

# フッ素ドープ酸化スズ膜の加熱による透過率変化

藤井 寿（機械・材料技術部 ナノ材料グループ）

## 1. はじめに

熱処理工程における温度管理では、熱電対や放射温度計が使用されることが多い。しかし、熱処理装置の中には熱電対や放射温度計の設置が難しいケースも多い。そのような状況では熱電対の代わりとして、温度を不可逆的に記録する示温材料を用いた温度測定が行われている。我々はこれまでの研究で、アンチモンドープ酸化スズ (ATO) 膜の透過率変化が示温材料に利用できることを見出し、ATO膜を用いた新たな温度測定方法を開発してきた<sup>2)3)</sup>。

示温材料は一般的に最高到達温度を調べるために用いられるが、熱処理工程では様々な温度プロファイルによる熱処理が行われており、最高到達温度以外の情報を得たいというニーズも高い。そのようなニーズに応えるため、我々は加熱により異なる物性変化を示す複数の材料を組み合わせることで、最高到達温度以外の情報を引き出すことを目指している。ここではATO膜と同じ酸化スズベースの材料であるフッ素ドープ酸化スズ (FTO) 膜について、加熱による透過率変化を調べた結果について報告する。

## 2. 実験及び結果

実験には市販の高耐熱性 FTO 膜を用いた。試料の加熱は電気炉 VTDS-2R (いすゞ製作所製) を使い、300°C、400°C、500°C の 3 水準の温度でそれぞれ 1 時間加熱した。電気炉から試料を取り出した後、室温に戻した状態で試料の透過率の測定を行った。透過率測定には紫外可視分光光度計 UV-3100PC (島津製作所製) を使い、直線透過法で 250～2500 nm の波長範囲で測定した。また、加熱による膜の組成変化は X 線光電子分光 (XPS) 装置 JPS-9000 (日本電子製) を用いて調べた。

図 1 に加熱による FTO 膜の透過率スペクトル変化を示す。300°C および 400°C では、加熱により短波長領域 (600～1400 nm) で透過率が増加する一方で、長波長領域 (1400～2500 nm) では透過率が減少している。一方、500°C 加熱後の試料の透過率スペクトルでは、長波長領域においても 400°C 加熱後試料に比べ透過率が増加している。

図 2 は、加熱前 FTO 膜および 400°C、500°C 加熱後 FTO 膜の、フッ素 (F) の 1s 電子ピーク付近の XPS スペクトルである。図 2 を見ると 500°C ではフッ素のピークが大きく減少していることが分かる。

## 3. 考察

図 1 のような透過率変化の波長依存性 (短波長領域で増加、長波長領域で減少) は ATO 膜と同様の傾向<sup>2)</sup>を示し

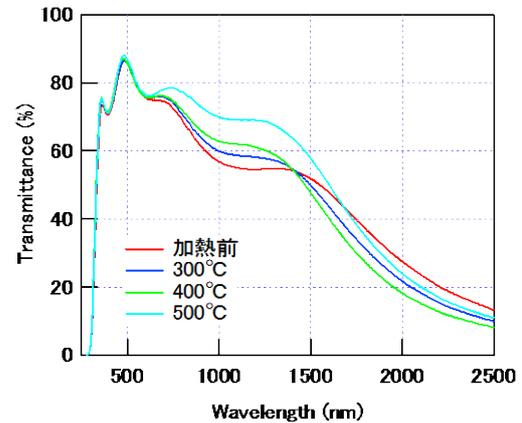


図 1 加熱による FTO 膜の透過率スペクトル変化

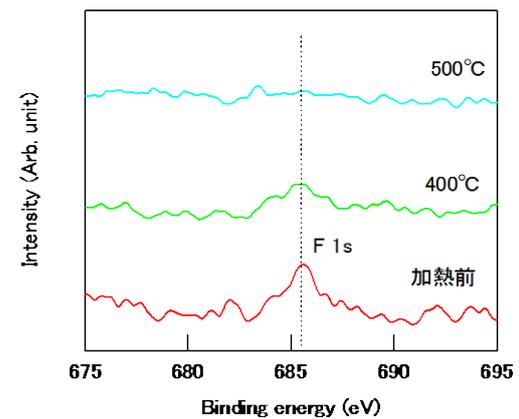


図 2 フッ素 (F) 1s 電子の XPS スペクトル

ており、酸化スズベースの膜に共通の性質と考えられる。一方で 500°C 加熱後試料の長波長領域における透過率増加は、ATO 膜では見られなかった変化である。この原因は図 2 における 500°C 加熱後試料での F 1s ピークの減少と関係していると考えられる。つまり、加熱によるフッ素原子の脱離により伝導電子の減少が起こり、それによって伝導電子による近赤外領域での反射率が減少 (結果として透過率が増加) したためであると解釈できる。

## 【参考文献】

1. 稲葉見敬, 材料試験, **8**, 53 (1959).
2. 藤井寿, 金属, **87**, 397 (2017).
3. WO2017/086280.