

課題番号 : F-19-HK-0050  
 利用形態 : 機器利用  
 利用課題名(日本語) : 粉体塗工した金属基板への ALD 成膜検討  
 Program Title (English) : Study of ALD coating on powder attached to metal substrate  
 利用者名(日本語) : 辻田卓司, 浅香圭亮  
 Username (English) : T. Tsujita, K. Asaka  
 所属名(日本語) : パナソニック株式会社  
 Affiliation (English) : Panasonic Corporation  
 キーワード/Keyword : 成膜・膜堆積、ALD、粉体

### 1. 概要(Summary)

近年、粉体へのコーティング技術が注目されており、1)、2)、ガスの回り込みにより、重なり合う粉体への成膜が期待できる ALD (Atomic Layer Deposition)を用いて Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> の成膜を試みた。

### 2. 実験(Experimental)

#### 【利用した主な装置】

原子層堆積装置(SUNALE-R)

#### 【実験方法】

金属箔上に粉体を塗工して乾燥させたものをサンプルとし、膜厚確認用の Si 基板と一緒に Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> を成膜した。それぞれの成膜に用いた有機金属は、Trimethylaluminium、Titanium(IV) chloride、Niobium(V) ethoxide であり、すべてにおいて H<sub>2</sub>O を酸化剤として使用した。

### 3. 結果と考察(Results and Discussion)

Fig.1(a),(b)に、前回(課題番号 : F-18-HK-0049)に Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>及びNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>成膜を施したものの、Al、Nbの元素マッピング像である。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>はサンプル内部まで成膜されているのに対し、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>は表面近傍のみに成膜されていることが分かる。なお、TiO<sub>2</sub>は、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>同様であることを確認した。

この原因として、Nb 源となる Niobium (V) ethoxide の

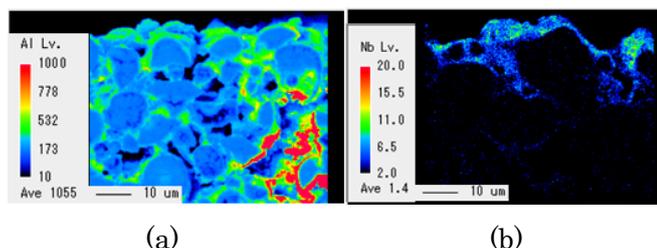


Fig.1 EDX mapping image. (a) Al, (b) Nb

分子サイズが大きいことや蒸気圧が低いことにより、サンプル内部へのガス供給不足、もしくはサンプル内部に入り込んだガスの排気不足を考えた。

そこで、Niobium (V) ethoxide の供給量の増加とサンプル内部の残留ガスを完全排気することを目的に、パルス条件を以下のように変更し、同じ膜厚になるように成膜を施した。

|    | ガス供給条件                              | 排気条件   |
|----|-------------------------------------|--------|
| 前回 | 1.6 sec 1pulse                      | 60 sec |
| 今回 | 1.6 sec 4pulse<br>(pulse 間の排気 2sec) | 70 sec |

しかしながら、Fig.1 (b)に示す結果と比較し、若干の改善は見られたものの、サンプル内部への成膜は実現できなかった。粉体への Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> コーティングを行うには、蒸気圧の高いプリカーサ (例えば、t-Butylimido)tris(diethylamino)niobium(V), TBTDEN)などを用いることや、粉体を動かしながら成膜することが有効であると考えられる。

### 4. その他・特記事項(Others)

参考文献

- 1). Zonghai Chen *et al*, J. Mater. Chem. 20, 7606 (2010)
- 2). Hyeongwoo Kim *et al*, J. Mater. Chem. A, 5, 25077 (2017)

### 5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし

### 6. 関連特許(Patent)

なし