# 加圧した ITO 前駆体ゲルの解析

Analysis of pressed ITO precursor gel 北陸先端科学技術大学院大学1,高輝度光科学研究センター2 ○廣瀬 大亮¹, 小原 真司²,藤原 明比古²,尾原 幸治²,下田 達也¹ JAIST<sup>1</sup>, JASRI<sup>2</sup>,

<sup>o</sup>Daisuke Hirose<sup>1</sup>, Shinji Kohara<sup>2</sup>, Akihiko Fujiwara<sup>2</sup>, Koji Ohara<sup>2</sup>, Tatsuya Shimoda<sup>1</sup> E-mail: d-hirose@jaist.ac.jp

# 【はじめに】

ゾルゲル法は、溶液から前駆体であるゲルを経て固体を形成する液体プロセスである。液体プロセスは、デバイ ス作製において従来のプロセスと比べて装置コスト、材料効率等が優れているため、環境負荷の小さいプロセス 技術として注目を集めている。近年、前駆体に加温加圧処理を施すことで、作製したデバイスの性能が向上する ということが報告されている $^{1}$ 。この結果は、加温加圧処理がブルゲル法において有用となる可能性を示めして いる。しかし、この現象の解析は行われておらず、メカニズムは不明である。そこで本研究では、加温加圧処理が前 駆体に与える影響を調査することを目的とした。

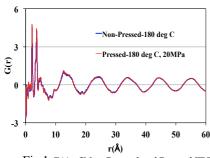
我々はこれまでに ITO 前駆体の構造解析を行っており、100℃程度で乾燥させた ITO 前駆体は、In を含む 10Å程 度の単位構造と、有機物を含む単位間構造から成ることが示唆されている。加温加圧処理が単位構造に与える影 響を高エネルギーX線回折による Pair Distribution Function(PDF)解析によって解析し、有機物に与える影響を FT-IR 測定によって解析した。試料の元素分析をラザフォード後方散乱分光法・水素前方散乱分析法・核反応解析法 (RBS・HFS・NRA)によって解析した。

### 【実験】

ITO 前駆体溶液は、In と Sn の重量比を 95:5、溶媒としてプロピオン酸を用いた有機酸塩系の溶液とした。試 料は、溶液を基板上に滴下し、熱処理によって乾燥させることで作製した。加温加圧処理の条件は、180℃、20MPa とした。高エネルギーX回折及びRBS・HFS・NRA測定は、SiO2/Si基板上に作製した試料を用いた。高エネル ギーX 線回折実験は、SPring-8 X 線回折用ビームライン(BL04B2)にて、61.5 keV の X 線を用いた透過法  $2\theta$  スキ ャンによって行った。測定は、加温加圧処理をした試料及び同じ温度条件で乾燥させた試料に対して行った。規 格化した構造因子より、二体分布相関関数 G(r)を得た。FT-IR 測定は正反射法を採用し、Pt/SiO<sub>2</sub>/Si 基板上に作製 した試料を用いた。

#### 【結果と考察】

高エネルギーX線回折実験から得られた加圧処理を行った試料と処理を行っていない試料のG(r)をFig.1に示す。 結果、どちらの試料においても約 10Åの単位構造を表すスペクトルを示した。加温加圧処理の有無によるスペク トルの違いは見られなかった。FT-IR 測定の結果を Fig. 2 に示す。180℃, 20MPa の加温加圧処理を行った試料及 び100℃乾燥の試料ににおいて、920 cm<sup>-1</sup> と2700 cm<sup>-1</sup> に180℃乾燥の試料では見られない特徴的なピークが見ら れた。RBS・HFS・NRA 測定の結果を Table.1 に示す。ここでは In+Sn の量を 1.0 とした相対量を示す。加温加圧 処理した試料の炭素及び水素量は、100℃乾燥の試料から低下しているものの、同じ乾燥温度の試料と比べ多くな った。これまでに 100℃程度で乾燥した ITO 前駆体は、単位構造及び、単位間構造から成ると示唆されている。 これらのことを踏まえると、①加圧処理は前駆体の単位構造に影響を与えないこと、②加圧処理を行った試料は より低温で乾燥させた試料の状態に近いこと、③加圧処理により単位間構造に多くの有機物がとどまることがわ かった。



Absorbance (a.u.) 3500 3000 2000 1500

Table.1 Results of RBS · HFS · NRA measurement

	In+Sn	H	О	C
Thermal-Press 180 deg C, 20MPa	1.0	2.2	1.6	1.5
Dried 180 deg C	1.0	1.9	1.7	1.1
Dried 100 deg C	1.0	2.3	1.0	2.8

Fig. 1 G(r) of Non-Pressed and Pressed ITO

Fig.2 Results of FT-IR spectrum

# 【参考文献】

- T. Kaneda, J. N. Kim, E. Tokumitsu, and T. Shimoda, Jpn. J. Appl. Phys., 49, 09MA08 (2010) S. Kohara, M. Itou, K. Suzuya, Y. Inamura, Y. Sakurai, Y. Ohishi, and M. Takata, J. Phys.: Condens. Matter 19, 506101 (2007)