

大気開放型化学気相析出法で合成した SrO 膜

Synthesis of SrO films by atmospheric chemical vapor deposition technique

長岡技科大 ○小松啓志, 田邊森人, 大塩茂夫, 戸田育民, 村松寛之, 齋藤秀俊

Nagaoka Univ. Tech.

○K. Komatsu, M. Tanabe, S. Ohshio, I. Toda, H. Muramatsu, and H. Saitoh

E-mail : Keiji_Komatsu@mst.nagaokaut.ac.jp

【緒言】酸化ストロンチウム(SrO)は、蛍光材料や電子デバイスとしての応用研究がされている¹⁾。²⁾たとえば、真空プロセスを用いて合成される SrO 膜は、誘電材料用の有機 EL 用の電子注入バッファ層に応用される。一方、真空プロセスを用いない薄膜合成手法の一つに、大気開放型化学気相析出(CVD)法がある。大気 CVD 法では、大気下で気化した金属錯体原料をキャリアガスによって輸送し、空気中で化学反応を起こすことにより加熱された基板上で金属酸化物が析出する。大気開放型 CVD 法は、様々な形態を有する金属酸化物の成長が可能で、たとえば緻密膜やウイスカー形状を有する特異な膜の合成も可能である³⁾。そこで我々は、大気開放型 CVD 装置を用いて、SrO 膜の堆積を試み、その膜の結晶構造と結晶形態を調査した。

【実験方法】大気開放型 CVD 法より N₂ をキャリアガスとして 650℃で加熱した 10x10x0.5 mm³の(100)Si 単結晶基板上に堆積物を得た。前駆体原料にはビス(ジピバロイルメタナト)ストロンチウム(Sr(dpm)₂, 高純度化学製)を用いた。この原料を 300℃に加熱された気化器に挿入して気化させ、キャリアガスも 300℃で予備加熱してから気化器に 5.0 l/min の流量で導入した。気化器からノズルまでの配管温度を 310℃に設定し途中の再結晶を避けた。ノズルから大気に放出された原料は、大気中ならびに加熱した基板上で反応し堆積物を形成する。堆積時間を 1-60 min 間で変化した。ノズルと基板間の距離は、15 mm に固定して実験を行った。試料作製後、X 線回折(XRD)、析出物の表面・断面形態を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて、それぞれ評価した。また、堆積物中の元素分布をエネルギー分散型 X 線分析(EDX)で評価した。

【実験結果と考察】大気開放型 CVD 法を用いて、Sr(dpm)₂ 原料を気化させて、Si 基板上に 60min 堆積させた試料の表面 SEM 像を Fig.1 に示す。六角形状のウイスカー形状の堆積物を確認した。堆積物の形態は、堆積時間の増加に伴い、緻密膜から柱状さらに六角形状のウイスカー形状に変化していた。Figure 2 に得られた堆積物の XRD パターン、(a) 60 min, (b) 30 min, (c) 10 min, (d) 5 min そして(e) 1 min それぞれ堆積したものを示す。得られたすべての試料は、SrO 結晶相を含有していた。得られた六角形状のウイスカーは、面心立方(fcc)結晶の<111>方向の平衡形に基づくものであると推察された。大気開放型 CVD 装置を用いて、<111>方向に優先成長した SrO ウイスカーを得た。

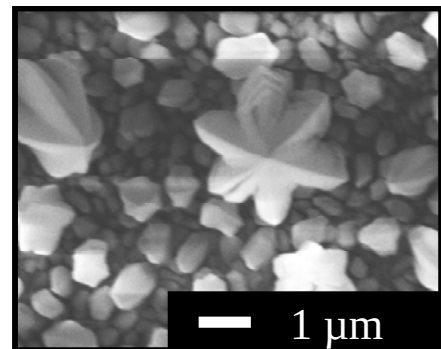


Fig. 1. SEM micrograph of the surface of films deposited on Si(100) substrate. Duration was 60 min.

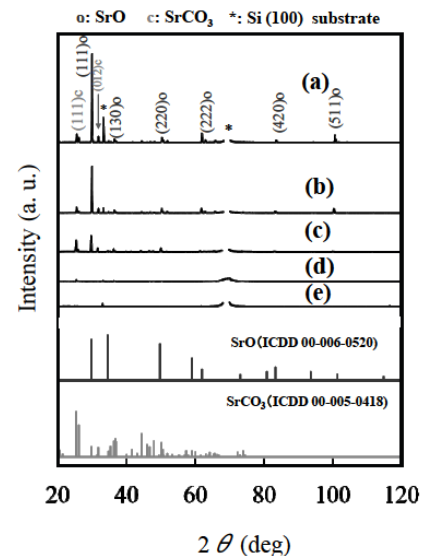


Fig. 2. XRD profiles of films deposited on Si(100) substrates for various durations, (a) 60 min, (b) 30 min, (c) 10 min, (d) 5 min, and (e) 1 min.

- 1) K. Komatsu et al, Ceram. Inter., **39** (2013) 7115-7118.
- 2) K. Tanaka et al, Electro. Comm. Jpn., **86** (2003) 36-41.
- 3) S. Tokita et al, Jpn. J. Ceram. Soc. **111** (2003) 433-435.