28a-D3-2

MOD 法 BiFeO₃ 薄膜焼成プロセスの改良

Improvement of Annealing Process for Preparation of MOD BiFeO₃ Thin Film

京工繊工芸 ⁰河原 英彰, 山下 馨, 野田 実 Kyoto Inst. Tech ⁰H. Kawahara, K. Yamashita, M. Noda E-mail: b9121016@kit.ac.jp

【はじめに】この約 10 年に BiFeO₃薄膜について精力的な研究 が進み多くの成果が得られてきている[1,2]。その中で化学溶液 塗布法による同膜の特性も大きく改善してきている[3]。化学溶 液塗布プロセスには多くの管理すべき個別プロセス条件があり、 それらについての重要性については十分認識されているが、近 年までの報告においても必ずしも全ての効果、影響が明らかに されたとは言い難い。今回我々は化学溶液塗布法である MOD(Metal Organic Decomposition)法を用い化学量論的組成 の BiFeO₃ 薄膜を形成し、個別プロセスとして最終本焼成熱処 理プロセスについて再度検討を進めた。その結果、比較的高い 残留分極密度と比較的低い抗電界の強誘電体ヒステリシス特性 が得られたので以下に報告する。

【実験方法】今回 BiFeO₃ MOD 溶液(豊島製作所)を用い、 Pt/Ti/SiO₂/Si 基板上に膜厚約 330 nm の BiFeO₃ 薄膜を作製し た。BiFeO₃ MOD 溶液を基板上に 4000 rpm-40 sec でスピン コーティングした後、ホットプレートで 150°C-3 min 乾燥させ、 仮焼成 400°C-10 min という工程を複数回繰り返した。その後、 本焼成を 550°C-10 min, 600°C-10 min, 650 °C-10 min の 3 条件 で行い、650 °C処理のサンプルは一部更に 700°C-10 min で最終 焼成を行った。これらの焼成は全て大気中で RTA 装置(ULVAC 社製)を用いて行った。続いて真空蒸着法により Au/Cr を上部電 極として形成した。これらの試料に対し、強誘電体特性評価シ ステム(FCE-3, 東陽テクニカ社製)により強誘電体特性を、 AFM(原子間力顕微鏡)、SEM(走査型電子顕微鏡)により表面形 状を観察した。

【実験結果】Fig.1 に焼成温度の違いによる結晶の粒径と高さを 示す。550℃、600℃で焼成を行った試料では十分な結晶化が見 られなかったが、650℃、700℃で焼成を行った試料では結晶化 が見られた。高温で焼成を行うほど粒径は増大した。次に700℃ で最終焼成を行った試料の AFM 画像を Fig.2 に示す。約 200~700 nm 径が粒状に密に成長していることが分かる。続い て Fig.2 の試料の *P-E* 特性を Fig.3 に示す。室温において 10 kHz で測定したところ、*P-E*ヒステリシス特性を得ることがで き、抗電界 E_c が 260 kV/cm、残留分極値($2P_r$)が 136 μ C/cm²で あった。

【参考文献】

Wang, J. B. Neaton, H. Zheng, V. Nagarajan, S. B.Ogale, B. Liu,
D. Viehland, V. Vaithyanathan, D. G. Schlom, U. V.Qaghmare, N. A. Spaldin, K. M. Rabe, M. Wuttig, R. Ramesh, Science **299**, 1719 (2003).

[2]K. Y. Yun, D. Ricinschi, T. Kanashima, M. Noda, and M. Okuyama, Jpn. J. Appl. Phys., Part 2 43, L647 (2004).

[3]S. K. Singh, H. Ishiwara, and K. Maruyama, J. Appl. Phys., 100, 064102 (2006).



Fig.1 Temperature dependence of grain size and height.



Fig.2 AFM image of BiFeO3 thin film.



Fig.3 *P-E* hysteresis loop of BiFeO₃ thin film.