

マイクロ波照射下における金属酸化物の自己発熱作用を利用した酸化スズ薄膜の作製

Tin oxide films prepared by microwave heating

静岡大院工, °大橋拓也, 武藤栄, 奥谷昌之

Shizuoka University, °Takuya Ohashi, Sakae Muto, Masayuki Okuya

E-mail: tcmokuy@ipc.shizuoka.ac.jp

【緒言】

透明導電膜の多くはスパッタ法や CVD 法で作製されるが、これらの手法は製膜に長時間を要する。そこで本研究室では、急速加熱や短時間焼成が可能なマイクロ波加熱法による製膜を検討してきた[1]。今回、ITO 透明導電膜の代替材料として期待される酸化スズに着目し、マイクロ波照射下における酸化スズ微粒子の自己発熱現象を利用した製膜について報告する。

【実験】

市販の SnO₂ 微粒子分散液 (SN-100D, 粒径 0.1 μm, 石原産業株式会社) に SnCl₄·5H₂O 水溶液を混合した溶液をスピコート法 (2000 rpm, 5 sec) によりガラス基板上で塗布・乾燥し、マイクロ波の吸収・発熱用の SnO₂ 微粒子層を作製した。

次に、酸化スズ薄膜の原料溶液として、SnCl₂·2H₂O および di-*n*-butyltin diacetate (DBTDA) エタノール溶液のそれぞれにフッ化アンモニウムを添加した 2 種類の混合溶液を調製した。なお、SnCl₂·2H₂O 水溶液は、さらに大気中で 24 h 攪拌して加水分解させたものを製膜に使用した。これらの原料溶液を事前に作製しておいた SnO₂ 微粒子層の上に塗布・乾燥後、半導体式マイクロ波発生装置(富士電波工機(株) FSU-201VP-04)を用い、周波数 2.45 GHz、出力 45 W、照射時間 10 分の条件でマイクロ波を照射して酸化スズ膜を堆積させた。この操作を繰り返し、所定の膜厚の酸化スズを製膜した。なお、本実験に使用したマイクロ波発生装置は、電場と磁場の分離照射が可能なシングルモードであり、製膜の際、電場が垂直に照射されるように基板を設置した。作製した膜は、XRD による構造解析、四端子法によるホール効果測定、および分光器による光学測定により評価した。

【結果】

ガラス基板上に堆積させた酸化スズ微粒子層に対し、マイクロ波照射下における発熱状況を調査した。図 1 に示すように、2.45 GHz, 45 W のマイクロ波照射下で、600°C までの温度上昇によるガラス基板の赤熱が観測され、以降は、この発熱現象を利用して製膜を行った。XRD 測定結果より、形成された 2 種類の膜に不純物は存在せず、いずれも SnO₂ 単相であることが分かった。形成された膜の電気特性を表 1 に示す。製膜時の熱収縮により膜表面に亀裂が発生したため、一般的に使用されている透明導電膜に比べ、抵抗率が 3 桁大きくなった。また、自己発熱促進のため、マイクロ波吸収層を 6 μm 以上に厚膜化する必要があり、透過率が低下した。今後は、微粒子層の薄膜化による透過率の上昇とともに、膜表面の亀裂の発生を抑制し、電気特性向上を目指す。



図 1 マイクロ波 (2.45 GHz, 45 W) 照射による酸化スズ微粒子層の自己発熱現象で赤熱したガラス基板。

表 1 マイクロ波加熱法を用いて作製した膜の電気・光学特性

原料	膜厚[μm]	透過率*[%]	キャリア密度 [×10 ¹⁸ cm ⁻³]	移動度 [cm ² /V·s]	抵抗率 [×10 ⁻¹ Ωcm]
SnCl ₂ ·2H ₂ O	12	26	2.9	3.8	5.8
DBTDA	12	53	11.0	0.7	8.1

【参考文献】

[1] 武藤 他, 2012 年第 73 回応用物理学会学術講演会, 14a-C9-8.

*ガラス基板を含む可視平均値