

## マグネトロンスパッタリングダストプラズマを用いた スズ液滴をコアとするコアシェル微粒子の作成プロセス

### Synthesis process of core-shell particulates with tin-droplet core using magnetron sputtering dusty plasma

小山 寛, ○佐々木 浩一 (北大工)

H. Koyama and ○K. Sasaki (Hokkaido Univ.)

E-mail: sasaki@qe.eng.hokudai.ac.jp

[はじめに] 我々は、エネルギーストレージ分野への応用を背景として、低融点金属であるスズ液滴微粒子の周囲を高融点材料の薄膜でコーティングしたコアシェル微粒子を作成するためのプロセス技術の開発を行っている。このようにして作成されたコアシェル微粒子が冷却され、コア部スズ微粒子が固化すると、シェルの内部に空隙が生じると期待され、この点が本プロセスの特徴となる。我々が開発している方法はダストプラズマの原理を活用する。ダストプラズマでは、液滴スズ微粒子をシース端部に浮かせて保持することができるので、その周囲に均一な薄膜を堆積させることが可能である。液滴への薄膜コーティングは一般には難しく、プラズマでしか実現不可能なプロセス技術としての特徴を有すると考える。

[プロセスフロー] 真空容器の上部にマグネトロンスパッタリング源を設置し、スズをスパッタする。このとき、雰囲気アルゴンガス圧を数 100 mTorr と高くすると、スパッタ放出されたスズ原子が気相で凝集し、微粒子化する。このようにして生成したスズ微粒子を真空容器下部に設置した容量結合プラズマ部に輸送し、リング状高周波電極の前面に形成されるシース電場にトラップすると、スズ微粒子はプラズマによる加熱を受けて液滴化する。この状態で、1) メタンガスを導入するするか (CVD)、2) アルゴンガス圧を低下させた上で別のマグネトロンスパッタリング源を用いて銅をスパッタするか (PVD) して、液滴化したスズ微粒子の周囲に水素化アモルファス炭素または銅の薄膜をコーティングした。ただし、2) の場合には、容量結合プラズマ部の電場構造を乱さないために、銅スパッタ源と容量結合プラズマとの間に接地された金属メッシュを挿入する必要があった。その後、高周波リング電極の内側に設置した円形電極に正の直流電位を印加し、微粒子を電気的に吸引して回収した。

[実験結果および考察] 図1は、円形電極の上に置いた TEM 観察用のグリッドに回収した微粒子の TEM 写真である。1) および 2) のいずれの方法でも、コアシェル微粒子を作成し、回収することに成功している。コア部微粒子のサイズは、スズ液滴微粒子を容量結合プラズマ部に保持する時間によって 30–160 nm の範囲で制御可能であった。シェル層の厚さは成膜時間によって調整した。1) の方法で作成した微粒子は表面がなめらかなシェル部を有している。それに対し、2) の方法で作成した微粒子は、シェル部の成膜を 38 mTorr という低ガス圧で行ったのにも関わらず、小さな微粒子の凝集体を示唆する凸凹の表面を持っている。本プロセスで作成されたコアシェル微粒子の特徴として、シェル内部に形成される空隙の効果により、コア部を再び溶融させてもシェル部が破壊されないことを期待している。現在、その成否を調べるための加熱 TEM 観察を計画しており、講演ではその結果についても報告したい。

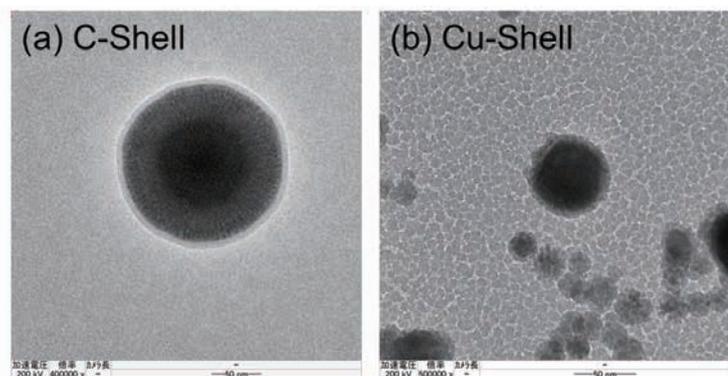


図1: (a) アモルファス炭素および (b) 銅の薄膜をシェル部とするスズコアシェル微粒子の TEM 写真。