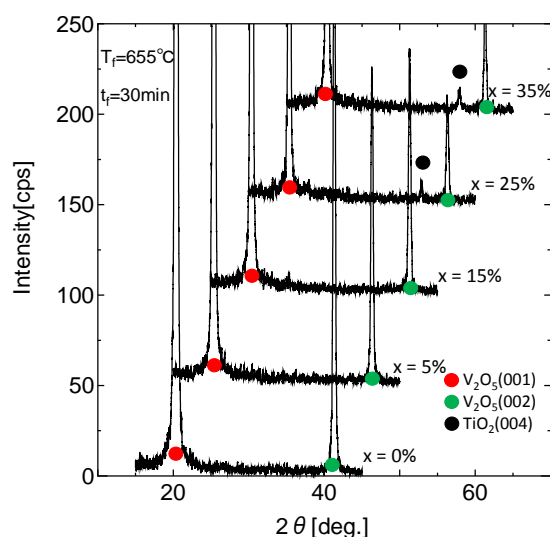


Fig. 1 X-ray diffraction patterns of Ti-doped  $V_2O_5$  thin films on  $Si_3N_4/SiO_2/Si$  substrates.